



Modélisation du transfert thermique au sein de matériaux poreux multiconstituants

Mathieu Niezgoda

► To cite this version:

Mathieu Niezgoda. Modélisation du transfert thermique au sein de matériaux poreux multiconstituants. Autre. Université d'Orléans, 2012. Français. NNT : 2012ORLE2066 . tel-00829217v2

HAL Id: tel-00829217

<https://theses.hal.science/tel-00829217v2>

Submitted on 25 Jun 2013

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.

ÉCOLE DOCTORALE
ÉNERGIE, MATÉRIAUX, SCIENCES DE LA TERRE ET DE L'UNIVERS

CEA Le Ripault et CEMHTI UPR 3079 CNRS

THÈSE présentée par :
Mathieu NIEZGODA

soutenue le : **11 décembre 2012**

pour obtenir le grade de : **Docteur de l'université d'Orléans**
Discipline / Spécialité : **Énergétique, science et ingénierie des matériaux**

**Modélisation du transfert thermique au sein
de matériaux poreux multiconstituants**

THÈSE dirigée par :
M. Patrick ÉCHEGUT

Directeur de recherche, CEMHTI Orléans

RAPPORTEURS :
M. Alain DEGIOVANNI
M. Denis LEMONNIER

Professeur, LEMTA Nancy
Directeur de recherche, PPRIME Poitiers

JURY :

Président :
M. Jean-Luc BATTAGLIA
Examineurs :
Mme Agnès DELMAS
M. Denis ROCHAIS
M. Benoît ROUSSEAU

Professeur, TREFLE Bordeaux
Maître de conférences, CETHIL Lyon
Chercheur expert senior, CEA Le Ripault
Chargé de recherche, LTN Nantes

“Nove sed non nova.”
“La manière est nouvelle, mais non la matière.”

Remerciements

Bien qu'il s'agisse d'une des premières pages de ce manuscrit de thèse, c'est aussi la dernière page que j'ai rédigée. C'est pourquoi, quand j'en suis arrivé à l'écrire, je me suis dit que la fin de l'aventure de la thèse était proche. J'ai repensé à tous les moments passés et, avant d'entamer une nouvelle expérience, j'ai naturellement souhaité remercier les personnes qui m'ont permis de réaliser le travail dont ce manuscrit est le reflet. Par ces quelques mots, croyez bien que je vous exprime toute ma gratitude.

En premier lieu, je tiens à remercier très chaleureusement Messieurs Alain Degiovanni et Denis Lemmonnier de m'avoir fait l'honneur de rapporter ce travail de thèse, dans un délai relativement bref. Ils ont apporté leur regard très pertinent, issu d'expériences différentes, à ce travail. Mes plus vifs remerciements vont aussi à Monsieur Jean-Luc Battaglia pour avoir présidé mon jury et Madame Agnès Delmas pour avoir accepté d'être membre de mon jury. Ils ont su tous les deux éclairer le débat final à la lumière de leur compétences respectives.

Le doctorant ne pourrait faire avancer la science s'il n'était pas dans un environnement propice avec un encadrement scientifique de qualité. Je remercie donc tous mes encadrants aux grandes qualités scientifiques. Merci à Monsieur Patrick Echegut pour avoir dirigé ma thèse à distance, pour la grande autonomie qu'il m'a laissée, tous ses précieux conseils dont j'ai essayé de faire bon usage et toutes les démarches administratives qu'il a faites pour moi (avec une fin épique!). Merci à Monsieur Benoît Rousseau avec qui, même si Orléans ou Nantes étaient un peu loin, les échanges ont toujours été très fructueux. Enfin, mes remerciements vont donc tout naturellement à Monsieur Denis Rochais avec qui j'ai beaucoup apprécié travailler au CEA Le Ripault, qui a su rester présent quotidiennement quand cela était nécessaire, pour toute l'autonomie avec laquelle il m'a laissée mener mon sujet et pour tout ce qu'il m'a apporté scientifiquement, professionnellement et personnellement. Même s'il ne faisait pas à proprement parler partie de l'équipe encadrante, je tiens à remercier dans ce paragraphe Monsieur Franck Enguehard pour son implication dans mes travaux. Merci d'avoir été présent au bon moment, celui où à mi-thèse, alors que nous démontrions que l'idée initiale n'était pas réalisable, il a fallu reprendre à zéro le modèle 3D. Ses grandes qualités scientifiques qui ont nourri nos échanges, son apport, ses relectures, ont été très précieux et ont eu une grande influence sur mes travaux. Merci à vous de m'avoir laissé libre dans ma démarche tout en gardant toujours en perspective sa finalité.

Ce travail a été effectué conjointement au Commissariat à l'Énergie Atomique et

aux Énergie Alternatives (CEA) Le Ripault et au laboratoire Conditions Extrêmes et Matériaux : Haute Température et Irradiation (CEMHTI) dirigé respectivement par Messieurs Serge Dufort et Dominique Massiot. Je les remercie pour m'y avoir accueilli. Je remercie aussi pour leur accueil dans leur laboratoire Monsieur Christian Deleuze, remplacé par Monsieur Franck Jousse, chefs de département, Monsieur David Mingot, chef de service, Monsieur Guillaume Savignat, remplacé par Monsieur Christophe Tallaron, chefs de laboratoire. Je suis aussi reconnaissant envers Monsieur Philippe Simonetti qui a jugé régulièrement l'avancée de mes travaux.

Je remercie également — je ne pourrai pas tous les nommer ici mais soyez certains que le cœur y est — tous les collègues avec qui j'ai passé trois ans (et même un peu plus) au quotidien. Merci tout d'abord à Monsieur Sylvain Chupin et Monsieur François Guillet pour les innombrables heures passées sur le code à paralléliser ou à résoudre des systèmes linéaires : je vous dois mes résultats de fin de thèse. Merci à Mademoiselle Leire Del Campo et Monsieur Domingos de Sousa Meneses du CEMHTI pour leur aide sur le spectro et leurs discussions : leur point de vue *radiatif* m'a beaucoup aidé. Merci à Monsieur Julien Fouqué pour ses *flashouilles*. Ils ont tous rendu mon séjour au Ripault très agréable et j'en garderai un excellent souvenir.

Je remercie solennellement mon bureau d'Asthéroid dont j'ai été le président : Mademoiselle Aurélie Chilloux, ma secrétaire qui aura fait un travail fantastique pour l'association, Mademoiselle Éva Lecocq, ma trésorière qui aura géré les comptes d'une main de maître, Monsieur Cédric Thomas mon vice-président qui lui aussi a beaucoup donné à l'association, et Monsieur Nicolas Sacré (également collègue) qui l'a bien dynamisée. Je salue également les autres bureaux dont j'ai fait partie comme webmaster et comme vice-président, et plus généralement tous les membres d'Asthéroid de mon époque. Je remercie également Monsieur François Marin, l'assistant communication du CEA Le Ripault, pour sa collaboration.

Pour conclure, je prie les personnes non mentionnées, mais non oubliées, de bien vouloir m'excuser... et à tous ceux qui m'ont soutenu de près ou de loin ou qui m'ont donné le goût pour faire ce métier, j'adresse une pensée amicale.

À mes grands-parents.

- *Donc, quand vous entrez dans une pièce, la première chose à faire, c'est un test de sécurité.*
- *Ah ! J'en étais sûr !*
- *Voilà. Donc vous entrez dans la pièce et, vous faites un tour complet sur vous-même en vérifiant chaque recoin d'un coup d'œil et vous vous remettez en place avant d'avancer. Vous faites un trois cent soixante degrés.*
- *... C'est pas un peu chaud ?*

(Dialogue entre Arthur et Yvain dans Kaamelott)
[A. Astier]

- *Il faut maintenir son regard à 30° quand on subit une attaque. Dans l'absolu, on n'a pas forcément besoin de regarder son ennemi mais c'est une image ça.*
- *30°, ça a un rapport avec la température ou pas ?*
- *Nan !*
- *Ah ouais ! On a bien fait de laisser tomber !*
- *On avait essayé un truc avec des glaçons mais c'était nase !*
- *30° c'est un angle !*
- *Un angle ? !*
- *Les angles c'est un peuple.*
- *Non pff ! 'fin si c'est un peuple mais là on ne parle pas de ça !*
- *C'est hyper compliqué quand même !*

Plus tard...

- *Vous me regardez pas hein !*
- *Non, je suis à 30° !*
- *Vous avez pas trop froid ?*

(Dialogue entre Arthur, Perceval et Karadoc dans Kaamelott)
[A. Astier]

Table des matières

Remerciements	iii
Glossaire	xiii
Introduction	1
1. État de l'art	5
1.1. Études sur le transfert conductif seul	5
1.1.1. Concept de conductivité effective	5
1.1.2. Des modèles empiriques ou analytiques	6
1.2. Études théoriques ou expérimentales sur le transfert radiatif seul	7
1.2.1. Des formules empiriques	8
1.2.2. Étudier à partir de structures numérisées des matériaux	9
1.3. Études sur le transfert couplé conducto-radiatif	10
1.3.1. Premières études de couplage dans des milieux semi-transparentes	11
1.3.2. Un couplage faible des équations par méthodes numériques ité- ratives	12
1.3.3. De nouvelles méthodes de résolution de l'ETR	12
1.3.4. Des travaux sur des multicouches	13
1.3.5. Mais peu d'études en 3D	14
1.3.6. Vers un couplage conducto-radiatif analytique fort...	15
1.4. Conclusion	16
2. Identification de la diffusivité thermique effective de milieux multiconsti- tuants semi-transparentes	19
2.1. La méthode flash pour caractériser la diffusivité thermique	20
2.1.1. Justification du choix de la méthode	20
2.1.2. Description de la méthode flash	21
2.1.3. Estimation de paramètres par méthode inverse	23
2.1.4. Le choix du modèle de caractérisation de la diffusivité thermique et les hypothèses de la modélisation	27
2.2. Modélisation couplée conducto-radiatif de la méthode flash au sein de multicouches composés de matériaux semi-transparentes	30
2.2.1. Description analytique du modèle	30
2.2.2. Étude de corrélation	45

3. Validation du code d'estimation de la diffusivité thermique	55
3.1. Validation du modèle	55
3.1.1. Description de l'appareil réalisant la méthode flash	55
3.1.2. Mesure des propriétés radiatives effectives d'un milieu semi-transparent poreux	61
3.1.3. Les trois matériaux utilisés	69
3.1.4. Validation du code	74
3.2. Vers un modèle 3D	81
3.2.1. Extension du modèle quadripolaire : l'hexadécapôle	81
3.2.2. Modélisation multidimensionnelle du transfert thermique couplé conducto-radiatif par une approche hexadécapolaire	84
 4. Modélisation du transfert thermique en couplage conducto-radiatif dans une structure hétérogène 3D voxélisée	 87
4.1. Les expériences à simuler	88
4.1.1. La fonction du modèle	88
4.1.2. La stratégie de résolution du problème et les hypothèses de la modélisation	90
4.2. L'équation du transfert radiatif	92
4.2.1. Relations entre les luminances dans un voxel	93
4.2.2. Relations entre les luminances entre un voxel et ses voisins	96
4.3. Les facteurs de forme avec absorption	98
4.3.1. Expression analytique de F_O	99
4.3.2. Expression analytique de F_V	99
4.4. L'équation de la chaleur	100
4.5. Les conditions aux limites et initiales	103
4.5.1. Les conditions aux limites de la plaque chaude gardée	103
4.5.2. Les conditions aux limites et initiales de la méthode flash	104
4.6. Une résolution numérique itérative	107
4.6.1. Un problème non linéaire ou le choix de l'algorithme	107
4.6.2. Résolution du système linéaire	109
4.6.3. En parallèle	110
 5. Validation du code de modélisation du transfert conducto-radiatif dans une structure 3D voxélisée	 113
5.1. Implémentation de la résolution du système linéaire	114
5.2. Validation dans le cadre d'une expérience de plaque chaude gardée en conduction pure	115
5.2.1. Cas d'un milieu homogène	115
5.2.2. Cas d'un matériau hétérogène	117
5.3. Validation du couplage conducto-radiatif	119
5.3.1. Cas d'un milieu homogène	119
5.3.2. Apparition de la diffusion du rayonnement	123

Conclusion	129
A. Publication dans <i>Applied Physics Letters</i>	133
B. Publication dans <i>Journal of Physics</i>	137
C. Calculs des facteurs de forme avec absorption	149
C.1. Calcul analytique de F_O	149
C.2. Calcul analytique de F_V	152
C.3. Évolution des facteurs de forme avec absorption en fonction de $\kappa\delta$. . .	157
Table des figures	159
Liste des tableaux	161
Bibliographie	163

Glossaire

Notation	Description	
α_i	Constante de la solution de l'équation de la chaleur d'ordre 4 dans l'espace de Laplace	37
β_i	Paramètre à estimer (Uniquement en 2.1.3)	23
β	Coefficient d'extinction	31
χ^2	Somme des moindres carrés	24
δ	Taille d'un voxel	91
δ_i	Constante dans la densité de flux total	42
$\delta(\lambda_l)$	Dirac à la longueur d'onde du laser flash	32
$\delta(t)$	Fonction Dirac	36
$\overline{\delta \mathbf{x}}$	Solution du système linéaire de l'algorithme de Levenberg-Marquardt	109
$\Delta H_{T_0}^T$	Variation d'enthalpie entre T_0 et T	58
Δt	Pas de temps	102
ΔT	Différence de température	88
ϵ	Constante dans la densité de flux total	42
ϵ	Paramètre de différences finies (Uniquement en 2.2.2)	46
$\varepsilon_1/\varepsilon_N$	Émissivité de la paroi de la couche 1/N	43
$\tilde{\epsilon}$	Fonction diélectrique complexe	61
φ	Densité de flux total	41
$\phi_i/\phi_r/\phi_t$	Flux incident/réfléchi/transmis (Uniquement en 3.1)	63
Φ_{cond}	Flux conductif	100
Φ_{pertes}	Flux dû aux pertes convecto-radiatives	105
Φ_{rad}	Flux radiatif	93
$\vec{\varphi}$	Vecteur de densité de flux total	30
$\vec{\varphi}_c$	Vecteur de densité de flux conductif	30
$\vec{\varphi}_r$	Vecteur de densité de flux radiatif	30
γ_i	Constante de l'exponentielle de la solution de l'équation de la chaleur d'ordre 4 dans l'espace de Laplace	37
$\Gamma_\nu/\Gamma_{-\nu}$	Constantes apparaissant dans le calcul du modèle 1D	39

Notation	Description	
κ	Coefficient d'absorption	31
λ_c	Conductivité thermique phonique	30
λ_{eff}	Conductivité thermique phonique effective d'un milieu homogène équivalent	5
λ_l	Longueur d'onde du laser flash	32
μ	Cosinus de l'angle avec la normale à la surface traversée par le flux radiatif	30
ν	Constante égale à $M^2 - N^2$	35
ϖ	Ratio du temps où la sensibilité (en valeur absolue) est maximale par rapport au temps où la température est maximale	46
Ψ	Énergie volumique	32
ρ	Réfectivité	42
ρ_1/ρ_N	Réfectivité de la paroi de la couche 1/N	43
ϱ	Réfectance spectrale	62
σ	Coefficient de diffusion	31
σ_i	Écart-type (Uniquement en 2.1.3)	26
σ_{SB}	Constante de Stefan-Boltzmann	32
θ	Angle avec la normale à la surface traversée par le flux radiatif (Uniquement page 30)	30
θ	Différence de température par rapport à la température de l'expérience	37
ϑ	Transmittance spectrale	62
τ	Transmitivité	42
Υ_{tot}	Intégrale de la valeur absolue de la sensibilité sur l'ensemble du temps	46
$\Upsilon_{t_{\text{max}}}$	Intégrale de la valeur absolue de la sensibilité sur l'ensemble du temps jusqu'au maximum de la température	46
ξ	Constante dans l'équation de la chaleur d'ordre 4 dans l'espace de Laplace	37
ζ	Terme source représentant le flux volumique exciteur	30
$A_1/A_2/A_3/A_4$	Constantes de la solution du système de Hamaker	35
$\overline{\mathbf{A}}$	Matrice d'un système linéaire	44

Notation	Description	
$B_1/B_2/B_3/B_4$	Constantes de la solution du système de Larkin	35
$\bar{\mathbf{b}}$	Vecteur second membre d'un système linéaire	44
c_0	Vitesse de la lumière dans le vide	31
C	Coefficient de corrélation	26
$C_1/C_2/C_3/C_4$	Constantes apparaissant dans le calcul du modèle 1D	41
$\mathcal{C}$	Conductance	101
$\overline{\mathbf{C}}$	Matrice des covariances	25
e	Épaisseur	30
E	Quantité d'énergie surfacique	32
E	Émittance spectrale (Uniquement en 3.1)	61
$\mathcal{E}$	Luminance du corps noir	93
f_i	Équation d'un problème 3D	107
f_{ij}	Facteur de forme	94
$f(\lambda)$	Distribution de l'énergie en fonction de la longueur d'onde (spectre)	32
F_C	Facteur de forme avec absorption complémentaire	96
F_{ij}	Facteur de forme avec absorption	95
F_O	Facteur de forme avec absorption opposé	95
F_V	Facteur de forme avec absorption voisin	95
$\mathbf{F}$	Fonctionnelle regroupant toute les équations d'un problème 3D	107
G	Grandeur d'intérêt	24
h	Coefficient d'échange convecto-radiatif	41
$\hbar$	Constante de Planck (Uniquement page 31)	31
H	Enthalpie	57
$\bar{\mathbf{h}}$	Vecteur hexadécapolaire	83
$\overline{\mathbf{H}}$	Matrice hexadécapolaire	82
$\imath$	Imaginaire pur unitaire	67

Notation	Description	
k	Indice d'extinction	61
k_B	Constante de Boltzmann	31
L	Luminance totale hémisphérique	30
$L^0(T)$	luminance du corps noir dans le vide à la température locale	31
$\mathcal{L}$	Luminance isotrope équivalente	93
L'	Luminance directionnelle	30
L^+/L^-	Luminances deux flux	33
m	Indice optique complexe	67
M	Coefficient hémisphérique d'extinction	34
$\overline{\mathbf{m}}$	Vecteur hexadécapolaire	83
$\overline{\mathbf{M}}$	Matrice hexadécapolaire	82
n	Nombre de points du thermogramme (Uniquement en 2.1.3)	23
n	Indice de réfraction	31
$\tilde{n}$	Indice optique complexe	61
N	Nombre de paramètres à estimer (Uniquement en 2.1.3)	24
N	Coefficient hémisphérique de diffusion	34
N	Nombre de couches (Uniquement en 2.2.1)	42
N	Nombre de voxels dans la structure numérisée (Uniquement en 4.6)	107
$N_x/N_y/N_z$	Nombre de voxels selon $x/y/z$	103
Ω	Angle solide	30
p	Variable de Laplace	37
P	Coefficient hémisphérique d'absorption	34
$P(\vec{u}' \rightarrow \vec{u})$	Fonction de phase de diffusion	31
Q	Densité surfacique d'énergie déposé par le laser flash	32
Q'	Atténuation de la densité d'énergie	33

Notation	Description	
s	Abscisse curviligne	30
s_0	Abscisse curviligne d'origine	31
S	Luminance de parcours (terme source de l'ETR)	31
$\overline{\mathbf{S}}$	Matrice des sensibilités	25
t	Temps	23
T	Température	30
T_0	Température de l'expérience	36
$T_{\text{ambiante}}/T_{\text{amb}}$	Température ambiante	41
T_c	Température chaude	88
T_f	Température froide	88
$\widehat{T}_i$	Point du thermogramme expérimental	23
T_i	Point du thermogramme théorique	23
T^n	Température à l'instant n	102
$T_{\text{paroi}}/T_{\text{p},.}$	Température à la paroi	105
U	Constante dans l'équation de la chaleur d'ordre 4 dans l'espace de Laplace	37
$\vec{u}$	Vecteur direction de propagation	30
V	Constante dans l'équation de la chaleur d'ordre 4 dans l'espace de Laplace	37
W	Constante dans l'équation de la chaleur d'ordre 4 dans l'espace de Laplace	37
x_{Mie}	Paramètre de taille de Mie	91
X_i/X_i^*	Sensibilité (adimensionnée) à un paramètre	24
$\overline{\mathbf{x}}$	Vecteur d'inconnues	44
z	Coordonnée dans l'axe perpendiculaire au plan	30
z_0	Coordonnée z d'origine	31
$\vec{z}$	Axe de l'abscisse z	30

Notation	Description	
$-$	Grandeur dans l'espace de Laplace	37
λ	Grandeur monochromatique	30
e	Grandeur entrante	32
k	Relatif à la couche k	42
s	Grandeur sortante	32

Introduction

Ce sujet de thèse a pour objectif de résoudre et modéliser le transfert de chaleur couplé conducto-radiatif dans des matériaux poreux multiconstituants¹ à partir de la connaissance de leur microstructure² (ou morphologie³) obtenue par des techniques d'imagerie (tomographie X, FIB/MEB, *etc.*). Les tailles caractéristiques que nous étudions sont comprises entre 1 μm et 1 m. Cette microstructure est représentée par un ensemble de voxels issu d'une reconstruction numérique 3D⁴. Les matériaux poreux multiconstituants sont constitués *a minima* de deux phases : une matrice solide et des pores remplis d'un fluide. L'association des constituants qui les composent donne à ces matériaux des propriétés exceptionnelles du point de vue chimique, mécanique et thermique (c'est ce dernier aspect qui nous intéresse plus particulièrement). C'est pourquoi ils servent dans des applications de plus en plus nombreuses : l'isolation dans l'habitat ou l'aéronautique (jusqu'à des très hautes températures), les réacteurs ou combustibles du domaine du nucléaire, dans le domaine de l'énergie en particulier les piles à combustibles, les tuyères dans l'aéronautique ou les corps de rentrée dans l'aérospatial ou encore les freins dans l'automobile. Il servent aussi à la fabrication d'échangeurs de chaleur, de panneaux ultra lumineux, d'absorbeurs d'énergie ou de sons, d'électrodes de batterie électrique, de déflecteurs ultrasons, de milieux dissipant la chaleur et de bien d'autres applications multifonctions. En effet, leur faible conductivité thermique apparente (ou effective), *i.e.* la conductivité thermique qu'aurait le milieu homogène équivalent au milieu poreux, ou l'anisotropie du transfert de chaleur en leur sein (dans les feutres de carbone par exemple) en fait de bons candidats pour de telles applications. Plus précisément et en particulier, une faible conductivité thermique apparente leur confère une excellente tenue au flux. Cela prolonge le temps nécessaire avant que la température de la surface non exposée n'atteigne sa température critique (destruction, pyrolyse, ablation, *etc.*) dans des applications à hautes températures ou dans lesquelles les matériaux utilisés sont soumis à des flux thermiques très intenses (bouclier thermique de sonde spatiale par exemple).

Les études sur le sujet s'attachent donc à mieux connaître les propriétés thermiques et mécaniques de ces matériaux dans le but d'améliorer et d'optimiser leur comporte-

1. Ces matériaux requièrent souvent des processus d'élaboration complexes et onéreux. Une telle modélisation permettrait donc à la fois de les étudier et de les optimiser sans avoir à les créer matériellement.

2. Nous définissons la microstructure comme la structure microscopique d'un matériau.

3. La morphologie — un concept mathématique utilisé ici en science des matériaux — est l'étude des matériaux en fonction de leur forme, de leur taille, des relations avec leur voisinage (en particulier topologiques), de leur texture et de leurs niveaux de gris ou de leur couleur.

4. Nous verrons plus loin dans ce manuscrit que la taille minimale des voxels est imposée par la longueur d'onde du rayonnement.

ment global en conditions d'utilisation et ainsi de dimensionner des systèmes performants, c'est-à-dire des systèmes les plus isolants et les plus légers possibles. En outre, la connaissance de ces propriétés permet d'avoir les matériaux les plus performants dans de nombreux domaines technologiques et industriels. La taille caractéristique de ces systèmes — typiquement une échelle macroscopique —, est bien souvent supérieure à la taille caractéristique des matériaux poreux — celle des pores donc une échelle microscopique — dont ils sont constitués. À cette échelle macroscopique des systèmes, ces matériaux poreux sont vus comme des milieux homogènes : nous les considérons donc comme équivalents à des milieux homogènes car, pour modéliser le comportement des systèmes dans lesquels ils sont impliqués, les outils numériques de simulation ne peuvent pas prendre en compte la microstructure réelle de ces matériaux⁵. En effet, il est difficile de déterminer simplement les propriétés thermiques de tels matériaux parce qu'elles sont reliées aux propriétés des constituants et à la microstructure (morphologie complexe) — ou texture — du matériau poreux. C'est pour cette raison que, comme plusieurs études dans le domaine, nous nous intéressons également à la détermination des propriétés thermiques effectives de matériaux qui sont — gardons-le à l'esprit — hétérogènes.

Par ailleurs, ces matériaux ont été surtout étudiés à température ambiante dans des cas où le rayonnement n'intervient pas, le transfert de chaleur étant principalement conductif, et leurs propriétés sont relativement bien connues à cette température. En revanche, bien que dans beaucoup d'applications — et c'est en particulier le cas dans notre étude — les températures atteintes sont très élevées (au-delà de 1000 °C), ils ont été beaucoup moins étudiés à haute température. À ces températures, dans les matériaux que nous étudions, le transfert par rayonnement, dont l'énergie émise par la phase solide varie proportionnellement à la puissance quatrième de la température, est loin d'être négligeable. Il peut même souvent intervenir à part égale par rapport au transfert par conduction⁶. Ce transfert radiatif dépend lui aussi de la nature des constituants, de leurs propriétés optiques (paramètres intrinsèques) et de la microstructure (paramètres extrinsèques) du matériau poreux. Ainsi, à l'échelle caractéristique de leur application, les matériaux poreux que nous étudions sont vus comme des milieux semi-transparents. Le transfert de chaleur en milieu semi-transparent est de nature à la fois conductive et radiative et le fort couplage qui existe entre ces deux modes rend difficile la résolution des équations gouvernant le problème. Cette difficulté s'accroît dès lors que l'on réduit le nombre d'hypothèses (problème transitoire, prise en compte d'une diffusion anisotrope, *etc.*). De plus, mesurer le transfert de chaleur à hautes températures dans de tels matériaux requiert de gros équipements et nécessite de maîtriser l'ingénierie de chauffage jusqu'à 3000 °C pour caractériser

5. Les modèles numériques de type éléments finis ou volumes finis peuvent comporter des centaines de milliers voire des millions de mailles pour simuler le comportement d'un système. Prendre en compte la microstructure réelle des matériaux les constituant verrait la taille de ces modèles être multipliée par un facteur variant de 100 à 10000 ; ce qui ne peut pas être pris en charge par les supercalculateurs actuels.

6. Le nombre de Planck, rapport du flux conductif sur le flux radiatif, traduit l'importance d'un mode de transfert devant l'autre.

des matériaux poreux carbonés (par exemple des composites C/C [Hay 2006]). Tout ceci explique pourquoi le nombre d'études traitant d'un couplage conducto-radiatif dans des matériaux poreux à hautes températures est assez faible. À noter enfin que le transfert convectif peut généralement être négligé étant donné la faible taille des pores d'après le critère de Rayleigh (taille de l'ordre de quelques dizaines de microns voire moins pour les nanoporeux) [Bories 1973]. C'est l'hypothèse que nous ferons dans tout ce travail.

Ce manuscrit s'organise de la façon suivante. Le premier chapitre présente un état de l'art portant sur les études liées à la modélisation du transfert thermique en couplage conducto-radiatif appliquée à des matériaux poreux. Cet état de l'art permettra au lecteur de placer nos travaux dans la littérature existante sur le sujet et de voir les contributions propres de notre étude qui est détaillée dans ce manuscrit.

Le premier objectif de ce travail de thèse est de déterminer la diffusivité thermique phonique effective de matériaux poreux *i.e.* la diffusivité thermique qu'aurait le milieu homogène équivalent au matériau. Nous considérons donc ces matériaux poreux comme semi-transparents du point de vue du transfert thermique, ce qui implique un transfert de chaleur en leur sein de nature à la fois conductive et radiative. Le chapitre 2 développe un modèle permettant d'identifier la diffusivité thermique phonique de tels milieux semi-transparents par méthode inverse. Cette modélisation 1D se base sur une résolution semi-analytique couplée de l'équation de la chaleur et de l'équation du transfert radiatif. Elle reproduit ainsi la méthode flash en prenant en compte un couplage conducto-radiatif. Notons que la méthode de résolution développée peut s'adapter à différents types de problème de thermique. Une étude de corrélation a également été menée pour ce modèle afin de montrer que seule la diffusivité thermique pouvait être estimée correctement par celui-ci. Elle sera présentée dans ce chapitre. Ainsi, les autres propriétés des milieux effectifs étudiés (notamment les propriétés radiatives) devront être déterminées expérimentalement. Ils ne seront pas pris en compte dans l'estimation de paramètres dans laquelle seuls la diffusivité thermique phonique et le coefficient de pertes convecto-radiatives seront identifiés.

Le chapitre 3 justifie de la validation de ce modèle en reproduisant trois thermogrammes issus de trois matériaux au comportement différent en réponse à la méthode flash : un matériau purement opaque, le POCO (un graphite densifié), et deux matériaux semi-transparents, un aérogel de silice et le WDS (superisolant thermique). Une inter-comparaison dans le cas d'un matériau transparent a également été menée. Et comme ce n'est pas tout de développer un code de calcul car — évidemment ! — il ne peut donner de bons résultats s'il n'est pas exécuté avec de bonnes propriétés, nous présentons aussi dans ce chapitre les dispositifs expérimentaux et les méthodes d'analyse qui nous permettent d'obtenir ces propriétés nécessaires à l'estimation correcte de la diffusivité thermique phonique effective des matériaux étudiés.

Le premier code permet de faire un tri parmi les matériaux en fonction du besoin. Le second objectif de ce travail est d'être capable de prédire le comportement thermique d'un matériau poreux hétérogène en fonction de la température et à partir de sa microstructure afin de connaître l'influence de la microstructure sur le comportement thermique de ce matériau. Ceci nous permettrait d'orienter la conception et

l'élaboration de matériaux pour optimiser leurs performances thermiques grâce à la compréhension de l'impact d'un procédé d'élaboration et du choix des constituants de base d'un matériau hétérogène sur les propriétés thermiques. Le modèle 1D ne permet pas cela car l'utiliser demanderait de fabriquer de nombreux matériaux à tester, ce qui est coûteux en temps et financièrement. En effet, ce code nécessite la connaissance des propriétés thermiques effectives du matériau hétérogène étudié. Or, si on étudie l'impact d'un jeu de constituants formant un matériau hétérogène sur le comportement thermique du matériau, ces propriétés ne sont pas connues. Elles ne peuvent être déterminées qu'à partir d'une expérience sur le matériau réel fabriqué et d'une estimation de paramètres à l'aide du modèle 1D la reproduisant. Ainsi, le chapitre 4 propose une modélisation 3D du transfert de chaleur couplé conducto-radiatif au sein d'une structure numérique composée de voxels. L'équation du transfert radiatif et l'équation de la chaleur (par l'intermédiaire d'un bilan de flux) sont résolues au sein de chaque voxel. Dans une telle structure, la détermination des inconnues du problème (six luminances et une température par voxel) ne peut se faire que par l'intermédiaire du résolution numérique par le moyen de supercalculateurs.

Enfin, le chapitre 5 valide ce code 3D. Dans un premier temps, nous avons comparé des profils de température en conduction pure avec la même microstructure (homogène et hétérogène). Dans un second temps, nous avons comparé pour un milieu homogène puis pour un matériau poreux — un WDS à structure poreuse suite à un défaut de fabrication —, des profils de température issus du modèle 1D avec les profils de température issus du modèle 3D, tous ces profils résultant de transferts de chaleur couplés conducto-radiatifs. Pour obtenir les profils du modèle 1D, nous avons fourni des propriétés du milieu effectif, tandis que pour obtenir ceux du modèle 3D qui a été exécuté sur des supercalculateurs à partir de la microstructure numérique de ce matériau, nous avons fourni les propriétés locales des constituants. Une fois encore, on montre qu'un bon modèle ne peut donner de bons résultats s'il n'est pas alimenté par de bonnes propriétés.

De nombreuses études et de développements sont envisageables pour la modélisation 3D. Ce manuscrit n'a pu en présenter que la genèse. Nous le terminerons donc en évoquant quelques unes de ces voies possibles.

Chapitre 1.

État de l'art

Entrons à présent dans le détail des études que nous avons pu trouver dans la littérature. Cet état de l'art n'a pas pour vocation d'être exhaustif mais de montrer au lecteur l'apport de nos travaux par rapport aux études existantes reliées au sujet que nous avons étudié en en présentant un panorama bibliographique.

1.1. Études sur le transfert conductif seul

1.1.1. Concept de conductivité effective

Pour déterminer la densité de flux de chaleur par conduction $\vec{\varphi}_c$ dans un milieu poreux, on utilise souvent l'équation suivante en considérant le milieu poreux comme un milieu homogène équivalent [METTI 2010] :

$$\vec{\varphi}_c = -\lambda_{\text{eff}} \overrightarrow{\text{grad}} T$$

Dans cette équation, λ_{eff} est la conductivité thermique phonique effective du milieu homogène équivalent et T sa température. Cette définition de conductivité thermique effective n'a de sens que dans un volume élémentaire représentatif (VER) du matériau hétérogène car il s'agit du volume au-dessus duquel la valeur de la conductivité thermique effective n'est plus soumise à des fluctuations dues à des hétérogénéités. Il s'agit donc du volume minimal représentatif pour considérer le matériau pris dans son ensemble comme équivalent à un milieu homogène. Sa taille varie selon les matériaux. La conductivité thermique effective dépend de la porosité, de la microstructure du matériau et des propriétés de ses constituants. Elle est d'autant plus difficile à estimer que la géométrie de la structure est complexe et que les conductivités thermiques des constituants sont différentes. Si c'est la part conductive du transfert de chaleur dans le matériau poreux qui est recherchée, dans le cas où les phénomènes radiatifs ne sont pas pris en compte, il est nécessaire de travailler à des températures auxquelles ils sont négligeables. S'ils ne le sont pas, la contribution du rayonnement vient augmenter la conductivité thermique effective. Beaucoup d'études concernant le transfert conductif seul se font à température modérée (jusqu'à 300 °C ou 580 K). Mais notons cependant que pour certains matériaux, la part radiative peut déjà contribuer de manière non négligeable à 20 °C, par exemple dans les superisolants [Enguehard 2005, Rochais 2005] au transfert de chaleur.

De la même manière, un de nos objectifs est d'estimer la diffusivité thermique équivalente de matériaux poreux puisqu'ils sont considérés comme équivalents à des milieux homogènes dès la taille de l'échantillon et *a fortiori* dans les systèmes d'applications d'échelle supérieure à leur taille caractéristique où ils sont intégrés. Voilà pourquoi nous avons développé un modèle unidirectionnel d'estimation de la diffusivité thermique effective qui modélise l'expérience de la méthode flash (cf. chapitre 2 et 3). Cependant, afin de ne pas entacher d'erreur nos caractérisations — puisque pour ces matériaux poreux étudiés aussi à haute température le transfert de chaleur est à la fois conductif et radiatif —, nous avons mis en place une modélisation qui prend en compte un couplage conducto-radiatif du transfert de chaleur, ce que ne font pas la majorité des études comme nous allons le constater.

Remarque. La méthode flash est une expérience qui permet relativement aisément en pratique de faire des caractérisations de propriétés thermiques de matériaux à très hautes températures et c'est la raison pour laquelle nous l'avons mise en place au laboratoire. Cette méthode permet l'estimation non pas directement de la conductivité thermique mais de la diffusivité thermique (reliée à la conductivité thermique par une simple relation linéaire : $a = \lambda / \rho c_P$). Voilà pourquoi il s'agit de la propriété que nous étudions mais qui n'est pas forcément celle qui est la plus étudiée dans la littérature.

1.1.2. Des modèles empiriques ou analytiques

Dans le cas où on ne considère que le transfert conductif, il existe différents types de modèles pour déterminer une conductivité thermique effective. Les modèles empiriques ou analytiques permettent de déterminer une conductivité thermique effective à partir de formule faisant intervenir les propriétés des constituants et du matériau poreux. Ces formules sont déduites soit de la morphologie poreuse en supposant une forme de brins et de cellules, soit de l'expérience. Différents travaux proposent des corrélations pour différents types de matériaux (mousses métalliques, céramiques¹, matériaux cellulaires², etc.). Ils relient la conductivité thermique effective des matériaux étudiés à leur porosité, aux conductivités thermiques des constituants et aux fractions volumiques. Russell [Russell 1935], Bauer [Bauer 1993], Glicksmann et Schuetz [Glicksmann 1994], Ahern *et al.* [Ahern 2005] modélisent la structure (parfois sous forme de résistances thermiques) en simplifiant la morphologie. Lu et Chen [Lu 1999] ont étudié plusieurs microstructures cellulaires 2D avec plusieurs types d'imperfections géométriques. Boomsma et Poulikakos [Boomsma 2001, Boomsma 2011] ont développé un modèle analytique basé sur une forme 3D tetrakaidécahédrique des cellules avec un réseau de nœuds cubiques et de ligaments cylindriques. Bhattacharya *et al.* [Bhattacharya 2002] ont représenté des cellules 2D hexagonales avec des fibres de forme hexagonale et des jonctions de fibres. Fu *et al.* [Fu 1998] se sont penchés sur deux modèles de cellules : des cubes pleins et des cubes dans lesquelles une sphère

1. Une céramique est un matériau faiblement poreux généralement constitué de grains connectés et obtenu par mécanisme de frittage.

2. Il s'agit de matériaux de haute porosité généralement constituées de brins et de plaquettes.

vide est insérée en leur centre. Singh et Kasana [Singh 2004] ont proposé un modèle empirique qui prend en compte la circulation non linéaire des lignes de flux et la distribution aléatoire des phases. Wang *et al.* [Wang J.F. 2008] ont développé un modèle semi-analytique à partir d'un squelette symétrique et interconnecté avec des cavités et des bruns. Les cellules sont cubiques avec des jonctions de brins carrées. Lee *et al.* [Lee 1960] ont mené des recherches sur les mécanismes thermiques dans plusieurs céramiques jusqu'à 1250 °C. Ils ont mesuré leur conductivité phonique en fonction de la température et l'ont reliée à leur structure et aux constituants des matériaux.

Ces études ne considèrent que le transfert conductif alors que nous étudions un couplage conducto-radiatif mais elles ont l'intérêt de se rapprocher de la microstructure réelle des matériaux pour en déduire leur conductivité thermique effective et reproduire un comportement. Notre second objectif est identique : nous voulons modéliser le comportement thermique de matériaux poreux à partir de leur microstructure numérisée. Il s'agit du modèle tridimensionnel que nous avons mis en place au chapitre 4 et validé au chapitre 5). Ce modèle nous permettra d'estimer la conductivité thermique équivalente de matériaux poreux avec l'expérience de plaque chaude gardée numérique ou leur diffusivité thermique équivalente à l'aide de la méthode flash (et du modèle d'estimation 1D développé au chapitre 2). Cependant, bien que la microstructure soit prise en compte par ces études, elle ne l'est généralement que de manière approchée en essayant de la représenter par des formes géométriques pour les pores et la matrice solide. Nous avons préféré considérer la microstructure réelle de matériaux que nous étudions à l'aide de technique d'imagerie nous la restituant. Soulignons enfin que seulement quelques unes de ces études se font en température et à des hautes températures, de même que nous souhaitons le faire.

1.2. Études théoriques ou expérimentales sur le transfert radiatif seul

Dans les études précédentes, les milieux sont principalement étudiés à température ambiante où le transfert de chaleur par conduction est dominant et on néglige alors le transfert radiatif. Mais certains chercheurs s'intéressent à leurs propriétés radiatives et le transfert radiatif est alors le seul mode considéré. À hautes températures, le transfert radiatif devient le mode de propagation de la chaleur prépondérant (surtout si la porosité est élevée et/ou si les constituants sont proches d'être transparents aux longueurs d'onde correspondant au rayonnement, typiquement l'infrarouge proche), les matériaux peuvent avoir un comportement semi-transparent et la luminance émise par les surfaces opaques peut se propager par absorption, émission et diffusion. Les propriétés radiatives de matériaux poreux sont alors déterminées par des modèles prédictifs ou des modèles d'identification à partir de mesures expérimentales. On peut appliquer entre autres des méthodes de Monte Carlo qui consistent à suivre le trajet de paquets d'énergie émis par les surfaces opaques, les phases solides ou des éléments de volume dans le cas d'une phase solide semi-transparente. Ces méthodes sont valables

uniquement si la longueur caractéristique des particules d est très grande devant la longueur d'onde λ du rayonnement — le critère à vérifier est que le paramètre de taille de Mie $x_{\text{Mie}} = 2\pi d/\lambda$ soit plus grand que 1 —, alors l'approximation de l'optique géométrique peut être appliquée [Modest 1993, Siegel 2001]. Une autre méthode simple consiste à considérer le matériau comme un milieu semi-transparent homogène équivalent. Le rayonnement est décrit par une luminance homogénéisée obtenue par la résolution de l'équation du transfert radiatif prenant en compte l'ensemble des phénomènes : émission, absorption, diffusion [Modest 1993, Siegel 2001] :

$$\frac{dL_\lambda(s, \vec{u})}{ds} = -\beta_\lambda L_\lambda(s, \vec{u}) + n_\lambda^2 \kappa_\lambda L_\lambda^0(T) + \frac{\sigma_\lambda}{4\pi} \int_{4\pi} L_\lambda(s, \vec{u}') P(\vec{u}' \rightarrow \vec{u}) d\Omega'$$

C'est cette dernière méthode que nous utiliserons dans l'élaboration de nos modèles puisqu'elle permet un couplage fort³ des équations couplées de la chaleur et du transfert radiatif. Néanmoins, les études ne traitant que du transfert radiatif permettent de déterminer les propriétés radiatives d'un milieu que notre modèle 1D ne permet pas d'obtenir — nous verrons pourquoi dans une étude de corrélation en 2.2.2.

1.2.1. Des formules empiriques

Glicksmann *et al.* [Glicksmann 1987, Glicksmann 1992] ont modélisé le transfert radiatif dans des mousses de polyuréthane et ont présenté une formule pour le coefficient d'extinction qui est fonction de la porosité et de la géométrie des cellules. Zhao *et al.* [Zhao 2004, Zhao 2008] ont mené des approches prédictive et expérimentale pour l'estimation des réflectance et transmittance de mousses métalliques. Ils ont proposé un modèle empirique pour le coefficient d'extinction à partir de l'approximation de Rosseland et en ont déduit la conductivité radiative à partir de considérations géométriques. Loretz *et al.* [Loretz 2008, Loretz 2008] ont recherché les propriétés radiatives (coefficients d'extinction, d'absorption et de diffusion, fonction de phase de diffusion) de mousses métalliques par méthode théorique et expérimentale dans une approche de l'optique géométrique. Ils ont développé un modèle qui dépend de la géométrie des particules et l'ont confronté à des modèles plus complexes donnant les propriétés radiatives à partir d'images MEB. On note finalement qu'il y a peu d'études expérimentales sur le transfert radiatif seul car cela requiert des équipements sophistiqués (notamment en termes de moyens de chauffage) surtout pour mesurer à hautes températures et pose divers problèmes de métrologie.

De même qu'en 1.1.2 où seul le transfert conductif était supposé, les études ici présentée ne supposant qu'un transfert radiatif seul tentent de se rapprocher de la microstructure réelle des matériaux — et donc de ce que nous voulons faire — avec

3. Le couplage fort est la résolution mathématique simultanée d'un système d'équations couplées dans lesquelles plusieurs des inconnues apparaissent. Le couplage faible est la résolution successive de ces équations en déterminant une seule inconnue par équation, les autres étant fixées, et en injectant la solution trouvée dans les autres équations. La résolution du système se fait par itérations d'une équation à l'autre dans le cas du couplage faible. Dans le cas du couplage fort, la résolution traite des équations simultanément mais peut aussi se faire par itérations en raison des non-linéarités.

toutefois la même limitation puisque les formules ne se basent que sur des formes géométriques idéalisées de cette microstructure. Pourtant, contrairement au cas d'étude ne traitant que du transfert conductif, il existe des études qui utilisent la microstructure réelle des matériaux à partir de techniques d'imagerie pour traiter du transfert de chaleur par rayonnement. C'est ce dont nous traitons dans la section suivante.

1.2.2. Étudier à partir de structures numérisées des matériaux

Les travaux que nous venons d'évoquer développent des modèles simples qui peuvent largement suffire à étudier des matériaux simples sans avoir recours à des techniques plus complexes et coûteuses. Cependant, dans certains cas, ces modèles peuvent être assez limitatifs du fait des simplifications et ne permettent pas l'étude de morphologies de cellules plus complexes car les structures considérées peuvent être alors assez éloignées de la microstructure réelle des matériaux bien que les propriétés conductives ou radiatives en dépendent fortement. Avec le développement des outils numériques et technologiques, il est à présent possible d'envisager de travailler à partir des morphologies de cellule complexes et proche de la microstructure réelle sans avoir recours à des simplifications comme pour les modèles empiriques ou analytiques. La tomographie X et les autres techniques d'imagerie (MEB, FIB/MEB ⁴ [Vivet 2011, Vivet 2011], *etc.*) permettent d'obtenir des représentations 3D de la morphologie réelle des matériaux poreux à partir desquelles il est possible de déduire leurs propriétés.

Différentes méthodes et études numériques ont permis de déterminer la conductivité thermique effective ⁵ de matériaux poreux soit à partir de représentations théoriques de la structure, soit à partir de représentations 3D des microstructures obtenues par tomographie X. Druma *et al.* [Druma 2004] ont développé un modèle par éléments finis avec des pores sphériques dans une matrice solide. Saadatfar *et al.* [Saadatfar 2004] ont développé un modèle numérique à partir de représentations tomographiques. Les travaux de Wang et Pan [Wang 2002] ont permis de résoudre les équations de transports de l'énergie en utilisant la méthode des réseaux de Boltzmann. Leur méthode reproduit les microstructures des matériaux par croissance aléatoire. Vicente *et al.* [Vicente 2006] puis Brun *et al.* [Brun 2007] ont résolu l'équation de la chaleur dans un milieu 3D issu d'une tomographie X. De même, Coquard et Baillis [Coquard 2009] ont développé un modèle numérique à partir de microstructures 3D obtenues par tomographie X et en utilisant les volumes finis.

Avec la même démarche, différentes méthodes ont été développés pour déterminer les propriétés radiatives (coefficients d'extinction, d'absorption, fonction de phase de

4. Il s'agit d'une technique d'imagerie permettant de reconstruire un volume en 3D en ablatant successivement le matériau de quelques dizaines de nanomètres et en effectuant un cliché MEB de la surface jusqu'à l'ablation totale et donc la reconstruction complète.

5. Dans tout le manuscrit, il ne sera question que de la conductivité et de la diffusivité thermiques propres à un constituant ou à un matériau dites *phoniques* (c'est-à-dire la conductivité ou la diffusivité liée à la conductivité apparaissant dans la loi de Fourier et non une conductivité effective caractérisant le transfert global conducto-radiatif). En outre, ces propriétés sont qualifiées d'effectives quand elles sont relatives au matériau homogène équivalent.

diffusion) des matériaux poreux à partir des propriétés radiatives locales des constituants. Zeghondy *et al.* [Zeghondy 2006] et Taine *et al.* [Taine 2010] ont mis au point une méthode pour déterminer ces propriétés anisotropes de matériaux poreux à partir de fonctions statistiques (méthode RDFI) et d'images tomographiques. Pour des grandes épaisseurs optiques, la conductivité radiative peut être déterminée. Loretz *et al.* [Loretz 2008, Loretz 2008] ont proposé un modèle analytique des propriétés radiatives des mousses métalliques en mettant en avant l'apport de la tomographie X. Coquard *et al.* [Coquard 2012] ont déterminé les propriétés radiatives de mousses métalliques à partir d'images tomographiques et de micrographies stéréoscopiques. Par ailleurs, les études appliquant les méthodes de Monte Carlo par lancers de rayons sont de plus en plus présentes dans la littérature puisqu'elles peuvent à présent être appliquées à des représentations tomographiques 3D de la microstructure ou à des structures numériques. Petrasch *et al.* [Petrasch 2007, Petrasch 2008, Petrasch 2008], qui ont repris la méthode de Taine *et al.*, ont utilisé la technique de Monte Carlo par lancer de rayons sur des tomographies numériques d'une céramique poreuse (de taille de pores de plusieurs dizaines de microns) pour calculer son coefficient d'extinction et sa fonction de phase de diffusion à partir de fonctions de distribution probabilistes du parcours moyen d'extinction. Rousseau *et al.* [Rousseau 2007, Rousseau 2007, Rousseau 2007, Rousseau 2011] ont développé un code de calculs s'appuyant sur une démarche similaire pour simuler les spectres d'émittance et les propriétés radiatives à haute température d'un verre poreux de silice à bulles et de milieux poreux semi-transparents à partir de leur texture obtenue par microtomographie et des indices optiques complexes des phases solides les constituant. Toujours avec la même technique de lancer de rayons, Akolkar *et al.* [Akolkar 2011] ont développé un modèle pour optimiser le transfert radiatif en milieu poreux avec la méthode RDFI de Taine *et al.*. Les propriétés radiatives de milieux poreux sont déterminées par un modèle deux flux.

Comme nous l'évoquions précédemment, ces études ont l'avantage de travailler directement sur la microstructure réelle des matériaux à partir de leur représentation numérique 3D. C'est aussi sur cette base que nous souhaitons travailler. Néanmoins, leur objectif est d'en déduire leurs propriétés radiatives alors que nous nous attachons plutôt aux propriétés thermiques phoniques et à reproduire leur comportement thermique sous diverses sollicitations. Ainsi, pour ce genre de matériaux, nous avons besoin à la fois d'étudier le transfert radiatif mais aussi le transfert conductif.

1.3. Études sur le transfert couplé conducto-radiatif

Tous ces travaux traitent du comportement de matériaux poreux en ne considérant qu'un mode de transfert de chaleur : par conduction ou par rayonnement. Assez peu d'études considèrent un transfert couplé conducto-radiatif ; soit le rayonnement est négligé, soit on ne s'intéresse qu'aux propriétés radiatives et la conduction n'intervient pas. Dès qu'il s'agit d'étudier le comportement de matériaux à haute température et/ou de matériaux semi-transparents, il est nécessaire de prendre un compte le couplage de ces deux modes de transfert de la chaleur pour modéliser ou déterminer

correctement le comportement ou les propriétés d'un matériau. La difficulté de la prise en compte du couplage tient au fait que l'équation de la chaleur est très fortement couplée à l'équation du transfert radiatif. Aussi, il n'existe pas de solution analytique à ce problème de thermique, ni en 1D, ni en 3D. Toutefois, à l'aide d'hypothèses simplificatrices, une résolution semi-analytique est possible en 1D comme nous le verrons dans le chapitre 2. Dans les autres cas, la résolution du problème passe par des méthodes numériques.

1.3.1. Premières études de couplage dans des milieux semi-transparents

Les premiers travaux de modélisation du couplage conducto-radiatif, en particulier traitant de la méthode flash pour des matériaux semi-transparents, sont apparus au milieu des années 1980 avec des études menées par Lallemant. Kunc *et al.* [Kunc 1984] ont cherché à obtenir des valeurs de la conductivité thermique de verres à haute température (900 K) en proposant une méthodologie expérimentale (plaque plane gardée et interféromètre Mach-Zehnder) et numérique (analyse nodale) permettant la séparation des effets conductif et radiatif et modélisant ainsi le transfert de chaleur couplé pour un milieu semi-transparent monodimensionnel non gris et non diffusant. Ping *et al.* [Ping 1989] traitent le problème monodimensionnel du transfert de chaleur instationnaire couplé rayonnement-conduction dans les milieux semi-transparents non gris (plus spécialement les verres) par l'analyse nodale et la méthode des zones de Hottel pour des conditions aux limites thermiques et radiatives variées (températures imposées, interfaces opaques ou à réflexions vitreuses et spéculaires) en examinant les effets de différents paramètres (nombre de Planck, de Biot, de Fourier, émissivités de la couche et indice de réfraction du milieu). André et Degiovanni [André 1995, André 1998] ont proposé un modèle transitoire 1D pour la méthode flash [Maillet 2000] afin d'étudier le transfert de chaleur couplé dans un échantillon, notamment du verre. Ils ont utilisé les différences finies pour l'équation de la chaleur dans laquelle ils ont considéré un terme source radiatif calculé à partir de l'équation du transfert radiatif. Le matériau est considéré comme étant gris par bandes. Ils ont montré que la méthode flash pouvait estimer la diffusivité thermique dans d'autres cas que le seul transfert par conduction, en particulier pour des matériaux semi-transparents de faibles épaisseurs optiques. Hahn *et al.* [Hahn 1997] ont conduit des travaux similaires pour calculer le transfert couplé dans des matériaux semi-transparents à haute température dans le cadre de la méthode flash et pour des faibles épaisseurs optiques. Ils ont utilisé une méthode trois flux pour le transfert radiatif. Siewert [Siewert 1995] a proposé une méthode itérative de Newton combiné à la méthode PN (méthode des harmoniques sphériques) pour résoudre des problèmes de transfert de chaleur couplé. Heinemann *et al.* [Heinemann 1996] ont eux utilisés une méthode deux flux pour calculer le transfert thermique dans des aérogels de silice avec les hypothèses d'un milieu semi-transparent non diffusant et non gris.

Ces premières modélisations sont bien sûr basées sur des formalismes mathéma-

tiques simples, en particulier celui de transfert de chaleur unidirectionnel. Notre modèle d'estimation de la diffusivité thermique, lui aussi 1D, est tout à fait capable de les reproduire. Cependant, contrairement à celles-ci, il utilise une résolution par un couplage fort *i.e.* que nous résolvons simultanément de manière analytique l'équation de la chaleur et l'équation du transfert radiatif. Notre modèle 3D, quant à lui, permet de traiter des géométries plus complexes.

1.3.2. Un couplage faible des équations par méthodes numériques itératives

Une méthode simple largement répandue pour résoudre ce problème couplé est de mettre en place un couplage numérique dit faible parce qu'il ne résout les équations couplées que successivement par itérations. La résolution de l'ETR donne le flux radiatif à une température donnée. Ce flux radiatif est alors réinjecté comme terme source dans l'équation de chaleur grâce à laquelle on calcule une nouvelle température. Cette température est introduite dans l'ETR et on réitère le processus jusqu'à convergence. Le Dez *et al.* [Le Dez 2000] ont ainsi conduit une résolution itérative de l'ETR et de l'équation de la chaleur pour un milieu semi-transparent non diffusant. Il en est de même pour Varady et Fedorov [Varady 2002] qui ont déterminé la conductivité thermique effective d'une mousse de verre à l'aide d'un modèle de plaques chaudes gardées en couplage conducto-radiatif 1D et l'hypothèse de milieu gris par bandes. L'ETR a été résolue par la méthode de Schuster-Schwarzchild (méthode des deux flux) et couplé à l'équation de chaleur de manière itérative. Cheheb *et al.* [Cheheb 2008] ont également utilisé la méthode de résolution de Schuster-Schwarzchild associé à un formalisme quadripolaire pour proposer un modèle de couplage conducto-radiatif dans un milieu semi-transparent soumis à un créneau de flux pour estimer sa diffusivité thermique par méthode inverse.

Le couplage faible, utilisée dans beaucoup d'études qui traitent du couplage conducto-radiatif, donne souvent de bons résultats. Il pourrait donc être envisagé pour notre étude. Cependant, le nombre important de voxels dans une structure que nous étudions nécessite de construire un modèle qui soit numériquement parallélisable. Nous avons choisi de résoudre et d'implémenter le problème thermique par un couplage fort des équations car une telle résolution l'est relativement facilement alors qu'un couplage faible nous semblait l'être moins évidemment. En toute rigueur, les deux approches devraient être testées en parallèle pour définir objectivement quelle est la plus efficace. Cette étude n'aura pas cette prétention et se contentera simplement d'étudier ce problème à l'aide d'un couplage fort, avec les inconvénients qu'il comporte telles que de fortes hypothèses à vérifier notamment, ouvrant ainsi une nouvelle voie d'investigation dans la modélisation des problèmes thermiques.

1.3.3. De nouvelles méthodes de résolution de l'ETR

Au fur et à mesure, la résolution du transfert radiatif et de l'équation de la chaleur a été enrichie par de nouvelles méthodes. Lee et Viskanta [Lee 1998] ont réalisé

un couplage conducto-radiatif dans un verre (sans faire l'hypothèse de milieu gris) considéré comme non diffusant. L'ETR a été résolu par la méthode des ordonnées discrètes. C'est également le cas pour Liu *et al.* [Liu 2001] qui ont travaillé dans le cadre de la méthode flash avec un schéma de différences implicites pour l'équation de la chaleur et la méthode des ordonnées discrètes pour l'ETR. Asllanaj *et al.* [Asllanaj 2004, Asllanaj 2007] ont développé un modèle 1D pour résoudre le transfert de chaleur couplé conducto-radiatif en milieux fibreux non gris avec des conditions aux limites de températures ou de flux imposés. L'ETR est résolue pour une température donnée et un pas de temps donné par la méthode des ordonnées discrètes dans laquelle les coefficients radiatifs spectraux sont déterminés par la théorie de Mie. L'équation de la chaleur est résolue par une transformation de Kirchhoff associée à une méthode des éléments finis P2. Abulwafa [Abulwafa 1999] a étudié un problème conducto-radiatif dans un milieu non homogène plan parallèle à diffusion anisotrope. La technique itérative de Galerkin lui a permis de résoudre les équations couplées sous forme intégrale. Krishnaprakas *et al.* [Krishnaprakas 2001] ont mené une étude de couplage conducto-radiatif dans un milieu plan 1D, gris, à diffusion non linéaire. Les équations intégral-différentielles du problème ont été résolues de manière itérative par la méthode de Numerov pour l'équation de la chaleur et par la méthode des ordonnées discrètes (avec la méthode de Crank-Nicolson) pour l'ETR. Lacroix *et al.* [Lacroix 2006] ont procédé de la même façon mais en travaillant sur un milieu semi-transparent 2D non gris et non diffusant. Sadooghi [Sadooghi 2005] a résolu le couplage dans un milieu semi-transparent céramique en considérant différentes conditions aux limites (environnement radiatif chaud ou froid avec chauffage ou refroidissement par convection). Il a utilisé la méthode des différences finies pour l'équation de la chaleur et l'analyse nodale avec la méthode zonale d'Hottel pour l'équation du transfert radiatif.

Nous le constatons, il existe de nombreuses méthodes plus précises pour résoudre l'ETR dans des problèmes de transfert de chaleur conducto-radiatif. Cependant, ce sont des méthodes qui deviennent souvent de plus en plus complexes dès que l'on rajoute une dimension supplémentaire car cela multiplie le nombre de variables et augmente (de manière souvent exponentielle) les temps de calculs de problèmes qui ne sont alors traitables que par parallélisation voire même par des supercalculateurs. Voilà pourquoi il existe peu d'études traitant du couplage conducto-radiatif en 3D. Nous en détaillons quelques unes ci-après.

1.3.4. Des travaux sur des multicouches

Dans le même temps, plusieurs travaux ont traité d'un couplage conducto-radiatif dans des multicouches. Dalbin *et al.* [Dalbin 1998] ont travaillé sur la méthode flash puis Bianco *et al.* [Bianco 2001] ont proposé un modèle 1D de la méthode flash dans un multicouche⁶ avec les hypothèses de Fourier et avec des propriétés thermiques dépendantes de la température mais l'ETR n'est pas résolue en tant que telle et le

6. Un multicouche est un échantillon composé d'un empilement de couches de matériaux différents. Ces matériaux peuvent être semi-transparents. Un multicouche est par construction hétérogène mais les couches le composant peuvent l'être aussi.

rayonnement est pris en compte par de l'optique. Tan *et al.* [Tan 2002, Tan 2003] et Wang *et al.* [Wang 2002] ont développé un modèle de couplage conducto-radiatif dans un multicouche absorbant et isotropiquement diffusant en résolvant l'équation de la chaleur par la méthode implicite des volumes de contrôle et un schéma spectral par bandes. Le terme source radiatif est calculé par l'ETR avec une méthode de lancer de rayons combinée à la méthode des zones d'Hottel. Bai et Fan [Bai 2007] ont quant à eux utilisé des valeurs moyennes des grandeurs pour modéliser le transfert thermique couplé dans un multicouche poreux non gris.

Les études sur les multicouches sont une première étape vers la prise en compte d'hétérogénéité dans les matériaux. Le modèle d'estimation de la diffusivité thermique que nous avons mis en place reprend cette configuration mais en résolvant de manière couplée analytiquement des équations de la chaleur et de l'ETR. Nous verrons dans le chapitre 3 que nous avons tenté d'adapter cette résolution en 3D dans un formalisme proche des quadripôles adapté au cas conducto-radiatif mais nous avons démontré que c'était impossible. Ceci nous a poussé à développer une autre démarche de résolution pour prendre en compte les transferts dans toutes les directions.

1.3.5. Mais peu d'études en 3D

Elles ne sont bien sûr pas toujours nécessaires car on essaye souvent de simplifier un problème 3D pour le ramener à un problème à une ou deux dimensions. Mais ce n'est pas toujours possible... Ainsi, Coquard *et al.* [Coquard 2006] ont proposé un modèle 1D stationnaire résolvant le couplage conducto-radiatif dans des mousses polymères. Ils ont pris en compte des caractéristiques structurales desquelles ils déduisent une conductivité thermique équivalente. L'équation de la chaleur est résolue par la méthode des volumes de contrôles et l'ETR par la méthode des ordonnées discrètes, le couplage étant réalisé numériquement de manière itérative. Wellele *et al.* [Wellele 2006] ont modélisé le couplage (par méthode des différences finies) dans des matériaux semi-transparents 3D orthotropes gris à haute température dans le cadre de la méthode flash et des plaques chaudes gardées. Ils ont cherché à étendre les modèles mathématiques pour des problèmes où la sollicitation n'est pas un pulse. Mishra *et al.* [Mishra 2007] ont modélisé des problèmes 1D et 2D pour des milieux gris absorbant, émettant et diffusant. Ils ont résolu l'équation de la chaleur par la méthode de lattice Boltzmann et l'ETR par la méthode des volumes finis. Zhao et Liu [Zhao 2007] ont résolu numériquement le couplage dans un milieu semi-transparent 3D par la méthode des éléments spectraux. Coquard *et al.* [Coquard 2009, Coquard 2010, Coquard 2011] ont identifié par méthode inverse la diffusivité thermique, le coefficient d'extinction et l'albédo de mousses à l'aide d'un modèle de la méthode flash. L'ETR est résolue par la méthode des ordonnées discrètes et réinjecté dans l'équation de la chaleur pour trouver la température. Enfin, Trovalet *et al.* [Trovalet 2011, Trovalet 2011] a développé un modèle 3D qui résout l'équation du transfert radiatif par la méthode des volumes finis avec une formulation dite « cell-vertex » s'appliquant à des maillages tétraédriques non structurés pour des milieux semi-transparents absorbant, émettant, gris ou non-gris bordés par des surfaces noires ou opaques à réflexion diffuse. Ils uti-

lisent un schéma de fermeture de type exponentiel pour l'ETR et prennent en compte le couplage conducto-radiatif sur le même maillage avec un code d'éléments finis pour la conduction et le terme radiatif de l'équation de la chaleur est vu comme un terme source. L'intérêt des modèles 3D réside en outre dans le fait qu'eux seuls peuvent permettre des études à partir de la microstructure réelle des matériaux mais nous n'en avons pas trouvé dans la littérature concernant le couplage conducto-radiatif. Ce type d'études est un de nos objectifs car cela nous permettrait d'orienter la conception et l'élaboration de matériaux répondant aux spécifications demandées du point de vue thermique par la modélisation et non plus par des études expérimentales plus longues et plus coûteuses.

Cette dernière étude semble très proche du modèle 3D que nous avons développé. Cependant, contrairement à elle, nous travaillons non pas sur des milieux semi-transparents homogènes mais sur des matériaux poreux à partir de leur microstructure. Pour cela, nos voxels cubiques ne sont pas tous identiques mais peuvent donc être de nature différente, ce qui permet de rendre compte de la diffusion à l'échelle de l'échantillon. Par ailleurs, cette étude mène une résolution itérative en utilisant un schéma de fermeture comme cela est parfois nécessaire avec un couplage faible. En utilisant de résoudre un couplage fort, nos travaux s'affranchissent de cet inconvénient. On constate donc que si quelques études traitent d'un couplage conducto-radiatif, elles ne regroupent jamais toutes les caractéristiques de nos travaux : résolution analytique par un couplage fort des équations du transfert conducto-radiatif pour des matériaux poreux à partir de leur microstructure numérique 3D en température, et c'est en cela qu'ils sont originaux.

1.3.6. Vers un couplage conducto-radiatif analytique fort...

Parmi toutes les études que nous venons de citer, de nombreuses méthodes ont été visitées pour résoudre chacune des deux équations du problème mais jamais autrement qu'analytiquement découplées : le couplage conducto-radiatif n'est ainsi jamais résolu analytiquement par un couplage fort mais par un couplage faible en résolvant les deux équations de manières itératives. Les premières études à l'avoir réalisé sont celles de Lazard *et al.* [Lazard 2000, Lazard 2001, Lazard 2003, Lazard 2004] qui font suite aux travaux d'André *et al.* [André 1995, André 1998]. Ils ont résolu de manière analytique exacte dans l'espace de Laplace (semi-analytique dans l'espace temporel) le transfert de chaleur couplé dans le cadre de la méthode flash dans des couches absorbantes, émettantes et diffusantes (avec des fonctions de phase anisotropes). Les seules hypothèses sont celles d'un problème 1D pour des milieux considérés comme gris avec des luminances hémisphériques non nécessairement isotropes et pour lequel on peut procéder à une linéarisation de la température. Ils ont utilisé la méthode de substitution de noyau et le formalisme matriciel pour finalement estimer leur diffusivité thermique par méthode inverse. Ces travaux ont conduit à montrer que la diffusivité thermique effective d'un matériau semi-transparent pouvait être surestimée (parfois au-delà de 100 %), notamment à température élevée, si le rayonnement n'était pas pris en compte mais seulement la conduction. De même que Degiovanni *et*

al. [Degiovanni 2002], nous avons repris ces travaux [Niezgoda 2009, Niezgoda 2011] (cf. Annexe A). Nous avons modélisé le transfert thermique couplé dans le cadre de la méthode flash appliquée à des matériaux multicouches à haute température. Nous avons utilisé la même démarche de résolution semi-analytique exacte des équations couplées et sommes parvenus à simplifier les expressions des champs calculées présentées par Lazard [Lazard 2000] et à étendre le formalisme quadripolaire de conduction pure à un formalisme hexadécapolaire applicable pour des problèmes conducto-radiatif 1D. Ceci nous a permis d'obtenir numériquement des thermogrammes atypiques issus de la méthode flash sur des matériaux semi-transparents. Cette étude sera présentée et développée en détails dans le chapitre suivant.

1.4. Conclusion

Nous venons de parcourir les études liées à la modélisation du transfert de chaleur couplé conducto-radiatif au sein de matériaux poreux en température et à partir de leur microstructure réelle obtenue par des techniques d'imagerie telles que la tomographie X, la micro-tomographie X, le FIB/MEB, *etc.* Une partie de ces études ne traitent que du transfert de chaleur par conduction (souvent à température ambiante) dans un milieu poreux pour déterminer la conductivité thermique effective du milieu homogène équivalent. La démarche repose sur la représentation de sa microstructure ou morphologie. Celle-ci est en général approchée de manière théorique ou empirique et les formules ne se basent que sur des formes géométriques idéalisées de cette microstructure, mais quelques travaux utilisent la microstructure réelle des matériaux à partir de tomographies. Une autre partie des études ne traitent que du transfert de chaleur par rayonnement pour déterminer les propriétés radiatives du milieu semi-transparent homogène équivalent. Les utilisations de volumes numérisés représentant la microstructure réelle sont plus nombreuses, en particulier dans le cadre des méthodes de Monte Carlo par lancer de rayons. Les objectifs de ce travail de thèse sont d'estimer la diffusivité thermique effective de matériaux poreux et de reproduire leur comportement thermique à partir de leur microstructure réelle obtenue à l'aide de technique d'imagerie. Aussi, il est donc indispensable que nous mettions en place une modélisation qui prend en compte ces deux modes de transfert de la chaleur de manière couplée pour des températures allant de l'ambiante aux très hautes températures.

Modéliser le transfert couplé conducto-radiatif demeure assez difficile. Néanmoins, plusieurs études se sont intéressées à ce type de problèmes moyennant quelques hypothèses simplificatrices. Parmi ces hypothèses, on retrouve souvent celle de transfert de chaleur 1D, le milieu semi-transparent homogène équivalent est parfois considéré comme étant gris et/ou non diffusant ou à diffusion isotrope, *etc.* De nombreuses méthodes ont été développées pour résoudre l'équation de la chaleur et l'équation du transfert radiatif. Le couplage de ces deux équations est résolu de manière numérique par un couplage faible *i.e.* avec le calcul d'un champ par une équation (avec l'autre constant) réinjecté dans la seconde équation pour calculer le second champ et inversement jusqu'à convergence. Par souci d'arriver à paralléliser nos modèles 1D et plus

particulièrement 3D qui le nécessitent, nous avons choisi de résoudre les équations par un couplage fort. Une analyse objective nécessiterait une étude comparative de la performance des deux types de couplage, ce que nous ne pouvons pas faire ici compte tenu de l'ampleur de la tâche. Par cette étude, nous ouvrons malgré tout une nouvelle voie d'investigation dans la modélisation des problèmes thermiques. Par ailleurs, notre modèle 3D [Niezgoda 2012] (cf. Annexe B) permet de traiter des géométries plus complexes.

Une poignée d'études a entrepris une résolution semi-analytique exacte des équations de transfert de chaleur couplées dans le cadre de la méthode flash. Ces études vont constituer le point de départ du travail ici présenté. Ainsi, les études que nous avons détaillé dans cet état de l'art se rapprochent de nos travaux en ce concerne le type de matériaux ou la physique étudiés. Cependant, elles n'en regroupent jamais toutes les caractéristiques : nous pouvons noter qu'aucune ne traite du transfert de chaleur conducto-radiatif en couplage fort dans des matériaux poreux à partir de leur microstructure et peu nombreuses sont celles qui traitent des hautes températures. C'est pourquoi cela constitue l'originalité de ce travail de thèse puisqu'il entreprend une résolution analytique en température du transfert de chaleur couplé conducto-radiatif au sein de matériaux poreux à partir de leur microstructure numérisée *i.e.* représentés par des structures voxélisées obtenues par reconstruction numérique d'images tomographiques. Les seules hypothèses du modèle analytique 1D que nous proposons sont celles de constituants aux propriétés grises par bandes, de luminances isotropes par demi-espace (méthode des deux flux ; la même démarche peut être étendue pour une méthode à N flux) et d'une diffusion isotrope car la diffusion anisotrope n'a que peu d'influence sur la température dans le cadre de la méthode flash. En ce qui concerne notre modèle 3D, nos voxels sont homogènes mais de nature différente et la diffusion apparaît à une échelle plus globale à cause de l'hétérogénéité du matériau. Pour chaque face de chaque voxel, nous travaillons avec les luminances isotropes équivalentes par demi-espace. Les propriétés et grandeurs radiatives de chaque constituant sont effectives pour l'ensemble du spectre *i.e.* qu'elles permettent de reproduire le comportement global de l'échantillon. Enfin, cette étude ne se limite pas à une certaine plage de température, ni à la méthode flash, et le comportement des matériaux à très haute température est envisagé. Rappelons que l'objectif de ce modèle 3D est de reproduire le comportement thermique de matériaux réels ou virtuels afin d'orienter la conception et l'élaboration de nouveaux matériaux et qu'ils répondent à certaines spécifications thermiques.

Chapitre 2.

Identification de la diffusivité thermique effective de milieux multiconstituants semi-transparents

Les matériaux poreux que nous étudions sont utilisés dans des systèmes de grandes échelles, supérieures à l'échelle caractéristique de ces matériaux. À ces échelles, ils sont vus comme des milieux homogènes dont il faut connaître les propriétés pour dimensionner correctement les systèmes et garantir leur intégrité. Nous nous intéressons à la diffusivité thermique phonique de ces matériaux poreux, propriété liée à la conductivité apparaissant dans la loi de Fourier et non une conductivité effective caractérisant le transfert global conducto-radiatif¹. Le premier objectif de ce travail est de déterminer leur diffusivité thermique (phonique) effective *i.e.* la diffusivité thermique qu'aurait le milieu homogène équivalent au matériau. Ce premier code va permettre de faire un tri parmi les matériaux en fonction du besoin. Cet intérêt pour la diffusivité découle du fait que la méthode flash qui permet de la caractériser est une expérience où la mesure se fait sans contact et jusqu'à des hautes températures. Nous considérons donc ces matériaux poreux comme semi-transparents du point de vue du transfert thermique. Ainsi, le transfert de chaleur qui se propage en leur sein est de nature à la fois conductive et radiative.

Nous proposons dans ce chapitre un modèle permettant d'identifier la diffusivité thermique de tels milieux semi-transparents par méthode inverse. Il s'agit d'une modélisation 1D de la méthode flash qui prend en compte le couplage conducto-radiatif; mais la méthode de résolution que nous allons décrire s'adapte à différents types de problème de thermique qui entrent dans ce cadre.

1. C'est-à-dire que les phénomènes radiatifs, bien que pris en compte dans la modélisation pour mener des estimations correctes, ne sont pas comptés dans la propriété phonique.

2.1. La méthode flash pour caractériser la diffusivité thermique

2.1.1. Justification du choix de la méthode

Existe-t-il une expérience qui permette de déterminer la diffusivité thermique d'un matériau ? La réponse est oui, la méthode flash remplit bien cette fonction. Il s'agit d'exciter par un flux impulsionnel (Dirac en théorie) un échantillon sur sa face arrière et de mesurer l'élévation de sa température sur sa face arrière (éventuellement avant). À l'aide d'un modèle théorique adapté, on en déduit par méthode inverse la diffusivité thermique du matériau. Cette méthode, que nous allons décrire plus en détails dans les parties suivantes, a été mise au point par Parker *et al.* [Parker 1961] avant d'être reprise et améliorée par Degiovanni [Degiovanni 1975, Degiovanni 1977]. Initialement, elle a été développée pour les matériaux opaques aux transferts thermiques (dans l'infrarouge) *i.e.* pour des matériaux dans lesquels le transfert de chaleur est considéré purement conductif. La figure 2.1 illustre la réponse en température en face arrière « classique » d'un matériau opaque en réponse à un flux impulsionnel.

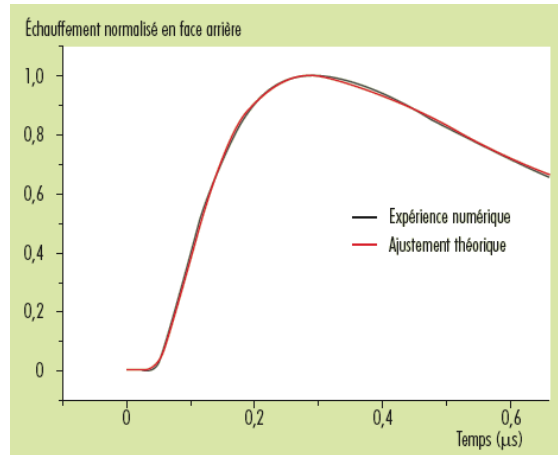


FIGURE 2.1.: Thermogramme d'une expérience flash sur un matériau opaque

Plusieurs éléments caractérisent ce comportement. Un tel thermogramme commence toujours de zéro avec une tangente nulle à l'origine. Après un certain temps (variable selon les matériaux), on peut observer la montée en température avec une inflexion jusqu'à un maximum qui est atteint soit à $t \rightarrow +\infty$ quand il n'y a pas de pertes convecto-radiatives, soit avant une décroissance de la température due aux pertes par convection naturelle et rayonnement.

Cependant, est-il possible d'appliquer cette méthode flash à nos matériaux considérés comme semi-transparents dans lesquels le transfert de chaleur est de nature conductif mais aussi radiatif, ces deux modes de transfert étant couplés ? Nous avons vu à la fin du chapitre précédent que Kunc *et al.* [Kunc 1984] et Ping *et al.* [Ping 1989], puis André et Degiovanni [André 1995, André 1998] et enfin Hahn *et al.* [Hahn 1997],

ont démontré qu'il était possible d'identifier la diffusivité thermique effective de matériaux semi-transparents mais qu'il fallait considérer un modèle prenant en compte le couplage du transfert de chaleur sans quoi la valeur de la diffusivité thermique était surestimée par un modèle considérant le transfert conductif pur.

Ainsi, au regard de ces résultats et en voyant nos matériaux poreux comme des matériaux semi-transparents homogènes, la méthode flash semblerait convenir pour notre étude. Mais quand bien même, la méthode flash n'est pas adaptée pour étudier la diffusivité thermique de matériaux poreux. En effet, le flash envoyé sur la face avant n'est pas absorbé intégralement au niveau de la surface : une partie pénètre dans la masse de l'échantillon à travers la porosité et fausse la mesure. De plus, une partie du rayonnement permettant la mesure de température vient du fond des pores, légèrement en profondeur dans le matériau, qui sont alors vus comme étant en surface : la température mesurée par un détecteur infrarouge n'est alors pas à proprement parler celle de la face arrière du fait de ces porosités de surface. Malgré cela, nous avons décidé de travailler avec la méthode flash car elle présente l'avantage majeur d'être la seule expérience qui permet de faire des caractérisations à très haute température en maîtrisant la température du matériau. Nous devons cependant nous assurer que l'énergie est bien absorbée en face avant et que la température mesurée est bien celle de la face arrière en déposant des couches opaques en faces avant et arrière de l'échantillon.

Les parties suivantes vont donc s'attacher à présenter en détails la méthode flash et le modèle direct que nous avons développé pour estimer correctement par méthode inverse la diffusivité thermique de matériaux poreux considérés comme des milieux semi-transparents.

2.1.2. Description de la méthode flash

La méthode flash est une expérience en régime transitoire qui permet la caractérisation de la diffusivité thermique de matériaux, considérés comme équivalents à des milieux homogènes semi-transparents dans nos travaux. On considère un échantillon en général cylindrique de faible épaisseur devant son rayon de telle sorte que la diffusivité thermique suivant la direction de l'épaisseur puisse être mesurée (modèle 1D). Comme le montre la figure 2.2, la méthode flash consiste à exciter cet échantillon sur sa face avant par un flux impulsionnel réparti uniformément – on utilise souvent un laser – et à mesurer l'évolution temporelle de la température soit en face avant (face qui reçoit l'impulsion), soit, comme cela se fait communément, en face arrière (face opposée à celle recevant l'impulsion). Notre blanc de mesure est présenté à la section 3.1.1, avec les figures 3.1 et 3.2.

Nous ne nous intéresserons dans notre étude qu'à la température en face arrière. L'évolution de cette température peut être modélisée de façon analytique en fonction des propriétés thermophysiques et radiatives de l'échantillon étudié (épaisseur, diffusivité thermique, capacité calorifique, coefficients d'absorption et de diffusion, *etc.*). Afin de simplifier cette résolution, voyons quelles sont les hypothèses que nous pouvons poser.

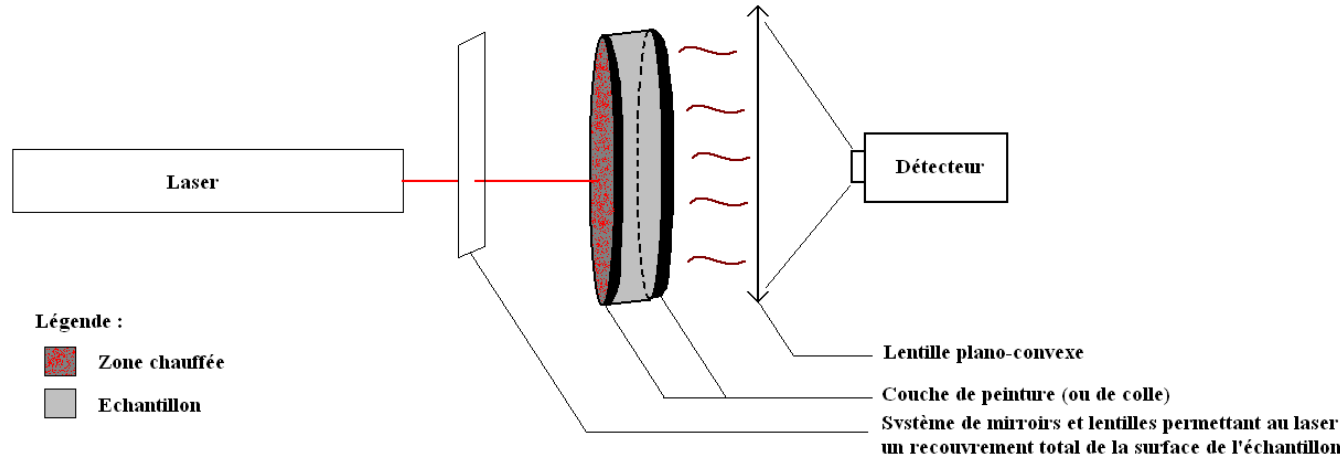


FIGURE 2.2.: Schéma de principe de la méthode flash

- Dans le cadre de la méthode flash, l'élévation de température est faible par rapport à la température de l'expérience. Ainsi, nous supposons que les propriétés thermophysiques et radiatives des matériaux sont constantes au cours de l'expérience et ne dépendent pas de la température.
- Nous supposons que les échantillons sont parfaitement isolés sur la paroi latérale *i.e.* que la paroi latérale est adiabatique et totalement réfléchissante. Il y a cependant des pertes convecto-radiatives en face avant et en face arrière. Nous supposons qu'elles sont modélisables par un unique coefficient d'échange convecto-radiatif.
- Nous considérons que l'impulsion thermique est infiniment brève de sorte qu'elle puisse être théoriquement prise en compte comme un Dirac temporel. Par ailleurs, nous supposons qu'elle est uniformément répartie en espace *i.e.* qu'elle se dépose de manière égale sur chaque unité de surface de la paroi en face avant.

Afin de ne pas perturber l'expérience, la mesure de la température se fait à l'aide d'un détecteur infrarouge (la réponse spectrale du détecteur sera choisie en fonction de la température de l'expérience) qui reçoit le flux venant de la face arrière de l'échantillon à partir duquel on déduit la température moyenne en face arrière. Dans le cas d'un matériau opaque dans l'infrarouge, le flux excitateur est totalement absorbé par l'échantillon en face avant et puisque tout le rayonnement infrarouge est absorbé par l'échantillon, le détecteur ne voit que la face arrière. La chaleur diffuse dans le matériau au cours du temps et après un certain temps, elle arrive en face arrière et ré-émise vers le détecteur qui la reçoit. En revanche, dans le cas d'un matériau semi-transparent dans l'infrarouge, une partie du rayonnement excitateur (infrarouge) n'est pas absorbé par la face avant et traverse directement l'échantillon pour parvenir au détecteur. Ce dernier ne voit donc pas uniquement la face arrière et sans précaution particulière, la température mesurée n'a pas de sens. Pour palier cette erreur

possible, on dépose une fine couche d'un matériau opaque en faces avant et arrière de l'échantillon semi-transparent. Ainsi, le flux excitateur est bien absorbé en face avant de l'échantillon et la ré-émission vers le détecteur est localisée en face arrière. Ce seront bien sûr des considérations à prendre en compte dans la modélisation. La nature des couches absorbantes dépend du type de matériau étudié. S'il s'agit d'un matériau sans porosité ou très peu poreux, on dépose une peinture opaque que l'on a caractérisée au laboratoire. S'il s'agit d'un matériau poreux, on fait pénétrer dans celui-ci une colle composée à 99 % de carbone. Il est alors important de connaître les propriétés effectives du milieu colle + brins du matériau poreux. Comme nous le verrons par la suite, l'épaisseur de ces couches absorbantes joue un rôle sur l'allure du thermogramme du matériau étudié. Il faut donc déterminer avec une bonne précision (de l'ordre de la dizaine de microns) ces épaisseurs.

2.1.3. Estimation de paramètres par méthode inverse

L'objectif de notre étude est d'estimer la diffusivité thermique effective de matériaux poreux. Pour cela, nous allons procéder par méthode inverse. Dans la communauté des thermiciens, ces méthodes, avec les outils et les méthodologies appropriées, sont développées pour le groupe Métrologie Thermique et Techniques Inverses (METTI) de la Société Française de Thermique [METTI 2001]. La méthode inverse consiste à déterminer les paramètres d'un système à partir de la connaissance de la sortie (la réponse à une sollicitation en entrée), de l'état courant et de l'entrée. Dans notre cas, on détermine quelle est la valeur de la diffusivité thermique qui permet de reproduire le thermogramme du matériau en réponse au flux excitateur du flash. Pour cela, nous avons besoin d'établir le modèle direct de l'expérience *i.e.* le modèle théorique associé qui va servir à déterminer ce paramètre à partir du résultat expérimental (appelé thermogramme expérimental).

Une fois le modèle direct établi, on ajuste la diffusivité thermique du modèle de manière à ce que ce modèle théorique reproduise au mieux le thermogramme expérimental issu de la manipulation flash sur le matériau étudié. La nuance se situe dans le terme « au mieux » : cette notion a été précisée avec les différentes méthodes progressivement mises en place et améliorées pour faire des estimations de paramètres. Par exemple, dans le cadre de la méthode flash, une méthode (méthode de Parker) se sert du temps de demi-montée pour estimer la diffusivité thermique. Une autre méthode (méthode des moments) utilise une formule faisant intervenir les temps à différents niveaux de température. Ces méthodes sont peu précises car elles ne font intervenir qu'un ou quelques points de thermogrammes pour l'estimation de paramètres.

C'est pourquoi nous avons choisi d'utiliser la méthode dite des moindres carrés pour réaliser nos estimations de paramètres. Cette méthode utilise l'ensemble des points du thermogramme puisqu'elle cherche à minimiser la somme des écarts quadratiques entre le thermogramme expérimental $\hat{T}$ et le thermogramme théorique T en ajustant dans ce dernier les paramètres β qu'on cherche à estimer. Formellement, il s'agit de minimiser la somme suivante où n est le nombre de point du thermogramme et t le

temps :

$$\chi^2 = \sum_{i=1}^n \left(T_i(t; \beta) - \widehat{T}_i(t; \widehat{\beta}) \right)^2$$

Les différentes étapes du processus d'estimation de paramètres par méthode inverse sont schématisées par la figure 2.3 :

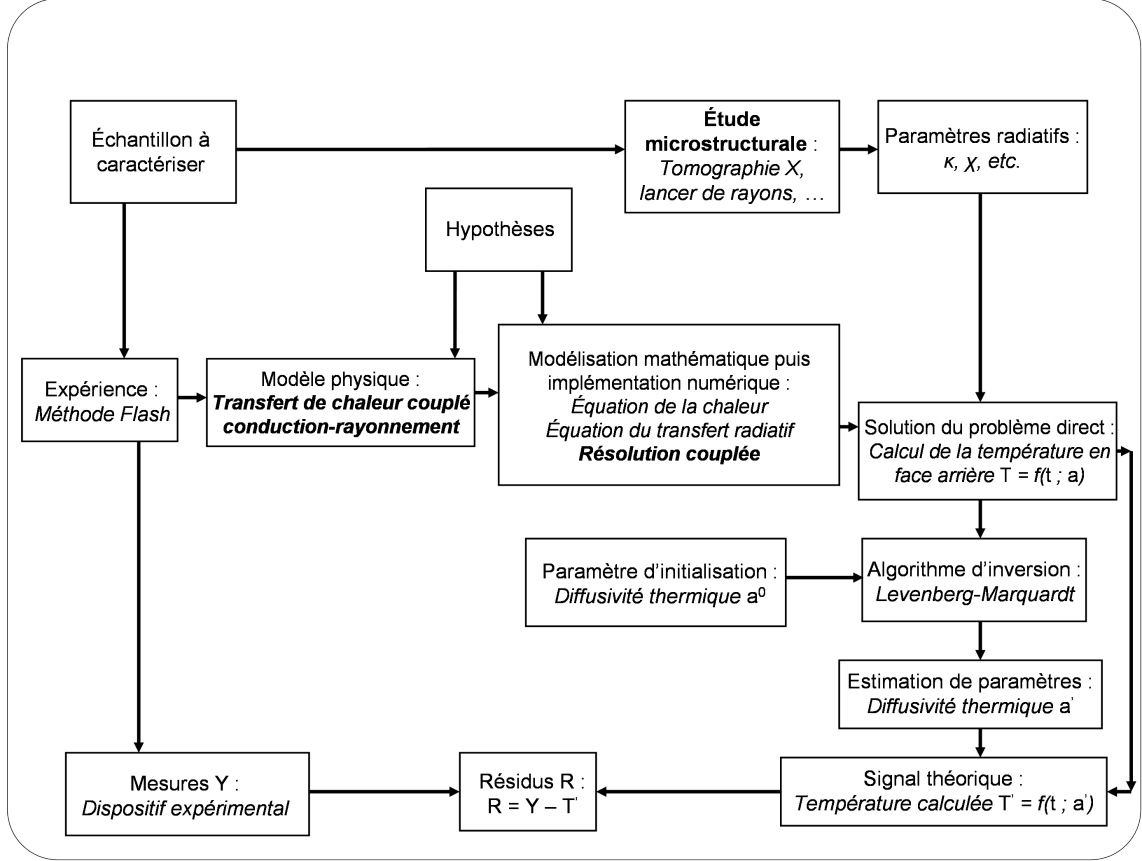


FIGURE 2.3.: Principe d'une estimation de paramètres par méthode inverse

Lorsque l'écart quadratique χ^2 est minimal, on considère que les valeurs des paramètres sont celles qui correspondent le mieux — au sens des moindres carrés — au matériau étudié, dans la mesure où l'expérience est suffisamment bien modélisée. Différents algorithmes de minimisation permettent de réaliser l'estimation de paramètres, parmi lesquels celui de Levenberg-Marquardt [Levenberg 1944, Marquardt 1963, Gill 1978] qui s'avère être très efficace et que nous avons retenu. Il utilise des pondérations pour donner plus d'importance aux temps où le paramètre est sensible.

Une question se pose à présent : n'importe quel paramètre du modèle peut-il être estimé et avec quelle précision ? Plusieurs éléments permettent d'y répondre. Tout d'abord la sensibilité de la grandeur mesurée à un paramètre dans une expérience est calculée par un modèle analytique approprié. La sensibilité d'une grandeur (pour nous la température en face arrière) à un paramètre permet de quantifier l'influence qu'a ce paramètre sur cette grandeur.

Soit β un vecteur regroupant les N paramètres $(\beta_i)_{1 \leq i \leq N}$ dont dépend a priori la grandeur d'intérêt G (pour nous la température dans le cadre de la méthode flash) ; la sensibilité X_i au paramètre β_i est définie comme la dérivée de G par rapport à β_i :

$$X_i(t) = \left. \frac{\partial G(t; \beta)}{\partial \beta_i} \right|_{\beta}$$

Remarque. On suppose que la grandeur G dépend du temps t en plus des paramètres $(\beta_i)_{1 \leq i \leq N}$.

Pour pouvoir comparer les sensibilités entre elles et de façon homogène à la grandeur d'intérêt, on préfère étudier les sensibilités réduites définies de la façon suivante :

$$X_i^*(t) = \beta_i X_i(t) = \beta_i \left. \frac{\partial G(t; \beta)}{\partial \beta_i} \right|_{\beta}$$

Ces coefficients mesurent donc les variations induites sur la grandeur par de faibles variations d'un paramètre et plus ces variations sont importantes (plus la sensibilité est grande), plus la grandeur d'intérêt est sensible au paramètre et meilleure en sera son estimation par méthode inverse. Un paramètre ne pourra être estimé correctement que si la grandeur mesurée est suffisamment sensible à ce paramètre dans le modèle, *i.e.* qu'une faible variation de la valeur de ce paramètre entraîne une variation suffisamment grande de la grandeur d'intérêt.

Une étude de sensibilités permet donc de vérifier que les paramètres que l'on cherche à estimer ont une influence dans le modèle. Si un paramètre a une sensibilité trop faible, il ne pourra pas être déterminé correctement avec l'expérience considérée. De manière générale, moins nombreux sont les paramètres à estimer et meilleure est leur estimation. On a alors intérêt à fixer (à l'aide d'une autre expérience) ces paramètres en question pour les retirer du vecteur des paramètres à estimer. À partir de quelle valeur peut-on dire que la sensibilité est suffisamment grande pour pouvoir estimer correctement le paramètre qui y est associé ? C'est là qu'on s'aperçoit qu'il s'agit d'une notion relativement subjective. Aussi, comme nous allons le voir, d'autres outils sont mis en place pour la compléter.

Une autre condition nécessaire pour pouvoir estimer correctement un paramètre est qu'il ne soit pas corrélé avec un ou plusieurs autres paramètres, *i.e.* que sa sensibilité ne soit pas reliée par une relation linéaire avec celles à d'autres paramètres. On peut quantifier le degré de corrélation entre deux paramètres en calculant la matrice de covariance des estimateurs de paramètres. La matrice des sensibilités est définie par :

$$\bar{\bar{\mathbf{S}}} = \begin{bmatrix} X_1(t_1) & \cdots & X_i(t_1) & \cdots & X_N(t_1) \\ \vdots & & \vdots & & \vdots \\ X_1(t_j) & \cdots & X_i(t_j) & \cdots & X_N(t_j) \\ \vdots & & \vdots & & \vdots \\ X_1(t_n) & \cdots & X_i(t_n) & \cdots & X_N(t_n) \end{bmatrix}$$

d'où la matrice de covariance :

$$\overline{\mathbf{C}} = (\overline{\mathbf{S}} \cdot \overline{\mathbf{S}})^{-1} = \begin{bmatrix} \sigma_{11}^2 & \sigma_{12} & \cdots & \sigma_{1N} \\ \sigma_{21} & \ddots & & \vdots \\ \vdots & & \sigma_{ii}^2 & \\ & & & \ddots \\ \sigma_{N1} & \cdots & & \sigma_{NN}^2 \end{bmatrix}$$

L'écart-type σ_i sur un paramètre β_i , *i.e.* l'incertitude relative sur le paramètre, est défini comme étant la racine carrée du coefficient diagonal ii de cette matrice. Plus l'écart-type est petit, meilleure sera l'estimation. Cette grandeur complète ainsi la notion de sensibilité et permet de juger si elle est suffisamment grande pour pouvoir estimer correctement le paramètre qui y est associé — qui a donc une influence assez grande dans le modèle.

Afin de juger de la corrélation de deux paramètres entre eux, on définit les coefficients de corrélation comme les rapports de la covariance de deux paramètres sur le produit des écarts-type de ces deux paramètres :

$$\forall (i, j) \in \{1 \cdots N\}^2, \quad C(\beta_i, \beta_j) = \frac{\sigma_{ij}}{\sqrt{\sigma_{ii}^2 \sigma_{jj}^2}}$$

En valeur absolue, plus un coefficient de corrélation est proche de 1, plus les paramètres seront corrélés entre eux et moins leur estimation aura de chance d'être correcte (et inversement quand il est proche de 0).

Cette approche communément admise et répandue peut cependant conduire à des mauvaises estimations de paramètres. En effet, un paramètre n'est pas nécessairement corrélé avec un seul paramètre mais peut l'être avec plusieurs. L'outil mathématique des coefficients de corrélation ne permet pas de savoir ce qu'il en est puisqu'il ne donne une indication que sur la corrélation de deux paramètres. Afin de savoir quels sont les paramètres corrélés d'un modèle, nous avons développé une méthode qui se base sur la définition de la corrélation de paramètre. Si plusieurs paramètres d'un modèle sont corrélés entre eux, alors il existe une combinaison linéaire entre les l sensibilités qui y sont associées et on peut écrire la relation suivante :

$$\forall 1 < k \leq N, \forall 1 \leq l < N, \quad X_k = \sum_{\substack{i=1 \\ i \neq k}}^l \alpha_i X_i$$

L'idée est alors de chercher si, pour des sensibilités données, il existe des coefficients permettant d'écrire une combinaison linéaire entre ces sensibilités. En pratique, l'estimation des coefficients peut se faire par la méthode des moindres carrés. Si les résidus entre une sensibilité et une combinaison linéaire d'autres sensibilités sont nuls (sans qu'aucun des coefficients estimés ne soit nul), alors les paramètres concernés sont corrélés. Si les résidus ne sont pas nuls *i.e.* si on n'arrive pas à trouver des coefficients permettant de vérifier une telle égalité, alors, en toute rigueur, on ne peut rien

conclure. Cependant, en admettant que l'algorithme d'estimation de paramètres est suffisamment efficace pour déterminer les coefficients quand ils existent, on en déduit que les paramètres concernés ne sont pas corrélés entre eux. Il convient alors de voir (par une étude similaire) s'ils ne le sont pas en prenant en compte un ou plusieurs paramètres supplémentaires.

Si des paramètres sont corrélés, aucun ne pourra être identifié correctement. Dans le cas d'un problème non linéaire (problème où les sensibilités dépendent de la grandeur mesurée) et/ou d'un problème où plus d'un paramètre est à estimer, l'étude de corrélation peut s'avérer complexe car les sensibilités dépendent des valeurs des paramètres à estimer et une conclusion ne peut souvent être faite que pour un jeu de paramètres donnés et avec la grandeur d'intérêt fixée à une certaine valeur.

Dans notre étude, le seul paramètre à estimer est la diffusivité thermique. Après avoir décrit la résolution de notre problème *i.e.* comment on obtient le modèle direct, nous ferons son étude de sensibilité et nous montrerons dans la suite de ce chapitre que ce paramètre peut correctement être estimé par cette expérience flash.

2.1.4. Le choix du modèle de caractérisation de la diffusivité thermique et les hypothèses de la modélisation

La modélisation en physique permet de représenter finement un phénomène observé pour l'étudier ou le prédire. Souvent, voir le sens physique d'une solution à un problème est important. Cependant, les problèmes étudiés deviennent avec le temps de plus en plus complexes et l'utilisation de l'outil numérique s'avère incontournable dans de nombreux cas. De ce fait, ce sens physique n'est plus visible bien souvent qu'à travers des résultats issus de calculs numériques. Pourtant, pour s'affranchir des inconvénients du numérique (longs temps de calculs, problèmes de maillage, *etc.*), il peut être pertinent d'utiliser des résolutions analytiques qui présentent les avantages d'alléger les calculs pour aboutir rapidement à un résultat et de fournir une solution interprétable physiquement. Voilà pourquoi nous avons décidé de résoudre notre problème de la manière la plus analytique possible.

Nous avons vu dans le chapitre précédent que la prise en compte du couplage conducto-radiatif s'avère assez complexe. Aucun travail sur le sujet n'a traité d'un couplage analytique à l'exception des travaux de Lazard *et al.* [Lazard 2000]. Le couplage est en général réalisé de manière numérique en réinjectant les résultats de l'équation du transfert radiatif dans l'équation de la chaleur et inversement jusqu'à convergence. Lazard *et al.* ont développé un modèle 1D de la méthode flash prenant en compte le couplage conducto-radiatif et permettant d'estimer la diffusivité thermique de matériaux semi-transparents absorbant, émettant et diffusant. Avec les hypothèses de milieu gris, de luminances hémisphériques isotropes et en linéarisant le terme de température à l'ordre 4, ils ont mené une résolution semi-analytique exacte dans l'espace de Laplace. Il nous a paru judicieux et pertinent de nous baser sur ces études pour les approfondir et les adapter à nos matériaux. Nous avons ainsi choisi ce type de résolution pour plusieurs raisons :

- son efficacité, les thermogrammes expérimentaux sont très fidèlement reproduits et la diffusivité thermique effective est estimée avec une erreur de l'ordre de quelques pour-cents,
- sa simplicité, ce modèle est facile à mettre en place et permet d'étudier les matériaux en température,
- son adaptabilité, le modèle que nous avons développé peut être utilisé dans différentes configurations (monocouche ou multicouches), pour des propriétés de matériaux variables et l'expérience considérée peut très facilement être modifiée en changeant les conditions initiales et/ou aux limites.

Passons à présent en revue et explicitons plus en détails les hypothèses permettant la mise en place d'une modélisation semi-analytique de la méthode flash destinée à un problème inverse.

- L'échantillon est donc considéré monodimensionnel plan compris entre deux faces planes parallèles supposées opaques et totalement émettantes. Les couches opaques en faces avant et arrière permettent de vérifier cette hypothèse car elles se comportent presque comme un corps noir.
- Le transfert de chaleur est de nature couplée conductive et radiative et se propage dans une seule direction (problème 1D). Du fait de la faible taille des pores, la convection est inexistante d'après le critère de Rayleigh (1916) [Bories 1973] :

$$Ra = \frac{g\beta\Delta T d^3}{a\nu} \leq 1700$$

où g est l'accélération de la pesanteur, β le coefficient de dilatation du fluide à pression constante, ΔT l'écart de température dans le milieu, d la dimension caractéristique des pores, a la diffusivité thermique du fluide et ν sa viscosité cinématique. L'hypothèse d'unidimensionnalité se justifie par le rapport des dimensions d'une faible épaisseur devant le diamètre de l'échantillon. De plus, les parois latérales sont adiabatiques et totalement réfléchissantes.

- On suppose que l'échantillon peut être composé d'un empilement de couches, aux propriétés qui sont propres à chacune d'elles, pour former un multicouche. Chaque couche est supposée être un milieu isotrope et considéré comme équivalent à un milieu homogène semi-transparent (absorbant, émettant et diffusant). Le contact entre les couches est supposé parfait (pas de pont ni de résistance thermiques).
- Le problème possède une symétrie azimutale *i.e.* que le transfert radiatif est tel que les grandeurs sont indépendantes de l'angle azimut et que les conditions aux limites sont uniformes.
- Le milieu est initialement à une température uniforme et reçoit une densité impulsionnelle d'énergie sur la face avant à l'instant origine (problème transitoire de la méthode flash). On peut aussi utiliser le problème permanent de type plaques chaudes gardées en maintenant les parois à des températures constantes.
- Compte tenu de la faible élévation de température dans le cadre de la méthode flash, on suppose que les propriétés sont indépendantes de la température. Par ailleurs, cette même considération rend possible la linéarisation du terme de température à l'ordre 4 dans l'équation du transfert radiatif.

- Nous faisons l’hypothèse de milieux gris ou plus exactement nous considérons des propriétés radiatives (ou optiques) effectives qui permettent de représenter le comportement global (de l’intégration sur l’ensemble du spectre) des matériaux. En effet, nous abordons le problème d’un point de vue énergétique et travaillons avec les grandeurs idoines de températures, flux et luminances qui résultent d’une intégration sur l’ensemble du spectre. Ainsi, nous simplifions la résolution du problème sans nuire à la véracité des résultats issus de notre modèle. La condition de l’adoption de cette hypothèse est de rester vigilant aux propriétés effectives que nous utilisons et à la façon de les obtenir. Ces propriétés seront calculées à partir de la fonction de Planck, nous le verrons en 3.1.2.
- Nous faisons l’hypothèse de luminance isotrope par demi-espace *i.e.* sur chaque hémisphère, la luminance est supposée indépendante de la variable angulaire. Il s’agit de la méthode dite « deux flux » ou approximation de Schuster-Schwarchild [Schuster 1905].
- Enfin, nous faisons l’hypothèse d’une diffusion isotrope du rayonnement car Lazard *et al.* [Lazard 2000] ont montré que les écarts de température entre un modèle à diffusion isotrope et des modèles à diffusion anisotrope (d’ordre 1 ou 2) étaient très faibles dans le cadre de la méthode flash et limités aux tous premiers instants des thermogrammes.

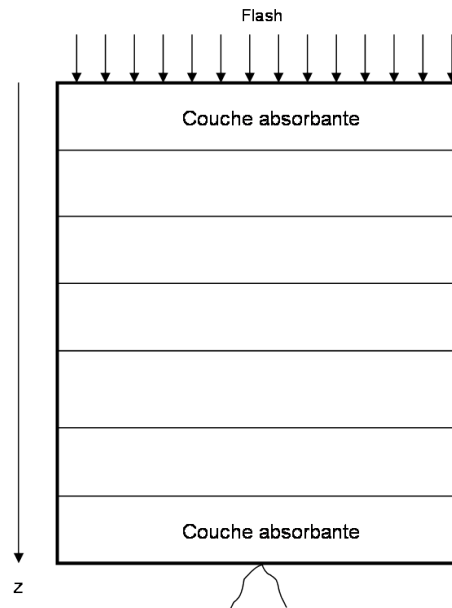


FIGURE 2.4.: Schéma du problème multicouche

La configuration de ce problème lui vaut généralement l’appellation de mur thermique semi-transparent. Les hypothèses posées nous paraissent satisfaisantes dans le cadre de la méthode flash mais nous prendrons le soin de les valider dans la suite de l’étude. En étudiant en détails les travaux de Lazard *et al.*, nous nous sommes aperçus que la résolution et son résultat pouvait être grandement simplifiés. Aussi,

même si les hypothèses et le point de départ sont identiques, nous allons voir dans la partie suivante que la suite de la résolution est quelque peu différente, de ce fait mais également parce que nous travaillons sur un échantillon a priori multicouche.

2.2. Modélisation couplée conducto-radiatif de la méthode flash au sein de multicouches composés de matériaux semi-transparents

2.2.1. Description analytique du modèle

Nous nous plaçons donc dans le cadre présenté dans la partie précédente et nous allons décrire la résolution analytique puis la modélisation du problème de transfert de chaleur 1D couplé conducto-radiatif dans un multicouche (où les couches sont semi-transparentes et peuvent être de nature différente) dans le cadre de la méthode flash. Deux équations couplées gouvernent ce problème dans chacune des couches : il s'agit de l'équation de la chaleur (équation de conservation d'énergie) et l'équation du transfert radiatif (ETR). Traitons donc dans un premier temps le problème de transfert de chaleur dans une couche d'épaisseur e . L'équation de la chaleur relie la variation temporelle de la température à la divergence du vecteur de densité de flux dans un volume de contrôle :

$$\rho c_P \frac{\partial T}{\partial t} = -\text{div} \vec{\varphi} + \zeta(z, t) \quad (2.1)$$

ζ est un terme source qui représente le flux volumique excitateur dans une couche dans le cas où le flash n'aurait pas complètement été absorbé par la couche opaque en face avant. Dans le cas de la méthode flash, il s'agit d'un flux volumique impulsionnel. Le vecteur densité de flux total $\vec{\varphi}$ est la somme d'un vecteur de densité de flux conductif $\vec{\varphi}_c$ et d'un vecteur de densité flux radiatif $\vec{\varphi}_r$:

$$\vec{\varphi} = \vec{\varphi}_c + \vec{\varphi}_r \quad (2.2)$$

Le vecteur de densité de flux conductif est donné par la loi de Fourier $\vec{\varphi}_c = -\lambda \overrightarrow{\text{grad}} T$. Dans le cas d'une géométrie plan monodimensionnelle selon la coordonnée z et compte tenu de l'hypothèse d'isotropie, elle s'écrit :

$$\vec{\varphi}_c = -\lambda_c \frac{\partial T}{\partial z} \frac{\vec{z}}{\|\vec{z}\|} \quad (2.3)$$

Le vecteur de densité de flux radiatif est obtenu à partir du champ de luminance L . De manière générale, au point d'abscisse curviligne s , il s'écrit :

$$\vec{\varphi}_{r\lambda}(s) = \int_{\lambda=0}^{\infty} \int_{\Omega=4\pi} L'_\lambda(s, \vec{u}) \vec{u} d\Omega d\lambda \quad (2.4)$$

$d\Omega$ un angle solide autour de la direction $\vec{u}$ faisant un angle θ avec la normale à la surface traversée par le flux radiatif et $\mu = \cos \theta$. Dans notre cas à géométrie

monodimensionnelle plane, le rayonnement ne se propage que dans une seule direction $\vec{z}$. Avec l'hypothèse de symétrie azimutale et en considérant une luminance globale (représentant le comportement de l'intégration sur l'ensemble des longueurs d'onde), (2.4) devient :

$$\vec{\varphi}_r(s) = 2\pi \int_{-1}^1 L'(s, \mu) \mu d\mu \vec{z} \quad (2.5)$$

Finalement, en injectant (2.3) dans (2.1), dans le cas d'une géométrie monodimensionnelle plan pour un milieu en régime transitoire, l'équation de conservation de l'énergie s'écrit :

$$\rho c_P \frac{\partial T}{\partial t} = \lambda_c \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} - \frac{\partial \varphi_r}{\partial z} + \zeta(z, t) \quad (2.6)$$

L'équation du transfert radiatif donne la variation spatio-temporelle de la luminance directionnelle du rayonnement le long du parcours ds du fait des phénomènes d'atténuation par absorption et diffusion mais aussi de renforcement par émission propre du milieu ainsi que par la diffusion du rayonnement dans la direction considérée $\vec{u}$ en provenance de toutes les autres directions $\vec{u}'$ du milieu. P est la fonction de phase de diffusion. À notre échelle, l'ETR est à considérer en régime stationnaire et dans l'hypothèse de l'équilibre thermodynamique local (qui est difficile à montrer mais qu'on suppose car l'échantillon ne subit qu'une faible augmentation de température), cette équation s'écrit :

$$\frac{dL'_\lambda(s, \vec{u})}{ds} = -\beta_\lambda L'_\lambda(s, \vec{u}) + \underbrace{\kappa_\lambda L_\lambda^0(T) + \frac{\sigma_\lambda}{4\pi} \int_{4\pi} L'_\lambda(s, \vec{u}') P(\vec{u}' \rightarrow \vec{u}) d\Omega'}_{S_\lambda(s, \vec{u})} \quad (2.7)$$

où κ_λ le coefficient d'absorption monochromatique, σ_λ le coefficient de diffusion monochromatique et $\beta_\lambda = \kappa_\lambda + \sigma_\lambda$ est le coefficient d'extinction monochromatique. L'expression de la luminance monochromatique du corps noir dans le vide à la température locale $T(s)$ est donnée par la loi de Planck :

$$L_\lambda^0(T) = \frac{2n_\lambda^2 \hbar c_0^2 \lambda^{-5}}{e^{\frac{\hbar c_0}{k_B T}} - 1} \quad (2.8)$$

La solution formelle (ou forme intégrale) de l'équation du transfert radiatif — obtenue par résolution formelle de l'équation différentielle (2.7) — a la forme suivante :

$$L'_\lambda(s, \vec{u}) = L_\lambda(s_0) e^{-\int_{s_0}^s \beta_\lambda(s') ds'} + \int_{s_0}^s S_\lambda(s', \vec{u}) e^{-\int_{s'}^s \beta_\lambda(s'') ds''} ds' \quad (2.9)$$

Le premier terme de cette équation est appelé luminance transmise et traduit la contribution de la luminance d'origine $L_\lambda(s_0)$ dans la direction $\vec{u}$ atténuée par absorption et diffusion (extinction). Le second terme est appelé luminance de parcours traduit la luminance émise ou rediffusée par le milieu à chaque abscisse s' et partiellement transmise entre s' et s , où $S_\lambda(s', \vec{u})$ est le terme source.

Compte tenu des hypothèses de notre étude, l'équation (2.7) et sa solution formelle (2.9) deviennent :

$$\mu \frac{dL'(z, \mu)}{dz} + \beta L'(z, \mu) = \underbrace{\kappa L^0(T) + \frac{\sigma}{4\pi} \int_{-1}^1 P(\mu, \mu') L'(z, \mu') d\mu'}_{S(z, \mu)} \quad (2.10)$$

$$L'(z, \mu) = L'(z_0) e^{-\frac{\beta z}{\mu}} + \int_{z_0}^z \frac{S(z', \mu)}{\mu} e^{-\frac{\beta(z-z')}{\mu}} dz' \quad (2.11)$$

Notons que la luminance du corps noir intégrée sur l'ensemble des longueurs d'onde donne :

$$L^0(T) = \frac{n^2 \sigma_{\text{SB}} T^4}{\pi} \quad (2.12)$$

Le contexte et les équations de base étant posés, c'est ici que commence la résolution à proprement parler. Dans un premier temps, voyons comment exprimer plus explicitement le terme $\zeta(z, t)$. Nous considérons un matériau multicouche irradié par un flash monochromatique à la longueur d'onde λ_l et correspondant à un Dirac en temps en face avant et d'intensité Q : quel est le flux apporté à chaque couche du fait de cette excitation ? Les photons issus du flash en face avant pénètrent quasi-instantanément dans la première couche où ils sont plus ou moins absorbés en fonction de la nature et de l'épaisseur du constituant. Cela se traduit par un échauffement plus ou moins important lui aussi quasi-instantané. Si la couche opaque remplit bien son rôle, l'énergie du flash est totalement absorbée dans la couche opaque en face avant qui émet alors dans l'infrarouge dans les couches suivantes de l'échantillon. Pour les calculs suivants, nous supposons que les interactions entre les photons et la matière ne relèvent que de l'effet photoélectrique car l'énergie des photons n'est pas suffisamment élevée pour faire intervenir d'autres interactions entre le rayonnement et la matière comme l'effet Compton ou l'effet de production de paires. Nous allons ci-dessous nous attacher à trouver les expressions mathématiques de la quantité d'énergie surfacique sortant de chaque couche E^s , de la distribution de l'énergie en fonction de la longueur d'onde (spectre) sortant de chaque couche $f^s(\lambda)$ et de l'énergie volumique Ψ déposée dans chaque couche.

Dans chaque couche où la luminance est unidirectionnelle et perpendiculaire à la face d'entrée et en négligeant la réflexion au niveau des interfaces, l'absorption de l'énergie photonique à une longueur d'onde donnée vérifie les formules classiques d'absorption et de transmission de Beer-Lambert. On a donc pour chaque couche $k \geq 1$ d'épaisseur e_k d'absorption κ_λ à la longueur d'onde λ où e et s sont respectivement les exposants pour entrant et sortant :

$$\begin{aligned} E_k^s &= E_k^e \int_0^\infty f_k^e(\lambda) e^{-\kappa_{\lambda k} e_k} d\lambda \\ f_k^s(\lambda) &= \frac{E_k^e}{E_k^s} f_k^e(\lambda) e^{-\kappa_{\lambda k} e_k} \\ \Psi_k(z) &= E_k^e \int_0^\infty \kappa_{\lambda k} f_k^e(\lambda) e^{-\kappa_{\lambda k} z} d\lambda, \quad \forall 0 \leq z \leq e_k \end{aligned}$$

et, par continuité de l'énergie et de sa distribution aux interfaces entre les couches :

$$\begin{aligned} E_k^e &= E_{k-1}^s = E_{k-1}^e \int_0^\infty f_{k-1}^e(\lambda) e^{-\kappa_{\lambda_{k-1}} e_{k-1}} d\lambda \\ f_k^e(\lambda) &= f_{k-1}^s(\lambda) = \frac{E_{k-1}^e}{E_{k-1}^s} f_{k-1}^e(\lambda) e^{-\kappa_{\lambda_{k-1}} e_{k-1}} \end{aligned}$$

Pour la couche en face avant, on a :

$$\begin{aligned} E_1^e &= Q \\ f_1^e &= \delta(\lambda_l) \\ \Psi_1(z) &= Q \kappa_{\lambda_{l1}} e^{-\kappa_{\lambda_{l1}} z}, \quad \forall 0 \leq z \leq e_1 \\ E_1^s &= Q e^{-\kappa_{\lambda_{l1}} e_1} \\ f_1^s(\lambda) &= \delta(\lambda_l) \end{aligned}$$

et par récurrence, on trouve finalement pour $k > 1$:

$$\begin{aligned} E_k^e &= Q e^{-\sum_{i=1}^{k-1} \kappa_{\lambda_{li}} e_i} \\ f_k^e &= \delta(\lambda_l) \\ \Psi_k(z) &= Q \kappa_{\lambda_{lk}} e^{-\sum_{i=1}^{k-1} \kappa_{\lambda_{li}} e_i} e^{-\kappa_{\lambda_{lk}} z}, \quad \forall 0 \leq z \leq e_k \\ E_k^s &= Q e^{-\sum_{i=1}^k \kappa_{\lambda_{li}} e_i} \\ f_k^s(\lambda) &= \delta(\lambda_l) \end{aligned}$$

Finalement, le terme source de l'équation de la chaleur a pour expression générale dans une couche $k \geq 1$:

$$\begin{aligned} \zeta(z, t) &= \Psi_k(z) \delta(t) = Q'_k \kappa_{\lambda_{lk}} e^{-\kappa_{\lambda_{lk}} z} \delta(t), \quad \forall 0 \leq z \leq e_k \\ \text{avec } Q'_k &= \begin{cases} Q & \text{si } k = 1, \\ Q e^{-\sum_{i=1}^{k-1} \kappa_{\lambda_{li}} e_i} & \text{si } k > 1 \end{cases} \end{aligned} \quad (2.13)$$

Ceci étant posé, nous pouvons à présent nous attaquer à la résolution couplée de l'équation de la chaleur (2.6) et de l'équation du transfert radiatif (2.10) dans une couche *i.e.* déterminer les champs de température, de luminance et de flux total dans la couche considérée avant d'étendre la résolution à un multicouche dans un second temps. Comme Schuster-Schwarzschild (méthode des deux flux), nous choisissons de décomposer la luminance en deux composantes hémisphériques (demi-espaces).

$$L'(z, \mu) = \begin{cases} L'^+(z, \mu), & 0 \leq \mu \leq 1 \\ L'^-(z, \mu), & -1 \leq \mu \leq 0 \end{cases}$$

Remarque. Dans ce qui suit, on omet l'indice n relatif à la couche.

Remarque. La luminance et la densité de flux radiatif dépendent aussi de la variable temps de par la température. Dans ce qui suit, afin d'alléger les notations, nous omettons cette dépendance.

L'équation (2.10) devient alors :

$$\mu \frac{dL^+(z, \mu)}{dz} + \beta L^+(z, \mu) = n^2 \kappa L^0(T) + \frac{\sigma}{4\pi} \left[\int_0^1 P(\mu, \mu') L^+(z, \mu') d\mu' + \int_{-1}^0 P(\mu, \mu') L^-(z, \mu') d\mu' \right], \quad \mu > 0 \quad (2.14)$$

$$\mu \frac{dL^-(z, \mu)}{dz} + \beta L^-(z, \mu) = n^2 \kappa L^0(T) + \frac{\sigma}{4\pi} \left[\int_0^1 P(\mu, \mu') L^+(z, \mu') d\mu' + \int_{-1}^0 P(\mu, \mu') L^-(z, \mu') d\mu' \right], \quad \mu < 0 \quad (2.15)$$

À ce stade, nous allons appliquer l'hypothèse de diffusion isotrope, ce qui se traduit par :

$$\forall (\mu, \mu') \in [0; 1] \times [0; 1], \quad P(\mu, \mu') = 1$$

et nous allons résoudre (2.14) et (2.15) par la méthode de Schuster-Schwarzschild [Schuster 1905]. On intègre ces équations respectivement entre 0 et 1, et entre -1 et 0. Par définition, on a :

$$L^+(z) = \int_0^1 L^+(z, \mu') d\mu'$$

$$L^-(z) = \int_{-1}^0 L^-(z, \mu') d\mu'$$

Avec l'hypothèse de luminances isotropes par demi-espace, (2.14) et (2.15) deviennent alors :

$$\frac{dL^+(z)}{dz} + ML^+(z) - NL^-(z) = PL^0(T) \quad (2.16)$$

$$\frac{dL^-(z)}{dz} - ML^-(z) + NL^+(z) = -PL^0(T) \quad (2.17)$$

$$\text{avec : } \begin{cases} M = 2\kappa + \sigma \\ N = \sigma \\ P = 2\kappa \end{cases}$$

Le système homogène associé est le suivant :

$$\frac{dL^+(z)}{dz} + ML^+(z) - NL^-(z) = 0 \quad (2.18)$$

$$\frac{dL^-(z)}{dz} - ML^-(z) + NL^+(z) = 0 \quad (2.19)$$

Pour résoudre ce système homogène (2.18) et (2.19) associé à (2.16) et (2.17), on dérive les deux équations par rapport à z puis on remplace la dérivée de L^- par rapport à z par son expression donnée par (2.19) et L^- par celle donnée par (2.18). On procède de façon similaire pour obtenir (2.21) :

$$\frac{d^2 L^+(z)}{dz^2} - \nu^2 L^+(z) = 0 \quad (2.20)$$

$$\frac{d^2 L^-(z)}{dz^2} - \nu^2 L^-(z) = 0 \quad (2.21)$$

avec : $\nu^2 = M^2 - N^2$.

La solution de ce système est :

$$\begin{cases} L^+(z) = A_1 e^{\nu z} + A_2 e^{-\nu z} \\ L^-(z) = A_3 e^{\nu z} + A_4 e^{-\nu z} \end{cases} \quad \text{avec : } (A_i)_{1 \leq i \leq 4} \in \mathbb{R}^4$$

Ces relations doivent satisfaire (2.18) et (2.19). On en déduit donc des relations de compatibilité :

$$A_3 = \frac{M + \nu}{N} A_1 \quad \text{et} \quad A_4 = \frac{M - \nu}{N} A_2$$

$$\text{D'où : } L^-(z) = \frac{M + \nu}{N} A_1 e^{\nu z} + \frac{M - \nu}{N} A_2 e^{-\nu z}$$

Rappel. Soit $a \in \mathbb{R}$.

$$\forall z \in \mathbb{R}, \quad \frac{d}{dz} \left[\int_0^z f(x) e^{a(z-x)} dx \right] = f(z) + a \int_0^z f(x) e^{a(z-x)} dx$$

Soit $(B_i)_{1 \leq i \leq 4} \in \mathbb{R}^4$. On cherche les solutions générales du système (2.16) et (2.17) sous la forme :

$$\begin{aligned} L^+(z) &= A_1 e^{\nu z} + B_1 \int_0^z P \cdot L^0(T) e^{\nu(z-z')} dz' \\ &\quad + A_2 e^{-\nu z} + B_2 \int_0^z P \cdot L^0(T) e^{\nu(z'-z)} dz' \end{aligned} \quad (2.22)$$

$$\begin{aligned} L^-(z) &= A_3 e^{\nu z} + B_3 \int_0^z P \cdot L^0(T) e^{\nu(z-z')} dz' \\ &\quad + A_4 e^{-\nu z} + B_4 \int_0^z P \cdot L^0(T) e^{\nu(z'-z)} dz' \end{aligned} \quad (2.23)$$

En injectant (2.22) et (2.23) dans (2.16) d'une part puis dans (2.17) d'autre part, on aboutit finalement au système suivant qui nous permet d'en déduire les $(B_i)_{1 \leq i \leq 4}$:

$$\begin{cases} B_1 + B_2 = 1 \\ B_3 + B_4 = -1 \\ (\nu + M)B_1 - NB_3 = 0 \\ (\nu - M)B_2 + NB_4 = 0 \end{cases} \Leftrightarrow \begin{cases} B_1 = -B_4 = \frac{1}{2} \left[1 - \frac{M+N}{\nu} \right] \\ B_2 = -B_3 = \frac{1}{2} \left[1 + \frac{M+N}{\nu} \right] \end{cases}$$

Finalement (pour $0 \leq z \leq e$) :

$$L^+(z) = A_1 e^{\nu z} + \frac{1}{2} \left(1 - \frac{M+N}{\nu}\right) \int_0^z P \cdot L^0(T) e^{\nu(z-z')} dz' + A_2 e^{-\nu z} + \frac{1}{2} \left(1 + \frac{M+N}{\nu}\right) \int_0^z P \cdot L^0(T) e^{-\nu(z-z')} dz' \quad (2.24)$$

$$L^-(z) = \frac{M+\nu}{N} A_1 e^{\nu z} - \frac{1}{2} \left(1 + \frac{M+N}{\nu}\right) \int_0^z P \cdot L^0(T) e^{\nu(z-z')} dz' + \frac{M-\nu}{N} A_2 e^{-\nu z} - \frac{1}{2} \left(1 - \frac{M+N}{\nu}\right) \int_0^z P \cdot L^0(T) e^{-\nu(z-z')} dz' \quad (2.25)$$

Le système issu de l'équation de transfert radiatif étant résolu, on peut en déduire la densité de flux radiatif dans la couche considérée (pour $0 \leq z \leq e$) :

$$\begin{aligned} \varphi_r(z) &= \pi (L^+(z) - L^-(z)) \\ &= \pi \left[\left(1 - \frac{M+\nu}{N}\right) A_1 e^{\nu z} + \left(1 - \frac{M-\nu}{N}\right) A_2 e^{-\nu z} \right. \\ &\quad \left. + \int_0^z P \cdot L^0(T) e^{\nu(z-z')} dz' + \int_0^z P \cdot L^0(T) e^{-\nu(z-z')} dz' \right] \end{aligned} \quad (2.26)$$

On va à présent résoudre l'équation de la chaleur. Pour cela, nous avons besoin de la dérivée première de φ_r par rapport à z :

$$\begin{aligned} \frac{\partial \varphi_r}{\partial z} &= \pi \left[\nu \left(1 - \frac{M+\nu}{N}\right) A_1 e^{\nu z} - \nu \left(1 - \frac{M-\nu}{N}\right) A_2 e^{-\nu z} + 2P \cdot L^0(T) \right. \\ &\quad \left. + \nu \int_0^z P \cdot L^0(T) e^{\nu(z-z')} dz' - \nu \int_0^z P \cdot L^0(T) e^{-\nu(z-z')} dz' \right] \end{aligned} \quad (2.27)$$

Nous verrons que nous utiliserons aussi sa dérivée seconde. Dans l'expression obtenue, on identifie la densité de flux radiatif, ce qui donne :

$$\frac{\partial^2 \varphi_r}{\partial z^2} = \nu^2 \varphi_r(z) + 2\pi P \frac{\partial L^0(T)}{\partial z} \quad (2.28)$$

On dérive deux fois l'équation de la chaleur (2.6) par rapport à z , puis on remplace la dérivée seconde de la densité de flux radiatif par son expression donnée par (2.28). Après cette étape, on remplace l'expression de la dérivée première de la densité de flux radiatif par son expression donnée par (2.27) et on aboutit à :

$$\begin{aligned} \rho c_P \frac{\partial^2}{\partial z^2} \left(\frac{\partial T}{\partial t} \right) &= \lambda_c \frac{\partial^4 T}{\partial z^4} + \nu^2 \left(\rho c_P \frac{\partial T}{\partial t} - \lambda_c \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} - \Psi(z) \delta(t) \right) \\ &\quad - 2\pi P \frac{\partial^2 L^0(T)}{\partial z^2} + \frac{\partial^2 S(z)}{\partial z^2} \delta(t) \end{aligned} \quad (2.29)$$

On exprime $L^0(T)$ avec (2.12) et, comme on suppose faible l'écart de température $T - T_0$, on linéarise le terme de température en T^4 (T_0 est la température de

l'expérience) :

$$\begin{aligned} L^0(T) &= \frac{n^2 \sigma_{\text{SB}} T^4}{\pi} = \frac{n^2 \sigma_{\text{SB}} T_0^4}{\pi} \left(1 + \frac{T - T_0}{T_0}\right)^4 \\ &\simeq \frac{n^2 \sigma_{\text{SB}} T_0^4}{\pi} \left(1 + 4 \frac{T - T_0}{T_0}\right) \end{aligned} \quad (2.30)$$

Et (2.29) devient :

$$\begin{aligned} \lambda_c \frac{\partial^4 (T - T_0)}{\partial z^4} - \frac{\partial^2}{\partial z^2} \left(\rho_{CP} \frac{\partial (T - T_0)}{\partial t} + \lambda_c \nu^2 (T - T_0) + 8Pn^2 \sigma_{\text{SB}} T_0^3 (T - T_0) - \Psi(z) \delta(t) \right) \\ + \nu^2 \rho_{CP} \frac{\partial (T - T_0)}{\partial t} - \nu^2 \Psi(z) \delta(t) = 0 \end{aligned} \quad (2.31)$$

Posons $\theta = T - T_0$. Nous appliquons une transformation de Laplace $\mathcal{L}$ définie par :

$$[\mathcal{L}(f)](p) = \int_0^\infty f(t) e^{-pt} dt$$

L'équation de la chaleur (2.31) s'écrit alors dans l'espace de Laplace et en remplaçant Ψ par son expression en (2.13) :

$$\begin{aligned} \frac{d^4 \bar{\theta}}{dz^4} - \frac{d^2 \bar{\theta}}{dz^2} \underbrace{\left(\frac{\rho_{CP}}{\lambda_c} p + \nu^2 + \frac{8Pn^2 \sigma_{\text{SB}} T_0^3}{\lambda_c} \right)}_U + \underbrace{\nu^2 \frac{\rho_{CP}}{\lambda_c} p \bar{\theta}}_V &= \frac{\nu^2}{\lambda_c} \Psi(z) - \frac{1}{\lambda_c} \frac{d^2 \Psi}{dz^2} \\ &= \underbrace{\frac{Q' \kappa_{\lambda_l} (\nu^2 - \kappa_{\lambda_l}^2)}{\lambda_c}}_W e^{-\kappa_{\lambda_l} z} \end{aligned} \quad (2.32)$$

Remarque. Dans l'espace de Laplace, les grandeurs ne dépendent plus du temps mais uniquement de la variable d'espace z et de celle de Laplace. Voilà pourquoi nous utilisons à présent des dérivées droites.

Pour résoudre cette équation différentielle ordinaire du quatrième ordre (à coefficients constants), on cherche d'abord la solution générale sans second membre. Elle est donnée par l'expression suivante (avec U , V et W issus de (2.32)) :

$$\begin{aligned} \exists (\alpha_i)_{1 \leq i \leq 4} \in \mathbb{R}^4, \forall 0 \leq z \leq e, \quad \bar{\theta}(z) &= \sum_{i=1}^4 \alpha_i e^{\gamma_i z} \\ \text{avec : } \gamma_i &= \pm \sqrt{\frac{U \pm \sqrt{U^2 - 4V}}{2}} \end{aligned}$$

et une solution particulière de l'équation avec second membre :

$$\forall 0 \leq z \leq e, \quad \bar{\theta}(z) = \frac{W}{\underbrace{\kappa_{\lambda_l}^4 - \kappa_{\lambda_l}^2 U + V}_{\xi}} e^{-\kappa_{\lambda_l} z}$$

D'où l'expression de la température dans l'espace de Laplace dans la couche considérée (pour $0 \leq z \leq e$) :

$$\bar{\theta}(z) = \sum_{i=1}^4 \alpha_i e^{\gamma_i z} + \frac{W}{\xi} e^{-\kappa_{\lambda_l} z} \quad (2.33)$$

$\bar{\theta}$ doit satisfaire l'équation de la chaleur (2.6) que l'on réécrit dans l'espace de Laplace (2.34), ce qui permet de donner des conditions de compatibilité et de déterminer A_1 et A_2 ($\bar{A}_1$ et $\bar{A}_2$ dans l'espace de Laplace).

$$\frac{d^2 \bar{\theta}}{dz^2} - \frac{p}{a} \bar{\theta}(z) - \frac{1}{\lambda_c} \frac{d\bar{\varphi}_r}{dz} + \frac{\Psi(z)}{\lambda_c} = 0 \quad \text{avec :} \quad a = \frac{\lambda_c}{\rho c_P} \quad (2.34)$$

On injecte l'expression de la luminance du corps noir (2.30) dans l'équation de la densité de flux radiatif. Tous calculs faits, on trouve alors l'expression :

$$\begin{aligned} \varphi_r(z) = \pi \left[\left(\left(1 - \frac{M + \nu}{N} \right) A_1 + \frac{P n^2 \sigma_{SB} T_0^4}{\pi \nu} \right) e^{\nu z} \right. \\ \left. + \left(\left(1 - \frac{M - \nu}{N} \right) A_2 - \frac{P n^2 \sigma_{SB} T_0^4}{\pi \nu} \right) e^{-\nu z} \right. \\ \left. + \frac{4 P n^2 \sigma_{SB} T_0^3}{\pi} \left(\int_0^z (T - T_0) e^{\nu(z-z')} dz' + \int_0^z (T - T_0) e^{-\nu(z-z')} dz' \right) \right] \end{aligned}$$

qu'on passe dans l'espace de Laplace. En injectant l'expression de la température donnée par (2.33), on aboutit finalement à l'expression de la densité de flux radiatif dans l'espace de Laplace :

$$\begin{aligned} \bar{\varphi}_r(z) = \pi \left[\left(\left(1 - \frac{M + \nu}{N} \right) \bar{A}_1 + \frac{P n^2 \sigma_{SB} T_0^4}{\pi \nu p} - \frac{4 P n^2 \sigma_{SB} T_0^3}{\pi} \sum_{i=1}^4 \frac{\alpha_i}{\gamma_i - \nu} \right. \right. \\ \left. \left. + \frac{4 P n^2 \sigma_{SB} T_0^3}{\pi} \frac{W}{\xi (\nu + \kappa_{\lambda_l})} \right) e^{\nu z} \right. \\ \left. + \left(\left(1 - \frac{M - \nu}{N} \right) \bar{A}_2 - \frac{P n^2 \sigma_{SB} T_0^4}{\pi \nu p} - \frac{4 P n^2 \sigma_{SB} T_0^3}{\pi} \sum_{i=1}^4 \frac{\alpha_i}{\gamma_i + \nu} \right. \right. \\ \left. \left. - \frac{4 P n^2 \sigma_{SB} T_0^3}{\pi} \frac{W}{\xi (\nu - \kappa_{\lambda_l})} \right) e^{-\nu z} \right. \\ \left. + \frac{8 P n^2 \sigma_{SB} T_0^3}{\pi} \sum_{i=1}^4 \alpha_i \frac{\gamma_i}{\gamma_i^2 - \nu^2} e^{\gamma_i z} \right. \\ \left. + \frac{8 P n^2 \sigma_{SB} T_0^3}{\pi} \frac{W}{\xi} \frac{\kappa_{\lambda_l}}{\nu^2 - \kappa_{\lambda_l}^2} e^{-\kappa_{\lambda_l} z} \right] \quad (2.35) \end{aligned}$$

et on déduit simplement l'expression de sa dérivée par rapport à z :

$$\begin{aligned}
 \frac{d\bar{\varphi}_r}{dz} = \pi & \left[\left(\nu \left(1 - \frac{M + \nu}{N} \right) \bar{A}_1 + \frac{Pn^2\sigma_{\text{SB}}T_0^4}{\pi p} - \nu \frac{4Pn^2\sigma_{\text{SB}}T_0^3}{\pi} \sum_{i=1}^4 \frac{\alpha_i}{\gamma_i - \nu} \right. \right. \\
 & \quad \left. \left. + \nu \frac{4Pn^2\sigma_{\text{SB}}T_0^3}{\pi} \frac{W}{\xi(\nu + \kappa_{\lambda_l})} \right) e^{\nu z} \right. \\
 & - \left(\nu \left(1 - \frac{M - \nu}{N} \right) \bar{A}_2 - \frac{Pn^2\sigma_{\text{SB}}T_0^4}{\pi p} - \nu \frac{4Pn^2\sigma_{\text{SB}}T_0^3}{\pi} \sum_{i=1}^4 \frac{\alpha_i}{\gamma_i + \nu} \right. \\
 & \quad \left. \left. - \nu \frac{4Pn^2\sigma_{\text{SB}}T_0^3}{\pi} \frac{W}{\xi(\nu - \kappa_{\lambda_l})} \right) e^{-\nu z} \right. \\
 & + \frac{8Pn^2\sigma_{\text{SB}}T_0^3}{\pi} \sum_{i=1}^4 \alpha_i \frac{\gamma_i^2}{\gamma_i^2 - \nu^2} e^{\gamma_i z} \\
 & \left. - \frac{8Pn^2\sigma_{\text{SB}}T_0^3}{\pi} \frac{W}{\xi} \frac{\kappa_{\lambda_l}^2}{\nu^2 - \kappa_{\lambda_l}^2} e^{-\kappa_{\lambda_l} z} \right] \quad (2.36)
 \end{aligned}$$

On peut à présent exprimer chaque terme de l'équation de la chaleur dans l'espace de Laplace donnée par (2.34) qui devient :

$$\begin{aligned}
 & \sum_{i=1}^4 \alpha_i \underbrace{\left(\gamma_i^2 - \frac{p}{a} - \frac{8Pn^2\sigma_{\text{SB}}T_0^3}{\lambda} \frac{\gamma_i^2}{\gamma_i^2 - \nu^2} \right)}_{=0, \forall i \in [1;4]} e^{\gamma_i z} - \nu \frac{\pi}{\lambda} \Gamma_{\nu} e^{\nu z} + \nu \frac{\pi}{\lambda} \Gamma_{-\nu} e^{-\nu z} \\
 & + \underbrace{\left(\frac{8Pn^2\sigma_{\text{SB}}T_0^3}{\lambda} \frac{W}{\xi} \frac{\kappa_{\lambda_l}^2}{\nu^2 - \kappa_{\lambda_l}^2} + \frac{W}{\xi} \kappa_{\lambda_l}^2 + \frac{Q'\kappa_{\lambda_l}}{\lambda} - \frac{p}{a} \frac{W}{\xi} \right)}_{=0} e^{-\kappa_{\lambda_l} z} = 0 \\
 \text{avec : } \Gamma_{\nu} &= \left(1 - \frac{M + \nu}{N} \right) \bar{A}_1 + \frac{Pn^2\sigma_{\text{SB}}T_0^4}{\pi \nu p} - \frac{4Pn^2\sigma_{\text{SB}}T_0^3}{\pi} \sum_{i=1}^4 \frac{\alpha_i}{\gamma_i - \nu} \\
 & + \frac{4Pn^2\sigma_{\text{SB}}T_0^3}{\pi} \frac{W}{\xi(\nu + \kappa_{\lambda_l})} \\
 \Gamma_{-\nu} &= \left(1 - \frac{M - \nu}{N} \right) \bar{A}_2 - \frac{Pn^2\sigma_{\text{SB}}T_0^4}{\pi \nu p} - \frac{4Pn^2\sigma_{\text{SB}}T_0^3}{\pi} \sum_{i=1}^4 \frac{\alpha_i}{\gamma_i + \nu} \\
 & - \frac{4Pn^2\sigma_{\text{SB}}T_0^3}{\pi} \frac{W}{\xi(\nu - \kappa_{\lambda_l})}
 \end{aligned}$$

On montre par le calcul que les deux grandeurs au-dessus des accolades sont nulles, les expressions de la température (2.33) et de la densité de flux radiatif (2.35) devant être compatibles avec l'équation de la chaleur donnée par (2.34). De plus, comme les exponentielles de l'équation sont linéairement indépendantes, on en déduit que Γ_{ν} et

$\Gamma_{-\nu}$ sont nuls et de là les expressions de $\bar{A}_1$ et $\bar{A}_2$:

$$\bar{A}_1 = \left[\frac{4Pn^2\sigma_{\text{SB}}T_0^3}{\pi} \sum_{i=1}^4 \frac{\alpha_i}{\gamma_i - \nu} - \frac{4Pn^2\sigma_{\text{SB}}T_0^3}{\pi} \frac{W}{\xi(\nu + \kappa_{\lambda_l})} - \frac{Pn^2\sigma_{\text{SB}}T_0^4}{\nu\pi p} \right] \cdot \frac{1}{1 - \frac{M+\nu}{N}} \quad (2.37)$$

$$\bar{A}_2 = \left[\frac{4Pn^2\sigma_{\text{SB}}T_0^3}{\pi} \sum_{i=1}^4 \frac{\alpha_i}{\gamma_i + \nu} + \frac{4Pn^2\sigma_{\text{SB}}T_0^3}{\pi} \frac{W}{\xi(\nu - \kappa_{\lambda_l})} + \frac{Pn^2\sigma_{\text{SB}}T_0^4}{\nu\pi p} \right] \cdot \frac{1}{1 - \frac{M-\nu}{N}} \quad (2.38)$$

C'est ici que s'arrête la similitude de notre démarche à celle de Lazard *et al.* En effet, nous prétendons pouvoir écrire les quatre grandeurs du problèmes (température, luminances et flux total) uniquement en fonction des α_i et ainsi non pas écrire dix équations pour fermer le problème mais seulement quatre. La suite du calcul s'attache à déterminer ces expressions. La nullité de Γ_ν et $\Gamma_{-\nu}$ donne directement l'expression de $\bar{\varphi}_r$ (pour $0 \leq z \leq e$) :

$$\bar{\varphi}_r(z) = 8Pn^2\sigma_{\text{SB}}T_0^3 \sum_{i=1}^4 \alpha_i \frac{\gamma_i}{\gamma_i^2 - \nu^2} e^{\gamma_i z} + 8Pn^2\sigma_{\text{SB}}T_0^3 \frac{W}{\xi} \frac{\kappa_{\lambda_l}}{\nu^2 - \kappa_{\lambda_l}^2} e^{-\kappa_{\lambda_l} z} \quad (2.39)$$

On peut à présent écrire les luminances (2.24) et (2.25) dans l'espace de Laplace après avoir exprimé la luminance du corps noir avec son expression (2.30) :

$$\begin{aligned} \bar{L}^+(z) = & C_1 e^{\nu z} + C_2 e^{-\nu z} + \frac{n^2\sigma_{\text{SB}}T_0^4}{\nu\pi p} + \frac{4Pn^2\sigma_{\text{SB}}T_0^3}{\pi} \sum_{i=1}^4 \alpha_i \frac{\gamma_i - (M+N)}{\gamma_i^2 - \nu^2} e^{\gamma_i z} \\ & + \frac{4Pn^2\sigma_{\text{SB}}T_0^3}{\pi} \frac{W}{\xi} \frac{\kappa_{\lambda_l} + (M+N)}{\nu^2 - \kappa_{\lambda_l}^2} e^{-\kappa_{\lambda_l} z} \end{aligned} \quad (2.40)$$

$$\begin{aligned} \text{avec : } C_1 = & \bar{A}_1 + \frac{1}{2} \left(1 - \frac{M+N}{\nu} \right) \frac{Pn^2\sigma_{\text{SB}}T_0^4}{\nu\pi p} \\ & - 2 \left(1 - \frac{M+N}{\nu} \right) \frac{Pn^2\sigma_{\text{SB}}T_0^3}{\pi} \sum_{i=1}^4 \frac{\alpha_i}{\gamma_i - \nu} \\ & + 2 \left(1 - \frac{M+N}{\nu} \right) \frac{Pn^2\sigma_{\text{SB}}T_0^3}{\pi} \frac{W}{\xi(\nu + \kappa_{\lambda_l})} \\ C_2 = & \bar{A}_2 - \frac{1}{2} \left(1 + \frac{M+N}{\nu} \right) \frac{Pn^2\sigma_{\text{SB}}T_0^4}{\nu\pi p} \\ & - 2 \left(1 + \frac{M+N}{\nu} \right) \frac{Pn^2\sigma_{\text{SB}}T_0^3}{\pi} \sum_{i=1}^4 \frac{\alpha_i}{\gamma_i + \nu} \\ & - 2 \left(1 + \frac{M+N}{\nu} \right) \frac{Pn^2\sigma_{\text{SB}}T_0^3}{\pi} \frac{W}{\xi(\nu - \kappa_{\lambda_l})} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \bar{L}^-(z) = & C_3 e^{\nu z} + C_4 e^{-\nu z} + \frac{n^2 \sigma_{\text{SB}} T_0^4}{\nu \pi p} - \frac{4 P n^2 \sigma T_0^3}{\pi} \sum_{i=1}^4 \alpha_i \frac{\gamma_i + (M + N)}{\gamma_i^2 - \nu^2} e^{\gamma_i z} \\ & - \frac{4 P n^2 \sigma_{\text{SB}} T_0^3}{\pi} \frac{W}{\xi} \frac{\kappa_{\lambda_l} - (M + N)}{\nu^2 - \kappa_{\lambda_l}^2} e^{-\kappa_{\lambda_l} z} \end{aligned} \quad (2.41)$$

$$\begin{aligned} \text{avec : } C_3 = & \frac{M + \nu}{N} \bar{A}_1 - \frac{1}{2} \left(1 + \frac{M + N}{\nu} \right) \frac{P n^2 \sigma_{\text{SB}} T_0^4}{\nu \pi p} \\ & + 2 \left(1 + \frac{M + N}{\nu} \right) \frac{P n^2 \sigma_{\text{SB}} T_0^3}{\pi} \sum_{i=1}^4 \frac{\alpha_i}{\gamma_i - \nu} \\ & - 2 \left(1 + \frac{M + N}{\nu} \right) \frac{P n^2 \sigma_{\text{SB}} T_0^3}{\pi} \frac{W}{\xi (\nu + \kappa_{\lambda_l})} \\ C_4 = & \frac{M - \nu}{N} \bar{A}_2 + \frac{1}{2} \left(1 - \frac{M + N}{\nu} \right) \frac{P n^2 \sigma_{\text{SB}} T_0^4}{\nu \pi p} \\ & + 2 \left(1 - \frac{M + N}{\nu} \right) \frac{P n^2 \sigma_{\text{SB}} T_0^3}{\pi} \sum_{i=1}^4 \frac{\alpha_i}{\gamma_i + \nu} \\ & + 2 \left(1 - \frac{M + N}{\nu} \right) \frac{P n^2 \sigma_{\text{SB}} T_0^3}{\pi} \frac{W}{\xi (\nu - \kappa_{\lambda_l})} \end{aligned}$$

Avec les expressions (2.37) et (2.38) de A_1 et A_2 , on déduit que C_1 , C_2 , C_3 et C_4 sont tous nuls. D'où les expressions des luminances dans l'espace de Laplace :

$$\begin{aligned} \bar{L}^+(z) = & \frac{n^2 \sigma_{\text{SB}} T_0^4}{\nu \pi p} + \frac{4 P n^2 \sigma T_0^3}{\pi} \sum_{i=1}^4 \alpha_i \frac{\gamma_i - (M + N)}{\gamma_i^2 - \nu^2} e^{\gamma_i z} \\ & + \frac{4 P n^2 \sigma_{\text{SB}} T_0^3}{\pi} \frac{W}{\xi} \frac{\kappa_{\lambda_l} + (M + N)}{\nu^2 - \kappa_{\lambda_l}^2} e^{-\kappa_{\lambda_l} z} \end{aligned} \quad (2.42)$$

$$\begin{aligned} \bar{L}^-(z) = & \frac{n^2 \sigma_{\text{SB}} T_0^4}{\nu \pi p} - \frac{4 P n^2 \sigma T_0^3}{\pi} \sum_{i=1}^4 \alpha_i \frac{\gamma_i + (M + N)}{\gamma_i^2 - \nu^2} e^{\gamma_i z} \\ & - \frac{4 P n^2 \sigma_{\text{SB}} T_0^3}{\pi} \frac{W}{\xi} \frac{\kappa_{\lambda_l} - (M + N)}{\nu^2 - \kappa_{\lambda_l}^2} e^{-\kappa_{\lambda_l} z} \end{aligned} \quad (2.43)$$

Enfin, la densité de flux total est la somme de la densité de flux conductif et de la densité de flux radiatif. Sur les parois en faces avant et arrière, on a des pertes convecto-radiatives que nous prenons en compte à travers un coefficient d'échange convecto-radiatif h et la densité de flux correspondante a pour expression $h (T - T_{\text{amb}})$ (où $T_{\text{amb}} = T_0$). Dans l'espace de Laplace, la densité de flux total s'écrit donc :

$$\bar{\varphi}(z) = -\lambda_c \frac{d\bar{\theta}}{dz} + \bar{\varphi}_r(z) (\pm h \bar{\theta}(z))$$

Remarque. Le terme entre parenthèses est valable uniquement en face avant ($z = 0$) ou en face arrière ($z = e$).

Et finalement, en injectant les expressions de la température (2.33) et du flux radiatif

(2.39), on aboutit à :

$$\begin{aligned} \bar{\varphi}(z) = \sum_{i=1}^4 \alpha_i \left(\lambda_c \gamma_i \underbrace{\left[\frac{8Pn^2 \sigma_{\text{SB}} T_0^3}{\lambda_c (\gamma_i^2 - \nu^2)} - 1 \right]}_{\delta_i} (\pm h) \right) e^{\gamma_i z} \\ + \frac{W}{\xi} \left(\lambda_c \kappa_{\lambda_l} \underbrace{\left[\frac{8Pn^2 \sigma_{\text{SB}} T_0^3}{\lambda_c (\nu^2 - \kappa_{\lambda_l}^2)} + 1 \right]}_{\epsilon} (\pm h) \right) e^{-\kappa_{\lambda_l} z} \quad (2.44) \end{aligned}$$

Dans ce problème de transfert de chaleur dans une couche d'épaisseur e , il y a quatre inconnues que sont les $(\alpha_i)_{1 \leq i \leq 4}$. On détermine ces quatre inconnues en écrivant quatre équations : deux conditions aux limites pour chaque face ; dans le cadre de la méthode flash par exemple, une relation portant sur le flux total et une autre sur une luminance en faces avant et arrière. Nous y reviendrons par la suite.

Étendons donc à présent cette résolution au cas d'un multicouche dont les N couches peuvent être d'épaisseurs différentes $(e_k)_{1 \leq k \leq N}$ et de nature différente. En effectuant la même résolution que précédemment pour chacune des couches, nous sommes en présence de $4N$ inconnues, quatre par couche. Pour résoudre ce problème il nous faut donc écrire autant d'équations. Elles sont données par les 4 conditions aux limites et par les $4(N - 1)$ relations de continuité aux interfaces entre deux couches pour les quatre champs considérés (la température, le flux total et les deux luminances) : nous écrivons la continuité du flux total, de la température aux interfaces et du rayonnement qui y est pour une partie réfléchi (ρ est la réflectivité) et pour l'autre partie transmis (τ est la transmittivité).

Dans une couche k , on écrit :

- la continuité du flux total en face avant de la couche ($1 < k \leq N$) :

$$\bar{\varphi}_{k-1}(z_{k-1} = e_{k-1}) = \bar{\varphi}_k(z_k = 0)$$

- la continuité de la luminance dans le sens du flash (+) en face avant de la couche ($1 < k \leq N$) :

$$\bar{L}_k^+(z_k = 0) = \rho_{k/k-1} \bar{L}_k^-(z_k = 0) + \tau_{k-1/k} \bar{L}_{k-1}^+(z_{k-1} = e_{k-1})$$

- la continuité de la luminance dans le sens opposé au flash (–) en face arrière de la couche ($1 \leq k < N$) :

$$\bar{L}_k^-(z_k = e_k) = \rho_{k/k+1} \bar{L}_k^+(z_k = e_k) + \tau_{k+1/k} \bar{L}_{k+1}^-(z_{k+1} = 0)$$

- la continuité de la température en face arrière de la couche ($1 \leq k < N$) :

$$\bar{\theta}(z_k = e_k) = \bar{\theta}(z_{k+1} = e_{k+1})$$

avec :

$$\begin{aligned}\rho_{k/k-1} + \tau_{k-1/k} &= 1 \\ \rho_{k/k+1} + \tau_{k+1/k} &= 1\end{aligned}$$

En injectant dans ces équations les expressions des différents champs données par (2.33), (2.44), (2.42) et (2.43), on les écrit en fonction des $(\alpha_i)_{1 \leq i \leq 4N}$. On a ainsi respectivement :

$$\begin{aligned}\sum_{i=1}^4 \left(\alpha_{ik-1} \gamma_{ik-1} \delta_{ik-1} \lambda_{k-1} e^{\gamma_{ik-1} e_{k-1}} - \alpha_{ik} \gamma_{ik} \delta_{ik} \lambda_k e^{\gamma_{ik} \cdot 0} \right) \\ = \frac{W_k}{\xi_k} \lambda_k \epsilon_k \kappa_{\lambda_{lk}} e^{-\kappa_{\lambda_{lk}} \cdot 0} - \frac{W_{k-1}}{\xi_{k-1}} \lambda_{k-1} \epsilon_{k-1} \kappa_{\lambda_{lk-1}} e^{-\kappa_{\lambda_{lk-1}} e_{k-1}}\end{aligned}\quad (2.45)$$

$$\begin{aligned}\sum_{i=1}^4 \left(\alpha_{ik} \frac{4P_k n_k^2 \sigma_{SB} T_0^3}{\pi} \left(\frac{(1 + \rho_{k/k-1}) \gamma_{ik} - (1 - \rho_{k/k-1})(M_k + N_k)}{\gamma_{ik}^2 - \nu_k^2} \right) e^{\gamma_{ik} \cdot 0} \right. \\ \left. - \alpha_{ik-1} \tau_{k-1/k} \frac{4P_{k-1} n_{k-1}^2 \sigma_{SB} T_0^3}{\pi} \left(\frac{\gamma_{ik-1} - (M_{k-1} + N_{k-1})}{\gamma_{ik-1}^2 - \nu_{k-1}^2} \right) e^{\gamma_{ik-1} e_{k-1}} \right) \\ = \tau_{k-1/k} \frac{4P_{k-1} n_{k-1}^2 \sigma_{SB} T_0^3}{\pi} \frac{W_{k-1}}{\xi_{k-1}} \left(\frac{\kappa_{\lambda_{lk-1}} + (M_{k-1} + N_{k-1})}{\nu_{k-1}^2 - \kappa_{\lambda_{lk-1}}^2} \right) e^{-\kappa_{\lambda_{lk-1}} e_{k-1}} \\ - \frac{4P_k n_k^2 \sigma_{SB} T_0^3}{\pi} \frac{W_k}{\xi_k} \left(\frac{(1 + \rho_{k/k-1}) \kappa_{\lambda_{lk}} + (1 - \rho_{k/k-1})(M_k + N_k)}{\nu_k^2 - \kappa_{\lambda_{lk}}^2} \right) e^{-\kappa_{\lambda_{lk}} \cdot 0}\end{aligned}\quad (2.46)$$

$$\begin{aligned}\sum_{i=1}^4 \left(\alpha_{ik} \frac{4P_k n_k^2 \sigma_{SB} T_0^3}{\pi} \left(\frac{(1 + \rho_{k/k+1}) \gamma_{ik} + (1 - \rho_{k/k+1})(M_k + N_k)}{\gamma_{ik}^2 - \nu_k^2} \right) e^{\gamma_{ik} e_k} \right. \\ \left. - \alpha_{ik+1} \tau_{k+1/k} \frac{4P_{k+1} n_{k+1}^2 \sigma_{SB} T_0^3}{\pi} \left(\frac{\gamma_{ik+1} + (M_{k+1} + N_{k+1})}{\gamma_{ik+1}^2 - \nu_{k+1}^2} \right) e^{\gamma_{ik+1} \cdot 0} \right) \\ = \frac{4P_k n_k^2 \sigma_{SB} T_0^3}{\pi} \frac{W_k}{\xi_k} \left(\frac{(1 + \rho_{k/k+1}) \kappa_{\lambda_{lk}} - (1 - \rho_{k/k+1})(M_k + N_k)}{\nu_k^2 - \kappa_{\lambda_{lk}}^2} \right) e^{-\kappa_{\lambda_{lk}} e_k} \\ - \tau_{k+1/k} \frac{4P_{k+1} n_{k+1}^2 \sigma_{SB} T_0^3}{\pi} \frac{W_{k+1}}{\xi_{k+1}} \left(\frac{\kappa_{\lambda_{lk+1}} - (M_{k+1} + N_{k+1})}{\nu_{k+1}^2 - \kappa_{\lambda_{lk+1}}^2} \right) e^{-\kappa_{\lambda_{lk+1}} \cdot 0}\end{aligned}\quad (2.47)$$

$$\sum_{i=1}^4 \left(\alpha_{ik} e^{\gamma_{ik} e_k} - \alpha_{ik+1} e^{\gamma_{ik+1} \cdot 0} \right) = \frac{W_{k+1}}{\xi_{k+1}} e^{-\kappa_{\lambda_{lk+1}} \cdot 0} - \frac{W_k}{\xi_k} e^{-\kappa_{\lambda_{lk}} e_k}\quad (2.48)$$

De plus, nous avons deux conditions aux limites en face avant ($k = 1$) :

- le flux total est nul (le flash ayant été pris en compte intrinsèquement et les pertes convecto-radiatifs sont dans l'expression de $\bar{\varphi}$ (cf. équation 2.44)) :

$$\bar{\varphi}_1(z_1 = 0) = 0$$

- la luminance dans le sens du flash est la somme d’une émission propre (d’émissivité ε_1) et d’une réflexion (de réflectivité ρ_1) :

$$\bar{L}_1^+(z_1 = 0) = \varepsilon_1 \bar{L}^0(T(z_1 = 0)) + \rho_1 \bar{L}_1^-(z_1 = 0)$$

Ce qui donne :

$$\sum_{i=1}^4 \alpha_{i1} (\gamma_{i1} \delta_{i1} \lambda_1 + h) e^{\gamma_{i1} \cdot 0} = -\frac{W_1}{\xi_1} (\lambda_1 \epsilon_1 \kappa_{\lambda_{l1}} + h) e^{-\kappa_{\lambda_{l1}} \cdot 0}$$

et :

$$\begin{aligned} \sum_{i=1}^4 \alpha_{i1} \left[\frac{4P_1 n_1^2 \sigma_{SB} T_0^3}{\pi} \left(\frac{(1 + \rho_1) \gamma_{i1} - (1 - \rho_1)(M_1 + N_1)}{\gamma_{i1}^2 - \nu_1^2} \right) \right. \\ \left. - \varepsilon_1 \frac{4n_1^2 \sigma_{SB} T_0^3}{\pi} \right] e^{\gamma_{i1} \cdot 0} \\ = \left(\varepsilon_1 - P_1 \frac{(1 + \rho_1) \kappa_{\lambda_{l1}} + (1 - \rho_1)(M_1 + N_1)}{\nu_1^2 - \kappa_{\lambda_{l1}}^2} \right) \frac{W_1}{\xi_1} \frac{4n_1^2 \sigma_{SB} T_0^3}{\pi} e^{-\kappa_{\lambda_{l1}} \cdot 0} \end{aligned}$$

Enfin, nous avons le même type d’équations pour les conditions aux limites en face arrière ($k = N$) :

- la luminance dans le sens opposé au flash est la somme d’une émission propre (d’émissivité ε_N) et d’une réflexion (de réflectivité ρ_N) :

$$\bar{L}_1^-(z_N = 0) = \varepsilon_N \bar{L}^0(T(z_N = e_N)) + \rho_N \bar{L}_N^+(z_N = e_N)$$

- le flux total est nul puisqu’il n’y a aucune perturbation (les pertes convecto-radiatives sont comprises dans le flux $\bar{\varphi}$ (cf. équation 2.44)) :

$$\bar{\varphi}_1(z_N = 0) = 0$$

Ce qui donne :

$$\begin{aligned} \sum_{i=1}^4 \alpha_{iN} \left[\frac{4P_N n_N^2 \sigma_{SB} T_0^3}{\pi} \left(\frac{(1 + \rho_N) \gamma_{iN} + (1 - \rho_N)(M_N + N_N)}{\gamma_{iN}^2 - \nu_N^2} \right) \right. \\ \left. + \varepsilon_N \frac{4n_N^2 \sigma_{SB} T_0^3}{\pi} e^{\gamma_{iN} e_N} \right] \\ = \left(P_N \frac{(1 + \rho_N) \kappa_{\lambda_{l1}} - (1 - \rho_N)(M_N + N_N)}{\nu_N^2 - \kappa_{\lambda_{lN}}^2} - \varepsilon_N \right) \frac{W_N}{\xi_N} \frac{4n_N^2 \sigma_{SB} T_0^3}{\pi} e^{-\kappa_{\lambda_{lN}} e_N} \end{aligned}$$

et :

$$\sum_{i=1}^4 \alpha_{iN} (\gamma_{iN} \delta_{iN} \lambda_1 - h) e^{\gamma_{iN} e_N} = -\frac{W_N}{\xi_N} (\lambda_N \epsilon_N \kappa_{\lambda_{lN}} - h) e^{-\kappa_{\lambda_{lN}} e_N}$$

Remarque. Ces conditions aux limites sont celles que l'on écrit dans le cadre de la méthode flash qui est l'expérience qui nous intéresse plus particulièrement. Pour étudier une autre expérience, les équations générales aux interfaces restent inchangées et seules les équations des conditions aux limites sont différentes.

En regroupant les $(\alpha_i)_{1 \leq i \leq 4N}$ dans un vecteur d'inconnues $\bar{x}$, on peut écrire les $4N$ équations du problème sous la forme matricielle suivante :

$$\bar{\bar{A}} \cdot \bar{x} = \bar{b}$$

On détermine donc les $(\alpha_i)_{1 \leq i \leq 4N}$ en résolvant ce système linéaire par des méthodes numériques. Notre problème est alors complètement résolu puisque ceci étant fait, on est en mesure d'écrire les quatre champs du problème dans l'espace de Laplace à chaque z dans chacune des couches. Un algorithme d'inversion numérique de Laplace (par exemple celui de de Hoog [de Hoog 1982], ceux de la transformée de Fourier rapide inverse iFFT ou celui de Stehfest [Stehfest 1970]) permet d'obtenir l'évolution temporelle de chacun des champs en tout point de l'échantillon, en particulier dans le cadre de la méthode flash celle de la température en face arrière.

Remarque. Lazard *et al.* ont développé un calcul qui prend en compte une diffusion anisotrope du rayonnement. Ils ont montré que, dans le cadre de la méthode flash, les écarts de température entre un modèle à diffusion isotrope et un modèle à diffusion anisotrope étaient relativement faibles (surtout présents aux temps courts). Ainsi, l'erreur commise sur l'estimation de la diffusivité thermique en est négligeable. Néanmoins, on pourrait enrichir notre modèle en reprenant la même démarche menée dans cette partie et à partir des travaux de Lazard *et al.* en prenant en compte une diffusion anisotrope. Pour mener une approche analytique jusqu'au bout, cela nécessite d'utiliser une méthode de substitution de noyau dont nous n'avons pas eu besoin ici en considérant une diffusion isotrope.

2.2.2. Étude de corrélation

La partie précédente nous a permis de poser et de résoudre le problème transitoire de la méthode flash unidirectionnelle dans un échantillon multicouche *i.e.* de déterminer l'évolution de la température en face arrière au cours du temps. Dans ce problème, les couches sont supposées être constituées chacune d'un matériau pouvant être semi-transparent dans lequel le transfert de chaleur est couplé (conducto-radiatif). La résolution de ce problème direct est destinée à l'estimation de la diffusivité thermique de matériaux semi-transparents ou de milieux homogènes équivalents (en particulier poreux et pour lesquels on parle de diffusivité thermique phonique effective). Il est intéressant à présent d'étudier la sensibilité de ce modèle à la diffusivité thermique afin de savoir si ce paramètre peut être correctement estimé avec ce modèle. Cette étude a été menée par Niezgoda [Niezgoda 2009] sur un modèle de la méthode flash à plusieurs paramètres. Elle a montré que les propriétés radiatives ne pouvaient pas être estimées convenablement par cette expérience. Aussi, par la suite, nous avons choisi

de déterminer différemment ces paramètres et de les fixer dans ce modèle pour ne nous intéresser qu'à l'estimation de la diffusivité thermique. Néanmoins, dans l'étude de corrélation ici présentée, nous allons montrer que la diffusivité thermique a est le seul paramètre que l'on puisse correctement estimer (avec une sensibilité suffisante sans être corrélé avec aucun groupe de paramètres) à la différence des coefficients d'absorption et de diffusion qui n'ont pas une sensibilité suffisante.

Pour notre modèle, l'étude de sensibilité est assez fastidieuse à mener car les sensibilités dépendent du jeu de données, de la température et de la valeur du paramètre à estimer. Nous avons mené l'étude de sensibilités et de corrélation pour les six jeux tels que présentés dans la section 3.1 dans le tableau 3.1 mais nous avons décidé de ne présenter que les résultats et la démarche —identique pour tous— de deux familles de matériaux avec des jeux de données proches de celles que nous avons rencontrées à des températures différentes : le premier proche de l'aérogel de silice, le second proche du WDS. Ils sont donnés dans le tableau 2.1. La configuration étudiée est celle du tricouche milieu opaque-milieu semi-transparent-milieu opaque utilisée en pratique.

L'expression analytique de la sensibilité réduite (étoilée²) du modèle à la diffusivité thermique étant complexe, nous la calculons numériquement par un schéma de différences finies :

$$X_a^*(t) = aX_a(t) = a \left. \frac{\partial T(t, a)}{\partial a} \right|_a \simeq \frac{T(t, (1 + \epsilon)a) - T(t, (1 - \epsilon)a)}{2\epsilon}$$

où ϵ a une faible valeur (typiquement de l'ordre de 5 %). Pour comparer les valeurs des sensibilités entre elles à températures différentes, nous réduisons les valeurs par rapport au maximum de la température en face arrière dans une condition donnée. Enfin, ces sensibilités étant des variables dépendant du temps, il nous a paru intéressant de relever plusieurs paramètres :

- l'intégrale Υ_{tot} de la valeur absolue de la sensibilité sur l'ensemble du temps,
- l'intégrale $\Upsilon_{t_{\text{max}}}$ de la valeur absolue de la sensibilité sur l'ensemble du temps jusqu'au maximum de la température,
- le ratio du temps ϖ où la sensibilité (en valeur absolue) est maximale par rapport au temps où la température est maximale.

Remarque. Dans cette étude de corrélation, la sensibilité à la diffusivité thermique est calculée avec la capacité calorifique volumique constante.

Jeu de données 1 aérogel

Sensibilités La figure 2.5 donne les sensibilités réduites en fonction du temps pour le jeu de données 1.

Les trois grandeurs dont nous avons parlé : l'intégrale de la valeur absolue de la sensibilité sur l'ensemble du temps Υ_{tot} , l'intégrale de la valeur absolue de la sensibilité sur l'ensemble du temps jusqu'au maximum de la température $\Upsilon_{t_{\text{max}}}$ et le ratio du

2. On préfère travailler en sensibilité réduite car cela permet de comparer les sensibilités entre elles et par rapport à la grandeur considérée.

Matériau	Jeu 1 aérogel	Jeu 2 WDS
Température (°C)	20	390
Épaisseur (mm)	3,3	2,4
Capacité calorifique volumique ($\text{J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$)	$2,2.10^5$	$3,2.10^5$
Indice optique	$\simeq 1,0$	$\simeq 1,0$
Coefficient d'absorption (m^{-1})	155	10
Coefficient de diffusion (m^{-1})	210	$1,1.10^4$
Coefficient d'échange ($\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$)	5	25

TABLE 2.1.: Propriétés thermiques et radiatives des matériaux de validation

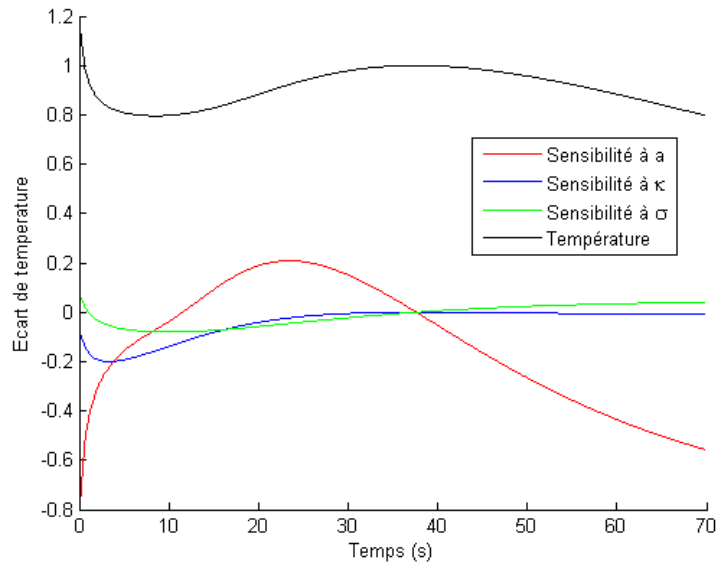


FIGURE 2.5.: Sensibilités pour le jeu de données 1 aérogel

temps ϖ où la sensibilité (en valeur absolue) est maximale par rapport au temps où la température est maximale sont résumés dans le tableau 2.2 pour les trois paramètres et pour ce jeu de données. Ils permettent de quantifier cette interprétation visuelle.

Paramètre considéré	a	κ	σ
Υ_{tot}	12,8	0,19	1,2
$\Upsilon_{t_{\text{max}}}$	4,1	0,15	0,89
ϖ	0	0,055	0,11

TABLE 2.2.: Calculs sur les sensibilités du jeu 1 aérogel

Compte tenu des valeurs du tableau 2.2, on peut noter que les sensibilité à la diffusivité thermique intégrées semblent suffisamment importantes alors que celles aux coefficients d'absorption et de diffusion sont très faibles. La sensibilité à la diffusivité thermique est maximale aux temps courts comme celles aux deux autres paramètres mais leur valeur est plus faible.

Des valeurs de coefficients de corrélation (matrice de variance-covariance) et des écarts-types sont données dans [Niezgoda 2009]. Cette étude a montré que les coefficients de corrélation de la diffusivité thermique étaient faibles alors que ceux des propriétés radiatives étaient assez élevées. Cela traduit ainsi leur corrélation contrairement à la diffusivité thermique qui ne l'est pas (et qu'on pourra donc *a priori* estimer). C'est ce que nous allons montrer à présent.

Corrélation entre trois paramètres À ce stade, on sait déjà que les propriétés radiatives seront très mal estimées. Concernant la diffusivité thermique, ce sera possible à condition qu'elle ne soit pas corrélée avec aucun groupe de paramètres : d'une part avec les deux paramètres radiatifs pris ensemble — ce que nous allons voir dans ce paragraphe — et d'autre part avec l'un et l'autre de ces deux paramètres — ce que nous allons voir dans le paragraphe suivant. Nous renvoyons à la section 2.1.3 pour davantage d'explications sur ce point. Voyons donc s'il est possible d'écrire la sensibilité à la diffusivité thermique comme une combinaison linéaire de la sensibilité au coefficient d'absorption et celle du coefficient de diffusion. On cherche à obtenir les coefficients de cette éventuelle combinaison linéaire par méthode des moindres carrés.

La figure 2.6 montre qu'il n'est pas possible de trouver des coefficients permettant de satisfaire une telle combinaison linéaire. Ainsi, ces trois paramètres ne sont pas corrélés entre eux tous pour ce jeu de données.

Corrélation entre deux paramètres Il reste enfin à voir si la diffusivité thermique n'est pas corrélée avec un seul autre paramètre. Pour cela, nous avons choisi de tracer (cf. Figure 2.7) les sensibilités aux coefficients d'absorption et de diffusion en fonction de la sensibilité à la diffusivité thermique.

Nous constatons que ces courbes ne sont pas des droites traduisant le fait qu'il n'y a pas de relation linéaire entre ces sensibilités. Ainsi, la diffusivité thermique n'est

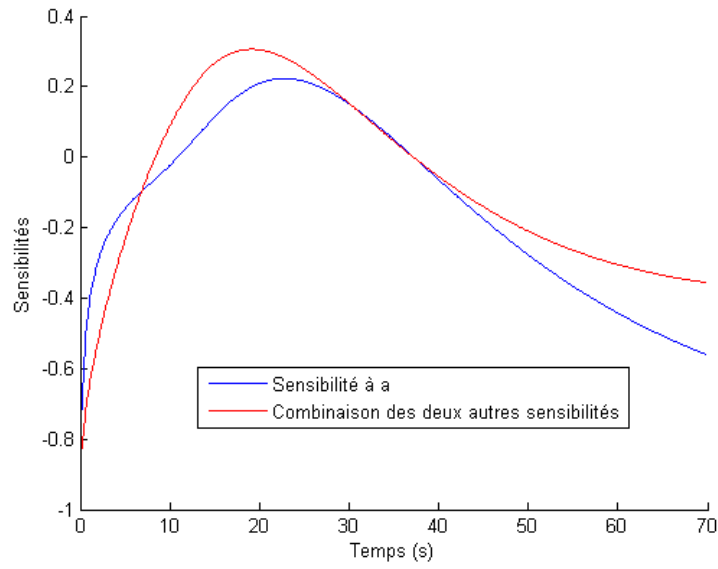


FIGURE 2.6.: Étude de corrélation entre les trois paramètres pour la diffusivité pour le jeu 1 aérogel

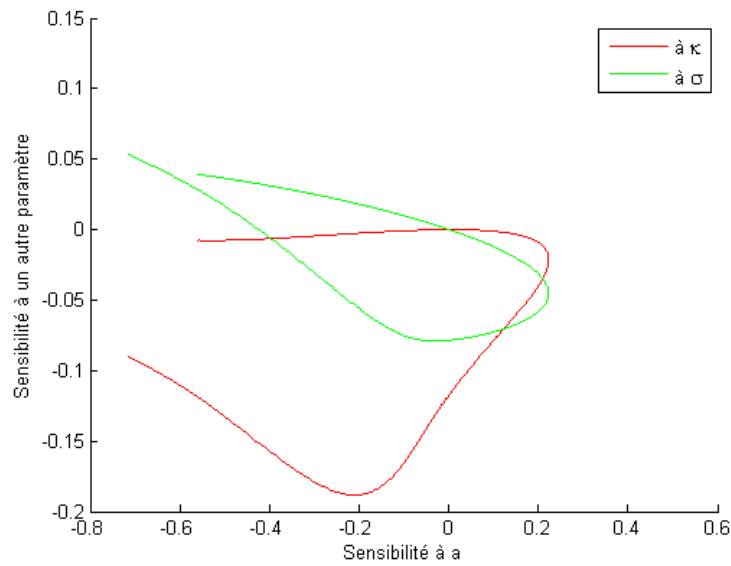


FIGURE 2.7.: Étude de corrélation entre deux paramètres pour la diffusivité pour le jeu 1 aérogel

corrélée avec aucun paramètre et peut correctement être estimée. Procédons de la même façon pour le second jeu de données.

Remarque. On montre aussi que les deux paramètres radiatifs κ et σ ne sont pas corrélés entre eux pour ce jeu de données comme le montre la figure 2.8.

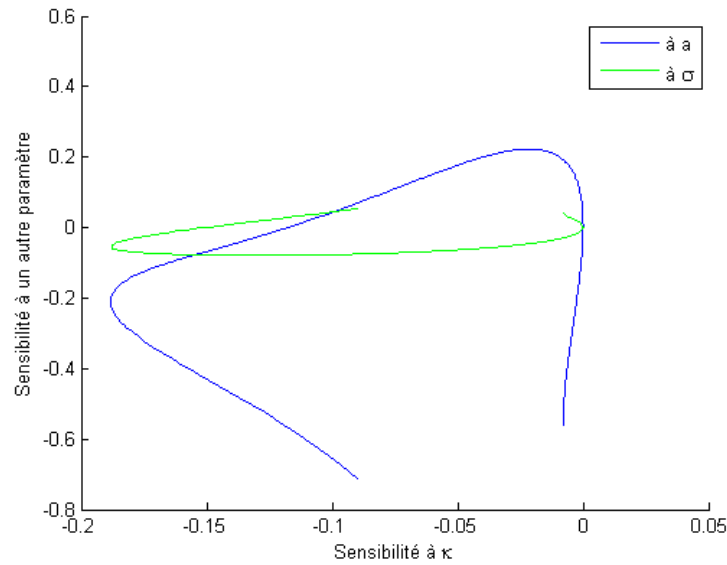


FIGURE 2.8.: Étude de corrélation entre deux paramètres pour le coefficient d'absorption pour le jeu 1 aérogel

Jeu de données 2 WDS

Sensibilités La figure 2.9 donne les sensibilités réduites en fonction du temps pour le jeu de données 2.

Les trois grandeurs Υ_{tot} , $\Upsilon_{t_{\text{max}}}$ et ϖ pour ce jeu de données sont résumés dans le tableau 2.3 pour les trois paramètres.

Paramètre considéré	a	κ	σ
Υ_{tot}	15,9	2,7	2,5
$\Upsilon_{t_{\text{max}}}$	5,5	2,5	1,7
ϖ	0	0,0883	0,2632

TABLE 2.3.: Calculs sur les sensibilités du jeu 2 WDS

De même que pour le jeu de données 1, on note que les sensibilités à la diffusivité thermique intégrées sont importantes alors que celles aux coefficients d'absorption et de diffusion sont faibles. Leur sensibilité est la plus importante aux temps courts mais leur valeur est faible.

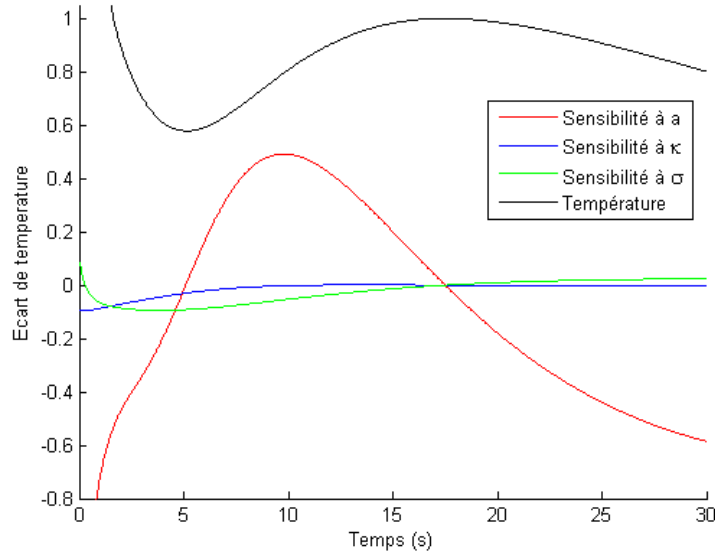


FIGURE 2.9.: Sensibilités pour le jeu de données 2 WDS

Les conclusions restent les mêmes que pour le cas précédent : seule la diffusivité thermique peut être estimée correctement mais pas les propriétés radiatives.

Corrélation entre trois paramètres Voyons à présent s'il est possible d'écrire la sensibilité à la diffusivité thermique comme une combinaison linéaire de la sensibilité au coefficient d'absorption et celle du coefficient de diffusion.

Nous avons cherché à obtenir les coefficients de cette éventuelle combinaison linéaire par méthode des moindres carrés, ce que présente la figure 2.10. On montre ainsi qu'il n'est pas possible de trouver des coefficients permettant de satisfaire une telle combinaison linéaire et que ces trois paramètres ne sont pas corrélés entre eux tous pour ce jeu de données.

Corrélation entre deux paramètres De nouveau, nous montrons que la diffusivité thermique n'est pas corrélée avec une seul autre paramètre. Pour cela, nous avons choisi de tracer (cf. Figure 2.11) les sensibilités aux coefficients d'absorption et de diffusion en fonction de la sensibilité à la diffusivité thermique.

Nous constatons que ces courbes ne sont pas des droites traduisant le fait qu'il n'y a pas de relation linéaire entre ces sensibilités. Ainsi, la diffusivité thermique n'est corrélée avec aucun paramètre et peut correctement être estimée une fois encore.

Remarque. On montre encore que les deux paramètres radiatifs κ et σ ne sont pas corrélés entre eux pour ce jeu de données comme le montre la figure 2.12.

Remarque. La sensibilité de l'élévation de température par rapport aux paramètres radiatifs aux temps très courts montre qu'ils ont une influence sur la forme des phé-

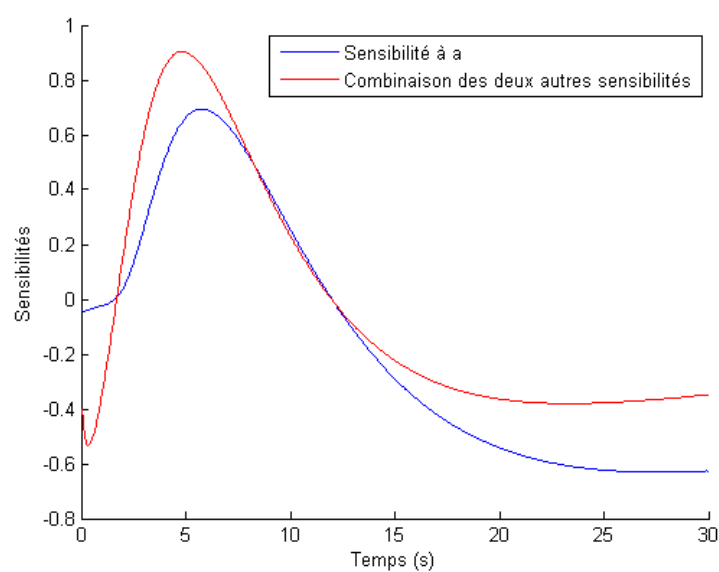


FIGURE 2.10.: Étude de corrélation entre les trois paramètres pour la diffusivité pour le jeu 2 WDS

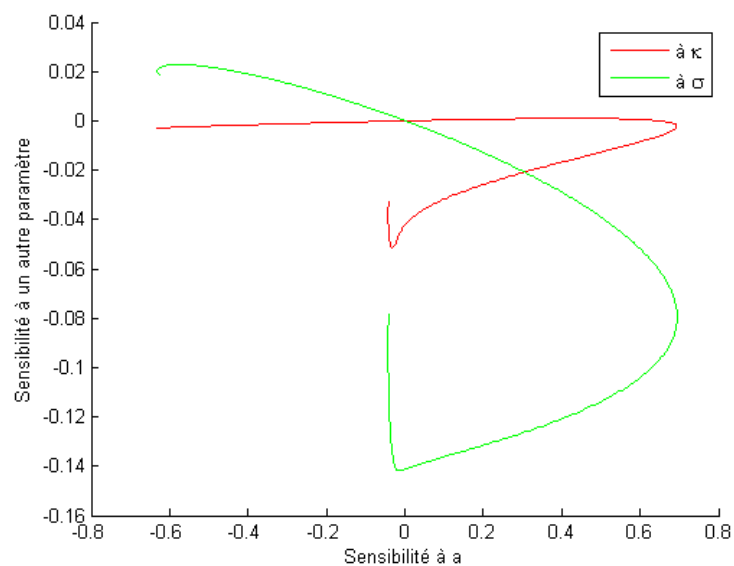


FIGURE 2.11.: Étude de corrélation entre deux paramètres pour la diffusivité pour le jeu 2 WDS

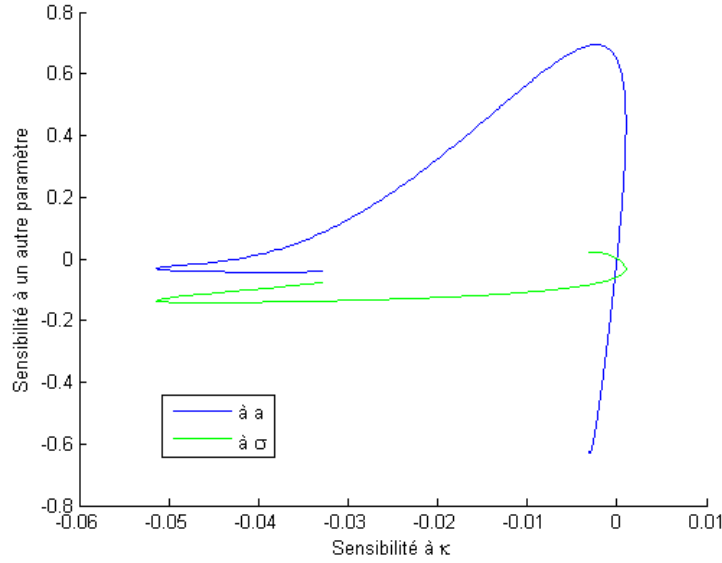


FIGURE 2.12.: Étude de corrélation entre deux paramètres pour le coefficient d'absorption pour le jeu 2 WDS

nomènes qui se produisent au début des thermogrammes sur des matériaux semi-transparents (pic, marche, *etc.*). Nous verrons comment ils influent sur ces formes plus en détails dans la section suivante. Néanmoins, nous pensons qu'il y a peut-être de l'information concernant ces propriétés radiatives à tirer de ces formes de début de thermogramme sans avoir pu pour l'instant définir sa nature ni comment l'obtenir (étude des tangentes à l'origine, *etc.*)...

Cette étude montre que le modèle semble être suffisamment sensible à la diffusivité thermique pour être en mesure de bien l'estimer quelles que soient la température et la valeur de la diffusivité thermique. Le chapitre suivant va s'attacher à le démontrer.

Chapitre 3.

Validation du code d'estimation de la diffusivité thermique

3.1. Validation du modèle

Nous allons à présent valider le modèle à partir de trois matériaux au comportement différent en réponse à la méthode flash : un matériau purement opaque, le POCO (un graphite densifié), et deux matériaux semi-transparents, un aérogel de silice et le WDS (superisolant thermique). Nous allons montrer que nous sommes capables de reproduire le comportement thermique — souvent atypique — de ces matériaux suite à une sollicitation flash et d'estimer correctement leur diffusivité thermique. Nous étudierons également un cas de matériau transparent dans le cadre d'une inter-comparaison. Il y a deux choses à décrire avant de pouvoir comparer un thermogramme expérimental et un thermogramme numérique :

- comment on obtient en pratique le thermogramme expérimental,
- comment on obtient en pratique les propriétés du milieu semi-transparent (et des couches opaques en faces avant et arrière) pour alimenter le code d'estimation.

3.1.1. Description de l'appareil réalisant la méthode flash

L'appareillage (cf. Figures 3.1 et 3.2), installé au CEA Le Ripault et présenté par Hay *et al.* [Hay 2006], duquel sont issus nos thermogrammes permet de faire des mesures jusqu'à 3300 K sous atmosphère (hélium, azote, argon) ou sous vide. Il est constitué d'un four à induction, d'un four résistif et des installations permettant de réaliser la méthode flash avec un laser et des mesures de capacité calorifique par calorimétrie à chute. Le four inductif peut être utilisé par les deux types d'installation (flash et calorimétrie), le four résistif n'est utilisé que par les installations flash.

Les fours

Le four résistif est un cylindre horizontal fermé à ces deux extrémités par deux fenêtres en ZnSe qui sont transparentes à la longueur d'onde du laser et dans la plage de longueurs d'onde à laquelle opère le détecteur infrarouge présenté ci-après. L'échantillon est placé verticalement dans un porte-échantillon situé au centre du four

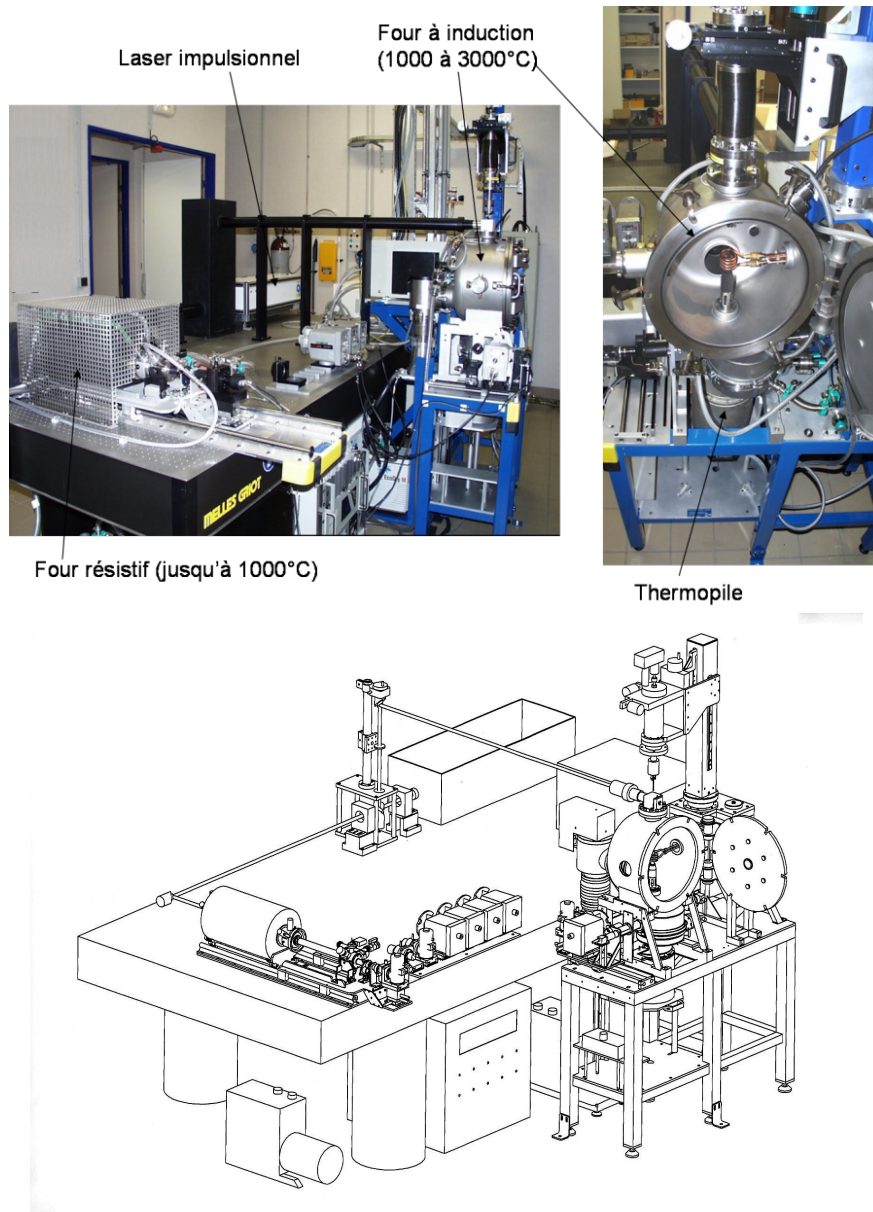


FIGURE 3.1.: Banc d'essai pour réaliser la méthode flash

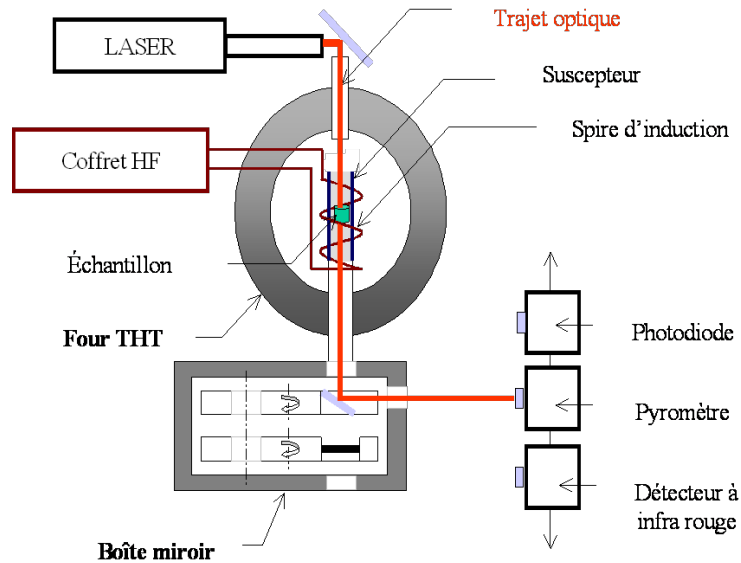


FIGURE 3.2.: Schéma du banc d'essai pour réaliser la méthode flash

dont la chambre peut s'élever jusqu'à 1300 K. Sa température stationnaire est mesurée par un thermocouple Type S situé à proximité et connecté à un multimètre 34970A Agilent.

Le four inductif est une cavité refroidie à l'eau au centre de laquelle un inducteur chauffant (bobine inductive) et un suscepteur sont placés le long d'un axe vertical. L'inducteur est connecté à une source de puissance haute fréquence et refroidie à l'eau. Le suscepteur est un cylindre de graphite chauffé par induction et l'échantillon placé à l'intérieur de ce suscepteur est alors chauffé par transfert radiatif. Le four inductif peut être utilisé pour chauffer un échantillon extrêmement rapidement (absence d'inertie thermique) à très haute température (de 600 à 3300 K) et permet d'éviter toute perturbation provenant de la source de chaleur. La température de l'échantillon est mesurée par quatre pyromètres infrarouges bichromatiques calibrés qui opèrent sur des plages de température différentes qui couvrent toute celle du four. La distance entre l'échantillon et les pyromètres est d'environ 500 mm. Une étude de la résolution optique des pyromètres a montré que la zone de mesure sur l'échantillon a un diamètre de 7-8 mm.

Mesure de la capacité calorifique

Le principe de la mesure de la capacité calorifique La capacité calorifique d'un échantillon (sans couche opaque) peut être déduite de mesures d'enthalpies par calorimétrie. Ces mesures d'enthalpies par calorimétrie à chute consistent à chauffer un échantillon de masse M à une température constante T dans un four et qu'on laisse tomber dans un calorimètre — maintenu à une température $T_0 < T$ (la température de l'expérience, celle de l'équation (2.30)) — placé en-dessous. L'énergie dissipée

par l'échantillon pendant son refroidissement dans le calorimètre est mesurée par une thermopile qui fournit un signal proportionnel à la différence de température entre l'échantillon et le calorimètre. La variation d'enthalpie $\Delta H_{T_0}^T = H(T) - H(T_0)$ est obtenue par intégration du signal délivré par le calorimètre sur l'ensemble de la durée de refroidissement.

Les mesures de la variation d'enthalpie $\Delta H_{T_0}^T$ sont réalisées pour différentes températures T pour obtenir la variation d'enthalpie en fonction de la température $\Delta H_{T_0}^T(T)$. La capacité calorifique $c_P(T)$ est alors calculée en dérivant la fonction obtenue par rapport à la température :

$$c_P(T) = \frac{1}{M} \left. \frac{\partial \Delta H_{T_0}^T(T)}{\partial T} \right|_P$$

Le dispositif de mesure de la capacité calorifique L'installation permettant de réaliser la méthode flash est également équipée d'un calorimètre à chute permettant de mesurer la capacité calorifique d'un échantillon (sans couche opaque). Pour ce faire, l'échantillon est attaché à un fil de tungstène connecté à des pinces motorisées (cf. Figure 3.3). Les pinces, fixées au-dessus du four inductif par une connexion hermétique, sont associées sur un système multi-axial utilisé pour placer l'échantillon — de 8 mm de diamètre et de 10 mm d'épaisseur — au centre du suscepteur en graphite avec une précision de $\pm 0,1$ mm. Quand la température de l'échantillon est stable, les pinces relâchent le fil et l'échantillon tombe dans le calorimètre.

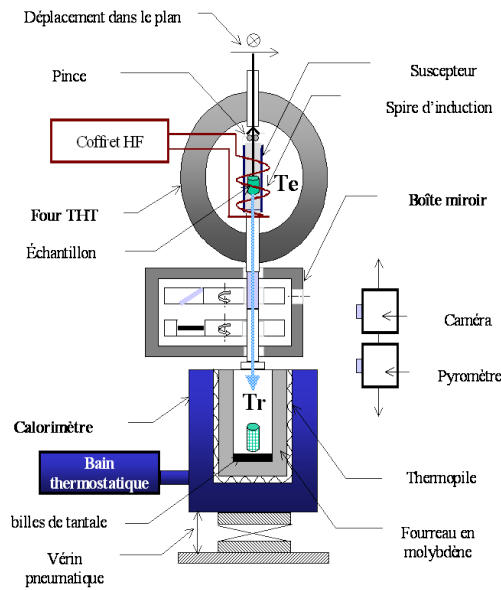


FIGURE 3.3.: Dispositif de mesure de la capacité calorifique

Le calorimètre est de type Calvet, constitué d'un fluxmètre situé entre une cellule de mesure et une jointure isotherme. Le flux de chaleur échangé entre la cellule de mesure

et la jointure isotherme est détecté par le fluxmètre comprenant environ 500 thermocouples chromel-alumine en série. Le signal délivré par le fluxmètre est mesuré par un multimètre 34970A. La température de la jointure est maintenue constante inférieure à 0,1 K par un bain thermostaté. Un cylindre de molybdène est placé dans la cellule pour homogénéiser le champ de température et augmenter la capacité calorifique du calorimètre.

Le calorimètre et le four inductif sont reliés via un périscope mobile qui possède les trois fonctions suivantes (cf. Figure 3.3) :

- isoler thermiquement le four du calorimètre pendant le chauffage de l'échantillon en positionnant un bouclier radiatif entre eux,
- permettre le transfert de l'échantillon quand il tombe du four dans le calorimètre. Un trou est aligné avec le four et le calorimètre quand les pinces s'ouvrent. Le bouclier radiatif est immédiatement repositionné après la chute de l'échantillon.
- transmettre optiquement l'image de l'échantillon, via un miroir plan à 90° et une fenêtre en ZnSe, à la caméra pour visualiser l'échantillon pendant son positionnement dans le suscepteur ou pour mesurer la température de l'échantillon avant sa chute avec un pyromètre infrarouge. Le pyromètre et la caméra sont installés sur le même plan utilisé pour mettre l'un ou l'autre face au miroir.

Le calorimètre peut être facilement déconnecté du périscope et déplacé le long d'un axe vertical pour extraire l'échantillon du calorimètre après l'essai. Le four inductif, le périscope et le calorimètre fonctionnent sous vide (10^{-4} mbar) ou sous atmosphère inerte pour éviter toute dégradation ou oxydation de l'échantillon à haute température. La température de la jointure isotherme est mesurée par un thermomètre calibré de résistance en platine de 100 Ω connecté au multimètre 34970A.

Le laser flash impulsionnel

En fonction de la température étudiée, on choisit un four ou l'autre pour chauffer l'échantillon. Pour mesurer la diffusivité thermique entre 300 et 1300 K, l'échantillon — de 10 mm de diamètre et d'environ 1-3 mm d'épaisseur — est positionné verticalement dans le four résistif. Pour les très hautes températures (600-3300 K), l'échantillon est positionné horizontalement en haut du suscepteur en graphite, à l'intérieur du four inductif. Dans ce cas, le calorimètre et les pinces sont retirés et remplacés respectivement par un couvercle et par un dispositif optique constitué d'un miroir plan à 90° et d'une fenêtre en ZnSe (cf. Figure 3.2).

La source utilisée pour irradier la face avant de l'échantillon est un laser QUANTEL de verre Nd-phosphate dont la longueur d'onde est de 1054 nm et dont l'impulsion dure 450 μ s. Un miroir plan mobile, situé au début du chemin optique du faisceau laser, est utilisé pour le diriger vers l'un ou l'autre des fours (cf. Figure 3.2). Le faisceau est alors transmis soit au four inductif, soit au four résistif par un jeu de lentilles et de miroirs de telle sorte que son diamètre soit approximativement de 10 mm sur l'échantillon. Un capot de protection entoure le faisceau laser tout au long de son chemin optique afin d'éviter des blessures accidentelles à l'utilisateur. Les alignements des éléments optiques (lentilles, miroirs, diaphragme, *etc.*) sont réalisés avec un laser

HeNe concentrique avec le laser en verre Nd-phosphate. Le faisceau entre horizontalement dans le four résistif et verticalement dans le four inductif, par la fenêtre en ZnSe situé au-dessus. On utilise une photodiode pour déterminer la durée, la forme de l'impulsion et l'origine des temps qui correspond au temps où le faisceau laser irradie l'échantillon.

L'élévation induite de la température de l'échantillon en face arrière est mesurée par des moyens optiques avec deux détecteurs infrarouges : un détecteur HgCdTe pour la plage de température entre 300 et 1300 K et un détecteur InGaAs pour la plage entre 1100 et 3300 K. On associe une lentille optique à chaque détecteur pour que le diamètre de sa cible soit identique à celui de l'échantillon. Dans le four inductif, l'image de l'échantillon est transmise par voie optique à l'aide d'un périscope vers le détecteur infrarouge situé à proximité du pyromètre précédemment décrit.

Un système d'amplification spécifique est associé à chaque détecteur pour optimiser le rapport signal sur bruit. Le signal analogique délivré par le détecteur est une première fois amplifié avec un pont de résistances ou un convertisseur de courant/tension en fonction du type de détecteur (photoconducteur ou photovoltaïque). La ligne de base (le signal constant avant le flash) est ensuite soustraite en utilisant un amplificateur différentiel. Le signal est finalement filtré par un filtre passe-bas dont la fréquence de coupure est de 25 kHz avant d'être converti par le convertisseur alternatif-continu d'un dispositif d'acquisition de données NI PCI-6052.

Le système de contrôle et d'acquisition des données

Tous les instruments (pinces, pompe à vide, laser, périscope, *etc.*) et les éléments de sécurité (clapet, capot de sécurité, *etc.*) sont pilotés par un logiciel de contrôle (ou supervision) programmable Telematic TSX Premium PLC connecté à un ordinateur. Si une des exigences de sécurité n'est pas vérifiée, le contrôleur arrête la poursuite de l'essai jusqu'à ce que l'exigence soit satisfaite. L'ordinateur exécute un programme Labview qui contrôle à la fois l'acquisition des données et l'ensemble de l'installation via le logiciel de contrôle.

L'acquisition des thermogrammes est réalisée soit avec le multimètre 34970A pour des mesures de capacité calorifique, soit avec le dispositif d'acquisition de données NI PCI-6052 pour des mesures de diffusivité thermique. Tous les paramètres de l'acquisition de données (gains d'amplification, fréquence, nombre de points d'acquisition, taux de pré-déclenchement, *etc.*) sont choisis par l'utilisateur à partir d'une interface Labview homme-machine. Le début de l'acquisition de données est synchronisé soit avec le flash laser en utilisant un signal de déclenchement généré par le dispositif d'acquisition de données NI PCI-6052, soit avec l'ouverture des pinces pilotée par le logiciel de contrôle. Les signaux provenant du détecteur infrarouge ou du calorimètre antérieurs au déclenchement — correspondant à la ligne de base du thermogramme — sont enregistrés de manière continue dans une mémoire de pré-déclenchement circulaire. Quand le déclenchement est détecté, les nouvelles données sont enregistrées dans une mémoire de post-déclenchement.

3.1.2. Mesure des propriétés radiatives effectives d'un milieu semi-transparent poreux

Les propriétés radiatives du matériau étudié dont nous avons besoin dans ce modèle sont l'indice optique complexe, le coefficient d'absorption et le coefficient de diffusion du matériau homogène équivalent. Nous allons à présent décrire la démarche pour obtenir ces propriétés dites effectives ou équivalentes *i.e.* représentatives du comportement du matériau hétérogène étudié.

Remarque. Dans le cas où la diffusion du rayonnement ne serait pas isotrope et pris en compte en tant que telle dans le modèle, la fonction de phase de diffusion serait également à déterminer.

Le principe de la mesure du coefficient d'absorption spectral équivalent

Le spectre du coefficient d'absorption équivalent — dépendant de la température — peut être déterminé à partir de la mesure de l'émittance spectrale d'un échantillon. Le coefficient d'absorption κ à la longueur d'onde λ s'écrit à partir de l'indice d'extinction k :

$$\kappa_\lambda(T) = 4\pi \frac{k_\lambda(T)}{\lambda}$$

L'indice d'extinction k est la partie imaginaire de l'indice de réfraction (ou optique) complexe $\tilde{n}$. Sa partie réelle est l'indice de réfraction (ou optique) n_λ .

$$\tilde{n}_\lambda(T) = n_\lambda(T) + i k_\lambda(T)$$

Cette indice de réfraction complexe $\tilde{n}$ est la racine carrée de la fonction diélectrique complexe $\tilde{\epsilon}$:

$$\tilde{n}_\lambda(T) = \sqrt{\tilde{\epsilon}_\lambda(T)}$$

Ainsi, on peut déterminer l'indice d'extinction k_λ d'un échantillon — et donc son coefficient d'absorption κ — à partir de sa fonction diélectrique complexe en en prenant la partie imaginaire $\Im$. Or, pour un échantillon homogène (ou considéré comme équivalent à un milieu homogène) plan à faces parallèles optiquement polies, l'émittance spectrale E est reliée à la fonction diélectrique complexe $\tilde{\epsilon}$ par :

$$E_\lambda(T) = \frac{[1 - \rho_\lambda(T)] (1 - e^{-\kappa_\lambda(T)\delta})}{1 - \rho_\lambda(T) e^{-\kappa_\lambda(T)\delta}} \quad \text{avec :} \quad \rho_\lambda(T) = \left| \frac{\sqrt{\tilde{\epsilon}_\lambda(T)} - 1}{\sqrt{\tilde{\epsilon}_\lambda(T)} + 1} \right|^2$$

Soit :

$$E_\lambda(T) = \frac{\left[1 - \left| \frac{\sqrt{\tilde{\epsilon}_\lambda(T)} - 1}{\sqrt{\tilde{\epsilon}_\lambda(T)} + 1} \right|^2 \right] \left(1 - e^{-4\pi \frac{\Im(\sqrt{\tilde{\epsilon}_\lambda(T)})}{\lambda} \delta} \right)}{1 - \left| \frac{\sqrt{\tilde{\epsilon}_\lambda(T)} - 1}{\sqrt{\tilde{\epsilon}_\lambda(T)} + 1} \right|^2 e^{-4\pi \frac{\Im(\sqrt{\tilde{\epsilon}_\lambda(T)})}{\lambda} \delta}}$$

Finalement, la mesure de l'émittance spectrale d'un échantillon permet de remonter au spectre de son coefficient d'absorption équivalent.

Le dispositif de mesure de l'émittance spectrale

Le dispositif de mesure de l'émittance spectrale est installé au CEMHTI Orléans et est unique au monde de par la gamme de température et le domaine spectral sondé. Pour mesurer l'émittance spectrale d'un matériau, nous avons utilisé un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier conçu par Bruker Optics (Elltingen, Germany). Ce dispositif sonde les mécanismes d'absorption pouvant se produire dans un échantillon et donne accès à sa réflectivité et sa transmittivité sur une plage spectrale comprise entre 0,25 et 1000 μm (10 à 40000 cm^{-1}). En fonction de la température à laquelle on souhaite connaître les propriétés de l'échantillon, on utilise soit une méthode indirecte (jusqu'à 1300 K), soit une méthode directe (au-delà de 1300 K). L'échantillon, d'environ 10 mm de côté, optiquement poli, est chauffé par des fours à résistance de platine. Au-delà de 1300 K, les détecteurs sont aveuglés par les flux issus des parois chaudes du four. On utilise alors une méthode directe basée sur la définition du facteur d'émission. Le spectromètre offre un ensemble de possibilités permettant d'étudier la dépendance en réflectivité ainsi que de caractériser la répartition spectrale de l'énergie rayonnée par un émetteur infrarouge.

Le spectromètre à transformée de Fourier (cf. Figure 3.4) est composé de deux interféromètres de Michelson (IFS 113V et IFS 88) qui se répartissent respectivement les plages spectrales suivantes : de 0,83 à 1000 μm (de 10 à 12000 cm^{-1}) pour le premier et de 0,25 à 4 μm (de 2500 à 40000 cm^{-1}) pour le second. Les chambres de réflexion et de transmission sont les mêmes pour ces deux dispositifs complémentaires. Les principes de l'interférométrie de Michelson et les avantages de la spectrométrie à transformée de Fourier sont détaillées dans [Rozenbaum 1999, Rozenbaum 1999].

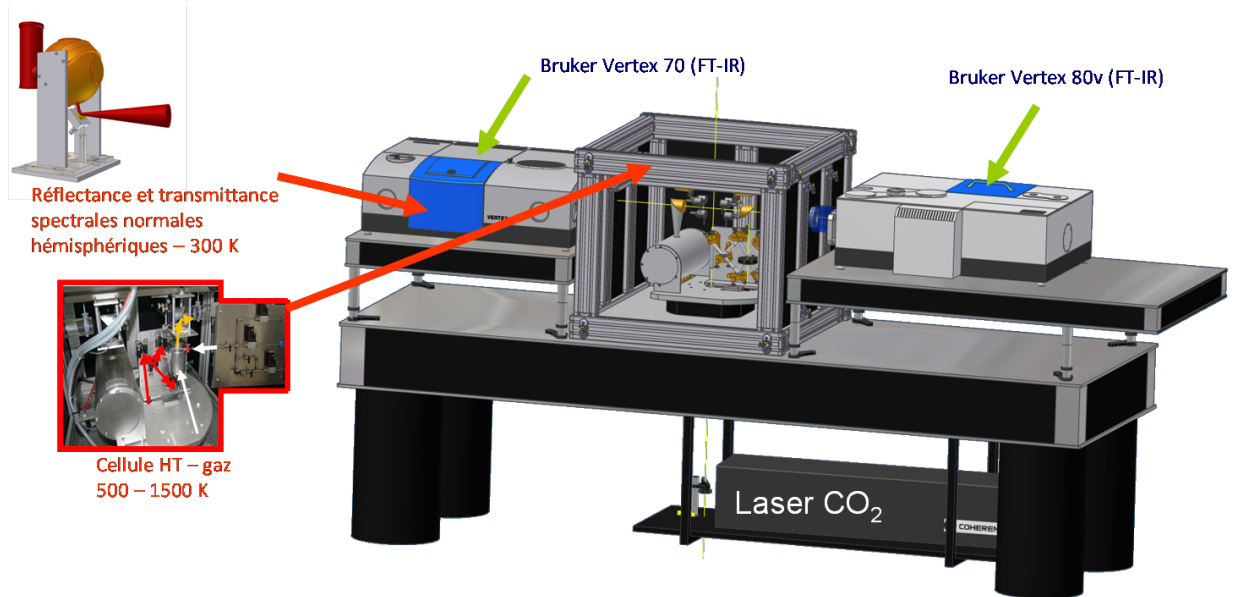


FIGURE 3.4.: Dispositif de mesure de l'émittance spectrale

La méthode indirecte consiste à mesurer la réflectance spectrale ρ et la transmit-

tance spectrale ϑ pour en déduire l'émittance spectrale via la loi de Kirchhoff :

$$E_\lambda(T) = 1 - \varrho_\lambda(T) - \vartheta_\lambda(T)$$

La réflectance spectrale (respectivement la transmittance spectrale) est obtenue par le rapport entre le flux réfléchi ϕ_r (respectivement le flux transmis ϕ_t) par l'échantillon et le flux incident ϕ_i de référence provenant d'une des sources de l'interféromètre ¹ :

$$\varrho_\lambda(T) = \frac{\phi_{r\lambda}(T)}{\phi_{i\lambda}(T)} \quad \text{et :} \quad \vartheta_\lambda(T) = \frac{\phi_{t\lambda}(T)}{\phi_{i\lambda}(T)}$$

La méthode directe (équivalente à la méthode indirecte) consiste à mesurer successivement le flux thermique émis par l'échantillon ϕ et de le comparer au flux émis par un corps noir de référence ϕ^0 pour obtenir directement l'émittance spectrale :

$$E_\lambda(T) = \frac{\phi_\lambda(T)}{\phi_\lambda^0(T)}$$

Le principe de la mesure du coefficient de diffusion spectral équivalent

La méthode expérimentale de la spectrométrie infrarouge ne permet pas d'obtenir directement le coefficient de diffusion d'un échantillon. Nous avons donc utilisé une technique de Monte Carlo par lancer de rayons pour déterminer le coefficient de diffusion équivalent d'un matériau ainsi que, par là même, son coefficient d'absorption équivalent dont on compare la valeur avec celle obtenue par spectroscopie infrarouge afin de s'assurer de la véracité des valeurs obtenues par cette méthode numérique. Cette méthode, détaillée dans [Rousseau 2007, Rousseau 2007, Rousseau 2007, Rousseau 2011], est basée sur le même principe que la méthode indirecte décrite précédemment : déterminer les réflectance et transmittance spectrales pour en déduire l'émittance spectrale puis le coefficient d'absorption spectral.

Voici les règles qui gouvernent le trajet des photons à l'échelle locale et responsables des mécanismes impliquant l'absorption et la diffusion du rayonnement infrarouge. Un flux de photons incidents est envoyé sur la face arrière de la structure numérique d'un échantillon reconstruit dont les parois sont optiquement polies. La position du faisceau incident est choisie aléatoirement et on lui associe un paquet d'énergie. Dans le code qu'ont développé Rousseau *et al.*, les photons se propagent au sein de l'échantillon en suivant les lois de l'optique géométrique à chaque collision avec une interface rencontrée (la taille de Mie est plus grande que 1). Les directions de réflexion et de réfraction sont alors déterminées en utilisant les lois de Snell-Descartes. L'événement qui survient pour un photon dépend de la comparaison d'un nombre aléatoire ξ uniformément distribué avec la valeur locale de la réflectivité spectrale ρ_λ . Si $\xi < \rho_\lambda$, le photon est réfléchi de façon spéculaire, sinon il est réfracté. Ces deux phénomènes participent à la diffusion. La connaissance de l'indice optique complexe de chaque

1. Si l'échantillon est homogène la réflexion spectrale spéculaire suffit. Si l'échantillon est hétérogène, il faut mesurer la réflexion spectrale normale hémisphérique.

constituant i est donc nécessaire. À chaque événement, la distance l_i entre deux collisions est incrémentée pour chacun des constituants. L'énergie restante dans le rayon est alors calculée selon la loi de Beer-Lambert. Si cette énergie $e^{-\kappa_i l_i}$ est inférieure à une certaine limite, on considère qu'elle est éteinte totalement absorbée.

Cette procédure permet de retrouver les réflectance et transmittance spectrales. Si un photon (cf. Figure 3.5) est directement réfléchi sans pénétrer dans l'échantillon, il contribue à la réflectance spectrale. Mais s'il sort de l'échantillon par la face arrière sans avoir été absorbé, on considère qu'il a été diffusé dans l'hémisphère arrière. Les photons sortant de l'échantillon par la face avant contribuent à la transmittance spectrale (qu'ils aient été diffusés dans l'échantillon ou non). Après normalisation par rapport au nombre de photons utilisés dans la simulation, on détermine les réflectance et transmittance spectrales et par suite l'émittance spectrale de l'échantillon. Pour chaque échantillon, on compare l'émittance spectrale déterminée par l'expérience et la simulation pour vérifier que le code donne des résultats corrects. De cette procédure, on peut déduire en outre le paramètre qui nous intéresse à savoir le coefficient de diffusion équivalent en quantifiant le nombre de photon diffusés (non absorbés) par rapport au nombre de photons utilisés.

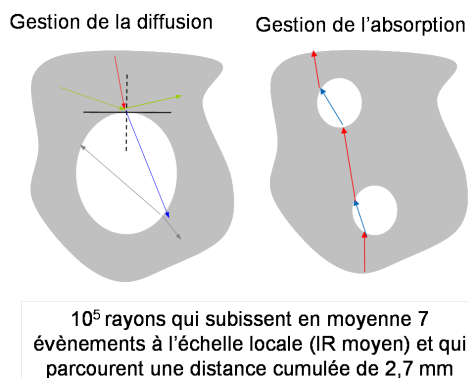


FIGURE 3.5.: Schéma illustrant la méthode de Monte Carlo

Des coefficients radiatifs totaux ou moyens

La littérature montre qu'il existe plusieurs méthodes permettant de traiter des milieux non gris. Ces méthodes présentent des limites et on doit choisir laquelle semble être la plus adaptée au matériau étudié en fonction de sa nature et des variations de ses propriétés spectrales. En particulier, certains travaux ont une approche de milieux semi-transparentes gris et ne tiennent pas compte de la dépendance spectrale. Les arguments avancés dépendent du matériau étudié : par exemple, pour les mousses métalliques ou fortement absorbantes, l'argument est de dire que le transfert radiatif est en moyenne le même à toute longueur dans l'infrarouge proche et moyen ; pour les laines de verre, que le transfert radiatif se situe dans une bande étroite autour de $7 \mu\text{m}$ à cause de l'effet Christiansen. Cette approche est dans la majorité des cas

insuffisante mais il existe d'autres démarches pour prendre en compte de manière plus ou moins précise et/ou simple le caractère non gris d'un matériau semi-transparent.

Modèle gris par bandes Ce modèle consiste à découper les spectres des grandeurs dépendant de la longueur d'onde (en particulier les propriétés radiatives) en plusieurs plages appelées bandes dans lesquelles la valeur est constante. On approche les spectres par des fonctions en escalier. En général, la valeur dans chaque bande est la moyenne dans celle-ci. Cette méthode est souvent efficace pour les milieux condensés parce qu'ils présentent de grandes plages où les propriétés radiatives peuvent être considérées comme constantes. Le nombre de bande est alors faible. L'équation du transfert radiatif est résolue pour chaque bande et les termes énergétiques sont obtenus en faisant la somme de la contribution de chaque bande [André 1992].

Mais cette méthode n'est pas adaptée pour traiter le cas des milieux non denses (gaz par exemple) parce que leurs spectres présentent des variations brutales (pics) par exemple dans des fenêtres d'absorption. Le nombre de plages à considérer devient alors élevé augmentant ainsi la complexité et le temps de calcul.

Méthodes pour les gaz Nous citerons comme exemple — sans entrer dans le détail mais le lecteur intéressé pourra en trouver dans les articles cités — la méthode de la somme pondérée des gaz gris (développée par Hottel et Sarofim [Hottel 1967] puis Denison et Webb [Denison 1993]), la méthode des k -distributions (utilisée par Arking et Grossman [Arking 1972], Domoto [Domoto 1974] puis Parthasarathy *et al.* [Parthasarathy 1996]) ou des méthodes hybrides (développée par Denison et Webb [Denison 1994]).

Substitution de noyau pour un milieu non gris Lazard *et al.* [Lazard 2000] ont étudié le cas de milieu non diffusant non gris en utilisant une substitution de noyau non grise. Il s'agit de linéariser l'équation de la chaleur et l'équation du transfert radiatif et de permuter l'ordre des intégrations en longueurs d'onde et en espace dans un état proche de l'équilibre. Cette méthode serait à adapter au cas de milieux diffusant pour lesquels on a recouru à cette technique de substitution de noyau. Elle fait apparaître naturellement des propriétés radiatives équivalentes qu'on détermine par des calculs différents — que nous détaillons dans le paragraphe suivant — selon le milieu étudié. De ce fait, comme cette méthode dépend de la validité des propriétés effectives utilisées, elle n'est pas plus pertinente que la méthode suivante qui utilise directement des propriétés équivalentes.

Utilisation de propriétés radiatives totales Afin de considérer le caractère non gris des matériaux que nous étudions, notre choix s'est orienté vers une méthode simple à mettre en œuvre. Nous avons choisi d'écrire notre code modélisant la méthode flash de façon à traiter des équations non grises comme des équations grises et ainsi éviter des calculs spectraux et des intégrations en longueurs d'onde — qui auraient complexifié la résolution et demandé davantage de temps de calcul. Cette approche,

utilisée par André *et al.* [André 1995], nécessite donc des propriétés radiatives totales ou moyennes — ou effectives pour l'ensemble du spectre — permettant de reproduire le comportement thermique des échantillons que nous étudions.

Comment obtenir des propriétés radiatives effectives — indice optique complexe, coefficient d'absorption, coefficient de diffusion — à partir de leur spectre respectif obtenu par les méthodes décrites dans deux paragraphes précédents ?

Remarque. Un modèle gris par bande peut être relativement simplement mis en place à partir de la résolution que nous avons menée pour ce code. Il suffirait d'ajouter les contributions de chaque bande pour obtenir les grandeurs énergétiques telles que les luminances et le flux radiatif lequel peut alors être injecté dans l'équation de la chaleur en (2.29). La même question de savoir quelles propriétés radiatives totales se pose alors pour chaque bande...

Au lieu de considérer des propriétés radiatives qui dépendent de la longueur d'onde, on utilise des propriétés pondérées par différentes quantités selon les cas. Voici quelques modèles envisagés.

Le coefficient arithmétique est la moyenne du coefficient spectral :

$$\alpha_{\text{moy}} = \int_0^\infty \alpha_\lambda d\lambda \quad \text{ou sur une bande } \Delta\lambda : \alpha_{\text{moy}} = \frac{1}{\Delta\lambda} \int_{\Delta\lambda} \alpha_\lambda d\lambda$$

Le coefficient moyen de Planck est la moyenne du coefficient spectral pondérée par l'émission volumique locale du corps noir :

$$\alpha_P = \frac{\int_0^\infty \alpha_\lambda L_\lambda^0(T) d\lambda}{\int_0^\infty L_\lambda^0(T) d\lambda}$$

Il n'est valable que pour de faibles épaisseurs optiques en ce qui concerne le coefficient d'absorption.

Le coefficient moyen de Planck linéarisé est la moyenne du coefficient spectral pondérée par le gradient local de l'émission volumique du corps noir :

$$\alpha_{LP} = \frac{\int_0^\infty \alpha_\lambda \left. \frac{dL_\lambda^0(T)}{dT} \right|_T d\lambda}{\int_0^\infty \left. \frac{dL_\lambda^0(T)}{dT} \right|_T d\lambda}$$

Le coefficient moyen de Rosseland est la moyenne de l'inverse du coefficient spectral pondéré par le gradient local de l'émission volumique du corps noir :

$$\alpha_R = \frac{\int_0^\infty \left. \frac{dL_\lambda^0(T)}{dT} \right|_T d\lambda}{\int_0^\infty \frac{1}{\alpha_\lambda} \left. \frac{dL_\lambda^0(T)}{dT} \right|_T d\lambda}$$

En ce qui concerne le coefficient d'absorption, cette formule n'est valable que pour de fortes épaisseurs optiques avec la condition de vérifier que la valeur absolue de la dérivée de la fonction de Planck par rapport à l'épaisseur optique spectrale soit négligeable devant la fonction de Planck. Si on développe l'équation du transfert radiatif et non plus sa solution, ces conditions se simplifient et se réduisent à de fortes valeurs du coefficient d'absorption.

Conclusion sur les propriétés radiatives totales On constate que l'inconvénient est de savoir quelle formule est valide dans le cas étudié et laquelle permet de reproduire le mieux le comportement thermique. De plus, plus les spectres varient brusquement, plus grande est l'imperfection. Pour tenter de résoudre ces inconvénients, Sampson [Sampson 1965] et Patch [Patch 1967] ont établi des coefficients d'absorption moyens qui tiennent compte des variations en fonction non plus de la linéarité de l'épaisseur optique moyenne mais en fonction de l'épaisseur du milieu semi-transparent. Les résultats obtenus avec ces coefficients sont contrastés : par exemple, le coefficient moyen de Patch ne permet pas plus que celui de Planck d'expliquer des erreurs aux faibles épaisseurs optiques.

Par ailleurs, de tels coefficients ont surtout été utilisés pour des valeurs de coefficients d'absorption, par exemple dans l'étude d'André *et al.* [André 1995]. *Quid* de l'indice et du coefficient de diffusion ? Aussi, nous avons décidé d'évaluer, au cas par cas et dans nos conditions d'expérience, les résultats que donnait chaque coefficient calculé par ces différentes formules et nous n'avons conservé que ceux qui permettent de reproduire au mieux le thermogramme du matériau étudié.

Les propriétés radiatives aux interfaces

Il reste à voir à présent comment sont calculés les coefficients de réflectivité et de transmittivité totaux et hémisphériques aux interfaces entre chaque couche — en particulier pour celles où les deux couches en question sont de natures différentes. Elles peuvent être calculées en écrivant les relations de continuité du champ électromagnétique à chacune de ses interfaces. On détermine alors les lois de Fresnel et de Snell-Descartes desquelles on déduit la réflectivité à partir des indices optiques complexes effectifs des deux milieux — et donc de leurs indices de réfraction n et d'extinction k effectifs. Considérons une interface entre deux milieux d'indice optique complexe $m_1 = n_1 + \imath k_1$ et $m_2 = n_2 + \imath k_2$ (cf. Figure 3.6).

Les relations de Fresnel sur les composantes normale $\rho_\perp$ et tangentielle $\rho_\parallel$ de la réflectivité totale directionnelle ρ_{12} s'écrivent dans le cas général avec θ l'angle incident et θ_r l'angle réfracté :

$$\rho_{12\perp} = \frac{m_1 \cos \theta - m_2 \cos \theta_r}{m_1 \cos \theta + m_2 \cos \theta_r} \quad \text{et} \quad \rho_{12\parallel} = \frac{m_2 \cos \theta - m_1 \cos \theta_r}{m_2 \cos \theta + m_1 \cos \theta_r}$$

D'une loi de Snell-Descartes, on peut déduire l'expression de $\cos \theta_r$ en fonction de

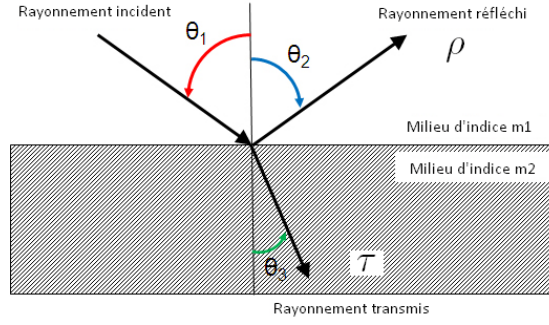


FIGURE 3.6.: Schéma de l'interface entre deux milieux de nature différente

$\sin \theta$:

$$m_2 \sin \theta_r = m_1 \sin \theta \iff \sin \theta_r = \frac{m_1}{m_2} \sin \theta \implies \cos \theta_r = \left[1 - \left(\frac{m_1}{m_2} \sin \theta \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}}$$

Cela nous permet ainsi d'écrire la réflectivité totale directionnelle uniquement en fonction de l'angle incident θ . Elle s'écrit comme la moyenne des carrés des modules de ses composantes normale et tangentielle :

$$\rho_{12} = \frac{1}{2} \left(|\rho_{12\perp}|^2 + |\rho_{12\parallel}|^2 \right)$$

Finalement, on en déduit la réflectivité totale hémisphérique $\bar{\rho}_{12}$ qui s'écrit comme l'intégrale sur l'ensemble du demi-espace supérieur de la réflectivité totale directionnelle selon la direction incidente θ :

$$\bar{\rho}_{12} = \frac{\int_0^\pi \rho_{12}(\theta) \cos \theta \underbrace{2\pi \sin \theta d\theta}_{d\Omega}}{\underbrace{\int_0^\pi \cos \theta d\theta}_\pi} = 2 \int_0^\pi \rho_{12}(\theta) \cos \theta \sin \theta d\theta$$

De là, par conservation de l'énergie, on obtient la transmittivité totale hémisphérique :

$$\bar{\tau}_{12} = 1 - \bar{\rho}_{12}$$

Et par ailleurs, on peut montrer que :

$$\bar{\rho}_{21} = \bar{\rho}_{12} \quad \text{et} \quad \bar{\tau}_{21} = \bar{\tau}_{12}$$

Remarque. Le calcul des réflectivités et transmittivités totales hémisphériques se fait numériquement à partir de la connaissance des indices de réfraction n et d'extinction k déterminés comme nous l'avons vu dans un paragraphe de la section [3.1.2](#).

3.1.3. Les trois matériaux utilisés

Nous avons vu dans les parties précédentes comment on obtient le thermogramme expérimental ainsi que les propriétés thermiques et radiatives pour alimenter le code d'estimation. Avant de passer à l'étape de validation en tant que telle, nous présentons ici les trois matériaux sur lesquels nous avons validé ce code.

Le POCO

Le POCO² (cf. [Sheppard 2001] et Figure 3.7) est un matériau à base de carbone graphitisé. En regard de sa structure cristalline, le graphite POCO a une structure hexagonal classique. Les espaces inter-couches peuvent varier en fonction de la matière première et du procédé de fabrication. Ainsi, on pense qu'une certaine proportion de structures rhomboédriques coexiste aussi en tant qu'artefacts industriels. Les graphites POCO sont hautement isotropiques — des propriétés identiques dans toutes les directions — (un facteur entre 0,97 et 1,03, 1,00 étant l'isotropie parfaite) conformément à leurs structure et propriétés et à l'opposé de graphite conventionnel qui sont anisotropiques — des propriétés qui varient en fonction de la direction étudiée. L'isotropie du POCO le rend utile pour de nombreuses applications où les matériaux anisotropiques échouent mais aussi pour des applications où l'orientation a peu d'importance.

Ainsi, les produits en POCO sont produits pour les marchés suivants : l'industrie des semi-conducteurs, le biomédical, l'industrie du verre, l'industrie des machines électriques. Le POCO a l'avantage de permettre des spécifications particulières en matière de conception, d'usinage et de tests matériaux. Le POCO est alors classé selon sa taille de grains. Bien qu'il soit impossible d'identifier des différences à l'œil nu entre chaque classe de POCO, elles ont chacune leurs caractéristiques et propriétés physiques particulières qui déterminent leurs performances sous des conditions spécifiques pour lesquelles certaines classes sont plus adaptées que d'autres.

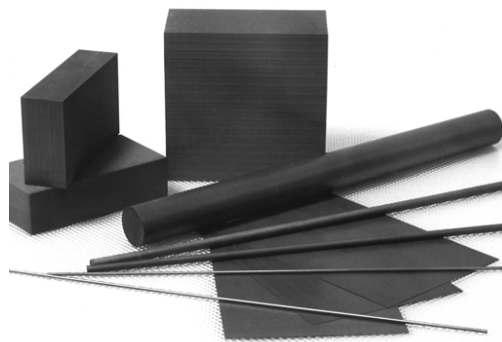


FIGURE 3.7.: Le graphite POCO

2. Il est notamment fabriqué par la société POCO Graphite.

L'aérogel de silice

Un aérogel est un matériau similaire à un gel mais dans lequel le liquide est remplacé par du gaz (en général de l'air). C'est donc un solide de très faible densité qui possède de nombreuses propriétés remarquables et que nous allons citer brièvement. Dans le cas de l'aérogel de silice (cf. [Spagnol 2007] et Figure 3.8), la matrice solide est bien sûr de la silice. Sa fabrication consiste à remplacer la composante liquide d'un gel de silice par du gaz. En pratique, c'est plus compliqué : la structure du gel a tendance à s'effondrer quand on le sèche simplement, il devient alors poreux et s'effrite. On va alors sécher de l'hydrogel, un gel de silice, dans des conditions de température et de pression extrêmes en remplaçant l'eau par un liquide comme l'éthanol en présence d'un précurseur, l'alcoxyde de silice (un catalyseur). Cette réaction produit de la silice. Les propriétés mécaniques et thermiques du produit varient suivant le choix des fibres, du moule de l'aérogel et des additifs opaques inclus.



FIGURE 3.8.: Un échantillon d'aérogel de silice

L'aérogel³ est composé jusqu'à 99,8 % d'air et apparaît donc semi-transparent. L'aérogel est un matériau élastique et léger. Ces propriétés mécaniques font qu'il est utilisé comme absorbeur d'énergie et piège à particules hyper-rapides.

Sa microstructure est dendritique avec des particules sphériques d'une taille moyenne de 2 à 5 nm agglomérées comme le montre la figure 3.9 présentant un cliché MEB d'un aérogel de silice. Elles forment ainsi une structure tridimensionnelle hautement poreuse de chaînes (en forme de fractales). Les pores mesurent moins de 100 nm. L'aérogel a tendance à se disperser mais grâce à sa microstructure, il peut supporter plus de deux mille fois son poids. La taille et la densité moyenne des pores peuvent être ajustées lors de la fabrication. Sa légèreté, son homogénéité, sa surface spécifique importante et ses multiples compositions possibles sont des propriétés qui en font un bon catalyseur et échangeur d'ions. Il est aussi utilisé pour le confinement de déchets radioactifs et le stockage de carburant.

L'aérogel est un très bon isolant avec la propriété remarquable de stopper presque complètement les trois modes de transfert de chaleur (conduction, convection et rayon-

3. Il est le solide le plus léger connu.

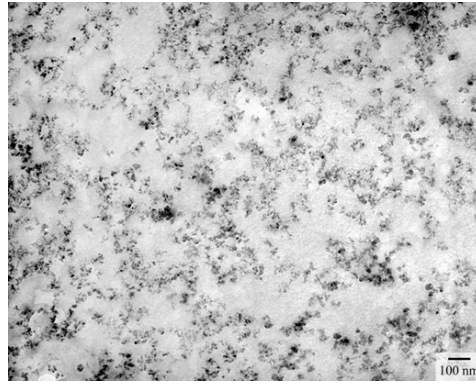


FIGURE 3.9.: Cliché MEB d'un aérogel de silice

nement). L'aérogel en silice est un bon isolateur conductif car la silice est un mauvais conducteur de chaleur⁴. C'est un bon inhibiteur convectif car l'air ne peut pas circuler à travers le maillage de la structure. Enfin, les aérogels composés de matériau opaque au rayonnement — et donc absorbant le rayonnement infra-rouge —, tel que le carbone, sont de bons isolants au rayonnement. L'aérogel de silice avec des particules de carbone est le plus isolant. Notons qu'il est possible d'améliorer les capacités isolantes des aérogels en les vidant partiellement de leur air. Ces propriétés thermiques d'excellent isolant solide, transparent et léger, pouvant supporter des hautes températures, associées à ces propriétés optiques de faible indice de réfraction notamment, en font un très bon isolant du bâtiment (vitrages par exemple) et réfrigérant de portable. Il est aussi utilisé en cryogénie et dans l'aérospatial pour faire des sondes et des véhicules spatiaux, pour la capture de poussières cosmiques et comme guide d'ondes.

Enfin, ses propriétés électriques sont également excellentes : sa constante diélectrique est faible. On l'utilise alors comme diélectrique pour ordinateur et barre d'espace pour électrodes sous vide.

Le WDS

Le WDS⁵ (cf. Figure 3.10) est un isolant thermique microporeux présentant un excellent pouvoir isolant avec une conductivité thermique très faible (inférieure à celle de l'air !). Il est composé d'oxydes inorganiques, essentiellement de silices pyrogénées, le reste étant constitué de silicates et d'opacifiants nanoparticulaires destinés à absorber le rayonnement infrarouge. Le WDS est utilisé comme isolant dans les fours industriels et les fours de traitement thermique dans l'industrie de l'aluminium. Il remplit alors plusieurs fonctions telles que :

- le contrôle de la dissipation de chaleur,
- la diminution des poids et volumes de l'isolation,
- l'augmentation de la rétention de chaleur,

4. Les aérogels métalliques sont de meilleurs conducteurs de chaleur.

5. Il est notamment fabriqué par la société Distrisol.

- et l'augmentation du volume utile.



FIGURE 3.10.: Trois échantillons de WDS

Le WDS est aussi utilisé avec succès dans :

- des installations de traitement thermique du verre,
- des systèmes de protection contre les incendies,
- des composants électroniques,
- des appareils de mesure et instrumentation,
- la construction automobile,
- des cheminées, tuyauteries et systèmes d'échappement de moteurs diesel.

Une telle conductivité thermique est dû à la microstructure du matériau nanoporeux. Il est extrêmement poreux (au-delà de 90 %), constitué de squelettes tridimensionnels de nanoparticules coalescées en chaînes et amas — formant une matrice microporeuse, constituant solide majoritaire, conférant les propriétés thermiques — empêchant par viscosité tout mouvement du gaz ambiant occupant ses pores : le transfert convectif y est annihilé et le transfert conductif réduit. L'adjonction de microparticules opacifiantes de taille micrométrique rendent le matériau opaque dans l'infrarouge car elles augmentent l'extinction au sein du milieu microporeux et réduisent par conséquent le transfert radiatif. Enfin, des fibres de diamètre micrométrique et de longueur millimétrique fournissent un renfort mécanique à l'ensemble. La figure 3.11 illustre les trois niveaux d'échelles ainsi présents dans le WDS.

Les nanoparticules du WDS sont en silice amorphe SiO_2 , les microparticules en zircon ZrSiO_4 et les fibres sont en verre. La figure 3.12 présentent des clichés MET du WDS.

Les matériaux des couches opaques

Pour pouvoir utiliser la méthode flash sur des matériaux semi-transparents tels que l'aérogel de silice et le WDS, il est nécessaire de déposer un matériau opaque en faces avant et arrière des échantillons afin que le rayonnement du flash soit bien absorbé en face avant — qu'il ne traverse pas en totalité directement l'échantillon — et que la température mesurée par les détecteurs soit bien celle de la face arrière. Pour

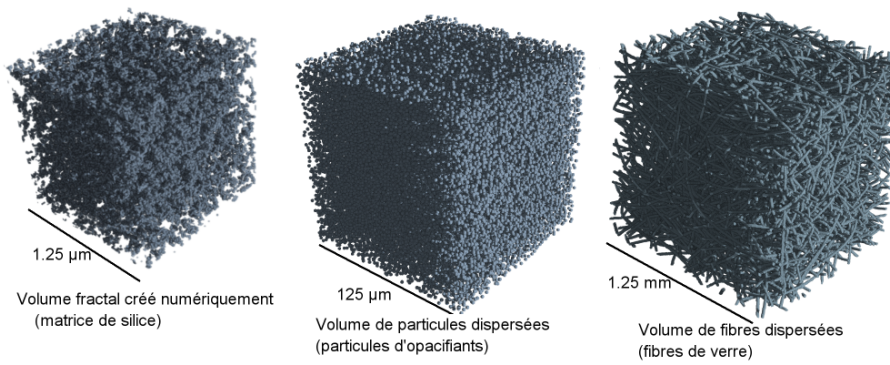


FIGURE 3.11.: Les trois niveaux d'échelles du WDS

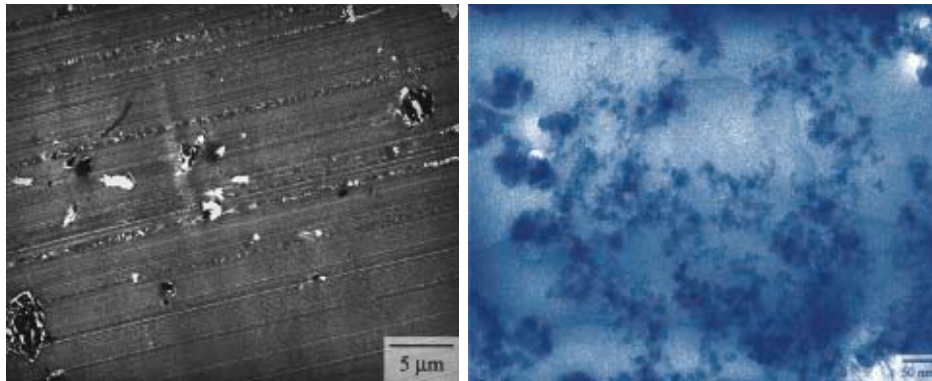


FIGURE 3.12.: Clichés MET du WDS aux échelles micrométrique et nanométrique

ces deux matériaux, nous avons choisi de déposer des couches de peinture opaque dont les caractéristiques utiles à nos caractérisations sont décrites ci-après. Cette peinture est un aérosol sans plomb de couleur noire de la marque MANUTAN dont le constituant principal est de la résine de silicone modifiée. Elle peut résister jusqu'à des températures de l'ordre de 1000 K.

Dans le cas de l'aérogel de silice, l'épaisseur de ces couches est de 50 μm . Des caractérisations de cette peinture (cf. [Toru 2011]) ont montré que sa diffusivité thermique était de l'ordre de $10^{-6} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$, qu'il s'agissait d'un matériau non diffusant et que son coefficient d'absorption était de l'ordre de 5.10^3 m^{-1} .

Dans le cas du WDS, l'épaisseur de ces couches est de 150 μm . Leurs autres caractéristiques restent inchangées.

Propriétés des matériaux de validation

Le tableau 3.1 regroupe l'ensemble des propriétés de ces trois matériaux que nous avons mesurées à partir des techniques décrites dans les paragraphes précédents et qui nous ont permis de reproduire leur réponse à la méthode flash. C'est ce que nous allons voir dans la partie suivante.

Matériau	POCO	Aérogel de silice			WDS	
Température ($^{\circ}\text{C}$)	2000	20	145	306	20	390
Épaisseur (mm)	2,0	3,3			2,4	
Capacité calorifique volumique ($\text{J}.\text{m}^{-3}.\text{K}^{-1}$)	$4,0.10^6$	$2,2.10^5$	$2,7.10^5$	$3,1.10^5$	$2,2.10^5$	$3,2.10^5$
Indice optique	$\geq 8,0$	$\simeq 1,0$	$\simeq 1,0$	$\simeq 1,0$	$\simeq 1,0$	$\simeq 1,0$
Coefficient d'absorption (m^{-1})	$\simeq 10^5$	155	225	260	90	10
Coefficient de diffusion (m^{-1})	$\simeq 0$	210	540	460	$4,8.10^3$	$1,1.10^4$

TABLE 3.1.: Propriétés thermiques et radiatives des matériaux de validation

Concernant les propriétés de réflectivités et transmittivités aux interfaces, nous nous sommes aperçus que leur valeur avait très peu d'impact sur les thermogrammes de tricouches.

3.1.4. Validation du code

Nous confrontons donc les résultats de notre modèle à l'expérience de la méthode flash appliquée à trois matériaux — le POCO, l'aérogel de silice et le WDS — dont les thermogrammes ont été collectés à différentes températures. La démarche est de procéder par validations successives en commençant par un matériau pour lequel le

transfert de chaleur est purement conductif, puis en étudiant le cas d'un matériau transparent, avant d'étudier des cas moins conventionnels avec deux matériaux semi-transparentes.

Toutes les propriétés des matériaux et des couches données dans le tableau 3.1 et au paragraphe qui précède ont été injectées dans le code et seuls la diffusivité thermique phonique effective de ces matériaux et le coefficient d'échange ont été estimés par une méthode des moindres carrés avec l'algorithme de Levenberg-Marquardt [Levenberg 1944, Marquardt 1963, Gill 1978]. Les résultats sont regroupés dans le tableau 3.2.

Le cas du POCO

L'étude sur l'échantillon monocouche de POCO montre que le code est valide dans le cas bien connu où le transfert de chaleur est purement conductif. La figure 3.13 compare le thermogramme expérimental mesuré à 2000 °C et le thermogramme numérique obtenu par moindres carrés avec les propriétés à 2000 °C.

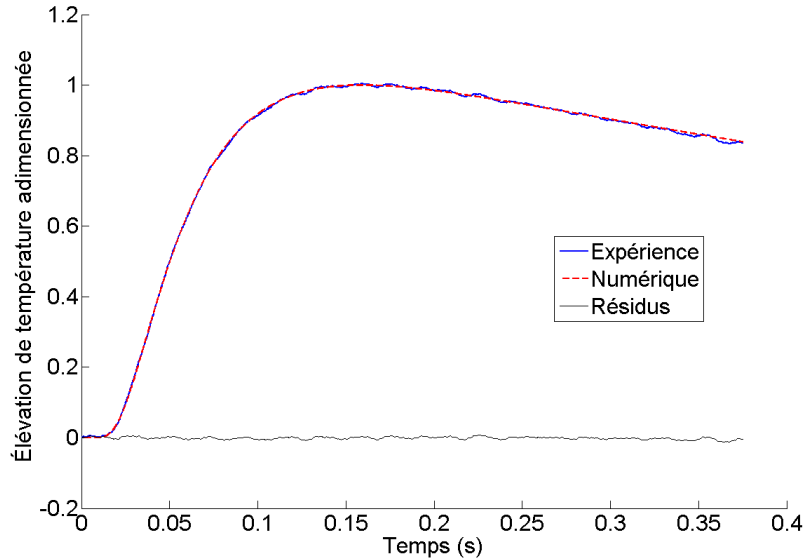


FIGURE 3.13.: Méthode flash sur un échantillon de graphite POCO AXM-5Q1

Le thermogramme du POCO à une élévation de température initiale nulle avec une tangente à l'origine nulle. Ce comportement traduit le caractère exclusivement conductif du transfert de chaleur au sein de ce matériau, même à très haute température. La température en face arrière de l'échantillon ne voit donc pas sa température augmenter instantanément mais le temps que le flux conductif lui parvienne. La température continue de croître, la courbe traçant une inflexion. Elle atteint un maximum avant de décroître à cause des pertes convecto-radiatives. En l'absence de ces pertes, elle tendrait vers une asymptote qui aurait la valeur de la température adiabatique $T_{\text{adiab}} = Q/(\rho c_{pe})$, avec Q la densité d'énergie du flash, ρc_P la capacité calorifique

volumique du matériau et e l'épaisseur de l'échantillon. Il s'agit ici d'un cas classique pour la méthode flash puisque le POCO est un matériau opaque vis-à-vis du rayonnement thermique.

L'accord entre la courbe théorique issue de notre modèle et la courbe expérimentale est excellent — même à cette température élevée — et la valeur estimée de la diffusivité thermique phonique ($9,8 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) est en accord avec la littérature (cf. [Hay 2006] et [Dalbin 1998] ($9,97 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)). La valeur élevée du coefficient d'échange convecto-radiatif est en accord avec la température de l'expérience (2273 K).

Validation dans le cas d'un matériau transparent

Dans le cadre de la publication de l'article [Niegoda 2011] (cf. Annexe A), l'arbitre nous a proposé une inter-comparaison que nous soumettons ici. Il s'agit d'étudier le cas d'un matériau parfaitement transparent en faisant tendre les propriétés radiatives vers zéro ($\kappa \rightarrow 0$ et $\sigma \rightarrow 0$) à 293 K sur lequel deux couches noires parfaitement opaques sont déposées de part et d'autre. Les caractéristiques du matériau sont les suivantes : une épaisseur de 3 mm, une conductivité effective de $0,02 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$, une capacité calorifique volumique de $2,2 \cdot 10^5 \text{ J} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{K}^{-1}$ et un coefficient d'échange de $10 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$. Les caractéristiques des couches déposées sont les suivantes : une épaisseur de $100 \text{ } \mu\text{m}$, une diffusivité thermique de $5 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ et une émissivité de 1. Dans ce cas, les transferts de chaleur par conduction et rayonnement sont découplés (la divergence du flux radiatif est nulle dans l'équation de l'énergie) et le transfert de chaleur radiatif est réduit à un échange direct entre les deux couches déposées. Il s'écrit : $\varphi_r = \sigma_{\text{SB}} (T_{\text{couche 1}}^4 - T_{\text{couche 2}}^4)$.

L'arbitre a résolu ce problème de thermique par une méthode de différences finies en utilisant la formule analytique précédente pour le flux radiatif, ce qui donne le thermogramme noté « Transparent_ANALYTIC » sur la figure 3.14. Il a par ailleurs implémenté le problème puis l'a résolu numériquement les équations couplées de l'énergie et du transfert radiatif avec $\kappa \rightarrow 0$ et $\sigma \rightarrow 0$ pour obtenir la solution sous la forme du thermogramme noté « Transparent_NUMERIC » sur la figure 3.14. Pour résoudre ce problème thermique, il a utilisé une combinaison d'une méthode de différences finies et une méthode d'ordonnées discrètes tout comme l'ont fait Coquard *et al.* [Coquard 2009]. Enfin, il a également tracé sur la même figure le thermogramme obtenu pour le matériau opaque.

Nous avons donc reproduit les mêmes thermogrammes à l'aide du modèle que nous avons développé. Ils sont représentés sur la figure 3.15.

On note que, pour les thermogrammes fournis par l'arbitre, l'accord entre les approches analytique et numérique de ce cas transparent est très bon. Par ailleurs, nos thermogrammes reproduisent également très bien ceux de l'arbitre montrant par là même que notre code est capable de rendre compte du comportement thermique de matériaux transparents multicouches.

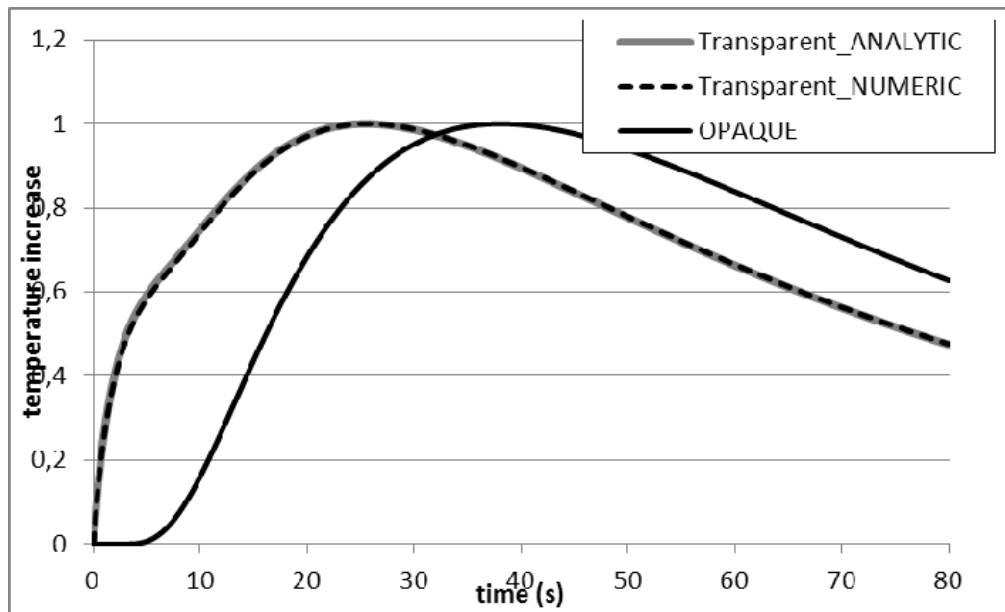


FIGURE 3.14.: Thermogrammes de l'arbitre pour l'étude en inter-comparaison d'un matériau transparent

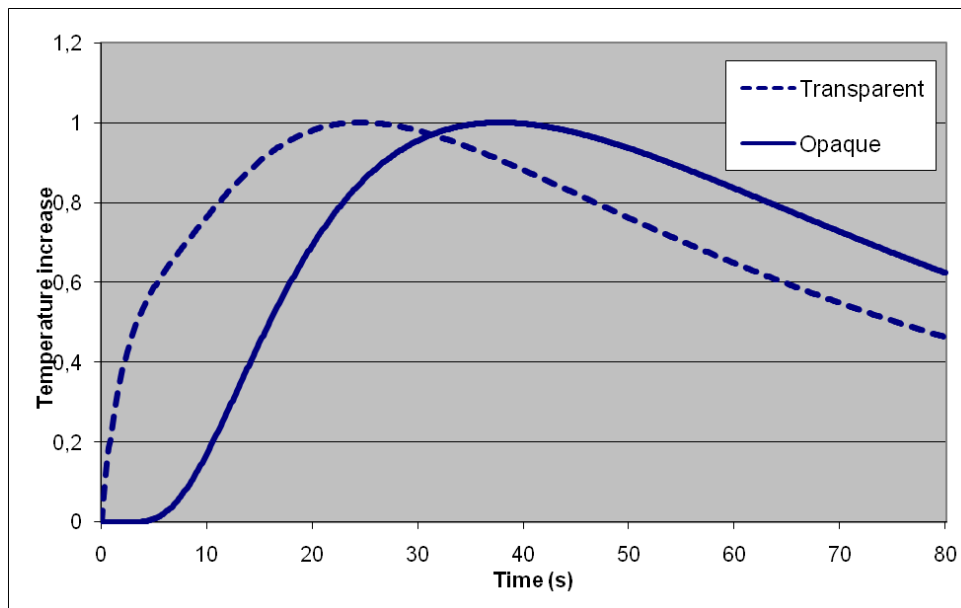


FIGURE 3.15.: Nos thermogrammes pour l'étude en inter-comparaison d'un matériau transparent

Le cas de l'aérogel de silice

La même procédure est appliquée pour l'estimation de la diffusivité thermique effective de l'aérogel de silice. Nous l'avons déjà mentionné : en pratique, des fines couches de peinture graphite sont déposées en face avant et arrière de l'échantillon afin de permettre l'expérience de la méthode flash. Dans cette configuration, l'échantillon étudié est considéré comme un tricoche dans notre modèle d'estimation. Nous avons collecté les thermogrammes à trois températures différentes (20, 145 et 306 °C), c'est ce que représente la figure 3.16.

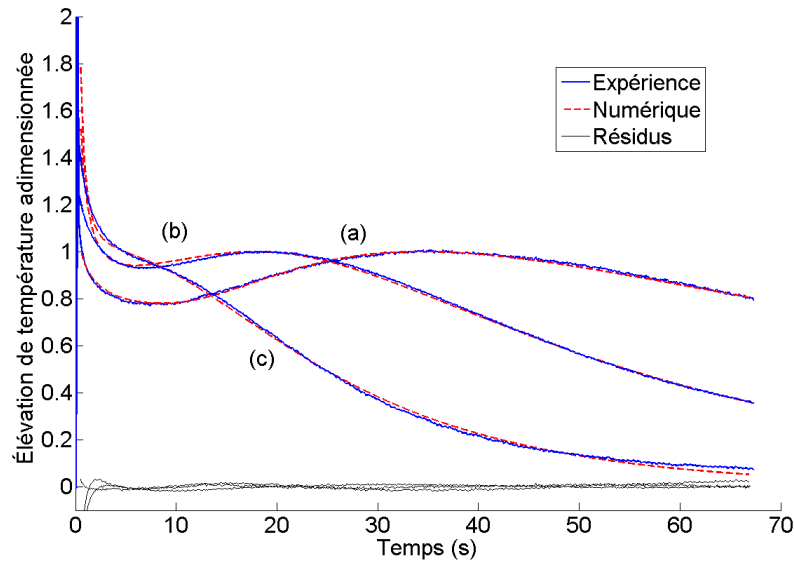


FIGURE 3.16.: Méthode flash sur un échantillon d'aérogel de silice à 20 °C (a), 145 °C (b) et 306 °C (c)

Pendant les 10-20 premières secondes des expériences, la forme des courbes ne correspond pas à ce qu'on peut observer généralement dans les cas classiques d'expériences flash dans lesquelles le transfert de chaleur est purement conductif (cf. [Degiovanni 1988]). De plus, ces formes atypiques dues à la nature semi-transparente de l'aérogel évoluent avec l'augmentation de la température jusqu'à tendre vers une allure de thermogramme en face avant (une décroissance continue de la température). En effet, contrairement au cas d'un matériau opaque tel que le POCO décrit au paragraphe précédent, on observe une élévation très élevée et brutale de température à l'instant initial. Cela s'explique par le fait que la couche opaque de très faible épaisseur qui a absorbé la totalité du rayonnement laser flash ré-émet instantanément un rayonnement dans l'infrarouge dans lequel l'aérogel est quasi-transparent. Ainsi, une très grande partie de l'énergie traverse directement l'échantillon pour arriver sur la face arrière qui voit sa température augmenter fortement quasi-instantanément. L'énergie de cette face arrière est alors dissipée dans le matériau par conduction et rayonnement et, sous la forme de pertes convecto-radiatives, à l'extérieur de l'échantillon. Le

front conductif issu de la face avant arrive alors en face arrière ce qui élève de nouveau sa température sans atteindre toutefois le pic initial. À hautes températures, on s'aperçoit que cette remontée n'existe même plus. Enfin, sous l'influence des pertes convecto-radiatives, la température de l'échantillon décroît.

Il semble important de décrire la manière dont chaque paramètre influe sur la forme du thermogramme. La valeur de la diffusivité thermique a et celle de l'épaisseur de l'échantillon e jouent sur la durée de l'expérience flash : plus le temps caractéristique $\tau = e^2/a$ est petit, plus l'expérience est rapide (plus le maximum de température intervient tôt). Les propriétés radiatives ont une influence sur la hauteur et la forme de la marche de la température aux temps courts : plus l'épaisseur optique βe (où $\beta = \kappa + \sigma$ est le coefficient d'extinction) est grande, plus le comportement thermique se rapproche de celui d'un matériau purement conductif (absence de marche). Enfin, le rapport du coefficient d'absorption κ sur le coefficient de diffusion σ joue sur la courbure de la marche aux temps courts.

Ces comportements sont parfaitement reproduits par notre modèle. Signalons que le pic de température aux temps courts n'est pas un artefact électronique mais correspond à la réponse du matériau à la sollicitation du flash. L'estimation des diffusivités thermiques phoniques effectives de l'aérogel de silice donnent les résultats suivants : $3,9 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ à 20 °C, $3,2 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ à 145 °C et $2,8 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ à 306 °C, ce qui correspond à l'ordre de grandeur de ce qui était attendu (cf. [Coquard 2006]).

Remarque. Signalons, comme cela l'avait déjà été démontré par Hahn *et al.* [Hahn 1997], que l'on peut commettre une grande erreur (parfois supérieure à 100 %) sur l'estimation de la diffusivité thermique d'un matériau semi-transparent si on ne prend pas en compte le transfert radiatif dans le modèle. Par exemple, dans le cas de l'aérogel de silice à 20 °C, on trouve une diffusivité thermique de $8,4 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ au lieu de $3,9 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, soit une erreur de 115 % !

Le cas du WDS

Enfin, nous traitons le cas d'un superisolant, le WDS. L'échantillon est inséré entre deux couches de peinture opaque : on considère finalement un tricoche. Nous présentons ici les résultats pour deux températures : 20 et 390 °C, comme le montre la figure 3.17.

L'évolution de la température présente ici des allures différentes aux temps courts par rapport à ce qui a été observé sur la figure 3.16. On observe la présence d'une marche d'allure différente en fonction de la température. Ces allures sont dues aux couches opaques suffisamment épaisses pour ne pas présenter un grand saut de température mais simplement des marches dont la hauteur augmente avec la température car la diffusion du rayonnement y est d'autant plus présente. Et on retrouve ensuite l'allure classique d'un thermogramme de méthode flash comme on l'a vu avec le POCO.

Dans ce cas également, le modèle numérique reproduit très bien le comportement expérimental. Les couches opaques ne nous empêchent pas d'estimer correctement la diffusivité thermique du matériau semi-transparent aux deux températures :

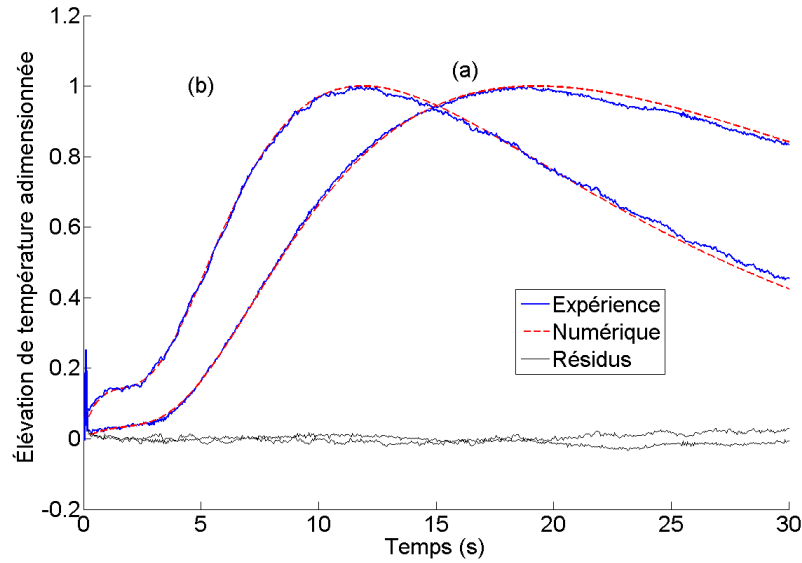


FIGURE 3.17.: Méthode flash sur un échantillon de WDS à 20 °C (a) et 390 °C (b)

$7,5 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ à 20 °C et $9,8 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ à 390 °C, ce qui correspond tout à fait à ce que Jannot *et al.* [Jannot 2010] ont présenté ($< 1 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$).

Conclusion

Voici, résumés dans le tableau 3.2, tous les résultats sur la diffusivité thermique phonique effective des trois matériaux que nous avons étudiés et que nous venons de présenter.

Matériau	POCO	Aérogel de silice			WDS	
Température (°C)	2000	20	145	306	20	390
Diffusivité thermique ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)	$9,8 \cdot 10^{-6}$	$3,9 \cdot 10^{-8}$	$3,2 \cdot 10^{-8}$	$2,8 \cdot 10^{-8}$	$7,5 \cdot 10^{-8}$	$9,8 \cdot 10^{-8}$
Coefficient d'échange ($\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$)	$4,1 \cdot 10^3$	5	25	70	10	25

TABLE 3.2.: Diffusivités thermiques phoniques effectives des trois matériaux étudiés et coefficients d'échanges convecto-radiatifs estimés

Nous constatons que les deux matériaux semi-transparents ont des comportements différents. En effet, la diffusivité thermique de l'aérogel de silice diminue avec la température tandis que celle du WDS augmente avec la température. Cela pourrait s'expliquer grâce à la microstructure des matériaux que nous avons décrites précédemment. En effet, l'aérogel de silice ne possède qu'un seul constituant solide alors que le WDS

est constitué de nanoparticules, microparticules et de fibres. Les propriétés de ces constituants évoluent avec la température, ce qui pourrait expliquer l'évolution de la diffusivité thermique. Il faudrait aussi vérifier l'influence de la dilatation thermique sur l'estimation de la diffusivité thermique : en effet, elle peut être présente à cause à l'élévation de température et provoquer une variation de l'épaisseur des échantillons qui modifierait par conséquent l'estimation de la diffusivité thermique (puisque l'on considère une épaisseur initiale).

Il s'agit d'une première incertitude de mesure. Une deuxième incertitude réside dans la difficulté de mesurer l'épaisseur de l'échantillon et en particulier des couches opaques en faces avant et arrière. Enfin, les valeurs que nous donnons ici comportent une incertitude due au modèle utilisé. Des travaux sont actuellement en cours avec le LNE⁶ [Fischer 2011] afin de quantifier ces incertitudes que nous commettons. Elles sont en général de l'ordre de 3 à 5 %.

Nous avons réalisé des mesures de la méthode flash sur ces trois matériaux aux propriétés thermiques et radiatives différentes. Leurs comportements thermiques sont ainsi très différents et notre modèle est capable de les restituer parfaitement prouvant qu'il peut simuler cette expérience dans les cas où conduction et rayonnement sont couplés. En particulier, il restitue très bien tous les phénomènes résultant de ce couplage (marche, pic, *etc.*) pour différents types de matériaux semi-transparents et peut ainsi déduire précisément la diffusivité thermique phonique effective des matériaux hétérogènes considérés. Le modèle que nous présentons est adaptable à tout type de configuration multicouche et à différentes expériences thermiques. Il peut ainsi résoudre de nombreux problèmes et rend possible de manière simple l'estimation de la diffusivité thermique de milieux semi-transparents jusqu'à des très hautes températures.

3.2. Vers un modèle 3D

Après avoir présenté et validé notre modèle résolvant le couplage conducto-radiatif pour des milieux semi-transparents, nous allons montrer à présent qu'il peut s'utiliser de manière très simple car on peut mettre en place un formalisme qui étend la notion de quadripôles thermiques : nous introduisons ici l'*hexadécapôle* (cf. [Niezgoda 2011], Annexe A). À partir de là, peut-on envisager la modélisation du transfert de chaleur couplé conducto-radiatif en 3D dans une structure composée de voxels en utilisant le formalisme *hexadécapolaire* ?

3.2.1. Extension du modèle quadripolaire : l'hexadécapôle

Rappels sur les quadripôles

Rappelons brièvement et de manière non exhaustive le principe de la méthode des quadripôles thermiques. Le lecteur intéressé pourra trouver plus de détails dans l'ou-

6. Laboratoire National de métrologie et d'Essais

vrage de référence écrit par Mailliet *et al.* [Mailliet 2000]. La méthode des quadripôles⁷ est une méthode analytique exacte et explicite de modélisation des systèmes linéaires. Elle peut être utilisée pour de nombreux problèmes linéaires mais elle a trouvé une utilisation particulière pour les problèmes de transfert de chaleur et de masse. Dans sa forme la plus simple et la plus classique, il s'agit de relier linéairement un vecteur composé des transformées de la température et du flux sur une surface — dite d'entrée — du milieu considéré (couche) au vecteur sur une autre surface — dite de sortie — par l'intermédiaire d'une matrice 2×2 — dite matrice de transfert — qui constitue le quadripôle relatif au milieu considéré.

On parle de transformées car les grandeurs de température et de flux sont rarement utilisées dans le domaine réel. En effet, pour résoudre de manière simple de nombreux problèmes — et nous l'avons vu au début de ce chapitre — compliqués dans l'espace réel, on applique par exemple des transformations de Laplace pour des problèmes transitoires monodimensionnels, des transformées de Fourier en espace pour des problèmes stationnaires bidimensionnels, ou encore un déphasage (utilisation d'une amplitude complexe) pour des problèmes monodimensionnels périodiques. Pour certains problèmes, on pourra appliquer plusieurs transformations.

Cette méthode permet donc le calcul de champ de température θ et de flux φ mais également — et c'est son grand avantage — une représentation du transfert de chaleur dans des multicouches en prenant en compte divers phénomènes. En effet, il existe différents types de quadripôles pour représenter différents phénomènes : résistance de contact, pertes convectives, résistance de constriction, *etc.* (dans la mesure où ces problèmes peuvent être modélisés de manière linéaire comme pour le cas de base). La forme classique du quadripôle est alors donnée par la figure 3.18 et l'équation (3.1) (où l'indice e est relatif aux grandeurs d'entrée et s à celles de sortie).

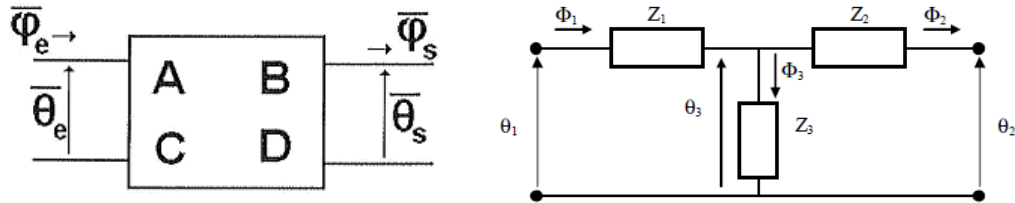


FIGURE 3.18.: Les deux représentations du quadripôle

$$\begin{bmatrix} \bar{\theta}_e \\ \bar{\varphi}_e \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} A & B \\ C & D \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \bar{\theta}_s \\ \bar{\varphi}_s \end{bmatrix} \quad (3.1)$$

L'intérêt pratique de cette méthode réside donc dans le fait qu'on peut résoudre facilement un problème multicouche par simple mise en série des quadripôles reliant

7. Cette méthode tire son nom des électriciens qui utilisent ce terme. Cette méthode leur emprunte aussi le formalisme des circuits électriques en représentant le transfert de chaleur au sein de multicouches par des impédances (résistances, capacités, *etc.*).

le vecteur d'entrée d'un constituant — qui est la sortie du précédent — à sa sortie — qui est l'entrée du suivant comme le montre l'équation (3.2).

$$\begin{bmatrix} \bar{\theta}_e \\ \bar{\varphi}_e \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} A_1 & B_1 \\ C_1 & D_1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} A_2 & B_2 \\ C_2 & D_2 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \bar{\theta}_s \\ \bar{\varphi}_s \end{bmatrix} \quad (3.2)$$

L'hexadécapôle

Nous renvoyons au livre de Maillet *et al.* [Maillet 2000] pour trouver différents exemples de problèmes pouvant être résolus par la méthode des quadripôles. Nous allons montrer que nous pouvons mettre notre problème de couplage conducto-radiatif dans un échantillon multicouche (avec les hypothèses qu'il comporte) dans le même formalisme. Considérons une couche et reprenons les résultats de la section 2.2.1. Nous n'avons plus deux grandeurs à transporter mais quatre dont nous avons déterminées les expressions dans l'espace de Laplace en fonction de la profondeur z : la température $\bar{\theta}$ donnée par l'équation (2.33), la densité de flux total $\bar{\varphi}$ donnée par l'équation (2.44) et les deux luminances hémisphériques $\bar{L}^+$ et $\bar{L}^-$ données par les équations (2.42) et (2.42).

Ces quatre équations peuvent se mettre sous la forme matricielle suivante :

$$\forall 0 \leq z \leq e, \quad \begin{bmatrix} \bar{\theta}(z) \\ \bar{\varphi}(z) \\ \bar{L}^+(z) \\ \bar{L}^-(z) \end{bmatrix} = \overline{\overline{\mathbf{M}}} \begin{bmatrix} \alpha_1 \\ \alpha_2 \\ \alpha_3 \\ \alpha_4 \end{bmatrix} + \overline{\overline{\mathbf{m}}} \quad (3.3)$$

où $\overline{\overline{\mathbf{M}}}$ est une matrice 4×4 et $\overline{\overline{\mathbf{m}}}$ un vecteur constant ne dépendant que de z . En particulier, on peut écrire ce système en entrée e d'une couche et en sortie s de cette même couche. Les $(\alpha_i)_{1 \leq i \leq 4}$ sont constants dans une couche ; ainsi, on peut combiner les deux systèmes obtenus pour relier directement l'entrée à la sortie. Ce qui donne :

$$\begin{bmatrix} \bar{\theta} \\ \bar{\varphi} \\ \bar{L}^+ \\ \bar{L}^- \end{bmatrix}_e = \underbrace{\overline{\overline{\mathbf{M}}}_e \overline{\overline{\mathbf{M}}}_s^{-1}}_{\overline{\overline{\mathbf{H}}}} \begin{bmatrix} \bar{\theta} \\ \bar{\varphi} \\ \bar{L}^+ \\ \bar{L}^- \end{bmatrix}_s + \underbrace{\left(\overline{\overline{\mathbf{m}}}_e - \overline{\overline{\mathbf{M}}}_e \overline{\overline{\mathbf{M}}}_s^{-1} \overline{\overline{\mathbf{m}}}_s \right)}_{\overline{\overline{\mathbf{h}}}} \quad (3.4)$$

On définit alors $\overline{\overline{\mathbf{H}}}$, une matrice 4×4 , que l'on nomme *hexadécapôle* par analogie avec le quadripôle. Le vecteur $\overline{\overline{\mathbf{h}}}$ est ce qu'on appelle un terme source. Ainsi, avec ce formalisme hexadécapolaire, il devient très simple de résoudre des problèmes de transfert de chaleur couplé conducto-radiatif dans des multicouches par analogie avec le formalisme décapolaire pour des problèmes de transfert de conduction pure.

3.2.2. Modélisation multidimensionnelle du transfert thermique couplé conducto-radiatif par une approche hexadécapolaire

Le second objectif de ce travail de thèse est de modéliser le transfert de chaleur couplé conducto-radiatif dans une structure composée de voxels, chaque voxel étant homogène *i.e.* qu'il n'est composé que d'un seul constituant⁸ et pouvant être de nature différente à celle de ces voisins. Le voxel peut être vu comme le pendant 3D d'une couche en 1D. Ainsi, au regard du travail de résolution que nous avons mené dans ce chapitre, ne peut-on pas utiliser le formalisme 1D hexadécapolaire dans les trois directions de l'espace pour mener une résolution 3D ? Nous allons tenter de creuser cette piste qui pourrait ouvrir de nouveaux horizons si on peut répondre à cette question par l'affirmative...

Le problème peut se poser de la façon suivante. Considérons un voxel dans lequel nous voulons déterminer la température (uniforme) à un instant donné à partir de la température supposée connue à cet instant de ces six voisins : est-ce possible ? Considérons le cas simple en 2D de deux pixels comme le montre le schéma de la figure 3.19. A désigne le pixel voisin dont on connaît la température (prise au centre considéré comme un nœud) et B désigne le pixel considéré dont on cherche la température (également prise au centre, un autre nœud). A/B désigne l'interface entre les deux pixels.

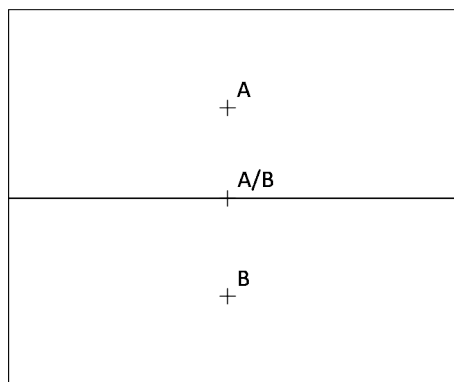


FIGURE 3.19.: Schéma représentant deux pixels

Raisonnement sur un cas de conduction pure

Dans le cas de conduction pure, on a six grandeurs : température et densité de flux total en A (pixel voisin), en A/B (interface entre les deux pixels) et en B (pixel considéré). Parmi ces six grandeurs, il y en a une que l'on se donne : la température en A , et cinq qui nous sont inconnues parmi lesquelles une qui nous intéresse plus particulièrement : la température en B . Avec une grandeur donnée pour six grandeurs

8. Si le voxel est à l'interface de deux constituants, le constituant dont il est composé peut être soit le matériau majoritaire, soit un matériau homogénéisé.

au total, soit cinq inconnues, nous devons être capable d'écrire cinq équations indépendantes entre ces six inconnues. Combien d'équations indépendantes pouvons-nous écrire ? Quatre sont évidentes, ce sont les deux relations qui font intervenir les quadripôles entre A et A/B , et les deux autres qui font intervenir les quadripôles entre A/B et B . Notons que les deux relations entre A et B résultent de ces dernières et ne sont donc pas indépendantes par rapport à elles. Avec ces quatre équations entre ces six grandeurs dont une connue, nous pouvons exprimer chaque grandeur en fonction d'une autre et de la grandeur connue. En particulier, nous pouvons exprimer la densité de flux à l'interface A/B en fonction de la température recherchée en B et de la température connue en A . La cinquième équation qui ferme le problème est un bilan de flux : la somme des densités de flux entrantes dans chaque pixel par leurs interfaces est nulle en régime stationnaire ou est égale à un terme de stockage d'énergie en régime instationnaire (principe de conservation de l'énergie). Dans ce cas à deux voxels, la densité de flux à l'interface est donc connue et on peut donc en déduire la température recherchée en B en fonction de celle connue en A .

Développer un tel modèle dans le cas d'un problème de conduction pure est donc tout à fait possible. Nous ne développerons pas davantage mais passons dès à présent au cas qui nous intéresse plus particulièrement dans cette étude : le cas d'un problème conducto-radiatif.

Raisonnement sur un cas conducto-radiatif

La différence avec le cas de conduction pure se situe sur le nombre de grandeurs physiques à considérer : avec les deux luminances qui s'ajoutent à la température et à la densité de flux total, il n'y en a plus deux mais quatre. Reprenons la même configuration que précédemment et tentons de refaire le même raisonnement. Nous avons cette fois-ci douze grandeurs (quatre en A , quatre en A/B et quatre en B) avec une qui est donnée : la température en A , et une recherchée : la température en B . Il nous faut donc onze équations pour fermer le problème. Par la méthode des hexadécapôles, nous pouvons écrire huit équations indépendantes entre toutes ces grandeurs. Dans ce cas conducto-radiatif, nous pouvons donc exprimer la densité de flux à l'interface en fonction de trois autres grandeurs et la température en A connue. Mais contrairement au cas de conduction pure, un bilan de densité de flux ne nous permet pas de fermer le problème car nous ne pouvons écrire la température recherchée qu'en fonction de deux autres grandeurs : il nous manque deux autres équations indépendantes pour fermer le problème.

Ainsi, cette méthode de résolution ne peut s'adapter à un cas tridimensionnel que dans le cas d'un transfert de chaleur par conduction pure (avec deux grandeurs physiques). Dans les autres cas, en particulier dans le cas d'un problème conducto-radiatif, nous venons de montrer que cette méthode ne pouvait aboutir. La réponse à la question que nous posions en introduction de cette section est donc négative et cette piste doit être abandonnée. Le chapitre suivant va alors développer une autre démarche de résolution pour modéliser le transfert thermique au sein de microstructure numérisée composée de voxels.

Chapitre 4.

Modélisation du transfert thermique en couplage conducto-radiatif dans une structure hétérogène 3D voxélisée

Le modèle 1D que nous avons décrit dans le chapitre 2 permet d'identifier la diffusivité thermique phonique effective de milieux semi-transparents par méthode inverse. Connaissant cette propriété, nous pouvons alors décrire le comportement thermique du matériau effectif dans le cadre d'un problème direct. Cette modélisation permet de faire un tri parmi les matériaux en fonction du besoin. Cependant, elle ne permet pas d'orienter plus précisément la conception et l'élaboration de matériaux pour optimiser leurs performances thermiques. Pour ce faire, nous avons besoin de comprendre l'impact d'un procédé d'élaboration et du choix des constituants de base d'un matériau hétérogène sur les propriétés thermiques et cela nécessite de connaître la microstructure du matériau. En d'autres termes, pour aider au choix d'un procédé d'élaboration d'un matériau et de ses constituants de base, nous devons savoir quelle est l'influence de la microstructure sur le comportement thermique de ce matériau. Voilà pourquoi nous voulons être capable de prédire le comportement thermique d'un matériau poreux hétérogène à partir de sa microstructure.

Le modèle 1D a besoin de la diffusivité thermique effective du matériau hétérogène pour reproduire son comportement thermique. Or, pour un matériau multiconstituant donné, cette propriété n'est pas connue *a priori*, et c'est pour cela qu'on utilise ce modèle avec la méthode flash pour déterminer la diffusivité thermique. Ainsi, utiliser le modèle 1D demanderait de fabriquer le matériau dont on veut étudier le comportement. Tester un matériau réel est coûteux à la fois en temps et financièrement. Au lieu de créer des matériaux réels pour tester lequel a les meilleures performances thermiques, nous avons choisi la voie de la modélisation numérique afin de pouvoir étudier soit des matériaux réels à partir de leur image numérique mais aussi des matériaux que nous pouvons créer virtuellement¹. Ceci permet de modifier rapidement la microstructure de ces matériaux virtuels en jouant sur les propriétés de leurs constituants de base ou sur leurs caractéristiques géométriques. Le second but de ce travail ici présenté est de développer le modèle qui permettrait de reproduire le comportement thermique d'un matériau poreux hétérogène à partir de sa microstructure numérique discrétisée

1. Si le temps de calcul n'est pas onéreux !

en un ensemble de voxels, chacun étant homogène constitué d'un unique constituant [Niezgoda 2012] (cf. Annexe B). Le modèle 1D permet de faire un premier tri entre les matériaux en fonction du besoin requis et le modèle 3D permettra de simuler leur comportement thermique des matériaux retenus dans leurs conditions d'utilisation.

4.1. Les expériences à simuler

Dans cette première partie, avant d'aborder la résolution théorique et numérique de ce modèle, nous allons décrire plus précisément les objectifs de cette modélisation et répondre ainsi aux questions suivantes : Quelle est la finalité de ce modèle ? Quelle a été la démarche adoptée pour le concevoir et dans quel cadre reste-t-il valable ?

4.1.1. La fonction du modèle

L'objectif de ce modèle qu'on cherche à développer est de reproduire le comportement thermique d'un matériau à partir de sa représentation numérique 3D. On peut alors choisir de rester dans une démarche empirique puisqu'un matériau réel peut aussi être étudié par cette méthode. Les matériaux qui sont utilisés par le CEA peuvent être soumis à différentes sollicitations thermiques dans leur environnement d'utilisation. Le code devra donc être capable de restituer ou de prédire le comportement de ces matériaux sous ces différents types de sollicitation. En fonction des applications de ces matériaux — ingénierie aéronautique, ingénierie automobile, piles à combustible, habitat, *etc.* —, les simulations à réaliser sont soit en régime stationnaire, soit en régime transitoire. La modélisation tiendra compte de cette considération et distinguera les deux cas. Si à terme le code de calcul sera capable de modéliser toutes les expériences — les principales différences entre elles étant les conditions initiales et aux limites appliquées —, nous nous limitons dans cette étude à deux expériences de laboratoire, une pour chaque régime : l'expérience stationnaire de la plaque chaude gardée et la méthode flash. Des études ultérieures pourront adapter la modélisation de ces expériences pour développer celles des applications citées. Quant à nous, modéliser ces expériences va nous permettre de valider notre code. Par ailleurs, nous pourrions également à l'avenir caractériser les propriétés thermiques pouvant être obtenues par ces deux expériences à partir des résultats issus de l'expérience numérique.

La méthode flash a été largement décrite au chapitre précédent à la section 2.1.2. Abordons donc la description de l'expérience de la plaque chaude gardée. Cette expérience stationnaire permet la mesure de la conductivité thermique des matériaux isolants.

La plaque inférieure est maintenue à une température constante dite froide T_f et la plaque supérieure à température dite chaude T_c . Le matériau à étudier est placé entre ces deux plaques et isolé sur ces parois latérales. Le transfert de chaleur est alors unidirectionnel et on mesure le flux φ établi entre les deux plaques. La conductivité thermique équivalente λ_{eq} du matériau d'épaisseur e et de surface S est alors simplement déduite par la formule suivante :

$$\lambda_{\text{eq}} = \frac{e\varphi}{S\Delta T}$$

En pratique, c'est souvent le contraire qui est effectué : on mesure l'écart de température entre les plaques froide et chaude connaissant le flux appliqué à la plaque chaude. Par ailleurs, le dispositif est symétrisé (cf. Figure 4.1) pour ne pas avoir de biais dû à la dissipation du flux. La plaque chaude est donc située au centre et délivre un flux constant et uniforme qui traverse les échantillons dont on veut mesurer la conductivité thermique jusqu'aux plaques froides. Les plaques froides sont constituées d'un matériau très conducteur (du cuivre ou de l'aluminium) et sont maintenues à température constante par circulation d'un fluide provenant d'un bain thermostaté. Pour s'assurer que le transfert de chaleur est bien unidirectionnel dans la zone centrale de mesure, on entoure la zone chauffée par un anneau de garde — séparé de la plaque chaude par une mince couche d'air — auquel on fournit un flux tel que la température de l'anneau soit égale à la température de la plaque chauffante et supérieur au flux de la plaque chaude pour compenser les pertes latérales convecto-radiatives. Ainsi, tout le flux délivré par la plaque chauffante traverse bien les échantillons. Enfin, les écarts de température dans les deux échantillons symétriques sont mesurés par des thermocouples placés sur les deux faces des échantillons.

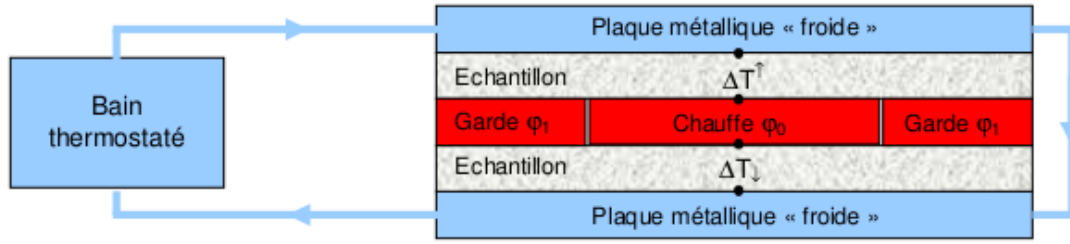


FIGURE 4.1.: L'expérience de plaque chaude gardée symétrique

Il est important dans cette méthode que la surface de l'échantillon soit suffisamment grande par rapport à son épaisseur pour que les pertes latérales ne biaisent pas la mesure. Cette méthode n'est applicable qu'aux isolants car leur grande résistance permet de négliger les résistances de contacts (qu'on peut diminuer avec de la graisse conductrice). Dans le cas de ces matériaux, les écarts de température entre les deux plaques sont mesurés avec une bonne précision.

La fonction du modèle que nous allons décrire dans les parties suivantes est donc de modéliser ces deux expériences à partir de la microstructure numérisée de matériaux poreux par nature hétérogènes. Cette microstructure est obtenue par des techniques d'imagerie sur ces matériaux. Il s'agit de travailler sur une image numérique de l'échantillon étudié qui sera le support de la simulation de l'expérience thermique. En utilisant la microtomographie X ou la tomographie FIB/MEB, il est possible d'obtenir un ensemble d'images 2D à partir desquelles on reconstruit l'échantillon en 3D. Les

observations des volumes représentatifs (d'une taille de l'ordre de quelques centaines de μm) reconstruits permettent de comprendre et d'analyser l'organisation structurale de ces matériaux. L'échantillon numérique 3D est alors discrétisé en un ensemble de voxels. Ces voxels constituent la maille élémentaire sur laquelle le problème de transfert de chaleur considéré est résolu. Chaque voxel est donc supposé homogène² avec les propriétés propres au constituant qu'il représente. Ainsi, cette discrétisation permet de prendre en compte la microstructure des échantillons étudiés et la diffusion due à l'hétérogénéité du matériau apparaît à une échelle plus globale avec les phénomènes de réflexions et transmissions aux interfaces entre voxels de natures différentes.

4.1.2. La stratégie de résolution du problème et les hypothèses de la modélisation

Nous allons à présent décrire la démarche de résolution analytique puis numérique de ce problème de thermique. Comment résoudre les équations de thermique de la méthode flash et de la méthode de la plaque chaude gardée dans ces structures voxélisées ? Comment formaliser la résolution analytique pour l'implémenter dans un code de calcul qui nous permettra d'obtenir le champ de température dans chaque voxel ?

Présentation des expériences

Nous considérons donc un échantillon parallélépipédique multiconstituant de quelques millimètres de côté représentatif du matériau étudié. À partir de sa reconstruction numérique, il est à présent composé d'un certain nombre de voxels cubiques homogènes — en fonction de la résolution. Chaque voxel, d'une taille de quelques dizaines microns, possède les propriétés thermophysiques et radiatives du matériau qu'il représente et peut être de nature semi-transparente.

Dans le cadre de la méthode flash, la face supérieure de l'échantillon reçoit à $t = 0$ un flux excitateur supposé être uniforme en espace et un Dirac en temps. Cette face supérieure et la face inférieure sont laissées libres, elles subissent des pertes convecto-radiatives. Par ailleurs, ces faces sont supposées opaques à émissions diffuses. Les faces latérales sont adiabatiques et totalement réfléchissantes.

Dans le cadre de la méthode de la plaque chaude gardée, la face supérieure est à une température imposée dite chaude T_c et la face inférieure à une température imposée dite froide T_f avec $T_c > T_f$. Les faces latérales sont également adiabatiques et totalement réfléchissantes.

Présentations des équations

Deux équations fortement couplées gouvernent la physique de ces problèmes de thermique : l'équation du transfert radiatif (2.7) et l'équation de la chaleur (2.1). En fonction du régime de l'expérience, l'équation de la chaleur est à considérer du

2. Si le voxel est à l'interface de deux constituants, le constituant dont il est composé peut être soit le matériau majoritaire, soit un matériau homogénéisé.

point de vue stationnaire ou instationnaire. La modélisation du transfert de chaleur dans le cadre défini précédemment passe par la résolution de ces deux équations dans chacun des voxels. Afin de simplifier un problème mathématique complexe et dans un objectif de cerner les difficultés inhérentes à une telle modélisation, nous faisons les considérations suivantes :

- (i) Pour chaque face de chaque voxel, nous travaillons avec les luminances isotropes équivalentes par demi-espace. Il y a donc deux luminances (entrante et sortante) pour une face considérée.
- (ii) La taille des voxels sera toujours supérieure à la longueur d'onde du rayonnement thermique. En effet, nous plaçant dans le cadre de l'optique géométrique, cette condition est nécessaire. En pratique, le critère à vérifier est que le paramètre de taille de Mie $x_{\text{Mie}} = 2\pi\delta/\lambda$ soit plus grand que 1. Prenons quelques exemples. À 300 K (température ambiante), d'après la loi de Wien³, l'émittance monochromatique maximale du corps noir à cette température se situe à la longueur d'onde $\lambda_{\text{max}} = 10 \mu\text{m}$. En considérant que 98 % du rayonnement se situe dans la plage $[\lambda_{\text{max}}/2; 5\lambda_{\text{max}}]$, la taille minimale δ_{min} des voxels devra donc être dans ce cas de $50 \mu\text{m}$. À 1000 K, on a $\lambda_{\text{max}} = 3 \mu\text{m}$, la taille minimale des voxels devra donc être dans ce cas de $15 \mu\text{m}$. À 3000 K, on a $\lambda_{\text{max}} = 1 \mu\text{m}$, la taille minimale des voxels devra donc être dans ce cas de $5 \mu\text{m}$. Cette diminution de la taille minimale des voxels avec l'augmentation de la température nous permet de pouvoir appliquer notre modélisation à des hautes températures. Le critère de Mie est vérifié dans tous ces cas.
- (iii) Les propriétés et grandeurs radiatives de chaque constituant sont effectives (ou totales, ou moyennes) pour l'ensemble du spectre *i.e.* qu'elles permettent de reproduire le comportement global de l'échantillon. Cela revient à traiter des équations non grises comme des équations grises et à éviter les calculs spectraux et les intégrations en longueurs d'onde, permettant de reproduire le comportement thermique des échantillons que nous étudions. Cette hypothèse qui peut sembler forte est néanmoins légitime car le champ de température recherché résulte de la considération de grandeurs énergétiques qui intègrent l'ensemble des contributions de chaque longueur d'onde. Par ailleurs, comme cela est expliqué dans la section 4.6.3 traitant des considérations numériques, la prise en compte de grandeurs et propriétés dépendantes de la longueur d'onde (à des longueurs d'onde particulières ou grises par bandes) nécessiteraient des stockages mémoires et des temps de calcul qui ne sont pas (encore) supportés par les supercalculateurs pétaflopiques du CEA sur lesquels nos calculs ont été lancés. Les équations qui seront présentées dans la partie suivante sont donc écrites avec un formalisme où les propriétés et grandeurs sont effectives mais le lecteur constatera qu'il est facilement extensible pour des modèles où les grandeurs et propriétés sont dépendantes de la longueur d'onde à des longueurs d'onde particulières ou dans le cadre de modèles gris par bandes.

3. La longueur d'onde (en μm) à laquelle l'émittance monochromatique du corps noir à une température T est maximale est donnée par la formule suivante : $\lambda_{\text{max}}T \simeq 3000$.

- (iv) Les propriétés sont indépendantes de la température. Cette hypothèse est valable dans le cadre de la méthode flash où le champ de température ne varie au maximum que de quelques degrés. Dans le cadre de la plaque chaude gardée, les propriétés sont prises à la température moyenne arithmétique de celles de la plaque chaude et de la plaque froide $(T_c + T_f)/2$. Dans des cas de comportements réels de matériaux soumis à de fortes sollicitations thermiques, il est envisagé de faire varier ses propriétés en fonction de la température.

Nous avons ainsi treize inconnues dans chaque voxel : la température (que nous cherchons à déterminer au cours du temps dans le cadre de la méthode flash) et douze luminances. Dans chaque voxel, nous allons donc résoudre l'équation du transfert radiatif entre chaque face et les cinq autres — cela donne six équations — et l'équation du bilan de flux mettant en jeu les flux conductifs et radiatifs échangés par chaque voxel avec ses six voisins — cela donne une équation. Le problème est fermé avec six relations d'interface pour chaque voxel — une pour chacune de leurs faces — reliant la luminance isotrope équivalente entrante sur une face à la luminance isotrope équivalente sortante sur la même face vue du voxel voisin. Pour déterminer ces treize inconnues pour chaque voxel de la structure, il nous faut donc résoudre simultanément ces treize équations que nous allons à présent expliciter pour chaque voxel.

4.2. L'équation du transfert radiatif

Les sections qui vont suivre vont s'attacher à formaliser les équations du problème décrit dans la section précédente à partir de l'équation du transfert radiatif (ETR) et du bilan de flux écrit pour chaque voxel. Nous verrons aussi comment s'écrivent les conditions aux limites en fonction de l'expérience considérée. Cette section s'intéresse plus particulièrement à l'équation du transfert radiatif. Considérons un voxel d'épaisseur δ de notre structure numérisée comme il est présentée par la figure 4.2 où les faces sont numérotées arbitrairement.

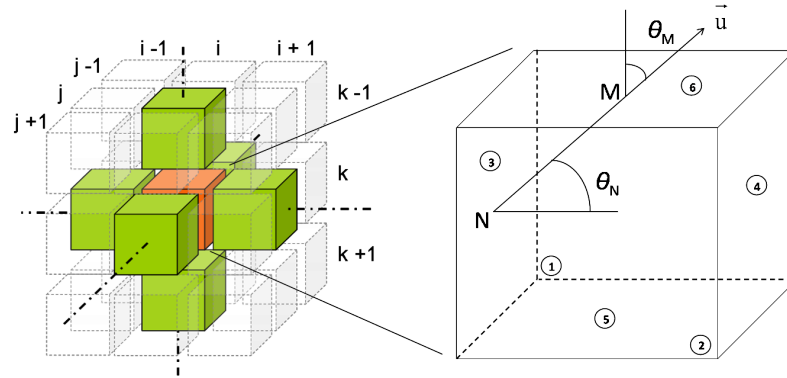


FIGURE 4.2.: Schéma d'un voxel

Les numéros correspondent aux positions suivantes :

- 1 = derrière

- 2 = devant
- 3 = gauche
- 4 = droite
- 5 = bas
- 6 = haut

4.2.1. Relations entre les luminances dans un voxel

Ce voxel est homogène, à température uniforme. Comme nous le disions précédemment, l'idée est de relier chaque luminance isotrope équivalente sur une face à celles des autres faces. Nous allons donc écrire la luminance sortante d'une des faces (par exemple la 6) obtenue en sommant des contributions dues aux luminances entrantes par les cinq autres faces. *A priori*, la luminance sortante de la face 6 n'est pas isotrope. On va donc rechercher le flux radiatif sortant de cette face $\Phi_{\text{rad},6}^s$ et en déduire la luminance sortante isotrope équivalente $\mathcal{L}_6^s$ en fonction des luminances isotropes équivalentes entrantes $\mathcal{L}^e$ par les autres faces.

Soient M un point de la face 6 et N_i un point de la face i contribuant au flux radiatif sortant de la face 6. Par définition, ce flux s'écrit :

$$\Phi_{\text{rad},6}^s = \iint_{M \in S_6} \vec{\varphi}_r^s(M) \cdot \vec{n}_{S_6} dS_{M_6} = \iint_{M \in S_6} \vec{\varphi}_r^s(M) \cdot \vec{z} dS_{M_6} \quad (4.1)$$

où $\vec{\varphi}_r^s(M)$ est la densité de flux radiatif sortant en M . Par définition, elle s'écrit :

$$\vec{\varphi}_r^s(M) = \iint_{\Omega} L'(M, \vec{u}) \vec{u} d\Omega$$

où $L'(M, \vec{u})$ est la luminance directionnelle en M dans la direction $\vec{u}$. En sommant les contributions des cinq faces, on obtient :

$$\begin{aligned} \vec{\varphi}_r^s(M) &= \sum_{i=1}^5 \iint_{N_i \in S_i} L' \left(M, \frac{\overrightarrow{N_i M}}{N_i M} \right) \frac{\overrightarrow{N_i M}}{N_i M} d\Omega_i \\ &= \sum_{i=1}^5 \iint_{N_i \in S_i} L' \left(M, \frac{\overrightarrow{N_i M}}{N_i M} \right) \frac{\overrightarrow{N_i M}}{N_i M} \frac{\cos \theta_{N_i}}{N_i M^2} dS_{N_i} \end{aligned} \quad (4.2)$$

Pour déterminer la luminance directionnelle en M dans la direction $\vec{u}$, nous appliquons l'ETR dans le voxel entre N_i et M avec s_i l'abscisse curviligne sur ce parcours. Comme le voxel est homogène, il n'y a pas de terme de diffusion. Avec des grandeurs radiatives effectives, l'ETR s'écrit donc :

$$\frac{dL'(s_i)}{ds_i} + \kappa L'(s_i) = \kappa L^0(T) \quad \text{avec :} \quad L^0(T) = \frac{n^2 \sigma_{\text{SB}} T^4}{\pi} = \mathcal{E} \quad (4.3)$$

Remarque. Rappelons que la diffusion due à l'hétérogénéité du matériau apparaît à une échelle plus globale avec les phénomènes de réflexions et transmissions aux interfaces entre voxels de natures différentes. Nous verrons cela un peu plus loin. Cela signifie aussi que les phénomènes de diffusion restitués ne pourront l'être qu'à une échelle supérieure à la taille du voxel.

L'équation (4.3) se résout donc simplement pour donner :

$$L'(s_i) = \mathcal{L}_i^e e^{-\kappa s_i} + \mathcal{E} (1 - e^{-\kappa s_i}) = (\mathcal{L}_i^e - \mathcal{E}) e^{-\kappa s_i} + \mathcal{E} \quad (4.4)$$

où $\mathcal{L}_i^e$ est la luminance isotrope équivalente entrante sur la face i . À présent, on réinjecte le résultat de l'ETR (4.4) dans l'équation (4.2) :

$$\begin{aligned} \vec{\varphi}_r^s(M) &= \sum_{i=1}^5 \iint_{N_i \in S_i} [(\mathcal{L}_i^e - \mathcal{E}) e^{-\kappa s_i} + \mathcal{E}] \frac{\vec{N}_i M}{N_i M} \frac{\cos \theta_{N_i}}{N_i M^2} dS_{N_i} \\ &= \sum_{i=1}^5 \left[(\mathcal{L}_i^e - \mathcal{E}) \iint_{N_i \in S_i} e^{-\kappa s_i} \frac{\vec{N}_i M}{N_i M} \frac{\cos \theta_{N_i}}{N_i M^2} dS_{N_i} \right. \\ &\quad \left. + \mathcal{E} \iint_{N_i \in S_i} \frac{\vec{N}_i M}{N_i M} \frac{\cos \theta_{N_i}}{N_i M^2} dS_{N_i} \right] \quad (4.5) \end{aligned}$$

Et on peut alors expliciter le flux radiatif sortant de la face 6 en réinjectant l'équation (4.5) dans l'équation (4.1) :

$$\begin{aligned} \Phi_{\text{rad},6}^s &= \iint_{M \in S_6} \vec{z} \cdot \sum_{i=1}^5 \left[(\mathcal{L}_i^e - \mathcal{E}) \iint_{N_i \in S_i} e^{-\kappa s_i} \frac{\vec{N}_i M}{N_i M} \frac{\cos \theta_{N_i}}{N_i M^2} dS_{N_i} \right. \\ &\quad \left. + \mathcal{E} \iint_{N_i \in S_i} \frac{\vec{N}_i M}{N_i M} \frac{\cos \theta_{N_i}}{N_i M^2} dS_{N_i} \right] dS_M \\ &= \iint_{M \in S_6} \sum_{i=1}^5 \left[(\mathcal{L}_i^e - \mathcal{E}) \iint_{N_i \in S_i} e^{-\kappa s_i} \frac{\cos \theta_M \cos \theta_{N_i}}{N_i M^2} dS_{N_i} \right. \\ &\quad \left. + \mathcal{E} \iint_{N_i \in S_i} \frac{\cos \theta_M \cos \theta_{N_i}}{N_i M^2} dS_{N_i} \right] dS_M \quad (4.6) \end{aligned}$$

On reconnaît dans l'équation (4.6) les facteurs de forme f_{ij} dont l'expression est la suivante :

$$f_{ij} = \frac{1}{\pi S_i} \iint_{M_i \in S_i} \iint_{N_j \in S_j} \frac{\cos \theta_{M_i} \cos \theta_{N_j}}{N_j M_i^2} dS_{N_j} dS_{M_i} \quad (4.7)$$

et dont la somme sur les cinq faces fait 1. Le flux radiatif $\Phi_{\text{rad},6}^s$ se simplifie donc comme suit :

$$\begin{aligned} \Phi_{\text{rad},6}^s &= \sum_{i=1}^5 \left[(\mathcal{L}_i^e - \mathcal{E}) \iint_{M \in S_6} \iint_{N_i \in S_i} e^{-\kappa s_i} \frac{\cos \theta_M \cos \theta_{N_i}}{N_i M^2} dS_{N_i} dS_M \right. \\ &\quad \left. + \mathcal{E} \underbrace{\iint_{M \in S_6} \iint_{N_i \in S_i} \frac{\cos \theta_M \cos \theta_{N_i}}{N_i M^2} dS_{N_i} dS_M}_{=\pi S_6 f_{6i}} \right] \\ &= \sum_{i=1}^5 \left[(\mathcal{L}_i^e - \mathcal{E}) \iint_{M \in S_6} \iint_{N_i \in S_i} e^{-\kappa s_i} \frac{\cos \theta_M \cos \theta_{N_i}}{N_i M^2} dS_{N_i} dS_M \right] + \mathcal{E} \pi \delta^2 \underbrace{\sum_{i=1}^5 f_{6i}}_{=1} \end{aligned}$$

Similairement aux facteurs de forme, nous définissons des grandeurs sans dimension que nous appelons *facteurs de forme avec absorption* ou *facteurs exponentiels de forme* :

$$F_{ij} = \frac{1}{\pi S_i} \iint_{M_i \in S_i} \iint_{N_j \in S_j} e^{-\kappa M_i N_j} \frac{\cos \theta_{M_i} \cos \theta_{N_j}}{N_j M_i^2} dS_{N_j} dS_{M_i} \quad (4.8)$$

Finalement, le flux radiatif sortant de la face 6 s'écrit :

$$\Phi_{\text{rad},6}^s = \pi \delta^2 \sum_{i=1}^5 (\mathcal{L}_i^e - \mathcal{E}) F_{6i} + \mathcal{E} \pi \delta^2 = \pi \delta^2 \left[\sum_{i=1}^5 (\mathcal{L}_i^e - \mathcal{E}) F_{6i} + \mathcal{E} \right] \quad (4.9)$$

On peut alors écrire l'expression de la luminance isotrope équivalente sortante de 6 en comparant l'expression du flux radiatif donné par l'équation (4.9) et sa définition :

$$\Phi_{\text{rad},6}^s = \pi \delta^2 \mathcal{L}_6^s$$

Ce qui donne :

$$\mathcal{L}_6^s = \sum_{i=1}^5 (\mathcal{L}_i^e - \mathcal{E}) F_{6i} + \mathcal{E} \quad (4.10)$$

Nous venons ainsi de relier la luminance isotrope équivalente sortante de 6 en fonction des luminances isotropes équivalentes entrantes par les cinq autres faces.

Les facteurs de forme avec absorption ne dépendent que de l'épaisseur optique $\kappa \delta$ d'un voxel (homogène). Ils sont donc constants et propres à un matériau. Ils sont égaux quand les deux surfaces intégrantes sont adjacentes (ou voisines) car les configurations géométriques sont les mêmes. Ainsi, on montre que les trente-six facteurs de forme avec absorption se réduisent finalement à deux :

1. un facteur de forme avec absorption dit *opposé* noté F_O quand les deux surfaces intégrantes sont opposées l'une à l'autre,
2. un facteur de forme avec absorption dit *voisin* noté F_V quand les deux surfaces intégrantes sont adjacentes l'une à l'autre.

Ainsi, on a : $F_{61} = F_{62} = F_{63} = F_{64} = F_V$ et $F_{65} = F_O$. L'équation (4.11) devient donc en réarrangeant les termes :

$$\mathcal{L}_6^s = F_O \mathcal{L}_5^e + F_V \sum_{i=1}^4 \mathcal{L}_i^e + \underbrace{(1 - F_O - 4F_V)}_{F_C} \mathcal{E} \quad (4.11)$$

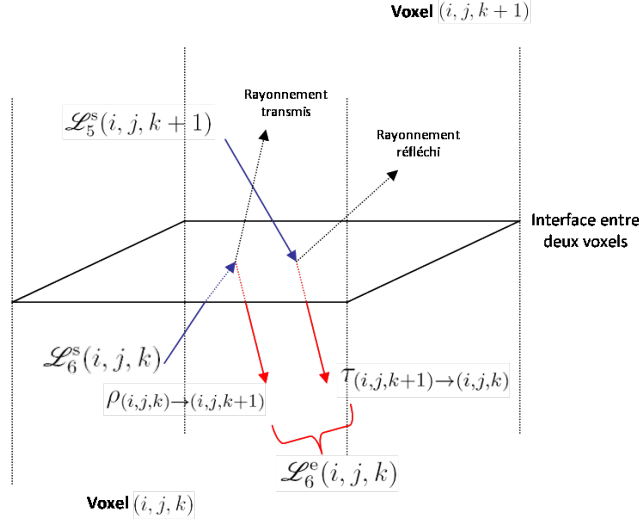
On appelle F_C le facteur de forme (avec absorption) complémentaire. On peut procéder de façon similaire avec le cas qui vient d'être traité pour obtenir l'expression de la luminance isotrope équivalente sortante des autres faces. Les cinq autres cas sont donc identiques au cas traité aux permutations près puisqu'on obtient le cas traité par rotation du voxel. D'où finalement :

$$\begin{aligned} \mathcal{L}_1^s &= F_O \mathcal{L}_2^e + F_V (\mathcal{L}_3^e + \mathcal{L}_4^e + \mathcal{L}_5^e + \mathcal{L}_6^e) + F_C \mathcal{E} \\ \mathcal{L}_2^s &= F_O \mathcal{L}_1^e + F_V (\mathcal{L}_3^e + \mathcal{L}_4^e + \mathcal{L}_5^e + \mathcal{L}_6^e) + F_C \mathcal{E} \\ \mathcal{L}_3^s &= F_O \mathcal{L}_4^e + F_V (\mathcal{L}_1^e + \mathcal{L}_2^e + \mathcal{L}_5^e + \mathcal{L}_6^e) + F_C \mathcal{E} \\ \mathcal{L}_4^s &= F_O \mathcal{L}_3^e + F_V (\mathcal{L}_1^e + \mathcal{L}_2^e + \mathcal{L}_5^e + \mathcal{L}_6^e) + F_C \mathcal{E} \\ \mathcal{L}_5^s &= F_O \mathcal{L}_6^e + F_V (\mathcal{L}_1^e + \mathcal{L}_2^e + \mathcal{L}_3^e + \mathcal{L}_4^e) + F_C \mathcal{E} \\ \mathcal{L}_6^s &= F_O \mathcal{L}_5^e + F_V (\mathcal{L}_1^e + \mathcal{L}_2^e + \mathcal{L}_3^e + \mathcal{L}_4^e) + F_C \mathcal{E} \end{aligned} \quad (4.12)$$

4.2.2. Relations entre les luminances entre un voxel et ses voisins

Comme nous le disions, ce sont les relations entre voxels qui vont décrire et faire apparaître à une échelle plus large le transfert de chaleur de proche en proche. Nous étudions ici la partie relative à l'ETR, nous verrons la partie relative au bilan de flux dans la section 4.4. Ainsi, il existe des relations de continuité de la luminance à chaque face de chaque voxel, ce que donne six équations supplémentaires par voxel. Comme le montre la figure 4.3, la luminance entrante par une face dans le voxel considéré est la somme de la partie transmise (de proportion τ) de la luminance sortante du voxel voisin et de la partie réfléchie (de proportion ρ) de la luminance sortante du voxel considéré.

Considérons un voxel de position (i, j, k) dans l'espace. Formellement, les relations de continuité pour chacune de ces six faces s'écrivent où $\rho_{1 \rightarrow 2}$ est la réflectivité d'un



$$\mathcal{L}_6^e(i, j, k) = \rho_{(i,j,k) \rightarrow (i,j,k+1)} \mathcal{L}_6^s(i, j, k) + \tau_{(i,j,k+1) \rightarrow (i,j,k)} \mathcal{L}_5^s(i, j, k+1)$$

FIGURE 4.3.: Schéma illustrant la relation de continuité entre luminances à l'interface entre deux voxels

voxel 1 vers son voisin 2 et $\rho_{2 \rightarrow 1}$ est la transmittivité d'un voxel 2 vers son voisin 1 :

$$\begin{aligned} \mathcal{L}_1^e(i, j, k) &= \rho_{(i,j,k) \rightarrow (i-1,j,k)} \mathcal{L}_1^s(i, j, k) + \tau_{(i-1,j,k) \rightarrow (i,j,k)} \mathcal{L}_2^s(i-1, j, k) \\ \mathcal{L}_2^e(i, j, k) &= \rho_{(i,j,k) \rightarrow (i+1,j,k)} \mathcal{L}_2^s(i, j, k) + \tau_{(i+1,j,k) \rightarrow (i,j,k)} \mathcal{L}_1^s(i+1, j, k) \\ \mathcal{L}_3^e(i, j, k) &= \rho_{(i,j,k) \rightarrow (i,j-1,k)} \mathcal{L}_3^s(i, j, k) + \tau_{(i,j-1,k) \rightarrow (i,j,k)} \mathcal{L}_4^s(i, j-1, k) \\ \mathcal{L}_4^e(i, j, k) &= \rho_{(i,j,k) \rightarrow (i,j+1,k)} \mathcal{L}_4^s(i, j, k) + \tau_{(i,j+1,k) \rightarrow (i,j,k)} \mathcal{L}_3^s(i, j+1, k) \\ \mathcal{L}_5^e(i, j, k) &= \rho_{(i,j,k) \rightarrow (i,j,k-1)} \mathcal{L}_5^s(i, j, k) + \tau_{(i,j,k-1) \rightarrow (i,j,k)} \mathcal{L}_6^s(i, j, k-1) \\ \mathcal{L}_6^e(i, j, k) &= \rho_{(i,j,k) \rightarrow (i,j,k+1)} \mathcal{L}_6^s(i, j, k) + \tau_{(i,j,k+1) \rightarrow (i,j,k)} \mathcal{L}_5^s(i, j, k+1) \end{aligned} \quad (4.13)$$

Rappelons ici que nous utilisons des coefficients de réflectivité et de transmittivité effectifs *i.e.* calculés à partir des indices de réfraction et d'extinction intégrés sur l'ensemble du spectre pour représenter le comportement global du matériau. Le calcul de ρ et τ est le même que celui que nous avons présenté dans la section 3.1.2.

En examinant les équations (4.12) et (4.13), on constate que le problème peut se simplifier de treize à sept inconnues par voxel (de douze à six luminances isotropes équivalentes auxquelles on rajoute la température du voxel). En effet, en injectant les équations (4.12) dans les équations (4.13), on ne travaille plus qu'avec les luminances isotropes équivalentes entrantes $\mathcal{L}^e$ dans les voxels. Finalement, voici donc les six équations issues de l'ETR et utilisant les relations de continuité aux interfaces entre

voxels avec lesquelles nous allons travailler :

$$\begin{aligned}
\mathcal{L}_1^e(i, j, k) &= \rho_{(i,j,k) \rightarrow (i-1,j,k)} (F_O \mathcal{L}_2^e(i, j, k) + F_V (\mathcal{L}_3^e(i, j, k) + \mathcal{L}_4^e(i, j, k) \\
&\quad + \mathcal{L}_5^e(i, j, k) + \mathcal{L}_6^e(i, j, k)) + F_C \mathcal{E}(i, j, k)) \\
&\quad + \tau_{(i-1,j,k) \rightarrow (i,j,k)} (F_O \mathcal{L}_1^e(i-1, j, k) + F_V (\mathcal{L}_3^e(i-1, j, k) + \mathcal{L}_4^e(i-1, j, k) \\
&\quad + \mathcal{L}_5^e(i-1, j, k) + \mathcal{L}_6^e(i-1, j, k)) + F_C \mathcal{E}(i-1, j, k)) \\
\mathcal{L}_2^e(i, j, k) &= \rho_{(i,j,k) \rightarrow (i+1,j,k)} (F_O \mathcal{L}_1^e(i, j, k) + F_V (\mathcal{L}_3^e(i, j, k) + \mathcal{L}_4^e(i, j, k) \\
&\quad + \mathcal{L}_5^e(i, j, k) + \mathcal{L}_6^e(i, j, k)) + F_C \mathcal{E}(i, j, k)) \\
&\quad + \tau_{(i+1,j,k) \rightarrow (i,j,k)} (F_O \mathcal{L}_2^e(i+1, j, k) + F_V (\mathcal{L}_3^e(i+1, j, k) \\
&\quad + \mathcal{L}_4^e(i+1, j, k) + \mathcal{L}_5^e(i+1, j, k) + \mathcal{L}_6^e(i+1, j, k)) + F_C \mathcal{E}(i+1, j, k)) \\
\mathcal{L}_3^e(i, j, k) &= \rho_{(i,j,k) \rightarrow (i,j-1,k)} (F_O \mathcal{L}_4^e(i, j, k) + F_V (\mathcal{L}_1^e(i, j, k) + \mathcal{L}_2^e(i, j, k) \\
&\quad + \mathcal{L}_5^e(i, j, k) + \mathcal{L}_6^e(i, j, k)) + F_C \mathcal{E}(i, j, k)) \\
&\quad + \tau_{(i,j-1,k) \rightarrow (i,j,k)} (F_O \mathcal{L}_3^e(i, j-1, k) + F_V (\mathcal{L}_1^e(i, j-1, k) + \mathcal{L}_2^e(i, j-1, k) \\
&\quad + \mathcal{L}_5^e(i, j-1, k) + \mathcal{L}_6^e(i, j-1, k)) + F_C \mathcal{E}(i, j-1, k)) \\
\mathcal{L}_4^e(i, j, k) &= \rho_{(i,j,k) \rightarrow (i,j+1,k)} (F_O \mathcal{L}_3^e(i, j, k) + F_V (\mathcal{L}_1^e(i, j, k) + \mathcal{L}_2^e(i, j, k) \\
&\quad + \mathcal{L}_5^e(i, j, k) + \mathcal{L}_6^e(i, j, k)) + F_C \mathcal{E}(i, j, k)) \\
&\quad + \tau_{(i,j+1,k) \rightarrow (i,j,k)} (F_O \mathcal{L}_4^e(i, j+1, k) + F_V (\mathcal{L}_1^e(i, j+1, k) + \mathcal{L}_2^e(i, j+1, k) \\
&\quad + \mathcal{L}_5^e(i, j+1, k) + \mathcal{L}_6^e(i, j+1, k)) + F_C \mathcal{E}(i, j+1, k)) \\
\mathcal{L}_5^e(i, j, k) &= \rho_{(i,j,k) \rightarrow (i,j,k-1)} (F_O \mathcal{L}_6^e(i, j, k) + F_V (\mathcal{L}_1^e(i, j, k) + \mathcal{L}_2^e(i, j, k) \\
&\quad + \mathcal{L}_3^e(i, j, k) + \mathcal{L}_4^e(i, j, k)) + F_C \mathcal{E}(i, j, k)) \\
&\quad + \tau_{(i,j,k-1) \rightarrow (i,j,k)} (F_O \mathcal{L}_5^e(i, j, k-1) + F_V (\mathcal{L}_1^e(i, j, k-1) + \mathcal{L}_2^e(i, j, k-1) \\
&\quad + \mathcal{L}_3^e(i, j, k-1) + \mathcal{L}_4^e(i, j, k-1)) + F_C \mathcal{E}(i, j, k-1)) \\
\mathcal{L}_6^e(i, j, k) &= \rho_{(i,j,k) \rightarrow (i,j,k+1)} (F_O \mathcal{L}_5^e(i, j, k) + F_V (\mathcal{L}_1^e(i, j, k) + \mathcal{L}_2^e(i, j, k) \\
&\quad + \mathcal{L}_3^e(i, j, k) + \mathcal{L}_4^e(i, j, k)) + F_C \mathcal{E}(i, j, k)) \\
&\quad + \tau_{(i,j,k+1) \rightarrow (i,j,k)} (F_O \mathcal{L}_6^e(i, j, k+1) + F_V (\mathcal{L}_1^e(i, j, k+1) + \mathcal{L}_2^e(i, j, k+1) \\
&\quad + \mathcal{L}_3^e(i, j, k+1) + \mathcal{L}_4^e(i, j, k+1)) + F_C \mathcal{E}(i, j, k+1))
\end{aligned} \tag{4.14}$$

Rappelons que $\mathcal{E}(i, j, k)$ dépend de la température du voxel (i, j, k) correspondant par la relation :

$$\mathcal{E}(i, j, k) = \frac{n^2(i, j, k) \sigma_{\text{SB}} T^4(i, j, k)}{\pi}$$

Remarque. Ces équations ne sont valables que pour des voxels situés au sein du matériau. Nous verrons le cas des voxels liés aux faces, aux arêtes et aux coins du volume numérisé 3D dans la section 4.5.

4.3. Les facteurs de forme avec absorption

Les calculs de la section précédente à partir de l'ETR font apparaître des grandeurs sans dimension qui ressemblent aux facteurs de forme classiques qu'on peut trouver

dans des problèmes de rayonnement, à la différence qu'ils ne dépendent pas seulement de la géométrie mais aussi de l'épaisseur optique $\kappa\delta$ d'un voxel. Voilà pourquoi nous les avons appelés les facteurs de forme avec absorption, leur expression est donnée par l'équation (4.8) :

$$F_{ij} = \frac{1}{\pi S_i} \iint_{M_i \in S_i} \iint_{N_j \in S_j} e^{-\kappa M_i N_j} \frac{\cos \theta_{M_i} \cos \theta_{N_j}}{N_j M_i^2} dS_{N_j} dS_{M_i}$$

Nous avons montré dans la section 4.2.1 que, dans un voxel, les trente-six facteurs de forme avec absorption se ramenaient en fait à deux :

1. un facteur de forme avec absorption dit *opposé* noté F_O quand les deux surfaces intégrantes sont opposées l'une à l'autre,
2. un facteur de forme avec absorption dit *voisin* noté F_V quand les deux surfaces intégrantes sont adjacentes l'une à l'autre.

L'expression générale de ces facteurs de forme avec absorption fait intervenir des intégrales quadruples. Leur calcul est possible numériquement mais il peut s'avérer long. Aussi, nous avons montré que nous pouvons écrire ces deux facteurs de forme avec absorption, F_O et F_V , sous la forme d'intégrales simples ; ce qui facilitera grandement leur évaluation numérique. Les détails du développement mathématique de simplification des facteurs de forme avec absorption se trouvent dans l'annexe C et nous présentons ici seulement leur expression simplifiée.

4.3.1. Expression analytique de F_O

De l'expression générale de F_O suivante sous la forme d'intégrales quadruples :

$$F_O = F_{65} = \frac{1}{\pi S_6} \iint_{M \in S_6} \iint_{N \in S_5} e^{-\kappa MN} \frac{\cos \theta_M \cos \theta_N}{NM^2} dS_N dS_M \quad (4.15)$$

on aboutit à l'expression finale de F_O suivante sous la forme d'intégrales simples :

$$F_O = \frac{2}{\pi} \int_{r=0}^1 \frac{e^{-\kappa\delta\sqrt{r^2+1}}}{(r^2+1)^2} r (\pi - 4r + r^2) dr \\ + \frac{2}{\pi} \int_{r=1}^{\sqrt{2}} \frac{e^{-\kappa\delta\sqrt{r^2+1}}}{(r^2+1)^2} r \left(\pi - 2 - r^2 + 4\sqrt{r^2-1} - 4\arccos\left(\frac{1}{r}\right) \right) dr \quad (4.16)$$

4.3.2. Expression analytique de F_V

De même, de l'expression générale de F_V suivante sous la forme d'intégrales quadruples :

$$F_V = F_{61} = \frac{1}{\pi S_6} \iint_{M \in S_6} \iint_{N \in S_1} e^{-\kappa MN} \frac{\cos \theta_M \cos \theta_N}{NM^2} dS_N dS_M \quad (4.17)$$

on aboutit à l'expression finale de F_V suivante sous la forme d'intégrales simples :

$$\begin{aligned}
 F_V = & \frac{8\kappa\delta - 3 + (3 - 5\kappa\delta)e^{-\alpha}}{12\pi(\kappa\delta)^2} \\
 & + \frac{1}{12\pi} \int_{\rho=1}^{\sqrt{2}} \frac{e^{-\kappa\delta\rho}}{\rho^3} \left(6\rho^4 - 6\rho^2 + 5 - 16(\rho^2 - 1)^{\frac{3}{2}} \right) d\rho \\
 & + \frac{1}{12\pi} \int_{\rho=\sqrt{2}}^{\sqrt{3}} \frac{e^{-\kappa\delta\rho}}{\rho^3} \left(-3\rho^4 + 6\rho^2 + 1 + 8(\rho^2 - 2)^{\frac{3}{2}} \right) d\rho \quad (4.18)
 \end{aligned}$$

4.4. L'équation de la chaleur

La section 4.2.2 nous a montré que **nos problèmes de thermique peuvent se simplifier de treize à sept inconnues par voxel** : six luminances isotropes équivalentes entrantes sur chaque face d'un voxel et la température du voxel. Les équations (4.14) nous donnent déjà six relations entre les luminances et température d'un voxel et celles de ses voisins directs. La dernière équation que l'on doit formuler est un bilan de flux (équation de la chaleur). On écrit que la somme des flux conductifs et radiatifs entrants dans un voxel (i, j, k) :

- soit contribue à l'élévation de sa température dans le cas d'un problème transitoire (par exemple la méthode flash),
- soit est nulle dans le cas d'un problème stationnaire (par exemple la plaque chaude gardée) puisque la température en chaque point du matériau n'évolue pas.

Cette équation s'écrit :

- dans le cas stationnaire :

$$\sum_{l=1}^6 \Phi_{\text{cond},l}^e(i, j, k) + \sum_{l=1}^6 \Phi_{\text{rad},l}^e(i, j, k) = 0 \quad (4.19)$$

- dans le cas transitoire :

$$\sum_{l=1}^6 \Phi_{\text{cond},l}^e(i, j, k) + \sum_{l=1}^6 \Phi_{\text{rad},l}^e(i, j, k) = \rho c_P \delta^3 \frac{\partial T}{\partial t} \quad (4.20)$$

Les flux conductifs s'écrivent comme le produit d'une conductance entre deux points (que nous choisissons au centre des voxels) par l'écart de température entre ces deux points. La conductance entre deux centres de voxels voisins est l'inverse de la somme de la résistance de la demi-épaisseur de l'un et de celle de la demi-épaisseur de l'autre.

Cela donne :

$$\begin{aligned}
 \Phi_{\text{cond},1}^e(i, j, k) &= -\frac{1}{\frac{\delta}{2\lambda_{c,(i,j,k)}\delta^2} + \frac{\delta}{2\lambda_{c,(i-1,j,k)}\delta^2}} (T(i, j, k) - T(i-1, j, k)) \\
 &= -\frac{2\delta\lambda_{c,(i,j,k)}\lambda_{c,(i-1,j,k)}}{\underbrace{\lambda_{c,(i,j,k)} + \lambda_{c,(i-1,j,k)}}_{\mathcal{C}_{(i,j,k) \rightarrow (i-1,j,k)}}} (T(i, j, k) - T(i-1, j, k)) \\
 \Phi_{\text{cond},2}^e(i, j, k) &= -\mathcal{C}_{(i,j,k) \rightarrow (i+1,j,k)} (T(i, j, k) - T(i+1, j, k)) \\
 \Phi_{\text{cond},3}^e(i, j, k) &= -\mathcal{C}_{(i,j,k) \rightarrow (i,j-1,k)} (T(i, j, k) - T(i, j-1, k)) \\
 \Phi_{\text{cond},4}^e(i, j, k) &= -\mathcal{C}_{(i,j,k) \rightarrow (i,j+1,k)} (T(i, j, k) - T(i, j+1, k)) \\
 \Phi_{\text{cond},5}^e(i, j, k) &= -\mathcal{C}_{(i,j,k) \rightarrow (i,j,k-1)} (T(i, j, k) - T(i, j, k-1)) \\
 \Phi_{\text{cond},6}^e(i, j, k) &= -\mathcal{C}_{(i,j,k) \rightarrow (i,j,k+1)} (T(i, j, k) - T(i, j, k+1))
 \end{aligned} \tag{4.21}$$

où $\mathcal{C}_{1 \rightarrow 2}$ est la conductance entre un voxel 1 et son voisin 2.

Les flux radiatifs s'écrivent comme la différence des luminances isotropes équivalentes entrantes et sortantes sur une face du voxel considéré. Cela donne :

$$\begin{aligned}
 \Phi_{\text{rad},1}^e(i, j, k) &= \pi\delta^2 (\mathcal{L}_1^e(i, j, k) - \mathcal{L}_1^s(i, j, k)) \\
 \Phi_{\text{rad},2}^e(i, j, k) &= \pi\delta^2 (\mathcal{L}_2^e(i, j, k) - \mathcal{L}_2^s(i, j, k)) \\
 \Phi_{\text{rad},3}^e(i, j, k) &= \pi\delta^2 (\mathcal{L}_3^e(i, j, k) - \mathcal{L}_3^s(i, j, k)) \\
 \Phi_{\text{rad},4}^e(i, j, k) &= \pi\delta^2 (\mathcal{L}_4^e(i, j, k) - \mathcal{L}_4^s(i, j, k)) \\
 \Phi_{\text{rad},5}^e(i, j, k) &= \pi\delta^2 (\mathcal{L}_5^e(i, j, k) - \mathcal{L}_5^s(i, j, k)) \\
 \Phi_{\text{rad},6}^e(i, j, k) &= \pi\delta^2 (\mathcal{L}_6^e(i, j, k) - \mathcal{L}_6^s(i, j, k))
 \end{aligned}$$

En injectant les équations (4.12) dans les équations précédentes, ces dernières ont pour expression :

$$\begin{aligned}
 \Phi_{\text{rad},1}^e(i, j, k) &= \pi\delta^2 (\mathcal{L}_1^e(i, j, k) - F_O\mathcal{L}_2^s(i, j, k) - F_V\mathcal{L}_3^s(i, j, k) - F_V\mathcal{L}_4^s(i, j, k) \\
 &\quad - F_V\mathcal{L}_5^s(i, j, k) - F_V\mathcal{L}_6^s(i, j, k) - F_C\mathcal{E}(i, j, k)) \\
 \Phi_{\text{rad},2}^e(i, j, k) &= \pi\delta^2 (-F_O\mathcal{L}_1^e(i, j, k) + \mathcal{L}_2^s(i, j, k) - F_V\mathcal{L}_3^s(i, j, k) - F_V\mathcal{L}_4^s(i, j, k) \\
 &\quad - F_V\mathcal{L}_5^s(i, j, k) - F_V\mathcal{L}_6^s(i, j, k) - F_C\mathcal{E}(i, j, k)) \\
 \Phi_{\text{rad},3}^e(i, j, k) &= \pi\delta^2 (-F_V\mathcal{L}_1^e(i, j, k) - F_V\mathcal{L}_2^s(i, j, k) + \mathcal{L}_3^s(i, j, k) - F_O\mathcal{L}_4^s(i, j, k) \\
 &\quad - F_V\mathcal{L}_5^s(i, j, k) - F_V\mathcal{L}_6^s(i, j, k) - F_C\mathcal{E}(i, j, k)) \tag{4.22} \\
 \Phi_{\text{rad},4}^e(i, j, k) &= \pi\delta^2 (-F_V\mathcal{L}_1^e(i, j, k) - F_V\mathcal{L}_2^s(i, j, k) - F_O\mathcal{L}_3^s(i, j, k) + \mathcal{L}_4^s(i, j, k) \\
 &\quad - F_V\mathcal{L}_5^s(i, j, k) - F_V\mathcal{L}_6^s(i, j, k) - F_C\mathcal{E}(i, j, k)) \\
 \Phi_{\text{rad},5}^e(i, j, k) &= \pi\delta^2 (-F_V\mathcal{L}_1^e(i, j, k) - F_V\mathcal{L}_2^s(i, j, k) - F_V\mathcal{L}_3^s(i, j, k) - F_V\mathcal{L}_4^s(i, j, k) \\
 &\quad + \mathcal{L}_5^s(i, j, k) - F_O\mathcal{L}_6^s(i, j, k) - F_C\mathcal{E}(i, j, k)) \\
 \Phi_{\text{rad},6}^e(i, j, k) &= \pi\delta^2 (-F_V\mathcal{L}_1^e(i, j, k) - F_V\mathcal{L}_2^s(i, j, k) - F_V\mathcal{L}_3^s(i, j, k) - F_V\mathcal{L}_4^s(i, j, k) \\
 &\quad - F_O\mathcal{L}_5^s(i, j, k) + \mathcal{L}_6^s(i, j, k) - F_C\mathcal{E}(i, j, k))
 \end{aligned}$$

La somme des expressions données par les équations (4.22) se simplifie (avec $F_C = 1 - F_O - 4F_V$). Les équations (4.19) et (4.20) donnent finalement en y injectant les

équations (4.21) et (4.22) et en discrétisant le terme de la dérivée partielle de la température par rapport au temps dans l'équation (4.20) :

– dans le cas stationnaire :

$$\begin{aligned}
 & -T(i, j, k) \left[\mathcal{C}_{(i,j,k) \rightarrow (i-1,j,k)} + \mathcal{C}_{(i,j,k) \rightarrow (i+1,j,k)} + \mathcal{C}_{(i,j,k) \rightarrow (i,j-1,k)} + \mathcal{C}_{(i,j,k) \rightarrow (i,j+1,k)} \right. \\
 & \quad \left. + \mathcal{C}_{(i,j,k) \rightarrow (i,j,k-1)} + \mathcal{C}_{(i,j,k) \rightarrow (i,j,k+1)} \right] \\
 & + \mathcal{C}_{(i,j,k) \rightarrow (i-1,j,k)} T(i-1, j, k) + \mathcal{C}_{(i,j,k) \rightarrow (i+1,j,k)} T(i+1, j, k) \\
 & + \mathcal{C}_{(i,j,k) \rightarrow (i,j-1,k)} T(i, j-1, k) + \mathcal{C}_{(i,j,k) \rightarrow (i,j+1,k)} T(i, j+1, k) \\
 & + \mathcal{C}_{(i,j,k) \rightarrow (i,j,k-1)} T(i, j, k-1) + \mathcal{C}_{(i,j,k) \rightarrow (i,j,k+1)} T(i, j, k+1) \\
 & + \pi \delta^2 [F_C \mathcal{L}_1^e(i, j, k) + F_C \mathcal{L}_2^s(i, j, k) + F_C \mathcal{L}_3^s(i, j, k) + F_C \mathcal{L}_4^s(i, j, k) \\
 & \quad + F_C \mathcal{L}_5^s(i, j, k) + F_C \mathcal{L}_6^s(i, j, k) - 6F_C \mathcal{E}(i, j, k)] \\
 & = 0 \quad (4.23)
 \end{aligned}$$

– dans le cas transitoire :

$$\begin{aligned}
 & -T(i, j, k) \left[\mathcal{C}_{(i,j,k) \rightarrow (i-1,j,k)} + \mathcal{C}_{(i,j,k) \rightarrow (i+1,j,k)} + \mathcal{C}_{(i,j,k) \rightarrow (i,j-1,k)} + \mathcal{C}_{(i,j,k) \rightarrow (i,j+1,k)} \right. \\
 & \quad \left. + \mathcal{C}_{(i,j,k) \rightarrow (i,j,k-1)} + \mathcal{C}_{(i,j,k) \rightarrow (i,j,k+1)} \right] \\
 & + \mathcal{C}_{(i,j,k) \rightarrow (i-1,j,k)} T(i-1, j, k) + \mathcal{C}_{(i,j,k) \rightarrow (i+1,j,k)} T(i+1, j, k) \\
 & + \mathcal{C}_{(i,j,k) \rightarrow (i,j-1,k)} T(i, j-1, k) + \mathcal{C}_{(i,j,k) \rightarrow (i,j+1,k)} T(i, j+1, k) \\
 & + \mathcal{C}_{(i,j,k) \rightarrow (i,j,k-1)} T(i, j, k-1) + \mathcal{C}_{(i,j,k) \rightarrow (i,j,k+1)} T(i, j, k+1) \\
 & + \pi \delta^2 [F_C \mathcal{L}_1^e(i, j, k) + F_C \mathcal{L}_2^s(i, j, k) + F_C \mathcal{L}_3^s(i, j, k) + F_C \mathcal{L}_4^s(i, j, k) \\
 & \quad + F_C \mathcal{L}_5^s(i, j, k) + F_C \mathcal{L}_6^s(i, j, k) - 6F_C \mathcal{E}(i, j, k)] \\
 & = \rho c_P \delta^3 \frac{T^{n+1}(i, j, k) - T^n(i, j, k)}{\Delta t} \quad (4.24)
 \end{aligned}$$

où n indique l'instant considéré et Δt est le pas de temps.

Remarque. Ces équations ne sont valables que pour des voxels situés au sein du matériau. Nous verrons le cas des voxels liés aux faces, aux arêtes et aux coins dans la section 4.5.

Ainsi, déterminer le champ des luminances isotropes équivalentes (six inconnues) et le champ de température (une inconnue) dans les voxels au sein du matériau revient à résoudre les équations (4.14) (six équations) et (4.23) (une équation en régime stationnaire) dans le cadre de la plaque chaude gardée ou (4.24) (une équation en régime transitoire) dans le cadre de la méthode flash. Ces équations restent les mêmes dans tous les problèmes que nous pourrions traiter dans le cadre d'une étude similaire à celle-ci. La différence entre eux se situe dans les conditions aux limites — et initiales dans un problème instationnaire — puisque ce sont elles qui définissent un problème. La section suivante va donc traiter le cas des voxels liés aux faces, aux arêtes et aux coins du volume de matériau numérique 3D pour la plaque chaude gardée et la méthode flash.

4.5. Les conditions aux limites et initiales

Nous venons d'établir les sept équations du cas général pour un voxel situé au sein d'un matériau dans le cadre d'un problème de thermique couplant conduction et rayonnement à partir d'une structure voxélisée. Ces équations restent valables quelque soit le problème traité. Ce sont les conditions aux limites et éventuellement initiales (en régime instationnaire) qui font la nature de l'expérience à modéliser. Voyons donc quelles sont celles associées à nos deux problèmes.

Il serait très long et fastidieux d'écrire les vingt-sept conditions aux limites pour traiter chaque cas des faces, des arêtes et des coins. Aussi, le but de cette partie n'est pas d'être exhaustif sur les équations mais de donner les indications nécessaires pour permettre au lecteur de les retrouver facilement.

Remarque. Certaines équations pour des voxels situés sur des bords restent inchangées par rapport au cas général. Nous ne traitons ici que de celles qui diffèrent de ce cas général.

4.5.1. Les conditions aux limites de la plaque chaude gardée

Conditions aux limites sur les luminances

Cas des faces latérales Dans la méthode de la plaque chaude gardée, les parois latérales sont totalement réfléchissantes de manière à *garder* la chaleur à l'intérieur de l'échantillon. Ainsi, dans le cas des faces latérales, la luminance sortante d'une face d'un voxel est totalement réfléchiée et la luminance entrante dans ce voxel est égale à la luminance sortante par la même face. Les équations (4.14) deviennent alors, en $i = 1$ et/ou $i = N_x$ et/ou $j = 1$ et/ou $j = N_y$ (où N_x et N_y sont le nombre de voxels respectivement selon x et selon y) :

$$\begin{aligned}
 \mathcal{L}_1^e(1, j, k) &= F_O \mathcal{L}_2^e(1, j, k) + F_V (\mathcal{L}_3^e(1, j, k) + \mathcal{L}_4^e(1, j, k) \\
 &\quad + \mathcal{L}_5^e(1, j, k) + \mathcal{L}_6^e(1, j, k)) + F_C \mathcal{E}(1, j, k) \\
 \mathcal{L}_2^e(N_x, j, k) &= F_O \mathcal{L}_1^e(N_x, j, k) + F_V (\mathcal{L}_3^e(N_x, j, k) + \mathcal{L}_4^e(N_x, j, k) \\
 &\quad + \mathcal{L}_5^e(N_x, j, k) + \mathcal{L}_6^e(N_x, j, k)) + F_C \mathcal{E}(N_x, j, k) \\
 \mathcal{L}_3^e(i, 1, k) &= F_O \mathcal{L}_4^e(i, 1, k) + F_V (\mathcal{L}_1^e(i, 1, k) + \mathcal{L}_2^e(i, 1, k) \\
 &\quad + \mathcal{L}_5^e(i, 1, k) + \mathcal{L}_6^e(i, 1, k)) + F_C \mathcal{E}(i, 1, k) \\
 \mathcal{L}_4^e(i, N_y, k) &= F_O \mathcal{L}_3^e(i, N_y, k) + F_V (\mathcal{L}_1^e(i, N_y, k) + \mathcal{L}_2^e(i, N_y, k) \\
 &\quad + \mathcal{L}_5^e(i, N_y, k) + \mathcal{L}_6^e(i, N_y, k)) + F_C \mathcal{E}(i, N_y, k)
 \end{aligned} \tag{4.25}$$

Cas des faces inférieure et supérieure Dans la méthode de la plaque chaude gardée, les parois inférieure et supérieure sont à une température imposée, respectivement T_f et T_c . De même, ces parois d'émissivité ε sont à émission diffuse. Les luminances sur

ces parois valent donc, en $k = 1$ ou $k = N_z$ (où N_z est le nombre de voxels selon z) :

$$\begin{aligned}\mathcal{L}_5^e(i, j, 1) &= \varepsilon_1 \frac{n_{(i,j,1)}^2 \sigma_{\text{SB}} T_f^4}{\pi} \\ \mathcal{L}_6^e(i, j, N_z) &= \varepsilon_{N_z} \frac{n_{(i,j,N_z)}^2 \sigma_{\text{SB}} T_c^4}{\pi}\end{aligned}\tag{4.26}$$

Conditions aux limites sur le flux

Cas des faces latérales Dans la méthode de la plaque chaude gardée, les parois latérales sont adiabatiques, toujours afin de *garder* la chaleur à l'intérieur de l'échantillon. Ainsi, il n'y a pas de flux entrant dans l'échantillon par ces parois et donc par les faces correspondantes des voxels qui les composent. Les équations (4.23) et (4.24) sont modifiées en $i = 1$ et/ou $i = N_x$ et/ou $j = 1$ et/ou $j = N_y$ en faisant disparaître de la somme des flux conductifs la contribution d'un flux conductif et de la somme des flux radiatifs la contribution d'un flux radiatif qui entrerait par une de ces parois. L'expression de la somme des flux radiatifs ne se simplifie alors plus.

Cas des faces inférieure et supérieure Dans le cas des faces inférieure et supérieure, certaines températures des équations (4.23) et (4.24) sont imposées à T_f en $k = 1$ et T_c en $k = N_z$. Ainsi, les flux conductifs sont calculés à partir des écarts de température entre la paroi à température imposée et le centre du premier voxel et seule la demi-épaisseur de ce voxel intervient dans l'expression de la conductance correspondante à ce flux ; elle vaut $\delta\lambda$.

4.5.2. Les conditions aux limites et initiales de la méthode flash

Les conditions aux limites de la méthode flash

Conditions aux limites sur les luminances

Cas des faces latérales De même que pour la méthode de la plaque chaude gardée, dans le cadre de la méthode flash, les parois latérales sont totalement réfléchissantes. Les équations (4.25) des conditions aux limites pour les faces latérales sont donc les mêmes pour ces deux expériences.

Cas des faces inférieure et supérieure De même que pour la méthode de la plaque chaude gardée, les parois inférieure et supérieure, d'émissivité ε , sont à émission diffuse dans le cadre de la méthode flash. Cependant, dans le cadre de la méthode flash, les températures aux parois inférieure et supérieure ne sont pas imposées mais laissées libres et deviennent des inconnues supplémentaires dans ce problème : $T_{p,1}$ et T_{p,N_z} .

Les luminances sur ces parois valent donc, en $k = 1$ ou $k = N_z$:

$$\begin{aligned}\mathcal{L}_5^e(i, j, 1) &= \varepsilon_1 \frac{n_{(i,j,1)}^2 \sigma_{\text{SB}} T_{\text{p},1}^4}{\pi} \\ \mathcal{L}_6^e(i, j, N_z) &= \varepsilon_{N_z} \frac{n_{(i,j,N_z)}^2 \sigma_{\text{SB}} T_{\text{p},N_z}^4}{\pi}\end{aligned}\tag{4.27}$$

Conditions aux limites sur le flux

Cas des faces latérales Une fois encore, dans la méthode flash comme dans la méthode de la plaque chaude gardée, les parois latérales sont adiabatiques. Ainsi, les équations (4.23) et (4.24) sont modifiées en $i = 1$ et/ou $i = N_x$ et/ou $j = 1$ et/ou $j = N_y$ de la même façon dans le cadre de la méthode flash que dans celui de la plaque chaude gardée.

Cas des faces inférieure et supérieure Dans le cas des faces inférieure et supérieure, les températures des équations (4.23) et (4.24) ne sont pas imposées mais certaines sont ramenées à $T_{\text{p},1}$ en $k = 1$ et T_{p,N_z} en $k = N_z$ et les flux conductifs sont calculés de la même façon que pour la plaque chaude gardée, à partir des écarts de température entre la paroi à température imposée et le centre du premier voxel. L'expression de la conductance correspondante à ce flux est également modifiée en conséquence comme précédemment.

Cependant, nous venons de voir que dans le cadre de la méthode flash, les températures aux parois inférieure et supérieure sont des inconnues. Nous avons donc besoin d'une équation supplémentaire pour les voxels qui sont situés sur ces faces inférieure et supérieure. Il s'agit d'un bilan de flux sur la paroi inférieure ou supérieure : la somme du flux conductif et du flux radiatif qui entre dans le matériau par une de ces faces est égale au flux excitateur sur la même face — en face avant (supérieure), il y a le flux du flash à l'instant initial ; il n'y en a pas en face arrière (inférieure) — auquel viennent se soustraire un flux dû aux pertes convecto-radiatives en faces avant et arrière. Ces pertes Φ_{pertes} sont modélisées par la relation de Newton à travers un coefficient d'échange convecto-radiatif h qu'on suppose identique en face avant et en face arrière : $\Phi_{\text{pertes}} = h (T_{\text{paroi}} - T_{\text{ambiante}})$.

Puisque l'excitation du flash est un Dirac — et n'intervient donc qu'à l'instant initial —, on peut montrer qu'il est mathématiquement équivalent :

- de la considérer en condition aux limites : la température initiale de tout l'échantillon est alors égale à la température de l'expérience (ambiante),
- ou de la considérer en condition initiale : on élève alors la température initiale de l'échantillon en fonction de l'excitation du flash qu'on ne prend alors plus en compte dans la condition aux limites,

sans changer la nature du problème. Nous avons choisi la seconde option. Voyons dans un premier temps comment s'écrit alors cette condition aux limites sur les parois

inférieure en $k = 1$ et supérieure en $k = N_z$:

$$\begin{aligned}\Phi_{\text{cond},5}^e(i, j, 1) + \Phi_{\text{rad},5}^e(i, j, 1) &= -\Phi_{\text{pertes}}(i, j, 1) \\ \Phi_{\text{cond},6}^e(i, j, N_z) + \Phi_{\text{rad},6}^e(i, j, N_z) &= -\Phi_{\text{pertes}}(i, j, N_z)\end{aligned}$$

Ce qui donne plus explicitement :

$$\begin{aligned}& -2\lambda_{c,(i,j,1)}\delta(T(i, j, 1) - T_{p,1}) + \pi\delta^2(\mathcal{L}_5^e(i, j, 1) \\ & \quad - [F_V\mathcal{L}_1^e(1, j, 1) + F_V\mathcal{L}_2^e(1, j, 1) + F_V\mathcal{L}_3^e(1, j, 1) + F_V\mathcal{L}_4^e(1, j, 1) \\ & \quad + F_O\mathcal{L}_6^e(1, j, 1) + F_C\mathcal{E}(1, j, 1)]) \\ & \quad = -h\delta^2(T_{p,1} - T_{\text{amb}}) \\ & -2\lambda_{c,(i,j,N_z)}\delta(T(i, j, N_z) - T_{p,N_z}) + \pi\delta^2(\mathcal{L}_6^e(i, j, N_z) \\ & \quad - [F_V\mathcal{L}_1^e(1, j, N_z) + F_V\mathcal{L}_2^e(1, j, N_z) + F_V\mathcal{L}_3^e(1, j, N_z) + F_V\mathcal{L}_4^e(1, j, N_z) \\ & \quad + F_O\mathcal{L}_5^e(1, j, N_z) + F_C\mathcal{E}(1, j, N_z)]) \\ & \quad = -h\delta^2(T_{p,N_z} - T_{\text{amb}}) \quad (4.28)\end{aligned}$$

Les conditions initiales de la méthode flash

Et voyons à présent comment calculer la température initiale de l'échantillon suite à l'excitation Dirac du flash. Le raisonnement et le formalisme sont identiques à ceux que nous avons utilisés dans la section 2.2.1 sauf que nous nous plaçons ici à i et j donnés et que nous considérons une colonne de voxels : le calcul sera alors à effectuer dans chacune des colonnes de l'échantillon discrétisé. À l'instant initial, le voxel supérieur est irradié par un flash monochromatique à la longueur λ_l , Dirac en temps et d'intensité Q . Finalement, compte tenu des calculs qui ont été effectués dans la section 2.2.1, chaque voxel de la colonne à la position k absorbe — en fonction de sa nature — une quantité d'énergie volumique Ψ_k décroissante contribuant à élever sa température à partir de T_{amb} . On va supposer que tout ce qui se passe par la suite se fait de manière quasi-instantanée car les voxels absorbent l'énergie de façon infiniment rapide. En adaptant à notre cas présent, l'équation (2.13) nous donne :

$$\begin{aligned}\Psi_k(z) &= Q'_k \kappa_{\lambda_l k} e^{-\kappa_{\lambda_l k} z}, \quad \forall 0 \leq z \leq \delta \\ \text{avec } Q'_k &= \begin{cases} Q & \text{si } k = N_z, \\ Q e^{-\sum_{i=N_z}^k \kappa_{\lambda_l i} \delta} & \text{si } k < N_z \end{cases} \quad (4.29)\end{aligned}$$

L'élévation initiale de température ΔT_k dans l'épaisseur δ d'un voxel k qui absorbe une énergie volumique Ψ_k est donnée par la relation suivante :

$$(\rho c_P)_k \int_0^\delta \Delta T_k dz = \int_0^\delta \Psi_k(z) dz$$

Nous avons considéré dans notre problème que les voxels sont à une température homogène, on a donc en explicitant Ψ_k avec (4.29) :

$$(\rho c_P)_k \delta \Delta T_k = \int_0^\delta Q'_k \kappa_{\lambda_l k} e^{-\kappa_{\lambda_l k} z} dz$$

D'où l'élévation initiale de température due au flash dans chaque couche k d'une colonne de l'échantillon :

$$\forall 0 \leq k \leq N_z, \quad \Delta T_k = \frac{Q'_k}{(\rho c_P)_k \delta} \left(1 - e^{-\kappa_{\lambda_{I_k}} \delta}\right) \quad (4.30)$$

La température initiale de l'échantillon dans chaque couche k d'une colonne de l'échantillon est donc :

$$\forall 0 \leq k \leq N_z, \quad T_k = \frac{Q'_k}{(\rho c_P)_k \delta} \left(1 - e^{-\kappa_{\lambda_{I_k}} \delta}\right) + T_{\text{amb}} \quad (4.31)$$

C'est à partir de cette température initiale ($t = 0$) que les équations décrites précédemment pour le cas général et les conditions aux limites sont résolues. Devant le nombre relativement important d'inconnues — même pour une structure $3 \times 3 \times 3$ —, l'outil numérique est indispensable pour résoudre ces problèmes de thermique. Cela fait l'objet de la section suivante.

4.6. Une résolution numérique itérative

La section précédente nous a laissés avec $7N$ équations — ou $7N + 2N_x N_y$ dans le cas de la méthode flash en rajoutant une équation pour chaque voxel de la paroi inférieure ou supérieure — à partir desquelles nous devons déterminer le même nombre d'inconnues (où N est le nombre total de voxels dans l'échantillon). Il est bien sûr convenu que cette résolution se fera de manière numérique. Cette section a pour objectif d'expliquer comment cette résolution a été programmée.

4.6.1. Un problème non linéaire ou le choix de l'algorithme

Les équations d'un problème de thermique couplant les transferts de chaleur par conduction et par rayonnement ne sont pas linéaires. En effet, les termes de température sont à la puissance 4. Ce type de problème ne peut se résoudre que par une méthode itérative *i.e.* que l'algorithme de résolution ne donne pas la solution en une seule étape (méthode directe) mais en itérant plusieurs fois son processus de résolution qui converge (normalement) vers la solution recherchée.

Soit $i \in \llbracket 1; 7N \rrbracket$ (ou $i \in \llbracket 1; 7N + 2N_x N_y \rrbracket$, on omettra de le signaler par la suite) et soit $(x_i)_{1 \leq i \leq 7N}$ les inconnues du problème considéré qu'on regroupe dans un vecteur $\bar{\mathbf{x}}$. Les équations de notre problème peuvent se mettre sous la forme :

$$\forall i \in \llbracket 1; 7N \rrbracket, \quad f_i(\bar{\mathbf{x}}) = 0$$

On peut ainsi regrouper toutes nos équations sous une fonctionnelle $\mathbf{F}$ de telle sorte que :

$$\mathbf{F}(\bar{\mathbf{x}}) = \mathbf{0} \quad (4.32)$$

Une manière efficace de trouver la solution de ce problème est de minimiser la somme χ^2 des moindres carrés de cette fonctionnelle qui s'écrit :

$$\chi^2 = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^{7N} (f_i(\bar{\mathbf{x}}))^2 \quad (4.33)$$

et qui doit être nulle.

Les problèmes de moindres carrés peuvent être résolus par des méthodes générales d'optimisation mais il existe des méthodes plus efficaces. Dans la plupart des cas, les convergences atteintes sont linéaires, parfois quadratiques même si les dérivées secondes ne sont pas implémentées. L'algorithme que nous avons retenu est celui de Levenberg-Marquardt⁴ [Levenberg 1944, Marquardt 1963] pour la simplicité de sa mise en place, son efficacité redoutable pour des problèmes numériquement bien posés sans avoir besoin de stocker énormément de données en mémoire. Ce dernier point est très important pour notre problème. En effet, le nombre de données augmente proportionnellement au nombre de voxels considérés voire comme son carré si on devait stocker une matrice. Pour des tailles de structure supérieures à la centaine de voxels dans une direction (100^3), le stockage d'une matrice nécessite une place de l'ordre de quelques milliers de Gigaoctets.

La ligne générale de cet algorithme est la volonté de Marquardt, sous l'intuition de Levenberg, d'associer l'efficacité de l'algorithme de Gauss-Newton [Ciarlet 1990] dans les premières itérations — alors qu'il est moins efficace pour les dernières — à celle des algorithmes de gradient conjugué [O'Leary 1996] après quelques itérations — alors qu'ils sont moins efficaces pour les premières — pour avoir un algorithme efficace pendant toute son exécution. L'idée est de faire varier un coefficient qui donne plus ou moins de poids à la diagonale d'une matrice d'un système linéaire à résoudre dans l'algorithme — nous y reviendrons. Si la solution trouvée de l'itération fait diminuer la somme des moindres carrés χ^2 alors elle est acceptable et on donne moins de poids à la diagonale pour avoir une résolution de type gradient conjugué. Si la solution trouvée de l'itération fait augmenter χ^2 , alors on garde la solution précédente et on donne plus de poids à la diagonale pour avoir une résolution de type Gauss-Newton.

Voici la description de cet algorithme :

$k = 0$

$\mu = 1$

choisir ε et $k_{\max}$ choisir une initialisation de la solution $\bar{\mathbf{x}} = \bar{\mathbf{x}}_0$

calculer $\chi^2(\bar{\mathbf{x}})$

tant que $\chi^2(\bar{\mathbf{x}}) > \varepsilon$ et $k < k_{\max}$ faire

$k = k + 1$

résoudre le système linéaire $\bar{\bar{\mathbf{A}}} \cdot \bar{\delta \mathbf{x}} = \bar{\mathbf{b}}$ où :

$$\forall (k, l) \in \llbracket 1; 7N \rrbracket^2, \quad A_{kl} = \begin{cases} (1 + \mu) \sum_{i=1}^{7N} \frac{\partial f_i(\bar{\mathbf{x}})}{\partial x_k} \frac{\partial f_i(\bar{\mathbf{x}})}{\partial x_l} & \text{si } k = l \\ \sum_{i=1}^{7N} \frac{\partial f_i(\bar{\mathbf{x}})}{\partial x_k} \frac{\partial f_i(\bar{\mathbf{x}})}{\partial x_l} & \text{sinon} \end{cases}$$

4. Notre problème est un cas particulier car l'algorithme de Levenberg-Marquardt est souvent utilisé pour déterminer un jeu de paramètres dont dépend la fonctionnelle.

```

et :
    
$$\forall k \in \llbracket 1; 7N \rrbracket, \quad b_k = - \sum_{i=1}^{7N} f_i(\bar{\mathbf{x}}) \frac{\partial f_i(\bar{\mathbf{x}})}{\partial x_k}$$

    si  $\chi^2(\bar{\mathbf{x}} + \bar{\delta\mathbf{x}}) \geq \chi^2(\bar{\mathbf{x}})$ 
         $\mu = 10\mu$ 
    sinon
         $\bar{\mathbf{x}} = \bar{\mathbf{x}} + \bar{\delta\mathbf{x}}$ 
         $\mu = 0,1\mu$ 
    fin si
fin tant que

```

Le critère d'arrêt de cet algorithme porte sur la valeur de χ^2 . Cependant, on peut avoir d'autres critères d'arrêt portant par exemple sur la norme infinie de la fonctionnelle $\mathbf{F}$ à annuler, sur la valeur de $\bar{\mathbf{x}}$ qui peut ne plus évoluer au fil des itérations ou même, dans un problème stationnaire, sur la valeur du flux qui doit être constante et égale en tout point de l'échantillon. Les valeurs de ces critères d'arrêt sont à fixer en fonction du type de problème traité, de la difficulté de convergence de l'algorithme et de la précision ε souhaitée sur le vecteur solution, en particulier sur le champ de température dans l'échantillon. En effet, il peut ne pas être nécessaire d'aller chercher une précision de 10^{-9} (par exemple) sur χ^2 si la précision sur le champ de température est déjà inférieure au pourcent. Il est très difficile de donner des indications générales en la matière : chaque problème avec ses conditions propres est un cas particulier.

Cet algorithme ne pose pas de difficulté majeure de programmation mais la résolution du système linéaire requiert une attention particulière pour nos problèmes. C'est ce que nous allons voir à présent.

4.6.2. Résolution du système linéaire

Nous nous intéressons ici plus particulièrement à la résolution du système linéaire suivant qui apparaît dans l'algorithme de Levenberg-Marquardt présenté dans la section précédente.

$$\overline{\overline{\mathbf{A}}} \cdot \overline{\delta\mathbf{x}} = \overline{\mathbf{b}}$$

Comme nous l'évoquions précédemment, il est impensable de chercher à stocker la matrice $\overline{\overline{\mathbf{A}}}$ du fait de la taille mémoire gigantesque que cela nécessiterait. Aussi, cela oriente grandement le choix de l'algorithme de résolution du système linéaire qui apparaît dans l'algorithme de Levenberg-Marquardt. Notre choix s'est porté sur un algorithme se basant sur une méthode de gradient conjugué : l'algorithme de Fletcher-Reeves [Fletcher 1963, Fletcher 1964] (avec l'optimisation de Polak-Ribiere).

Cet algorithme est très efficace en convergeant de manière chaotique⁵. Il possède

5. Une convergence chaotique signifie que la quantité qu'on cherche à rendre la plus petite possible — à annuler dans l'idéal — ne suit pas une décroissance régulière mais en *dents de scie* : quand on trace son évolution en fonction du nombre d'itération, on constate une décroissance globale mais ponctuellement, elle semble aléatoire...

l'avantage pour nous de ne pas avoir besoin de stocker la matrice du système linéaire. Voici la formulation de cet algorithme :

```

n = 0
choisir  $\epsilon$  et  $n_{\max}$ 
choisir une initialisation de la solution  $\overline{\delta \mathbf{x}} = \overline{\delta \mathbf{x}}^{(0)}$ 
calculer  $\overline{\mathbf{g}}^{(0)} = \overline{\mathbf{h}}^{(0)} - \overline{\mathbf{A}} \cdot \overline{\delta \mathbf{x}}^{(0)} - \overline{\mathbf{b}}$ 
tant que  $\|\overline{\delta \mathbf{x}}^{(n)} - \overline{\delta \mathbf{x}}^{(n-1)}\| > \epsilon$  et  $n < n_{\max}$  faire
    calculer  $\alpha = \frac{t_{\overline{\mathbf{g}}^{(n)} \cdot \overline{\mathbf{g}}^{(n)}}}{t_{\overline{\mathbf{h}}^{(n)} \cdot \overline{\mathbf{A}} \cdot \overline{\mathbf{h}}^{(n)}}}$ 
    calculer  $\overline{\delta \mathbf{x}}^{(n+1)} = \overline{\delta \mathbf{x}}^{(n)} - \alpha \overline{\mathbf{h}}^{(n)}$ 
    calculer  $\overline{\mathbf{g}}^{(n+1)} = \overline{\mathbf{g}}^{(n)} - \alpha \overline{\mathbf{A}} \cdot \overline{\mathbf{h}}^{(n)}$ 
    calculer  $\beta = \frac{t_{\overline{\mathbf{g}}^{(n+1)} \cdot \overline{\mathbf{g}}^{(n+1)}}}{t_{\overline{\mathbf{g}}^{(n)} \cdot \overline{\mathbf{g}}^{(n)}}}$  (Fletcher-Reeves)
    ou  $\beta = \frac{t_{\overline{\mathbf{g}}^{(n+1)} \cdot (\overline{\mathbf{g}}^{(n+1)} - \overline{\mathbf{g}}^{(n)})}}{t_{\overline{\mathbf{g}}^{(n)} \cdot \overline{\mathbf{g}}^{(n)}}}$  (Polak-Ribiere)
    calculer  $\overline{\mathbf{h}}^{(n+1)} = \overline{\mathbf{g}}^{(n+1)} - \beta \overline{\mathbf{h}}^{(n)}$ 
    n = n + 1
fin tant que

```

Là encore, cet algorithme ne présente pas de difficulté majeure. Pour parler précision, elle doit être suffisamment fine pour permettre à l'algorithme de Levenberg-Marquardt d'itérer convenablement, sans être non plus trop sévère pour ne pas chercher à gagner inutilement en précision alors que l'algorithme de Levenberg-Marquardt itérera de nouveau. Il s'agit là encore de trouver le bon compromis par rapport aux problèmes à résoudre.

4.6.3. En parallèle

À ce stade de développement, le code est en état de fonctionner et de donner des résultats sur des structures voxélisées. Le langage de programmation est le C/C++. Cependant, plus le nombre de voxels est grand, plus le temps de calcul sera important. L'augmentation du temps de calcul en fonction du nombre de voxels n'est pas linéaire mais au moins en N^2 . Un calcul préliminaire nous a montré que le résultat d'un calcul sur une structure résolue en 1000^3 ne serait obtenu qu'au bout de plusieurs années en n'utilisant qu'un seul processeur (en plaque chaude gardée!).

Devant cette constatation, il est nécessaire d'envisager d'implémenter notre code non pas sur un unique processeur mais sur de multiples afin que les calculs puissent s'effectuer en parallèle. Il y a donc tout un travail de parallélisation du code à mener. La démarche est de découper l'échantillon en plusieurs zones, autant que de processeurs à mettre en action. Chacune de ces zones contient un certain nombre de voxels auxquels sont associés les équations à résoudre sur le processeur correspondant à cette zone. Quand cela est nécessaire, les processeurs menant des travaux voisins échangent les données dont ils ont besoin pour effectuer leurs propres calculs. Pour mener à bien la parallélisation, le formalisme que nous avons utilisé est le Open MPI, qui possède une librairie de fonctions très complète et relativement simple d'usage.

Ce chapitre vient de présenter la démarche de modélisation des transferts thermiques couplant conduction et rayonnement dans une structure voxélisée. Nous venons de voir comment écrire les équations de ce type de problèmes afin qu'elles puissent être implémentées dans un code de calcul dont cette dernière partie vient de présenter les algorithmes. Le chapitre suivant va tenter de montrer l'efficacité du code à reproduire le comportement thermique de matériaux. Nous cernerons ses premières limitations que cette étude n'a pas pu affronter et envisagerons les améliorations à mettre en place pour y faire face.

Chapitre 5.

Validation du code de modélisation du transfert conducto-radiatif dans une structure 3D voxélisée

Dans ce dernier chapitre, nous allons aborder les différentes étapes de validation de la modélisation 3D que nous avons menées dans le but de montrer qu'elle permet de reproduire le comportement thermique de matériaux de différents types soumis à différentes sollicitations. Il aurait été simple de valider le code avec une comparaison de résultats numériques d'une part et expérimentaux d'autre part, par exemple dans le cadre de la méthode flash pour laquelle nous disposons de moyens expérimentaux. Cependant, l'implémentation de l'instationnarité nécessite encore des efforts conséquents. Voilà pourquoi il nous a paru pertinent de valider dans un premier temps le code de calcul en régime stationnaire en nous intéressant tout particulièrement à l'expérience de la plaque chaude gardée que nous avons présentée précédemment. En effet, cette démarche a déjà rencontré plusieurs difficultés — certaines inhérentes à l'implémentation numérique, d'autres plus physiques — que nous allons présenter en faisant apparaître les perspectives qu'elles ouvrent. La difficulté principale à laquelle nous avons été confrontée était alors l'absence de données expérimentales, en particulier des profils de température dans l'axe perpendiculaire au gradient de température de matériaux soumis à l'expérience de la plaque chaude gardée. Nos investigations se sont donc principalement consacrées à des comparaisons entre différents codes de calcul dans le but de valider les hypothèses de cette modélisation. Ces cas d'études vont nous permettre d'appréhender quelques limites du code en son état actuel.

La première partie de ce chapitre est une validation inter-codes appliquée à la même microstructure dans une expérience de plaque chaude gardée en conduction pure. Le code avec lequel nous faisons cette comparaison a été précédemment développé au CEA Le Ripault (cf. [Vivet 2011, Vivet 2011]). Il utilise le même formalisme de voxels pour modéliser le transfert de chaleur en conduction pure¹, le seul phénomène pris en compte, à partir d'une microstructure numérique. La validation concerne dans un premier temps un milieu homogène puis, dans un second temps, un milieu hétérogène. Nous avons alors tenté de mener une validation avec le code 1D présenté et validé aux chapitres 2 et 3 notamment pour un milieu homogène pour montrer que l'approche

1. Cette modélisation considère seulement le bilan de flux conductifs pour chaque voxel.

de discrétisation en voxels est correcte. Nous verrons que la géométrie du problème a une grande influence sur les profils de température et que cette comparaison entre modèles 1D et 3D n'est pas si simple. Nous avons également étudié l'apparition de la diffusion avec l'hétérogénéité du matériau considéré en prenant le cas d'un WDS qui possède une porosité micrométrique suite à un défaut de fabrication.

5.1. Implémentation de la résolution du système linéaire

Nous l'avons évoqué à la section 4.6, l'algorithme de Levenberg-Marquardt que nous avons choisi d'implémenter nécessite la résolution d'un système linéaire avec la complexité supplémentaire dans notre étude de développer une programmation parallélisée pour travailler sur plusieurs processeurs. Par ailleurs, plus le nombre de voxels de la structure est grand, plus la taille mémoire nécessaire est importante. Au-delà d'un certain seuil critique, on ne peut plus envisager de résoudre ce système linéaire par des méthodes directes ou des méthodes itératives qui stockent les éléments de la matrice en mémoire. Voilà pourquoi nous nous sommes tournés vers des algorithmes itératifs qui ne nécessitent pas ce stockage tel que celui de Fletcher-Reeves.

Dans un premier temps, nous avons implémenté l'algorithme SuperLU qui résout des systèmes linéaires par méthode directe en utilisant une décomposition LU [Ciarlet 1990]. SuperLU est une librairie écrite en C adaptée à des grands systèmes, creux et non nécessairement symétriques pour des machines hautes performances. Ce code a été parallélisé à l'aide de la librairie scientifique PaStiX (Parallel Sparse matrix) qui fournit des algorithmes parallèles de hautes performances pour des grands systèmes creux basés sur des méthodes directes. Cette programmation numérique fonctionne très bien pour des petites structures.

À partir de structures de taille 100^3 , la taille mémoire nécessaire à cette programmation est trop importante et il faut envisager des algorithmes se basant sur des méthodes itératives et ne stockant pas toute la matrice en mémoire. Nous avons implémenté en programmation parallèle les algorithmes de Fletcher-Reeves (nécessitant des systèmes symétriques) et Bi-CGSTAB [Van der Vorst 1992] (adapté aux systèmes non symétriques). Cependant, nous constatons que l'algorithme de Levenberg-Marquardt dans lequel ils sont utilisés converge mal, voire pas du tout, si une certaine précision de la solution du système linéaire n'est pas atteinte. Malheureusement, cette précision, de l'ordre de 10^{-8} en valeur relative, est presque rarement atteinte, ce qui a pour conséquence d'empêcher la convergence du code en général. L'explication semble se trouver dans le très mauvais conditionnement du système linéaire à résoudre. En effet, une analyse des valeurs propres de (relativement) petits systèmes montrent que l'écart entre sa plus petite et sa plus grande valeurs propres est de six à douze ordres de grandeurs. Pour améliorer ce conditionnement, nous avons considéré des grandeurs adimensionnées pour les luminances et les températures (par rapport à la température dite chaude) et nous avons *adimensionné* les sept équations par voxel pour

qu'un maximum de termes de la matrice soient du même ordre de grandeur. Le conditionnement est meilleur mais pas de manière suffisante. Nous avons donc cherché un pré-conditionneur. En particulier, l'inverse de la matrice diagonale du système² améliore le conditionnement mais pour le diminuer d'encore quelques ordres de grandeur, il pourra s'avérer nécessaire d'utiliser d'autres pré-conditionneur plus sophistiqués.

Ces considérations expliquent pourquoi les études qui vont suivre dans ce chapitre portent sur des volumes de taille assez petite, bien qu'elle soit significative, puisqu'elles ont été menées avec l'algorithme SuperLU qui utilise la librairie de parallélisation PaStiX.

5.2. Validation dans le cadre d'une expérience de plaque chaude gardée en conduction pure

5.2.1. Cas d'un milieu homogène

Présentation des simulations La première validation de notre code de calcul s'appliquant sur une microstructure numérique 3D a été faite pour une expérience de plaque chaude gardée — présentée en 4.1 — dans laquelle seule le transfert de chaleur par conduction est considéré. Un autre code 3D développé au CEA Le Ripault et utilisant le même formalisme de voxels ne considère que la conduction pour modéliser le transfert de chaleur à partir d'une microstructure numérique. Dans un premier temps, nous avons comparé les champs de température pour un milieu homogène donnés d'une part par le code de conduction pure et d'autre part par notre code de calcul qui couple le transfert de chaleur par conduction et par rayonnement mais dans lequel nous avons annulé les effets radiatifs — notamment en prenant des coefficients d'absorption très grands (typiquement supérieur à 10^5).

La microstructure d'un milieu homogène ne possède par définition qu'un seul constituant. Le tableau 5.1 en donne les caractéristiques, ainsi que celles de l'expérience considérée.

Remarque. Le faible écart entre la température dite chaude et celle dite froide permet de considérer des propriétés constantes dans tout l'échantillon.

Résultats et comparaison des simulations La figure 5.1 présente les champs de température résultant des deux codes. Le tableau 5.2 fournit quelques données relatives à la simulation.

Le code de calcul en conduction pure est bien sûr le plus rapide — à nombre de processeurs égal — mais intéressons-nous plus particulièrement aux résultats entre ces deux codes. Nous pouvons constater que la plus grande différence entre les deux champs de température est de 1.10^{-4} en valeur relative, ce qui est très faible. De plus, la conductivité thermique estimée par ces deux codes est la même. Ceci montre

2. Il s'agit de la matrice qui reprend les valeurs de la diagonale principale de la matrice sur sa propre diagonale principale et qui est nulle partout ailleurs.

Constituant	Milieu homogène
Température froide (K)	300
Température chaude (K)	320
Nombre de voxels	$40 \times 40 \times 40$
Taille d'un voxel (μm)	20
Conductivité thermique ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$)	1,0
Indice optique	1,0
Coefficient d'absorption (m^{-1})	10^5

TABLE 5.1.: Caractéristiques du milieu homogène et de l'expérience pour la validation en conduction pure

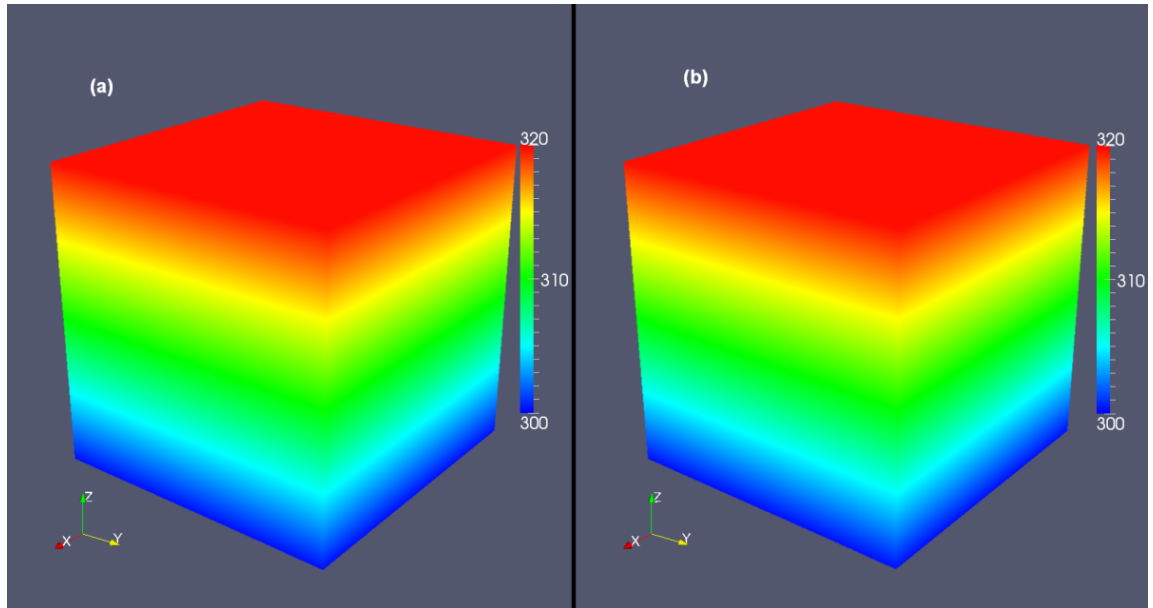


FIGURE 5.1.: Champs de température d'un milieu homogène résultant du code de conduction pure (a) et du code conducto-radiatif (b)

	Code conductif	Code conducto-radiatif
Nombre de processeurs	1	18
Temps de calcul	23 ms	14,5 s
Plus grande différence de température (K)	3.10^{-4}	
Conductivité thermique équivalente estimée ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$)	1,0	1,0

TABLE 5.2.: Résultats de l'expérience pour un milieu homogène dans la validation en conduction pure

que le code que nous avons développé et présenté ici, s'appuyant sur une modélisation qui couple la conduction et le rayonnement, permet de reproduire *a minima* le comportement d'un milieu homogène pour lequel seule la conduction est présente.

5.2.2. Cas d'un matériau hétérogène

Présentation des simulations Reprenons le cas précédent cette fois-ci appliqué à un matériau hétérogène. La figure 5.2 montre la microstructure que nous avons choisie pour cette première validation. Cette microstructure du matériau hétérogène possède deux constituants : l'air (les porosités sombres) et la matrice solide (en clair). Le tableau 5.3 donne les caractéristiques de ces constituants et rappelle celles de l'expérience considérée.

Constituants	Air	Matrice solide
Température froide (K)	300	
Température chaude (K)	320	
Nombre de voxels	$40 \times 40 \times 40$	
Taille d'un voxel (μm)	20	
Conductivité thermique ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$)	0,025	1,0
Indice optique	1,0	1,0
Coefficient d'absorption (m^{-1})	10^5	10^5

TABLE 5.3.: Caractéristiques des constituants de la microstructure et de l'expérience pour la validation en conduction pure

Remarque. Le faible écart entre la température dite chaude et celle dite froide permet de considérer des propriétés constantes dans tout l'échantillon.

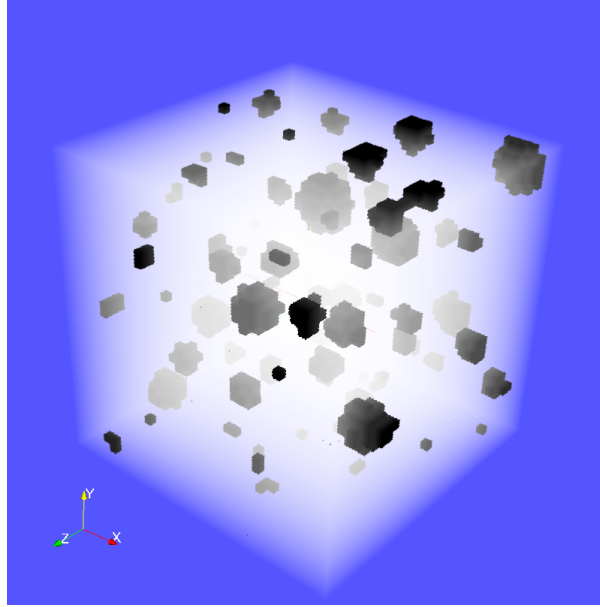


FIGURE 5.2.: Microstructure hétérogène choisie pour la validation du code 3D en conduction pure

Résultats et comparaison des simulations La figure 5.3 présente les champs de température résultant des deux codes. Le tableau 5.4 fournit quelques données relatives à la simulation.

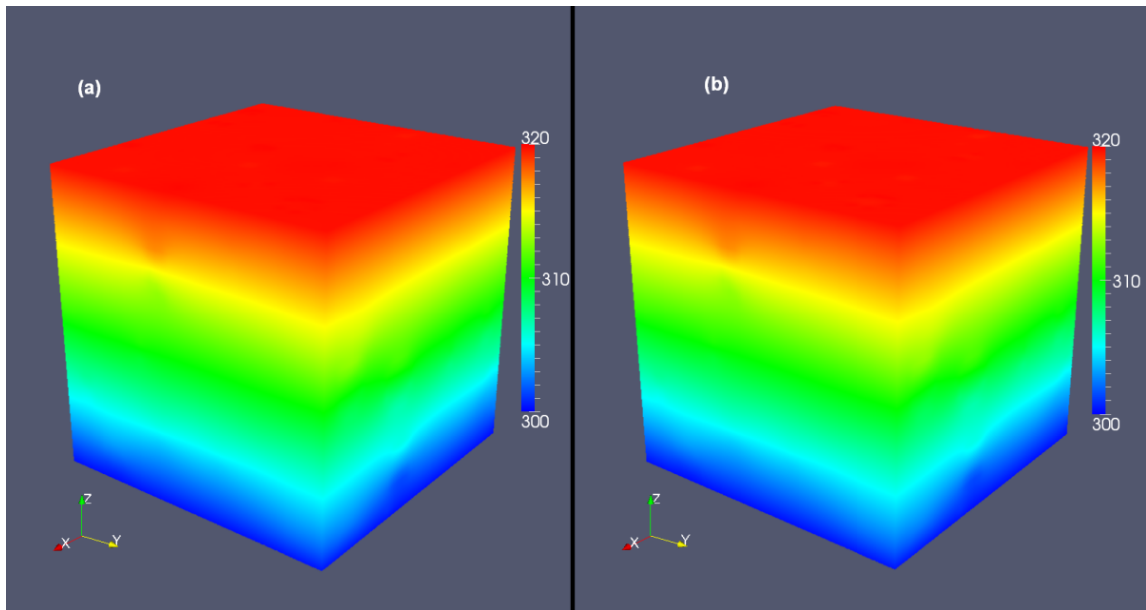


FIGURE 5.3.: Champs de température d'un milieu hétérogène résultant du code de conduction pure (a) et du code conducto-radiatif (b)

	Code conductif	Code conducto-radiatif
Nombre de processeurs	18	18
Temps de calcul	162 ms	211 s
Plus grande différence de température (K)	0,138	
Conductivité thermique équivalente estimée ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$)	$8,969.10^{-1}$	$8,969.10^{-1}$

TABLE 5.4.: Résultats de l'expérience pour un milieu hétérogène dans la validation en conduction pure

Les résultats entre ces deux codes montre que la plus grande différence entre les deux champs de température est de $4,6.10^{-2}$ en valeur relative. Une fois encore, la conductivité thermique estimée par ces deux codes est la même. Elle est plus faible dans ce cas par rapport au matériau homogène car les porosités s'opposent au transfert de chaleur du fait de leur faible conductivité rendant ainsi le matériau plus isolant. Ainsi, le code modélisant le couplage conducto-radiatif permet de reproduire *a minima* le comportement d'un milieu hétérogène pour lequel seule la conduction est présente. Le code qui ne prend en compte que ce phénomène est bien sûr plus efficace pour résoudre des problèmes de conduction pure comme en témoigne son temps de calcul bien plus court de nouveau — à nombre de processeurs égal et c'est encore plus significatif dans le cas d'un matériau hétérogène — comparé à celui du code qui prend en compte le couplage des modes de transfert de chaleur.

5.3. Validation du couplage conducto-radiatif

5.3.1. Cas d'un milieu homogène

Présentation des simulations Pour valider les aspects de couplage conducto-radiatif du code, n'ayant pas à notre disposition de profils de température dans de quelconques matériaux sous l'expérience de plaque chaude gardée, nous avons étudié un cas de milieu semi-transparent homogène dans lequel le transfert de chaleur se fait à la fois par conduction et par rayonnement. Nous avons comparé le profil de température de la simulation de cette expérience donné par notre code 3D avec celui donné par le code de calcul 1D, étudié aux chapitres 2 et 3 et adapté afin qu'il calcule le transfert de chaleur unidirectionnel couplé conducto-radiatif dans un milieu semi-transparent homogène inséré entre deux parois d'émissivité donnée, l'une maintenue à une température chaude, l'autre à une température froide. Les propriétés de ce milieu homogène sont données dans le tableau 5.5.

Pour le code 3D, le matériau homogène est subdivisé en voxels tous de même nature dont les propriétés sont données par le tableau 5.5, de même que le sont les caracté-

ristiques de l'expérience. Pour nous rapprocher de la modélisation unidirectionnelle qui considère des échantillons semi-infinis dans le plan parallèle aux parois chaude et froide, nous avons subdivisé l'échantillon en voxels plus nombreux dans le plan parallèle à ces parois que dans son épaisseur. Pour obtenir un profil de température comparable avec celui donné par le code 1D, après avoir obtenu le champ de température dans tout l'échantillon, nous avons calculé la moyenne de la température dans chaque tranche parallèle aux parois froide et chaude.

	Code 1D	Code 3D
Constituants	Milieu homogène	
Température froide (K)	1000	
Température chaude (K)	2000	
Nombre de couches/voxels	1	$200 \times 200 \times 10$
Taille d'un(e) couche/voxel (μm)	2000	200
Conductivité thermique ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$)	$2,5 \cdot 10^{-3}$	$2,5 \cdot 10^{-3}$
Indice optique	1,0	1,0
Coefficient d'absorption (m^{-1})	100	100
Coefficient de diffusion (m^{-1})		

TABLE 5.5.: Caractéristiques du milieu homogène et de l'expérience pour la validation en conducto-radiatif

Remarque. Dans ce cas, l'écart de température entre la paroi dite chaude et celle dite froide est relativement grand. Si l'on considérait un matériau réel, cela ne nous permettrait pas de considérer des propriétés constantes dans tout l'échantillon. Faisant ici une étude entre deux codes de calcul, nous pouvons nous autoriser de ne pas faire varier les propriétés en fonction de la température pour chacun d'eux.

Résultats et comparaison des simulations La figure 5.4 montre les deux profils obtenus et le tableau 5.6 fournit quelques données relatives à la simulation.

	Code 3D
Nombre de processeurs	20
Temps de calcul	10 min
Conductivité thermique équivalente estimée ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$)	$2,1 \cdot 10^{-3}$

TABLE 5.6.: Résultats de l'expérience pour un milieu homogène dans la validation en conducto-radiatif

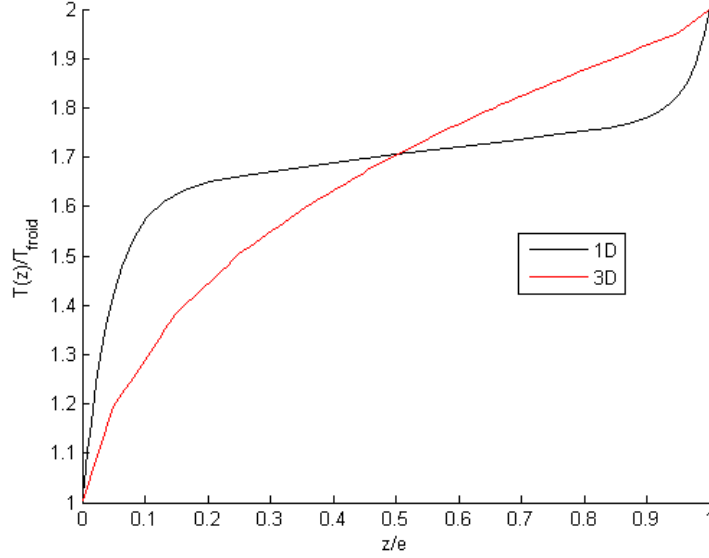


FIGURE 5.4.: Profils de température dans l'épaisseur d'un matériau homogène dans une expérience de plaque chaude gardée

Les résultats des deux simulations, et en particulier les profils de température, ne sont pas identiques. L'explication tient dans le fait que les géométries considérées ne sont pas équivalentes. Des effets de bords semblent apparaître dans le modèle 3D. Ils semblent persister même si on aplatit la structure en rajoutant encore davantage de voxels dans le plan. Notre problème n'est donc pas rigoureusement 1D. Nous devons donc considérer que les parois latérales de notre structure sont situées à l'infini. Ainsi, pour nous rapprocher de la configuration de ce problème, nous avons considéré une structure composée de voxels du même matériau disposés en une seule colonne. Cela implique que les facteurs de forme avec absorption doivent être recalculés avec des expressions différentes puisqu'elles font à présent intervenir des rapports de forme³. Nous avons montré que les facteurs de forme avec absorption entre faces voisines sont nuls quand les parois latérales sont à l'infini, de même que ceux entre les faces opposées à l'infini. Le facteur de forme avec absorption entre les faces opposées dans la direction du transfert de chaleur (perpendiculaire aux plaques) est lui non nul : sa valeur tend vers 1 lorsque les faces latérales sont repoussées à l'infini et lorsque l'épaisseur optique $\kappa\delta$ tend vers 0.

Nous reconduisons donc sous *Matlab*⁴ cette fois-ci la simulation avec ces considérations. La figure 5.5 présente trois profils de température avec les mêmes caractéristiques que précédemment mais pour trois valeurs du coefficient d'absorption (100, 1000 et 10000 m⁻¹).

3. Il s'agit de reprendre les calculs de l'annexe C en considérant cette fois non pas un seul paramètre de dimension δ mais deux ; on fait tendre le second vers l'infini une fois les calculs effectués.

4. Les calculs sont beaucoup plus simples à implémenter et rapides à s'exécuter avec ce logiciel.

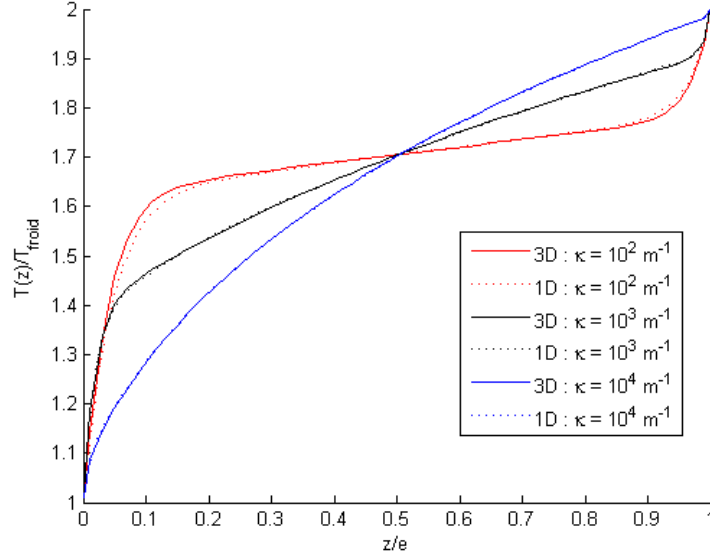


FIGURE 5.5.: Comparaison de profils de température dans l'épaisseur d'un matériau homogène dans une expérience de plaque chaude gardée obtenus par calculs 1D et 3D (structure 3D monocolonne)

Nous constatons une très bonne superposition des profils issus des deux différents modèles, ce qui constitue une autre validation de notre modèle et montre que notre code 3D voxélisant le milieu permet de reproduire le comportement d'un milieu homogène semi-transparent, même pour des hautes températures. La faible différence obtenue aux faibles coefficients d'absorption est due au fait que contrairement au code 1D, notre code 3D ne permet de connaître la température qu'au centre des voxels ; il faudrait donc un maillage plus raffiné près des parois. Nous remarquons que ces deux profils sont très différents du profil linéaire qu'on obtient lorsque le seul phénomène présent est la conduction. En effet, nous observons des très forts gradients près des parois et des profils qui tendent à être horizontaux au cœur de l'échantillon : cela est la conséquence du rayonnement qui a tendance à homogénéiser la température dans les milieux semi-transparentes ⁵.

La figure 5.6 montre les profils obtenus avec le code 3D en fonction de la conductivité thermique du milieu (le coefficient d'absorption étant fixé à 100 m^{-1}). On constate que plus la conductivité thermique est faible, plus les effets radiatifs sont marqués traduisant ainsi l'augmentation de l'importance du rayonnement par rapport à la conduction. Quand la conductivité thermique est suffisamment grande, la conduction est prépondérante en régime établi et le rayonnement n'est pas perceptible sur ce genre de profils de température qui s'apparentent à des profils de conduction pure. Pour voir des effets du rayonnement sur ce type de milieu, il faudrait pouvoir étudier une expérience en régime transitoire telle que la méthode flash dans laquelle ils sont

5. Plus l'absorption du milieu est faible, plus le profil a tendance à devenir horizontal.

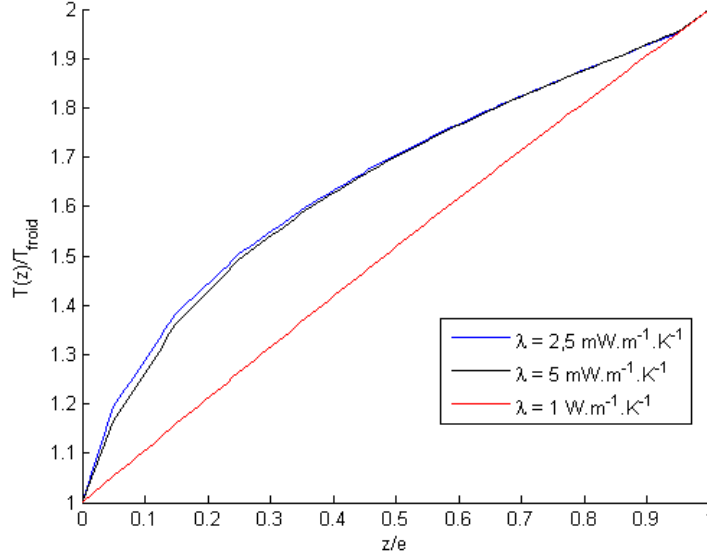


FIGURE 5.6.: Profils de température dans l'épaisseur d'un matériau homogène dans une expérience de plaque chaude gardée en fonction de la conductivité thermique (code 3D)

visibles aux premiers instants du thermogramme comme nous l'avons vu au chapitre 3.

5.3.2. Apparition de la diffusion du rayonnement

Présentation des simulations Puisque, à cause des phénomènes d'effet de bords que nous venons d'évoquer dans la section précédente, nous ne pouvons pas mener une comparaison directe avec le modèle 1D, pour montrer l'apparition de la diffusion du rayonnement avec l'hétérogénéité du matériau et ainsi valider notre considération de voxels homogènes, nous avons comparé les profils de température obtenus entre un matériau homogène et le même matériau présentant des hétérogénéités, à partir de sa microstructure numérique 3D : d'une part en ne considérant que la conduction, puis d'autre part en prenant en compte le couplage conducto-radiatif. Nous avons ainsi étudié le cas d'un matériau proche du WDS étudié au chapitre 3 :

- d'une part en considérant un milieu homogène avec les propriétés homogénéisées d'un WDS sain qui tiennent compte des nanoporosités ; les voxels sont donc bien tous de même nature,
- et d'autre part en considérant le même matériau proche du WDS mais avec des porosités microscopiques d'une taille de quelques microns à quelques dizaines de microns ; certains voxels ont donc les propriétés d'un WDS homogénéisé et d'autres ont les propriétés de l'air, toutes à la température de l'expérience. Ces porosités rendent le matériau hétérogène et sont responsables du phénomène de diffusion dans celui-ci.

En pratique, le WDS est en général sain *i.e.* avec une microstructure sans microporosité qu'on peut homogénéiser mais suite à une mauvaise élaboration du matériau, il peut présenter ce genre de structure poreuse. Cela peut être dû à un problème d'usinage ou de mise en forme qui peut aller jusqu'au délaminage du matériau. Ou encore, on peut retrouver ce type de microstructure suite au fonctionnement du système dans lequel est utilisé le matériau. Par exemple, le WDS est utilisé dans les cœurs de pile à combustible de type SOFC. Au fil du temps, son fonctionnement peut altérer le WDS de telle sorte qu'il peut présenter ces porosités micrométriques.

Cette démarche de considérer des propriétés du milieu homogénéisés pour tenir compte des nanoporosités a déjà été menée par Rochais *et al.* [Rochais 2006]. L'image tomographique de ce matériau peut ressembler à celle de la figure 5.2. Les voxels ne sont ici que de deux natures possibles puisqu'il n'y a que deux constituants : soit de l'air, soit du WDS homogénéisé (uniquement du WDS dans le cas homogène). Rappelons que si un voxel est à la frontière de deux constituants à la discrétisation, il ne sera composé que du constituant majoritaire. Ceci constitue pour l'instant une limite du code en l'état actuel :

- puisque la forme des porosités de taille supérieure à celle du voxel dépend de la finesse de discrétisation — plus le voxel sera petit, meilleure sera la prise en compte de la morphologie mais nous sommes limités par la taille minimale du voxel comme nous l'avons vu en 4.1.2 —,
- et puisque les porosités d'une taille très inférieure à celle du voxel peuvent ne pas être prise en compte.

Cela n'a que peu d'influence sur nos résultats en terme de champs de températures. Les propriétés utilisées pour les deux constituants sont données par le tableau 5.7, de même que le sont les caractéristiques de l'expérience.

Constituants	Air	WDS
Température froide (K)	700	
Température chaude (K)	1200	
Nombre de voxels	$40 \times 40 \times 40$	
Taille d'un voxel (μm)	20	
Conductivité thermique ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$)	0,05	0,5
Indice optique	1,0	1,1
Coefficient d'absorption (m^{-1})	100	300
Coefficient de diffusion (m^{-1})		

TABLE 5.7.: Caractéristiques des constituants du WDS à structure poreuse et de l'expérience en conducto-radiatif

Remarque. L'écart entre la température dite chaude et celle dite froide est tout juste suffisamment faible pour se permettre de considérer des propriétés constantes

dans tout l'échantillon. Si l'écart de température était trop important, nous devrions considérer des propriétés en fonction de la température des voxels. Il s'agit d'une perspective intéressante à donner pour ce code de calcul mais qui nécessitera des temps de calcul plus importants.

Résultats et comparaison des simulations La figure 5.7 montre les profils obtenus au bord de l'échantillon (en 0×0), à un endroit de l'échantillon où l'on rencontre des porosités et la figure 5.8 montre les profils obtenus au cœur de l'échantillon (en 20×20), à un endroit où il y a peu de porosités. Le tableau 5.8 fournit quelques données relatives à la simulation. En particulier, le coefficient d'absorption de l'air en fonction de la température est donné par [Meyerott 1960].

	WDS sain	WDS microporeux
Nombre de processeurs	22	20
Temps de calcul	53 s	58 s
Conductivité thermique équivalente estimée ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$)	$5,00.10^{-2}$	$4,55.10^{-2}$

TABLE 5.8.: Résultats de l'expérience pour un WDS homogène sain et un WDS avec microporosités en conducto-radiatif

Nous pouvons constater que les profils de température du matériau hétérogène en conducto-radiatif diffèrent à la fois de ceux du matériau homogène en conducto-radiatif et de ceux du matériau hétérogène en conduction pure. En effet, dans le cas du profil sur le bord du matériau, profil dans lequel se trouvent des porosités, nous pouvons constater que d'une part le profil en conduction-rayonnement homogène est bien plus régulier que son homologue hétérogène, traduisant bien l'effet des porosités (et donc des voxels les représentant) sur le champ de température. Ces différences ne sont pas négligeables car elles peuvent se chiffrer à hauteur de quelques dizaines de degrés dans le cas que nous avons étudié ici. D'autre part, le profil en conduction-rayonnement hétérogène diffère de son homologue en conduction pure (une dizaine de degrés ici) et en outre, le profil de température n'est pas déformé avec le même contraste entre matériaux homogène et hétérogène dans une expérience de conduction pure d'une part (quelques degrés seulement avec le profil linéaire de conduction pure homogène) et dans une expérience de conduction et de rayonnement d'autre part. Ainsi, les hétérogénéités et donc la microstructure du matériau distordent le profil de température de par leur présence qui influe sur le transfert de chaleur couplé.

Dans le cas du profil au centre du matériau où les porosités rencontrées sont moins nombreuses, les différences avec le modèle de conduction pure sont toujours significatives alors que celles entre le matériau homogène et celui hétérogène sont plus faibles que dans le cas du bord où les porosités sont plus nombreuses et importantes. Cela montre que l'effet du couplage, réduit quand les porosités sont moindres, est bien

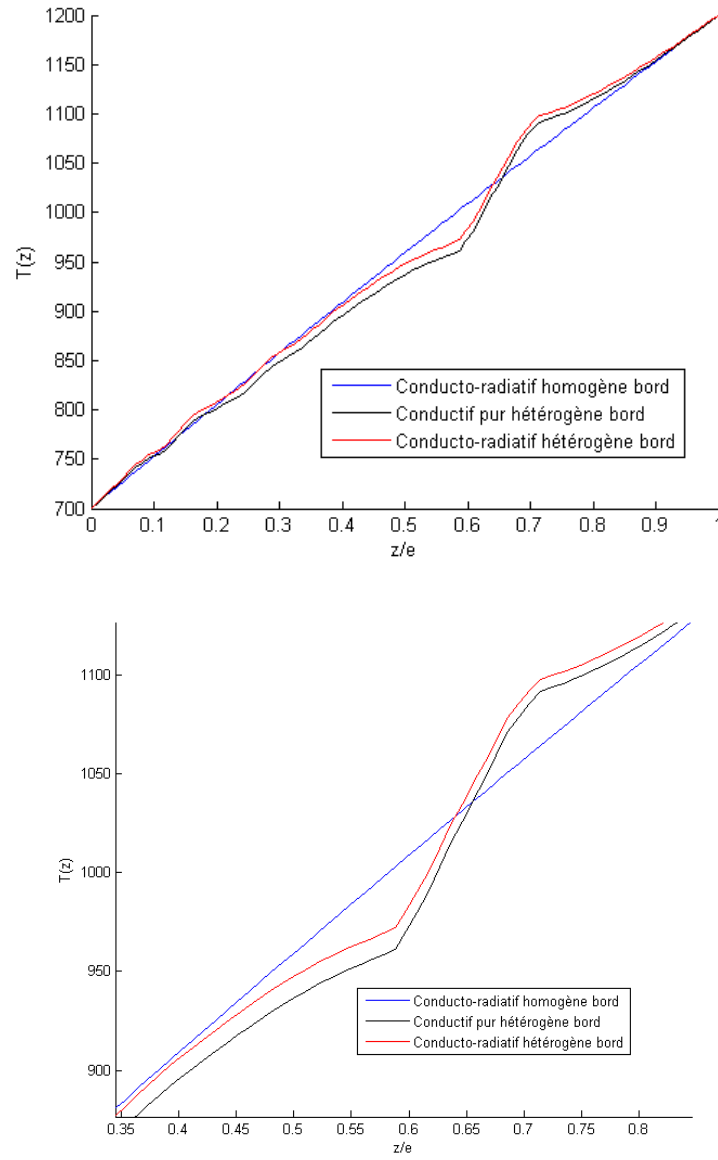


FIGURE 5.7.: Profils de température (avec agrandissement) dans l'épaisseur (en 0×0) d'un WDS homogène sain et d'un WDS avec microporosités soumis à une expérience de plaque chaude gardée

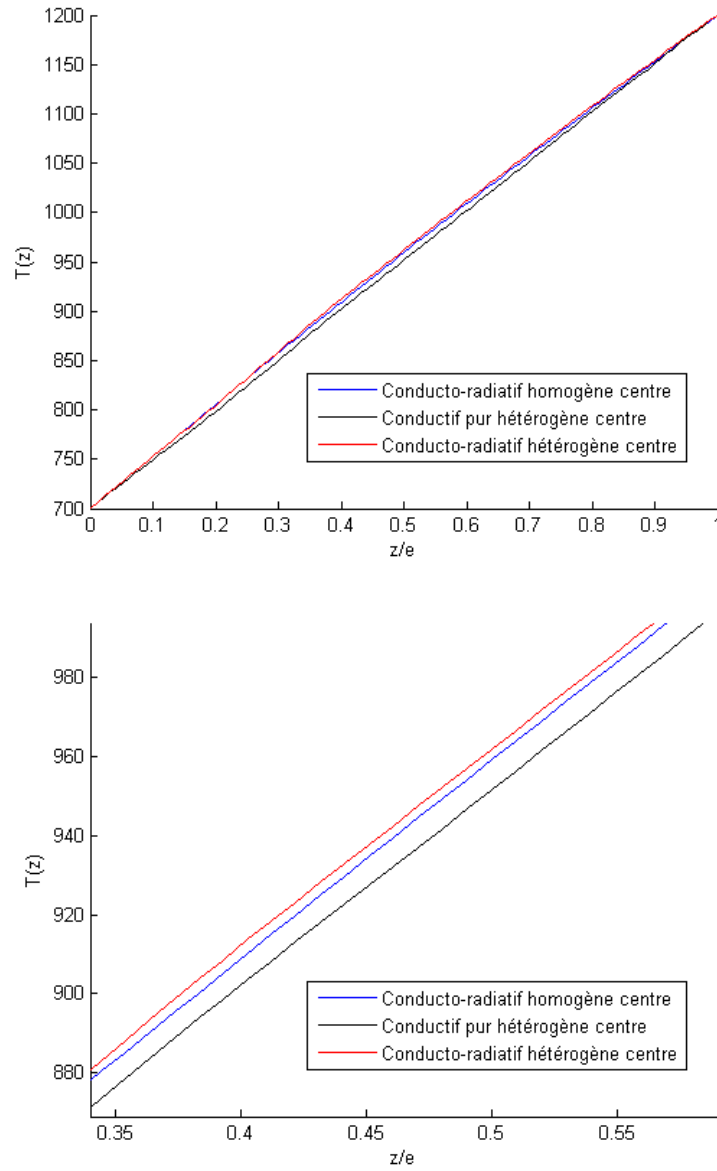


FIGURE 5.8.: Profils de température (avec agrandissement) dans l'épaisseur (en 20×20) d'un WDS homogène sain et d'un WDS avec microporosités soumis à une expérience de plaque chaude gardée

pris en compte pour des matériaux hétérogènes par notre modèle. Ainsi, nous montrons que notre modélisation permet effectivement de rendre compte du comportement thermique d'un matériau hétérogène et de reproduire des expériences stationnaires à hautes températures à partir de microstructure numérisée en 3D.

Conclusion

Après avoir situé cette étude dans son contexte et présenté quelques travaux précurseurs, nous avons décrit et validé deux modélisations permettant de répondre aux deux objectifs fixés :

- déterminer la diffusivité thermique phonique (celle de la loi de Fourier) effective de matériaux poreux *i.e.* la diffusivité thermique qu’aurait le milieu homogène équivalent pour permettre de faire un tri parmi les matériaux en fonction du besoin,
- parmi les matériaux retenus, reproduire le comportement thermique d’un matériau poreux à partir de sa microstructure numérique composée d’un ensemble de voxels dans ses conditions d’emploi.

Ces connaissances doivent permettre de comprendre l’impact d’un procédé d’élaboration sur les propriétés du matériau, d’aider au choix des constituants de base du matériau hétérogène et de simuler son comportement thermique dans ses conditions d’utilisation : il s’agit d’orienter la conception et l’élaboration afin d’optimiser les performances thermiques des matériaux.

Pour chacun de ces deux objectifs, nous avons développé un code de calcul numérique modélisant le transfert de chaleur couplé conducto-radiatif :

- Le premier est un modèle d’estimation de paramètres pour lequel nous avons montré par une étude de corrélation que la diffusivité thermique de ces milieux semi-transparents était le seul paramètre qui pouvait être identifié par méthode inverse. Cette modélisation 1D se base sur une résolution semi-analytique couplée de l’équation de la chaleur et de l’équation du transfert radiatif.
- Le second est un modèle direct donnant le champ de température au sein d’une structure numérique composée de voxels. Cette modélisation 3D se base sur la résolution couplée dans chaque voxel de l’équation du transfert radiatif et l’équation de la chaleur (par l’intermédiaire d’un bilan de flux), qui se formalise par un système non linéaire à résoudre numériquement. Compte tenu du très grand nombre d’inconnues (six luminances et une température par voxel), la résolution numérique se fait au moyen de supercalculateurs en travaillant sur plusieurs centaines ou milliers de processeurs.

Ces modèles permettent de reproduire des réponses à différents types de sollicitations. L’originalité de ces deux approches que nous avons menées est de travailler pour toute température (y compris de très hautes températures), en résolvant les équations par un couplage fort par souci d’arriver à paralléliser nos modèles (plus particulièrement 3D) qui le nécessitent. Pour valider ces codes de calcul, nous nous sommes plus particulièrement intéressés à deux expériences de thermique :

- la méthode flash qui permet d’estimer la diffusivité thermique,

– et la plaque chaude gardée qui permet d’estimer la conductivité thermique.

Le code 1D a été validé en reproduisant trois thermogrammes issus de trois matériaux aux comportements différents en réponse à la méthode flash et en vérifiant que la diffusivité thermique est correctement estimée. Nous avons également validé le cas d’un matériau transparent. Les autres propriétés sont déterminées expérimentalement et servent de données d’entrée au code. Nous avons ainsi montré que cette modélisation permet de reproduire le comportement thermique de matériaux aux thermogrammes atypiques. Le modèle 1D d’estimation de paramètres permet alors d’estimer correctement la diffusivité thermique phonique effective de matériaux semi-transparents (ou considérés comme tels à l’échelle globale) alors qu’un modèle de conduction pure nous fait commettre des erreurs importantes sur cette estimation. Ce code 1D aide à une meilleure compréhension des phénomènes se produisant aux premiers instants d’une expérience de thermique en régime instationnaire. Cela permettra d’orienter la conception de matériaux pour des usages spécifiques capables de résister à d’importantes perturbations. Citons l’exemple des matériaux de piles à combustible qui connaissent des phénomènes intenses aux premiers instants de fonctionnement ou lors de cycles rapides de montées et descentes en température (en particulier dans les chaudières à gaz) qui peuvent leur être préjudiciables ou encore celui des matériaux de rentrée qui subissent de brusques gradients de température.

Plusieurs perspectives permettraient d’améliorer cette modélisation s’il y en avait le besoin pour certains matériaux. Notamment, ne plus simplement considérer une fonction de phase de diffusion isotrope mais anisotrope, par exemple sous la forme d’un polynôme de Legendre du premier ordre (le deuxième n’apporterait que peu selon Lazard *et al.* [Lazard 2000]) combinée avec une fonction Dirac, serait assez simple à prendre en compte dans le résultat final — mais au prix de calculs analytiques fastidieux ! Il serait également pertinent de s’intéresser à la dépendance spectrale des grandeurs et des propriétés qui dépendent de la longueur d’onde : les luminances, l’indice optique complexe, les coefficients d’absorption et de diffusion. Pour ne pas trop compliquer la résolution analytique, un modèle gris par bandes pourrait être envisagé ; les bandes seraient alors astucieusement choisies selon le matériau considéré au regard des spectres de ses propriétés. Par ailleurs, pour prendre en compte plus finement les aspects directionnels du transfert de chaleur par rayonnement, ce modèle ici décrit pourrait être étendu à N flux. Enfin, nous avons constaté que sur tous les thermogrammes de matériaux semi-transparents (à des températures où le rayonnement n’est pas négligeable), les propriétés radiatives ont une influence sur la marche ou le pied de courbe aux premiers instants faisant varier leurs formes avec elles. Ceci a été démontré par l’étude de corrélation dans laquelle nous avons remarqué que, bien que les sensibilités à ces paramètres soient faibles sur l’ensemble du thermogramme, elles l’étaient moins aux premiers instants. Dès lors, nous soulevons l’idée qu’il pourrait être possible d’estimer ces propriétés radiatives à l’aide d’une description mathématique de ces premiers instants du thermogramme. Cependant, cela resterait très complexe à mener : d’une part, déterminer analytiquement une grandeur suffisamment sensible à ces propriétés (les dérivées de la température par rapport au temps ?) et d’autre part, il faudrait être très précautionneux en pratique afin d’éviter tout parasite dû au laser

sur les thermogrammes — qui a souvent une influence aux premiers instants — et donc bien prendre en compte les phénomènes qui se produisent à la longueur d’onde du laser.

Pour valider le code 3D, malgré quelques difficultés inhérentes au problème et à la programmation numérique de celui-ci, nous avons comparé différents profils de température, en conduction pure puis en conduction et rayonnement, donnés par différents codes de calculs dans lesquels les propriétés ont été fournies. Ce modèle direct 3D permet alors de reproduire le comportement thermique d’un échantillon hétérogène à partir de son image numérisée et la connaissance des propriétés de ces constituants. Nous avons pu montrer les effets du rayonnement sur ce genre de matériaux utilisés à des hautes températures dans la pratique, en particulier pour des structures de taille 40^3 . À l’heure où ce manuscrit est écrit, des calculs sur des structures de 100^3 et 200^3 sont encore en cours. Les résultats qui en résultent n’ont pas pu être présentés ici car les durées d’exécution de ces calculs sont très importantes. Ils le seront ultérieurement et à terme, cette modélisation devrait pouvoir fournir des thermogrammes numériques pour lesquels on pourrait appliquer la démarche d’identification 1D pour estimer la diffusivité thermique. Par ailleurs, la caractérisation des propriétés thermiques des matériaux et la compréhension des phénomènes de couplage conducto-radiatif permettra également de modifier ou d’intégrer de nouveaux modules dans des codes commerciaux tels qu’ABAQUS ou CAST3M afin de mieux prendre en compte la thermique des matériaux étudiés. Comme ces logiciels ne maillent pas les systèmes modélisés, ces modules permettront ainsi de faire le lien entre la microstructure et les lois de comportement thermique du système afin que son comportement soit bien restitué.

Ce modèle 3D est lui aussi soumis à quelques limites imposées par sa conception et des contraintes de différentes natures, qu’elles soient mathématiques, matérielles ou physiques. De même que pour le modèle 1D, ces limites ouvrent la voie à des perspectives d’amélioration de ce code. En premier lieu, la prise en compte de la variation des propriétés avec la température sera indispensable pour des expériences où la variation de température sera importante. La conséquence sera un temps de calcul plus important. Ensuite, de même que pour le code 1D, un modèle gris par bandes (bien choisies selon le matériau) serait simple à mettre en place afin de prendre en compte les variations de propriétés et de grandeurs avec la longueur d’onde. Cependant, cela multiplierait considérablement le nombre d’inconnues dans le système à résoudre. Aujourd’hui, des supercalculateurs pétaflopiques n’y suffiraient pas à cause des quantités de mémoire que cela requièrerait. Par ailleurs, il serait sans doute judicieux de s’interroger plus en détails sur les phénomènes d’interface entre deux voxels voisins de natures différentes, dans un premier temps en cherchant à mieux représenter l’interface entre deux constituants (peut-être en considérant des voxels tétraédriques dans ces zones) puis, plus généralement, en cherchant à considérer la rugosité qui n’apparaît pas dans notre modèle. On pourrait également raffiner l’interface en considérant des voxels plus petits, ce qui permettrait aussi de prendre en compte des très petites porosités qui sont effacées par une discrétisation trop grossière mais cela nécessiterait d’utiliser ou d’adapter des théories physiques à l’échelle nanométrique telle la théorie de Mie. Enfin, une dernière perspective pour ce code est la prise en compte d’autres

conditions limites pour simuler le comportement réel des échantillons.

Pour ces deux modèles, la résolution analytique d'un couplage fort des équations n'a pu être possible que sous certaines hypothèses brièvement rappelées dans cette conclusion. En toute rigueur, les deux approches devraient être testées en parallèle pour définir objectivement par une étude comparative quelle est la plus efficace. La même étude sous l'angle d'un couplage faible pourrait donc être menée, ce que nous n'avons pas pu faire ici en privilégiant le couplage fort pour des raisons de parallélisation principalement.

Ces modélisations peuvent être utilisées pour de nombreuses applications dans lesquelles de tels matériaux poreux sont impliqués et étudiés du point de vue thermique. Ces études visent à concevoir et élaborer des matériaux aux meilleures performances possibles pour leurs applications respectives. L'énergie, l'aéronautique et aérospatial sont les secteurs d'activités pour lesquels les études sont les plus nombreuses : une isolation plus efficace pour l'habitat, des machines thermiques à haut rendement, les piles à combustible pouvant résister à de brusques perturbations, les futurs réacteurs nucléaires plus sûrs et performants, les boucliers thermiques capables de résister à de violents chocs thermiques et de très forts gradients de même que pour les corps de rentrée atmosphériques, les avions, *etc.* L'élaboration et la validation du choix des matériaux passent par ce lien étroit entre leur microstructure et leur comportement thermique, et c'est précisément ce que réalisent nos modélisations en prenant en compte le fort couplage entre la conduction et le rayonnement que ces applications mettent en présence. Ainsi, ces modélisations contribuent à l'avancée de la discipline des couplages conducto-radiatifs mais elles ouvrent également de nouvelles voies d'investigation pour résoudre de nombreux problèmes de thermique.

Annexe A.

Publication dans *Applied Physics Letters*

Modeling of time-resolved coupled radiative and conductive heat transfer in multilayer semitransparent materials up to very high temperatures

M. Niezgoda,¹ D. Rochais,^{1,a)} F. Enguehard,¹ P. Echegut,² and B. Rousseau³

¹Commissariat à l'Énergie Atomique et aux Énergies Alternatives (CEA, DAM, Le Ripault), BP 16, 37260 Monts, France

²Conditions Extrêmes et Matériaux: Hautes Températures et Irradiation (CEMHTI), CNRS UPR 3079, 45071 Orléans, France

³Laboratoire de Thermocinétique de Nantes (LTN), CNRS UMR 6607, 44306 Nantes, France

(Received 26 July 2011; accepted 8 November 2011; published online 28 November 2011)

This paper presents an original modeling approach that enables the calculation of the temperature field within multilayer materials submitted to the flash method. The model takes into account the time-resolved coupled conducto-radiative heat transfer and the temperature of experiments. The compound can be subdivided into as many layers as desired, and their thicknesses and relevant physical properties can be chosen arbitrarily. Unconventional experimental thermograms can be reproduced faithfully by the calculations. This model, thus, makes it possible to correctly estimate the effective thermal diffusivity of semitransparent materials, thereby providing a deeper insight into the analysis of the physical phenomena involved. © 2011 American Institute of Physics. [doi:10.1063/1.3664408]

This study is part of a larger research project and its objective is to model the heat transfer in textured materials, such as foams and porous ceramics.^{1,2} Modeling of the flash method,^{3,4} in order to characterize the effective thermal diffusivity of specific materials, has been devoted a particular interest. The experimental thermograms (i.e., temperature versus time curves) that have been obtained for certain samples clearly demonstrated that conduction is not the only mode of heat transfer that occurs in these materials. Indeed, the phenomena that appear at very short times, e.g., a non-zero slope, a sharp temperature increase, a temperature step, point to the existence of radiative heat transfer as a result of the semitransparent nature of the materials. This semitransparent behavior can be explained by the texture of the materials as well as by their chemical composition from the local (i.e., the mean free path of the phonons) to the macroscopic scale. Moreover, our characterization studies have been conducted at several temperature levels including high temperatures where radiation becomes dominant.

A model coupling both transfer modes (conduction and radiation) and taking into account the temperature level of the experiment was developed. This paper presents the validation of the model for a few cases, and it will be shown that unconventional thermograms collected on various samples can be quite satisfactorily reproduced by our model under the assumption of a one-dimensional heat transfer.

Our model solves the heat transfer problem associated to the flash experiment applied to a 1D semitransparent cylindrical sample. In the case of a porous medium, no convection transfer is assumed to take place according to Rayleigh's criteria. The front surface of the sample is submitted to a pulsed energy deposition of short duration, which is assumed to be uniform over the surface. The lateral surface is presumed to be adiabatic, whereas the front face and

its opposite side (the back face) are submitted to boundary conditions of emission, diffuse reflection, and heat dissipation through a coupled convective-radiative exchange coefficient.

All these assumptions render it possible to develop a one-dimensional heat transfer model coupling conduction and radiation, where the latter is assumed to present an azimuthal symmetry. Four more assumptions were made: (i) the intensity field was supposed to be isotropic in each half-space, (ii) the material under study was presumed to be grey (i.e., of radiative properties independent of the wavelength),⁵ which was plausible since the flash thermogram results from an integration over the whole relevant spectral band, (iii) the term of the fourth power of temperature was linearized, which was acceptable with regard to the low temperature elevation within the sample, and (iv) the thermal properties were presumed to be independent of temperature.

This study is a continuation of that of Coquard *et al.*^{5,6} in which experimental thermograms on various foams were numerically reproduced (with a discrete ordinate method) to identify the thermal and radiative properties of the materials. At that time, the proposed model gave good results on the whole, but there were some difficulties when attempting to reproduce certain thermograms, especially when the temperature of the experiment increased. Thus, our model was proposed in order to reproduce more accurately the coupled conductive and radiative phenomena versus temperature, especially at short times, and to take into account the possible semitransparent character of the front and back layers.

In our model, the heat equation and the radiative transfer equation are solved in a coupled manner using a technique generalizing Lazard *et al.*'s approach.⁷ The temperature field, the total heat flux field, and both hemispherical intensity fields can be expressed analytically in the Laplace space giving an exact solution as a function of the Laplace and space variables and the sample properties. A linear system can be written on the basis of four boundary conditions—one

^{a)}Author to whom correspondence should be addressed. Electronic mail: denis.rochais@cea.fr.

for the flux and one for the intensity at each face—where the unknown parameters are four integration constants appearing in the analytical expressions. Finally, the four fields can be evaluated numerically for any values of the Laplace and space variables, and a numerical Laplace inversion allows the calculation of the temperature evolution as a function of the time and space variables, especially at the back face.

In practice, optically opaque layers in the infrared spectral band must be deposited over the front and rear faces of the samples. This is done, on the one hand, so that the front face absorbs the energy from the flash and, on the other hand, so that the back face emits enough radiation towards the infrared (HgCdTe, InSb, or InGaAs) detector. In fact, these layers (here a mix of the material and a graphite glue or paint) can also be porous and thus cannot be considered as optically opaque as usually assumed in other models.^{5,6} For this reason, we have extended our model to a multilayer configuration with grey semitransparent layers of varying nature and thickness. The number of integration constants is four per layer, and the linear system evoked previously is completed by four continuity relations at each interface.

Our model generalizes the notion of the quadrupole introduced by Degiovanni⁸ to what can be called a *hexadecapole*, i.e., a 4×4 -matrix—with one dimension for each variable—that represents the thermal behavior of a layer. Thus, this kind of multilayer problem can be readily solved by performing 4×4 -matrix products (with as many matrices as layers in the studied sample). This has never been done before.

We have confronted the results of our model to experimental flash thermograms collected at various temperatures for three significantly different materials: a dense graphite sample for which the heat transfer can be expected to be exclusively conductive, a silica aerogel sample, and a thermal superinsulator sample. The objective with the graphite sample is simply to perform a basic validation of the model before moving on to the study of unconventional cases with the two other materials.

The experimental thermograms were first collected, after which the relevant physical and geometrical properties (i.e., volume specific heat, index of refraction, absorption coefficient, and layer thickness) of the layers constituting the samples were either measured or taken from the literature.⁹ Finally, all the information concerning the layers was brought as input data to our model, and we estimated the effective thermal diffusivities of the semitransparent layers by a least squares fitting technique.

The study on the graphite sample, regarded as a single-layer sample, shows that our model is valid in the well-known case where the heat transfer is only conductive. Figure 1 exhibits the experimental thermogram acquired at a temperature of 2000 °C and its counterpart obtained by a least-square method and based on the physical values of graphite at 2000 °C. The agreement is excellent, the estimated value of the thermal diffusivity ($9.8 \times 10^{-6} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$) is good,^{10,11} and the high value of the coupled convective-radiative heat exchange coefficient ($\approx 4100 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$) is consistent with the temperature level of the experiment ($4 \sigma T^3 \approx 2700 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ when $T = 2273 \text{ K}$).

The same procedure for estimating the effective thermal diffusivity was applied to a silica aerogel sample. As already

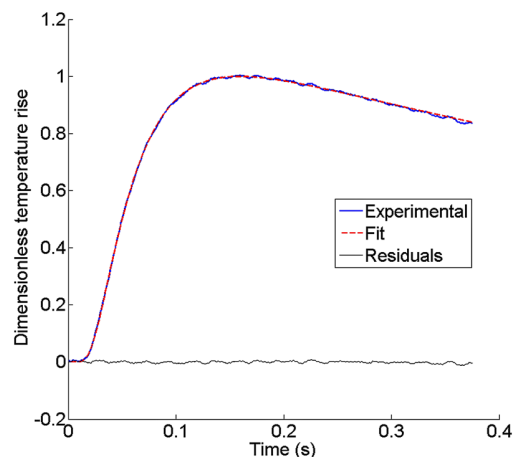


FIG. 1. (Color online) Flash experiment over a dense POCO AXM-5Q1 graphite sample: experimental and numerical thermograms at 2000 °C. Thickness = 2.0 mm, volume specific heat = $4.0 \times 10^6 \text{ J m}^{-3} \text{ K}^{-1}$, absorption coefficient $\approx 3 \times 10^7 \text{ m}^{-1}$, scattering coefficient negligible.

mentioned, in practice, thin layers of a graphite paint were spread over the front and back faces to permit the flash experiment. Afterwards, this sample was considered as a three-layer sample in our calculations. Thermograms were collected at three temperatures and are plotted in Figure 2. During the first 10–20 s of the experiments, the shapes of these curves do not correspond to what is usually observed during classical conduction-driven flash experiments.⁷ Moreover, these unconventional shapes, related to the semitransparent nature of the examined medium, evolve when the temperature increases.

These behaviors are perfectly reproduced by our model (see Fig. 2). The large peak at short times is neither an electronic noise nor a direct illumination of the detector but the actual material response to the flash experiment. The

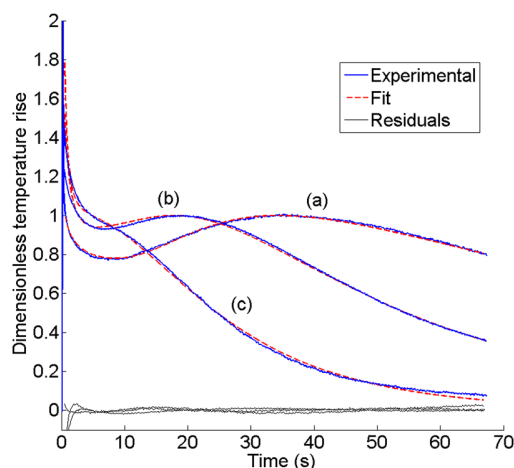


FIG. 2. (Color online) Flash experiments over a silica aerogel sample (95% porosity): experimental and numerical thermograms at 20 °C (a), 145 °C (b), and 306 °C (c). Properties of front and back layers: thickness $\approx 50 \mu\text{m}$ (M), thermal diffusivity $\approx 1 \times 10^{-6} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ (M), absorption coefficient $\approx 5000 \text{ m}^{-1}$ (I), negligible scattering coefficient (I). Studied material properties: thickness = 3.3 mm (M), volume specific heat = 2.2×10^5 (a), 2.7×10^5 (b), 3.1×10^5 (c) $\text{J m}^{-3} \text{ K}^{-1}$ (M), absorption coefficient = 155 (a), 225 (b), 260 (c) m^{-1} (L), scattering coefficient = 210 (a), 540 (b), 460 (c) m^{-1} (L), heat exchange coefficient = 5 (a), 25 (b) 70 (c) $\text{W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ (I). M (Measured), L (Literature), I (Identified).

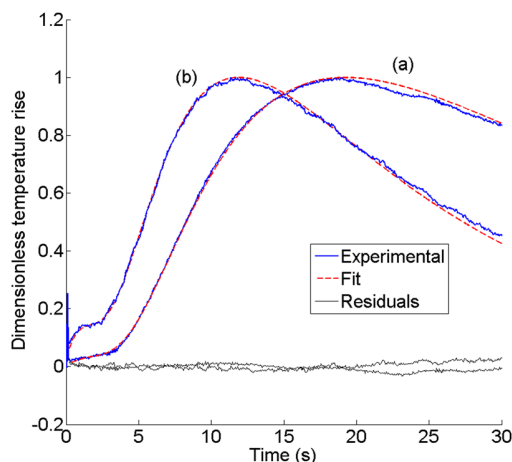


FIG. 3. (Color online) Flash experiments over a superinsulator sample (90% porosity): experimental and numerical thermograms at 20 °C (a) and 390 °C (b). The sample is made of (i) SiO₂ nanoparticles forming a nanoporous matrix (near 100% of volume fraction), (ii) a small volume fraction (~1%) of SiC microparticles expected to provide infrared opacity, and (iii) a small volume fraction (~1%) of micrometric cellulose fibers for a mechanical reinforcement of the nanoporous structure. Properties of the front and back layers: thickness $\approx 150 \mu\text{m}$ (M), thermal diffusivity $\approx 1 \times 10^{-6} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ (M), absorption coefficient $\approx 5000 \text{ m}^{-1}$ (I), negligible scattering coefficient (I). Studied material properties: thickness = 2.4 mm (M), volume specific heat = 2.2×10^5 (a), 1.1×10^5 (b) $\text{J m}^{-3} \text{ K}^{-1}$ (M), absorption coefficient = 90 (a), 10 (b) m^{-1} (L), scattering coefficient = 4.8×10^3 (a), 10.5×10^3 (b) m^{-1} (L), heat exchange coefficient = 10 (a), 25 (b) $\text{W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ (I). M (Measured), L (Literature), I (Identified).

effective thermal diffusivities of the silica aerogel were estimated to a value of $3.9 \times 10^{-8} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ at 20 °C, $3.2 \times 10^{-8} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ at 145 °C, and $2.8 \times 10^{-8} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ at 306 °C, and these results are quite consistent with the expected order of magnitude.¹²

The manner in which the different parameters impact on the shape of the thermogram should also be mentioned. The values of the thermal diffusivity a and of the thickness of the sample e affect the duration of the flash experiment: the lower the characteristic time $\tau = e^2/a$, the faster the experiment. The radiative properties dictate the features of the temperature step (height and shape) at short times: the higher the optical thickness $\beta \cdot e$ (where β is the extinction coefficient), the more the thermal behavior corresponds to an exclusively conductive one (absence of the temperature step). Finally, the ratio of the absorption coefficient to the scattering coefficient dictates whether the thermogram is “peak-shaped” or “step-shaped” at short times.

At 20 °C, the use of a model ignoring the radiative transfer led to a thermal diffusivity of $8.4 \times 10^{-8} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ instead of $3.9 \times 10^{-8} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ as obtained with the conducto-radiative model. The error with regard to the estimation of the effective thermal diffusivity of a semitransparent material can

thus be significant (more than 100% in this case) if the radiative heat transfer is not taken into account, as already shown by Hahn *et al.*¹³

Finally, a superinsulator specimen inserted between two graphite paint layers deposited over its front and back faces was treated as a three-layer sample in our calculations. The study was performed at two temperatures and the two resulting thermograms are plotted in Figure 3. Once again, the observed experimental behaviors are quite well reproduced by our model. The temperature evolutions at short times observed here differ in shape as compared to those in Figure 2 due to the relatively thick paint layers (several hundreds of microns). Nevertheless, in spite of the presence of these paint layers, the effective thermal diffusivity of the superinsulator could be correctly estimated at the two examined temperatures: $7.5 \times 10^{-8} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ at 20 °C and $9.8 \times 10^{-8} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ at 390 °C.¹⁴

All these measurements performed on materials presenting very different thermal behaviors prove that our model is able to finely simulate flash experiments where conduction and radiation coexist. Moreover, it can reproduce the physical phenomena involved for a variety of semitransparent materials. This one-dimensional conduction-radiation model simulating flash experiments is able to predict the temperature evolution within multilayer samples in which the number, the thicknesses, and the compositions of the layers can be chosen arbitrarily. It thus becomes possible to estimate the effective thermal diffusivity of semitransparent media.

¹B. Rousseau, D. De Sousa Meneses, P. Echegut, and J.-F. Thovert, *Int. J. Therm. Sci.* **50**, 178 (2011).

²M. T. Ta, J. Y. Rolland, P. Echegut, B. Rousseau, M. Zaghioui, F. Giovannelli, H. Gomart, P. Lenormand, and F. Ansart, *Appl. Phys. Lett.* **97**, 181917 (2010).

³W. J. Parker, R. J. Jenkins, C. P. Butler, and G. L. Abbott, *J. Appl. Phys.* **32**(9), 1679 (1961).

⁴J.-C. Batsale, D. Maillat, and A. Degiovanni, *Int. J. Heat Mass Transfer* **37**(1), 117 (1994).

⁵R. Coquard, D. Baillis, and D. Rochais, *Int. J. Heat Mass Transfer* **52**(21-22), 4907 (2009).

⁶R. Coquard, J. Randrianalisoa, S. Lallich, and D. Baillis, *ASME J. Heat Transfer* **133**(11), 112604 (2011).

⁷M. Lazard, S. André, and D. Maillat, *Eur. Phys. J. Appl. Phys.* **23**(3), 207 (2003).

⁸A. Degiovanni, *Int. J. Heat Mass Transfer* **37**, 553 (1988).

⁹*Handbook of Optical Constants of Solids*, edited by E. D. Palik (Academic, San Diego, 1991).

¹⁰B. Hay, S. Barré, J. R. Filtz, M. Jurion, D. Rochais, and P. Sollet, *Int. J. Thermophys.* **27**, 1803 (2006).

¹¹M. Dalbin and S. Thomin, *J. Eur. Ceram. Soc.* **18**, 59 (1998).

¹²R. Coquard, D. Baillis, and D. Quenard, *Int. J. Heat Mass Transfer* **49**, 4511 (2006).

¹³O. Hahn, F. Raether, M. C. Arduini-Schuster, J. Fricke, and A. Degiovanni, *Int. J. Heat Mass Transfer* **40**(3), 689 (1997).

¹⁴Y. Jannot, V. Felix, and A. Degiovanni, *Meas. Sci. Technol.* **21**, 035106 (2010).

Annexe B.

Publication dans *Journal of Physics*

Modeling heat transfer within porous multiconstituent materials

Mathieu NIEZGODA¹, Denis ROCHAIS¹, Franck ENGUEHARD¹,
 Benoit ROUSSEAU², Patrick ECHEGUT³

¹Commissariat à l'Énergie Atomique et aux Énergies Alternatives, DAM, CEA Le Ripault, BP 16, 37260 MONTS, France

²Laboratoire de Thermocinétique de Nantes (LTN), CNRS UMR 6607, 44306 NANTES, France

³Conditions Extrêmes et Matériaux : Hautes Températures et Irradiation (CEMHTI), CNRS UPR 3079, 45071 ORLÉANS, France

denis.rochais@cea.fr

Abstract. The purpose of our work has been to determine the effective thermal properties of materials considered heterogeneous at the microscale but which are regarded as homogenous in the macroscale environment in which they are used. We have developed a calculation code that renders it possible to simulate thermal experiments over complex multiconstituent materials from their numerical microstructural morphology obtained by volume segmentation through tomography. This modeling relies on the transient solving of the coupled conductive and radiative heat transfer in these voxelized structures.

1. Nomenclature

c_p	massic specific heat ($J.kg^{-1}.K^{-1}$)	<i>Greek symbols</i>	
$\mathcal{D}$	Dirac function (s^{-1})	δ	voxel thickness (m)
$\mathcal{C}$	conductance ($W.m^{-1}$)	Δt	step of time (s)
$\mathcal{E}$	total intensity of the black body ($W.m^{-2}$)	κ	absorption coefficient (m^{-1})
$\mathcal{E}$	set of voxels	λ_i	conductivity ($W.m^{-1}.K^{-1}$)
E	energy (J)	λ	wavelength (m)
f	form ratio	ϕ	flux (W)
F	form ratio with absorption	φ	flux density ($W.m^{-2}$)
$\mathbf{F}$	function (vector) of the equations	ρ	density ($kg.m^{-3}$)
$\mathbf{F}'$	jacobian matrix of $\mathbf{F}$	ρ_{ij}	reflectivity
$\mathcal{F}_{up}$	voxels of the superior face	σ_{SB}	Stefan-Boltzmann constant
h	convecto-radiative coefficient ($W.m^{-2}.K^{-1}$)	θ	angle
$I, \mathcal{I}$	intensity ($W.m^{-2}$) or ($W.m^{-2}.sr^{-1}$)	τ_{ij}	transmitivity

I^0	total intensity of the black body ($W.m^{-2}$)	<i>Subscripts and superscripts</i>
k	extinction index	' directional parameter
M	intensities arrival point	= matrix
n	optical index	amb ambiante
N	intensities origin point	i, j, k voxel locations or face
s	curvilign abscisse (m)	cond conductif
S	voxel face	e incoming
$\mathcal{S}$	set of edges voxels	λ spectral parameter
t	time (s)	n iteration or step time
T	temperature (K)	O opposite faces
$\mathbf{X}$	intensities and temperature vector	r, rad radiative
z	axial coordinate	s outcoming
		V adjacent faces

2. Introduction

The French Atomic Energy Commission (CEA) works a great deal with porous materials – carbon composites, ceramics – and aims to optimize their microstructural and thermal properties for specific uses. A material of interest can be composed of several constituents and generally has a complex structure. Its pore size range can be quite large (several tens of micrometers). It is used in large-scale systems that are bigger than its own characteristic scale and can be submitted to very high fluxes and temperatures (until 3000°C). In these conditions, the material is considered as equivalent to a homogeneous medium for the simulation of its behavior in its using environment. Its local morphology is thus not taken into account.

We are therefore interested in characterizing the effective thermal properties of materials with heterogeneous microstructural morphologies. The objective is to determine the properties that these materials would have if they were homogeneous. In order to do so, we have developed a methodology that consists in starting from a 3D-microstructure of the studied materials obtained by X-microtomography or FIB/SEM-tomography. The observations of the representative rebuilt volumes enable an understanding and analysis of the structural organization of these materials. The microstructures constitute the numerical support to compute the numerical experiment simulations.

The results render it possible to estimate the thermal properties of the materials in question. We are especially interested in the effective thermal diffusivity of porous multiconstituent materials that we estimate as a function of temperature with the help of an inverse method applied to experimental thermograms obtained by the flash method [1]. However, the identification of the diffusivity of porous and/or semitransparent materials is made difficult because of the thermal behavior of these media in which a strong conducto-radiative coupling can quickly occur when the temperature increases. For this reason, we have modeled the coupled conductive and radiative heat transfer as a function of the temperature within porous multiconstituent materials from their morphology discretized into a set of homogeneous voxels. The size of the voxel is larger than the wavelength which is the case in practice because of the studied materials and the high temperature. This modeling rendered it possible, on the one hand, to simulate any kind of numerical thermal experiments, especially the flash method, and on the other hand, to reproduce the thermal behavior of our materials in their using conditions. Our modeling is only accurate in the context we have here presented.

Considering the coupled heat transfer in porous media is very difficult to take into account, already in a homogeneous medium and even more in an inhomogeneous one, because it strongly depends on the microstructure of the constituents. Consequently, the media are mainly studied at ambient temperature where the conductive transfer is dominating and the radiation neglected or they are interested in their radiative properties and only the radiation is considered. Some researchers estimated

the effective thermal conductivity especially in foams [2–3] often by being based on analytical model of the porous structure. Other works deal with only the radiative heat transfer [4–5]. Thus, very few studies deal with the coupled heat transfer in porous media at high temperatures. But the flash method was modeled in the case of a coupled conductive and radiative heat transfer within a semi-transparent material [1, 6–9].

Moreover, among the works dealing with the conductive or radiative heat transfer, most of them concerns 1D-problems and a weaker number focus on the numerical microstructure of the sample obtained by 3D-X-ray tomography. Numerical methods were developed to estimate the effective thermal conductivity [10–12] and they were applied to 3D-microstructures obtained by X-ray-tomography [13]. At the same time, the radiative properties (extinction and absorption coefficients, scattering phase function, etc.) were investigated starting from the microstructure [14–15] and thanks to the X-ray tomography [16–21].

Finally, in our knowledge, there is no study looking into the modeling of the coupled conductive and radiative heat transfer from the 3D-microstructure of porous media as a function of the temperature.

The purpose of this paper consists in describing the modeling approach and explaining the analytical and numerical resolution of this thermal problem. We have demonstrated how to solve the flash method in such voxelized structures and how to organize the analytical resolution of this problem to compute it in a calculation code giving the transient temperature field in each voxel. Furthermore, we have enumerated all the thermophysical and radiative data introduced in the developed calculation code for each constituent at the voxel scale to carry out our simulations. Finally, we have obtained the first validation results of the code.

3. Solving the flash method in a voxelized structure

3.1. Obtaining the microstructural morphology of materials

First, a numerical volume of the studied sample is required as the support of the numerical thermal experiment simulation [22]. By using the X-microtomography or FIB/SEM-tomography technique over the sample, it is possible to obtain a set of 2D images from which the sample can be built in 3D and then discretized into a set of voxels. These voxels constitute the elementary mesh over which the considered heat transfer problem is solved. Each voxel is therefore assumed to be homogeneous with the properties of the constituent of which it is composed. This discretization is a very fine description of the morphology of the studied samples. We have to make sure that the size of the voxels is larger than the wavelength of the occurring radiation. It is the case in the context of our study and we present what follows in the next parts.

3.2. Analytical solving

Consider a multiconstituent sample, representative of the studied material, in the form of a parallelepiped some millimeters long. It is composed of cubic homogeneous voxels. Each voxel – with a size of a few tens of microns – is attributed the thermophysical and radiative properties of the material that it represents and can be semi-transparent. The upper face of the sample is submitted to a pulsed energy deposition of short duration at $t = 0$, which is assumed to be uniform over the surface. This face and the opposite one are submitted to heat dissipation through a coupled convecto-radiative coefficient. Moreover, these two faces are assumed to be opaque with emission and diffuse reflection. The lateral walls are assumed to be adiabatic and totally reflective.

The physics of this thermal problem are governed by two highly coupled equations: the radiative transfer equation and a flux balance equation. We need to solve these two equations in each voxel to model the heat transfer in the previously presented problem. To simplify a complex mathematical problem, the following assumptions are made. (i) For each face of each voxel, the intensities are assumed to be isotropic in each half-space. Two intensities are therefore considered (back and front) for each face. (ii) The radiative properties and variables of each constituent are presumed to be

independent of the wavelength (grey media). This is done in order to consider mean radiative properties and variables. Such an assumption, although it may seem strong, is nevertheless legitimate because the sought temperature field is the result of energetic variables issued from the integration of all the contributions of each wavelength. And (iii) the properties are assumed to be independent of the temperature since the increase in temperature range is small in the case of the flash method. When it comes to real materials, they can be subjected to greater thermal stresses. This is accounted for by making their properties vary as a function of the temperature.

Thus, we have thirteen unknowns in each voxel (and we especially seek to determine the time-resolved temperature field of each voxel): the temperature and twelve intensities. For each voxel, we solve the radiative transfer equation between each face and the five others (i.e., six equations), as well as the flux balance equation involving the conductive and radiative flux exchanged by the voxel with its six neighbors (i.e., one equation). The mathematical problem is closed with six interface equations – one on each face – relating the incoming intensity on the face of the voxel to the outgoing one of its neighbor at the same face. In order to determine these thirteen unknowns, we need to simultaneously solve these thirteen equations.

3.3. The radiative transfer equation

Consider a voxel as it was previously described. Its faces are arbitrarily numbered as presented in Figure 1. We want an expression of the intensity going outside through one of the faces (for example the face numbered 6) which is obtained by adding the contributions of the intensities going inside through the five other faces. It is likely that the intensity going outside through face 6 is not isotropic.

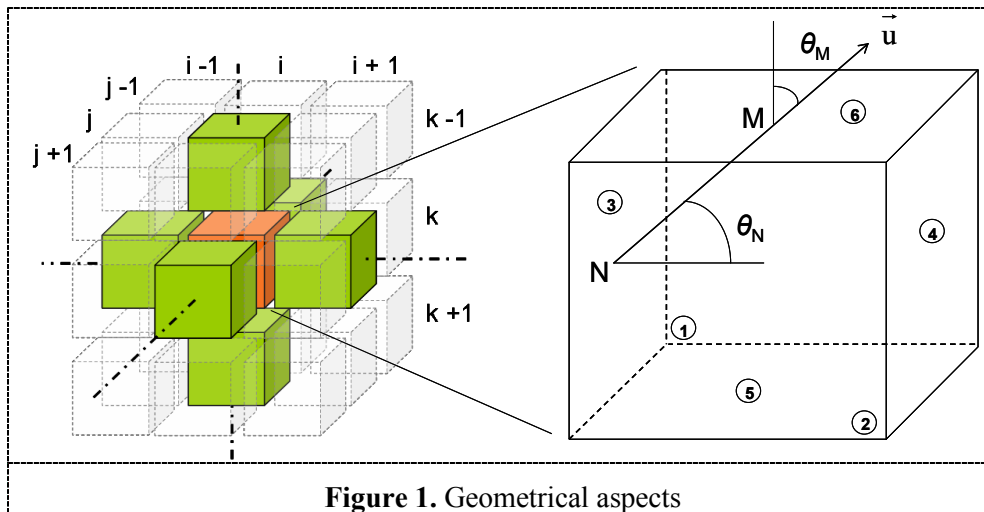


Figure 1. Geometrical aspects

Thus, the radiative flux going outside through this face is sought and the equivalent isotropic intensity going inside is deduced.

$$\phi_6^s = \iint_{M \in S_6} \vec{\varphi}_r^s(M) \cdot \vec{z} dS_{M_6} \quad \text{where:} \quad \vec{\varphi}_r^s = \sum_{i=1}^5 \iint_{N_i \in S_i} I' \left(M; \frac{\vec{N}_i \vec{M}}{N_i M} \right) \frac{\vec{N}_i \vec{M}}{N_i M} \frac{\cos \theta_{N_i}}{N_i M^2} dS_{N_i} \quad (1)$$

To determine the directional intensity in M in the direction of $\mathbf{u}$, the RTE is applied to the voxel between N and M . As the voxel is homogeneous, there is no scattering within each voxel. Thus, we only study materials in which there would not be micro- or nano-porosity and consequently scattering within the voxels. But scattering appears at the sample scale because of its heterogeneity. Indeed, if a voxel has a neighbour of different nature, a part of the outgoing radiative transfer is reflected whereas an other part is transmitted. At a larger scale (the one of the sample), that causes scattering. Under the assumption of grey medium, it is written:

$$\frac{dI'(s_i)}{ds_i} + \kappa I'(s_i) = \kappa I^0(T) \quad \text{with:} \quad I^0(T) = \frac{n^2 \sigma_{\text{SB}} T^4}{\pi} = \mathcal{E} \quad (2)$$

It is simply solved, giving:

$$I'(s_i) = (\mathcal{J}_i^e - \mathcal{E}) e^{-\kappa \cdot N_i M} + \mathcal{E} \quad (3)$$

where $\mathcal{J}_i^e$ is the (isotropic) intensity going inside through face i . After some easy calculations, it is deduced that:

$$\phi_6^s = \iint_{M \in S_6} \sum_{i=1}^5 \left[(\mathcal{J}_i^e - \mathcal{E}) \iint_{N_i \in S_i} e^{-\kappa \cdot N_i M} \frac{\cos \theta_M \cos \theta_{N_i}}{N_i M^2} dS_{N_i} + \mathcal{E} \iint_{N_i \in S_i} \frac{\cos \theta_M \cos \theta_{N_i}}{N_i M^2} dS_{N_i} \right] dS_M \quad (4)$$

Hence:

$$\phi_6^s = \sum_{i=1}^5 \left[(\mathcal{J}_i^e - \mathcal{E}) \iint_{M \in S_6} \iint_{N_i \in S_i} e^{-\kappa \cdot N_i M} \frac{\cos \theta_M \cos \theta_{N_i}}{N_i M^2} dS_{N_i} dS_M \right] + \mathcal{E} \pi \delta^2 \underbrace{\sum_{i=1}^5 f_{6i}}_{=1} \quad (5)$$

where f_{ij} is the form ratio of which the sum on the five faces gives 1. Similarly to the form ratio, a dimensionless parameter is defined which is called the form ratio with absorption F_{ij} .

$$F_{ij} = \frac{1}{\pi S_i} \iint_{M_i \in S_i} \iint_{N_j \in S_j} e^{-\kappa \cdot N_j M_i} \frac{\cos \theta_{M_i} \cos \theta_{N_j}}{N_j M_i^2} dS_{N_j} dS_{M_i} \quad (6)$$

By setting an equality between the equivalent isotropic intensity going outside through face 6 and equation 5, we finally obtain:

$$\phi_6^s = \pi \delta^2 \mathcal{J}_6^s = \pi \delta^2 \left[\sum_{i=1}^5 (\mathcal{J}_i^e - \mathcal{E}) F_{6i} + \mathcal{E} \right] \quad (7)$$

$$\mathcal{J}_6^s = \sum_{i=1}^5 (\mathcal{J}_i^e - \mathcal{E}) F_{6i} + \mathcal{E} \quad (8)$$

We can show by geometrical considerations that the thirty-six form ratios with absorption can be reduced in two. We now have: $F_{61} = F_{62} = F_{63} = F_{64} = F_V$ and $F_{65} = F_O$. These form ratios with absorption depend only on the optical thickness $\kappa \delta$ in the case of a homogeneous cubic voxel and are constant and particular to a material.

Finally, here are the six first equations for a voxel:

$$\begin{aligned} \mathcal{J}_1^s &= F_V \sum_{i=3}^6 \mathcal{J}_i^e + F_O \mathcal{J}_2^e + \mathcal{E}(1 - F_O - 4F_V) \\ \mathcal{J}_2^s &= F_V \sum_{i=3}^6 \mathcal{J}_i^e + F_O \mathcal{J}_1^e + \mathcal{E}(1 - F_O - 4F_V) \\ \mathcal{J}_3^s &= F_V (\mathcal{J}_1^e + \mathcal{J}_2^e + \mathcal{J}_5^e + \mathcal{J}_6^e) + F_O \mathcal{J}_4^e + \mathcal{E}(1 - F_O - 4F_V) \\ \mathcal{J}_4^s &= F_V (\mathcal{J}_1^e + \mathcal{J}_2^e + \mathcal{J}_5^e + \mathcal{J}_6^e) + F_O \mathcal{J}_3^e + \mathcal{E}(1 - F_O - 4F_V) \\ \mathcal{J}_5^s &= F_V \sum_{i=1}^4 \mathcal{J}_i^e + F_O \mathcal{J}_6^e + \mathcal{E}(1 - F_O - 4F_V) \\ \mathcal{J}_6^s &= F_V \sum_{i=1}^4 \mathcal{J}_i^e + F_O \mathcal{J}_5^e + \mathcal{E}(1 - F_O - 4F_V) \end{aligned} \quad (9-14)$$

The form ratios with absorption can be written in the following way:

$$F_O = \int_{x=0}^1 \int_{y=0}^1 \int_{z=0}^1 \int_{t=0}^1 \frac{e^{-\kappa\delta\sqrt{(x-z)^2+(y-t)^2+1}}}{((x-z)^2+(y-t)^2+1)^2} dx dy dz dt$$

$$F_V = \int_{x=0}^1 \int_{y=0}^1 \int_{z=0}^1 \int_{t=0}^1 \frac{zt e^{-\kappa\delta\sqrt{(y-x)^2+z^2+t^2}}}{((y-x)^2+z^2+t^2)^2} dx dy dz dt$$
(15-16)

Multiple integral calculations render it possible to simplify these quadruple integrals into a simple one:

$$F_O = \frac{2}{\pi} \int_0^1 \frac{e^{-\kappa\delta\sqrt{r^2+1}}}{(r^2+1)^2} r(\pi - 4r + r^2) dr$$

$$+ \frac{2}{\pi} \int_1^{\sqrt{2}} \frac{e^{-\kappa\delta\sqrt{r^2+1}}}{(r^2+1)^2} r \left(\pi - 2 - r^2 + 4\sqrt{r^2-1} - 4 \arccos\left(\frac{1}{r}\right) \right) dr$$

$$F_V = \frac{8\kappa\delta - 3 + (3 - 5\kappa\delta)e^{-\kappa\delta}}{12\pi(\kappa\delta)^2} + \frac{1}{12\pi} \int_1^{\sqrt{2}} \frac{e^{-\kappa\delta r}}{r^3} \left(6r^4 - 6r^2 + 5 - 16(r^2-1)^{\frac{3}{2}} \right) dr$$

$$+ \frac{1}{12\pi} \int_{\sqrt{2}}^3 \frac{e^{-\kappa\delta r}}{r^3} \left(-3r^4 + 6r^2 + 1 + 8(r^2-2)^{\frac{3}{2}} \right) dr$$
(17-18)

We can also write an intensity continuity relation at each face of each voxel (six extra equation for each voxel). For example, the intensity going inside through face 6 is the sum of the transmitted part of the intensity going outside through face 5 of the upper voxel and of the reflected part of the intensity going outside through face 6 of the considered voxel.

$$\begin{aligned} \mathcal{J}_1^e(i, j, k) &= \rho_{12'} \mathcal{J}_1^s(i, j, k) + \tau_{2'1} \mathcal{J}_2^s(i-1, j, k) \\ \mathcal{J}_2^e(i, j, k) &= \rho_{21'} \mathcal{J}_2^s(i, j, k) + \tau_{1'2} \mathcal{J}_1^s(i+1, j, k) \\ \mathcal{J}_3^e(i, j, k) &= \rho_{34'} \mathcal{J}_3^s(i, j, k) + \tau_{4'3} \mathcal{J}_4^s(i, j-1, k) \\ \mathcal{J}_4^e(i, j, k) &= \rho_{43'} \mathcal{J}_4^s(i, j, k) + \tau_{3'4} \mathcal{J}_3^s(i, j+1, k) \\ \mathcal{J}_5^e(i, j, k) &= \rho_{56'} \mathcal{J}_5^s(i, j, k) + \tau_{6'5} \mathcal{J}_6^s(i, j, k-1) \\ \mathcal{J}_6^e(i, j, k) &= \rho_{65'} \mathcal{J}_6^s(i, j, k) + \tau_{5'6} \mathcal{J}_5^s(i, j, k+1) \end{aligned}$$
(19-24)

By eliminating intensities going outside in equations (19-24), the equations (9-14) enable to reduce the initial problem with thirteen unknowns for each voxel to a problem with seven unknowns for each voxel.

3.4. The flux balance

The last equation to be formulated is a flux balance: the sum of the conductive and radiative flux entering a voxel i contributes to increase its temperature.

$$\forall i \in \mathcal{E} \setminus \mathcal{S}, \quad \sum_{k=1}^6 \phi_{\text{cond},k}^i + \sum_{k=1}^6 \phi_{\text{rad},k}^i = \rho c_p \delta^3 \frac{\partial T_i}{\partial t}$$

$$\forall i \in \mathcal{E} \setminus \mathcal{S}, \quad \sum_{k=1}^6 \underbrace{\frac{2\delta\lambda_i\lambda_k}{\lambda_i + \lambda_k}}_{\mathcal{C}_{i/k}} (T_k^{n+1} - T_i^{n+1}) + \pi\delta^2 \sum_{k=1}^6 (\mathcal{J}_k^{\text{e}^i} - \mathcal{J}_k^{\text{s}^i}) - \rho c_p \delta^3 \frac{T_i^{n+1} - T_i^n}{\Delta t} = 0 \quad (25-26)$$

3.5. Boundary conditions

The equations mentioned above are valid for all the problems that can be studied with this modeling approach. Only the equations related to the boundary conditions, concerning the voxels belonging to the six faces of the parallelepiped volume, the twelve sides and the eight corners, can change from one problem to another. In the case of the flash method, in order to take into account the boundary conditions of the lateral walls, the previous equations have to be adjusted for the concerned voxels in the sense that there is no radiation transmitted outside the sample but rather that it is totally reflected on the lateral walls (i.e., the intensities entering and exiting are equal). Moreover, there is neither a conductive flux, nor a radiative one (with the previous consideration) going inside through these walls. In the case of the boundary conditions on the upper and lower walls, we have that at the lower/upper wall of each concerned voxel, the intensity going inside through these face is equal to the black body intensity at the same temperature. Moreover, a flux balance at the wall of each voxel can be written: thus, in the upper face, the sum of the conductive and radiative flux going inside is equal to the flux brought by the flash and exchanged by the convective and radiative dissipation:

$$\forall i \in \mathcal{F}_{\text{up}} : \quad \phi_{\text{cond}} + \phi_{\text{rad}} = \phi_{\text{flash}} - \phi_{\text{losses}}$$

$$2\lambda_i \delta (T_{\text{wall}} - T_i) + \pi\delta^2 (\mathcal{J}_6^{\text{e}^i} - \mathcal{J}_6^{\text{s}^i}) = E_{\text{flash}} \delta^2 \mathcal{D}(t) - h\delta^2 (T_{\text{wall}} - T_{\text{amb}}) \quad (27)$$

Because of these last considerations, the temperatures at the lower/upper faces of the voxels on the lower/upper walls also have to be considered as unknowns in the problem.

3.6. Computation and numerical solving

$\mathbf{X}$ is the vector holding all the unknowns of the problem *i.e.*, seven times the number of voxels. This vector is the solution of a non-linear equation that can be written $\mathbf{F}(\mathbf{X}) = \mathbf{0}$ and that is solved numerically by Newton's iteration method for systems of 2nd or superior dimension according to:

$$\overline{\mathbf{F}'}(\mathbf{X}_n) [\mathbf{X}_n - \mathbf{X}_{n+1}] = \mathbf{F}(\mathbf{X}_n) \quad \text{where :} \quad \overline{\mathbf{F}'}(\mathbf{X}) = \left(\frac{\partial F_i(\mathbf{X})}{\partial X_j} \right)_{i,j} \quad (28)$$

Since $\mathbf{X}_n$ is known, and with $\mathbf{Y}_n = \mathbf{X}_n - \mathbf{X}_{n+1}$, the numerical problem amounts to solving a linear system for each iteration of Newton's method until the convergence to the solution giving $\mathbf{X}$. There is an incredible amount of data to stock in memory (especially the matrix $\mathbf{F}'(\mathbf{X}_n)$). To numerically solve these linear systems while avoiding keeping any data in memory, the iterative algorithm of Fletcher-Reeves (modified by Polak-Ribiere) has been chosen. It is easy to set up and very efficient in convergence speed.

Below is the procedure of the numerical solving of our problem. For each time step, Newton's iteration method was applied until the convergence of the sought vector $\mathbf{X}$ (whose components were initialized at the ones resulting from the previous time step or at arbitrarily assumed values for the first time step). For each iteration, the Polak-Ribiere algorithm was applied until the convergence of the vector $\mathbf{Y}$ (arbitrarily initialized) from which $\mathbf{X}_{n+1}$ was deduced since $\mathbf{X}_n$ was known. Finally, the components of $\mathbf{X}$ giving the temperature in each voxel for each time step rendered it possible to obtain the temperature field within the sample for the experiment, and especially a thermogram of the opposite face to the Dirac stimulation in the case of the flash method.

4. Thermophysical and radiative properties

The code presented in the previous part is a direct model making it possible to find an unknown parameter by calculation. Here, this was the transient temperature in each voxel. The different local thermophysical and radiative properties that are particular to each constituent of the sample have to be input in the code.

The voxel size is given by the tomography resolution. The volume specific heat is used for each constituent at the experiment temperature and these values were either found in the literature or measured by techniques of calorimetry existing in the laboratory. The thermal diffusivity from the micrometric scale to one of a few dozen micrometers was measured by photoreflectance and infrared microscopy as a function of the temperature [23].

The optical index and the absorption coefficient of the constituent were issued from spectral emission measures thanks to the infrared spectroscopy technique [24]. The emission spectrum of the constituent made it possible to determine, by means of the dielectric function, the spectrum of the real part and the imaginary part of the complex refraction index: the spectrum of the optical index and the extinction index, respectively (from which the absorption coefficient could be deduced). Considering the mean radiative properties over the entire spectrum, the optical indexes and the absorption coefficients were calculated from the obtained spectrum with the following definitions:

$$n = \frac{\int_0^{+\infty} n_\lambda I_\lambda^0(T) d\lambda}{\int_0^{+\infty} I_\lambda^0(T) d\lambda} \quad \text{and} \quad \kappa = \frac{\int_0^{+\infty} \kappa_\lambda I_\lambda^0(T) d\lambda}{\int_0^{+\infty} I_\lambda^0(T) d\lambda} \quad \text{with: } \kappa_\lambda = 4\pi \frac{k_\lambda}{\lambda} \quad (29)$$

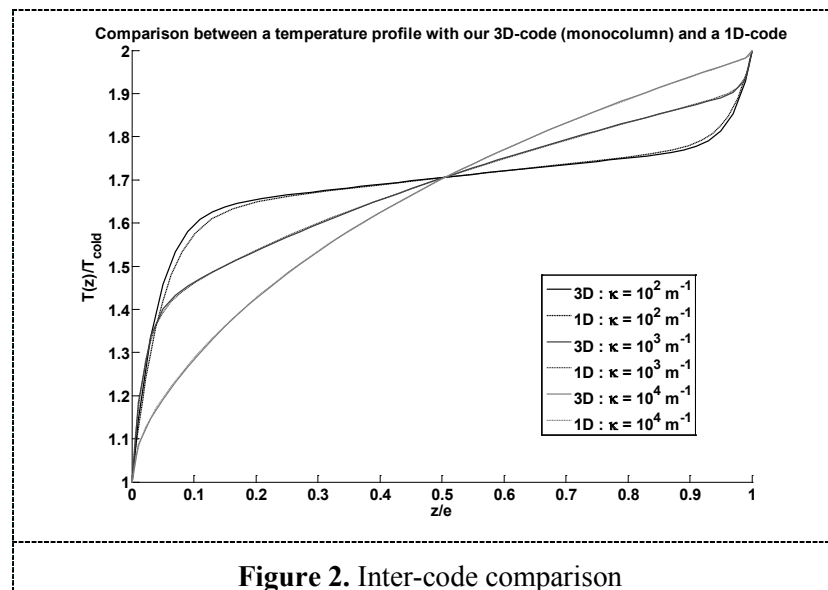
Finally, the reflection (reflectivities) and transmission (transmitivities) coefficients were determined at the interface between the constituents by the Fresnel relation under collimated light. It was integrated over all the half-space since an isotropic diffuse radiation is considered.

5. Code validation

In order to validate the code for which we have presented the theoretical conception, we have attempted to compare the results it provides with data obtained with another calculation code. The considered experiment consisted of a stationary guarded hot plate technique. The code simulated the unidirectional coupled conductive and radiative heat transfer between two infinite plates for which the emissivity was known. One was at a low temperature (cold), the other at a higher one (hot). To solve the problem, the other code used a discrete ordinates method and an adaptive step of space.

To be close to this configuration, we considered a monocolumn structure composed of voxels from the same material. However, our configuration was not strictly 1D. For the sake of comparison, the lateral walls of our column had to be considered as at infinity, implying that the form ratios with absorption had to be recalculated with quite different expressions than the ones defined. They were thus function of the form ratios. We could show that the form ratios with absorption between adjacent faces were equal to zero when the lateral walls were at infinity, as were those between the opposite faces at infinity. The form ratio with absorption between the opposite faces in the direction of the heat transfer (perpendicular to the plates) was not equal to zero. Its value tends to 1 when the optical thickness $\kappa\delta$ tends to 0.

The case was the following. The hot wall temperature was 2000 K, and that of the cold wall was 1000 K. Their emissivity was 1, the thickness of the sample was 2 mm, and its conductivity was 2.5 mW.m⁻¹.K⁻¹. Figure 2 presents three temperature profiles for three values of the mean absorption coefficient (100, 1000 and 10000 m⁻¹). It can be noticed that the profiles from the two different modeling runs fit each other exactly, which constitutes a first validation of our model.



We notice that the two profiles from the two different models are very close, which constitutes a first validation of our model. The low difference got for the low absorption coefficients is explained by the refined mesh near the walls taking into account in the 1D-model contrary to our model.

This study should be continued. The validations carried out during the progressive creation of the code (inter-codes or comparing with simplified versions for homogeneous media) have shown that this investigation is headed in the right direction. Future work involves validating the model with flash experiments on materials with different semi-transparency characteristics.

6. Conclusions

We have developed a calculation code in order to model the coupled conductive and radiative heat transfer within porous multiconstituent materials that are numerically represented by a numerical voxelized structure. This discretization corresponds to a very fine description of the morphology of the studied samples. The purpose of this work was to numerically simulate thermal experiments or the real behavior of the studied materials when subjected to any kind of thermal stress. The code was validated thanks to simplified conductive and radiative models solving the same problem in other ways. The next step will be to validate it by attempting to reproduce the real experimental behavior of materials of different characteristics.

References

- [1] M. Niezgoda, D. Rochais, F. Enguehard, P. Echegut, B. Rousseau, Modeling of time-resolved coupled radiative and conductive heat transfer in multilayer semitransparent materials, *Appl. Phys. Lett.*, **99**, 224101 (2011).
- [2] K. Boomsma, D. Poulikakos, On the effective thermal conductivity of a three dimensionally structured fluid saturated metal foams, *Int. J. Heat Mass Transfer*, **44** [4], 827–836 (2001).
- [3] A. Bhattacharya, V.V. Calmide, R.J. Mahajan, Thermophysical properties of high porosity metal foams, *Int. J. Heat Mass Transfer*, **45** [5], 1017–1031(2002).
- [4] B.P. Singh, M. Kaviany, Modeling radiative heat transfer in packed beds, *Int. J. Heat Mass Transfer*, **35** [6], 1397–1405 (1992).
- [5] J. Dombrovsky, H. Randrianalisoa, W. Lipinski, D. Baillis, Approximate analytical solution to normal emittance of semi-transparent layer of an absorbing, scattering, and refracting medium, *J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transfer*, **112**, 1987–1994 (2011).
- [6] S. André, A. Degiovanni, A new way of solving transient radiative–conductive heat transfer problems, *J. Heat Transfer*, **120**, 943–955 (1998).

- [7] O. Hahn, F. Raether, M.C. Arduini-Schuster, J. Fricke, A. Degiovanni, Transient coupled conductive/radiative heat transfer in absorbing emitting and scattering media: application to laser-flash measurements on ceramic materials, *Int. J. Heat Mass Transfer*, **40** [3], 689–698 (1997).
- [8] 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 Transfer*, **47**, 477–487 (2004).
- [9] 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*, **52**, 4907–4918 (2009).
- [10] A.M. Druma, M.K. Alam, C. Druma, Analysis of thermal conduction in carbon foams, *Int. J. Thermal Sci.*, **43** [7], 689–695 (2004).
- [11] R. Coquard, M. Loretz, D. Baillis, Conductive heat transfer in metallic/ceramic open-cell foams, *Adv. Eng. Mater.*, **10** [4], (2008).
- [12] R. Coquard, D. Baillis, Numerical investigation of conductive heat transfer in high-porosity foams, *Acta Mater.*, **57** [18], 5466–5479 (2009).
- [13] M. Saadatfar, C.H. Arns, M.A. Knackstedt, T. Senden, Mechanical and transport properties of polymeric foams derived from 3D images, *Colloids Surf. A Physicochem. Eng. Aspects*, **263** [1–3], 284–289 (2004).
- [14] M. Wang, N. Pan, Modeling and prediction of the effective thermal conductivity of random open-cell porous foams, *Int. J. Heat Mass Transfer*, **51** [5–6], 1325–1331 (2008).
- [15] C.Y. Zhao, S.A. Tassou, T.J. Lu, Analytical considerations of thermal radiation in cellular metal foams with open cells, *Int. J. Heat Mass Transfer*, **51** [3–4], 929–940 (2008).
- [16] J. Petrasch, P. Wyssb, A. Steinfeld, Tomography-based Monte Carlo determination of radiative properties of reticulate porous ceramics, *J. Quant. Spectrosc. Radiative Transfer*, **105** [2], 180–197 (2007).
- [17] 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 Transfer*, **49**, 2810–2819 (2006).
- [18] M. Loretz, R. Coquard, D. Baillis, E. Maire, Metallic foams: radiative properties/comparison between different models, *J. Quant. Spectrosc. Radiative Transfer*, **109** [1], 16–27 (2008).
- [19] B. Rousseau, D. De Sousa Meneses, P. Echegut, M. Di Michiel, J.-F. Thovert, Prediction of the thermal radiative properties of an x-ray m-tomographied porous silica glass, *Appl. Opt.*, **46** 4266–4276 (2007).
- [20] R. Coquard, B. Rousseau, P. Echegut, D. Baillis, H. Gomart, E. Iacona, Investigations of the radiative properties of Al–NiP foams using tomographic images and stereoscopic micrographs, *Int. J. Heat Mass Transfer*, **55**, 1606–1619 (2012).
- [21] A. Akolkar, J. Petrasch, Tomography based pore-level optimization of radiative transfer in porous media, *Int. J. Heat Mass Transfer*, **54** [23–24], 4775–4783 (2011).
- [22] N. Vivet, S. Chupin, E. Estrade, T. Piquero, P.L Pommier, D. Rochais, E. Bruneton, 3D Microstructural characterization of a SOFC anode reconstructed by FIB tomography, *J. Power Sources*, **196** [18], 7541–7549 (2011).
- [23] D. Rochais, G. Le Meur, G. Domingues, V. Basini, Microscopic thermal characterization of HTR particle layers, *Nuclear Engineering and Design* (2008).
- [24] J.F. Brun, D. De Sousa Meneses, B. Rousseau, P. Echegut, Dispersion Relations and Phase Retrieval in Infrared Reflection Spectra Analysis, *Soc. Appl. Spect.*, **55** [6], 774–780 (2001).

Annexe C.

Calculs des facteurs de forme avec absorption

Avec les notations de la figure 4.2, nous allons ici détailler les calculs qui nous permettent d'écrire les deux facteurs de forme avec absorption, F_O et F_V , sous la forme d'intégrales simples — équations (4.16) et (4.18) — à partir de leur expression générale sous la forme d'intégrale quadruples.

C.1. Calcul analytique de F_O

En considérant la face 6 du voxel, l'expression générale de F_O est la suivante :

$$F_O = F_{65} = \frac{1}{\pi S_6} \iint_{M \in S_6} \iint_{N \in S_5} e^{-\kappa MN} \frac{\cos \theta_M \cos \theta_N}{NM^2} dS_N dS_M$$

Dans un repère cartésien, les coordonnées de M et N sont :

$$M : \begin{pmatrix} x\delta \\ y\delta \\ \delta \end{pmatrix} \quad \text{et} \quad N : \begin{pmatrix} z\delta \\ t\delta \\ 0 \end{pmatrix} \quad \text{avec :} \quad (x, y, z, t) \in [0; 1]^4$$

Par ailleurs :

$$\cos \theta_M = \frac{\overrightarrow{MN} \cdot (-\vec{z})}{MN} = \frac{\overrightarrow{NM} \cdot \vec{z}}{NM} = \frac{\delta}{NM^2} \quad \text{et :} \quad \cos \theta_N = \frac{\overrightarrow{NM} \cdot \vec{z}}{NM} = \frac{\delta}{NM^2}$$

F_O se réécrit donc :

$$F_O = \frac{1}{\pi \delta^2} \int_{x=0}^1 \int_{y=0}^1 \int_{z=0}^1 \int_{t=0}^1 e^{-\kappa MN} \frac{(\overrightarrow{NM} \cdot \vec{z})^2}{NM^4} \delta^4 dx dy dz dt$$

avec : $MN^2 = \delta^2 ((x - z)^2 + (y - t)^2 + 1)$. Finalement, on arrive à :

$$F_O = \frac{1}{\pi} \int_{x=0}^1 \int_{y=0}^1 \int_{z=0}^1 \int_{t=0}^1 \frac{e^{-\alpha \sqrt{f}}}{f^2} dx dy dz dt \quad \text{avec :} \quad \begin{aligned} \alpha &= \kappa \delta \\ f &= (x - z)^2 + (y - t)^2 + 1 \end{aligned}$$

À ce stade, on effectue un premier changement de variable :

$$\begin{cases} u = x \\ v = y \\ w = x - z = u - z \\ s = y - t = v - t \end{cases} \quad \text{ce qui donne :} \quad f = w^2 + s^2 + 1$$

et :

$$F_O = \frac{1}{\pi} \int_w \int_s \int_u \int_v \frac{e^{-\alpha\sqrt{f}}}{f^2} dv du ds dw$$

Déterminons les domaines d'intégration pour w et s . On a :

$$\begin{cases} 0 \leq z \leq 1 \\ 0 \leq u \leq 1 \end{cases} \Leftrightarrow \begin{cases} -1 \leq -z \leq 0 \\ 0 \leq u \leq 1 \end{cases} \Leftrightarrow \begin{cases} u-1 \leq \underbrace{u-z}_w \leq u \\ 0 \leq u \leq 1 \end{cases}$$

On distingue donc deux cas :

$$\begin{aligned} \bullet & \begin{cases} u-1 \leq w \\ 0 \leq u \leq 1 \end{cases} \Leftrightarrow 0 \leq u \leq w+1 \leq 1 \Leftrightarrow \begin{cases} 0 \leq u \leq w+1 \\ -1 \leq w \leq 0 \end{cases} \\ & \bullet \begin{cases} w \leq u \\ 0 \leq u \leq 1 \end{cases} \Leftrightarrow 0 \leq w \leq u \leq 1 \Leftrightarrow \begin{cases} w \leq u \leq 1 \\ 0 \leq w \leq 1 \end{cases} \end{aligned}$$

De même, on trouve :

$$\begin{aligned} \bullet & \begin{cases} v-1 \leq s \\ 0 \leq v \leq 1 \end{cases} \Leftrightarrow 0 \leq v \leq s+1 \leq 1 \Leftrightarrow \begin{cases} 0 \leq v \leq s+1 \\ -1 \leq s \leq 0 \end{cases} \\ & \bullet \begin{cases} s \leq v \\ 0 \leq v \leq 1 \end{cases} \Leftrightarrow 0 \leq s \leq v \leq 1 \Leftrightarrow \begin{cases} s \leq v \leq 1 \\ 0 \leq s \leq 1 \end{cases} \end{aligned}$$

On a donc quatre domaines d'intégration et F_O se décompose comme suit :

$$\begin{aligned} F_O = \frac{1}{\pi} & \left(\int_{w=-1}^0 \int_{s=-1}^0 \int_{u=0}^{w+1} \int_{v=0}^{s+1} \frac{e^{-\alpha\sqrt{f}}}{f^2} dv du ds dw + \int_{w=-1}^0 \int_{s=0}^1 \int_{u=0}^{w+1} \int_{v=s}^1 \frac{e^{-\alpha\sqrt{f}}}{f^2} dv du ds dw \right. \\ & \left. + \int_{w=0}^1 \int_{s=-1}^0 \int_{u=w}^1 \int_{v=0}^{s+1} \frac{e^{-\alpha\sqrt{f}}}{f^2} dv du ds dw + \int_{w=0}^1 \int_{s=0}^1 \int_{u=w}^1 \int_{v=s}^1 \frac{e^{-\alpha\sqrt{f}}}{f^2} dv du ds dw \right) \end{aligned}$$

En faisant un changement de variable dans les deux derniers termes ($w = s'$ et $s = w'$ pour le troisième et $w = -w'$, $s = -s'$, $u' = w - u$ et $v' = s - v$ pour la

quatrième), on remarque que les intégrales quadruples sont identiques deux à deux. Les quantités intégrées ne dépendent ni de u , ni de v ; en effectuant donc très simplement les deux premières intégrales, on obtient alors :

$$F_O = \frac{2}{\pi} \left(\int_{w'=-1}^0 \int_{s'=-1}^0 (1+w')(1+s') \frac{e^{-\alpha\sqrt{f}}}{f^2} ds' dw' + \int_{w'=0}^1 \int_{s'=-1}^0 (1-w')(1+s') \frac{e^{-\alpha\sqrt{f}}}{f^2} ds' dw' \right)$$

Un nouveau changement de variable simple ($w' = -w$ et $s' = -s$ pour le premier terme et $w' = w$ et $s' = -s$ pour le second) permet de constater que les deux termes sont égaux. On arrive ainsi à :

$$F_O = \frac{4}{\pi} \int_{w=0}^1 \int_{s=0}^1 (1-w)(1-s) \frac{e^{-\alpha\sqrt{f}}}{f^2} ds dw \quad \text{avec :} \quad f = w^2 + s^2 + 1$$

À présent, effectuons un changement de variable pour passer en coordonnées polaires :

$$\begin{cases} w = r \cos \theta \\ s = r \sin \theta \end{cases} \quad \text{ce qui donne :} \quad f = r^2 + 1$$

Le jacobien de la transformation vaut r . F_O devient alors :

$$F_O = \frac{4}{\pi} \int_r \int_\theta r(1-r \cos \theta)(1-r \sin \theta) \frac{e^{-\alpha\sqrt{f}}}{f^2} d\theta dr$$

w et s varient dans un carré de 0 à 1. Les domaines d'intégration sont donc :

$$\bullet \begin{cases} r \in [0; 1] \\ \theta \in [0; \frac{\pi}{2}] \end{cases} \quad \text{et :} \quad \bullet \begin{cases} r \in [1; \sqrt{2}] \\ \theta \in [\arccos(\frac{1}{r}); \frac{\pi}{2} - \arccos(\frac{1}{r})] \end{cases}$$

F_O devient donc :

$$F_O = \frac{4}{\pi} \left(\int_{r=0}^1 r \frac{e^{-\alpha\sqrt{f}}}{f^2} \int_{\theta=0}^{\frac{\pi}{2}} (1-r \cos \theta)(1-r \sin \theta) d\theta dr + \int_{r=1}^{\sqrt{2}} r \frac{e^{-\alpha\sqrt{f}}}{f^2} \int_{\theta=\arccos(\frac{1}{r})}^{\frac{\pi}{2}-\arccos(\frac{1}{r})} (1-r \cos \theta)(1-r \sin \theta) d\theta dr \right)$$

Une primitive de $(1 - r \cos \theta)(1 - r \sin \theta)$ par rapport à θ est :

$$\theta - r(\sin \theta - \cos \theta) - \frac{r^2}{4} \cos(2\theta)$$

D'où :

$$F_O = \frac{4}{\pi} \left(\int_{r=0}^1 r \frac{e^{-\alpha\sqrt{f}}}{f^2} \left[\theta - r(\sin \theta - \cos \theta) - \frac{r^2}{4} \cos(2\theta) \right]_0^{\frac{\pi}{2}} dr \right. \\ \left. + \int_{r=1}^{\sqrt{2}} r \frac{e^{-\alpha\sqrt{f}}}{f^2} \left[\theta - r(\sin \theta - \cos \theta) - \frac{r^2}{4} \cos(2\theta) \right]_{\arccos(\frac{1}{r})}^{\frac{\pi}{2} - \arccos(\frac{1}{r})} dr \right)$$

Maintenant, quelques petits calculs trigonométriques. Posons : $\Theta = \frac{\pi}{2} - \arccos\left(\frac{1}{r}\right)$, soit : $\arccos\left(\frac{1}{r}\right) = \frac{\pi}{2} - \Theta$.

$$\cos\left(\frac{\pi}{2} - \Theta\right) = \frac{1}{r} = \sin \Theta$$

Et avec $\sin^2 \Theta = 1 - \cos^2 \Theta$, on a :

$$\cos \Theta = \sqrt{1 - \frac{1}{r^2}}$$

Les calculs faits à l'aide de ces rappels trigonométriques, l'expression finale de F_O sous la forme d'intégrales simples est la suivante :

$$F_O = \frac{2}{\pi} \int_{r=0}^1 \frac{e^{-\kappa\delta\sqrt{r^2+1}}}{(r^2+1)^2} r (\pi - 4r + r^2) dr \\ + \frac{2}{\pi} \int_{r=1}^{\sqrt{2}} \frac{e^{-\kappa\delta\sqrt{r^2+1}}}{(r^2+1)^2} r \left(\pi - 2 - r^2 + 4\sqrt{r^2-1} - 4 \arccos\left(\frac{1}{r}\right) \right) dr$$

C.2. Calcul analytique de F_V

Passons à présent au calcul de F_V . La démarche de calcul est similaire à celle du calcul de F_O . En considérant la face 6 du voxel, l'expression générale de F_V est la suivante :

$$F_V = F_{61} = \frac{1}{\pi S_6} \iint_{M \in S_6} \iint_{N \in S_1} e^{-\kappa MN} \frac{\cos \theta_M \cos \theta_N}{NM^2} dS_N dS_M$$

Dans un repère cartésien, les coordonnées de M et N sont :

$$M : \begin{pmatrix} x\delta \\ y\delta \\ \delta \end{pmatrix} \quad \text{et} \quad N : \begin{pmatrix} z\delta \\ 0 \\ t\delta \end{pmatrix} \quad \text{avec :} \quad (x, y, z, t) \in [0; 1]^4$$

Par ailleurs :

$$\cos \theta_M = \frac{\overrightarrow{MN} \cdot (-\vec{z})}{MN} = \frac{\overrightarrow{NM} \cdot \vec{z}}{NM} = \frac{(1-t)\delta}{NM^2} \quad \text{et :} \quad \cos \theta_N = \frac{\overrightarrow{NM} \cdot \vec{y}}{NM} = \frac{y\delta}{NM^2}$$

F_V se réécrit donc :

$$F_V = \frac{1}{\pi \delta^2} \int_{x=0}^1 \int_{y=0}^1 \int_{z=0}^1 \int_{t=0}^1 e^{-\kappa MN} \frac{(\overrightarrow{NM} \cdot \vec{z})(\overrightarrow{NM} \cdot \vec{y})}{NM^4} \delta^4 dx dy dz dt$$

avec : $MN^2 = \delta^2 ((x-z)^2 + y^2 + (1-t)^2)$. Finalement, on arrive à :

$$F_V = \frac{1}{\pi} \int_{x=0}^1 \int_{y=0}^1 \int_{z=0}^1 \int_{t=0}^1 yt \frac{e^{-\alpha \sqrt{f}}}{f^2} dx dy dz dt \quad \text{avec :} \quad \begin{aligned} \alpha &= \kappa \delta \\ f &= (x-z)^2 + y^2 + t^2 \end{aligned}$$

À ce stade, on effectue un premier changement de variable :

$$\begin{cases} a = x \\ b = z - x = z - a \\ c = z \\ d = t \end{cases} \quad \text{ce qui donne :} \quad f = b^2 + c^2 + d^2$$

et :

$$F_V = \frac{1}{\pi} \int_b \int_c \int_d \int_a cd \frac{e^{-\alpha \sqrt{f}}}{f^2} da dd dc db$$

Déterminons les domaines d'intégration pour a . On a :

$$\begin{cases} 0 \leq z \leq 1 \\ 0 \leq a \leq 1 \end{cases} \Leftrightarrow \begin{cases} -a \leq \underbrace{z-a}_b \leq 1-a \\ 0 \leq a \leq 1 \end{cases}$$

On distingue donc deux cas :

$$\begin{aligned} &\bullet \begin{cases} -a \leq b \\ 0 \leq a \leq 1 \end{cases} \Leftrightarrow 0 \leq -b \leq a \leq 1 \Leftrightarrow \begin{cases} -b \leq a \leq 1 \\ -1 \leq b \leq 0 \end{cases} \\ &\bullet \begin{cases} b \leq 1-a \\ 0 \leq a \leq 1 \end{cases} \Leftrightarrow 0 \leq a \leq 1-b \leq 1 \Leftrightarrow \begin{cases} 0 \leq a \leq 1-b \\ 0 \leq b \leq 1 \end{cases} \end{aligned}$$

On a donc deux domaines d'intégration et F_V se décompose comme suit :

$$F_V = \frac{1}{\pi} \int_{c=0}^1 \int_{d=0}^1 \int_{b=-1}^0 \int_{a=-b}^1 cd \frac{e^{-\alpha\sqrt{f}}}{f^2} da db dd dc$$

$$+ \frac{1}{\pi} \int_{c=0}^1 \int_{d=0}^1 \int_{b=0}^1 \int_{a=0}^{1-b} cd \frac{e^{-\alpha\sqrt{f}}}{f^2} da db dd dc$$

D'où :

$$F_V = \frac{1}{\pi} \int_{c=0}^1 \int_{d=0}^1 \int_{b=-1}^0 (1+b) cd \frac{e^{-\alpha\sqrt{f}}}{f^2} db dd dc$$

$$+ \frac{1}{\pi} \int_{c=0}^1 \int_{d=0}^1 \int_{b=0}^1 (1-b) cd \frac{e^{-\alpha\sqrt{f}}}{f^2} db dd dc$$

En faisant un changement de variable dans le premier terme ($b = -b'$, puis $b' = b$), on remarque que les deux intégrales triples sont identiques. On obtient alors :

$$F_V = \frac{2}{\pi} \int_{c=0}^1 \int_{d=0}^1 \int_{b=0}^1 (1-b) cd \frac{e^{-\alpha\sqrt{f}}}{f^2} db dd dc \quad \text{avec :} \quad f = b^2 + c^2 + d^2$$

À présent, effectuons un changement de variable pour passer en coordonnées polaires :

$$\begin{cases} c = r \cos \theta \\ d = r \sin \theta \end{cases} \quad \text{ce qui donne :} \quad f = b^2 + r^2$$

Le jacobien de la transformation vaut r . F_V devient alors :

$$F_V = \frac{2}{\pi} \int_{b=0}^1 (1-b) \int_{\theta} \int_r r^3 \cos \theta \sin \theta \frac{e^{-\alpha\sqrt{f}}}{f^2} d\theta dr db$$

c et d varient dans un carré de 0 à 1. Comme précédemment, les domaines d'intégration sont donc :

$$\bullet \begin{cases} r \in [0; 1] \\ \theta \in [0; \frac{\pi}{2}] \end{cases} \quad \text{et :} \quad \bullet \begin{cases} r \in [1; \sqrt{2}] \\ \theta \in [\arccos(\frac{1}{r}); \frac{\pi}{2} - \arccos(\frac{1}{r})] \end{cases}$$

F_V devient donc :

$$F_V = \frac{2}{\pi} \int_{b=0}^1 (1-b) \int_{r=0}^1 r^3 \frac{e^{-\alpha\sqrt{f}}}{f^2} \int_{\theta=0}^{\frac{\pi}{2}} \cos \theta \sin \theta \, d\theta \, dr \, db$$

$$+ \frac{2}{\pi} \int_{b=0}^1 (1-b) \int_{r=1}^{\sqrt{2}} r^3 \frac{e^{-\alpha\sqrt{f}}}{f^2} \int_{\theta=\arccos(\frac{1}{r})}^{\frac{\pi}{2}-\arccos(\frac{1}{r})} \cos \theta \sin \theta \, d\theta \, dr \, db$$

Une primitive de $\cos \theta \sin \theta = \frac{1}{2} \sin(2\theta)$ par rapport à θ est :

$$-\frac{1}{4} \cos(2\theta)$$

D'où :

$$F_V = \frac{2}{\pi} \int_{b=0}^1 (1-b) \int_{r=0}^1 r^3 \frac{e^{-\alpha\sqrt{f}}}{f^2} \left[-\frac{1}{4} \cos(2\theta) \right]_0^{\frac{\pi}{2}} dr \, db$$

$$+ \frac{2}{\pi} \int_{b=0}^1 (1-b) \int_{r=1}^{\sqrt{2}} r^3 \frac{e^{-\alpha\sqrt{f}}}{f^2} \left[-\frac{1}{4} \cos(2\theta) \right]_{\arccos(\frac{1}{r})}^{\frac{\pi}{2}-\arccos(\frac{1}{r})} dr \, db$$

Le calcul fait, on arrive à :

$$F_V = \underbrace{\frac{1}{\pi} \int_{b=0}^1 \int_{r=0}^1 (1-b) r^3 \frac{e^{-\alpha\sqrt{f}}}{f^2} dr \, db}_{F_{V_1}} + \underbrace{\frac{1}{\pi} \int_{b=0}^1 \int_{r=1}^{\sqrt{2}} (1-b) r (2-r^2) \frac{e^{-\alpha\sqrt{f}}}{f^2} dr \, db}_{F_{V_2}}$$

Considérons d'abord F_{V_1} . Effectuons un nouveau changement de variable pour passer en coordonnées polaires :

$$\begin{cases} b = \rho \cos \theta \\ r = \rho \sin \theta \end{cases} \quad \text{ce qui donne :} \quad f = \rho^2$$

Le jacobien de la transformation vaut ρ et les domaines d'intégration sont identiques au cas précédent :

$$\bullet \begin{cases} \rho \in [0; 1] \\ \theta \in [0; \frac{\pi}{2}] \end{cases} \quad \text{et :} \quad \bullet \begin{cases} \rho \in [1; \sqrt{2}] \\ \theta \in [\arccos(\frac{1}{\rho}); \frac{\pi}{2} - \arccos(\frac{1}{\rho})] \end{cases}$$

F_{V_1} devient alors :

$$F_{V_1} = \frac{1}{\pi} \int_{\rho=0}^1 e^{-\alpha\rho} \int_{\theta=0}^{\frac{\pi}{2}} (1 - \rho \cos \theta) \sin^3 \theta \, d\theta \, d\rho$$

$$+ \frac{2}{\pi} \int_{\rho=1}^{\sqrt{2}} e^{-\alpha\rho} \int_{\theta=\arccos(\frac{1}{\rho})}^{\frac{\pi}{2}-\arccos(\frac{1}{\rho})} (1 - \rho \cos \theta) \sin^3 \theta \, d\theta \, d\rho$$

Un changement de variable avec $u = \cos \theta$ permet de trouver facilement une primitive de $(1 - \rho \cos \theta) \sin^3 \theta d\theta$ qui devient $(-1 + \rho u + u^2 - \rho u^3) du$. Une primitive par rapport à θ est :

$$-\frac{\rho}{4} \cos^4 \theta + \frac{1}{3} \cos^3 \theta + \frac{\rho}{2} \cos^2 \theta - \cos \theta$$

D'où :

$$F_{V1} = \frac{1}{\pi} \int_{\rho=0}^1 e^{-\alpha \rho} \left[-\frac{\rho}{4} \cos^4 \theta + \frac{1}{3} \cos^3 \theta + \frac{\rho}{2} \cos^2 \theta - \cos \theta \right]_0^{\frac{\pi}{2}} d\rho \\ + \frac{1}{\pi} \int_{\rho=1}^{\sqrt{2}} e^{-\alpha \rho} \left[-\frac{\rho}{4} \cos^4 \theta + \frac{1}{3} \cos^3 \theta + \frac{\rho}{2} \cos^2 \theta - \cos \theta \right]_{\arccos(\frac{1}{\rho})}^{\frac{\pi}{2} - \arccos(\frac{1}{\rho})} d\rho$$

À l'aide des petits rappels de trigonométrie vus dans le calcul de F_O , les calculs nous font aboutir à :

$$F_{V1} = \frac{1}{\pi} \int_{\rho=0}^1 \left(\frac{2}{3} - \frac{\rho}{4} \right) e^{-\alpha \rho} d\rho + \frac{1}{\pi} \int_{\rho=1}^{\sqrt{2}} \frac{3\rho^4 + 6\rho^2 - 4 - 4(2\rho^2 + 1)\sqrt{\rho^2 - 1}}{12\rho^3} e^{-\alpha \rho} d\rho$$

Considérons à présent F_{V2} . Effectuons un nouveau changement de variable pour passer en coordonnées polaires :

$$\begin{cases} b &= \rho \cos \theta \\ r &= \rho \sin \theta \end{cases} \quad \text{ce qui donne :} \quad f = \rho^2$$

Le jacobien de la transformation vaut ρ mais les domaines d'intégration changent par rapport au cas précédent car r ne varie plus dans le même intervalle ; b et r varient dans un rectangle respectivement de 0 à 1 et de 1 à $\sqrt{2}$:

$$\bullet \begin{cases} \rho &\in [1; \sqrt{2}] \\ \theta &\in \left[\frac{\pi}{2} - \arccos\left(\frac{1}{\rho}\right); \frac{\pi}{2} \right] \end{cases} \quad \text{et :} \quad \bullet \begin{cases} \rho &\in [\sqrt{2}; \sqrt{3}] \\ \theta &\in \left[\arccos\left(\frac{1}{\rho}\right); \frac{\pi}{2} - \arccos\left(\frac{\sqrt{2}}{\rho}\right) \right] \end{cases}$$

F_{V2} devient alors :

$$F_{V2} = \frac{1}{\pi} \int_{\rho=1}^{\sqrt{2}} e^{-\alpha \rho} \int_{\theta=\frac{\pi}{2} - \arccos(\frac{1}{\rho})}^{\frac{\pi}{2}} (1 - \rho \cos \theta) \sin \theta (2 - \rho^2 \sin^2 \theta) d\theta d\rho \\ + \frac{1}{\pi} \int_{\rho=\sqrt{2}}^{\sqrt{3}} e^{-\alpha \rho} \int_{\theta=\arccos(\frac{1}{\rho})}^{\frac{\pi}{2} - \arccos(\frac{\sqrt{2}}{\rho})} (1 - \rho \cos \theta) \sin \theta (2 - \rho^2 \sin^2 \theta) d\theta d\rho$$

Un changement de variable avec $u = \cos \theta$ permet de trouver facilement une primitive de $(1 - \rho \cos \theta)(2 - \rho^2 \sin^2 \theta) \sin \theta d\theta$ qui devient $(\rho^3 u^3 - \rho^2 u^2 + (2\rho - \rho^3)u + (\rho^2 - 2)) du$. Une primitive par rapport à u est :

$$\frac{\rho^3}{4}u^4 - \frac{\rho^2}{3}u^3 + \frac{1}{2}(2\rho - \rho^3)u^2 + (\rho^2 - 2)u$$

D'où :

$$F_{V_2} = \frac{1}{\pi} \int_{\rho=1}^{\sqrt{2}} \frac{e^{-\alpha\rho}}{\rho^2} \left[\frac{\rho^3}{4}u^4 - \frac{\rho^2}{3}u^3 + \frac{1}{2}(2\rho - \rho^3)u^2 + (\rho^2 - 2)u \right]_{\frac{1}{\rho}\sqrt{\rho^2-1}}^0 d\rho \\ + \frac{1}{\pi} \int_{\rho=\sqrt{2}}^{\sqrt{3}} \frac{e^{-\alpha\rho}}{\rho^2} \left[\frac{\rho^3}{4}u^4 - \frac{\rho^2}{3}u^3 + \frac{1}{2}(2\rho - \rho^3)u^2 + (\rho^2 - 2)u \right]_{\frac{1}{\rho}}^{\frac{1}{\rho}\sqrt{\rho^2-2}} d\rho$$

Et les calculs nous font aboutir à :

$$F_{V_2} = \frac{1}{\pi} \int_{\rho=1}^{\sqrt{2}} \frac{3\rho^4 - 12\rho^2 + 9 - 4(2\rho^2 - 5)\sqrt{\rho^2 - 1}}{12\rho^3} e^{-\alpha\rho} d\rho \\ + \frac{1}{\pi} \int_{\rho=\sqrt{2}}^{\sqrt{3}} \frac{-3\rho^4 + 6\rho^2 + 1 + 8(\rho^2 - 2)\sqrt{\rho^2 - 2}}{12\rho^3} e^{-\alpha\rho} d\rho$$

Enfin, en intégrant par parties le premier terme de F_{V_1} et en rassemblant le second terme de F_{V_1} et le premier de F_{V_2} , on aboutit à l'expression finale de F_V sous la forme d'intégrales simples :

$$F_V = \frac{8\alpha - 3 + (3 - 5\alpha)e^{-\alpha}}{12\pi\alpha^2} \\ + \frac{1}{12\pi} \int_{\rho=1}^{\sqrt{2}} \frac{e^{-\alpha\rho}}{\rho^3} \left(6\rho^4 - 6\rho^2 + 5 - 16(\rho^2 - 1)^{\frac{3}{2}} \right) d\rho \\ + \frac{1}{12\pi} \int_{\rho=\sqrt{2}}^{\sqrt{3}} \frac{e^{-\alpha\rho}}{\rho^3} \left(-3\rho^4 + 6\rho^2 + 1 + 8(\rho^2 - 2)^{\frac{3}{2}} \right) d\rho$$

C.3. Évolution des facteurs de forme avec absorption en fonction de $\kappa\delta$

Les figure C.1 montrent l'évolution des facteurs de forme avec absorption en fonction de $\kappa\delta$.

On constate que les facteurs de forme avec absorption diminuent avec l'épaisseur optique en partant d'une asymptote aux faibles épaisseurs optiques pour devenir nulles aux grandes. La passage d'une asymptote à l'autre se fait de manière relativement brutale entre 10^{-3} et 10.

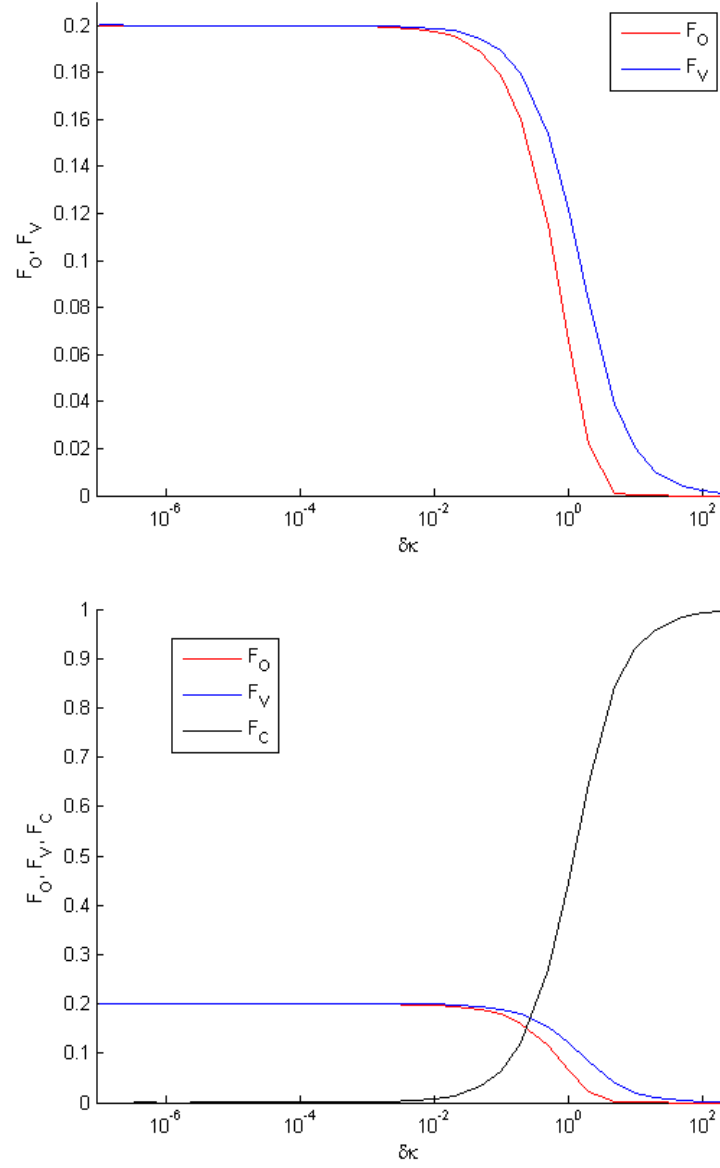


FIGURE C.1.: Évolution des facteurs de forme avec absorption en fonction de $\kappa\delta$

Table des figures

2.1.	Thermogramme d'une expérience flash sur un matériau opaque	20
2.2.	Schéma de principe de la méthode flash	22
2.3.	Principe d'une estimation de paramètres par méthode inverse	24
2.4.	Schéma du problème multicouche	29
2.5.	Sensibilités pour le jeu de données 1 aérogel	47
2.6.	Étude de corrélation entre les trois paramètres pour la diffusivité pour le jeu 1 aérogel	49
2.7.	Étude de corrélation entre deux paramètres pour la diffusivité pour le jeu 1 aérogel	49
2.8.	Étude de corrélation entre deux paramètres pour le coefficient d'absorption pour le jeu 1 aérogel	50
2.9.	Sensibilités pour le jeu de données 2 WDS	51
2.10.	Étude de corrélation entre les trois paramètres pour la diffusivité pour le jeu 2 WDS	52
2.11.	Étude de corrélation entre deux paramètres pour la diffusivité pour le jeu 2 WDS	52
2.12.	Étude de corrélation entre deux paramètres pour le coefficient d'absorption pour le jeu 2 WDS	53
3.1.	Banc d'essai pour réaliser la méthode flash	56
3.2.	Schéma du banc d'essai pour réaliser la méthode flash	57
3.3.	Dispositif de mesure de la capacité calorifique	58
3.4.	Dispositif de mesure de l'émittance spectrale	62
3.5.	Schéma illustrant la méthode de Monte Carlo	64
3.6.	Schéma de l'interface entre deux milieux de nature différente	68
3.7.	Le graphite POCO	69
3.8.	Un échantillon d'aérogel de silice	70
3.9.	Cliché MEB d'un aérogel de silice	71
3.10.	Trois échantillons de WDS	72
3.11.	Les trois niveaux d'échelles du WDS	73
3.12.	Clichés MET du WDS aux échelles micrométrique et nanométrique	73
3.13.	Méthode flash sur un échantillon de graphite POCO AXM-5Q1	75
3.14.	Thermogrammes de l'arbitre pour l'étude en inter-comparaison d'un matériau transparent	77
3.15.	Nos thermogrammes pour l'étude en inter-comparaison d'un matériau transparent	77

3.16. Méthode flash sur un échantillon d'aérogel de silice à 20 °C (a), 145 °C (b) et 306 °C (c)	78
3.17. Méthode flash sur un échantillon de WDS à 20 °C (a) et 390 °C (b) . . .	80
3.18. Les deux représentations du quadripôle	82
3.19. Schéma représentant deux pixels	84
4.1. L'expérience de plaque chaude gardée symétrique	89
4.2. Schéma d'un voxel	92
4.3. Schéma illustrant la relation de continuité entre luminances à l'interface entre deux voxels	97
5.1. Champs de température d'un milieu homogène résultant du code de conduction pure (a) et du code conducto-radiatif (b)	116
5.2. Microstructure hétérogène choisie pour la validation du code 3D en conduction pure	118
5.3. Champs de température d'un milieu hétérogène résultant du code de conduction pure (a) et du code conducto-radiatif (b)	118
5.4. Profils de température dans l'épaisseur d'un matériau homogène dans une expérience de plaque chaude gardée	121
5.5. Comparaison de profils de température dans l'épaisseur d'un matériau homogène dans une expérience de plaque chaude gardée obtenus par calculs 1D et 3D (structure 3D monocolonne)	122
5.6. Profils de température dans l'épaisseur d'un matériau homogène dans une expérience de plaque chaude gardée en fonction de la conductivité thermique (code 3D)	123
5.7. Profils de température (avec agrandissement) dans l'épaisseur (en 0×0) d'un WDS homogène sain et d'un WDS avec microporosités soumis à une expérience de plaque chaude gardée	126
5.8. Profils de température (avec agrandissement) dans l'épaisseur (en 20×20) d'un WDS homogène sain et d'un WDS avec microporosités soumis à une expérience de plaque chaude gardée	127
C.1. Évolution des facteurs de forme avec absorption en fonction de $\kappa\delta$. . .	158

Liste des tableaux

2.1. Propriétés thermiques et radiatives des matériaux de validation	47
2.2. Calculs sur les sensibilités du jeu 1 aérogel	48
2.3. Calculs sur les sensibilités du jeu 2 WDS	50
3.1. Propriétés thermiques et radiatives des matériaux de validation	74
3.2. Diffusivités thermiques phoniques effectives des trois matériaux étudiés et coefficients d'échanges convecto-radiatifs estimés	80
5.1. Caractéristiques du milieu homogène et de l'expérience pour la valida- tion en conduction pure	116
5.2. Résultats de l'expérience pour un milieu homogène dans la validation en conduction pure	117
5.3. Caractéristiques des constituants de la microstructure et de l'expérience pour la validation en conduction pure	117
5.4. Résultats de l'expérience pour un milieu hétérogène dans la validation en conduction pure	119
5.5. Caractéristiques du milieu homogène et de l'expérience pour la valida- tion en conducto-radiatif	120
5.6. Résultats de l'expérience pour un milieu homogène dans la validation en conducto-radiatif	120
5.7. Caractéristiques des constituants du WDS à structure poreuse et de l'expérience en conducto-radiatif	124
5.8. Résultats de l'expérience pour un WDS homogène sain et un WDS avec microporosités en conducto-radiatif	125

Bibliographie

- [Abulwafa 1999] Abulwafa E.M., Conductive-radiative heat transfer in an inhomogeneous plane-parallel medium using Galerkin-iterative method, *J. Quant. Spectrosc. Radiative Transfer*, **61** [5], 583–589 (1999).
- [Ahern 2005] Ahern A., Verbist G., Weaire D., Phelan R., Fleurent H., The conductivity of foams : a generalisation of the electrical to the thermal case, *Colloids Surf A : Physico-Chem. Eng. Asp.*, **263**, 275–279 (2005).
- [Akolkar 2011] Akolkar A., Petrasch J., Tomography based por-level optimization of radiative transfer in porous media, *Int. J. Heat Mass Transfer*, **54** [23–24], 4775–4783 (2011).
- [André 1992] André S., Identification de la diffusivité phonique du verre par méthode flash de 20 °C à 500 °C, Thèse de doctorat, Université de Nancy 1 (1992).
- [André 1995] André S., Degiovanni A., A theoretical study of the transient coupled conduction and radiation heat transfer in glass : phonic diffusivity measurements by the flash technique, *Int. J. Heat Mass Transfer*, **38** [18], 3401–3412 (1995).
- [André 1998] André S., Degiovanni A., A new way of solving transient radiative-conductive heat transfer problems, *ASME J. Heat Transfer*, **120** [4], 943–955 (1998).
- [Arking 1972] Arking A., Grossman K., The influence of line shape and band structure on temperatures in planetary atmospheres, *J. Atmos. Sci.*, **29**, 937–949 (1972).
- [Asllanaj 2004] Asllanaj F., Jeandel G., Roche J.R., Lacroix D., Transient combined radiation and conduction heat transfer in fibrous media with temperature and flux boundary conditions, *Int. J. Therm. Sci.*, **43**, 939–950 (2004).
- [Asllanaj 2007] Asllanaj F., Brige X., Jeandel G., Transient combined radiation and conduction in a one-dimensional non-gray participating medium with anisotropic optical properties subjected to radiative flux at the boundaries, *J. Quant. Spectrosc. Radiative Transfer*, **107**, 17–29 (2007).
- [Bai 2007] Bai D., Fan X.J., On the combined heat transfer in the multilayer non-gray porous fibrous insulation, *J. Quant. Spectrosc. Radiative Transfer*, **104**, 326–341 (2007).
- [Bauer 1993] Bauer T.H., A general analytical approach toward the thermal conductivity of porous media, *Int. J. Heat Mass Transfer*, **36**, 4181–4191 (1993).
- [Bhattacharya 2002] Bhattacharya A., Calmide V.V., Mahajan R.J., Thermophysical properties of high porosity metal foams, *Int. J. Heat Mass Transfer*, **45** [5], 1017–1031 (2002).

- [Bianco 2001] Bianco N., Manca O., Naso V., Transient conductive-radiative numerical analysis of multilayer thin films heated by different laser pulses, *Int. J. Therm. Sci.*, **40**, 959–968 (2001).
- [Boomsma 2001] Boomsma K., Poulikakos D., On the effective thermal conductivity of a three dimensionally structured fluid saturated metal foams, *Int. J. Heat Mass Transfer*, **44** [4], 827–836 (2001).
- [Boomsma 2011] Boomsma K., Poulikakos D., Corrigendum for the paper : K. Boomsma, D. Poulikakos, “On the effective thermal conductivity of a three dimensionally structured fluid saturated metal foams”, *Int. J. Heat Mass Transfer*, **54**, 746–748 (2011).
- [Bories 1973] Bories S.A., Combarous M.A., Natural convection in a sloping porous layer, *J. Fluid Mechanics*, **57** [1], 63–79 (1973).
- [Brun 2007] Brun E., Vicente J., Topin F., Occelli R., From 3D imaging of structures to diffuse properties of anisotropic cellular materials, In *Proceedings of Continuous models and discrete systems 11*, Paris (2007).
- [Cheheb 2008] Cheheb Z., Albouchi F., Ben Nasrallah, S., Measurement of thermal radiative and conductive properties of semitransparent materials using a photo-thermal crenel method, *J. Quant. Spectrosc. Radiative Transfer*, **109**, 620–635 (2008).
- [Ciarlet 1990] Ciarlet P.G., *Introduction à l'analyse matricielle et à l'optimisation*, Masson (1990).
- [Coquard 2006] Coquard R., Baillis D., Modeling of heat transfer in low-density EPS foams, *ASME J. Heat Transfer*, **128**, 538–549 (2006).
- [Coquard 2006] Coquard R., Baillis D., Quenard D., Experimental and theoretical study of the hot-wire method applied to low-density thermal insulators, *Int. J. Heat Mass Transfer*, **49**, 4511–4524 (2006).
- [Coquard 2009] Coquard R., Baillis D., Numerical investigation of conductive heat transfer in high-porosity foams, *Acta Mater.*, **57** [18], 5466–5479 (2009).
- [Coquard 2009] Coquard R., Rochais D., Baillis D., Experimental investigations of the coupled conductive and radiative heat transfer in metallic/ceramic foams, *Int. J. Heat Mass Transfer*, **52**, 4907–4918 (2009).
- [Coquard 2010] Coquard R., Rochais D., Baillis D., Conductive and radiative heat transfer in ceramic and metallic foams at fire temperatures, Contribution to the special issue “Materials in Fire”, *Fire technology* (2010).
- [Coquard 2011] Coquard R., Randrianalisoa J., Lallich S., Baillis D., Extension to the flash method to semitransparent polymer foams, *ASME J. Heat Transfer*, **133**, 112604 (2011).
- [Coquard 2012] Coquard R., Rousseau B., Echegut P., Baillis D., Gomart H., Iacona E., Investigations of the radiative properties of Al-NiP foams tomographic images and stereoscopic micrographs, *Int. J. Heat Mass Transfer*, **55**, 1606–1619 (2012).

- [Dalbin 1998] Dalbin M., Thomin S., A method of measurement of the multilayer woven ceramic matrix composite panel, *J. Eur. Ceramic Society*, **18**, 59–63 (1998).
- [Degiovanni 1975] Degiovanni A., Contribution à l'étude de la diffusivité thermique, Thèse de doctorat, Université Claude Bernard de Lyon (1975).
- [Degiovanni 1977] Degiovanni A., Diffusivité thermique et méthode flash, , *Rev. Gén. Therm.*, **185** [420], (1977).
- [Degiovanni 1988] Degiovanni A., Conduction in a multi-layer wall with sources : extension of the notion of quadrupoles, , *Int. J. Heat Mass Transfer*, **37**, 553–557 (1988).
- [Degiovanni 2002] Degiovanni A., Rémy B., André S., Transient radiation-conductive heat transfer problems : “the quadrupole method”, *J. Therm. Sci.*, **11** [4], 359–371 (2002).
- [Denison 1993] Denison M.K., Webb B.W., A spectral line-based Weighted-Sum-of-Gray-Gases model for arbitrary RTE solvers, *J. Heat Transfer*, **115**, 1004–1012 (1993).
- [Denison 1994] Denison M.K., Webb B.W., k-distributions and Weighted-Sum-of-Gray-Gases - A hybrid model, *J. Heat Transfer*, **2**, 19–24 (1994).
- [Domoto 1974] Domoto G.A., Frequency integration for radiative transfer problems involving homogeneous non-gray gases : the inverse transmission function, *J. Quant. Spectrosc. Radiative Transfer*, **14**, 935–942 (1974).
- [Druma 2004] Druma A.M., Alam M.K., Druma C., Analysis of thermal conduction in carbon foams, *Int. J. Therm. Sci.*, **43**, 689–695 (2004).
- [Enguehard 2005] Enguehard F., Multi-scale modeling of radiation heat transfer through nanoporous superinsulating materials, In *Proceedings of 17th Eur. Conf. Thermophysical Properties* [110], Bratislava (2005).
- [Fischer 2011] Fischer N., Le Sant V., Sangare N., Rochais D., Mattout J., A Bayesian approach to the conditional estimation of parameters and associated uncertainty : application to measurements of thermal diffusivity of materials, In *Proceedings of the Conference on Advanced Mathematical and Computational Tools in Metrology and Testing*, Göteborg (2011).
- [Fletcher 1963] Fletcher R., Powell M.J.D., A rapidly convergent descent method for minimization, *Computer J.*, **6**, 163–168 (1963).
- [Fletcher 1964] Fletcher R., Reeves C.M., Function minimization by conjugate gradients, *Computer J.*, **7**, 149–154 (1964).
- [Fu 1998] Fu X., Viskanta R., Gore J.P., Prediction of effective thermal conductivity of cellular ceramics, *Int. Comm. Heat Mass Transfer*, **25** [2], 151–160 (1998).
- [Gill 1978] Gill P.E., Murray W., Algorithms for the solution of the nonlinear least squares problem, *SIAM J. Num. Anal.*, **15** [5], 977–992 (1978).

- [Glicksmann 1987] Glicksmann L.R., Schuetz M., Sinofsky M., Radiation heat transfer in foam insulation, *Int. J. Heat Mass Transfer*, **30** [1], 187–197 (1987).
- [Glicksmann 1992] Glicksmann L.R., Marge A., Moreno J., Radiation heat-transfer in cellular foam insulation, *Developments in radiative heat transfer*, **203**, 45–54 (1992).
- [Glicksmann 1994] Glicksmann L.R., Schuetz M.A., *Low density cellular plastics*, 104–152, Chapman and Hall, Hilyard NC, Cunningham A (eds), London (1994).
- [Hahn 1997] Hahn O., Raether F., Arduini-Schuster M.C., Fricke J., Transient coupled conductive/radiative heat transfer in absorbing, emitting and scattering media : application to laser-flash measurements on ceramic materials, *Int. J. Heat Mass Transfer*, **40** [3], 689–698 (1997).
- [Hay 2006] Hay B., Barré S., Filtz J.R., Jurion M., Rochais D., Sollet P., New apparatus for thermal diffusivity and specific heat measurements at very high temperature, *Int. J. Thermophys.*, **27** [6], 1803–1815 (2006).
- [Heinemann 1996] Heinemann U., Caps R., Fricke J., Radiation-conduction interaction : an investigation on silica aerogels, *Int. J. Heat Mass Transfer*, **39** [10], 2115–2130 (1996).
- [de Hoog 1982] de Hoog F.R., Knight J.H., Stokes A.N., An improved method for numerical inversion of Laplace transforms, *SIAM J. Sci. Stat. Comp.*, **3** [3], 357–366 (1982).
- [Hottel 1967] Hottel H.C., Sarofim A.F., *Radiative transfer*, chap. 6, McGraw-Hill, New York (1967).
- [Jannot 2010] Jannot Y., Félix V., Degiovanni A., A centered hot plate method for measurement of thermal properties of thin insulating materials, *Meas. Sci. Technol.*, **21**, 035106 (2010).
- [Krishnaprakas 2001] Krishnaprakas C.K., Badari Narayana K., Combined conduction and radiation heat transfer in a gray anisotropically scattering planar medium with diffuse-specular boundaries, *Int. Comm. Heat Mass Transfer*, **28** [1], 77–86 (2001).
- [Kunc 1984] Kunc T., Lallemant M., Saulnier J.B., Some new developments on coupled radiative-conductive heat transfer in glasses. Experiments and modelling, *Int. J. Heat Mass Transfer*, **42**, 322–337 (2006).
- [Lacroix 2006] Lacroix D., Berrou N., Boulet P., Jeandel G., Transient radiative and conductive heat transfer in non-gray semitransparent two-dimensional media with mixed boundary conditions, *Int. J. Heat Mass Transfer*, **27** [12], 2307–2319 (1984).
- [Lazard 2000] Lazard M., Modélisation macroscopique du transfert de chaleur transitoire couplé conduction rayonnement dans un milieu semi-transparent. Estimation de paramètres, Thèse de doctorat, INPL Nancy (2000).
- [Lazard 2000] Lazard M., André S., Maillet D., Degiovanni A., Radiative and conductive heat transfer : a coupled model for parameter estimation, *High Temp.-High Pressures*, **32**, 9–17 (2000).

-
- [Lazard 2001] Lazard M., André S., Maillet D., Transient coupled radiative-conductive heat transfer in a gray planar medium with anisotropic scattering, *J. Quant. Spectrosc. Radiative Transfer*, **69**, 23–33 (2001).
- [Lazard 2003] Lazard M., André S., Maillet D., Thermal characterization of semi-transparent media : measurement of phononic diffusivity of glass and silica, *Eur. Phys. J. AP*, **23**, 207–211 (2003).
- [Lazard 2004] Lazard M., André S., Maillet D., 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 Transfer*, **47**, 477–487 (2004).
- [Le Dez 2000] Le Dez V., Vaillon R., Lemonnier D., Lallemand M., Conductive-radiative coupling in an absorbing-emitting axisymmetric medium, *J. Quant. Spectrosc. Radiative Transfer*, **65**, 787–803 (2000).
- [Lee 1960] Lee D.W., Kingery W.D., Radiation energy transfer and thermal conductivity of ceramic oxides, *J. Am. Ceram. Society*, **43** [11], 594–607 (1960).
- [Lee 1998] Lee K.H., Viskanta R., Transient conductive-radiative colling of an optical quality glass disk, *Int. J. Heat Mass Transfer*, **41** [14], 2083–2096 (1998).
- [Levenberg 1944] Levenberg K., A method for the solution of certain problems in least squares, *Quant. Appl. Math.*, **2**, 164–168 (1944).
- [Liu 2001] Liu L.H., Tan H.P., Transient radiation and conduction in a two-dimensional participating cylinder subjected to a pulse irradiation, *Int. J. Therm. Sci.*, **40**, 877–889 (2001).
- [Loretz 2008] Loretz M., Coquard R., Baillis D., Maire E., Metallic foams : radiative properties / comparison between different models, *J. Quant. Spectrosc. Radiative Transfer*, **109** [1], 16–27 (2008).
- [Loretz 2008] Loretz M., Maire E., Baillis D., Analytical modeling of the radiative properties of metallic foams : contribution of X-ray tomography, *Adv. Eng. Mater.*, **10**, 352–360 (2008).
- [Lu 1999] Lu T.J., Chen C., Thermal transport and fire retardance properties of cellular aluminium alloys, *Acta Mater.*, **47** [5], 1469–1485 (1999).
- [Maillet 2000] Maillet D., André S., Batsale J.C., Degiovanni A., Moyne C., *Thermal quadrupoles : an efficient method for solving the heat equation through integral transforms*, John Wiley and Sons, New York (2000).
- [Marquardt 1963] Marquardt D., An algorithm for least squares estimation of nonlinear parameters, *SIAM J. Appl. Math.*, **11**, 431–441 (1963).
- [METTI 2001] *Métrologie Thermique et Techniques Inverses*, École d’hiver, 25-30 janvier 1999, vol. 1 : cours et vol. 2 : ateliers, Presses universitaires de Perpignan (2001).
- [METTI 2010] Groupe Métrologie Thermique et Techniques Inverses, *Journée d’étude SFT : caractérisation thermique et échelle d’observation* (2010).
-

- [Meyerott 1960] Meyerott R.E., Sokoloff J., Nicholls R.W., Geophysical Research Paper 68 GRD-TR-60-277 (1960).
- [Mishra 2007] Mishra S.C., Roy H.K., Solving transient conduction and radiation heat transfer problems using the lattice Boltzmann method and the finite volume method, *J. Comput. Phys.*, **223**, 89–107 (2007).
- [Modest 1993] Modest M.F., *Radiative heat transfer*, McGraw-Hill, New York (1993).
- [Niezgoda 2009] Niezgoda M., Modélisation de la méthode flash utilisée pour caractériser la diffusivité thermique de matériaux semi-transparents, Thèse de master, INPL Nancy (2009).
- [Niezgoda 2011] Niezgoda M., Rochais D., Enguehard F., Echegut P., Rousseau B., Modeling of time-resolved coupled radiative and conductive heat transfer in multilayer semitransparent materials up to very high temperatures, *Appl. Phys. Lett.*, **99**, 224101 (2011).
- [Niezgoda 2012] Niezgoda M., Rochais D., Enguehard F., Rousseau B., Echegut P., Modeling heat transfer within porous multiconstituent materials, *J. Physics : Conference Series*, Eurotherm Conference No. 95 : Computational Thermal Radiation in Participating Media IV 18–20 April 2012, **306**, 012001 (2012).
- [O’Leary 1996] O’Leary D.P., *Linear and nonlinear conjugate gradient-related methods*, Conjugate gradient and related KMP algorithms : the beginnings, AMS-SIAM (1996).
- [Parker 1961] Parker W.J., Jenkins R.J., Butler C.P., Abbott G.L., Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity and thermal conductivity, *J. Appl. Phys.*, **32**, 1679-1684 (1961).
- [Parthasarathy 1996] Parthasarathy G., Chai J.C., Patankar S.V., Simple approach to non gray gas modeling, *Num. Heat Transfer Part B. Fundamentals* (1996).
- [Patch 1967] Patch R.W., Effective absorption coefficients for radiant energy transport in nongrey, nonscattering gases, *J. Quant. Spectrosc. Radiative Transfer*, **7**, 611-637 (1967).
- [Petrasch 2007] Petrasch J., Wyss P., Steinfeld A., Tomography-based Monte Carlo determination of radiative properties of reticulate porous ceramics, *J. Quant. Spectrosc. Radiative Transfer*, **105**, 180–197 (2007).
- [Petrasch 2008] Petrasch J., Schrader B., Wyss P., Steinfeld A., Tomography-based determination of the effective thermal conductivity of fluid-saturated reticulate porous ceramics, *J. Heat Transfer*, **130** (2008).
- [Petrasch 2008] Petrasch J., Wyss P., Stämpfli R., Steinfeld A., Tomography-based multiscale analyses of the 3D geometrical morphology of reticulated porous ceramics, *J. Am. Ceram. Society*, **91** [8], 2659–2665 (2008).
- [Ping 1989] Ping T.H., Lallemand M., Transient radiative-conductive heat transfer in flat glasses submitted to temperature, flux and mixed boundary conditions, *Int. J. Heat Mass Transfer*, **32** [5], 795–810 (1989).

- [Rochais 2005] Rochais D., Domingues G., Enguehard F., Numerical simulation of thermal conduction and diffusion through nanoporous superinsulating materials, In *Proceedings of 17th Eur. Conf. Thermophysical Properties* [111], Bratislava (2005).
- [Rochais 2006] Rochais D., Domingues G., Enguehard F., Transferts thermiques dans les isolants microporeux, *Chocs*, **33** [6], 37–43 (2006).
- [Rousseau 2007] Rousseau B., de Sousa Meneses D., Echegut P., di Michiel M., Thovert J.F., Prediction of the thermal radiative properties of an x-ray μ -tomographed porous silica glass, *App. Opt.*, **46** [20], 4266–4276 (2007).
- [Rousseau 2007] Rousseau B., Canizares A., de Sousa Meneses D., Matzen G., Echegut P., di Michiel M., Thovert J.F., Direct simulation of the high temperature optical behaviour of a porous medium based on a CT image, *Colloids Surf A : Physico-Chem. Eng. Asp.*, **300**, 162–168 (2007).
- [Rousseau 2007] Rousseau B., di Michiel M., Canizares A., de Sousa Meneses D., Echegut P., Thovert J.F., Temperature effect (300–1500K) on the infrared photon transport inside an X-ray microtomographic reconstructed porous silica glass, *J. Quant. Spectrosc. Radiative Transfer*, **104**, 257–265 (2007).
- [Rousseau 2011] Rousseau B., de Sousa Meneses D., Echegut P., Thovert J.F., Textural parameters influencing the radiative properties of a semitransparent porous media, *Int. J. Thermal Sci.*, **50** [2], 178–186 (2011).
- [Rozenbaum 1999] Rozenbaum O., Étude de l’influence de la texture sur l’émissivité spectrale de matériaux poreux semi-transparents à haute température, Thèse de doctorat, Université d’Orléans (1999).
- [Rozenbaum 1999] Rozenbaum O., de Sousa Meneses D., Auger Y., Chermanne S., Echegut P., A spectroscopic method to measure the spectral emissivity of semi-transparent materials up to high temperature, *Rev. Sci. Instrum.*, **70**, 4020 (1999).
- [Russell 1935] Russell H.W., Principles of heat flow in porous insulators, *J. Am. Ceram. Society*, **18**, 1–5 (1935).
- [Saadatfar 2004] Saadatfar M., Arns C.H., Knackstedt M.A., Senden T., Mechanical and transport properties of polymeric foams derived from 3D images, *Colloids Surf A : Physico-Chem. Eng. Asp.*, **263** [1–3], 284–289 (2004).
- [Sadooghi 2005] Sadooghi P., Transient coupled radiative and conductive heat transfer in a semitransparent layer of ceramic, *J. Quant. Spectrosc. Radiative Transfer*, **92**, 403–416 (2005).
- [Sampson 1965] Sampson D.H., Choice of an appropriate mean absorption coefficient for use in the general grey gas equations, *J. Quant. Spectrosc. Radiative Transfer*, **7**, 211–225 (1965).
- [Schuster 1905] Schuster A., Radiation through a foggy atmosphere, *J. Astrophys.*, **21**, 1–22 (1905).

- [Sheppard 2001] Sheppard R.G., Mathes D.M., Bray D.J., Properties and characteristics of graphite for industrial applications, *POCO Graphite, Inc.*, www.poco.com (2001).
- [Siewert 1995] Siewert C.E., An improved iterative method for solving a class of coupled conductive-radiative heat-transfer problems, *J. Quant. Spectrosc. Radiative Transfer*, **54** [4], 599–605 (1995).
- [Siegel 2001] Siegel R., Howell J.R., *Thermal radiation heat transfer*, Taylor and Francis, London (2001).
- [Singh 2004] Singh R., Kasana H.S., Computational aspects of effective thermal conductivity of highly porous metal foams, *Appl. Therm. Eng.*, **24**, 1841–1849 (2004).
- [Spagnol 2007] Spagnol S., Transferts conductifs dans des aérogels de silice, du milieu nanoporeux autosimilaire aux empilements granulaires, Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse (2007).
- [Stehfest 1970] Stehfest H., Algorithm 368 : Numerical inversion of Laplace transforms [D5], *Commun. ACM*, **13** [1], 47–49 (1970).
- [Taine 2010] Taine J., Bellet F., Leroy V., Iacona E., Generalized radiative transfer equation for porous medium upscaling : application to the radiative Fourier law, *Int. J. Heat Mass Transfer*, **53** [19–20], 4071–4081 (2010).
- [Tan 2002] Tan H.P., Luo J.F., Xia X.L., Transient coupled radiation and conduction in a three-layer composite with semitransparent specular interfaces and surfaces, *ASME J. Heat Transfer*, **124**, 470–481 (2002).
- [Tan 2003] Tan H.P., Luo J.F., Ruan L.M., Yu Q.Z., Transient coupled heat transfer in a multi-layer composite with opaque specular surfaces and semitransparent specular interfaces, *Int. J. Therm. Sci.*, **42**, 209–222 (2003).
- [Toru 2011] Toru D., Étude d’un super isolant par méthode flash : métrologie et caractérisation, Thèse de master, Université François Rabelais de Tours (2011).
- [Trovalet 2011] Trovalet L., Résolution numérique des transferts par rayonnement et conduction au sein d’un milieu semi-transparent pour une géométrie 3D de forme complexe, Thèse de doctorat, Université Henri Poincaré de Nancy (2011).
- [Trovalet 2011] Trovalet L., Jeandel G., Coelho P.J., Asllanaj F., Modified finite-volume method based on a cell vertex scheme for the solution of radiative transfer problems in complex 3D geometries, *J. Quant. Spectrosc. Radiative Transfer*, **112** [17], 2661–2675 (2011).
- [Van der Vorst 1992] Van der Vorst H.A., Bi-CGSTAB : A fast and smoothly converging variant of Bi-CG for the solution of nonsymmetric linear systems, *SIAM J. Scient. Stat. Computing*, **13** [2], 631–644 (1992).
- [Varady 2002] Varady M.J., Fedorov A.G., Combined radiation and conduction in glass foams, *J. Heat Transfer*, **124**, 1103–1109 (2002).

- [Vicente 2006] Vicente J. et al., Thermal conductivity of metallic foam : simulation on real x-ray tomographed porous medium and photothermal experiments, In *Proceedings of 13th Int. Heat Transfer Conf.*, Sydney (2006).
- [Vivet 2011] Vivet N., Chupin S., Estrade E., Piquero T., Pommier P.L., Rochais D., Bruneton E., 3D Microstructural characterization of a SOFC anode reconstructed by FIB tomography, *J. Power Sources*, **196** [18], 7541–7549 (2011).
- [Vivet 2011] Vivet N., Chupin S., Estrade E., Richard A., Bonnamy S., Rochais D., Bruneton E., Effect of Ni content in SOFC Ni-YSZ cermets : A three-dimensional study by FIB-SEM tomography, *J. Power Sources*, **196**, 9989–9997 (2011).
- [Wang J.F. 2008] Wang J.F., Carson J.K., Willix J., North M.F., Cleland D.J., A symmetric and interconnected skelteton structural (SISS) model for predicting thermal and electrical conductivity and Young’s modulus of porous foams, *Acta Mater.*, **56**, 5138–5146 (2008).
- [Wang M. 2008] Wang M., Pan N., Modeling and prediction of the effective thermal conductivity of random open-cell porous foams, *Int. J. Heat Mass Transfer*, **51** [5–6], 1325–1331 (2008).
- [Wang 2002] Wang P.Y., Cheng H.E., Tan H.P., Transient thermal analysis of semitransparent composite layer with an opaque boundary, *Int. J. Heat Mass Transfer*, **45**, 425–440 (2002).
- [Wellele 2006] Wellele O., Orlande H.R.B., Ruperti Jr. N., Colaço M.J., Delmas A., Coupled conduction-radiation in semi-transparent materials at high temperatures, *J. Phys. Chem. Sol.*, **67**, 2230–2240 (2006).
- [Zeghondy 2006] Zeghondy B., Iacona E., Taine J., Determination of the anisotropic radiative properties of a porous material by radiative distribution function identification (RDFI), *Int. J. Heat Mass Transfer*, **49**, 2810–2819 (2006).
- [Zhao 2004] Zhao C.Y., Lu T.J., Hodson H.P., Thermal radiation in ultralight metal foams with open cells, *Int. J. Heat Mass Transfer*, **47** [14–16], 2927–2939 (2004).
- [Zhao 2008] Zhao C.Y., Tassou S.A., Lu T.J., Analytical considerations of thermal radiation in cellular metal foams with open cells, *Int. J. Heat Mass Transfer*, **51** [14–16], 929–940 (2008).
- [Zhao 2007] Zhao J.M., Liu L.H., Spectral element approach for coupled radiative and conductive heat transfer in semitransparent medium, *ASME J. Heat Transfer*, **129**, 1417–1424 (2007).
- [Zhao 2009] Zhao S.Y., Zhang B.M., Du S.Y., An inverse analysis to determine conductive and radiative properties of a fibrous medium, *J. Quant. Spectrosc. Radiative Transfer*, **110**, 1111–1123 (2009).

Mathieu NIEZGODA

Modélisation du transfert thermique au sein de matériaux poreux multiconstituants

Résumé :

Le CEA travaille sur des matériaux poreux – alvéolaires, composites, céramiques, etc. – et cherche à optimiser leurs propriétés pour des utilisations spécifiques. Ces matériaux, souvent composés de plusieurs constituants, ont en général une structure complexe avec une taille de pores de quelques dizaines de microns. Ils sont mis en œuvre dans des systèmes de grande échelle, supérieure à leurs propres échelles caractéristiques, dans lesquels on les considère comme équivalents à des milieux homogènes, sans prendre en compte sa microstructure locale, pour simuler leur comportement dans leur environnement d'utilisation. Nous nous intéressons donc à la caractérisation des propriétés thermiques effectives de matériaux à microstructure hétérogène en cherchant à déterminer par méthode inverse en fonction de la température la diffusivité thermique qu'ils auraient s'ils étaient homogènes.

L'identification de la diffusivité de matériaux poreux et/ou semi-transparents est rendue difficile par le couplage conducto-radiatif fort qui peut se développer rapidement dans ces milieux avec une augmentation de la température. Nous avons donc modélisé le transfert de chaleur couplé conducto-radiatif en fonction de la température au sein de matériaux poreux multiconstituants à partir de leur microstructure numérisée en voxels. Notre démarche consiste à nous appuyer sur la microstructure 3D obtenue par tomographie. Ces microstructures servent de support numérique à cette modélisation qui permet d'une part de simuler tout type d'expériences thermiques numériques – en particulier la méthode flash dont les résultats nous permettent de déduire la diffusivité thermique –, et d'autre part de reproduire le comportement thermique de ces échantillons dans leur condition d'utilisation.

Mots clés : modélisation, transferts thermiques, milieux poreux, milieux semi-transparents, couplage conduction rayonnement, microstructure numérique 3D, voxels, méthode flash, plaque chaude gardée

Modeling of heat transfer within porous multiconstituent materials

Abstract :

The CEA works a great deal with porous materials – carbon composites, ceramics – and aims to optimize their properties for specific uses. These materials can be composed of several constituents and generally has a complex structure with pore size of several tens of micrometers. It is used in large-scale systems that are bigger than its own characteristic scale in which they are considered as equivalent to a homogeneous medium for the simulation of its behavior in its using environment without taking into account its local morphology. We are especially interested in the effective thermal diffusivity of heterogeneous materials that we estimate as a function of temperature with the help of an inverse method by considering they are homogeneous.

The identification of the diffusivity of porous and/or semitransparent materials is made difficult because of the strong conducto-radiative coupling can quickly occur when the temperature increases. We have thus modeled the coupled conductive and radiative heat transfer as a function of the temperature within porous multiconstituent materials from their morphology discretized into a set of homogeneous voxels. We have developed a methodology that consists in starting from a 3D-microstructure of the studied materials obtained by tomography. The microstructures constitute the numerical support to this modeling that renders it possible, on the one hand, to simulate any kind of numerical thermal experiments, especially the flash method whose the results render it possible to estimate the thermal diffusivity, and on the other hand, to reproduce the thermal behavior of our materials in their using conditions.

Keywords: modeling, heat transfer, porous media, semitransparent media, conduction radiation coupling, 3D numerical microstructure, voxels, flash method, hot guarded plate