



**HAL**  
open science

# Modélisation du couplage conduction/rayonnement dans les systèmes de protection thermique soumis à de très hauts niveaux de températures

Sébastien Le Foll

► **To cite this version:**

Sébastien Le Foll. Modélisation du couplage conduction/rayonnement dans les systèmes de protection thermique soumis à de très hauts niveaux de températures. Thermique [physics.class-ph]. INSA de Lyon, 2014. Français. NNT: 2014ISAL0079 . tel-01149919

**HAL Id: tel-01149919**

**<https://theses.hal.science/tel-01149919>**

Submitted on 7 May 2015

**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.

**THESE**

présentée devant

**L'INSTITUT NATIONAL DES SCIENCES APPLIQUEES DE LYON**

pour obtenir

**LE GRADE DE DOCTEUR**

Formation doctorale : **THERMIQUE ET ENERGETIQUE**

Ecole Doctorale des Sciences pour l'Ingénieur de Lyon : **MEGA**  
(Mécanique, Energétique, Génie Civil, Acoustique)

par

**Sébastien LE FOLL**

Master Génie des Systèmes Thermiques de l'Université de Pau et des Pays de l'Adour

**MODELISATION DU COUPLAGE CONDUCTION/RAYONNEMENT  
DANS LES SYSTEMES DE PROTECTION THERMIQUE SOUMIS A  
DE TRES HAUTS NIVEAUX DE TEMPERATURES**

Soutenue le 11 septembre 2014 devant la commission d'examen

Jury :

|                       |                                    |                     |
|-----------------------|------------------------------------|---------------------|
| M. Jean-Luc BATTAGLIA | Université de Bordeaux, TREFLE     | Président           |
| M. Pascal BOULET      | Université de Lorraine, LEMTA      | Rapporteur          |
| M. Philippe LE MASSON | Université de Bretagne Sud, LIMATB | Rapporteur          |
| Mme. Agnès DELMAS     | INSA de Lyon, CETHIL               | Directrice de thèse |
| M. Frédéric ANDRE     | CNRS, CETHIL                       | Co-directeur        |
| M Jacques JAY         | INSA de Lyon, CETHIL               |                     |
| M. Yvan ASPA          | AIRBUS DEFENCE & SPACE             |                     |
| M. Jean-Marc BOUILLY  | AIRBUS DEFENCE & SPACE             |                     |

Cette thèse a été préparée au Centre d'Energétique et de Thermique de Lyon (CETHIL)



INSA Direction de la Recherche - Ecoles Doctorales – Quinquennal 2011-2015

| SIGLE            | ECOLE DOCTORALE  | NOM ET COORDONNEES DU RESPONSABLE   |
|------------------|--|---|
| <b>CHIMIE</b>    | <b>CHIMIE DE LYON</b><br><a href="http://www.edchimie-lyon.fr">http://www.edchimie-lyon.fr</a><br><br>Sec :Renée EL MELHEM<br>Bat Blaise Pascal<br>3° etage<br>Insa : R. GOURDON   | <b>M. Jean Marc LANCELIN</b><br>Université de Lyon – Collège Doctoral<br>Bât ESCPE<br>43 bd du 11 novembre 1918<br>69622 VILLEURBANNE Cedex<br>Tél : 04.72.43 13 95<br><a href="mailto:directeur@edchimie-lyon.fr">directeur@edchimie-lyon.fr</a>   |
| <b>E.E.A.</b>    | <b>ELECTRONIQUE, ELECTROTECHNIQUE, AUTOMATIQUE</b><br><a href="http://edeaa.ec-lyon.fr">http://edeaa.ec-lyon.fr</a><br><br>Secrétariat : M.C. HAVGOUDOUKIAN<br><a href="mailto:eea@ec-lyon.fr">eea@ec-lyon.fr</a>  | <b>M. Gérard SCORLETTI</b><br>Ecole Centrale de Lyon<br>36 avenue Guy de Collongue<br>69134 ECULLY<br>Tél : 04.72.18 60.97 Fax : 04 78 43 37 17<br><a href="mailto:Gerard.scorletti@ec-lyon.fr">Gerard.scorletti@ec-lyon.fr</a>   |
| <b>E2M2</b>      | <b>EVOLUTION, ECOSYSTEME, MICROBIOLOGIE, DOMELISATION</b><br><a href="http://e2m2.universite-lyon.fr">http://e2m2.universite-lyon.fr</a><br><br>Insa : H. CHARLES  | <b>Mme Gudrun BORNETTE</b><br>CNRS UMR 5023 LEHNA<br>Université Claude Bernard Lyon 1<br>Bât Forel<br>43 bd du 11 novembre 1918<br>69622 VILLEURBANNE Cédex<br>Tél : 06.07.53.89.13<br><a href="mailto:e2m2@univ-lyon1.fr">e2m2@univ-lyon1.fr</a>   |
| <b>EDISS</b>     | <b>INTERDISCIPLINAIRE SCIENCES-SANTE</b><br><a href="http://www.ediss-lyon.fr">http://www.ediss-lyon.fr</a><br><br>Sec :<br>Insa : M. LAGARDE  | <b>Mme Emmanuelle CANET-SOULAS</b><br>INSERM U1060, CarMeN lab, Univ. Lyon 1<br>Bâtiment IMBL<br>11 avenue Jean Capelle INSA de Lyon<br>696621 Villeurbanne<br>Tél : 04.72.68.49.09 Fax :04 72 68 49 16<br><a href="mailto:Emmanuelle.canet@univ-lyon1.fr">Emmanuelle.canet@univ-lyon1.fr</a> |
| <b>INFOMATHS</b> | <b>INFORMATIQUE ET MATHEMATIQUES</b><br><a href="http://infomaths.univ-lyon1.fr">http://infomaths.univ-lyon1.fr</a><br><br>Sec :Renée EL MELHEM<br>Bat Blaise Pascal<br>3° etage<br><a href="mailto:infomaths@univ-lyon1.fr">infomaths@univ-lyon1.fr</a>                           | <b>Mme Sylvie CALABRETTO</b><br>LIRIS – INSA de Lyon<br>Bat Blaise Pascal<br>7 avenue Jean Capelle<br>69622 VILLEURBANNE Cedex<br>Tél : 04.72. 43. 80. 46 Fax 04 72 43 16 87<br><a href="mailto:Sylvie.calabretto@insa-lyon.fr">Sylvie.calabretto@insa-lyon.fr</a>                            |
| <b>Matériaux</b> | <b>MATERIAUX DE LYON</b><br><a href="http://ed34.universite-lyon.fr">http://ed34.universite-lyon.fr</a><br><br>Secrétariat : M. LABOUNE<br>PM : 71.70 –Fax : 87.12<br>Bat. Saint Exupéry<br><a href="mailto:Ed.materiaux@insa-lyon.fr">Ed.materiaux@insa-lyon.fr</a>               | <b>M. Jean-Yves BUFFIERE</b><br>INSA de Lyon<br>MATEIS<br>Bâtiment Saint Exupéry<br>7 avenue Jean Capelle<br>69621 VILLEURBANNE Cedex<br>Tél : 04.72.43 83 18 Fax 04 72 43 85 28<br><a href="mailto:Jean-yves.buffiere@insa-lyon.fr">Jean-yves.buffiere@insa-lyon.fr</a>                      |
| <b>MEGA</b>      | <b>MECANIQUE, ENERGETIQUE, GENIE CIVIL, ACOUSTIQUE</b><br><a href="http://mega.universite-lyon.fr">http://mega.universite-lyon.fr</a><br><br>Secrétariat : M. LABOUNE<br>PM : 71.70 –Fax : 87.12<br>Bat. Saint Exupéry<br><a href="mailto:mega@insa-lyon.fr">mega@insa-lyon.fr</a> | <b>M. Philippe BOISSE</b><br>INSA de Lyon<br>Laboratoire LAMCOS<br>Bâtiment Jacquard<br>25 bis avenue Jean Capelle<br>69621 VILLEURBANNE Cedex<br>Tél :04.72 .43.71.70 Fax : 04 72 43 72 37<br><a href="mailto:Philippe.boisse@insa-lyon.fr">Philippe.boisse@insa-lyon.fr</a>                 |
| <b>ScSo</b>      | <b>ScSo*</b><br><a href="http://recherche.univ-lyon2.fr/scso/">http://recherche.univ-lyon2.fr/scso/</a><br><br>Sec : Viviane POLSINELLI<br>Brigitte DUBOIS<br>Insa : J.Y. TOUSSAINT  | <b>M. OBADIA Lionel</b><br>Université Lyon 2<br>86 rue Pasteur<br>69365 LYON Cedex 07<br>Tél : 04.78.77.23.86 Fax : 04.37.28.04.48<br><a href="mailto:Lionel.Obadia@univ-lyon2.fr">Lionel.Obadia@univ-lyon2.fr</a>  |

\*ScSo : Histoire, Géographie, Aménagement, Urbanisme, Archéologie, Science politique, Sociologie, Anthropologie



## Résumé

Les travaux présentés dans cette thèse CIFRE financée par AIRBUS Defence & Space s'intègrent dans une problématique de développement de nouveaux Systèmes de Protection Thermique (TPS) pour l'entrée atmosphérique. Ils se focalisent sur l'étude du transfert radiatif dans la zone d'ablation du TPS et son couplage avec le transfert conductif au travers de la matrice fibreuse de faible densité. Pour réaliser cette étude, il a été nécessaire d'évaluer les propriétés thermiques de ces matériaux, notamment les propriétés radiatives qui, contrairement aux conductivités thermiques, demeurent mal connues. La première étape de cette étude a donc visé à caractériser les propriétés optiques et radiatives de certains matériaux fournis par AIRBUS Defence & Space et par le CREE Saint-Gobain. Pour réaliser ces caractérisations, nous avons développé une méthode originale d'identification des propriétés radiatives basée sur des mesures de l'émission propre. Les spectres d'émission à haute température, réalisés sur des échantillons en fibre de silice ou en feutre de carbone nécessaires à l'identification, sont obtenus sur un banc de spectrométrie FTIR développé lors de ces travaux. Les échantillons sont chauffés à haute température à l'aide d'un laser CO<sub>2</sub> et un montage optique permet de choisir entre la mesure du flux émis par l'échantillon ou un corps noir servant à l'étalonnage du banc. L'identification des propriétés repose sur la modélisation des facteurs de distribution du rayonnement calculés à l'aide d'une méthode de lancer de rayons Monte Carlo utilisant la théorie de Mie pour un cylindre infini pour le calcul des propriétés radiatives. Les températures identifiées sont comparées aux températures mesurées par pyrométrie au point de Christiansen dans le cas de la silice et montrent un bon accord avec ces dernières. Enfin la dernière partie de ce document est consacrée au couplage conduction-rayonnement dans ce type de milieu. Les échantillons ayant une très forte extinction, le modèle utilisé repose sur la définition d'une conductivité équivalente de Rosseland pour traiter les transferts radiatifs volumiques et ainsi simuler les champs de température au sein des échantillons dans les conditions de chauffage utilisées lors de l'identification.

### Confidentiel : informations relatives au matériau AIRBUS defence & space

Dans le cas de la silice, cependant, les températures prédites par le modèle utilisant la conductivité équivalente de Rosseland, sont nettement supérieures à celles obtenues par identification ou par pyrométrie au point de Christiansen. Le fait que la conductivité équivalente de Rosseland ne fasse pas la distinction entre une forte extinction due à la diffusion ou à l'absorption est probablement la cause de cette différence. Enfin, le facteur d'émission étant fortement dépendant du champ de température il est difficile de l'utiliser pour calculer l'émissivité de l'échantillon.

**Mots clés :** équation du transfert radiatif, hautes températures, émissions propres, spectrométrie FTIR, identification des propriétés radiatives et du champ de température, carbone, silice, couplage conduction-rayonnement.



# Sommaire

|  |            |
|--|------------|
| <b>INTRODUCTION.....</b>   | <b>13</b>  |
| <b>1. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE .....</b>  | <b>21</b>  |
| 1.1. TRANSFERT DE CHALEUR DANS LES SYSTÈMES DE PROTECTION THERMIQUE .....  | 21         |
| 1.2. EQUATION DU TRANSFERT RADIATIF .....  | 23         |
| 1.3. MÉTHODES DE RÉOLUTION DE L'ETR ET D'IDENTIFICATION DES PROPRIÉTÉS OPTIQUES ET RADIATIVES .....                    | 27         |
| <b>2. IDENTIFICATION DES PROPRIÉTÉS RADIATIVES ET DU CHAMP DE TEMPÉRATURE DE MILIEUX SEMI-TRANSPARENTS .....</b>       | <b>35</b>  |
| 2.1 MODÉLISATION DU FACTEUR D'ÉMISSION .....   | 36         |
| 2.2 CALCULS DES PROPRIÉTÉS OPTIQUES ET RADIATIVES .....  | 42         |
| 2.3 MODÈLE SIMPLIFIÉ BASÉ SUR LES ANALYSES DE SENSIBILITÉS .....   | 44         |
| 2.4 ALGORITHME D'OPTIMISATION POUR L'IDENTIFICATION.....   | 47         |
| <b>3. MONTAGE EXPÉRIMENTAL : BANC SPECTROMÉTRIQUE DE MESURE D'ÉMISSION HAUTE TEMPÉRATURE .....</b>                     | <b>53</b>  |
| 3.1 BANC SPECTROMÉTRIQUE DE MESURE D'ÉMISSION HAUTE TEMPÉRATURE .....  | 53         |
| 3.2 PROTOCOLE D'ÉTALONNAGE.....  | 60         |
| <b>4. APPLICATION DE LA MÉTHODE AUX FEUTRES DE CARBONE .....</b>   | <b>71</b>  |
| 4.1 CHAUFFAGE EN CONFIGURATION SYMÉTRIQUE .....  | 72         |
| 4.2 CHAUFFAGE EN CONFIGURATION ASYMÉTRIQUE .....   | 76         |
| <b>5. VALIDATION DE LA MÉTHODE SUR DES MATÉRIAUX À BASE DE FIBRES DE SILICE.....</b>                                   | <b>83</b>  |
| 5.1 PYROMÉTRIE AU POINT DE CHRISTIANSEN .....  | 84         |
| 5.2 CONFIGURATION DE CHAUFFAGE SYMÉTRIQUE .....  | 84         |
| 5.3 CONFIGURATION DE CHAUFFAGE ASYMÉTRIQUE.....  | 90         |
| <b>6. COUPLAGE CONDUCTION-RAYONNEMENT.....</b>   | <b>99</b>  |
| 6.1 DÉFINITION DU PROBLÈME DE COUPLAGE CONDUCTION - RAYONNEMENT .....  | 99         |
| 6.2 PRÉDICTIONS DU CHAMP DE TEMPÉRATURE .....  | 102        |
| <b>CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES.....</b>  | <b>111</b> |
| <b>RÉFÉRENCES.....</b>   | <b>117</b> |
| <b>LISTE DES FIGURES.....</b>  | <b>123</b> |
| <b>LISTE DES TABLES.....</b>   | <b>127</b> |
| <b>ANNEXE 1. THÉORIE DE MIE POUR UN CYLINDRE INFINI.....</b>   | <b>131</b> |
| <b>ANNEXE 2. ALGORITHME GÉNÉTIQUE.....</b>   | <b>137</b> |
| <b>ANNEXE 3. INTERFÉROGRAMME D'UNE SOURCE POLYCHROMATIQUE</b>  | <b>141</b> |
| <b>ANNEXE 4. CONDUCTIVITÉ ÉQUIVALENTE DE ROSSELAND.....</b>  | <b>145</b> |
| <b>ANNEXE 5. MODÈLE IMPLICITE À DIRECTIONS ALTERNÉES DE DOUGLAS POUR LA RÉOLUTION DE L'ÉQUATION DE LA CHALEUR.....</b> | <b>147</b> |





## Nomenclature

### Nomenclature

|                   |  |
|-------------------|--|
| A                 | Surface du détecteur [ $m^2$ ]                                 |
| B                 | Luminance du corp noir [ $W.m^{-2}.\mu m^{-1}.sr^{-1}$ ]       |
| C                 | Section (d'extinction/de diffusion) [ $m^2$ ]                  |
| $c_0$             | Vitesse de propagation des ondes [ $m.s^{-1}$ ]                |
| $c_p$             | Capacité calorifique [ $kJ.kg^{-1}.K^{-1}$ ]                   |
| $D^{sj}$          | Facteur de distribution du rayonnement                         |
| e                 | Charge d'un électron [ $F.m^{-1}$ ]                            |
| $\epsilon$        | Constante diélectrique   |
| $\epsilon_\infty$ | Contribution électronique                                      |
| F                 | Facteur d'émission   |
| FWHM              | Largeur à mi-hauteur   |
| $f_1$             | Facteur de rétrodiffusion                                      |
| $f_2$             | Facteur d'asymétrie  |
| $f_v$             | Fraction volumique [%]   |
| g                 | Paramètre d'asymétrie  |
| $g_c$             | Partie réelle de la fonction diélectrique                      |
| $g_{ci}$          | Partie imaginaire de la fonction diélectrique                  |
| H                 | Fonction d'appareil [ $m^2.\mu m.sr.W^{-1}$ ]                  |
| $h_p$             | Constante de Planck [ $J.s$ ]                                  |
| I                 | Luminance [ $W.m^{-2}.\mu m^{-1}.sr^{-1}$ ]                    |
| k                 | Partie imaginaire de l'indice de réfraction                    |
| $k_B$             | Constante Boltzmann [ $J.K^{-1}$ ]                             |
| $k_e$             | Conductivité thermique effective [ $W.m^{-1}.K^{-1}$ ]         |
| $k_p$             | Conductivité phonique [ $W.m^{-1}.K^{-1}$ ]                    |
| $k_R$             | Conductivité équivalente de Rosseland [ $W.m^{-1}.K^{-1}$ ]    |
| L                 | Longueur [m]   |
| M                 | Amplitude de l'oscillateur                                     |
| m                 | Indice de réfraction complexe                                  |
| $m_e$             | Masse d'un électron [kg]                                       |
| $N_e$             | Densité du nombre d'électron [ $\#.m^{-3}$ ]                   |
| n                 | Partie réelle de l'indice de réfraction                        |
| P                 | Fonction de phase cumulée                                      |
| p                 | Fonction de distribution                                       |
| Q                 | Efficacité (d'extinction/de diffusion)                         |
| <b>q</b>          | Vecteur flux radiatif [ $W.m^{-2}$ ]                           |
| R                 | Rayon [m]  |
| $S_{11}$          | 1 <sup>er</sup> élément de la matrice d'amplitude de diffusion |
| <b>s</b>          | Coordonnées spatiales (x,y,z)                                  |
| T                 | Température [K]  |
| <b>u</b>          | Direction  |
| $w_i$             | Coefficient de poids   |
| x                 | Facteur de taille  |
| Y                 | Luminance mesurée [ $W.m^{-2}.\mu m^{-1}.sr^{-1}$ ]            |

### Symboles grecs

|               |   |
|---------------|---|
| $\beta$       | Coefficient d'extinction [ $m^{-1}$ ]               |
| $\bar{\beta}$ | Coefficient d'extinction moyen [ $m^{-1}$ ]         |
| $\Delta t$    | Pas de temps [s]                                    |
| $\Delta z$    | Pas d'espace [m]                                    |
| $\epsilon$    | Emissivité  |
| $\Phi$        | Angle d'incidence [rad]                             |
| $\theta$      | Angle de diffusion [rad]                            |
| $\gamma$      | Amortissement [ $rad.s^{-1}$ ]                      |
| $\kappa$      | Coefficient d'absorption [ $m^{-1}$ ]               |
| $\lambda$     | Longueur d'onde [ $\mu m$ ]                         |
| $\mu$         | Cosinus de $\theta$                                 |
| $\nu$         | Nombre d'onde [ $cm^{-1}$ ]                         |
| $\nu_0$       | Position de la Gaussienne [ $cm^{-1}$ ]             |
| $\Omega$      | Angle solide [sr]                                   |
| $\omega$      | Azimut [rad]  |
| $\omega_a$    | Fréquence angulaire [ $rad.s^{-1}$ ]                |
| $\omega_p$    | Fréquence plasma [ $rad.s^{-1}$ ]                   |
| $\omega_r$    | Fréquence de résonance [ $rad.s^{-1}$ ]             |
| $\rho$        | Masse volumique [ $kg.m^{-3}$ ]                     |
| $\sigma$      | Coefficient de diffusion [ $m^{-1}$ ]               |
| $\sigma_s$    | Constante de Stefan-Boltzmann [ $W.m^{-2}.K^{-4}$ ] |
| $\xi$         | Angle polaire [rad]                                 |

### Indices

|     |                      |
|-----|----------------------|
| ext | Extinction           |
| fr  | Electron libre       |
| f   | Fibre                |
| fi  | Plan fixe            |
| HG  | Heney-Greenstein     |
| i   | Incident             |
| j   | Nombre d'oscillateur |
| N   | Nicolau              |
| v   | Spectral             |
| s   | diffusé              |
| sca | Diffusion            |

### Exposants

|     |             |
|-----|-------------|
| CN  | Corps noir  |
| Ech | Echantillon |
| max | Maximum     |
| min | Minimum     |



# Introduction



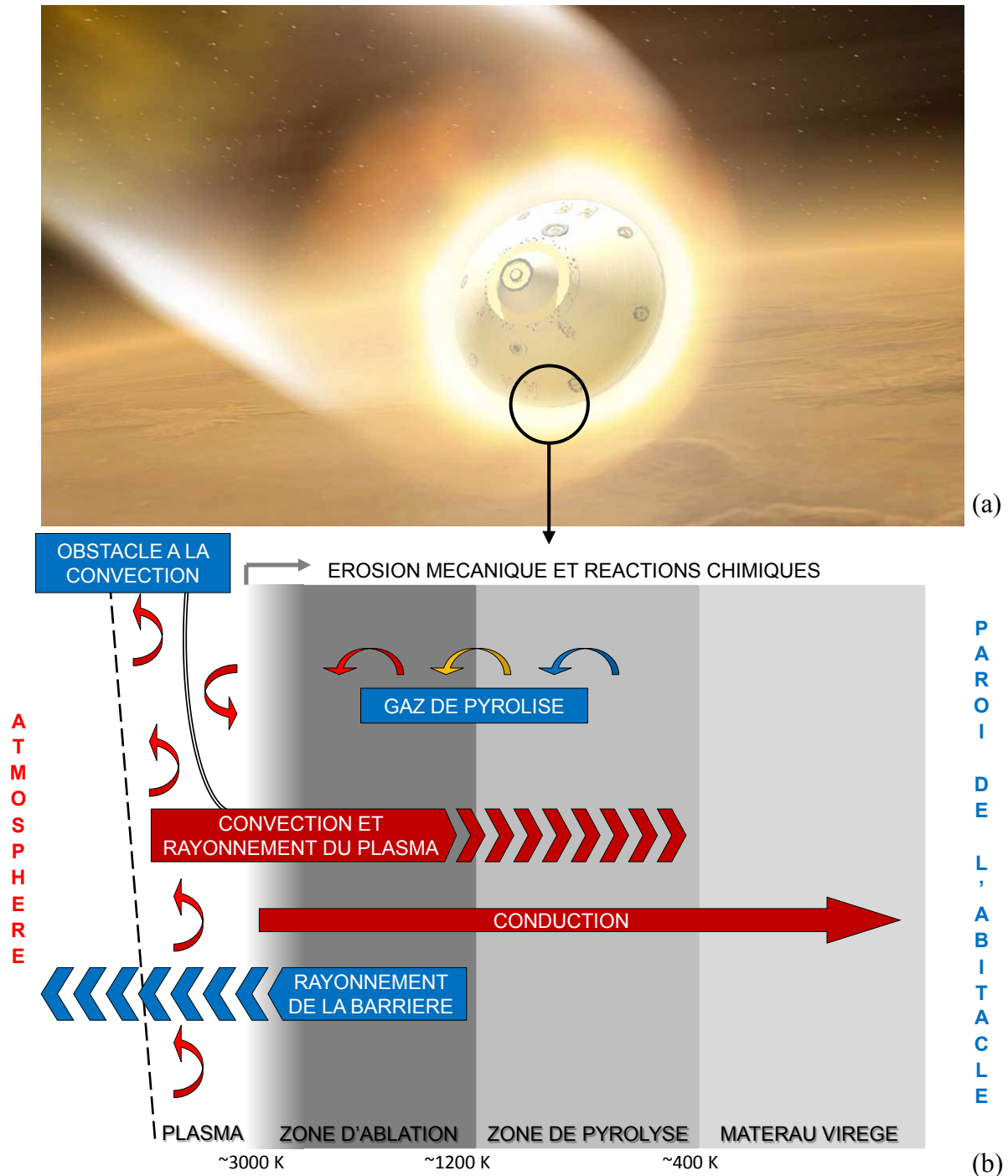
## Introduction

Les travaux présentés dans cette thèse CIFRE financée par AIRBUS defence & space s'intègrent dans une problématique de développement de nouveaux Systèmes de Protection Thermique (TPS, Thermal Protection System dans la littérature anglo-saxonne, ce terme a été retenu ici compte tenu de son usage classique) pour l'entrée atmosphérique d'engins spatiaux. Ils font partis d'un projet de recherche plus global visant à mieux connaître les mécanismes physico-chimique dans les TPS destinés à protéger les véhicules spatiaux lors de la rentrée atmosphérique. Le but final recherché par l'industriel est la minimisation des coûts de lancement (ou l'augmentation de la charge utile) et donc du poids du TPS. Cela passe par une optimisation des matériaux utilisés dans les TPS, de leur architecture et de leurs propriétés.

Lors d'une entrée atmosphérique, les véhicules spatiaux subissent des contraintes thermiques extrêmes [1], [2]. Nous allons en partie les décrire ci-après. Ces véhicules doivent ainsi être protégés afin d'éviter l'endommagement de leur contenu. De plus, la charge utile étant une des contraintes majeures pour les missions spatiales, l'utilisation de systèmes de masse réduite doit être privilégiée.

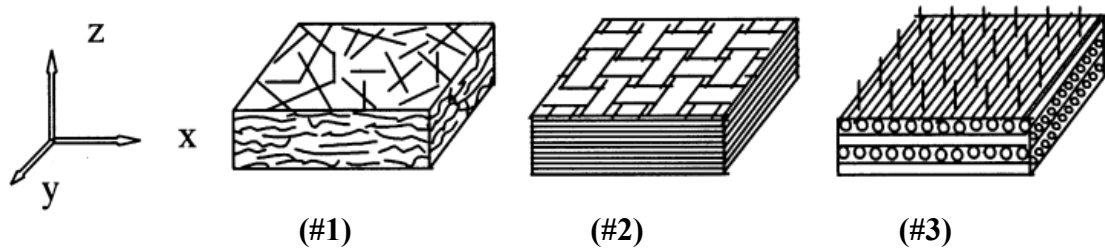
Il existe différents types de matériaux utilisés pour la réalisation des boucliers thermiques dont le choix est effectué en fonction des contraintes subies [3], [4] (en terme de flux incident, de la pression statique au point d'arrêt [5], etc.). Il existe deux grandes familles de protection : les TPS réutilisables et les ablatifs. Le principe des TPS ablatifs repose sur l'utilisation d'un composant susceptible de se pyrolyser (e.g. résine phénolique dans les protections de type carbone-phénol) permettant ainsi une réduction du flux reçu par la paroi interne du véhicule (la réaction de pyrolyse draine une partie de l'énergie reçue par la face externe de la barrière en contact avec l'atmosphère). D'autres types de protections utilisent, pour des raisons analogues, un matériau qui se liquéfie au cours de l'entrée atmosphérique (e.g. verre de silice dans les protections de type silice-silice).

Lors de la rentrée atmosphérique, comme indiqué sur la *figure 0.1a*, les TPS ablatifs à pyrolyse de type carbone-phénol sont le siège de nombreux phénomènes physiques (*figure 0.1b*). Les frottements des gaz présents dans l'atmosphère forment un plasma en surface de la barrière. Ce plasma rayonne vers la barrière. Des échanges convectifs ont également lieu en surface. Le transfert de chaleur au sein du matériau s'effectue par conduction et rayonnement. Lorsque la température au sein du matériau est suffisamment élevée, la résine se pyrolyse. Cette réaction est endothermique et absorbe une partie de l'énergie reçue par la barrière. De plus, les gaz de pyrolyse produits lors de cette réaction se réchauffent au contact du matériau, réduisant ainsi l'énergie transmise depuis la surface extérieure de la barrière vers la paroi interne. Il est possible de voir apparaître des recombinaisons des composés gazeux au contact des fibres de carbone. Enfin, comme les gaz sont expulsés de la barrière, à cause de la différence de pression entre l'extérieur (gaz raréfiés ou atmosphère) et la pression interne due aux gaz produits par pyrolyse, ils réduisent les échanges convectifs entre le plasma et la face externe de la barrière. Cette réaction de pyrolyse, bien que réduisant grandement le flux transmis à la paroi de l'habitacle, dégrade la structure de la barrière, la fragilisant et laissant la partie pyrolysée vulnérable à l'érosion mécanique. Ceci réduit l'épaisseur totale de la barrière et donc son efficacité. Enfin les hauts niveaux de température rencontrés dans ce type de mécanisme peuvent également faire apparaître des réactions d'oxydation et de sublimation du carbone ayant aussi comme effet de réduire l'épaisseur de la barrière. Ces barrières ne sont donc pas réutilisables compte tenu de la présence de ces trois phénomènes (pyrolyse, érosion mécanique, oxydation et sublimation).



**Figure 0.1** Rentrée atmosphérique d'un module spatial (a, vue d'artiste de la rentrée atmosphérique du Mars Exploration Rover, NASA) et les phénomènes affectant la barrière (b)

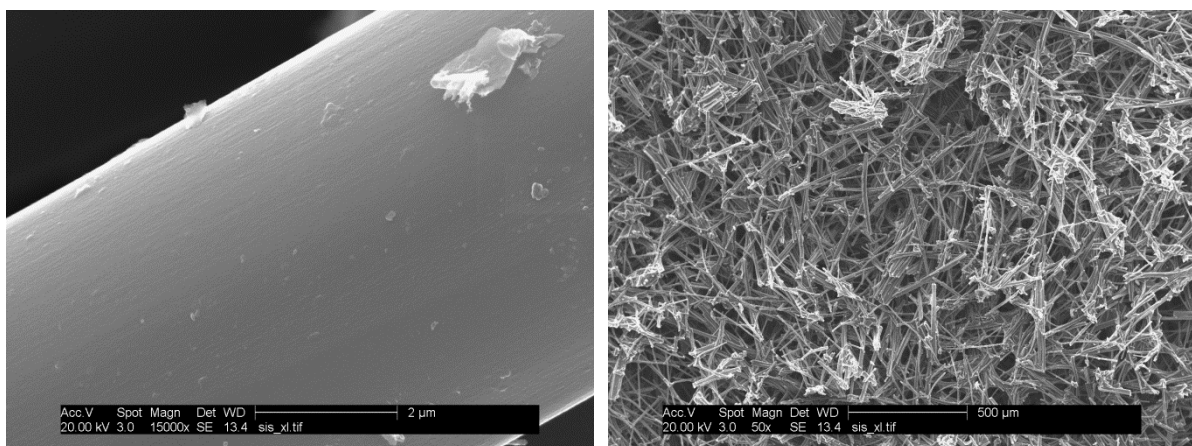
Les feutres de carbone, couplés à des résines phénoliques, combinent une forte résistance aux flux à une faible conductivité thermique (de l'ordre de  $0,5 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  pour le feutre vierge et  $5 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  une fois imprégné de résine) faisant de ces matériaux de très bons candidats pour les TPS ablatifs. Ils sont composés de fibres de carbone dont l'arrangement dépend de la méthode de production (par pressage, tissage ou piquage). Quelques exemples d'architectures courantes sont présentés sur la *figure 0.2*.



**Figure 0.2** Différents types d'architectures de feutre : (#1) fibres courtes à orientation aléatoire, (#2) fibres tissées, (#3) fibres longues avec picage. [6]

Le choix d'un type d'architecture donné de feutre a une influence significative sur les propriétés de la barrière, et notamment sur sa conductivité thermique. En effet, l'orientation des fibres dans des directions privilégiées de l'espace (liées à leur mode de fabrication) peut accroître la conductivité thermique dans ces directions ; l'architecture #2 par exemple a une plus grande conductivité dans les directions correspondant à l'orientation des fibres que dans la direction perpendiculaire aux plans du feutre [6]. L'architecture #1, sans orientation privilégiée des fibres, a une conductivité plus isotrope. La méthode de production de la fibre va également avoir un impact sur l'anisotropie de la conductivité thermique. Il en va de même pour la structure du carbone utilisé (amorphe, pyrolytique, graphite, etc.) [7]. La conductivité thermique dépend aussi de la densité et de la fraction volumique de fibres du matériau. En plus d'un impact sur les transferts par conduction, la densité et l'architecture du matériau influencent aussi les échanges radiatifs, en modifiant les directions de diffusion du rayonnement et la capacité du milieu à absorber ce rayonnement. Il est également possible de réaliser des TPS à partir de mousse de carbone, induisant dans ce cas une conductivité thermique isotrope [1].

Comme illustré par les images MEB présentées *figure 0.3*, la fraction volumique de fibres dans les feutres utilisés comme TPS est généralement très faible, de l'ordre de 10% à 20% pour les échantillons qui seront étudiés. Les fibres ont un rayon de l'ordre d'une dizaine de micromètres et une longueur de plusieurs millimètres. Ces milieux sont donc composés en grande partie de vide et le flux radiatif incident n'est pas absorbé uniquement par la surface du matériau, comme c'est le cas pour les milieux opaques, mais se propage au sein du matériau. Les milieux présentant ce comportement volumique vis-à-vis du rayonnement sont dits semi-transparents.



**Figure 0.3** Image MEB d'une fibre (à gauche) et d'un feutre (à droite), densité  $0.191 \text{ g.cm}^{-3}$  images réalisées par le Consortium Lyonnais de Microscopie (CLYM FED 4092)





mesures du flux radiatifs émis par ces matériaux a été développée dans le cadre de ce travail de thèse.

Cette méthode s'articule autour d'un montage expérimental conçu spécifiquement pour cette étude permettant la mesure du flux radiatif émis par des échantillons de feutres de carbone ou à base de fibres de silice à haute température (jusqu'à 2500°C). Les matériaux sont caractérisés soit en configuration isotherme, soit sous gradient thermique. De plus, un modèle numérique permettant de prédire la luminance spectrale émise par des milieux composés de fibres de carbone ou de silice est également développé en complément de cette méthode de caractérisation. Ce modèle traite les TPS en considérant ces matériaux comme absorbants, émettant et diffusants anisotropes. L'utilisation conjointe du modèle et des mesures permet l'identification des propriétés radiatives des matériaux utilisés pour la réalisation de TPS. Enfin, à l'aide des propriétés ainsi identifiées il est possible de traiter le problème du couplage conduction rayonnement. La méthode d'identification permet aussi l'évaluation du champ de température au sein de l'échantillon, ce qui apporte des informations supplémentaires pour la validation du modèle couplé.

Dans un premier temps une étude sur les différentes méthodes existantes, pour modéliser les transferts radiatifs dans des matériaux semi-transparents, ou pour obtenir leurs propriétés radiatives est présentée. Le chapitre suivant décrit une méthode originale d'identification des propriétés radiatives et du champ de température de milieux semi-transparents. Le troisième chapitre est dédié au montage expérimental spécialement réalisé pour la méthode d'indentification. Deux chapitres sont ensuite consacrés aux résultats obtenus sur des feutres de carbone et sur des matériaux en fibre de silice. Le dernier chapitre donne une description du modèle utilisé afin d'étudier les couplages conduction-rayonnement pour les matériaux sélectionnés. Des comparaisons des résultats obtenus, en termes de champ de température, par le modèle couplé et la technique d'analyse des spectres expérimentaux sont enfin présentées.



# Chapitre 1

## Etude bibliographique



## 1. Etude bibliographique

Ce premier chapitre dresse un état de l'art des récentes études réalisées sur le comportement thermique des TPS d'une part, puis dans un second temps une étude bibliographique sur la modélisation et l'obtention des propriétés radiatives de milieux semi-transparents précédée d'un rappel sur l'équation du transfert radiatif.

### 1.1. Transfert de chaleur dans les systèmes de protection thermique

Jusqu'au début des années 2000, le transfert de chaleur au travers des barrières thermiques, pour les applications à haute température, était généralement considéré comme purement conductif. Des modèles ont été développés afin de caractériser le transfert conductif dans des milieux fibreux de conductivité thermique anisotrope. Dans l'étude de Danes et Bardon [7], une attention particulière est portée aux différentes causes d'anisotropie de la conductivité thermique de tels milieux : le réseau cristallin, les fibres (la conductivité axiale est plus importante que la conductivité radiale) et l'architecture du feutre (voir *figure 0.2*).

Un outil de dimensionnement probabiliste de l'épaisseur des TPS a été développé et testé par Mazzaracchio et Marchetti [2] sur différents boucliers thermiques déjà utilisés pour des missions telles que Stardust ou le Mars Exploration Rover. Bien que les densités des matériaux utilisés varient de 0,096 à 1,037 g.cm<sup>-3</sup> cet outil considère encore les transferts radiatifs en volume comme négligeables, la plupart des développements étant principalement dédiés à la prise en compte des phénomènes d'ablation et de pyrolyse.

Les transferts radiatifs en volume ne sont pas non plus pris en compte lors du développement de nouveau TPS par Pulci et al. [1] au profit d'une meilleure caractérisation du comportement à l'ablation. Malgré une densité cible de 0.5 g.cm<sup>-3</sup> seule la conductivité thermique est caractérisée. D'autre part, les températures de surfaces sont mesurées par pyrométrie alors que cette technique peut se révéler inadaptée pour la caractérisation de matériaux non-opaques.

Afin d'augmenter les performances d'isolation thermique vis-à-vis du transfert conductif et diminuer le poids de ces protections (TPS), des développements de matériaux poreux de très faible densité ont été réalisés. L'approche purement conductive des transferts de chaleur au travers de tels milieux n'est alors plus pertinente. En effet, l'impact des transferts radiatifs dans de tels matériaux doit être considérée et reste à l'heure actuelle un domaine de recherche en développement et encore peu couvert. Jusqu'à présent, un grand nombre d'études sur leur comportement thermique, menées notamment dans le secteur industriel, sont réalisées en utilisant une conductivité thermique effective prenant en compte les transferts conductif et radiatif (voir §5.1). Dans l'étude par Daryabeigi et al. [8], la conductivité phonique des fibres est obtenue à l'aide d'un modèle empirique utilisant la conductivité massive du matériau, celle de la phase gazeuse est assimilée à celle du gaz en prenant en compte la taille des pores et la pression environnante. La part radiative aux transferts thermiques est calculée à l'aide de la conductivité équivalente de Rosseland (cf. §5.1). La somme de ces trois conductivités permet d'estimer la conductivité totale du feutre et le transfert de chaleur est traité comme un problème de conduction pure. Les résultats du modèle ainsi développé sont ensuite comparés à des résultats expérimentaux obtenus sur la plateforme LaRC (Langley Research Center) et à partir de mesures par méthode flash sur des protections en silice, en alumine, en zircone et des protections isolantes opacifiées.

Dans une autre étude [9], van Eekelen et Lachaud comparent les résultats obtenus en utilisant la conductivité équivalente de Rosseland et par un modèle de transfert radiatif surfacique entre des cylindres opaques représentant les fibres et un autre modèle, encore plus simplifié, de rayonnement entre deux plaques planes parallèles. Le modèle de conductivité

équivalente est ensuite appliqué au cas d'un TPS soumis à l'ablation pour prédire le champ de température en présence ou en l'absence d'une partie ablatée du TPS. Ce modèle permet d'obtenir une température plus proche de la réalité et pourra améliorer d'autres études également réalisées par Lachaud telles que [10], [11] qui sont réalisées sur l'ablation mais ne prennent pas en compte les transferts radiatifs en volume. Ces études visent à modéliser le phénomène d'ablation pour différents types de TPS tels que ceux composés de fibres enduites de résine ou les feutres imprégnés et la température est un des paramètres importants pour la pyrolyse.

Contrairement aux TPS haute densité, les TPS de faible densité ne peuvent pas être considérés comme des absorbeurs surfaciques. Des études effectuées par la NASA sur le PICA (Phenolic Impregnated Carbon Ablator) par White [12] ont permis d'évaluer l'importance des transferts radiatifs en volume pour ce matériau. Des mesures spectrales de transmittance normale sont réalisées. Les échantillons sont soumis à des flux surfaciques de  $150 \text{ W/cm}^2$  à l'aide d'une tour solaire. Les mesures de flux radiatifs provenant de ce matériau sont réalisées grâce à un spectromètre portable. Les tests sont effectués en régimes transitoires sur des échantillons anisothermes principalement pour étudier leur comportement lors de l'ablation. L'évolution des températures, mesurées au sein de l'échantillon par des thermocouples, traduit un comportement d'absorbeur surfacique de l'échantillon. Cependant, cela ne signifie pas qu'il n'y a pas de transfert de chaleur par rayonnement au sein du matériau, l'émission propre de l'échantillon contribue tout de même au transfert de chaleur et une approche de type Rosseland sur ce matériau a donc été privilégiée.

De nombreuses campagnes d'essais sont réalisées sur la plateforme MEDIASE (Moyen d'Essai et de Diagnostic in Ambiance Spatiale Extrême), sur le site français du four solaire d'Odeillo, pour étudier le comportement de TPS utilisés sur des sondes solaires telle que Solar Probe+. Cette plateforme utilise le flux solaire du four de  $1000 \text{ kW}$  d'Odeillo pour chauffer les échantillons dans une enceinte sous vide. Le porte échantillon est constitué de trois pointes en céramique ou métalliques pour réduire les pertes conductives (cela risque néanmoins d'augmenter les pertes radiatives globales). Il est également possible d'effectuer un bombardement d'ions  $\text{H}^+$  sur la face avant de l'échantillon. Les données obtenues sont la température en face arrière, la perte de masse, et des mesures de spectrométrie optique et spectrométrie de masse. Cette plateforme permet donc de nombreuses études sur l'impact de la méthode de fabrication et l'architecture des feutres sur le comportement structural du TPS ainsi que les effets d'un bombardement d'ions sous vide sur sa structure et sa morphologie [13]. Il est montré par Paulmier et al. que l'irradiation de l'hydrogène est négligeable du fait des hautes températures déjà mis en jeu par l'irradiation solaire, de plus l'utilisation de fibre PAN-based semble être la plus adaptée à la réalisation de TPS carbone-carbone (C/C).

Le comportement thermique de la sonde Solar Probe+ au périhélie, point de l'orbite de la sonde le plus proche du soleil, est également étudié par Randolph et al. [14]. Les caractéristiques les plus importantes dans ce cas sont la perte de masse et le pic de température. Eck et Balat-Pichelin [15] ont menés d'autres travaux relatifs à la sonde SP+ afin d'étudier le comportement du bouclier soumis à un bombardement d'ions caractéristique d'un vent solaire lent, notamment les risques d'érosion chimique dus au dépôt des ions hydrogène  $\text{H}^+$  et hélium  $\text{He}^{++}$ , ou, en collaboration avec Sans [16], pour déterminer les propriétés radiatives du bouclier lors d'une irradiation ultra violet sous vide (VUV). Dans ce cas les caractéristiques étudiées sont l'absorptivité solaire, l'émissivité hémisphérique et leur ratio, le TPS étant considéré opaque dans cette étude. D'autres mesures d'émissivité et études comportementales ont été réalisées par Alfano et al. sur des TPS en carbone-carbure de silicium (C-SiC) [17]. L'émissivité montre une faible dépendance à la température à partir de  $950^\circ\text{C}$  et la morphologie de la surface semble jouer un rôle important sur la recombinaison de l'oxygène bien que celle-ci reste néanmoins assez faible.

Dans le cas des protections thermiques réutilisables de type MTI (Isolation Thermiques Multicouches) Bai et Fan [18] ont considéré le transfert de chaleur couplé conduction-rayonnement au travers du matériau. Ces TPS sont composés de films en céramique revêtus d'un dépôt métallique hautement réfléchissant et séparés par une matrice en fibres de silice de très faible densité ( $0,02 \text{ g.cm}^{-3}$ ). L'étude réalisée est monodimensionnelle et la matrice fibreuse a été considérée comme un milieu absorbant émettant et diffusant de façon anisotrope. Un modèle approché pour la fonction de phase de type Delta-Eddington (cf. §1.2) a été utilisé pour modéliser cette anisotropie.

Le domaine spatial n'est pas le seul concerné par la problématique du transfert radiatif en milieu participant. En effet, de nombreuses études sont conduites dans le domaine de l'isolation thermique de l'habitat, de la sûreté nucléaire, de la production d'énergie solaire, pour les fours ou les moteurs, ou encore pour certaines techniques d'imagerie médicale. Le point commun à toutes ces études est la résolution de l'Equation du Transfert Radiatif que nous présentons dans la section 1.2 suivante.

### 1.2. Equation du Transfert Radiatif

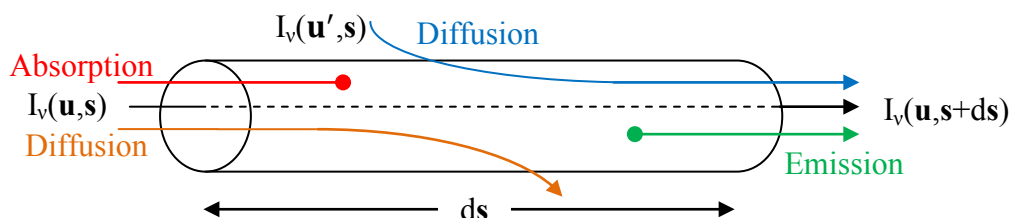
La grandeur fondamentale utilisée pour modéliser le rayonnement thermique est la luminance spectrale  $I_\nu(\text{J.m}^{-2}.\text{sr}^{-1})$  qui représente la puissance radiative par unité de surface projetée par unité d'angle solide et par unité de fréquence.

A partir de considérations thermodynamiques, il est possible d'évaluer le maximum d'énergie pouvant être rayonnée par la matière à chaque température et à chaque fréquence. L'émetteur idéal est appelé corps noir. C'est également un absorbeur idéal puisqu'il absorbe aussi la totalité du rayonnement qu'il reçoit. C'est le corps étalon pour le rayonnement thermique. Son émission, en  $\text{J.m}^{-2}.\text{sr}^{-1}$ , est régie par la loi de Planck :

$$B_\nu[T(s)] = \frac{2h\nu^3}{c_\nu^2} \frac{1}{\left[\exp\left(\frac{h\nu}{k_B T}\right) - 1\right]} \quad (1.1)$$

$h_p$  est la constante de Planck ( $h_p=6,6255 \cdot 10^{-34} \text{ J.s}$ ),  $k_B$  est la constante de Boltzmann ( $k_B=1,3805 \cdot 10^{-23} \text{ J.K}^{-1}$ ) et  $c_\nu$  est la vitesse de propagation des ondes dans le milieu.

En milieu semi-transparent, l'Equation du Transfert Radiatif décrit la variation de luminance spectrale à la traversée d'un petit volume élémentaire  $dV$  pris dans le milieu (cf. *figure 1.1*) en établissant un bilan de puissance. Les différents mécanismes d'interaction entre le rayonnement et la matière le long du trajet  $ds$  dans la direction  $\mathbf{u}$  sont responsables de l'atténuation et/ou du renforcement de la puissance entrant dans ce volume  $dV$ .



**Figure 1.1** Transfert radiatif dans un milieu absorbant, émettant et diffusant

Nous décrivons ci-après ces différents mécanismes.



*Atténuation par absorption :*

Lorsque le milieu traversé contient des molécules susceptibles d'interagir avec le rayonnement, ces dernières peuvent absorber le rayonnement et ainsi atténuer la puissance radiative entrant dans le milieu. Dans ce cas, la variation de luminance s'écrit :

$$\frac{dI_v(\mathbf{u},s)}{ds} = -\kappa_v I_v(\mathbf{u},s) \quad (1.2)$$

Dans cette équation  $\kappa_v(\text{cm}^{-1})$  est le coefficient d'absorption volumique à la fréquence  $\nu$ .

*Atténuation par diffusion :*

Le phénomène de diffusion est présent lorsque le milieu est hétérogène c'est-à-dire que l'indice de réfraction  $n$  n'est pas uniforme (du fait de la présence de particules, de pores, ou de fibres par exemple). Il conduit à une redistribution du rayonnement dans toutes les directions entraînant une atténuation de la puissance dans la direction de propagation. La variation de luminance s'écrit :

$$\frac{dI_v(\mathbf{u},s)}{ds} = -\sigma_v I_v(\mathbf{u},s) \quad (1.3)$$

où  $\sigma_v(\text{cm}^{-1})$  est le coefficient de diffusion volumique à la fréquence  $\nu$ . Lorsque  $\sigma_v$  et  $\kappa_v$  ne dépendent pas de la fréquence, le milieu est appelé « corps gris ».

*Renforcement par émission :*

Dans ce cas, la puissance est renforcée par l'émission propre du milieu. Ce phénomène est particulièrement important à haute température où les énergies mises en jeu sont non-négligeables. Le milieu n'étant pas un corps noir, ce renforcement ne dépend pas uniquement de la luminance du corps noir à la température  $T$  du milieu mais est également proportionnel au coefficient d'absorption volumique du milieu  $\kappa_v$  :

$$\frac{dI_v(\mathbf{u},s)}{ds} = \kappa_v B_v[T(s)] \quad (1.4)$$

Ce terme est particulièrement problématique car il nécessite la connaissance de la température en tout point du milieu et est responsable du couplage des transferts conductif et radiatif. Pour éviter ce problème de nombreuses études considèrent le milieu froid mais cela n'est pas le cas dans cette étude du fait des hauts niveaux de température mis en jeu.

*Renforcement par diffusion :*

On a vu précédemment que le phénomène de diffusion était une cause de l'atténuation de la puissance le long du trajet  $ds$  lors de la redistribution du rayonnement dans les autres directions. De la même manière, la puissance peut-être renforcée par le rayonnement provenant des autres directions  $\mathbf{u}'$  et diffusée dans la direction  $\mathbf{u}$  :

$$\frac{dI_v(\mathbf{u},s)}{ds} = \frac{\sigma_v}{4\pi} \int_{4\pi} P_v(\mathbf{u}',\mathbf{u},s) I_v(\mathbf{u}',s) d\Omega' \quad (1.5)$$

On voit ici apparaître la fonction de phase  $P_v(\mathbf{u}',\mathbf{u},s)$  décrivant la probabilité de diffusion du rayonnement provenant de la direction  $\mathbf{u}'$  dans la direction  $\mathbf{u}$ .

En combinant l'ensemble des mécanismes d'interaction rayonnement-matière décrits précédemment, on peut écrire l'ETR sous la forme suivante :

$$\frac{dI_v(\mathbf{u},s)}{ds} = -\kappa_v I_v(\mathbf{u},s) - \sigma_v I_v(\mathbf{u},s) + \kappa_v B_v[T(s)] + \frac{\sigma_v}{4\pi} \int_{4\pi} P_v(\mathbf{u}',\mathbf{u},s) I_v(\mathbf{u}',s) d\Omega' \quad (1.6)$$

La résolution de cette équation permet d'accéder aux valeurs de la luminance en tout point du milieu. Ce milieu est dit transparent lorsqu'aucune variation de la luminance n'a lieu lors du trajet. L'ETR se simplifie alors sous la forme :

$$\frac{dI_v(\mathbf{u},s)}{ds} = 0 \quad (1.7)$$

Le champ de luminance connu, il est possible de remonter au vecteur flux radiatif  $\mathbf{q}(s)$  en intégrant la luminance dans toutes les directions et à toutes les fréquences :

$$\mathbf{q}(s) = \int \int_{4\pi} I_v(\mathbf{u},s) \cdot \mathbf{u} \cdot d\Omega \, dv = \int \int_{2\pi} \int_{-1}^1 I_v(\mathbf{u},s) \cdot \mathbf{u} \cdot \sin(\xi) \, d\xi \, d\omega \, dv \quad (1.8)$$

Lorsqu'il est nécessaire de prendre en compte la diffusion dans le milieu, l'ETR devient une équation intégral-différentielle, ce qui complique sa résolution. Pour ce faire, on est généralement conduit à traiter la fonction de phase  $P_v(\mathbf{u}',\mathbf{u},s)$  à l'aide de modèles simplifiés. Certains d'entre eux sont présentés ci-après.

Une première hypothèse consiste à supposer que la fonction de phase est isotrope ( $P_v=1$ ), *figure 1.2.a*, ce qui signifie une probabilité pour le rayonnement d'être diffusé dans une direction, égale pour toutes les directions. Cette hypothèse est cependant très éloignée de la réalité car les milieux diffusants, particulièrement les milieux fibreux, présentent généralement un fort pic de diffusion vers l'avant ainsi qu'une rétrodiffusion. Pour prendre en compte le pic de diffusion vers l'avant une fonction de phase de type Delta-Eddington [19] peut-être utilisée :

$$P_{DE}(\theta, f_\lambda, g) = 2f_\lambda \delta(1 - \cos \theta) + (1 - f_\lambda)(1 + 3g \cos \theta) \quad (1.9)$$

où  $g$  est le paramètre d'asymétrie caractérisant l'importance de la diffusion vers l'avant ( $g=0$  pour une diffusion isotrope,  $g=1$  pour un pic vers l'avant maximum) et  $\theta$  est la direction de diffusion.  $f_\lambda$  décrit la partie diffusée dans le pic vers l'avant et  $\delta$  représente la fonction Dirac. La formule d'Henye-Greenstein [20], *figure 1.2.b*, est une autre fonction de phase approchée fréquemment utilisée :

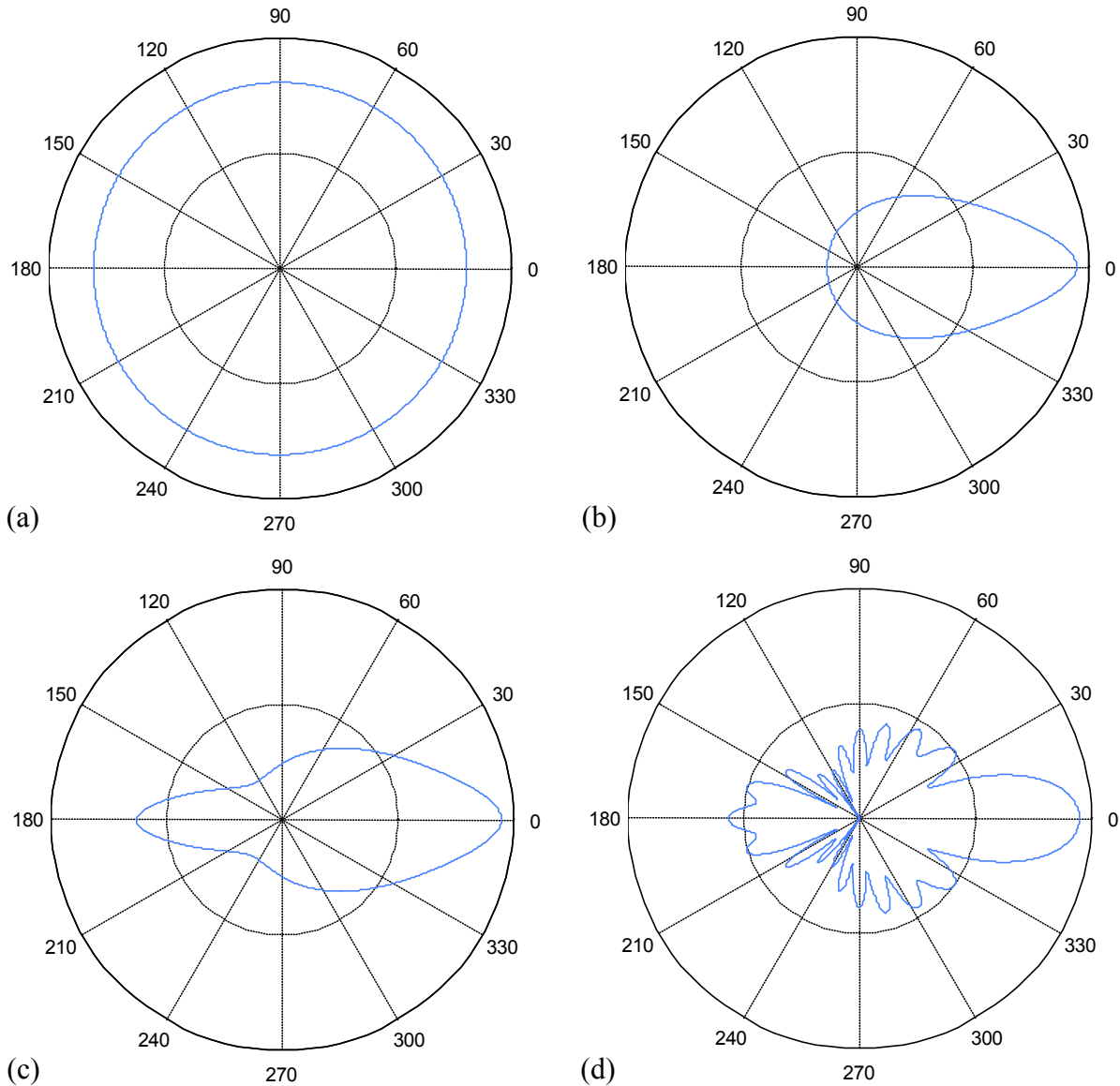
$$P_{HG}(\theta, g) = \frac{1-g^2}{(1+g^2-2g \cos \theta)^{3/2}} \quad (1.10)$$

Ici le paramètre d'asymétrie peut également prendre une valeur négative pour modéliser la rétrodiffusion ( $g=-1$  pour une rétrodiffusion maximale). Cette formule a été modifiée par Nicolau [21], *figure 1.2.c*, pour prendre en compte les deux phénomènes de diffusion et de rétrodiffusion simultanément :

$$P_N(\theta, g) = f_2 [f_1 p_{HG1}(\theta, g) + (1 - f_1) p_{HG2}(\theta, g)] + (1 - f_2) \quad (1.11)$$

où  $f_1$  est un coefficient de poids entre la diffusion unique vers l'avant et la rétrodiffusion unique qui sont respectivement décrites par les fonctions d'Henye-Greenstein  $P_{HG1}$  et  $P_{HG2}$ ,

$f_2$  est le coefficient d'anisotropie (la fonction de phase est isotrope si  $f_2=0$ ). Cette fonction permet donc d'obtenir une fonction de phase présentant un pic de diffusion vers l'avant, de la rétrodiffusion et une diffusion isotrope dans les autres directions. Ce type de fonction de phase convient particulièrement au milieu avec une forte rétrodiffusion ou diffusion vers l'avant mais l'hypothèse de diffusion isotrope dans les autres directions est restrictive pour des cas moins spécifiques.



**Figure 1.2** Différents types de fonction de phase : isotrope (a), Henyey-Greenstein (b), Nicolau (c) et Mie (d)

La fonction de phase peut également être approximée par une série de polynômes de Legendre :

$$P_L(\mu) = \sum_{i=0}^n a_i P_i(\mu) \tag{1.12}$$

Dans cette équation,  $P_i$  est le polynôme de Legendre à l'ordre  $i$ ,  $a_i$  sa constante correspondante et  $\mu = \cos \theta$ . Cependant de nombreux termes sont nécessaires pour obtenir une fonction de phase proche de la réalité.

Enfin, il est également possible de calculer la fonction de phase en utilisant la solution de Mie [22], *figure 1.2.d*, aux équations de Maxwell décrivant la diffusion de la lumière. Cette solution est valide pour des particules sphériques, pour des inclusions de type cylindres infinis, et d'autres cas particuliers. Cette méthode a été utilisée ici et est décrite plus en détails dans l'annexe 1.

### 1.3. Méthodes de résolution de l'ETR et d'identification des propriétés optiques et radiatives

Différentes méthodes peuvent être utilisées pour résoudre l'ETR et modéliser les transferts radiatifs au sein de milieux fibreux. La méthode la plus souvent utilisée comme référence est la méthode de Monte Carlo car elle permet de connaître directement l'incertitude sur le résultat. Elle a été développée originalement dans les années 1940 lors du développement des premières armes nucléaires pour modéliser le parcours des neutrons à travers la matière. Cette méthode a été utilisée pour la première fois dans le domaine du rayonnement thermique par Howell en 1968 [23]. Cependant cette approche est très coûteuse en temps de calcul à cette époque ce qui pousse à favoriser des théories déjà existantes permettant de fournir rapidement un résultat approché telle que la technique 2 flux proposée par Hottel et Sarofim en 1967 [24] ou la méthode des ordonnées discrètes (DOM) introduite par Chandrasekar en 1960 [25].

#### *Méthode des ordonnées discrètes (DOM) :*

La méthode DOM est une approximation très utilisée du fait de sa précision et de son temps de calcul réduit. Cette méthode consiste à remplacer l'intégrale de l'ETR par une somme discrète en réalisant une discrétisation des différentes directions de diffusion à l'aide d'une formule de quadrature. Dans l'étude d'Ayranci et Selçuk [26], cette technique apporte de très bons résultats à de nombreux problèmes tels qu'un milieu purement diffusant limité par des murs noirs résolu en utilisant une méthode des lignes (MOL). Les résultats obtenus sont comparés aux résultats obtenus par une méthode de Monte Carlo pour éprouver sa précision et une méthode DOM pure pour tester ses performances en termes de temps de calcul.

Du fait de sa popularité, de nombreuses études, dont celle de Liu et al. [27], sont réalisées pour améliorer sa précision. Des études comparatives et de benchmark sur différentes discrétisations angulaires utilisées par les méthodes DOM et Improved Differential Approximation (a.k.a P1) sont réalisées par Ozen et Selçuk [28] pour définir les plus efficaces pour le cas d'un milieu en 3 dimensions purement diffusant isotrope, purement diffusant anisotrope ou encore absorbant émettant et diffusant isotrope.

Elles sont également comparées par Boulet et al. [29] à des méthodes Monte Carlo qui reste la méthode de référence en termes de précision du résultat. Cette étude se focalise sur les cas d'un fort pic de diffusion vers l'avant fréquemment rencontré dans des milieux fibreux tels que la laine de verre ou encore dans les feutres de carbone utilisés comme TPS. Quatre cas sont sélectionnés, trois utilisent un modèle de la fonction de phase approché de type Henyey-Greenstein alors que le dernier cas utilise une fonction de phase réelle calculée à l'aide de la théorie de Mie (décrite par Bohren et Huffman [22]). Un des premiers résultats visibles est que, bien que fréquemment utilisée la fonction de phase d'Henyey-Greenstein ne parvient pas à reproduire efficacement le pic de diffusion vers l'avant présent dans la fonction de phase de Mie, l'utilisation de ce modèle approché peut donc être une source d'erreur non négligeable dans certains cas. Enfin, trois modèles différents sont développés, un modèle DOM, une résolution par volumes finis (FVM) et enfin une méthode de Monte Carlo utilisée comme référence. Les résultats montrent que pour des comportements faiblement anisotropes

(coefficient d'anisotropie inférieur à 0,8) les différentes méthodes produisent un résultat équivalent mais qu'au delà la méthode FVM est plus proche du résultat de référence Monte Carlo.

Milandri et al. [30] ont également utilisé la théorie de Mie avec la méthode d'homogénéisation présentée par Lee [31] pour modéliser la puissance directionnelle émise par des milieux en fibres de silice absorbants, émissifs et fortement anisotropes ne présentant pas de symétrie axiale. Le modèle ainsi développé permet de modéliser un milieu en fibres de silice dont la densité, le diamètre et l'orientation des fibres (orientation aléatoire dans l'espace ou aléatoire dans un plan) sont des paramètres d'entrée pour montrer les effets de ces paramètres sur les transferts radiatifs en volume ainsi que l'impact du phénomène de diffusion, notamment la rétrodiffusion qui accroît considérablement la performance de ce type de matériau en tant qu'isolant. Il est intéressant de noter que le modèle développé traite aussi le transfert de chaleur par conduction.

### *Méthodes 2 flux :*

Une autre solution approchée fréquemment utilisée est obtenue à l'aide de la méthode 2 flux. Cette méthode consiste à utiliser des hypothèses pour définir la variation spatiale de la luminance et ainsi remplacer l'intégrale de l'ETR par un système de deux équations différentielles. Daryabeigi [32] utilise cette méthode pour modéliser les transferts radiatifs au sein de protections thermiques multicouches dans le but d'optimiser l'architecture de protections multicouches (MLI). Ces MLI sont composées de films réfléchissants en or séparés par des couches de matériaux en fibres d'alumine de densité variable pour une densité globale du TPS de  $0,0771 \text{ g.cm}^{-3}$ . Le milieu est considéré absorbant et diffusant isotrope avec des conditions aux limites d'émission et de réflexion diffuses. Cependant le milieu est considéré gris et ce malgré la forte dépendance spectrale des propriétés radiatives de l'alumine ce qui pourrait avoir un très fort impact sur les résultats de l'optimisation.

Plus récemment, Daryabeigi et al. [33] ont continué l'étude de ce type de TPS pour une densité encore plus faible de  $0,045 \text{ g.cm}^{-3}$  et des comparaisons expérimentales sont réalisées pour des MLI d'architectures différentes notamment en ce qui concerne le nombre de films réfléchissant et l'épaisseur des couches d'alumine. Un milieu diffusant anisotrope est cette fois ci considéré mais les propriétés radiatives de l'alumine sont toujours considérées indépendantes de la longueur d'onde ce qui explique probablement les écarts, allant jusqu'à 12,7%, constatés lors des comparaisons avec les données expérimentales.

D'autres études, telles que celle d'Asllanaj et al. [34], se sont penchées sur le couplage conduction-rayonnement en prenant en compte la diffusion anisotrope, dans des matériaux en fibres de silice. Une difficulté supplémentaire ici est la prise en compte d'un régime transitoire. Le cas traité est unidimensionnel, l'équation du transfert de chaleur transitoire est résolue par une méthode éléments finis (FEM) associée à la transformation de Kirchhoff pour s'affranchir de la dépendance en température de la conductivité thermique. L'ETR quant à elle est résolue par une méthode multi-flux, généralisation de la méthode 2 flux visant à améliorer la précision du résultat à l'aide de  $n$  hypothèses sur la variation spatiale de la luminance conduisant à un système à  $n$  équations différentielles. Les propriétés radiatives du milieu sont calculées à l'aide de la théorie de Mie.

Dombrovsky et al. [35], [36] ont développé une solution analytique approximée basée sur la méthode deux flux et l'approximation numérique de la solution des équations de transport pour calculer entre autre l'émittance normale d'un milieu réfractant, absorbant et diffusant. L'efficacité de cette méthode a été comparée à un modèle Monte Carlo ainsi qu'à la méthode DOM. Cette solution analytique a également été utilisée pour identifier le coefficient d'absorption de céramiques poreuses à base de zircone.

L'identification des propriétés thermiques d'un système comprenant un milieu absorbant, émissif mais non diffusant entre deux murs gris diffus réalisée par Verma et Balaji [37] traite également le couplage conduction-rayonnement. Ici l'absence de diffusion permet une résolution de l'équation de la chaleur beaucoup plus aisée. L'identification des propriétés, plus spécifiquement de l'émissivité des murs, du paramètre de conduction-rayonnement et de l'épaisseur optique est réalisée à l'aide d'un algorithme génétique. Les données d'entrée sont bruitées et l'effet de ce bruit sur le résultat est discuté. Comme attendue la présence de bruit rend la résolution du problème inverse plus compliquée et, lors de l'identification simultanée des trois paramètres, la précision des résultats obtenus avec l'algorithme génétique chute considérablement, cependant aucune technique de régularisation n'est utilisée pour traiter le bruit bien que cela pourrait avoir un impact significatif sur le résultat.

#### *Méthodes de Monte Carlo(MC) :*

La récente montée en puissance des moyens de calcul a permis une utilisation plus systématique de la méthode de Monte Carlo, généralement comme méthode de référence comme on a pu le voir précédemment. Farmer et Howell [38] ainsi que Modest [39] décrivent plusieurs méthodes de lancé de rayons par Monte Carlo (MC) et Monte Carlo inverse pour la modélisation de la transmittance de milieux absorbants, diffusants isotropes qui ont été le point de départ de la méthode qui sera présentée ici. D'autres méthodes de Monte Carlo inverses sont utilisées pour modéliser le facteur d'émission dans le cas de milieux anisothermes. Cette technique utilisée par Li et al. [40] est basée sur le calcul des facteurs de distribution du rayonnement qui permet d'obtenir la part de luminance émise par chaque zone du matériau. Liu [41] utilise également cette technique pour traiter la présence d'un gradient d'indice de réfraction dans le milieu.

Dauchet et al. [42] utilisent quant à eux la formulation intégrale de la méthode de Monte Carlo. Cette méthode est ici appliquée à la modélisation de photobioréacteurs. Ces photobioréacteurs sont composés de milliers de fibres optiques émettant le flux solaire nécessaire à la photosynthèse de manière homogène. Ces fibres diffusent également le rayonnement dans le volume de culture, un milieu aqueux comportant les micro-organismes photosynthétiques représenté comme un milieu absorbant et diffusant anisotrope. La modélisation est réalisée à l'aide d'un environnement de développement spécialement élaboré pour faciliter la modélisation par méthode de Monte Carlo intégrale (EDStar, développé par le groupe de travail STARWest : [www.starwest.ups-tlse.fr/edstar/](http://www.starwest.ups-tlse.fr/edstar/)). Un des avantages de cette méthode est qu'elle permet de réaliser une étude de sensibilité en même temps que le calcul sans accroître considérablement le temps de calcul comme le montrent Delatorre et al. [43]. De nombreux cas d'études, tels qu'une tour à concentration solaire, un réflecteur de Fresnel linéaire, un récepteur à lit fluidisé ou encore un photobioréacteur solaire, sont ici présentés de manière très détaillée permettant une compréhension aisée de la formulation intégrale. De plus, le concept de variance nulle ainsi que les étapes pour le calcul des sensibilités sont aussi détaillés.

Galtier et al. appliquent le concept de collision nulle à la formulation intégrale [44]. Ce concept consiste à ajouter un troisième coefficient, le coefficient de collision nulle, au coefficient d'extinction (somme des coefficients de diffusion et d'absorption). Ce coefficient ajoute donc de nouveaux sites d'extinction mais ceux-ci n'impactent pas la valeur de luminance car ils représentent uniquement de la diffusion vers l'avant. L'intérêt de cette méthode est de simplifier l'inversion de la fonction de probabilité d'extinction utilisée dans la méthode de Monte Carlo par l'ajout de ce coefficient de collision nulle et ainsi améliorer la convergence. Un des risques de cette méthode est l'accroissement considérable du temps de

calcul si le coefficient de collision nulle est choisi trop important (trop de collisions inutilement calculées).

Une autre méthode basée sur une technique de Monte Carlo différente est développée par Tancrez et al. [45] pour étudier un milieu poreux constitué de sphères opaques dans une phase transparente (DOOS) ou constitué de sphères transparentes dans une phase opaque (DOTS) pour des applications de combustion, modélisant par exemple des brûleurs catalytiques en cordiérite. La technique utilisée dans cette étude consiste à traiter le milieu poreux comme homogène, absorbant et diffusant non isotrope. Les coefficients d'absorption et d'extinction globaux sont identifiés à partir de leurs fonctions de probabilités calculées par une méthode Monte Carlo, la fonction de phase du milieu homogénéisé est également obtenue. Cette technique nécessite une numérisation complète du matériau étudié, de plus les propriétés identifiées, particulièrement la fonction de phase, sont valables uniquement pour cet échantillon ou, étant considéré homogène et statistiquement isotrope, tout milieu comportant les mêmes propriétés (épaisseur, fraction volumique de sphères et leurs diamètres, nature de l'échantillon, ...). Enfin, bien qu'aucune technique inverse ne soit utilisée, il est nécessaire d'obtenir des valeurs expérimentales de transmittance ou de réflectance sur l'échantillon étudié afin de valider les résultats obtenus.

Cette méthode d'identification des fonctions de distribution radiative (RDFI) est utilisée par Taine et al. [46] pour traiter le cas de milieux poreux ne pouvant pas être considérés comme des milieux homogènes au sens de la loi de Beer-Lambert. Des exemples de calculs pour des milieux représentés par des DOTS ou par des groupes de tiges opaques sont présentés, ce dernier cas peut-être utilisé pour modéliser le rayonnement lors de la dégradation des crayons au-cours d'un accident sévère dans un réacteur nucléaire. Cette étude utilise l'équation du transfert radiatif généralisée (GRTE) pour des milieux statistiquement uniformes. Cette équation se décline en la forme classique de l'ETR pour des milieux suivant la loi de Beer-Lambert. De plus, il a été montré que la GRTE se décline également en ETR pour des milieux ne suivant pas la loi de Beer-Lambert lorsque l'épaisseur optique devient suffisamment élevée.

Quelle que soit la méthode utilisée, la modélisation nécessite la connaissance de propriétés optiques ou radiatives, telles que les coefficients d'absorption et de diffusion introduits précédemment et la fonction de phase ou les indices de réfraction ou encore les paramètres d'un modèle décrivant la fonction diélectrique de ces milieux. Pour obtenir ces données, plusieurs bancs expérimentaux ont été développés.

La détermination de l'indice de réfraction complexe du carbone entre 1 et 10  $\mu\text{m}$  a été réalisée par Foster et Howarth à l'aide d'une technique utilisant la réflexion d'un faisceau polarisé [47]. Un résultat de cette étude montre la difficulté inhérente à l'identification des indices de réfraction pour le carbone car ils dépendent énormément de la nature du carbone étudié (graphite, charbon, suies de différents combustibles, carbone pyrolytique, carbone amorphe, ...) et de la teneur en carbone de l'échantillon étudié pour les suies ou le charbon.

D'autres méthodes, par Habib et Vervisch [48] ou Charalampopoulos et Chang [49], principalement pour des applications de combustion, sont consacrées à l'identification des indices de réfraction de différents composés carbonés. Ces méthodes sont basées sur la reconstruction de la fonction diélectrique des matériaux étudiés à partir de mesures spectrométriques d'émission et montrent aussi cette difficulté pour obtenir des résultats reproductibles du fait de leur dépendance au type de carbone étudié ou à son niveau d'oxydation. Il a cependant été mis en évidence, par Stagg et Charalampopoulos, une faible dépendance en température des indices pour les différents carbones étudiés [50].

Cheheb et al. ont réalisé des mesures des propriétés radiatives et conductrices par méthode flash [51] mais considèrent uniquement des matériaux non diffusants. Les matériaux étudiés à l'aide de cette méthode sont deux verres commerciaux et un plexiglas dont les faces ont été peintes en noir pour correspondre aux hypothèses utilisées dans le modèle. Les propriétés identifiées sont la conductivité thermique, la capacité calorifique volumique ( $\rho.c_p$ ), le nombre de Biot et enfin l'épaisseur optique.

Un banc expérimental a été développé par Nicolau pour mesurer la transmittance ainsi que la réflectance de matériaux en fibres de verre et mousses de carbone [21] pour identifier les coefficients d'extinction, l'albédo ainsi que les paramètres de la fonction de phase approchée spécialement développée pour cette étude. Un montage BRDF/BTDF (bidirectional reflectance/transmittance distribution function) a été conçu pour fournir les données nécessaires à l'identification. Le rayonnement provenant de la source interne d'un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) est incident sur les matériaux à tester. La mesure spectrale du flux transmis ou réfléchi est réalisée par le FTIR qui comporte un détecteur Mercure Cadmium Telluride (MCT) placé sur un bras goniométrique permettant des mesures directionnelles. Le porte échantillon est lui aussi placé sur un socle rotatif permettant d'obtenir des mesures bidirectionnelles. Ce banc du CETHIL a ensuite été utilisé par Moura pour l'identification de matériaux en prenant en compte l'absence de symétrie azimutale [52].

Celzard et al. utilisent d'autres mesures de réflectance et de transmittance normales hémisphériques [53] pour déduire l'épaisseur optique et l'albédo de mousses de carbone issues de tannins. Les mesures hémisphériques sont obtenues à l'aide d'une sphère intégrante et un spectromètre infrarouge à FT-IR utilisant un détecteur MCT. Une méthode laser flash est également utilisée pour obtenir la conductivité thermique, calculée à partir de la diffusivité thermique et la capacité calorifique. Le développement numérique utilisé considère l'échantillon comme étant absorbant diffusant anisotrope en utilisant une fonction de phase approchée de type Henyey-Greenstein. Ces matériaux se comportent comme un « corps gris » (pas de dépendance spectrale) avec une très faible réflectance (autour de 6%) et une faible conductivité thermique.

Un point commun et une limitation de ces techniques expérimentales est qu'elles étudient toutes le comportement de milieux à basse température, or dans notre cas la barrière thermique atteint des températures très élevées approchant 3000 K. L'émission propre de l'échantillon dans ces conditions ne peut pas être négligée, les transferts de chaleur sont fortement impactés par les hautes températures et des systèmes spécifiques de chauffage doivent être développés.

En plus des bancs expérimentaux déjà présentés précédemment tels que celui utilisé par White à la NASA [12] ou encore la plateforme MEDIASE [13], [14], [15], [16] et [17], des techniques de caractérisation à haute température de propriétés de matériaux à base de carbone sont réalisées. Cependant, celles-ci se focalisent principalement sur des propriétés mécaniques, pour le banc de Sauder et al. [54], comme le module de Young ou la résistance à la traction ainsi que la caractérisation de la texture des fibres (orientations des plans des structures en graphite). Certaines propriétés thermiques telles que la capacité calorifique et la diffusivité thermique pour en déduire la conductivité thermique ont également été mesurées par Pradere et al. [55]. Ces mesures sont réalisées à des températures allant jusqu'à 2500-3000K, obtenues à l'aide d'un laser argon.

Des travaux visant l'identification du facteur d'émission de l'alumine en utilisant des mesures d'émission spectrales normales et directionnelles ont été menés par Lee et al. [56]. Cette méthode utilise également un spectromètre FT-IR avec un détecteur MCT pour



effectuer les mesures. Un système de chauffage en face arrière par conduction permettant d'atteindre une température de 1200°C est utilisé mais les mesures présentées dans cette étude ont été effectuées à 300°C. La température est mesurée à l'aide d'un thermocouple de type K dans une cellule contenant l'échantillon placé sous vide (jusqu'à  $10^{-6}$  Torr).

La caractérisation à haute température de céramiques de type zircone yttrée et alumine, basée sur des mesures d'émission spectrales normales effectuée par Delmas et al. [57] a conduit à la connaissance du facteur d'émission à des températures supérieures à 1500°C ; dans le cadre de ces travaux, c'est une pyrométrie au point de Christiansen qui était mise en œuvre pour mesurer la température et ainsi obtenir le facteur d'émission à partir de la puissance radiative émise. Cependant, une telle technique ne pourra pas être utilisée sur des matériaux carbonés car ils ne possèdent pas de fréquence de Christiansen. Le chauffage est réalisé à l'aide de 4 lampes à arc au xénon de 7 kW de puissance unitaire. Le rayonnement des lampes est ensuite filtré à l'aide d'un hublot en pyrex pour conserver uniquement le rayonnement à une longueur d'onde inférieure à 2,7  $\mu\text{m}$  et les mesures sont réalisées par un spectromètre FT-IR entre 2,7 et 15  $\mu\text{m}$ . Le modèle utilisé ici considère l'échantillon comme absorbant, émettant et diffusant anisotrope avec une hypothèse de symétrie azimutale et résout l'ETR à l'aide d'une méthode DOM ; la fonction de phase est quant à elle calculée avec la théorie de Mie.

La méthode d'identification des propriétés radiatives et du champ de température de matériaux de faible densité soumis à de très hautes températures développée dans cette thèse est décrite dans le chapitre suivant. Un intérêt particulier est porté à la méthode de modélisation du transfert radiatif au sein de ces matériaux ainsi qu'aux différents modèles utilisés pour obtenir leurs propriétés optiques et radiatives.

## **Chapitre 2**

### **Identification des propriétés radiatives et du champ de température de milieux semi-transparentes**



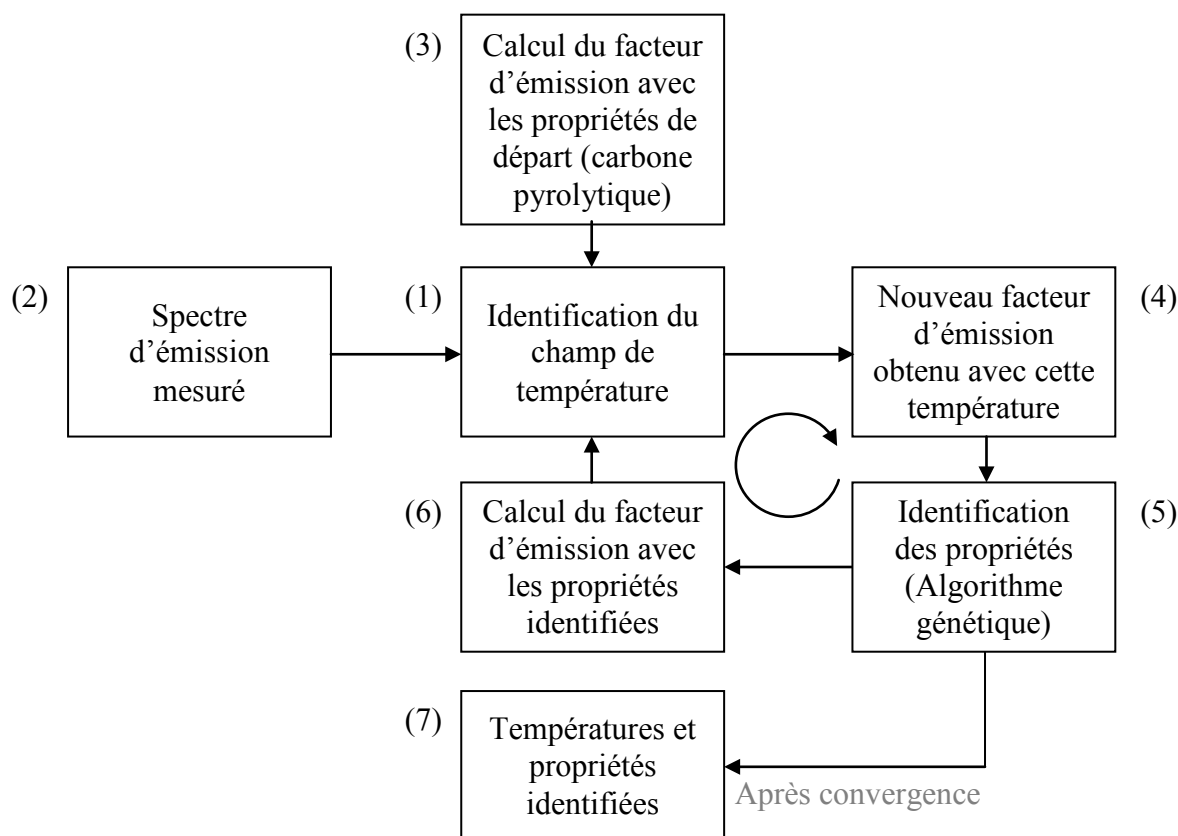
## 2. Identification des propriétés radiatives et du champ de température de milieux semi-transparents

Ce chapitre présente la démarche adoptée pour caractériser les propriétés radiatives des barrières thermiques étudiées. Elle est illustrée par la *figure 2.1*. L'identification est réalisée à partir de mesures du flux radiatif émis par l'échantillon, obtenus à l'aide du banc de mesure spectrométrique qui est présenté au chapitre 3. Elle porte simultanément sur l'identification des propriétés radiatives du matériau ainsi que du champ de température interne au matériau.

L'identification se déroule en plusieurs phases. Dans un premier temps, le champ de température est estimé (1) à partir de mesures de spectres d'émission de l'échantillon (2). Pour ce faire, un facteur d'émission est calculé pour un jeu de propriétés de départ (3) par la méthode de Monte Carlo qui est présenté dans la première partie de ce chapitre. Le calcul des propriétés radiatives utilisées par cette méthode est présenté dans la deuxième partie. La température est obtenue à l'aide d'une méthode de minimisation, basée sur un algorithme génétique (voir annexe 2).

Un nouveau facteur d'émission basé sur la température identifiée est calculé (4). Pour retrouver les propriétés radiatives permettant de reconstruire ce facteur d'émission, un modèle simplifié, basé sur une étude de sensibilité du modèle de Monte Carlo et présenté dans la troisième partie, est utilisé conjointement à la méthode de minimisation (5) qui fait l'objet de la quatrième et dernière partie.

Ces propriétés sont de nouveau utilisées par la méthode de Monte Carlo pour modéliser un nouveau facteur d'émission (6) ; une nouvelle température est alors identifiée (1) donnant lieu à une nouvelle identification des propriétés radiatives (5). Cette procédure itérative est répétée jusqu'à ce que les valeurs des propriétés radiatives ainsi que du champ de température convergent (7).



**Figure 2.1** Description des différentes étapes de calcul utilisées pour la méthode d'identification

## 2.1 Modélisation du facteur d'émission

Une méthode de Monte Carlo inverse basée sur la réciprocité des facteurs de distribution du rayonnement [58] est utilisée pour modéliser le facteur d'émission spectral directionnel du matériau étudié. Cette méthode stochastique consiste à remonter le parcours de quanta depuis leur point d'arrivée jusqu'à leur point de départ. Ceci permet de ne comptabiliser que les quanta parvenant effectivement sur le détecteur. Ce suivi de quanta est réalisé pour plusieurs échantillons et le calcul se termine quand l'écart type entre le résultat de chaque échantillon est inférieur à une valeur souhaitée. Dans le cas contraire le nombre de quanta affecté à chaque échantillon est doublé et la procédure de suivie continue.

La première étape de la modélisation consiste à déterminer le nombre d'onde  $\nu$  affecté au paquet de quanta. Ce nombre d'onde est tiré aléatoirement suivant une loi uniforme entre les bornes d'étude de sorte que :

$$\nu = \nu_{\min} + \text{Rand}(\nu_{\max} - \nu_{\min}) \quad (2.1)$$

Rand représente un nombre généré aléatoirement entre 0 et 1. Un tirage sur une loi uniforme a ici été préféré à l'utilisation d'une densité de probabilité basée sur la loi de Planck car la température, nécessaire au calcul de la loi de Planck, est inconnue. La position des événements de diffusion ou d'absorption est obtenue à partir de la direction des quanta (la direction de mesure pour la première diffusion puis la direction des quanta après diffusion pour la suite) ainsi que de la longueur d'extinction  $L_{\text{ext}}$  :

$$L_{\text{ext}} = -\frac{\log(\text{Rand})}{\beta_{\nu}} \quad (2.2)$$

L'équation (2.2) correspond à une densité de probabilité  $p(L_{\text{ext}}) = \beta_{\nu} \exp(-\beta_{\nu} L_{\text{ext}})$  décrivant la loi d'atténuation de Beer. Dans cette équation  $\beta_{\nu}$  représente le coefficient d'extinction spectral du milieu, somme du coefficient d'absorption et du coefficient de diffusion. A ce moment, le phénomène d'absorption doit être traité. Pour se faire, deux méthodes sont disponibles : la méthode ici nommée d'absorption progressive, qui consiste à calculer l'énergie absorbée par le milieu sur le trajet parcouru jusqu'à ce que cette énergie soit réduite sous une valeur seuil (e.g. le paquet de quanta est considéré totalement absorbé si son énergie est inférieure à 0,1% de l'énergie qui lui a été affectée au départ) auquel cas on considère le paquet de quanta complètement absorbé ; et la méthode d'absorption totale, dans laquelle le paquet de quanta est soit diffusé soit intégralement absorbé.

Pour pouvoir choisir entre ces deux méthodes, une étude comparative de leur temps de calcul pour obtenir un résultat d'une même précision (écart type inférieur à 1%) a été réalisées. Dans le cas de la méthode d'absorption progressive, différentes valeurs seuils ont été étudiées. Comme on peut le voir dans le *tableau 2.1*, la méthode d'absorption totale permet un calcul plus rapide pour une précision équivalente à la méthode d'absorption progressive même avec une valeur seuil très élevée. Ceci est principalement dû au fait que, bien que la méthode d'absorption totale nécessite un nombre de rayons lancés plus important, le temps de traitement de l'absorption lors de la méthode progressive (calcul de la distance parcourue, calcul de l'énergie absorbée, calcul de l'énergie restante, comparaison avec la valeur seuil) est beaucoup plus long. La méthode d'absorption totale a donc été préférée ici.

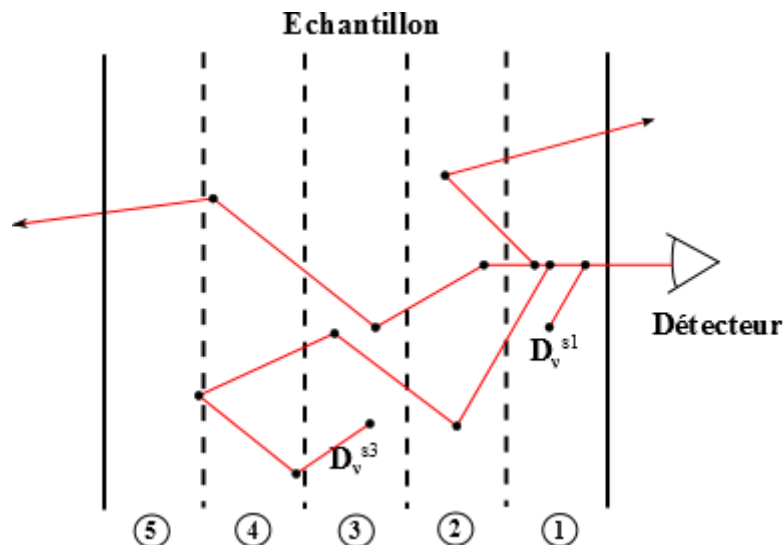
**Tableau 2.1** Comparaison du temps de calcul pour les méthodes d'absorption totale et progressive

|                     | Absorption totale | Absorption progressive |            |             |
|---------------------|-------------------|------------------------|------------|-------------|
|                     |                   | (seuil=0,1%)           | (seuil=5%) | (seuil=10%) |
| Temps de calcul [s] | 106               | 558                    | 155        | 130         |

La diffusion ou l'absorption du paquet de quanta dépend de l'albédo de diffusion, défini comme le rapport entre les coefficients de diffusion et d'extinction. Cet albédo peut être vu comme une probabilité en un point que l'extinction du rayonnement soit due au phénomène de diffusion. Afin de décider si le paquet de quanta est absorbé ou pas, on tire aléatoirement un nombre Rand ( $\in [0,1]$ ) et si :

$$\text{Rand} > \sigma_v \cdot \beta_v^{-1} \tag{2.3}$$

alors les quanta sont absorbés. Dans ce cas, le facteur de distribution du rayonnement,  $D_v^{sj}(\mathbf{u})$ , schématisé sur la *figure 2.2*, est mis à jour. Il est défini comme la fraction du flux émis dans la direction  $\mathbf{u}$  depuis le détecteur et absorbé par le volume  $j$ . Selon le principe de réciprocité des facteurs de distribution du rayonnement, le ratio des quanta absorbés par un volume sur les quanta émis par une source est égal au ratio des rayons reçus par un détecteur (positionné à la place de la source) sur les quantas émis par ce volume [39], [58].



**Figure 2.2** Représentation schématique des facteurs de distribution du rayonnement

Dans l'approche Monte Carlo dite inverse, les sites d'absorption  $j$  deviennent les sites d'émission et  $\mathbf{u}$  devient la direction de mesure. Cela nous permet d'obtenir la luminance partant du matériau  $I_v(\mathbf{u})$  dans la direction  $\mathbf{u}$  en multipliant les facteurs de distribution du rayonnement  $D_v^{sj}(\mathbf{u})$  par la luminance spectrale du corps noir  $B_v(T_j)$  :

$$I_v(\mathbf{u}) = \sum_{j=1}^N D_v^{sj}(\mathbf{u}) \cdot B_v(T_j) \tag{2.4}$$

Enfin, le facteur d'émission spectral directionnel est obtenu en divisant la luminance spectrale partant du matériau dans la direction  $\mathbf{u}$  par la luminance du corps noir à la température de référence  $T_0$  :

$$F_v(\mathbf{u}, T_0) = \frac{I_v(\mathbf{u})}{B_v(T_0)} \quad (2.5)$$

Lorsque le milieu est isotherme, la température de référence et la température du matériau sont identiques : le facteur d'émission se simplifie en facteur de distribution du rayonnement  $F_v(\mathbf{u}, T_0) = \sum_{j=1}^N D_v^{sj}(\mathbf{u})$ . Si le milieu est anisotherme, la température de référence est choisie comme étant la température de la face du matériau sur laquelle sont faites les mesures.

Si les quanta sont diffusés (ce qui correspond au cas  $\text{Rand} < \sigma_v \cdot \beta_v^{-1}$ ), la nouvelle direction de propagation des quanta doit être calculée. Cette direction est obtenue à l'aide de la fonction de phase de la particule diffusante obtenue avec la théorie de Mie (cf. annexe 1). On tire alors aléatoirement le rayon de la particule diffusant les rayons. En effet, ce paramètre influe fortement sur la fonction de phase. Dans notre cas, on considère une répartition uniforme des rayons des fibres :

$$p(R) = \frac{1}{R_{\max} - R_{\min}} \quad (2.6)$$

Comme :

$$\int_{R_{\min}}^R p(R') dR' = \text{Rand} \quad (2.7)$$

Le rayon est donc obtenu par :

$$R = R_{\min} + \text{Rand} (R_{\max} - R_{\min}) \quad (2.8)$$

L'angle de diffusion  $\theta$  dans le plan de la fibre est ensuite évalué en définissant un nombre aléatoire comme étant la valeur du rapport entre la distribution cumulée de la fonction de phase pour toutes les directions et de la distribution cumulée de la fonction de phase pour les directions comprises entre  $0^\circ$  et la direction de diffusion  $\theta$  :

$$\frac{\int_0^\theta S_{11}(x, \Phi) dx}{\int_0^\pi S_{11}(x, \Phi) dx} = \text{Rand} \quad (2.9)$$

$S_{11}$  est le premier élément de la matrice d'amplitude de diffusion calculé par la théorie de Mie (cf. annexe 1).  $\Phi$  représente l'angle d'incidence des quanta sur la particule diffusante. En pratique la fonction de phase n'est pas calculée à chaque fois mais une fois pour toute puis stockée au début du calcul. Cette base de données contient les valeurs de  $\theta$  tous les degrés, l'angle exact de diffusion est donc ensuite interpolé linéairement.

Pour une particule sphérique la théorie de Mie considère systématiquement une incidence normale et on obtient donc directement la nouvelle direction de diffusion en appliquant la méthode précédente. Pour une particule diffusante cylindrique, la connaissance de l'angle d'incidence est primordiale.

La première étape de ce calcul consiste alors à calculer l'orientation de la fibre diffusant les quanta, voir *figure 2.3*. Cette orientation est obtenue par tirage aléatoire sur la fonction de distribution de l'orientation des fibres qui va dépendre de l'architecture du feutre (orientations des fibres aléatoires dans un plan ou dans l'espace, ou comportant des orientations privilégiées). A titre d'exemple, pour un feutre de fibres orientées aléatoirement dans un plan  $\omega$ , l'orientation des fibres est définie par :

$$\omega_f = \omega \tag{2.10a}$$

et : 
$$\xi_f = 2\pi \cdot \text{Rand} \tag{2.10b}$$

Dans un second temps, connaissant la trajectoire d'origine des quanta et l'orientation de la fibre, l'angle d'incidence  $\Phi$  des quanta sur la fibre, voir *figure 2.4*, est calculé connaissant l'orientation de la fibre définie par ses coordonnées  $(\xi_f$  et  $\omega_f)$  :

$$\cos \Phi = \sin(\xi_i) \sin(\xi_f) \cos(\omega_i - \omega_f) + \cos(\xi_i) \cos(\xi_f) \tag{2.11}$$

Quelle que soit la configuration géométrique du matériau fibreux, on peut obtenir la direction des quanta incidents (les angles polaire  $\xi_i$  et azimutal  $\omega_i$ ) :

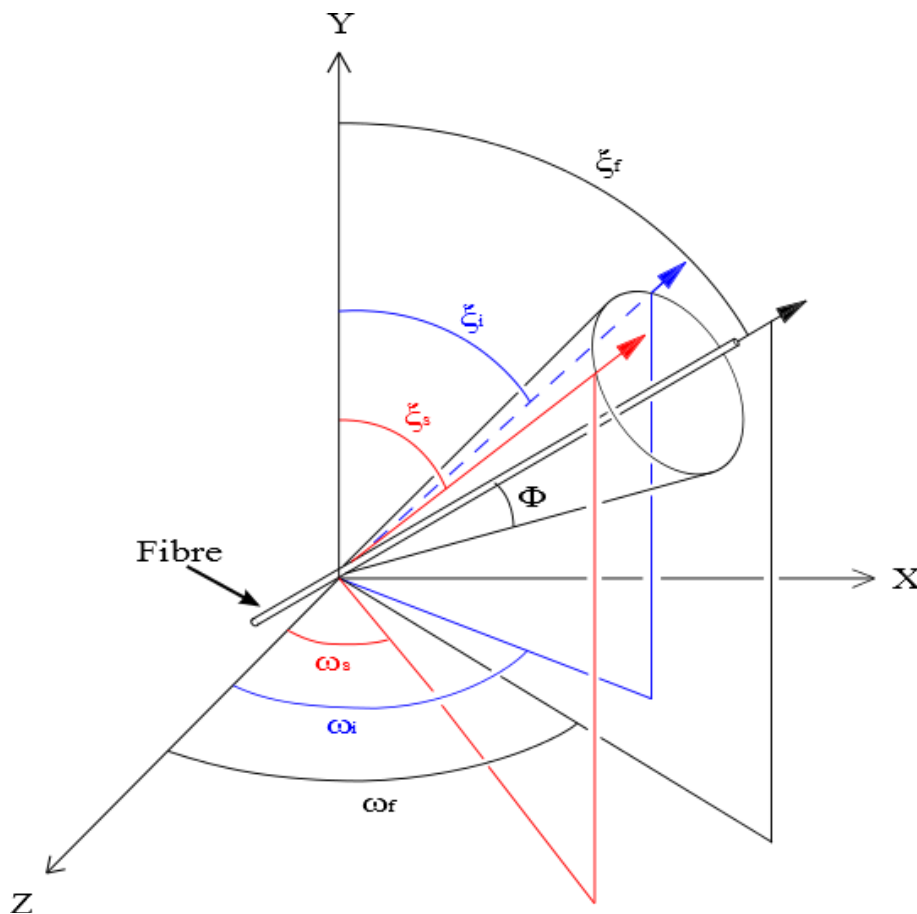
$$\xi_i = \cos^{-1}(s_y) \tag{2.12a}$$

$$\omega_i = \cos^{-1}(s_z / \sin \xi_i) \tag{2.12b}$$

où  $s_y$  et  $s_z$  sont les composantes selon les axes  $y$  et  $z$  respectivement, du trajet précédemment parcouru par les quanta.

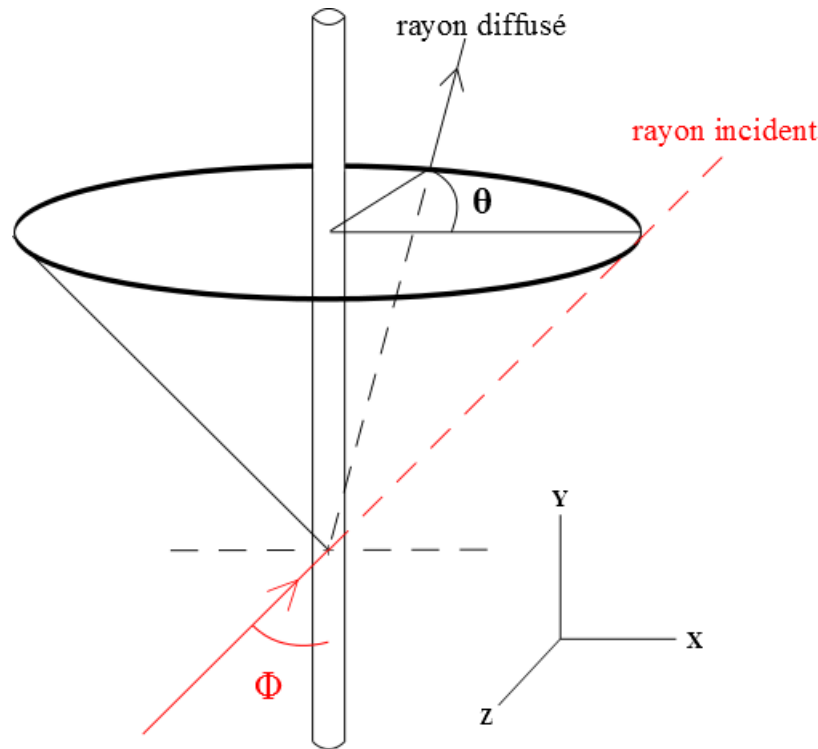
La dernière étape du calcul de la nouvelle direction de diffusion, dans le cas d'une particule diffusante cylindrique, consiste à repasser cette direction de diffusion du plan de la particule au plan du feutre :

$$(s_{x_s}, s_{y_s}, s_{z_s}) = [R] \cdot (s_{x_i}, s_{y_i}, s_{z_i}) \tag{2.13}$$



**Figure 2.3** Orientation des fibres dans l'espace





**Figure 2.4** Diffusion des quanta par une fibre

Dans l'équation (2.13),  $[R]$  est la matrice de rotation le long de l'axe de la fibre  $\vec{u}_f = (sx_f, sy_f, sz_f)$  permettant de transposer la nouvelle direction des quanta du plan de la particule diffusante au plan du feutre avec :

$$[R] = \begin{bmatrix} \cos \theta + sx_f^2(1 - \cos \theta) & sx_fsy_f(1 - \cos \theta) - sz_f \sin \theta & sx_fsz_f(1 - \cos \theta) + sy_f \sin \theta \\ sx_fsy_f(1 - \cos \theta) + sz_f \sin \theta & \cos \theta + sy_f^2(1 - \cos \theta) & sy_fsz_f(1 - \cos \theta) - sx_f \sin \theta \\ sx_fsz_f(1 - \cos \theta) - sy_f \sin \theta & sy_fsz_f(1 - \cos \theta) + sx_f \sin \theta & \cos \theta + sz_f^2(1 - \cos \theta) \end{bmatrix} \quad (2.14)$$

$$\text{et :} \quad sx_f = \sin(\xi_f) \sin(\omega_f) \quad (2.15a)$$

$$sy_f = \cos(\xi_f) \quad (2.15b)$$

$$sz_f = \sin(\xi_f) \cos(\omega_f) \quad (2.15c)$$

Une fois la nouvelle direction des quanta obtenue, une nouvelle longueur d'extinction est calculée par l'équation (2.2) et le suivi des quanta continue jusqu'à leur absorption ou jusqu'à ce qu'ils sortent du milieu.

La *figure 2.5* présente le diagramme de fonctionnement de la méthode de Monte Carlo inverse mise en œuvre dans ce travail de thèse. L'utilisation d'une méthode de Monte Carlo inverse permet un gain de temps significatif en évitant de prendre en compte les rayons émis dans une autre direction que celle étudiée, ainsi que les rayons réabsorbés par le milieu [40].

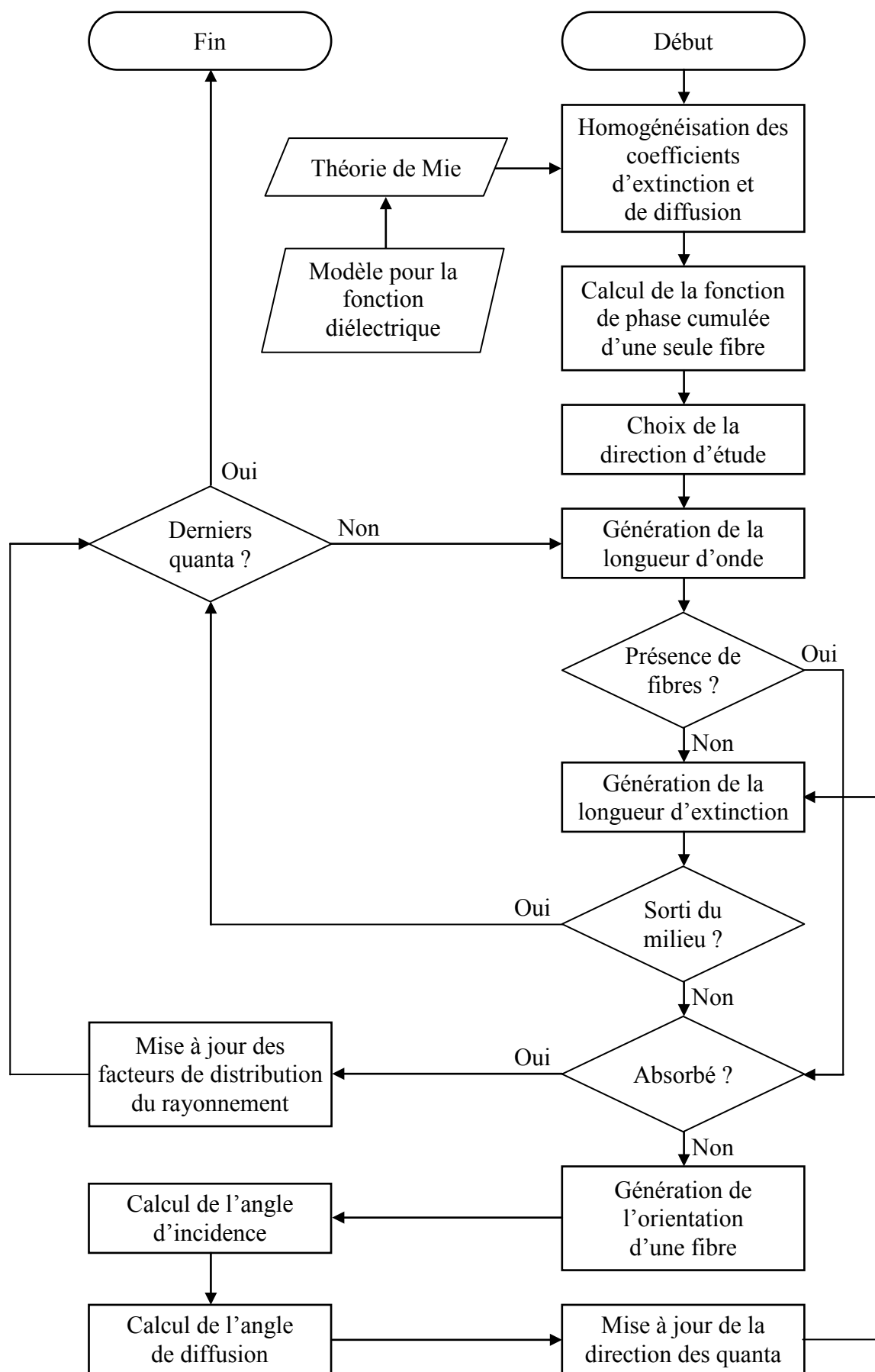


Figure 2.5 Diagramme de fonctionnement de la méthode Monte Carlo

## 2.2 Calculs des propriétés optiques et radiatives

Comme on vient de le voir, cette méthode de Monte Carlo inverse nécessite l'estimation des coefficients d'extinction et de diffusion du milieu ainsi que la fonction de phase d'une particule diffusante. Or les propriétés radiatives sont liées aux propriétés optiques et plus spécifiquement aux indices de réfraction complexe  $m$ . Un modèle de la fonction diélectrique  $\epsilon$  du matériau constitutif de la particule permet de calculer l'indice de réfraction complexe :

$$m = n + ik = \sqrt{\epsilon} \quad (2.16)$$

### *Modèle de Drude-Lorentz pour la fonction diélectrique du carbone*

Les paramètres les plus importants lors du calcul de la théorie de Mie sont le facteur de taille  $x = 2\pi Rv$  et l'indice complexe de réfraction du matériau composant la fibre. Ce dernier paramètre peut-être modélisé, dans le cas du carbone, par la formule de Drude-Lorentz pour la fonction diélectrique. Cette fonction comporte trois oscillateurs, pour les deux électrons liés (indice  $j=1,2$ ) et l'électron libres (indice  $fr$ ) :

$$\epsilon = 1 - \frac{\omega_{p,fr}^2}{\omega_a^2 + i\gamma_{fr}\omega_a} + \sum_{j=1}^2 \frac{\omega_{p,j}^2}{\omega_{r,j}^2 - \omega_a^2 - i\gamma_j\omega_a} \quad (2.17)$$

$$\text{avec :} \quad \omega_{p,j}^2 = \frac{e^2 N_{e_j}}{m_e \epsilon_0} \quad (2.18)$$

$$\text{et :} \quad \omega_a = 2\pi c_0 v \quad (2.19)$$

Dans l'équation (2.17)  $m_e$ ,  $\omega_{r,j}^2$ ,  $N_{e_j}$  et  $\gamma_j$  sont respectivement la masse d'un électron [ $9,1096 \times 10^{-31}$  kg], la fréquence de résonance plasma des électrons (0 pour les électrons libres,  $\omega_{r,1} = 1,25 \times 10^{15}$  [rad.s<sup>-1</sup>] et  $\omega_{r,2} = 7,25 \times 10^{15}$  [rad.s<sup>-1</sup>] [48], [49] dans le cas du carbone), la densité d'électron [#.m<sup>-3</sup>] et la constante d'amortissement [rad/s].  $e$  est la charge d'un électron [ $1,6022 \times 10^{-19}$  C] et  $\epsilon_0$  la constante diélectrique dans le vide [ $8,8542 \times 10^{-12}$  F.m<sup>-1</sup>]. Les paramètres nécessaires au calcul de la fonction diélectrique et donc de  $m$  sont les trois densités d'électron et les deux constantes d'amortissement. Ce sont ces paramètres qu'il faudra identifier.

### *Modèle pour la fonction diélectrique de la silice*

Le modèle de Drude-Lorentz ne permet pas de modéliser correctement la fonction diélectrique de la silice. Pour représenter ce type de matériau, un modèle basé sur des profils Gaussiens, développé par De Sousa Meneses et al. [59] a été utilisé. Ce modèle représente la fonction diélectrique par la relation suivante :

$$\epsilon = \epsilon_\infty + \sum_{j=1}^N g_{c_j}^{kkg}(v) + i. g_{c_j}(v) \quad (2.20)$$

où  $\epsilon_\infty$  représente la contribution électronique.  $g_{c_j}(v)$  est une somme de fonctions Gaussiennes représentant la partie imaginaire de la fonction diélectrique :

$$g_c(v) = M. \exp\left(-4. \ln 2. \left(\frac{v-v_0}{FWHM}\right)^2\right) - M. \exp\left(-4. \ln 2. \left(\frac{v+v_0}{FWHM}\right)^2\right) \quad (2.21)$$

avec  $\nu$  le nombre d'onde d'étude,  $\nu_0$  la position du pic de la Gaussienne,  $M$  son amplitude et FWHM sa largeur à mi-hauteur. Dans l'équation (2.20),  $g_c^{kkg}(\nu)$  représente la partie réelle de la fonction diélectrique correspondant à  $g_c(\nu)$ . Elle est obtenue par la relation de Kramers-Kronig :

$$g_c^{kkg}(\nu) = \frac{2M}{\sqrt{\pi}} \left[ \text{Daw} \left( 2\sqrt{\ln 2} \frac{\nu + \nu_0}{\text{FWHM}} \right) - \text{Daw} \left( 2\sqrt{\ln 2} \frac{\nu - \nu_0}{\text{FWHM}} \right) \right] \quad (2.22)$$

$\text{Daw}(x)$  représentant la fonction de Dawson :

$$\text{Daw}(x) = \exp(-x^2) \int_0^x \exp(t^2) dt \quad (2.23)$$

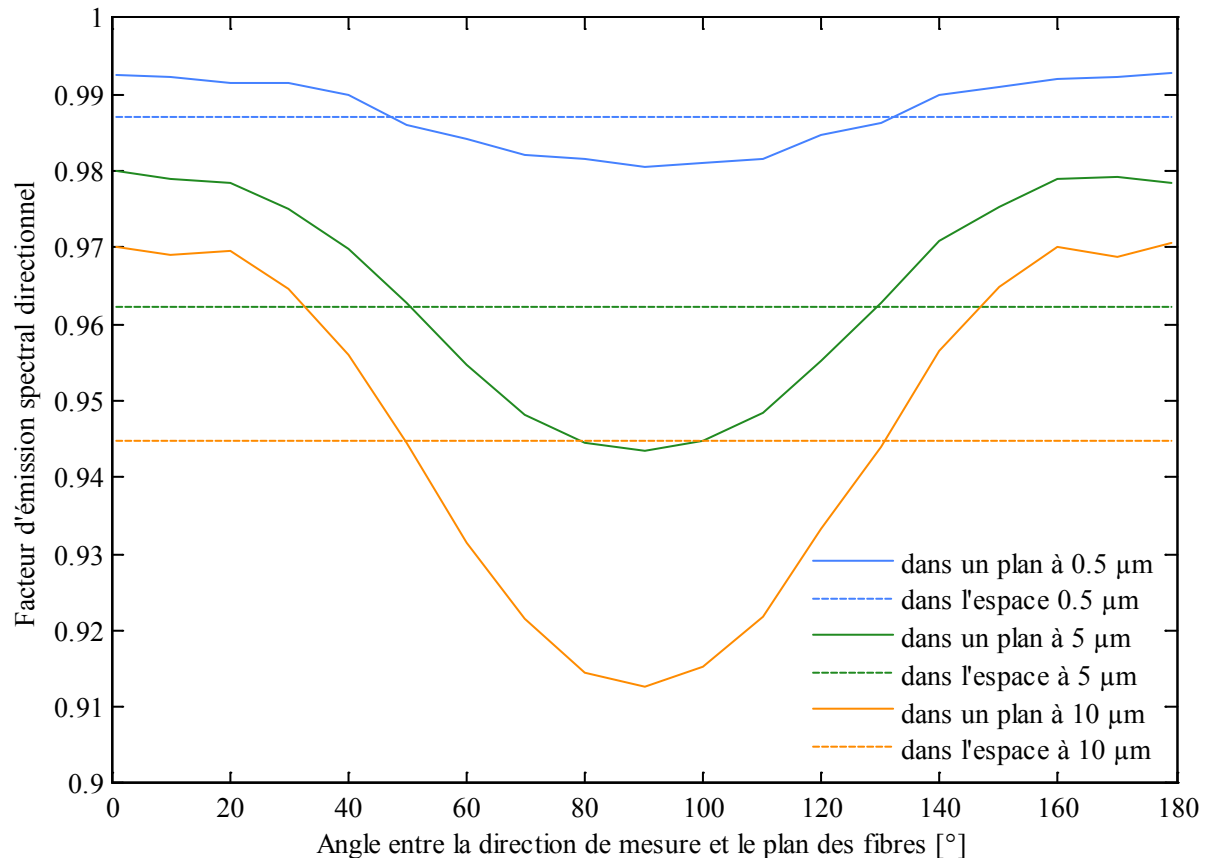
Les paramètres à identifier sont l'amplitude, la largeur à mi-hauteur et la position du pic de chaque oscillateur ainsi que la contribution électronique  $\epsilon_\infty$ .

Une fois les indices de réfraction calculés, ils sont utilisés par la théorie de Mie pour une particule sphérique ou pour un cylindre infini dans le cas d'une fibre afin d'obtenir les coefficients d'extinction et de diffusion, ainsi que la fonction de phase de la particule. Les propriétés du milieu (absorption et extinction) sont obtenues à partir de ces résultats à l'aide d'une méthode d'homogénéisation. Une fois les propriétés du milieu évaluées elles sont utilisées par la méthode de Monte Carlo inverse. L'évaluation des propriétés d'une fibre est réalisée par la théorie de Mie présentée en annexe 1 en considérant le cylindre comme étant infini. Le diamètre des fibres étudiées est de l'ordre de 10  $\mu\text{m}$  pour une longueur de fibre de plusieurs millimètres : l'hypothèse de longueur infinie est donc ici justifiée. Les propriétés de fibres de différents diamètres sont ensuite homogénéisées à l'ensemble du matériau fibreux à l'aide d'une technique également présentée en annexe 1. Cette technique dépend principalement de l'architecture du feutre et plus précisément de l'orientation des fibres dans l'espace.

Afin d'estimer l'impact de l'orientation des fibres sur le facteur d'émission spectrale défini par l'équation (2.5), nous l'avons calculé pour 2 configurations et 3 longueurs d'onde. La *figure 2.6* présente ces résultats.

Comme on peut le constater, la géométrie 3D (orientation aléatoire dans l'espace) est la moyenne de toutes les directions pour la géométrie 2D (orientation aléatoire dans un plan). Cela peut être étendu pour des géométries à orientations spécifiques. En effet, une orientation aléatoire dans plusieurs plans spécifiques est la moyenne du facteur d'émission pour chaque plan de fibre (géométrie 2D) présent dans le milieu. Ceci dans le cas où toutes les orientations ont la même probabilité, autrement la moyenne doit être pondérée par les probabilités associées à chaque orientation.

Les échantillons de feutres de carbone confiés par AIRBUS Defence & Space sont produits à partir de fibres de rayonne plongées dans un bain de résine puis pressées et enfin carbonisées ce qui leur permet de garder l'intégrité structurelle. Avec cette méthode de fabrication, les fibres peuvent être considérées comme étant orientées aléatoirement dans l'espace. Ces orientations sont également visible *figure 0.3*. Les échantillons en fibres de silice fournis par le CREE – Saint Gobain sont également considérés comme ayant une orientation des fibres aléatoire dans l'espace. Une image MEB présentée *figure 5.1* permet de justifier ce choix.



**Figure 2.6** Facteur d'émission en fonction de l'orientation des fibres pour 3 longueurs d'onde

Pour une modélisation précise de la distribution de l'orientation des fibres, une analyse optique, de type tomographie ou MEB, serait nécessaire pour connaître les orientations privilégiées et les probabilités de présence dans ces directions. Cependant, dans le cadre de notre étude, la variation maximale due à la géométrie est de l'ordre de 5%, comme on peut le voir sur la *figure 2.6*. La modélisation en utilisant une géométrie 3D (orientation aléatoire dans l'espace) a donc été privilégiée considérant la faible erreur induite par un tel choix ainsi que le gain de temps comparé à l'utilisation d'une méthode optique de caractérisation de la structure des échantillons. De plus la question de la représentativité de l'échantillon utilisé pour la mesure par tomographie peut se poser si cette imagerie n'est pas effectuée sur chaque nouvel échantillon étudié ce qui renforce le choix d'une telle hypothèse.

### 2.3 Modèle simplifié basé sur les analyses de sensibilités

A ce stade, l'indice complexe de réfraction  $m$  calculé avec le modèle pour la fonction diélectrique du carbone est utilisé dans la théorie de Mie pour un cylindre infini pour obtenir les coefficients d'extinction, de diffusion et la fonction de phase d'une fibre. Ces propriétés, hormis la fonction de phase, sont homogénéisées pour obtenir les propriétés d'un matériau composé de fibres aléatoirement orientées dans l'espace. La méthode de Monte Carlo inverse utilise les propriétés homogénéisées ainsi que la fonction de phase d'une fibre pour modéliser la luminance émise par le feutre de carbone. Pour un milieu de densité, de diamètre de fibre et d'épaisseur donnés, la modélisation nécessite l'identification de plusieurs paramètres, les trois densités d'électron et les deux constantes d'amortissement du modèle de Drude-Lorentz pour le carbone ou les paramètres des 5 oscillateurs dans le cas de la silice.

Cependant, cette méthode est relativement coûteuse en temps de calcul et, dans une optique d'identification de ces paramètres, nous avons choisi de développer un modèle simplifié. Dans le but de conserver au maximum la précision de la méthode de Monte Carlo, une analyse de sensibilité à chacun de ces paramètres a été menée dans l'optique d'utiliser cette analyse pour en dériver un modèle simplifié basé sur un développement de Taylor :

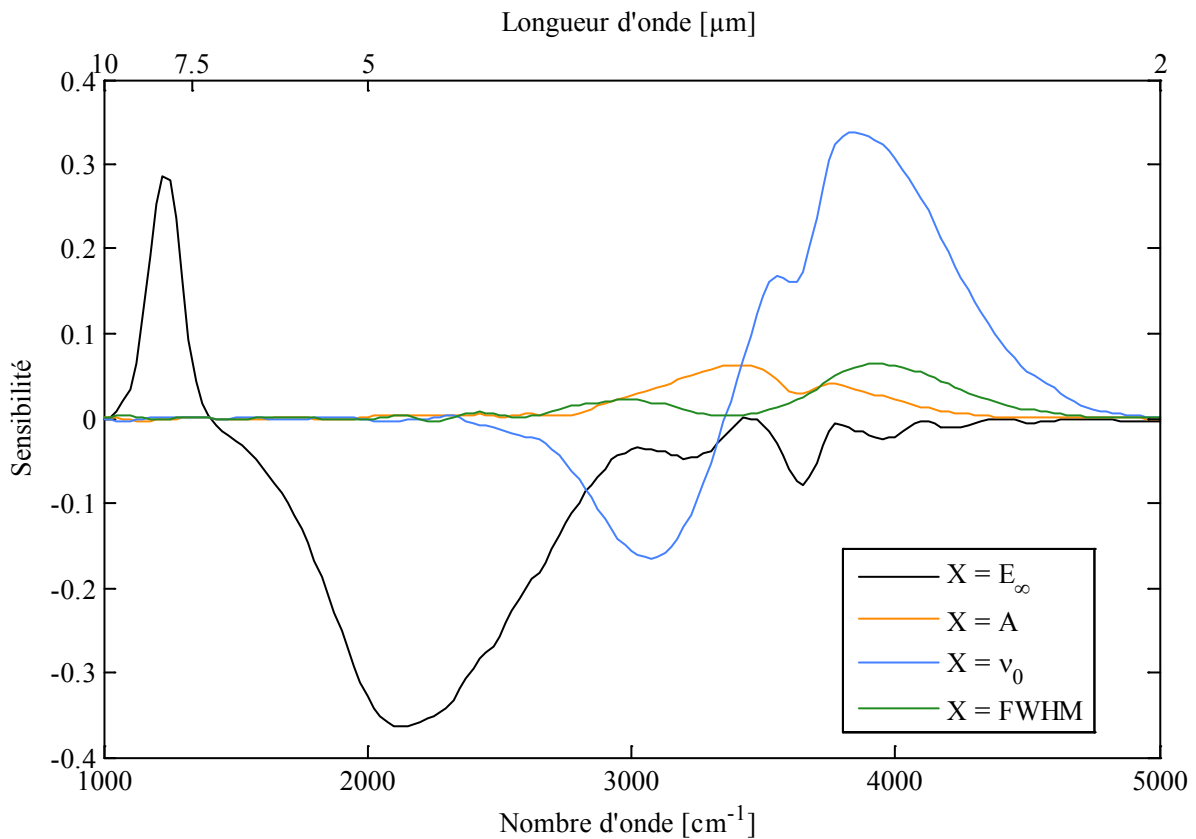
$$F_v = \widetilde{F}_{v0} + \frac{\partial F_v}{\partial \log X_1} \left( \frac{X_1}{\widetilde{X}_1} - 1 \right) + \dots + \frac{\partial F_v}{\partial \log X_n} \left( \frac{X_n}{\widetilde{X}_n} - 1 \right) \quad (2.24)$$

Le nouveau facteur d'émission  $F_v$  est obtenu à partir de la valeur de référence  $\widetilde{F}_{v0}$  (calculée avec les paramètres  $\widetilde{X}_1$  à  $\widetilde{X}_n$ ) en prenant en compte les contributions de la variation de chaque paramètre à identifier  $X_1$  à  $X_n$ , où  $X$  représente soit chacune des trois densités d'électron et des deux constantes d'amortissement du modèle de Drude-Lorentz pour le carbone soit chacun des paramètres des 5 oscillateurs Gaussiens dans le cas de la silice. Les paramètres du modèle de Drude-Lorentz évoluant sur plusieurs ordres de grandeur la formulation en logarithme permet une meilleure représentativité de l'influence de chacun des paramètres en fonction de la plage spectrale sur le facteur d'émission. Il est important de noter qu'un tel développement n'est valable qu'au voisinage de la valeur de référence  $\widetilde{F}_{v0}$  et il sera donc nécessaire de réaliser ce calcul plusieurs fois si les paramètres s'éloignent trop de la valeur de référence pour éviter une dérive du résultat. Avec cette méthode un gain de temps considérable est réalisé, remplaçant chaque calcul MC de plusieurs minutes par le calcul du développement de Taylor réalisé en moins d'une seconde après le coût initial des calculs Monte Carlo nécessaires à la réalisation des spectres de sensibilité de chaque paramètre utilisés dans l'équation (2.24) :

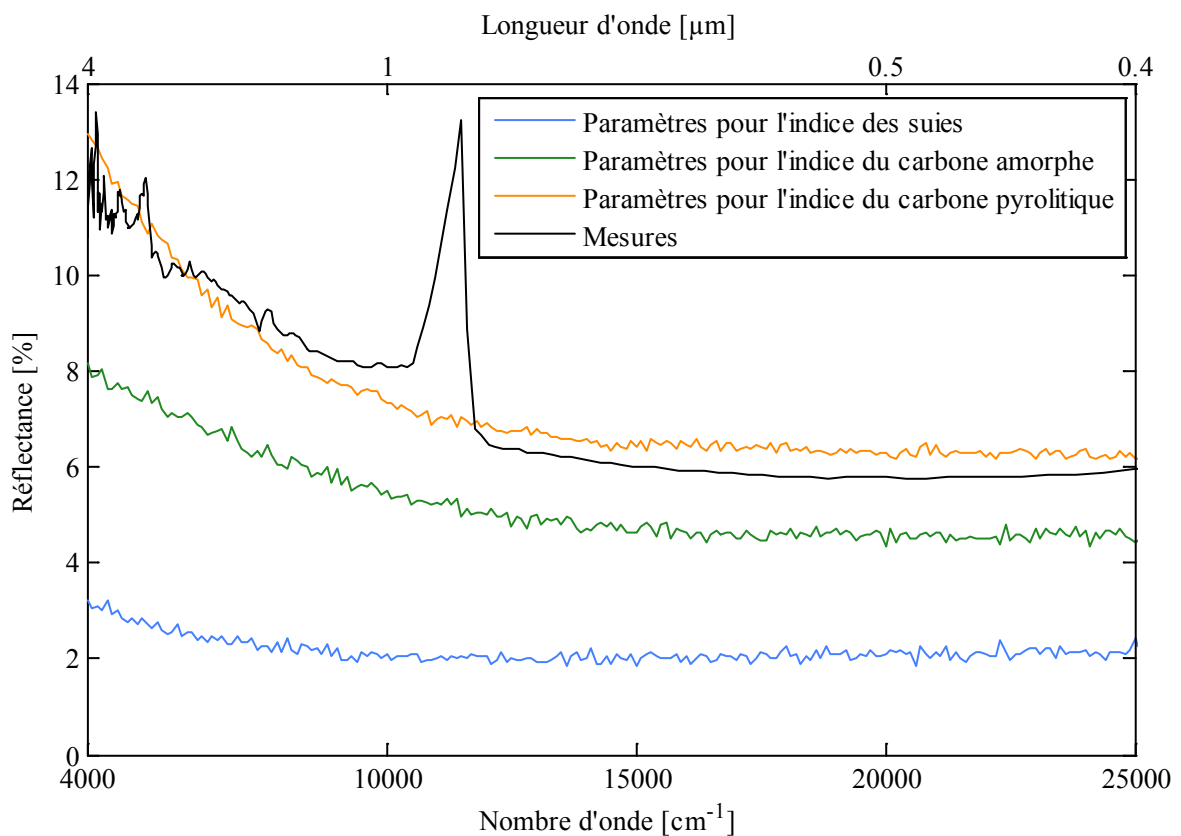
$$\frac{\partial F_v}{\partial \log X} = \widetilde{X} \frac{F_v(\widetilde{X}+dX) - F_v(\widetilde{X})}{dX} \quad (2.25)$$

Plusieurs spectres de sensibilités, calculés dans le cas de fibres en silice, sont présentés à titre d'exemple sur la *figure 2.7* afin d'illustrer la démarche. Comme on peut le voir, la sensibilité de chaque paramètre dépend fortement de la zone spectrale considérée.

Pour l'échantillon en fibres de carbone, plusieurs jeux de paramètres du modèle de Drude-Lorentz peuvent être trouvés dans la littérature [48], [49], [50] en fonction du type de carbone étudié (suies, carbone amorphe et pyrolytique). Or les paramètres du modèle peuvent varier de façon significative entre ces différentes formes de carbone. Pour choisir quelles données seront utilisées pour le calcul initial de la référence  $\widetilde{F}_{v0}$ , une étude préliminaire a été menée. Elle a consisté à comparer la réflectance normale hémisphérique mesurée sur les échantillons (à température ambiante) fournis par AIRBUS defence & space par spectrométrie à l'aide d'une sphère intégrante, à celle prédite par le modèle MC pour les différents jeux de paramètres, voir *figure 2.8*. Les données du calcul correspondent aux données fournisseur (fibres de 10  $\mu\text{m}$  de diamètre orientées aléatoirement dans l'espace avec une fraction volumique de fibre de 11 % pour une épaisseur de feutre de 3 mm). Comme on peut le voir, les paramètres du carbone pyrolytique conduisent à une meilleure concordance entre les données expérimentales et le calcul (le pic présent sur la mesure à 0,8  $\mu\text{m}$  est dû au changement de détecteur du spectromètre et n'a donc aucune signification physique). Les paramètres du modèle de Drude-Lorentz pour le carbone pyrolytique ont donc été utilisés afin d'initier le processus d'optimisation.



**Figure 2.7** Exemple de spectres de sensibilités  $\frac{\partial F_v}{\partial \log X}$  calculés dans le cas de la silice



**Figure 2.8** Réflectance expérimentale et calculée fonction des paramètres de Drude-Lorentz

Pour l'échantillon en fibres de silice fourni par le CREE – Saint-Gobain, les paramètres du modèle de la fonction diélectrique pour une silice de type I à 2200K fournis par De Sousa Meneses [60] ont été utilisés pour calculer la référence  $F_{v0}$ . Ce modèle utilise initialement 17 oscillateurs pour modéliser la fonction diélectrique de la silice entre 0 et 5000  $\text{cm}^{-1}$ . Pour réduire le nombre d'inconnues en vue de l'identification, seul 5 oscillateurs ont été conservés pour réduire le temps de calcul. Pour choisir ces cinq oscillateurs, l'indice de réfraction complexe a été calculé avec le modèle de la fonction diélectrique avec les 17 oscillateurs. Une comparaison de cet indice sur la plage 1000 à 5000  $\text{cm}^{-1}$  a ensuite été réalisée en retirant un à un les oscillateurs pour ne conserver que les 5 oscillateurs ayant l'influence la plus forte sur cette la plage spectrale d'étude pour ainsi conserver une représentation fidèle de l'indice de réfraction complexe.

#### 2.4 Algorithme d'optimisation pour l'identification

La résolution d'un problème inverse peut-être réalisée de nombreuses manières différentes mais implique généralement la minimisation de l'écart entre les grandeurs mesurées et celles générées par le modèle avec un certain jeu de paramètres. On recherche donc les paramètres donnant le plus faible écart. Encore une fois cet écart peut-être évalué de plusieurs façons. La méthode des moindres carrés fréquemment utilisée consiste à minimiser le carré de cet écart, appelé résidu, pour chaque point de mesure :

$$R(\mathbf{X}) = \sum (M - C(\mathbf{X}))^2 \quad (2.26)$$

M représente les données expérimentales et  $C(\mathbf{X})$  le résultat de la modélisation pour le jeu de paramètre  $\mathbf{X}$ . A titre d'exemple, dans le cas d'un matériau en feutre carbone :

$$\mathbf{X} = [N_{\text{efr}}, N_{e1}, N_{e2}, \gamma_1, \gamma_2] \quad (2.27)$$

Ici l'évolution de ce résidu,  $R(\mathbf{X})$ , en fonction des paramètres à identifier n'a aucune raison d'être linéaire et peut présenter de nombreux minima locaux du fait de la forte dépendance spectrale de leurs sensibilités ; l'utilisation d'un algorithme génétique, présenté en annexe 2, se révèle donc être une solution intéressante.

Dans notre cas le nombre de calculs par le modèle MC (§ 2.1) lors de la phase d'évaluation étant trop important, le modèle simplifié (§ 2.3) a été développé pour le remplacer. Une des contraintes de ce modèle est que les paramètres utilisés doivent être proches de l'état de référence du modèle. Pour palier ce problème un processus itératif utilisant l'algorithme génétique est utilisé. Les résultats du premier algorithme génétique servent à calculer une nouvelle référence pour un nouveau modèle simplifié. Ce processus itératif se termine lorsque la variation des paramètres est inférieure à un seuil. L'organigramme de fonctionnement du processus d'identification paramétrique est présenté en *figure 2.9a*.

A l'issue de cette identification, les facteurs de distribution du rayonnement sont connus. Le nouveau champ de température peut ainsi être obtenu à l'aide des résultats expérimentaux (spectres d'émission radiative à haute température). Un second algorithme génétique est utilisé pour permettre d'identifier le champ de température. Pour ce faire, les facteurs de distribution du rayonnement ( $D^{\text{sj}}$ ) de chaque tranche de l'échantillon calculés précédemment par la méthode de Monte Carlo avec les paramètres identifiés (ou les



propriétés du carbone pyrolytique pour la première identification) sont utilisés pour définir la fonction d'adaptation du nouvel algorithme génétique :

$$R_2(\mathbf{X}) = \sum_{v_i} (Y_{v_i} - \sum_j D_{v_i}^{s_j} B_{v_i,j}(T_j))^2 \quad (2.28)$$

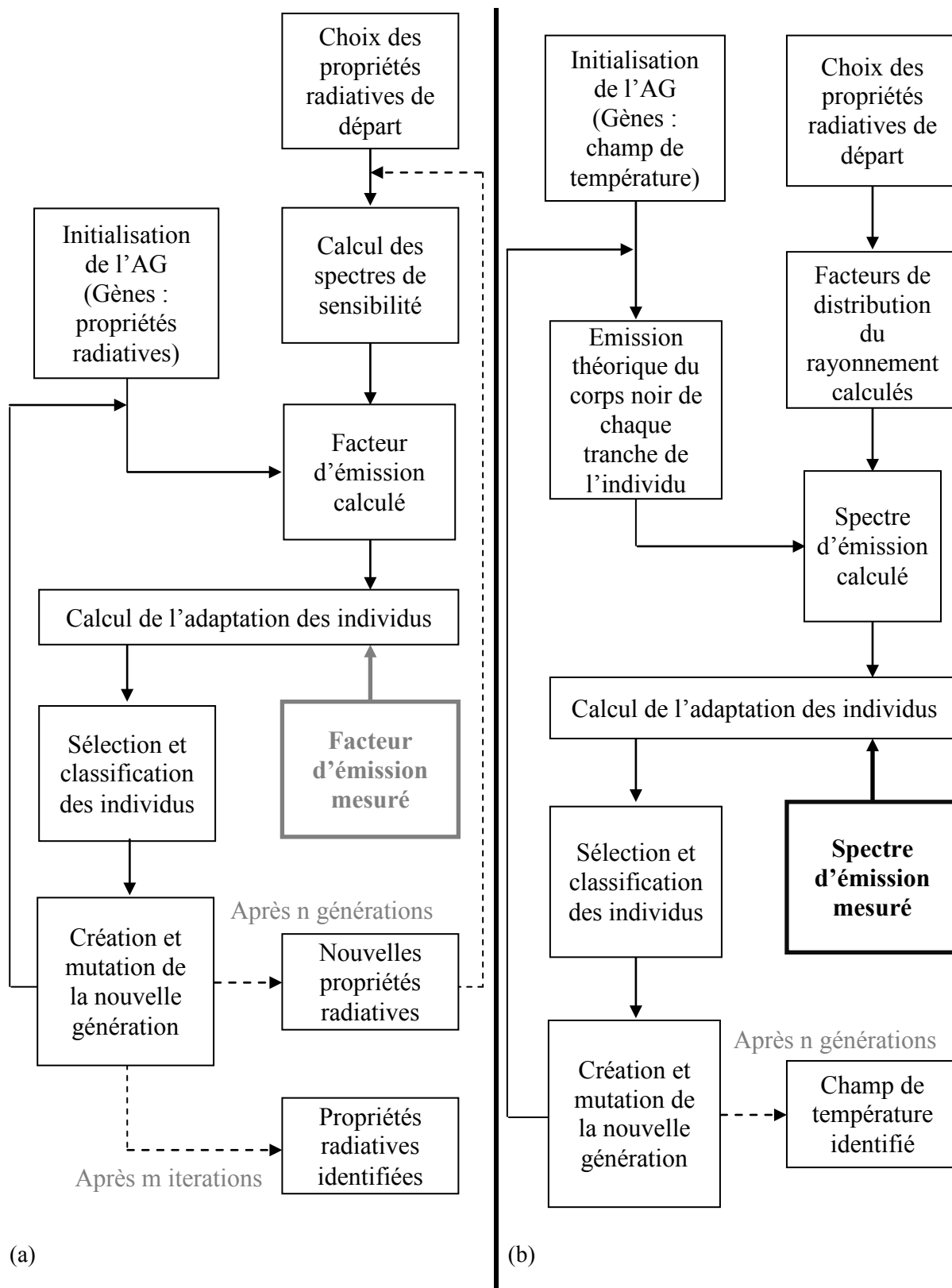
Dans l'équation (2.28),  $B_v(T_j)$  est la luminance du corps noir, défini dans l'équation (1.1), à la température  $T_j$  de la tranche  $j$ , voir *figure 2.2*. L'organigramme de fonctionnement pour l'identification du champ de température est présenté en *figure 2.9b*.

Une fois le champ de température estimé avec les paramètres initiaux on utilise le nouveau jeu de paramètres identifié par le premier AG. Ce nouveau jeu de paramètres permet d'identifier un nouveau champ de température et ainsi de suite jusqu'à ce que ce champ de température et les paramètres convergent.

Dans le cas où le milieu considéré est isotherme, il n'y a qu'une seule tranche représentant ce milieu et on obtient directement le facteur d'émission  $F_v$ . On cherche donc à minimiser directement l'écart entre le flux mesuré  $Y_v$  et celui calculé. Dans ce cas, la fonction d'adaptation est définie comme :

$$R_2(\mathbf{X}) = \sum_{v_i} (Y_{v_i} - F_{v_i} B_{v_i}(T))^2 \quad (2.29)$$

Le chapitre suivant présente le montage expérimental permettant la mesure des spectres d'émission.



**Figure 2.9** Diagramme de fonctionnement des algorithmes génétiques utilisés pour l'identification des propriétés radiatives (a) et du champ de température (b)



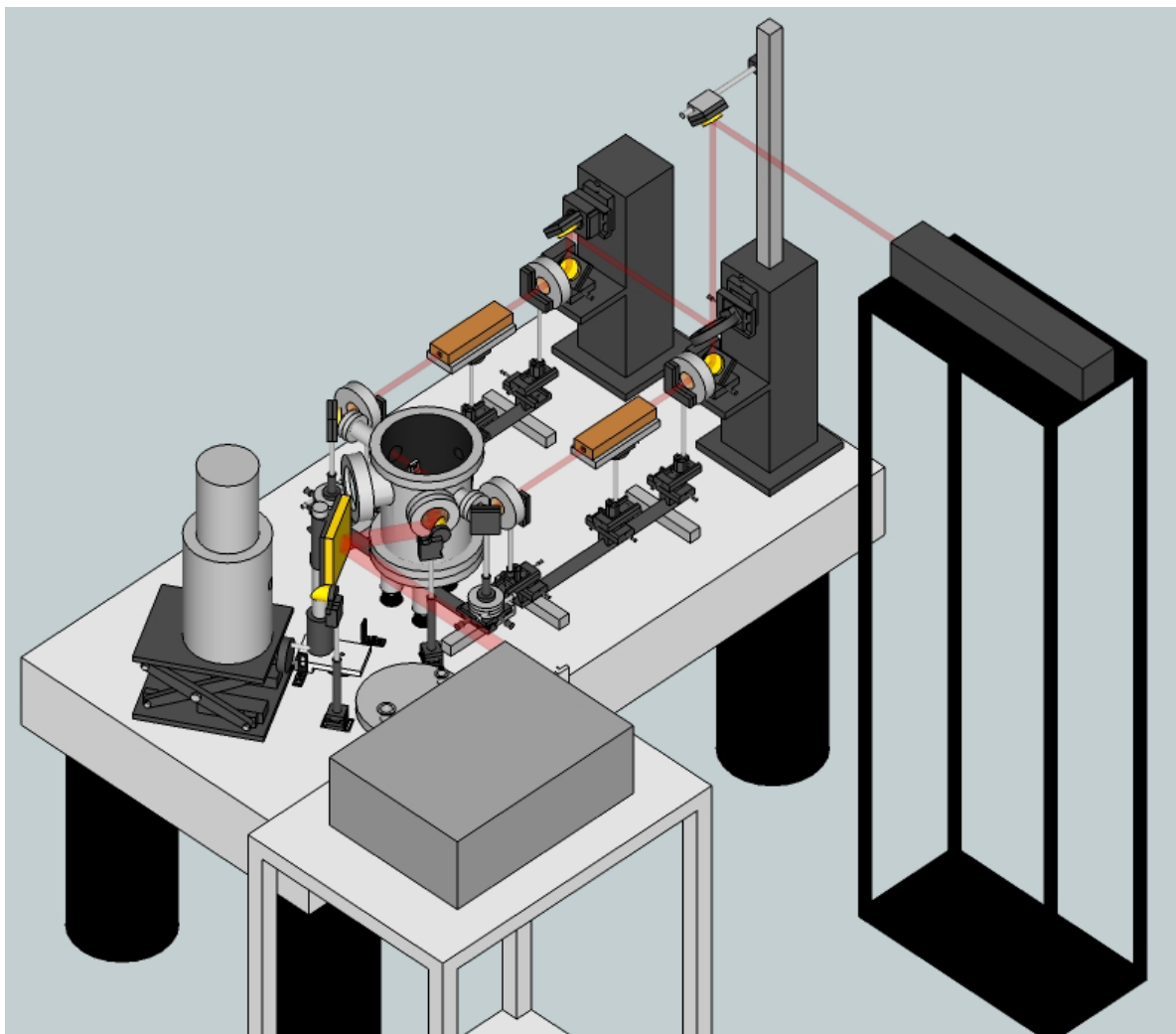
## **Chapitre 3**

### **Montage expérimental : Banc spectrométrique de mesure d'émission haute température**



### 3. Montage expérimental : banc spectrométrique de mesure d'émission haute température

Nous avons mentionné précédemment que la grandeur mesurée servant de base à l'identification des propriétés radiatives est le flux radiatif spectral émis par un échantillon à haute température. Ce chapitre comprend une description du banc d'émission haute température développé au CETHIL, présenté en *figure 3.1*, sur lequel ont été réalisées les mesures du flux partant de l'échantillon. Du fait des énergies mises en jeu à haute température, le flux émis par l'environnement et parvenant jusqu'au détecteur est ici négligeable devant le flux émis par l'échantillon. On considère donc le flux partant égal au flux émis, ce qui peut ne pas être vrai à basse température. Pour finir, le protocole d'étalonnage et le calcul de la fonction d'appareil seront détaillés dans la dernière partie du chapitre.



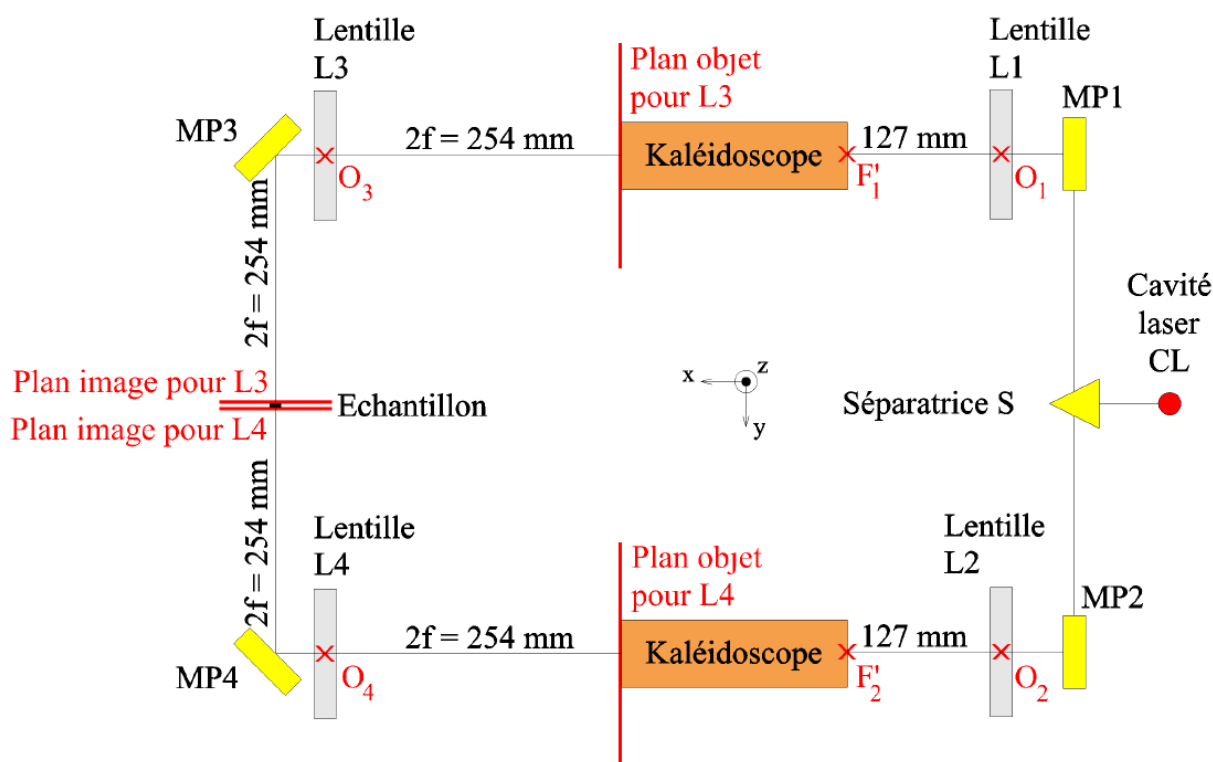
**Figure 3.1** Représentation 3D du banc de mesure spectrométrique à hautes températures

#### 3.1 Banc spectrométrique de mesure d'émission haute température

Cette section a pour objet la description des différents éléments constitutifs du banc de mesure spectrométrique à haute température : Le système de chauffage, l'enceinte sous vide, les appareils d'acquisition de données et enfin le corps noir servant de référence pour l'étalonnage de la chaîne de mesure.

### 3.1.1. Système de chauffage des échantillons

Cette partie du banc a été développée par Lopes [61] lors de ses travaux sur la mesure et la prédiction du facteur d'émission de matériaux semi-transparents à haute température. Les échantillons sont chauffés par rayonnement avec un laser CO<sub>2</sub> COHERENT DIAMOND K-300 de 300 W dont la longueur d'onde d'émission est centrée sur 10,6 μm. Le chauffage par rayonnement avait été préféré à un chauffage conductif car les matériaux étudiés présentaient une faible conductivité thermique. Ce système de chauffage est tout à fait adapté aux matériaux qui seront étudiés dans notre étude puisqu'en plus d'avoir une faible conductivité thermique, ces échantillons sont très absorbants à la longueur d'onde du laser. Ce système permet ici, selon la nature des échantillons étudiés, d'atteindre des températures voisines de 2000 K. Afin de se placer dans la configuration la plus favorable pour obtenir un échantillon isotherme, ce dernier peut être chauffé simultanément sur ses 2 faces. D'autre part, un montage optique en amont de l'échantillon présenté *figure 3.2* conditionne le faisceau laser grâce à des optiques décrites ci-après.

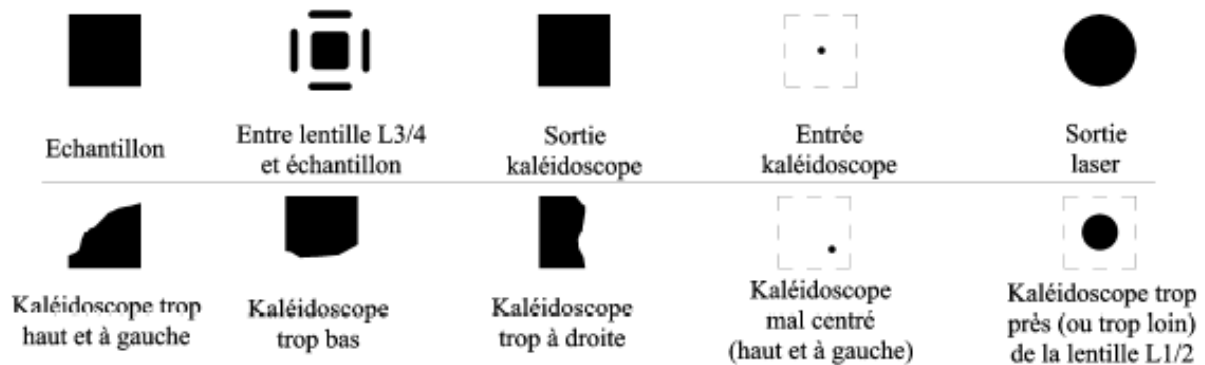


**Figure 3.2** Plan du système optique d'acheminement du laser CO<sub>2</sub>, montage 4f

En sortie de cavité (CL), le faisceau laser, ayant une répartition spatiale Gaussienne de la puissance, est divisé en deux à l'aide d'une séparatrice en ZnSe (S) dont la face 1 de réflectivité égale à 50% et la face 2 traitée antireflets à 10,6 μm permettent d'obtenir la même intensité sur chacune des voies. Les deux faisceaux ainsi créés sont ensuite redirigés vers l'échantillon à l'aide des miroirs plans (MP1-4) avec un revêtement en or, revêtement choisi car il permet une réflectivité supérieure à 99% à 10,6 μm.

Sur chaque voie, une lentille (L1/2) en zinc sélénium (ZnSe) traitée antireflet à 10,6 μm, ayant une distance focale de 127 mm et dont la transmittance à 10,6 μm est supérieure à 95 %, permet de focaliser le faisceau à l'entrée d'un kaléidoscope, guide d'onde à section carrée

dont les faces internes sont polies, permettant d'homogénéiser la répartition énergétique du faisceau. L'homogénéisation est basée sur le principe de segmentation-recombinaison qui consiste à découper le faisceau en segments superposables puis à réaliser la somme de ces segments grâce aux réflexions sur les faces internes du kaléidoscope. Ce dernier permet également la modification de la tache laser, pour obtenir une tache carrée, comme on peut le voir sur la partie supérieure de la *figure 3.3*.



**Figure 3.3** Marques correctes sur papier thermique (haut) et résultats d'un mauvais placement du kaléidoscope (bas)

L'objet, autrement dit la section de sortie du kaléidoscope, est ensuite imagé sur l'échantillon par une seconde lentille (L3/4) placée à égale distance de l'objet et de l'image, cette distance est de deux fois la distance focale de la lentille (ici  $f=127$  mm).

Le montage utilisé ici et représenté *figure 3.2* est un montage  $4f$  permettant d'imager la section de sortie du kaléidoscope avec un grandissement de  $-1$ . L'objet étant carré avec une répartition énergétique homogène, l'inversion du sens de l'image induite par un tel montage est sans incidence. En raison des distances mises en jeu et des différentes optiques utilisées, le placement et l'orientation précis de ces dernières sont primordiaux pour obtenir une image correcte sur l'échantillon. La partie inférieure de la *figure 3.3* présente certaines images résultant d'un mauvais placement du kaléidoscope. L'importance de cet alignement a conduit à la rédaction d'un rapport interne [62] détaillant chaque étape du positionnement des différentes optiques.

### 3.1.2. Enceinte à vide et porte échantillon

L'enceinte à vide dont le plan de conception est présenté *figure 3.4* est un autre élément constitutif du banc, développé quant à lui spécifiquement pour cette étude.

Certains échantillons que nous étudions étant à base de carbone, il est nécessaire de les protéger de l'oxydation lors de la phase de chauffage. D'autre part, des mesures d'émission à haute température réalisées dans le cadre de la thèse de Lopes [61] ont montré la nécessité d'éliminer la convection naturelle sur les faces de l'échantillon. Nous avons donc été amenés à concevoir une enceinte à vide dans laquelle sont placés les échantillons. Cette enceinte à vide réalisée en acier inoxydable 304 maintient un vide primaire de  $7.10^{-2}$  mbar protégeant ainsi les échantillons de l'oxydation. Le niveau de vide est obtenu à l'aide d'une pompe EDWARDS XDS 5. Un revêtement intérieur absorbant EDMUND OPTICS, dont l'émissivité est visible *figure 3.5*, a été choisi pour maîtriser les conditions aux limites thermiques et éviter les réflexions à l'intérieur de l'enceinte. En effet, il s'agit ici de minimiser les réflexions du



flux émis par l'échantillon, réfléchi par l'enceinte vers le détecteur, ce qui parasiterait la mesure.

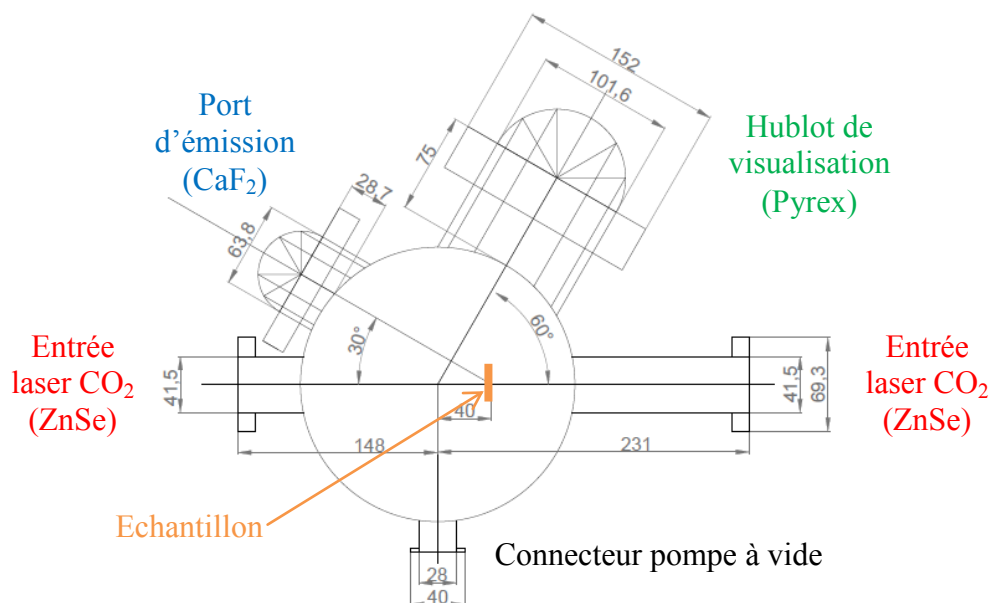


Figure 3.4 Vue de dessus de l'enceinte sous vide

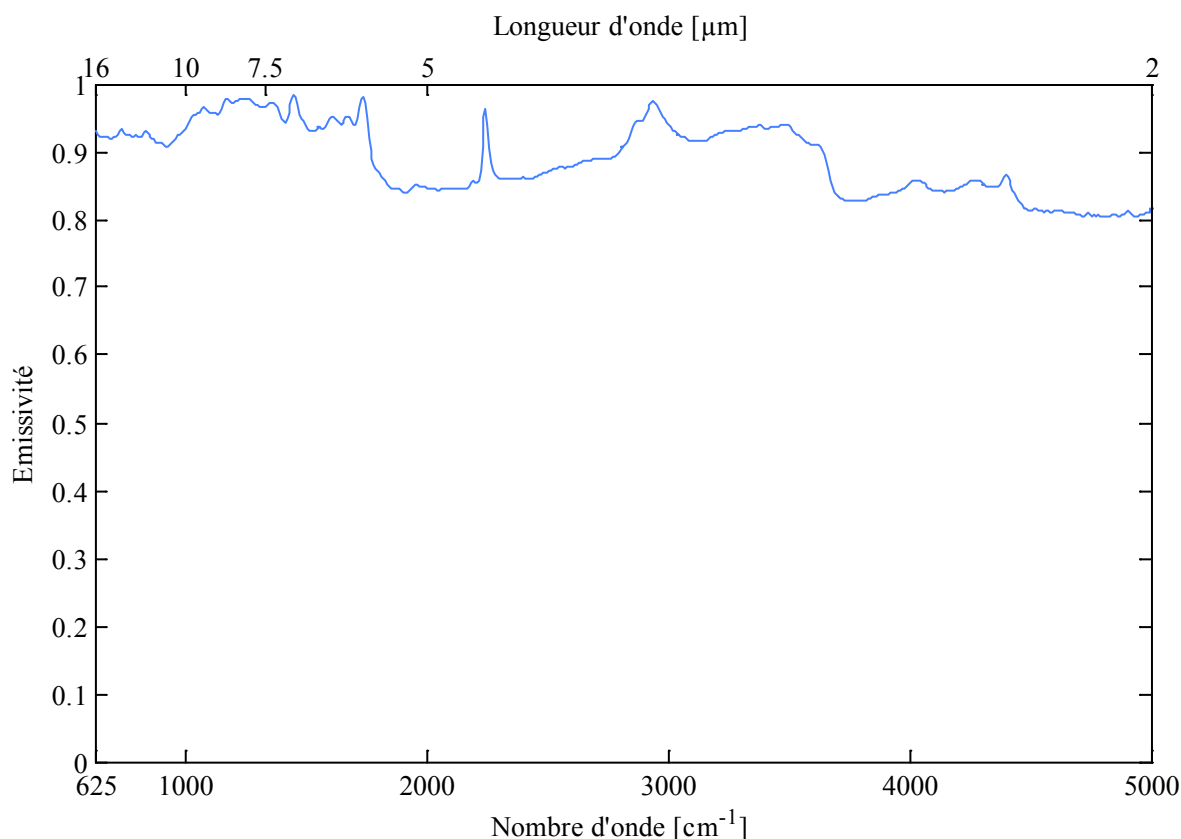
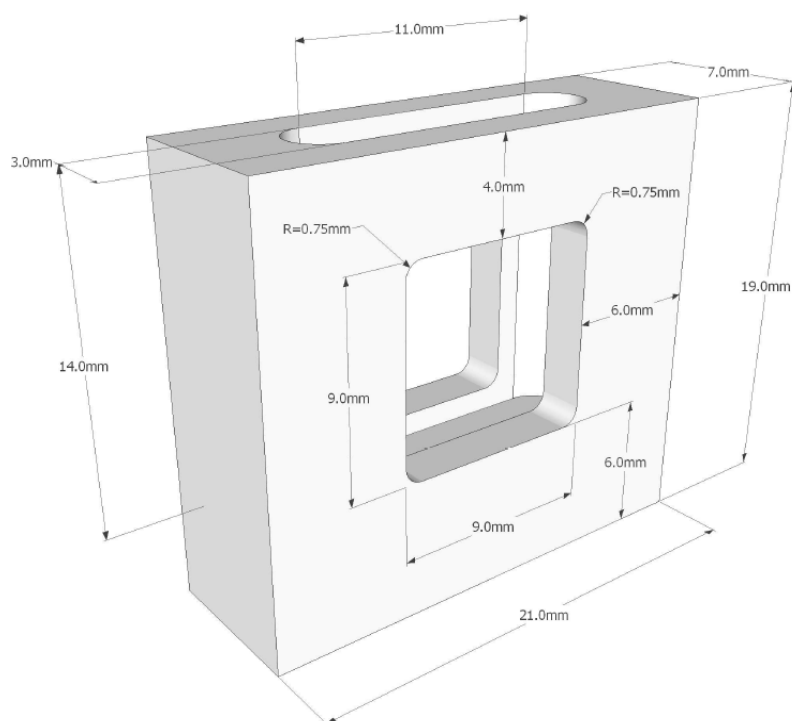


Figure 3.5 Emissivité du revêtement interne de l'enceinte (mesures INFLUTHERM)

Un hublot en pyrex permet de surveiller l'état de l'échantillon tout au long de l'expérimentation ainsi que de réaliser des mesures pyrométriques sur chaque face de l'échantillon. Les hublots en ZnSe, cf. *figure 3.4*, traités antireflet à 10,6 μm ont été sélectionnés pour transmettre le flux laser avec un minimum d'atténuation car ils ont une

transmittance supérieure à 95% à la longueur d'onde du laser. Enfin, pour le port de mesure on a choisi un hublot en fluorure de calcium ( $\text{CaF}_2$ ) car sa transmittance, supérieure à 90% entre 0,3 et 8  $\mu\text{m}$ , autorise une large plage de mesures du rayonnement visible jusqu'à l'infrarouge moyen. De plus sa transmittance étant inférieure à 30% à partir de 10  $\mu\text{m}$  il permet, associé à un second hublot identique à l'entrée du spectromètre, de filtrer les réflexions parasites du laser à 10,6  $\mu\text{m}$  sur l'échantillon partant en direction du spectromètre. Enfin, le porte-échantillon présenté *figure 3.6* a été conçu pour permettre le chauffage sur les deux faces de l'échantillon tout en réalisant une garde thermique limitant les pertes radiatives par les autres faces. Les caractéristiques principales pour réaliser efficacement cette garde dans nos conditions sont une faible conductivité thermique, une bonne tenue mécanique en température et lors de l'usinage. Au vue de ces contraintes la mullite a été sélectionnée pour la fabrication du porte échantillon ; sa conductivité thermique est proche de  $1,1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ , sa température de fusion est de  $1600^\circ\text{C}$  et la forme souhaitée peut-être réalisée par usinage avec des outils en diamant, technique maîtrisée par l'entreprise SCERAM localisée proche du laboratoire.

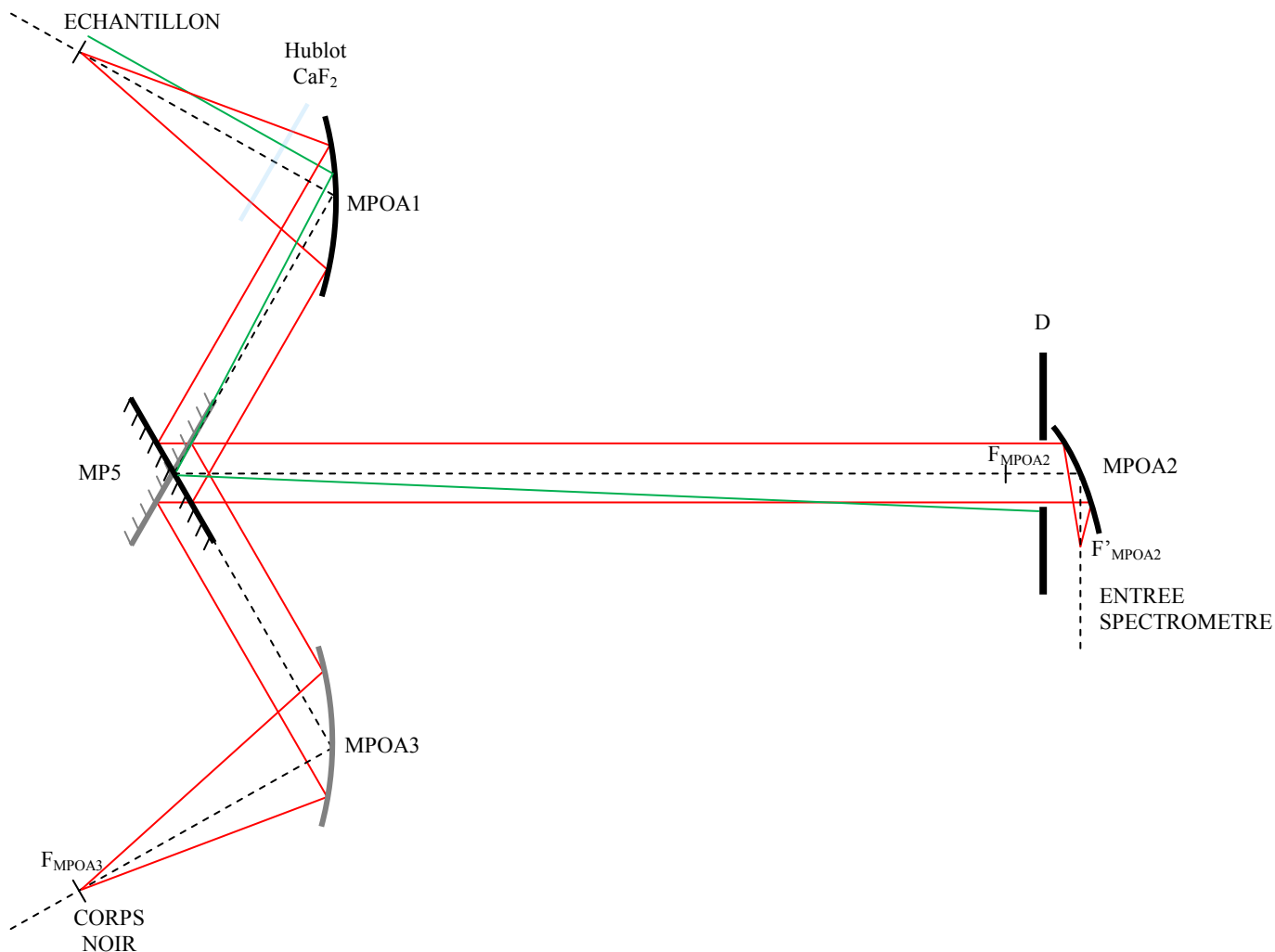


**Figure 3.6** Schéma de principe du porte échantillon

### 3.1.3. Acquisition des spectres d'émission, spectrométrie FTIR

Pour acheminer le rayonnement provenant de l'échantillon, on utilise un miroir plan (MP5) et deux miroirs paraboliques hors axe avec revêtement en or (MPOA1 de distance focale 203,2 mm et MPOA2 de distance focale 50,8 mm), voir *figure 3.7*. Le miroir MPOA1 recueille le rayonnement émis par l'échantillon sur une surface de 1 mm de diamètre et le redirige vers le miroir plan MP5 qui l'oriente à son tour vers le miroir MPOA2. Le rôle de ce miroir est de focaliser l'émission de l'échantillon en entrée du spectromètre, condition pour un fonctionnement normal de ce dernier. Le miroir MP5 est placé sur un socle rotatif pour permettre de choisir entre une mesure du rayonnement émis par l'échantillon ou par un corps noir. Ce corps noir servira ultérieurement à réaliser l'étalonnage du banc spectrométrique (cf. section 3.2), le chemin optique de la voie échantillon et de la voie corps noir doivent donc être identiques, et le miroir MPOA3 doit avoir les mêmes caractéristiques que le miroir MPOA1.

Enfin, un diaphragme (D) est placé juste avant le miroir MPOA2 ce qui permet de bloquer tout rayonnement parasite ne provenant pas de la surface de l'échantillon visée par le miroir MPOA1/3 et parvenant cependant jusqu'au miroir MPOA2. En effet le flux émis par les surfaces proches de la cible peut être acheminé par les miroirs MPOA1/3 et MP5 jusqu'au miroir MPOA2 cependant comme il ne provient pas du point focal du miroir, celui-ci ne sera pas parallèle à l'axe de mesure et sera donc bloqué par le diaphragme comme on peut le voir sur la *figure 3.7* en suivant le trajet vert.

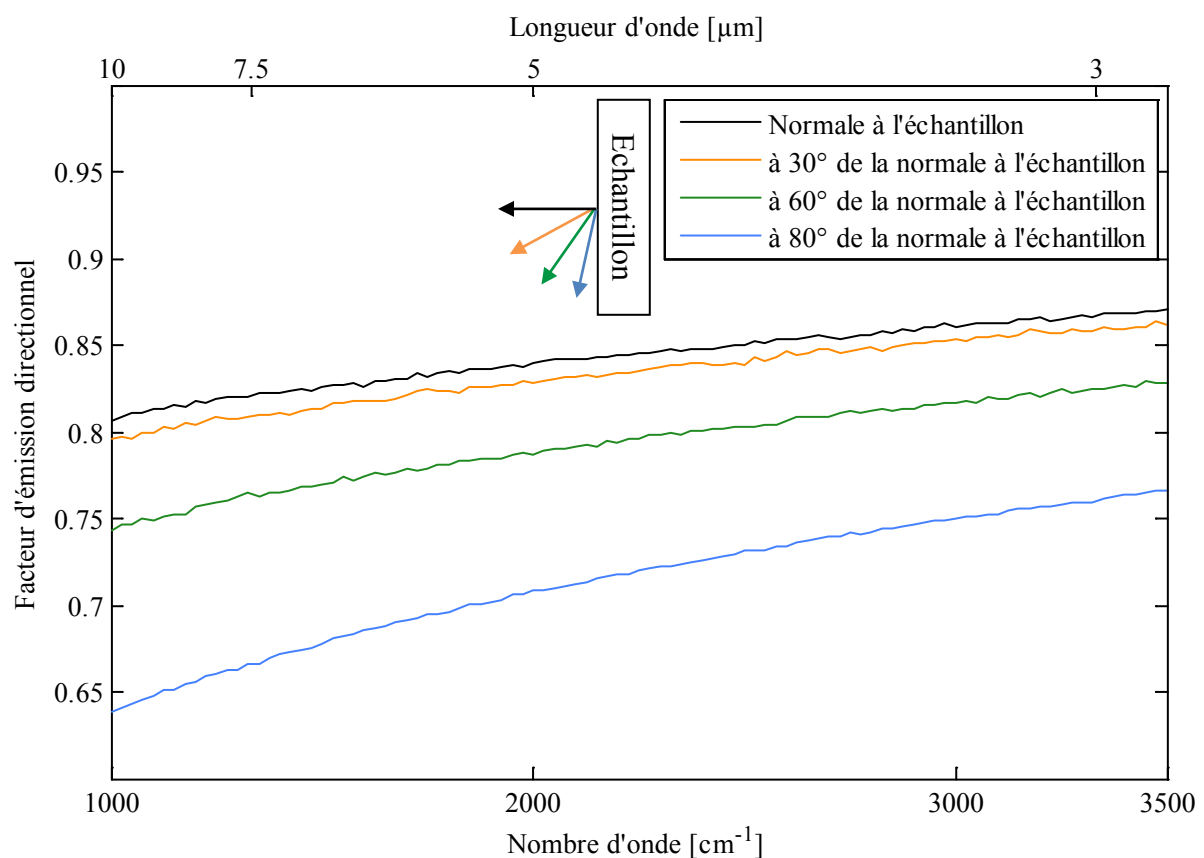


**Figure 3.7** Schéma optique du banc de mesures spectrométriques (échelle 1 :5)

A nouveau, un soin particulier doit être apporté à l'alignement des différents miroirs pour s'assurer d'obtenir une mesure exploitable. Le protocole d'alignement de cette section fait l'objet de la seconde partie du rapport évoqué précédemment [62]. Une difficulté supplémentaire ici, outre la symétrie nécessaire entre les voies corps noir et échantillon, est qu'il est très difficile de matérialiser la cible de mesure pour s'assurer que cette dernière est bien positionnée sur une surface représentative de l'échantillon. En pratique cette difficulté est surmontée en utilisant un laser hélium-néon pour représenter le trajet optique entre le spectromètre et l'échantillon (retour inverse).

Le système de chauffage présenté précédemment ne permet pas une mesure dans la direction normale à l'échantillon puisque le faisceau laser parvient sur l'échantillon dans cette direction, la mesure est donc ici réalisée dans une direction de  $30^\circ$  par rapport à la normale à l'échantillon. Ce décalage n'affecte pas la mesure dans le cas de matériaux ayant une

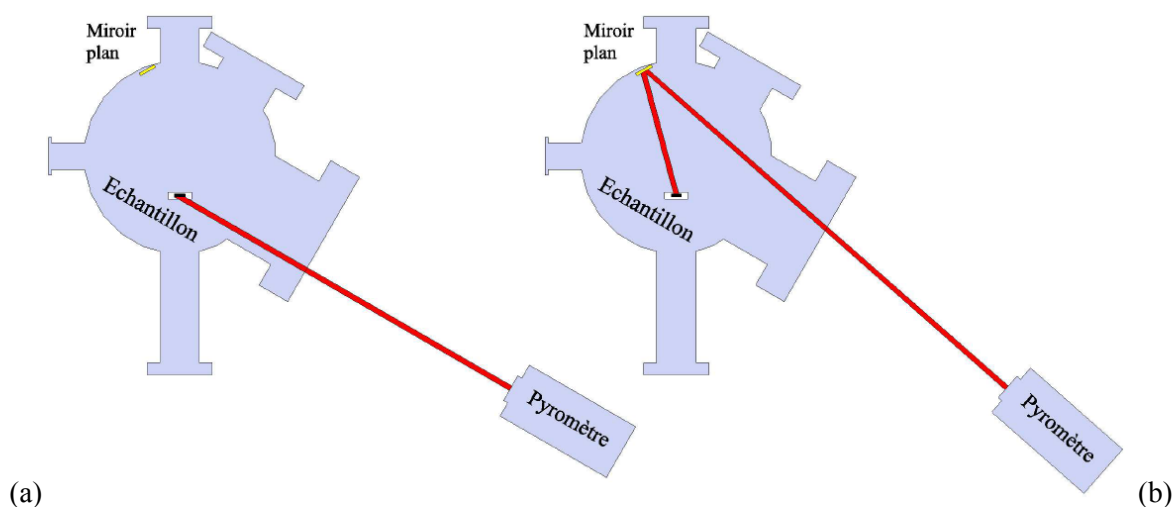
émission isotrope, cependant ce n'est pas le cas des matériaux étudiés ici. Or il est nécessaire que le flux émis par l'échantillon dans cette direction soit suffisamment important pour être mesurable et utilisé lors de l'identification. Pour s'en assurer, nous avons réalisé des simulations du facteur d'émission directionnel présenté dans le chapitre 2 (voir équation 2.5). Ces simulations sont réalisées avec la méthode de Monte Carlo pour un échantillon isotherme de 3 mm d'épaisseur, avec des fibres de carbone de 10  $\mu\text{m}$  de diamètre réparties aléatoirement dans l'espace. La fraction volumique de fibre est de 11% et les propriétés radiatives des fibres utilisées dans les calculs sont celles obtenues pour du carbone pyrolytique. Les résultats de cette pré-étude, présentés sur la *figure 3.8*, ont montré que le facteur d'émission dans une direction de 30° par rapport à la normale de l'échantillon varie très peu du facteur d'émission dans la direction normale à l'échantillon. Le flux mesuré dans cette direction sera donc du même ordre de grandeur que le flux maximum qui aurait pu être mesuré si la mesure avait été réalisée dans la direction normale à l'échantillon.



**Figure 3.8** Facteur d'émission directionnel simulé

La mesure du flux spectral partant de l'échantillon est réalisée grâce à un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) BRUKER IFS-66v/S qui comporte un détecteur à Sulfate de Tri-Glycine au Deutérium (DTGS) sélectionné car il permet des mesures sur la plage spectrale 1,3 à 10  $\mu\text{m}$ . Ce spectromètre fournit le spectre du signal émis par l'échantillon à haute température en réalisant la transformée de Fourier de l'interférogramme du signal émis par l'échantillon présenté en annexe 4. La moyenne pour 32 spectres mesurés donne le spectre du signal final. Ce spectre est obtenu avec une résolution spectrale de 1  $\text{cm}^{-1}$  et 2 mesures sont réalisées pour s'assurer que le régime thermique permanent est établi. Pour déterminer la luminance partant de l'échantillon (donnée d'entrée de la technique d'identification) à partir de ce spectre, il est nécessaire de réaliser l'étalonnage de la mesure. On utilise pour cela un corps noir comme étalon, le protocole d'étalonnage est présenté §3.2.

Le système d'acquisition de données choisi pour ce banc comporte également un pyromètre monochromatique à  $1 \mu\text{m}$  utilisé pour obtenir une information sur la température de chaque face de l'échantillon, voir *figure 3.9*.



**Figure 3.9** Système de contrôle pyrométrique de la température (a) face arrière (b) face avant

La lentille de focalisation du pyromètre a une distance focale variable entre 350 et 1000 mm. L'information sur la température obtenue reste qualitative, permettant surtout de vérifier que les mesures sont bien réalisées en régime thermique permanent. Etant donné le caractère semi-transparent de l'échantillon la mesure de température est imprécise (sondage optique). De plus l'émissivité est inconnue à ce stade de l'étude et donc fixée égale à 1 ce qui fournit la température de luminance. Enfin, une autre incertitude est liée à la transmittance du hublot en pyrex et à la réflectivité du miroir plan en or pour la mesure face avant qui ne sont pas non plus pris en compte.

#### 3.1.4. Corps noir

Le dernier élément constitutif du banc est un corps noir PYROX de type PY25 dont la température de fonctionnement maximale est de  $1650 \text{ }^\circ\text{C}$ . Il est utilisé pour réaliser l'étalonnage du banc spectrométrique et ainsi remonter à la signification physique du signal mesuré (ici la luminance partante de l'échantillon, voir §3.2). Pour cela, le signal obtenu par le spectromètre sur le corps noir à une température donnée est comparé à l'émission radiative théorique d'un corps noir pour cette température. Cette étape permet non seulement de remonter à la grandeur physique du signal mais aussi de prendre en compte l'influence des différentes optiques présentes sur la chaîne de mesure. La détermination de cette fonction d'appareil est réalisée sur un corps noir car le flux émis par ce dernier est connu quelle que soit la température ; mais cette fonction d'étalonnage est utilisée pour traiter le signal obtenu sur les échantillons, c'est pourquoi il est nécessaire que les voies corps noir et échantillon aient des chemins optiques les plus similaires. Il faut ensuite prendre en compte les différences entre les deux voies qui n'ont pu être évitées.

### 3.2 Protocole d'étalonnage

Comme introduit précédemment, la fonction d'appareil de la voie corps noir  $H^{\text{CN}}(\nu, T)$  est aisément accessible en faisant le rapport du signal obtenu sur le corps noir à la température  $T$ ,  $S^{\text{CN}}(\nu, T)$ , sur le flux théorique émis par le corps noir à cette température :

$$H^0(\nu, T) = \frac{S^{\text{CN}}(\nu, T) + S^{\text{parasite}}(\nu, T)}{B_\nu(\nu, T) \cdot \Omega \cdot A} \quad (3.2)$$

On fait ici la distinction entre le signal provenant réellement du corps noir  $S^{\text{CN}}(\nu, T)$  et le signal parasite  $S^{\text{parasite}}(\nu, T)$  provenant, par exemple des optiques qui, de part leur proximité, sont chauffées par le corps noir et émettent à leur tour vers le détecteur.

A noter qu'à ce stade la fonction d'appareil dépend de la température ce qui empêche tout étalonnage puisque cette dernière est inconnue. En prenant comme hypothèse que le rapport du signal mesuré sur le flux théorique ne dépend pas de la température il est possible de supprimer cette dépendance, cependant c'est une hypothèse forte qui devra être vérifiée expérimentalement.

Le chemin optique de la voie corps noir et de la voie échantillon étant théoriquement identiques, cela signifie que les valeurs de l'angle solide  $\Omega$  ou de la surface  $A$  du détecteur sont identiques entre les deux voies. De plus on ne cherche pas ici à connaître la puissance émise par l'échantillon, de ce fait il nous est possible de travailler sur la luminance partante et non sur le flux émis, la fonction d'appareil se simplifie donc :

$$H^{\text{CN}}(\nu) = \frac{S^{\text{CN}}(\nu, T) + S^{\text{parasite}}(\nu, T)}{B_\nu(\nu, T)} \quad (3.3)$$

Enfin, concernant le signal parasite, ce dernier, présenté *figure 3.10*, a été mesuré directement après obturation de la cavité du corps noir. Ce signal correspond à toute forme d'émission atteignant le détecteur ne provenant pas de la cible telle que l'émission des optiques proches du corps noir qui pourraient s'échauffer. Comme on peut le voir, ce signal parasite est inférieur à 1% du signal mesuré lorsque le corps noir est actif et uniquement présent entre 1000 et 2000  $\text{cm}^{-1}$ . Ce flux parasite peut donc être négligé, la fonction d'appareil de la voie corps noir peut alors s'écrire :

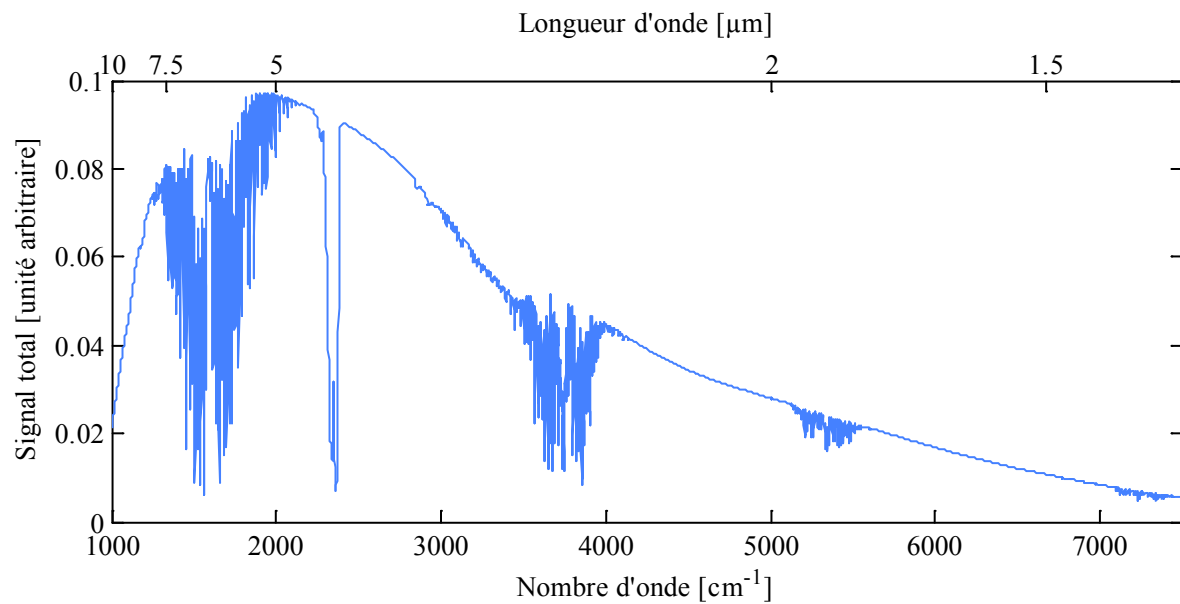
$$H^{\text{CN}}(\nu) = \frac{S^{\text{CN}}(\nu, T)}{B_\nu(\nu, T)} \quad (3.4)$$

Pour obtenir la fonction d'appareil de la voie échantillon en revanche, le corps noir devrait être à la place de l'échantillon ce qui n'est pas réalisable en pratique. Il faut donc que les voies corps noir et échantillon soient les plus semblables possibles, et que les éventuelles différences soient prises en compte. Ici, les changements majeurs, voir *figure 3.7*, sont la présence du hublot en  $\text{CaF}_2$  du port d'émission de l'enceinte à vide et la différence entre la transmittance de la colonne d'air sur le chemin optique de la voie corps noir  $T_{\text{R}}^{\text{air-CN}}$  et de celle sur la voie échantillon  $T_{\text{R}}^{\text{air-Ech}}$ . En considérant que les réflectivités des miroirs sont identiques sur chaque voie, la prise en compte de ces différences nous permet d'obtenir la fonction d'appareil de la voie échantillon :

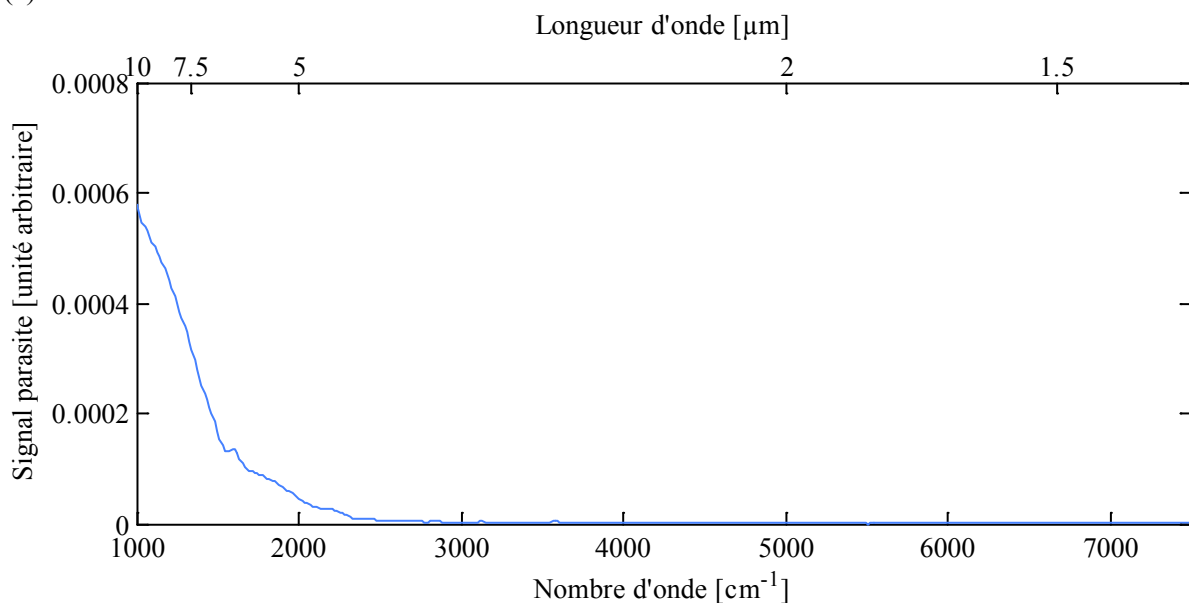
$$H^{\text{Ech}}(\nu) = T_{\text{R}}^{\text{CaF}_2}(\nu) \cdot \frac{S^{\text{CN}}(\nu, T)}{B_\nu(\nu, T)} \cdot \frac{T_{\text{R}}^{\text{air-Ech}}}{T_{\text{R}}^{\text{air-CN}}} \quad (3.5)$$

Enfin, en considérant que la différence de chemin optique dans l'air est négligeable entre les 2 voies, la fonction d'appareil s'écrit :

$$H^{\text{Ech}}(\nu) = T_{\text{R}}^{\text{CaF}_2}(\nu) \cdot H^{\text{CN}}(\nu) \quad (3.6)$$



(a)



(b)

**Figure 3.10** Signal total (a) comparé au signal parasite (b) (mesurés sur un corps noir à 1600°C)

On obtient donc la luminance partant de l'échantillon en faisant le rapport du signal mesuré sur l'échantillon sur le produit de la fonction d'appareil de la voie corps noir par la transmittance du hublot en CaF<sub>2</sub> du port d'émission de l'enceinte à vide :

$$I^{\text{Ech}}(\nu, T) = \frac{S^{\text{Ech}}(\nu, T)}{H^{\text{Ech}}(\nu)} = \frac{S^{\text{Ech}}(\nu, T)}{H^{\text{CN}}(\nu) \cdot T_{\text{R}}^{\text{CaF}_2}(\nu)} \quad (3.7)$$

La valeur de cette luminance partant de l'échantillon est liée à plusieurs hypothèses qu'il convient de rappeler :

- Le rapport du signal mesuré sur le flux théorique ne dépend pas de la température
- Les réflectivités des miroirs de chaque voie (C.N. et échantillon) sont identiques
- La différence de chemin optique dans l'air entre les 2 voies est négligeable

Dans le résultat de l'équation (3.7) le signal est ici obtenu avec un spectromètre à transformée de Fourier, voir annexe 3. Plus précisément, il est obtenu en faisant la transformée de Fourier de l'interférogramme mesuré,  $in(\delta)$  :

$$S^{Ech}(v, T) = FT[in(\delta)] \quad (3.8)$$

Or d'après l'équation (3.7) on sait que :

$$S^{Ech}(v, T) = I^{Ech}(v, T) \cdot H^{Ech}(v) \quad (3.9)$$

Sachant que la transformée de Fourier du produit de deux grandeurs est égale à la convolution des transformées de Fourier de chacune d'elles, l'interférogramme s'écrit :

$$\begin{aligned} in(\delta) &= FT[I^{Ech}(v, T)] \otimes FT[H^{Ech}(v)] \\ &= \int_{-\infty}^{+\infty} I^{Ech}(v, T) \cdot e^{i2\pi v \delta} \cdot dv \otimes \int_{-\infty}^{+\infty} H^{Ech}(v) \cdot e^{i2\pi v \delta} \cdot dv \end{aligned} \quad (3.10)$$

ou encore :

$$\begin{aligned} in(\delta) &= \int_{-\infty}^{+\infty} I^{Ech}(v, T) \cdot H^{Ech}(v) \cdot \cos(2\pi v \delta) \cdot dv \\ &= \int_{-\infty}^{+\infty} S^{Ech}(v, T) \cdot \cos(2\pi v \delta) \cdot dv \end{aligned} \quad (3.11)$$

On retrouve bien ici les mêmes expressions de l'interférogramme dans l'équation (3.11) et dans son écriture usuelle (A3.6) ce qui signifie que l'interférogramme obtenu par l'interféromètre de Michelson du FTIR nous permet bien de remonter au flux émis par l'échantillon à condition de connaître la fonction d'appareil comme elle a été définie précédemment et exprimée dans l'équation (3.6).

#### *Procédure expérimentale de détermination de la fonction d'appareil*

Pour obtenir la fonction d'appareil, les mesures de luminance sur le corps noir à différentes températures présentées *figure 3.11* sont réalisées entre 800°C et 1600°C tous les 100°C. La mesure de température du corps noir est réalisée à l'aide du pyromètre monochromatique à 1  $\mu\text{m}$ .

Les mesures de flux spectral réalisées sur le corps noir sont ensuite comparées au flux théorique (Planck), présenté en *figure 3.12*. Le rapport des deux nous permet d'obtenir la fonction d'appareil pour la voie corps noir. On multiplie cette fonction d'appareil par la transmittance du hublot en  $\text{CaF}_2$  du port d'émission de l'enceinte sous vide. La *figure 3.13* présente cette transmittance mesurée sur notre FTIR. On obtient ainsi la fonction d'appareil de la voie échantillon visible sur la *figure 3.14*.

Cette fonction prend en compte l'absorption due au trajet dans l'air, le hublot en  $\text{CaF}_2$ , le miroir parabolique MPOA1, le miroir plan MP5, l'ouverture du diaphragme D, le miroir parabolique MPOA2, les optiques présentes dans le spectromètre ainsi que la détectivité spectrale du détecteur avec les hypothèses présentées précédemment. Une fois le spectre d'émission de l'échantillon obtenu l'identification des propriétés et du champ de température peut être réalisée.



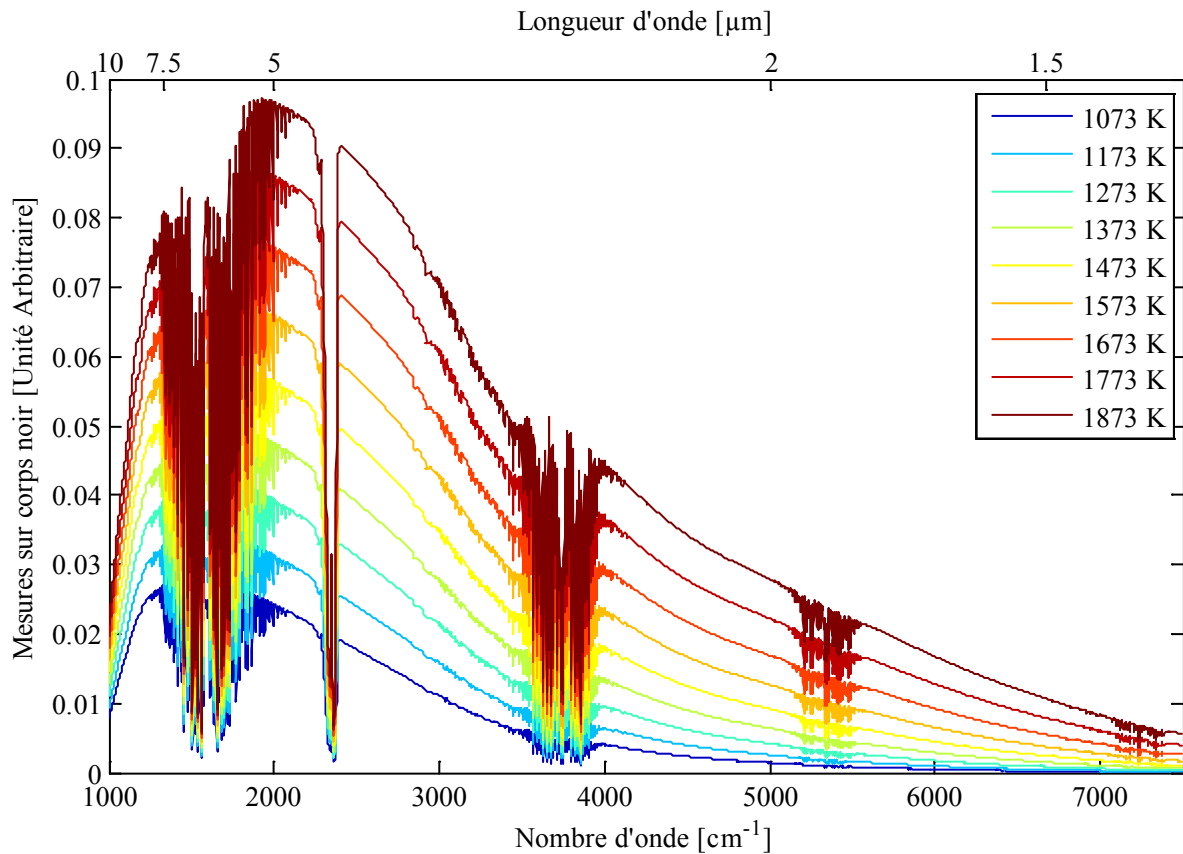


Figure 3.11 Flux mesuré sur le corps noir en fonction de la température

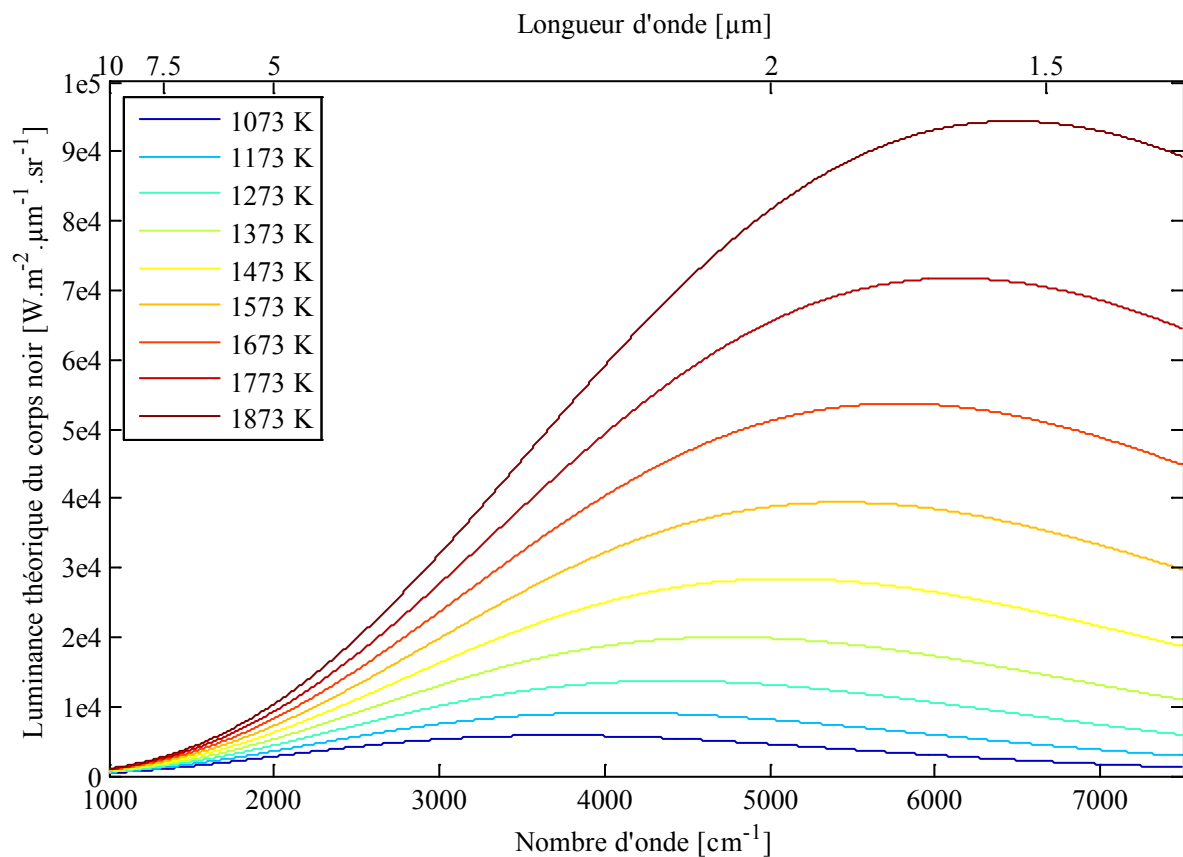
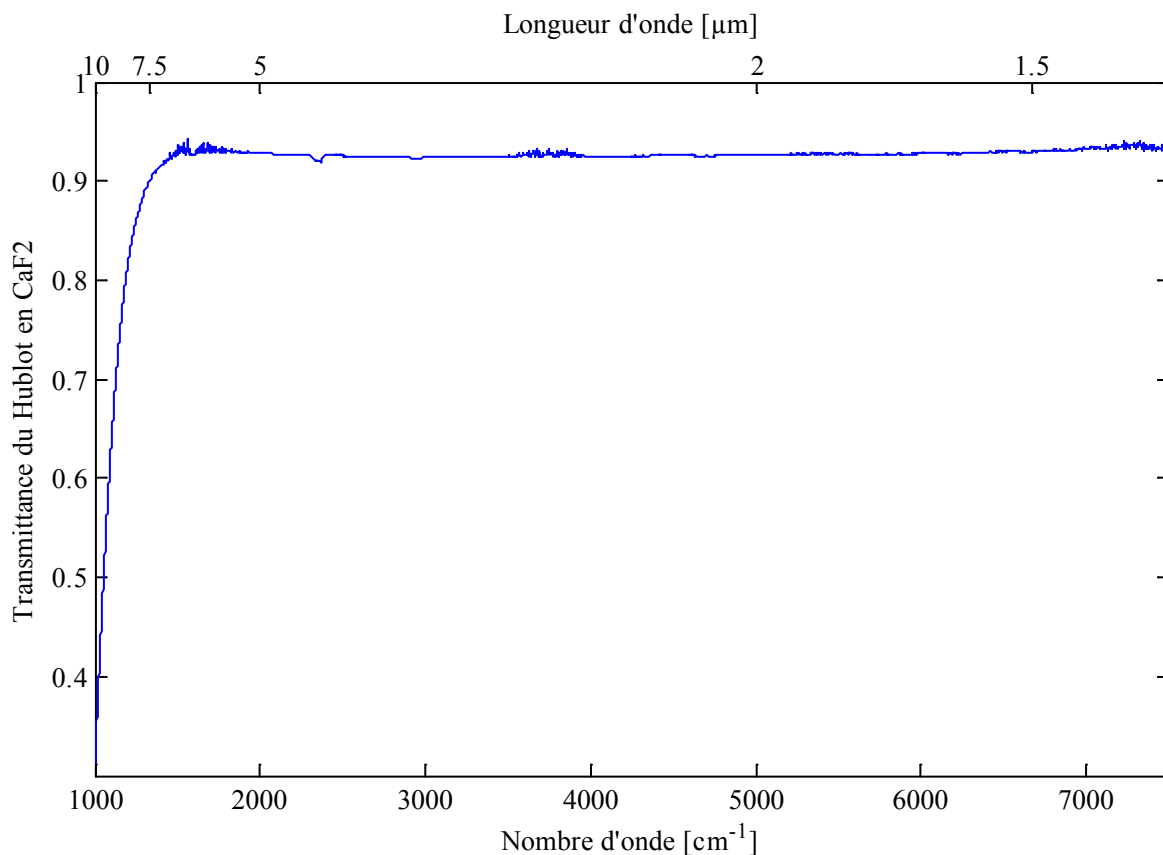
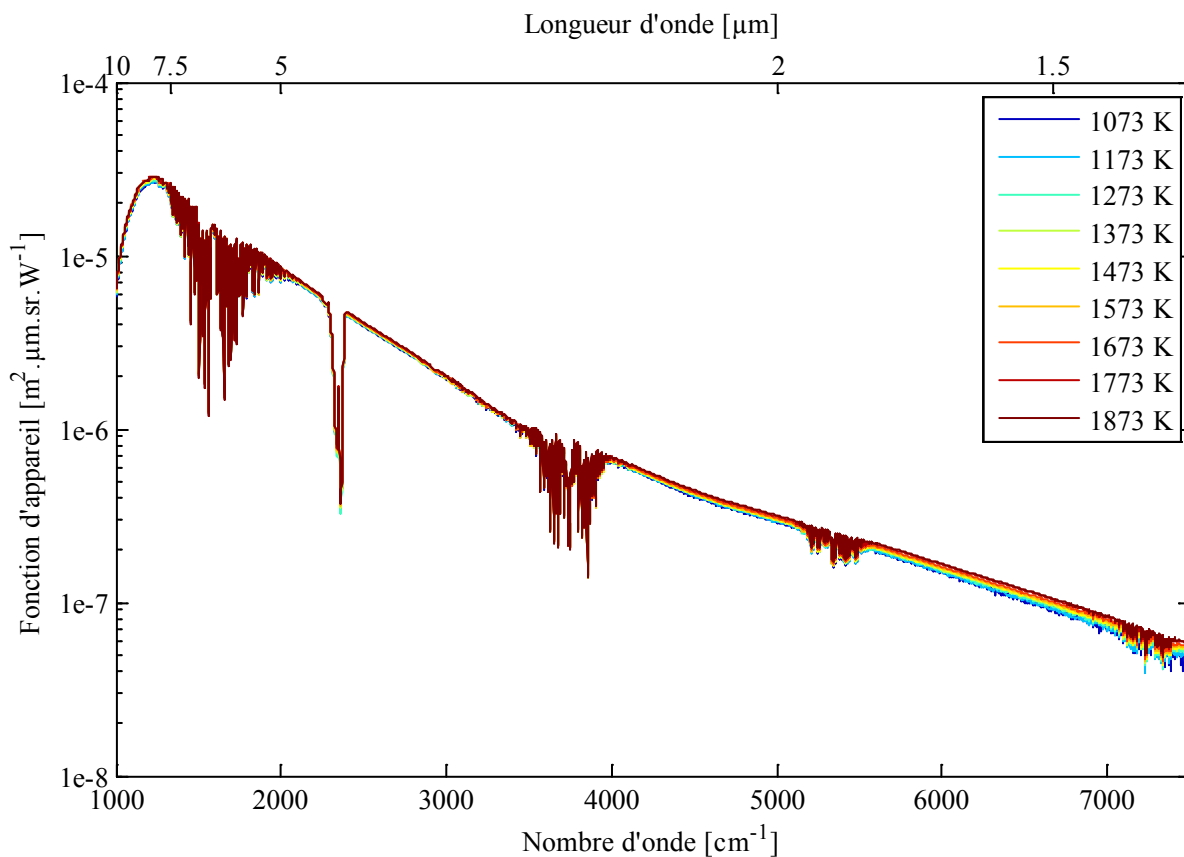


Figure 3.12 Luminance du corps noir en fonction de la température (fonction de Planck)



**Figure 3.13** Transmittance du hublot en CaF<sub>2</sub> mesurée par le FTIR à température ambiante



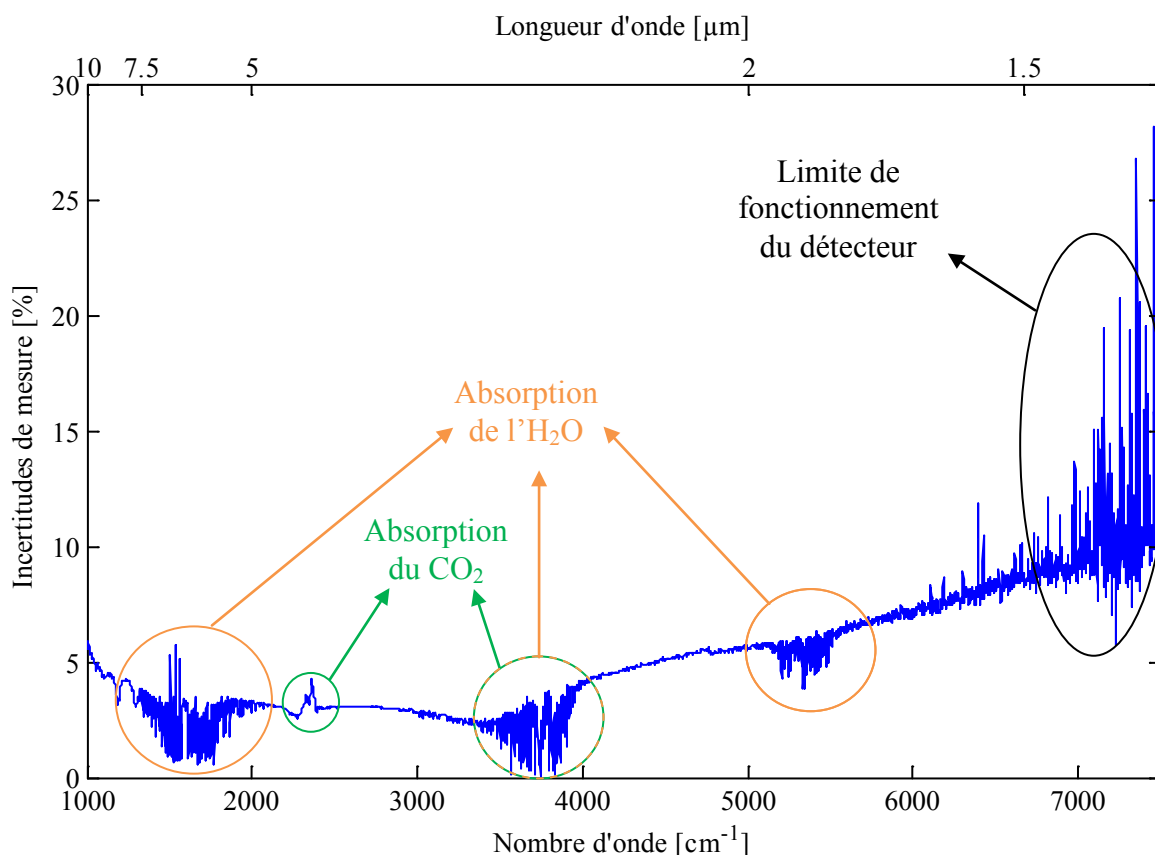
**Figure 3.14** Spectre de la fonction d'appareil pour différentes températures

Comme on peut le voir sur la *figure 3.14*, la variation de la fonction d'appareil avec la température est négligeable ce qui nous permet de valider l'hypothèse de non dépendance à la température du rapport du signal mesuré sur le flux théorique. On utilisera donc la moyenne des fonctions d'appareil mesurées pour des températures de corps noir comprises entre 1073 K et 1873 K.

Enfin, bien qu'il soit extrêmement difficile de quantifier de manière précise les incertitudes de mesure en spectrométrie, ces fonctions d'appareil nous permettent d'estimer un écart relatif. En effet, chaque fonction permet d'obtenir précisément la luminance du corps noir à une température donnée ; de ce fait en utilisant la fonction d'appareil moyenne on retrouve la luminance du corps noir pour n'importe quelle température avec un certain écart. Celui-ci est calculé comme la valeur maximale du rapport de la fonction d'appareil moyenne par la fonction d'appareil la plus éloignée :

$$\varepsilon\% = 100. \max \left( \frac{|H_{\max}^{\text{Ech}}(\nu) - H_{\text{moy}}^{\text{Ech}}(\nu)|}{H_{\text{moy}}^{\text{Ech}}(\nu)}, \frac{|H_{\min}^{\text{Ech}}(\nu) - H_{\text{moy}}^{\text{Ech}}(\nu)|}{H_{\text{moy}}^{\text{Ech}}(\nu)} \right) \quad (3.12)$$

En pratique, l'écart relatif moyen calculé est de l'ordre de +/- 5,1% comme on peut le voir sur la *figure 3.15*. De plus, on constate que ces écarts relatifs sont plus faibles à grande longueur d'onde (entre 2 et 10  $\mu\text{m}$ ) où l'écart moyen est réduit à +/- 3,4%. Ce résultat est cohérent avec la faiblesse du signal présenté *figure 3.11* sur la gamme 1,3 à 2  $\mu\text{m}$ . Enfin, on voit également apparaître très nettement les bandes spectrales où intervient l'absorption par les gaz présents ( $\text{CO}_2$  et  $\text{H}_2\text{O}$ ) sur le trajet optique. L'ensemble de ces calculs sur la variation de la fonction d'appareil nous conduit à limiter l'identification entre 2 et 10  $\mu\text{m}$  ( $1000\text{-}5000 \text{ cm}^{-1}$ ).

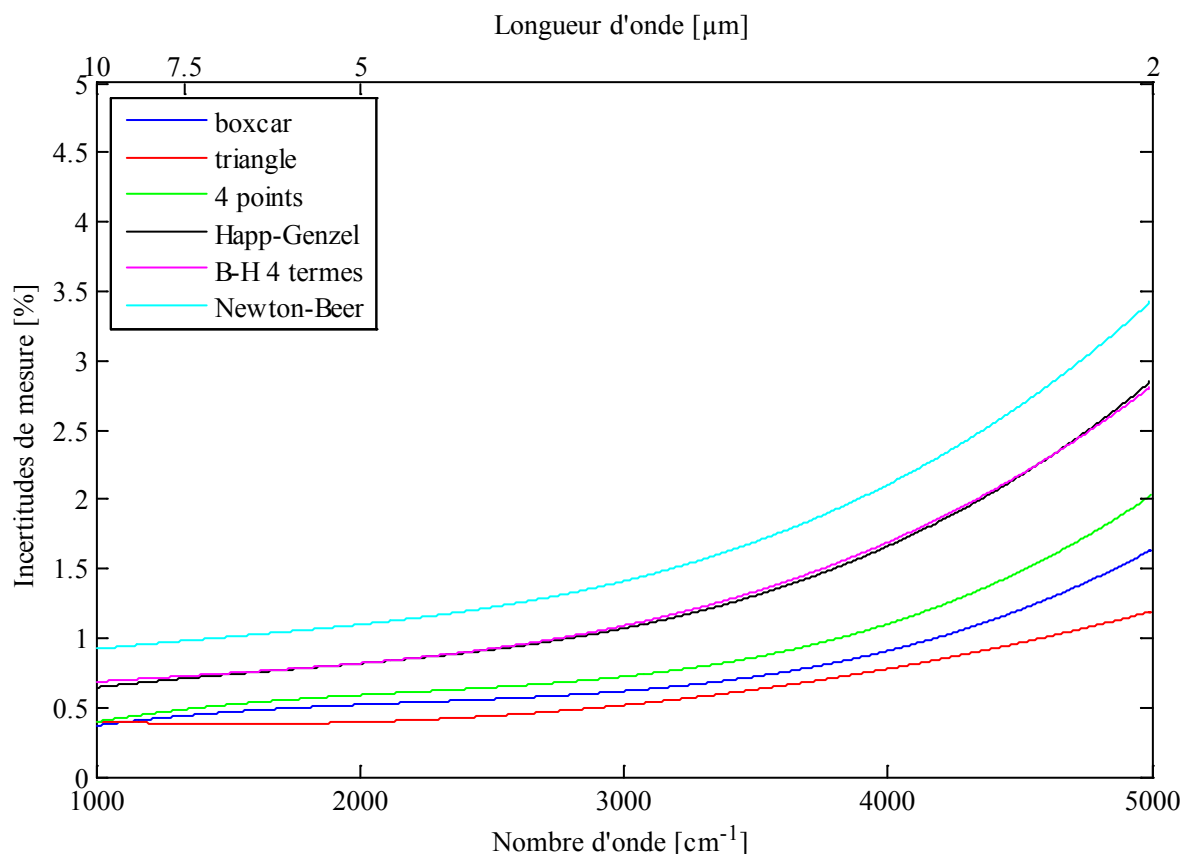


**Figure 3.15** Répartition spectrale des écarts relatifs de mesure basés sur la variation de la fonction d'appareil avec la température

En plus des incertitudes lié à la fonction d'étalonnage, une autre source d'incertitude sur le signal mesuré est liée à la transformée de Fourier de l'interférogramme, équation (3.8). En effet, plusieurs opérations (détaillées en annexe 3) sont réalisées lors de la transformée de Fourier telles que l'apodisation, le zerofilling ou la correction de phase chacune ayant un effet plus ou moins marqué sur le signal mesuré par le spectromètre.

Les incertitudes de mesures liées à l'apodisation et à la correction de phase sont présentées sur la *figure 3.16* et sur la *figure 3.17* respectivement et sont de l'ordre de +/- 1,7% pour l'apodisation et +/- 0,4% pour la correction de phase pour le cas le plus défavorable. Les courbes de la *figure 3.16* sont lissées pour plus de visibilité. En effet, les gaz présents sur le trajet optique entraînent de forts pics qui ne sont pas liés au traitement numérique de l'interférogramme. Ces incertitudes ont quand à elles été calculées en comparant les flux mesurés sur le corps noir avec la correction de phase (Mertz) ou la fonction d'apodisation (Blackman-Harris à 3 termes) utilisée et les flux mesurés sur le corps noir avec les autres méthodes disponibles :

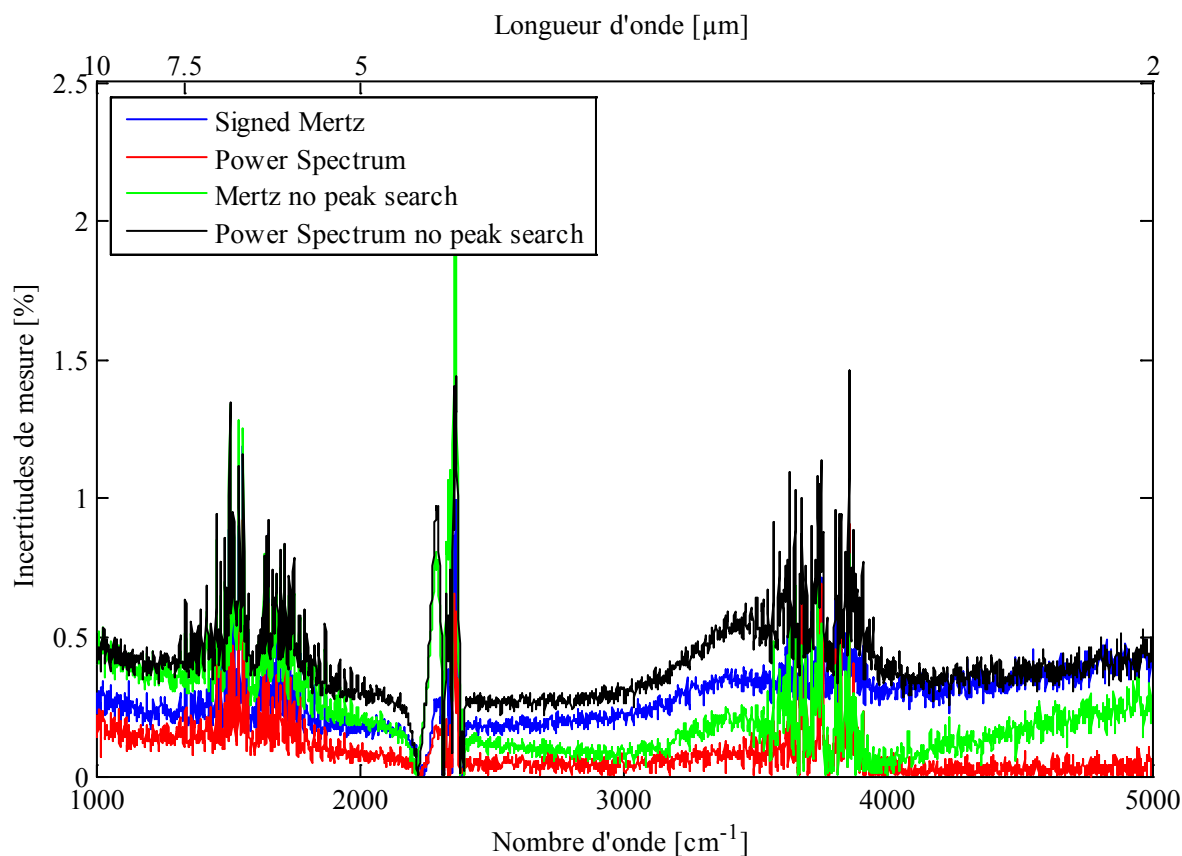
$$\varepsilon\% = 100 \cdot \frac{|I^{B-H/Mertz(\nu)} - I^{autre(\nu)}|}{I^{B-H/Mertz(\nu)}} \quad (3.13)$$



**Figure 3.16** Répartition spectrale des incertitudes de mesure calculées due à l'apodisation (lissée)

Le zerofilling n'apporte aucune incertitude supplémentaire puisqu'il ne sert que de méthode d'interpolation [63]. Enfin, il faut noter qu'une autre source d'erreur, cette fois très difficile à quantifier entraîne une incertitude à certaines longueurs d'onde. En effet, comme on a pu le constater précédemment, la présence de gaz sur le trajet optique impacte la mesure. Bien que cette modification soit prise en compte dans une certaine mesure par la fonction d'appareil, la concentration de ces gaz dans la salle d'expérimentation (humidité de la pièce,

de la concentration en  $\text{CO}_2$ , ...) peut donc varier entre deux campagnes de mesures de manière notable mais difficilement quantifiable et l'incertitude sur la mesure dans ces plages est donc nettement augmentée. Une modification possible pour supprimer ce problème serait le balayage du trajet optique par un gaz neutre vis-à-vis du rayonnement (ou la mise sous vide du parcours qui serait plus difficile à mettre en œuvre), et cela constitue une des optimisations majeures du banc conseillées pour les développements futurs.



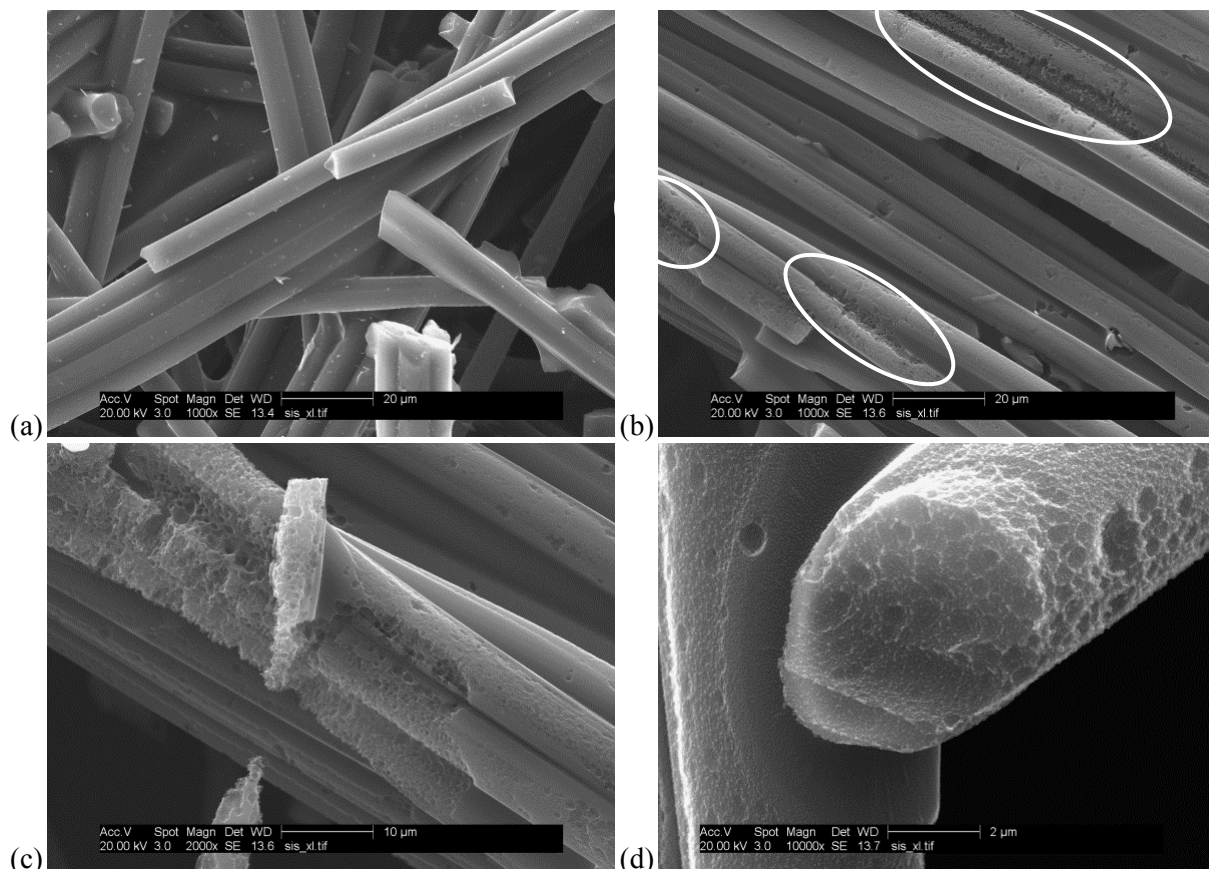
## **Chapitre 4**

### **Application de la méthode aux feutres de carbone**



#### 4. Application de la méthode aux feutres de carbone

Ce chapitre décrit l'application de la méthode d'identification développée dans les chapitres précédents aux échantillons de feutre de carbone. Une première partie est dédiée aux résultats obtenus dans la configuration de chauffage symétrique présentée dans le chapitre 3. Cette configuration permet de s'approcher du cas isotherme, idéal pour l'identification des propriétés optiques et radiatives. La seconde partie est consacrée aux résultats en configuration anisotherme pour se rapprocher des conditions réelles d'utilisation d'une protection thermique. Dans ce cas, une des 2 voies est inactive ce qui crée un gradient de température au sein de l'échantillon pour étudier l'impact de la température sur les propriétés radiatives. Un autre intérêt de cette configuration est qu'elle assure une mesure d'émission sur l'échantillon sans que la surface de ce dernier soit endommagée lors du chauffage. Les dégradations résultant du chauffage laser sont visibles sur les images réalisées à l'aide d'un Microscope Electronique à Balayage (MEB) *figure 4.1* ; notamment sur les fibres dont la surface, lisse à l'origine, est beaucoup plus rugueuse après le chauffage par laser.



**Figure 4.1** Images MEB d'un feutre après chauffage face arrière : (a) face avant non impactée par le laser (b-d) face arrière, images réalisées par le Consortium Lyonnais de Microscopie CLYM FED4092

On peut juger des dommages subis par les fibres lors du chauffage par rayonnement laser en comparant le feutre avant, *figure 4.1a*, et après chauffage, *figure 4.1b*. Il est possible que les modifications de la surface des fibres, encore plus visibles sur les zooms *figure 4.1c* et *figure 4.1d*, aient un impact non négligeable sur les propriétés radiatives. En chauffant sur la face opposée à la face de mesure, il est ainsi possible d'accéder aux propriétés à partir d'une mesure sur une face non impactée. Mais il reste les transformations en volume. Différentes puissances surfaciques du laser sont utilisées lors de ces études :  $55 \text{ W.cm}^{-2}$ ,  $85 \text{ W.cm}^{-2}$  et  $105 \text{ W.cm}^{-2}$ . Enfin, les mesures de luminance à haute température nécessaires à l'identification ont



été réalisées sur des échantillons de feutres de carbone de **plusieurs densités**, fournis par AIRBUS defence & space. Ces densités correspondent à une fraction volumique de fibres **différente**. Ces mesures sont réalisées lorsque le régime thermique permanent est atteint. On considère cette condition atteinte lorsque la température de luminance affichée par le système pyrométrique présenté dans le chapitre 3 ne varie plus.

Les résultats de l'identification sont présentés ici en termes de luminances spectrales, de facteurs d'émission, ainsi que des températures ou de champs de température pour les configurations de chauffage asymétriques. Pour les luminances spectrales, une comparaison entre les mesures et les prédictions obtenues par la technique d'identification sera réalisée. Il est important de rappeler que les facteurs de distribution du rayonnement se simplifient, dans le cas isotherme, en facteur d'émission puisque la température de référence et la température de l'échantillon sont identiques (voir chapitre 2). Dans le cas anisotherme, c'est la somme des facteurs de distribution du rayonnement qui est présentée. Ce choix permet de comparer le comportement radiatif entre les 2 configurations de chauffage sans avoir de problèmes liés au choix de la température de référence du facteur d'émission dans le cas asymétrique. On peut ainsi imputer directement toutes modifications du comportement radiatif à la dépendance en température des propriétés radiatives puisque c'est, dans ce cas là, la seule variable.

#### 4.1 Chauffage en configuration symétrique

Le matériau est considéré ici comme isotherme ce qui correspond à la condition idéale pour l'identification des propriétés radiatives. Cependant, comme on le verra dans le chapitre 6, le porte-échantillon n'étant pas une garde parfaite, il y aura tout de même un faible gradient de température au sein de l'échantillon. La température identifiée pour chaque cas est présentée dans le *tableau 4.1* et le *tableau 4.2*.

| <b>Tableau 4.1</b> Température identifiée en configuration symétrique, | <b>faible densité</b> |                       |                        |
|--|-----------------------|-----------------------|------------------------|
|  | 55 W.cm <sup>-2</sup> | 85 W.cm <sup>-2</sup> | 105 W.cm <sup>-2</sup> |
| Temp. face avant   | 1649 K                | 1874 K                | 1992 K                 |

| <b>Tableau 4.2</b> Température identifiée en configuration symétrique, | <b>forte densité</b>  |                       |                        |
|--|-----------------------|-----------------------|------------------------|
|  | 55 W.cm <sup>-2</sup> | 85 W.cm <sup>-2</sup> | 105 W.cm <sup>-2</sup> |
| Temp. face avant   | 1698 K                | 1934 K                | 2022 K                 |

Pour chaque puissance l'écart entre les températures identifiées pour les 2 densités est inférieur à 3%. Ce résultat concorde avec les observations pyrométriques réalisées lors des mesures. A l'aide de la fonction d'étalonnage définie dans la partie précédente, on peut estimer une incertitude sur la valeur des températures identifiées inférieure à +/- 50 K. Pour ce faire, on majore la luminance correspondant à la température identifiée (T) par l'incertitude moyenne due à l'étalonnage entre 1000 et 5000 cm<sup>-1</sup> ( $\epsilon\% = 3,1\%$ ) et on recherche ensuite la température (T+ $\Delta T$ ) correspondant à cette nouvelle luminance. L'écart de température est obtenu à partir de l'expression de ces deux luminances. En reprenant les notations de l'équation (1.1) :

$$\Delta T = \frac{k_B}{h\nu} \left[ \log \left( \frac{\exp\left(\frac{h\nu}{k_B T}\right) - 1}{\epsilon\%} \right) + 1 \right]^{-1} - T \quad (4.1)$$

Les comparaisons entre les luminances mesurées et celle prédites par la méthode dans la configuration de chauffage symétrique sont présentées sur la *figure 4.2* et sur la *figure 4.4*. Les facteurs d'émission sont quant à eux représentés sur la *figure 4.3* et sur la *figure 4.5*.

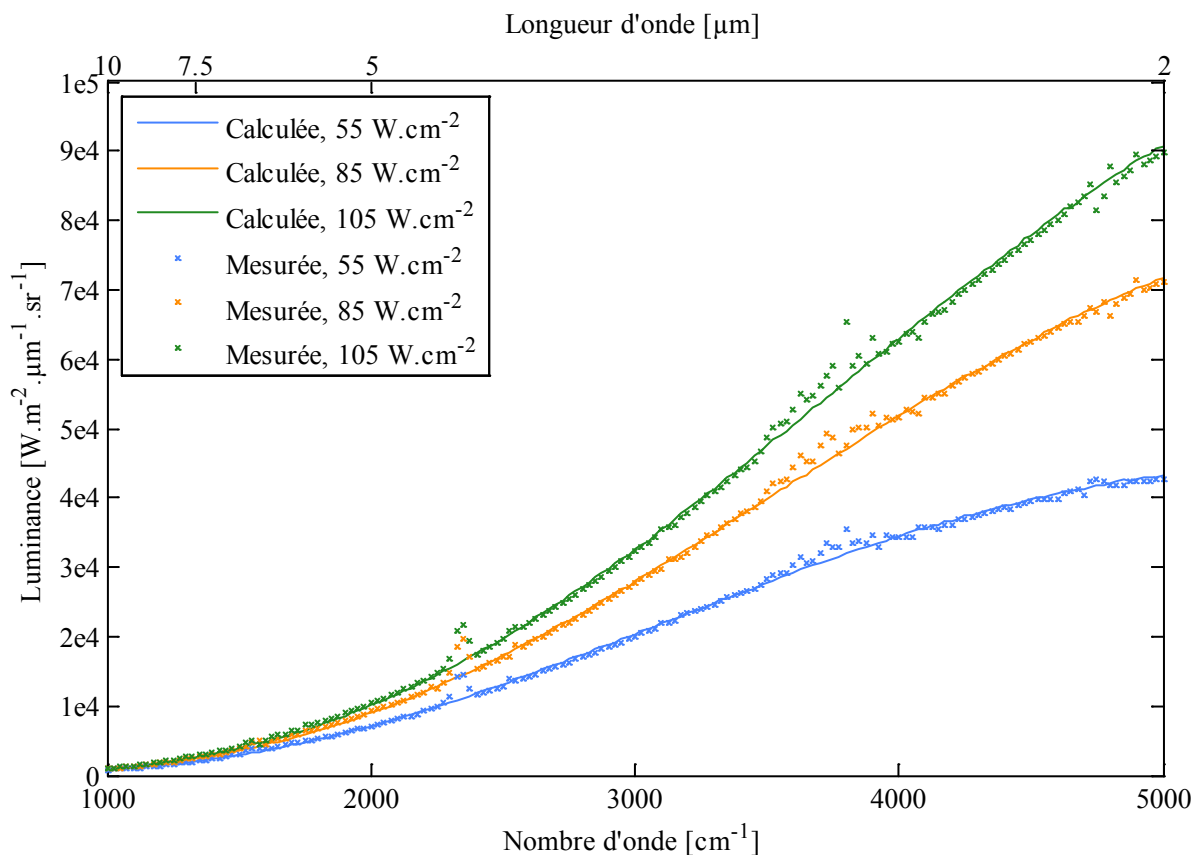


Figure 4.2 Luminance spectrale ; comparaison entre mesures et prédictions, faible densité

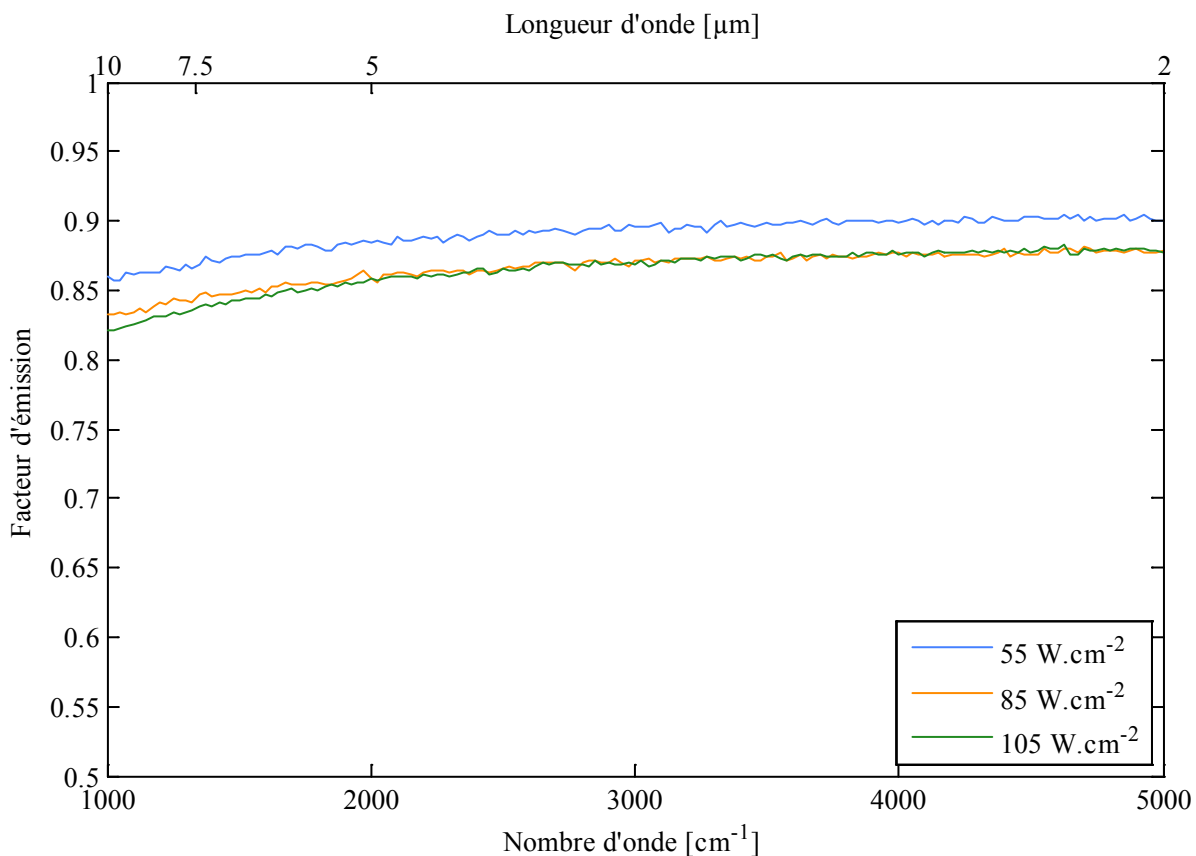


Figure 4.3 Facteur d'émission, faible densité

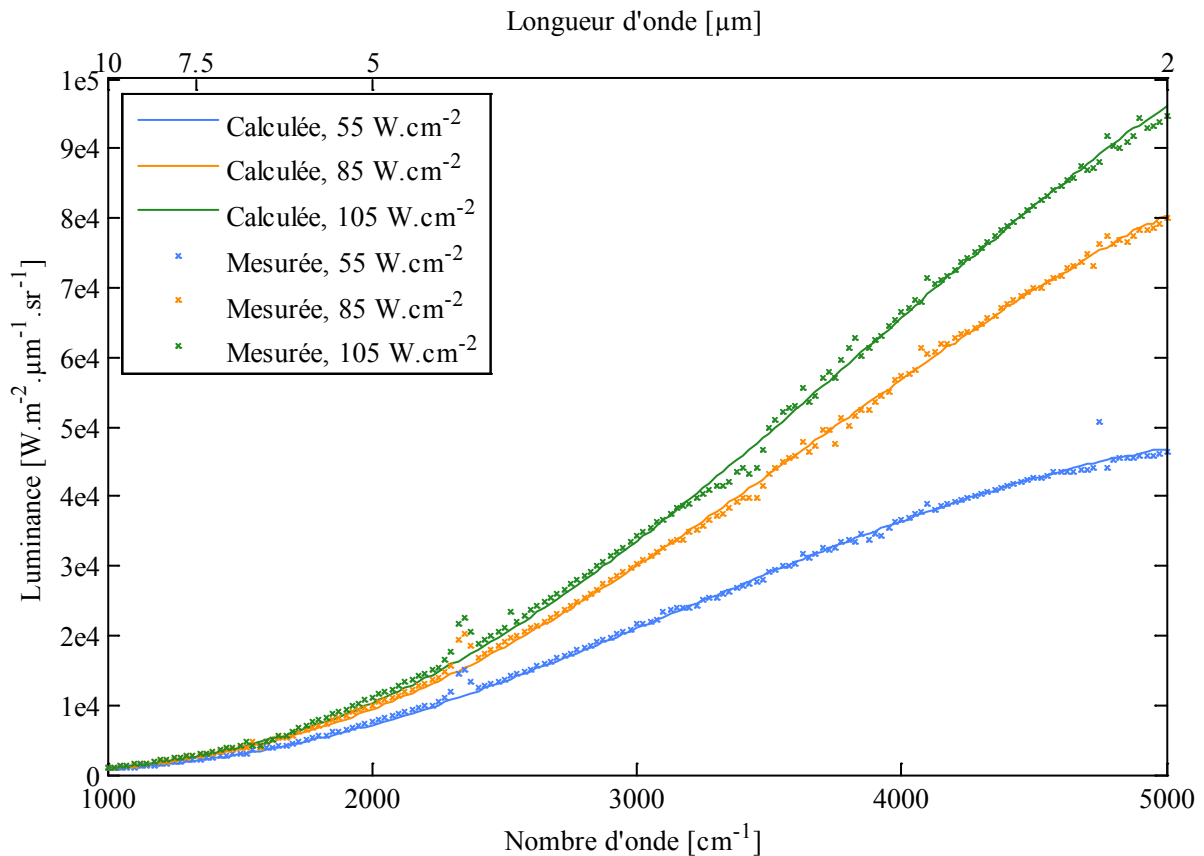


Figure 4.4 Luminance spectrale ; comparaison entre mesures et prédictions,

forte densité

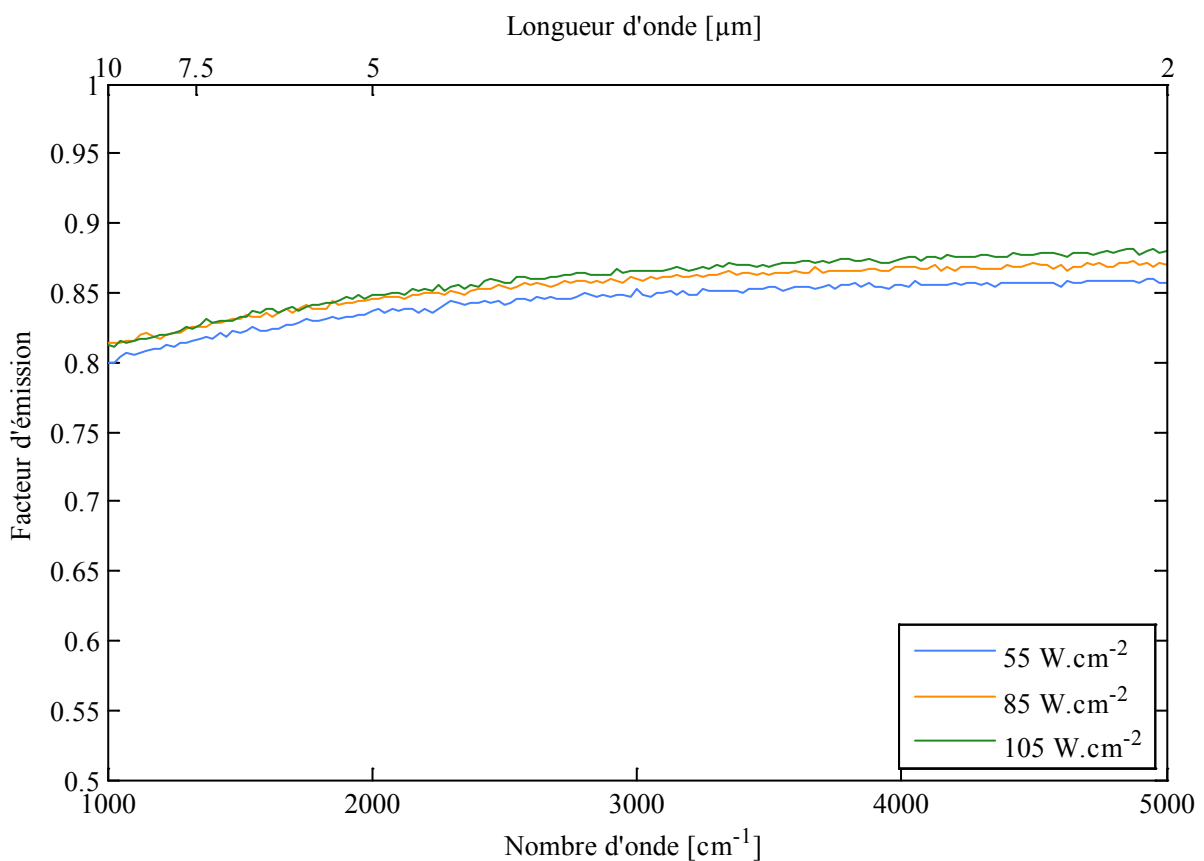


Figure 4.5 Facteur d'émission,

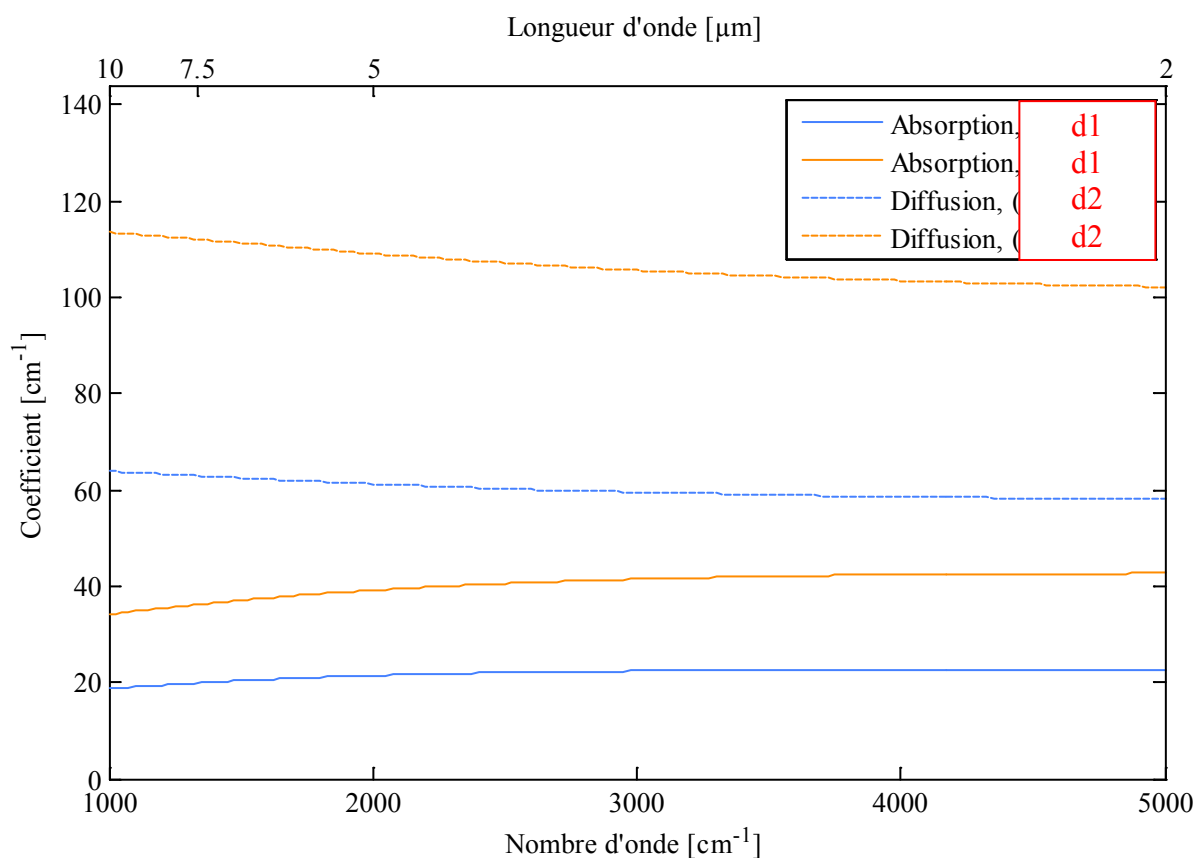
forte densité

La méthode permet de prédire avec une bonne précision la luminance émise par les différents échantillons et ce pour toutes les puissances de chauffage. L'écart relatif moyen entre les luminances mesurées et calculées issues de l'identification est inférieur à 3,5% dans le cas d'un chauffage symétrique.

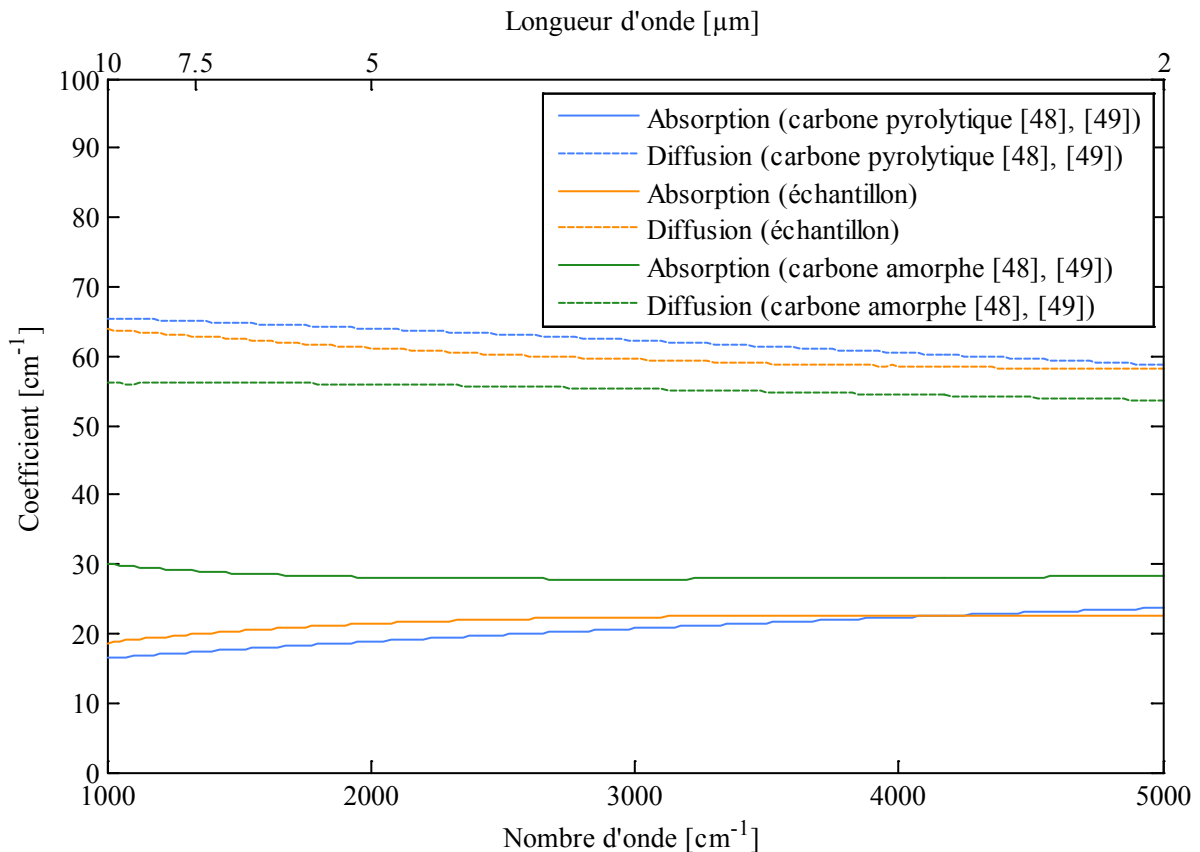
Les écarts sont plus importants dans les zones spectrales où les espèces gazeuses présentes dans l'air ambiant ont un effet prononcé, notamment autour de  $2400\text{ cm}^{-1}$  de  $3800\text{ cm}^{-1}$ . Cela traduit une limitation de la fonction d'appareil pour l'étalonnage des mesures, en particulier pour traiter l'influence des gaz mis en évidence sur la *figure 3.14*. En effet, la variation de la concentration des composés gazeux entre les différentes mesures impacte directement la luminance mesurée. Cette dernière est surévaluée si la concentration des gaz est plus faible lors de la mesure que lorsque la fonction d'appareil a été établie et sous-évaluée dans le cas contraire.

Les facteurs d'émission sont sensiblement identiques quelle que soit la puissance de chauffage ce qui démontre une faible dépendance de ces derniers à la température. La comparaison de la *figure 4.3* et de la *figure 4.5* met également en évidence la faible influence de la densité sur le facteur d'émission. Enfin, on peut voir sur ces figures que les échantillons de feutre de carbone se comportent pratiquement comme des corps gris notamment à courte longueur d'onde.

La méthode d'identification conduit à l'obtention des propriétés radiatives du milieu visibles sur la *figure 4.6* et la *figure 4.7* en fonction de la longueur d'onde (i.e. nombre d'onde).



**Figure 4.6** Coefficients d'absorption et de diffusion pour les deux densités étudiées



**Figure 4.7** Coefficients d'absorption et diffusion identifiés comparés à 2 types de carbone

Contrairement aux conclusions précédentes sur la luminance et le facteur d'émission, on peut voir sur la *figure 4.6* une forte dépendance des propriétés radiatives avec la densité, ce qui est attendu compte tenu de l'équation (A1.9). En effet, l'augmentation de la densité et donc de la fraction volumique de fibres impacte directement les coefficients d'absorption et de diffusion. Cependant, pour cette épaisseur géométrique la variation des propriétés radiatives n'entraîne plus de modification du facteur d'émission. La *figure 4.7* montre que les propriétés radiatives identifiées sont du même ordre de grandeur que celles calculées en utilisant les indices de réfraction d'un carbone pyrolytique ou d'un carbone amorphe fournis dans les références [48], [49].

#### 4.2 Chauffage en configuration asymétrique

Pour la configuration asymétrique le champ de température est identifié dans l'épaisseur infinie. On appelle « épaisseur infinie » l'épaisseur géométrique minimum à partir de laquelle le comportement radiatif du milieu n'est plus modifié. La luminance émise au-delà de cette épaisseur n'atteint pas le détecteur, elle est absorbée ou diffusée avant d'émerger de la couche; une identification de la température plus en profondeur est donc impossible avec notre technique.

Compte tenu des résultats obtenus précédemment, concernant notamment les coefficients de diffusion et d'absorption, l'épaisseur infinie a été estimée à 0,8 mm pour la **faible densité** et à 0,6 mm pour la **forte densité**. On présentera ici uniquement les résultats sur la densité la plus faible puisqu'elle permet d'obtenir le champ de température sur une épaisseur plus importante. Il a été choisi de représenter cette épaisseur par des tranches isothermes d'épaisseur 0,2 mm. Ce choix assure que le volume correspondant à

cette épaisseur reste représentatif du milieu homogénéisé, et ainsi évite d'avoir un volume ne comportant aucune fibre. En considérant le banc de chauffage parfaitement symétrique, la température identifiée lors du chauffage face avant correspond également à la température face arrière lors du chauffage face arrière. Il est donc possible de combiner les champs de température identifiés lors du chauffage face avant et face arrière, laissant ainsi uniquement la température centrale comme inconnue.

Les champs de température identifiés pour les deux configurations de chauffage sont présentés dans le *tableau 4.3* pour le chauffage face avant et dans le *tableau 4.4* pour le chauffage face arrière.

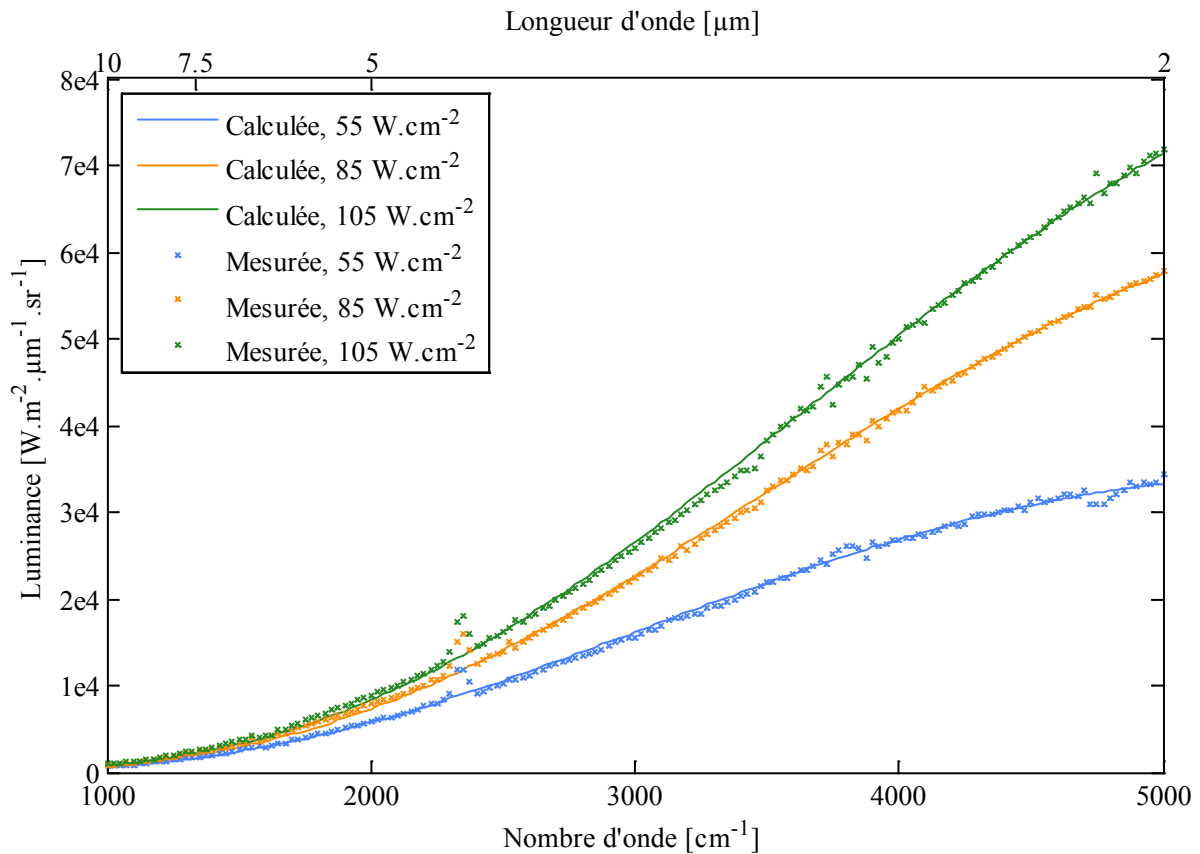
| <b>Tableau 4.3</b> Champs de température identifiés, chauffage face avant, |                       |                       | faible densité         |
|--|-----------------------|-----------------------|------------------------|
|  | 55 W.cm <sup>-2</sup> | 85 W.cm <sup>-2</sup> | 105 W.cm <sup>-2</sup> |
| Temp. tranche 1 (av.)  | 1674,5 K              | 1808,1 K              | 1910,4 K               |
| Temp. tranche 2  | 1461 K                | 1747,2 K              | 1875,2 K               |
| Temp. tranche 3  | 1358,4 K              | 1740,9 K              | 1797,3 K               |
| Temp. tranche 4  | 1328,9 K              | 1651,6 K              | 1762,1 K               |

| <b>Tableau 4.4</b> Champs de température identifiés, chauffage face arrière, |                       |                       | faible densité         |
|--|-----------------------|-----------------------|------------------------|
|  | 55 W.cm <sup>-2</sup> | 85 W.cm <sup>-2</sup> | 105 W.cm <sup>-2</sup> |
| Temp. tranche 1 (av.)  | 892,8 K               | 978,7 K               | 1021,5 K               |
| Temp. tranche 2  | 898,1 K               | 1000,7 K              | 1032 K                 |
| Temp. tranche 3  | 944,9 K               | 1042,6 K              | 1124,1 K               |
| Temp. tranche 4  | 976,8 K               | 1048,3 K              | 1175,6 K               |

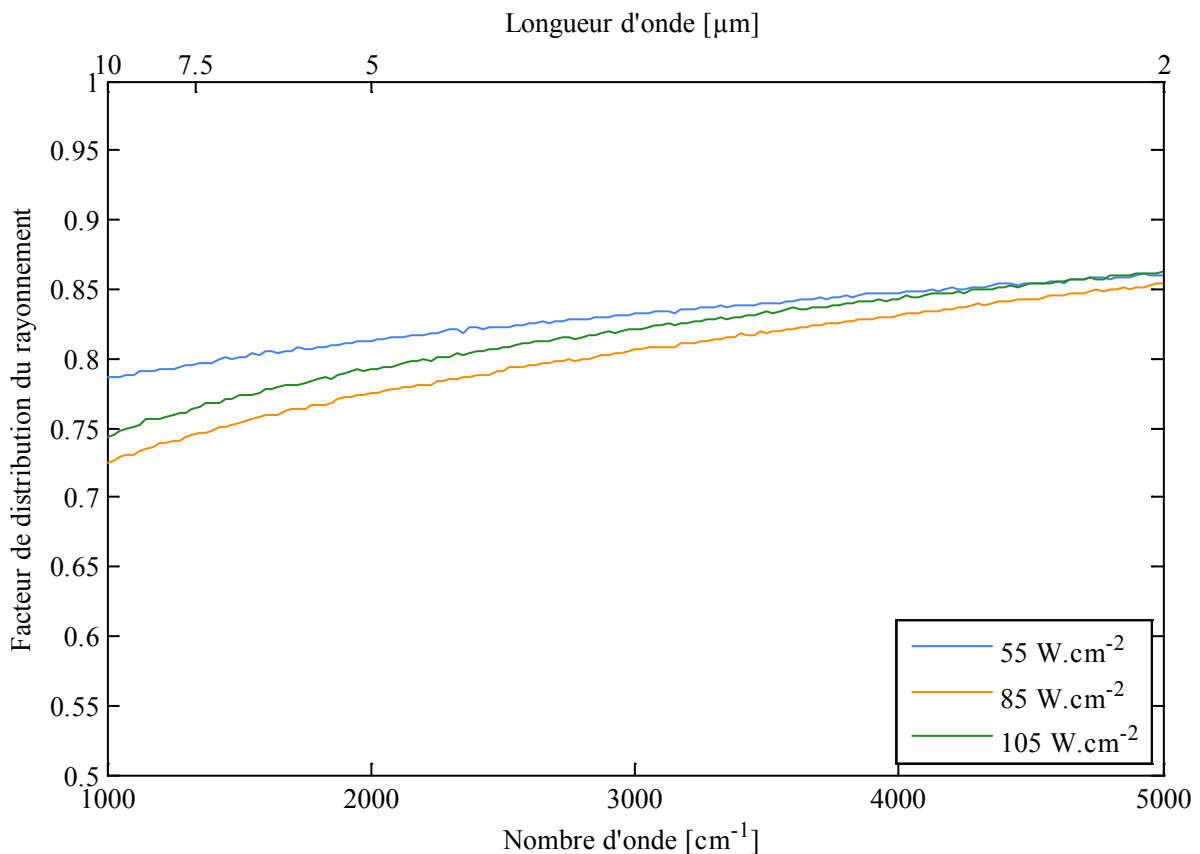
Ces champs de température semblent cohérents entre eux pour ce type de chauffage mais il est nécessaire de les comparer à une autre méthode pour attester de leur validité. Le modèle du couplage conduction rayonnement présenté au chapitre 6 permettra d'effectuer cette comparaison. Il est ici plus difficile de quantifier les incertitudes sur les températures identifiées du fait de la variation du facteur de distribution du rayonnement entre chaque tranche de l'échantillon. Cette incertitude est d'ailleurs croissante lorsque l'on progresse vers l'intérieur de l'échantillon. En effet, puisque le facteur de distribution du rayonnement diminue lorsque l'on se rapproche de l'épaisseur infinie, l'émission de la tranche a moins d'influence sur la luminance totale et l'incertitude sur la température est donc accrue.

Les résultats pour les configurations de chauffage face avant/arrière sont présentés de la *figure 4.8* à la *figure 4.11*. Sur la *figure 4.8* et la *figure 4.10*, on voit très nettement un décalage du pic d'émission vers les courtes longueurs d'onde lié à une augmentation de la température caractéristique d'un corps gris. L'écart relatif moyen entre les luminances mesurées et prédites par le modèle est ici inférieur à 4,2%. Dans les deux configurations asymétriques, on voit apparaître une faible variation des facteurs de distribution du rayonnement, présentés sur la *figure 4.9* et la *figure 4.11*, en fonction de la température et plus particulièrement pour les grandes longueurs d'onde. Cependant, le comportement radiatif demeure très proche d'un corps gris et est sensiblement constant sur une large gamme de température de surface. En effet, entre les 3 configurations de chauffages étudiées (1 symétrique et 2 asymétriques), la température de surface varie de 890 K (chauffage face arrière à 55 W.cm<sup>-2</sup>) à 2020 K (chauffage symétrique 105 W.cm<sup>-2</sup>) tandis que le facteur d'émission reste proche de 0,8.

**Confidentiel : informations relatives au matériau AIRBUS  
defence & space**



**Figure 4.8** Luminance spectrale ; comparaison mesures et prédictions, chauffage face avant



**Figure 4.9** Somme des facteurs de distribution du rayonnement, chauffage face avant

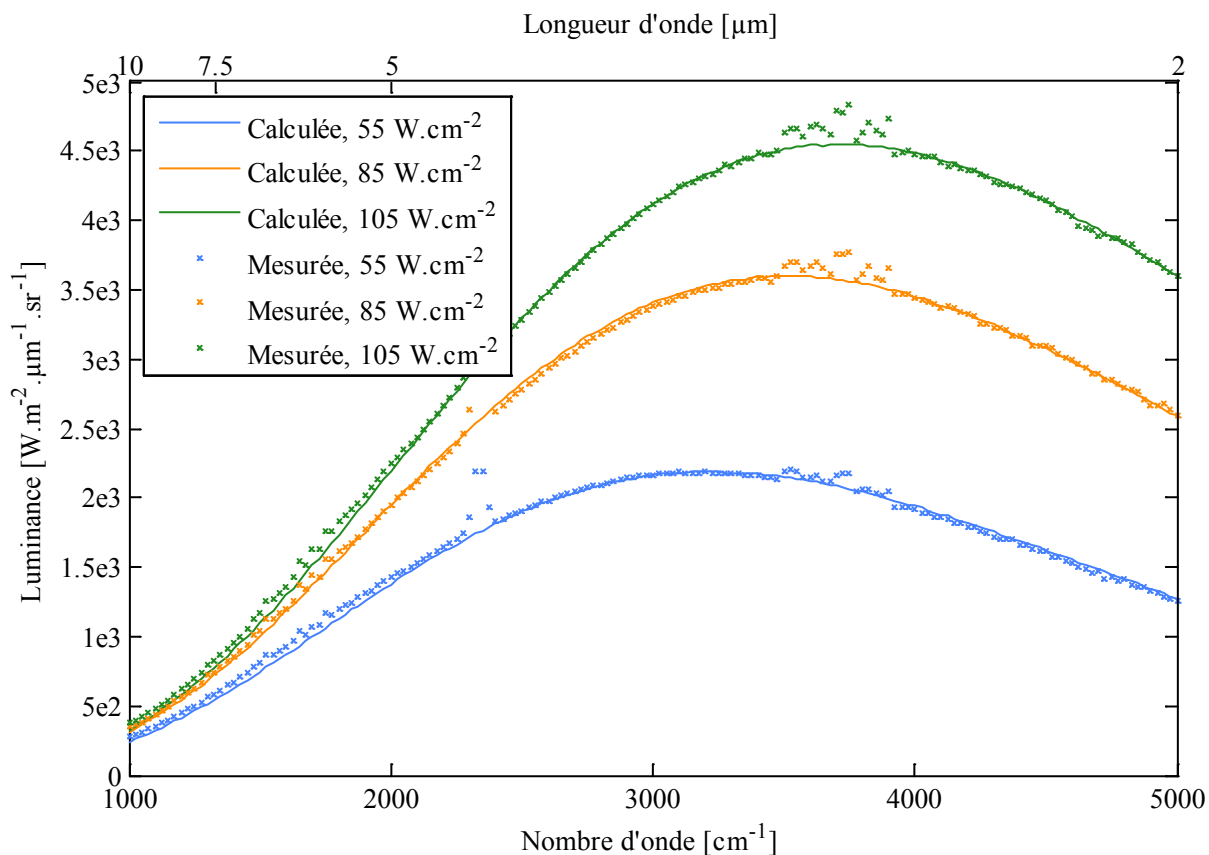


Figure 4.10 Luminance spectrale ; comparaison mesures et prédictions, chauffage face arrière

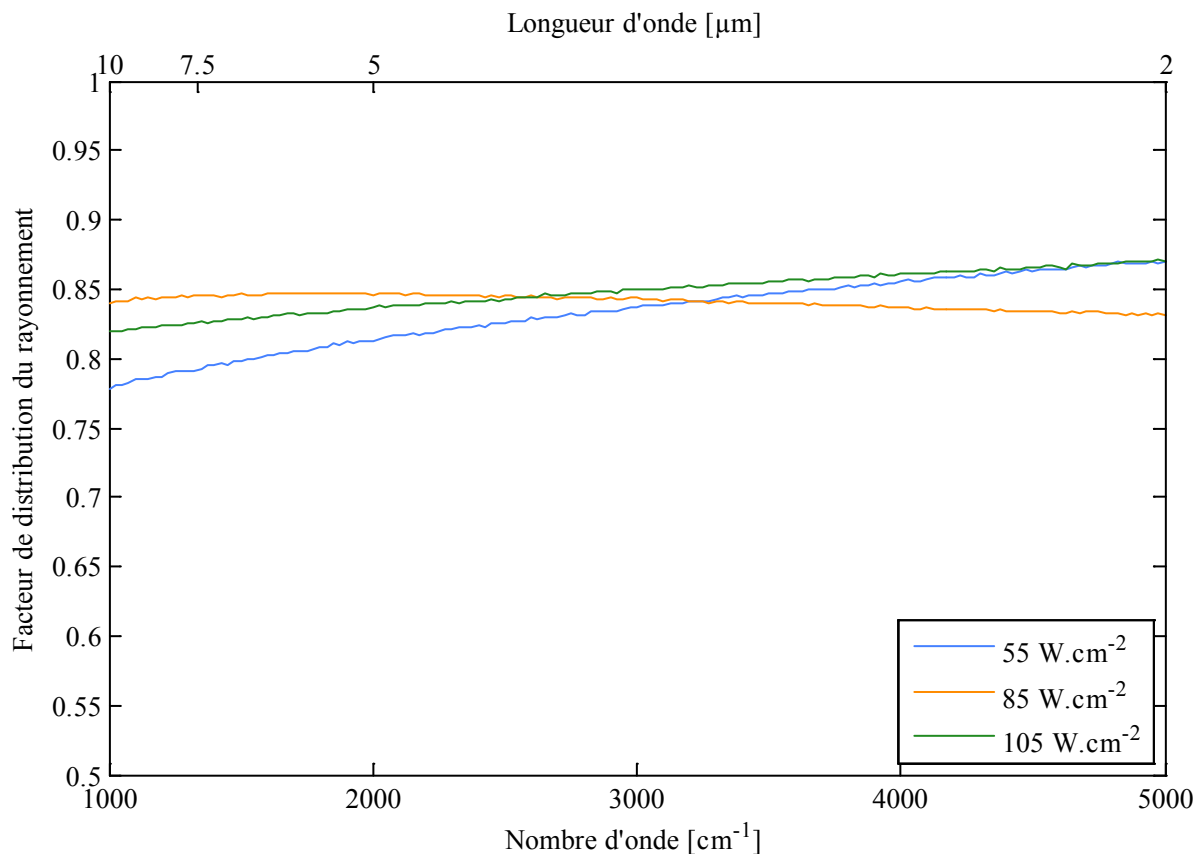


Figure 4.11 Somme des facteurs de distribution du rayonnement, chauffage face arrière



Malgré une très faible densité, ces échantillons sont, contrairement à ce qui était attendu initialement, optiquement épais.

## Confidentiel : informations relatives au matériau AIRBUS defence & space

De plus, la méthode développée pour identifier le champ de température reste de ce fait limitée au premier millimètre de l'épaisseur pour les densités étudiées. En effet, le champ de température reste inconnu sur les deux tiers de l'échantillon. Cependant, en considérant le banc totalement symétrique on peut combiner les champs de température identifiés lors du chauffage face avant et lors du chauffage face arrière. De ce fait on identifie le champ de température sur ses deux extrémités et seul le champ de température dans la partie centrale de l'échantillon reste inconnu. Rappelons que l'épaisseur géométrique de l'échantillon est de 3 mm.

Du fait de la faible dimension de l'épaisseur infinie et du comportement gris des échantillons de feutre de carbone, il a été décidé de réaliser des tests supplémentaires sur un autre type de matériau constitué de fibres de silice. Ce type de matériau présente de nombreux avantages. Premièrement son comportement spectral très différent permet de tester la méthode sur un matériau ayant une dépendance spectrale bien plus marquée que le carbone. De plus, on devrait pouvoir identifier l'intégralité du champ de température puisque ce matériau est optiquement mince à certaines longueurs d'onde. Un autre avantage est la présence d'une fréquence de Christiansen pour la validation de méthode d'identification de la température (ou au moins la température de surface dans le cas anisotherme) à l'aide de la pyrométrie au point de Christiansen. Cette technique de mesure optique de la température sera décrite dans le chapitre suivant. Enfin, on vérifiera la validité des propriétés optiques et radiatives identifiées par notre méthode de par la capacité de cette dernière à retrouver ou non cette fréquence de Christiansen.

## **Chapitre 5**

### **Validation de la méthode sur des matériaux à base de fibres de silice**



## 5. Validation de la méthode sur des matériaux à base de fibres de silice

### Confidentiel : informations relatives au matériau AIRBUS defence & space

De ce fait, il nous a semblé indispensable de valider la méthode sur d'autres matériaux au comportement spectral plus marqué. Le matériau d'étude sélectionné est un isolant haute température à base de fibres de silice. Il possède des épaisseurs optiques faibles dans une partie de la zone spectrale d'étude. Ces échantillons ont les mêmes dimensions géométriques que ceux en feutres de carbone, soit surface de 11 par 11 mm pour 3 mm d'épaisseur. L'étude de ce matériau a pour objet de tester la robustesse et la fiabilité de la méthode d'identification en vue de futures études sur d'autres matériaux hétérogènes. De plus la silice possédant une fréquence de Christiansen, une seconde technique de mesure de température peut être mise en œuvre pour valider l'identification des températures de surface. Le principe de la pyrométrie au point de Christiansen est présenté succinctement dans la section 5.1 suivante.

Comme pour le carbone, les mesures de luminances à haute température sur les échantillons en fibres de silice sont réalisées sur des échantillons de densité variable. Les échantillons, fournis par le CREE Saint-Gobain, ont une densité de 0,55 et 0,71 g.cm<sup>-3</sup>, soit une fraction volumique de fibres respective de 0,250 et 0,323. Ces échantillons, dont une image MEB est présentée sur la *figure 5.1*, sont composés de fibres de silice de diamètre variant entre 9 et 14 μm et orientées aléatoirement dans l'espace.



**Figure 5.1** Imagerie MEB d'un échantillon en fibres de silice (CREE-Saint Gobain, SilPower data book)

Les deux configurations de chauffage (symétrique et asymétrique) sont étudiées pour trois puissances de chauffe différentes : 15 W.cm<sup>-2</sup>, 20 W.cm<sup>-2</sup> et 25 W.cm<sup>-2</sup>. Ces puissances sont inférieures à celles utilisées pour le carbone car le matériau étant plus absorbant à la longueur d'onde d'émission du laser, il y a un risque de vitrification de la silice à des températures trop importantes. Le laser n'étant à l'origine pas prévu pour fonctionner à de si faibles puissances, une séparatrice 25/75 est placée en sortie de la cavité du laser pour ne conserver que 25 % de la puissance initiale.

En plus des comparaisons entre les luminances mesurées et prédites, on pourra confronter les températures identifiées à celles issues de la pyrométrie au point de Christiansen. Enfin les facteurs d'émission calculés à partir de ces températures seront comparés aux facteurs de distribution du rayonnement fournis par la méthode d'identification.

### 5.1 Pyrométrie au point de Christiansen

Seuls les principes de base de la pyrométrie au point de Christiansen sont rappelés ici. Pour plus de détails, le lecteur peut se reporter à l'article de Rousseau et al. [64]. Tout matériau diélectrique hétéropolaire possède une fréquence dite de Christiansen à laquelle son émission radiative est proche de celle du corps noir. En pratique, un grand nombre de céramiques possède une fréquence de Christiansen dans le moyen infrarouge, plage spectrale de notre étude. A cette fréquence, la partie réelle de l'indice de réfraction est égale à 1. De plus, la partie imaginaire (indice d'extinction) est suffisamment faible pour que la réflectivité spéculaire  $\rho'_v$  dans la direction normale (équation 5.1) puisse être considérée nulle. L'indice d'extinction est cependant suffisamment élevé pour que le matériau soit optiquement épais à des épaisseurs d'une centaine de microns. Ainsi, à la fréquence de Christiansen, tout rayonnement incident est absorbé et le matériau se comporte comme un corps noir.

$$\rho'_v = \frac{(n_v - 1)^2 + k_v^2}{(n_v + 1)^2 + k_v^2} \quad (5.1)$$

Dans l'équation (5.1),  $n_v$  et  $k_v$  sont calculés à l'aide du modèle de la fonction diélectrique basé sur des profils Gaussiens présenté dans le chapitre 2. Dans un souci de réduction du temps de calcul lors de l'identification on utilise ici seulement 5 oscillateurs parmi les 17 utilisés dans le modèle fourni par De Sousa Meneses [60]. Le choix des 5 oscillateurs, décrit à la fin du §2.3, a été réalisé afin d'obtenir un bon compromis entre le temps de calcul et une représentation fidèle de l'indice de la silice sur la plage spectrale d'étude.

Le point de Christiansen de la silice est localisé à 7,3  $\mu\text{m}$  et l'émissivité est supérieure à 0,99 sur la plage 6,3 à 7,6  $\mu\text{m}$ . La silice est donc bien adaptée au type d'étude réalisée ici puisque les mesures sont réalisées entre 2 et 10  $\mu\text{m}$ .

### 5.2 Configuration de chauffage symétrique

Les températures identifiées dans la configuration de chauffage symétrique sont présentées dans le *tableau 5.1* et dans le *tableau 5.2*. Pour faciliter la comparaison, les températures obtenues par pyrométrie au point de Christiansen seront présentées en même temps que les températures obtenues par identification.

**Tableau 5.1** Températures identifiées et Christiansen, configuration symétrique, densité : 0,55 g.cm<sup>-3</sup>

|                    | 15 W.cm <sup>-2</sup> | 20 W.cm <sup>-2</sup> | 25 W.cm <sup>-2</sup> |
|--------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| Temp. Christiansen | 1248 K                | 1585 K                | 1722 K                |
| Temp. face avant   | 1187 K                | 1528 K                | 1717 K                |

**Tableau 5.2** Températures identifiées et Christiansen, configuration symétrique, densité : 0,71 g.cm<sup>-3</sup>

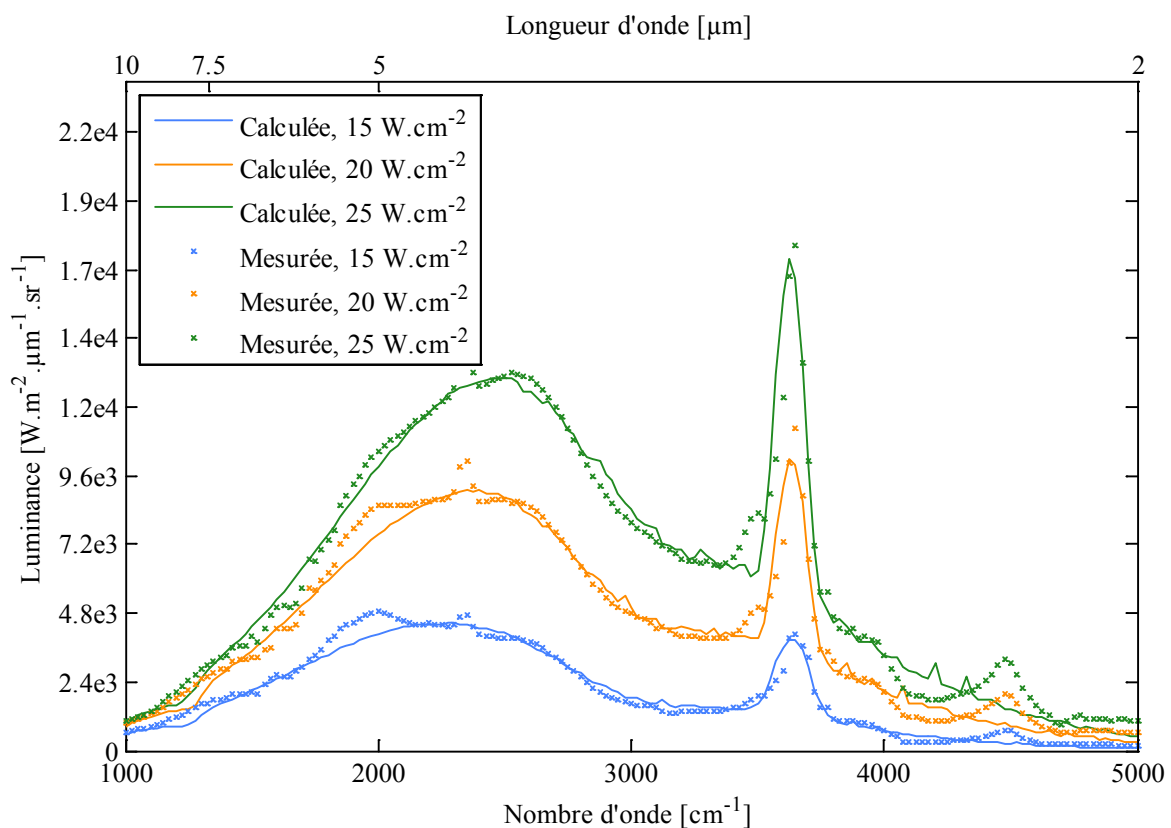
|                    | 15 W.cm <sup>-2</sup> | 20 W.cm <sup>-2</sup> | 25 W.cm <sup>-2</sup> |
|--------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| Temp. Christiansen | 1213 K                | 1553 K                | 1702 K                |
| Temp. face avant   | 1152 K                | 1477 K                | 1677 K                |

L'écart maximum entre les températures identifiées et celles obtenues par pyrométrie au point de Christiansen est de 5%. L'incertitude sur la température identifiée, calculée de la même manière que pour les échantillons de feutre de carbone, équation (4.1), est de +/- 40 K. Concernant la température obtenue par pyrométrie au point de Christiansen, son incertitude est plus difficile à quantifier. En effet, en plus de celle liée à l'étalonnage de la mesure de la

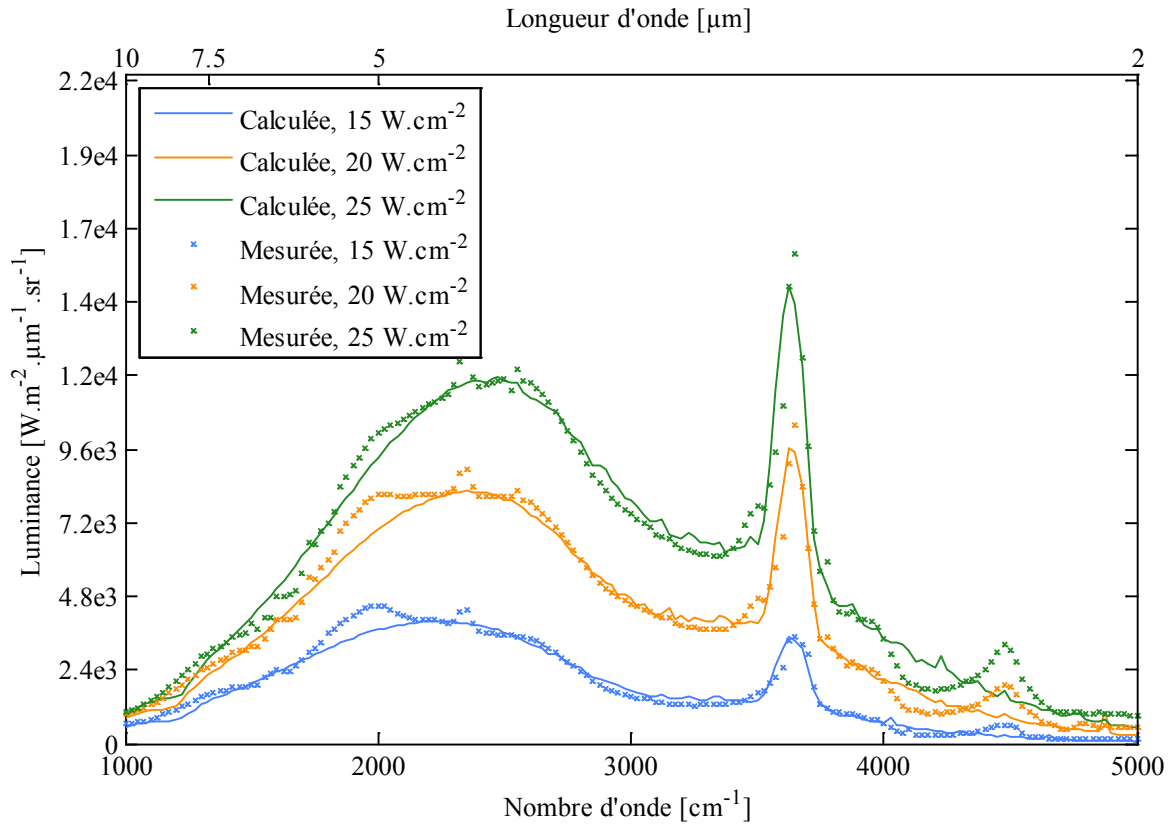
luminance, une seconde incertitude est due au fait que la fréquence de Christiansen soit située dans une plage d'absorption de la vapeur d'eau. Comme on l'a vu précédemment, la concentration de ce gaz dans l'atmosphère peut varier entre le moment où les mesures sont effectuées et la détermination de la fonction d'appareil ce qui entraîne une nouvelle source d'erreur plus difficilement quantifiable.

Les luminances mesurées et celles prédites pour les trois puissances de chauffage sont présentées sur la *figure 5.2* pour la densité de  $0,55 \text{ g.cm}^{-3}$  et sur la *figure 5.3* pour la densité de  $0,71 \text{ g.cm}^{-3}$ . On voit ici très nettement le comportement spectral marqué de la silice. De plus, contrairement au comportement d'un corps gris, le pic d'émission est situé, pour toutes les puissances, aux alentours de  $3700 \text{ cm}^{-1}$  ( $2,7 \text{ }\mu\text{m}$ ). A l'instar des résultats obtenus pour les feutres de carbone, l'écart entre les luminances calculées et celles mesurées est très faible ; l'écart maximum sur la luminance totale est inférieur à 4%. De plus, il serait possible de réduire d'avantage cet écart en ajoutant d'autres oscillateurs dans le modèle de la fonction diélectrique. Cela permettrait, par exemple, de pouvoir modéliser le faible pic d'émission visible sur les spectres de luminances mesurées à  $4500 \text{ cm}^{-1}$ . Cependant, cette augmentation de précision se fait au prix d'un temps de calcul plus long. La variation de la concentration des gaz dans l'atmosphère dont l'impact sur la mesure ne peut-être parfaitement corrigé par la fonction d'appareil est encore une fois une autre raison des écarts visibles sur les graphes de luminances présentés.

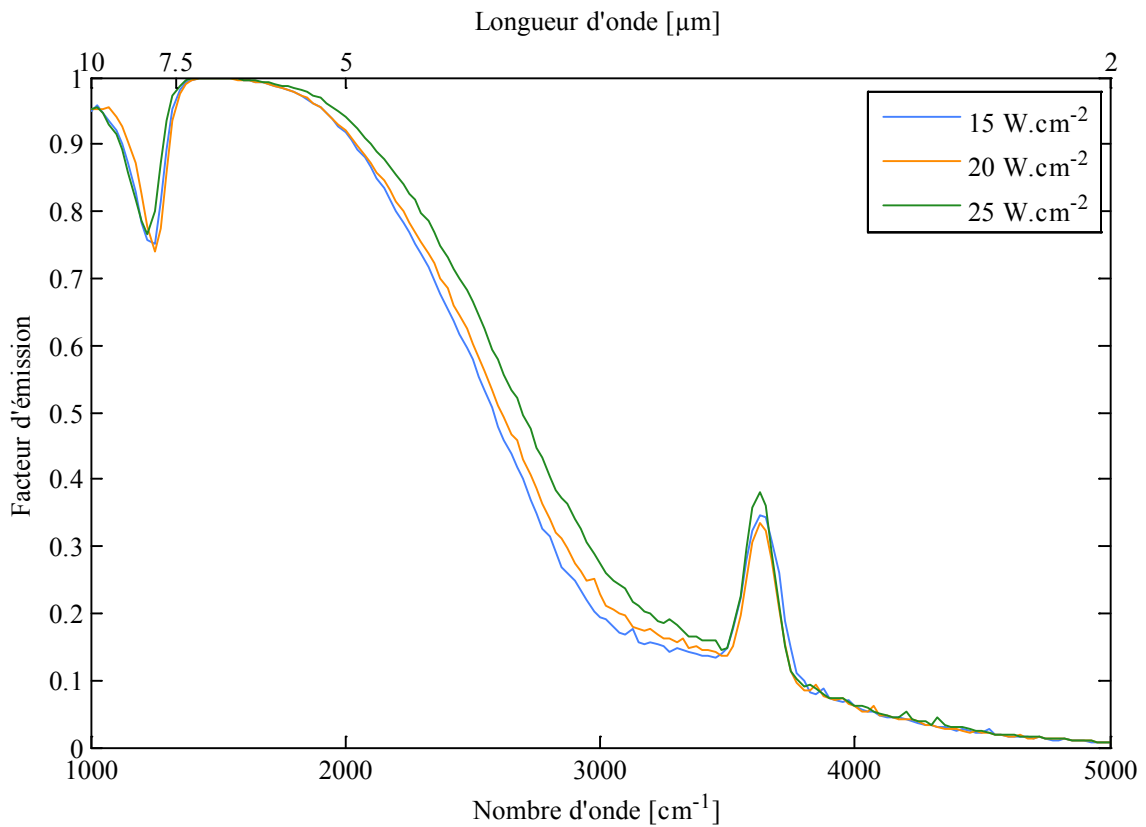
Les facteurs de distribution du rayonnement obtenus par la méthode d'identification sont visibles sur la *figure 5.4* et sur la *figure 5.6*. On peut rappeler que ces derniers se simplifient en facteurs d'émission dans le cas d'un milieu isotherme. Les facteurs d'émission calculés à partir des températures obtenues par pyrométrie au point de Christiansen sont présentés sur la *figure 5.5* et la *figure 5.7*.



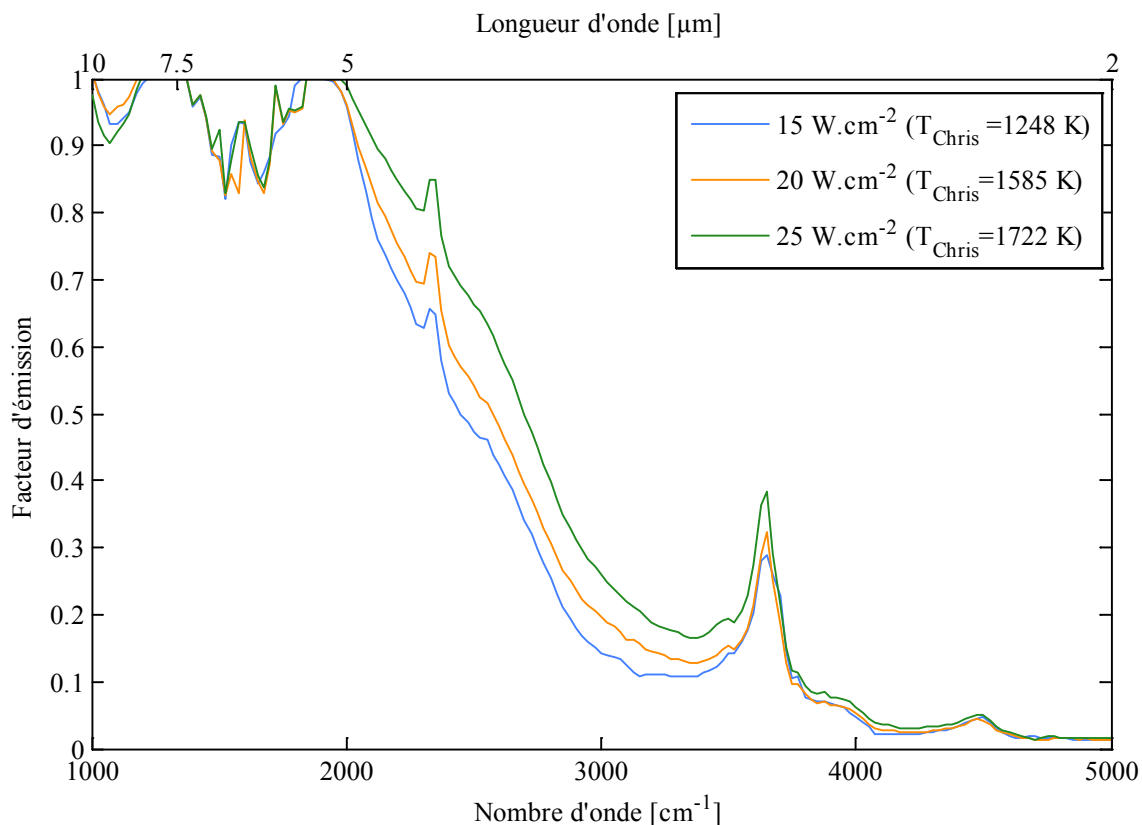
**Figure 5.2** Luminance spectrale ; comparaison mesures et prédictions, densité :  $0,55 \text{ g.cm}^{-3}$   
Configuration symétrique.



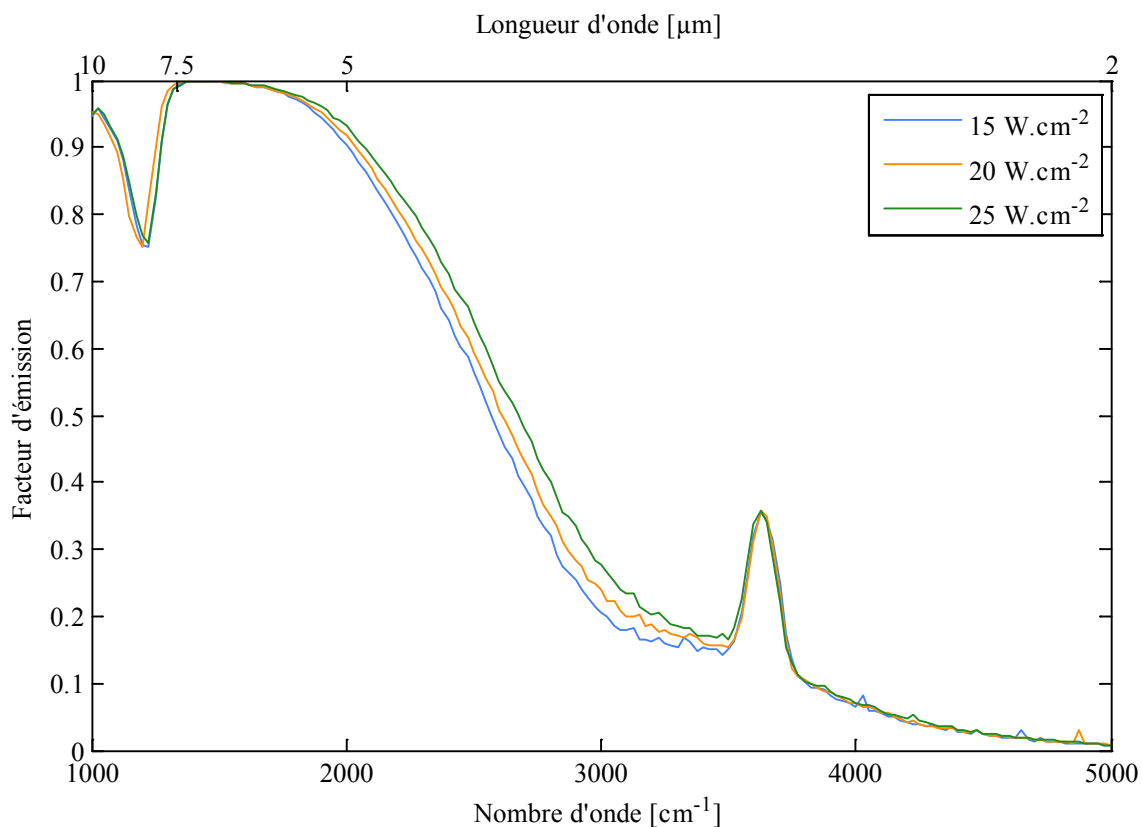
**Figure 5.3** Luminance spectrale ; comparaison mesures et prédictions, densité : 0,71 g.cm<sup>-3</sup>  
Configuration symétrique.



**Figure 5.4** Facteur de distribution du rayonnement, densité : 0,55 g.cm<sup>-3</sup>  
Configuration symétrique.

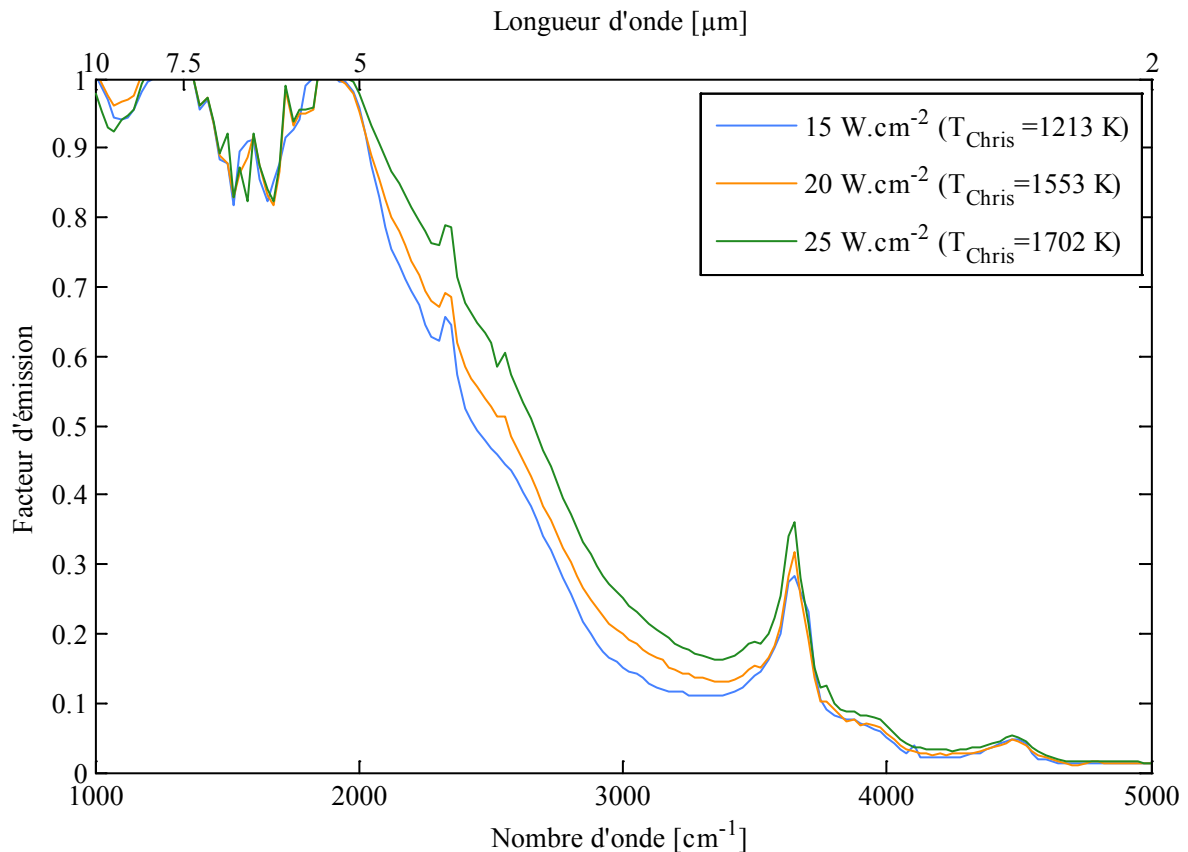


**Figure 5.5** Facteur d'émission calculé à partir de la température de Christiansen, densité : 0,55 g.cm<sup>-3</sup> Configuration symétrique.



**Figure 5.6** Facteur de distribution du rayonnement, densité : 0,71 g.cm<sup>-3</sup> Configuration symétrique.





**Figure 5.7** Facteur d'émission calculé à partir de la température de Christiansen, densité :  $0,71 \text{ g.cm}^{-3}$  Configuration symétrique.

On peut noter une faible dépendance des facteurs d'émission obtenus à partir de la température de Christiansen, *figure 5.5* et *figure 5.7*, ainsi que sur ceux basés sur les facteurs de distribution du rayonnement, *figure 5.4* et *figure 5.6* avec la température sur la gamme 1200 K à 1720 K. La différence de densité entre des matériaux étudiés ne permet pas de mettre en évidence une dépendance significative du facteur d'émission avec la densité. Enfin, sur les facteurs d'émission obtenus par la méthode d'identification, *figure 5.4* et *figure 5.6*, on peut localiser la fréquence de Christiansen entre 6 et 7,4  $\mu\text{m}$ . Ce résultat correspond bien aux valeurs attendues, et présentées dans la section 5.1, à savoir une fréquence de Christiansen localisée à 7,3  $\mu\text{m}$  avec une émissivité supérieure à 0,99 sur la plage 6,3 à 7,6  $\mu\text{m}$ .

Afin de valider les choix des 5 oscillateurs du modèle de la fonction diélectrique nous avons comparé les propriétés radiatives identifiées dans cette étude, *figure 5.8*, à celles qui peuvent être modélisées en utilisant le modèle de la fonction diélectrique basé sur des profils Gaussiens pour une silice de type I, *figure 5.9*. Le comportement général de la silice est parfaitement respecté. Les variations sont probablement liées au fait que l'identification des paramètres du modèle est réalisée, pour la technique par De Sousa Meneses, sur le monocristal et non pas sur un milieu hétérogène. La représentation du pic d'émission à  $4500 \text{ cm}^{-1}$  évoqué précédemment entrainerait une augmentation du temps de calcul alors que l'impact sur le coefficient d'absorption serait peu visible. En effet, le fort pic présent à  $3700 \text{ cm}^{-1}$ , pourtant nettement plus marqué que le pic à  $4500 \text{ cm}^{-1}$ , n'entraîne qu'une légère augmentation du coefficient d'absorption. Il est donc fortement probable que la modélisation du pic à  $4500 \text{ cm}^{-1}$  n'ait pas d'impact notable. Le choix de la simplification du modèle en ne sélectionnant que 5 oscillateurs est donc ici tout à fait pertinent. Enfin, on est ici très loin du comportement de type corps gris et l'influence de la densité sur les propriétés radiatives est quant à elle toujours aussi visible que dans le cas des feutres de carbone.

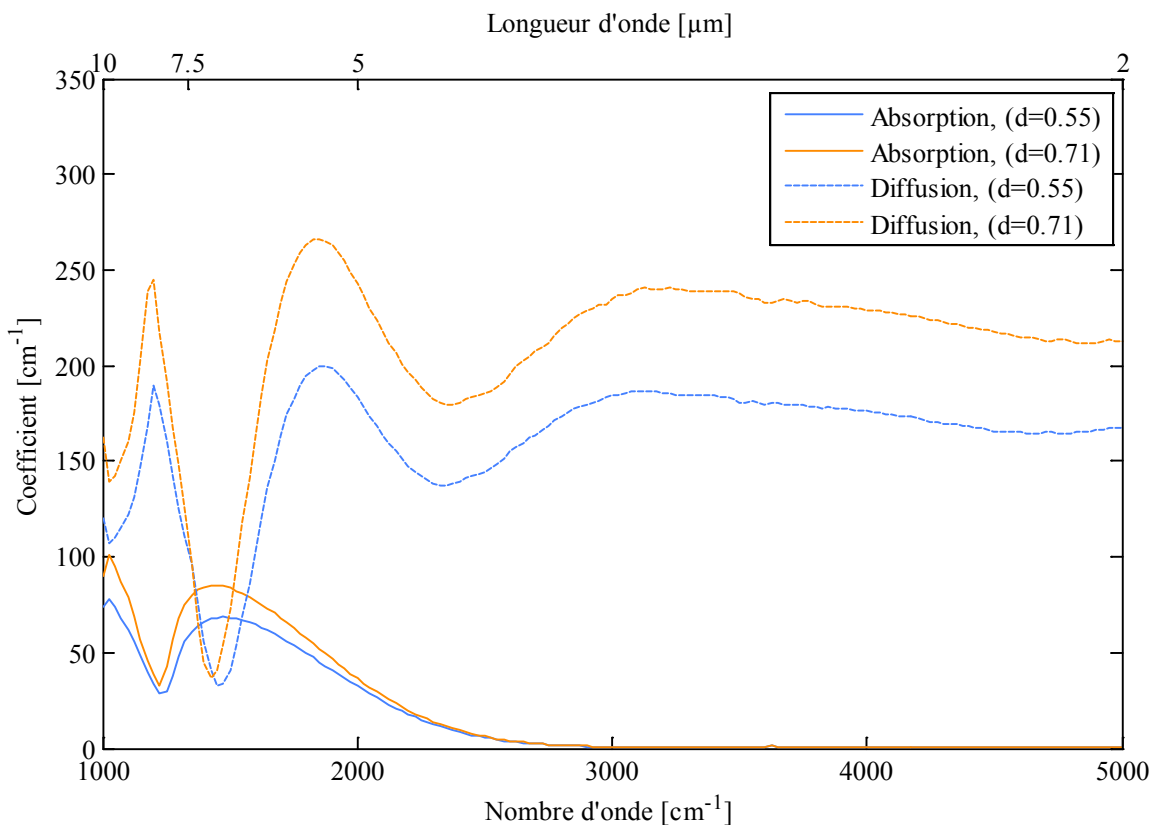


Figure 5.8 Exemple de coefficients d'absorption et de diffusion identifiés pour les deux densités

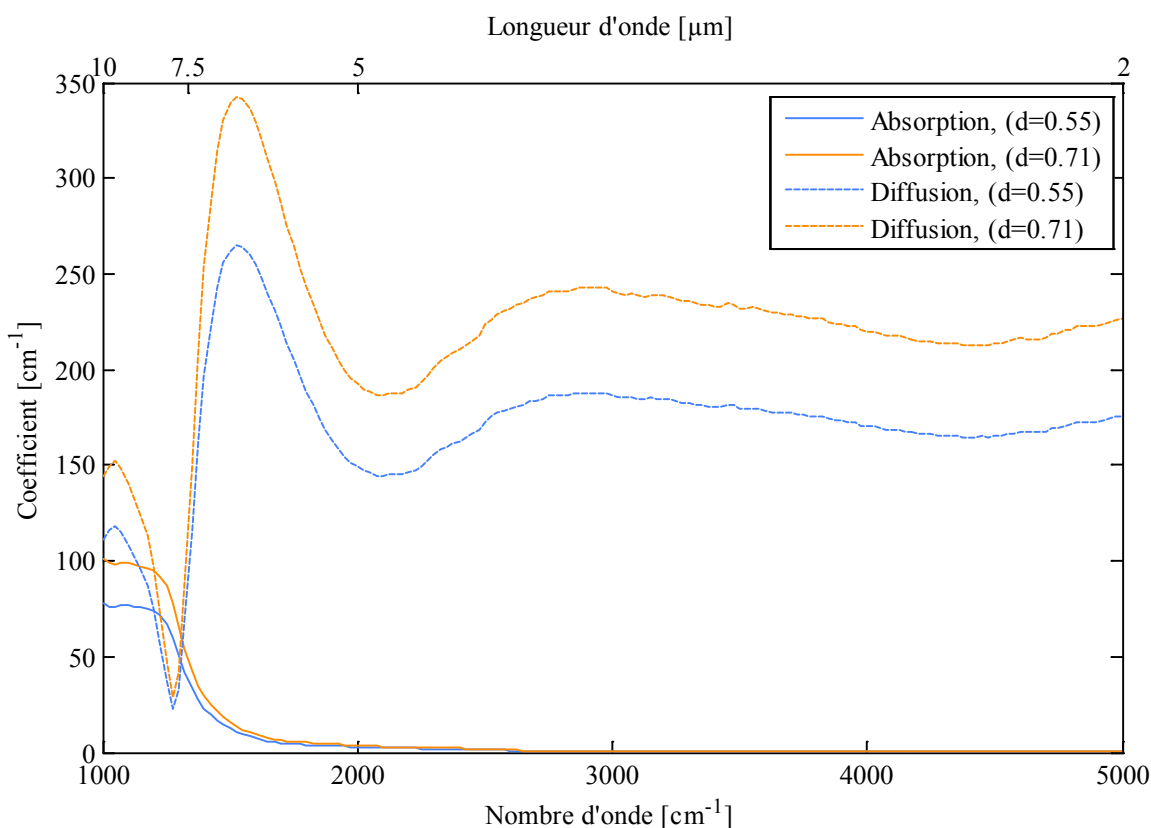


Figure 5.9 Coefficients d'absorption et de diffusion calculés avec les indices de réfraction d'une silice de type I [60]

### 5.3 Configuration de chauffage asymétrique

Les échantillons en fibres de silice sont optiquement épais à grande longueur d'onde mais ils sont optiquement minces pour les courtes longueurs d'ondes. Cette caractéristique, mise en évidence précédemment, nous permet d'identifier le champ de température dans l'intégralité de l'épaisseur géométrique de l'échantillon (3 mm), ce qui s'est avéré impossible pour les feutres de carbone. On représente ici le matériau en 6 tranches de 0,5 mm d'épaisseur.

A l'instar de l'étude sur les feutres de carbone, on peut considérer le banc comme parfaitement symétrique. De ce fait, la température de surface obtenue par pyrométrie au point de Christiansen lors du chauffage face avant est égale à la température de surface en face arrière lors du chauffage par cette face. De plus, l'identification du champ de température étant réalisée sur la totalité de l'épaisseur, on pourra confronter les champs obtenus pour les deux configurations de chauffage.

Les champs de température identifiés pour les deux configurations de chauffage sont présentés dans le *tableau 5.3* pour le chauffage face avant et dans le *tableau 5.4* pour le chauffage face arrière.

**Tableau 5.3** Températures Christiansen et identifiées, chauffage face avant, densité : 0,71 g.cm<sup>-3</sup>

|                       | 15 W.cm <sup>-2</sup> | 20 W.cm <sup>-2</sup> | 25 W.cm <sup>-2</sup> |
|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| Temp. Christiansen    | 1034 K                | 1341 K                | 1546 K                |
| Temp. tranche 1 (av.) | 1015,2 K              | 1325,6 K              | 1512,1 K              |
| Temp. tranche 2       | 532,4 K               | 906,7 K               | 1161,3 K              |
| Temp. tranche 3       | 531 K                 | 905,8 K               | 1161,3 K              |
| Temp. tranche 4       | 529 K                 | 904,6 K               | 1161,2 K              |
| Temp. tranche 5       | 529 K                 | 886,8 K               | 1156,1 K              |
| Temp. tranche 6 (ar.) | 529 K                 | 641,6 K               | 706,1 K               |

**Tableau 5.4** Températures Christiansen et identifiées, chauffage face arrière, densité : 0,71 g.cm<sup>-3</sup>

|                       | 15 W.cm <sup>-2</sup> | 20 W.cm <sup>-2</sup> | 25 W.cm <sup>-2</sup> |
|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| Temp. Christiansen    | 658,4 K               | 790 K                 | 863,8 K               |
| Temp. tranche 1 (av.) | 634,7 K               | 764,7 K               | 842,4 K               |
| Temp. tranche 2       | 634,9 K               | 765 K                 | 842,4 K               |
| Temp. tranche 3       | 654,8 K               | 770,8 K               | 851 K                 |
| Temp. tranche 4       | 741,8 K               | 812,4 K               | 902,4 K               |
| Temp. tranche 5       | 835,7 K               | 992,6 K               | 1004,6 K              |
| Temp. tranche 6 (ar.) | 1029,6 K              | 1537,8 K              | 1867,9 K              |

La température identifiée dans la première tranche du matériau est très proche de la température mesurée par la pyrométrie au point de Christiansen. L'écart relatif entre les températures obtenues par ces deux méthodes, défini par l'équation (5.2), est inférieur à 4,3%.

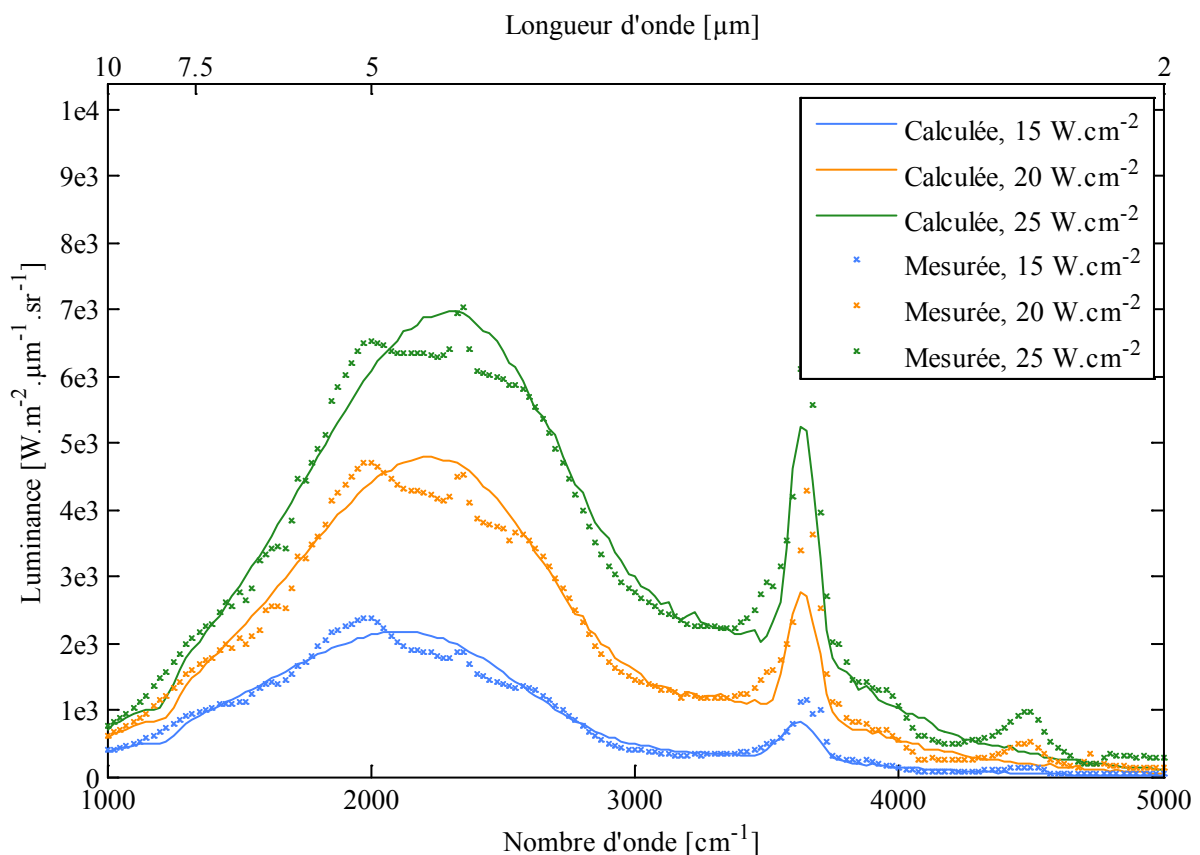
$$\varepsilon\% = 100 \cdot \frac{|T_{\text{Chris}} - T_{\text{tranche1}}|}{T_{\text{Chris}}} \quad (5.2)$$

Les incertitudes sont, comme pour le cas du carbone en condition de chauffage anisotherme, plus difficiles à quantifier du fait de la variation des facteurs de distributions du rayonnement entre chaque tranche. On peut cependant évaluer l'incertitude sur la température

de la première tranche. En effet, à la longueur d'onde de Christiansen, seule le flux émis par cette couche est reçu par le détecteur. Cette incertitude est ici de l'ordre de 30 K.

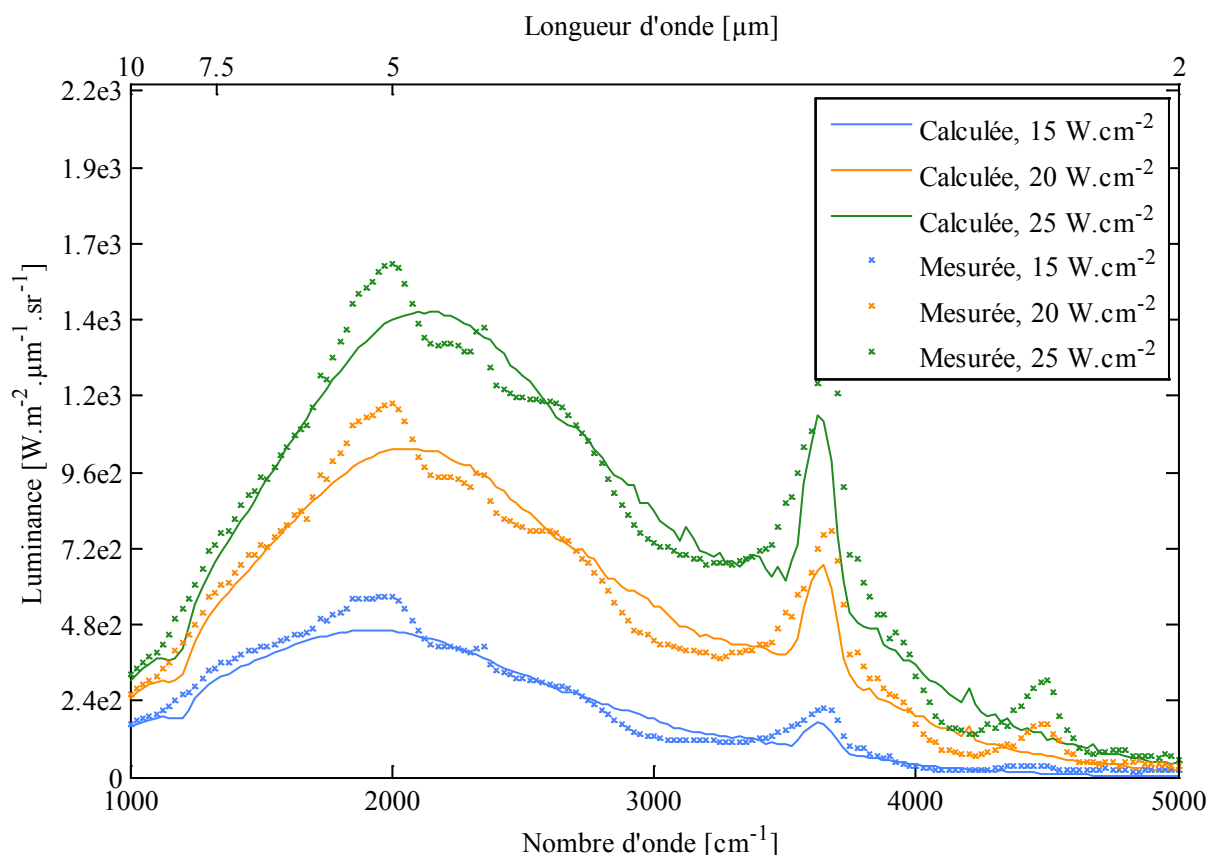
La méthode met bien en évidence l'anisothermie de l'échantillon. Cependant il y a un écart important entre les champs de température identifiés à partir des luminances mesurées sur la face « froide » ou « chaude ». Cet écart relatif peut atteindre 20 %. Ce dernier est dû en partie au fait que l'incertitude sur la température des dernières tranches (face arrière) est plus importante. En effet, les facteurs de distribution du rayonnement sont plus faibles pour ces tranches que pour les tranches proches de la face avant ; ainsi une variation des températures des tranches en profondeur entraîne une variation de la luminance plus faible qu'une variation de la température des tranches proches de la face avant.

Les comparaisons entre les luminances prédites et mesurées, présentées *figure 5.10* pour le chauffage en face avant et *figure 5.11* pour le chauffage en face arrière, mettent en évidence l'impact de l'anisothermie de l'échantillon sur le flux émis. L'évolution spectrale de ce dernier, lors du chauffage face avant *figure 5.10*, est similaire à celle du flux émis en condition de chauffage symétrique *figure 5.3*. Une différence visible néanmoins est la réduction de l'émission à courte longueur d'onde, notamment sur le pic d'émission aux alentours de  $3700\text{ cm}^{-1}$  qui n'est plus ici le maximum d'émission. Cette différence, due à la variation de température au sein de l'échantillon, est mise en évidence *figure 5.12a*. A ces longueurs d'onde l'échantillon est optiquement mince et une partie de l'énergie reçue par le détecteur provient de l'émission volumique. De ce fait, puisque la température face arrière est plus faible ici qu'en condition de chauffage symétrique, l'énergie arrivant sur le détecteur à ces longueurs d'onde est donc plus faible.

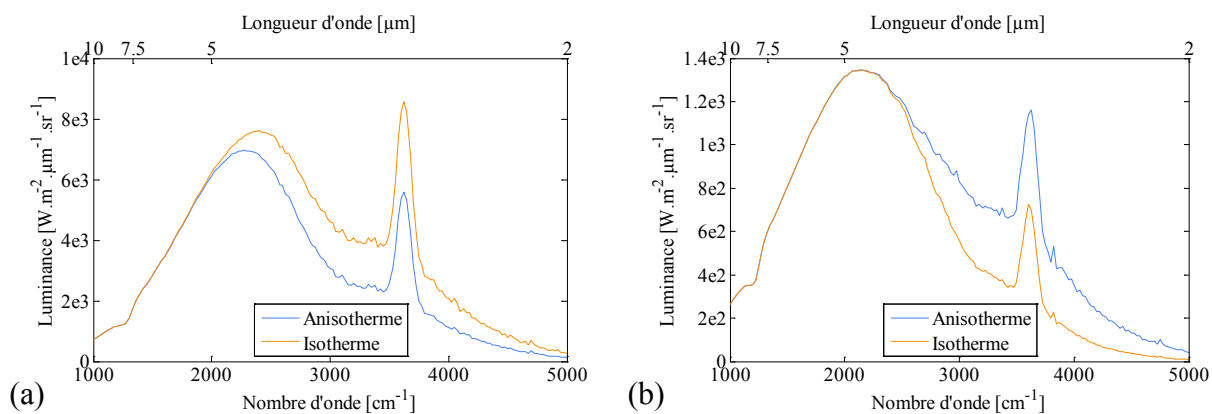


**Figure 5.10** Luminance spectrale ; comparaison mesures et prédictions, chauffage face avant

Le maximum d'émission lors du chauffage face arrière *figure 5.11*, ne se situe pas non plus aux alentours de  $3700\text{ cm}^{-1}$  mais les causes sont différentes. En effet, puisque la température face arrière est plus élevée dans ce cas, on s'attend à ce que le maximum d'émission se situe à ces longueurs d'onde. Cependant, l'émission de la face avant et des premières tranches reste prédominante or à leurs températures le maximum d'émission du corps noir se situe entre  $3\text{ et }4\text{ }\mu\text{m}$  ( $2500\text{ à }3333\text{ cm}^{-1}$ ) alors qu'il est localisé à une longueur d'onde inférieure à  $2\text{ }\mu\text{m}$  pour les températures des cas précédents. De ce fait, le pic du facteur d'émission présent à  $3700\text{ cm}^{-1}$  n'est plus suffisamment important pour correspondre au maximum d'émission de l'échantillon. Néanmoins le caractère anisotherme de l'échantillon modifie tout de même le flux émis à courte longueur d'onde, voir *figure 5.12b*. En effet, le flux émis dans ce cas demeure plus important que si l'échantillon était isotherme et à la température de la face de mesure.



**Figure 5.11** Luminance spectrale ; comparaison mesures et prédictions, chauffage face arrière

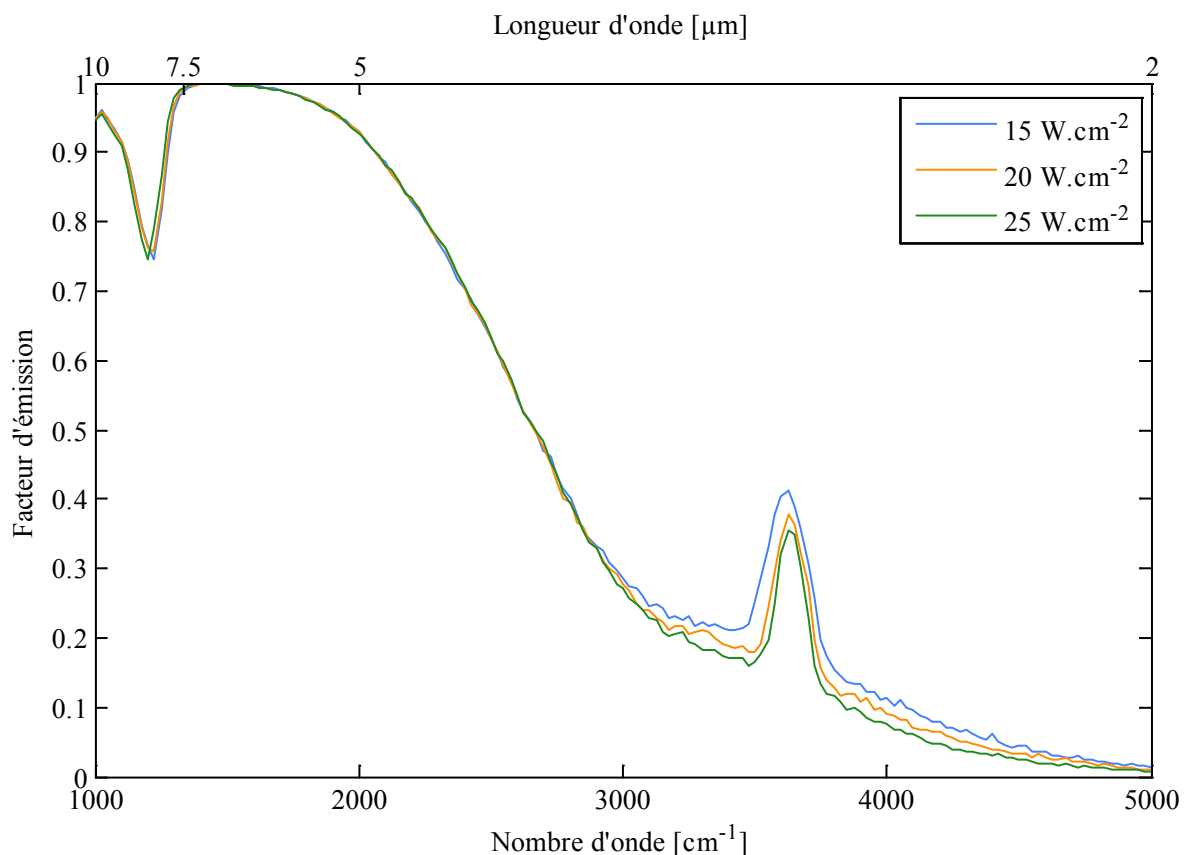


**Figure 5.12** Comparaison entre le flux émis par un échantillon anisotherme et le flux émis par cet échantillon isotherme et à la température de la face de mesure. chauffage avant (a) et arrière (b).

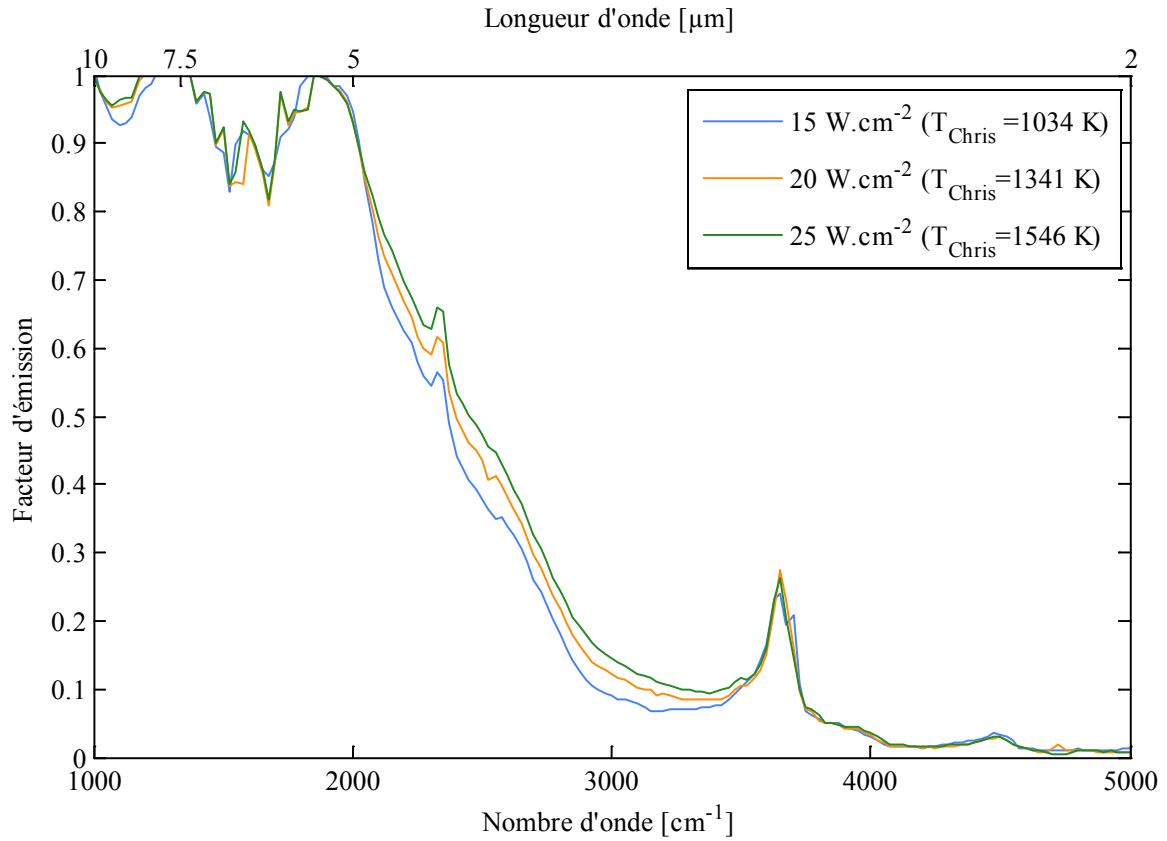
Comme dans l'étude sur les échantillons en fibres de carbone, ce sont les sommes des facteurs de distribution du rayonnement obtenus par la méthode d'identification qui sont présentées sur la *figure 5.13* et sur la *figure 5.15*. La *figure 5.14* et la *figure 5.16* présentent quant à elles les facteurs d'émission calculés à partir des températures obtenues par pyrométrie au point de Christiansen.

Les facteurs de distribution du rayonnement présentent une faible sensibilité aux variations de la température. C'est également le cas des facteurs d'émission calculés à l'aide des températures obtenues par pyrométrie de Christiansen. De plus, les sommes des facteurs de distributions du rayonnement, dans les deux configurations de chauffage asymétriques, permettent de retrouver les facteurs d'émission obtenus par la méthode d'identification lors du chauffage en configuration symétrique. Or la température n'entre pas en compte dans le calcul des facteurs de distribution du rayonnement. Seule la dépendance en température des propriétés radiatives peut entraîner une variation des facteurs de distribution du rayonnement dans les conditions d'études. Les résultats ne permettent pas ici de mettre en évidence une forte influence de la température sur ces propriétés pour les variations de températures constatées.

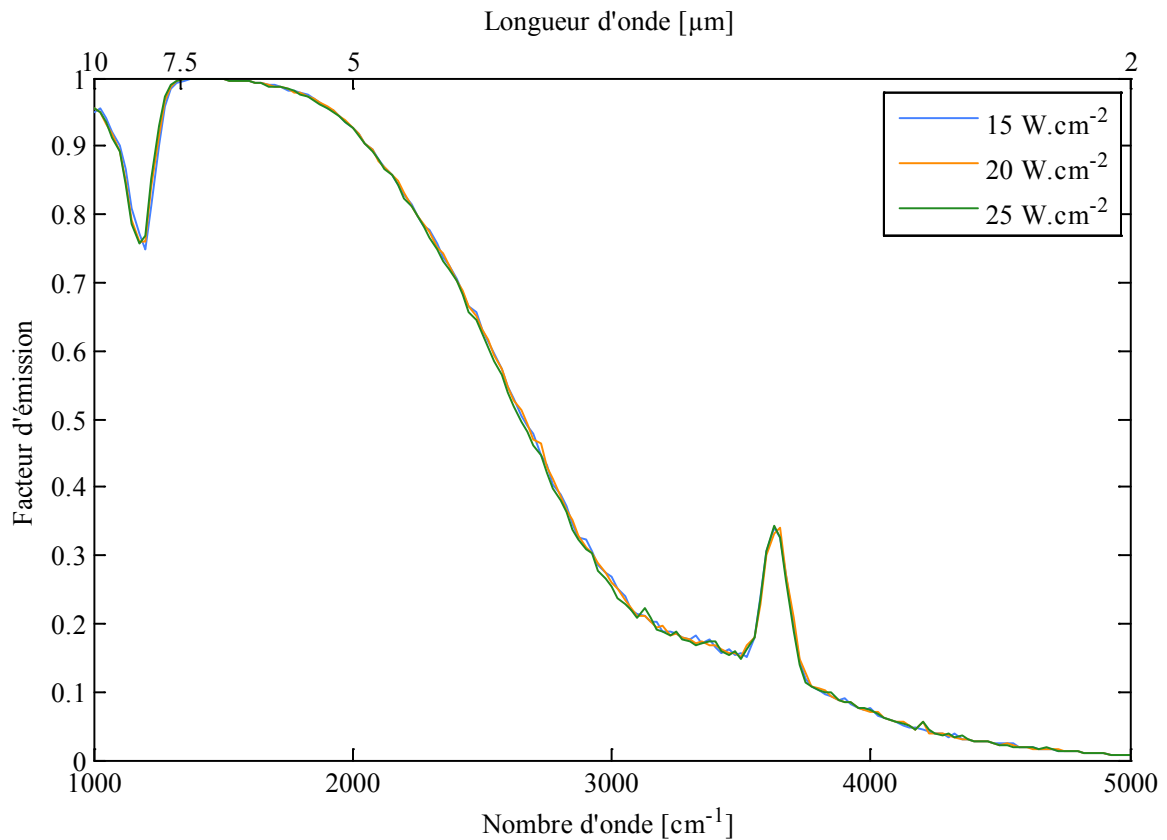
Le facteur d'émission calculé à partir de la température obtenue par pyrométrie au point de Christiansen est fortement modifié par l'anisothermie de l'échantillon. Cela est particulièrement visible aux courtes longueurs d'ondes car une partie du rayonnement interne de l'échantillon parvient jusqu'au détecteur. Cela a pour effet d'augmenter (chauffage face arrière) ou de diminuer (chauffage face avant) le flux émis par l'échantillon et modifie donc le facteur d'émission. Il est par ailleurs difficile de déterminer ce facteur d'émission dans le cas anisotherme car la température de référence utilisée lors du calcul n'est plus aussi évidente à définir que dans le cas isotherme.



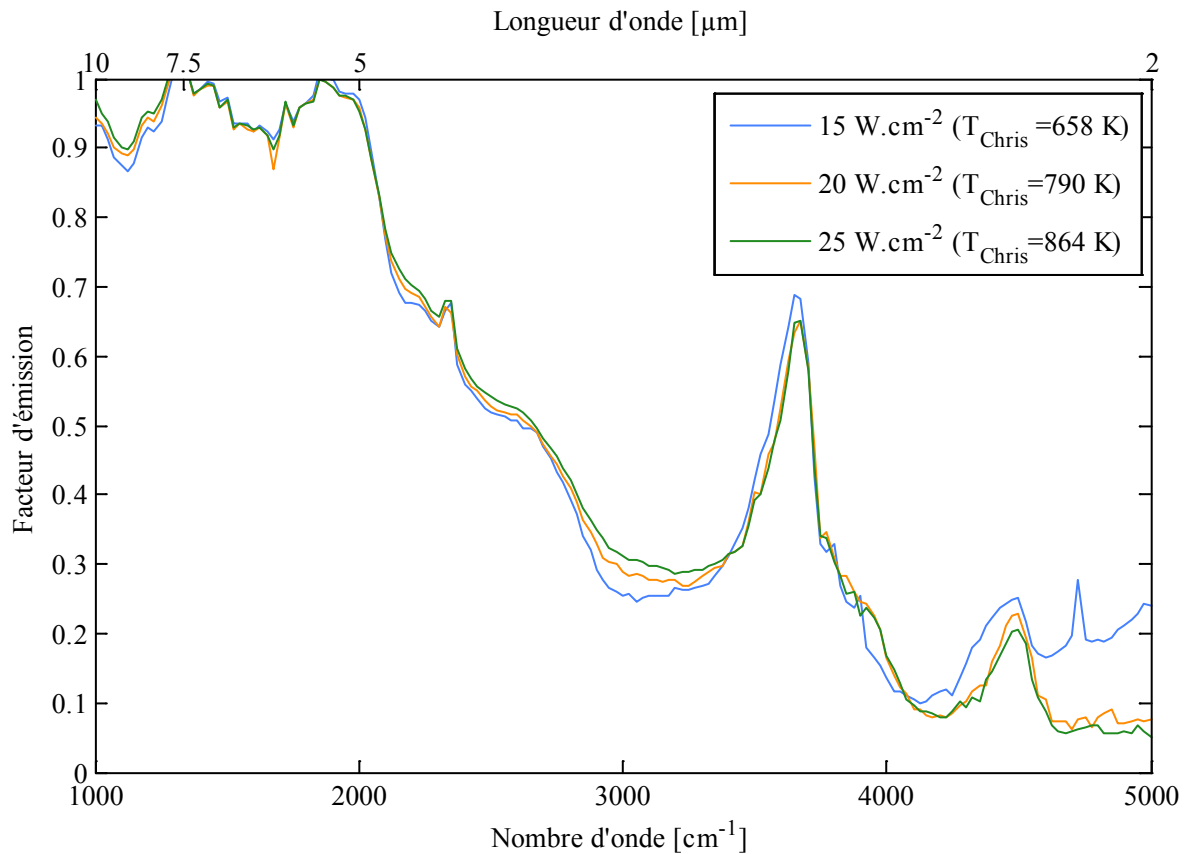
**Figure 5.13** Somme des facteurs de distribution du rayonnement, chauffage face avant, 0,71 g.cm<sup>-3</sup>



**Figure 5.14** Facteur d'émission calculé à partir de la température de Christiansen, chauffage face avant, densité :  $0,71 \text{ g.cm}^{-3}$



**Figure 5.15** Somme des facteurs de distribution du rayonnement, chauffage face arrière,  $0,71 \text{ g.cm}^{-3}$



**Figure 5.16** Facteur d'émission calculé à partir de la température de Christiansen, chauffage face arrière, densité : 0,71 g.cm<sup>-3</sup>

Dans le cas de la silice, il est beaucoup plus difficile d'utiliser les facteurs d'émission dans le but de définir une émissivité qui sera utilisée dans le modèle couplé conduction rayonnement faisant l'objet du chapitre 6. Cette difficulté provient du fait que les facteurs d'émission sont fortement modifiés par l'anisothermie du milieu. Il faudrait donc les caractériser pour chaque champ de température pour ainsi utiliser une émissivité différente pour chaque configuration de chauffage. On utilisera donc les facteurs de distribution du rayonnement pour calculer l'émissivité en configuration de chauffage symétrique. Alors que pour la configuration asymétrique, on utilisera les facteurs d'émission présentés *figure 5.14* pour calculer l'émissivité de la face chauffée et ceux de la *figure 5.16* pour calculer l'émissivité de la face froide.





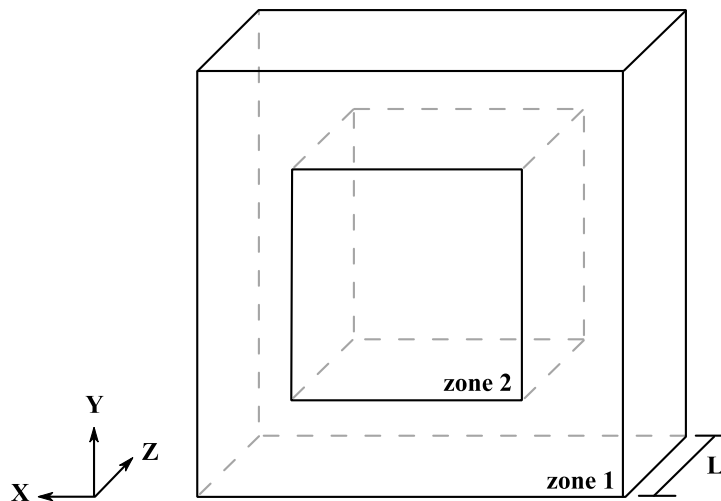
## **Chapitre 6**

### **Couplage conduction-rayonnement**



## 6. Couplage conduction-rayonnement

Ce chapitre est consacré à l'étude du couplage conduction-rayonnement. L'objectif est d'évaluer l'importance des transferts radiatifs volumiques sur le transfert de chaleur global à l'échelle d'un échantillon. Pour cela l'équation de la chaleur est résolue de façon couplée. Le domaine d'étude, représenté sur la *figure 6.1*, est constitué de 2 zones : la première zone (notée zone 1) représente le porte-échantillon dont la hauteur, la largeur et l'épaisseur sont respectivement de 21, 21 et 3 mm ; la zone 2 représente quant à elle l'échantillon de hauteur et de largeur 9 mm et d'épaisseur 3 mm. La modélisation est réalisée en 3 dimensions pour les conditions de symétrique et asymétrique considérées dans cette étude.



**Figure 6.1** Schéma du domaine étudié

Le porte échantillon est réalisé en mullite qui est une céramique semi-transparente. Cependant, dans la simulation, cet élément sera traité comme opaque. L'échantillon est une matrice fibreuse (silice ou carbone) éventuellement saturée de gaz. L'objectif de cette étude est de comparer le champ de température calculée à celui obtenu avec l'approche purement radiative des chapitres précédents (via l'analyse des spectres d'émission, voir chapitres 4 et 5). Parmi les informations que ce travail vise à fournir, on peut noter une estimation des pertes thermiques lors du chauffage. Ceci a pour objectif, en particulier, d'expliquer l'anisothermie de l'échantillon dans la configuration de chauffage symétrique.

### 6.1 Mise en équation du problème de couplage conduction - rayonnement

Ce paragraphe présente une description de la méthode de résolution de l'équation de la chaleur en régime transitoire choisie dans ce travail. Le bilan thermique prend en compte la présence d'un terme source radiatif  $\text{div}(\mathbf{q})$ , défini par l'équation 1.8. Le problème traité est tridimensionnel.

L'équation de la chaleur est définie par la relation :

$$\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} = \text{div}(k_p \cdot \overrightarrow{\text{grad}} T) - \text{div}(\mathbf{q}) \quad (6.1)$$

où  $k_p$  est la conductivité phonique du milieu. Dans la zone 1, c'est-à-dire le porte échantillon, le milieu est considéré opaque et non poreux (porosité inférieure à  $< 1\%$ ) ; on traite cette zone comme un milieu homogène constitué exclusivement de mullite. La

conductivité thermique (phonique) utilisée est celle du matériau. De plus, le terme source radiatif est supposé nul en tout point de cette zone (lié au caractère opaque de cet élément). La capacité calorifique et la masse volumique de la mullite sont considérées constantes et uniformes. Enfin, le porte-échantillon étant maintenu sous vide, les conditions aux limites thermiques sont purement radiatives. L'émissivité de la mullite, requise pour l'évaluation de ces pertes, est elle aussi, considérée constante et uniforme.

Dans la zone 2, correspondant à l'échantillon, la conductivité phonique est assimilée à celle des fibres. En effet, l'encainte étant maintenue sous un vide primaire, il n'y a pas de réaction de pyrolyse et il est donc possible de négliger la conductivité phonique du gaz qui pourrait être produit par ce mécanisme.

Comme nous l'avons vu dans les deux chapitres précédents, les échantillons étudiés sont optiquement épais malgré leur faible densité. L'épaisseur optique d'extinction est égale à **Confidentiel** pour le feutre de carbone et à 51,9 pour l'échantillon en fibres de silice. L'utilisation de la méthode de Rosseland semble justifiée dans ces conditions. Cette technique consiste à définir un terme de conductivité équivalente décrivant les transferts radiatifs permettant ainsi de traiter l'équation de la chaleur comme un problème de conduction pure :

$$\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} = \text{div}(k_e \cdot \overrightarrow{\text{grad}} T) \quad (6.2)$$

dans laquelle on a introduit la conductivité effective :

$$k_e = k_p + k_R \quad (6.3)$$

Dans l'équation (6.3),  $k_R$  représente la conductivité équivalente de Rosseland (définie dans l'annexe 4) par la relation :

$$k_R = \frac{16\sigma_s T^3}{3\bar{\beta}} \quad (6.4)$$

Dans l'équation (6.4),  $\bar{\beta}$  représente le coefficient d'extinction moyen de Rosseland (également rappelé dans l'annexe 4) :

$$\bar{\beta} = \frac{4\sigma_s T^4}{\pi \int_0^\infty \frac{1}{\beta_v} \frac{dB_v(T)}{dT} dv} \quad (6.5)$$

où  $\beta_v$  est le coefficient d'extinction spectral (qui a été identifié dans les chapitres 4 et 5). La capacité calorifique ainsi que la masse volumique de l'échantillon sont supposées constantes et uniformes sur l'ensemble du domaine de calcul. Enfin, les faces de la zone 2 étant soumises à des flux laser utilisés pour le chauffage de l'échantillon, les conditions aux limites thermiques doivent tenir compte de ce terme supplémentaire.

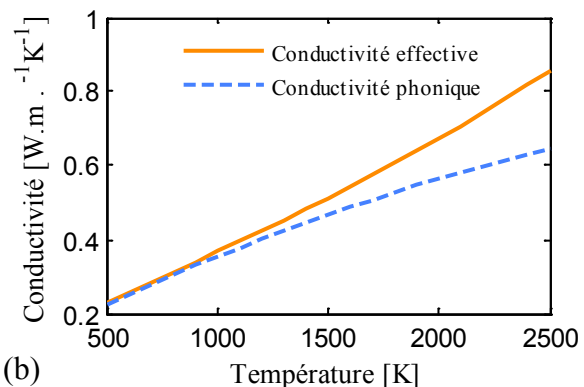
Pour les conditions aux limites radiatives, l'émissivité de l'échantillon (notée  $\epsilon_e$ ) est définie à partir des luminances mesurées et des températures identifiées dans les deux chapitres précédents. Cependant, ces luminances sont uniquement connues sur la plage 2-10  $\mu\text{m}$  ; pour simplifier, nous assimilons l'émissivité totale à la moyenne spectrale calculée sur cet intervalle de longueur d'onde. Pour calculer cette émissivité, il serait nécessaire de connaître le flux radiatif dans toutes les directions. La luminance n'étant mesurée que dans une direction décalée de  $30^\circ$  de la normale à l'échantillon (compte tenu des conditions expérimentales de l'étude), on fera ici l'hypothèse que la luminance partante est isotrope. L'émissivité de l'échantillon est estimée par la relation :

$$\bar{\epsilon}_{2 \rightarrow 10\mu} = \frac{\int_2^{10} I_\lambda d\lambda}{\int_2^{10} B_\lambda(T) d\lambda} \quad (6.6)$$

Le flux incident est, quant à lui, lié à la puissance laser surfacique reçue en face avant ( $P_{lav}$ ) ou en face arrière ( $P_{lar}$ ) ainsi qu'à l'absorptivité de l'échantillon à la longueur d'onde d'émission du laser (10,6  $\mu\text{m}$ ). Les échantillons étant optiquement épais à cette longueur d'onde, on peut considérer que l'absorptivité est égale à l'émissivité de l'échantillon à 10,6  $\mu\text{m}$ , noté ici  $\epsilon_{10,6\mu}$ .

Les variations des conductivités effective et phonique en fonction de la température sont présentées *figure 6.2*. Les courbes de conductivité phonique sont issues des données fournisseurs ( Confidentiel, matériau AIRBUS Defense & Space silice : SilPower databook CREE-Saint Gobin) et la conductivité équivalente de Rosseland est ajoutée pour obtenir les courbes de la conductivité effective. Les propriétés thermo-physiques des échantillons et du porte-échantillon sont données dans le *tableau 6.1*.

**Confidentiel :**  
**informations relatives au**  
**matériau AIRBUS**  
**defence & space**



(a)

(b)

**Figure 6.2** Variation de la conductivité effective et phonique en fonction de la température (a) carbone (b) silice

**Tableau 6.1** Propriétés thermo-physiques utilisées pour les calculs

|   | Carbone   | Silice | Mullite |
|---|---|--------|---------|
| $\rho$ [ $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ ]                  |   | 550    | 2700    |
| $c_p$ [ $\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ] |   | 703    | 1000    |
| $\bar{\epsilon}$  | Confidentiel :<br>informations relatives au<br>matériau AIRBUS<br>defence & space | 0,21   | 0,8     |
| $\epsilon_{10,6\mu}$                                      |   | 0,95   | --      |
| $\bar{\beta}$ [ $\text{m}^{-1}$ ]                         |   | 17300  | --      |

Connaissant toutes les données du problème, il est possible de résoudre l'équation de la chaleur. La résolution de cette équation s'appuie sur un schéma ADI (Alternate Direction Implicit scheme) proposé par Douglas [65] et présenté en annexe 5. Les conditions aux limites thermiques pour les faces perpendiculaires aux axes  $ox$  ou  $oy$  (les quatre faces latérales extérieures de longueur  $L$ , correspondant uniquement au porte échantillon en mullite) s'écrivent sous la forme :

$$x=0 \text{ ou } y=0 : \quad -k_t \left. \frac{dT}{dx} \right|_0 = -\epsilon_{\text{mullite}} \sigma_s (T_1^4 - T_{\text{ext}}^4) \text{ et } -k_t \left. \frac{dT}{dy} \right|_0 = -\epsilon_{\text{mullite}} \sigma_s (T_1^4 - T_{\text{ext}}^4) \quad (6.7)$$

$$x=X \text{ ou } y=Y : \quad -k_t \left. \frac{dT}{dx} \right|_X = \epsilon_{\text{mullite}} \sigma_s (T_L^4 - T_{\text{ext}}^4) \text{ et } -k_t \left. \frac{dT}{dy} \right|_Y = \epsilon_{\text{mullite}} \sigma_s (T_L^4 - T_{\text{ext}}^4) \quad (6.8)$$

où  $T_{\text{ext}}$  est la température de l'enceinte, considérée uniforme et égale à 298 K (cas idéal d'une enceinte maintenue à la température ambiante). Les faces perpendiculaires à l'axe  $oz$  représentent soit le porte échantillon (zone 1) soit l'échantillon (zone 2). Pour la zone 1, les conditions aux limites sont purement radiatives :

$$z=0 : \quad -k_t \frac{dT}{dz} \Big|_0 = -\varepsilon_{\text{mullite}} \sigma_s (T_1^4 - T_{\text{ext}}^4) \quad (6.9)$$

$$z=L : \quad -k_t \frac{dT}{dz} \Big|_L = +\varepsilon_{\text{mullite}} \sigma_s (T_L^4 - T_{\text{ext}}^4) \quad (6.10)$$

Les faces de la zone 2 reçoivent en plus le rayonnement du laser. Ce terme complémentaire doit être pris en compte dans les conditions aux limites radiatives. Ainsi, dans la zone 2, ces conditions aux limites s'écrivent :

$$z=0 : \quad -k_t \frac{dT}{dz} \Big|_0 = \varepsilon_{10,6\mu} P_{\text{lav}} - \bar{\varepsilon}_e \sigma_s (T_1^4 - T_{\text{ext}}^4) \quad (6.11)$$

$$z=L : \quad -k_t \frac{dT}{dz} \Big|_L = -\varepsilon_{10,6\mu} P_{\text{lar}} + \bar{\varepsilon}_e \sigma_s (T_L^4 - T_{\text{ext}}^4) \quad (6.12)$$

Enfin, la condition initiale est choisie uniforme à la température  $T(x, y, z, t = 0) = 298\text{K}$

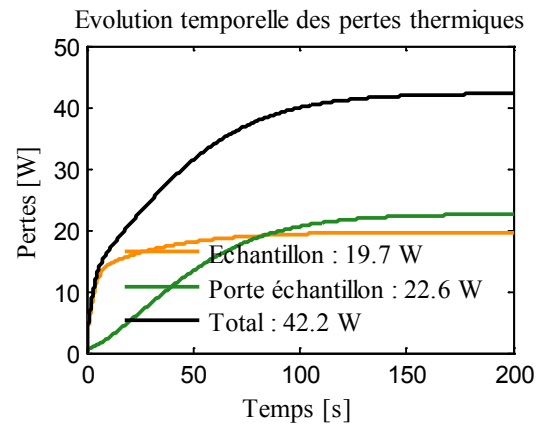
Le modèle présenté vise à évaluer l'évolution temporelle de la température en tous points du domaine ainsi que les pertes sur chacune des deux faces de l'échantillon ainsi que par le porte-échantillon.

## 6.2 Prédiction du champ de température

Dans un premier temps nous avons évalué les pertes thermiques sur le feutre de carbone et sur l'échantillon en fibres de silice pour une configuration de chauffage symétrique avec des puissances laser de 105 et 25  $\text{W.cm}^{-2}$  qui correspondent aux puissances maximales utilisées pour le chauffage des échantillons. L'objectif est d'évaluer les pertes maximales auxquelles nous pourrions nous attendre lors des mesures expérimentales. Les pertes radiatives, calculées à partir des équations (6.7) à (6.12), au niveau du porte-échantillon et de l'échantillon, sont présentées sur la *figure 6.3*. Une grande partie de l'énergie fournie par le laser est perdue par le porte échantillon (50% pour l'échantillon en fibres de silice et 33% pour le feutre de carbone). Ces pertes se traduisent par une baisse d'efficacité du système de chauffage mais, plus important encore, elles sont sources de non uniformité du champ de température dans les configurations de chauffage par laser symétriques. En effet, le porte échantillon n'étant pas une garde thermique parfaite, il se comporte comme un puits de chaleur.

Dans un second temps, les calculs ont été réalisés en régime transitoire pour connaître le temps nécessaire pour atteindre le régime permanent. Les évolutions obtenues par le modèle sont représentés sur la *figure 6.3*. Expérimentalement, nous avons constaté, à l'aide du pyromètre, que le régime stationnaire était atteint pour une durée de chauffe de l'ordre de celle simulée pour la plupart des essais effectués.

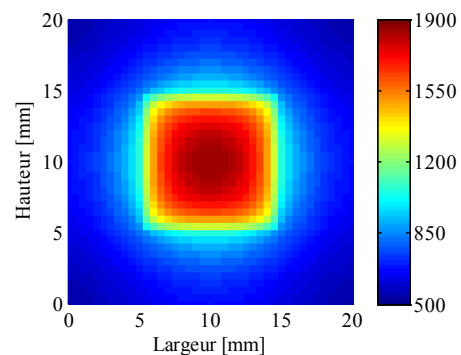
**Confidentiel :**  
**informations relatives au**  
**matériau AIRBUS**  
**defence & space**



(a) (b)  
**Figure 6.3** Evolution temporelle des pertes thermiques avec un chauffage symétrique. (a) feutre de carbone (puissance :  $105 \text{ W.cm}^{-2}$ ) (b) échantillon en fibre de silice (puissance :  $25 \text{ W.cm}^{-2}$ )

Dans un troisième temps, les cartographies de températures pour le feutre de carbone et l'échantillon en silice donnés respectivement sur la *figure 6.4.a* et la *figure 6.4.b* montrent que, malgré ces pertes, la zone de mesure au centre de l'échantillon (visée par le spectromètre sur une surface d'un millimètre de diamètre) est isotherme. En effet, bien que les pertes par le porte échantillon entraînent une inhomogénéité sur la température de surface, le gradient de température reste faible et n'impacte pas de façon significative la zone dans laquelle les mesures sont effectuées. De ce fait, une légère déviation de la position de mesure par rapport au centre de l'échantillon ne devrait pas avoir une influence significative sur la mesure. Ce résultat est valable pour les deux types d'échantillons (carbone et silice).

**Confidentiel :**  
**informations**  
**relatives au**  
**matériau AIRBUS**  
**defence & space**



(a) (b)  
**Figure 6.4** Températures de surface : (a) feutre de carbone (puissance :  $105 \text{ W.cm}^{-2}$ ) (b) échantillon en fibres de silice (puissance :  $25 \text{ W.cm}^{-2}$ ). Configuration de chauffage symétrique.

Les champs de température calculés pour les configurations de chauffage symétrique étudiées dans les chapitres 4 et 5 sont présentés pour les cas du feutre de carbone (*figure 6.5*) et du matériau en fibre de silice (*figure 6.6*).

Pour chaque cas, les températures obtenues par résolution de l'équation de la chaleur, en utilisant tout d'abord uniquement la conductivité phonique puis la conductivité effective tenant compte des effets radiatifs, sont comparées entre elles. Ces résultats sont également confrontés aux températures obtenues par la méthode d'indentification et présentés dans les chapitres 4 et 5.



Confidentiel : informations relatives au matériau  
AIRBUS defence & space

(a)

Confidentiel : informations relatives au matériau  
AIRBUS defence & space

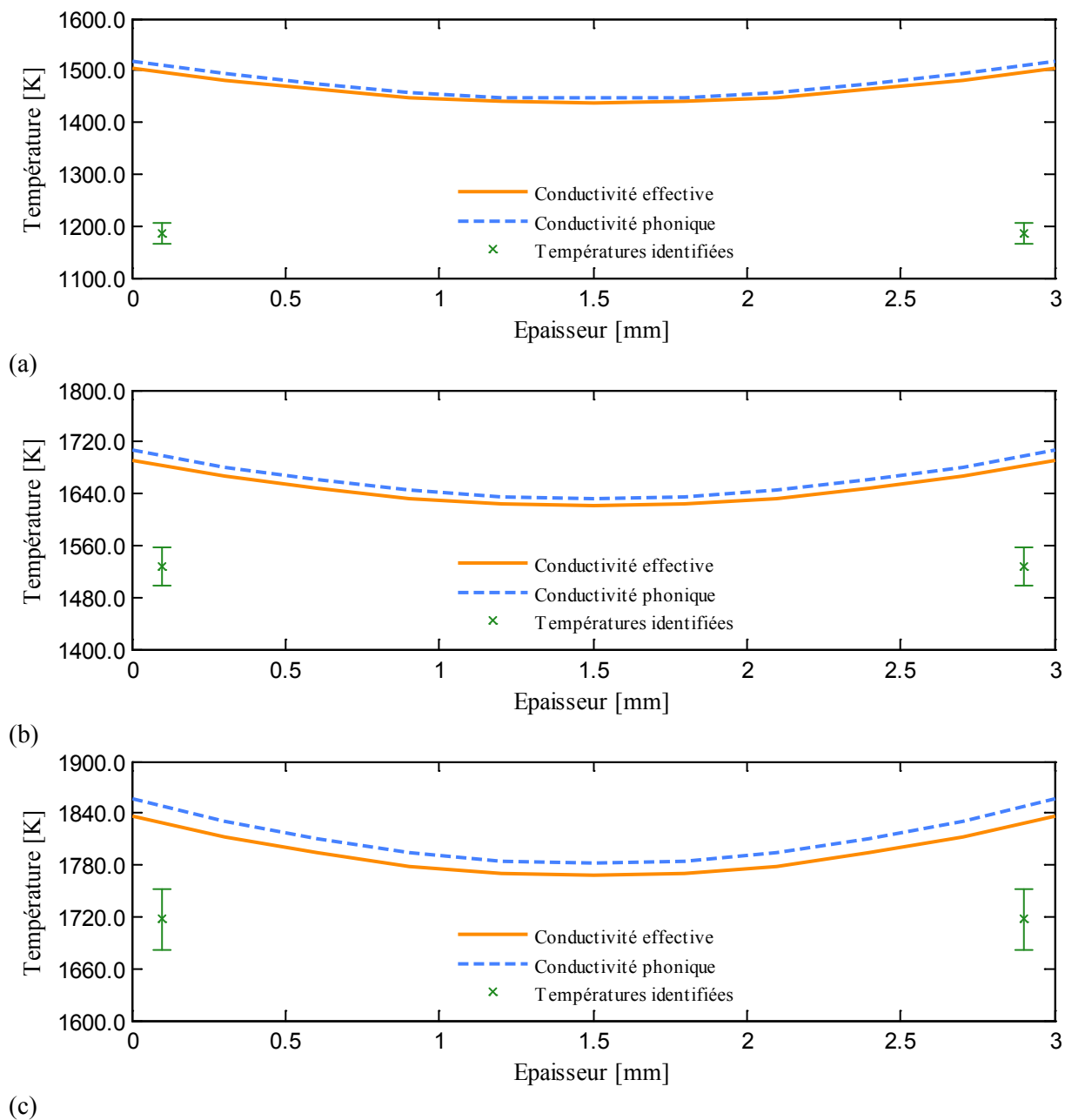
(b)

Confidentiel : informations relatives au matériau  
AIRBUS defence & space

(c)

**Figure 6.5** Champs de température calculés pour le feutre de carbone, chauffage symétrique.  
Puissance laser : (a)  $55 \text{ W.cm}^{-2}$  (b)  $85 \text{ W.cm}^{-2}$  (c)  $105 \text{ W.cm}^{-2}$

Confidentiel : informations relatives au matériau  
AIRBUS defence & space



**Figure 6.6** Champs de température calculés pour l'échantillon en fibres de silice, chauffage symétrique. Puissance laser : (a)  $15 \text{ W.cm}^{-2}$  (b)  $20 \text{ W.cm}^{-2}$  (c)  $25 \text{ W.cm}^{-2}$

Les températures prédites par le modèle dans le cas de l'échantillon en fibres de silice, représenté sur la *figure 6.6*, sont très largement supérieures à celles identifiées ou à celles mesurées par pyrométrie de Christiansen. Ceci est particulièrement vrai pour de faibles puissances de chauffe où l'écart entre les températures prédites et les températures obtenues par pyrométrie au point de Christiansen dépasse 300 K soit plus de 27% d'écart. La prise en compte du transfert radiatif volumique tend à réduire cet écart mais son influence sur le transfert de chaleur est tout de même très limitée (notamment aux températures les plus faibles).

**Confidentiel : informations relatives au matériau  
AIRBUS defence & space**

Les champs de température, dans des configurations de chauffage asymétriques, sont présentés sur la *figure 6.7* et la *figure 6.8*. Les barres d'erreurs sont ici sous évaluées puisqu'elles n'ont pu être calculées que pour la première tranche moins sensible aux incertitudes de mesures de luminance comme on l'a vu dans les chapitres précédent.

**Confidentiel : informations relatives au matériau  
AIRBUS defence & space**

(a)

**Confidentiel : informations relatives au matériau  
AIRBUS defence & space**

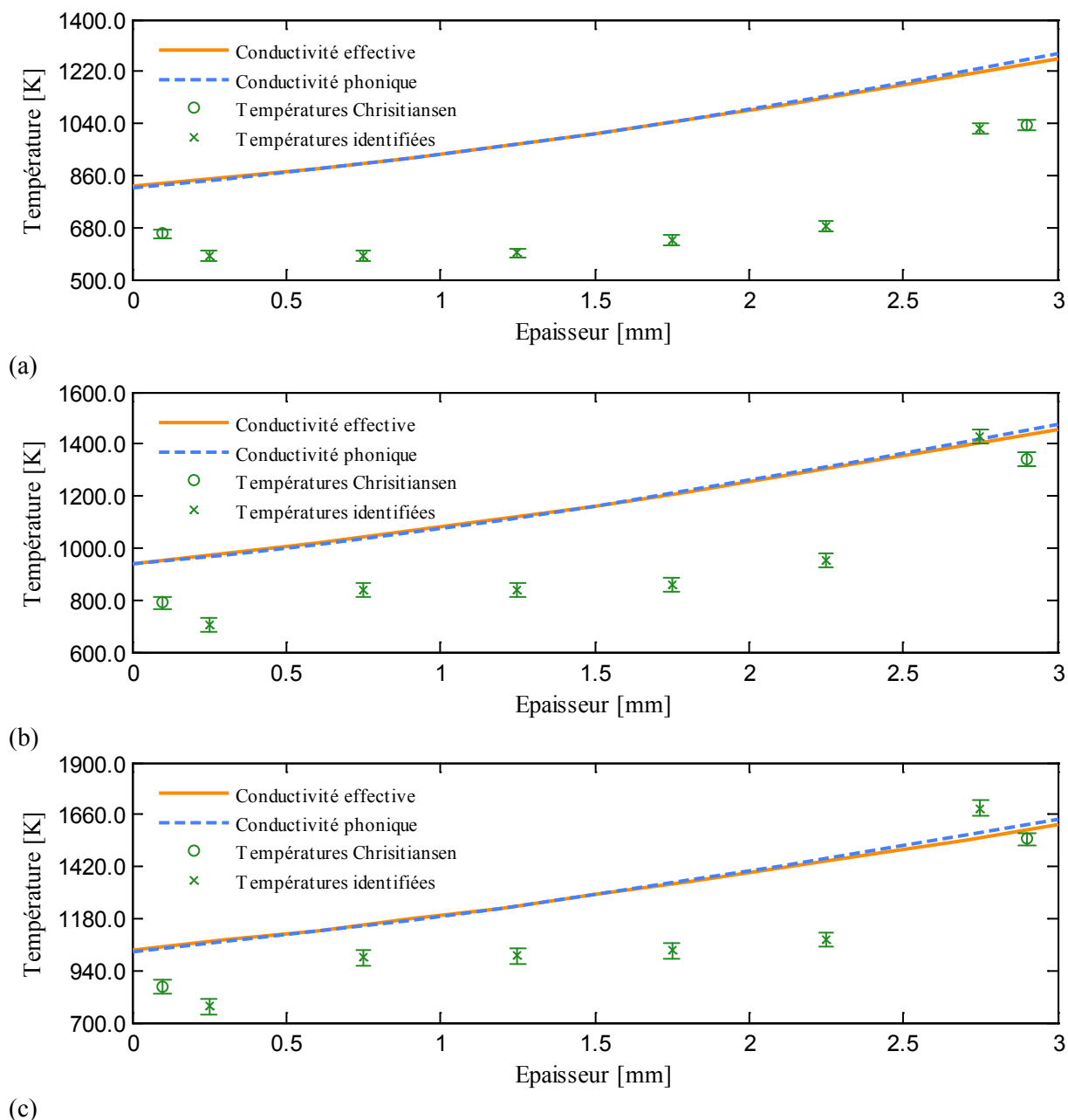
b)

**Confidentiel : informations relatives au matériau  
AIRBUS defence & space**

(c)

**Figure 6.7** Champs de température calculés pour le feutre de carbone, chauffage asymétrique.  
Puissance laser : (a)  $55 \text{ W.cm}^{-2}$  (b)  $85 \text{ W.cm}^{-2}$  (c)  $105 \text{ W.cm}^{-2}$

**Confidentiel : informations relatives au matériau  
AIRBUS defence & space**



**Figure 6.8** Champs de température calculés pour l'échantillon en fibres de silice, chauffage asymétrique. Puissance laser : (a)  $15 \text{ W.cm}^{-2}$  (b)  $20 \text{ W.cm}^{-2}$  (c)  $25 \text{ W.cm}^{-2}$

Bien que les températures prédites pour l'échantillon en fibres de silice, donné sur la *figure 6.8*, soient toujours supérieures à celles identifiées en condition asymétrique, l'écart du modèle avec les températures obtenues par pyrométrie de Christiansen est plus faible que dans le cas symétrique notamment pour la face chauffée où il est inférieur à 20%. Pour la face froide ces écarts restent aux alentours de 30%. Une des causes de cet écart peut être due aux incertitudes de mesures sur la puissance mesurée aux faibles niveaux de puissance. Cependant les écarts constatés ne peuvent pas être totalement expliqués par ce seul aspect. Le calcul des émissivités globales à partir des facteurs d'émission peut également avoir un impact important sur les températures prédites. En effet, l'hypothèse d'isotropie de la luminance réalisée pour obtenir une valeur hémisphérique et l'utilisation d'une valeur calculée entre 2 et  $10 \mu\text{m}$  au lieu d'une valeur totale peuvent entraîner en écart significatif de l'émissivité utilisée par le calcul et l'émissivité réelle et donc sur les conditions aux limites. Enfin une cause probable des écarts constatés est la faible contribution de l'absorption du rayonnement à l'extinction de

l'échantillon. En effet, la majeure partie de l'extinction est ici due aux phénomènes de diffusion pour les courtes longueurs d'onde, l'échantillon se comportant comme un absorbeur surfacique essentiellement aux grandes longueurs d'ondes. Le calcul de la conductivité équivalente de Rosseland ne fait pas la distinction entre une forte extinction due à l'absorption ou à la diffusion. Cependant cette différence entre la matrice en silice et les feutres de carbone, ayant un comportement pratiquement gris, est probablement la cause des écarts constatés entre les températures prédites et celles obtenues par pyrométrie au point de Christiansen ou à l'aide de la technique développée dans le cadre de ce travail de thèse.

L'utilisation du modèle de Rosseland ne permet pas de mettre en évidence l'importance relative du transfert radiatif dans le transfert de chaleur global, pourtant importante, dans le cas de la silice : ceci laisse à penser que le modèle est inadapté pour la silice.

**Confidentiel : informations relatives au matériau  
AIRBUS defence & space**

## **Conclusions et perspectives**



## Conclusions et perspectives

Les systèmes de protections thermiques utilisés lors de rentrées atmosphériques sont le siège de nombreux phénomènes physico-chimiques. Mieux connaître ces phénomènes est de première importance afin d'optimiser de futurs matériaux et architectures utilisés pour la conception de ces systèmes. Cette étude a eu pour objectif de mieux comprendre le comportement radiatif des TPS de faible densité en insistant notamment sur le rôle du rayonnement volumique induit par leur caractère semi-transparent. La thèse a permis d'évaluer les transferts de chaleur dans la zone d'ablation du TPS, et plus particulièrement le rôle du transfert radiatif volumique et de son couplage avec le transfert de chaleur par la phase solide de la barrière. Pour réaliser cette étude, la connaissance des propriétés radiatives des matériaux constitutifs des TPS est capitale. Cependant, elles demeurent mal connues. La première étape de cette étude a donc visé à caractériser les propriétés optiques et radiatives de certains matériaux fournis par AIRBUS Defence & Space et par le CREE Saint-Gobain. Pour réaliser ces caractérisations, nous avons développé une méthode originale d'identification des propriétés radiatives basée sur des mesures d'émission. Ce choix a permis une caractérisation des propriétés radiatives à haute température sans avoir à recourir à des techniques d'imagerie pour reconstituer la structure du matériau étudié. Les champs de température, également identifiés par cette méthode, ont permis d'étudier l'importance de la part radiative sur le transfert de chaleur global.

### Confidentiel : informations relatives au matériau AIRBUS defence & space

Pour la silice, les propriétés radiatives identifiées sont également similaires aux valeurs de la littérature, et en particulier à celles calculées à partir du modèle de fonction diélectrique proposé par De Sousa Meneses et Al. [59]. Ici aussi, la température n'a qu'un faible impact sur les propriétés radiatives identifiées entre 650 K et 1700 K.

La méthode d'identification utilise le sondage optique pour remonter au champ de température dans l'épaisseur infinie de l'échantillon. Dans le cas du carbone, cette dernière est proche du millimètre ce qui ne permet pas d'estimer le champ de température au cœur de l'échantillon. Dans le cas de la silice, l'intégralité du champ de température peut-être obtenue. Les incertitudes sur la température identifiée sont plus faibles pour les tranches les plus proches de la face de mesure que pour les tranches situées en profondeur. Ceci est lié au fait que les valeurs des facteurs de distribution du rayonnement sont plus faibles pour les dernières tranches que pour les premières (i.e. proches de la surface). De ce fait, une variation de température au sein de l'échantillon a une influence plus faible sur la luminance mesurée qu'une variation des températures en surface ; les incertitudes sur le champ de température sont ainsi croissantes avec la profondeur considérée. Cela explique notamment les écarts constatés entre la luminance mesurée et la luminance prédite dans le cas de la silice. En effet, la luminance mesurée aux courtes longueurs d'onde, qui permet d'identifier la température au sein de l'échantillon, étant faible, la méthode est d'autant plus sensible au bruit de mesure.

Le modèle ADI, utilisé pour la modélisation des transferts thermiques couplés conduction rayonnement dans les échantillons, repose sur la définition d'une conductivité équivalente de Rosseland pour traiter les transferts radiatifs volumiques et ainsi simuler les champs de température au sein des échantillons dans les conditions de chauffage utilisés lors de l'identification.



## Confidentiel : informations relatives au matériau AIRBUS defence & space

Dans le cas de la silice, cependant, les températures prédites par ce modèle en utilisant la conductivité équivalente de Rosseland, sont nettement supérieures à celles obtenues par identification ou par pyrométrie au point de Christiansen. Ceci s'explique par le fait que la silice possède un coefficient d'extinction très élevé mais avec une faible contribution de l'absorption. En effet, la silice comporte des plages de longueurs d'onde où la totalité de l'extinction est due à la diffusion. Il apparaît donc que le coefficient d'extinction n'est pas, dans ce cas, le meilleur critère pour définir la limite de validité de l'utilisation d'une conductivité équivalente de Rosseland. Cette dernière est inadaptée à la modélisation du transfert radiatif en volume au sein des matériaux de faible densité à base de fibres de silice étudiés.

## Confidentiel : informations relatives au matériau AIRBUS defence & space

Les travaux réalisés sur les échantillons en fibres de silice démontrent cependant qu'il est important de nuancer ces résultats. Ainsi, une utilisation systématique d'une conductivité équivalente de Rosseland pour décrire les transferts radiatifs volumiques n'est pas possible. En effet, cette dernière ne permet pas de rendre compte de l'importance des transferts radiatifs volumiques du fait des plages de transparence présentes sur la silice à certaines longueurs d'ondes et ce malgré un coefficient d'extinction élevé, même à ces longueurs d'onde. De plus, la densité a un impact important sur l'épaisseur optique. Si l'optimisation future des TPS amène à une densité plus faible, les effets volumiques des transferts radiatifs pourraient également apparaître sur des matériaux tels que les feutres de carbone et modifier significativement le résultat de l'optimisation. Enfin, lorsque le milieu comporte des plages de transparence, il n'est plus possible de définir une seule émissivité à partir des facteurs d'émission. Ces derniers sont fortement modifiés lorsque le milieu est anisotherme et ne sont en aucun cas extrapolables à d'autres configurations de chauffage. Il est alors important de garder à l'esprit les hypothèses et limitations liées à l'utilisation de la conductivité équivalente de Rosseland car chaque modification majeure des matériaux utilisés comme barrières thermiques ou des architectures de ces dernières nécessite de s'assurer que l'impact des transferts radiatifs est toujours limité. Dans le cas contraire, l'équation des transferts radiatifs doit être résolue de façon plus précise pour obtenir le terme source radiatif de l'équation de la chaleur.

Afin d'étudier l'importance des transferts radiatifs en volume au sein d'autres types de barrières thermiques, il est possible sans grande difficulté d'adapter la méthode d'identification à des particules sphériques. Ceci permettrait notamment de traiter des matériaux pour lesquels les objets diffusants peuvent être assimilés à des sphères (comme des

mousses ou des milieux issus du frittage tels que la zircone frittée). Pour cela il suffit de modifier les outils existant en remplaçant la solution de Mie pour des particules cylindriques par celle pour des particules sphériques. Les outils associés sont disponible en accès libre. Pour des milieux composés de particules aux formes plus complexes, il faudra toutefois utiliser un solveur des équations de Maxwell. Il serait également intéressant d'étudier des milieux multi-composants tels que ceux utilisés par les TPS silice/silice. Dans ce type de protection thermique, on considère que les particules diffusantes (fibres de silice) sont englobées par un milieu purement absorbant (verre de silice). Pour traiter ces cas, il est nécessaire de modifier la méthode d'homogénéisation afin de prendre en compte l'absorption du rayonnement par la phase non-diffusante. Les autres propriétés restent inchangées si le milieu peut être considéré purement absorbant. On peut également envisager l'étude de protections thermiques conçues avec d'autres architectures, plus structurées que le cas de fibres orientées aléatoirement dans l'espace, comme des feutres tissés par exemple. Le code développé utilise la fonction de phase d'une fibre et non pas celle d'un milieu considéré homogène. L'influence de l'orientation des fibres est déjà prise en compte. Ce travail consisterait ainsi essentiellement à modifier les fonctions de probabilités de l'orientation des fibres pour qu'elles correspondent à ces architectures.

Le développement d'un modèle couplé conduction – rayonnement afin de résoudre l'équation de la chaleur incluant un terme source radiatif, au lieu d'utiliser une conductivité équivalente de Rosseland pour décrire les transferts radiatifs en volume, permettrait d'étudier plus en détail l'impact des transferts radiatifs. Dans le cas de milieux optiquement minces ou présentant des plages de transparence ce problème pourrait être traité, par exemple, à l'aide d'une méthode aux ordonnées discrètes utilisant les propriétés radiatives identifiées. Ainsi il serait alors possible, dans le cas de l'échantillon en fibres de silice, de valider la totalité du champ de température identifié et non pas uniquement les températures de surface comme cela est le cas actuellement.

Une autre voie possible d'extension des présents travaux consisterait en l'utilisation de la formulation intégrale de la méthode de Monte Carlo pour le calcul des sensibilités utilisés par le modèle simplifié. Ces sensibilités sont actuellement évaluées par différences finies ce qui nécessite de nombreux calculs Monte Carlo. En plus de réduire le temps de calcul des sensibilités, la formulation intégrale devrait améliorer sensiblement la précision des sensibilités calculées, par rapport à celles obtenues par différences finies, et donc de la méthode d'identification en général. Une difficulté liée à l'utilisation de cette méthode est qu'elle nécessite, entre autre, une méthode simple et précise afin d'évaluer la dérivée de la fonction de phase qui n'est pas directement accessible lorsque l'on utilise la théorie de Mie. L'utilisation de fonctions de phase approchées est quant à elle problématique car les fonctions de phases approchées aisément dérivables, telles que celle d'Henry-Greenstein, restent trop approximatives comparées à celles calculées en utilisant la théorie de Mie. Plus particulièrement, ces fonctions approchées sont utilisées pour décrire la diffusion dans un milieu considéré homogène, pas celle d'une seule fibre, et il ne serait donc plus possible d'étudier l'impact de l'architecture du matériau sur les transferts radiatifs. Une étude sur la fonction de phase, et plus particulièrement sur le développement d'une approche permettant de fournir une expression précise et dérivable de celle-ci semble donc nécessaire pour continuer dans cette voie.

Le temps de calcul pourrait également être réduit en utilisant une parallélisation MPI plutôt qu'OpenMP (tel qu'utilisé ici). La conversion du code Monte Carlo en 3 dimensions, pour obtenir le facteur de distribution de volumes isothermes au lieu de tranches isothermes, pourrait alors être envisagée. La procédure de suivi de rayon étant déjà tridimensionnelle, la modification du code ne nécessite que peu de modification. Cependant, le temps de calcul

Monte Carlo sera alors beaucoup plus important car la méthode nécessitera le traitement d'un plus grand nombre de rayons lancés afin de maintenir une précision équivalente.

La technique d'identification du champ de température ne nécessitant aucun modèle de transfert de chaleur par conduction, il serait intéressant de voir si son utilisation conjointe avec une méthode de résolution de l'équation de la chaleur pourrait apporter des informations complémentaires telles que par exemple une identification de la conductivité du feutre, voire des fibres. Dans ce cas, le champ de température identifié par la méthode développée serait la donnée d'entrée de la procédure d'identification de la conductivité et sa précision devrait être améliorée pour réduire les incertitudes sur la conductivité. Cette méthode permettrait la caractérisation de toutes propriétés thermophysiques et radiatives nécessaires à la modélisation des transferts couplés conduction rayonnement dans les matériaux étudiés.

Sur le plan expérimental, il serait possible d'améliorer sensiblement la précision de l'identification des propriétés radiatives et de la température, par un balayage du chemin optique de mesure par un gaz neutre. Il serait également possible d'envisager de mettre ce dernier sous vide. Cette modification permettrait d'obtenir des spectres expérimentaux plus précis puisque la fonction d'appareil n'aurait plus à prendre en compte l'impact des gaz présent sur le trajet optique de mesure depuis l'échantillon jusqu'au détecteur. Ceci améliorerait également précision de la mesure de température obtenue par pyrométrie au point de Christiansen étant donné que, dans le cas de la silice, la fréquence de Christiansen (à 7.3  $\mu\text{m}$ ) est située sur une bande d'absorption de la vapeur d'eau.

Il pourrait également être envisagé d'étudier d'autres solutions de porte-échantillon afin d'améliorer l'isothermie des échantillons en configuration de chauffage symétrique. Une solution possible serait d'utiliser plusieurs pointes afin de positionner l'échantillon. Dans ce cas les pointes devront avoir à la fois une forte résistance à la température et une faible conductivité thermique dans le but d'éviter les pertes thermiques par ces pointes. Une autre solution serait de minimiser la conductivité du porte échantillon en utilisant un autre matériau. Il est cependant délicat de trouver des matériaux plus isolants que les échantillons étudiés et ayant une forte résistance à la température. Une autre approche possible consisterait en l'optimisation, à l'aide du modèle ADI, des dimensions du porte échantillon. En effet, les pertes étant purement radiatives, une réduction des surfaces de ce dernier permettrait de réduire les pertes. Cependant une réduction des dimensions du porte échantillon augmenterait également la température de surface et donc augmenterait les pertes. Il est donc nécessaire de rechercher un compromis optimum en terme de forme et de dimensions du porte échantillon.

Enfin, le revêtement absorbant utilisé actuellement dans l'enceinte à vide ne supporte pas pleinement le niveau de température atteint lors du chauffage. Il devra être remplacé par une autre solution (telle qu'une peinture absorbante fonctionnant à haute température par exemple).

L'utilisation de la formulation intégrale de la méthode de Monte Carlo, d'un point de vue numérique, et le balayage du trajet optique de mesure par un gaz neutre, pour la partie expérimentale, restent cependant les modifications les plus significatives pour améliorer les performances de la méthode. Ceci permettra, à terme, de l'appliquer ensuite à un large éventail de matériaux, notamment ceux utilisés comme protections thermiques.

## Références bibliographiques



## Références

- [1] G. Pulci, J. Tirillò, F. Marra, F. Fossati, C. Bartuli, and T. Valente, “Carbon–phenolic ablative materials for re-entry space vehicles: Manufacturing and properties,” *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 41, no. 10, pp. 1483–1490, Oct. 2010.
- [2] A. Mazzaracchio and M. Marchetti, “A probabilistic sizing tool and Monte Carlo analysis for entry vehicle ablative thermal protection systems,” *Acta Astronaut.*, vol. 66, no. 5–6, pp. 821–835, Mar. 2010.
- [3] B. Behrens and M. Müller, “Technologies for thermal protection systems applied on reusable launcher,” *Acta Astronaut.*, vol. 55, no. 3–9, pp. 529–536, Aug. 2004.
- [4] T. Yamada, Y. Inatani, M. Honda, and K. Hirai, “Development of thermal protection system of the MUSES-C/DASH reentry capsule,” *Acta Astronaut.*, vol. 51, no. 1, pp. 63–72, 2002.
- [5] E. Venkatapathy, B. Laub, G. J. Hartman, J. O. Arnold, M. J. Wright, and G. A. Allen, “Thermal protection system development, testing, and qualification for atmospheric probes and sample return missions,” *Adv. Space Res.*, vol. 44, no. 1, pp. 138–150, Jul. 2009.
- [6] R. Luo, T. Liu, J. Li, H. Zhang, Z. Chen, and G. Tian, “Thermophysical properties of carbon/carbon composites and physical mechanism of thermal expansion and thermal conductivity,” *Carbon*, vol. 42, no. 14, pp. 2887–2895, Jan. 2004.
- [7] F. Danes and J.-P. Bardon, “Conductivité thermique des feutres de carbone, isolants à forte anisotropie: modèle de conduction par la phase solide,” *Rev. Générale Therm.*, vol. 36, no. 4, pp. 302–311, 1997.
- [8] K. Daryabeigi, G. R. Cunningham, S. D. Miller, and J. R. Knutson, “Combined heat transfer in high porosity high temperature fibrous insulations, theory and experimental validation.pdf,” *AIAA*, 2010.
- [9] A. J. van Eekelen and J. Lachaud, “Radiation heat-transfer model for the ablation zone of low-density carbon-resin composites,” *AIAA*, no. 4904, 2010.
- [10] J. Lachaud and N. N. Mansour, “Microscopic scale simulation of the ablation of fibrous materials,” *AIAA*, 2010.
- [11] G. L. Vignoles, J. Lachaud, Y. Aspa, and J.-M. Goyhénèche, “Ablation of carbon-based materials: Multiscale roughness modelling,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 69, no. 9, pp. 1470–1477, Jul. 2009.
- [12] S. White, “Radiation Testing of PICA at the Solar Power Tower,” *AIAA*, no. 4665, 2010.
- [13] T. Paulmier, M. Balat-Pichelin, and D. Le Quéau, “Structural modifications of carbon–carbon composites under high temperature and ion irradiation,” *Appl. Surf. Sci.*, vol. 243, no. 1–4, pp. 376–393, Apr. 2005.
- [14] J. Randolph, J. Ayon, R. Dirling, W. Imbriale, R. Miyake, D. Le Queau, G. Olalde, E. Pierson, S. Rawal, and B. Rivoire, “The solar probe shield/antenna materials characterization,” *Carbon*, vol. 37, no. 11, pp. 1731–1739, 1999.
- [15] J. Eck and M. Balat-Pichelin, “Study of carbon erosion under ion bombardment at high temperature: Application to the thermal protection system of Solar Probe+,” *Vacuum*, vol. 85, no. 3, pp. 380–389, Sep. 2010.
- [16] M. Balat-Pichelin, J. Eck, and J. L. Sans, “Thermal radiative properties of carbon materials under high temperature and vacuum ultra-violet (VUV) radiation for the heat shield of the Solar Probe Plus mission,” *Appl. Surf. Sci.*, vol. 258, no. 7, pp. 2829–2835, Jan. 2012.
- [17] D. Alfano, L. Scatteia, S. Cantoni, and M. Balat-Pichelin, “Emissivity and catalycity measurements on SiC-coated carbon fibre reinforced silicon carbide composite,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 29, no. 10, pp. 2045–2051, Jul. 2009.

- [18] D. Bai and X.-J. Fan, "On the combined heat transfer in the multilayer non-gray porous fibrous insulation," *J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transf.*, vol. 104, no. 3, pp. 326–341, Apr. 2007.
- [19] J. H. Joseph, W. J. Wiscombe, and J. A. Weinman, "The Delta-Eddington Approximation for Radiative Flux Transfer," *J. Atmospheric Sci.*, vol. 33, pp. 2452–2459, 1976.
- [20] L. G. Henyey and J. L. Greenstein, "Diffuse radiation in the galaxy," *Astrophys J*, vol. 93, pp. 70–83, 1941.
- [21] V. de P. Nicolau, "Identification des propriétés radiatives des matériaux semi transparents diffusants," Thèse de Doctorat, INSA Lyon, 1994.
- [22] C. F. Bohren and D. R. Huffman, *Absorption and Scattering of Light by Small Particles*. Wiley Interscience, 1983.
- [23] J. R. Howell, "Application of Monte Carlo to heat transfer problems," *Adv Heat Transf.*, vol. 5, pp. 1–54, 1968.
- [24] H. C. Hottel and A. F. Sarofim, *Radiative Transfer*. New York: McGraw-Hill Book Company, 1967.
- [25] S. Chandrasekhar, *Radiative Transfer*. Dover Publications, 1960.
- [26] I. Ayranci and N. Selçuk, "MOL solution of DOM for transient radiative transfer in 3-D scattering media," *J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transf.*, vol. 84, no. 4, pp. 409–422, Apr. 2004.
- [27] L. H. Liu, L. M. Ruan, and H. P. Tan, "On the discrete ordinates method for radiative heat transfer in anisotropically scattering media," *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 45, no. 15, pp. 3259–3262, 2002.
- [28] G. Ozen and N. Selçuk, "Performance of DOM and IDA with different angular discretization methods in 3-D absorbing–emitting–scattering media," *Int. J. Therm. Sci.*, vol. 65, pp. 104–110, Mar. 2013.
- [29] P. Boulet, A. Collin, and J. L. Consalvi, "On the finite volume method and the discrete ordinates method regarding radiative heat transfer in acute forward anisotropic scattering media," *J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transf.*, vol. 104, no. 3, pp. 460–473, Apr. 2007.
- [30] A. Milandri, F. Asllanaj, G. Jeandel, and J. R. Roche, "Heat transfer by radiation and conduction in fibrous media without axial symmetry," *J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transf.*, vol. 74, no. 5, pp. 585–603, 2002.
- [31] S. C. Lee, "Radiative transfer through a fibrous medium: allowance for fiber orientation," *J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transf.*, vol. 36, no. 3, pp. 253–263, 1986.
- [32] K. Daryabeigi, "35th AIAA Thermophysics Conference," 2001.
- [33] K. Daryabeigi, S. Miller, and G. Cunnington, "Heat transfer in high-temperature multilayer insulation," in *Thermal Protection Systems and Hot Structures*, 2006, vol. 631, p. 43.
- [34] F. Asllanaj, G. Jeandel, J. R. Roche, and D. Lacroix, "Transient combined radiation and conduction heat transfer in fibrous media with temperature and flux boundary conditions," *Int. J. Therm. Sci.*, vol. 43, no. 10, pp. 939–950, Oct. 2004.
- [35] L. A. Dombrovsky, J. H. Randrianalisoa, W. Lipiński, and D. Baillis, "Approximate analytical solution to normal emittance of semi-transparent layer of an absorbing, scattering, and refracting medium," *J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transf.*, vol. 112, no. 12, pp. 1987–1994, Aug. 2011.
- [36] L. A. Dombrovsky, H. K. Tagne, D. Baillis, and L. Gremillard, "Near-infrared radiative properties of porous zirconia ceramics," *Infrared Phys. Technol.*, vol. 51, no. 1, pp. 44–53, Jul. 2007.

- [37] S. Verma and C. Balaji, "Multi-parameter estimation in combined conduction–radiation from a plane parallel participating medium using genetic algorithms," *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 50, no. 9–10, pp. 1706–1714, May 2007.
- [38] J. T. Farmer and J. R. Howell, "Comparison of Monte Carlo strategies for radiative transfer in participating media," *Adv Heat Transf.*, vol. 33, pp. 333–429, 1998.
- [39] M. F. Modest, *Radiative Heat Transfer*, Second Edition. Academic Press, 2003.
- [40] B. X. Li, X. J. Yu, and L. H. Liu, "Backward Monte Carlo simulation for apparent directional emissivity of non-isothermal semitransparent slab," *J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transf.*, vol. 91, no. 2, pp. 173–179, Mar. 2005.
- [41] L. H. Liu, "Apparent emissivity of an absorbing-emitting-scattering semitransparent slab with variable spatial refractive index," *Heat Mass Transf.*, vol. 40, no. 11, pp. 877–880, Jan. 2004.
- [42] J. Dauchet, S. Blanco, J.-F. Cornet, M. El Hafi, V. Eymet, and R. Fournier, "The practice of recent radiative transfer Monte Carlo advances and its contribution to the field of microorganisms cultivation in photobioreactors," *J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transf.*, Jul. 2012.
- [43] J. Delatorre, G. Baud, J. J. Bézian, S. Blanco, C. Caliot, J. F. Cornet, C. Coustet, J. Dauchet, M. El Hafi, V. Eymet, R. Fournier, J. Gautrais, O. Gourmel, D. Joseph, N. Meilhac, A. Pajot, M. Paulin, P. Perez, B. Piaud, M. Roger, J. Rolland, F. Veynandt, and S. Weitz, "Monte Carlo advances and concentrated solar applications," *Sol. Energy*, May 2013.
- [44] M. Galtier, S. Blanco, C. Caliot, C. Coustet, J. Dauchet, M. El Hafi, V. Eymet, R. Fournier, J. Gautrais, A. Khuong, B. Piaud, and G. Terrée, "Integral formulation of null-collision Monte Carlo algorithms," *Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer*, 2013.
- [45] M. Tancrez, M. Hilka, and J. Taine, "Comparison between local and homogenized models of radiative transfer in a set of parallel ducts considered as a porous medium," *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 45, no. 1, pp. 173–180, 2002.
- [46] J. Taine, F. Bellet, V. Leroy, and E. Iacona, "Generalized radiative transfer equation for porous medium upscaling: Application to the radiative Fourier law," *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 53, no. 19–20, pp. 4071–4081, Sep. 2010.
- [47] P. J. Foster and C. R. Howarth, "Optical constants of carbons and coals in the infrared," *Carbon*, vol. 6, no. 5, pp. 719–729, 1968.
- [48] Z. G. Habib and P. Vervisch, "On the refractive index of soot at flame temperature," *Combust. Sci. Technol.*, vol. 59, pp. 261–274, 1988.
- [49] T. T. Charalampopoulos and H. Chang, "In-situ optical properties of soot particles in the wavelength range from 340 nm to 600 nm," *Combust. Sci. Technol.*, vol. 59, pp. 401–421, 1988.
- [50] B. J. Stagg and T. T. Charalampopoulos, "Refractive index of pyrolytic graphite, amorphous carbon and flame soot in the temperature range 25°C to 600°C," *Combust. Flame*, vol. 94, pp. 381–396, 1993.
- [51] Z. Cheheb, F. Albouchi, and S. Ben Nasrallah, "Measurement of thermal radiative and conductive properties of semitransparent materials using a photothermal crenel method," *J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transf.*, vol. 109, no. 4, pp. 620–635, Mar. 2008.
- [52] L. M. Moura, "Identification des propriétés radiatives des matériaux semi transparents diffusants en situation de non symétrie azimutale du champ radiatif," Thèse de Doctorat, INSA Lyon, 1998.
- [53] A. Celzard, G. Tondi, D. Lacroix, G. Jeandel, B. Monod, V. Fierro, and A. Pizzi, "Radiative properties of tannin-based, glasslike, carbon foams," *Carbon*, vol. 50, no. 11, pp. 4102–4113, Sep. 2012.



- [54] C. Sauder, J. Lamon, and R. Pailler, “The tensile behavior of carbon fibers at high temperatures up to 2400 °C,” *Carbon*, vol. 42, no. 4, pp. 715–725, Jan. 2004.
- [55] C. Pradere, J. C. Batsale, J. M. Goyhénèche, R. Pailler, and S. Dilhaire, “Thermal properties of carbon fibers at very high temperature,” *Carbon*, vol. 47, no. 3, pp. 737–743, Mar. 2009.
- [56] G. W. Lee, S. Jeon, N. J. Yoo, C. W. Park, S.-N. Park, S. Y. Kwon, and S.-H. Lee, “Normal and Directional Spectral Emittance Measurement of Semi-Transparent Materials Using Two-Substrate Method: Alumina,” *Int. J. Thermophys.*, vol. 32, no. 6, pp. 1234–1246, Apr. 2011.
- [57] A. Delmas, L. Robin-Carillon, and F. Oelhoffen, “Experimental and Theoretical Characterization of Emission from Ceramics at High Temperature: Investigation on Ytria-Stabilized Zirconia and Alumina,” *Int. J. Thermophys.*, vol. 31, pp. 1092–1110, 2010.
- [58] J. R. Mahan, *Radiation Heat Transfer*. New York: Wiley, 2002.
- [59] D. De Sousa Meneses, M. Malki, and P. Echegut, “Structure and lattice dynamics of binary lead silicate glasses investigated by infrared spectroscopy,” *J. Non-Cryst. Solids*, vol. 352, no. 8, pp. 769–776, Jun. 2006.
- [60] D. De Sousa Meneses, “Communication privée,” 2013.
- [61] R. Lopes, “Mesure et prediction du facteur d’émission de materiaux semi-transparents à haute température,” Thèse de Doctorat, INSA Lyon, 1998.
- [62] S. Le Foll, “Procédure d’alignement du banc de mesure spectrométrique,” Rapport interne CETHIL, 2014.
- [63] W. Herres and J. Gronholz, “Understanding FT-IR Data Processing.” 1985.
- [64] B. Rousseau, J. F. Brun, D. D. S. Meneses, and P. Echegut, “Temperature Measurement: Christiansen Wavelength and Blackbody Reference,” *Int. J. Thermophys.*, vol. 26, no. 4, pp. 1277–1286, Jul. 2005.
- [65] J. Douglas, Jr, “Alternating direction methods for three space variables,” *Numer. Math.*, vol. 4, no. 1, pp. 41–63, 1962.
- [66] G. Jeandel, P. Boulet, and G. Morlot, “Radiative transfer through a medium of silica fiber oriented in parallel planes,” *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 36, no. 2, pp. 531–535, 1993.
- [67] D. E. Goldberg, *Genetic Algorithms in Search, Optimization and Machine Learning*. Addison-Wesley Longman Publishing Co, 1989.
- [68] I. C. Lerman and R. F. Ngouenet, “Algorithmes génétiques séquentiels et parallèles pour une représentation affine des proximités,” Rapport de recherche, 1995.
- [69] L. Gosselin, M. Tye-Gingras, and F. Mathieu-Potvin, “Review of utilization of genetic algorithms in heat transfer problems,” *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 52, no. 9–10, pp. 2169–2188, Apr. 2009.
- [70] P. R. Griffiths and J. A. de Haseth, *Fourier Transform Infrared Spectrometry*, 2nd edition. Wiley Interscience.

## Listes des figures et tableaux



### Liste des figures

|  |    |
|--|----|
| Figure 0.1 Rentrée atmosphérique d'un module spatial (a, vue d'artiste de la rentrée atmosphérique du Mars Exploration Rover, NASA) et les phénomènes affectant la barrière (b) .....    | 14 |
| Figure 0.2 Différents types d'architectures de feutre : (#1) fibres courtes à orientation aléatoire, (#2) fibres tissées, (#3) fibres longues avec picage. [6] .....                     | 15 |
| Figure 0.3 Image MEB d'une fibre (à gauche) et d'un feutre (à droite), densité 0.191 g.cm <sup>-3</sup> images réalisées par le Consortium Lyonnais de Microscopie (CLYM FED 4092) ..... | 15 |
| Figure 0.4 Représentation schématique du transfert de chaleur dans la zone d'ablation.....   | 16 |
| Figure 1.1 Transfert radiatif dans un milieu absorbant, émettant et diffusant .....  | 23 |
| Figure 1.2 Différents types de fonction de phase : isotrope (a), Henyey-Greenstein (b), Nicolau (c) et Mie (d) .....   | 26 |
| Figure 2.1 Description des différentes étapes de calcul utilisées pour la méthode d'identification .....   | 35 |
| Figure 2.2 Représentation schématique des facteurs de distribution du rayonnement .....  | 37 |
| Figure 2.3 Orientation des fibres dans l'espace .....  | 39 |
| Figure 2.4 Diffusion des quanta par une fibre.....   | 40 |
| Figure 2.5 Diagramme de fonctionnement de la méthode Monte Carlo .....   | 41 |
| Figure 2.6 Facteur d'émission en fonction de l'orientation des fibres pour 3 longueurs d'onde .....  | 44 |
| Figure 2.7 Exemple de spectres de sensibilités $\frac{\partial F_v}{\partial \log X}$ calculés dans le cas de la silice .....  | 46 |
| Figure 2.8 Réflectance expérimentale et calculée fonction des paramètres de Drude-Lorentz  | 46 |
| Figure 2.9 Diagramme de fonctionnement des algorithmes génétiques utilisés pour l'identification des propriétés radiatives (a) et du champ de température (b).....                       | 49 |
| Figure 3.1 Représentation 3D du banc de mesure spectrométrique à hautes températures .....   | 53 |
| Figure 3.2 Plan du système optique d'acheminement du laser CO <sub>2</sub> , montage 4f .....  | 54 |
| Figure 3.3 Marques correctes sur papier thermique (haut) et résultats d'un mauvais placement du kaléidoscope (bas) .....   | 55 |
| Figure 3.4 Vue de dessus de l'enceinte sous vide .....   | 56 |
| Figure 3.5 Emissivité du revêtement interne de l'enceinte (mesures INFLUTHERM).....  | 56 |
| Figure 3.6 Schéma de principe du porte échantillon .....   | 57 |
| Figure 3.7 Schéma optique du banc de mesures spectrométriques (échelle 1 :5).....  | 58 |
| Figure 3.8 Facteur d'émission directionnel simulé .....  | 59 |
| Figure 3.9 Système de contrôle pyrométrique de la température face arrière (a) et avant (b). 60  |    |
| Figure 3.10 Signal total (a) comparé au signal parasite (b) (mesurés sur un corps noir à 1600°C) .....   | 62 |
| Figure 3.11 Flux mesuré sur le corps noir en fonction de la température.....   | 64 |
| Figure 3.12 Flux théorique du corps noir en fonction de la température .....   | 64 |
| Figure 3.13 Transmittance du hublot en CaF <sub>2</sub> mesurée par le FTIR à température ambiante. 65   |    |
| Figure 3.14 Fonction d'appareil en fonction de la température .....  | 65 |
| Figure 3.15 Répartition spectrale des incertitudes relatives de mesure basée sur la variation de la fonction d'appareil avec la température .....  | 66 |
| Figure 3.16 Répartition spectrale des incertitudes de mesure calculées due à l'apodisation (lissée) .....  | 67 |
| Figure 3.17 Répartition spectrale des incertitudes de mesure calculées due à la correction de phase.....   | 68 |

|   |     |
|---|-----|
| Figure 4.1 Images MEB d'un feutre après chauffage face arrière par laser : (a) face avant (b-d) face arrière, image réalisées par le Consortium Lyonnais de Microscopie (CLYM FED 4092) .....                         | 71  |
| Figure 4.2 Luminance spectrale ; comparaison mesures et prédictions, densité : $0.191 \text{ g.cm}^{-3}$ .....  | 73  |
| Figure 4.3 Facteur d'émission, densité : $0.191 \text{ g.cm}^{-3}$ .....  | 73  |
| Figure 4.4 Luminance spectrale ; comparaison mesures et prédictions, densité : $0.340 \text{ g.cm}^{-3}$ .....  | 74  |
| Figure 4.5 Facteur d'émission, densité : $0.340 \text{ g.cm}^{-3}$ .....  | 74  |
| Figure 4.6 Coefficients d'absorption et de diffusion pour les deux densités étudiées .....  | 75  |
| Figure 4.7 Coefficients d'absorption et diffusion identifiés comparés à 2 types de carbone, $d=0.191$ .....   | 76  |
| Figure 4.8 Luminance spectrale ; comparaison mesures et prédictions, chauffage face avant .....   | 78  |
| Figure 4.9 Somme des facteurs de distribution du rayonnement, chauffage face avant .....  | 78  |
| Figure 4.10 Luminance spectrale ; comparaison mesures et prédictions, chauffage face arrière .....  | 79  |
| Figure 4.11 Somme des facteurs de distribution du rayonnement, chauffage face arrière .....   | 79  |
| Figure 5.1 Imagerie MEB d'un échantillon en fibres de silice (CREE-Saint Gobain, SilPower data book) .....  | 83  |
| Figure 5.2 Luminance spectrale ; comparaison mesures et prédictions, densité : $0.55 \text{ g.cm}^{-3}$ .....   | 85  |
| Figure 5.3 Luminance spectrale ; comparaison mesures et prédictions, densité : $0.71 \text{ g.cm}^{-3}$ .....   | 86  |
| Figure 5.4 Facteur d'émission, densité : $0.55 \text{ g.cm}^{-3}$ .....   | 86  |
| Figure 5.5 Facteur d'émission (Christiansen), densité : $0.55 \text{ g.cm}^{-3}$ .....  | 87  |
| Figure 5.6 Facteur d'émission, densité : $0.71 \text{ g.cm}^{-3}$ .....   | 87  |
| Figure 5.7 Facteur d'émission (Christiansen), densité : $0.71 \text{ g.cm}^{-3}$ .....  | 88  |
| Figure 5.8 Exemple de coefficients d'absorption et de diffusion identifiés pour les deux densités .....   | 89  |
| Figure 5.9 Coefficients d'absorption et de diffusion calculés avec les indices de réfraction d'une silice de type I [63] .....  | 89  |
| Figure 5.10 Luminance spectrale ; comparaison mesures et prédictions, chauffage face avant .....  | 91  |
| Figure 5.11 Luminance spectrale ; comparaison mesures et prédictions, chauffage face arrière .....  | 92  |
| Figure 5.12 Comparaison entre le flux émis par un échantillon anisotherme et le flux émis par cet échantillon s'il était isotherme à la température de la face avant. chauffage avant (a) et arrière (b). .....       | 92  |
| Figure 5.13 Somme des facteurs de distribution du rayonnement, chauffage face avant, $0.71 \text{ g.cm}^{-3}$ .....   | 93  |
| Figure 5.14 Facteur d'émission (Christiansen), chauffage face avant, densité : $0.71 \text{ g.cm}^{-3}$ .....   | 94  |
| Figure 5.15 Somme des facteurs de distribution du rayonnement, chauffage face arrière, $0.71 \text{ g.cm}^{-3}$ .....   | 94  |
| Figure 5.16 Facteur d'émission (Christiansen), chauffage face arrière, densité : $0.71 \text{ g.cm}^{-3}$ .....   | 95  |
| Figure 6.1 Schéma du domaine étudié .....   | 99  |
| Figure 6.2 Variation de la conductivité effective et phonique en fonction de la température (a) carbone (b) silice .....  | 101 |
| Figure 6.3 Evolution temporelle des pertes thermiques avec un chauffage symétrique pour le feutre de carbone ( $105 \text{ W.cm}^{-2}$ ) (a) et l'échantillon en fibre de silice ( $25 \text{ W.cm}^{-2}$ ) (b) ..... | 103 |
| Figure 6.6 Températures de surface : (a) feutre de carbone (b) échantillon en fibres de silice. ....  | 103 |

|  |     |
|--|-----|
| Figure 6.6 Champs de température calculés pour le feutre de carbone, chauffage symétrique. Puissance laser : (a) 55 W.cm <sup>-2</sup> (b) 85 W.cm <sup>-2</sup> (c) 105 W.cm <sup>-2</sup> .....              | 104 |
| Figure 6.7 Champs de température calculés pour l'échantillon en fibres de silice, chauffage symétrique. Puissance laser : (a) 15 W.cm <sup>-2</sup> (b) 20 W.cm <sup>-2</sup> (c) 25 W.cm <sup>-2</sup> .....  | 105 |
| Figure 6.8 Champs de température calculés pour le feutre de carbone, chauffage asymétrique. Puissance laser : (a) 55 W.cm <sup>-2</sup> (b) 85 W.cm <sup>-2</sup> (c) 105 W.cm <sup>-2</sup> .....             | 106 |
| Figure 6.9 Champs de température calculés pour l'échantillon en fibres de silice, chauffage asymétrique. Puissance laser : (a) 15 W.cm <sup>-2</sup> (b) 20 W.cm <sup>-2</sup> (c) 25 W.cm <sup>-2</sup> ..... | 107 |
| Figure a1.1 Différentes orientations des fibres possibles dans un milieu fibreux.....  | 133 |
| Figure a2.1 Diagramme fonctionnel d'un algorithme génétique .....  | 139 |
| Figure a3.1 Schéma d'un interféromètre de Michelson .....  | 141 |
| Figure a3.2 Exemple d'interférogramme brute (a), avec apodisation et zerofilling (b), et de spectre obtenu après transformée de Fourier sans correction de phase (c) et avec correction de phase (d) .....     | 142 |



**Liste des tableaux**

Tableau 2.1 Comparaison du temps de calcul pour les méthodes d'absorption totale et progressive..... 37

Tableau 4.1 Température identifiée en configuration symétrique, densité : 0.191 g.cm<sup>-3</sup> ..... 72

Tableau 4.2 Température identifiée en configuration symétrique, densité : 0.340 g.cm<sup>-3</sup> ..... 72

Tableau 4.3 Champs de température identifiés, chauffage face avant, densité : 0.191 g.cm<sup>-3</sup> 77

Tableau 4.4 Champs de température identifiés, chauffage face arrière, densité : 0.191 g.cm<sup>-3</sup> 77

Tableau 5.1 Températures identifiées et Christiansen, configuration symétrique, densité : 0.55 g.cm<sup>-3</sup> ..... 84

Tableau 5.2 Températures identifiées et Christiansen, configuration symétrique, densité : 0.71 g.cm<sup>-3</sup> ..... 84

Tableau 5.3 Températures Christiansen et identifiées, chauffage face avant, densité : 0.71 g.cm<sup>-3</sup> ..... 90

Tableau 5.4 Températures Christiansen et identifiées, chauffage face arrière, densité : 0.71 g.cm<sup>-3</sup> ..... 90

Tableau 6.1 Propriétés thermo-physiques utilisées pour les calculs ..... 101





## **Annexes**



### Annexe 1. Théorie de Mie pour un cylindre infini

Les matériaux étudiés dans ce travail de thèse étant tous à base de fibres, on décrira ici uniquement le calcul de la fonction de phase et des coefficients de diffusion et d'extinction dans le cas d'une particule cylindrique. Quand les quanta impactent une fibre avec un angle d'incidence  $\Phi$ , comme vu sur la *figure 2.4*, ils sont diffusés le long d'un cône d'angle d'apex  $2\Phi$  [22], [30], [31]. Pour obtenir la direction de diffusion de l'équation (2.9), il est nécessaire de connaître l'angle de diffusion  $\theta$  et donc la fonction de phase. Pour un rayonnement non polarisé, cette fonction de phase s'apparente au premier élément de la matrice d'amplitude de diffusion  $S_{v11}(\theta, \Phi)$  calculé, dans le cas d'une fibre, par la théorie de Mie pour un cylindre infini [22] :

$$S_{v11}(\theta, \Phi) = \frac{1}{2} (|T_1|^2 + |T_2|^2 + |T_3|^2 + |T_4|^2) \quad (A1.1)$$

$$\text{où :} \quad T_1 = b_{0I} + 2 \sum_j b_{jI} \cos(j\theta) \quad (A1.2a)$$

$$T_2 = a_{0II} + 2 \sum_j a_{jII} \cos(j\theta) \quad (A1.2b)$$

$$T_3 = -2i \sum_j a_{jI} \sin(j\theta) \quad (A1.2c)$$

$$T_4 = -2i \sum_j b_{jII} \sin(j\theta) \quad (A1.2d)$$

$$\text{avec les coefficients :} \quad a_{nI} = \frac{C_j V_j - B_j D_j}{W_j V_j + i D_j^2} \quad (A1.2e)$$

$$a_{nII} = \frac{A_j V_j - i C_j D_j}{W_j V_j + i D_j^2} \quad (A1.2f)$$

$$b_{nI} = \frac{W_j B_j + i D_j C_j}{W_j V_j + i D_j^2} \quad (A1.2g)$$

$$b_{nII} = -i \frac{C_j W_j - A_j D_j}{W_j V_j + i D_j^2} \quad (A1.2h)$$

$$\text{et :} \quad A_j = i\xi [\xi J'_j(\eta) J_j(\xi) - \eta J_j(\eta) J'_j(\xi)] \quad (A1.2i)$$

$$B_j = \xi [m^2 \xi J'_j(\eta) J_j(\xi) - \eta J_j(\eta) J'_j(\xi)] \quad (A1.2j)$$

$$C_j = j \cos(\Phi) \eta J_j(\eta) J_j(\xi) \left( \frac{\xi^2}{\eta^2} - 1 \right) \quad (A1.2k)$$

$$D_j = j \cos(\Phi) \eta J_j(\eta) H_j^{(1)}(\xi) \left( \frac{\xi^2}{\eta^2} - 1 \right) \quad (A1.2l)$$

$$V_j = \xi [m^2 \xi J'_j(\eta) H_j^{(1)}(\xi) - \eta J_j(\eta) H_j^{(1)'}(\xi)] \quad (A1.2m)$$

$$W_{nj} = i\xi [\xi J_j(\eta) H_j^{(1)}(\xi) - \eta J_j(\eta) H_j^{(1)'}(\xi)] \quad (A1.2n)$$

avec  $\xi = x \sin \Phi$ ,  $\eta = x\sqrt{m^2 - \cos^2 \Phi}$ , et le paramètre de taille  $x = 2\pi vR$ .  $J$ ,  $J'$ ,  $Y$  et  $Y'$  sont des fonctions de Bessel et  $H_j^{(1)} = J_j + iY_j$  ( $i^2 = -1$ ).

La théorie de Mie nous permet également de calculer les efficacités de diffusion et d'extinction (A1.3), pour un rayonnement non polarisé :

$$Q_{v\{\text{ext},\text{sca}\}} = \frac{1}{2} \left( Q_{v\{\text{ext}_I,\text{sca}_I\}} + Q_{v\{\text{ext}_{II},\text{sca}_{II}\}} \right) \quad (\text{A1.3})$$

Dans ce cas, il s'agit de la valeur moyenne des efficacités pour un rayonnement polarisé parallèlement (A1.4) et perpendiculairement (A1.5) à l'axe du cylindre, calculées à partir des coefficients (A1.2.e) à (A1.2.h) :

$$Q_{v\text{ext}_I} = \frac{2}{x} \text{Re}\{b_{0I} + 2 \sum_j b_{jI}\}; \quad Q_{v\text{sca}_I} = \frac{2}{x} \left[ |b_{0I}|^2 + 2 \sum_j (|b_{jI}|^2 + |a_{jI}|^2) \right] \quad (\text{A1.4})$$

$$Q_{v\text{ext}_{II}} = \frac{2}{x} \text{Re}\{a_{0II} + 2 \sum_j a_{jII}\}; \quad Q_{v\text{sca}_{II}} = \frac{2}{x} \left[ |a_{0II}|^2 + 2 \sum_j (|a_{jII}|^2 + |b_{jII}|^2) \right] \quad (\text{A1.5})$$

Les propriétés radiatives d'un volume élémentaire du milieu fibreux sont alors obtenues en homogénéisant les propriétés intensives d'une fibre.

#### *Méthode d'homogénéisation du milieu*

Les propriétés radiatives nécessaires au calcul des transferts radiatifs dans un milieu semi transparent sont les coefficients d'extinction et de diffusion volumique. Ces propriétés sont obtenues en moyennant les propriétés d'une fibre sur la distribution de taille et d'orientation des fibres dans le milieu [31], [66]. L'équation (A1.6) permet d'obtenir les coefficients d'extinction et de diffusion :

$$\{\beta_v(\Phi), \sigma_v(\Phi)\} = \iint C_{v\{\text{ext},\text{sca}\}}(\Phi) d^2F \quad (\text{A1.6})$$

avec  $C_{v\{\text{ext},\text{sca}\}}(\Phi)$  les sections d'extinction et de diffusion respectivement, qui correspondent au produit de l'efficacité d'extinction et de diffusion respectivement par la section transverse d'une fibre. En notant  $R$  le rayon et  $L$  la longueur d'une fibre :

$$C_{v\{\text{ext},\text{sca}\}}(\Phi) = Q_{v\{\text{ext},\text{sca}\}}(\Phi) \times 2RL \quad (\text{A1.7})$$

$d^2F$  représente ici la distribution de taille et d'orientation des fibres dans le milieu :

$$d^2F = N[R(\xi_f, \omega_f)] dR \times dF \quad (\text{A1.8})$$

$N[R(\xi_f, \omega_f)]$  est le nombre de fibres de rayon  $R$  orientées suivant les angles  $\xi_f$ , et  $\omega_f$ . En notant  $f_v$  la fraction volumique de fibres :

$$N[R(\xi_f, \omega_f)] dR = \int_{R_{\min}}^{R_{\max}} \frac{f_v}{\pi R^2 L} p(R) dR \quad (\text{A1.9})$$

En prenant en compte les équations (A1.7) à (A1.9), l'équation (A1.6) peut s'écrire sous la forme :

$$\{\beta_v(\Phi), \sigma_v(\Phi)\} = \frac{2f_v}{\pi} \int_{R_{\min}}^{R_{\max}} Q_{v\{\text{ext},\text{sca}\}}(\Phi) \cdot \frac{p(R)}{R} \cdot dR \cdot dF \quad (\text{A1.10})$$

Dans le cas de matériaux composés de fibres de même diamètre, la distribution de taille s'identifie à la concentration dans l'équation (A1.9) :

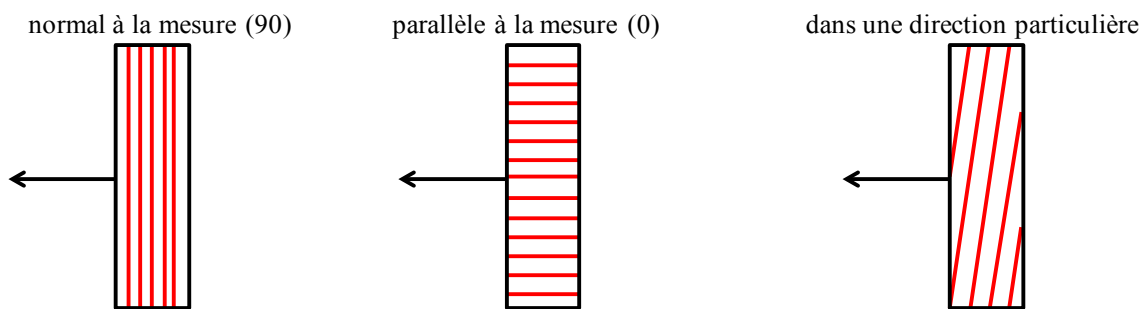
$$N[R(\xi_f, \omega_f)]dR = \frac{f_v}{\pi R^2 L} \quad (\text{A1.11})$$

et l'équation (A1.10) se simplifie :

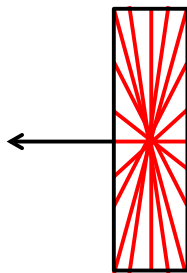
$$\{\beta_v(\Phi), \sigma_v(\Phi)\} = \frac{2f_v}{\pi R} \int Q_{v\{\text{ext},\text{sca}\}}(\Phi) dF \quad (\text{A1.12})$$

Il y a plusieurs géométries possibles pour la représentation d'un matériau fibreux, lors du calcul de la distribution de l'orientation, en fonction du nombre de degrés de liberté pour l'orientation des fibres. Les fibres peuvent être orientées aléatoirement dans un plan, dans l'espace ou dans plusieurs plans spécifiques comme illustré sur la *figure a1.1*.

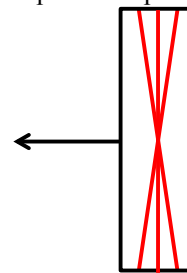
-Aléatoire dans un plan (2D) :



- Aléatoire dans l'espace (3D)



- Aléatoire dans plusieurs plans spécifiques (2.5D)



— plan des fibres

**Figure a1.1** Orientations des fibres possibles dans un milieu fibreux

- Cas de fibres orientées aléatoirement dans l'espace :

Dans ce type de configuration, les fibres n'ont pas d'orientation privilégiée et la distribution des orientations se définit simplement comme :

$$dF = \frac{d\Omega_f}{4\pi} \quad (\text{A1.13})$$

où l'angle solide est défini par  $d\Omega_f = \sin(\xi_f) d\xi_f d\omega_f$ . Comme il n'y a aucune relation entre l'orientation de la fibre et l'angle d'incidence des quanta, il est possible de faire correspondre la direction de la fibre avec l'axe Y (voir [31]) de sorte que  $\xi_f = \Phi$  et  $d\Omega_f = \sin(\Phi) d\Phi, \forall \omega_f$ . L'équation (A1.10) devient :

$$\{\beta_v(\Phi), \sigma_v(\Phi)\} = \frac{f_v}{\pi} \int_0^\pi \int_{R_{\min}}^{R_{\max}} Q_{v\{\text{ext,sca}\}}(\Phi) \cdot \frac{p(R)}{R} \cdot dR \sin(\Phi) d\Phi \quad (\text{A2.14})$$

- Cas de fibres orientées aléatoirement dans un plan :

Ici, les fibres appartiennent à un plan repéré par l'azimut  $\omega_{fi}$ . En notant  $\delta$  la distribution de Dirac, la distribution de l'orientation se définit comme :

$$dF = \frac{\delta(\omega_f - \omega_{fi})}{2\pi} \sin(\xi_f) d\xi_f \quad (\text{A1.15})$$

L'équation (A1.10) devient :

$$\{\beta_v, \sigma_v\} = \frac{f_v}{2\pi^2} \int_0^\pi \int_{R_{\min}}^{R_{\max}} Q_{v\{\text{ext,sca}\}}(\Phi) \cdot \frac{p(R)}{R} \cdot dR \sin(\xi_f) d\xi_f \quad (\text{A1.16})$$

$$\text{avec :} \quad \cos \Phi = \sin(\xi_f) \cos\left(\frac{\pi}{2} - \omega_{fi}\right) \quad (\text{A1.17})$$

- Cas de fibres orientées dans des directions privilégiées :

Dans ce type de configuration les fibres sont toutes orientées dans plusieurs plans distincts. L'exemple le plus courant est le cas de feutres tissés avec au moins deux directions privilégiées dans le même plan (e.g.  $\xi_f = \frac{\pi}{2}$  et  $\omega_f = 0$  ou  $\frac{\pi}{2}$  et  $\xi_f = \omega_f = 0$  pour un feutre tissé piqué). Ici la distribution de l'orientation dépend directement de la probabilité de l'orientation des fibres  $p(\omega_{fi}, \xi_{fi})$  :

$$dF = p(\omega_{fi}, \xi_{fi}) \delta(\omega_f - \omega_{fi}) \delta(\xi_f - \xi_{fi}) \sin(\xi_f) d\xi_f d\omega_f \quad (\text{A1.18})$$

Dans ce cas, l'équation (A1.10) devient une somme discrète :

$$\{\beta_v, \sigma_v\} = \sum_{i=1}^n \sigma_{v\{\text{ext,sca}\}}(\omega_{fi}, \xi_{fi}) \cdot p(\omega_{fi}, \xi_{fi}) \delta(\omega_f - \omega_{fi}) \delta(\xi_f - \xi_{fi}) \quad (\text{A1.19})$$

avec  $\sigma_{v\{\text{ext,sca}\}}(\omega_{fi}, \xi_{fi})$  le coefficient d'extinction d'un milieu composé uniquement de fibres orientées suivant la direction  $(\omega_{fi}, \xi_{fi})$ .

- Cas de particules sphériques :

Enfin, pour des matériaux tels que les mousses de carbone ou des matériaux produits par frittage on modélise le milieu comme une collection de particules sphériques de diamètre variable représentant les pores du matériau. Dans ce cas, c'est la section transverse d'une sphère qui est utilisée dans l'équation (A1.7) :

$$C_{v\{\text{ext,sca}\}}(\Phi) = Q_{v\{\text{ext,sca}\}}(\Phi) \times \pi R^2 \quad (\text{A1.20})$$

La fonction de répartition des rayons de particule s'écrit alors :

$$N[R(\xi_f, \omega_f)]dR = \int_{R_{\min}}^{R_{\max}} \frac{3f_v}{4\pi R^3} p(R)dR \quad (\text{A1.21})$$

De plus, la solution de Mie aux équations de Maxwell pour une sphère considérant que les quanta impactent toujours la sphère en son centre, il n'y a plus de tirage aléatoire de l'orientation de la particule et la direction de diffusion est obtenue directement à partir de la fonction de phase et de la direction précédente des quanta, l'équation (A1.11) devient :

$$\{\beta_v, \sigma_v\} = \frac{3}{4} f_v \int_{R_{\min}}^{R_{\max}} Q_{v\{\text{ext},\text{sca}\}} \frac{p(R)}{R} dR \quad (\text{A1.22})$$





## Annexe 2. Algorithme génétique

Les algorithmes génétiques (AG) sont des méthodes d'optimisation s'inspirant de l'évolution naturelle [67], [68], [69] dans laquelle on suit l'évolution d'une population de  $N$  individus, solutions potentielles du problème d'optimisation, pendant plusieurs générations. Chaque individu possède un chromosome  $\mathbf{X}$  porteur de plusieurs gènes  $[x_1, x_2, x_3, \dots]$  représentant les paramètres du problème. Dans notre cas par exemple, les gènes sont les paramètres du modèle pour la fonction diélectrique (2.17 ou 2.20), dans le cas d'un matériau en feutre carbone :

$$\mathbf{X} = [N_{e_{fr}}, N_{e_1}, N_{e_2}, \gamma_1, \gamma_2] \quad (\text{A2.1})$$

La solution du problème d'optimisation est définie comme les gènes de l'individu ayant permis de minimiser la fonction cible après plusieurs générations. Il existe un grand nombre d'algorithmes génétiques dépendant des choix des opérateurs utilisés pour décrire la population et son évolution. Certains d'entre eux sont présentés ci-après..

### *Représentation des gènes*

Il existe deux manières de représenter les gènes, à l'aide de nombre réel ou de binaire. Lorsque les gènes sont codés en réels, ils contiennent directement la valeur du paramètre à identifier. Un des problèmes de cette méthode est qu'elle ne permet pas de traiter de variables discrètes contrairement à l'utilisation de binaires. Puisque les paramètres du modèle de Drude-Lorentz évoluent sur plusieurs ordres de grandeur et qu'il n'y a pas de variables discrètes dans notre problème de minimisation, on a ici codé les gènes à l'aide de réels.

### *Génération de la population de départ*

Lors de l'initialisation de l'algorithme génétique, la population de départ est créée aléatoirement dans tout l'espace de recherche. Les gènes de chaque individu sont choisis par rapport aux bornes  $x_{\min}$  et  $x_{\max}$  définies par l'utilisateur. En définissant  $\text{Rand}$  comme un nombre aléatoire distribué de façon aléatoire et compris entre 0 et 1, l'initialisation est réalisée à l'aide de l'équation(A2.2) :

$$x = x^{\min} + \text{Rand} \cdot (x^{\max} - x^{\min}) \quad (\text{A2.2})$$

### *Evaluation de la population*

L'étape suivante consiste à calculer la différence (au sens des moindres carrés) entre les données expérimentales  $Y_v$  et celles issues du modèle en utilisant la relation :

$$R(\mathbf{X}) = \sum_{v_i} (Y_{v_i} - F_{v_i}(\mathbf{X}))^2 \quad (\text{A2.3})$$

L'équation (A2.3) est appelée fonction d'adaptation. Son évaluation nécessite, pour chaque individu, d'utiliser le modèle direct pour obtenir  $F_v(\mathbf{X})$  ce qui peut constituer l'étape la plus coûteuse en temps de calcul en fonction de la complexité du modèle direct.

### *Sélection de la population*

La phase suivant l'étape d'évaluation consiste à sélectionner la moitié de cette population ( $N/2$ ) pour se reproduire. Cette sélection peut-être réalisée à l'aide de plusieurs méthodes telle que la méthode RWS (Roulette Wheel Selection) ou SUS (Stochastic Universal Sampling) ou la sélection par tournois. Cette dernière consiste à comparer deux individus choisis aléatoirement dans la population et de conserver le meilleur. On réitère le tirage jusqu'à sélectionner  $N/2$  individus. La sélection par tournois a été préférée ici aux autres méthodes de sélection car elle permet d'éviter une convergence trop rapide vers un minimum local en permettant aux individus moins adaptés de concourir entre eux, et donc d'être choisi malgré leur plus faible adaptation. A noter que certaines techniques de sélection nécessitent tout d'abord le classement de la population en fonction de l'adaptation des individus. Cette étape est elle aussi coûteuse en temps de calcul ; un autre avantage de la sélection par tournois est qu'elle ne nécessite pas ce classement.

### *Elitisme*

Si l'élitisme est mis en place, comme c'est le cas ici, le meilleur individu de la génération précédente est systématiquement conservé sans passer par l'étape de sélection. Dans ce cas on ne sélectionne donc que  $N/2-1$  individus. Cela assure que le résultat de la génération suivante soit au moins aussi bon que le résultat de la génération précédente.

### *Croisement de la population*

Une fois les individus (les parents  $\mathbf{X}^p$ ) sélectionnés, ces derniers sont croisés pour créer la seconde moitié de la population (les enfants  $\mathbf{X}^e$ ) remplaçant les individus non sélectionnés. Chaque couple de deux parents engendre deux enfants. Ici aussi plusieurs méthodes existent. Les enfants peuvent, par exemple, piocher leurs gènes parmi ceux de leurs parents créant ainsi un nouveau chromosome, i.e. :

$$\begin{aligned} [x_1^{e1}, x_2^{e1}, x_3^{e1}, x_4^{e1}, x_5^{e1}] &= [x_1^{p2}, x_2^{p1}, x_3^{p2}, x_4^{p2}, x_5^{p1}] \\ [x_1^{e2}, x_2^{e2}, x_3^{e2}, x_4^{e2}, x_5^{e2}] &= [x_1^{p1}, x_2^{p1}, x_3^{p1}, x_4^{p2}, x_5^{p2}] \end{aligned} \quad (\text{A2.4})$$

Cette technique est généralement utilisée pour les AG codés en binaire. La méthode choisie dans notre cas consiste à prendre chaque gène des enfants comme une combinaison linéaire des valeurs de ses 2 parents :

$$x_1^{e1} = x_1^{p1} + \text{Rand} \cdot (x_1^{p2} - x_1^{p1}) \quad (\text{A2.5})$$

D'autres méthodes peuvent être employées pour élargir la zone de recherche. Une méthode fréquemment utilisée est le croisement « BLX- $\alpha$  volumique » qui permet de créer un individu compris dans l'hypercube dont la diagonale passe par les 2 parents :

$$x_1^{e1} = x_1^{p1} - \alpha \cdot (x_1^{p2} - x_1^{p1}) + (1 + 2\alpha) \cdot \text{Rand} \cdot (x_1^{p2} - x_1^{p1}) \quad (\text{A2.6})$$

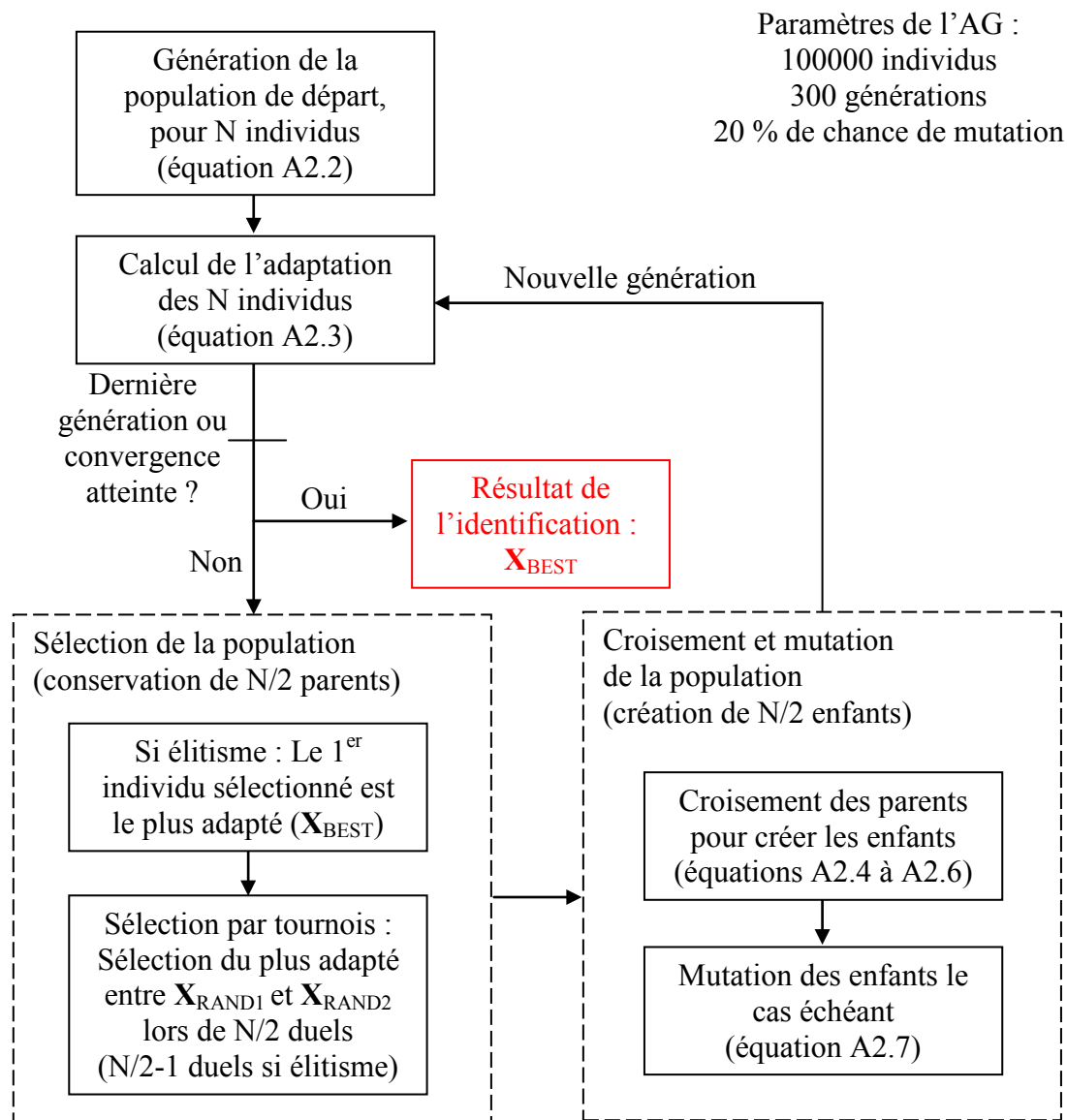
Le facteur  $\alpha$  définissant l'élargissement de la diagonale. Si ce dernier est nul, les parents sont les bornes de la diagonale et on retrouve l'équation (A2.5).

*Mutation de la population*

Pour éviter de converger trop rapidement vers un minimum qui pourrait n'être que local, chaque enfant possède une probabilité de mutation. Lors d'une mutation dite « creep » la valeur du gène est légèrement modifiée autour de sa valeur originale alors que pour une mutation « jump », choisie dans cette étude, ses gènes sont à nouveau sélectionnés sur l'ensemble des possibilités :

$$x_1^{e1} = x_1^{\min} + \text{Rand} . (x_1^{\max} - x_1^{\min}) \tag{A2.7}$$

L'utilisation successive de ces opérateurs, voir *figure a2.1*, permet de créer une nouvelle génération qui sera elle-même soumise à ces opérateurs. La solution du problème d'optimisation correspond aux gènes de l'individu le mieux adapté  $X_{\text{BEST}}$  après convergence, ou lorsque que le nombre maximum de génération est atteint.



**Figure a2.1** Diagramme fonctionnel d'un algorithme génétique



### Annexe 3. Interférogramme d'une source polychromatique

Un spectromètre FT-IR permet de mesurer l'interférogramme du signal induit par un interféromètre de Michelson présenté *figure a3.1*. L'interféromètre est composé d'une séparatrice qui redirige le faisceau en deux parties d'intensités égales vers deux miroirs, l'un fixe et l'autre mobile. Ces deux miroirs renvoient ensuite le faisceau vers le détecteur. La différence de marche  $\delta$  entre les deux miroirs induit un déphasage entre les faisceaux ce qui entraîne des interférences constructives (si en phase avec le faisceau du miroir fixe) ou destructives (si en déphasage avec le faisceau du miroir fixe). Le détecteur mesure le flux de ces deux faisceaux recombinaés en fonction de la différence de marche  $\delta$ , appelé l'interférogramme dont un exemple est présenté *figure a3.2.a*.

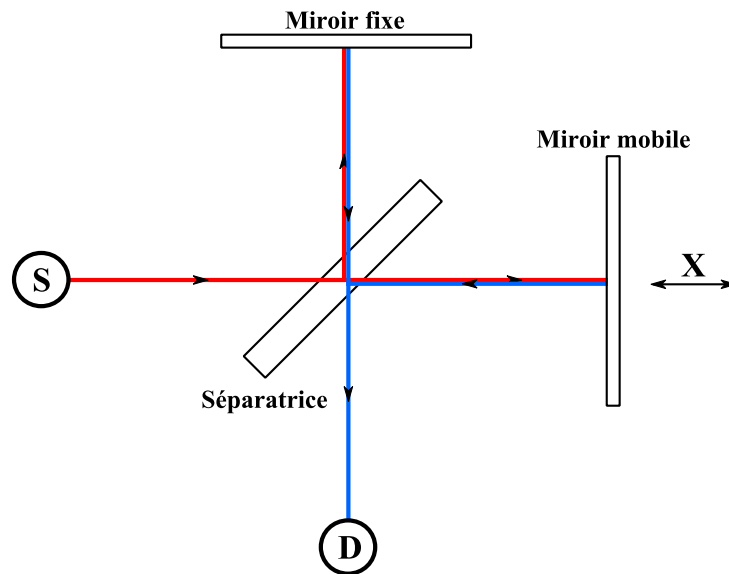


Figure a3.1 Schéma d'un interféromètre de Michelson

L'interférogramme  $in'(\delta)$  d'une source polychromatique est :

$$in'(\delta) = \int_0^{+\infty} 2 \cdot S(\nu, T) \cdot [1 + \cos(2\pi\nu\delta)] \cdot d\nu \quad (A3.1)$$

Cependant, en pratique, on définit l'interférogramme comme étant :

$$in(\delta) = in'(\delta) - \frac{1}{2} \cdot in_0 \quad (A3.2)$$

avec  $in_0$  le terme constant à la moyenne de l'interférogramme :

$$in_0 = 4 \cdot \int_0^{+\infty} S(\nu, T) \cdot d\nu \quad (A3.3)$$

Ce terme n'étant pas modulé en  $\delta$  il ne correspond qu'à un offset et on l'élimine en pratique à l'aide d'un filtre passe haut. L'équation (A3.2) devient :

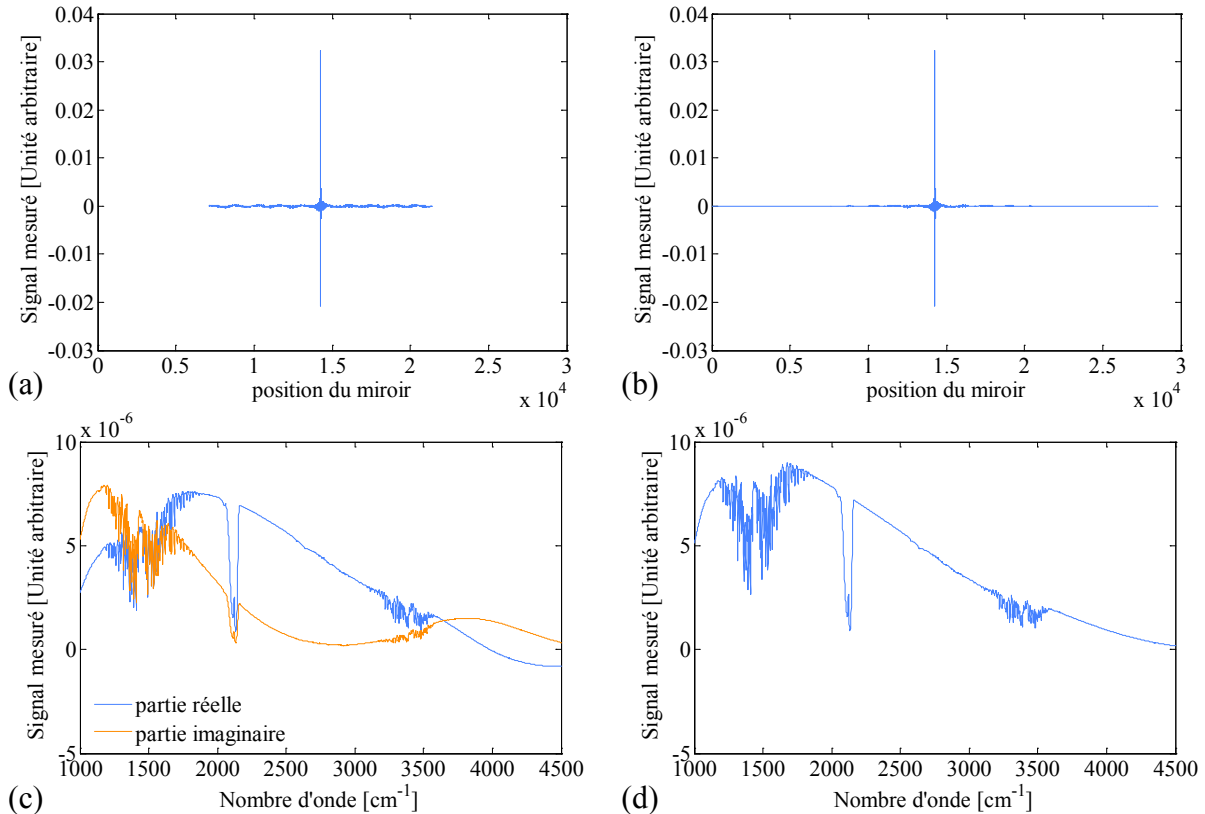
$$in(\delta) = in'(\delta) - \frac{1}{2} \cdot in_0 = \int_0^{+\infty} 2 \cdot S(\nu, T) \cdot \cos(2\pi\nu\delta) \cdot d\nu \quad (A3.4)$$

De plus, en supposant que l'interférogramme est symétrique :

$$\text{in}(\delta) = \text{in}(-\delta) \quad (\text{A3.5})$$

L'équation (A3.4) correspondant à la transformée de Fourier de  $S(\nu, T)$  s'écrit donc :

$$\text{in}(\delta) = \int_{-\infty}^{+\infty} S(\nu, T) \cdot \cos(2\pi\nu\delta) \cdot d\nu \quad (\text{A3.6})$$



**Figure a3.2** Exemple d'interférogramme brute (a), avec apodisation et zerofilling (b), et de spectre obtenu après transformée de Fourier sans correction de phase (c) et avec correction de phase (d)

La transformée de Fourier de cet interférogramme nous donne l'évolution spectrale du signal mesuré sur la cible en basculant du domaine spatial (l'interférogramme noté  $\text{in}(\delta)$ ) au domaine spectral (le spectre du signal mesuré noté  $S(\nu)$ ). Lors de cette transformée de Fourier plusieurs traitements sont réalisés tels que l'apodisation, la correction de phase et le zerofilling (cf. Griffiths [70] pour plus de détail) :

- L'apodisation permet de réduire les problèmes de « fuite » dus au déplacement limité du miroir mobile. La transformée de Fourier suppose un déplacement infini du miroir ce qui n'est pas possible expérimentalement, l'interférogramme est donc tronqué et cette troncature entraîne une perte d'information (fuite). En effet les lobes latéraux sur le spectre, visible à très haute résolution, ne correspondent pas à une information mesurée mais sont des artefacts dus à la troncature brutale par une fonction porte (boxcar). L'utilisation de fonctions d'apodisation plus élaborées telles que la fonction de Blackman-Harris (utilisée dans cette étude) ou de Happ-Genzel permet une troncature réduisant ces lobes latéraux comparée à une fonction simple telle que la fonction boxcar ou triangle.

- La correction de phase est nécessaire car la transformée de Fourier d'un interférogramme mesurée produit généralement un spectre complexe  $C(\nu) = R(\nu) + iI(\nu)$ , *figure a3.2.c*, au lieu du spectre réel  $S(\nu)$  que l'on cherche à obtenir, *figure a3.2.d*. La méthode de Mertz a été utilisée dans cette étude pour corriger ce problème. Elle consiste à

prendre la partie réelle de la multiplication du spectre complexe  $C(\nu)$  par l'inverse de l'exponentiel de la phase [63] :

$$S(\nu) = \text{Re} \left[ C(\nu) \exp \left( -i \cdot \arctan \left( \frac{I(\nu)}{R(\nu)} \right) \right) \right] \quad (\text{A3.7})$$

- Enfin, le zerofilling permet d'augmenter artificiellement la résolution spectrale du signal mesuré,  $S(\nu)$  présenté *figure a3.2.d*. En pratique, cela est réalisée en ajoutant des valeurs nulles sur les bords de l'interférogramme,  $\text{in}(\delta)$ , en prenant soin de multiplier le nombre total de point par un multiple de 2. A titre d'exemple, un zerofilling de 2, voir *figure 3.10.b* doublera le nombre de point de l'interférogramme et ainsi le nombre de point par nombre d'onde dans le spectre du signal mesuré obtenu après transformée de Fourier. Cela revient à réaliser une interpolation entre chaque point de mesure du spectre mais n'apporte aucune information supplémentaire sur le spectre.





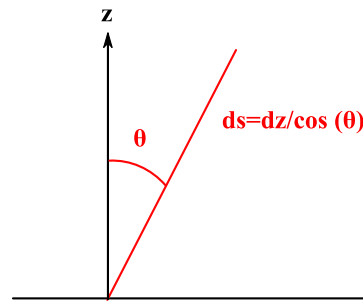
#### Annexe 4. Conductivité équivalente de Rosseland

Dans le cas d'un milieu optiquement épais, le libre parcours moyen des photons est très faible. Le système est proche de l'équilibre thermodynamique local (variation très faible de la luminance) et on peut calculer la variation monodimensionnelle de la luminance d'après l'équation (1.6) :

$$\frac{dI_v}{ds} = -\kappa_v I_v - \sigma_v I_v + \kappa_v B_v(T) + \sigma_v J_v \quad (\text{A4.1})$$

En dimension 1, *figure a4.1*, la luminance ne dépend que d'un seul angle,  $\theta$  :

$$ds = \frac{dz}{\cos(\theta)} = \frac{dz}{\mu} \quad (\text{A4.2})$$



**Figure a4.1** Représentation monodimensionnelle du rayonnement

De plus, en notant que le terme source s'écrit dans ce cas :

$$S_v = \frac{\kappa_v B_v(T) + \sigma_v J_v}{\kappa_v + \sigma_v} \quad (\text{A4.3})$$

l'équation (A4.1) peut être réécrite sous la forme :

$$I_v = S_v - \frac{\mu}{\beta_v} \frac{dI_v}{dz} \quad (\text{A4.4})$$

où, du fait que le système est proche de l'équilibre thermodynamique local, la variation spatiale de la luminance est, en première approximation notée  $^{(0)}$ , proche de zéro :

$$I_v^{(0)} \approx S_v^{(0)} \quad (\text{A4.5})$$

Puisque l'équation (A4.5) ne dépend pas de  $\mu$ , cette approximation implique que le terme diffusif  $J_v^{(0)}$  soit égale au terme source  $S_v^{(0)}$  et donc que  $I_v^{(0)} = S_v^{(0)} = B_v(T)$ . De ce fait, on peut obtenir une approximation du premier ordre de l'équation (A4.4) :

$$I_v^{(1)} = B_v(T) - \frac{\mu}{\beta_v} \frac{dB_v(T)}{dz} \quad (\text{A4.6})$$

En insérant cette équation dans la formulation générale du flux radiatif  $q_v$  :

$$q_v = \int_{4\pi} I_v \mu d\Omega = \int_{4\pi} \left[ B_v(T) \mu - \frac{\mu^2}{\beta_v} \frac{dB_v(T)}{dz} \right] d\Omega \quad (\text{A4.7})$$

et en appliquant le changement de la variable  $\Omega$  en  $\mu$ , l'équation (A4.7) s'écrit :

$$q_v = \int_{-1}^1 I_v \mu d\mu = -\frac{2\pi}{\beta_v} \frac{dB_v(T)}{dz} \int_{-1}^1 \mu^2 d\mu = -\frac{4\pi}{3\beta_v} \frac{dB_v(T)}{dz} \quad (\text{A4.8})$$

Comme  $B_v(T)$  dépend de  $z$  uniquement par les fluctuations de la température, l'équation (A4.8) peut également s'écrire :

$$q_v = -\frac{4\pi}{3\beta_v} \frac{dB_v(T)}{dT} \frac{dT}{dz} \quad (\text{A4.9})$$

En intégrant sur tout le spectre on obtient :

$$q = -\frac{4\pi}{3} \frac{dT}{dz} \int_0^\infty \frac{1}{\beta_v} \frac{dB_v(T)}{dT} dv \quad (\text{A4.10})$$

Et en définissant  $\bar{\beta}$ , le coefficient d'extinction moyen de Rosseland, de sorte que :

$$\int_0^\infty \frac{1}{\beta_v} \frac{dB_v(T)}{dT} dv = \frac{1}{\bar{\beta}} \int_0^\infty \frac{dB_v(T)}{dT} dv \quad (\text{A4.11})$$

on obtient une expression du coefficient d'extinction moyen de Rosseland :

$$\bar{\beta} = \frac{4\sigma_s T^4}{\pi \int_0^\infty \frac{1}{\beta_v} \frac{dB_v(T)}{dT} dv} \quad (\text{A4.12})$$

où  $\beta_v$  est la somme des coefficients d'absorption et d'extinction définis dans le chapitre 1. La connaissance de ces coefficients est donc nécessaire. En utilisant ce coefficient d'extinction moyen de Rosseland, on peut réécrire l'équation (A4.8) sous la forme :

$$q = -\frac{4\pi}{3\bar{\beta}} \frac{dT}{dz} \int_0^\infty \frac{4\sigma_s}{\pi} T^3 dv = -\frac{16\sigma_s T^3}{3\bar{\beta}} \frac{dT}{dz} \quad (\text{A4.13})$$

Sachant que si le milieu est optiquement épais on peut considérer :

$$q = -k_R \frac{dT}{dz} \quad (\text{A4.14})$$

la conductivité équivalente de Rosseland s'exprime en fonction  $\bar{\beta}$  de comme :

$$k_R = \frac{16\sigma_s T^3}{3\bar{\beta}} \quad (\text{A4.15})$$

### Annexe 5. Modèle implicite à directions alternées de Douglas pour la résolution de l'équation de la chaleur

Pour résoudre l'équation de la chaleur en trois dimensions, en prenant en compte la modélisation des transferts radiatifs à l'aide de la conductivité équivalente de Rosseland et une dépendance en température des propriétés (et une dépendance spatiale car le porte échantillon en mullite est lui aussi modélisé), l'équation de la chaleur (6.1) s'écrit :

$$\rho(x, y) c_p(x, y) \frac{\partial T}{\partial t} = \sum_{s=x,y,z} \left( \frac{\partial k_e(T, x, y, z)}{\partial s} \frac{\partial T}{\partial s} + k_e(T, x, y, z) \frac{\partial^2 T}{\partial s^2} \right) \quad (\text{A5.1})$$

Pour résoudre cette équation on a utilisé dans ce travail un schéma ADI (Alternate Direction Implicit scheme) de Douglas. Ce schéma est relativement rapide car il nécessite uniquement l'inversion de matrices tri-diagonales. L'équation est discrétisée dans les trois directions les unes après les autres et une température intermédiaire, prenant en compte la contribution des transferts dans une seule direction, est obtenue à chaque étape. La température finale calculée est obtenue après la troisième résolution. A chaque étape le gradient dans la direction considérée est discrétisé comme étant la moyenne du gradient de cette température intermédiaire future et du gradient de la température réelle au pas de temps actuel. Pour plus de lisibilité, les indices des directions non considérées ont été omis de telle sorte que :

$$k_e(T_{x-1}, s_{x-1}) = k_e(T(x-1, y, z), x-1, y, z) \quad (\text{A5.2})$$

La première température intermédiaire \*T suivant la direction x s'écrit :

$$\rho c_p \frac{{}^*T_x^{n+1} - T_x^n}{\Delta t} = \left\{ \begin{array}{l} 0,5 \frac{k_e(T_{x+1}^n, s_{x+1}) - k_e(T_{x-1}^n, s_{x-1})}{2\Delta x} \left( \frac{{}^*T_{x+1}^{n+1} - {}^*T_{x-1}^{n+1}}{2\Delta x} + \frac{(T_{x+1}^n - T_{x-1}^n)}{2\Delta x} \right) \\ + 0,5 k_e(T_x^n, \mathbf{s}) \left( \frac{{}^*T_{x+1}^{n+1} - 2 {}^*T_x^{n+1} + {}^*T_{x-1}^{n+1}}{\Delta x^2} + \frac{(T_{x+1}^n - 2T_x^n + T_{x-1}^n)}{\Delta x^2} \right) \\ + \frac{k_e(T_{y+1}^n, s_{y+1}) - k_e(T_{y-1}^n, s_{y-1})}{2\Delta y} \frac{(T_{y+1}^n - T_{y-1}^n)}{2\Delta y} \\ + k_e(T_y^n, \mathbf{s}) \frac{(T_{y+1}^n - 2T_y^n + T_{y-1}^n)}{\Delta y^2} \\ + \frac{k_e(T_{z+1}^n, s_{z+1}) - k_e(T_{z-1}^n, s_{z-1})}{2\Delta z} \frac{(T_{z+1}^n - T_{z-1}^n)}{2\Delta z} \\ + k_e(T_z^n, \mathbf{s}) \frac{(T_{z+1}^n - 2T_z^n + T_{z-1}^n)}{\Delta z^2} \end{array} \right\} \quad (\text{A5.3})$$

La discrétisation suivant la direction y permet d'obtenir la seconde température intermédiaire \*\*T Celle-ci dépend de la première température intermédiaire \*T et s'écrit :

$$\rho c_p \frac{**T_y^{n+1} - T_y^n}{\Delta t} = \left\{ \begin{array}{l} 0,5 \frac{k_e(T_{x+1}^n, s_{x+1}) - k_e(T_{x-1}^n, s_{x-1})}{2\Delta x} \left( \frac{{}^*T_{x+1}^{n+1} - {}^*T_{x-1}^{n+1}}{2\Delta x} + \frac{(T_{x+1}^n - T_{x-1}^n)}{2\Delta x} \right) \\ + 0,5 k_e(T_x^n, \mathbf{s}) \left( \frac{{}^*T_{x+1}^{n+1} - 2 {}^*T_x^{n+1} + {}^*T_{x-1}^{n+1}}{\Delta x^2} + \frac{(T_{x+1}^n - 2T_x^n + T_{x-1}^n)}{\Delta x^2} \right) \\ + 0,5 \frac{k_e(T_{y+1}^n, s_{y+1}) - k_e(T_{y-1}^n, s_{y-1})}{2\Delta y} \left( \frac{**T_{y+1}^{n+1} - **T_{y-1}^{n+1}}{2\Delta y} + \frac{(T_{y+1}^n - T_{y-1}^n)}{2\Delta y} \right) \\ + k_e(T_y^n, \mathbf{s}) \left( \frac{**T_{y+1}^{n+1} - 2 **T_y^{n+1} + **T_{y-1}^{n+1}}{\Delta y^2} + \frac{(T_{y+1}^n - 2T_y^n + T_{y-1}^n)}{\Delta y^2} \right) \\ + \frac{k_e(T_{z+1}^n, s_{z+1}) - k_e(T_{z-1}^n, s_{z-1})}{2\Delta z} \frac{(T_{z+1}^n - T_{z-1}^n)}{2\Delta z} \\ + k_e(T_z^n, \mathbf{s}) \frac{(T_{z+1}^n - 2T_z^n + T_{z-1}^n)}{\Delta z^2} \end{array} \right\} \quad (\text{A5.4})$$

Enfin, la discrétisation suivant la direction z nous permet de remonter à la température finale calculée au pas de temps futur et dépend des deux températures intermédiaires \*T et \*\*T. Elle s'écrit :

$$\rho c_p \frac{T_z^{n+1} - T_z^n}{\Delta t} = \left\{ \begin{array}{l} 0,5 \frac{k_e(T_{x+1}^n, s_{x+1}) - k_e(T_{x-1}^n, s_{x-1})}{2\Delta x} \left( \frac{(*T_{x+1}^{n+1} - *T_{x-1}^{n+1})}{2\Delta x} + \frac{(T_{x+1}^n - T_{x-1}^n)}{2\Delta x} \right) \\ + 0,5 k_e(T_x^n, \mathbf{s}) \left( \frac{(*T_{x+1}^{n+1} - 2*T_x^{n+1} + *T_{x-1}^{n+1})}{\Delta x^2} + \frac{(T_{x+1}^n - 2T_x^n + T_{x-1}^n)}{\Delta x^2} \right) \\ + 0,5 \frac{k_e(T_{y+1}^n, s_{y+1}) - k_e(T_{y-1}^n, s_{y-1})}{2\Delta y} \left( \frac{(**T_{y+1}^{n+1} - **T_{y-1}^{n+1})}{2\Delta y} + \frac{(T_{y+1}^n - T_{y-1}^n)}{2\Delta y} \right) \\ + 0,5 k_e(T_y^n, \mathbf{s}) \left( \frac{(**T_{y+1}^{n+1} - 2**T_y^{n+1} + **T_{y-1}^{n+1})}{\Delta y^2} + \frac{(T_{y+1}^n - 2T_y^n + T_{y-1}^n)}{\Delta y^2} \right) \\ + 0,5 \frac{k_e(T_{z+1}^n, s_{z+1}) - k_e(T_{z-1}^n, s_{z-1})}{2\Delta z} \left( \frac{(T_{z+1}^{n+1} - T_{z-1}^{n+1})}{2\Delta z} + \frac{(T_{z+1}^n - T_{z-1}^n)}{2\Delta z} \right) \\ + 0,5 k_e(T_z^n, \mathbf{s}) \left( \frac{(T_{z+1}^{n+1} - 2T_z^{n+1} + T_{z-1}^{n+1})}{\Delta z^2} + \frac{(T_{z+1}^n - 2T_z^n + T_{z-1}^n)}{\Delta z^2} \right) \end{array} \right\} \quad (A5.5)$$

En plaçant les inconnues dans le terme de gauche on peut réécrire les équations (A5.3) à (A5.5) en un système matriciel relativement simple. Pour l'étape suivant x :

$$\begin{array}{l} -0,5(B_x + A_x) *T_{x+1}^{n+1} \\ + (1 + B_x) *T_x^{n+1} \\ -0,5(B_x - A_x) *T_{x-1}^{n+1} \end{array} = \left\{ \begin{array}{l} T_x^n + 0,5A_x(T_{x+1}^n - T_{x-1}^n) + 0,5B_x(T_{x+1}^n - 2T_x^n + T_{x-1}^n) \\ + A_y(T_{y+1}^n - T_{y-1}^n) + B_y(T_{y+1}^n - 2T_y^n + T_{y-1}^n) \\ + A_z(T_{z+1}^n - T_{z-1}^n) + B_z(T_{z+1}^n - 2T_z^n + T_{z-1}^n) \end{array} \right\} \quad (A5.6)$$

Puis pour l'étape suivant y :

$$\begin{array}{l} -0,5(B_y + A_y) **T_{y+1}^{n+1} \\ + (1 + B_y) **T_y^{n+1} \\ -0,5(B_y - A_y) **T_{y-1}^{n+1} \end{array} = \left\{ \begin{array}{l} T_x^n + 0,5A_x(T_{x+1}^n - T_{x-1}^n + *T_{x+1}^{n+1} - *T_{x-1}^{n+1}) \\ + 0,5B_x(T_{x+1}^n - 2T_x^n + T_{x-1}^n + *T_{x+1}^{n+1} - 2*T_x^{n+1} + *T_{x-1}^{n+1}) \\ + 0,5A_y(T_{y+1}^n - T_{y-1}^n) + 0,5B_y(T_{y+1}^n - 2T_y^n + T_{y-1}^n) \\ + A_z(T_{z+1}^n - T_{z-1}^n) + B_z(T_{z+1}^n - 2T_z^n + T_{z-1}^n) \end{array} \right\} \quad (A5.7)$$

Enfin, pour l'étape suivant z :

$$\begin{array}{l} -0,5(B_z + A_z) T_{z+1}^{n+1} \\ + (1 + B_z) T_z^{n+1} \\ -0,5(B_z - A_z) T_{z-1}^{n+1} \end{array} = \left\{ \begin{array}{l} T_x^n + 0,5A_x(T_{x+1}^n - T_{x-1}^n + *T_{x+1}^{n+1} - *T_{x-1}^{n+1}) \\ + 0,5B_x(T_{x+1}^n - 2T_x^n + T_{x-1}^n + *T_{x+1}^{n+1} - 2*T_x^{n+1} + *T_{x-1}^{n+1}) \\ + 0,5A_y(T_{y+1}^n - T_{y-1}^n + **T_{y+1}^{n+1} - **T_{y-1}^{n+1}) \\ + 0,5B_y(T_{y+1}^n - 2T_y^n + T_{y-1}^n + **T_{y+1}^{n+1} - 2**T_y^{n+1} + **T_{y-1}^{n+1}) \\ + 0,5A_z(T_{z+1}^n - T_{z-1}^n) + 0,5B_z(T_{z+1}^n - 2T_z^n + T_{z-1}^n) \end{array} \right\} \quad (A5.8)$$

avec les coefficients : (A5.9)

$$A_x = \frac{\Delta t(k_e(T_{x+1}^n, s_{x+1}) - k_e(T_{x-1}^n, s_{x-1}))}{4\rho c_p \Delta x^2}, \quad A_y = \frac{\Delta t(k_e(T_{y+1}^n, s_{y+1}) - k_e(T_{y-1}^n, s_{y-1}))}{4\rho c_p \Delta y^2}, \quad A_z = \frac{\Delta t(k_e(T_{z+1}^n, s_{z+1}) - k_e(T_{z-1}^n, s_{z-1}))}{4\rho c_p \Delta z^2}$$

$$\text{et :} \quad B_x = \frac{k_e(T_x^n, \mathbf{s}) \Delta t}{\rho f_v c_p \Delta x^2}, \quad B_y = \frac{k_e(T_y^n, \mathbf{s}) \Delta t}{\rho c_p \Delta y^2}, \quad B_z = \frac{k_e(T_z^n, \mathbf{s}) \Delta t}{\rho c_p \Delta z^2} \quad (A5.10)$$

La résolution de ces 3 systèmes matriciels, permettant de calculer l'évolution temporelle de la température en tous points du domaine, demande uniquement l'inversion de matrices tri-diagonales pouvant être rapidement effectuées à l'aide de la méthode du double-balayage de Cholesky.



FOLIO ADMINISTRATIFTHESE SOUTENUE DEVANT L'INSTITUT NATIONAL DES SCIENCES APPLIQUEES  
DE LYON

NOM : LE FOLL

DATE de SOUTENANCE : 11/09/14

(avec précision du nom de jeune fille, le cas échéant)

Prénoms : Sébastien

TITRE : MODELISATION DU COUPLAGE CONDUCTION/RAYONNEMENT DANS LES SYSTEMES DE PROTECTION THERMIQUE SOUMIS A DE TRES HAUTS NIVEAUX DE TEMPERATURES

NATURE : Doctorat

Numéro d'ordre : 2014ISAL0079

Ecole doctorale : MEGA

Spécialité : Thermique et Energétique

## RESUME :

Les travaux présentés dans cette thèse CIFRE financée par AIRBUS Defence & Space s'intègrent dans une problématique de développement de nouveaux Systèmes de Protection Thermique (TPS) pour l'entrée atmosphérique. Ils se focalisent sur l'étude du transfert radiatif dans la zone d'ablation du TPS et son couplage avec le transfert conductif au travers de la matrice fibreuse de faible densité. Pour réaliser cette étude, il a été nécessaire d'évaluer les propriétés thermiques de ces matériaux, notamment les propriétés radiatives qui, contrairement aux conductivités thermiques, demeurent mal connues. La première étape de cette étude a donc visé à caractériser les propriétés optiques et radiatives de certains matériaux fournis par AIRBUS Defence & Space et par le CREE Saint-Gobain. Pour réaliser ces caractérisations, nous avons développé une méthode originale d'identification des propriétés radiatives basée sur des mesures de l'émission propre. Les spectres d'émission à haute température, réalisés sur des échantillons en fibre de silice ou en feutre de carbone nécessaires à l'identification, sont obtenus sur un banc de spectrométrie FTIR développé lors de ces travaux. Les échantillons sont chauffés à haute température à l'aide d'un laser CO<sub>2</sub> et un montage optique permet de choisir entre la mesure du flux émis par l'échantillon ou un corps noir servant à l'étalonnage du banc. L'identification des propriétés repose sur la modélisation des facteurs de distribution du rayonnement calculés à l'aide d'une méthode de lancé de rayons Monte Carlo utilisant la théorie de Mie pour un cylindre infini pour le calcul des propriétés radiatives. Les températures identifiées sont comparées aux températures mesurées par pyrométrie au point de Christiansen dans le cas de la silice et montrent un bon accord avec ces dernières. Enfin la dernière partie de ce document est consacrée au couplage conduction-rayonnement dans ce type de milieu. Les échantillons ayant une très forte extinction, le modèle utilisé repose sur la définition d'une conductivité équivalente de Rosseland pour traiter les transferts radiatifs volumiques et ainsi simuler les champs de température au sein des échantillons dans les conditions de chauffage utilisées lors de l'identification.

**Confidentiel : informations relatives au matériau AIRBUS defence & space**

Dans le cas de la silice, cependant, les températures prédites par le modèle utilisant la conductivité équivalente de Rosseland, sont nettement supérieures à celles obtenues par identification ou par pyrométrie au point de Christiansen. Le fait que la conductivité équivalente de Rosseland ne fasse pas la distinction entre une forte extinction due à la diffusion ou à l'absorption est probablement la cause de cette différence. Enfin, le facteur d'émission étant fortement dépendant du champ de température il est difficile de l'utiliser pour calculer l'émissivité de l'échantillon.

MOTS-CLES : équation du transfert radiatif, émissions hautes températures, spectrométrie FTIR, identification des propriétés radiatives et du champ de température, carbone, silice, couplage conduction rayonnement.

Laboratoire (s) de recherche : CETHIL (Centre d'Energétique et de Thermique de Lyon)

Directeur de thèse : Agnès DELMAS

Président de jury : Jean-Luc BATTAGLIA

## Composition du jury :

|                       |                                    |                       |
|-----------------------|------------------------------------|-----------------------|
| M. Jean-Luc BATTAGLIA | Université de Bordeaux, TREFLE     | Président             |
| M. Pascal BOULET      | Université de Lorraine, LEMTA      | Rapporteur            |
| M. Philippe LE MASSON | Université de Bretagne Sud, LIMATB | Rapporteur            |
| Mme. Agnès DELMAS     | INSA de Lyon, CETHIL               | Directrice de thèse   |
| M. Frédéric ANDRE     | CNRS, CETHIL                       | Co-directeur de thèse |
| M Jacques JAY         | INSA de Lyon, CETHIL               |                       |
| M. Yvan ASPA          | AIRBUS DEFENCE & SPACE             |                       |
| M. Jean-Marc BOUILLY  | AIRBUS DEFENCE & SPACE             |                       |