



**HAL**  
open science

**Ablation de matériaux carbonés sous très haut flux :  
étude multiphysique de l'interaction  
matériau/écoulement**

Cyril Levet

► **To cite this version:**

Cyril Levet. Ablation de matériaux carbonés sous très haut flux : étude multiphysique de l'interaction matériau/écoulement. Autre. Université de Bordeaux, 2017. Français. NNT : 2017BORD0566 . tel-01528576

**HAL Id: tel-01528576**

**<https://theses.hal.science/tel-01528576v1>**

Submitted on 29 May 2017

**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.

THÈSE PRÉSENTÉE  
POUR OBTENIR LE GRADE DE  
**DOCTEUR DE**  
**L'UNIVERSITÉ DE BORDEAUX**

ÉCOLE DOCTORALE DES SCIENCES CHIMIQUES  
PHYSICO-CHIMIE DE LA MATIÈRE CONDENSÉE

Par Cyril LEVET

**ABLATION DE MATÉRIAUX CARBONÉS SOUS TRÈS HAUT  
FLUX : ÉTUDE MULTI PHYSIQUE DE L'INTERACTION  
MATÉRIAU/ÉCOULEMENT**

Sous la direction de : Gérard VIGNOLES

Soutenue le 05 avril 2017

Membres du jury :

M. VARDELLE, Michel  
Mme. LEYLAND, Pénélope  
M. AUPOIX, Bertrand  
M. BERNARD, Stéphane  
M. VIGNOLES, Gérard  
M. MATHIAUD, Julien  
M. COUZI, Jacques

Professeur, Université de Limoges  
Coordinatrice de projet, EPFL, Lausanne  
Directeur de recherche, ONERA  
Ingénieur-chercheur, CEA  
Professeur, Université de Bordeaux  
Ingénieur-chercheur, CEA  
Ingénieur-chercheur, CEA

Président  
Rapporteur  
Rapporteur  
Examineur  
Examineur  
Invité



## Titre : Ablation de matériaux carbonés sous très haut flux : étude multi physique de l'interaction matériau/écoulement

### Résumé

La nécessité de protéger les véhicules de rentrée atmosphérique a conduit à la sélection des matériaux carbonés pour les applications les plus extrêmes [1, 2]. Au vu du coût prohibitif des essais en conditions réelles [1], la simulation permet de prédire et comprendre le comportement du matériau lors de la rentrée atmosphérique.

Les modèles de l'ablation du carbone n'ont cessé de se complexifier [1, 3, 4, 5, 6]. Cependant, ils ne donnent pas de descriptions fines de la surface du matériau. C'est pour remédier à cela que plusieurs études ont été lancées au Laboratoire des Composites Thermostructuraux (LCTS) [7, 8]. Le Plasmatron du VKI est le moyen à haut flux de chaleur et à haute vitesse utilisé pour cette thèse [9, 10]. Dans cette étude, des échantillons sont testés sous des flux de chaleur allant jusqu'à  $2800 \text{ kW/m}^2$ . Ces essais sur le composite 3D carbone/carbone ( $C_f/C$ ) ont mené à des résultats très intéressants sur la morphologie du composite lors de l'ablation.

Le four à image d'arc est le moyen à très haut flux de chaleur et à convection nulle utilisé au cours de cette thèse. Des flux de chaleurs de  $10 \text{ MW m}^{-2}$  ont pu être appliqués à des échantillons de 3D  $C_f/C$ . Les observations MEB couplées à la reconstruction numérique du four ont permis de noter les différences entre l'oxydation et la sublimation du composite.

Un code de diffusion/ablation est développé depuis plusieurs années au LCTS [7, 11, 12, 13, 14] : *AMA*. Il permet de simuler l'ablation d'un matériau en carbone. Ce code a été validé par J. Lachaud sans prise en compte de l'écoulement [7]. Un nouveau couplage avec le code *Open-Foam* [15] a été développé et validé.

Le code *AMA* a été utilisé afin de déterminer les paramètres influençant la rugosité du 3D  $C_f/C$  sous un écoulement laminaire.

**Mots clés :** ablation ; carbone ; marches aléatoires ; Monte-Carlo ; Marching Cube simplifié ; Plasmatron ; four à image d'arc.

**Titre : Ablation of carbonaceous materials under high flux :  
multi physics study of the interaction between the material and  
the flow**

**Abstract**

Carbonaceous materials have been selected to protect atmospheric re-entry vehicles under the most extremes conditions [1, 2]. Because real flight experiments are very expensive [1], simulation is an important means to predict and understand the material behaviour during atmospheric re-entry.

The models of carbonaceous materials ablation have become more and more complex [1, 3, 4, 5, 6]. However, they are not accurate to describe finely the material surface. To find a solution to this problem, several studies have been conducted at the Laboratoire des Composites Thermostructuraux (LCTS) [7, 8].

The Plasmatron of the VKI is the experimental means which has been used in this doctoral thesis. It can reach moderately high heat flux under high speed flow [9, 10]. In this study, several samples have been tested under an heat flux up to  $2800 \text{ kW/m}^2$ . These tests on the 3D carbon/carbon ( $C_f/C$ ) composite have given very interesting results about the material morphology during ablation.

An arc image furnace, which can reach very high heat flux but without important flow field, has been used during this doctoral study. 3D  $C_f/C$  samples have been ablated under heat flux up to  $10 \text{ MW m}^{-2}$ . SEM observations with the help of a numerical simulation of the furnace, have put the differences between oxidation and sublimation forward.

A diffusion/ablation code has been developed at LCTS for several years [7, 11, 12, 13, 14] : *AMA*. This piece of software is designed to simulate the ablation of a carbonaceous material. It has been validated without flow field by J. Lachaud [7]. A new coupling method between *AMA* and *Open-Foam* [15] has been developed and validated.

Finally, *AMA* has been used to point out the parameters which drive the 3D  $C_f/C$  surface recession under laminar flow field.

**Keywords :** ablation ; carbon ; Monte Carlo random walk ; Simplified Marching Cube ; Plasmatron ; arc image furnace.

**Unité de recherche**

Laboratoire des composites thermostructuraux, UMR5801, 3 allée de la Boétie, 33600 Pessac.

## Remerciements

Les travaux de thèse présentés dans ce mémoire ont été réalisés au sein du Laboratoire des Composites Thermostructuraux (LCTS) de Pessac. Ils ont été financés par le Commissariat à l’Energie Atomique et aux Energies Alternatives (CEA).

Je tiens à remercier Francis Teyssandier de m’avoir accueilli dans son laboratoire et Gérard Vignoles d’avoir accepté de diriger cette thèse et pour avoir toujours su la faire avancer dans la bonne direction. Mes remerciements vont aussi à mes encadrants CEA qui m’ont toujours aidés dans la réalisation de ce dur labeur. Jean-François Epherre fut le premier et il a mis cette thèse sur de bons rails avant de passer la main à Jacques Couzi et Julien Mathiaud qui ont toujours su trouver les bonnes idées tout au long de ce travail. Leur encadrement rapproché m’a été précieux.

Mes remerciements vont à tous ceux qui ont permis la réussite de ce travail. Au sein du LCTS, je souhaite remercier Guillaume Couegnat sans qui AMA et AMAV n’auraient pas été ce qu’ils sont aujourd’hui. Mes sincères remerciements vont aussi à Muriel Alrivie qui a réalisé toutes les images MEB présentes dans ce mémoire et m’a aidé à la caractérisation post-essais du matériau. Les essais au CEA/CESTA n’auraient pas été possibles sans le travail de Pierre Bordenave que je remercie chaleureusement pour le temps passé sur la définition du système de contrôle de l’écoulement du four à image d’arc. Au sein du CEA/CESTA, je remercie aussi Virginie Ducamp et Régis Memes qui ont participé à la conception, mis au point l’installation et réalisé les essais. Enfin, je remercie toutes les personnes ayant travaillé sur les essais au Plasmatron du VKI, Jean-Baptiste Gouriet, Pascal Collin, Berndt Helber et Olivier Chazot. Les discussions autour des essais Plasmatron ont été d’un grand intérêt pour ce mémoire. Je remercie aussi Zuheyr Alsalihi du VKI pour avoir fourni les simulations de l’écoulement au Plasmatron.

Je tiens à remercier tous les doctorants du LCTS avec qui j’ai passé de très bons moments. Plus particulièrement, j’aimerais remercier Pierre Blaineau, post-doctorant au laboratoire, qui a fait progresser AMA à grande vitesse et y a trouvé de nombreux bogues et Xavier Lamboley qui va maintenant prendre ma suite sur le sujet.

Je remercie très chaleureusement mes parents pour m’avoir toujours soutenu lors de mes études ainsi que mon frère. Je remercie tout particulièrement Emilie pour avoir été constamment à mes côtés au cours de ces trois années.

Des flots ondoyants  
que déroulent les algues  
par mille brasses de fond  
la croissance à l'avenir  
n'aura que moi pour témoin

Le Dit du Genji, Murasaki Shikibu, 11ème siècle

# Table des matières

<b>Table des matières</b>	<b>7</b>
<b>1 Introduction</b>	<b>15</b>
1.1 Contexte de la thèse . . . . .	15
1.2 Plan du mémoire . . . . .	21
<b>2 Cadre de l'étude</b>	<b>23</b>
2.1 Modèles de l'ablation du carbone . . . . .	23
2.2 Moyens expérimentaux . . . . .	36
2.3 Objectifs de la thèse . . . . .	41
2.4 Démarche scientifique . . . . .	42
<b>3 Essais à haute vitesse d'écoulement</b>	<b>55</b>
3.1 Introduction . . . . .	55
3.2 Experimental techniques . . . . .	56
3.3 Results . . . . .	61
3.4 Discussion . . . . .	79
3.5 Partial Conclusion . . . . .	83
<b>4 Etude de l'ablation par sublimation sous faible écoulement</b>	<b>85</b>
4.1 Introduction . . . . .	85
4.2 Description du moyen . . . . .	85
4.3 Simulation du four à image d'arc . . . . .	89
4.4 Résultats . . . . .	102
4.5 Conclusion partielle . . . . .	112
<b>5 Implémentation et validation d'un moyen de calcul numérique</b>	<b>113</b>
5.1 Introduction . . . . .	113
5.2 Numerical method and Models . . . . .	114
5.3 AMA and AMAV software . . . . .	115
5.4 Validation and results . . . . .	118
5.5 Partial conclusion . . . . .	131
<b>6 Simulation des essais d'ablation</b>	<b>133</b>



6.1	Introduction . . . . .	133
6.2	Méthodologie . . . . .	133
6.3	Influence du nombre de Péclet sur la récession . . . . .	134
6.4	Récession d'une fibre . . . . .	141
6.5	Récession du 3D $C_f/C$ . . . . .	144
6.6	Conclusion partielle . . . . .	155
<b>7</b>	<b>Conclusion</b>	<b>157</b>
	<b>Bibliographie</b>	<b>161</b>

# Nomenclature

## Acronymes

*AMA* Ablation Marche Aléatoire

*AMAV* Ablation Marche Aléatoire Vent

*C<sub>f</sub>/C* Composite en fibre de carbone renforcé par une matrice de carbone

*CEA* Commissariat à l'Energie Atomique et aux Energies Alternatives

*CESTA* Centre d'Etudes Scientifiques et Techniques d'Aquitaine

*CMC* Composite à matrice céramique

*CNRS* Centre National de la Recherche Scientifique

*HB* Horizontal Bundle, fil horizontal

*HS* Hemispherical Sample, échantillon hémisphérique

*JP* Jet de Plasma

*LCTS* Laboratoire des Composites Thermostructuraux

*MC/RW* Monte-Carlo/Random Walk

*MEB* Microscope Electronique à Balayage

*MO* Matrix Octet, octet de matrice

*PANT* Passive Nosetip Technology Program

*SEM* Scanning Electron Microscopy, Microscopie Electronique à Balayage

*SMC* Simplified Marching Cube

*ST* Standard

*TPM* Thermal Protection Material, Matériau de protection thermique

*TPS* Thermal Protection System, Système de protection thermique

*VB* Vertical Bundle, fil vertical

*VKI* von Karman Institute

*VOF* Volume of Fluid

### Lettres grecques

$\alpha$	Coefficient de convection, $\text{kg m}^{-2} \text{s}^{-1}$
$\alpha_0$	Coefficient de convection sans injection de masse, $\text{kg m}^{-2} \text{s}^{-1}$
$\alpha_i$	Coefficients de Dolton
$\alpha_{th}$	Diffusivité thermique, $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$
$\beta$	Radial velocity gradient at the wall, $\text{s}^{-1}$
$\Delta H$	Variation d'enthalpie due aux transformations physico-chimiques du solide, J
$\Delta r_w$	Longueur moyenne du dernier pas de la marche aléatoire avant l'impact sur la surface, m
$\delta r_w$	Longueur du dernier pas de marche avant l'impact sur la surface, m
$\Delta t$	Pas de temps, s
$\delta$	Epaisseur de couche limite, mm
$\dot{\gamma}$	Taux de cisaillement, $\text{s}^{-1}$
$\epsilon$	Emissivité
$\gamma$	Facteur de correction sur la longueur de réaction
$\lambda$	Conductivité thermique, $\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$
$\mu$	Viscosité dynamique, $\text{kg m}^{-1} \text{s}^{-1}$
$\nu'$	Coefficient stoechiométrique pour un réactif
$\nu''$	Coefficient stoechiométrique pour un produit
$\nu_{ij}$	Nombres d'atomes de $i$ dans l'élément $j$
$\Phi$	Densité de flux de chaleur, $\text{W m}^{-2}$
$\rho$	Masse volumique, $\text{kg m}^{-3}$
$\sigma$	Constante de Stefan-Boltzmann, $\text{W m}^{-2} \text{K}^{-4}$
$\sigma_M$	Standard deviation, écart type
$\tau$	Durée d'un essai, s
$\theta$	Epaisseur de quantité de mouvement, m
$\tilde{\omega}$	Taux massique de production par unité de volume, $\text{kg m}^{-3} \text{s}^{-1}$
$v$	Volume molaire, $\text{m}^3 \text{mol}^{-1}$

### Indices et exposants

0	Valeur de référence
$\infty$	Valeur à l'infini amont
<i>a</i>	Activation
<i>ana</i>	Analytical values, analytique
<i>b</i>	Backward, inverse
<i>c</i>	Composant
<i>d</i>	Dynamic, dynamique
<i>dl</i>	Diffusion limited values, limité par la diffusion
<i>e</i>	Bord de la couche limite
<i>eff</i>	Effective value, effectif
<i>exp</i>	Experimental values, expérimental
<i>f</i>	Flight quantity, en vol
<i>het</i>	Réaction hétérogène
<i>i, j</i>	Chemical specie, espèce chimique
<i>oxi</i>	Oxydation
<i>p</i>	Paroi
<i>red</i>	Valeur réduite
<i>s</i>	Statique
<i>simu</i>	Valeur simulée
<i>subli</i>	Sublimation
<i>t</i>	Test quantity, test
<i>tot</i>	Total

**Lettres latines**

$\bar{M}$	Masse molaire, $\text{kg mol}^{-1}$
$\bar{p}$	Pression de vapeur saturante, Pa
$\dot{d}_{jp}$	Débit massique d'un Jet de Plasma, $\text{kg s}^{-1}$
$\dot{m}$	Taux de perte de masse du solide, $\text{kg m}^{-2} \text{s}^{-1}$
$\dot{m}$	Taux massique d'ablation, $\text{kg m}^{-2} \text{s}^{-1}$
$\dot{q}$	Flux de convection à la paroi, $\text{MW m}^{-2}$
$\dot{q}_{cond}$	Flux de conduction dans le matériau, $\text{W m}^{-2}$

$\dot{q}_{cw}$	Cold wall stagnation point heat flux, flux de chaleur sur paroi froide, $\text{W m}^{-2}$
$\dot{r}$	Sample recession rate, vitesse de récession, $\mu\text{m s}^{-1}$
$\tilde{r}$	Dimensionless recession rate
$\tilde{C}_i$	Concentration massique de l'espèce $i$ , $\text{kg m}^{-3}$
$\vec{n}$	Normale sortante du solide
$\vec{v}$	Vitesse de récession de la surface, $\text{m s}^{-1}$
$\vec{v}_{gaz}$	Vitesse du gaz, $\text{m s}^{-1}$
$A$	Facteur pré-exponentiel
$a$	Diffusivité thermique, $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$
$B'$	Taux d'injection de masse
$C$	Concentration molaire, $\text{mol m}^{-3}$
$c_p$	Capacité thermique massique, $\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$
$D$	Coefficient de diffusion, $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$
$D_i$	Coefficient de diffusion de l'espèce $i$ , $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$
$Da$	Nombre de Damköhler
$Ea$	Energie d'activation, $\text{J mol}^{-1}$
$h$	Enthalpie, J
$H_a$	Enthalpie athermane, J
$h_{jp}$	Enthalpie génératrice moyenne d'un Jet de Plasma, J
$ht$	Coefficient de transfert thermique, $\text{W m}^{-2} \text{K}^{-1}$
$J$	Densité de flux molaire, $\text{mol m}^{-2} \text{s}^{-1}$
$K$	Rapport des constantes de réactivité
$k$	Constante de réaction hétérogène, $\text{m s}^{-1}$
$l_R$	Hauteur de rugosité, m
$Le$	Nombre de Lewis
$nb$	Number of measurements points, nombre de points de mesure
$P$	Pressure, Pa
$p$	Pression partielle, Pa
$Pé$	Nombre de Péclet
$P_s$	Probabilité de collage gaz/solide

$P_{jp}$	Pression génératrice d'un Jet de Plasma, Pa
$P_{lampe}$	Puissance d'une lampe de four à image d'arc, W
$Pr$	Nombre de Prandtl
$R$	Constante des gaz parfaits, $J mol^{-1} K^{-1}$
$R_a$	Rugosité Moyenne
$R_f$	Rayon de la fibre, m
$Re_\theta$	Nombre de Reynolds de quantité de mouvement
$S(x, y, z, t)$	Equation représentant une surface
$Sh_f$	Nombre de Sherwood de la fibre
$St$	Nombre de Stanton
$T$	Température, K
$t_{stat}$	Temps mis pour atteindre l'état stationnaire, s
$v$	Vitesse radiale, $m s^{-1}$
$X$	Symbole chimique
$x$	Coordonnée axiale, m
$y$	Radial coordinate, coordonnée radiale, m
$z$	Coordonnée normale à la surface, m



# Chapitre 1

## Introduction

### 1.1 Contexte de la thèse

#### 1.1.1 Contexte historique de l'ablation

Les débuts des programmes spatiaux et balistiques durant les années 1950 ont vu naître le besoin de protéger les véhicules des conditions extrêmes d'une rentrée atmosphérique. Différentes classes de systèmes de protection thermique (Thermal Protection System ou TPS) ont depuis vu le jour. Parmi ces matériaux de protection thermique (Thermal Protection Material ou TPM), les matériaux céramiques ont rapidement été mis en avant du fait de leur bonne résistance à la chaleur et de leur légèreté comparés aux alliages métalliques comme le tungstène. Deux types de TPM ont émergé : les matériaux non-ablatifs et les ablatifs, qui perdent une partie de leur masse de façon contrôlée lors de la rentrée. Les composites en carbone/carbone, qui sont des TPM ablatifs, se sont imposés comme les seuls matériaux capables de résister aux rentrées les plus sévères (i.e les missions interplanétaires de retour d'échantillons et les rentrées balistiques). Leur arrivée, ainsi que celle d'autres composites à matrice céramique (CMC) a amené l'avènement d'une recherche approfondie et spécifique pour le perfectionnement de leur élaboration et pour leur étude [16]. C'est dans ce contexte que le Laboratoire des Composites Thermostructuraux (LCTS) a été créé en 1988. Il s'agit d'une Unité Mixte de Recherche (UMR 5801) regroupant le Centre National de la Recherche Scientifique (CNRS), l'Université de Bordeaux, le groupe Safran et le Commissariat à l'Énergie Atomique et aux Énergies Alternatives (CEA).

Au vu du coût prohibitif d'essais en conditions réelles, le besoin de modélisation de l'ablation des TPM s'est fait sentir dès les années 1970 [3]. Ces modèles permettent, entre autres, le dimensionnement des TPS qui est un facteur clef car il conditionne le poids de charge utile que pourra emporter le véhicule de rentrée atmosphérique. Avec l'accroissement des capacités de calcul, les modèles d'ablation n'ont eu de cesse de se complexifier afin de mieux décrire les nombreux phénomènes mis en jeu. Récemment, de nouveaux modèles tentent



de décrire l’ablation à l’échelle microscopique [4] et c’est dans ce contexte que cette thèse a été financée par le CEA.

### 1.1.2 Contexte industriel de l’ablation

Les composites Carbone/Carbone 3D (3D  $C_f/C$ ) sont fréquemment employés comme matériaux thermostructuraux car leurs propriétés sont conservées jusqu’à 1700 K [17]. Ces composites possèdent plusieurs avantages [18] :

- une bonne tenue mécanique à haute température au vu de leur densité,
- un faible coefficient de dilatation,
- la possibilité d’usiner des pièces de grande taille et de forte épaisseur.

Ces propriétés amènent ces matériaux à être utilisés dans divers domaines tel que :

- la rentrée atmosphérique [1, 7, 19],
- la propulsion solide [8, 18, 20],
- le freinage aéronautique [2],
- les réacteurs à fusion nucléaire (projet ITER) [21, 22].

Cependant, étant constitués de carbone sous forme graphitique, ils s’oxydent dès 500 °C [19] puis se nitrurent sous l’action de l’azote atomique et se subliment aux environs de 2700 K. Qui plus est, ils sont susceptibles de s’éroder mécaniquement sous les contraintes de l’écoulement. Ces phénomènes sont regroupés sous le terme générique d’ablation. Sur le plan thermique, si l’oxydation du carbone est exothermique, la sublimation est, elle, endothermique. C’est pourquoi les phénomènes d’ablation sont globalement endothermiques pour les hautes températures [11] où la perte de masse par sublimation domine. Ils participent ainsi à la réduction du flux thermique traversant le matériau et jouent un rôle primordial dans la protection des véhicules de rentrée. L’ablation se traduit par un recul de la paroi et une modification de l’état de surface du matériau avec l’apparition de rugosités qui influent la transition laminaire/turbulent de la couche limite [23, 24]. Le choix et la définition de l’épaisseur des TPM sont donc des paramètres clef dans la fabrication des TPS car des erreurs de prédiction peuvent être fatales au véhicule de rentrée tandis qu’un TPS trop épais limite le volume de la charge utile.

Le matériau étudié est un 3D  $C_f/C$  composé de carbone turbostratique [25]. Par rapport au carbone graphitique, le carbone turbostratique se définit par un arrangement moins ordonné des plans de graphène à l’intérieur des pseudo-grains cristallins, les cristallites [7]. Les empilements parallèles de plans de graphène dans les cristallites sont appelés *domaines cohérents* [26] (Figure 1.1). L’ordre cristallin entre les feuillets de graphène n’étant plus strictement respecté, la distance moyenne qui sépare les feuillets est supérieure à celle du graphite. De plus, les divers cristallites ayant des orientations relatives aléa-

toires, la texture du matériau peut être plus ou moins anisotrope.

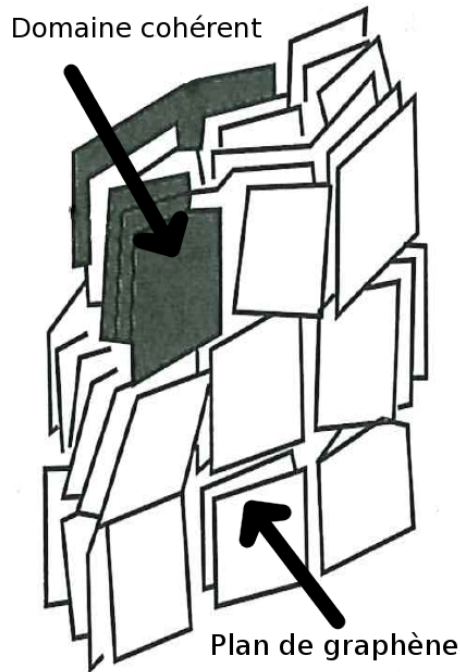
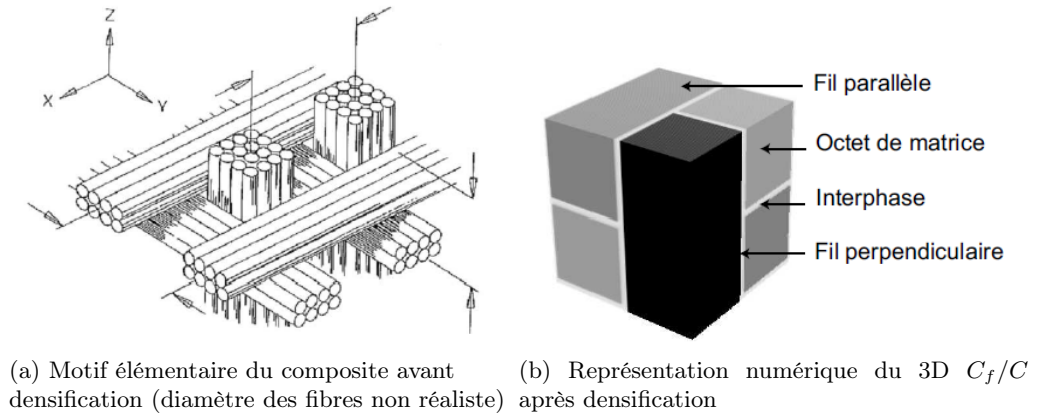


FIGURE 1.1 – Schéma de la structure d’une cristallite dans un carbone turbostratique [26].

Le composite 3D  $C_f/C$  utilisé pour cette thèse est fabriqué à partir de fibres de carbone ex-PAN (PolyAcryloNitrile) et d’une matrice en carbone ex-brai [7, 12]. Plusieurs milliers de fibres sont liées entre elles par de la matrice. Elles forment alors un fil (ou *bundle* ou *baguette*) unidirectionnel. Les fils sont ensuite disposés en un motif élémentaire orthogonal répété par translation sur un réseau cubique (Figure 1.2a). Cela crée alors un réseau de macro-pores que l’on nommera *octet* dans ce mémoire. Ces octets sont alors partiellement remplis par imprégnation d’une matrice de carbone ex-brai puis le composite est carbonisé et graphité (Figure 1.2b). Il se forme alors une fine interface très réactive entre les fils et les octets. Les composants mésoscopiques du 3D  $C_f/C$  (fibre, matrice, interface), bien que tous composés de carbone turbostratique, ont des origines très diverses et donc des structures différentes [27, 28, 29]. La réactivité intrinsèque va donc être différente lors de l’ablation de ces trois composants. Cela va influencer sur la récession locale du 3D  $C_f/C$  et peut conduire à l’apparition de rugosités et de couplages complexes entre les différents constituants et l’écoulement.

Ce matériau est créé pour supporter les conditions sévères rencontrées lors

FIGURE 1.2 – Motif élémentaire du 3D  $C_f/C$  [7].

d'une rentrée atmosphérique en terme de flux thermique et contraintes thermo-mécaniques. En fonction des missions et des conditions de rentrée différentes, plusieurs types de matériaux de protection thermique sont nécessaires (Figure 1.3). Les conditions très sévères sont difficiles à reproduire lors d'essais au sol et ont conduit au développement d'outils de simulation toujours plus performants [1, 3, 4, 12]. La recherche de nouveaux modèles d'ablation et l'amélioration des modèles existants demeure donc, toujours un sujet d'actualité.

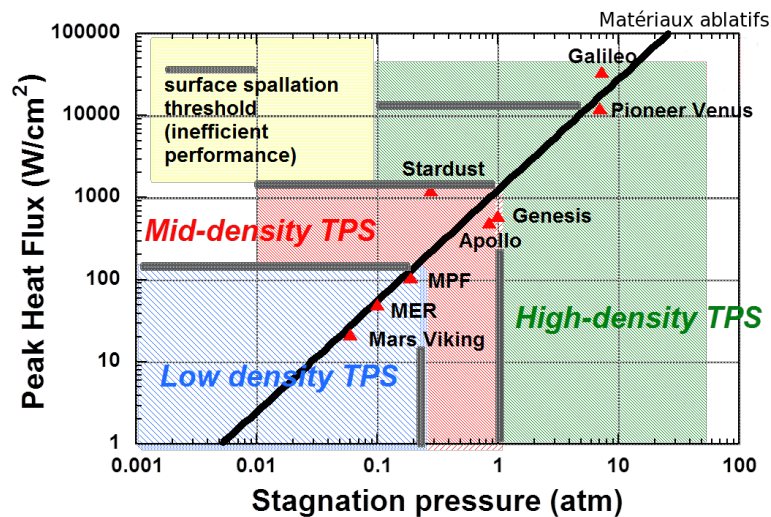


FIGURE 1.3 – Conditions de rentrée pour différentes missions types (©NASA).

### 1.1.3 Contexte scientifique de l'ablation

Le perfectionnement des matériaux et leur utilisation dans des applications thermostructurales nécessitent une compréhension aussi précise que possible de leur comportement, ceci afin de dimensionner au mieux les pièces et de comprendre et améliorer les points faibles de ces matériaux. Les tendances phénoménologiques ont bien été étudiées du point de vue du fluide pour la propulsion [30], la rentrée atmosphérique [1] et le comportement en confinement magnétique du plasma dans les Tokamaks (ITER) [31, 32]. Cependant, le comportement complexe du composite en carbone n'est que partiellement maîtrisé et n'a été étudié de façon plus poussée qu'au cours des dernières années [7, 11, 12, 13, 14, 33, 34, 35]. Les progrès constants des moyens informatiques et des logiciels associés incitent à rendre les modèles de plus en plus complexes et à simuler le comportement du TPM à des échelles toujours plus petites afin de donner une description précise du composite lors de l'ablation. L'ablation du 3D  $C_f/C$  est connue pour conduire, entre autres, à des rugosités typiques qui influencent les autres phénomènes (Figure 1.4) :

- l'inhomogénéité de surface provoque une ablation différenciée qui est fortement couplée avec la couche limite fluide,
- la rugosité conduit à un comportement du matériau complexe où la réactivité effective du composite n'est pas donnée par une moyenne arithmétique de celle de ces composants [36],
- dans les cas où le taux de cisaillement est conséquent (propulsion, rentrée atmosphérique), la rugosité peut favoriser l'érosion mécanique,
- dans le cas de la rentrée atmosphérique, la rugosité favorise la transition laminaire/turbulent dans la couche limite [37],
- de nouvelles rugosités, appelées *coups de gouge*, apparaissent lors de la transition ; puis des rugosités de turbulence, de quelques centaines de micromètres, se surimposent à ces dernières,
- le couplage entre turbulence et rugosités de surface peut amener le flux de chaleur reçu par le TPS à être fortement augmenté par rapport au flux laminaire [19].

La compréhension de l'interaction matériau/environnement est donc primordiale. Aujourd'hui, de nombreux essais au sol fournissent des données d'entrée pour des modèles macroscopiques d'ablation mais ne parviennent pas à représenter correctement les conditions de la rentrée atmosphérique (écoulement hypersonique,...). Si ces modèles prennent en compte le comportement complexe de l'écoulement, leur modélisation du matériau ablatif est encore limitée. Néanmoins, ceux-ci sont fonctionnels et permettent un calcul acceptable de l'ablation de la paroi. Cependant, le déclenchement de la transition vers la turbulence étant provoqué par un phénomène microscopique, les codes d'ablation actuels manquent de données afin de le prendre en compte correctement. Les modèles actuels sont souvent basés sur le critère de PANT (Passive

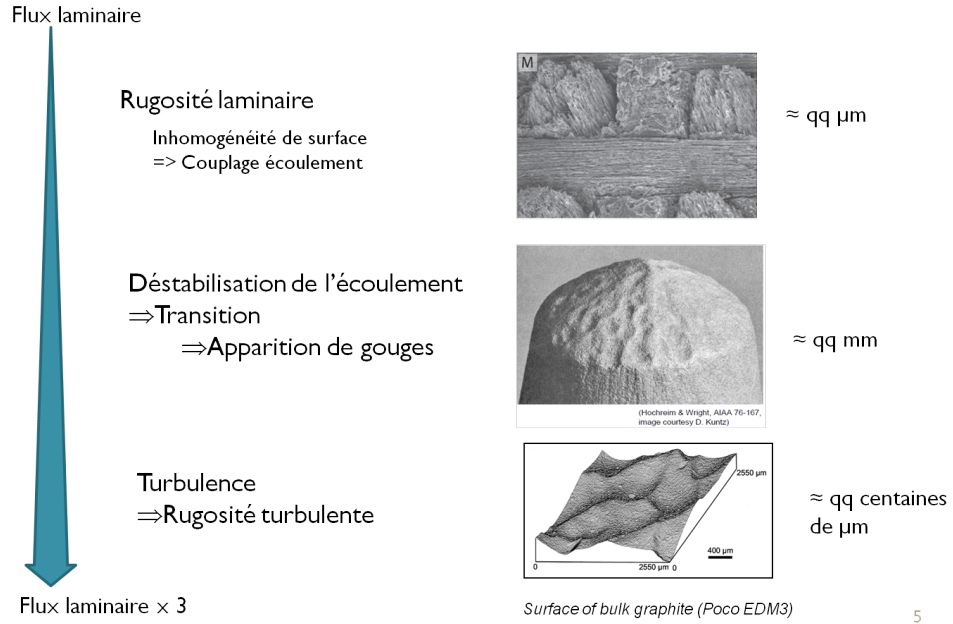


FIGURE 1.4 – Schéma du couplage des phénomènes de rugosité et d'écoulement dans la couche limite observé lors d'une rentrée atmosphérique.

Nosetip Technology Program), établi à partir des résultats d'expériences de soufflerie [38]. Le point de transition est donné par le critère d'Anderson qui est donc directement lié à une hauteur de rugosité  $l_R$  [39] :

$$Re_\theta = \left( \frac{l_R T_e}{\theta T_p} \right)^{0,7} = \begin{cases} 215 & \text{au point de transition} \\ 255 & \text{au point sonique} \end{cases} \quad (1.1)$$

où  $\theta$  est l'épaisseur de quantité de mouvement,  $Re_\theta$  est le nombre de Reynolds associé à la quantité de mouvement,  $T_e$  est la température au bord de la couche limite et  $T_p$  est la température de paroi. Si les modèles microscopiques ont connu un développement important ces dernières années [4, 14], il reste encore de nombreux mécanismes à intégrer afin de pouvoir les utiliser pour prédire l'ablation des TPM.

Le travail effectué sur cette thèse se concentre sur l'oxydation et la sublimation du 3D  $C_f/C$  en présence d'un écoulement laminaire. Il reprend un code d'ablation microscopique développé au LCTS [7, 13, 14] et y adjoint l'effet du couplage avec l'écoulement. Les expériences réalisées au cours de cette thèse ont pour but de fournir des données physiques et de validation pour le logiciel d'ablation. Les travaux numériques visent à intégrer un écoulement *macroscopique* avec le code d'ablation microscopique développé au laboratoire : *AMA* (Ablation Marches Aléatoires).

## 1.2 Plan du mémoire

Ce mémoire comporte 5 chapitres en excluant l'introduction et la conclusion générale. Les chapitres trois et cinq sont des articles (en anglais) enrichis de données propres à la thèse. Les autres chapitres n'ont pas encore fait l'objet d'articles et sont donc rédigés en français. Le plan du mémoire se présente de la manière suivante :

- I. Introduction
- II. Etude bibliographique
- III. Essais à haute vitesse d'écoulement
- IV. Etude de l'ablation par sublimation sous faible écoulement
- V. Implémentation et validation d'un moyen de calcul numérique de l'évolution des surfaces d'un matériau pendant son ablation
- VI. Simulation des essais d'ablation réalisés
- VII. Conclusion

Le chapitre II présente l'évolution de la modélisation de l'ablation ayant amené à la création du logiciel AMA. Il décrit les premiers modèles simplifiés d'ablation du carbone jusqu'aux modèles microscopiques les plus récents. Dans ce chapitre, les moyens d'essais utilisés pour l'ablation sont présentés. A la suite de cette étude, les objectifs de la thèse et la démarche scientifique suivie sont exposés.

Le troisième chapitre présente le moyen haut flux/haute vitesse, utilisé au cours de cette thèse : le Plasmatron du VKI. Des résultats expérimentaux sur l'ablation de composites 3D  $C_f/C$  et l'influence de l'écoulement sont discutés. Le quatrième chapitre décrit le four à image d'arc du CEA/CESTA et présente des résultats préliminaires sur la sublimation du 3D  $C_f/C$  dans ce moyen à très haut flux. La modélisation du moyen, la modification du four ainsi que la matrice d'essais sont mis en avant.

Dans le chapitre V le code *AMA* et les modèles utilisés sont rigoureusement décrits. Ce chapitre insistera sur la prise en compte de l'écoulement fluide dans le code d'ablation microscopique. Les résultats de validations numériques ainsi que l'adéquation d'*AMA* au besoin sont discutés.

Le sixième chapitre sera consacré aux modélisations des essais réalisés au VKI à différentes échelles : celle de la fibre de carbone et celle du motif élémentaire du composite. Les limites de ces modélisations et les pistes d'amélioration de l'outil numérique sont aussi discutées.

Une conclusion générale présentera les résultats obtenus au cours de ces trois années de thèse ainsi que les perspectives futures de la modélisation du 3D  $C_f/C$  telle que réalisée au LCTS.



## Chapitre 2

# Cadre de l'étude et démarche scientifique

La protection thermique des véhicules de rentrée atmosphérique est soumise à des environnements extrêmes mettant en jeu des pressions supérieures à 100 bars et des densités de flux de plusieurs dizaines à plusieurs centaines de mégawatts par mètre carré selon la zone sollicitée [1]. Les composites carbone/carbone ( $C_f/C$ ) sont les seuls dont les propriétés mécaniques sont conservées au delà de 1700 K et sont donc fréquemment employés comme TPM [1, 2]. Les études sur les TPM furent nombreuses durant la seconde moitié du vingtième siècle [1, 2, 38, 40] et le besoin de modélisation s'est présenté très rapidement. Ce chapitre donnera un aperçu des diverses études entreprises dans ce domaine.

### 2.1 Modèles de l'ablation du carbone

#### 2.1.1 Récapitulation des principaux phénomènes

Afin de calculer l'ablation d'une paroi soumise à un écoulement, les flux de chaleur arrivant sur celle-ci doivent être connus. Les flux résultant des processus physico-chimiques sont liés à des changements d'état (fusion et principalement sublimation) qui sont endothermiques, et à des réaction hétérogènes, en général exothermiques, menant à une volatilisation du carbone (oxydation, nitruration), ou à une recombinaison catalytique de radicaux à la surface. Ces processus sont mis en balance dans les bilans de masse d'espèces qui seront discutés dans les parties suivantes.

Le flux reçu par convection est très dépendant de la structure de l'écoulement et de l'intensité du taux de cisaillement qui y est présent. Ce dernier est une source de chaleur (par frottement interne) qui est loin d'être négligeable. Nous allons donc étudier ci-après la structure de cet écoulement en effectuant des



bilans de quantité de mouvement.

Lorsque l'on réalise un bilan d'énergie à la paroi, les flux suivants sont utilisés [3] :

- $\dot{q}_p$  le flux de convection reçu par la paroi,
- $\dot{q}_{cond}$  le flux de conduction de chaleur dans le matériau,
- $\dot{m}\Delta H$  le flux de chaleur dégagé par les transferts physico-chimiques (réactions hétérogènes, sublimation),
- $\epsilon\sigma T_p^4$  le flux radiatif de la paroi vers l'extérieur.

Le bilan d'énergie à la paroi est présenté sur la Figure 2.1 et par l'équation (2.1) :

$$\dot{q}_p + \dot{q}_{cond} + \dot{m}\Delta H - \epsilon\sigma T_p^4 = 0 \quad (2.1)$$

La figure 2.1 présent en plus le flux de pyrolyse qui n'est pas présent dans notre matériau uniquement composé de carbone, le flux de soufflage que l'on négligera et la perte d'énergie par érosion mécanique qui n'est pas prise en compte dans cette étude.

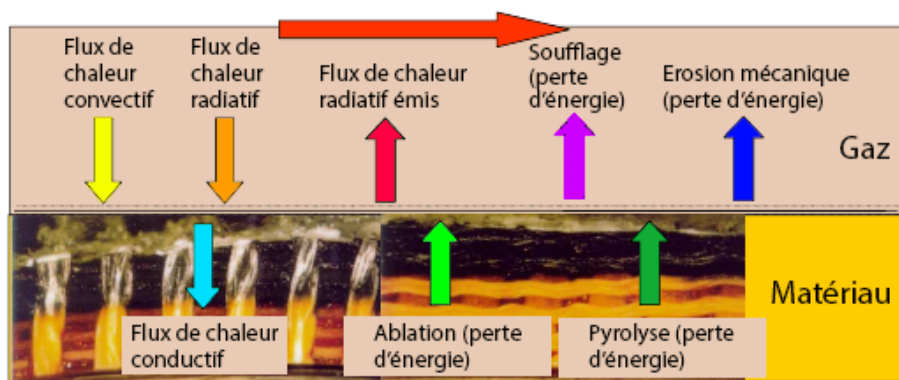


FIGURE 2.1 – Schéma du bilan d'énergie à la paroi lors de l'ablation du TPM (source : CEA).

### 2.1.2 Construction des modèles d'ablation sur paroi uniforme équivalente : équations de bilan

L'ensemble des phénomènes décrits ci-dessus mène à la construction de modèles basés sur des équations de bilan de chaleur, masse, mouvement et d'espèces.

Nous allons prendre pour fil conducteur le modèle traditionnel basé sur une approximation de « couche mince ». Il décrit un écoulement entre une surface sur laquelle la vitesse du fluide est nulle et une autre entraînée à une vitesse  $v_e$ , séparées d'une longueur  $\delta$  (Figure 2.2). Ici,  $\delta$  représente l'épaisseur de la couche limite et  $v_e$  est la vitesse du fluide à l'extérieur de la couche limite.

### 2.1.2.1 L'équation de bilan de quantité de mouvement

L'équation de bilan de quantité de mouvement doit être, en toute rigueur, l'équation de Navier-Stokes complète, ce qui est le cas dans les modèles récents [1, 4, 5, 6]. Dans une approche simplifiée de couche limite, il suffit de considérer le bilan suivant :

$$\frac{\partial^2 v}{\partial x^2} = 0 \quad (2.2)$$

Dont, la solution est :

$$v(x) = v_e \frac{x}{\delta} \quad (2.3)$$

Elles est schématisé sur la figure 2.2.

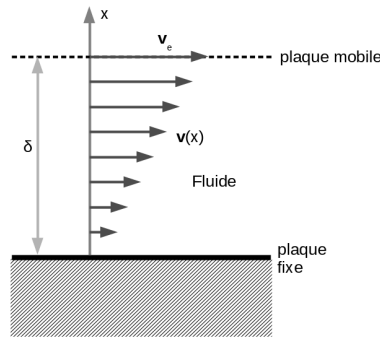


FIGURE 2.2 – Schéma d'un écoulement de type Couette 2D entre deux plaques planes séparées d'une distance  $\delta$  et dont l'une est entraînée à la vitesse  $v_e$ .

### 2.1.2.2 L'équation de bilan d'énergie

Dans le problème de Couette, l'équation de bilan d'énergie s'exprime de la façon suivante :

$$\frac{\partial}{\partial x} \left( \lambda \frac{\partial T}{\partial x} - \mu u \frac{\partial u}{\partial x} \right) = 0 \quad (2.4)$$

où  $\lambda$  est la conductivité thermique du gaz,  $\mu$  la viscosité dynamique et  $T$  la température. Le deuxième terme est la production de chaleur par frottement visqueux dans le fluide. Le flux de chaleur à la paroi peut alors être exprimé en fonction du nombre de Prandtl qui représente le rapport entre la viscosité cinématique et la diffusivité thermique :

$$Pr = \frac{\mu c_p}{\lambda} \quad (2.5)$$

En posant  $h = \rho c_p T$  (le gaz est supposé parfait), l'enthalpie volumique du fluide, le flux de chaleur à la paroi se calcule par :

$$\dot{q}_p = -\lambda \frac{\partial T}{\partial x} \Big|_{x=0} = \frac{\lambda}{\rho c_p \delta} \left( h_e + Pr \frac{u_e^2}{2} - h_p \right) \quad (2.6)$$

où  $h_p$  représente l'enthalpie volumique à la température de paroi et avec la composition en éléments chimiques à la frontière de la couche limite. En définissant l'enthalpie athermane par :  $H_a = h_e + Pr \frac{u_e^2}{2}$ , l'équation (2.6) peut s'écrire sous la forme suivante :

$$\dot{q}_p = \alpha_0 (H_a - h_p) \quad (2.7)$$

$\alpha_0 = \frac{\lambda}{\rho c_p \delta} = \frac{\alpha_{th}}{\delta}$  est le coefficient de convection thermique sans injection de masse.  $\alpha_{th} = \frac{\lambda}{\rho c_p}$  est la diffusivité thermique.

### 2.1.2.3 Bilans d'espèces chimiques

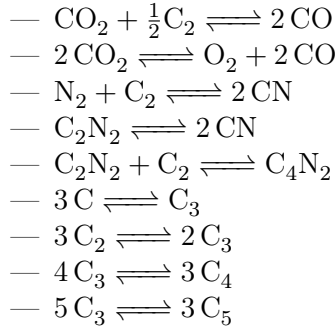
L'équation de conservation des espèces chimiques contient des termes analogues à l'équation de la chaleur, mais avec des termes-source volumiques représentant les réactions homogènes (i.e gaz/gaz) :

$$\frac{\partial}{\partial x} \left( \rho D_i \frac{\partial \tilde{C}_i}{\partial x} - \rho v \tilde{C}_i \right) = -\tilde{\omega}_i \quad (2.8)$$

où  $\rho$  est la masse volumique du gaz,  $\tilde{C}_i$  la fraction massique de l'espèce chimique  $i$ ,  $D_i$  est son coefficient de diffusion et  $\tilde{\omega}$  représente son taux volumique de production massique par réactions. Il est classique de considérer que le nombre de Lewis  $Le = \frac{\alpha_{th}}{D_i}$  est égal à l'unité [1, 3]. Une autre approximation courante est de considérer que les espèces chimiques dans le gaz sont à l'équilibre thermochimique local. Seul un nombre limité d'espèces parmi les plus importantes peut être retenu pour le calcul [3]. Les espèces choisies sont  $O_2$ ,  $N_2$ ,  $CO$ ,  $CO_2$ ,  $CN$ ,  $C_2N_2$ ,  $C_4N_2$  et les espèces carbonées  $C_1$  à  $C_5$  données dans le tableau 2.1. Les équations de réaction s'écrivent toutes sous la forme :

$$\sum_{k=1}^K \nu'_{ki} X_k = \sum_{k=1}^K \nu''_{ki} X_k \quad (2.9)$$

Les réactions d'équilibre entre ces espèces sont :



Si l'on passe à un solveur explicitement cinétique, les constantes en sens direct des réactions élémentaires s'écrivent pour chaque réaction  $r$  (formalisme d'Arrhénius-Kooij) :

$$k_r = A_r T^{\beta_r} e^{-\frac{Ea_r}{RT}} \quad (2.10)$$

où  $A_r$  et  $\beta_r$  sont des facteurs propres à chaque réaction et  $Ea_r$  est l'énergie d'activation de la réaction  $r$ .

Pour chacune de ces réactions, les contributions en sens inverse se déduisent du sens direct grâce à la constante d'équilibre  $K_r$  :

$$k_{b,r} = \frac{k_r}{K_r} \quad (2.11)$$

En sommant (2.8) sur toutes les espèces chimiques, il vient l'équation de continuité dans le gaz :

$$\frac{\partial(\rho v)}{\partial x} = 0 \quad (2.12)$$

Cela signifie que le débit massique est constant dans tout le volume. Par contre, le bilan de masse à la paroi s'écrit :

$$(\rho v)_p = \dot{m} \quad (2.13)$$

où  $\dot{m}$  est le taux massique d'ablation. Ce débit est constant dans toute la couche limite. En intégrant deux fois l'équation (2.8), et en exprimant le résultat en  $x = \delta$ , il vient l'équation suivante :

$$\dot{m} = \frac{\rho D}{\delta} \ln(1 + B') = \alpha_0 \ln(1 + B') \quad (2.14)$$

$B'$  est le taux d'injection de masse qui s'exprime par :

$$B' = \frac{\rho_p u_p}{\rho_e u_e St} \quad (2.15)$$

$St$  est le nombre de Stanton qui représente le rapport entre le transfert thermique total et le transfert par convection et s'exprime ainsi :

$$St = \frac{ht}{u_p \rho_p C_p} \quad (2.16)$$

où  $ht$  est le coefficient de transfert thermique. On obtient alors l'expression donnant le coefficient de soufflage qui représente l'effet de l'injection de masse :

$$\frac{\alpha}{\alpha_0} = \frac{\ln(1 + B')}{B'} \quad (2.17)$$

Le soufflage aura ainsi pour effet de diminuer le coefficient de convection. L'équation (2.17) peut aussi s'écrire en fonction du taux d'injection de masse  $B'$  et du taux de perte de masse  $\dot{m}$  :

$$B' = \frac{\dot{m}}{\alpha_0} \quad (2.18)$$

Le coefficient de soufflage  $B'$  permet de relier la composition chimique à la paroi à celle en bord de couche limite. La concentration massique de l'élément  $j$  s'écrit :

$$\tilde{C}_j = \bar{M}_j \sum_{i=1}^n \nu_{ij} \frac{\tilde{C}_i}{\bar{M}_i} \quad (2.19)$$

où  $\nu_{ij}$  représente le nombre d'atomes de  $j$  dans l'espèce  $i$ ,  $\tilde{C}_i$  est la concentration massique de l'espèce  $i$ ,  $\bar{M}_i$  et  $\bar{M}_j$  sont la masse molaire de l'espèce  $i$  et de l'élément  $j$  respectivement. En utilisant la définition du coefficient de soufflage donnée par l'équation 2.15, la relation entre les concentrations en éléments à la paroi et au bord de la couche limite s'écrit :

$$\tilde{C}_i = \frac{\alpha \tilde{C}_{i_e}}{1 + B'} \text{ pour } i = \text{O ou } i = \text{N} \quad (2.20a)$$

$$\tilde{C}_c = \frac{B'}{B' + 1} \quad (2.20b)$$

où  $\tilde{C}_c$  est la concentration massique de carbone gazeux.

La perte de masse  $\dot{m}$  peut résulter de processus hétérogènes d'oxydation, de nitruration et sublimation. Pour chaque espèce considérée, le bilan à la paroi peut s'écrire :

$$-\rho_p D_i \nabla \tilde{C}_i + \rho_p v_p \tilde{C}_i = M_i \dot{\omega}_{i,het} \quad (2.21)$$

Il existe des modèles plus ou moins détaillés pour évaluer les  $\dot{\omega}_{i,het}$ . Les modèles les plus simples évaluent directement  $\dot{m}$  à partir des pressions partielles. Un modèle classique [3] donne la perte de masse par oxydation par une loi de type Arrhenius :

$$\dot{m}_{oxi} = A e^{-\frac{T_a}{T}} p_{O_2}^{\frac{1}{2}} \quad (2.22)$$

où  $p_{O_2} = C_{O_2} RT$  ( $R = 8.3144598 \text{ J K}^{-1} \text{ mol}^{-1}$  est la constante des gaz parfaits) représente la pression partielle de dioxygène à la paroi.  $C_{O_2}$  est la concentration molaire en dioxygène.  $A$  et  $T_a$  sont des coefficients empiriques identifiés par l'expérience, dont la valeur varie avec le type de carbone considéré.

En ne considérant que les 5 espèces carbonées majoritaires, la perte de masse par sublimation est souvent décrite par une relation de Knudsen-Langmuir :

$$\dot{m}_{subli} = \sqrt{\frac{\bar{M}_C}{2\pi RT}} \sum_{i=1}^5 \alpha_i \sqrt{i} (p_{\bar{C}_i}(T) - p_{C_i}) \quad (2.23)$$

où  $\bar{M}_C$  est la masse molaire du carbone, les  $\alpha_i$  sont les coefficients empiriques de Dolton et  $\bar{p}_{C_i}$  est la pression de vapeur saturante de l'espèce carbonée  $C_i$ . Les coefficients de Dolton ont été mesurés à 2700 K et sont présentés dans le tableau 2.1 [41]. Les pressions de vapeur saturante  $\bar{p}_{C_i}$  sont calculées à partir des tables JANAF [42]. Bien que le modèle d'ablation reste macroscopique, il permet d'obtenir facilement des résultats importants sur l'ablation d'une paroi en carbone (Figure 2.3). Ces méthodes simples permettent aussi de montrer que, à iso-température, l'ablation est plus importante à basse pression (voir Figure 2.4). Il est à noter que les figures 2.3 et 2.4 n'utilisent pas exactement les mêmes modèles d'ablation. La première modélise l'oxydation par  $O_2$  puis par O tandis que la seconde ne prend en compte que l'oxydation par  $O_2$ .

Espèce carbonée	$\alpha_i$
$C_1$	0.24
$C_2$	0.50
$C_3$	0.023
$C_4$	0.25
$C_5$	0.019

TABLE 2.1 – Coefficients de Dolton à 2700 K utilisés pour la sublimation du carbone pour les 5 espèces carbonées prises en compte dans le modèle.

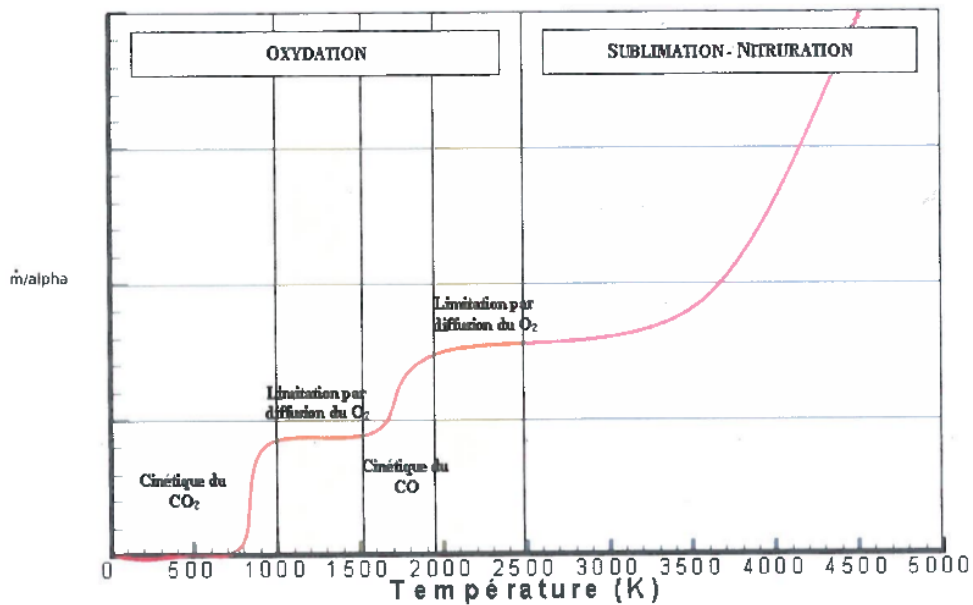


FIGURE 2.3 – Perte de masse d'un composite en carbone en fonction de la température (©CEA).

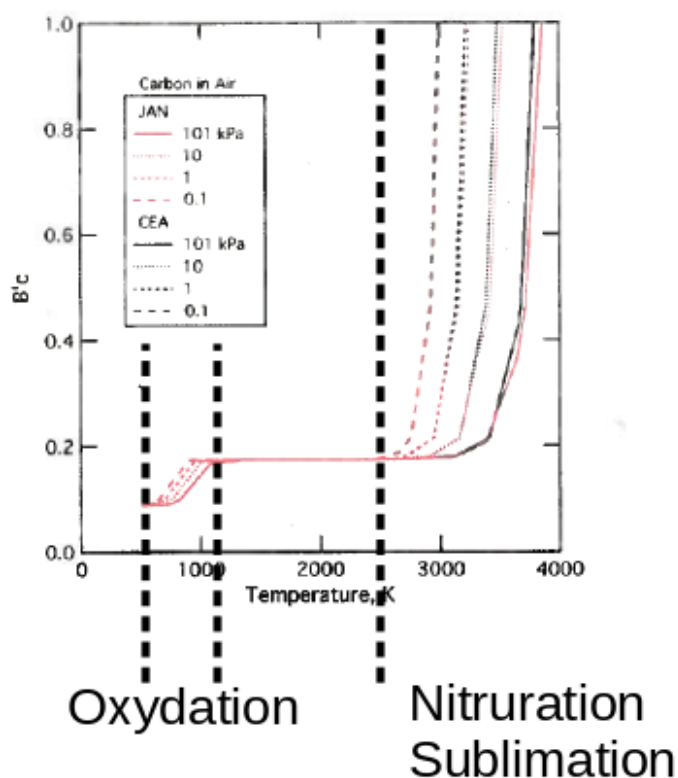


FIGURE 2.4 – Perte de masse d’un composite en carbone en fonction de la température et de la pression [43].

De nouveaux modèles d’ablation des TPM en carbone sont développés depuis le début des années 2000. Ces modèles ont pour but de représenter l’ablation du carbone à l’échelle microscopique afin de décrire de façon plus précise la physico-chimie de l’ablation et/ou de révéler l’apparition des rugosités de surface dues à la nature composite des TPM. Ils se basent sur la notion de site actif [1, 4]. Ces modèles divisent le domaine de calcul en trois environnements : le gaz, le solide et la surface. Chacun de ces environnements est lui-même divisé en une ou plusieurs phases. Sur chaque phase de surface prennent place des *sites actifs* dont le nombre est toujours conservé. De même, une espèce adsorbée sur la surface n’occupe qu’un seul site à la fois. La figure 2.5 représente une surface solide composée de deux phases. Dans chaque phase, différents sites actifs pouvant accueillir des espèces chimiques sont disponibles. Une partie de ces sites sont occupés par des espèces tandis que d’autres sont libres et peuvent accueillir de nouvelles espèces en provenance de la phase gazeuse ou de la phase solide. L’environnement de surface est celui où se passent toutes les réactions pouvant conduire à l’ablation du matériau.

Grâce à l’utilisation de la notion de site, cette méthode permet de des-

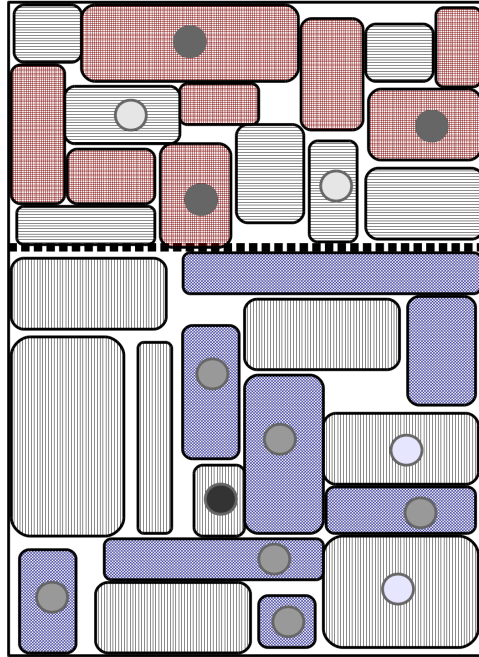


FIGURE 2.5 – Schéma représentant la surface avec ses sites actifs dans le modèle de [4]. Deux phases séparées par une ligne pointillée sont représentées. Les différents types de sites actifs sont représentés par des rectangles remplis avec des hachures différentes et les différentes espèces adsorbées sont représentées par des disques en nuances de gris.

cendre à l'échelle microscopique de l'ablation. Cependant, celle-ci nécessite l'utilisation de coefficients physiques qui sont rarement connus.

### 2.1.3 Modélisation de l'acquisition de la rugosité du matériau

En introduction de ce mémoire, a été décrit le critère de PANT (équation (1.1)) donnant le point de transition de la couche limite en fonction, notamment, de la hauteur de rugosité  $l_R$ . Le programme PANT a défini cette relation grâce à des essais en soufflerie sur des parois sablées. La longueur  $l_R$  était alors définie comme la rugosité « peak-to-valley », cette dernière pouvant être reliée, sous certaines hypothèses, au premier moment de la fonction décrivant la surface  $R_a$ . Ces essais ont donné :  $l_R \approx 3.6R_a$  [1]. Différents modèles de paroi ont alors été proposés afin de calculer les écoulements sur paroi rugueuse [1, 38, 44, 45, 46].

En complément aux modèles de paroi effective homogène, des travaux ont été entrepris à partir de l'année 2003 sur l'acquisition de la rugosité de surface, en relation avec les contrastes de vitesses de réaction hétérogène entre les différents constituants du matériau. L'ablation d'un composite est un phé-



nomène multiéchelle faisant intervenir des ordres de grandeur très différents. On observe sur la figure 2.6 que la rugosité existe de l'échelle nanoscopique (celle des plans de graphène) jusqu'à l'échelle macroscopique (celle du composite complet). Ici l'accent est mis sur la compétition entre les phénomènes de transfert volumique et surfacique d'espèces chimiques. En ne considérant qu'une seule espèce et une situation localement isotherme, Vignoles, Lachaud et Aspa [7, 8, 11] ont développé une série de modèles analytiques et numériques permettant d'interpréter les motifs de rugosité et d'évaluer les réactions effectives de surfaces homogènes équivalentes.


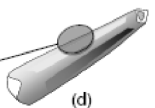
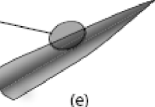
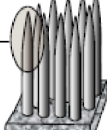
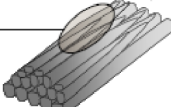
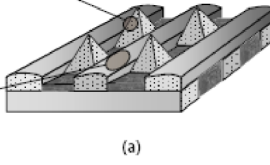
Materiau	carbone turbostr.	fibre	fil	composite
Rugosité	epinanostructurale	epimicrostructurale	epimesostructurale	epimacrostructurale
3D C/C		 	 	
Echelle	nanoscopique 100 nm	microscopique 1 $\mu$ m	mesoscopique 0.1 mm	macroscopique 10 mm
Modélisation	qualitative	qualitative	quantitative	quantitative
Pé	$\ll 1$	$\ll 1$	$\approx 1$	$\approx 10$

FIGURE 2.6 – Tableau récapitulatif des différentes échelles du matériau composite (d'après [7]).

### 2.1.3.1 Modélisation sans convection : méthodes analytiques et numériques

Le modèle utilisé au cours de cette thèse a été posé et utilisé par G. Vignoles et J. Lachaud [7, 13, 14, 47]. Il nécessite peu de paramètres physiques pour fonctionner et n'a pas pour objectif de représenter la chimie de manière réaliste afin de limiter la complexité des calculs. Cette méthode permet d'obtenir une réactivité effective du matériau et de prévoir ainsi sa rugosité et la vitesse de récession de la paroi mais elle ne permet pas d'isoler les taux de réactions individuels. Elle se base sur une approche où l'ablation est effectuée à une échelle fine du matériau. L'espèce chimique n'est connue que par son coefficient de diffusion et son taux de réaction avec le carbone de la surface. Elle est transportée par diffusion par une marche aléatoire et réagit avec la surface selon une probabilité de collage dépendant du taux de réaction [7, 13, 14, 47, 48]. La figure 2.7 présente la zone de calcul en deux dimensions. En haut se trouve une

zone de concentration constante  $C = C_0$ . L'équation de diffusion est résolue dans la zone centrale de hauteur  $\delta$  qui représente la couche limite de diffusion. Une réaction chimique de premier ordre ( $D\nabla C \cdot n = -k(x)C$ ) est appliquée au niveau de l'interface fluide solide.

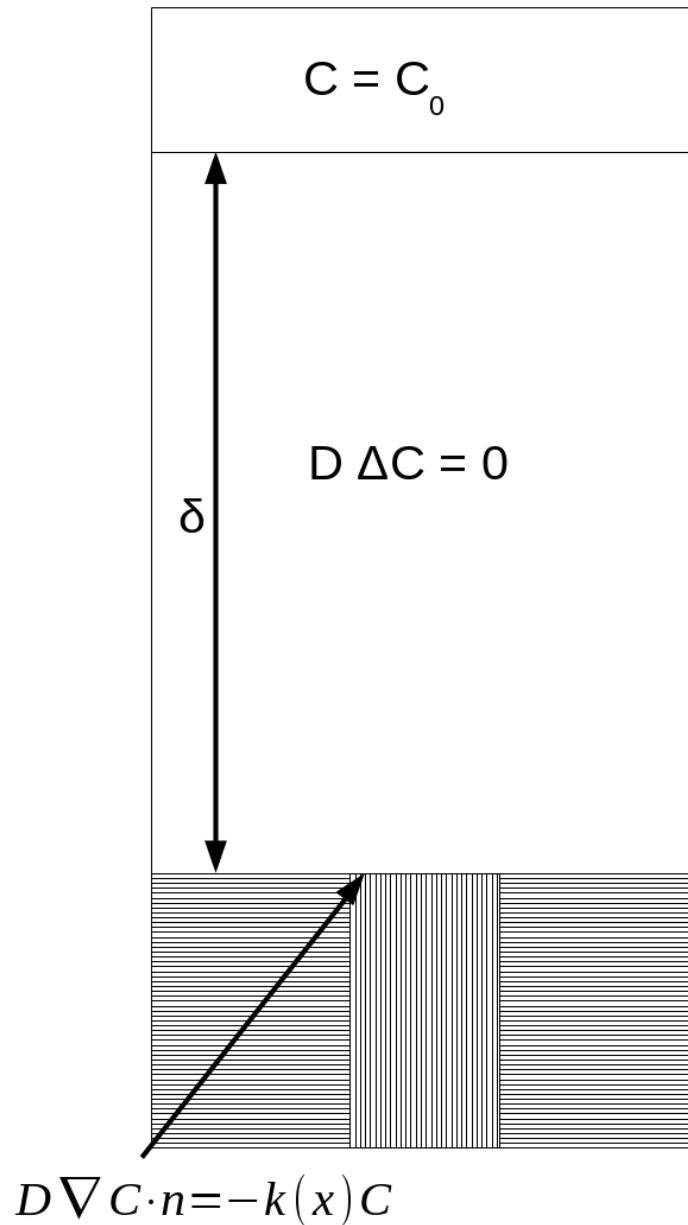


FIGURE 2.7 – Schéma en 2D du modèle développé par G. Vignoles et J. Lachaud. Les principales équations sont présentées. Les parties hachurées représentent les différentes phases solides.

Un modèle analytique en trois dimensions a été développé à l'échelle de la fibre et à celle de la baguette [7, 33]. Ce modèle suppose que l'état stationnaire d'ablation a été atteint. C'est à dire que la vitesse d'ablation est constante en tout points de la surface solide : la géométrie ablatée a donc atteint un état stationnaire. Le gradient de concentration est supposé unidirectionnel.

Deux méthodes numériques ont été implémentées afin de simuler l'ablation d'un matériau composite en carbone. La première a donné le code *AMA*. L'algorithme est basé sur une méthode Monte-Carlo marches aléatoires (MC/RW) pour la diffusion avec une probabilité de collage adaptée pour les réactions surfaciques. La discrétisation de l'interface est réalisée par un marching cube simplifié (SMC) [47, 49]. Une deuxième technique consiste à décrire l'évolution de la surface par une méthode *Volume of Fluid* (VOF) [8, 50]. Dans ce cas, le maillage est stationnaire et l'interface est décrite par une fonction valant 1 d'un côté de l'interface et 0 de l'autre. Contrairement à la méthode lagrangienne/lagrangienne utilisée dans *AMA*, le maillage est ici indépendant de la position de l'interface [8]. Cependant, l'interface fluide/solide est réduite à un plan par voxel et le maillage doit donc être suffisamment fin pour correctement la représenter. L'algorithme de calcul d'un tel code est le suivant [8] :

- l'interface fluide/solide est calculée dans chaque voxel,
- le champ de concentration en oxydant est calculé,
- le taux de solide est calculé par une méthode explicite.

Le procédé utilisé est très similaire à celui implémenté dans *AMA* à l'exception de la procédure de discrétisation du domaine.

Les résultats obtenus sur le flux à la paroi, la réactivité effective et la forme stationnaire de la surface ont permis de valider les méthodes numériques par comparaison aux résultats analytiques obtenus.

Couplé à des modèles de récession analytique, le code *AMA* a permis de modéliser l'ablation stationnaire du 3D  $C_f/C$  depuis l'échelle microscopique (celle de la fibre) jusqu'à l'échelle macroscopique (celle du composite). Le comportement du matériau a été qualitativement reproduit et il a été montré que la surface à l'état stationnaire ne dépendait que de deux paramètres : le contraste de réactivité entre les différentes phases et le nombre de Damköhler ( $Da = \frac{k\delta}{D}$  où  $k$  est la constante de réactivité hétérogène) représentant le rapport entre la vitesse de réaction et la vitesse de diffusion. Le nombre de Sherwood de fibre ( $Sh_f = \frac{kR_f}{D}$ ) est un équivalent au nombre de Damköhler et peut aussi être utilisé [7]. Les résultats obtenus par les codes *AMA* et *DiAbl3D* (développé par Y. Aspa) ont permis de montrer l'intérêt de l'approche matériau pour simuler la rugosité multi-échelle d'un composite en carbone. Un accord qualitatif a été trouvé aussi bien pour la récession du 3D  $C_f/C$  qui est utilisé dans cette thèse que pour un composite en carbone 4D tissé.

Les résultats obtenus sont globalement similaires à ceux donnés par *AMA*. Cependant, cette étude, couplée à un modèle analytique, avait permis de montrer que la réactivité effective de la surface récessive est toujours supérieure à celle

de la surface non-récessive [8].

La réactivité effective du 3D  $C_f/C$  a pu être obtenue avec ce modèle analytique. Le régime transitoire a lui aussi été étudié avec le code *AMA*. La durée du régime transitoire ainsi que la morphologie du composite au cours du temps ont été obtenues numériquement et ont montré un bon accord avec l'expérience [7]. *AMA* est présenté plus en détail au chapitre 5.

Les approches numériques ont été validées par comparaison au modèle analytique présenté ci-dessus. Cependant, ces résultats ont été obtenus dans des conditions très éloignées de celles rencontrées lors d'une rentrée atmosphérique et la démarche de changement d'échelle choisie n'est pas aisément adaptable à des cas plus réalistes. De plus, aucune des deux approches n'a couplé la diffusion de l'espèce oxydante avec le transport par convection. L'approche choisie est intéressante car elle permet d'ajouter aisément de nouvelles briques au modèle comme la convection tout en offrant une définition fine du matériau à toutes les échelles.

### 2.1.3.2 Modélisation avec convection

L'effet d'un écoulement sur la réactivité d'un matériau composite lisse ou rugueux a été étudié dans la thèse d'Y. Aspa [8]. La surface est non récessive ; seuls les phénomènes de diffusion et de réaction hétérogène sont pris en compte. La résolution numérique du problème est effectuée par le logiciel multiphysique commercial *COMSOL*. De cette étude, sur surface lisse, l'impact du nombre de Péclet ( $Pe = \frac{u_e \delta}{D}$ ), représentant le rapport entre le transfert par convection et celui par diffusion, sur la réactivité effective est nul lorsque :

- le nombre de Damköhler est proche de 1 [8],
- le nombre de Péclet est inférieur à 1.

Une étude sur une paroi rugueuse et non récessive a mené aux mêmes conclusions [8].

Tous les modèles développés depuis le début des études de rentrée atmosphérique ont eu pour but de comprendre les interactions entre le TPM et l'écoulement. Cependant, chaque modèle possède des limitations importantes. Les modèles macroscopiques calculent des écoulements complexes mais n'utilisent pas une description fine du matériau. Les modèles développés au LCTS permettent une modélisation fine du matériau mais ne possèdent pas de couplage entre la récession du TPM et l'écoulement. Il y a donc nécessité d'établir un pont entre ces deux types d'approches, pour avoir un meilleur accès au couplage.

## 2.2 Moyens expérimentaux

Pour étudier expérimentalement l'ablation, il existe divers moyens d'essais permettant d'obtenir des flux de chaleur très élevés, représentatifs des conditions réelles, dans des situations d'écoulement et d'environnement chimiques diverses. Nous allons les passer en revue dans la suite.

### 2.2.1 Jet plasma (JP)

Un JP est une soufflerie dans laquelle se produit une décharge électrique de plusieurs milliers d'ampères. Le gaz est alors chauffé à plusieurs milliers de degrés ( $T > 10000\text{ K}$ ) puis expulsé vers la chambre de test où se trouve l'échantillon. Le rendement de ce type d'appareil est d'environ 50% et peut atteindre 75% pour les appareils fonctionnant à basse pression (quelques bars). Deux types de technologie de JP coexistent [1] :

- les générateurs à longueur d'arc naturelle (type Hüels),
- les générateurs à arc constrigent (type Maecher ou arc segmenté).

Dans un générateur de type Hüels, l'énergie électrique est convertie en énergie thermique au contact d'un arc électrique maintenu entre deux électrodes tubulaires. Les électrodes sont refroidies par une circulation d'eau à grande vitesse. Dans un générateur à arc segmenté, la distance inter-électrodes est imposée. L'arc est contraint de se développer de proche en proche sans jamais toucher les parois. Cela est réalisé par contrôle d'injections secondaires et maîtrise du schéma électrique du canal. Les générateurs de type Maecher sont plus performants car l'instabilité du moyen est plus contrôlée et l'usure et la pollution des électrodes sont moins importantes [1]. Cependant leur conception est plus complexe.

Les performances d'un JP sont données par 3 paramètres [1] :

- le débit massique du gaz ( $\dot{d}_{jp}$ ),
- la pression génératrice ( $P_{jp}$ ),
- l'enthalpie moyenne ( $h_{jp}$ ).

Ces paramètres sont normalement indépendants, mais en réalité, ils sont expérimentalement liés par la relation [51] :

$$h_{jp_{max}} P_{jp_{max}}^n = Cste \quad (2.24)$$

avec  $n \approx 0.4$ . Ceci peut s'expliquer par la tenue maximale possible des électrodes.

L'écoulement au niveau de l'échantillon peut être mesuré à l'aide d'une sonde Pitot pour la mesure de pression d'arrêt. De plus, un calorimètre permet de mesurer le flux de chaleur reçu par l'échantillon. De nombreux moyens de caractérisation peuvent être associés à l'éprouvette, tel que des caméras permettant d'extraire les contours de l'échantillon au cours du temps (mesure de l'ablation), des pyromètres et des caméras infrarouges pour les mesures de température, des spectromètres pour la qualification des espèces présentes

dans l'écoulement et des thermocouples pour l'échauffement interne.

Les moyens JP sont entachés cependant des défauts suivants [1] :

- l'inhomogénéité de l'écoulement,
- des fluctuations de l'arc à des fréquences de 50 Hz à 100 Hz pour les JP de type Hüels perturbant la turbulence de l'écoulement,
- la pollution de l'écoulement par consommation des électrodes (particules solides et liquides de cuivre).

Ces défauts sont en partie surmontés dans le Plasmatron (Figure 2.8) où l'écoulement est chauffé par induction ce qui supprime la pollution due aux électrodes. Cependant, la maîtrise plus complète de l'écoulement est au prix de puissances plus faibles. Ce type de moyen a été utilisé au cours de cette thèse et sera présenté plus en détail au chapitre 3.

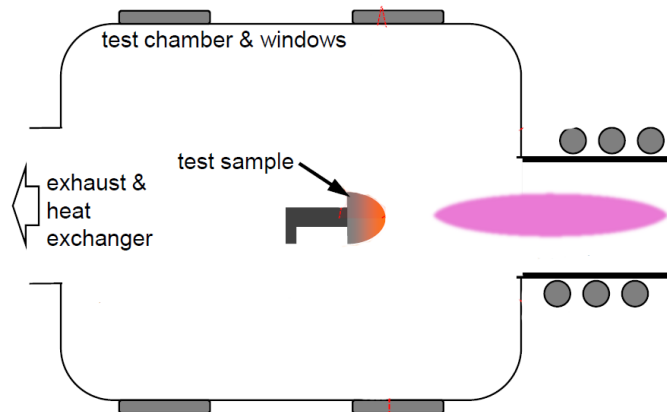


FIGURE 2.8 – Schéma d'un Plasmatron avec un échantillon placé perpendiculairement à l'écoulement.

### 2.2.2 Torches oxyacétyléniques

Les torches oxyacétyléniques sont des moyens d'essais permettant d'atteindre des températures de surface d'environ 2900 °C pour un flux de chaleur de quelques mégawatts par mètre carré. Ces moyens possèdent l'inconvénient

d'être très oxydants avec une forte présence de  $O_2$  et  $H_2O$ . De plus, la pression au point d'arrêt et les contraintes de cisaillement sont très faibles [11]. Ils ne peuvent donc correctement reproduire les conditions de la rentrée atmosphérique car l'oxydation est alors sur-représentée [11, 52, 53, 54, 55].

### 2.2.3 Propulseurs

Les TPM peuvent aussi être testés en sortie de propulseurs à propulsion solide. Ceci sont alors suffisamment énergétiques pour ablater le TPM. Cependant, ces moyens possèdent de nombreux inconvénients. L'accès in-situ aux paramètres de l'écoulement et à la chimie est complexe à mettre en œuvre et seule la morphologie finale et la vitesse de récession moyenne peuvent être analysées a posteriori [11]. De plus, les propulseurs solides produisent des particules d'alumine liquide qui vont impacter le TPM et provoquer une érosion importante de celui-ci. Les espèces chimiques ne sont donc pas représentatives d'un écoulement de rentrée. Ces moyens expérimentaux ne sont donc intéressants que pour des matériaux utilisés dans les moteurs à propulsion solide.

### 2.2.4 Four à image d'arc

Un four à image d'arc est un moyen à très haut flux où l'échantillon est chauffé par transfert radiatif [56]. Les rayonnements des lampes à Xenon de forte puissance (plusieurs milliers de watts) sont focalisés en un point où se trouve l'échantillon (Figure 2.9). Celui-ci chauffe alors par transfert radiatif. Le point focal étant très petit (de l'ordre du millimètre pour les fortes puissances), il est nécessaire de défocaliser les lampes afin d'obtenir un chauffage homogène de l'échantillon. L'échantillon peut se trouver à l'intérieur d'une enceinte fermée permettant le contrôle de l'environnement (pression, nature des gaz,...). Il est donc possible d'accéder à des flux de plusieurs  $MW m^{-2}$ , mais avec un écoulement très faible au contraire des moyens précédents. Pour cette thèse, le four utilisé est celui du CEA/CESTA et est présenté en détail au chapitre 4.

### 2.2.5 Four d'oxydation

Le four d'oxydation est un moyen de laboratoire permettant d'obtenir de l'ablation dans des conditions simples à modéliser. Il doit donc répondre aux quatre critères suivants [7] :

- l'écoulement est laminaire,
- l'advection est négligeable proche de la paroi,
- l'échantillon se trouve dans des conditions isothermes,
- la taille de l'échantillon doit être supérieure à celle du motif élémentaire du composite.

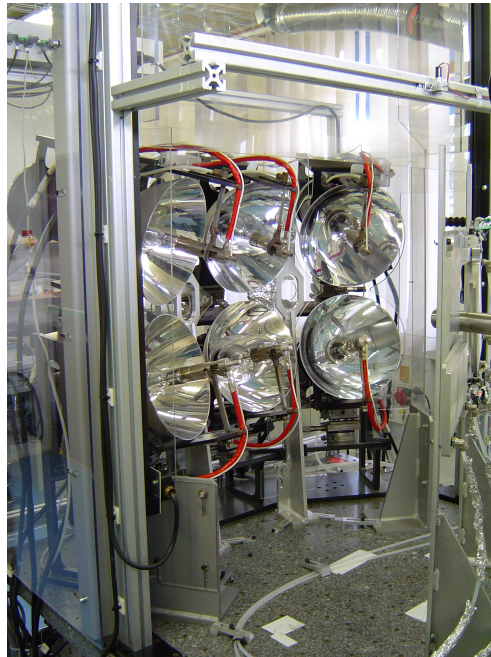


FIGURE 2.9 – Photographie du four à image d’arc du CEA (V. Ducamp, CEA/CESTA)

Un réacteur de ce type est décrit dans [7]. Il s’agit d’un réacteur cylindrique chauffé par un système résistif et dont la surface de l’échantillon exposée au fluide est de  $1 \text{ cm}^2$ . La température atteinte par ce moyen est de  $900 \text{ K}$ . Le flux de chaleur n’est que de quelques kilowatts par mètre carré. La vitesse du fluide est de  $1 \text{ cm s}^{-1}$ . Un tel moyen permet de réaliser des essais d’ablation sur des temps très longs afin de s’assurer que l’état stationnaire est atteint. En outre, il permet de tester les différents constituants du composite séparément [7]. Une validation expérimentale de la modélisation d’acquisition de la rugosité a pu être apportée de façon quantitative grâce à un tel moyen [7, 57]. Cependant les conditions obtenues sont très loin de celles rencontrées lors d’une rentrée atmosphérique.

Le tableau 2.2 récapitule les résultats d’ablation obtenus par différents auteurs sur des composites C/C. Des différents moyens expérimentaux disponibles afin d’étudier l’ablation des TPM, le Plasmatron et le four à image d’arc semblent les plus appropriés. Le Plasmatron permet d’ablater un matériau dans un écoulement à forte vitesse et d’une grande pureté. De plus, les températures atteintes permettent d’assurer l’oxydation, voire la sublimation, du matériau dans un minimum de temps. Afin d’observer l’effet de l’écoulement, un second moyen à très haut flux mais avec un écoulement négligeable doit être utilisé. Le four à image d’arc répond à ces critères. Il permet de



monter à des températures de plus de 3000 K afin d'atteindre le régime de la sublimation, mais l'écoulement au sein de l'enceinte reste peu important. Ces deux moyens ont donc été choisis pour cette thèse.

Réf	Matériau	Densité (g cm <sup>-3</sup> )	Test	Flux de chaleur (MW m <sup>-2</sup> )	$T_{surface}$ (K)	Pression (MPa)	Temps (s)	Vitesse de récession ( $\mu\text{m s}^{-1}$ )	Perte de masse ( $\text{mg s}^{-1}$ )
[58]	C/ Phé- nolique pyroli- sé	1.39	JP Ar/H <sub>2</sub>		3300		91	79.1	141.3
[58]	C/ Phé- nolique	1.4	JP Ar/H <sub>2</sub>		3300		69	95.2	361.5
[58]	C/ Phé- nolique pyroli- sé + CVI	1.44	JP Ar/H <sub>2</sub>		3300		80	90.3	120.5
[58]	C/ Pénolique pyroli- sé + 2x Alcool furanique	1.524	JP Ar/H <sub>2</sub>		3300		67	109.4	231.3
[59]	PIP Feutre aiguilleté 2D	1.8	JP		3300	4.5		1216-1554	456- 484
[12]	CVI/PIP 3D HIPIC	2.08	JP	50	4000	5	60	1000	
[12]	2D C/ Phéno- lique pyroli- sé	1.45	JP	≈ 5	3000	2	60	500	
[60]	8-satin + aiguille- tage		JP						15- 27
[61]	Tissu aiguilleté + ICVI	1.8	Propulseur so- lide (SRM)		3600-3750	7	8	70-300	
[30]	Tissu aiguilleté + ICVI	1.8	SRM	2-4	3400	5	40	100-200	
[55]	Tissu aiguilleté + ICVI	1.8	SRM	≈ 10	< 2800	1.5	120	100-200	
[62]	Tissu aiguilleté + ICVI		SRM	2-4	3000-3500	8		90	
[63]	Tissu aiguilleté + ICVI + PIP	1.48	SRM		< 3327	≈ 7	4	484	847.2
[64]	Tissu aiguilleté 2D + TG-CVI	1.8	SRM		3200	4	3-4	20-90	
[64]	Tissu aiguilleté 2D + TG-CVI	1.8	SRM		3200	8	3-4	100-130	
[65]	Tissu aiguilleté + CVI	1.8	SRM	8	2800			500	
[65]	4D HIPIC	2.0	SRM	8	2800			500	
[66]	4D = 3+1D brai	1.5	Propulseur li- quide (LRM)	45	3300			630 ± 510	9060 ± 520
[66]	IP@0.1 MPa 4D = 3+1D brai	1.83	LRM	45	3300			210 ± 80	1880 ± 310
[66]	IP@60 MPa 4D = 3+1D brai IP@90 MPa	1.88	LRM	45	3300			50 ± 40	470 ± 40

Réf	Matériau	Densité (g cm <sup>-3</sup> )	Test	Flux de chaleur (MW m <sup>-2</sup> )	$T_{surface}$ (K)	Pression (MPa)	Temps (s)	Vitesse de récession ( $\mu\text{m s}^{-1}$ )	Perte de masse (mg s <sup>-1</sup> )
[67]	3D tissé	1.78	Laser 100 W 20 mm 2000 mm/min 4		3200			30	
[67]	3D tissé	1.78	cycles Laser 2000 W 20 mm 2000 mm/min 4		3200			130	
[68]	Feutre aiguilleté TG-CVI	1.8	cycles Torche oxy- acé- tylé- nique GJB322A- 96		3100		30	6.7	3.83
[69]	3D	1.8	Torche oxy- acé- tylé- nique		3100		60	150	
[70]	Baguettes 4D HIPIC (+CVI) matrice	1.77- 1.85	Torche oxy- acé- tylé- nique	3.9	3000-3300		30	11.3	3.4
[71]	Feutre aiguilleté 2D PIP/TG- CVI	1.72	Torche oxy- acé- tylé- nique	4.2	3300		60	3	2.6
[72]	tissé 2D I-CVI		Torche oxy- acé- tylé- nique		3100		60	40	
[73]	Feutre aiguilleté 2D PIP/TG- CVI		Torche oxy- acé- tylé- nique		3300		30	12.3	5.35
[74]	Feutre aiguilleté 2D PIP/TG- CVI	1.8	Torche oxy- acé- tylé- nique		3300		30	2	2
[75]	3D HIPIC	2.08	Oxydation, 0.05 air sec (N <sub>2</sub> /O <sub>2</sub> )		898	0.1	8.10 <sup>4</sup>	45	
[75]	C/ Phé- nolique 2D pyrolisé	1.45	Oxydation, 0.05 air sec (N <sub>2</sub> /O <sub>2</sub> )		898	0.1		1411	

TABLE 2.2 – Tableau récapitulatif des tests d’ablation réalisés sur des composites C/C [11].

## 2.3 Objectifs de la thèse

L’objectif de ce travail de thèse est d’obtenir une meilleure compréhension de l’ablation du matériau 3D  $C_f/C$  dans des conditions de couche limite laminaire. Ceci est réalisé afin d’obtenir la hauteur de rugosité du critère de

PANT ( $l_R$ ) a priori et de l'intégrer dans les codes de calcul macroscopiques. Ce travail amènera à fournir un modèle décrivant l'évolution du matériau et son interaction avec l'écoulement. Celui-ci sera intégré dans un code de simulation qui sera validé à la fois numériquement et par l'expérience. Sur le plan expérimental, des essais d'ablation (oxydation, sublimation) seront menés afin de comprendre l'interaction du composite 3D  $C_f/C$  avec un écoulement laminaire et de fournir des données pour le moyen numérique.

Sur le plan numérique, le code *AMA* utilisé lors de cette thèse devra donc être couplé avec un code de calcul de l'écoulement. Des protocoles expérimentaux devront être définis et des résultats dans des conditions plus proches d'une rentrée atmosphérique devront être exploités. Ceci afin de tester *AMA* dans de nouvelles conditions. Les nouvelles fonctionnalités d'*AMA* devront s'accompagner de l'amélioration des performances informatiques afin de diminuer le temps de calcul.

## 2.4 Démarche scientifique

Cette partie a pour objectif de présenter la démarche scientifique qui sera développée dans les chapitres suivants. Le lecteur aura ainsi un point de repère afin de comprendre la structuration de cette thèse. Ce travail se concentre sur l'étude d'un seul composite, le 3D  $C_f/C$ , mais pourra être étendu à d'autres TPM ablatifs en carbone. Ce matériau a été choisi pour son caractère *académique* (étant entièrement composé de carbone, il est le matériau composite le plus simple que l'on puisse imaginer), et pour sa disponibilité en vue de mener des essais. De plus, un travail précédent [7] a permis de bien comprendre ce matériau lorsque l'influence de l'écoulement est négligeable.

Les moyens expérimentaux ayant la capacité de produire à la fois des hauts flux de chaleur et de hautes vitesses tout en restant à des prix abordables ne sont pas nombreux. De plus, les résultats expérimentaux étant utilisés dans un code de simulation, il est important de posséder une modélisation de bonne qualité de l'écoulement. C'est dans cette optique que le choix s'est porté sur le Plasmatron du von Karman Institute for Fluid Dynamics de Rhode-Saint-Genèse (Belgique). Ce moyen permet d'obtenir des résultats sur des éprouvettes plates ou hémisphériques ablatées sous jet d'air ou d'argon. La reconstruction complète de l'écoulement est effectuée par les soins du VKI.

D'autres essais sont nécessaires afin d'atteindre des régimes d'ablation inaccessibles au Plasmatron. Un moyen très haut flux ( $\Phi > 10 \text{ MW.m}^{-2}$ ) a pu être utilisé : le four à image d'arc du CEA/CESTA. Outre le fait de pouvoir tester la sublimation du 3D  $C_f/C$ , le four à image d'arc permet d'obtenir des flux de chaleur bien supérieurs à ceux du Plasmatron. Le revers de la médaille est de ne pouvoir admettre qu'un écoulement très faible voire inexistant. Un concept de contrôle d'injection du fluide dans le four à image d'arc a été monté au cours de cette thèse dans le but d'obtenir un faible écoulement maîtrisé au-dessus de

l'échantillon. Des échantillons plats ont alors pu être testés sous des conditions très différentes de celles utilisées au Plasmatron du VKI afin de comparer les régimes de sublimation.

Associé à ces essais, un outil de simulation numérique a été développé et optimisé. Ce moyen numérique est un logiciel existant depuis plusieurs années au LCTS : le code *AMA* [7]. Ce logiciel de diffusion/réaction était déjà validé sur des expériences où la vitesse du fluide était négligeable et la température de surface inférieure à 1000 °C. Ce moyen a été complété par un outil de couplage avec un code libre (*OpenFoam*) nommé *AMAV* (Ablation Marches Aléatoires Vent) qui a été validé à l'aide d'un modèle analytique.

## 2.4.1 Les moyens expérimentaux utilisés

### 2.4.1.1 Le Plasmatron du VKI

Il s'est posé très tôt dans la thèse la question des moyens expérimentaux. Des essais à température modérée ( $T \approx 900\text{ K}$ ) et à vitesse quasi-nulle avaient été réalisés précédemment au sein du laboratoire [7, 11, 13]. Il s'agit pour cette thèse de trouver des moyens expérimentaux se rapprochant plus des conditions de la rentrée atmosphérique : un flux de chaleur supérieur au  $\text{MW m}^{-2}$  et un écoulement non négligeable autour de l'échantillon. De plus, un moyen basse pression est utile car, comme il est visible sur la figure 2.4 et dans la référence [43], plus la pression est basse, plus l'ablation sera importante. Le Plasmatron du VKI (Figure 2.10a) remplit parfaitement ces conditions. Il fonctionne pour des pressions statiques inférieures à 1 bar, permet d'atteindre des flux de plusieurs  $\text{MW m}^{-2}$  et possède de nombreux moyens de caractérisation in-situ de l'écoulement et de la surface de l'échantillon (Figure 2.10b). De plus, le VKI propose une simulation complète et validée de l'écoulement, comprenant la température du gaz, sa vitesse et les concentrations des espèces oxydantes [76, 77, 78, 79, 80] (Figure 2.11).

Connaissant les capacités du Plasmatron [9, 10] et les besoins de la thèse, la matrice d'essais du tableau 2.3 a été mise en place. Les essais ont été choisis afin de balayer une gamme importante de conditions en un minimum de tirs. Des éprouvettes plates, pour tester l'ablation sous un écoulement au point d'arrêt, et des éprouvettes hémisphériques, permettant d'observer la différence d'ablation sur toute la courbure de l'éprouvette, ont été usinées. La pression a été choisie volontairement basse afin de maximiser l'effet de l'ablation et la température varie de 2073 K, pour minimiser les effets de la nitruration et se concentrer sur l'oxydation, à 2806 K pour une ablation maximale. Enfin, les durées d'essais ont été choisies afin de pouvoir garantir une ablation en régime établi (essai à 300 s) et une ablation suffisante pour être mesurée pour les autres essais.

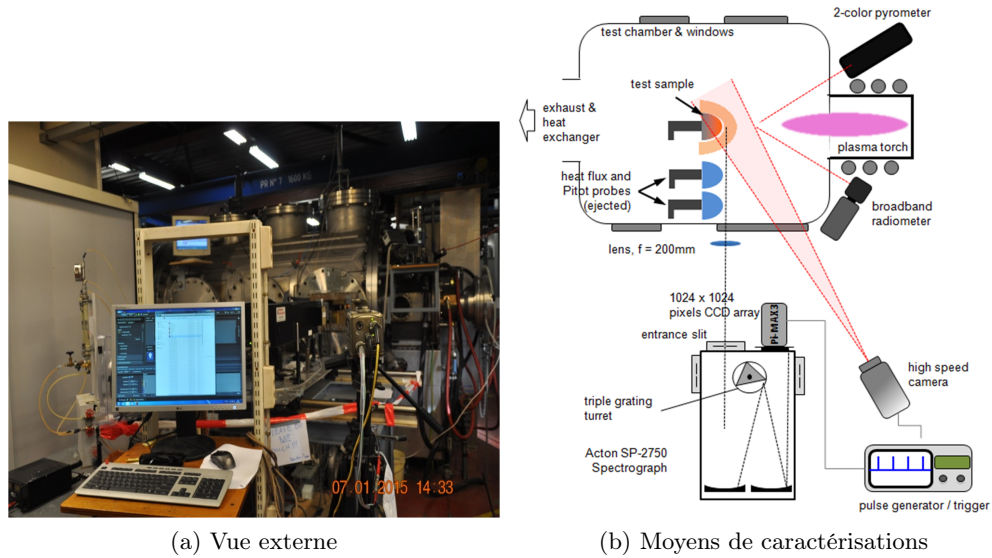
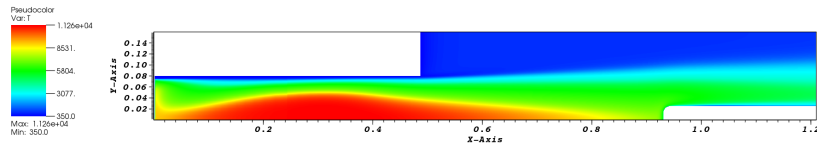


FIGURE 2.10 – Vue externe du Plasmatron avec, au premier plan, le spectromètre et la caméra rapide et schéma des moyens de mesures in-situ (©VKI).

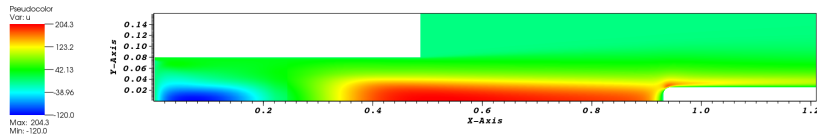
Echantillon	Géométrie	Gaz	$P_s$ (kPa)	$T_p$ (K)	$\tau$ (s)
Reference ST	Standard	Air	20	2303 (flux de $1 \text{ MW m}^{-2}$ )	180
Oxidation ST	Standard	Air	20	2806	180
Long Duration ST	Standard	Air	20	2073	300
Sublimation ST	Standard	Ar	1.5	2394	145
Oxidation HS	Hémisphérique	Air	20	2779	180
Sublimation HS	Hémisphérique	Ar	1.5	2426	180

TABLE 2.3 – Conditions d'essais au Plasmatron du VKI.  $P_s$  représente la pression statique mesurée dans l'enceinte du Plasmatron,  $T_p$  la température de surface de l'échantillon et  $\tau$  est la durée d'un essai.

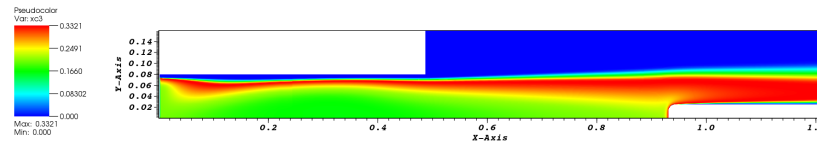
Les essais au Plasmatron permettent d'obtenir des régimes d'ablation variés (vitesse d'écoulement, température de surface, gaz utilisé,...). Cependant, les températures obtenues sous argon n'ont pas permis d'observer une sublimation conséquente du composite 3D  $C_f/C$ . Un second moyen à très haut flux est donc nécessaire pour caractériser ce régime.



(a) Température



(b) Vitesse axiale



(c) Fraction molaire d'oxygène atomique

FIGURE 2.11 – Exemple de la simulation d'un écoulement au Plasmatron du VKI lors d'un essai d'ablation : température, vitesse axiale du fluide et concentration en O.

#### 2.4.1.2 Le four à image d'arc du CEA/CESTA

Des essais réalisés lors d'une thèse antérieure [57] avaient permis de montrer la différence de comportement au niveau microscopique entre l'oxydation et la sublimation du 3D  $C_f/C$  (Figure 2.12). Le four à image d'arc du CEA/CESTA a été choisi comme second moyen expérimental utilisé au cours de cette thèse. Un four à image d'arc chauffe un échantillon par effet radiatif à l'aide de puissantes lampes à arc [56] ( $P_{lampe} > 1000W$ ). Les très hautes températures pouvant être atteintes en surface de l'échantillon permettent d'explorer le régime de sublimation. Le moyen existant (Figure 2.9) permettait de travailler en dépression et sous atmosphère d'argon mais il ne satisfaisait pas au besoin de contrôle de l'écoulement souhaité pour cette thèse. Des modifications ont donc été apportées au four à image d'arc après itération entre le LCTS et le CEA/CESTA. La figure 2.13 présente le schéma de principe proposé afin de satisfaire au contrôle de l'écoulement d'argon balayant la surface de l'échantillon (voir chapitre 4).

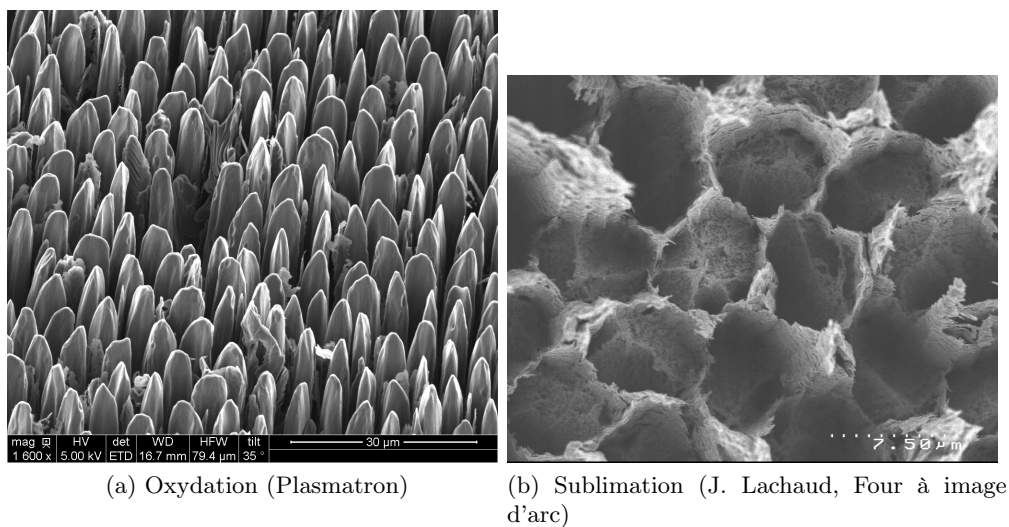


FIGURE 2.12 – Fibres perpendiculaires à l'écoulement ablatées sous air au Plasmatron du VKI et sous argon au four à image d'arc du CEA/CESTA.

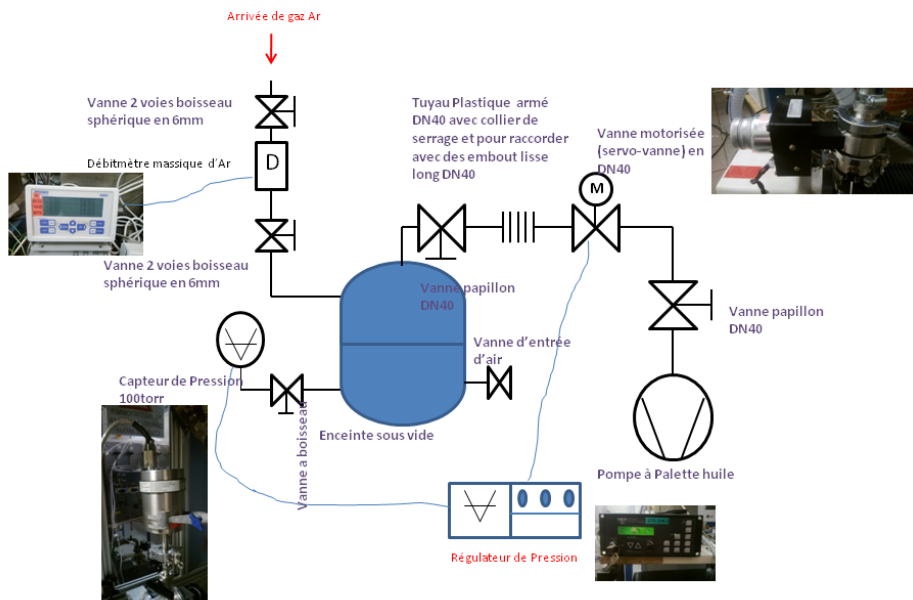


FIGURE 2.13 – Schéma de principe de la modification du four pour le contrôle de l'écoulement proposé par le LCTS.

Les essais au four à image d'arc ont été choisis pour tester la sublimation du 3D  $C_f/C$  dans de nombreuses conditions de flux de chaleur, pression et balayage d'argon (voir tableau 2.4). Tout comme lors de l'oxydation, la pression influence directement la vitesse de sublimation et quelques essais à haute pression ont été choisis afin de quantifier cette influence. Bien que l'écoulement au-dessus de la surface de l'échantillon soit faible, deux valeurs ont été choisies (100 *sccm* et 1000 *sccm*; *sccm* : centimètre cube standard par minute) afin d'observer l'influence de ce paramètre sur l'ablation du carbone. En effet, en balayant les espèces carbonées gazeuses présentes au dessus de la surface, l'écoulement va modifier la pression partielle de ces espèces et ainsi changer la vitesse de sublimation (voir section 2.1.2). Les flux de chaleur choisis sont  $8 \text{ MW m}^{-2}$ ,  $10 \text{ MW m}^{-2}$  et  $14 \text{ MW m}^{-2}$ . Des simulations réalisées avec le logiciel *FlexPDE* (Figure 2.14) ont montré que les températures obtenues sont supérieures à 3000 K pour des durées de 30 s. Cependant, les essais à  $14 \text{ MW m}^{-2}$  n'ont pu être réalisés au cours de cette thèse pour des problèmes de délai.

Essais	Flux ( $\text{MW m}^{-2}$ )	Pression (Pa)	Flux d'argon (sccm)	Durée de l'essai (s)
Sublimation minimale	8	10000	1000	30
Pression moyenne	10	5000	1000	30
Haute pression	10	10000	1000	30
Référence	10	1000	1000	30
Faible débit	10	1000	100	30
Transitoire	10	1000	1000	15

TABLE 2.4 – Essais réalisés au four à image d'arc du CEA/CESTA. Les paramètres variables sont la durée de l'essai, la pression de l'enceinte, le flux d'argon et le flux de chaleur.



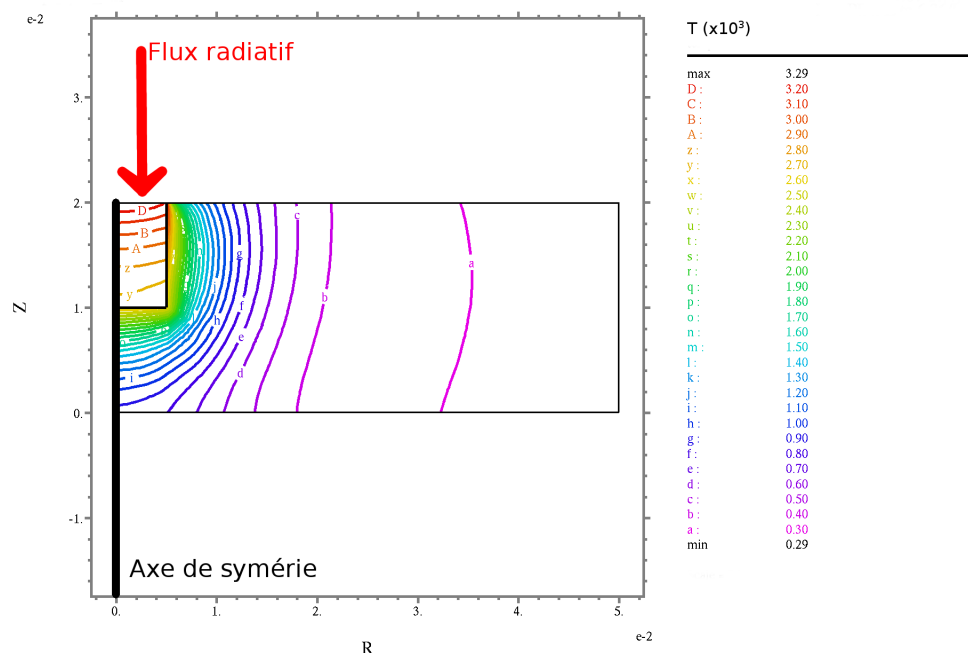


FIGURE 2.14 – Simulation des contours de température dans l'ensemble échantillon/porte-échantillon à la fin de l'essai *Référence* du four à image d'arc réalisée avec *FlexPDE*.

Les essais et les simulations réalisés peuvent ensuite être utilisés pour la validation du code d'ablation développé au LCTS, *AMA* et son couplage avec le code de mécanique des fluides *OpenFoam*.

## 2.4.2 Le moyen numérique : *AMA*

Le moyen numérique utilisé au cours de cette thèse est le code *AMA* développé par G. Vignoles et J. Lachaud [7, 13, 14, 47] afin de simuler l'ablation multi-échelles d'un matériau composite en carbone. Le code *AMA* a par la suite été couplé avec le logiciel *OpenFoam* afin de former la chaîne logicielle *AMAV*. La stratégie de modélisation du problème de convection/diffusion/réaction et les codes utilisés sont présentés dans cette partie.

### 2.4.2.1 Stratégie de modélisation

Le code *AMA* est avant tout écrit pour l'oxydation (ou la nitruration dont la formulation est équivalente) du carbone. C'est donc la modélisation de celle-ci qui sera présentée. L'écriture des équations de Knudsen-Langmuir permet de remarquer que cette modélisation peut aussi s'appliquer à la sublimation.

La modélisation se focalise ici sur le matériau. Plus particulièrement, c'est la récession hétérogène du composite 3D  $C_f/C$  qui conduit à l'apparition de rugosités qui est le point de départ de notre modèle. La surface peut être définie par la relation :

$$S(x, y, z, t) = 0 \quad (2.25)$$

L'équation d'Hamilton-Jacobi pour la récession de cette surface s'écrit [81] :

$$\frac{\partial S}{\partial t} + \vec{v} \cdot \nabla S = 0 \quad (2.26)$$

où  $\vec{v}$  représente la vitesse de récession de la surface  $S$  et s'exprime par [81] :

$$\vec{v} = -v_p J \vec{n} \quad (2.27)$$

où  $v_p$  est le volume molaire de la paroi,  $J$  la densité de flux d'oxydant et  $\vec{n} = \frac{\nabla S}{\|\nabla S\|}$  est la normale sortante à la paroi. La densité de flux molaire d'espèce oxydante à la paroi est donnée par la relation [82] :

$$J = k(T)C^n \quad (2.28)$$

où  $C$  est la concentration de l'espèce oxydante à la paroi et  $n$  l'ordre de la réaction. Lors de cette étude, l'ordre de la réaction est pris égal à l'unité car cette valeur permet de résoudre plus simplement le système d'équations et est physiquement raisonnable [7].  $k$  représente la constante de réaction hétérogène. Ce sont ses variations d'un constituant à l'autre ou d'une zone plus chaude à une zone plus froide qui vont mener à la différence de vitesse d'ablation et donc à la formation des rugosités. Le matériau sera par la suite considéré comme isotherme, ce qui est cohérent avec la faible taille des domaines simulés et la conductivité thermique importante du carbone. Le champ de concentration ne résulte alors plus que de l'équilibre entre la consommation de l'espèce oxydante à la paroi et son apport par diffusion et convection dans la phase fluide. L'équation de conservation de la concentration en oxydant dans le fluide s'écrit alors :

$$\frac{\partial C}{\partial t} + \nabla \cdot (\vec{v}_{gaz} - D \nabla C) = 0 \quad (2.29)$$

où  $\vec{v}_{gaz}$  est la vitesse du fluide et  $D$  le coefficient de diffusion de l'oxydant dans le gaz considéré. Sachant que la vitesse du gaz est nulle à la paroi (hypothèse du milieu continu), la condition limite sur un composant de la paroi réactive est :

$$J_c = (-D \nabla C) \cdot \vec{n} = -k_c C \quad (2.30)$$

Ce modèle de récession peut être appliqué à toutes les échelles du composite. Seule l'échelle macroscopique (correspondant au motif élémentaire du 3D  $C_f/C$ ) nécessite la prise en compte de la vitesse. Dans les autres cas, le système est identique à celui donné dans [7]. Lors des essais réalisés au cours de cette thèse, la rugosité à l'échelle macroscopique est la plus aisément accessible.

L'échelle microscopique (celle des fibres) est qualitativement accessible mais la réalisation de mesures quantitatives n'a pas été possible. Ce modèle peut donc être appliqué sans modification à toutes les échelles mais la stratégie de changement d'échelle permettant de passer de la réactivité des fibres et de la matrice à celle du composite complet n'est pas réalisable expérimentalement. Seules des extrapolations à partir de modèles macroscopiques de l'ablation du carbone ou de données à plus basse températures comme celles obtenues dans [7] pourraient permettre de valider les changements d'échelle.

Le modèle donné par les équations (2.29) et (2.30) possède une solution quasi-analytique dans le cas particulier où l'on se limite à la dimension verticale (écoulement perpendiculaire à la paroi) et où la vitesse croît linéairement en s'éloignant de la paroi. En adimensionnant la concentration locale par rapport à la concentration en haut de la couche limite  $C_0$  (figure 2.7), la vitesse par la vitesse en haut de la couche limite (vitesse à l'infini)  $v_\infty$  et la distance à la paroi par la taille de la couche limite, les équations (2.29) et (2.30) s'écrivent :

$$\begin{cases} \frac{\partial^2 \bar{C}}{\partial \bar{z}^2} + P\bar{é}\bar{z}\frac{\partial \bar{C}}{\partial \bar{z}} + P\bar{é}\bar{C} = 0 \\ \bar{C}(0) = \frac{1}{Da} \left. \frac{\partial \bar{C}}{\partial \bar{z}} \right|_{\bar{z}=0} \\ \bar{C}(1) = 1 \end{cases} \quad (2.31)$$

Ces équations font apparaître les deux nombres sans dimension caractéristiques du problème, les nombres de Péclet,  $P\bar{é} = \frac{\delta v_\infty}{D}$ , et Damköhler,  $Da = \frac{k\delta}{D}$  (voir chapitre 5). Le premier donne le rapport entre le transfert par convection et le transfert par diffusion, tandis que le second, qui apparaît aussi sans écoulement, est le rapport du transfert par diffusion par la vitesse de réaction à la paroi. Ces deux nombres permettent de qualifier l'ablation et l'écoulement et sont caractéristiques du problème.

Le problème est résolu à l'aide de la suite d'outils *AMAV* qui permet le couplage entre un code de mécanique des fluides et un code d'ablation.

#### 2.4.2.2 Les outils de simulation : *AMA* et *AMAV*

Afin de résoudre les problèmes présentés à la section 2.4.2.1, deux outils de simulation numérique ont été développés au LCTS. Le premier permet le suivi de l'interface fluide/solide durant l'ablation et réalise aussi la diffusion d'une espèce oxydante dans le fluide. Il s'agit du code *AMA* (Ablation Marche Aléatoire). A l'origine, ce logiciel fut développé par G. Vignoles [49] afin de simuler l'infiltration et le dépôt en phase vapeur [83] puis il fut adapté à l'ablation et validé par J. Lachaud [7, 14]. *AMA* est écrit en C-99 et basé sur le principe Monte-Carlo/Marches Aléatoires. Le code suit le schéma présenté ci-dessous afin de simuler la diffusion de l'espèce oxydante, sa réaction avec la surface et le recul de cette dernière :

- une image 3D contenant la phase fluide et les phases solides en nuances de gris est créée sur une grille cubique,
- l'interface fluide/solide est déterminée par un *marching cube* simplifié (Simplified Marching Cube, abrégé SMC) [49],
- une méthode de Monte-Carlo/Marches Aléatoires (Monte-Carlo/Random Walks, abrégé MC/RW) simule la diffusion dans la phase fluide [84],
- une condition limite de Dirichlet est appliquée au sommet de la boîte de calcul,
- la réaction est modélisée par une probabilité de collage adaptée à la marche aléatoire [14],
- le recul de l'interface est géré par une méthode de type VOF.

Le fonctionnement du code *AMA* est schématisé sur la figure 2.15. Un marcheur représentant l'oxydant quitte la zone de concentration constante. Son mouvement est piloté par une marche aléatoire jusqu'à la surface. Lorsqu'il atteint celle-ci, la probabilité de réaction entre l'oxydant et la surface est calculée. Si la réaction a eu lieu, la surface impactée recule et elle est sa nouvelle position est calculée par un SMC. Cette méthode peut aisément être adaptée à un problème incluant la convection. Il suffit en effet d'ajouter au vecteur direction calculé par la marche aléatoire un vecteur dépendant du vecteur vitesse de l'écoulement. Cette méthode avait déjà commencé à être implémentée par G. Vignoles.

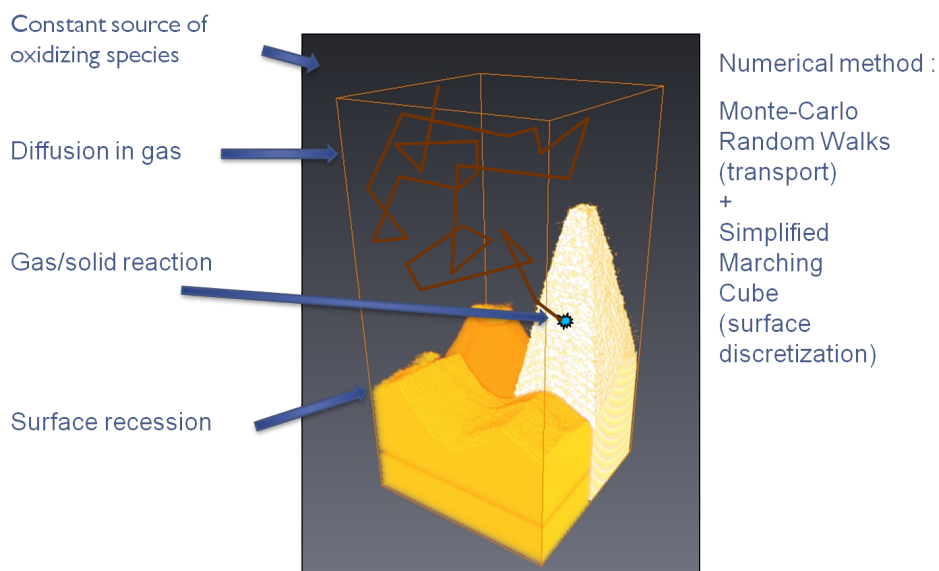


FIGURE 2.15 – Dessin du principe de fonctionnement du code *AMA*.

Afin de calculer l'écoulement, un script de couplage en *Python* est déve-

loppé depuis quelques années au LCTS : *AMAV* [85, 86, 87]. Cet outil lie *AMA* avec le logiciel libre de mécanique des fluides *OpenFoam* par l'intermédiaire d'outils de maillage (permettant de transformer une image 3D en un maillage tétraédrique) et de voxelisation (permettant de transformer un maillage tétraédrique en image 3D). La chaîne de calcul est présentée sur la figure 2.16 et résumée ci-dessous :

- *AMA* : l'outil de diffusion/réaction par MC/RW,
- des logiciels libres de maillage (*Tetgen*, *Gmsh*),
- un logiciel résolvant les équations de Navier-Stokes : *OpenFoam*,
- un outil d'interpolation des vitesses au nœud sur une image voxelisée.

La suite d'outils numériques présentée ci-dessus couplée aux essais réalisés (voir section 2.4.1) va permettre d'atteindre une compréhension plus fine de l'ablation d'un matériau composite en carbone sous très haut flux. La simulation des essais constitue donc la dernière étape de cette thèse.

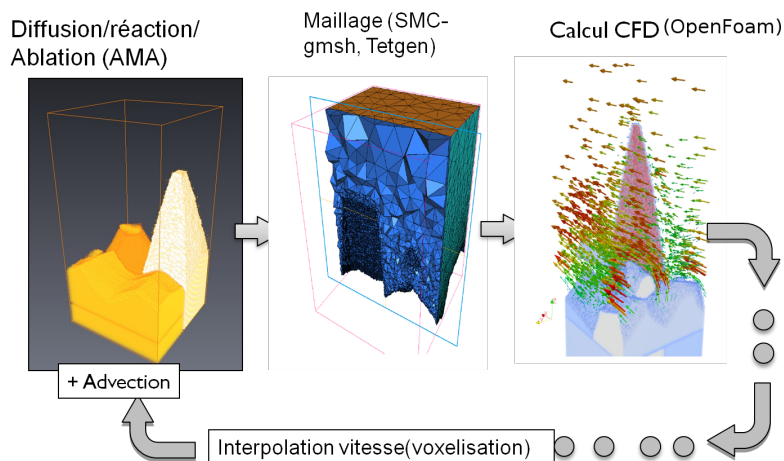


FIGURE 2.16 – Schéma du couplage des outils numériques dans *AMAV*.

### 2.4.3 Simuler les essais

Le nouvel outil numérique, *AMAV*, a pour objectif d'arriver à simuler les essais hauts flux réalisés au Plasmatron du VKI et au four à image d'arc du CEA/CESTA, le but de cette thèse étant de comparer les résultats de ce nouvel outil de simulation numérique avec les données expérimentales, ceci afin d'atteindre une meilleure compréhension de l'apparition des rugosités lors de l'ablation d'un composite en carbone et donc d'améliorer la prédiction de la transition laminaire/turbulent de la couche limite.

Les simulations peuvent être réalisées à deux échelles différentes : l'échelle microscopique (celle de la fibre) et l'échelle macroscopique (celle du composite).

Si certaines données, tel le rapport de réactivité entre la matrice et la fibre, sont inaccessibles à l'échelle microscopique, des observations qualitatives peuvent être menées afin de comprendre les différences de morphologies observées (Figure 2.17). Ces simulations ne nécessitent pas forcément l'utilisation du couplage avec l'écoulement car le nombre de Péclet est très faible à cette échelle (voir figure 2.6).

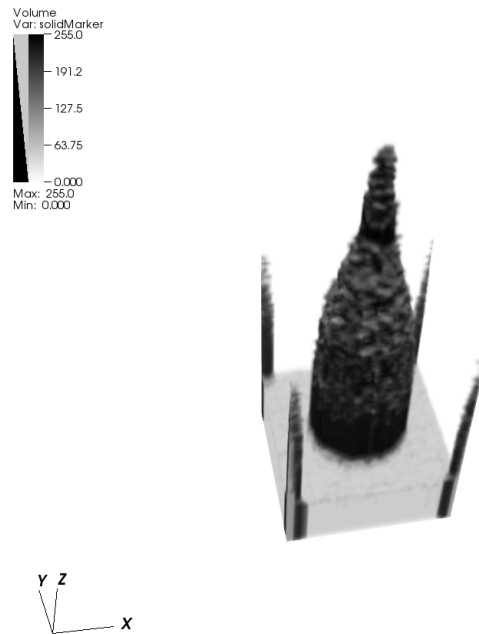


FIGURE 2.17 – Exemple de simulation d'une fibre de carbone entourée de sa matrice dans des conditions utilisées au Plasmatron du VKI.

À l'échelle macroscopique, de nombreuses données quantitatives ont pu être extraites des observations sur le 3D  $C_f/C$ . Cependant, en raison d'essais réalisés tardivement, l'étude se focalisera sur les essais au Plasmatron du VKI. Ceux-ci ont fourni de nombreux résultats expérimentaux couplés à une simulation de l'écoulement plasma. Ces données sont principalement :

- la vitesse moyenne de récession du matériau,
- la différence de hauteur finale entre les constituants,
- les largeurs et profondeurs d'interfaces.

Cela permet d'obtenir des résultats quantitatifs de récession à l'aide d'*AMAV*. De plus, les observations au Microscope Electronique à Balayage (MEB) et

au microscope numérique 3D apportent un point de comparaison qualitatif pour les simulations. Les différences entre les différents constituants (baguette verticale, baguette horizontale et octet de matrice) du matériau après une simulation d'ablation dans les conditions du Plasmatron du VKI.

Les grands axes de recherche explorés dans cette thèse ont été présentés dans ce chapitre avec leur mise en perspective scientifique et industrielle. La suite de ce mémoire présentera plus en détail la démarche suivie, les modèles utilisés, leur implémentation et leur validation dans les outils de simulation numérique ainsi que les résultats obtenus et les perspectives en découlant.

## Chapitre 3

# Essais à haute vitesse d'écoulement

### Résumé en français

Dans cette partie nous allons étudier l'influence de la vitesse d'écoulement sur l'ablation grâce à un moyen d'essai à haute vitesse.

Le Plasmatron du VKI est un jet de plasma inductif d'une puissance de 1.2 MW d'une grande flexibilité [9, 10]. Dans cette étude, des échantillons plats et hémisphériques sont testés à des pressions statiques de 1.5 kPa et 20 kPa sous des flux de chaleur variant de 700 kW/m<sup>2</sup> à 2800 kW/m<sup>2</sup> pour des températures de surface comprises entre 1800 °C et 2500 °C. La caractérisation de l'écoulement par des sondes de flux et de pression ainsi que sa reconstruction par une simulation réalisée au VKI sont d'abord présentées. A ces moyens s'ajoutent les outils de caractérisation du matériau testé et de la couche limite (caméra rapide, spectromètre,...). Ces essais sur le 3D  $C_f/C$  ont mené à des résultats très intéressants sur la morphologie du composite lors de l'ablation. Il est aussi montré qu'un simple modèle de limitation par la diffusion (ce que l'on peut attendre aux températures testées) ne permet pas de prédire précisément le recul de surface.

### 3.1 Introduction

Plasma wind-tunnels are among the most interesting facilities to reproduce environment close to atmospheric re-entry. In this chapter, we report new data to improve the understanding of the behaviour of dense  $C_f/C$  composites during atmospheric re-entry and to feed multi-scale models of ablation. In order to reproduce the aero-thermodynamic environment of atmospheric entry in the boundary layer, the subsonic 1.2 MW Inductively Coupled Plasma (ICP) torch of the Plasmatron facility of the von Karman Institute (VKI) has been used. It allows the use of a wide range of pressures and heat fluxes [9, 10]. An



extensive numerical rebuilding procedure offers a detailed characterization of the flow.

Plasma Jets are high enthalpy experimental facilities which allow gas temperature up to 20000 K with an efficiency of 50 to 75% at low pressures ( $\leq 1$  bar). They consist of a wind tunnel coupled with a heating of the gas by induction. Performances of these experimental set-ups are given by the three following parameters [1] :

- gas mass flow,
- stagnation pressure,
- generative mean enthalpy.

Main drawbacks of Plasma Jets are [1] :

- flow inhomogeneity,
- arc fluctuation for frequencies between 50 Hz and 100 Hz induces perturbations in turbulent flow field,
- flow pollution by copper due to electrodes consumption.

ICP torches partially correct these drawbacks (especially flow pollution) by using an inductive generated plasma. VKI Plasmatron capabilities will be presented in section 3.2.2.

Flat and hemispherical samples were tested at pressures from 1.5 kPa to 20 kPa, heat fluxes from 734 kW/m<sup>2</sup> to 2861 kW/m<sup>2</sup> and surface temperatures of 1800 °C up to 2500 °C. This chapter will first describe the experimental and characterization facilities; then, the experimental results will be exposed. In the last section, consequences of the results for a modelling strategy will be discussed.

## 3.2 Experimental techniques

### 3.2.1 Test material

The material was a 3D  $C_f/C$  composite made from ex-PAN carbon fibres and an ex-pitch carbon matrix [12]. Several thousands of fibres are linked together by a pitch-based matrix in a straight, unidirectional yarn, named “bundle”. Then, fibre bundles are fit together into a 3D orthogonal pattern repeated by translation of a cubic lattice. This leads to a network of parallelepipedic macropores, hereafter named octets. They are partially filled with a pitch-based carbon matrix. Finally, the composite is graphitized.

Two different sample shapes, schematized in figure 3.1, were used in these tests. The first ones were flat samples which were used for stagnation point characterization tests. They are 4 mm thick and have got a radius of 25 mm. They will be called Standard samples (*ST*) in the following. The second ones were hemispherical samples (*HS*). They have got a radius of 15 mm and a 34 mm length. They were used for stagnation point and off-stagnation point tests.

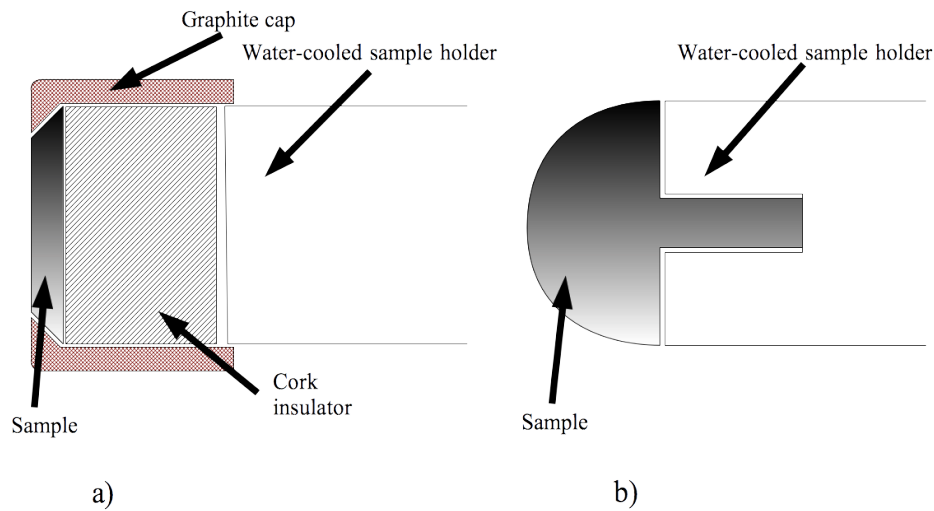


FIGURE 3.1 – Scheme of the assembly of a) flat and b) hemispherical samples for the VKI Plasmatron experiments.

Standard samples were held by a graphite cap, laid on a cork insulator and attached to a cooled sample holder (Figure 3.1a)). Hemispherical samples were only attached to the sample holder (Figure 3.1b)). A 0.1 mg precision balance was used for pre- and post-test evaluation of mass loss of samples.

### 3.2.2 Plasma wind tunnel overview

During the nineties, the Hermes re-entry vehicle has highlighted the need for the European Space Agency (ESA) of an experimental means to test materials for TPS. That is why ESA, with the Belgian Federal Office for Scientific and Cultural Affairs, sponsored the construction of an inductively-heated wind tunnel at the VKI. It was inaugurated on December 8, 1997 [9].

The ICP torch of the VKI Plasmatron has been used for all the experiments. It has the ability to reproduce the aero-thermodynamic environment of re-entry plasma flows, creating a high-enthalpy, highly dissociated subsonic gas flow. The Plasmatron is equipped with a 160 mm diameter ICP torch powered by a high frequency (400 kHz), high power (1.2 MW), high voltage (2 kV) generator (with Complementary Metal-Oxide-Semiconductor (CMOS) technology). The gas is heated by induction through a coil, creating a high purity plasma flow [9].

A schematic of the experimental set-up for *in situ* ablation measurement can be found in figure 3.2a. Figure 3.2b shows a picture of the interior of the Plasmatron with the torch on the left, and the Pitot probe, the calorimeter and the sample on the right. The Plasmatron was piloted by Jean-Baptiste Gouriet, the engineer responsible for the experimental mean at VKI, and P. Collin, the Plasmatron operator. Surface temperature measurements were carried out using a bichromatic Raytek Marathon MR1S-C pyrometer ( $0.75 - 1.1 \mu\text{m}$ ), with a temperature range from 1300 K to 3300 K. A KT19 Heitronics Infrarot Messtechnik GmbH radiometer was used for emissivity checking and temperature measurement for sublimation tests. The emissivity of the material is  $\epsilon = 0.89$ . It was determined from *in-situ* measurements combining the radiometer (broad wavelength, emissivity dependant) and the bichromatic pyrometer (surface temperature, emissivity independent). The temperature in the case of argon flow was obtained from the radiometer data. Surface recession was recorded *in situ* with a Vision Research 7.1 High-Speed Camera (HSC). Identification of ablation products can be carried out using a low-resolution Ocean Optics HR4000 spectrometer which was used by B. Helber, at this time PhD. student at VKI.

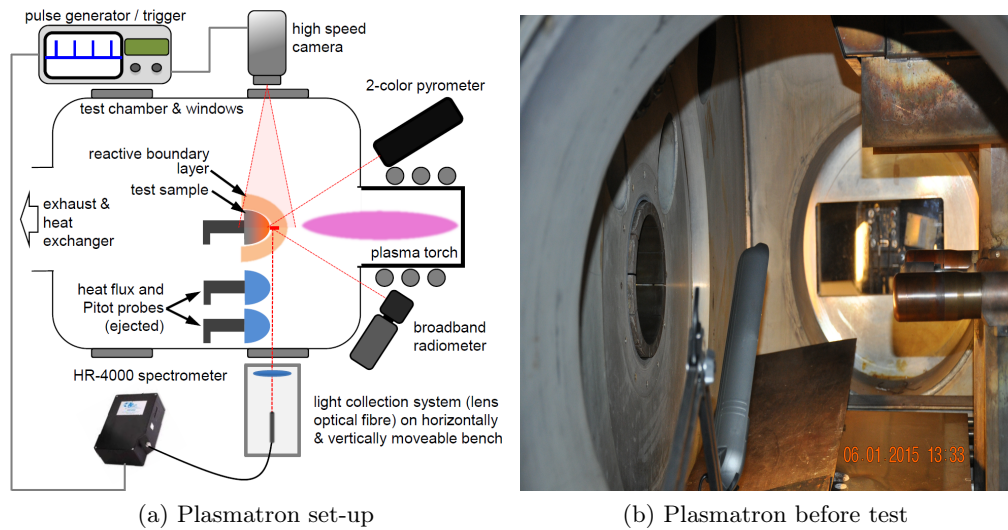


FIGURE 3.2 – Plasmatron set-up for HS samples and picture of the test chamber for ST samples.

### 3.2.2.1 Plasma flow characterization by intrusive probes

The cold wall ( $\sim 350 \text{ K}$ ) stagnation point heat flux  $\dot{q}_{cw}$  was measured with a flat water-cooled calorimeter made of copper. Additionally, a probe with the same shape as the test sample was used for tests with *HS* samples. A calibrated

rotameter served to determine the water mass flow, and inlet/outlet temperatures were measured by two type-E thermocouples. A  $\text{\textcircled{R}}$ Teflon insulator was inserted between calorimeter and probe holder to achieve adiabatic conditions at the calorimeter wall. The uncertainty on the heat flux measurement was estimated to be about  $\pm 10\%$  [10]. Determination of the dynamic pressure of the flow was achieved by using a water-cooled Pitot probe, connected to a Validyne variable reluctance pressure transducer. The output voltage was amplified by a voltage demodulator. Both of them were calibrated prior to the tests by a Betz water manometer. The test chamber is also equipped with an absolute pressure transducer to measure the static pressure with an accuracy of  $\pm 2$  Pa which is always less than 1% of the static pressure presented in table 3.2.

Before the injection of the sample, the generator power was adjusted to calibrate the target wall heat flux. Cold wall heat flux was measured by the calorimeter and the generator power was modified in order to adjust the plasma jet energy. After withdrawing the sample, whenever possible, the calorimeter was injected a second time to control the stability of the heat flux. Table 3.1 shows that the heat flux variation has been in the calorimeter measurement error except for the low flux test (*Long Duration ST*) where a 15% variation of the heat flux can be noticed.

Test	$\dot{q}_{cw}$ (MW m <sup>-2</sup> ) before	$\dot{q}_{cw}$ (MW m <sup>-2</sup> ) after	$\Delta q_{cw}\%$
<i>Reference ST</i>	1.012	1.020	+0.79 %
<i>Long Duration ST</i>	0.734	0.687	-15 %
<i>Oxidation FR</i>	1.914	1.747	+9.6 %
<i>Sublimation FR</i>	1.766	1.630	+8.3 %

TABLE 3.1 – Cold wall heat flux,  $\dot{q}_{cw}$ , before and after the ablation test and relative variation of this flux.

### 3.2.2.2 Computation of the plasma free-stream composition

Duplication of the hypersonic entry condition in a ground-test plasma facility can be achieved under the Local Thermochemical Equilibrium (LTE) assumption if the boundary layer edge total enthalpy  $h_e$ , total pressure  $p_e$  and the radial velocity gradient at the wall  $\beta_e$  are locally matched on the test sample [88] :

$$h_e^f = h_e^t \quad p_e^f = p_e^t \quad \beta_e^f = \beta_e^t \quad (3.1)$$

$f$  and  $t$  stand for "flight" and "test" quantities, respectively.  $\beta_e = \frac{\partial v}{\partial y}|_e$  with  $y$  and  $v$  which are the radial coordinate and the radial velocity.

The subsonic Plasmatron flow field is numerically simulated using a Navier-Stokes equation solver, characterizing the boundary layer geometry around the test sample under LTE and axisymmetric flow assumptions. This assumption is made by the VKI ICP code and, even if not totally correct for our studies,

sufficient to obtain good agreement. [76, 78, 79]). The boundary layer thickness is thermally defined by :

$$h_{tot} \leq 0.95h_{tot_{inf}} \quad (3.2)$$

where  $h_{tot_{inf}}$  is the total enthalpy of the free flow. The code makes use of the **Mutation**<sup>++</sup> library [80] to determine thermodynamic and transport properties of an air mixture composed by eleven species. The temperature of the sample surface is fixed and the input power is chosen in order to match experimental heat flux on the sample.

The main output data of this simulation are the size of the boundary layer and the physical values (velocity, temperature, species fractions, ...) at the boundary layer outer edge.

### 3.2.3 High-speed camera application for *in situ* surface recession determination

It is not easy to measure surface recession of an ablating test sample. Because meso- and micro-structural roughness is a main concern of this study, calliper rule measurement is not advised. Indeed, making use of a calliper rule can destroy the fragile meso-structures of the 3D  $C_f/C$  roughness features. A Vision Research Phantom 7.1 CMOS high-speed camera (HSC) with a short exposure time (2  $\mu$ s) has been used for *in situ* recession analysis of the ablating test samples. The short exposure time prevents CCD sensor saturation. The determination of the recession rate from HSC data was only available for hemispherical samples, because the camera axis needs to lie perpendicular to the sample axis. Due to the camera resolution, which is 126  $\mu$ m by pixel, only the overall recession rate was accessible, by making the difference between the first and the last image taken by the camera.

### 3.2.4 Temporally and spatially resolved emission spectroscopy

Identification of ablation products as a function of the plasma parameters was performed by means of temporally and spatially resolved emission spectroscopy in front of the test specimen. Tracking ablation products during high enthalpy testing of the 3D  $C_f/C$  composite offers a way to determine which ablation regime (oxidation, nitridation or sublimation) dominates. A low-resolution ( $\sim 2$  nm) Ocean Optics HR4000 spectrometer was used for this study. It covers a wide wavelength range (200 – 900 nm) within one single acquisition and a minimum integration time of 5 ms [34].

The optical arrangement consisted of the spectrometer connected to an optical fibre, on which the light is focused by a plano-convex lens. The optics were aligned on the centreline in front of the test sample boundary layer (see Figure 3.2a), close to the stagnation point ( $\sim 0.5 - 1$  mm from the surface). The acquisition rate was 2 Hz which allowed a sufficient frequency resolution

of the spectra but was high enough to observe the temporal behaviour of the material. The spectrometer acquisition was synchronized and triggered with the HSC measurements, hence the spectrometer measurement location (the distance to the ablating sample surface) was known during the whole experiment.

Due to the recession of the sample, if it is sufficient, a scan of the boundary layer can be made depending on the recession rate and test time. However, in the present study, this has not been the case due to the very low recession rate, preventing a shift of the measure line of the spectrometer. We have only checked that nitridation was effective in addition to oxidation by observation of the CN violet system in presence of air in all experiments.

### 3.2.5 Material characterization

Morphological characterization was performed by Scanning Electron Microscopy (SEM), and by confocal and 3D optical microscopy. The SEM system used in this study was a FEI Quanta 400 FEG environmental SEM. The accelerating voltage was 5 kV and the working distance varied between 10 mm and 60 mm. Confocal microscopy was made using a Sensofar S-NEOX confocal microscope.  $4 \times 3 \text{ mm}^2$  and  $13 \times 5 \text{ mm}^2$  pictures were taken with this microscope.

The second 3D optical microscope is a Keyence VHX-2000 owned by CEA/Le Ripault. Its large depth of field allows a 3D reconstruction of the sample surface and therefore gives access to composite roughness measurements. The focus of the microscope was set on the sample holder, then it was shifted to the top of the sample and the microscope software measured the distance between the two positions. This method was applied to all samples and to two non-ablated samples for sake of reference. The recession rate was obtained by calculating the height difference between ablated and non-ablated samples and dividing by the test time. It is assumed that the transient recession has been negligible. Because this method depends on the chosen point on the sample surface, nine measurements were taken for each sample. The standard deviation was always less than 1% of the mean value.

## 3.3 Results

The test conditions of material ablation are summarized in table 3.2. Two geometries were used : standard samples for stagnation point experiments and hemispherical samples for comparison between stagnation and off-stagnation points. The target temperatures were 1800 °C and 2500 °C. A first experiment with a heat flux of  $1 \text{ MW m}^{-2}$  was performed in order to match previous works [13]. The tests were carried out with air or pure argon, the latter experiments in order to quantify the sublimation rate in ablation process. The

static pressure was held at 200 mbar for air tests and 15 mbar for argon tests. In these conditions, the stability of the jet was ensured. The gas mass flow was 16 g/s for test under air and 8 g/s for sublimation tests, and the test time was 180 s for all tests except one where a 300 s test was performed to ensure stationary ablation. Linear recession rate are also included in table 3.2. Figure 3.3 shows a picture of the *Oxidation HS* sample before and after plasma exposure. Because numerical tool was not ready before test, experimental conditions were chosen function of previous test carried out by J. Lachaud [7, 13, 57] at  $1 \text{ MW m}^{-2}$ . Other tests were selected to sweep a wide range of conditions with a limited number of tests. *Oxidation ST* was a test of oxidation at high temperature and *Sublimation ST* was a test with no oxidation or nitridation to quantify sublimation effect. *HS* Plasmatron shots were used to ascertain the effects of samples shape and to achieve off-stagnation tests. Initially, all shots were supposed to be realized at the same static pressure but argon plasma jet can only be stabilized at 15 mbar. *Long Duration ST* test was the most difficult to define. Originally, it was created to ensure stationary ablation at 2500 K. But, because it was not possible to confirm at this time that *Oxidation ST* test was unsteady and *Long Duration ST* test was stationary, the goal of this test was modified and it became a pure oxidation shot because nitridation is more negligible at low temperature and its surface temperature was decreased at 1800 K.

Sample	Geometry	Gas	$p_s$ (kPa)	$p_d$ (Pa)	$\dot{q}_{ch}$ ( $\text{MW.m}^{-2}$ )	$T_s$ (K)	$\tau$ (s)	$\dot{r}$ ( $\mu\text{m.s}^{-1}$ )
<i>Reference ST</i>	Standard	Air	20	16.9	1.020	2303	180	4.66
<i>Oxidation ST</i>	Standard	Air	20	65.0	2.345	2806	180	6.21
<i>Long Duration ST</i>	Standard	Air	20	11.3	0.687	2073	300	3.94
<i>Sublimation ST</i>	Standard	Ar	1.5	421	1.136	2394	145	0.08
<i>Oxidation HS</i>	Hemispherical	Air	20	36	2.861	2779	180	9.61
<i>Sublimation HS</i>	Hemispherical	Ar	1.5	372	1.630	2426	180	< 0.6

TABLE 3.2 – Plasmatron test conditions : test case name, sample geometry, test gas, static pressure  $p_s$ , dynamic pressure  $p_d$ , cold wall heat flux  $\dot{q}_{ch}$ , mean surface temperature  $T_s$ , sample exposure time  $\tau$ , and recession rate  $\dot{r}$

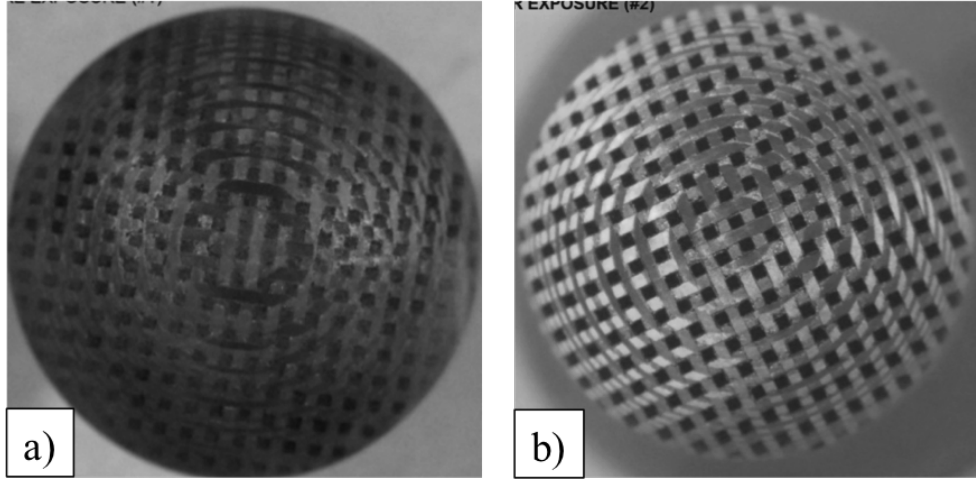


FIGURE 3.3 – Micrographs of the *Oxidation HS* sample before (a) and after (b) ablation on the Plasmatron.

From the numerical rebuilding of the plasma free-stream composition, we obtained the boundary layer thickness (see equation (3.2)), the flow axial velocity  $u_e$ , the temperature  $T_e$  and the partial pressure of air components at the outer edge of the boundary layer on the stagnation line, as listed in table 3.3 for all tests under air flow and one test under argon flow. The shear rate ( $\dot{\gamma} = \frac{u_e}{\delta}$ ) is also given in this table. For the other one (*Sublimation ST*), numerical convergence could not be attained. An example of the simulated flow field for the *Oxidation HS* experiment can be found on figure 3.4.

Sample	$\delta$ (mm)	$u_e$ (m s <sup>-1</sup> )	$\dot{\gamma}$ (s <sup>-1</sup> )	$T_e$ (K)	Partial pressures $p_{e,i}$ (Pa)						
					O	O <sup>+</sup>	O <sub>2</sub>	N	N <sup>+</sup>	N <sub>2</sub>	NO
<i>Reference ST</i>	10	93.2	9320	7258	4402	6.09	$6.85 \cdot 10^{-2}$	14518	23.66	1014	7.96
<i>Oxidation ST</i>	10	156	15600	10158	3779	174.6	$4.24 \cdot 10^{-3}$	13848	1007	7.23	0.24
<i>Long Duration ST</i>	7.3	61.8	8466	6497	4814	2.094	0.24	10966	2.946	3980	25.3
<i>Sublimation ST</i>	9	46.1	5122	10666	-	-	-	-	-	-	-
<i>Oxidation HS</i>	6.5	168	25846	9646	4009	82.27	$8.34 \cdot 10^{-3}$	14888	455	25.36	0.59

TABLE 3.3 – Numerical boundary layer edge characterization for air and argon plasma : boundary layer size  $\delta$ , axial velocity  $u_e$ , shear rate  $\dot{\gamma}$ , temperature  $T_e$  and partial pressures  $p_e$  of the air species.



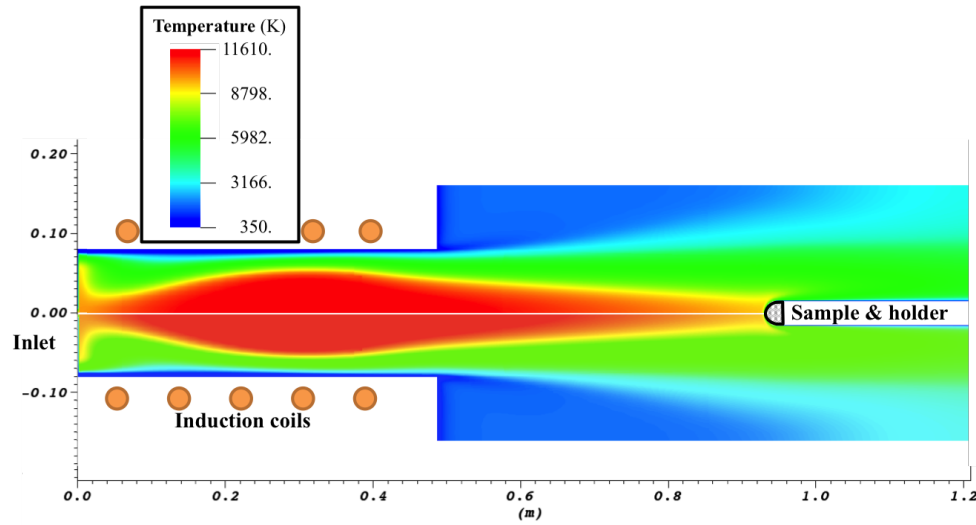
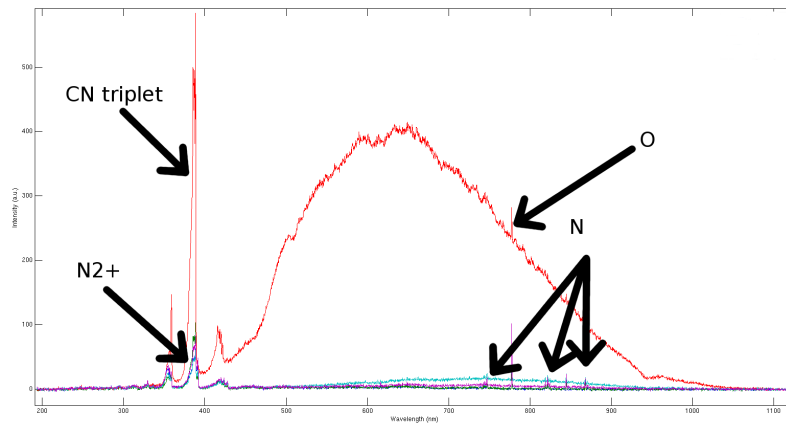


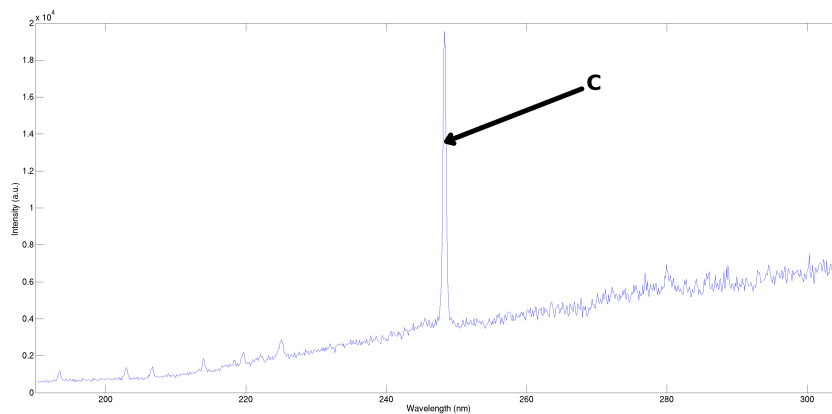
FIGURE 3.4 – Simulation of the temperature field of an axisymmetrical equilibrium computation of the flow inside the Plasmatron ICP torch and test chamber including a hemispherical test sample for test *Oxidation HS*. The sample surface thermal boundary condition is a cold wall boundary condition.

### 3.3.1 Gas phase results from emission spectroscopy

Emission spectroscopy allows access to some gaseous species in the boundary layer. Due to recession of samples, boundary layer can be spatially covered. Nevertheless, the very low recession rate ( $7.5 \mu\text{m/s}$  for test in air flow) limits measurements to 1.8 mm at the maximum that is very weak compared to the boundary layer thickness presented in table 3.3. Emission spectra was recorded during time over hemispherical samples for air flow (Figure 3.5a) and argon flow (Figure 3.5b). For air flow, electronically excited CN violet system was detected for ablation in air. Moreover,  $\text{N}_2^+$ , N and O lines were visible during all the experiment. By comparing spectra before and after injection, CN production by nitridation of the sample is highlighted in the 350 – 400 nm band. For argon flow, detection of C on the axis of the jet confirms that, despite its very low rate, sublimation occurs. Nevertheless, these results could not permit a quantitative analysis of the data through the boundary layer.



(a) Air



(b) Argon

FIGURE 3.5 – Raw signals of spectrally resolved boundary layer emission recorded during air and argon ablation.

### 3.3.2 Recession of the samples

Recession data are presented in table 3.4. Because the recession of the samples was weak, three methods were used to calculate it. The first was HSC recording and has severe limitations : (i) data is available only for *HS* samples, and (ii) only the overall rate (*i.e.* between the first and last frame of the film) can be measured. This induces another limitation of the method which is the assumed hypothesis that the transient phase of the ablation test has been negligible compared to the stationary one. Owing to the long duration of the tests (at least 180 s) and the high surface temperatures reached during the experiments, this hypothesis is not too strong. However, a slight under-estimation of

Sample	HSC	All values in $\mu\text{m.s}^{-1}$			Uncertainty
		3D microscopy	Weighing	Retained $\dot{r}$	
<i>Reference ST</i>	-	4.66	4.2	4.66	0.3
<i>Oxidation ST</i>	-	6.21	6.1	6.21	0.06
<i>Long Duration ST</i>	-	3.94	3.8	3.94	0.07
<i>Sublimation ST</i>	-	0.08	$\approx 0.13$	0.08	-
<i>Oxidation HS</i>	5.4	9.61	15.7	9.61	4.2
<i>Sublimation HS</i>	< 0.6	-	0.2	< 0.6	-

TABLE 3.4 – Recession rate of samples according to HSC data, 3D digital microscopy data and mass loss data.

the actual ablation rate is expected. Moreover, the recession rate of the sample *Sublimation HS* was too slow to be measured by this method : we could only determine an upper bound for it. The second method based on the digital 3D microscope, proved much more efficient ; however it failed to provide a value for the hemispherical sample under argon, because of its very low recession rate. The third method, based on mass loss measurements, has important potential drawbacks. First, the mass of the samples can significantly change with sample manipulation and ambient humidity variations. Nevertheless, it can be used for comparison when one of the first two methods cannot be used. With our dense sample ( $\rho \approx 2 \text{ g.cm}^{-3}$ ), the mass gain with ambient moisture is negligible, so the weighing agrees with 3D microscopy for *ST* samples (see table 3.4). On the other hand, for *HS* samples, a hypothesis of uniform ablation across the whole surface was made to calculate the recession rate from mass loss data. Unfortunately, this hypothesis is not verified, inducing a discrepancy with respect to HSC data.

Finally, in table 3.4, a retained value is provided for the linear recession rate  $\dot{r}$ , which is the Keyence measurement data because they are available for all the test samples and more accurate than other measurements. From this table, it is obvious that at temperatures lower than 2500 K, sublimation plays only a minor role on the ablation of 3D  $C_f/C$  composites. When it is measurable, the ablation rate in argon flow is nearly an hundred times lower than in air flow. For *ST* samples ablated under air flow, the ablation rate increases with temperature. It is more difficult to compare with sample *Oxidation HS* because its ablation rate has been determined with less precision, but it seems to increase with the heat flux.

### 3.3.3 Surface morphology characterization

Figure 3.6 presents micrographs of the samples tested. Samples ablated under air (Figures 3.6a, 3.6b, 3.6d and 3.6e) show deep cracks between fibre bundles and matrix. They arise from recession of the thin interface between octets and fibre bundles and are a commonly reported pattern in oxidation of  $C_f/C$  composites [11]. On the contrary, the less disturbed surface obtained under argon (Figure 3.6c and 3.6f) as compared to the oxidative cases confirmed that sublimation was very low under argon flow.

Figure 3.7 presents micrographs of fibres located in bundles approximately perpendicular to the surface of the sample for three locations in *Oxidation HS* sample and for *Oxidation ST* sample. A scheme of the locations is presented on Figure 3.7a. All the conditions give similar morphologies. Fibres and intra-bundle matrix acquire a needle shape due to recession of a thin, less organized, more reactive carbon layer [58, 66, 89, 90, 91]. More precisely, as shown on figure 3.7b, the fibres internal organization appears with a core, which is more resistant to ablation than an intermediate zone, and a thin skin ; the fibres tip is nearly flat. On the other hand, on figure 3.7c, 3.7d and 3.7e, the internal structure of fibres is less perceptible, whereas a needle shape is more strongly marked. Moreover, if the *center* and *middle* fibres are very similar, the matrix has been less ablated on the edge of the sample. This is consistent with a smaller ablation rate caused by the smaller temperature at the edge of the hemispherical sample.

Under argon flow the intra-bundle matrix surface lies above the fibres instead of below (see Figure 3.8). This "reverted" behaviour agrees with previous studies [57, 11]. The differences between flat and hemispherical samples will be discussed in 3.4.2.

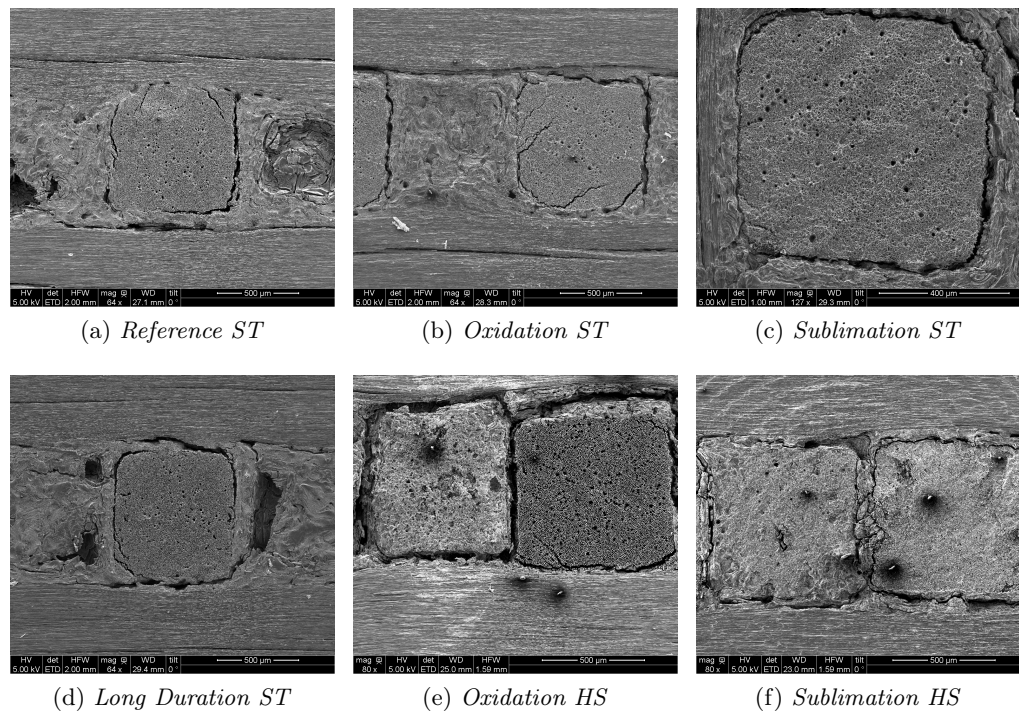
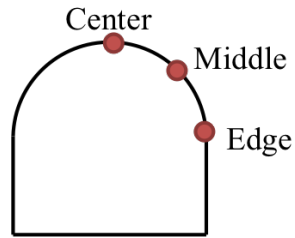
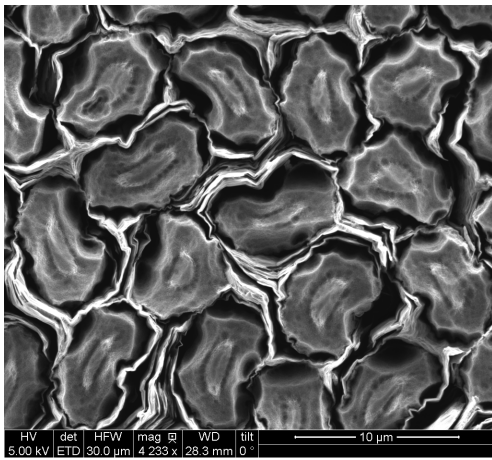


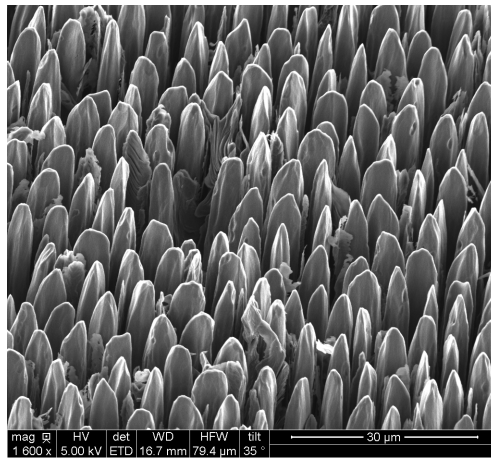
FIGURE 3.6 – SEM micrographs of  $C_f/C$  composites ablated at the VKI Plasmatron.



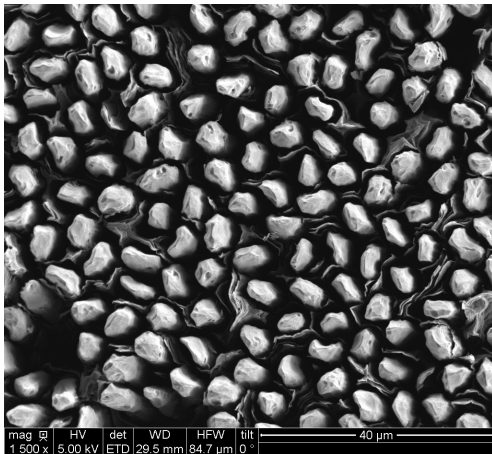
(a) Scheme of HS sample locations



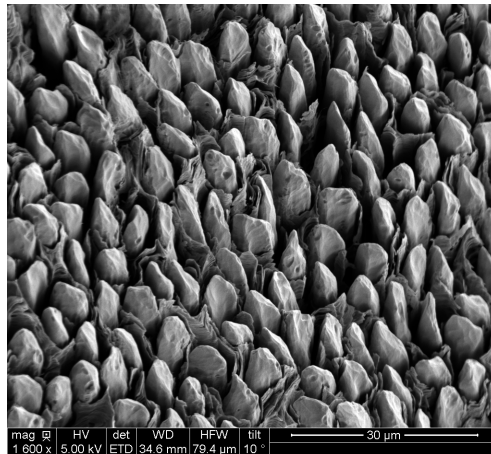
(b) Oxidation ST



(c) Oxidation HS center

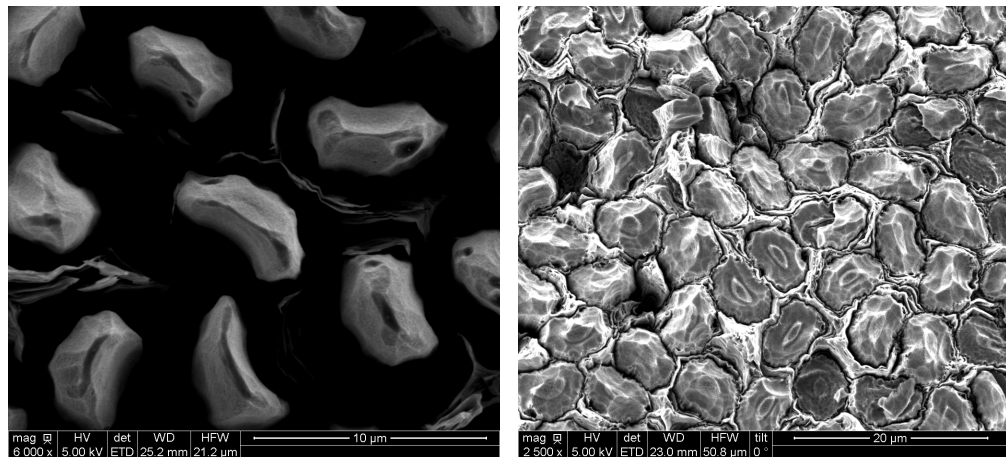


(d) Oxidation HS middle



(e) Oxidation HS edge

FIGURE 3.7 – SEM pictures of fibre bundles perpendicular to the surface for *ST* and *HS* samples ablated under air. A scheme of the observations locations on *HS* samples is presented in a).



(a) HS sample ablated under air

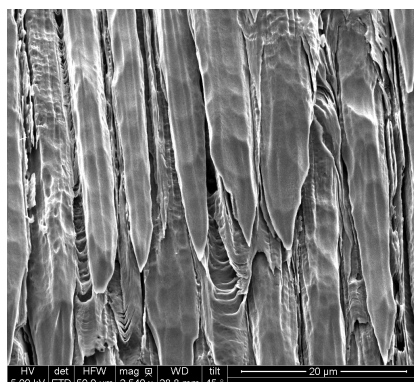
(b) HS sample ablated under argon

FIGURE 3.8 – SEM pictures of fibre bundles perpendicular to the flow for *HS* samples at the stagnation point ablated under air and argon flow.

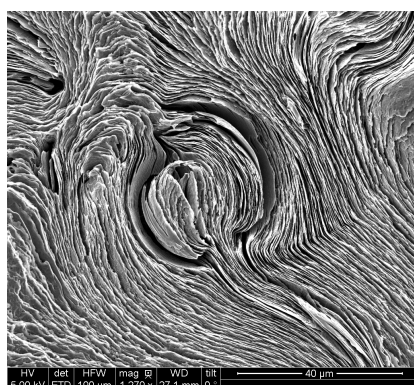
Matrix and horizontal fibres ablation patterns are presented in figure 3.9. All are SEM micrographs of samples after an ablation test under air flow. Samples ablated under argon present the same structures, though less visible due to very weak recession. The highly graphitized matrix presents carbon sheets mostly oriented perpendicularly to the surface sample. Moreover, ablation uncovered pores inside the matrix. Even if the 3D  $C_f/C$  contains a very low pore volume fraction, these pores can play a role in ablation at mesoscopic scale by increasing the ablation rate of the matrix. Fibres in horizontal bundles are completely stripped, because the matrix has been removed in more depth, and have got a blade-like shape with scallops.

Grooves around the fibres bundles and the octets come from the important recession of the less organized carbon interface. Nonetheless, these cracks do not perfectly follow the composite pattern. Some fibres can be separated from the bundle or, conversely, matrix can remain stuck on bundles because of pre-existing cracks or defects (see Figure 3.6).

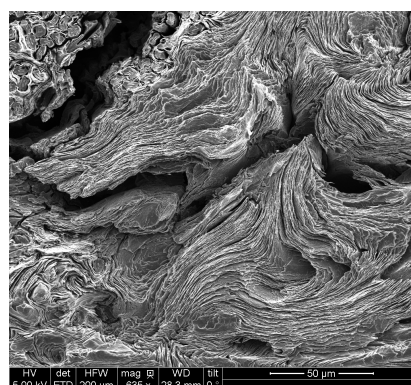




(a) Horizontal fibre bundle of *Reference ST*



(b) Matrix octet of *Reference ST*



(c) Matrix octet of *Oxidation ST*

FIGURE 3.9 – SEM pictures of horizontal fibres bundle and matrix octets for standard samples ablated under air flow.

### 3.3.4 Quantitative morphological data

By confocal microscopy, quantitative depth profiles were obtained. For example, Figure 3.10 shows a 2D depth map of the surface of the *Reference ST* sample. The graph corresponds to the vertically-averaged depth profile along the horizontal abscissa in the area highlighted by the dotted rectangle. Figures 3.11 and 3.12 show relative profiles for the other components ablated under air during *Reference ST* test. From them, it is concluded that the surface of the horizontal bundles are lying some  $8\ \mu\text{m}$  above the vertical ones, themselves lying less than  $10\ \mu\text{m}$  above the octets, this last value being only approximate because of pores in the octets. These results are surprising because the vertical fibre bundles have been described as the most resistive phase [11]. Actually, measurements in vertical bundles are poorly accurate too, because only fibre tips can be seen by the microscope. Nevertheless, the effective re-

cession rates seem very close to each other for all components except the thin interphase.

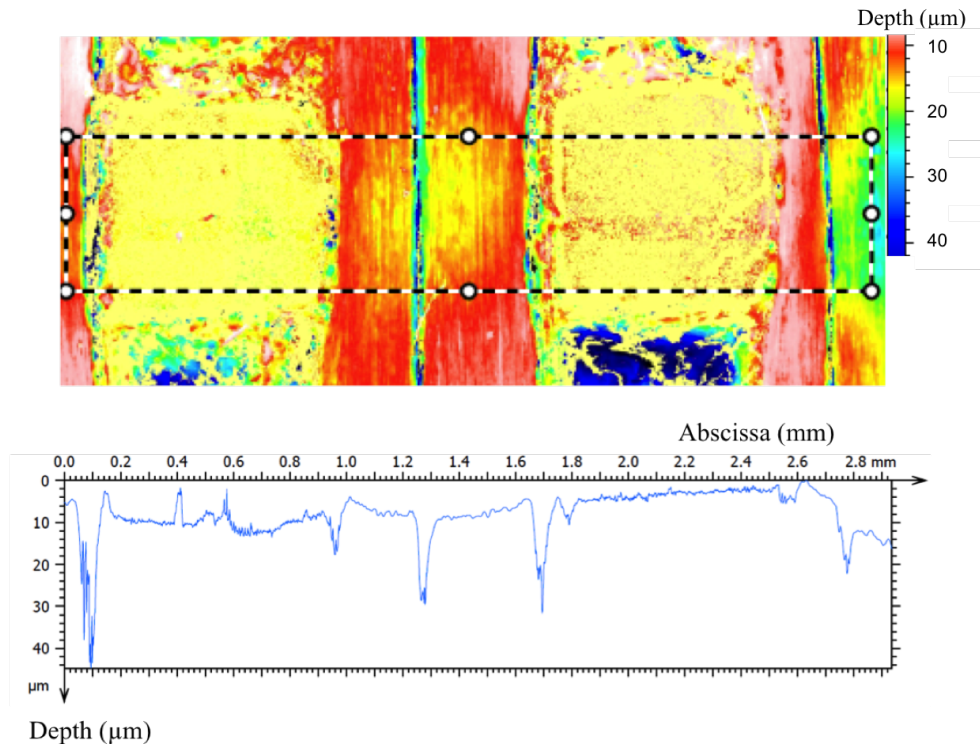


FIGURE 3.10 – 3D profile and relative heights (relative to the highest point, averaged over the area) measurements of *Reference ST* sample obtained by confocal microscopy.

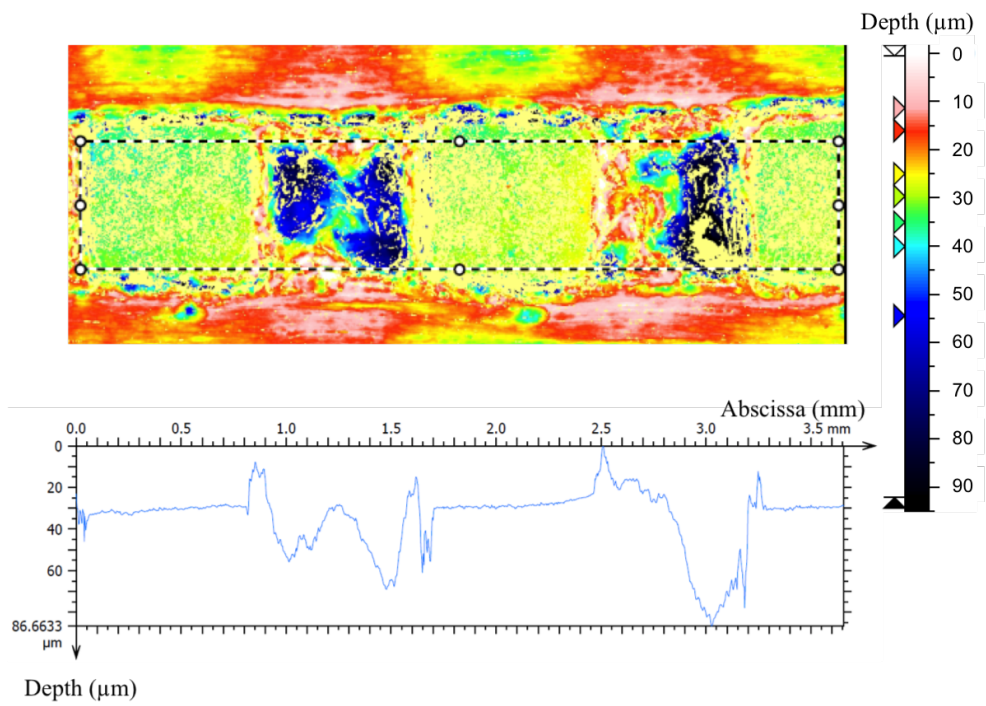


FIGURE 3.11 – 3D profile and relative heights measurements (averaged over the area) of sample *Reference ST* using confocal microscopy.

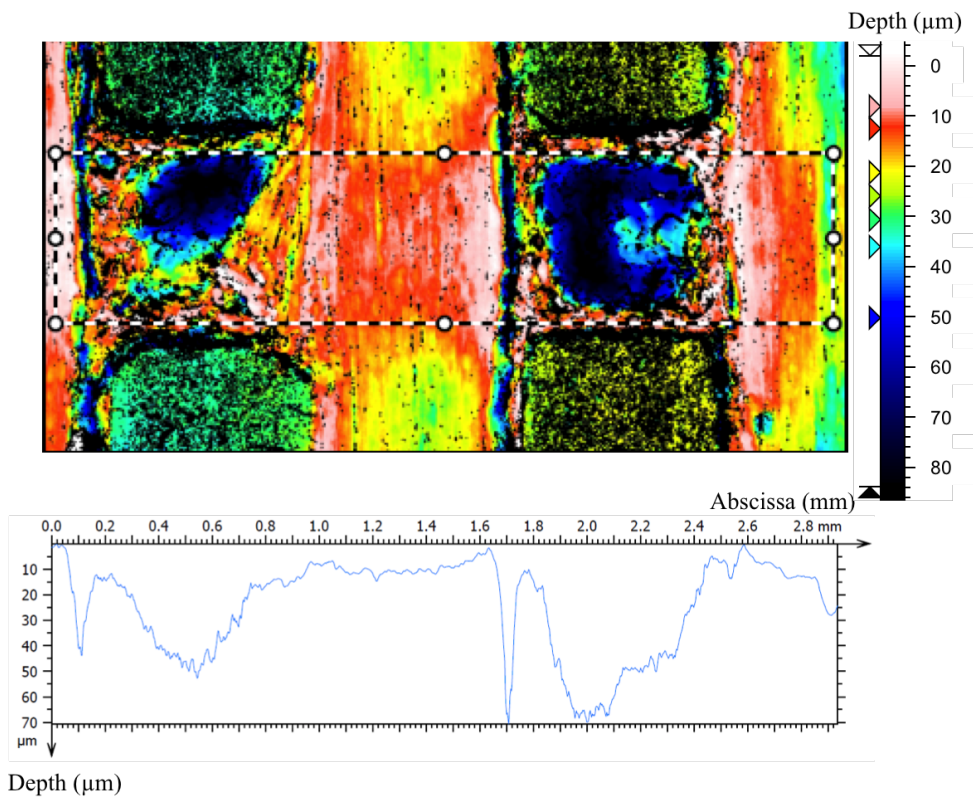


FIGURE 3.12 – 3D profile and relative heights measurements (averaged over the area) of sample *Reference ST* using confocal microscopy.

In figure 3.13, the profile of a horizontal fibre bundle across the composite surface is presented. It is clearly seen that these bundles have got a wavy shape, which is probably due to composite manufacturing [2] : during the high-pressure pitch impregnation steps, the horizontal and vertical bundles are pressed against each other, therefore the section variations. Except this wavy pattern, the average surface height is constant throughout the sample. It can be concluded that the recession rate of the whole sample surface is constant. So, *ST* samples are good models for stagnation point recession. On the other hand, *HS* may give information about off-stagnation point recession rates.

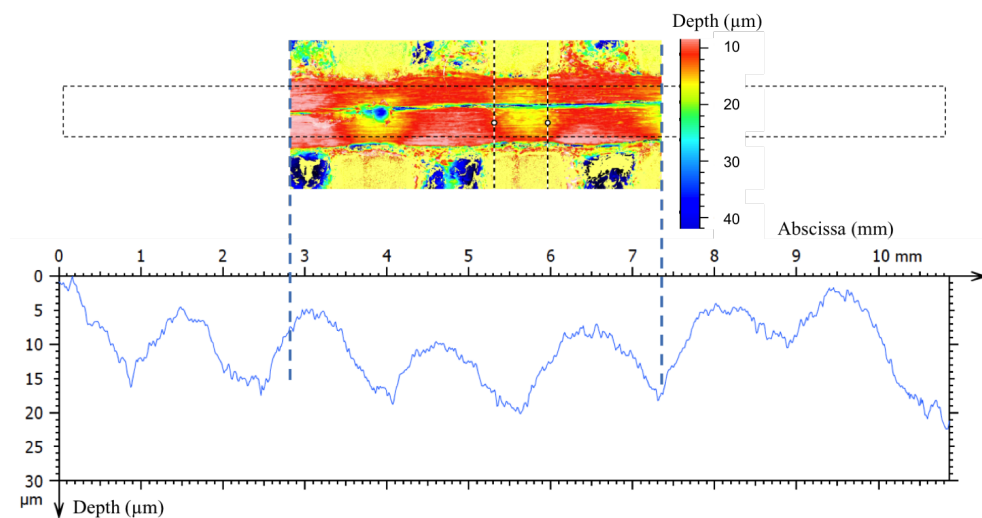


FIGURE 3.13 – Relative height to the highest point of a horizontal bundle of fibres in *Oxidation ST* sample obtained by confocal microscopy.

Figure 3.14 shows relative height profiles (the heights are relative to the lowest point), measured from 3D profilometric data, of the centre (stagnation point) (a), middle (b) and edge (c) of an HS sample ablated under air flow. For edge and stagnation point regions, the same results as for ST samples are found, with vertical bundles approximatively  $10\ \mu\text{m}$  below the horizontal ones. For the "middle" region, the results are more difficult to interpret because the bundles have got off-axis directions. But, as it is visible on Figure 3.14 (c), all components have got height differences around  $5\ \mu\text{m}$ . Due to precision limitations, the interphase ablation depth cannot be measured on these pictures.

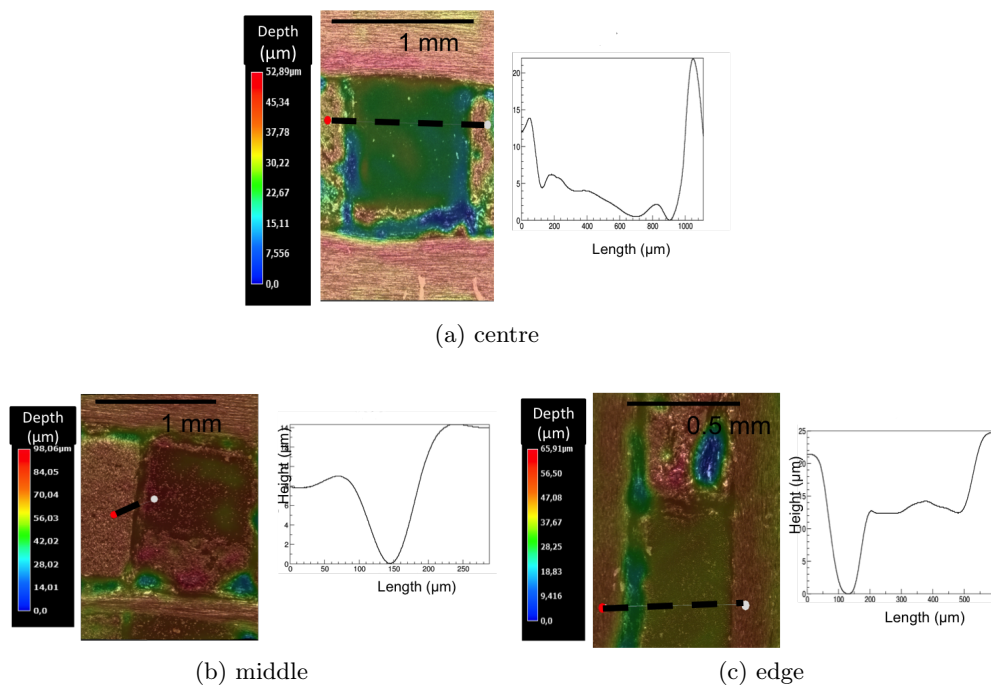


FIGURE 3.14 – 3D measurements of relative heights (height relative to the lowest point of the studied zone) for *Oxidation HS* sample at three representative locations, obtained by digital microscopy at CEA/Le Ripault. Locations are presented in Figure 3.7a.

Figure 3.15 shows the relative heights of the interphase at the stagnation point for HS samples ablated under air and argon flows. In both cases, the interphases are deeply ablated with a depth of  $113\ \mu\text{m}$  for the oxidized sample and  $48\ \mu\text{m}$  for the sublimated one. The width of the ablated interphases is almost the same for both conditions ( $85\ \mu\text{m}$  for the oxidized sample and  $72\ \mu\text{m}$  for the sublimated one). It should be noted that interphase ablated depth and width values are very scattered for the sublimated sample and that the measured values are probably upper bounds, due to the very low ablation rate

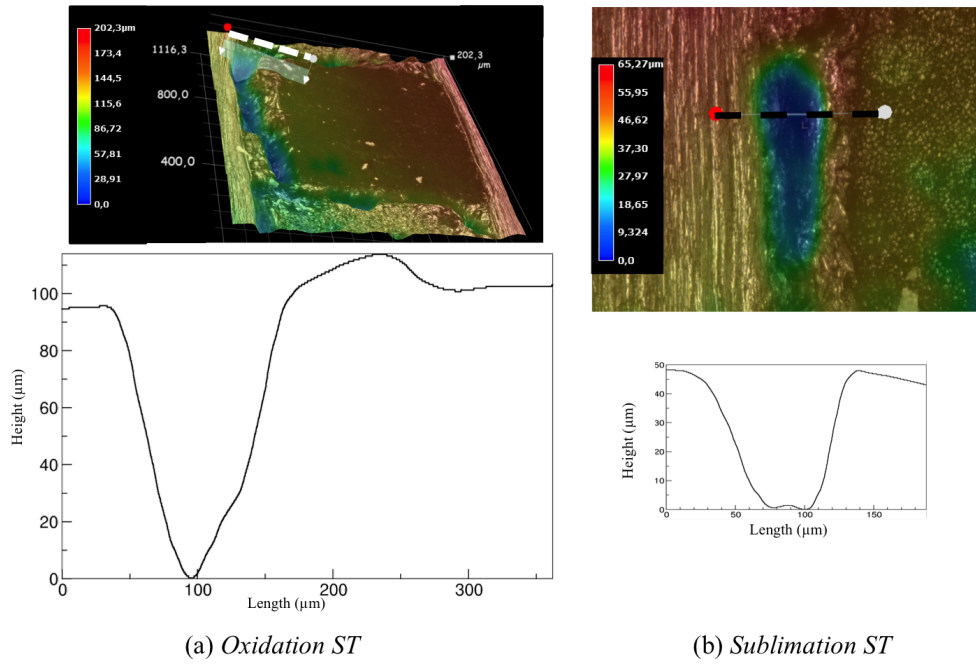


FIGURE 3.15 – Relative heights around interphases for *Oxidation ST* and *Sublimation ST* samples, obtained by digital microscopy.

and instrumental limitations.

All measurements of the final relative heights and interphase depth and width are summarized in table 3.5.

Case	HB VB ( $\mu\text{m}$ )			VB MO ( $\mu\text{m}$ )			Interface width ( $\mu\text{m}$ )			Interphase depth ( $\mu\text{m}$ )		
	Mean	$\sigma_M$	nb	Mean	$\sigma_M$	nb	Mean	$\sigma_M$	nb	Mean	$\sigma_M$	nb
Reference ST	< 5	-	-	14.4	5.9	14	93.2	27.1	7	17.1	7.8	7
Oxidation ST	11.2	1.8	8	9.3	5.9	14	77.6	15.9	11	30.6	7.1	11
Sublimation ST	20.2	1.4	16	-21	1.8	3	83	18.3	6	23.3	2.9	6
Oxidation HS	6.7	13.5	5	-19.1	7.5	3	105.3	15.2	3	115.1	15.6	3
Sublimation HS	8.3	3.5	2	-5.9	-	1	85.2	12.5	2	36.9	11.2	2

TABLE 3.5 – Mean relative height and interface depth and width for five samples tested at VKI Plasmatron. Standard deviation and number of measures used for the average are also given. A positive value implies that the first component is higher than the second one and a negative value means the second component is higher than the first one. HB stands for Horizontal bundle, VB is Vertical Bundle and MO is Matrix Octet.  $\sigma_M$  is the standard deviation and 'nb' the number of measurement points.

## 3.4 Discussion

### 3.4.1 Epi-macro-structural roughness

At macroscopic scale, the vertical and horizontal fibers bundles and the matrix octets are the main components of the 3D  $C_f/C$  composite. Additionally, a thin interface (approximately 20  $\mu\text{m}$ ) separates these components. The relative height of these components after ablation is governed on the one hand by the competition between surface reaction and gas species transfer, which depends on the fluid and on the material, and on the other hand on the reactivity ratios, which are only material characteristics and are defined as [11, 12, 33] :

$$A_{ij} = \frac{k_i v_i}{k_j v_j} \quad (3.3)$$

where  $k_i$  is the reaction rate and  $v_i$  the molar volume of the  $i^{\text{th}}$  phase. Indeed, if the components have got distinct surface reactivities, as far as gasification processes have got an influence, height differences will appear. They will be maximal if diffusion above the surface is instantaneous.

From the depth profiles, it is found that some reactivity gradients exist even inside a given macroscopic constituent. The fiber bundles look slightly more ablation-resistant on their periphery, i.e. close to the interphases, than in their centre. The same occurs more markedly for the matrix octets, which contain a central pore. Figure 3.16 illustrates the consequence of such a reactivity gradient on the surface profile alteration, in the case of bundles. In addition, horizontal bundles have got a wavy profile resulting from their processing history, as seen in figure 3.13.

It becomes therefore much more difficult to define an average height for each constituting phase, especially for octets. Nonetheless, despite this appreciable uncertainty, we have identified (see table 3.5) that horizontal bundles are more resistant than the vertical bundles, themselves slightly more resistant than the matrix octets (as far as average values can be determined for these more disorganized components).

The height differences are around only 20  $\mu\text{m}$  for all components except for interphases which lie some 100  $\mu\text{m}$  below the other components. Interfaces thickness are also quite large after ablation, with average values from 77  $\mu\text{m}$  to 105  $\mu\text{m}$  and their standard deviation is important due to the wide variety of interfaces coming from ablation of a less organized carbon between fibres bundles and matrix and pre-existing crack. Because thick grooves are better observed by the microscope, these values may be overestimated. Nevertheless, interfaces width measurements have to be considered with caution because SEM and 3D images are taken at room temperature when ablation occurs at more than 2000 K and thermal expansion of fibres bundles may play a non-



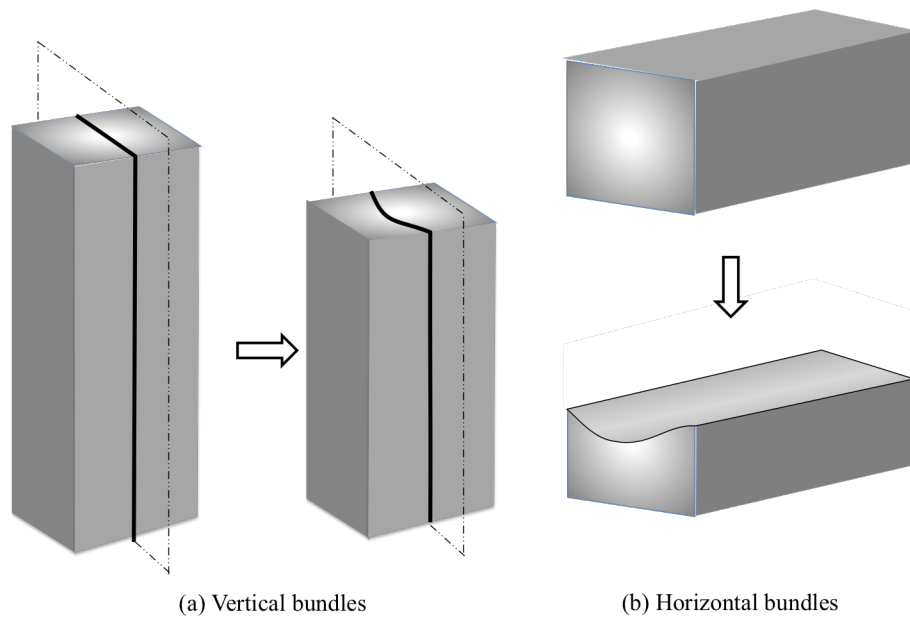


FIGURE 3.16 – Schemes of bundles containing a softer central zone, before and after ablation.

negligible role during ablation (Figure 3.17). When ablation of interface occurs, bundles can expand in the formed grooves. Moreover, the bundle reactivity is anisotropic : it is more resistant to ablation perpendicularly to fibers. Interface depth measurement for *ST* samples are not accurate because of limitations coming from the confocal microscope. Values less than  $30\ \mu\text{m}$  are at or below the optical limit of the microscope for our samples whereas values measured by digital microscopy are more trustworthy. Interface depth is around  $100\ \mu\text{m}$  which is  $1/4$  of the octet size.

*HS* samples allow comparisons between stagnation and off-stagnation points. Unfortunately, at the "middle" of samples, the pattern is too complicated and measurements are too difficult to achieve. On the other hand, a few measurements could be done at the edge of samples, with values of the relative height of the horizontal bundles with respect to the vertical ones very close to the stagnation point for the *Oxidation HS* sample ; however, the interphase ablation depth is smaller on the edge, denoting a lower ablation rate in this region. Conversely, sublimation rates, as inferred from the ablated interphase widths and depths, have been found equal on the edge and centre of the *HS* samples.

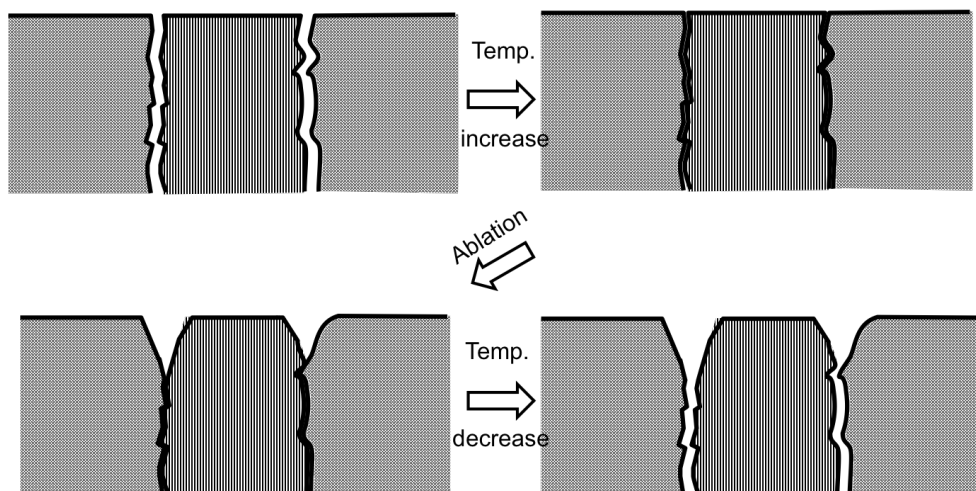


FIGURE 3.17 – Schemes of the opening of composite interfaces during high temperature oxidation.

### 3.4.2 Epi-micro-structural roughness

At micro scale, fibres in vertical bundles can have different shapes according to ablative conditions. As presented on figure 3.7, for an identical surface temperature, the fibre shape at the stagnation point is different for flat or hemispherical samples. On *HS* samples, the fibres acquire a needle shape (see section 3.3.3) but on *ST* samples, the surface is smoother, with a three-zone pattern. Because the fibre diameter is under  $10\ \mu\text{m}$  the influence of gas flow between fibres is negligible at this scale and the fibre ablation is only driven by the oxygen diffusion/surface reaction ratio and the ablated tip shapes are determined by intra-fiber reactivity differences. So, we can infer that the fibres have got an internal structure containing three zones : *(i)* a resistive core at the centre, *(ii)* a slightly less resistive thin skin at the outer and *(iii)* an intermediate, neatly less resistive zone. For sublimated sample, as evidenced in previous tests [11], the reactivity is reversed between fibres and intra-bundle matrix.

### 3.4.3 Diffusion/reaction competition analysis

During air flow ablation tests, it has been already shown that nitridation plays only a minor role in carbon removal [92, 93]. It also have been checked that sublimation plays a minimal role in the chosen conditions. Because O is the dominant component in the plasma flow, it is the only species that need be taken into account for ablation of the composite. So, the major reaction is  $C(s) + O(g) \rightarrow CO(g)$ . To explain the material behaviour under air, the main criterion is the balance between heterogeneous reaction and gas-phase

diffusion of the oxidizing species through the boundary layer. The effective species diffusion coefficient  $D_i^{eff}$  of a multi-component mixture for species  $i$  are approximated by the following expression [94], which is also known as Blanc's law :

$$D_i^{eff} = \frac{1 - \chi_i}{\sum_{j \neq i} \frac{\chi_j}{D_{i,j}}} \quad (3.4)$$

where  $\chi_i$  is the mole fraction of species  $i$  and  $D_{i,j}$  is the mutual diffusion coefficient between species  $i$  and  $j$ . This coefficient is computed from reference [95]. The recession rate of the sample is calculated by the following equation :

$$\dot{r} = -v_s \vec{J} \cdot \vec{n} \quad (3.5)$$

where  $v_s$  stands for the solid molar volume,  $\vec{J}$  is the impinging flux of oxidizer and  $\vec{n}$  the surface normal. The actual influence of the flow velocity is given by the Péclet number  $Pé = \delta u_e / D_{O_e}$ . In a first approximation, assuming a diffusion-limited regime with negligible convection ( $Pé \ll 1$ ), the recession rate can be calculated by :

$$\dot{r}_{dl} = \frac{v_s D_{O_e} C_{O_e}}{\delta} \quad (3.6)$$

where  $D_{O_e}$  the diffusion coefficient of atomic oxygen calculated with values at the edge of the boundary layer,  $\delta$  is the boundary layer thickness and  $C_{O_e}$  is the concentration of oxygen at the same location. If convection was negligible, the experimental values  $\dot{r}_{exp}$  should be lower than or equal to  $\dot{r}_{dl}$ . A comparison with measured recession rates are presented in table 3.6. The dimensionless ratio  $\tilde{r} = \dot{r}_{exp} / \dot{r}_{dl}$  has been calculated and is lying between 1 and 3, showing that convection cannot be neglected for the determination of the effective reaction rate, since it enhances the kinetics with respect to a diffusion-reaction only system. The values of Péclet numbers are given in table 3.6 and lie between 11 and 17 for all experiments. Figure 3.18 is a plot of the dimensionless rate against the Péclet number, showing a marked tendency to increase for the *ST* samples series. For the hemispherical sample, the value is higher for a lower Péclet number, which is due to the distinct flow structure in the latter case. This strongly supports the idea that convection has a direct influence on the concentration field of the oxidizing species and consequently on the ablation rate. In addition, no mechanical erosion has been detected, since no flares were seen in the recorded films.

Another point to mention is the following : the *Oxidation ST* sample has a much flatter steady-state morphology, as opposed to the *Oxidation HS* sample : this matches the fact that the species bulk transfer limitations are much larger in the former case, as illustrated in former works [12]. Indeed, this comes from the fact that the reaction rate is neatly faster for *Oxidation HS* : for this test, the total duration was enough for the sample to reach its steady state

Sample	$\delta$ (mm)	$D_{O_e}$ ( $m^2.s^{-1}$ )	$C_{O_e}$ ( $mol.m^{-3}$ )	$\dot{r}$ ( $\mu m.s^{-1}$ )		$Pé$	$\tilde{r}$
				$\dot{r}_{exp}$	$\dot{r}_{dl}$		
Reference ST	10	0.058	0.073	4.66	2.573	16	1.72
Long Duration ST	7.3	0.042	0.092	3.94	3.250	11	1.19
Oxidation ST	10	0.094	0.045	6.21	2.565	17	2.40
Oxidation HS	6.5	0.093	0.052	9.61	4.511	12	2.27

TABLE 3.6 – Boundary layer edge conditions : oxygen diffusion coefficient ( $D_{O_e}$ ), oxygen concentration ( $C_{O_e}$ ) and boundary layer edge thickness ( $\delta$ ), including diffusion-limited (see eq. (3.6) ( $dl$ ) and experimental ( $exp$ ) recession rate and  $Pé$  number.

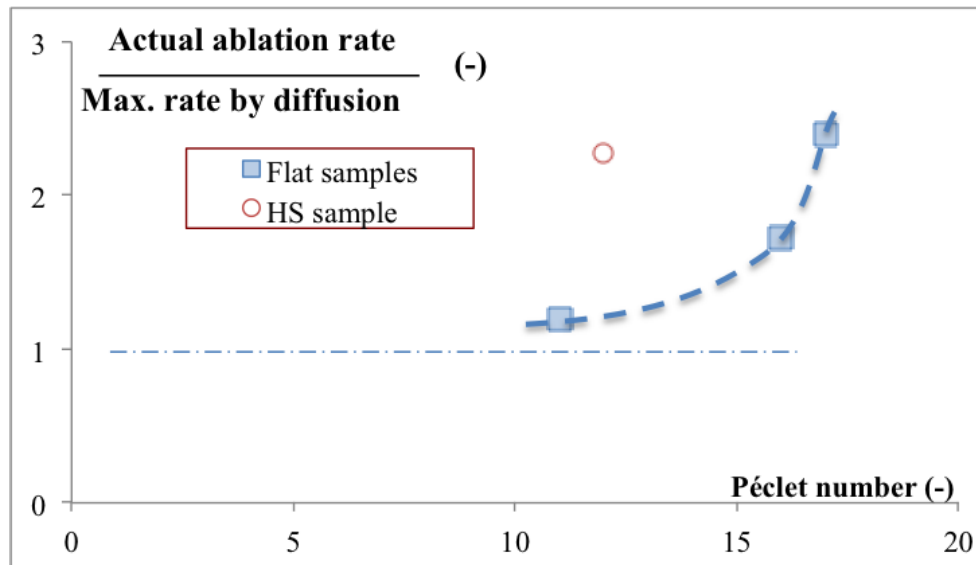


FIGURE 3.18 – Recession rate scaled by the maximal rate  $\tilde{r}$  obtained under the hypothesis of diffusional limitation as a function of  $Pé$  for all oxidation test cases.

morphology, whereas it was not the case for the other one.

Though very encouraging, these results are preliminary. This calls out for the development and exploitation of a more accurate model to retrieve the ablation properties of the 3D  $C_f/C$  composite.

### 3.5 Partial Conclusion

Ablation experiments on flat and hemispherical samples of 3D  $C_f/C$  composites under air and argon plasmas have been carried out at the VKI Plasmatron facility. The surface temperatures were in range 2073 – 2806 K at test chamber pressure 1.5 kPa and 20 kPa. The plasma free stream condition, including temperature and mole fraction, was reconstructed by reactive fluid

dynamics computations. The recession rate was measured by three different methods : one in-situ and two post-test methods. It was found very low for sublimated samples – often under the resolution limit of the methods. SEM micrographs of all cases were taken and patterns commonly observed at macro- and micro-scale were found. Confocal microscopy and 3D digital microscopy were used to provide a three-dimensional view of the ablated samples surfaces. There was a very small height difference between fibres bundles and matrix octet ; horizontal fibres bundles resist slightly better than vertical bundles. Interphases, coming from a less organized carbon and containing pre-existing cracks, were measured whenever possible and their depth was approximatively  $1/4$  of a matrix octet height or bundle edge size. An inhomogeneous reactivity of fibres bundles was pointed out by these macroscopic results : a slight reactivity gradient coming from the edge to the centre of bundles and octets was found.

At micro scale, *ST* samples under air flow reveal the internal structure of the carbon fibre which is separated in three distinct zones : a resistive core, a weaker intermediate zone, and a thin resistive skin. This pattern was not seen on *HS* samples where only a simple needle tip shape stays visible. The reactivity contrast between fibres and intra-bundle matrix was not the same in oxidation or sublimation : the fibres are more resistant to oxidation but the matrix is more resistant to sublimation.

Thanks to the numerically reconstructed concentration fields, the respective role of diffusion, convection and heterogeneous reaction has been clarified. At the macroscale, convection is never negligible and increases the recession rate with respect to what pure diffusion would give. The diffusion/reaction ratio has been evaluated, showing in all cases a clear limitation of the overall recession kinetics by mass transfer, which was expected from the high values of the surface temperatures. At the microscale, it has been found that the reaction/diffusion ratio has an important impact on the steady surface morphology, as anticipated in previous analytical studies [12, 35].

## Chapitre 4

# Etude de l'ablation par sublimation sous faible écoulement

### 4.1 Introduction

Pour étudier l'influence de l'écoulement, il est important de disposer d'une référence dans laquelle celui-ci est très faible. C'est ce qui a été recherché avec le moyen d'essai à très haut flux thermique qu'est le four à image d'arc du CEA/CESTA.

Dans ce chapitre sont présentées de nouvelles données sur l'ablation des 3D  $C_f/C$  sous argon dans le but d'améliorer la compréhension du comportement de ce matériau lors d'une rentrée atmosphérique et de fournir des données d'entrée aux modèles d'ablation. Les fours à image d'arc sont des moyens chauffant des échantillons à très haute température par transfert radiatif. Afin d'obtenir des flux de chaleur très élevés dans un environnement contrôlé, le four à image d'arc du CEA/CESTA est utilisé. Celui-ci peut produire des flux de chaleur de  $1 \text{ MW m}^{-2}$  jusqu'à  $30 \text{ MW m}^{-2}$  sous basse pression ( $P < 1 \text{ bar}$ ) et avec une vitesse d'écoulement maximale de  $0.36 \text{ m s}^{-1}$  [56]. Des simulations du moyen d'essai ont été réalisées afin de caractériser l'écoulement.

### 4.2 Description du moyen

#### 4.2.1 Description des échantillons

Le matériau est le composite 3D  $C_f/C$ . Les échantillons utilisés pour les essais sont des cylindres de 1 cm de diamètre pour 1 cm de longueur (voir Figure 4.1). Ils sont enchâssés dans un porte-échantillon en *Calcarb*® [96]. Celui-ci est un parallélépipède rectangle de 10 cm de côté pour 3 cm de pro-

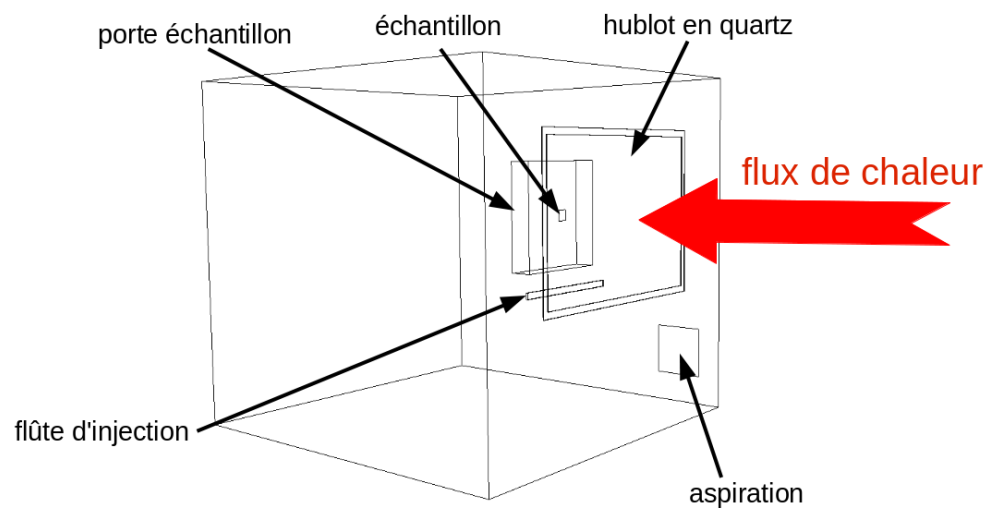
fondeur. L'ensemble porte-échantillon/échantillon est fixé à une structure de soutien en métal.



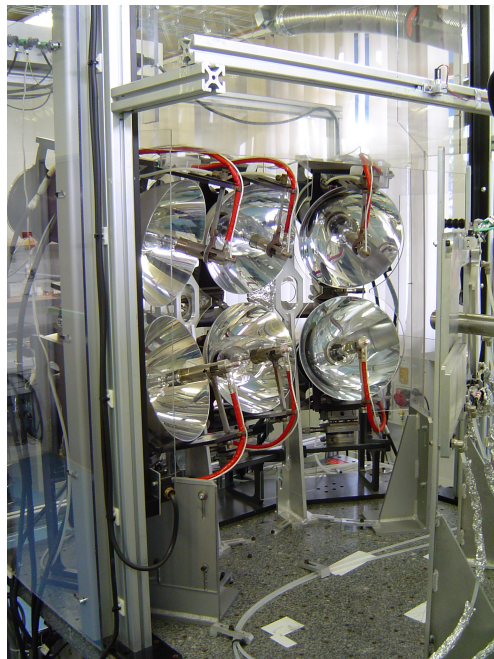
FIGURE 4.1 – Photo d'un échantillon dans son porte échantillon après un test de sublimation au four à image d'arc du CEA/CESTA.

#### 4.2.2 Description du four à image d'arc

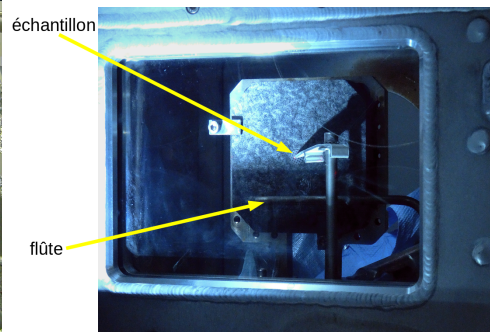
Le four à image d'arc du CEA/CESTA se compose de six lampes au Xénon de 7000 W chauffant un échantillon par transfert radiatif. Celui-ci est placé dans une enceinte cubique de 37 cm de côté et 33,5 cm de hauteur, refroidie à l'aide d'un circuit d'eau. Un hublot permet de laisser passer le rayonnement au niveau de l'échantillon. L'injection de gaz se fait au moyen d'une flûte percée de multiple trous et placée sous le porte-échantillon. L'aspiration est réalisée sur une des parois latérales de l'enceinte (voir Figure 4.2).



(a) Schéma de l'enceinte



(b) Lampes



(c) Echantillon dans le four

FIGURE 4.2 – Photographies et schéma du four à image d'arc du CEA/CESTA (© CEA).

Cette étude nécessitait un contrôle précis de l'écoulement afin d'en comprendre les effets sur la sublimation du 3D  $C_f/C$ . Un système de régulation



de la pression statique et de la quantité de gaz injecté a donc été réalisé en collaboration entre le LCTS et le CEA/CESTA. La partie LCTS a été suivie par P. Bordenave et la partie CEA/CESTA par R. Memes, technicien CEA du four à image d'arc et V. Ducamp, ingénieure chercheuse au CEA/CESTA. Le plan schématique de l'installation de régulation est présenté sur la Figure 4.3. La mesure de pression est effectuée par un capteur de pression *Brooks CMC* 100 mbar, le débit est contrôlé par un régulateur *Brooks SLA5850* - 1000 *sccm* couplé à un régulateur de pression *ASC*, deux conditionneurs *WEST 8800*. Le vide est effectué par une pompe *Alcatel* 21 L. L'ablation est suivie *in-situ* à l'aide d'une caméra à grossissement x20 équipée de filtres.

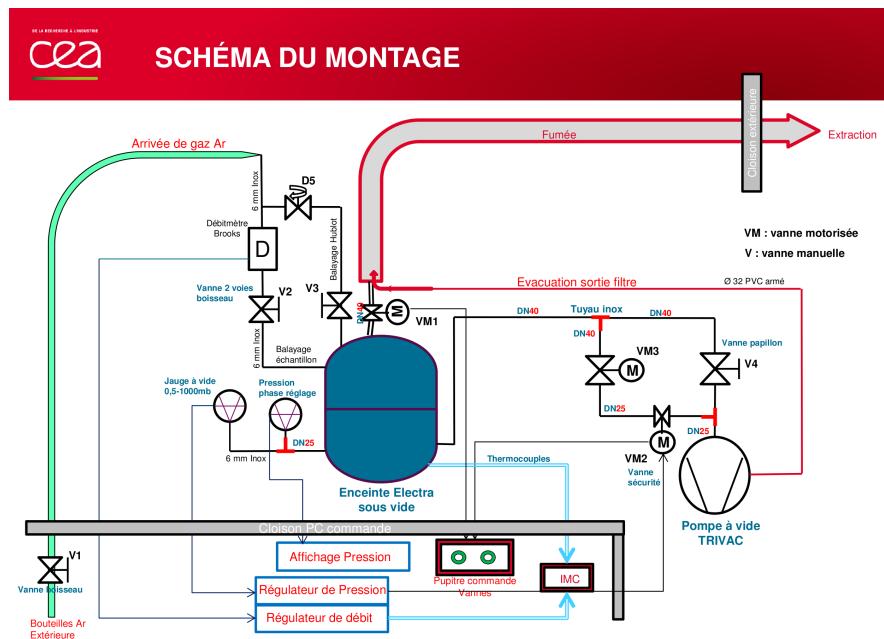


FIGURE 4.3 – Schéma du montage du système de régulation d'argon au four à image d'arc du CEA/CESTA (© CEA)

### 4.2.3 Caractérisation de l'écoulement

Le flux de chaleur délivré par les lampes est mesuré avant les essais avec un calorimètre. Ces mesures permettent à l'opérateur de régler la focalisation des lampes et de placer correctement l'échantillon dans la chambre de test. Au cours d'un essai, seuls la pression statique de l'enceinte et le débit d'argon sont mesurés à l'aide d'une sonde de pression *Brooks CMC* 100 mbar et d'un débitmètre *Brooks SLA5850* - 1000 *sccm*. De plus, l'écoulement est simulé à l'aide du logiciel *OpenFoam* (voire section 4.3).

#### 4.2.4 Caractérisation du matériau

La caractérisation morphologique du matériau a été réalisée à l'aide d'un MEB et d'une loupe binoculaire. Le MEB utilisé dans cette étude est un Hitachi S4500 FEG. Le voltage était de 3 kV et la distance de travail a été fixée à environ 15 mm.

### 4.3 Simulation du four à image d'arc

Au cours de cette étude, le four à image d'arc du CEA/CESTA a été simulé afin de prévoir le champ de température dans le matériau et sa vitesse de récession. De plus, ces simulations servent aussi à déterminer l'écoulement fluide à l'extérieur de la couche limite qui sera utilisée comme donnée d'entrée dans *AMAV*. La simulation du champ de température dans l'échantillon et le porte-échantillon a été réalisée avec le logiciel commercial *FlexPDE*. L'écoulement a, lui, été simulé avec le logiciel libre *OpenFoam*.

#### 4.3.1 Simulation du champ de température dans le matériau

Afin de prévoir la vitesse de récession du matériau avant les essais, il est nécessaire de connaître le champ de température à l'intérieur de celui-ci. Une simulation du matériau est réalisée avec le logiciel *FlexPDE* sous les hypothèses suivantes :

- le problème est 2D axisymétrique,
- le flux de chaleur est uniforme sur tout l'échantillon, nul ailleurs,
- le porte-échantillon est une mousse de *Calcarb* (®),
- les parois perdent de la chaleur uniquement par rayonnement,
- la sublimation n'est pas prise en compte.

La masse volumique de l'échantillon de 3D  $C_f/C$  est de  $1960 \text{ kg m}^{-3}$ , sa capacité thermique est de  $2200 \text{ J K}^{-1}$  et sa conductivité thermique est de  $35 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ . Sa diffusivité thermique  $a = \frac{\lambda}{\rho C_p}$  est de  $8.1 \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$ . Les données pour le porte-échantillon en *Calcarb* (®) proviennent de [96]. La masse volumique de celui-ci est de  $180 \text{ kg m}^{-3}$ , sa capacité thermique est identique à celle de l'échantillon, sa diffusivité thermique vaut  $2.5 \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$  et sa conductivité thermique est de  $1 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ . Toutes ces valeurs sont considérées constantes quelle que soit la température, ce qui n'est qu'une approximation, suffisante pour le dimensionnement. Les valeurs prises pour l'échantillon de 3D  $C_f/C$  sont celles mesurées à 3073 K.

Deux valeurs de flux de chaleur ont été atteints lors des essais :  $8 \text{ MW m}^{-2}$  et  $10 \text{ MW m}^{-2}$  (voir section 4.4). Les essais ont duré 15 s ou 30 s. Pour chacun de ces essais, *FlexPDE* calcule les contours de température dans le matériau, la température du centre de l'échantillon au cours du temps et celle à 3 mm de la face arrière, qui correspond à la position d'un thermocouple.

Les résultats de la simulation à  $8 \text{ MW m}^{-2}$  sont présentés sur la figure 4.4. A

l'état stationnaire, la température maximale atteinte est de 3020 K en surface de l'échantillon. Cela confirme que la sublimation sera non négligeable lors des essais sur le four à image d'arc. La conductivité très importante du 3D  $C_f/C$  permet d'atteindre une température de l'ordre de 2400 K sur la face arrière de l'échantillon. La mousse de carbone servant de porte-échantillon joue bien son rôle d'isolant thermique avec une température maximale de 900 K en face arrière. La figure 4.4 qui présente l'évolution de la température au cours du temps pour les deux points définis au paragraphe précédent montre que l'état thermique stationnaire ne sera pas atteint lors de l'essai. Cela reviendra à surestimer l'ablation lors de nos simulations qui sont réalisées à l'état stationnaire et pourra conduire à une plus grande difficulté dans l'interprétation des résultats.

La simulation de l'essai à  $10 \text{ MW m}^{-2}$  est présentée sur la figure 4.5. La température de surface atteinte est beaucoup plus élevée avec un maximum de 3290 K tandis que la température de l'échantillon est toujours supérieure à 2600 K. Là encore, la mousse de carbone assure une température inférieure à 900 K sur la face de côté et la face arrière du porte-échantillon. Comme pour la simulation à  $8 \text{ MW m}^{-2}$ , l'état stationnaire n'est pas atteint (Figure 4.5) bien qu'il semble que la température ait presque atteint sa valeur maximale. Au vu des résultats obtenus pour la simulation de l'essai de 30 s, la température ne devrait pas avoir atteint sa valeur stationnaire lors du test de 15 s, ce qui est bien visible sur la Figure 4.6. Qui plus est, connaissant la diffusivité thermique du matériau, le temps pour atteindre l'état stationnaire peut être prévu par :

$$\tau_{stat} \approx 2 \frac{R^2}{a} = 25 \text{ s} \quad (4.1)$$

$R$  est le rayon de l'échantillon. Cette valeur est cohérente avec celle obtenue par simulation. Cela implique une température de surface plus faible, aux alentours de 2980 K. Cette température semble être suffisante pour commencer à sublimer les échantillons. Cependant, la perte de masse devrait être limitée.

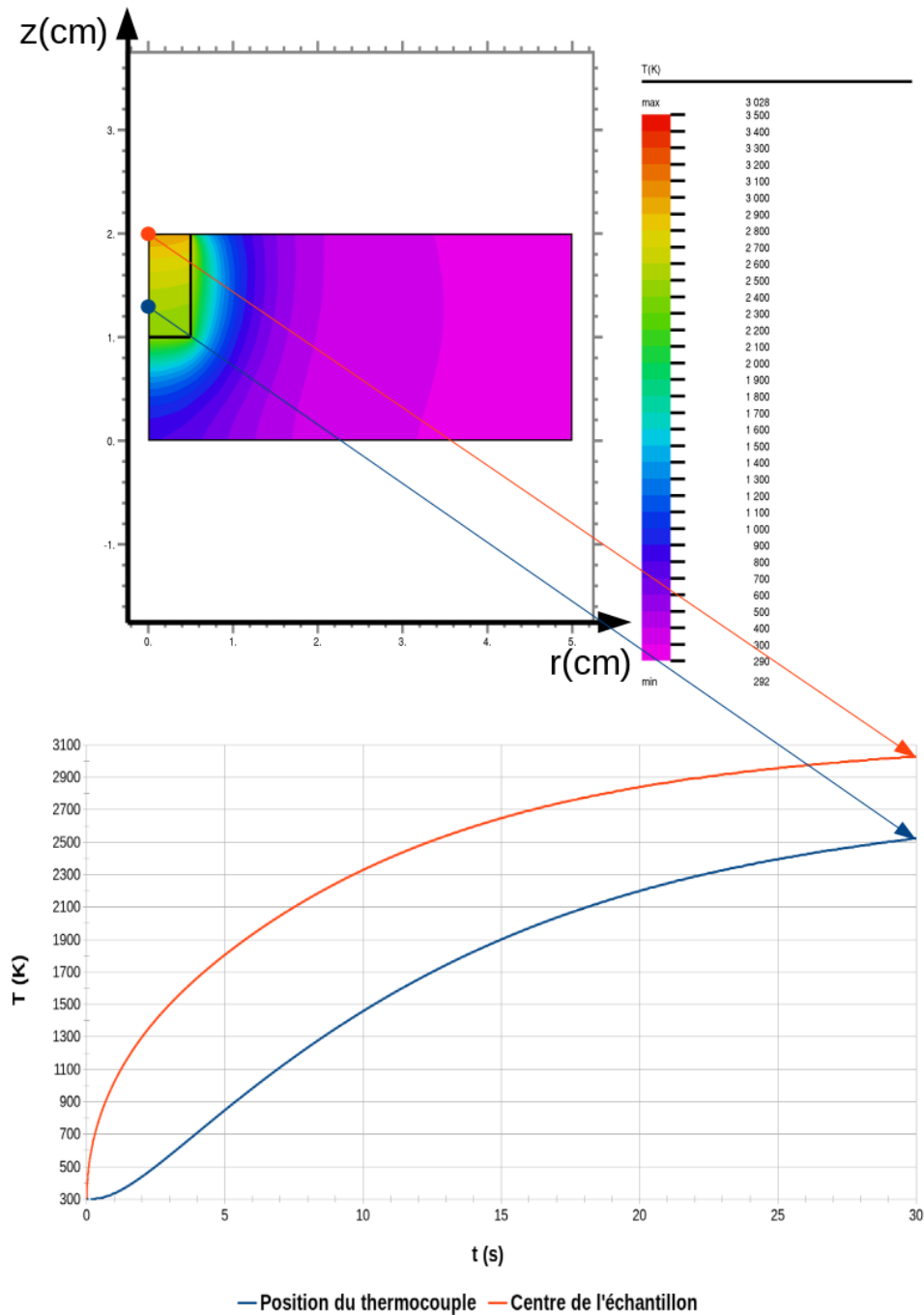


FIGURE 4.4 – Contours de température dans l'ensemble porte-échantillon/échantillon, évolution de la température de surface et à la position du thermocouple (point bleusur le schéma) pour un essai à  $8 \text{ MW m}^{-2}$  d'une durée de 30 s.

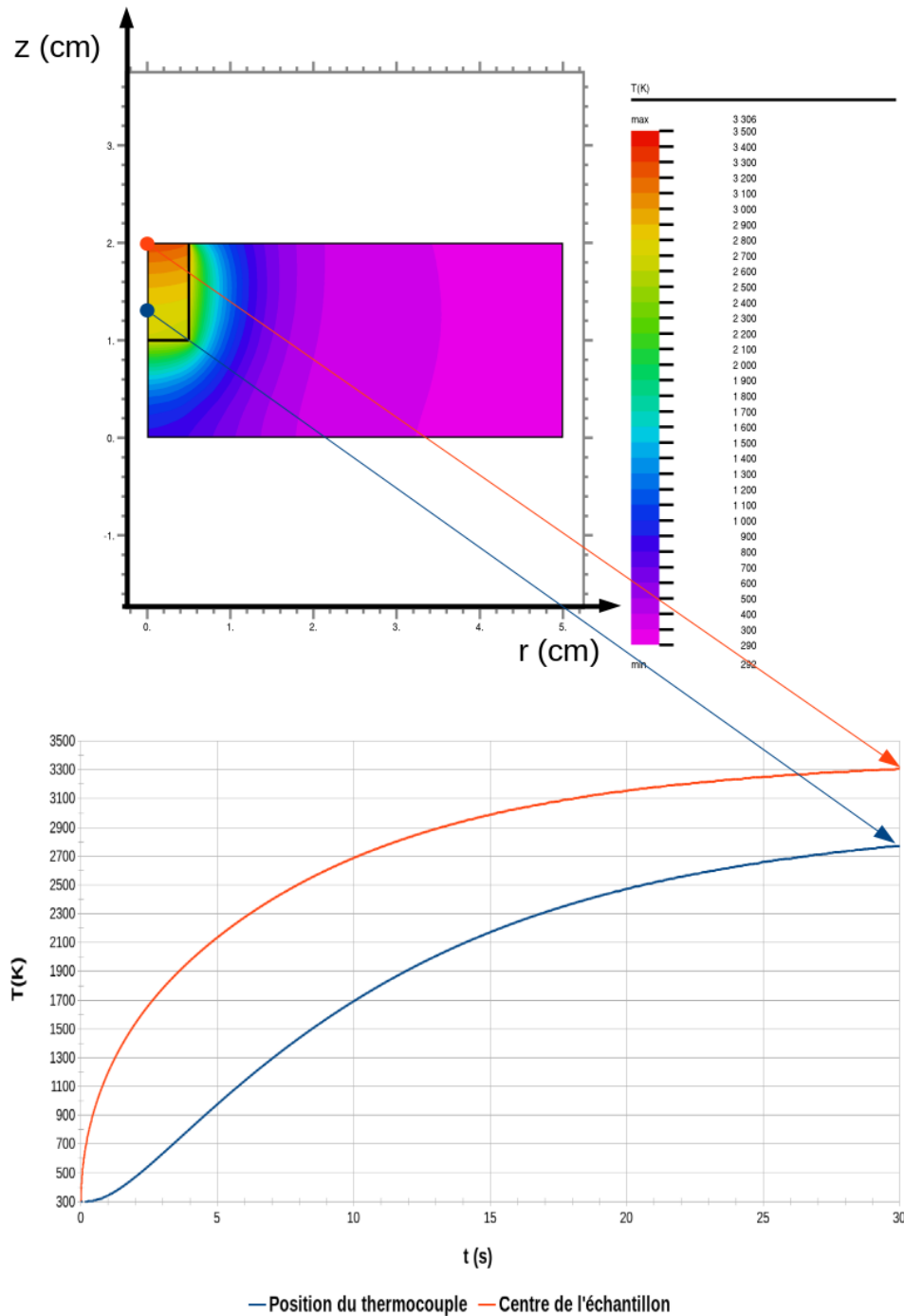


FIGURE 4.5 – Contours de température dans l'ensemble porte-échantillon/échantillon, évolution de la température de surface et à la position du thermocouple (point bleusur le schéma) pour un essai à  $10 \text{ MW m}^{-2}$  d'une durée de 30 s.

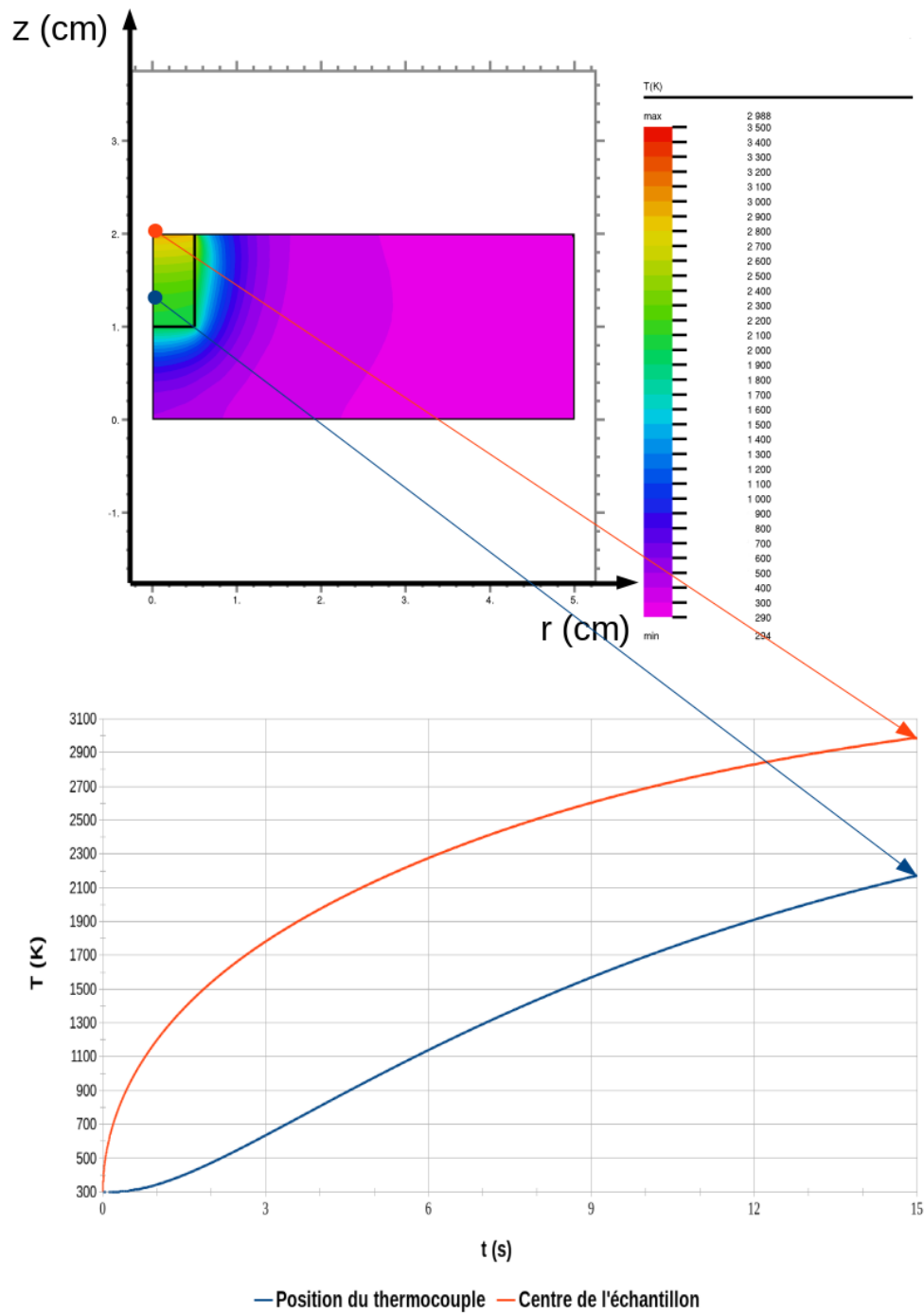


FIGURE 4.6 – Contours de température dans l'ensemble porte-échantillon/échantillon, évolution de la température de surface et à la position du thermocouple (point bleusur le schéma) pour un essai à  $10 \text{ MW m}^{-2}$  d'une durée de 15 s.

La quantité de masse ablatée, et à partir de là, la vitesse de récession peuvent être calculées à partir des données de température. Le taux de sublimation est modélisé par l'équation de Knudsen-Langmuir :

$$\dot{m}_{subli} = \sqrt{\frac{\bar{M}_C}{2\pi RT}} \sum_{i=1}^5 \alpha_i \sqrt{i} (p_{C_i}^-(T) - p_{C_i}) \quad (4.2)$$

où  $\dot{m}_{subli}$  est le taux massique de sublimation,  $M_C$  est la masse molaire du carbone, les  $\alpha_i$  sont les coefficients de Dolton [41],  $p_{C_i}$  est la pression partielle de carbone et  $p_{C_i}^-$  est la pression de vapeur saturante des espèces carbonées. Dans le cas où, grâce au balayage, la pression partielle de carbone au-dessus de l'échantillon est considérée comme nulle [97], l'équation (4.2) peut être aisément résolue à l'aide des tables JANAF pour la pression de vapeur saturante [42]. La vitesse de récession est obtenue en multipliant le taux de perte de masse par l'inverse de la masse volumique du carbone. Le tableau 4.1 présente les résultats obtenus pour des essais simulés précédemment. La vitesse de récession du solide est probablement surestimée car la température utilisée est celle de la fin de l'essai, laquelle est maximale. Les vitesses de recul obtenues par simulation montrent que la récession des échantillons ne sera pas négligeable. Cependant, la masse perdue étant très faible, la pesée des échantillons ne pourra donner des résultats fiables.

$\Phi$ (MW m <sup>-2</sup> )	$\tau$ (s)	$T_p$ (K)	$\dot{m}$ (kg m <sup>-2</sup> s <sup>-1</sup> )	$\dot{r}$ (μm s <sup>-1</sup> )
8	30	3020	$1.1 \cdot 10^{-3}$	0.56
10	30	3290	$18 \cdot 10^{-3}$	9.1
10	15	2980	$1.1 \cdot 10^{-3}$	0.56

TABLE 4.1 – Température de surface, taux de perte de masse et vitesse de récession simulés pour les flux de chaleurs et les durées d'essais au four à image d'arc

Afin de vérifier l'influence de l'écoulement sur la température de surface et de modéliser l'écoulement pour les futures simulations avec *AMA*, un calcul de l'écoulement est réalisé avec le logiciel *OpenFoam* [15].

### 4.3.2 Simulation de l'écoulement

Afin d'affiner les résultats obtenus avec *FlexPDE* et de préparer les simulations avec *AMAV*, le four à image d'arc est simulé avec le logiciel *OpenFoam* [15]. Le système fluide/solide est complexe à modéliser. Afin de simplifier le modèle, les hypothèses suivantes sont utilisées :

- le couplage est faible : un calcul de diffusion stationnaire est réalisé dans le solide, puis la température de surface résultante est injectée dans le calcul stationnaire de l'écoulement,

- le support en métal du porte-échantillon n'est pas pris en compte,
- la flûte d'injection des gaz est modélisée par une fente assurant la conservation du débit,
- seule la partie utile de la flûte est modélisée,
- l'écoulement est laminaire.

Le critère choisi pour la stationnarité du problème est l'invariance des flux sur toutes les faces de l'ensemble porte-échantillon/échantillon. Lorsqu'après un calcul solide suivi d'un calcul fluide, la variation des flux de chaleur à la surface du solide est inférieure à 1%, l'état stationnaire est considéré atteint. Le maillage est assez fin (Figure 4.7) dans le but de correctement représenter les boucles de recirculation qui pourraient exister dans le fluide. Environ 80000 mailles sont utilisées pour le solide et plus de 1300000 pour la partie fluide. Les données thermophysiques du solide sont identiques à celles utilisées dans la section 4.3.1.



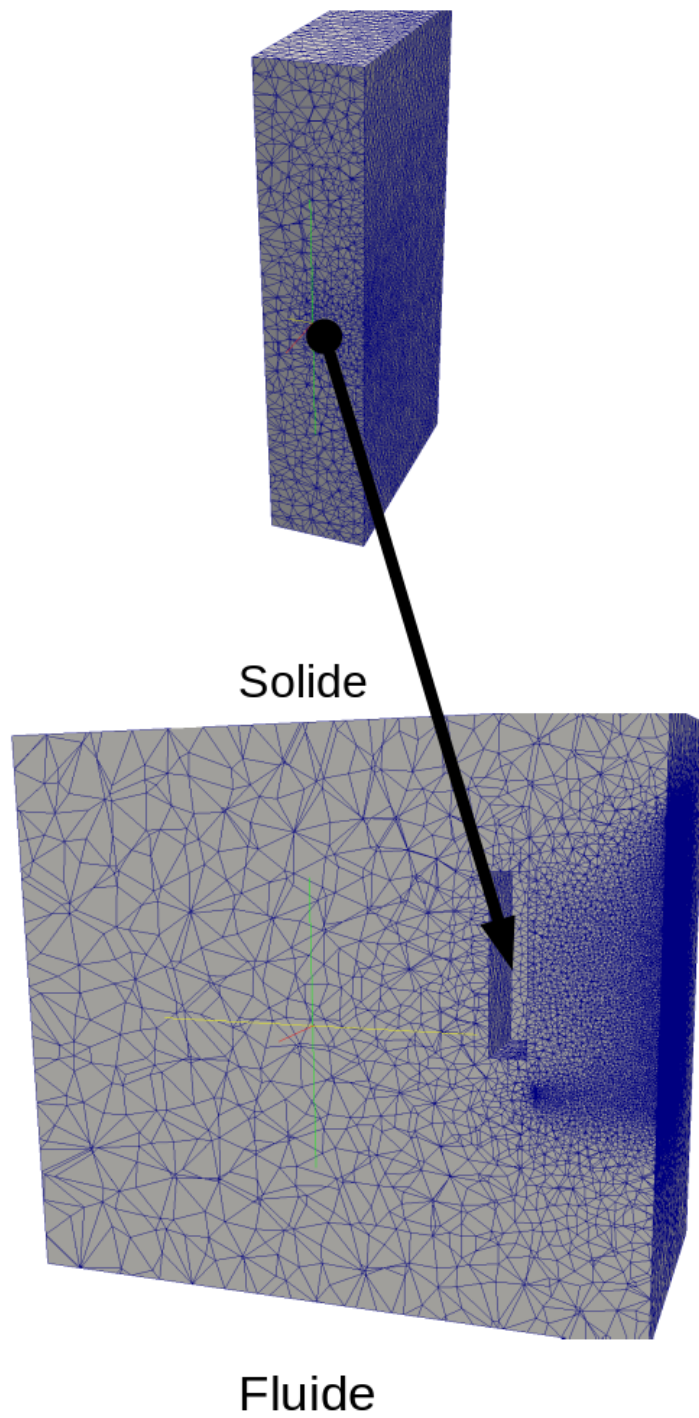
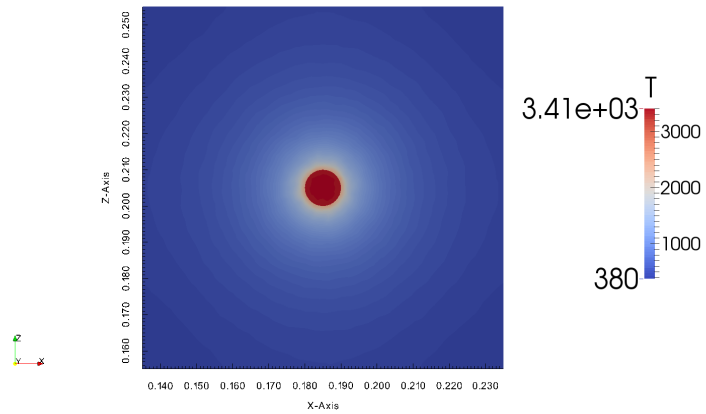


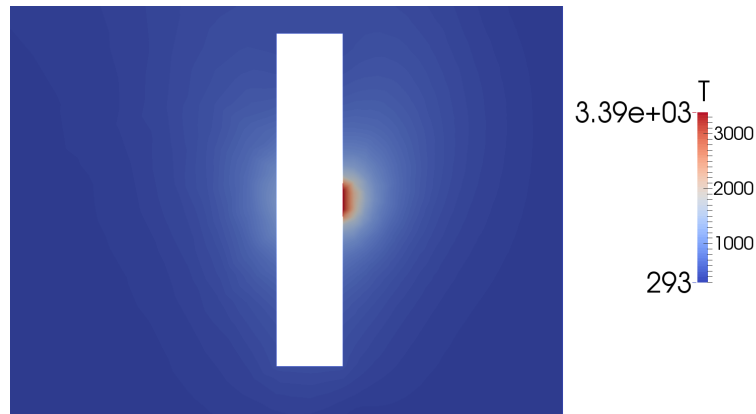
FIGURE 4.7 – Maillages utilisés pour la simulation du four à image d’arc du CEA/CESTA.

La figure 4.8 présente les résultats d'une simulation pour un flux de chaleur de  $10 \text{ MW m}^{-2}$ , une pression statique de 0.01 bar et un débit d'argon en sortie de flûte de  $6.5 \text{ kg m}^{-2}\text{s}^{-1}$ . Le débit d'argon balayant le hublot de l'enceinte n'est pas connu et a donc été choisi pour obtenir le balayage nécessaire afin de conserver la transparence de celui-ci. Dans le cas présenté, le débit massique d'argon sur le hublot est 100 fois supérieur à celui injecté au niveau de l'échantillon.

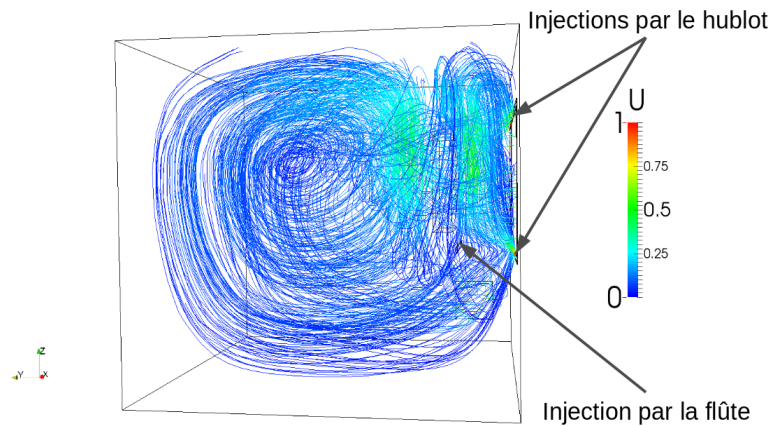
La température calculée à l'intérieur de l'échantillon est plus élevée que celle donnée par la simulation *FlexPDE* (Figure 4.8a). En effet, la surface est chauffée à plus de 3300 K. Cependant, la température donnée par *OpenFoam* est celle de l'état stationnaire et la figure 4.5 montre que cet état n'a pas été atteint. La figure 4.9, qui présente une simulation du même essai avec *FlexPDE* mais sur une durée de 180 s afin d'assurer la convergence, confirme ce résultat. Après convergence, la température maximale donnée par la simulation *FlexPDE* est légèrement plus élevée que celle donnée par la simulation *OpenFoam*. Ce résultat est cohérent, étant donné que le phénomène de refroidissement par le fluide n'est pas pris en compte dans la simulation avec *FlexPDE*. Sur la figure 4.8b est présenté le champ de température sur une tranche de fluide passant par le centre de l'échantillon. L'échauffement du fluide est limité à une zone proche de l'échantillon et du porte-échantillon. Cela garantit que les gaz sortant de l'enceinte en direction de la pompe sont froids et ne risquent pas d'endommager le système. Les lignes de courant sont présentées sur la figure 4.8c. La vitesse du fluide est très faible, ne dépassant le mètre par seconde qu'au niveau de l'injection du hublot ( $u = 3.96 \text{ m.s}^{-1}$ ) et de la sortie vers la pompe ( $u = 1.14 \text{ m.s}^{-1}$ ). Au-dessus de l'échantillon, l'écoulement est quasi-totalement gouverné par « l'effet cheminée » dû à l'échauffement du fluide. L'injection au niveau du hublot a une influence sur l'écoulement à proximité de l'échantillon car une partie des gaz se mélange aux gaz injectés par la flûte présente sous le porte-échantillon.



(a) Température de la surface du solide



(b) Température du fluide



(c) Lignes de courant

FIGURE 4.8 – Résultats de simulation (champ de température dans le solide, sur une tranche centrale du fluide et lignes de courant) d'un essai au four à image d'arc pour un flux de chaleur de  $10 \text{ MW m}^{-2}$ , une pression de 0.01 bar et un débit d'argon de 1000 sccm.

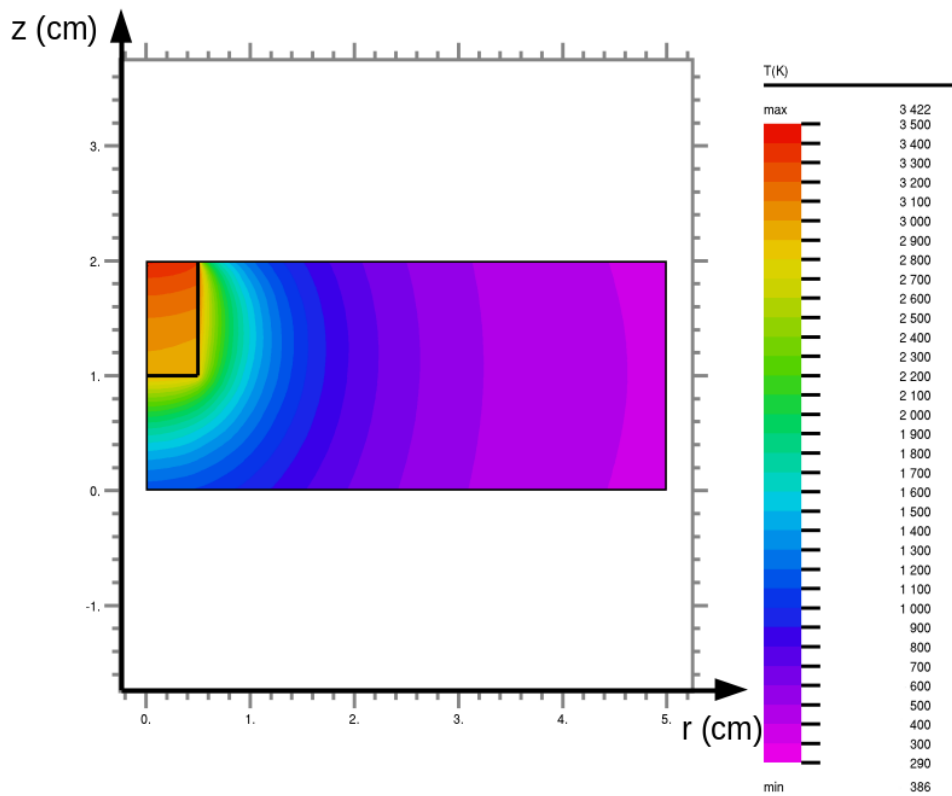
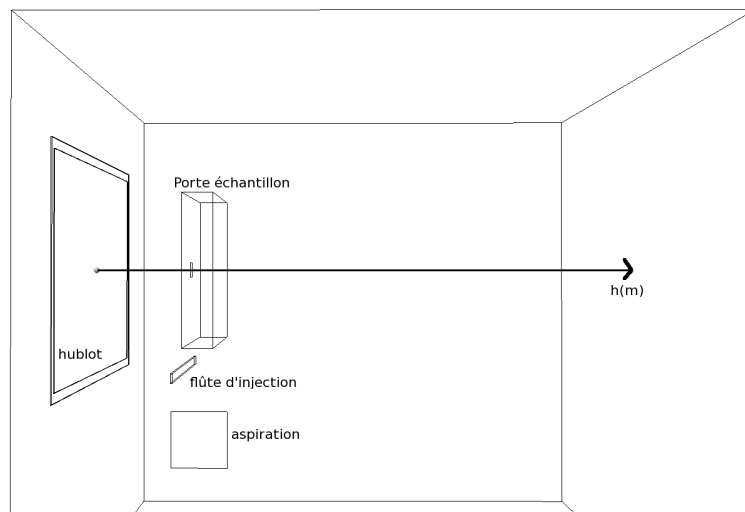


FIGURE 4.9 – Contours de température stationnaires d'un essai à  $10 \text{ MW m}^{-2}$  réalisés avec *FlexPDE*.

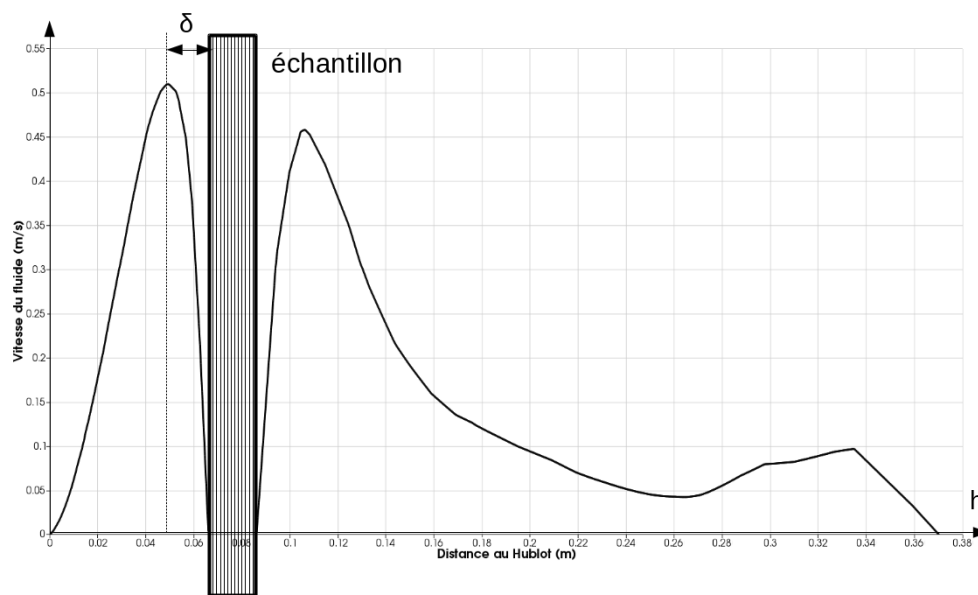
La figure 4.10 présente le profil de vitesse sur une ligne perpendiculaire au centre de l'échantillon. Le hublot (face avant) est situé à l'abscisse 0. Cela confirme que la vitesse du gaz au niveau de l'échantillon est très faible ( $< 1 \text{ m s}^{-1}$ ). De plus, il est difficile de définir une vitesse de référence dans ces conditions. La notion de vitesse à l'infini, utilisée dans notre modèle pour définir la taille de la boîte de diffusion, n'est pas applicable à ce problème. Cependant, il est possible d'utiliser la distance entre le point où la vitesse est maximale au centre du jet d'injection et l'échantillon comme taille de couche limite pour les calculs. Le tableau 4.2 présente la taille de la couche limite, la vitesse à l'extérieur de la couche limite et le taux de cisaillement associé. Ce dernier est très faible comparé à celui obtenu lors des essais au Plasmatron du VKI (voir tableau 3.3). L'influence de l'écoulement a donc été limitée lors des essais au four à image d'arc comparé à celle observée lors des essais au Plasmatron du VKI (voir chapitre 3).

Essais	$\delta$ (mm)	$u_e$ ( $\text{m s}^{-1}$ )	$\dot{\gamma}$
<i>Référence</i>	14.2	0.5	35
<i>Faible débit</i>	17.6	0.5	28
<i>Pression moyenne</i>	6.8	0.6	88
<i>Sublimation Minimale</i>	6.8	0.6	88
<i>Haute Pression</i>	6.8	0.6	88

TABLE 4.2 – Taille de la couche limite ( $\delta$ ) obtenue par simulation de l'écoulement au sein du four à image d'arc. La vitesse au bord de cette couche limite ( $u_e$ ) ainsi que le taux de cisaillement ( $\dot{\gamma}$ ) sont aussi indiqués.



(a) Position du relevé de vitesse



(b) Relevé de vitesse le long d'une ligne passant par le centre de l'échantillon

FIGURE 4.10 – Profil de vitesse sur une ligne perpendiculaire au centre de l'échantillon d'un essai au four à image d'arc pour un flux de chaleur de  $10 \text{ MW m}^{-2}$ , une pression de 0.01 bar et un débit d'argon de 1000 scm. La coordonnée 0 correspond à la face avant de l'enceinte (hublot).

Ces calculs ont permis de préparer les essais au four à image d'arc en donnant une idée de l'écoulement des gaz et de la vitesse de récession attendus.

Ils serviront aussi à calculer les valeurs en bord de couche limite pour les calculs *AMAV*.

## 4.4 Résultats

Les conditions d'essais sont résumées dans le tableau 4.3. Tous les essais ont été réalisés sous argon. Les flux de chaleur atteints sont  $8 \text{ MW m}^{-2}$  et  $10 \text{ MW m}^{-2}$ . Les pressions imposées vont de 0.01 bar à 0.1 bar et le débit d'argon a été fixé à 100 ou 1000 sccm. Cette variation des paramètres permet d'étudier l'influence de la pression sur la vitesse de sublimation et celle de l'écoulement sur les rugosités. En raison de l'injection d'argon et des limites des pompes à vide utilisées, la pression minimale n'a pu être atteinte. Les essais durent tous 30 s à l'exception de l'un d'entre eux dont la durée est deux fois moins importante ( $\tau = 15 \text{ s}$ ) dans le but d'explorer le régime transitoire de la sublimation.

Le moyen numérique *AMAV* n'était pas prêt lors de la définition de la matrice d'essais. C'est pourquoi ceux-ci ont été choisis afin de reproduire des résultats obtenus précédemment par J. Lachaud [57] à  $10 \text{ MW m}^{-2}$ . La figure 2.4 montre qu'à iso-température, la perte de masse par sublimation d'un composite en carbone est plus importante à faible pression : c'est pour quantifier ce paramètre que les essais *Pression moyenne* et *Haute pression* ont été choisis. L'essai *Sublimation minimale* permet de quantifier l'influence du flux de chaleur sur la sublimation du 3D  $C_f/C$ . Afin de montrer l'impact de l'écoulement sur l'apparition des rugosités en surface du matériau, l'essai *Faible débit* a été choisi. Néanmoins, une attention particulière doit être portée à cet essai car l'écoulement provenant de l'injection par le hublot n'est pas négligeable. Enfin, l'essai *Transitoire* a pour objectif d'observer l'état transitoire de la sublimation du 3D  $C_f/C$ .

<i>Echantillon</i>	$p_s$ ( bar )	$\dot{q}_{ch}$ ( $\text{MW m}^{-2}$ )	$\tau$ ( s )	$d$ ( sccm )
<i>Référence</i>	0.01	10	30	1000
<i>Sublimation minimale</i>	0.1	8	30	1000
<i>Pression moyenne</i>	0.05	10	30	1000
<i>Haute pression</i>	0.1	10	30	1000
<i>Faible débit</i>	0.01	10	30	100
<i>Transitoire</i>	0.01	10	15	1000

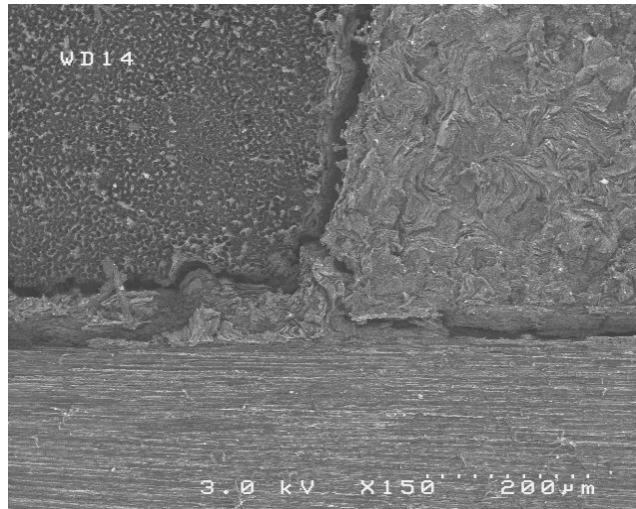
TABLE 4.3 – Conditions d'essais au four à image d'arc : nom de l'essai, pression de l'enceinte  $p_s$ , flux de chaleur  $\dot{q}_{ch}$ , durée de l'essai  $\tau$ , et débit d'argon  $d$

#### 4.4.1 Morphologie de surface

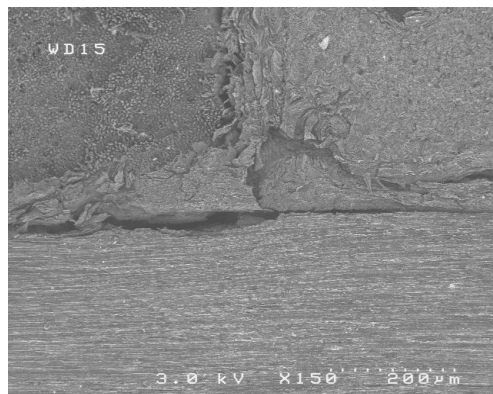
La figure 4.11 présente les micrographies des échantillons testés à l'échelle macroscopique. Sur les figures 4.11a et 4.11c, des fissures sont visibles entre les composants du 3D  $C_f/C$  comme lors des tests d'oxydation au Plasmatron du VKI (voir section 3.3.3). Les fissures peuvent correspondre à l'ablation de la fine interface entre les constituants du matériau, ce qui est un résultat classique de l'ablation du 3D  $C_f/C$  [11]. Cependant, un autre mécanisme présenté sur la figure 3.17 (chapitre 3) peut expliquer les fissures. Celles-ci peuvent provenir de la contraction du matériau lors de son refroidissement. Le mécanisme présenté sur le schéma 3.17 est aussi valable pour les essais réalisés au four à image d'arc et il n'est pas possible de conclure sur l'importance relative de l'ablation par rapport à la contraction du matériau lors de son refroidissement. Sur la figure 4.11b, l'ablation de l'interface semble faible, ce qui correspond à une perte de masse plus faible due à un flux de chaleur moins important que lors des deux autres essais présentés.

La figure 4.12 présente des micrographies du composite ablaté lors de l'essai *Transitoire*, au centre (Figure 4.12a) et sur les bords (Figure 4.12b) de l'échantillon. Il est clair que l'ablation n'a pas eu lieu sur les bords du composite : seul le faciès de polissage de la surface est visible. La température atteinte lors de l'essai a été trop faible sur les bords de l'échantillon. Contrairement aux simulations présentées à la section 4.3, le flux de chaleur n'est pas homogène sur toute la surface, mais est concentré au centre de l'échantillon. Le faible temps de l'essai n'a donc pas permis à la chaleur d'être conduite sur les bords du matériau pour y déclencher la sublimation.





(a) Référence

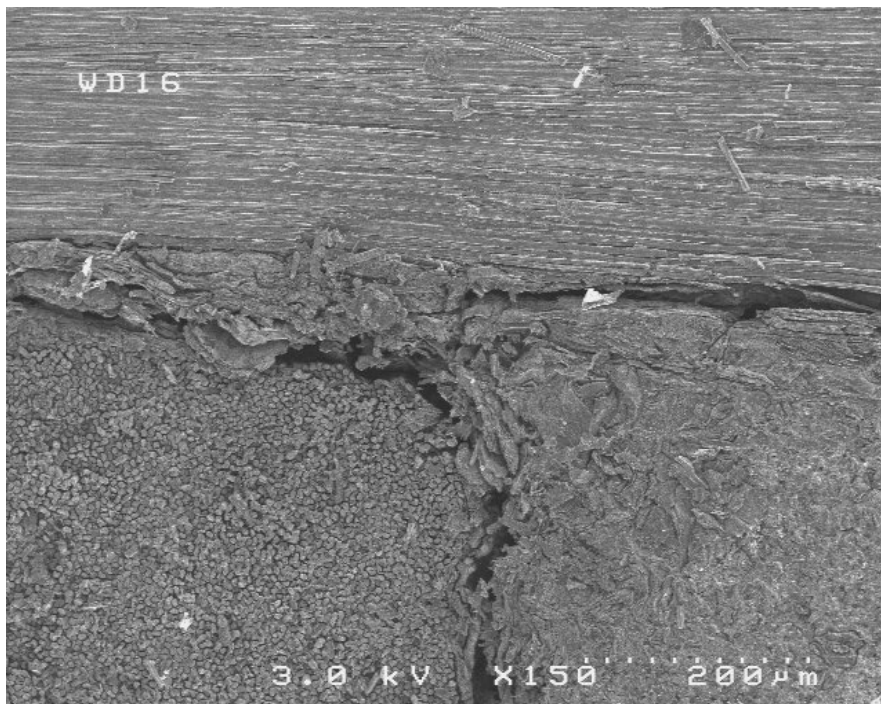


(b) Sublimation minimale

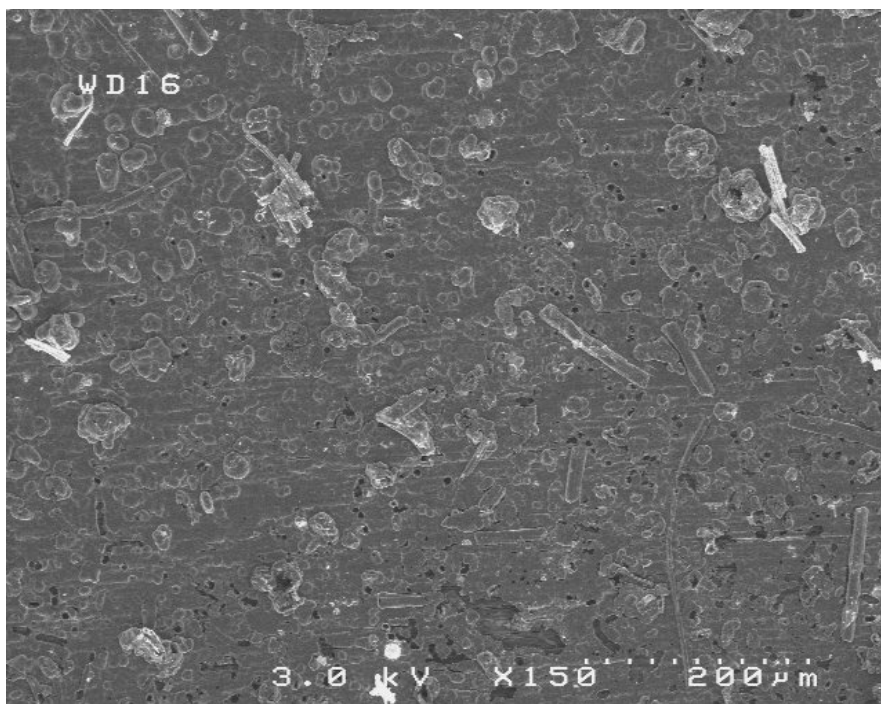


(c) Haute pression

FIGURE 4.11 – Images MEB de trois échantillons de 3D  $C_f/C$  ablatés sous argon au four à image d'arc du CEA.



(a) Centre



(b) bord

FIGURE 4.12 – Images MEB de l'échantillon *Transitoire*, ablaté sous argon au four à image d'arc du CEA, prises au centre et au bord.

La figure 4.13 présente des micrographies des fibres présentes dans les fils perpendiculaires à la surface pour les six conditions d'essais. Il est à noter que la matrice intra-fil a été moins ablatée que les fibres. Ce comportement «inversé» lors de la sublimation du 3D  $C_f/C$  est en accord avec des études précédentes [11, 57] et avec les résultats obtenus au Plasmatron du VKI (voir chapitre 3).

Seule la figure 4.13f permet d'observer l'existence d'une zone plus réactive entre la fibre de carbone et la matrice. En effet, une zone profondément ablatée est visible entre ces deux constituants. Sur les autres échantillons, il ne semble pas y avoir de différence de vitesse de recul entre l'interface et le reste de la matrice. La figure 4.13f présente les résultats pour l'essai ayant eu lieu à plus basse température. Il semble donc que lors de la sublimation du composite, la réactivité de la fine interface se rapproche de celle de la matrice à mesure que la température augmente (Figure 4.14).

Contrairement au cas de l'oxydation (voir section 3.3.3), la structure en 3 couches de la fibre n'est pas visible. Seul un coeur plus résistant à la sublimation que le reste de la fibre émerge des micrographies (Figure 4.15). Si la matrice intra-fil a une morphologie semblable à celle retrouvée après oxydation, cela n'est pas le cas de la fibre qui est beaucoup plus «attaquée». Celle-ci présente de nombreux trous à la surface jusqu'à ce qu'il ne reste plus qu'un squelette de carbone (Figures 4.13a et 4.13c). Certains modèles d'ablation [4, 5, 6] décrivent la sublimation comme un phénomène dans le volume du solide et l'oxydation comme un phénomène surfacique. L'aspect des fibres, ressemblant à un matériau poreux, confirme le choix de ces modèles. La fibre n'est donc pas ablatée régulièrement mais de façon plus diffuse que lors de l'oxydation.

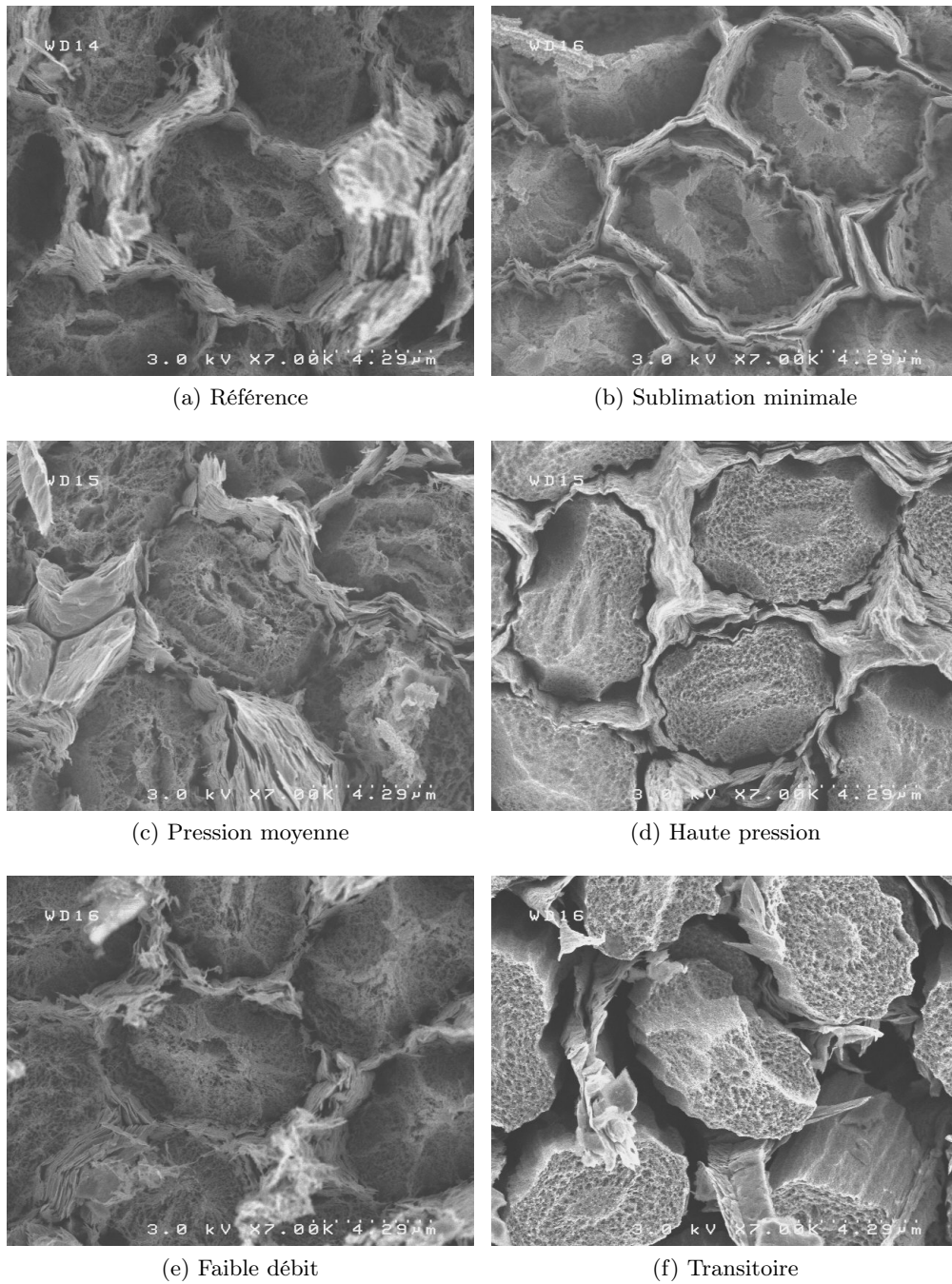


FIGURE 4.13 – Images MEB des fibres perpendiculaires à l'écoulement ablatées au four à image d'arc du CEA/CESTA.

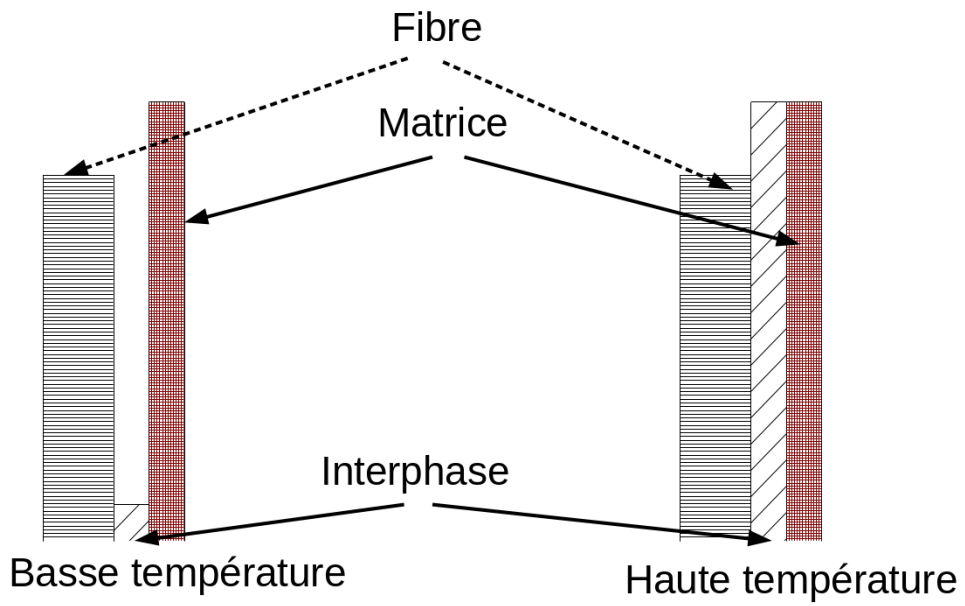


FIGURE 4.14 – Schéma de la hauteur relative entre une fibre, l'interphase et la matrice intra-fil après sublimation à basse ou haute température.

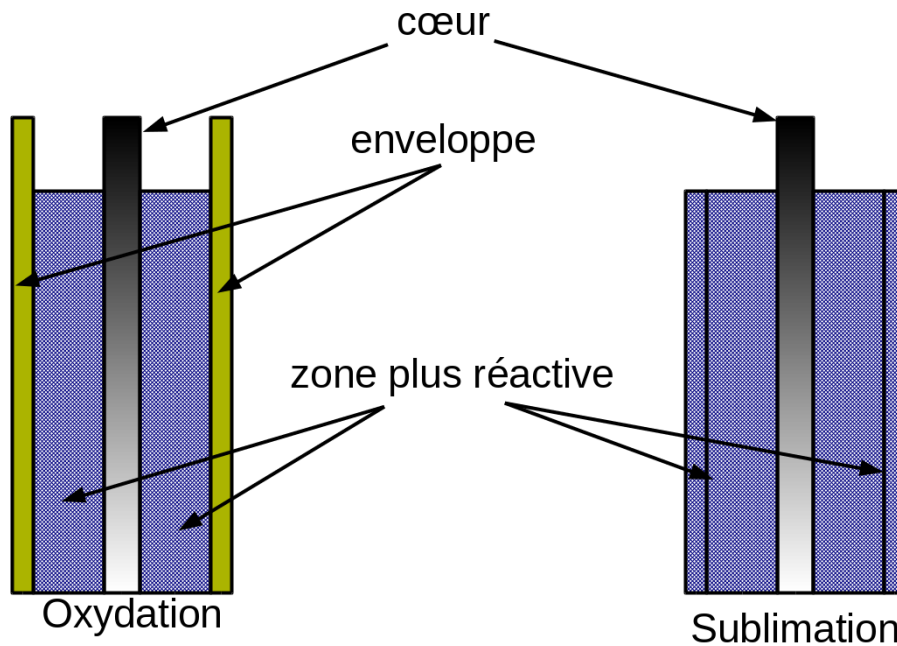


FIGURE 4.15 – Schéma en coupe d'une fibre ablatée sous air (oxydation) ou sous argon (sublimation).

L'ablation de la matrice et des fibres horizontales est présentée sur la figure 4.16. Seuls les résultats des essais *Référence* et *Transitoire* sont analysés puisqu'ils sont les deux cas extrêmes de notre série d'essais. Les autres échantillons présentent les mêmes structures plus ou moins marquées selon la vitesse de récession. Contrairement au cas de l'oxydation (voir chapitre 3), les feuillets de graphite perpendiculaires à la surface sont moins visibles. La surface de la matrice semble moins organisée, ce qui est probablement dû à la nature volumique de la sublimation. Peu de porosités ont été observées dans la matrice du matériau ablaté : la sublimation ne doit donc pas jouer un rôle important dans l'agrandissement de celles-ci.

Les figures 4.16b et 4.16d présentent les fibres parallèles à la surface de l'échantillon. Les observations dans ces fils sont difficiles du fait de la récession plus lente de la matrice comparée à celle de la fibre, qui n'est donc pas dénudée et reste protégée.

La figure 4.17 présente des images MEB des échantillons *Référence* ablatés au Plasmatron du VKI et au four à image d'arc du CEA/CESTA. Sont présentés la surface du composite après ablation à l'échelle du motif élémentaire (Figure 4.17a et 4.17b), à celle de la fibre (Figure 4.17c et 4.17d) et à celle de la matrice (Figure 4.17e et 4.17f). Peu de différences sont visibles à

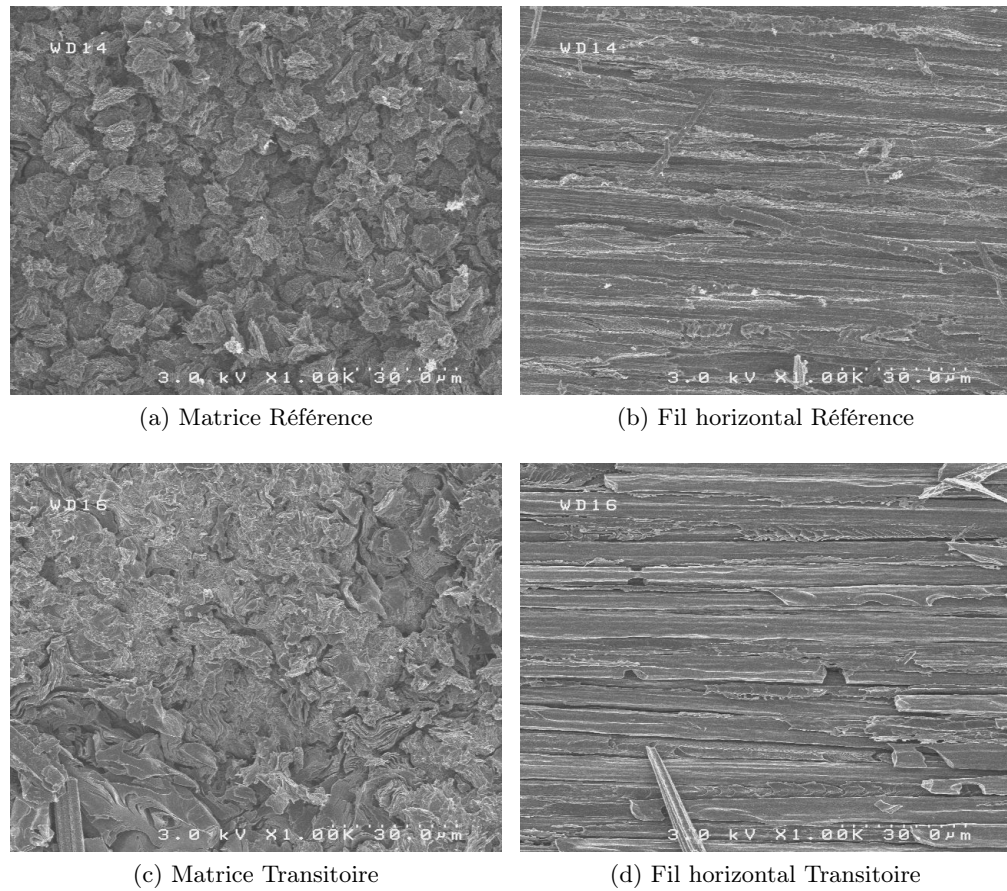


FIGURE 4.16 – Images MEB des fils horizontaux et de la matrice ablatée au four à image d’arc du CEA/CESTA pour les essais *Référence* et *Transitoire*.

l’échelle du motif élémentaire du 3D  $C_f/C$  (échelle macroscopique). Au niveau de la fibre, le comportement inversé entre l’oxydation et la sublimation est retrouvé [7, 11]. Dans ce dernier cas, la matrice est plus résistante à l’ablation que la fibre. Le faciès de cette dernière est aussi très différent selon le mode d’ablation. La sublimation semble plus diffuse que l’oxydation. La fibre sublimée est plus poreuse que la fibre oxydée. Le matrice présente aussi un faciès différent en fonction du mode d’ablation. Dans le cas de l’oxydation, les plans parallèles de carbone sont clairement visibles et de nombreuses porosités sont présentes. A contrario, la matrice est granuleuse après sublimation. Des grains de matrice émergent tandis que le carbone entre ceux-ci a été ablaté.

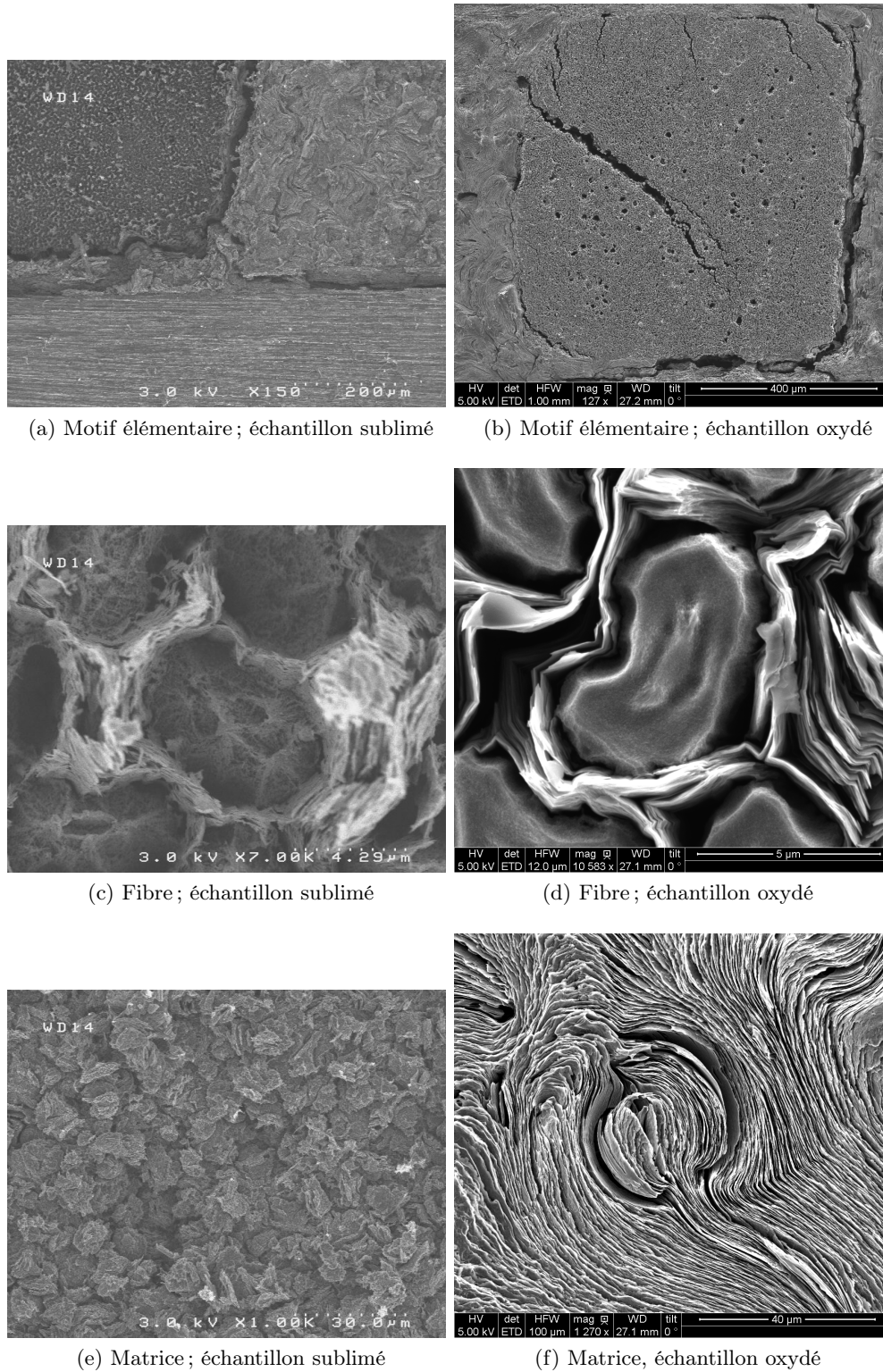


FIGURE 4.17 – Images MEB de comparaison de l’ablation par oxydation au VKI (Figures b), d) et f)) et de celle par sublimation au four à image d’arc du CEA/CESTA (Figures a), c), e)).



## 4.5 Conclusion partielle

Des essais d'ablation par sublimation sur des échantillons de composite 3D  $C_f/C$  ont été menés sous argon au four à image d'arc du CEA/CESTA. Les flux de chaleur utilisés étaient de  $8 \text{ MW m}^{-2}$  et de  $10 \text{ MW m}^{-2}$ ; la pression de l'enceinte d'expérience était fixée à 0.01 bar, 0.05 bar ou 0.1 bar. Un écoulement d'argon de 100 sccm ou 1000 sccm assurait un balayage constant de l'échantillon à environ  $0.5 \text{ m s}^{-1}$ . Des images MEB des échantillons ont été analysées et ont confirmé le caractère « inversé » de la sublimation par rapport à l'oxydation aux échelles micro- et macro-scopiques. Le champ de température dans l'échantillon et l'écoulement ont été simulés avec les logiciels *FlexPDE* et *OpenFoam*. La reconstruction numérique du four à image d'arc et du champ de température dans l'échantillon a permis de prévoir la vitesse de récession et de vérifier que les modifications apportées au four à image d'arc ne risquaient pas d'endommager celui-ci.

L'interphase entre les constituants du 3D  $C_f/C$  est profondément ablatée pour les essais ayant atteint les températures de surface les plus élevées. Cela traduit qu'au niveau macroscopique la sublimation est équivalente à l'oxydation avec une récession plus importante de la fine interface inter-fils.

A l'échelle microscopique, la matrice recule moins vite que les fibres. De plus, la fine interface entre la matrice intra-fil et les fibres, visible lors des essais d'oxydation, semble disparaître à haute température. Plus la température augmente, plus la différence de réactivité entre celle-ci et la matrice diminue. Les fibres verticales sont très ablatées et n'ont plus que deux zones visibles : un cœur plus résistant à la sublimation et le reste de la fibre. Les figures d'ablation ressemblant à un ensemble de trous parsemant la fibre soulignent le caractère volumique de la sublimation, par opposition à celui surfacique de l'oxydation. Cela est aussi confirmé par l'aspect moins organisé des octets de matrice après les tests de sublimation.

Des études par microscopie 3D sont maintenant nécessaires afin de quantifier la vitesse de récession effective du composite et le rapport de réactivité entre les composants.

Par la suite, une simulation de la sublimation du 3D  $C_f/C$  pourra être effectuée avec la suite d'outils numériques *AMAV*.

## Chapitre 5

# Implémentation et validation d'un moyen de calcul numérique de l'évolution des surfaces d'un matériau pendant son ablation

### Résumé en français

Afin d'apporter une interprétation plus poussée des expériences décrites aux chapitres précédents, une approche numérique a été poursuivie. Un code de diffusion/ablation est développé depuis plusieurs années au LCTS [7, 11, 12, 13, 14] : *AMA*. Il permet de simuler l'ablation multi-échelle d'un matériau en carbone à l'aide d'une méthode MC/RW et d'un SMC pour la discrétisation du domaine. Ce code a déjà été validé par J. Lachaud sans prise en compte du transfert par convection [7]. Au cours de cette thèse, le code *AMA* a été optimisé afin de diminuer le temps de calcul. De plus, un nouveau couplage avec le code de mécanique des fluides (Navier-Stokes) *OpenFoam* [15] a été développé : la suite d'outils numériques *AMAV*. Celle-ci a été validée par comparaison à un modèle de diffusion/convection/réaction quasi-analytique.

### 5.1 Introduction

During atmospheric re-entry, the  $C_f/C$  composite is progressively destroyed by oxidation and sublimation, which are collected in the generic term of ablation. Ablation of  $C_f/C$  composites is known to lead, among others, to a typical surface roughness [12, 13] which is inseparable from the material behaviour and the flow field and contributes to the laminar-to-turbulent transition of the boundary layer [23, 24]. The PANT (Passive Nosedip Technology) program results have shown that the heat flux can be multiplied by a factor

of up to three in turbulent regime [38]. Therefore, the understanding of the interaction between the material and its close environment has to be improved for all of these applications.

Numerous models for carbon ablation have been used in order to predict recession rate. Many of them are based on a macroscopic description of the Thermal Protection Material (TPM) [1, 41, 93, 99, 100, 101, 102, 103, 104, 105, 106, 107] and recently a micro-scale material-based approach has been developed [1, 11, 48]. The second one is based on a Monte Carlo Random Walk (MC/RW) algorithm for gas diffusion [49], with a sticking probability appropriately chosen for surface reaction, and a simplified marching-cube (SMC) discretization of gas-solid interface [47, 49]. This method has been widely used to simulate the behaviour of 3D  $C_f/C$  composites during oxidation and sublimation [12, 14]. However, flow velocity has been neglected in all of these works and the flow field has not been taken into account in the numerical piece of software. Because ablation phenomena are correlated with flow velocity in many applications, like atmospheric re-entry, a numerical tool has to be improved to take flow field into consideration. It has been shown that, on a non-recessive wall, the influence of the flow field can be strong if the Damköhler number is close to one and the Péclet number above 100. In this range, the effective reactivity of the composite increases with the Péclet number [8, 50].

A new calculation chain has been developed in order to couple our internal ablation code AMA (Ablation Marche Aléatoire) with free CFD software in order to create a coupled tool : AMAV (Ablation Marche Aléatoire Vent). Validation will be realized against a quasi-analytical modelling of convection/diffusion/reaction inside a simplified boundary layer.

## 5.2 Numerical method and Models

AMA software solves diffusion equation with a reactive, recessive, surface boundary condition. In order to solve diffusion/convection equation, the coupling software AMAV, has been developed. The modelling strategy focuses on the material behaviour and follows the one given in references [12, 14, 33]. This method starts with the convection-diffusion equation of an oxidizing specie, with no homogeneous reactions :

$$\nabla \cdot (\vec{v}_{gaz}C - D\nabla C) = 0 \quad (5.1)$$

$\vec{v}_{gaz}$  is the velocity of the gas,  $C$  stands for the oxidizing specie concentration and  $D$  is the effective diffusivity. A flux boundary condition is applied at the reactive solid surface [82] :

$$J = k(T)f(C, T) \quad (5.2)$$

$J$  is the molar rate of ablation,  $T$  is the temperature field and  $k$  lies for the heterogeneous reaction rate. Recession of solid follows a Hamilton-Jacobi equation

of the surface defined by  $S(x, y, z, t) = 0$  [81] :

$$\frac{\partial S}{\partial t} + \vec{v} \cdot \nabla S = 0 \quad (5.3)$$

where the surface recession velocity is [81] :

$$\vec{v} = -v_S J \vec{n} \quad (5.4)$$

where  $v$  stands for the surface molar volume and  $n = \frac{\nabla S}{\|\nabla S\|}$  is the normal pointing outside the surface. A simple model can be built using the following restrictive assumptions which are more extensively presented in [11] :

- isothermal conditions : temperature differences across small roughness features are small enough to be neglected,
- surface gas reaction is first order,
- gas transport is restricted to diffusion/convection between the surface and a gas source located far away from the surface. Concentration of oxidant in the gas source is constant.

Following these hypotheses and with  $\delta$  which is the distance between the surface and the constant gas source, a set of equation can be written :

$$\begin{cases} \nabla \cdot (\vec{v}_{gaz} C - D \nabla C) = 0 \\ -D \nabla_0 C = -k C(0) \\ C(\delta) = C_e \end{cases} \quad (5.5)$$

Subscript 0 stands for values at the surface when subscript  $e$  is for values at the gas source, at the edge of the calculation domain. This model can be used for the AMA software.

## 5.3 AMA and AMAV software

### 5.3.1 An improved ablation tool : AMA software

AMA is the numerical diffusion/ablation tool written in C language on a MC/RW principle. It has been developed by J. Lachaud [7, 14] from a Chemical Vapour Infiltration code [49]. It follows five main steps in order to simulate the diffusion/reaction of an oxidizing specie above a carbonaceous surface [14] :

- A 3D image containing fluid and solid phases is generated as grey-scale values on a cubic 3D grid,
- fluid/solid interface is determined by a SMC [49],
- a MC/RW method is used to simulate bulk transfer in the fluid phase [84],
- a Dirichlet boundary condition is applied at the top of the bounding box,
- reaction is simulated with a sticking probability adapted to the Random Walk method [14].

The software has been validated for diffusion/reaction without convection [14] and a method to take convection into account has been implemented but not validated.

Walkers follow a random path of predetermined length at each iteration. Flow field is added to the diffusion by changing path direction according to the velocity field (Figure 5.1). Velocity vector is normalized and added to the direction vector of the diffusion. As shown in figure 5.1, at each iteration, three steps are necessary to take diffusion and convection into account.

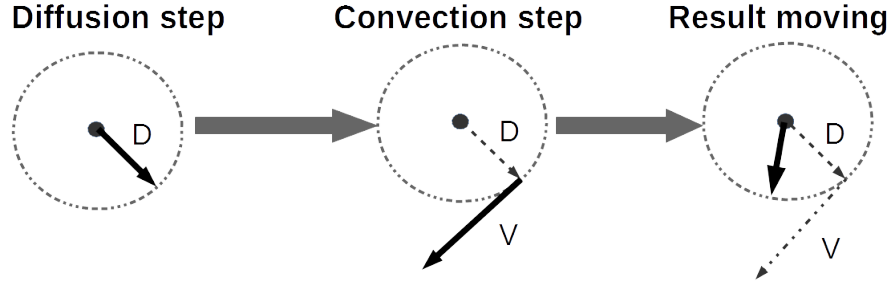


FIGURE 5.1 – Scheme of one iteration of the random walk method including diffusion and convection. This methods needs three steps. Plain arrow is the current step; the dashed circle is step length. The result vector is shown at the last step.

Moreover, two major changes have been made from the original software. First the sticking probability is modified. It is the ratio between the number of molecules consumed on the surface and the number of molecules arriving on it [108]. The one used previously in AMA has been derived from Brownian motion in rarefied environments and expressed as [13] :

$$\tilde{P}_s = \frac{1}{1 + \frac{3\gamma D}{2k\Delta r_w}} \quad (5.6)$$

$\Delta r_w$  is the mean last step length before impacting the wall and  $\gamma$  is a corrective factor on this length to obtain the analytical flux. The main drawback of this method comes from its origin. Indeed, AMA is currently used for continuous medium when this sticking probability comes from rarefied environments. The new sticking probability comes from [108] too but for a continuous medium and it is written :

$$\tilde{P}_s = \frac{k\delta r_w}{D} \quad (5.7)$$

Here,  $\delta r_w$  is the last step length of the walker. This sticking probability is equivalent to a local Damköhler number which is coherent with the existence of this number in dimensionless analytical solutions.  $Da$  represents the ratio between heterogeneous reactions at the surface and diffusion in the fluid :

$$Da = \frac{k\delta}{D} \quad (5.8)$$

$\delta$  is the boundary layer thickness. Second, the space increment has been improved in order to decrease computing time. The space increment  $\Delta r$  is linked to the time increment  $\Delta t$  by [14] :

$$\Delta t = \frac{\Delta r^2}{D} \quad (5.9)$$

In this method, the space increment is fixed by the user and the time increment is calculated. Nevertheless, because all space iterations and all walkers are independent, a variable space step method can be used with a time step varying between boundaries fixed by user. This method allows a non-negligible gain of computation time without loss in accuracy if time step boundaries are judiciously chosen. Table 5.1 presents computation time gain by improvements made on the AMA software.

Version	computation time ( s ) - relative gain
2014 February	20040 - reference
2014 April	15758 - 21%
2014 May	11525 - 42%
Current	8273 - 59%

TABLE 5.1 – Computation time and relative computation time gain for 20 iterations of AMA software from initial version in February 2014 to current version.

AMAV code has been primarily developed as a coupling script written in *Python 2* for linking AMA with commercial CFD software *Fluent*. It has been completely redesigned and the new coupling method and its validation will be presented in section 5.3.2.

### 5.3.2 A new coupling method : AMAV software

A new calculation chain, named AMAV, between AMA and the free software *OpenFoam* [15] has been implemented in *Python* language in order to couple the simple MC/RW ablation tool with a Navier-Stokes solver for fluid phase. AMAV links the following numerical tools :

- AMA : A MC/RW principle diffusion/ablation code,
- a free (*Tetgen*, *Gmsh*), 3-dimensional, unstructured, meshing tool,
- a free Navier-Stokes solver : *OpenFoam*,
- a software to interpolate node velocity values to voxels.

The calculation chain is schematically presented in Figure 5.2.

The two main points of this chain are the meshing tool from a 3D-picture made of voxels and the interpolation of velocity vectors on the 3D-picture. The

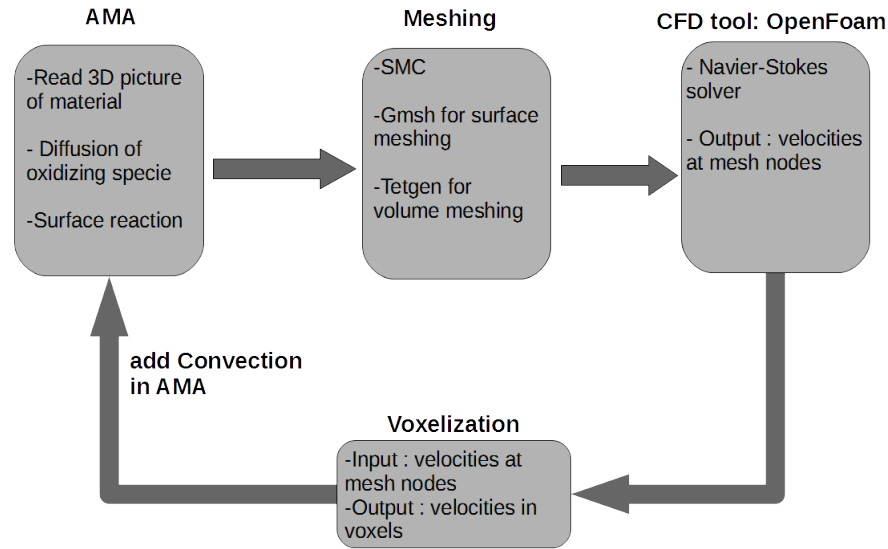


FIGURE 5.2 – Scheme of the coupling procedure, named AMAV, between code AMA for diffusion/reaction and free software *OpenFoam* for CFD computation.

first one is carried out by a SMC [49], to determine surface nodes, coupled with free software *Gmsh* for meshing. The second one uses the following algorithm in order to interpolate nodes values from CFD to voxels values in the 3D-picture used by AMA :

- read cells (tetrahedra) and points coordinates in each cell,
- for each cell : search all picture points (voxels) which are inside the cell,
- if a voxel is in the selected cell : calculate velocity at this point by a barycentre between velocities at the nodes of the cell.

After, AMA can use computed CFD fluid flow for convection/diffusion/ablation with the method shown in section 5.3.1.

## 5.4 Validation and results

In this section, a quasi-analytical model of convection/diffusion/reaction is presented in order to validate the AMA software. Validation has been performed by comparison of the concentration field over a reactive but non-recessive surface between the quasi-analytical results and the numerical ones given by AMA. After, recession of the surface has been validated without flow by comparison between analytical recession and calculation by AMA.

### 5.4.1 Numerical parameters validation

AMA software uses four numerical parameters, which are independent from physical ones, to simulate ablation :

- the number of walkers which are simulated by the code (eachwalker represents a fixed amount of oxidizing specie),
- the number of rides (a ride represents all times step between buffer zone reinitialization),
- the sphere radius which is the space step,
- the ablation factor, i.e the number of grey levels which are removed by a walker.

If they are shrewdly chosen, these parameters must not have effect on ablation. Tip height on a numerical 3D  $C_f/C$  composite is selected as the marker of ablation. First the influence of the number of walkers is presented on figure 5.3. Walkers number has a very low influence on ablation results. No differences can be seen for a number of walkers higher to 3000. That is why, the number of walkers can be decreased to improve computation time without loss in accuracy. However, an optimal number of walkers cannot be determined for all pictures because this number depends on the size of the picture and its geometry. If needed, an optimization have to be done for each new picture.

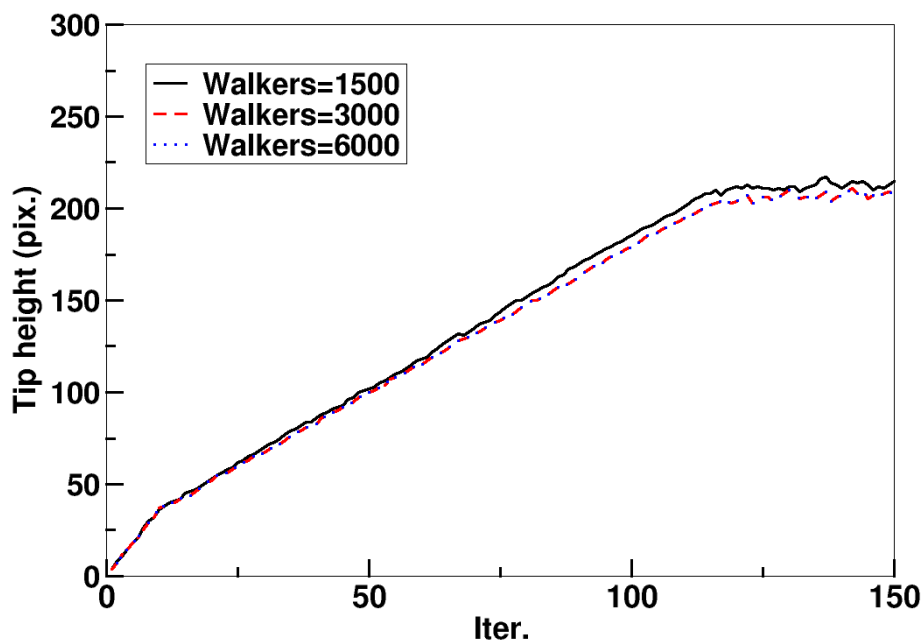


FIGURE 5.3 – Height of the tip in pixels (pix.) of a numerical 3D  $C_f/C$  composite function of iterations (iter.) for simulations with 3 different numbers of walkers.



Second, the number of drives between convergence tests and buffer zone reinitialization is shown on figure 5.4. This parameter has no influence on ablation results and can be optimized in order to decrease computation time. As for the number of walkers, an optimal has to be find for each numerical material because it depends on the size and the geometry of the picture.

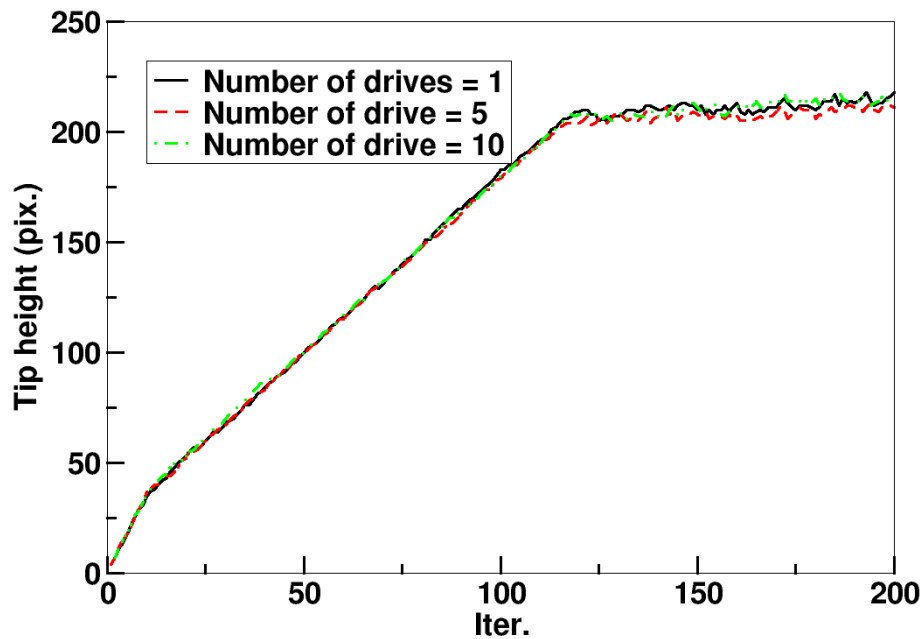


FIGURE 5.4 – Height of the tip in pixels (pix.) of a numerical 3D  $C_f/C$  composite function of iterations (iter.) for simulations with 2 different numbers of rides between buffer reinitialization.

Then, figure 5.5 presents the tip height function of the ablation factor. The number of grey levels removed by walker has a low influence on the numerical ablation. Lower is this number, better is the accuracy because it is equivalent to the discretization of the ablation. On the other hand, higher is the ablation factor, faster is the computation. This explains the difference between the two curves but the influence of this parameter seems to be low.

Finally, the tip height function of the iteration for two sphere radius is shown in figure 5.6. It is clear that the sphere radius has a strong influence on tip height, therefore on ablation results. Shorter is the sphere radius, more accurate is the result because diffusion and convection are better simulated.

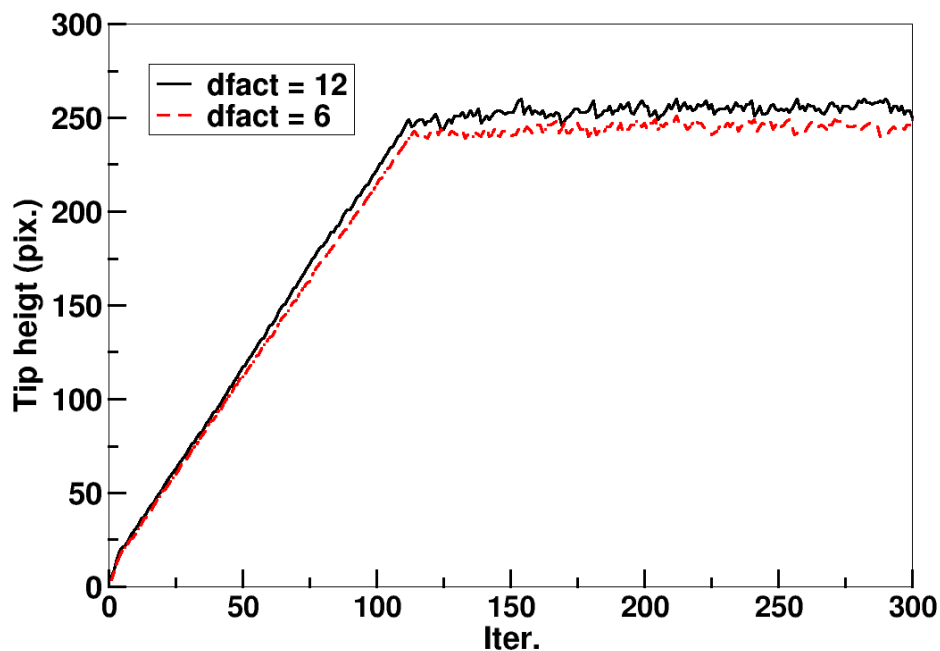


FIGURE 5.5 – Height of the tip in pixels (pix.) of a numerical 3D  $C_f/C$  composite function of iterations (iter.) for simulations with 2 different ablation factors.

It is equivalent to decrease time step because sphere radius is the same for all the walkers independently of their position. Nevertheless, computation time increases with the inverse of sphere radius. That is why, a variable sphere method has been implemented (see section 5.3.1). It preserves short computation time and increases diffusion and convection accuracy near the solid surface.

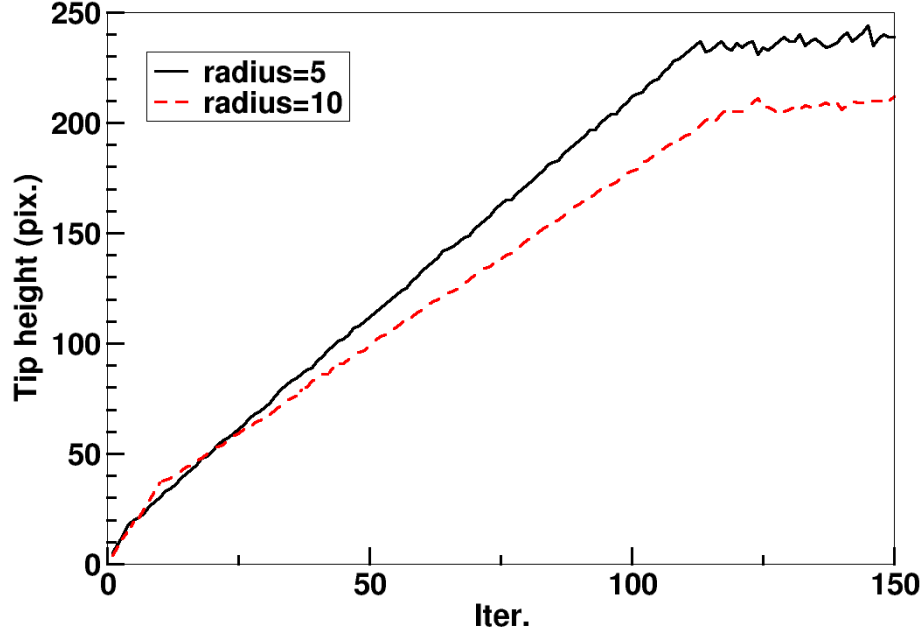


FIGURE 5.6 – Height of the tip in pixels (pix.) of a numerical 3D  $C_f/C$  composite function of iterations (iter.) for simulations with 2 different sphere radius.

#### 5.4.2 Analytical model

In order to validate our numerical method with a quasi-analytical solution, one more hypothesis has to be made in the set of equations (5.5). Velocity in the boundary layer has to be expressed as simple as possible and a model of boundary layer is defined with a flow perpendicular to the wall and a linear variation of the velocity (see figure 5.7) :

$$\vec{v}_{gaz} = -v_e \frac{z}{\delta} \vec{e}_z \quad (5.10)$$

$\vec{e}_z$  is the orthonormal vector perpendicular to the surface and pointed inside the fluid,  $v_e$  is the velocity at the top boundary layer and  $z$  is the coordinate which is 0 at the surface. The model is now unidirectional and equation (5.5) can be rewritten as :

$$\begin{cases} \frac{\partial v(z)C(z)}{\partial z} - D \frac{\partial^2 C(z)}{\partial z^2} = 0 \\ -D \frac{\partial C(z)}{\partial z} \Big|_{z=0} = -kC(0) \\ C(\delta) = C_e \end{cases} \quad (5.11)$$

Equation (5.11) is now written in a dimensionless form with  $\bar{v} = -\bar{z}$  :

$$\begin{cases} \frac{\partial^2 \bar{C}}{\partial \bar{z}^2} + P\acute{e}\bar{z}\frac{\partial \bar{C}}{\partial \bar{z}} + P\acute{e}\bar{C} = 0 \\ \bar{C}(0) = \frac{1}{Da} \left. \frac{\partial \bar{C}}{\partial \bar{z}} \right|_{\bar{z}=0} \\ \bar{C}(1) = 1 \end{cases} \quad (5.12)$$

$P\acute{e} = \frac{\delta v_e}{D}$  is the Péclet number which represents the ratio between convection transport and diffusion transport and  $Da$  is the Damköhler number which stands for the ratio between heterogeneous reaction at the surface and diffusion transport on the fluid. Solution of equation (5.12) is :

$$\bar{C}(\bar{z}) = \bar{C}(1)e^{\frac{P\acute{e}(1-\bar{z}^2)}{2}} \left( \frac{1 + Da \int_0^{\bar{z}} e^{\frac{P\acute{e}z^2}{2}} dz}{1 + Da \int_0^1 e^{\frac{P\acute{e}z^2}{2}} dz} \right) \quad (5.13)$$

This very simple model has a quasi-analytical solution and will be used to validate AMA and AMAV software.

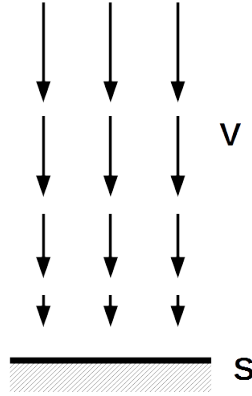


FIGURE 5.7 – Scheme of the velocity in the boundary layer used for validation of the AMAV software.  $S$  is the solid surface and the arrows are a schematic representation of the velocity.

#### 5.4.2.1 Diffusion without flow ( $P\acute{e} = 0$ )

The cases presented in this part consist of diffusion above a homogeneous reactive material without recession of the surface. Top of the calculation box consists of the constant concentration boundary layer and all faces have got a *translation repeat* boundary condition.

First, a case of pure diffusion, without flow velocity, is presented to check results previously obtained in reference [7]. Concentration field against distance to the surface is compared to the analytical solution [14] :

$$\bar{C}(\bar{z}) = \frac{1 + Da\bar{z}}{1 + Da} \quad (5.14)$$

$\bar{z}$  stands for the dimensionless distance to the wall. Figure 5.8 presents results obtained for  $Da = 1$  which correspond to a concentration field driven both by diffusion in the fluid phase and by reactivity of the surface. Numerical results are in very good agreement with analytical one and allow going further by adding convection in the model.

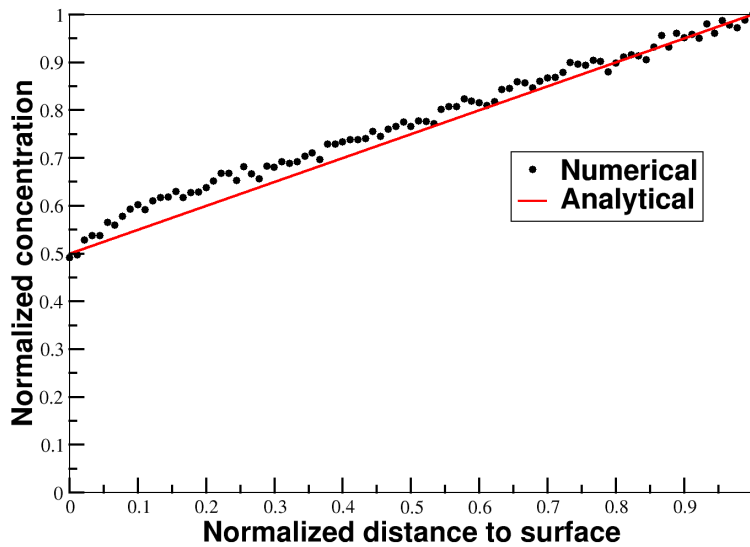


FIGURE 5.8 – Normalized concentration of oxidizing specie function of the normalized distance from the solid reactive surface for  $Da = 1$ .

Then, the validation of the diffusion in the boundary layer with the flow described in section 5.2 is performed by comparing the concentration field given by AMAV and the one obtained from equation 5.13. Damköhler number is set to 1 for all calculations and  $Pé$  varies from 0.1 to 100.

#### 5.4.2.2 Diffusion with $Pé = 0.1$

Figure 5.9 shows the comparison between quasi-analytical and numerical values of concentration field, function of the distance to the solid surface for the lowest tested Péclet number ( $Pé = 0.1$ ). The numerical results are in very good agreement with quasi-analytical model for this Péclet number. The Péclet number has a weak influence on the concentration field (compared to results presented on figure 5.8) and the recession velocity will not be very different compared to the one without flow.

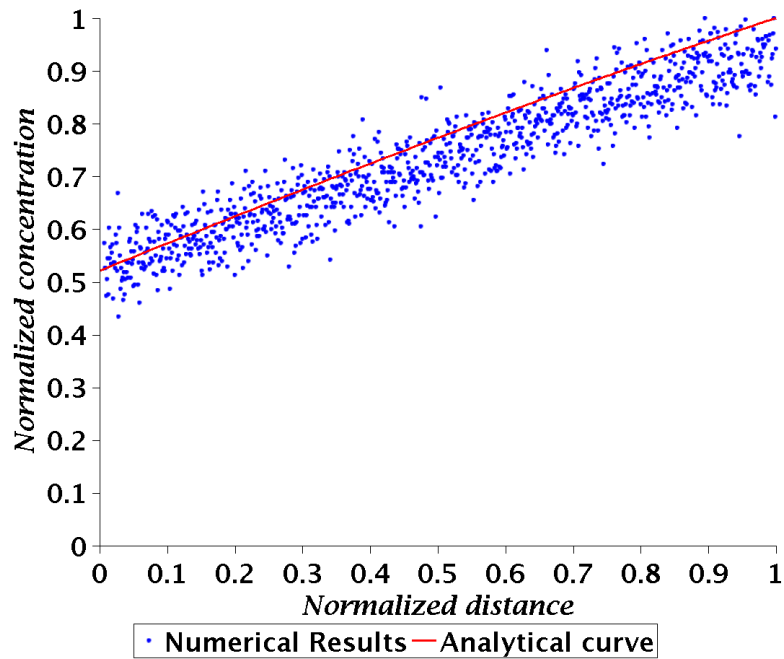


FIGURE 5.9 – Numerical and quasi-analytical normalized concentration of oxidizing specie function of normalized distance from the solid wall for  $Pe = 0.1$  in a boundary layer described by equation (5.10).

#### 5.4.2.3 Diffusion with $Pe = 1$

Figure 5.10 shows the comparison between quasi-analytical and numerical values of concentration field for  $Pe = 1$ . Numerical results are in very good agreement with analytical ones. The concentration field, compared to the case without flow, is slightly modified and presents a concave shape.

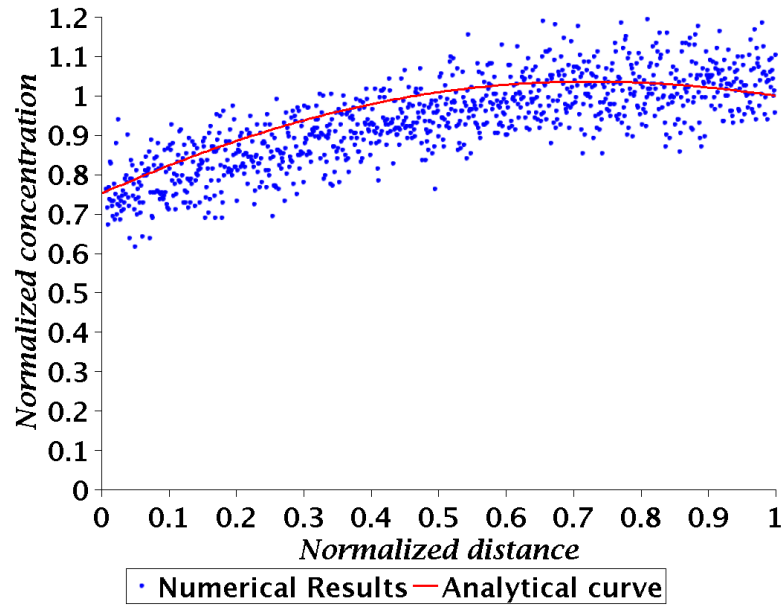


FIGURE 5.10 – Numerical and quasi-analytical normalized concentration of oxidizing specie function of normalized distance from the solid wall for  $Pé = 1$  in a boundary layer described by equation (5.10).

#### 5.4.2.4 Diffusion with $Pé = 10$

The numerical model of convection/diffusion/reaction is in good agreement with the numerical results for  $Pé = 10$  as it can be seen on figure 5.11. Here, the concentration field is modified by the convection. The concentration of oxidizing specie is higher at the surface than at the boundary layer edge. Moreover the concentration field is complex with a change of slope at approximately half distance to the surface.

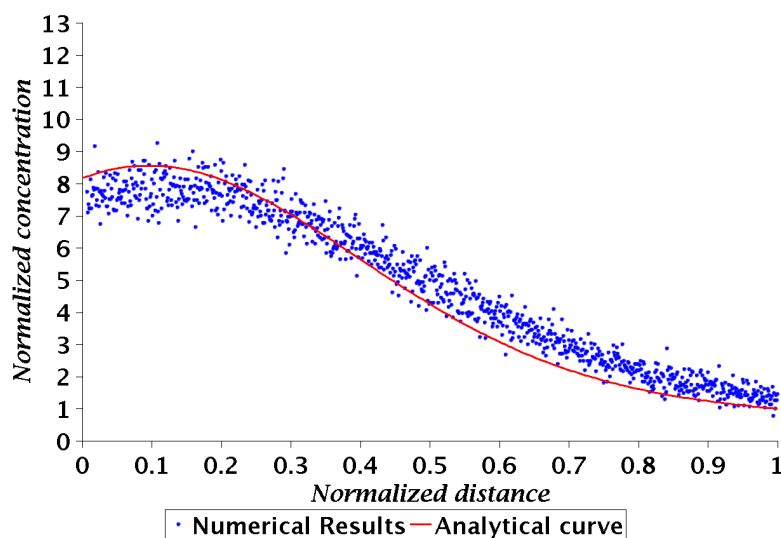


FIGURE 5.11 – Numerical and quasi-analytical normalized concentration of oxidizing specie function of normalized distance from the solid wall for  $Pé = 10$  in a boundary layer described by equation (5.10).

#### 5.4.2.5 Diffusion with $Pé = 100$

Figure 5.12 shows the comparison between quasi-analytical and numerical values of concentration field for  $Pé = 100$ . Numerical results are in good agreement with quasi-analytical model. Nevertheless, higher is the  $Pé$ , longer is the computation time.

Taking a closer look near the surface (at left on the figure), an important gradient on concentration field occurs and this gradient is difficult to numerically capture. Validation cases used in this study have been chosen to be quickly calculated, the drawback is the 3D-picture too coarse to properly simulate the important gradient close to the wall. This phenomenon increases with the Peclet number. That's why,  $Pé \geq 100$  are very difficult to simulate with *AMAV*. Higher is the Peclet number, worse are the results. However,  $Pé \geq 100$  is not common in boundary layer. *AMAV* is designed for simulation inside the boundary layer, for example in subsonic Plasmatron simulations. It correctly reproduces concentration field for an important range of  $Pé$  numbers, so it can obtain very good agreement for real experiments with low  $Pé$  numbers ( $Pé \leq 100$ ). Higher Péclet numbers can be captured but computation time needed to reach the stationary solution of the diffusion/convection/equation (equation 5.13) is very long.



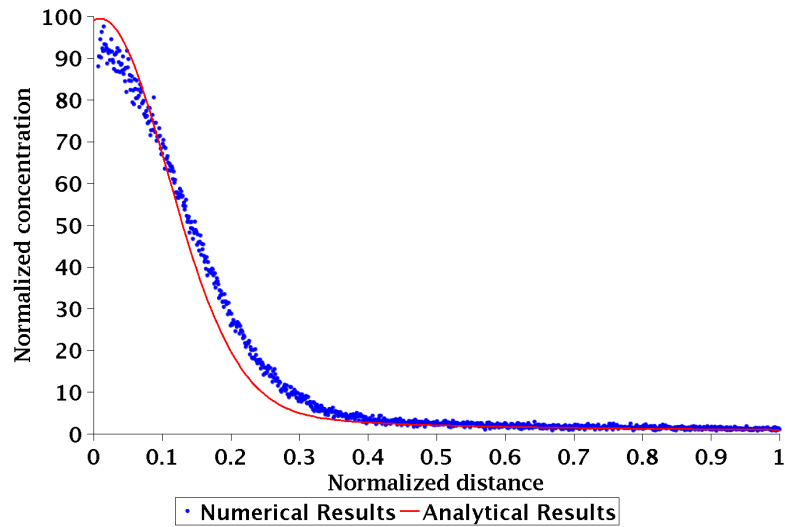


FIGURE 5.12 – Numerical and quasi-analytical normalized concentration of oxidizing specie function of normalized distance from the solid wall for  $Pé = 100$  in a boundary layer described by equation (5.10).

#### 5.4.2.6 Analytical study

Analytical study shows four distinct behaviours for concentration at surface, according to values of  $Pé$  and  $Da$  (Figure 5.13). For a low Péclet number, that is  $Pé \leq 1$ , the concentration of oxidizing specie at the solid surface is entirely determined by Damköhler number. If the Damköhler number is low ( $Da \leq 1$ ) then a reaction limited regime is reached with a constant increase of concentration with  $Da$ . On the contrary, for  $Da \geq 1$ , a diffusion limited regime is visible with the wall concentration independent of  $Pé$  and  $Da$ . At a high Péclet number, concentration field is mainly driven by convection with an increase of concentration at surface with  $Pé$  and  $Da$  raising. The results obtained at a high Péclet and a high Damköhler are not physical. The flux in this model is not conservative. With a high Péclet number, the walkers are stuck at the solid surface (Figure 5.12) and cannot be evacuated like in a experimental case. At  $Da \leq 1$ , there is no intermediate zone between the reaction limited regime and the convection regime. On the contrary, if  $Da \geq 1$  and  $1 \leq Pé \leq 100$  then an intermediate regime mixed between diffusion-limited and driven by convection exists. In this zone, wall concentration is nearly constant with Damköhler number but increases quickly with  $Pé$ .

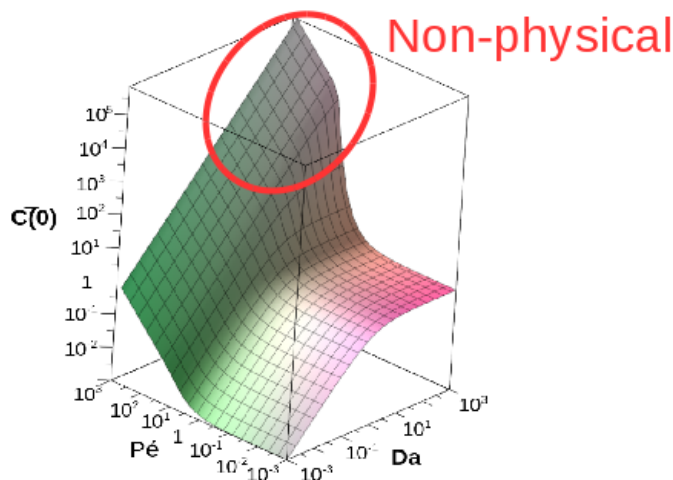


FIGURE 5.13 – Normalized wall concentration of oxidizing specie ( $\bar{C}(0)$ ) function of  $Pé$  and  $Da$  in a boundary layer described by equation (5.10).

#### 5.4.2.7 Surface recession

According to equation (5.2) and (5.4), the surface recession depends on the concentration of oxidizing specie at the solid surface. Validation of surface recession has been made in a pure diffusion case where the surface concentration is accurately calculated. However, diffusion and surface recession are only linked by wall concentration and validation of the recession with a known concentration at the surface is sufficient. Figure 5.14 gives the ratio between numerical recession velocity and analytical one for  $0.01 \leq Da \leq 1000$ . This velocity is calculated by two methods. First, a simple method which measures the height between the top of the surface and the outer edge of the boundary layer and, second, a method which only measures the flux at the wall and calculate the velocity with equation (5.4). These two ways give quasi-identical results. Whatever the Damköhler number is, the results are quite good with less than 25% of discrepancy for a very low Damköhler and 5% of error for  $Da = 1000$ . This could be explained by an incomplete convergence of the diffusion of the oxidizing specie due to very long calculation time. An other explication is the numerical method itself. The same results exists in other software which are based on the sphere method [109, 110] Moreover, this correlation curve can be used as post-processing in order to fit with experimental results, for example. Unfortunately, a similar trick cannot be used with flow field because it will be dependant of the boundary layer. But if concentration at the wall is correctly matched, then recession velocity may be quite correct.

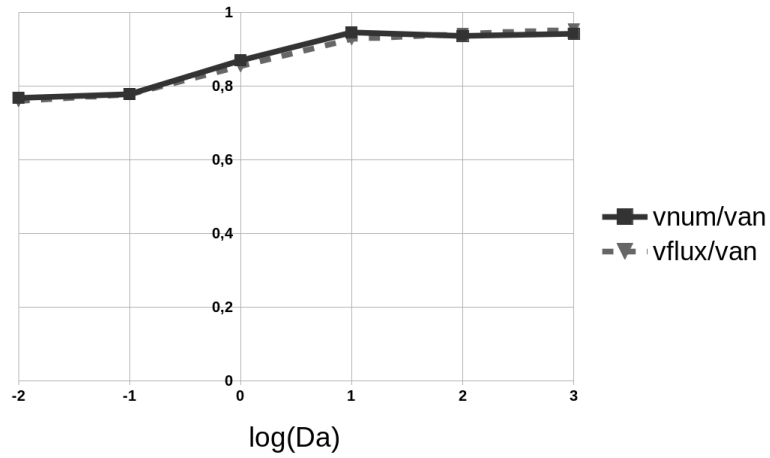


FIGURE 5.14 – Ratio between computed and analytical recession velocity function of decimal logarithm of Damköhler number using two methods : direct measurement on final 3D picture ( $v_{num}$ , plain line) or calculation from the numerical reactant flux by equation (5.4) ( $v_{flux}$ , dashed line).

### 5.4.3 Example of application

The coupling strategy has been applied to a Plasma Jet ablation case. A 3D  $C_f/C$  composite has been tested under the subsonic Plasmatron of von Karman Institute. In-situ and after-test recession measurements have been carried out and qualitative and quantitative observations of surface roughness have been performed on ablated 3D  $C_f/C$  composite. Preliminary comparison between numerical and experimental recession is shown in figure 5.15. Qualitatively good agreement is observed between numerical results and experimental observations. Further work will be quantitative recession measurement comparison with identification of intrinsic reactivity.

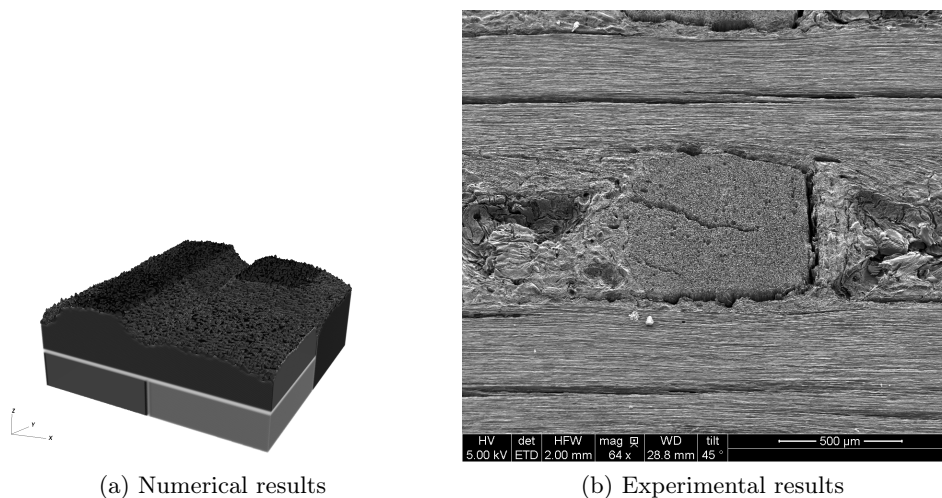


FIGURE 5.15 – Qualitative comparison between 3D  $C_f/C$  sample ablated under air at Plasmatron of von Karman Institute (SEM picture) and numerical ablation by AMAV software.

## 5.5 Partial conclusion

The coupling of a home-made diffusion/surface recession code (AMA) with the free CFD software *OpenFoam* has been realized in order to improve simulation of ablation phenomena during atmospheric re-entry. A *Python* (AMAV) script has been developed linking the two software with a free meshing tool and a home-made voxelization code. Numerical results of convection / diffusion / reaction have been compared to a quasi-analytical solution of a very simple model of boundary layer. A comparison between analytical recession rate without flow field and numerical recession rate has been carried out using two methods based on numerical direct recession on a 3D picture and numerical oxidizing specie flux at the wall.

Diffusion/reaction results are very good for case without flow and with relatively low speed flow ( $Pe \leq 100$ ). Nevertheless, computation time increases with Péclet number and time to reach stationary solution can be very long for very high speed flow ( $Pe \geq 1000$ ). Validation of recession without flow field gives good results, especially for  $Da \geq 10$ .

Our coupling strategy has been validated with flow field whatever Péclet number and Damköhler number values both for diffusion/reaction of a reacting specie into a boundary layer and for surface recession. Further investigations are necessary in order to decrease computation time at high  $Pe$ . However, AMAV can be used to simulate ablation phenomenon in low  $Pe$  environment such as subsonic Plasmatron, what can be a validation towards experiments.

Moreover, AMAV is designed to simulate boundary layer at low speeds, in other words low  $Pe$ . These zones have got a velocity gradient smoother than those which are used for validation. Therefore, AMAV is able to accurately simulate boundary layer in atmospheric re-entry. These cases are not limitative and high Péclet numbers flow can be simulated, but, a large amount of computation time is needed in order to reach convergence.

AMAV will be used to determine reactivity of components of a 3D  $C_f/C$  composite by inverse analysis of ablation tests in subsonic Plasmatron of von Karman Institute and sublimation experiments in arc image furnace. Moreover, further studies will be focused on improvements in computation time.

# Chapitre 6

## Simulation des essais d'ablation

### 6.1 Introduction

Les essais réalisés au Plasmatron du VKI (chapitre 3) et au four à image d'arc du CEA/CESTA (chapitre 4) ont fourni des résultats intéressants sur l'ablation (oxydation, sublimation) du 3D  $C_f/C$ . Ces expérimentations ont permis d'accéder à des données d'entrée pour le code de convection / diffusion / ablation développé au LCTS : *AMAV*. L'étape suivante de ce travail consiste donc à mettre en relation les résultats expérimentaux avec les calculs numériques d'ablation.

Ces calculs ont pour objectif la détermination a priori des hauteurs de rugosité ( $l_R$ ), donc de la transition laminaire/turbulent dans la couche limite par l'intermédiaire du critère d'Anderson (équation (1.1)).

Après la présentation de la méthodologie et des difficultés rencontrées, ce chapitre montrera l'influence du nombre de Péclet sur la récession et comparera celle-ci à celle du nombre de Damköhler. Puis la récession d'une fibre segmentée en trois zones et entourée de matrice sera présentée. Enfin, des résultats d'ablation sur des 3D  $C_f/C$  dans les conditions expérimentées au VKI seront discutés.

### 6.2 Méthodologie

La simulation des essais réalisés au cours de cette thèse ne fut pas aisée en raison des temps de calcul importants du code *AMAV*. De plus, les essais sur le four à image d'arc du CEA/CESTA ayant eu lieu en fin de thèse en raison de délais importants dans le montage du moyen, les simulations ne seront pas présentées dans ce mémoire.

L'objectif de cette thèse est de mieux comprendre l'influence de l'écoulement sur la récession du 3D  $C_f/C$ . L'influence du nombre de Damköhler sur la récession d'un composite en carbone ayant été précédemment étudié par J. Lachaud [7], la première étape consiste à quantifier l'influence du nombre de

Péclet sur une géométrie simple. Cette étape nous permettra de comparer l'influence de la diffusion sur celle de la convection. Les essais au Plasmatron (chapitre 3) ont montré que la forme des fibres dans les fils verticaux n'était pas identique selon les conditions expérimentales. La seconde étape de ce travail est donc l'étude numérique de l'influence du nombre de Damköhler sur des fibres afin de comprendre la récession à l'échelle microscopique. A cette échelle, l'écoulement est négligeable ( $Pe \approx 0$ ) et il n'est donc pas nécessaire de le prendre en compte.

Enfin, un motif élémentaire du 3D  $C_f/C$  a été modélisé (échelle macroscopique) et des comparaisons qualitatives avec les observations expérimentales ont pu être réalisées. Cette étape s'est montrée délicate en raison de l'épaisseur importante de la couche limite (voir tableau 3.3). En effet, *AMAV* et plus particulièrement *AMA* montre des difficultés à simuler de grandes épaisseurs de diffusion en raison des temps de calcul importants et du plus grand nombre de marcheurs aléatoires nécessaires. Afin de pallier cette difficulté, une méthode basée sur la conservation des nombres sans dimension est présentée à la section 6.5.

## 6.3 Influence du nombre de Péclet sur la récession

### 6.3.1 Géométrie utilisée

La géométrie utilisée est présentée sur la figure 6.1. Il s'agit d'une fibre ronde de 20 pixels de diamètre entourée d'une matrice de réactivité supérieure à celle de la fibre. La dimension totale du solide est de  $40 \times 40$  pixels. Pour plus de simplicité, dans la suite de ce chapitre, la zone centrale présentant la réactivité la plus forte sera appelée *fibre* tandis que le reste du solide de l'image sera nommé *matrice*. Cependant, ce modèle peut s'étendre à tout système de deux phases solides, l'une de réactivité importante entourant l'autre dont la réactivité est plus faible, par exemple, le système fil/interface.

Chaque pixel représente  $10^{-4}$  m et le coefficient de diffusion vaut  $D = 0.005 \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ .

Ces valeurs ont été choisies pour conserver les nombres adimensionnés. Pour qu'*OpenFoam* (qui réalise le calcul fluide) et *AMA* convergent rapidement, les valeurs de réactivité et de vitesse à l'infini ne devaient pas être trop importantes quelque soient les nombres de Péclet et de Damköhler testés. Le rapport de réactivité défini par l'équation (3.3) [11, 12, 33] est fixé à 10. Cette valeur a été choisie pour être cohérente avec celles données dans [7]. L'écoulement est perpendiculaire à la paroi afin de simuler des essais de point d'arrêt tels que réalisés au Plasmatron du VKI. Le nombre de Péclet est ajusté en modifiant la vitesse en haut du domaine de calcul. 4000 marcheurs sont utilisés pour la simulation afin de garantir la convergence en nombre de marcheurs sans trop impacter sur les temps de calcul.

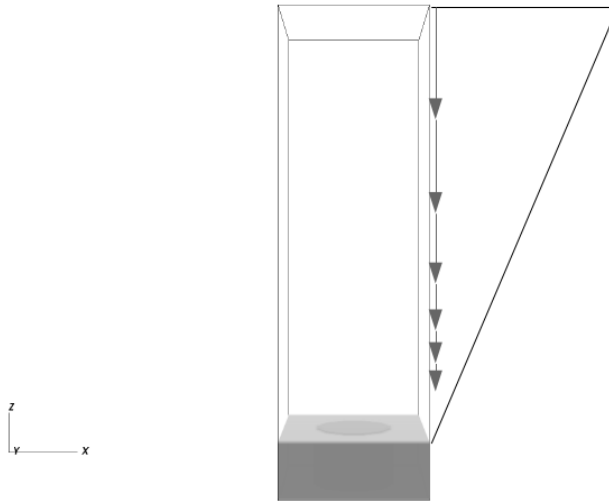


FIGURE 6.1 – Géométrie utilisée pour les simulations d’une fibre simple (zone centrale) entourée de sa matrice.

### 6.3.2 Différence de hauteur entre les constituants

#### 6.3.2.1 Etude du nombre de Péclet

Cette partie présente les résultats de simulation de l’ablation d’un matériau numérique dont la géométrie est présentée à la section 6.3.1. La différence de hauteur entre les deux régions est, dans ce cas, équivalente à la hauteur de rugosité  $l_R$ . 120 itérations sont effectuées à chaque calcul, ce qui garantit un état quasi-stationnaire pour toutes les simulations. Cela représente un temps réel d’ablation très différent selon les paramètres choisis. La figure 6.2 présente la morphologie du système à la fin du calcul, en fonction du nombre de Péclet. Le nombre de Péclet a très peu d’influence sur la hauteur de rugosité à l’état stationnaire, tandis que le nombre de Damköhler modifie grandement celle-ci, comme attendu [7, 8].

La figure 6.3 présente la hauteur de rugosité en fonction du temps, pour une simulation avec un nombre de Damköhler  $Da = 0.1$  et un nombre de Péclet  $Pé = 0.01$ ,  $Pé = 0.1$  et  $Pé = 1$ . La hauteur de rugosité à l’état stationnaire est identique quelque soit le nombre de Péclet. Le nombre de Péclet n’influe que sur le temps nécessaire pour atteindre l’état stationnaire, particulièrement pour  $Pé = 1$  où ce temps est divisé par 5. Pour un Damköhler faible ( $Da = 0.1$ ), le temps nécessaire pour atteindre l’état stationnaire diminue lorsque le nombre de Péclet augmente.

Sur la figure 6.4 est présentée la hauteur de la pointe au cours du temps



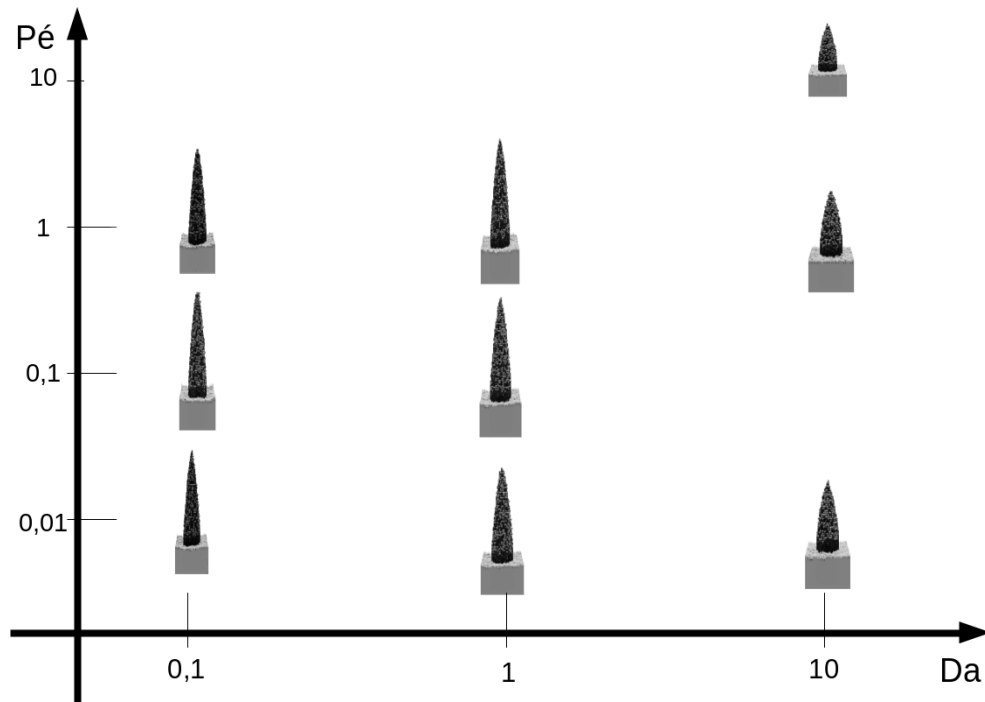


FIGURE 6.2 – Morphologie stationnaire d'une fibre entourée de sa matrice en fonction des nombres de Péclet et Damköhler.

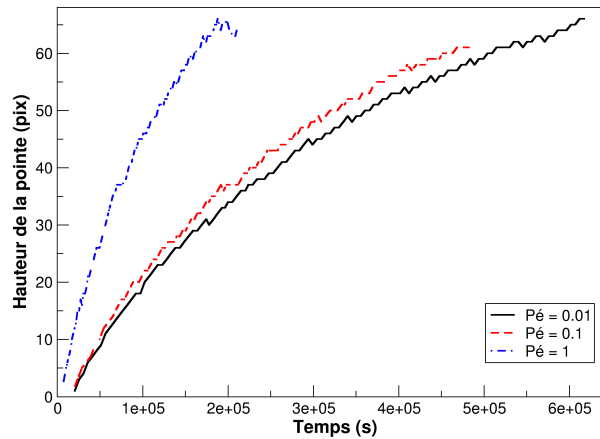


FIGURE 6.3 – Hauteur de la pointe au cours du temps pour une simulation d'une fibre entourée de matrice à  $Da = 0.1$  fixé,  $Pé = 0.01$ ,  $Pé = 0.1$  et  $Pé = 1$ .

pour une simulation à  $Da = 1$  et  $Pé$  variant de 0.01 à 1. Les résultats obtenus sont identiques à ceux trouvés pour un nombre de Damköhler égal à 0.1. Le nombre de Péclet n'influe pas sur la hauteur de la pointe à l'état stationnaire mais uniquement sur le temps pour atteindre cet état, particulièrement pour des nombres de Péclet supérieurs à 1.

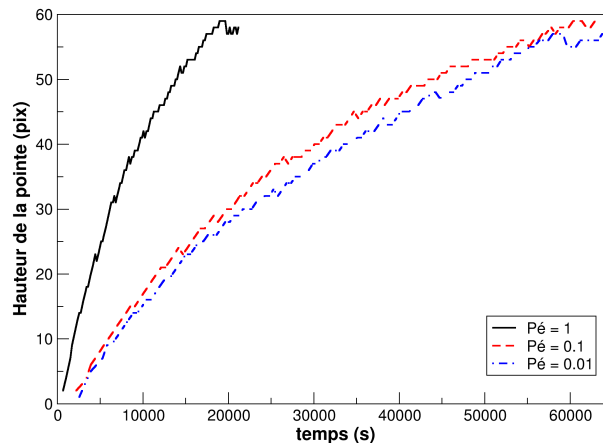


FIGURE 6.4 – Hauteur de la pointe au cours du temps pour une simulation d'une fibre entourée de matrice à  $Da = 1$  fixé,  $Pé = 0.01$ ,  $Pé = 0.1$  et  $Pé = 1$ .

La figure 6.5 présente la hauteur de rugosité en fonction du temps pour  $Da = 10$  et  $Pé = 0.01$ ,  $Pé = 1$  et  $Pé = 10$ . Les résultats obtenus confirment que le nombre de Péclet (c'est-à-dire la vitesse de l'écoulement perpendiculaire à la paroi) n'influe que sur le temps pour atteindre l'état stationnaire et non sur la hauteur de rugosité. Ce temps est divisé par plus de 10 lorsque le nombre de Péclet est multiplié par 1000. L'effet de la vitesse du fluide comparé à celle de la diffusion est 1000 fois plus important.

Si l'on compare ces résultats avec ceux donnés par le modèle analytique du chapitre 5, cela confirme que l'effet de l'écoulement n'est sensible que pour  $Pé \geq 1$ . Lors des essais réalisés au Plasmatron (voir chapitre 3), tous les constituants (excepté la fine interface entre ceux-ci) ont eu une vitesse de récession proche. En extrapolant les résultats de ces simulations, il est possible de déduire que lors de ces essais, le nombre de Damköhler était probablement élevé, ou que le contraste de réactivité entre les constituants était faible. Cependant, bien que les nombres de Péclet aient été relativement élevés ( $Pé > 10$ ), les profils de rugosité obtenus n'en dépendent pas directement. Les effets du nombre de Péclet sont présentés dans les tableaux 6.1 et 6.2.

Une étude de l'influence du nombre de Damköhler pour un Péclet fixé va per-

mettre de quantifier l'effet relatif des nombres de Péclet et de Damköhler sur le temps nécessaire pour atteindre l'état stationnaire.

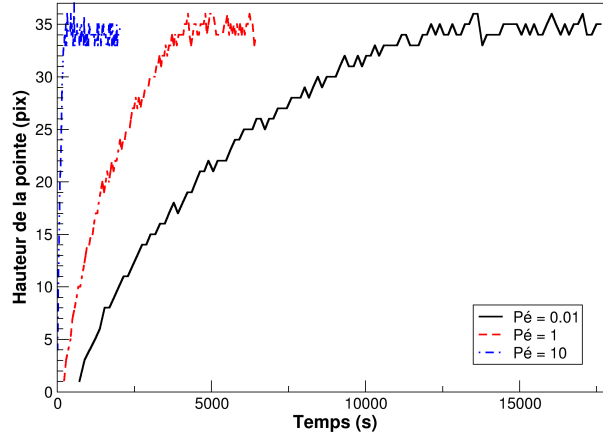


FIGURE 6.5 – Hauteur de la pointe au cours du temps, pour une simulation d'une fibre entourée de matrice à  $Da = 10$ ,  $Pé = 0.01$ ,  $Pé = 1$  et  $Pé = 10$ .

### 6.3.2.2 Étude du nombre de Damköhler

Pour ces calculs, le nombre de Péclet est fixé à 1 et la géométrie utilisée est celle présentée à la section 6.3.1. La figure 6.6 présente la hauteur de rugosité en fonction du temps, pour des simulations à  $Da = 0.1$ ,  $Da = 1$  et  $Da = 10$ . Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par J. Lachaud [7] et montrent que la hauteur de rugosité stationnaire est inversement proportionnelle au nombre de Damköhler. De plus, le temps nécessaire pour atteindre l'état stationnaire diminue lorsque le nombre de Damköhler augmente. Pour un  $Da \leq 1$ , celui-ci est divisé par 10 lorsque  $Da$  est multiplié par 10. Ces variations sont bien plus importantes que lors d'une modification du nombre de Péclet.

Ces résultats sont en accord avec le modèle analytique présenté au chapitre 5, pour des nombres de Damköhler inférieurs ou égaux à 1, l'influence de l'écoulement est faible (faible influence du nombre de  $Pé$ ). Lorsque le nombre de Damköhler est suffisamment grand, la limitation par la diffusion est atteinte et l'écoulement peut jouer un rôle dans le temps pour atteindre l'état stationnaire. Dans le cadre des essais réalisés au VKI (voir chapitre 3), les variations du nombre de Péclet entre les essais ont été faibles ( $10 < Pé < 20$ ) et l'écoulement a donc eu un effet quasi-identique sur tous les essais. Seuls des essais ou des simulations sur un 3D  $C_f/C$ , avec un rapport diffusion/réaction identique

mais une absence d'écoulement pourraient permettre de conclure sur l'effet de ce dernier.

Les résultats obtenus sont intéressants afin de préparer de futurs essais sur le matériau. Afin d'observer l'effet de l'écoulement, le nombre de Damköhler doit être fixé, tandis que le nombre de Péclet doit pouvoir varier dans une large gamme de valeurs. Pour cela, il est possible, par exemple, d'utiliser un JP pour ablater une éprouvette du matériau. La température de surface de l'échantillon, la taille de la couche limite et le nombre de Damköhler sont alors fixés. Une seconde expérience peut utiliser un four dans lequel l'écoulement est quasi nul. Celui-ci doit être construit de façon à conserver le nombre de Damköhler utilisé lors de l'essai JP. Ces deux expériences pourraient permettre de quantifier précisément l'influence de  $Pé$  sur l'ablation du matériau. Le choix du nombre de Damköhler est complexe car si celui-ci est élevé, l'influence du nombre de  $Pé$  sera plus visible mais les rugosités de surface seront moins marquées. Les effets relatifs des nombres de Péclet et Damköhler sont présentés dans les tableaux 6.1 et 6.2.

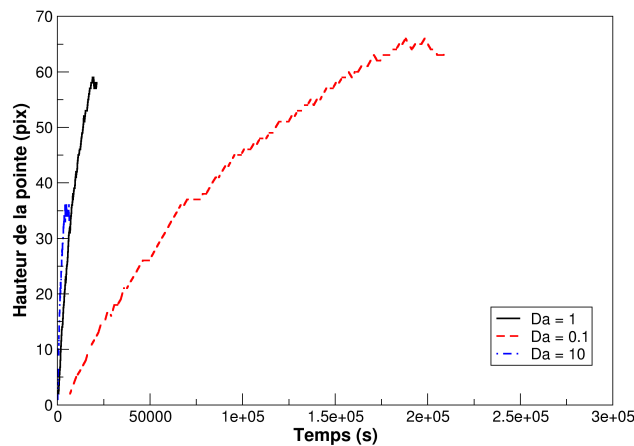


FIGURE 6.6 – Hauteur de la pointe au cours du temps, pour une simulation d'une fibre entourée de matrice à  $Pé = 1$  fixé,  $Da = 0.1$ ,  $Da = 1$  et  $Da = 10$ .

Pe	$\ll 1$	$= 1$	$\gg 1$
Da			
$\ll 1$	+	+	+
$= 1$	<i>ref</i>	$l_R = ref$	<i>ref</i>
$\gg 1$	-	-	-

TABLE 6.1 – Tableau schématique de l'effet des nombres de Damköhler et de Péclet sur  $l_R$ . La référence est donnée pour  $Da = 1$  et  $Pe = 1$ .

Pe	$\ll 1$	$= 1$	$\gg 1$
Da			
$\ll 1$	++	+	?
$= 1$	+	$t_{stat} = ref$	-
$\gg 1$	-	-	--

TABLE 6.2 – Tableau schématique de l'effet des nombres de Damköhler et de Péclet sur  $t_{stat}$ . La référence est donnée pour  $Da = 1$  et  $Pe = 1$ .

### 6.3.3 Vitesse de recul

La figure 6.7 présente la vitesse de recul du composite numérique en fonction du nombre de Péclet et du nombre de Damköhler. Celle-ci est calculée directement par le code *AMA* (voir chapitre 5). Elle est adimensionnée par la vitesse obtenue pour la simulation à  $Pe = 0.01$  et  $Da = 0.1$ . Cette dernière peut être considérée comme la vitesse en limitation par la diffusion et est notée  $V_{dl}$ . Ces résultats confirment ceux obtenus sur la hauteur de rugosité : l'influence du nombre de Péclet est faible comparée à celle du nombre de Damköhler. Lorsque  $Pe \leq 1$ , la vitesse de récession est peu modifiée par l'écoulement. A contrario, lorsque le nombre de Péclet est supérieur à 1, augmenter sa valeur d'un facteur 10 multiplie la vitesse de recul par plus de 10. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par le modèle quasi-analytique au chapitre 5, qui montrent que  $Pe$  doit être supérieur ou égal à 1 pour qu'il y ait un effet visible sur la vitesse de récession du matériau. Les essais au Plasmatron (voir chapitre 3) ont eu lieu pour des nombres de Péclet supérieurs à 10. Les résultats de mesures sont présentés sur la figure 6.7. Les valeurs de recul obtenues n'ont pas pu être simulées pour des raisons numériques. Cependant, en prolongeant les courbes, il semble que le nombre de Damköhler des essais ait été de l'ordre de l'unité. Cela ne semble pas cohérent avec les hautes températures atteintes lors des essais. Cela tient à une limite importante de nos essais numériques : le champ de vitesse n'est pas réaliste. Celui-ci est perpendiculaire à la paroi sur tout le domaine, le fluide ne s'échappe pas par les bords de la boîte de calcul. Cette limitation numérique peut expliquer l'écart observé entre les résultats numériques et expérimentaux.

L'augmentation de la vitesse de récession avec la vitesse de l'écoulement est

cohérente avec les résultats présentés sur la réactivité effective avec une surface lisse dans [50]. Lorsque  $Pe$  est supérieur à 1, l'effet de l'écoulement se fait sentir pour un nombre de Damköhler proche de 1.

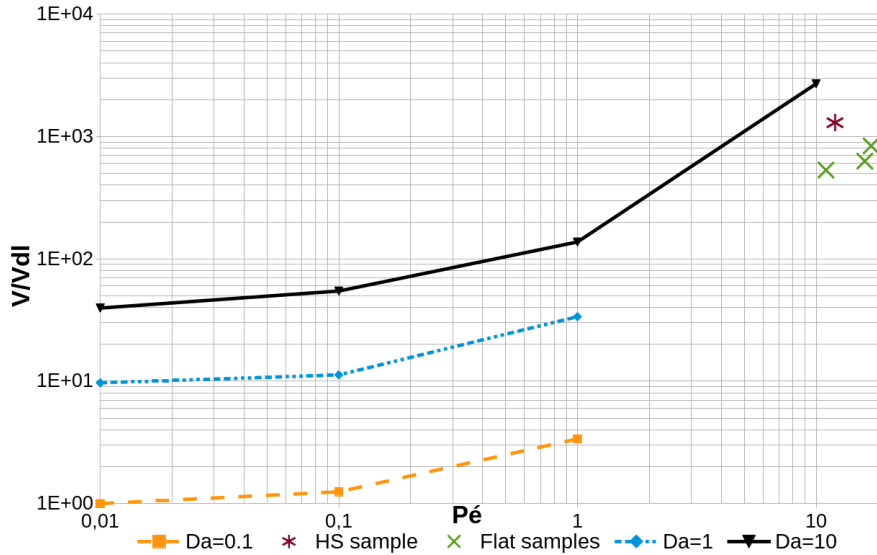


FIGURE 6.7 – Vitesse de recul stationnaire ( $V$ ) adimensionnée par la vitesse de recul en limitation diffusive ( $Vdl = V(Pe = 0.01, Da = 0.1)$ ) du matériau numérique présenté à la section 6.3.1 en fonction du nombre de Péclet et du nombre de Damköhler. Les points observés expérimentalement lors des essais VKI sont aussi présentés.

## 6.4 Récession d'une fibre

A l'échelle microscopique, l'écoulement est négligeable et seul le rapport réaction/diffusion ( $Da$ ) doit être pris en compte. La géométrie utilisée est présentée sur la figure 6.8. La fibre est séparée en trois zones distinctes : un cœur, une zone intermédiaire et une fine enveloppe. Au quatre coins de l'image, de la matrice de réactivité identique à celle de l'enveloppe de la fibre est présente. Matrice et fibre sont séparées par une interface très réactive. Le cœur de la fibre fait 9 pixels de diamètre, la zone intermédiaire a une épaisseur de 6 pixels et l'enveloppe de la fibre une épaisseur de 3 pixels. La matrice a un rayon de 5 pixels et l'image fait  $51 \times 51$  pixels de côté. Elle est répétée par translation dans les directions  $x$  et  $y$ .

Les rapports de réactivité entre les différents composants sont présentés dans

le tableau 6.3. Ils sont invariants pour tous les essais.

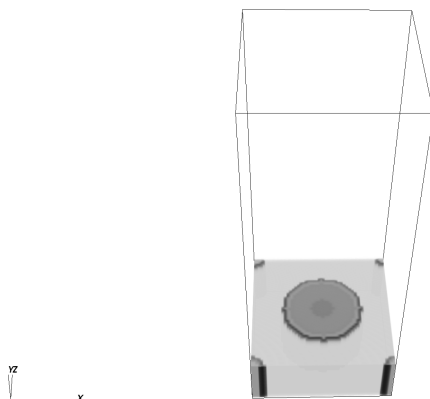


FIGURE 6.8 – Géométrie d'une fibre numérique multicouche comprenant 3 zones distinctes, entourée de matrice et d'une fine interface.

	Cœur de la fibre	Zone intermédiaire	Enveloppe de la fibre	Matrice	Interface
Cœur de la fibre	1	0.34	0.67	0.67	0.013
Zone intermédiaire	3	1	2	2	0.04
Enveloppe de la fibre	1.5	0.5	1	1	0.02
Matrice	1.5	0.5	1	1	0.02
Interface	74	25	50	50	1

TABLE 6.3 – Tableau des rapports de réactivité entre les différents constituants de la fibre numérique multicouche.

La figure 6.9 présente les états transitoire et stationnaire du recul de la fibre. Durant l'état transitoire, les zones de réactivités différentes sont bien visibles dans la fibre puis elles disparaissent à l'état stationnaire où seul le cœur émerge. La fibre prend alors la forme en aiguille souvent observée [58, 66, 89, 90, 91]. Des images MEB des fibres perpendiculaires à l'écoulement pour les essais Plasmatron *Oxidation ST* et *Oxidation HS* sont aussi présentées sur la même figure. Le temps pour atteindre l'état stationnaire  $t_{stat}$  est ici défini comme étant le temps nécessaire afin que la forme en aiguille commence à apparaître. La figure 6.10 présente  $t_{stat}$  en fonction du nombre de Damköhler. Dans notre cas, le nombre de Sherwood de la fibre,  $Sh_f$  varie de manière identique à  $Da$ . Plus le nombre de Damköhler augmente, plus  $t_{stat}$  diminue, donc la forme en bouquet d'aiguilles sera obtenue plus tôt.

Lors des essais au VKI (voir chapitre 3), les essais d'ablation sous air des échantillons standards (plats) ont donné des fibres perpendiculaires à l'écoulement ayant une morphologie transitoire tandis que ceux des échantillons hémisphériques ont mené à des fibres en forme d'aiguilles. Sachant que la forme en

bouquet d'aiguilles est l'état stationnaire atteint quelque soit le nombre de Damköhler, les échantillons standards ne doivent pas avoir atteint cet état à l'échelle de la fibre. Les essais *Oxidation ST* et *Oxidation HS* ont des températures de surface quasi-identiques (voir tableau 3.2) et des températures au sommet de la couche limite très proches (voir tableau 3.3). Le nombre de Damköhler, défini par  $Da = \frac{k\delta}{D}$ , doit donc être plus faible lors de l'essai *Oxidation HS* et l'état stationnaire est atteint à l'échelle de la fibre.

L'étude de la récession de fibres numériques avec *AMAV* permet d'apporter un début de réponse à la question de la différence de morphologie à l'échelle des fibres perpendiculaires à l'écoulement qui a été observée lors des essais au VKI. Des simulations sur un 3D  $C_f/C$  complet ont aussi été menées afin d'étudier la morphologie à l'échelle macroscopique.

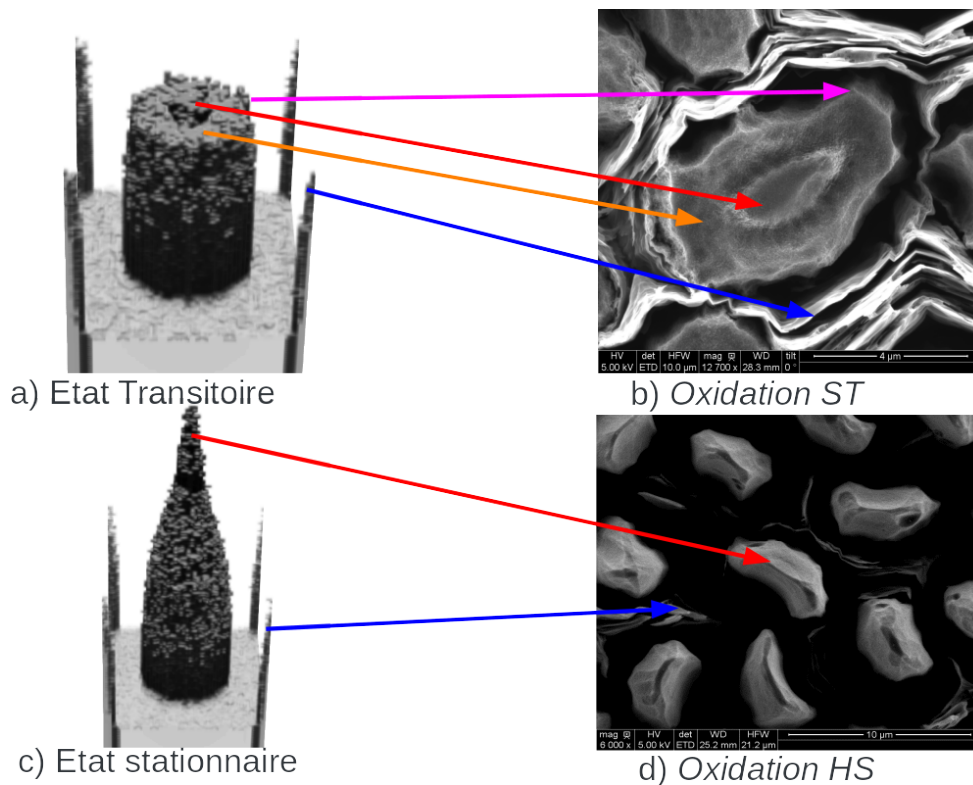


FIGURE 6.9 – Simulation de l'ablation d'une fibre multicouche à l'état transitoire et à l'état stationnaire. Images MEB des fibres perpendiculaires à l'écoulement pour les essais *Oxidation ST* et *Oxidation HS*.



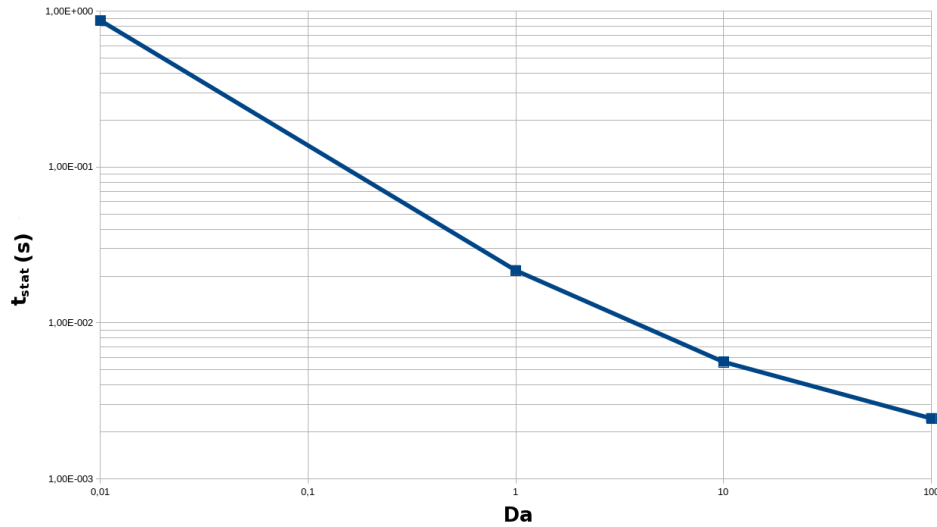


FIGURE 6.10 – Temps pour atteindre l'état stationnaire  $t_{stat}$  d'une fibre multicouche simulée en fonction du nombre de Damköhler.

## 6.5 Récession du 3D $C_f/C$

### 6.5.1 Géométrie utilisée

Le composite 3D  $C_f/C$  est fabriqué par répétition d'un motif élémentaire par translation. Le volume élémentaire représentatif du solide est donc un de ces motifs élémentaires. Par conséquent, la simulation des essais au VKI utilise un matériau numérique représentatif de ce volume élémentaire. Il s'agit d'un cube de  $160 \times 160$  pixels de côté pour 40 pixels de hauteur (voir figure 6.11). Ce motif est répété par translation dans les directions  $x$  et  $y$ . Un pixel représente alors  $10 \mu\text{m}$ . Chaque phase du matériau (fil vertical, fil horizontal, octet de matrice, interface) est modélisée par un niveau de gris différent.

### 6.5.2 Méthodologie de mise à l'échelle

La suite d'outils numériques *AMAV* simule la diffusion d'un oxydant dans la couche limite. Le nombre de Lewis étant choisi égal à 1, la couche limite de diffusion est considérée égale à la couche limite thermique calculée au chapitre 3. Cette dernière est très épaisse (de 6.3 mm à 10 mm) et sa simulation complète avec *AMA* prendrait trop de temps. En effet, plus la taille de la couche limite de diffusion augmente, plus le nombre de marcheurs nécessaires pour représenter le problème grandit. Il faut donc utiliser une mise à l'échelle du problème afin de limiter la taille de la couche limite utilisée par *AMAV* à 1 mm. Le calcul *OpenFoam* ne nécessite pas d'ajustement, la vitesse est calculée sur la totalité de la couche limite, puis seule la zone utile à *AMA* est

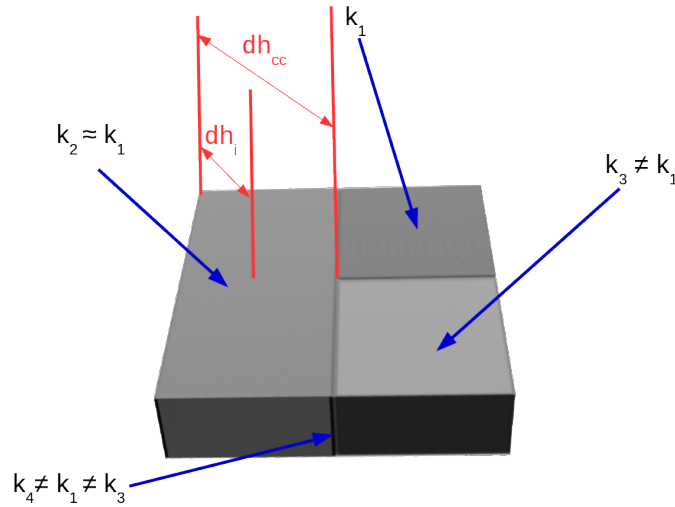


FIGURE 6.11 – Matériau numérique représentant un motif élémentaire du 3D  $C_f/C$  utilisé pour simuler l’ablation du matériau au VKI.

extraite.

Le modèle quasi-analytique (voir chapitre 5) montre que la vitesse de recul de la paroi ne dépend que des nombres de Damköhler et de Péclet. Ceux-ci doivent donc être conservés lors de la mise à l’échelle du problème. Etant donné que le calcul de la vitesse dans la couche limite est effectué sans mise à l’échelle, le nombre de Péclet n’est pas modifié. Par contre, la taille de la couche limite de diffusion n’est pas la même dans le calcul que lors des expériences. Afin d’obtenir un nombre de Damköhler identique dans les deux cas, les constantes de réactivité à la surface sont modifiées. Le rapport des constantes de réactivité  $K$  est :

$$K = \frac{k_{simu}}{k_{red}} \quad (6.1)$$

où  $k_{red}$  est la valeur de la réactivité dans la couche limite réduite et  $k_{simu}$  est la valeur de réactivité que l’on cherche à obtenir à partir de la simulation. La vitesse de réaction obtenue  $v_{red}$  est alors multipliée par  $K$  afin d’obtenir la vitesse de réaction réelle.

Des essais sont réalisés jusqu’à obtenir la valeur de vitesse de recul correspondante à celle mesurée lors des essais au Plasmatron du VKI. Les valeurs de réactivité des différents composants auront alors été identifiées par analyse inverse.

### 6.5.3 Résultats obtenus

La figure 6.12 présente la simulation du recul de paroi lors des 12 premières secondes de l’essai *Référence*. En raison des temps de calcul importants, la si-

mulation de la totalité d'un essai est compliquée. Cependant, une fois que la différence de hauteur entre les différents constituants a atteint l'état stationnaire, le résultat sera qualitativement très proche du profil de surface à la fin de l'essai. Il est à noter que la rugosité numérique est de l'ordre de plusieurs voxels. Or les différences de hauteur entre les constituants (excepté la fine interface inter-fils) sont très faibles, inférieurs à  $20\ \mu\text{m}$  (voir tableau 3.5). Il est donc impossible d'obtenir la différence de réactivité entre chaque composant du 3D  $C_f/C$  par la simulation sans diminuer la représentativité du voxel et donc augmenter les temps de calcul. Soit le recul de paroi est limité par la diffusion, soit les réactivités des composants sont trop proches les unes des autres aux températures considérées.

La figure 6.13 présente la hauteur moyenne de la surface normalisée par la hauteur moyenne de la surface lors de la première itération. En raison du décalage de l'image, cette valeur augmente au cours du temps. Il s'agit d'une mesure indirecte du taux de récession moyen. Ce graphique confirme que l'état stationnaire est atteint à l'échelle microscopique. La vitesse de récession effective du composite est stable. La figure 6.14 présente les hauteurs relatives entre différents constituants du composite. La numérotation des différentes phases est donnée sur la figure 6.11. Tous les composants reculent à la même vitesse avec une différence contenue dans le bruit numérique. La hauteur  $dhcc$  qui présente la hauteur entre un coin de l'image et le centre de celle-ci est une mesure de la différence de hauteur entre les constituants principaux du 3D  $C_f/C$  et l'interface. Celle-ci est au maximum de 13 pixels soit  $130\ \mu\text{m}$ , ce qui est cohérent avec les valeurs mesurées. Cependant, il est à noter que la hauteur  $dhci$  qui mesure la différence entre le bord de l'image et le centre d'un constituant est très importante. Elle provient à la fois du bruit numérique et de la simulation imparfaite du champ de vitesse. En effet, l'écoulement ne s'échappe pas sur les bords dans notre simulation. Cela montre un important bruit numérique lors des simulations d'essais où les constituants du composite ont tous reculé à la même vitesse. Seul le recul de quelques microns de l'interphase est bien visible sur la figure 6.12.

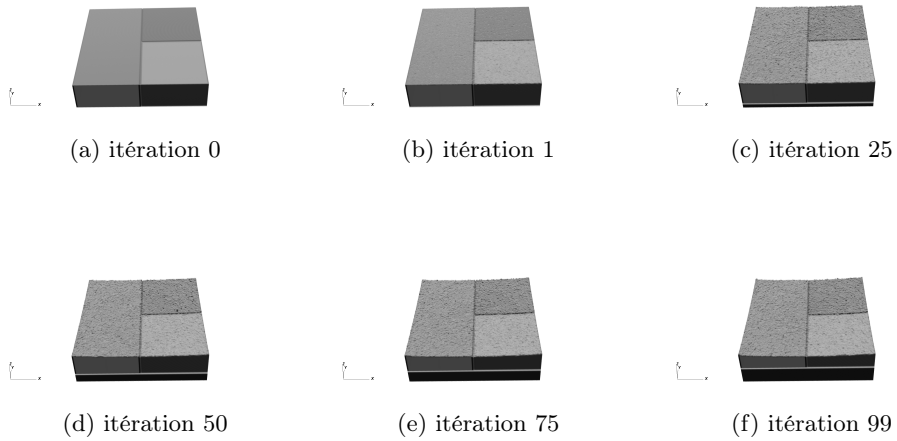


FIGURE 6.12 – Simulation des 12 premières secondes de l'essai *Référence ST* du VKI avec *AMAV*

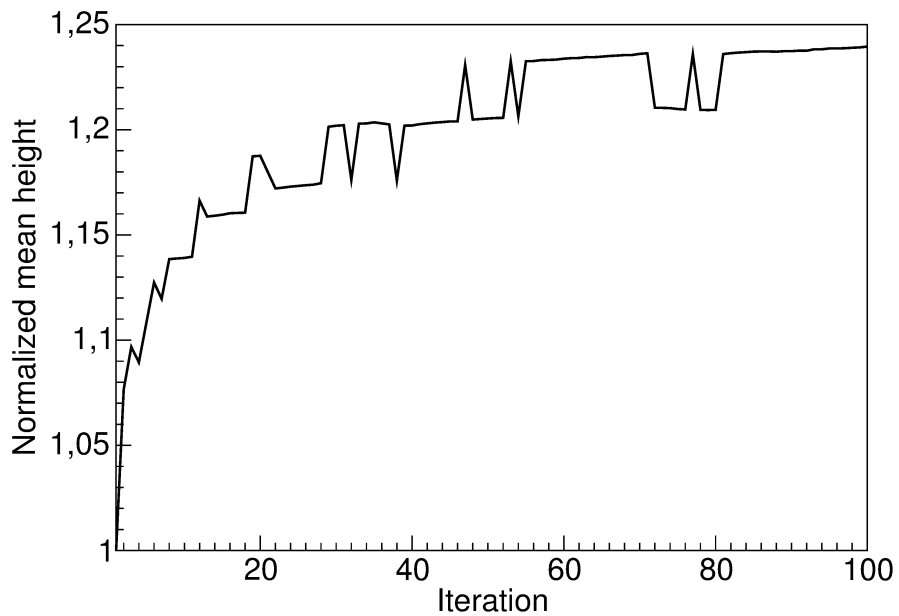


FIGURE 6.13 – Hauteur de la surface normalisée par la hauteur de la surface à l'origine en fonction de l'itération pour la simulation de l'essai *Référence ST*.

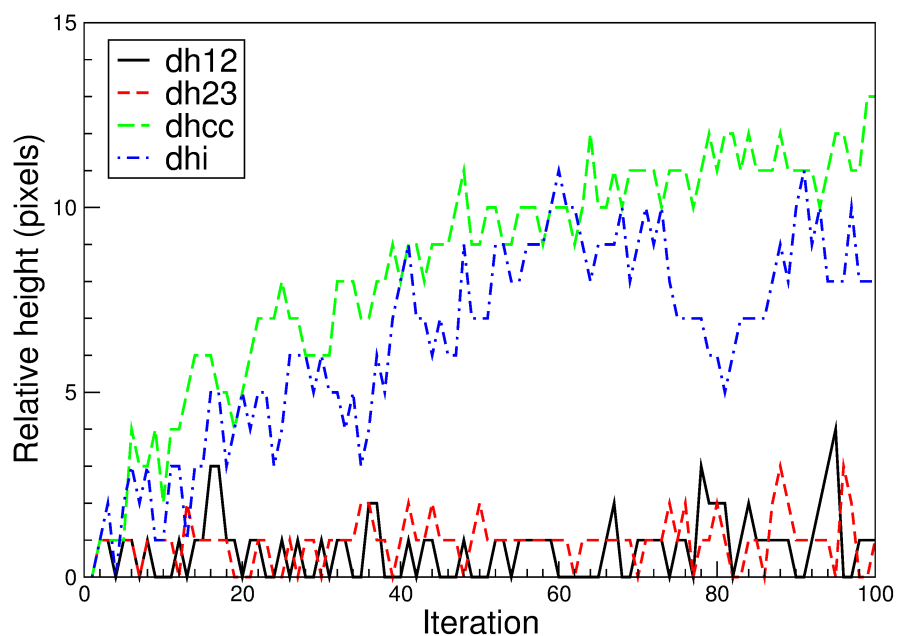


FIGURE 6.14 – Hauteurs relatives obtenues par simulation entre différents points du 3D  $C_f/C$  pour l'essai *Référence ST*.  $dh12$  est la différence de hauteur entre le centre de la baguette verticale et le centre de la baguette horizontale.  $dh23$  est la différence de hauteur entre la baguette horizontale et l'octet de matrice.  $dhcc$  est la différence de hauteur entre un coin et le centre de l'image et  $dhi$  est la différence de hauteur entre un bord de la baguette horizontale et son centre.

La figure 6.15 présente la simulation des 30 premières secondes de l'essai *Oxidation ST*. Seule l'interface présente une différence d'ablation significative comparée aux autres composants du 3D  $C_f/C$ . Cela est cohérent avec les résultats obtenus au Plasmatron du VKI (voir tableau 3.5).

La figure 6.16 présente la hauteur moyenne de la surface lors de la simulation de l'essai *Oxidation ST* relativement à la hauteur moyenne de la surface initiale. Pareillement à la simulation de l'essai *Référence ST*, l'état stationnaire macroscopique est atteint lors de cette simulation. La figure 6.17 présente les hauteurs relatives entre les différents constituants du 3D  $C_f/C$  lors de la simulation de l'essai *Oxidation ST*. Les légendes sont identiques à celles données précédemment. Les mêmes conclusions que lors de la simulation de l'essai *Référence ST* peuvent être tirées. La différence de récession est trop faible pour être correctement simulée. Elle est masquée par le bruit numérique. Pour diminuer ce bruit, il faudrait diminuer la taille d'un voxel, ce qui ne peut se réaliser qu'au prix d'un temps de calcul très important.

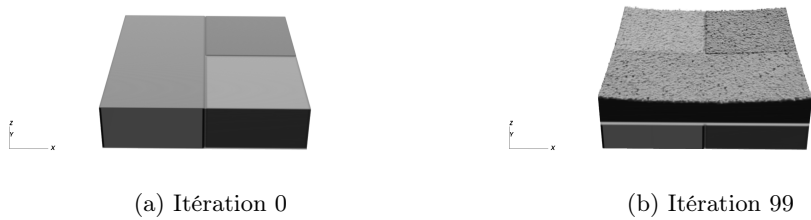


FIGURE 6.15 – Simulation des 30 premières secondes de l'essai *Oxidation ST* du VKI avec *AMAV*.

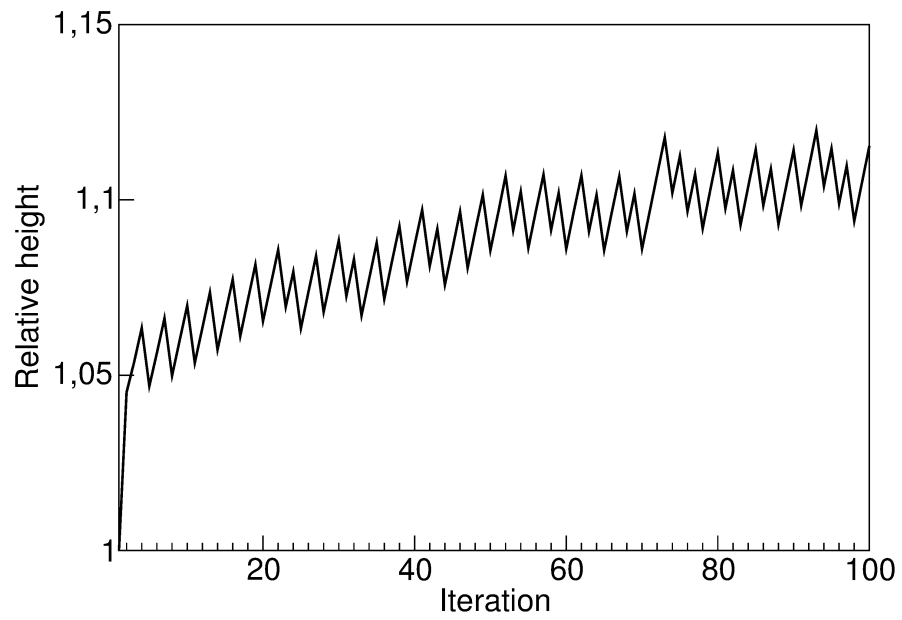


FIGURE 6.16 – Hauteur de la surface normalisée par la hauteur de la surface à l'origine en fonction de l'itération pour la simulation de l'essai *Oxidation ST*.

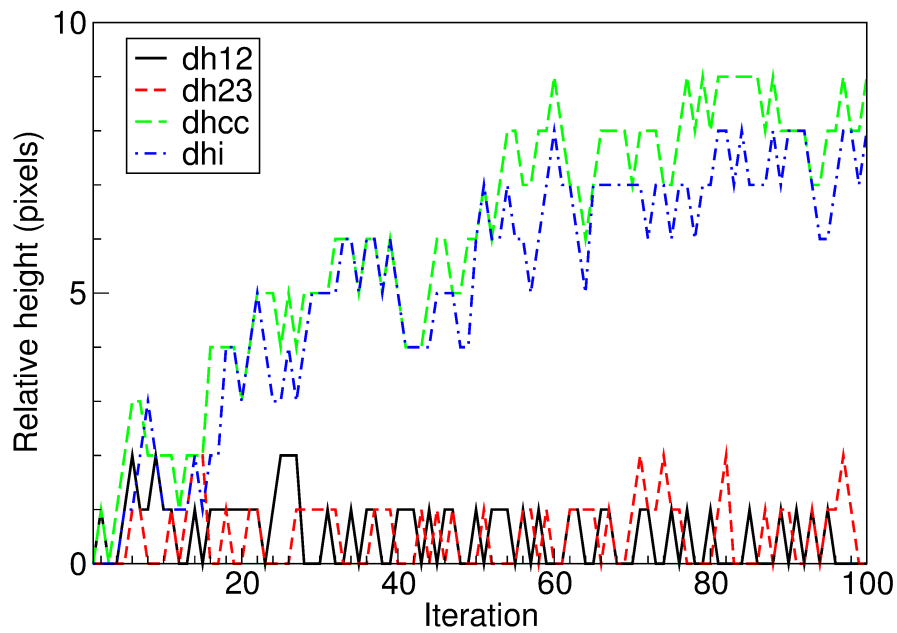


FIGURE 6.17 – Hauteurs relatives obtenues par simulation entre différents points du 3D  $C_f/C$  pour l'essai *Oxidation ST*.  $dh12$  est la différence de hauteur entre le centre de la baguette verticale et le centre de la baguette horizontale.  $dh23$  est la différence de hauteur entre la baguette horizontale et l'octet de matrice.  $dhcc$  est la différence de hauteur entre un coin et le centre de l'image et  $dhi$  est la différence de hauteur entre un bord de la baguette horizontale et son centre.



La figure 6.18 montre la transition entre une couche élémentaire du composite et la suivante. L'ablation commence par le centre de l'échantillon puis se propage en cercle en direction des bords. Ce comportement a été expérimentalement observé au Plasmatron du VKI à l'aide d'une caméra rapide et est correctement reproduit par *AMAV*. Les mêmes résultats peuvent être observés sur l'échantillon *Long Duration ST* dont le profil mesuré par microscopie numérique (voir chapitre 3) est similaire aux autres échantillons.

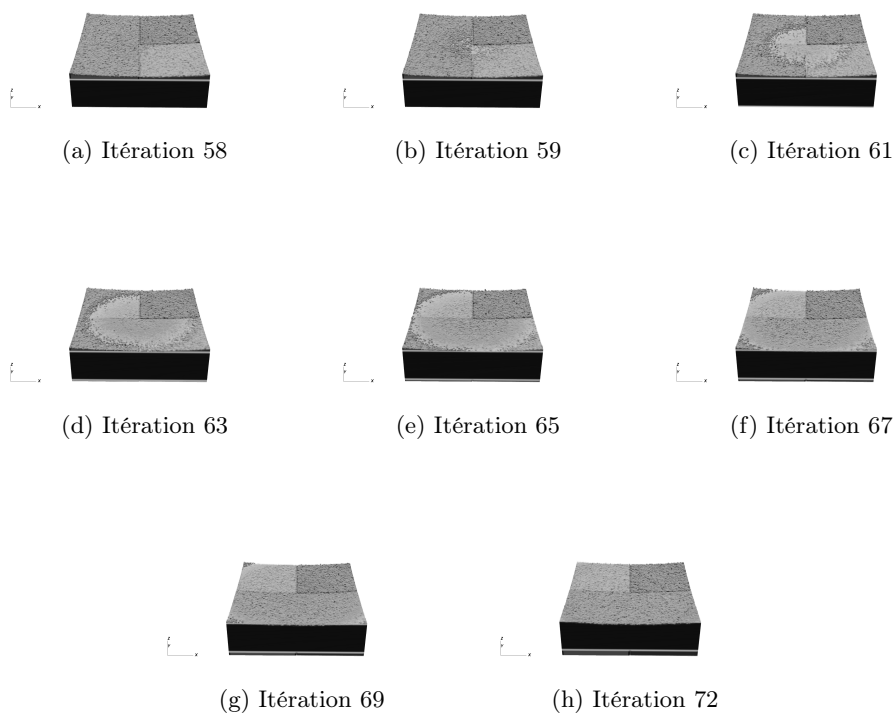


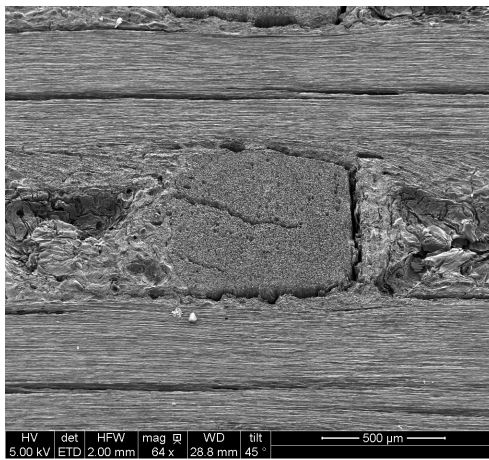
FIGURE 6.18 – Simulation du passage d'un motif élémentaire du composite 3D  $C_f/C$  à celui situé en-dessous lors de l'ablation au Plasmatron du VKI (essai *Oxidation ST*)

La comparaison entre les images MEB des échantillons testés au VKI et les simulations est présentée sur la figure 6.19. Bien que les simulations ne recouvrent qu'une partie de la durée des essais, un bon accord qualitatif est observé. Cela est cohérent avec les résultats obtenus sur *AMA* par J. Lachaud [7, 11, 12, 13]. En effet, l'écoulement ne semble pas avoir d'effet sur la morphologie finale du matériau (voir section 6.3) et donc, en supposant

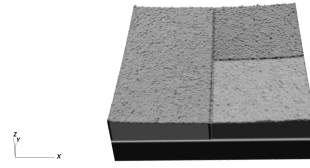
Echantillon	$\tilde{r}_{exp}$	$\tilde{r}_{simu}$
<i>Référence ST</i>	1.81	8.56
<i>Oxidation ST</i>	2.42	0.792
<i>Long Duration ST</i>	1.21	0.798

TABLE 6.4 – Tableau de comparaison de la vitesse de récession adimensionnée ( $\tilde{r}$ ) mesurée lors des essais au Plasmatron du VKI et obtenue par simulation.

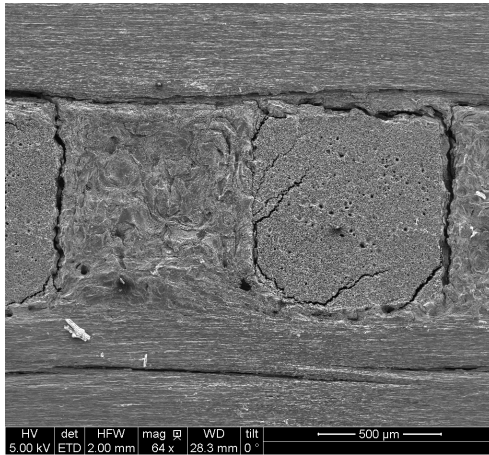
l'état stationnaire atteint (ce que montrent les simulations), la morphologie du matériau est identique avec ou sans écoulement. La rugosité est donc indépendante de l'histoire de l'écoulement. Cependant le tableau 6.4 montre qu'il n'a pas été possible de correctement reproduire la vitesse de recul du matériau. Cela provient du bruit numérique trop important lors des simulations et du modèle non réaliste utilisé pour la prise en compte de l'écoulement. De plus, dans ces conditions complexes (vent fort en direction de la paroi), le code *AMA* devient sensible à certains paramètres numériques. L'amélioration du code *AMAV* afin qu'il puisse obtenir des vitesses de récession effectives correctes est une perspective importante pour la suite de ces travaux.



(a) Référence - essai



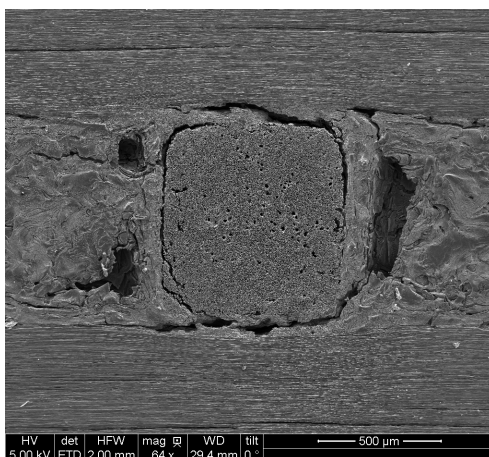
(b) Référence - simulation



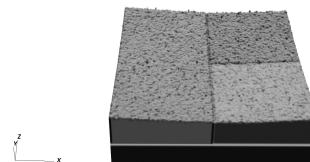
(c) Oxidation ST - essai



(d) Oxidation ST - simulation



(e) Long Duration ST - essai



(f) Long Duration ST - simulation

FIGURE 6.19 – Comparaison morphologique entre les résultats d'ablation du 3D  $C_f/C$  au Plasmatron du VKI et les simulations de ces mêmes essais.

## 6.6 Conclusion partielle

Des simulations de composites en carbone ont été effectuées avec le logiciel *AMAV*. Elles avaient pour but de mieux comprendre les résultats obtenus au Plasmatron du VKI et de simuler ces essais. En raison de temps de calcul importants, une méthodologie a été développée afin d'accéder aux informations désirées. Elle consiste en la simulation d'une zone de faible réactivité entourée d'une zone dont la réactivité est plus forte et ce, pour une large gamme de nombres de Péclet et de Damköhler. Puis, la simulation de la récession d'une fibre plus complexe, de forme identique à celles observées dans les composites utilisés lors des essais au VKI a été effectuée. Enfin, la dernière étape fut la simulation d'un motif élémentaire du composite dans des conditions identiques à celles utilisées au VKI.

Grâce à l'étude de la récession d'une simple fibre entourée de matrice, il a été montré que le nombre de Péclet n'influe pas sur la géométrie stationnaire du composite. Seul le rapport entre la consommation d'oxydant à la paroi et la vitesse de diffusion est important. L'écoulement n'a donc pas d'influence sur la hauteur de rugosité à l'état stationnaire. Il va par contre jouer un rôle dans le temps mis par le composite pour atteindre cet état : plus le nombre de Péclet est élevé, plus le temps nécessaire pour obtenir une morphologie stationnaire est faible. De même, un nombre de Péclet élevé augmente la vitesse de récession de la paroi en carbone. Cependant, il faut pour cela que celui-ci soit grand devant l'unité car dans le cas contraire, l'influence du nombre de Damköhler est dominante.

Une explication sur la différence de forme des fibres perpendiculaires à l'écoulement suivant les essais a été proposée. En effet, la forme bien connue en aiguille est l'état stationnaire tandis que la forme plate laissant apparaître différentes zones dans la fibre n'est qu'un état transitoire. Plus le nombre de Damköhler est faible, plus le temps mis pour atteindre l'état stationnaire est élevé.

Enfin des simulations d'une partie des essais par *AMAV* ont montré un bon accord qualitatif avec l'expérience. Cependant, les temps de calcul et les morphologies très proches des composites après ablation n'ont pas permis de pousser plus loin l'analyse pour l'instant. De nouvelles optimisations sont nécessaires sur l'outil de simulation afin de représenter quantitativement les essais d'ablation au VKI.

La rugosité microscopique (fibre, matrice intra-fil) n'a pu être correctement mesurée sur les échantillons ablatés au VKI en raison des limites de résolution des moyens de caractérisation utilisés. Etant donné la difficulté d'ablater uniquement un fil au Plasmatron du VKI, la rugosité microscopique ne pourrait être retrouvée qu'après avoir calculé la rugosité d'un fil avec *AMA* et en injectant cette valeur dans un calcul microscopique.



## Chapitre 7

# Conclusion

Le comportement ablatif de composites 3D  $C_f/C$  sous haut flux de chaleur et dans des conditions représentatives de la rentrée a été étudié, modélisé, et le modèle a été validé par comparaison à un cas quasi-analytique. L'étude s'est focalisée sur l'ablation physico-chimique (oxydation, nitruration, sublimation) dans la continuité des travaux de J. Lachaud [7]. Dans ce travail, l'attention a été portée sur l'interaction entre le matériau, la diffusion de l'espèce oxydante et l'écoulement fluide. Un des points forts de cette étude a été l'interaction entre la modélisation et l'expérience, permettant une meilleure compréhension de l'ablation du composite en carbone. Un modèle quasi-analytique de convection / diffusion / réaction a permis une première approche des essais réalisés au Plasmatron du VKI et la validation de l'outil numérique de couplage : *AMAV*. Celui-ci a été développé et optimisé dans le but de coupler différents logiciels dont le code du LCTS *AMA* et le logiciel libre *OpenFoam*.

Le point de départ de ce travail a été la nécessité de la prévision des hauteurs de rugosité lors de l'ablation d'un composite en carbone afin de déterminer la transition laminaire/turbulent de la couche limite. Un logiciel existait déjà au LCTS afin de simuler finement l'ablation multi-échelle d'un matériau carboné : le code *AMA*. Celui-ci avait été validé dans le cadre d'un écoulement négligeable et à des températures relativement basses ( $T < 1000 K$ ). Ces dernières années, des efforts importants avaient été fournis afin de coupler celui-ci avec un logiciel de mécanique des fluides. Devant la nécessité de déterminer l'influence d'un écoulement, une expérience en collaboration avec le VKI a été imaginée afin de soumettre des échantillons à des flux de chaleur supérieurs au  $MW m^{-2}$  et des écoulements de plusieurs dizaines de mètres par seconde perpendiculairement à ceux-ci. Le Plasmatron du VKI offre des techniques de caractérisation et une reconstruction de l'écoulement parfaitement adaptées à notre problème. Des essais sur différentes formes de matériau 3D  $C_f/C$  ont pu être menés sous air et sous argon. Ceux-ci ont été caractérisés in-situ et post-essais, qualitativement et quantitativement. Afin d'offrir des points de compa-

raison sur la sublimation du carbone, des essais sur un four à image d'arc du CEA/CESTA ont été menés. Ce moyen expérimental permet d'atteindre des flux supérieurs à  $10 \text{ MW m}^{-2}$  sous un écoulement d'argon parallèle à la paroi. Cependant, la vitesse du gaz ne peut excéder quelques  $\text{m s}^{-1}$ . Ces essais ont nécessité la mise au point, en collaboration entre le LCTS et le CEA/CESTA, d'un moyen de contrôle de l'écoulement conforme aux besoins de cette thèse. De plus, une modélisation du moyen expérimental a été développée sous *Open-Foam*. La caractérisation des essais au Plasmatron du VKI et au four à image d'arc du CEA/CESTA a confirmé le comportement « inversé » des fibres et de la matrice de carbone lors de la sublimation. Cette étude a aussi montré un effet de la température sur le contraste de réactivité entre l'interphase intra-fil, la matrice intra-fil et les fibres. Lorsque la température augmente, cette interphase n'est plus visible car elle est ablatée à une vitesse proche de celle de la matrice. Le caractère volumique de la sublimation a aussi été mis en avant par observation de la morphologie des fibres perpendiculaires à l'écoulement à l'issue des essais. Contrairement au cas de l'oxydation, celles-ci sont parsemées de multiples trous et présentent un faciès moins organisé. Outre une meilleure compréhension de l'ablation du 3D  $C_f/C$ , ces essais avaient pour but de fournir des jeux de données afin de valider et d'exploiter le code *AMAV*. Ce dernier est une extension du code *AMA* développé au LCTS. Basé sur une méthode de marche aléatoire, *AMA* est l'outil numérique de simulation de diffusion / réaction / ablation utilisé au cours de cette thèse. Le code *AMA* a été amélioré, en travaillant à diminuer les temps de calcul. Avant de simuler les essais, il a fallu vérifier que les paramètres numériques utilisés dans le logiciel n'avaient pas d'effets sur les résultats. Un modèle quasi-analytique de convection/diffusion/réaction a été développé afin de valider *AMA* en présence d'un écoulement. Le modèle a en outre permis de montrer que l'influence du nombre de Péclet n'était visible que si celui-ci était supérieur à 1. En complément des traditionnels régimes réactif et diffusif, un régime convectif et un régime mixte ont été mis en évidence. La simulation des essais réalisés au VKI s'est montrée plus compliquée que prévu à cause des temps de calcul importants d'*AMAV*. Cependant, en utilisant des versions simplifiées du composite et en explorant le domaine des nombres de Péclet et de Damköhler, des conclusions ont pu être tirées sur l'effet relatif de ces deux nombres sur l'écoulement. Enfin la simulation qualitative des essais d'oxydation au VKI a retrouvé l'état de surface obtenu lors des essais. Ces simulations ont aussi apporté la confirmation que le passage d'une couche élémentaire du composite à une autre se faisait à partir du centre du matériau vers les bords.

Lors de l'ablation, une rugosité typique des composites 3D  $C_f/C$  apparaît. Elle est liée à la structure du matériau et à la compétition entre la diffusion d'une espèce oxydante et la réaction en surface du matériau. Cependant, l'effet de la convection à l'échelle d'un motif élémentaire du matériau n'était pas entièrement compris et pris en compte dans les modèles. Cette thèse avait donc

pour but d'inclure cet effet dans un code d'ablation : *AMA*. Le couplage de résultats expérimentaux et de modèles quasi-analytiques et numériques a permis de mieux quantifier l'effet de l'écoulement sur l'ablation (oxydation, nitruration, sublimation). Le matériau utilisé, le 3D  $C_f/C$ , est très intéressant par son caractère académique (il est composé uniquement de carbone et sa structure est périodique) mais aussi par son intérêt en tant que TPM couramment utilisé pour la rentrée atmosphérique. Ce travail a permis de montrer que :

- même si le nombre de Péclet est relativement faible ( $Pe \approx 10$ ), l'écoulement a un impact sur le matériau,
- à des températures de 2500 °C, la rugosité macroscopique de la surface est faible (inférieure à 5% de la hauteur de l'octet),
- lors de la sublimation, la rugosité microscopique diminue lorsque la température augmente,
- l'écoulement n'a un effet sur l'ablation que si  $Pe \geq 1$ ,
- à fort nombre de Péclet, deux régimes se détachent : un régime convectif et un régime mixte,
- *l'écoulement n'a pas d'effet sur la hauteur de rugosité*,
- l'écoulement a un effet sur la vitesse de recul du matériau,
- l'écoulement a un effet sur le temps nécessaire à l'installation de la morphologie stationnaire.

D'un point de vue de la valorisation de cette étude au profit du CEA, ce travail a permis d'améliorer les outils numériques de simulation de récession de paroi : *AMA* et *AMAV*. Il est maintenant possible de définir si l'écoulement doit jouer un rôle sur l'ablation en fonction des nombres adimensionnés de Péclet et Damköhler. Les modèles peuvent donc être simplifiés dans le cas où l'écoulement joue un rôle négligeable sur la récession du matériau. A contrario, lorsque la vitesse du fluide est importante, les modèles doivent prendre en compte le transfert par convection. De plus, de nouvelles expériences plus ciblées peuvent être mises en place en fonction des résultats obtenus afin d'affiner l'influence de l'écoulement sur la récession du matériau.

Ce travail ouvre de nombreuses perspectives intéressantes pour la compréhension de l'ablation des composites en carbone. La suite d'outils numériques *AMAV* peut encore être optimisée afin de diminuer les temps de calcul. *AMAV* pourra ainsi simuler des expériences d'ablation beaucoup plus longues. De nouveaux modèles pourront aussi être rajoutés à *AMA* afin de mieux décrire la physique du problème :

- la réactivité anisotrope qui a été implémentée mais non validée,
- la turbulence de l'écoulement,
- l'équation de transfert thermique,
- la diffusion multi-espèces.

Les résultats présentés dans ce mémoire permettent de définir de nouvelles expériences afin de mieux comprendre le rôle de l'écoulement lors de l'abla-



tion du 3D  $C_f/C$ . Ces essais devront se dérouler à un nombre de Damköhler quasi-constant et le nombre de Péclet devra lui varier d'un facteur supérieur à 10. Le matériau devrait pour cela passer par plusieurs moyens d'essais allant d'un four d'oxydation sans écoulement à des souffleries capables de délivrer des écoulements dans lesquels la vitesse des gaz est importante. Des essais de sublimation avec des nombres de Péclet élevés pourront aussi être menés afin de comparer les résultats avec ceux obtenus au four à image d'arc du CEA/CESTA. La suite logique de ces travaux est l'étude de la rugosité apparaissant lors de la transition de l'écoulement vers la turbulence. Ces rugosités sont très différentes de celles observées dans un écoulement laminaire et leur simulation avec *AMAV* étendra les applications du logiciel.

# Bibliographie

- [1] G. Duffa. *Ablative Thermal Protection systems modeling*. AIAA Education Series. AIAA, New York, 2013.
- [2] E. Fitzer and L. M. Manocha. *Carbon Reinforcements and Carbon/Carbon Composites*. Springer, Berlin Heidelberg, 1998.
- [3] Aérospatiale. Point de l'étude théorique du recul d'une paroi en carbone. Rapport Technique, 1977.
- [4] J. Marschall and M. MacLean. Finite-Rate Surface Chemistry Model, 1 : Formulation and Reaction System Examples. In *42nd Thermophysics Conference*, Fluid Dynamics and Co-located conferences, pages 1975–2008, Honolulu, June 2011. AIAA.
- [5] E. Farbar, H. Alkandry, J. Wiebenga, and I. D. Boyd. Simulation of Ablating Hypersonic Vehicles with Finite-Rate Surface Chemistry. In AIAA, editor, *11th AIAA/ASME Joint Thermophysics and Heat Transfer Conference*. AIAA, June 2014.
- [6] C. R. Alba, R. B. Greendyke, and J. Marschall. Influence of Carbon Nitridation in a Nonequilibrium Finite-Rate Ablation Model. In AIAA, editor, *53rd AIAA Aerospace Sciences Meeting*, Kissimmee, Florida, January 2015. AIAA.
- [7] J. Lachaud. *Modélisation physico-chimique de l'ablation de matériaux composites en carbone*. PhD thesis, University of Bordeaux, 2006.
- [8] Y. Aspa. *Modélisation de l'ablation des Composites C/C dans les Tuyères*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Toulouse, décembre 2006.
- [9] B. Bottin, M. Carbonaro, V. Van Der Haegen, and S. Paris. Predicted and measured capability of the 1.2 MW Plasmatron regarding re-entry simulation. In R. A. Harris, editor, *Proceedings of the 3<sup>rd</sup> European Symposium on Aerothermodynamics for space vehicles*, volume SP-426 of *ESA Conf. Procs.*, pages 553–560, Noordwijk, The Netherlands, November 1998. ESA Publications.

- [10] B. Bottin, O. Chazot, M. Carbonaro, V. Van Der Haegen, and S. Paris. The VKI Plasmatron Characteristics and Performance. In *Measurement Techniques for High Enthalpy and Plasma Flows*, volume RTO-EN-8 of *Research and Technology Organization Educational Notes*, pages 6–1 – 6–26, Rhode-Saint-Genèse (Belgium), 1999. NATO.
- [11] G. L. Vignoles, J. Lachaud, and Y. Aspa. *Ceramic Matrix Composites : Materials, Modeling and Technology*, chapter 12 Environmental Effects : Ablation of C/C materials - surface dynamics and effective reactivity, pages 353–384. J. Wiley & Sons, Hoboken, NJ, N. P. Bansal and J. Lammon edition, 2014.
- [12] G. L. Vignoles, J. Lachaud, Y. Aspa, and J.-M. Goyh n che. Ablation of carbon-based materials : multiscale roughness modelling. *Composite Science and Technology*, 69(9) :1470–1477, 2009.
- [13] J. Lachaud, G. L. Vignoles, J.-M. Goyh n che, and J.-F. Epherre. Ablation in C/C composites : microscopic observations and 3D numerical simulation of surface roughness evolution. In M. Affatigato, editor, *Procs. 6<sup>th</sup> Pacific Rim Conference on Ceramic and Glass Technology (PacRim6)*, volume 191 of *Ceram. Trans.*, pages 149–160, Westerville, OH, 2006. The American Ceramic Society.
- [14] J. Lachaud, Y. Aspa, and G. L. Vignoles. A Brownian Motion simulation technique to simulate gasification and its application to ablation. *Computational Materials Science*, 44 :1034–1041, 2009.
- [15] The OpenFOAM foundation. <http://openfoam.org/>.
- [16] R. Naslain. *Introduction aux mat riaux composites*. Ecoles d’ t  du CNRS. IMC/Edition du CNRS, Bordeaux, Bombannes, 1979, 1985.
- [17] F. Christin. Design, Fabrication, and Application of Thermostructural Composites (TSC) like C/C, C/SiC, and SiC/SiC composites. *Advanced Engineering Materials*, 4(12) :903–912, December 2002.
- [18] V. Borie, J. Brulard, and G. Lengell . Aerothermochemical analysis of carbon-carbon nozzle regression in solid-propellant rocket motors. *Journal of Propulsion and Power*, 5(6) :665–673, 1989.
- [19] J. Couzi, J. de Winne, and B. Leroy. Improvements in ablation predictions for reentry vehicle nosetip. In R.A. Harris, editor, *Proceedings of the 3<sup>rd</sup> European Symposium on Aerothermodynamics for space vehicles*, volume SP-426 of *ESA Conf. Procs.*, pages 493–499, Noordwijk, The Netherlands, 1998.
- [20] K. Kuo and S. Keswani. A comprehensive theoretical model for carbon-carbon composite nozzle recession. *Combustion Science and Technology*, 42(3-4) :145–164, 1985.

- [21] S. Pestchanyi, V. Safronov, and I. Landman. Estimation of carbon fibre composites as ITER divertor armour. *Journal of Nuclear Materials*, 329-333(A) :697 – 701, 2004. Proceedings of the 11<sup>th</sup> International Conference on Fusion Reactor Materials (ICFRM-11).
- [22] D. M. Duffy. Fusion power materials. *Advanced Materials and Processes*, 168(7) :15–18, 2010.
- [23] D. C. Reda. Correlation of Nosetip Boundary Layer Transition Data measured in Ballistic Range Experiments. Sandia Report SAND 790649, Sandia National Laboratories, Livermore, CA, 1979.
- [24] R. G. Batt and H. H. Legner. A review of roughness-induced nosetip transition. *AIAA Journal*, 21(1) :7–22, 1983.
- [25] B. E. Warren. X-ray diffraction in random layer lattices. *The Physical Review*, 59(9) :693–698, 1941.
- [26] X. Bourrat. *Sciences of carbon material*, chapter Structures in Carbon and carbon artifacts, pages 1–97. Universidad de Alicante, Alicante, 2000.
- [27] M. Dumont. *Composites C/C 3D densifiés par imprégnation/carbonisation de brai mésophasique*. PhD thesis, Université Bordeaux 1, 2001.
- [28] C. Sauder. *Relation microstructure/propriétés à haute température dans les fibres et matrices de carbone*. PhD thesis, Université Bordeaux 1, 2001.
- [29] J. M. Vallerot. *Matrices de pyrocarbone : propriétés, structure et anisotropie optique*. PhD thesis, Université Bordeaux 1, 2004.
- [30] V. Borie, Y. Maisonneuve, D. Lambert, and G. Lengellé. Ablation des matériaux de tuyère de propulseurs à propergol solide. Note technique, ONERA, Châtillon, France, 1990.
- [31] A. Grossman and P. Magnaud. Les défis thermiques pour ITER et la fusion thermonucléaire par confinement magnétique. In *Conférence plénière du Congrès français de thermique*, Île de Ré, France, mai 2006. SFT.
- [32] J. Weisse. Fusion thermonucléaire. Technical Report BN(3013), Techniques de l'ingénieur, 2000.
- [33] Jean Lachaud, Yvan Aspa, and Gérard L. Vignoles. Analytical modeling of the steady state ablation of a 3D C/C composite. *Int. J. of Heat and Mass Transfer*, 51 :2614–2627, 2008.
- [34] B. Helber, O. Chazot, A. Hubin, and T. E. Magin. Microstructure and gas-surface interaction studies of a low-density carbon-bonded carbon

- fiber composite in atmospheric entry plasmas. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 72 :96 – 107, 2015.
- [35] G.L. Vignoles, J. Lachaud, Y. Aspa, and M. Quintard. Effective surface recession laws for the physico-chemical ablation of C/C composite materials. In D. Singh and J. Salem, editors, *Mechanical Properties and Performance of Engineering Ceramics and Composites V - Procs. 34<sup>th</sup> International Conference on Advanced Ceramics and Composites, ICACC'10*, volume 31(2) of *Ceram. Eng. & Sci. Procs.*, pages 351–360, New York, 2010. The American Ceramic Society, Wiley.
- [36] J. Lahaye, F. Louys, and P. Ehrburger. The reactivity of carbon-carbon composites. *Carbon*, 28(1) :137–141, 1990.
- [37] P. Chassaing. *Mécanique des fluides*. Cépaduès, Paris, 2000.
- [38] M. R. Wool. Summary of experimental and analytical results. Technical Report SAMSO-TR-74-86, Passive Nosedip Technology Program (PANT), January 1975.
- [39] E. Reshotko. Roughness-Induced Transition Transient Growth in 3-D Supersonic Flows. VKI lecture series, Advances in Laminar-Turbulent Transition Modeling EN-AVT-151-16, NATO, September 2009.
- [40] G. Savage. *Carbon/Carbon composites*. Chapman & Hall, 1993.
- [41] T. Dolton, H. Goldstein, and R. Maurer. Thermodynamic performances of carbon in hyperthermal environments. In *3rd Thermophysics Conference*, Fluid Dynamics and Co-located Conference, Los Angeles, CA, U.S.A., June 1968. AIAA.
- [42] M. W. Chase, J. R. Davies, J. R. Downey, D. J. Frurip, R. A. McDonald, and A. N. Syverud. *JANAF Thermodynamical Tables*. J. Phys, 3rd edition, 1985.
- [43] F. S. Milos and Y.-K. Chen. Ablation Predictions for Carbonaceous Materials Using Two Databases for Species Thermodynamics. *Journal of Spacecraft and Rockets*, 50(2) :2454–255, 2013.
- [44] H. Schlichting. *Boundary Layer Theory*. Mac Graw Hill, New York, 1979.
- [45] F. A. Dvorak. Calculation of Turbulent Boundary Layers on Rough Surfaces in Pressure Gradient. *AIAA Journal*, 8(9) :1752–1759, 1969.
- [46] H. W. Coleman. Generalized Roughness Effects on Turbulent Boundary Layer Heat Transfer. A Discrete Element Predictive Approach for Turbulent Flow over Rough Surfaces. Technical Report AFTLR-TR-83-90, Mississippi State University, November 1983.

- [47] G. L. Vignoles, M. Donias, C. Mulat, C. Germain, and J.-F. Delesse. Simplified marching cubes : An efficient discretization scheme for simulations of deposition/ablation in complex media. *Computational Materials Science*, 50(3) :893 – 902, 2011.
- [48] J. C. Ferguson, F. Panerai, J. Lachaud, A. Martin, S. C. Bailey, and N. N. Mansour. Modeling the oxidation of low-density carbon fiber material based on micro-tomography. *Carbon*, 96 :57–65, 2016.
- [49] G. L. Vignoles. Modelling binary, Knudsen, and transition regime diffusion inside complex porous media. *J. de Physique IV*, pages 159–166, 1995.
- [50] Y. Aspa, J. Lachaud, G. Vignoles, and M. Quintard. Simulation of c/c composites ablation using a vof method with moving reactive interface. In *12th European Conference on Composite Materials*, Biarritz, France, 2006. ECS/AMAC.
- [51] W. E. Nicolet, C. E. Shepard, K. J. Clark, A. Balakrishnan, J. P. Kesselring, K. E. Suchsland, and J. J. Reese Jr. Analytical and Design Study for a High-Pressure, High-Enthalpy Constricted Arc Heater. TR 75-47, AEDC, July 1975.
- [52] S. T. Keswani and K. K. Kuo. Validation of an aerothermochemical model for graphite nozzle recession and heat transfer process. *Combust. Sci. Technol.*, 47(3-4) :177–192, 1986.
- [53] P. Thakre and V. Yang. Chemical Erosion of carbon-carbon/graphite nozzles in solid-propellant rocket motors. *J. Propul. Power*, 24(4) :822–833, 2008.
- [54] R. Acharya and K. K. Kuo. Effect of reaction kinetic schemes on graphite rocket nozzle erosion rates. *Int. J. Energetic Mater. Chem. Propul.*, 9(1) :71–90, 2010.
- [55] Y. Mainsonneuve. Ablation of solid-fuel booster nozzle materials. *Aerosp. Sci. Technol.*, 1(4) :277–289, 1997.
- [56] V. Ducamp. *Transferts thermiques dans un matériau composite carbone résine*. PhD thesis, Université Bordeaux 1, 2002.
- [57] J. Lachaud, G. L. Vignoles, V. Ducamp, J.-F. Epherre, J.-M. Goyhénéche, G. Duffa, and B. Vancrayenest. A new experimental/theoretical approach to measure and extrapolate the ablative properties of TPS materials. In J.-M. Bouilly, editor, *Procs. 5<sup>th</sup> ESA International Planetary Probe Workshop*, Bordeaux, France, 2007. ARA.
- [58] D.-W. Cho and B.-I. Yoon. Microstructural interpretation of the effect of various matrices on the ablation properties of carbon-fiber-reinforced composites. *Composites Science and Technology*, 61(2) :271 – 280, 2001.

- [59] Jian Yin, Xiang Xiong, Hongbo Zhang, and Baiyun Huang. Microstructure and ablation performances of dual-matrix carbon/carbon composites. *Carbon*, 44(9) :1690 – 1694, 2006.
- [60] G. Bai, S. Meng, B. Zhang, and Y. Liu. Prediction on carbon/carbon composites ablative performance by artificial neural net. *Journal of Materials Science and Technology*, 24(6) :945–952, 2008.
- [61] R. L. Geisler. The relationship between solid-propellant formulation variables and nozzle recession rates. In *Proceedings of JANAF Rocket Nozzle Technology Subcommittee Meeting*, Lancaster, CA, 1978.
- [62] B. Evans, K. K. Kuo, P. J. Ferrara, J. D. Moore, P. Kutzler, and E. Boyd. Nozzle throat erosion characterization study using a solid-propellant rocket motor simulator. In AIAA Papers, editor, *Proceedings of the 43rd AIAA/ASME/SAE/ASEE Joint Propulsion Conference and Exhibit*, volume 2007-5776, Cincinnati, OH, 2007.
- [63] B. Chen, L.T. Zhang, L.F. Cheng, and X.-G. Luan. Erosion resistance of needled carbon/carbon composites exposed to solid rocket motor plumes. *Carbon*, 47(6) :1474–1479, 2009. cited By (since 1996) 5.
- [64] Y. J. Li, X. T. Shen, H.-J. Li, S.-Y. Zhang, T. Feng, and L.-L. Zhang. Ablation of the carbon/carbon composite nozzle-throats in a small solid rocket motor. *Carbon*, 49(4) :1208–1215, 2011.
- [65] G.L. Vignoles, Y. Aspa, and M. Quintard. Modelling of carbon-carbon composite ablation in rocket nozzles. *Composites Science and Technology*, 70(9) :1303–1311, 2010. cited By (since 1996) 1.
- [66] Y.-J. Lee and H.-J. Joo. Investigation on ablation behavior of CFRC composites prepared at different pressure. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 35(11) :1285 – 1290, 2004.
- [67] Q. Liu, L. Zhang, F. Jiang, J. Liu, L. Cheng, H. Li, and Y. Wang. Laser ablation behaviors of SiC-ZrC coated carbon/carbon composites. *Surface and Coatings Technology*, 205(17-18) :4299–4303, 2011. cited By (since 1996) 2.
- [68] L. Shu-Ping, L. Ke-zhi, L. He-Jun, L. Yu-Long, and Y. Qin-Lu. Effect of HfC on the ablative and mechanical properties of C/C composites. *Materials Science and Engineering A*, 517(1-2) :61–67, 2009. cited By (since 1996) 5.
- [69] W. Sun, X. Xiong, B. y. Huang, G. d. Li, H. b. Zhang, Z. k. Chen, and X.-L. Zheng. ZrC ablation protective coating for carbon/carbon composites. *Carbon*, 47(14) :3368–3371, 2009. cited By (since 1996) 7.
- [70] S. Farhan, K.Z. Li, L.-J. Guo, Q.-M. Gao, and F.-T Lan. Effect of density and fibre orientation on the ablation behaviour of carbon-carbon

- composites. *Xinxing Tan Cailiao/New Carbon Materials*, 25(3) :161–167, 2010. cited By (since 1996) 0.
- [71] S. Xuetao, L. Kezhi, L. Hejun, D. Hongying, C. Weifeng, and L. Fengtao. Microstructure and ablation properties of zirconium carbide doped carbon/carbon composites. *Carbon*, 48(2) :344–351, 2010. cited By (since 1996) 15.
- [72] C. Zhao-Ke, X. Xiang, L. Guo-Dong, S. Wei, and L. Ying. Texture structure and ablation behavior of TaC coating on carbon/carbon composites. *Applied Surface Science*, 257(2) :656–661, 2010. cited By (since 1996) 0.
- [73] H.-H. Sun, H.-J. Li, X.-T. Shen, G.-X. Cao, X.-F. Qiang, X.-B. Ren, and Q.-G. Fu. Microstructure and ablation behavior of C/C composites doped with ZrB<sub>2</sub>. *Wuji Cailiao Xuebao/Journal of Inorganic Materials*, 26(6) :669–672, 2011. cited By (since 1996) 0.
- [74] X.-T Shen, K.-Z. Li, H.-J. Li, Q.-G. Fu, S.-P. Li, and F. Deng. The effect of zirconium carbide on ablation of carbon/carbon composites under an oxyacetylene flame. *Corrosion Science*, 53(1) :105–112, 2011.
- [75] J. Lachaud, N. Bertrand, G. L. Vignoles, G. Bourget, F. Rebillat, and P. Weisbecker. A theoretical/experimental approach to the intrinsic oxidation reactivities of C/C composites and of their components. *Carbon*, 45(14) :2768–2776, NOV 2007.
- [76] G. Degrez, D. Vanden Abeele, P. Barbante, and B. Bottin. Numerical simulation of inductively coupled plasma flows under chemical non-equilibrium. *International Journal of Numerical Methods for Heat & Fluid Flow*, 14(4) :538–558, 2004.
- [77] D. Vanden Abeele and G. Degrez. An efficient computational model for inductive plasma flows. In *Procs. 29<sup>th</sup> AIAA Plasmadynamics and Lasers Conference*, number 98-2825 in AIAA Papers, pages 1–11, Albuquerque, NM, U.S.A., 1998.
- [78] D. Vanden Abeele and G. Degrez. Efficient computational model for inductive plasma flows. *AIAA Journal*, 38(2) :234–242, 2000.
- [79] T. E. Magin and G. Degrez. Transport algorithms for partially ionized and unmagnetized plasmas. *Journal of Computational Physics*, 198(2) :424 – 449, 2004.
- [80] J. B. Scoggins and T. E. Magin. Development of Mutation++ : Multi-component Thermodynamic and Transport Properties for Ionized Plasmas written in C++. In *Procs. 11<sup>th</sup> AIAA/ASME Joint Thermophysics and Heat Transfer Conference*, Atlanta, GA, 2014. AIAA.
- [81] I. V. Katardjiev, G. Carter, M. J. Nobes, S. Berg, and H.-O. Blom. Three-dimensional simulation of surface evolution during growth and erosion. *Journal of Vacuum Science Technology*, 12 :61–68, jan 1994.



- [82] G. Duffa, G. L. Vignoles, J.-M. Goyh n che, and Y. Aspa. Ablation of carbon-based materials : Investigation of roughness set-up from heterogeneous reactions. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 48(16) :3387 – 3401, 2005.
- [83] G. L. Vignoles, F. Langlais, C. Descamp, A. Mouchon, H. Le Poche, N. Reuge, and N. Bertrand. CVD and CVI of pyrocarbon from various precursors. *Surface and Coatings Technology*, 188-189 :241–249, 2004.
- [84] S. Torquato and I. C. Kim. Efficient simulation technique to compute effective properties of heterogeneous media. *Appl. Phys. Lett*, 55(18) :1847, 1989.
- [85] M. Besnier. Ablation de Mat riaux carbon s. Rapport de stage de fin d’ tudes, ENSEIRB-MATMECA, 2013.
- [86] L. Duquesne. Ablation des mat riaux C/C. Rapport de stage de fin d’ tudes, ENSEIRB-MATMECA, 2012.
- [87] G. Perrot. Ablation de mat riaux C/C : mod lisation multiphysique. Rapport de stage de fin d’ tudes, ENSEIRB-MATMECA, 2010.
- [88] A. F. Kolesnikov. Conditions of simulation of stagnation point heat transfer from a high-enthalpy flow. *Fluid Dynamics*, 28(1) :131–137, 1993.
- [89] E. Duvivier, R. Naslain, R. Pailler, S. Labruquere, and X. Bourrat. The role of interfaces in the oxidation of 3D-Carbon/Carbon composites. In H.-T. Lin and M. Singh, editors, *Procs. 26<sup>th</sup> Annual Conference on Composites Advanced Ceramics Materials and Structures : A*, volume 23 of *Ceram. Eng. & Sci. Procs.*, pages 287–294, Westerville, OH, 2002. The American Ceramic Society.
- [90] E. Duvivier. *Cin tique d’oxydation d’un composite carbone/carbone et Influence sur le comportement m canique*. PhD thesis, University of Bordeaux I, 1997. In French.
- [91] J.C. Han, X.D. He, and S.Y. Du. Oxidation and ablation of 3D carbon-carbon composite at up to 3000 ° C . *Carbon*, 33(4) :473 – 478, 1995. Oxidation Protection of Carbon Composites.
- [92] B. Helber, A. Turchi, O. Chazot, and T. Magin. Physico-chemistry of CN in the boundary layer of graphite in nitrogen plasma. In *45th AIAA Thermophysics Conference*, volume AIAA Paper 2015-2668, Dallas, Texas, June 22-26 2015.
- [93] C. Park. *Nonequilibrium hypersonic aerothermodynamics*. John Wiley & Sons, New York, NY, 1990.

- [94] K. Sutton and P. A. Gnoffo. Multi-component diffusion with application to computational aerothermodynamics. In *Procs. 7<sup>th</sup> AIAA/ASME joint thermophysics and heat transfer conference*, number 98-2575 in AIAA Paper, Albuquerque (US-NM), 1998. AIAA.
- [95] J.M. Yos. Transport properties of nitrogen, hydrogen, oxygen, and air to 30, 000K. Technical memorandum RAD-TM-63-7, Research and advanced development division AVCO corporation, 1963.
- [96] <https://www.mersen.com/produits/solutions-et-materiaux-avances-pour-hautes-temperatures/isolation-thermique-haute-temperature/isolation-en-carbone-rigide.html>.
- [97] T. Paulmier, M. Balat-Pichelin, D. Le Quéau, R. Berjoan, and J. F. Robert. Physico-chemical behavior of carbon materials under high temperature and ion irradiation. *Applied Surface Science*, 180 :227–245, 2001.
- [98] B. Aupoix. A General Strategy to Extend Turbulence Models to Rough Surfaces : Application to Smith’s k-L Model. *Journal of Fluids Engineering*, 129(10), October 2007.
- [99] L. M. Gilbert and S. M. Scala. Sublimation of graphite at hypersonic speeds. *AIAA Journal*, 3(9) :1635–1644, September 1965.
- [100] H. Hurwicz, K. M. Kratsch, and J. E. Rogan. *Ablation*. Number 161 in AGARDograph. North Atlantic Treaty Organization, Advisory Group for Aerospace Research and Development.
- [101] R. Wakefield and D. Peterson. A study of graphite ablation in combined convective and radiative heating. In *10th Aerospace Sciences Meeting*, pages 72–88, San Diego, CA, U.S.A., January 1972. AIAA.
- [102] R. R. Dickey and J. H. Lundell. Graphite ablation at high temperatures. In *6th thermophysics conference*, Tullahoma,TN, April 1971. AIAA, AIAA.
- [103] C. Powars. Effects of carbon vapor thermochemistry uncertainties on re-entry vehicle ablation predictions. In *6th Thermophysics Conference, Fluid Dynamics and Co-located Conferences*, Tullahoma,TN,U.S.A., April 1971. AIAA, AIAA.
- [104] N. S. Diaconis, M. J. Engel, and J. W. Metzger. Oxidation and sublimation of graphite in simulated re-entry environments. *AIAA Journal*, 5(3) :451–460, 1967.
- [105] A. F. Mills. Convective heat and mass transfer to re-entry vehicles. Final Report AFSOR-TR-79-0030, AA(California Univ., Los Angeles), December 1978.

- [106] M. Ziering and V. Dicristina. Thermomechanical erosion of ablative plastic composites. In *7th Thermophysics Conference, Fluid Dynamics And Co-located Conferences*, San Diego, TX, U.S.A., April 1972. AIAA, AIAA.
- [107] W. C. Davy and A. Bar-Nun. Vaporization characteristics of carbon heat shields under radiative heating. In *7th Thermophysics Conference*, San Antonio, TX, April 1972. AIAA.
- [108] J. Sallès, J. F. Thovert, and P. M. Adler. Depositions in porous media and clogging. *Chemical Engineering Science*, 48(16) :2839–2858, 1993.
- [109] W. Ros. *Modélisation multi-échelle de l'infiltration chimique à partir de la phase vapeur de composites à renforts fibreux*. PhD thesis, Université Bordeaux 1, décembre 2011.
- [110] G. L. Vignoles. A hybrid random walk method for the simulation of coupled conduction and linearized radiation transfer at local scale in porous media with opaque solid phases. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 93 :707–719, February 2016.