

**Septièmes Journées Annuelles
du GDR TAMARYS**

7 - 9 juillet 2025

LIMOGES



Résumés

Posters

Émetteurs infrarouges sélectifs pour les procédés haute température

A. Augé^{1*}, O. Farges², M. Bechelany³, E. Makhoul³, A. Vincent⁴, P. Leplay⁴ and O. Rozenbaum¹

¹ CNRS - CEMHTI, 1D Avenue de la Recherche Scientifique, Orléans 45071, France

² Université de Lorraine, CNRS, LEMTA, F-54000 Nancy, France

³ Institut Européen des Membranes, IEM, UMR-5635, Université Montpellier, ENSCM, CNRS, Place Eugène Bataillon, 34095 Montpellier, France

⁴ Saint-Gobain Research Provence, 84300 Cavaillon, France

[*antoni.auge@cnrs-orleans.fr](mailto:antoni.auge@cnrs-orleans.fr)

Poster Oral

Ce projet qui s'inscrit dans le laboratoire commun CANOPEE (CEMHTI, LEMTA, Saint-Gobain) vise à réduire l'empreinte carbone des procédés industriels à haute température. Il a pour objectif de caractériser, modéliser et concevoir des émetteurs thermiques sélectifs en longueur d'onde, capables d'améliorer l'efficacité énergétique de procédés dans lesquels les transferts radiatifs occupent une place prépondérante.

La technologie employée repose sur l'utilisation de métamatériaux, conçus à partir de structures périodiques ou de couches alternées conductrices et diélectriques [1] de dimensions sub-longueur d'onde. L'originalité du projet réside dans l'usage de substrats de carbure de silicium (SiC) nanoporeux à structures désordonnées recouverts d'oxydes via la technique d'Atomic Layer Deposition (ALD), développée par l'IEM. Le SiC est choisi pour ses propriétés thermomécaniques adaptées aux hautes températures et ses propriétés radiatives, qui en font un émetteur thermique efficace. Plusieurs textures de SiC et types d'oxydes sont étudiés.

Les propriétés optiques et radiatives sont caractérisées au CEMHTI à l'aide d'un spectromètre FTIR [2], capable de mesurer l'émittance spectrale jusqu'à 2 000 K. La modélisation du matériau à l'échelle d'un four industriel est effectuée avec le logiciel open-source Stardis, en collaboration avec le LEMTA, en combinant la méthode de Monte-Carlo avec les dernières avancées de la synthèse d'image [3]. Stardis modélise le système dans toute sa complexité, en intégrant les transferts thermiques couplés (conduction, convection, rayonnement) [4]. L'intégration des propriétés spectrales permet d'optimiser le comportement radiatif du matériau et d'en extraire des caractéristiques idéales.

Références :

- [1] Z. Li, L. Stan, D. A. Czaplewski, X. Yang, et J. Gao, « Wavelength-selective mid-infrared metamaterial absorbers with multiple tungsten cross resonators », *Opt. Express*, OE, vol. 26, no 5, p. 5616-5631, mars 2018.
- [2] D. De Sousa Meneses, P. Melin, L. del Campo, L. Cosson, et P. Echegut, « Apparatus for measuring the emittance of materials from far infrared to visible wavelengths in extreme conditions of temperature », *Infrared Physics & Technology*, vol. 69, p. 96-101, mars 2015.
- [3] L. Penazzi et al., « Path integrals formulations leading to propagator evaluation for coupled linear physics in large geometric models », *Computer Physics Communications*, vol. 294, p. 108911, janv. 2024.
- [4] M. Bati et al., « Coupling Conduction, Convection and Radiative Transfer in a Single Path-Space: Application to Infrared Rendering », *ACM Trans. Graph.*, vol. 42, no 4, p. 1-20, août 2023.

Céramiques ultra-réfractaires : élaboration, caractérisation et comportement à l'oxydation sous torche oxyacétylénique

Raphael BERINGUE¹, Laurence MAILLÉ¹, James BRAUN^{1,2}, Francis REBILLAT¹

¹Laboratoire des composites thermo-structuraux UMR 5801 (Université de Bordeaux, 3 allée de la Boétie, 33600 Pessac)

²CEA/DAM, Le Ripault (CEA, BP16, F-37260 Monts)

Poster Oral

Résumé

Au cours des applications spatiales, les matériaux d'enveloppe sont sollicités dans des environnements sévères sous haut flux (oxydation, thermique, écoulements rapides, ...). Aux vitesses hypersoniques (> mach 5), les échauffements aérodynamiques subis par les zones d'attaques des véhicules spatiaux peuvent atteindre des températures supérieures à 2 000°C pendant plusieurs minutes. Il est donc nécessaire de trouver des matériaux résistants à ces conditions. Dans le cadre de ces travaux de recherche, certains matériaux céramiques monolithiques sont identifiés en tant que protection thermique pour leur caractère ultra réfractaire (UHTC). La variation des proportions des constituants permet d'améliorer leur comportement, jusqu'à envisager une réutilisation des pièces. Ces matériaux étant fragiles, l'introduction d'architectures fibreuses permet d'accroître leur ténacité [1].

Habituellement, des composites C/C sont les candidats idéaux, de par leur stabilité sous vide jusqu'à 3 000°C. Cependant, ils sont peu résistants à l'oxydation au-dessus de 400°C sous air (formation de CO(g) et CO₂(g)). Les céramiques ultra-hautes températures (UHTC) sont des candidats prometteurs pour remplacer ces composites C/C, pour devenir le matériau de la matrice en substitution partielle au carbone, ou encore pour apporter une protection de surface sous la forme d'un revêtement. Les UHTC sont communément décrits comme des matériaux ultra réfractaires avec un point de fusion autour de 3000 °C [2]. Parmi eux, les constituants les plus intéressants sont les carbures (ZrC, HfC) et/ou les borures (ZrB₂, HfB₂). Ces matériaux forment lors de l'oxydation une couche d'oxyde, ZrO₂ ou HfO₂, continue mais poreuse. Pour augmenter l'efficacité de la protection contre la diffusion des espèces gazeuses oxydantes, du SiC peut être ajouté dans le système, pour former par oxydation une phase vitreuse de SiO₂ qui contribue à accroître l'efficacité de protection de la couche oxyde en remplissant la porosité. Malheureusement, ces matériaux UHTC sont difficiles à densifier par frittage naturel. Aujourd'hui, le processus de frittage flash (Spark Plasma Sintering) est souvent utilisé pour obtenir des taux élevés de densification (quelques minutes à 1800 °C) [3].

L'objectif de ces travaux de thèse est de décrire les mécanismes de dégradation de ces matériaux dans différents types d'environnements oxydants sous hauts flux, représentatifs d'une rentrée atmosphérique.

Le matériau issu du système Zr, Si, B, C est obtenu par frittage SPS non réactif. Ce système a été caractérisé après élaboration et après oxydation. Il présente une microstructure homogène. Dans l'objectif de décrire les mécanismes de dégradation dans différents types de milieux oxydants, la torche oxyacétylénique a été utilisée pour tester ces matériaux sous hauts flux thermiques, selon différents rapports de débits, visant à modifier la proportion en oxygène dans la flamme. Une température supérieure à 2 000°C est atteinte pendant des durées variables (jusqu'à 15 min), dans un milieu gazeux oxydant, neutre ou réducteur en condition point d'arrêt (avec une vitesse de gaz en

sortie de torche d'environ 100 m. s^{-1}). Une relation est établie entre proportion en oxygène d'entrée, microstructure et épaisseur de la couche d'oxyde formée, épaisseur consommée et résistance à l'oxydation. Des cinétiques de dégradation sont extraites.

Références

- [1] S. R. Levine, E. J. Opila, M. C. Halbig, J. D. Kiser, M. Singh, et J. A. Salem, « Evaluation of ultra-high temperature ceramics for aeropropulsion use », *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 22, no 14-15, p. 2757-2767, janv. 2002, doi: 10.1016/S0955-2219(02)00140-1.
- [2] J. Sun et al., « A review on additive manufacturing of ceramic matrix composites », *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 138, p. 1-16, mars 2023, doi: 10.1016/j.jmst.2022.06.039.
- [3] J. Binner et al., « Selection, processing, properties and applications of ultra-high temperature ceramic matrix composites, UHTCMCs – a review », *International Materials Reviews*, vol. 65, no 7, p. 389-444, oct. 2020, doi: 10.1080/09506608.2019.1652006.

Mesure de la masse volumique des métaux liquides en lévitation aérodynamique à haute pression et très haute température.

Idris Anther Boungou ^(1*), Coline Bourgès ⁽¹⁾, Thomas Pierre ⁽¹⁾, Mickaël Courtois ⁽¹⁾

¹Univ. Bretagne Sud, UMR CNRS 6027, IRDL, F-56100 Lorient, France

X Poster Oral

La détermination de la masse volumique des métaux liquides à haute température est cruciale pour de nombreuses applications pour les simulations numériques multiphysiques de procédés industriels. L'expérience montre que les mesures de la masse volumique d'un échantillon posé sur un support l'exposent, outre les pertes de chaleur, à sa contamination par contact avec le support. Pour surmonter ces limitations, nos travaux s'appuient sur la lévitation aérodynamique, une technique sans contact entre l'échantillon, une bille d'environ 2 mm de diamètre, et le support. L'échantillon est placé sous protection gazeuse d'argon dans une enceinte permettant la maîtrise de l'atmosphère et est chauffé par laser. Un pyromètre bichromatique mesure la température de la bille et une caméra rapide filme les variations du diamètre de la bille durant l'expérience. De cet observable, la masse volumique est déterminée lors du refroidissement après l'arrêt du laser afin de favoriser l'homogénéité thermique. Néanmoins, à très haute température (typiquement au-delà de 2 300 °C par exemple pour le fer), les métaux s'évaporent fortement ce qui limite la température maximale atteignable (alors que le point d'ébullition du fer est à 3 000 °C) et empêche toute mesure correcte dans l'intervalle. Ainsi, nous proposons une nouvelle approche, jamais vraiment explorée consistant à faire léviter à haute pression (de l'ordre de 90 bar) permettant ainsi de limiter fortement l'évaporation pour monter en température tout en garantissant une masse constante au cours de la mesure.

Nous présentons un dispositif expérimental permettant la lévitation stable de l'échantillon jusqu'à 100 bar sous atmosphère protectrice permettant d'atteindre 2 900 °C, ce qui constitue une première dans le domaine apportant donc un lot important de difficultés. Cette communication présente la méthodologie de détermination de la masse volumique d'abord à pression ambiante *via* l'analyse d'image issue des caméras rapides. Puis, nous présentons les résultats des toutes premières lévitations sous pression. L'intérêt sur l'évaporation des matériaux d'alliage est présenté tout comme les difficultés (principalement optiques) liées à ces niveaux de pression. Ces recherches en cours visent à élargir notre compréhension des propriétés thermophysiques des métaux liquides dans des conditions extrêmes, et à produire des données expérimentales fiables à des niveaux de températures jamais explorées.

(*) idris-anther.boungou-dzaba@univ-ubs.fr

Effet de Na_2CO_3 sur l'oxydation des aciers inoxydables

AISI 330 et AISI 330Cb à 900 °C

Henri Buscail, Christophe Issartel, Pierre Martin

Université Clermont Auvergne, Institut Pascal UMR 6602, 3 Rue Lashermes, CS 10219, 43009 Le Puy en Velay, France

Dans des conditions de cémentation et de nitruration à haute température, l'alliage AISI 330Cb (Fe-34.4Ni-23Cr-0.72Mn-1Nb-1.55Si) est généralement utilisé en raison de sa teneur en niobium. Le niobium est un formeur de carbure puissant et favorise la résistance à la carburation de l'alliage. Toutefois, les environnements de cémentation et de nitruration induisent une dégradation sévère des tapis de fours de traitement thermique en raison d'une fragilisation rapide de l'alliage. Afin d'améliorer la résistance à la carburation de l'alliage, on s'attend à ce que la présence d'une couche de silice adhérente agisse comme une barrière de diffusion vis à vis du carbone et de l'azote.

Un autre facteur important concerne les effets de la pollution des surfaces des tapis métalliques par un dépôt de carbonate de sodium (provenant de la carbonatation de NaOH par le CO_2 de l'air). Cette soude, que l'on retrouve sur les tapis roulants métalliques sous forme de résidu, provient du processus de dégraissage des pièces métalliques placées à l'intérieur des fours de traitement thermique à 900 °C [1]. L'objectif de ce travail est d'identifier les interactions entre le sodium et le niobium lors de l'oxydation de l'AISI 330Cb, à 900 °C. Pour mieux comprendre le rôle de chaque élément chimique, une comparaison a été effectuée avec l'oxydation d'un alliage sans niobium AISI 330 (Fe-34.7Ni-19Cr-1.4Mn-1.31Si) dans les mêmes conditions oxydantes. Les résultats montrent que, sur l'alliage AISI 330Cb, la formation d'une couche de silice protectrice est favorisée par des environnements gazeux à faible teneur en oxygène et une teneur élevée en silicium dans l'alliage. Le faible potentiel en oxygène de l'environnement gazeux utilisé, N_2 -5 vol. % H_2 , simule d'ailleurs assez bien les conditions industrielles. Avec de faibles dépôts de Na_2CO_3 sur l'alliage, la couche d'oxyde est adhérente et une sous-couche protectrice de cristobalite SiO_2 se forme.

Les résultats montrent que le sodium se combine alors avec le niobium pour former l'oxyde mixte NaNbO_3 . Par conséquent, le sodium est piégé dans cet oxyde mixte et n'est pas en mesure d'induire une corrosion interne de l'alliage par les chromates fondus. La combinaison du sodium et du niobium dans NaNbO_3 conduit également à la dissociation des intermétalliques $\text{Nb}_3\text{Ni}_2\text{Si}$ situés dans le métal, proche de la surface. Ce processus libère le silicium de l'intermétallique et favorise la formation d'une couche continue de silice - cristobalite.

Sur l'alliage sans niobium [2], une couche de silice amorphe se forme après oxydation du matériau vierge. Ceci est dû au fait qu'il n'y pas d'intermétallique riche en niobium pour piéger le silicium dans l'alliage AISI 330 et que le silicium est libre de diffuser et de former de la silice. Par contre, sur les échantillons AISI 330 recouverts de Na_2CO_3 , aucune couche de silice ne se forme car le niobium n'est pas présent pour piéger le sodium dans un composé de type NaNbO_3 . Ainsi, le silicium se combine avec le sodium pour former un verre amorphe peu adhérent et peu protecteur vis-à-vis de la corrosion haute température.

Références : [1] H. Buscail et al. Oxidation of Metals (2017) 87:837-849. [2] H. Buscail et al. Materials and Corrosion (2019) 70:1416-1425. DOI: 10.1002/maco.201810567.

Elaboration par la synthèse en sels fondus de composites à matrices céramiques ultra-réfractaires pour application aérospatiale

Alexandre EL MELHOUI¹, Laurence MAILLÉ¹, James BRAUN², Francis REBILLAT¹

¹Laboratoire des composites thermostrostructuraux UMR 5801 (Université de Bordeaux, 3 allée
de la Boétie, 33600 Pessac)

²CEA, DAM, Le Ripault, F-37260 Monts, France

Poster Oral

L'exploration spatiale implique le retour sur Terre ou l'atterrissage sur d'autres planètes de navettes spatiales, ce qui nécessite de traverser l'atmosphère lors de la rentrée atmosphérique. Durant ce processus, les engins subissent des températures extrêmes ($\approx 2000^\circ\text{C}$) et une forte oxydation, ce qui met à rude épreuve les matériaux actuels des boucliers thermiques. Les composites céramiques utilisés aujourd'hui offrent une faible résistance à l'oxydation, mais l'ajout de céramiques ultra-réfractaires (UHTC) semble prometteur [1], bien que les techniques de fabrications usuelles de ces matériaux (RMI, CVI, PIP) limitent encore leur efficacité et leur durée de vie [2]. Pour surmonter les limitations techniques des composites Cf/UHTCm actuels, une approche innovante est proposée : la synthèse en sels fondus [3]. Cette méthode permet de produire des céramiques ultra-réfractaires (UHTC) à des températures réduites tout en offrant un contrôle précis de la morphologie et de la structure des matériaux. Elle présente également un fort potentiel industriel grâce à sa capacité à être adaptée à grande échelle.

Les essais ont été réalisés à 1200°C pendant 4 heures sous atmosphère d'argon, en utilisant du chlorure de sodium (NaCl) comme sel. Différents systèmes ont été étudiés : fibres de carbone (C_f) ou de carbure de silicium (SiC_f) associées à du zirconium (Zr), ou encore wafers de silicium (Si) avec zirconium. Les résultats montrent que seul Zr est dissous dans le sel fondu, alors que Si et C restent insolubles, ce qui préserve la structure des fibres. La formation de C_f/ZrC_m et de $\text{SiC}_f/\text{ZrSi}_2\text{-ZrC}_m$ est observée au MEB. L'adhérence entre la matrice et la fibre dépend du coefficient de dilatation thermique (CTE) : un écart important entre le CTE de la fibre de carbone et celui du ZrC conduit à la formation d'un espace à l'interface, tandis qu'un meilleur ajustement entre le CTE du ZrC-ZrSi₂ et celui de la fibre de SiC favorise une bonne adhérence. La diffraction des rayons X confirme la formation de ZrSi₂ à la surface du wafer de silicium, avec un dépôt texturé.

Ces résultats valident la faisabilité de la synthèse par sels fondus pour élaborer un composite tout en maintenant l'intégrité du renfort fibreux. Les perspectives incluent l'optimisation des paramètres du procédé (temps, température, concentration des réactifs), la détermination de la solubilité du bore pour l'élaboration de composites $\text{C}_f/\text{ZrB}_2\text{-SiC}_m$ et l'élaboration de composites sur tissé 2,5D.

Références :

- [1] N. P. Padture, « Advanced structural ceramics in aerospace propulsion », *Nature Mater*, vol. 15, n° 8, p. 804- 809, août 2016, doi: 10.1038/nmat4687.
- [2] C. Liégaut, « Élaboration de composites à matrice céramique ultra-réfractaire résistants aux très hautes températures sous flux gazeux », phdthesis, Université de Bordeaux, 2018. Consulté le : 12 décembre 2023. [En ligne]. Disponible sur : <https://theses.hal.science/tel-01807643>
- [3] T. Kimura, « Molten Salt Synthesis of Ceramic Powders », in *Advances in Ceramics - Synthesis and Characterization, Processing and Specific Applications*, C. Sikalidis, Éd., InTech, 2011. doi: 10.5772/20472.

Mesure des hautes températures des matériaux opaques par thermographie infrarouge multi- et hyper-spectrale

Auteurs

Kamal Ennass^{(1,2,3)*}, Benjamin Remy^(1,2), Vincent Schick^(1,2), Johann Meulemans^(2,3)

Affiliation

¹Laboratoire Énergies et Mécanique Théorique et Appliquée, Université de Lorraine, CNRS, 2 Av. de la Forêt de Haye, 54500 Vandœuvre-lès-Nancy, France

²Laboratoire commun Canopée, CNRS, Université de Lorraine, Saint-Gobain

³Saint-Gobain Research Paris, 39 quai Lucien Lefranc, F-93303 Aubervilliers, France

■ Poster □ Oral

Dans les environnements industriels à haute température (800–1200 K), le contrôle précis de la température est essentiel pour la maîtrise des procédés et la qualité de production. Les méthodes classiques de mesure par contact, intrusives et peu fiables à ces températures, conviennent mal aux matériaux mobiles (fibres optiques, vitrages, bains de verre, laminoirs, céramiques, etc.), pour lesquels un suivi dynamique est requis.

Les techniques sans contact, reposant sur l'émission propre du matériau, offrent une alternative prometteuse. Pourtant, leur précision est fortement limitée par la méconnaissance des propriétés optiques des matériaux, notamment l'émissivité pour les surfaces opaques, ainsi que par leur dépendance à la température et à la longueur d'onde. Cette étude propose une méthode de thermographie infrarouge multi- et hyper-spectrale, couplant des mesures radiométriques à des techniques d'inversion, pour estimer la température en tenant compte des propriétés spectrales du matériau.

Les premiers résultats, portant sur les matériaux opaques, s'appuient sur des simulations de type Monte Carlo et une validation expérimentale avec une caméra infrarouge à quatre longueurs d'onde et un four à induction. Le modèle direct repose sur une base de polynômes de type éléments finis P1-1D pour interpoler l'émissivité, assurant une meilleure régularisation du problème inverse. Cette approche permet d'atteindre des erreurs relatives inférieures à 5 % en régime transitoire. Des simulations hyper-spectrales à 20 longueurs d'onde montrent une réduction notable du biais systématique grâce à l'augmentation du nombre de paramètres explicatifs.

IDEA4Sun project: Intelligent Design & Experimental Application of Spectral Splitting and Selective Surfaces for PV-CST compact hybridization

Nicolás Passarelli, Antoine Grosjean, Amine Mahammou, Aissatou Diop, Béatrice Plujat,
Sébastien Quoizola, Laurent Thomas, Audrey Soum-Glaude

PROMES-CNRS, Perpignan / Odeillo - Université Perpignan Via Domitia

Poster Oral

Where PV directly converts solar radiation into electricity, solar thermal generates heat, up to mid- to high temperatures with Concentrated Solar Thermal (CST), when half of the global energy demand is for heat [IEA]. Combining both technologies in compact hybrid PV-CST systems allows producing both electricity and heat in areas where the cost of land is high, be it for residential or commercial areas, or small businesses and industries. This calls for a spectral selection, separating wavelengths of interest for PV and reflecting the rest towards a solar thermal absorber, thus taking advantage of the full range of the solar irradiation. The absorber surface is also readapted to this truncated solar spectrum.

Capitalizing on SelHySol project (2022-2025, Occitanie Region & Perpignan Univ.) findings, the new IDEA4Sun project (2025-2027, idea4sun.cnrs.fr), funded by the Horizon Europe Marie Skłodowska-Curie Actions Postdoctoral Fellowships program, will develop multilayer coating solutions to ensure the aimed spectral selectivity. These solutions aim to be sustainable, thus only materials, deposition techniques and precursors with low environmental impact and architectures will be selected. In the same spirit, the project will be mostly centered on numerical simulations and optimizations, and only the most relevant solutions will be synthesized experimentally as validation. Designing efficient solutions with these constraints can however be challenging. The project will provide a reliable design tool, based on the SolPOC in-house open-source code (github.com/SolPOCandCo), in which artificial intelligence is implemented to find the most efficient architectures by solving complex multi-objective and multiple-variable optimization. Surface texturing and heat propagation in the absorber coating will also be studied using free electromagnetic and thermal and multiphysics codes, respectively. The experimental feasibility will be demonstrated by sputtering deposition and chemical and optical characterization of the synthesized coatings.

Complying with HE MSCA PF objectives, the IDEA4Sun project scientific and technical methodology, work program and open science practices will be presented, as well as the involved team. Previous studies at PROMES-CNRS will also be summarized as proofs for the credibility of the IDEA4Sun project. In particular, TiO₂/SiO₂ selective mirror architectures were validated in the SelHySol project; W/WSiCH/TaOxNy solar selective absorber coatings were developed in the ANR NANOPLAST project (2019-2024, nanoplast.cnrs.fr).

Full-Spectrum Fitting Method Applied to YAG:Dy : Impact of Oxygen Content and Laser Fluence on Wall-Temperature Phosphor Thermometry for Combustion

Tobias Guivarch^{1*}, Hugo Samson^{1*}, Jérôme Bonnety¹, Jessy Elias¹,
Sébastien Ducruix¹, Clément Mirat¹, Christopher Betrancourt¹,
Guilhem Dezanneau², Ronan Vicquelin¹

¹Université Paris-Saclay, CNRS, CentraleSupélec, Laboratoire EM2C, Gif-sur-Yvette, France

²Université Paris-Saclay, CNRS, CentraleSupélec, Laboratoire SPMS, Gif-sur-Yvette,
France

Poster Oral

Achieving the European net-zero greenhouse gas emissions target requires the development of sustainable combustion processes across various industrial sectors. These promising alternatives introduce new challenges, such as modifying wall heat transfer. Accurate surface temperature measurements are essential for understanding these effects. Laser-Induced Phosphorescence (LIP) provides a semi-invasive method that exploits the temperature-dependent phosphorescence spectra of thermographic phosphors. YAG:Dy is a thermographic phosphor that emits a phosphorescence signal over the range of 300K to 2000K. However, its poor sensitivity with the intensity ratio method and its low sensitivity at lower temperatures with the lifetime method limit its use to high-temperature combustion applications. Additionally, its sensitivity to ambient oxygen reduces the accuracy of those methods. This study evaluates the performance of the Full-Spectrum Fitting (FSF) method, developed by the EM2C Laboratory [1], when applied to YAG:Dy. The method leverages the phosphor's spectral temperature dependence over a wide range (303 to 1773K), achieving an accuracy of 0.3K and a precision of 8.4K under given experimental conditions. It is observed that there is a laser fluence threshold above which temperature determination using the FSF method becomes independent of laser fluence. The impact of YAG:Dy's sensitivity to oxygen concentration on temperature measurement is quantified. In the worst case, uncertainty in oxygen concentration can introduce a temperature error ranging from 7 to 19K. Guidelines are provided to help mitigate these sensitivities in combustion applications.

Références :

[1] V. Lechner, C. Betrancourt, C. Mirat, P. Scoufflaire, S. Ducruix, Full spectrum fitting method: a new approach for instantaneous phosphor thermometry in harsh environments, *Experiments in Fluids* 63 (7) (2022) 110.

Corrosion des matériaux métalliques par les gaz chauds – Etude de cas

Christophe Issartel, Henri Buscail, Pierre martin

Institut Pascal UMR 6602 – UCA/CNRS, F-63000 Clermont-Ferrand, France

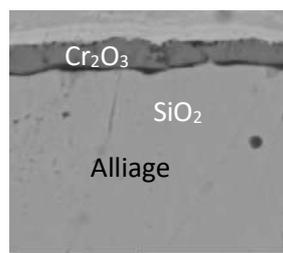
La corrosion est une interaction physico-chimique à l'interface entre un matériau et son environnement. L'objet de cette étude est de comprendre les paramètres à maîtriser lorsque ce phénomène a lieu entre des matériaux métalliques et un environnement gazeux à haute température. Cette interaction conduit généralement à la formation d'une couche d'oxyde sur le matériau métallique. La nature et les caractéristiques de cette couche vont fortement influencer les transferts radiatifs, objet d'étude du groupement de recherche Tamarys.

Choisir la nature et les propriétés de l'oxyde recouvrant une pièce métallique est possible en jouant sur plusieurs leviers qui sont la composition de l'alliage, le gaz corrosif, la température, le temps et l'utilisation de revêtements initiaux.

En voici deux exemples :

L'alliage de départ va conduire à des couches de natures différentes suivant sa composition. On parlera, entre autres, d'alliages chrominoformeurs ou aluminiformeurs. Mais les caractéristiques même de ces couches peuvent évoluer avec une très petite proportion d'un élément actif dans leur composition. C'est le cas lorsque l'on ajoute 0,1% en masse d'yttrium dans la composition d'un FeCrAl modèle [1].

La nature du gaz corrosif a aussi un impact très fort sur la nature des couches obtenues. Une oxydation réalisée sous N_2/H_2 à 950°C peut promouvoir une couche de silice à l'interface interne entre le métal et une couche de chromine sur un alliage FeCrSi. Cette couche continue de silice ne se formera pas si l'oxydation a lieu sous air [2].



FeCrSi oxydé sous $N_2/5\%H_2$ à 950°C

Références : APA

[1] Issartel, C., Buscail, H., Chevalier, S., & Favergeon, J. (2017). Effect of yttrium as alloying element on a model alumina-forming alloy oxidation at 1100° C. *Oxidation of Metals*, 88, 409-420.

[2] Issartel, C., Buscail, H., & Mathieu, S. (2019). Influence of atmosphere on high-temperature oxidation of Fe-Cr-Si model alloy. *Materials and Corrosion*, 70(8), 1410-1415.

Complex 3D structures for thermal energy storage

*M-S.MAZEN¹, F.ROSSIGNOL¹, S.GUILLEMET-FRITSCH²

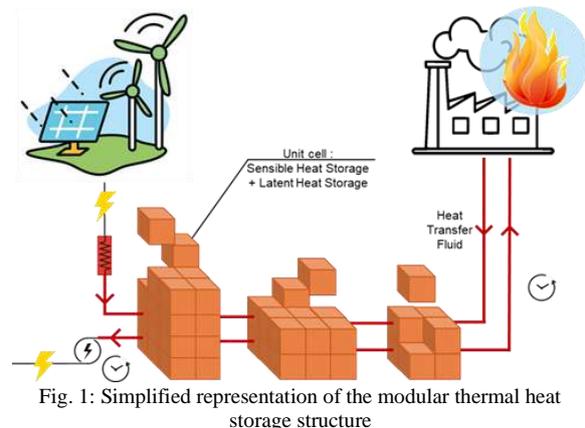
¹ IRCER UMR CNRS 7315, Limoges, France ; ² CIRIMAT UMR CNRS 5085, Toulouse, France

*marie-sara.mazen@unilim.fr

Poster Oral

Renewable energies have been considered a viable alternative for energy consumption for several years, limiting greenhouse gas emissions. Thus, in Europe, investments in clean energy have increased significantly from USD 1,100 billion in 2015 to USD 1,700 billion, enabling a strong emergence of these energy sources [1]. However, renewable energies such as wind or solar energy are by nature intermittent, causing reliability issues on the power grid. It is therefore necessary to find viable and sustainable solutions for energy storage. Furthermore, 11% of global energy is consumed as heat at temperatures above 400°C [2]. Thermal Energy Storage (TES) provides an eco-friendly and economical solution to manage the variability of renewable energy sources, enabling a more stable electricity supply. Additionally, TES offers the potential to recycle waste heat either by using it directly in a postponed process or by converting it into electrical power.

The structures studied in this work are 3D printed (robocasting, binder jetting...). These structures are designed as modules, offering a wide versatility and range of applications depending on the intended needs. Thermal energy storage is achieved through Sensible Heat Storage (SHS) in a ceramic backbone consolidated at low temperature (<100°C), thus allowing a lower carbon footprint compared to conventional sintering methods. Latent Heat Storage (LHS) is also achieved using a Phase Change Material (PCM). This type of material allows for additional power during the charging or discharging of the heat accumulator, enabling a rapid response to high energy demands. The targeted operating temperatures range from 200°C to 600°C. The modular structures are built through optimization of their composition, isotropy, specific surface area, and porosity, thus allowing to tailor their thermal properties.



References :

- [1] A. E. Korani, "Impact of Foreign Direct Investment on Renewable Energy Generation: Evidence from Europe," *International Journal of Energy Economics and Policy*, vol. 15, no. 2, Art. no. 2, Feb. 2025, doi: 10.32479/ijeep.17608.
- [2] A. M. Pantaleo, S. Trevisan, F. Matteucci, and L. F. Cabeza, "Innovation trends on high-temperature thermal energy storage to defossilize energy systems," *Journal of Energy Storage*, vol. 103, p. 114261, Dec. 2024, doi: 10.1016/j.est.2024.114261.

Mesure de la tension de surface de métaux liquides en lévitation aérodynamique par analyse des vibrations libres

Darcy Glanel MOUYELE ^(1*), Elodie COURTOIS ⁽¹⁾, Coline BOURGES ⁽¹⁾, Mickael COURTOIS ⁽¹⁾

¹Univ. Bretagne Sud, UMR CNRS 6027, IRDL, F-56100 Lorient, France

Poster Oral

Les métaux fondus interviennent dans de nombreux procédés industriels stratégiques tels que la fabrication additive métallique, la coulée ou le soudage. La maîtrise de leurs propriétés à l'état liquide, notamment la tension de surface, est essentielle pour optimiser ces procédés. Ce travail a pour objectif de mesurer la tension de surface de métaux liquides, en particulier le fer, à l'aide de l'analyse des vibrations libres d'une goutte de métal liquide.

La méthode employée pour la détermination de la tension de surface repose sur le principe de la résonance de gouttes oscillantes. La théorie de Rayleigh multimodes est utilisée pour l'analyse des fréquences vibratoires de la goutte. L'échantillon est mis en lévitation à l'aide d'un flux de gaz d'argon injecté par une buse en cuivre, le tout contenu dans une enceinte étanche assurant le contrôle de l'atmosphère. Le chauffage est assuré par un laser de puissance 300W, et la température est mesurée par un pyromètre bichromatique. L'échantillon est excité par sollicitation acoustique et l'oscillation de la goutte est enregistrée par une caméra haute vitesse, entre 2000 et 4000 fps avec une double vue (dessus et coté) obtenue par un système de miroirs. Les vidéos sont ensuite traitées avec des transformées de Fourier rapides pour extraire la fréquence de résonance de la goutte.

Un focus sera proposé sur le développement d'une nouvelle méthodologie consistant à ne plus analyser la vibration durant l'excitation mais uniquement après l'arrêt du haut-parleur. Cette période permet d'observer la réponse libre de l'échantillon sur un temps très court (<2s) permettant une meilleure précision et une évaporation beaucoup mieux contrôlée.

Ainsi, les mesures de la tension de fer pur à 99.95% montrent une bonne concordance avec les valeurs de la littérature sur une plage de températures comprise entre 1500°C et 2200°C. Cette nouvelle méthode d'analyse en lévitation aérodynamique par vibrations libres s'avère fiable, rapide (<2s) et efficace pour mesurer la tension de surface des métaux liquides, sans contact ni contamination.

Thiane Ndiaye¹, Reine Reoyo-Prats², Éric Bêche¹, Frédéric Mercier³, Raphaël Boichot³, Ludovic Charpentier¹
¹ PROMES-CNRS, 7 rue du Four Solaire F-66120 Font-Romeu Odeillo Via, France
² PROMES-CNRS, Rambla de la thermodynamique, Tecnosud, 66100 Perpignan, France
³ SIMaP-CNRS, 1130 rue de la piscine, Domaine Universitaire, BP 75, 38402 Saint-Martin d'Hères, France
 *Correspondence: Thiane NDIAYE, thiane.ndiaye@cnrs.fr

Context

Concentrated solar power (CSP) receivers are subject to considerable **thermomechanical stresses**. The development of new materials for the next generation of CSP plants (**with a higher operating temperature**) requires several experimental tests coupled with **numerical simulations**. The objective of the present work is to **compare** the experimental stresses on a Fe-Cr-Al-Mo sample induced by a conventional oxidation (necessary before coating a CSP receiver) with the numerical stresses given by a previously developed model [1]

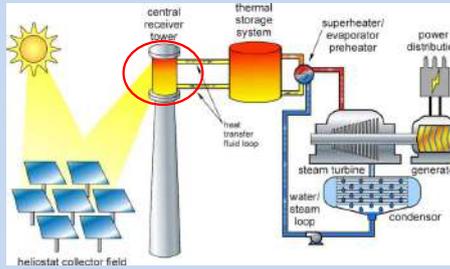


Fig.1: Example of receiver of solar tower power plant

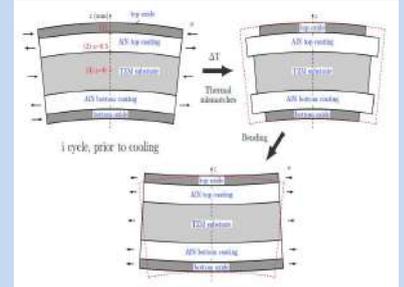


Fig.2: Behavior of the receiver subjected to concentrated solar flux [1]

Materials

25 x 25 x 2 mm³ samples consisting of Kanthal APMT (Advanced Powder Metallurgical Tube: Iron (balance), Chromium (22 at. %), Aluminum (5 at. %) and Molybdenum (3 at. %)) are oxidized inside a muffle furnace at 1100 °C in air for 50 h.

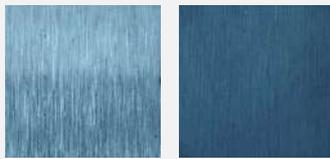


Fig.3: Non oxide and oxide Materials

Experimental method

To evaluate experimentally the strains in the substrate, we use the shift of the peaks provided by the XRD analysis [3]. For the stresses calculation, we use the Hooke law [4].

$$\varepsilon = \frac{d - d_0}{d_0}$$

- ε is the strain
- d_0 is the inter reticular distance before oxydation
- d is the inter reticular distance after oxydation
- σ is the stress

$$\sigma = \frac{E\varepsilon}{(1 - \nu)}$$

- E is the Young modulus
- ν is the Poisson ratio

Numerical model

The 1D numerical model used allows us to estimate stresses and strains using the Hsueh [2] model, considering the stresses due to the elaboration of the oxide layer, the temperature, and the creep.

$$\text{Hsueh's model : } \varepsilon(z) = c + \frac{z - t_B}{r} \quad [2]$$

- c is the uniform deformation or strain
- t_B is the position of the axis of curvature
- r is the radius of curvature
- z is the position

$$\sigma_o(z) = \frac{E_o}{1 - \nu_o} \left(c + \frac{z - t_B}{r} - \varepsilon_{o,dépôt} - \varepsilon_{o,th} - \varepsilon_{o,creep} \right)$$

$$\sigma_s(z) = \frac{E_s}{1 - \nu_s} \left(c + \frac{z - t_B}{r} - \varepsilon_{s,th} - \varepsilon_{s,creep} \right)$$

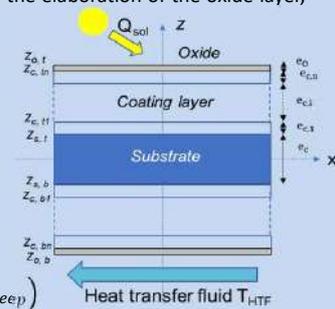


Fig.4: The multi layer modellisation

Results

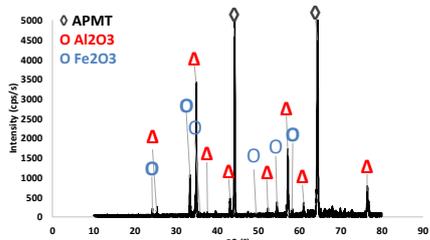


Fig.5: XRD Spectrum of the oxide

Éléments	C	O	Al	Cr	Fe
% Atom	3.7	57.6	29.0	2.4	7.2

Tab.1: the oxide atomic composition (%)

XRD analysis (figure 5) shows the presence of aluminum oxide (Al₂O₃) and iron oxide (Fe₂O₃) on the surface of the APMT substrate. The EDS analysis confirms that alumina (Al₂O₃) is the main phase (table 1) in accordance with Colas [5] results. Therefore, for the calculation we consider that we have a layer of aluminum oxide.

Numerical values		Experimental values		Calculation discrepancies	
Strain (%)	Stress (MPa)	Strain (%)	Stress (MPa)	Strain (%)	Stress (MPa)
-1.38	-297	-0.16	-264	-1.22	-33

Tab.2: results of numerical and experimental calculations

Table 2 gives the results of the post-experimental calculations which shows that we have **compressive stresses** (< 0) and that the strain and the stress obtained from the model are **greater** than the ones obtained from the calculation. This would be explained by the fact that the experimental calculation does not consider **creep deformation**. The experimental calculation method is currently straightforward because it only considers **elastic deformation (Hooke law)**.

Other methods such as Raman scattering and sin²ψ XRD will allow us to make more accurate calculation.

Conclusion

Regarding stresses, **the numerical model gives values close to those calculated from experimental characterizations**. Nevertheless, the difference between the deformations is **very important**. These discrepancies in results may be due to several factors such as the **parameters of the materials found in the literature** (which affects the numerical results), and the experimental method of calculating thermomechanical properties (XRD or Raman...). A complete model (thermal cycles and oxidation) to estimate properties during an accelerated aging campaign is being developed to predict the behavior of our materials under solar flux. Once the model is reliable and close to the experimental results, it can be **used to better choose and optimize the oxidation and deposition layers before carrying out experimental tests**, which remains essential.

References

- [1] D. Chen *et al.*, 'Modeling multilayer coating systems in solar receivers', *Surface and Coatings Technology*, vol. 399, p. 126102, Oct. 2020, doi: 10.1016/j.surfcoat.2020.126102.
- [2] C. H. Hsueh, 'Thermal stresses in elastic multilayer systems', *Thin Solid Films*, vol. 418, no. 2, pp. 182–188, Oct. 2002, doi: 10.1016/S0040-6090(02)00699-5.
- [3] H. Isselé, 'Caractérisation et modélisation mécanique de couches minces pour la fabrication de dispositifs microélectroniques-application au domaine de l'intégration 3D', phdthesis, Université de Grenoble, 2014. Accessed: Feb. 21, 2024. [Online]. Available: <https://theses.hal.science/tel-00987507>
- [4] J.-M. Wagner and F. Bechstedt, 'Phonon deformation potentials of α-GaN and -AlN: An ab initio calculation', *Applied Physics Letters*, vol. 77, no. 3, pp. 346–348, Jul. 2000, doi: 10.1063/1.127009.
- [5] J. Colas, 'Etude du comportement de revêtements multicouches multifonctionnels à haute température', phdthesis, Université de Perpignan, 2019. Accessed: Mar. 01, 2023. [Online]. Available: <https://theses.hal.science/tel-02490576>

Design de propriétés fonctionnelles dans des matériaux à particules aléatoirement distribuées par utilisation d'effets collectifs

Timothé Phipps^{1*}, Olivier Rozenbaum¹, Cédric Blanchard¹

¹Université d'Orléans, CNRS, CEMHTI UPR 3079, Orléans, France

**timothe.phipps@cnsr-orleans.fr*

Poster Oral

Les milieux hétérogènes, notamment ceux constitués de particules aléatoirement distribuées, présentent une variété de propriétés optiques qui suscitent l'intérêt des communautés académiques et industrielles. Leur réponse électromagnétique est influencée par divers paramètres, tels que la distribution, la taille, la forme et la composition des particules, ce qui engendre des textures géométriquement complexes dont le comportement thermo-optique reste difficile à anticiper.

Le poids radiatif des effets coopératifs inter-particules peut devenir prépondérant dans certaines configurations (régime résonant, fraction volumique significative, faible espacement entre diffuseurs, etc), rendant inefficace l'emploi de modèles approchés (ex : théorie des milieux effectifs ou optique géométrique) pour étudier ce comportement thermo-optique. Pour ces configurations, la résolution des équations de Maxwell est indispensable. Au CEMHTI, nous utilisons des codes basés sur le développement multipolaire (méthode de la T-matrix [1,2]) du champ électromagnétique, permettant de prendre en compte les effets coopératifs et même d'utiliser ces derniers afin de générer des fonctionnalités optiques d'intérêt [3].

Dans cette communication, l'approche adoptée s'appuie sur une analyse des modes propres du système de particules. Mathématiquement, ces modes sont les pôles du champ électromagnétique dans le plan complexe en fonction de la valeur d'un des paramètres constitutifs du système de particules éclairé par une onde incidente. Par exemple, le balayage de l'indice de réfraction (tous les autres paramètres étant fixés) dans le plan complexe permet de mettre en évidence les valeurs pour lesquelles le champ électromagnétique diverge.

Nous montrons qu'il est possible, à l'aide de ces pôles et d'outils de l'analyse complexe, d'extraire de l'information ne dépendant que de la géométrie du système. Ces pôles, utilisés dans un développement en série entière, permettent de retrouver une expression du champ électromagnétique du système en fonction d'un paramètre comme, par exemple, l'indice de réfraction.

Références:

[1] P.C. Waterman, Matrix formulation of electromagnetic scattering, Proc. IEEE 53 (1965) 805–812.

[2] M.I. Mishchenko, "Independent" and "dependent" scattering by particles in a multi-particle group, OSA Continuum 1 (2018) 243–260.

[3] T. Guerra, O. Rozenbaum, J.P. Hugonin, C. Blanchard, Generating near-perfect absorption in subwavelength slabs of nanoparticles: Towards spectral selectivity in random media, Phys. Rev. B 107 (2023) L220202.



Amélioration de la modélisation de la conduction thermique instationnaire dans des structures voxélisées par la méthode des marcheurs Browniens

Mattéo Roch^a, Franck Enguehard^b, Cyril Daoût^a, Denis Rochais^a

^aCEA, DAM, Le Ripault, F-37260 Monts, France

^bInstitut Pprime, CNRS, Université de Poitiers, ISAE-ENSMA, F-86962 Futuroscope
Chasseneuil, France

Les matériaux hétérogènes à morphologie 3D complexe (composites, mousses, céramiques) offrent des performances thermiques recherchées pour l'isolation, les échangeurs ou les boucliers à hautes températures. Les méthodes déterministes deviennent toutefois très gourmandes en mémoire vive dès qu'il s'agit de modéliser le transfert conducto-radiatif transitoire dans des milieux semi-transparents. Pour lever ce verrou, nous recourons à une approche entièrement stochastique : la conduction est simulée par marcheurs Browniens et est couplée à un lancer de rayons pour le transfert radiatif. Cette méthode est appliquée directement à des structures voxélisées (pouvant être issues de tomographies X) sans nécessiter d'étape de maillage [1-2].

Lors de ces journées, nous souhaitons présenter de nouveaux résultats améliorant la simulation du comportement des marcheurs Browniens aux interfaces. Pour chaque interface, en exprimant le flux surfacique la traversant, on accède au nombre de marcheurs devant franchir l'interface pendant un pas de temps. Cette approche, très précise en 1D, rencontre cependant des problèmes d'équilibrage de flux de chaleur dans une structure 3D représentative d'un matériau fibreux par exemple, entraînant des temps de calcul prohibitifs [2]. Afin d'éviter cette difficulté, nous reprenons une approche fondée sur une probabilité de transmission définie dans [1]. Lorsqu'un marcheur atteint une interface, il peut soit la traverser et terminer son déplacement dans le matériau adjacent, soit être réfléchi vers le matériau d'origine. Deux démarches sont testées. Dans la première, développée dans [1], le temps que le marcheur met pour atteindre l'interface est proportionnel au temps caractéristique de diffusion pendant un pas de temps et peut donc être calculé analytiquement. Dans la seconde, nous nous appuyons sur [3-4], où le temps lié à la probabilité du premier passage du marcheur à l'interface est retenu. Celui-ci peut être vu comme une possibilité offerte à un marcheur de diffuser plus vite l'énergie vers l'interface, que n'offre pas la première stratégie qui n'intègre pas toutes les fluctuations du parcours du marcheur mais suppose plutôt une marche linéaire vers l'interface. Ces deux stratégies sont comparées aux résultats obtenus par différences finies sur plusieurs cas 1D bicouche aux frontières adiabatiques, tirés de [3]. Sur cette base, la démarche du temps de premier passage donnant de meilleurs résultats, celle-ci est conservée et adaptée. En effet, contrairement à [4], où la position exacte des marcheurs est suivie dans le domaine, notre approche s'appuie sur une discrétisation en voxels de la structure, on ne conserve alors que les positions des voxels de départ et d'arrivée de chaque marcheur. En effet, le stockage de la position exacte des marcheurs nécessite beaucoup plus de mémoire vive, ce qui devient rédhibitoire sur des volumes représentatifs. Dans cette nouvelle approche, nous démontrons qu'il faut respecter deux critères bornant la valeur du pas de temps. Le premier, similaire à celui évoqué dans [4], permet de choisir le pas de temps optimisant le temps de calcul global. Le second fixe le nombre minimal de voxels nécessaire pour discrétiser chaque couche. Un milieu multicouche avec deux températures imposées aux frontières est alors étudié. Les résultats obtenus permettent d'envisager une extension de cette démarche en 2D puis en 3D, pour lever les difficultés soulevées dans [2].

Références :

- [1] L. Seyer, V. Gonneau, F. Enguehard, D. Rochais, Improvements of the Brownian walkers method towards the modeling of conduction-radiation coupling, *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 211 (2023).
- [2] L. Seyer, Modélisation du transfert thermique couplé conducto-radiatif dans les milieux hétérogènes par des techniques stochastiques, Thèse de doctorat (2024).
- [3] E. Baioni, A. Lejay, G. Pichot, G. M. Porta, Random walk modeling of conductive heat transport in discontinuous media, *Transport in Porous Media*, 151 (2024).
- [4] E. Baioni, A. Lejay, G. Pichot, G. M. Porta, Modeling Diffusion in One Dimensional Discontinuous Media under Generalized Permeable Interface Conditions: Theory and Algorithms, *SIAM Journal on Scientific Computing*, 46 (2024).

Première mesure du spectre de l'émissivité du tungstène avant et après exposition dans le tokamak WEST

E. Romulus^(1*), J. Gaspar⁽¹⁾, N. Ehret⁽¹⁾, M. Diez⁽²⁾, J-L. Gardarein⁽¹⁾, C. Martin⁽³⁾

⁽¹⁾ Aix Marseille Univ, CNRS, IUSTI, Marseille, France, ⁽²⁾ CEA, IRFM, 13108 St-Paul-Lez-Durance, France, ⁽³⁾ Aix Marseille Univ, CNRS, PIIM, Marseille, France

Poster Oral

L'environnement des tokamaks tel que WEST sont des environnements extrêmes où les composants face au plasma sont soumis à de forts flux de chaleur et de particules (10 MW/m²). Il est donc nécessaire de mesurer précisément la température des composants pour éviter leur endommagement dû à l'interaction plasma - paroi. Une méthode commune en fusion est la thermographie infrarouge (IR) utilisant des caméras IR équipées de filtres étroits centrés sur une longueur d'onde du domaine IR. Cependant l'utilisation majoritaire du tungstène (W) pour les parois rend la mesure de température complexe notamment par le fait que le W présente une faible émissivité, de l'ordre de 0,1 voire moins dans le domaine infrarouge, et qu'elle évolue lors de l'exposition du W au plasma. En effet les travaux précédents portant sur la mesure d'émissivité de la partie basse du réacteur ont pu mettre en évidence cette variation en identifiant des zones d'érosion et de déposition. Les mesures in situ et ex situ, avant et après plasma ont mis en avant des évolutions propres à ces différentes zones. Les zones de fortes interactions montrent une diminution de 0,12 à 0,05, tandis que les zones de forte déposition montrent une augmentation jusqu'à 0,85 [1]. Cependant, bien que ces études apportent des éléments essentiels sur la variation de l'émissivité, celles-ci sont réalisées aux longueurs d'onde de travail des caméras IR utilisées dans le réacteur ou intégrées dans le domaine du moyen infrarouge (MWIR), c'est-à-dire entre 3 et 5 μm .

L'objectif de ce travail est d'étendre le domaine d'étude spectrale afin de montrer l'évolution de l'émissivité de composants face au plasma entre 1 et 15 μm .

La première étape consiste à développer un banc d'essai de mesure de l'émissivité spectrale par spectrophotométrie FTIR afin de réaliser des mesures ex-situ de matériaux ayant été soumis aux interactions plasma paroi en environnement tokamak. L'analyse se concentrera sur un intervalle spectral de 1 à 10 μm pour des températures d'échantillons allant jusqu'à environ 400°C. Dans cette contribution le banc ainsi que les mesures d'échantillon avant et après expositions seront présentés et discutés. Une corrélation sera menée en perspectives entre les spectres d'émissivité obtenus et la structure physico-chimique des dépôts en surface pour avoir une meilleure compréhension des variations observées

Références :

[1] J. Gaspar et al., "Overview of the emissivity measurements performed in WEST: in-situ and post-mortem observations", *Nuclear Fusion*, 62, 096023, 2022.

Couplage conducto-radiatif dans un maillage non structuré

Léo ROYON (1,2), Cyril DAOUT (1), Frédéric JOLY (2), Yassine ROUIZI (2), Denis ROCHAIS (1)

(1) : CEA, DAM, Le Ripault, F-37260, Monts, France

(2) : Laboratoire de Mécanique et d'Énergétique d'Evry, Université Evry-Paris-Saclay

Poster Oral

L'objectif du travail en cours est de développer, à terme, un code de calcul couplé conducto-radiatif permettant d'étudier le comportement thermique de matériau semi-transparents non-gris à partir des propriétés intrinsèques de leurs constituants de base et de leur microstructure. Les isolants étudiés au CEA Le Ripault peuvent être sollicités sur différentes plages de température selon leur emploi. De ce fait, des matériaux qui pouvaient être considérés opaques à basse température présentent un comportement semi-transparent à des températures plus élevées (>800K) [1].

Modéliser par une méthode déterministe le rayonnement thermique dans une structure 3D, et en particulier en prenant en compte sa dépendance spectrale, requiert des capacités en mémoire vive très importantes. Pour cette raison, nous avons opté pour une méthode stochastique de lancer de Rayons Monte-Carlo (MCRT).

Par ailleurs, les images issues de tomographies que nous étudions, révèlent une grande complexité géométrique des matériaux, que ce soit par la présence de multiples phases (solides et fluides) ou d'une forte hétérogénéité. Une résolution numérique importante est nécessaire pour reproduire cette complexité, entraînant souvent la présence de plusieurs dizaines de millions de voxels (cubes).

Afin de diminuer le nombre de degrés de libertés, la simulation est développée dans un maillage tétraédrique éléments finis. Si ces derniers ont depuis de nombreuses années fait leurs preuves en matière de conduction, l'utilisation de méthodes MCRT dans de tels maillages est plus délicate, notamment à cause de leur aspect non structuré [2].

Nous proposons dans cette communication une méthode originale de traversée de grille tétraédrique par des rayons dans le cadre d'un premier couplage conducto-radiatif dans un milieu hétérogène composé d'une phase solide opaque et d'une phase fluide transparente.

Nous comparons nos résultats à ceux obtenus par les sept équipes du GDR à propos de l'étude du transfert thermique couplé dans des gyroïdes présenté au congrès de la SFT 2025 [3]. Nous présentons le profil de température moyen dans le solide selon la profondeur et les flux thermiques total, conductif et radiatif moyens selon la profondeur.

Références :

[1] Cyril DAOUT. “Modélisation des propriétés radiatives spectrales de microstructures poreuses refractaires.” PhD thesis. Université d’Orléans, Ecole doctorale Energie, Matériaux, Sciences de la Terre et de l’Univers - CEMHTI UPR 3079 CNRS - CEA Le Ripault, Mar. 2023

[2] Tetrahedral grids in Monte Carlo radiative transfer, Arno Lauwers, Maarten Baes, Peter Camps, Bert Vander Meulen, A&A 689 A13 (2024), DOI: 10.1051/0004-6361/202450658

[3] Analyse comparative de méthodes de résolution du couplage conduction-rayonnement dans des matériaux hétérogènes semi-transparents, Léa PENAZZI, Mohd Afeef BADRI, Stéphane BLANCO , Cyril CALIOT, Sylvain CHUPIN, Cyril DAOÛT, Jérémie DAUCHET, Simon EIBNER, Mouna EL HAFI, Franck ENGUEHARD, Vincent EYMET, Olivier FARGES, Yann FAVENNEC, Alexandra Adjovi FORTUNAT, Richard FOURNIER, Dominique JEHL, Yann JOBIC, Pierre JOLIVET, Fabrice RIGOLLET, Denis ROCHAIS, Benoît ROUSSEAU, Frédéric TOPIN, Jérôme VICENTE, Gérard L. VIGNOLES, 2025, <https://doi.org/10.25855/SFT2025-150>

Full-Spectrum Fitting Method Applied to YAG:Dy : Impact of Oxygen Content and Laser Fluence on Wall-Temperature Phosphor Thermometry for Combustion

Tobias Guivarch^{1*}, Hugo Samson^{1*}, Jérôme Bonnet¹, Jessy Elias¹,
Sébastien Ducruix¹, Clément Mirat¹, Christopher Betrancourt¹,
Guilhem Dezanneau², Ronan Vicquelin¹

¹Université Paris-Saclay, CNRS, CentraleSupélec, Laboratoire EM2C, Gif-sur-Yvette, France

²Université Paris-Saclay, CNRS, CentraleSupélec, Laboratoire SPMS, Gif-sur-Yvette,
France

Poster Oral

Achieving the European net-zero greenhouse gas emissions target requires the development of sustainable combustion processes across various industrial sectors. These promising alternatives introduce new challenges, such as modifying wall heat transfer. Accurate surface temperature measurements are essential for understanding these effects. Laser-Induced Phosphorescence (LIP) provides a semi-invasive method that exploits the temperature-dependent phosphorescence spectra of thermographic phosphors. YAG:Dy is a thermographic phosphor that emits a phosphorescence signal over the range of 300K to 2000K. However, its poor sensitivity with the intensity ratio method and its low sensitivity at lower temperatures with the lifetime method limit its use to high-temperature combustion applications. Additionally, its sensitivity to ambient oxygen reduces the accuracy of those methods. This study evaluates the performance of the Full-Spectrum Fitting (FSF) method, developed by the EM2C Laboratory [1], when applied to YAG:Dy. The method leverages the phosphor's spectral temperature dependence over a wide range (303 to 1773K), achieving an accuracy of 0.3K and a precision of 8.4K under given experimental conditions. It is observed that there is a laser fluence threshold above which temperature determination using the FSF method becomes independent of laser fluence. The impact of YAG:Dy's sensitivity to oxygen concentration on temperature measurement is quantified. In the worst case, uncertainty in oxygen concentration can introduce a temperature error ranging from 7 to 19K. Guidelines are provided to help mitigate these sensitivities in combustion applications.

Références :

[1] V. Lechner, C. Betrancourt, C. Mirat, P. Scoufflaire, S. Ducruix, Full spectrum fitting method: a new approach for instantaneous phosphor thermometry in harsh environments, *Experiments in Fluids* 63 (7) (2022) 110.

Microstructures et spectres d'émission des céramiques YAG, YSZ et de grenats haute entropie.

E. SAUZEAU^{1,2}, R. BOULESTEIX¹, L. DESPRES¹, F. ROSSIGNOL¹, O. ROZENBAUM²

¹Université de Limoges, CNRS, IRCER UMR 7315, Limoges (France)

²Université d'Orléans, CNRS, CEMHTI UPR 3079, Orléans (France)

■ Poster ■ Oral

L'ANR HYMAX (ANR-23-CE50-0021) a pour objectif de développer une chambre à oxy-combustion d'hydrogène. Le projet est divisé en deux axes principaux, portant d'une part sur la caractérisation, l'analyse et la modélisation des mécanismes fondamentaux impliqués dans la stabilisation d'une oxyflamme d'hydrogène et les échanges de chaleur au sein d'une chambre de combustion et, d'autre part, sur la conception de nouvelles céramiques dédiées à cette chambre en condition d'oxy-combustion d'hydrogène. Les travaux que nous présentons sont consacrés à cette seconde partie. En effet, l'oxy-combustion d'hydrogène bien que limitée à une température de flamme avoisinant 1900 °C, génère une atmosphère composée à ≈98 % de vapeur d'eau, entraînant une forte corrosion des matériaux constituant la chambre [1]. Pour limiter cette corrosion, des barrières thermiques et environnementales (ETBC) doivent être mises en place. Nous avons élaboré deux types de barrières et évalué leurs émittances spectrales par spectroscopie infrarouge entre 25 °C et 1500 °C.

Dans un premier temps, des céramiques de la famille des zircons (YSZ) et de la famille des grenats d'oxydes de terre-rares, en particulier à haute entropie, ont été sélectionnées en raison de leur bonne stabilité à haute température et de leur résistance à la corrosion. Dans le cadre de ce travail, des échantillons de céramiques ont tout d'abord été fabriqués sous forme massive par pressage uniaxial de poudres et frittage sous air, ou frittage-réactif dans le cas des grenats, afin de déterminer leurs propriétés thermoradiatives. Les émittances spectrales mettent ainsi en évidence deux comportements thermo-radiatifs distincts en fonction de la température : le YAG, semi-transparent dans le moyen infrarouge, et les zircons yttrifiés, présentant une émission thermiquement activée, à partir de 1000 °C, due à des mécanismes d'absorption polaroniques.

Dans un second temps, cette étude s'est concentrée sur des nouveaux grenats dits « à haute entropie » par un procédé de frittage-réactif. Deux compositions ont été plus spécifiquement étudiées : $(Y_{0,2}Er_{0,2}Ho_{0,2}Dy_{0,2}Gd_{0,2})_3Al_5O_{12}$ et $(Y_{0,2}Er_{0,2}Ho_{0,2}Dy_{0,2}Yb_{0,2})_3Al_5O_{12}$. Des analyses structurales et microstructurales ont confirmé l'obtention de ces composés sous forme de céramiques denses. De plus, les analyses spectroscopiques de ces matériaux ont montré que l'incorporation de terre-rares, connu pour leur luminescence dans le domaine visible et IR, induit des propriétés d'émission particulières dans le MIR potentiellement intéressantes pour l'application visée.

Références :

[1] G. Li *et al.*, « The water vapor corrosion behavior and failure mechanism of Si with different structure at 1300 °C », *Appl. Surf. Sci.*, vol. 685, p. 161971, mars 2025

Caractérisation des indices optiques des microconstituants de milieux fibreux à haute température par méthode inverse

Loïc Seyer^{a*}, Olivier Rozenbaum^a, Cyril Daoût^b, Denis Rochais^b

^aUniversité d'Orléans, CNRS, CEMHTI UPR 3079, Orléans, France

^bCEA, DAM, Le Ripault, F-37260, Monts, France

* auteur correspondant : loic.seyer@cnr-s-orleans.fr

Poster Oral

Les matériaux isolants dédiés aux hautes températures reposent souvent sur des microstructures complexes et hétérogènes, combinant fibres, liants et opacifiants. Dans ces milieux présentant des zones de semi-transparence, le transfert thermique est fortement influencé par les phénomènes radiatifs. Pour mieux prédire et optimiser les performances thermiques de ces matériaux, il est indispensable de connaître les caractéristiques radiatives spectrales intrinsèques des différents microconstituants de ces milieux fibreux.

Cette étude vise à déterminer les indices optiques complexes spectraux (n , k) des opacifiants utilisés dans les matériaux isolants fibreux dans la gamme spectrale du rayonnement thermique, en complément d'une approche déjà menée pour identifier ceux de fibres oxydes [1]. Ces particules sont introduites spécifiquement pour contrecarrer les zones de semi-transparence en essayant de contenir le transfert thermique radiatif au sein du matériau en augmentant son absorption et sa diffusion. Elles participent donc à l'efficacité d'isolation thermique globale. La précision des modèles numériques décrivant le transfert de chaleur, tel que le code conducto-radiatif THERMIVOX développé au CEA Le Ripault [2], dépend de la qualité des données d'entrée, c'est-à-dire de la pertinence de la méthodologie employée pour extraire les indices optiques complexes. Notre méthodologie s'appuie sur des travaux issus d'une première collaboration CEA/CEMHTI, décrite en détails dans [3], qui combinent une approche expérimentale et une modélisation numérique pour extraire les caractéristiques radiatives spectrales de fibres. Notre objectif est d'étendre cette approche aux opacifiants, en mettant en œuvre : (i) des mesures spectroscopiques à température ambiante de réflectance et de transmittance et d'émittance à haute température; (ii) la génération numérique de microstructures à partir de données tomographiques ; (iii) des simulations Monte Carlo Ray Tracing pour modéliser nos mesures ; et (iv) des techniques d'optimisation inverse visant à identifier les couples (n , k) reproduisant au mieux les observations expérimentales.

En affinant cette méthode de détermination des indices optiques de milieux fibreux multiphasiques, nous cherchons à augmenter la précision des modèles thermiques permettant ainsi d'améliorer les prédictions de champ de température de matériaux microporeux semi-transparents destinés à la protection thermique de systèmes soumis à de

forts flux de chaleur. L'objectif étant in-fine d'orienter le choix des composants lors de la conception de nouveaux matériaux pour que leurs propriétés thermiques répondent le mieux possible à un cahier des charges donné.

Références :

- [1] C. Daoût, O. Rozenbaum, D. De Sousa Meneses, D. Rochais, « Identification of the spectral complex refractive indices of micrometric phases within a semi-transparent medium up to elevated temperatures » International Journal of Heat and Mass Transfer 223, 125272, 2024
- [2] M. Niezgoda, D. Rochais, F. Enguehard, B. Rousseau and P. Echegut, "Modeling heat transfer within porous multiconstituent materials", Journal of Physics: Conference Series, IOP Publishing, 2012
- [3] C. Daoût, Modélisation des propriétés radiatives spectrales de microstructures poreuses réfractaires, manuscrit de thèse, Université d'Orléans, Orléans, 2023.

Tomographie synchrotron 4D pour le suivi *in situ* de la dégradation des UHTC sous flux thermique intense et oxydant

J. Seymour¹, F. Trad¹, L. Maillé¹, T. Bourdeau¹, J. Braun², G. Couégnat¹, F. Rebillat¹

¹Laboratoire des Composites ThermoStructuraux, UMR 5801 - CNRS - CEA - Safran - Université de Bordeaux, 3 Allée de la Boétie 33600 Pessac, France

²CEA, DAM, LE RIPAUT, F-37260, Monts, France

Poster Oral

Les céramiques ultra-haute température (UHTC), notamment les composites à base de diborures et de carbures, sont des matériaux stratégiques pour les applications aérospatiales, en particulier dans les zones les plus critiques des véhicules hypersoniques comme les bords d'attaque ou les tuiles de protection thermique.¹ Leur capacité à résister à des environnements extrêmes – températures supérieures à 2000 °C, flux oxydants intenses, plasma – en fait des candidats de choix pour les missions à très haute vitesse. Néanmoins, reproduire en laboratoire les conditions extrêmes de la rentrée atmosphérique (vitesse Mach > 5, gradients thermiques sévères, présence d'espèces actives et ionisées) reste un défi considérable.² Les dispositifs expérimentaux existants, tels que les souffleries à arc, les tubes à choc ou les jets plasma, ne permettent généralement qu'une exposition très brève, souvent inférieure à quelques secondes, et se limitent à des analyses *post mortem* réalisées après refroidissement de l'échantillon.² Ces analyses *post mortem* et destructives (XPS, MEB, FIB, etc.) n'offrent qu'une vue partielle, localisée et figée de l'état final du matériau, sans permettre de remonter aux mécanismes dynamiques de dégradation.

Face à ces limitations, la tomographie à rayons X par synchrotron s'impose comme une technique de rupture. Les sources synchrotron de troisième génération produisent des faisceaux X ultra-intenses, hautement collimatés et cohérents, permettant d'imager en trois dimensions des matériaux denses avec une résolution submicronique, et ce en quelques dizaines de secondes.^{3,4} Combinées à des dispositifs environnementaux adaptés (fours atteignant >1500–2000 °C, atmosphères contrôlées, systèmes de mise en charge), ces lignes de lumière permettent l'acquisition d'images 3D d'un même échantillon au cours de son évolution, introduisant ainsi la notion de tomographie « 4D » (3D + temps). Le contraste de phase inhérent au faisceau synchrotron permet de visualiser avec grande sensibilité les interfaces, microfissures, porosités formées au cours de l'essai.⁴ Cette capacité à observer les transformations internes des matériaux en temps réel ouvre des perspectives inédites pour comprendre les processus d'oxydation, d'ablation ou de fissuration.

Des travaux récents ont ainsi mis en évidence la formation et la cicatrization de fissures dans des céramiques à haute température (par exemple Ti₂AlC) ou la propagation de défauts dans des composites SiC/SiC soumis à des gradients thermiques intenses.^{4,5} Ces travaux démontrent l'intérêt d'une approche *in situ* pour suivre les phénomènes transitoires jusqu'alors inaccessibles par les méthodes *post mortem*. Afin d'étendre ces possibilités aux conditions thermo-chimiques rencontrées lors de la rentrée atmosphérique, une approche

originale a été développée combinant une torche oxyacétylénique – capable de générer localement des flux thermiques intenses de l'ordre de plusieurs MW/m² – à la tomographie synchrotron à rayons X. Ce couplage permet d'exposer en continu des matériaux à base de Hf, Zr, Si, C et B à des conditions proches de l'environnement hypersonique tout en les imageant en 3D au fil du temps. L'objectif est de suivre en temps réel l'évolution ablativité et oxydative de ces systèmes complexes, et ainsi mieux comprendre les mécanismes d'endommagement qui gouvernent leur durabilité en vol.

Références :

- (1) Peters, A. B.; Zhang, D.; Chen, S.; Ott, C.; Oses, C.; Curtarolo, S.; McCue, I.; Pollock, T. M.; Eswarappa Prameela, S. Materials Design for Hypersonics. *Nat Commun* **2024**, *15* (1), 3328. <https://doi.org/10.1038/s41467-024-46753-3>.
- (2) Regan, F. J.; Anandkrishnan, S. M. *Dynamics of Atmospheric Re-Entry*; AIAA education series; American Institute of Aeronautics and Astronautics: Reston, 1993.
- (3) Barnard, H. S.; MacDowell, A. A.; Parkinson, D. Y.; Mandal, P.; Czabaj, M.; Gao, Y.; Maillet, E.; Blank, B.; Larson, N. M.; Ritchie, R. O.; Gludovatz, B.; Acevedo, C.; Liu, D. Synchrotron X-Ray Micro-Tomography at the Advanced Light Source: Developments in High-Temperature in-Situ Mechanical Testing. *J. Phys.: Conf. Ser.* **2017**, *849*, 012043. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/849/1/012043>.
- (4) Turpin, L.; Roux, S.; Caty, O.; King, A.; Denneulin, S.; Martin, É. *In Situ* Tomographic Study of a 3D-Woven SiC/SiC Composite Part Subjected to Severe Thermo-Mechanical Loads. *J Synchrotron Rad* **2022**, *29* (2), 522–531. <https://doi.org/10.1107/S1600577522000406>.
- (5) Sloof, W. G.; Pei, R.; McDonald, S. A.; Fife, J. L.; Shen, L.; Boatemaa, L.; Farle, A.-S.; Yan, K.; Zhang, X.; Van Der Zwaag, S.; Lee, P. D.; Withers, P. J. Repeated Crack Healing in MAX-Phase Ceramics Revealed by 4D *in Situ* Synchrotron X-Ray Tomographic Microscopy. *Sci Rep* **2016**, *6* (1), 23040. <https://doi.org/10.1038/srep23040>.

Comportement sous torche oxyacétylénique d'un composite C/UHTC : analyse in situ

F. Trad¹, J. Seymour¹, L. Maillé¹, T. Bourdeau¹, J. Braun², G. Couégnat¹, F. Rebillat¹

¹ Laboratoire des Composites ThermoStructuraux, UMR 5801 - CNRS - CEA - Safran - Université de Bordeaux, 3 Allée de la Boétie 33600 Pessac, France

² CEA, DAM, LE RIPULT, F-37260, Monts, France

Poster Oral

La compréhension des phénomènes d'oxydation lors d'une rentrée atmosphérique est un enjeu fondamental à cause des conditions extrêmes qui sont rencontrées : températures supérieures à 2000°C, vitesses hypersoniques au-delà de Mach 5, dans un environnement gazeux oxydant.¹ Les matériaux composites céramiques ultra-réfractaires (UHTC) sont de bons candidats pour ce type d'application^{2,3}. Ces matériaux sont connus par leur haute tenue mécanique. Ils possèdent une architecture complexe constituée d'un renfort fibreux, enrobé dans une matrice avec éventuellement un revêtement protecteur, ils peuvent résister à la fois à la chaleur et à l'oxydation.

Aujourd'hui, les techniques de caractérisation comme la MEB, la DRX ou l'EDS ne permettent pas de suivre en temps réel les mécanismes d'oxydation des matériaux, sous haut flux de chaleur et de matière. Or, les propriétés des matériaux évoluent fortement entre la température ambiante et la haute température. En effet, les phénomènes qui se produisent à la surface des protections thermiques sont complexes et impliquent de nombreuses réactions physico-chimiques à très hautes températures (dilatation thermique, recristallisation...).

Dans ce contexte, cette étude propose une approche expérimentale originale qui consiste à réaliser des essais en torche oxyacétylénique sous microtomographie de rayons X, sous synchrotron. Cette méthode est originale et n'a jamais été décrite dans la littérature. Elle permet un suivi *in-situ* du comportement du matériau durant l'essai, et ainsi de mieux comprendre les mécanismes de dégradation et de protection en conditions extrêmes. Différentes compositions du système Hf-Si-B-C ou Zr-Si-B-C ainsi que plusieurs paramètres d'oxydation (temps d'oxydation, taux d'oxygène et d'eau, angle d'incidence du flux) seront évalués.

Références :

(1) Regan, F. J. ; Anandakrishnan, S. M. Dynamics of Atmospheric Re-Entry ; American Institute of Aeronautics and Astronautics : Reston, 2000.

(2) Levine, S. R. ; Opila, E. J. ; Halbig, M. C. ; Kiser, J. D. ; Singh, M. ; Salem, J. A. Evaluation of Ultra-High Temperature Ceramics For Aero Propulsion Use. J. Eur. Ceram. Soc. 2002, 22 (14-15), 2757-2767. [https://doi.org/10.1016/S0955-2219\(02\)00140-1](https://doi.org/10.1016/S0955-2219(02)00140-1).

(3) Binner, J. ; Porter, M. ; Baker, B. ; Zou, J. ; Venkatachalam, V. ; Diaz, V. R. ; D'Angio, A. ; Ramanujam, P. ; Zhang, T. ; Murthy, T. S. R. C. Selection, Processing, Properties and Applications of Ultra-High Temperature Ceramic Matrix Composites, UHTCMCs – a Review. Int. Mater. Rev. 2020, 65 (7), 389-444. <https://doi.org/10.1080/09506608.2019.1652006>.