REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITÉ YAHIA FARES DE MÉDÉA

Faculté de **T**echnologie
Spécialité : Génie des Procédés
École Doctorale du Génie des Énergies Renouvelables

THÈSE INTITULÉE :

CONTRIBUTION À L'ÉTUDE DE LA PERMÉABILITE D'UN FLUIDE À L'INTÉRIEUR DES MATÉRIAUX CELLULAIRES

Présentée et soutenue publiquement pour obtenir le grade de
DOCTEUR D'ETAT
par

Mme HASSEIN-BEY Amel Hind

Publiquement soutenue devant les membres du jury :

Pr. BENKORTBI Othmane	Président de jury (Université YAHIA Fares, MÉDÉA)
Pr. DJAIDJAA Abdelhamid	Examinateur (Université Akli Mohand Oulhadj ,BOUIRA)
Dr. BOUAFIA Souad	Examinateur (Université USTHB, Alger)
Dr. MCA LAIDI Maamar	Examinateur Université YAHIA Fares, MÉDÉA)
Dr. MCA Belhadj Abd-Elmouneïm	Directeur de thèse (Université YAHIA Fares, MÉDÉA)
Pr. ABUDURA Salam	Co-directeur de thèse (Université YAHIA Fares, MÉDÉA)

Promotion 2021

REMERCIEMENTS

Je remercie profondément mes parents, mon époux et mes enfants ainsi que chaque membre de ma famille pour leurs soutiens moraux et physiques ainsi que pour leur encouragement aux pires des moments de désespoir.

…Merci pour leur patience.

Je remercie infiniment mon encadreur pour ses conseils, ses encouragements et son aide précieuse qui m'ont guidé tout au long de cette splendide aventure scientifique pour la quête de la connaissance et du savoir. Sans oublier les membres du jury présidé par Mr BENKORTBI qui ont accepté mon invitation en tant qu'examinateurs et mon honorer par leur intérêt et leur conseils précieux durant la soutenance.

Nous remercions tous les personnes qui ont contribué effectivement à la réussite de cette étude.

“ When modern man builds large load-bearing structures,
he uses dense solids, steel, concrete, glass.
When nature builds large load-bearing structures,
she generally uses cellular materials: wood, bone, coral.
There must be a good reason for it”

Michael F. Ashby

“It’s not nature … it is the Mighty God”

Me

TABLE DES MATIÈRES

LISTE DES FIGURES……x

LISTE DES TABLEAUX……..xix

LISTE DES ABREVIATIONS …….xxi

RESUMES ……xxiv

1 INTRODUCTION GÉNÉRALE 1

2 MATERIAUX CELLULAIRES ET PROCEDES DE FABRICATION 4

2.1 Définitions importantes.....5

2.1.1 Un matériau cellulaire 8

2.1.2 Méso-structure.....9

2.1.3 Mousse stochastique.....9

2.1.4 Mousse régulière 10

2.1.5 Structure globale d'une cellule.....10

2.1.6 Un pore/une cellule.....11

2.1.7 Une fenêtre 11

2.1.8 Un brin.....11

2.1.9 La densité relative.....11

2.1.10 La porosité 12

2.1.11 La perméabilité 12

2.1.12 La surface spécifique 12

2.1.13 La rugosité / La tortuosité.....13

Table des matières

2.2 Procédés de fabrication des matériaux cellulaires 13

2.3 Procédés de réplication 16

2.4 Propriétés structurales 17

2.5 Propriétés hydrodynamique et transport de fluides 18

2.6 Propriétés électrique ou électrochimique 18

2.7 Propriétés mécaniques 18

2.8 Application des matériaux cellulaires 19

2.9 Les défis 21

3 ÉTAT DE L'ART SUR LA PERMEABILITE DES FLUIDES DANS LES MATERIAUX CELLULAIRES 24

3.1 Les applications importantes de l'écoulement d'air à travers les matériaux cellulaires 25

3.1.1 Filtration et séparation 25

3.1.2 Diffuseurs (parsemeurs) 26

3.1.3 Contrôle de l'écoulement des fluides 26

3.2 L'importance de l'étude de la perméabilité des matériaux cellulaires 26

3.3 Méthodes de mesure expérimentales 26

3.3.1 Porosimétrie par le mercure 27

3.3.2 Techniques d'absorption des gaz (BET) 27

3.3.3 Perméamétrie 27

3.3.4 Méthode du point de bulle 28

3.4 Classification des modèles d'écoulement de fluides dans les matériaux cellulaires : 28

3.4.1 Modèles analytiques 28

3.4.2 Modèles numériques.....29

3.4.3 Modèles expérimentales 30

3.5 Lois d'écoulement de fluides dans les milieux poreux 31

3.6 Conditions de mesures importantes 37

3.6.1 Mesures en écoulement 37

3.6.2 Effet de Compressibilité 37

3.6.3 Longueurs des échantillons de mousse.....38

3.6.4 Lois d'écoulements.....38

3.6.5 Mesures des paramètres morphologiques.....39

3.7 Séjours scientifiques dédiées à cette étude et les travaux résultants.....39

4 PROCEDE DE REPLICATION PAR EXCES DE SEL : « PROCEDE RES » 42

4.1 Moussage du plomb et du zinc 43

4.2 Procédés de réplication par préforme amovible.....44

4.2.1 Transformation des poudres avec support d'espace.....44

4.2.2 Infiltration d'une préforme 45

4.3 Choix du sel et des métaux 47

4.3.1 Propriétés du sel utilisé comme préforme 47

4.3.2 Propriétés des alliages qui ont servi comme matrice métallique.....47

4.4 Démarches expérimentales 49

4.5 Procédé de réplication par excès de sel 50

4.5.1 Essais préliminaires 51

4.5.2 Etude de forme des échantillons SbS20 et SbS31 53

4.5.3 Découpage des échantillons et préparation de leur surface 54

4.5.4 Résumé du procédé de réplication par excès de sel.....59

4.5.5 Matériaux cellulaires résultants du procédé RES 60

5 CARACTERISATION STRUCTURALE DES MATERIAUX CELLULAIRES RES 63

5.1 Analyse structurelle : niveaux hiérarchiques 64

5.2 Procédure et tests 65

5.2.1 Pourquoi la microstructure des MC en Sb25%Pb ? 65

5.2.2 Caractéristiques structurelles des différents niveaux hiérarchiques des matériaux cellulaires RES 65

5.2.3 Microscopie électronique à balayage préliminaire 72

5.2.4 Analyse du film d'oxyde par EDAX JOEL JSM-6360 73

5.3 Résultats et discussions.....74

6 ÉCOULEMENT DES FLUIDES A TRAVERS LES MATERIAUX CELLULAIRES RES 80

6.1 Hypothèses de calcul 82

6.2 Mesures expérimentaux 82

6.2.1 Procédure expérimental à l'eau 82

6.2.2 Procédure expérimental à l'air.....84

6.3 Résultats et discussions.....87

6.3.1 Description de l'écoulement d'air dans les matériaux cellulaires RES 87

6.3.2 Identification des régimes d'écoulement 89

6.3.3 Lois gouvernant le flux d'air à travers les matériaux cellulaires RES ..94

6.3.4 Analyse des résidus de chaque loi d'écoulement 95

6.3.5 Propriétés d'écoulement de l'air des matériaux cellulaires RES 98

6.3.6 Effet de la longueur de l'échantillon sur les régimes d'écoulement d'air105

6.3.7 Description qualitative des matériaux cellulaires RES.....108

7 PROPRIETES ELECTROCHIMIQUES DES MATERIAUX CELLULAIRES RES 110

7.1 Les batteries acides en plomb 111

7.2 La conductivité électrique à sec.....112

7.3 Analyse des modèles de conductivité électrique des MC.....113

7.4 La conductivité électrochimique des matériaux cellulaires 114

7.5 Procédure expérimentale.....115

7.5.1 Le but de ces tests.....115

7.5.2 Reconstruction des cellules énergétiques au laboratoire 116

7.5.3 Appareillage nécessaire 117

7.5.4 Préparation des électrodes 118

7.5.5 Tests expérimentales.....118

7.6 Résultats & Discussions.....121

7.6.1 Interprétation des résultats de conductivité électrique 121

7.6.2 Interprétation des résultats du pH.....125

7.6.3 Interprétation des résultats de la différence de potentiel E.....127

7.6.4 Interprétation des résultats de température T 129

7.7 Corrélation de la conductivité électrique avec la densité relative 131

8 COMPORTEMENT MECANIQUE UNI-AXIAL DES MATERIAUX CELLULAIRES RES 133

8.1.1 Etude micromécanique 135

8.1.2 Effets des défauts et des irrégularités 136

8.1.3 Analyse du comportement de déformation à travers des résultats expérimentaux 136

8.2 Procédure expérimentale.....139

8.2.1 Préparation des échantillons 139

8.2.2 Tests de compression.....141

8.3 Résultats & Discussions.....142

9 CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES.....148

10 REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 151

ANNEXE……..……163

LISTE DES FIGURES

Figure 2.1 : Organigramme résumant le contenu du chapitre 2 concernant les matériaux cellulaires et leurs procédés de fabrication.....5

Figure 2.2: Nature cellulaire du bois et des os trabéculaire humain (a) coupe longitudinale d'un cèdre, (b) coupe transversale du même cèdre, (c) tête fémorale, (d) tibia, (e) corps vertébral [Gibson and Ashby, 1999].....6

Figure 2.3: Mousses artificielles élaborées par différents procédés: (a) par polyuréthane, (b) polyéthylène, (c) avec du Nickel, (d) avec du cuivre, (e) en céramique comme zirconia, (f) une combinaison d'alumina et silica donnant mullite, (g) en verre, (h) en polymère comme polyéther [Gibson and Ashby, 1999].....7

Figure 2.4: Organigramme des différents critères de classement des matériaux cellulaires artificiels donnant le procédé RES développé au cours de cette thèse.....8

Figure 2.5: Schéma des différentes caractéristiques structurelles et mesures dans la méso-structure des mousses [Goodall and Mortensen, 2014].....10

Figure 2.6 : Cellule unitaire tétrakaïdécaédrique idéale (cellule Kelvin) remplissant l'espace et montrant les parois, les bords et les nœuds des cellules [Simancik et al.,2002].....11

Figure 2.7: Une taxonomie des procédés de fabrication des métaux cellulaires (Wadley, 2002). Ils exploitent les voies de traitement en phase liquide, solide et vapeur. Le procédé RES étudié peut être classé sous la famille des mousses syntactiques dont l'arbre d'origine est coloré en rouge.....15

Figure 2.8: Les applications des métaux cellulaires regroupés selon le degré de la porosité ouvertes nécessaire et selon le type d'application fonctionnelle ou bien structurelle [Banhart, 2001].....21

Figure 2.9: Les multiples raisons engendrant des difficultés à trouver des applications pour les mousses métalliques.....22

Figure 3.1 : Organigramme des grands titres traités dans ce chapitre.....24

Liste des figures

Figure 3.2: Mesures de perte de charge sur divers matériaux à cellules ouvertes [Banhart, 1999]. 27

Figure 3.3 : Classification des lois d'écoulement ; le rouge marque la loi étudiée dans cette thèse : écoulement d'un fluide Newtonien monophasique à travers les matériaux cellulaires RES de porosité moyenne.....29

Figure 3.4 : Les régimes d'écoulements des fluides à travers les matériaux cellulaires [Takhanov, 2011]. 32

Figure 3.5 : Détail des stages consommés durant cette étude à fin d'atteindre l'objectif de ces recherches. 40

Figure 4.1 : Diagramme résumant les démarches du chapitre 4 analysant le procédé de réplication du sel (RES).....42

Figure 4.2 : Coupe transversale d'une mousse de plomb fabriquée par fusion sur une poudre comprimée [Simancik et al., 2002].....44

Figure 4.3: Un schéma représentatif des méthodes utilisant des supports d'espace avec des poudres métalliques [(Goodall and Mortensen, 2014]. 44

Figure 4.4: Schéma du processus de réplication ou infiltration d'une préforme pour la fabrication de mousse à cellules ouvertes [(Goodall and Mortensen, 2014].....45

Figure 4.5: Schéma du processus de fabrication de la mousse par MSP ; (a) ajout de particules de sel préchauffées et agitation, (b) compression externe via un piston perforé et (c) échantillon final de mousse après lavage du NaCl et usinage avec 79% de porosité [Jamshidi-Alashti and Roudini, 2012].....46

Figure 4.6 : Image numérique montrant la forme cubique irrégulière des particules de sel de 3,5 mm utilisées comme préforme. 47

Figure 4.7 : Premier moule conçu pour apprendre le procédé de réplication par coulé sous gravité. 50

Figure 4.8 : Défauts d'un échantillon en plomb antimonial fabriqué par réplication par coulé sous gravité. 50

Liste des figures

Figure 4.9 : Un moule parallélépipédique adapté pour le procédé RES pour fabriquer des échantillons tablettes.....51

Figure 4.10 : Photographies (a) et (b) démontrent les vues de face et de dessous respectivement de l'échantillon SbS20 obtenue par le procédé RES avec une préforme des grains de sel de 2 mm de diamètre. 53

Figure 4.11 : Photographies de l'échantillon SbS31 obtenue par le procédé RES dont le diamètre du grain de sel de préforme est de 3.15mm. (a) et (b) démontrent les vues de face et de dessous respectivement.....54

Figure 4.12 : Découpage des échantillons de SbS20 et SbS31 par électroérosion ER, (a) photographie de l'échantillon monté sur le support de la machine (b). 55

Figure 4.13 : Photographie du polissage manuel des échantillons sur papier verre de différents grades avec rinçage simultané avec de l'éthanol médical. 56

Figure 4.14 : Photographie de l'échantillon SbS20 après électroérosion sur tous les côtés, (a) face du dessus et (b) face du dessous. 57

Figure 4.15 : Photographies montrant : (a) vue de côté (épaisseur) et (b) largeur de l'échantillon SbS20 après électroérosion.....57

Figure 4.16 : Photographie mettant en évidence les pores ouverts du MC SbS20 produit par le procédé RES, après usinage par électro érosion.....58

Figure 4.17 : Photographie du moule cylindrique en acier conçu spécialement pour produire des mouse métalliques par le procédé de réplication par excès de sel au cours de cette étude. 58

Figure 4.18 : Diagramme des principales étapes du processus d'RES : fusion des métaux avec compression de l'excès de sel, refroidissement et dissolution du sel.....59

Figure 4.19 : Usage du moule durant les étapes du procédé de réplication par excès de sel. ..60

Figure 4.20 : Récupération de la partie basse non abimée après la coulée de l'échantillon SbS45, pendant le découpage (photo).....60

Liste des figures

Figure 4.21 : Photographie des matériaux cellulaires produites par le Sb25%Pb pendant cette thèse. Le diamètre des grains de sel est entre 2.5mm et 5mm (avant le découpage). 61

Figure 4.22 : Photographie des matériaux métalliques produites par le zamak5 avec le procédé RES; le diamètre allant de 2.5mm à 4.5mm. (a) vue d'échantillons allongés (b) longueur des échantillons. 61

Figure 5.1 : Organigramme représentant la suite des idées de la caractérisation microstructurale des matériaux cellulaires RES étudiée durant ce chapitre. 63

Figure 5.2 : Photographies de (a) la tomographie aux rayons X du MC SbS30, (b) avec le Tomographe du LMA-Aix-Marseille. 66

Figure 5.3 : Variations de la densité relative des matériaux cellulaires RES en fonction du diamètre du grain de sel. 69

Figure 5.4 : Variation de la porosité des matériaux cellulaires RES en fonction du diamètre du grain de sel. 69

Figure 5.5 : Uniformité du résultat du procédé RES tout au long du même échantillon SbS30. 70

Figure 5.6 : Image de distribution de la phase solide matricielle du ZkS45 ainsi que l'orientation des cellules cubiques. 70

Figure 5.7 : Histogramme des longueurs de 30 cellules représentatifs du ZkS40 (a) avant rinçage du sel, (b) après rinçage du sel. 71

Figure 5.8 : Vue générale de la dispersion des grains de sel dans la matrice métallique du SbS40 produit par le procédé RES (avant dissolution du sel). 72

Figure 5.9 : Agrandissement révélant un film qui enveloppe les grains de sel de l'échantillon SbS40 cellulaire avant le lavage du sel. 73

Figure 5.10 : La surface de la paroi cellulaire du SbS40 après dissolution du sel révélant la présence des formes granulaires. 73

Figure 5.11 : Présence d'interconnections cellulaires par le biais des micros fenêtres. 74

Liste des figures

Figure 5.12 : Agrandissement du film existant entre le grain de sel et l'alliage de plomb antimonial dans l'échantillon SbS40 obtenu avec le JOEL JSM-6360 avant la dissolution du NaCl. 75

Figure 5.13 : EDAX du SbS40 révélant la composition chimique de différentes espèces présentes dans la matrice cellulaire et le film existant entre le sel cette dernière. 75

Figure 5.14 : EDXS des cristaux laminés d'oxydes de plomb sous désignés par la croix rouge dans la Figure 53 avant rinçage du sel. 76

Figure 5.15 : EDXS des cristaux flocons de neige d'oxydes de plomb sous désignés par la croix bleu dans la Figure 53 avant rinçage du sel. 76

Figure 5.16 : EDXS de la matrice métallique cellulaire en contact avec le grain de sel du SbS40. 77

Figure 5.17 : EDAX du SbS40 révélant la composition chimique de matrice cellulaire et de la paroi interne d'une cellule après rinçage du sel. 77

Figure 5.18 : Spectre EDS représentant la composition chimique de la paroi cellulaire après dissolution du sel du SbS40. 78

Figure 6.1: Représentation du plan de raisonnement suivi lors de ce chapitre. 81

Figure 6.2: Banc d'essai à l'eau à l'IUSTI (Aix-Marseille). 83

Figure 6.3: Photographie du canal de mesure des pertes de charge de l'eau ou l'air, en différentiel à l'IUSTI. 83

Figure 6.4: Photographie de l'échantillon enveloppé par cette gaine est fermement serré aux deux embouts de la Figure 63 pour former le canal de mesure. 83

Figure 6.5: Ces deux embouts forment avec l'échantillon gainé, le canal de mesure (photo). 84

Figure 6.6: Démarches à suivre pour mesurer la perte de charge différentielle entre les deux bouts de l'échantillon RES à fin de construire la base de données nécessaire aux différentes caractérisations du matériau cellulaire. 84

Figure 6.7: Banc d'essai à l'eau à GRESPI (Reims). 85

Liste des figures

Figure 6.8: Schéma explicatif des mesures d'air en utilisant le banc d'essai illustré sur la Figure 6.7. 85

Figure 6.9: Gradient de pression mesuré, normalisé par l'épaisseur en fonction de la vitesse superficielle de l'air dans tous les échantillons RES. 87

Figure 6.10: Pertes de charge réduite en fonction de la vitesse superficielle pour les matériaux cellulaires RES. 88

Figure 6.11: Identification des différents régimes d'écoulement de l'air à travers les matériaux cellulaires RES. 93

Figure 6.12 : Les pertes de charge réduite en fonction de la vitesse superficielle de l'air pour chaque échantillon RES. 95

Figure 6.13: Comparaison entre les résidus de Forchheimer, de la loi cubique et de la loi cubique totale, pour chaque échantillon RES. 97

Figure 6.14: Analyse adimensionnelle de l'effet de la longueur de l'échantillon sur les limites du flux d'air en utilisant le nombre de cellules par longueur normalisé par le nombre de cellules par diamètre d'échantillon (NCLD). 107

Figure 6.15: (a). Photographie du sel utilisé dans le processus RES. (b). Le diamètre nominal de la cellule (D_C) 108

Figure 6.16 : Relation entre la perméabilité cubique totale K_{FC} normalisée par le diamètre de la cellule D_c carrée en termes de porosité des échantillons RES 109

Figure 7.1 : Organigramme représentant la thématique de la caractérisation électrochimique des matériaux cellulaires RES entreprise dans ce chapitre. 111

Figure 7.2 : La chimie des batteries acides au plomb BAP : (a) pendant la décharge, (b) pendant la charge, et (c) prototype de BAP (Internet). 112

Figure 7.3 : Schéma de la méthode de la sonde à quatre points pour la mesure de la conductivité électrique des mousses métalliques [Ashby et al., 2000b]. 112

Liste des figures

Figure 7.4 : Cellule électrochimique de type filtre-presse destinée en particulier à l'électrolixiviation de métaux comportant au moins une première et une seconde électrode (Wikipedia). 115

Figure 7.5 : Banc expérimentale représentant une cellule énergétique reconstruite au laboratoire. 117

Figure 7.6 : Découpage de la cathode SbS40 (photo). 118

Figure 7.7: (a) Schéma des expériences électrochimiques. (b) Photographie des deux électrodes (cathode et anode) immergées dans de l'acide sulfurique. 118

Figure 7.8 : Courbe représentant le comportement électrochimique des cellules SbSPb20, SbSPb30 et le SbSPb35 par la mesure de la conductivité électrique effective. 122

Figure 7.9 : Courbe représentant le comportement électrochimique des cellules SbSPb40, SbSPb50 et le témoin SbPb par la mesure de la conductivité électrique effective. 123

Figure 7.10 : Courbes comparant la conductivité électrique de l'acide sulfurique de toutes les cellules avec l'électrode dense SbPb standard. 124

Figure 7.11 : Courbes de pH des électrolytes pour tous les matériaux cellulaires préparés par la méthode RES. 125

Figure 7.12 : Courbes de pH des électrolytes pour tous les matériaux cellulaires préparés par la méthode RES. 126

Figure 7.13 : Courbes de pH des électrolytes pour tous les matériaux cellulaires préparés par la méthode RES. 126

Figure 7.14 : Différence de potentiel mesurée lors de la décharge spontanée des batteries. . 127

Figure 7.15 : Différence de potentiel mesurée lors de la décharge spontanée des batteries. . 128

Figure 7.16 : Représentation de la différence de potentiel délivrée par les cellules testées par rapport au matériau matriciel dense. 128

Figure 7.17 : Courbes représentants le changement de la température des cellules de SbSPb20, SbSPb30, SbSPb35 durant les tests. 129

Liste des figures

Figure 7.18 : Courbes représentants le changement de la température des cellules de SbSPb40, SbSPb50, SbPb dense durant les tests. 130

Figure 7.19 : Représentation de la température de l'électrolyte pendant les tests de tous les matériaux cellulaires préparés par le procédé RES par rapport au matériau matriciel dense montrant la stabilité thermique du système. 130

Figure 8.1: Schéma représentant le raisonnement du chapitre 8 analysant le comportement mécanique des MC RES fabriqués par le Sb25%Pb. 134

Figure 8.2: Courbe schématique de contrainte-déformation en compression pour les mousses élasto-plastiques montrant les régimes de comportement, par [(Gibson and Ashby, 1999]. . 135

Figure 8.3: Un modèle cubique pour une mousse à cellules ouvertes proposé par [(Gibson and Ashby, 1999]. 135

Figure 8.4: Les échantillons RES en Sb25%Pb préparés pour les tests de compression uni-axiale avant dissolution du sel (photo). 140

Figure 8.5: Photographie de l'élimination du sel des échantillons RES. 140

Figure 8.6: Le séchage des échantillons RES (photo). 141

Figure 8.7 : Les échantillons RES ou bien « éprouvettes » sont étiquetés et prêt pour les tests de compression (photo). 141

Figure 8.8: Photographies des étapes de compression prises dans le laboratoire des tests mécaniques du CRTI- CHERAGA. 142

Figure 8.9: Exemple sur la détermination du plateau stress du SbS25 avec la méthode des tangentes. 142

Figure 8.10: Courbes de contrainte-déformation exprimant le comportement mécanique des six échantillons des matériaux cellulaires SbS. 144

Figure 8.11 : Agrandissement des zones élastiques fournissant des superpositions des graphiques indépendamment de celle du SbS25. 144

Liste des figures

Figure 8.12: Courbe de contrainte-déformation des Deux parties différentes du même échantillon de MC SbS30 montrant la reproductibilité du processus. 145

Figure 8.13: Représentation logarithmique du plateau stress en fonction de la densité relative des échantillons obtenue par le processus RES au cours de cette étude.....146

Figure 8.14: Courbe logarithmique de la limite d'élasticité en fonction de la densité relative pour tous les matériaux cellulaires de l'étude actuelle (taille de pore de 2,5-5 mm) par rapport à celles étudiées de manière similaire dans la littérature.....147

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 4.1 : Propriétés physique et chimique du sel utilisé comme préforme. 47

Tableau 4.2 : Propriétés physiques des alliages métalliques qui ont servi comme matrice. 48

Tableau 4.3 : Dimensions des matériaux cellulaires produits par le procédé sujet de cette thèse « réplication par excès de sel » après découpage. 62

Tableau 5.1: Liste des paramètres décrivant la structure de la mousse métallique ; en fonction de la résolution, la structure géométrique et la microstructure peuvent être définies (Simancik et al., 2002). 64

Tableau 5.2 : Densité apparente et porosité de tous les matériaux cellulaires métalliques obtenues par le procédé RES 68

Tableau 6.1: Les paramètres morphologiques des matériaux cellulaires RES testés. 87

Tableau 6.2: Pourcentage de variation PCK entre la perméabilité obtenue par l'équation de Forchheimer et celle obtenue par la loi cubique totale, des matériaux cellulaires RES. 102

Tableau 6.3: Les perméabilités obtenues par deux lois différentes: la loi cubique totale et l'équation de Frochheimer de tous les régimes d'écoulement d'air à travers les matériaux cellulaires RES testées. 103

Tableau 6.4: Les coefficients inertiels obtenus par la loi cubique totale et l'équation de Forchheimer de tous les régimes d'écoulement d'air à travers les matériaux cellulaires RES testées. 103

Tableau 6.5: Les coefficients cubiques obtenus par la loi cubique totale de tous les régimes d'écoulement d'air à travers les matériaux cellulaires RES testées. 104

Tableau 6.6: Les limites des régimes d'écoulement d'air à travers les matériaux cellulaires RES. 106

Liste des tableaux

Tableau 7.1 : Conditions opératoires de toutes les batteries expérimentales testées utilisant des cathodes en matériaux cellulaires à pores ouverts obtenues par le procédé RES et des anodes denses en plomb (Pb).....120

Tableau 8.1: Morphologie géométrique et propriétés mécaniques des matériaux cellulaires Sb25%Pb obtenus avec le procédé de réplication de l'excès de sel (RES). 143

ABBREVIATION & NOMENCLATURE

ϕ_t: diamètre des tamis 49

σ_y*: la limite d'élasticité du MC 136

σ_y: la limite d'élasticité 136

σ_y: la limite d'élasticité du métal dense 136

Al: aluminium 47

a_s: surface spécifique 13

BAP: batteries acides au plomb 112

BET: la methode Brunauer-Emmett-Teller 13

CEE: conductivité électrique effective 122

CO_2: dioxyde de carbone 43

Cu: cuivre 47

d_c: diamètre de cellule 11

d_p: diamètre du pore 11

d_s: diamètre du brin 11

d_w: diamètre de fenêtre 11

ER: découpage par électroérosion 55

H_2SO_4: acide sulfurique 121

i.e.: à savoir /notamment 6

IUSTI: Institut Universitaire des Systèmes Thermiques Industriels 59

K^*/K: la conductivité électrique effective relative 114

K*: conductivité électrique de l'acide sulfurique 124

K: conductivité électrique d'un métal 113

K: perméabilité 12

L: longueur du milieu poreux 13

L_e: trajet effectif tortueux 13

l_s: longueur du brin 11

m: masse globale de la mousse (kg) 68

MC: matériau cellulaire 5, 18

MCI: moteur à combustion interne 112

Mg: magnésium 47

M_s: masse molaire du sel 47

MSP: melt squeezing procedure i.e Procédure de press à l'état fondu 46

NaCl: chlorure de sodiumou sel de table 46

Pb: plomb 47

PbO_2: dioxyde de plomb 112

POD: Profondeur de décharge 112

r: la résistivité électrique 113

RES: procédé de réplication par excès de sel 53

RES: réplication par excès de sel 7

Ru: rugosité 13

Sb: antimoine 47

SiC: carbure de silicium 57

Sn: étain 43

$T°_{max}$: température maximale du four à moufle 49

T_{fusion}: température de fusion d'un métal (ou bien point de fusion) 48

TiH_2: titanium hydride 43

V: volume de la mousse (m^3) 68

XCT: X-ray computed tomography 13, 18

Zk5: zamak 5 47

Zn: zinc 47

ZrH_2: zirconium hydride 43

ε: porosité 12

ρ/ρ_s: densité relative ou fraction volumique 18

ρ_a: densité de l'alliage dense 47

ρ_s: densité du sel 47

τ: tortuosité 13

الملخص

المواد الخلوية هي مواد تتكون من مصفوفة صلبة ذات فراغ مترابط مثل الإسفنج الطبيعي .إنها مهمة جدًا في حياتنا الصناعية . إن عمليات تصنيع هذه المواد الخلوية (تسمى أيضًا الرغوة المعدنية) حاسمة جدًا في استخدامها.

موضوع هذه الرسالة هو دراسة نقل السوائل من خلال المواد الخلوية التي أدت إلى إنشاء الرغوات المعدنية الخاصة بنا .أدى تحسين عملية تكرار الملح الشهيرة إلى إنشاء طريقة جديدة لصنع هذه المواد سميت: عملية التكرار باستعمال الملح الزائد.

توصف هذه العملية بأنها بسيطة وعملية وغير مكلفة .يمكن تلخيصها في أربع مراحل رئيسية ، وهي: صهر المعادن وانسيابها، والضغط بواسطة الملح الزائد ، وتصلب المصفوفةالمعدنية وتبريدها ، وفي الأخير التخلص من الملح بإذابته. تتطلب هذه الطريقة معادن ذات قابلية جيدة للتدفق و هي منصهرة تحت تأثير الجاذبية .للقيام بذلك ، تم اختيار خليطين معدنيين متاحتين تجاريًا تقل درجة حرارة انصهارهما عن درجة حرارة انصهار الملح (و هي 801 درجة مئوية): الرصاص الأنتيموني بنسبة 25٪ (Sb25%Pb) والزاماك 5 (zamak 5) حيث أن درجات حرارة انصهارهما تقترب من 450درجة مئوية.

يتم وزن جزيئات الملح (NaCl) ذات الحجم الموحد بحيث يكون هناك فائض من الملح الذي سيتم ضغطه في نهاية اندماج المعادن المنصهرة وتسللها الى داخل المسامية المفتوحة الموجودة بين هذه الجسيمات .يتم حساب كمية هذه المعادن حتى لا تتجاوز الملح الزائد المطلوب .هذا الضغط للملح الزائد سيسمح بالاتصال بين حبيبات الملح وبالتالي تجنب تجمعات الملح التي لا تتسرب إليها المعادن المنصهرة من جهة .وتشكيل مسامية مغلقة من ناحية أخرى .بعد تجمد المعدن وتبريده ، يذاب الملح تمامًا في الماء .والنتيجة هي رغوة معدنية ذات مسامية مفتوحة يطابق هيكلها المعدني بالتفصيل نموذج التشكيل الملحي المذاب. وبالتالي يتم إنتاج رغاوي منتظمة ذات كثافة مضبوطة وحجم المسام مضبوط.

المواد الخلوية التي تم الحصول عليها عبارة عن رغاوي معدنية ذات خلايا مفتوحة مع مسامية تتراوح من 46٪ إلى 66٪ بالنسبة لـSb25%Pb ومن 58٪ إلى 65٪ بالنسبة لـzamak 5 ويتنوع متوسط حجم المسام من: 2 إلى 5 مم للمعدن الأول ومن 2.5 إلى 4.5 مم للمعدن الثاني.

من أجل فهم أفضل لخصائص هذه المواد الخلوية وخصائصها الجوهرية الناتجة عن عملية التصنيع هذه، حدثت العديد من التوصيفات: النفاذية ، المجهرية ، الميكانيكية ، الكهروكيميائية .سمحت لنا هذه التوصيفات ببناء قاعدة بيانات تجريبية ممتازة سيتم استخدامها قريبًا في طرق النمذجة الرقمية.

تمت دراسة تدفق الهواء من خلال رغاوي RES المنتجة من الzamak 5 وقد ثبت أن القانون الذي يحكم تدفق الهواء أحادي الاتجاه عبر هذه الرغوات هو قانون التكعيب الكامل .تم حساب معامل النفاذية والقصور الذاتي لخمسة عينات بقطر خلية يتراوح بين 2.5 و 4.5 مم وتم تركيب الارتباط التجريبي .

تمت دراسة البنية الدقيقة لهذه المواد بالمسح بالمجهر الإلكتروني .إن وجود طبقة رقيقة حول حبيبات الملح في رغاوي Sb25%Pb قد أدى اثناء البحث المجهري الدقيق نحو التحليل النوعي والكمي بواسطة MEB المقترن ب EDAX قبل وبعد التخلص من الملح .لم يلاحظ أي غلاف في رغاوي zamak 5 بعد ازالة الملح.

كما تمت دراسة الاستجابة الكهروكيميائية وكذلك الاستقرار الحراري لمحاكاة لخلية ظاقوية في المختبر، على غرار mاستجابة بطارية حمضية من الرصاص .تمت دراسة أداء الأقطاب المصنوعة من الرغاوي المحضرة بطريقة RES مقارنة بالأقطاب العادية المصنوعة من معدن كثيف من نفس التركيبة لتطبيق محتمل للرغاوي الخلوية في هذا المجال.

يتم إجراء اختبارات الضغط الميكانيكية من أجل تقييم سلوك Sb25%Pb التي يتم الحصول عليها أثناء هذه الدراسة كدالة لخصائصها المجهرية .تتم مقارنة البيانات الحالية وكذلك تلك المدرجة في الأدبيات الخاصة بالضغط الحقيقي وفقًا للتشوه الحقيقي مع نموذج Gibson-Ashby المستخدم بشكل شائع .تعتمد الخواص الميكانيكية للرغاوي المحضرة بطريقة RES بالكامل على أبعاد الخلايا والخصائص الفيزيائية لمعادن المصفوفة المستعملة.

الكلمات المفتاح: *رغاوي مفتوحة الخلايا، عملية التكرار، المسامية، بطارية حمضية من الرصاص، منحنى الضغط-التشوه، صور المسح بالمجهر الإلكتروني، بطارية حمضية، الناقلية.*

LE RÉSUMÉ

Les matériaux cellulaires sont des matériaux constitués d'une matrice solide avec un vide interconnecté comme les éponges naturels. Ils sont d'une très grande importance dans notre vie industrielle. Les procédés de fabrication de ces matériaux cellulaires (appelés aussi mousses métalliques) sont très décisifs dans leurs emplois.

Le thème de cette thèse est l'étude des transports de fluide à travers des matériaux cellulaires ce qui a poussé à créer nos propres mousses métalliques. L'amélioration du fameux procédé de réplication du sel a conduit à la création d'une nouvelle méthode de faire, baptisée : procédé de réplication par excès de sel (RES).

Ce procédé est qualifié de simple, pratique et peu couteux. Il se résume en quatre principales étapes à savoir : fusion et infiltration du métal, pression par l'excès de sel, solidification et refroidissement de la matrice et en fin dissolution du sel. Il nécessite des métaux de bonne coulabilité sous effet de la pesanteur. Pour se faire deux alliages commercialement disponibles et dont la température de fusion est au-dessous de celle du sel (801°C) ont été choisis : le plomb antimonial à 25% d'Sb et le zamak 5 dont les températures de fusions sont autour de 450°C.

Des particules de sel (NaCl) de taille uniforme sont pesées de façon à avoir un excès de sel qui sera comprimé à la fin de la fusion des alliages et l'infiltration de la porosité ouverte existante entre ces particules, par ces alliages liquides. La quantité de ces derniers est calculée de manière à ne pas dépasser l'excès de sel désiré. Cette compression par excès de sel permettra le contact des grains de sel et évités ainsi les agglomérations de sel non infiltrés par l'alliage fondues d'une part. Et la formation de porosité fermée d'autre part. Après solidification et refroidissement du métal, le sel est complètement dissout dans l'eau. Le résultat est une mousse métallique à porosité ouverte dont la structure réplique en détail le négatif de la préforme en sel. Des mousses régulières de densité et de taille de pore contrôlées sont ainsi produites.

Les matériaux cellulaires obtenus sont des mousses métalliques à cellules ouvertes d'une porosité allant de 46% à 66% pour le Sb 25% Pb et de 58% à 65% pour le zamak 5. La taille de pore moyenne est variée de : 2 à 5mm pour le premier alliage et de 2.5 à 4.5mm pour le second.

Afin de mieux connaitre les caractéristiques et les propriétés intrinsèques de ces matériaux cellulaires produits par ce procédé de fabrication, et proposer ainsi un emploi qui les convient ; différentes caractérisations ont eu lieu : perméamétrique, microstructurale, mécanique, électrochimique. Ces caractérisations nous ont permis de construire une excellente base de données expérimentale qui servira prochainement dans des modélisations numériques.

Le flux d'air à travers les mousses RES produites par l'alliage de zamak 5 est étudié. Il a été établi que la loi régissant le flux d'air unidirectionnel à travers ces mousses était la loi cubique totale. La perméabilité et le coefficient d'inertie de cinq échantillons dont les diamètres des cellules sont compris entre 2,5 et 4,5 mm ont été calculés et une corrélation empirique a été ajustée.

L'architecture de ces matériaux est caractérisée par microscopie électronique à balayage. La présence d'une couche fine autour des grains de sel dans les mousses du plomb 25% antimonial a guidé les recherches microstructurales vers une analyse qualitative et quantitative par MEB couplé avec EDAX avant et après élimination du sel. Aucun film n'a été remarqué dans les mousses en zamak 5 après rinçage du sel.

La réponse électrochimique ainsi que la stabilité thermique d'une cellule reproduite en laboratoire, similaire à celle d'une batterie plomb-acide avec de l'acide sulfurique, ont également été étudiées (car ce type d'alliage Sb25%Pb est tant convoité dans ce domaine). La

performance électrochimique des cathodes fabriquées à partir des mousses RES en plomb antimonial a été étudiée en tant que matériau cellulaire par rapport à une cathode fabriquée à partir de l'alliage dense de la même composition pour une amélioration possible du rendement électrique de ces batteries à travers l'emploi des mousses cellulaires dans ce domaine.

Des essais mécaniques en compression sont réalisés dans le but d'évaluer le comportement des mousses RES de plomb antimonial à 25% en fonction de leurs paramètres microstructuraux. Les données obtenues ainsi que celles cités dans la littérature pour la contrainte réelle en fonction de la déformation réelle sont confrontées au modèle communément utilisé de Gibson-Ashby. Les propriétés mécaniques des mousses préparées par la méthode RES dépendent entièrement des dimensions des cellules et des propriétés physiques de l'alliage de la matrice.

Mots clés : *Mousse à cellules ouvertes, processus de réplication, porosité, batteries acide en plomb, contrainte-déformation, images MEB, batterie acide, conductivité.*

ABSTRACT

Cellular materials are materials made up of a solid matrix with an interconnected vacuum like natural sponges. They are very important in our industrial life. The manufacturing processes of these cellular materials (also called metallic foams) are very decisive in their use.

The theme of this thesis is the study of fluid transport through cellular materials which led to the creation of our own metallic foams. The improvement of the famous salt replication process has led to the creation of a new method called: excess salt replication process.

This process is described as simple, practical and inexpensive. It can be summarized in four main stages, namely: melting and infiltration of the metal, pressure by excess salt, solidification and cooling of the matrix and at the end dissolution of the salt. It requires metals of good flowability under the effect of gravity. Two commercially available alloys whose melting temperature is below that of salt (801°C) were chosen: antimonial lead at 25% Sb and zamak 5 whose melting temperatures are around 450°C.

Particles of salt (NaCl) of uniform size are weighed so that to have an excess of salt which will be compressed at the end of the fusion of the alloys and the infiltration of the open porosity existing between these particles, by these liquid alloys. The amount of these metals is calculated so as not to exceed the desired excess salt. This compression by excess of salt will allow contact of the grains of salt and thus avoid agglomerations of salt not infiltrated by the alloy melted on the one hand. And the formation of closed porosity on the other hand. After the metal has solidified and cooled, the salt is completely dissolved in water. The result is a metallic foam with open porosity whose structure replicates in detail the negative of the salt preform. Regular foams of controlled density and pore size are thus produced.

The cellular materials obtained are metallic foams with open cells with a porosity ranging from 46% to 66% for Sb 25% Pb and from 58% to 65% for zamak 5. The average pore size is varied from: 2 to 5mm for the first alloy and from 2.5 to 4.5mm for the second metal.

In order to better understand the characteristics and intrinsic properties of these cellular materials produced by this manufacturing process, and thus to suggest a suitable use for them; different characterizations have been performed: permeametric, microstructural, mechanical, electrochemical. These characterizations have enabled us to build an excellent experimental database which will soon be used in numerical modelling.

The airflow through the ESR foams produced by zamak 5 alloy is studied. It was established that the law governing the unidirectional air flow through these foams was the full cubic law. The permeability and inertia coefficient of five samples with cell diameter between 2.5 and 4.5mm were calculated and empirical correlation fitted.

The architecture of these materials is characterized by scanning electron microscopy. The presence of a thin layer around the salt grains in the 25% antimonial lead foams guided the microstructural research towards a qualitative and quantitative analysis by SEM coupled with EDAX before and after salt elimination. No film was observed in the zamak 5 foams after washing out the salt.

The electrochemical response as well as the thermal stability of a cell reproduced in the laboratory, similar to that of a lead-acid battery with sulphuric acid, were also studied (as this type of Sb25%Pb alloy is particularly solicited in this domain). The electrochemical performance of cathodes made from ESR foams was studied as a cellular material compared to a cathode made from the dense alloy of the same composition (Sb25%Pb), for a possible improvement in the electrical efficiency of these batteries through the use of cellular foams in this field.

Mechanical compression tests are carried out in order to evaluate the behavior of 25% antimonial lead foams obtained by replication as a function of their microstructural parameters. The present data as well as those listed in the literature for the true stress according to the true strain are compared with the commonly used Gibson-Ashby model. The mechanical properties of the foams prepared by the ESR method depend entirely on the dimensions of the cells and the physical properties of the matrix alloy.
Keywords: *Open cell foam, replication process, porosity, lead-acid batteries, stress-strain, SEM images, acid battery, conductivity*

1 INTRODUCTION GÉNÉRALE

Depuis leurs création au début des années 1940s jusqu'à nos jours nous ne faisons que découvrir de plus en plus l'intérêt diverse des matériaux cellulaires. Ils sont employés selon le type de la cellule qu'il soit ouvert ou fermé, selon les propriétés mécaniques, électrochimiques, acoustiques ou thermiques de leur matrice cellulaire dans des domaines de véhicules comme absorbeurs de chocs ou bien pour alléger les structures des transports comme les avions. Nous les trouvons dans les constructions et les bâtis comme isolants acoustiques légers. On peut profiter de leur surface spécifique importante dans des réactions de catalyses. Leurs perméabilités aux fluides les rendent favorables comme des filtres et s'ils sont inertes, ils sont employés comme implants en médecine surtout en cas d'accidents. La conductivité thermique élevée ou basse est bénéfique dans les deux cas dans les échangeurs de chaleur ou comme isolant thermiques. Les propriétés électriques et chimiques rendent ces mousses métalliques très compétitifs dans le domaine des piles. Donc ces matériaux cellulaires se trouvent partout dans les branches des énergies renouvelables qui sont la base de notre vie actuelle.

Il a été établis pas mal de foie par différentes études que le procédés de fabrications de ces matériaux cellulaires est très décisifs dans leur emploi. Car chaque méthode de fabrication utilise un métal précis dans des conditions spéciales ce qui donne une structure spécifique pour chaque matériau poreux. On trouve des matériaux cellulaires à base de polymères, céramique ou métal ; à cellules fermées ou ouvertes ; hyper poreux (porosité > 95%) ou bien dense. Les polymères semblent être insuffisamment rigides et les céramiques sont trop cassantes. Nous avons choisie de travailler avec les métaux car ils sont stable à hautes températures et sont complétement recyclables évitant ainsi la pollution de l'environnement.

Du fait de leur architecture à la foi complexe et très particulière et de leur intérêt industriel qui doit équilibrer le cout d'élaboration et l'efficacité du procédé de fabrication, les recherches académiques s'intensifient visant à mieux comprendre et métriser ce dernier. Ces études permettent aussi de relier les paramètres structuraux de la matrice métallique aux différentes propriétés physico-chimiques, mécaniques…. Afin d'optimiser et contrôler la fabrication de structures poreuses spécifiques à des fin bien déterminés sans pertes de temps ni de matière première.

Chapitre 1 : Introduction générale

Nous avons choisi dans cette étude de contribuer à la mise en place d'un procédé de fabrication simple et peu couteux basé sur la création de matériaux cellulaires (appelé aussi mousses métalliques) avec des alliages métalliques disponibles dans le marché et le sel qui n'est pas cher.

Cette thèse explique comment les mousses d'alliage d'antimoine et de zinc peuvent être obtenues en utilisant une nouvelle procédure pour éviter les déchets métalliques oxydés supplémentaires sans agitation, ce qui peut changer les dimensions des particules de NaCl provoquant des gaz indésirables potentiels emprisonnés à l'intérieur du matériau cellulaire.

Ce procédé repose sur l'infiltration d'une préforme en sel par l'alliage fondu sous effet de la gravité. Ce procédé appartient à la famille des procédés de réplication du sel qui donne des mousses métalliques irrégulières mais qui ont des pores uniformes après élimination du sel. Ce procédé a été nommé : « procédé de réplication par excès de sel » (procédé RES).

La maitrise de ce procédé nécessite la caractérisation des mousses qui en résultent. Ce qui nous a menés à explorer la microstructure des pores avant et après le rinçage du sel.

Les mousses métalliques sont des matériaux émergents, qui suscitent de plus en plus l'intérêt des chercheurs scientifiques à causes de leurs propriétés physiques et chimiques dépendant de la structure cellulaire et du type de l'alliage utilisés. Une multitude de procédés ont été développés depuis plus d'un demi-siècle en vue d'optimiser ou d'améliorer les performances thermomécaniques, hydrauliques, ou acoustiques des mousses à pores ouverts à fin de les employer dans les différents domaines de l'industrie et de la vie (Bo-Young Hur, 2011) : aérospatial, naval, transports routier, armement, bâtiment et construction, santé…

Parmi ces méthodes de fabrication, nous avons choisi d'améliorer le procédé d'infiltration d'une préforme en poudre soluble (Goodall.R. and Mortensen.A., 2014) « infiltration of a preform », et de travailler avec des matériaux peux étudiés (M.F. Ashby, 2000), à fin d'enrichir la base de données des mousses ; et pour les proposer dans différents domaines très intéressants d'énergies renouvelables (M. Odabaee, 2009) . Ce nouveau procédé est très pratique et a donné des mousses à cellules ouvertes de différentes formes (cylindriques ou parallélépipédiques), de différentes densités relatives et tailles des pores. Les mousses obtenues ont fait l'objet de différentes caractérisations : microscopique, hydraulique, mécanique….pour établir la relation entre leur caractéristiques morphologiques, les paramètres du procédé d'élaboration et les différentes propriétés de ces matériaux cellulaires

Le travail a été organisé autour de trois thèmes principaux:

- Apres l'étude de la littérature pertinente concernant les matériaux cellulaires, de leurs procédés de fabrication et de leur perméabilité dans le 1er et le 2 eme chapitre; la compréhension du procédé de réplication par excès de sel et la maitrise de ses étapes sont abordées dans le chapitre 3.
- L'analyse microstructurale des mousses résultantes de ce nouveau procédé de fabrication est exposée dans le chapitre 4.
- Avant de pouvoir proposer ces matériaux cellulaires dans le domaine industriel, une série de caractérisations importantes s'imposent à savoir : perméamétrique (chapitre 5), électrochimique (chapitre 6) et mécanique (chapitre 7).

Cette thèse a bénéficié de bourses à l'étranger à fin de pouvoir finaliser ces caractérisations en collaborations avec des laboratoires comme l'IUSTI et le LMA à AIX-MARSEILLE et le GRESPI à REIMS (détaillées à la fin du chapitre 2). Cette coopération a produit des publications :

Article publié (*peer reviewed*)

A.H. Hassein-Bey, A.-E. Belhadj, A. Gavrus, S. Abudura, Elaboration and Mechanical-Electrochemical Characterisation of Open Cell Antimonial-lead Foams Made by the "Excess Salt Replication Method" for Eventual Applications in Lead-acid Batteries Manufacturing, Kemija u industriji: Časopis kemičara i kemijskih inženjera Hrvatske, 69 (2020) 387-398.

Article en cours de révision/soumis (*peer reviewed)*

A.H. Hassein-Bey, A.-E. Belhadj, Experimental investigation of fluid flow through zinc open cell foams produced with Excess salt replication process.

Actes de conferences internationals (*peer reviewed)*

Amel Hind HASSEIN-BEY, Abd-Elmouneïm BELHADJ, Absorption measurement of acoustic waves and characterization of the properties until rupture of the porous materials of the Sn-Pb50 binary alloy, the 2nd International Workshop on Signal Processing Applied to Rotating Machinery Diagnostics, SIGPROMD'2018, Algeria, accepted for publication.

Amel Hind HASSEIN-BEY, Abd-Elmouneïm BELHADJ, ABUDURA, Salam, Mechanical properties and energy absorption characterization of compressive deformation of Tin-Lead metallic foam with open cells, 28th IUPAP Conference on Computational Physics (CCP) in 2016, South Africa, accepted as type Poster presentation.

Ces travaux sont simplement intégrés en annexe à la fin de la thèse.

2 MATERIAUX CELLULAIRES ET PROCEDES DE FABRICATION

L'intérêt envers les mousses métalliques date des années 1940, lorsque Sosnick (Benjamin, 1948) a déposé un brevet sur un procédé de production impliquant la vaporisation de constituants à bas point de fusion d'alliages métalliques. D'autres publications et brevets ont suivi au cours des deux décennies suivantes, couvrant des concepts tels que celui d'injecter du métal dans les interstices autour de particules dites «support d'espace», qui sont ensuite éliminées; ou bien la dispersion de particules, qui dégageront du gaz par réaction chimique ou décomposition thermique.

Toutefois; en général, la recherche sur la production et les performances des métaux cellulaires est restée faible jusqu'aux années 1990, lorsqu'une accélération substantielle s'est produite. C'est maintenant un sujet de recherche qui reçoit un haut niveau d'attention ; Il dispose de ses propres conférences notamment les conférences « MetFoam » et « CellMat » et diverses applications industrielles sont actuellement explorées.

Comme pour tous les matériaux, il existe dans les métaux poreux un lien intime entre la nature et la microstructure du matériau d'une part, et ses propriétés d'autre part. Ce lien n'a jamais été simple ; dans les métaux poreux, il est d'autant plus complexe car les pores donnent au matériau un niveau de structure supplémentaire situé entre la structure globale de la pièce métallique (la forme et la macrostructure de la pièce) et la structure interne du métal ou de l'alliage dont il est composé (la microstructure). Ce niveau supplémentaire de structure décrit la forme et l'échelle des pores. Il est souvent appelé "méso-structure" ou "architecture" du matériau poreux, et influence grandement ses propriétés. Pour donner un exemple de base : il existe deux grandes classes de matériaux cellulaires, à savoir les matériaux "à cellules ouvertes", dans lesquels la porosité est interconnectée, et les matériaux "à cellules fermées", dans lesquels chaque cellule est entourée par le métal. Les premiers sont plus faibles que les seconds, mais ils peuvent "respirer". En effet, les matériaux à cellules ouvertes peuvent être infiltrés par un gaz ou un liquide, qui peut circuler à travers eux en passant par le métal. Les métaux micro-cellulaires à pores ouverts peuvent donc être utilisés dans toute une série de nouvelles applications, par exemple dans la catalyse, la conversion d'énergie ou la gestion thermique.

Bien sûr, tous les types de matériaux cellulaires ont tendance à être relativement légers et à avoir une rigidité spécifique élevée, mais ces caractéristiques dépendent généralement principalement de la teneur en pores, alors que de nombreuses autres propriétés sont beaucoup plus sensibles à la microstructure (structure cellulaire et nature des parois cellulaires).

Le contenu de ce chapitre résumé dans l'organigramme suivant (Figure 2.1), est détaillé dans les titres qui suivent :

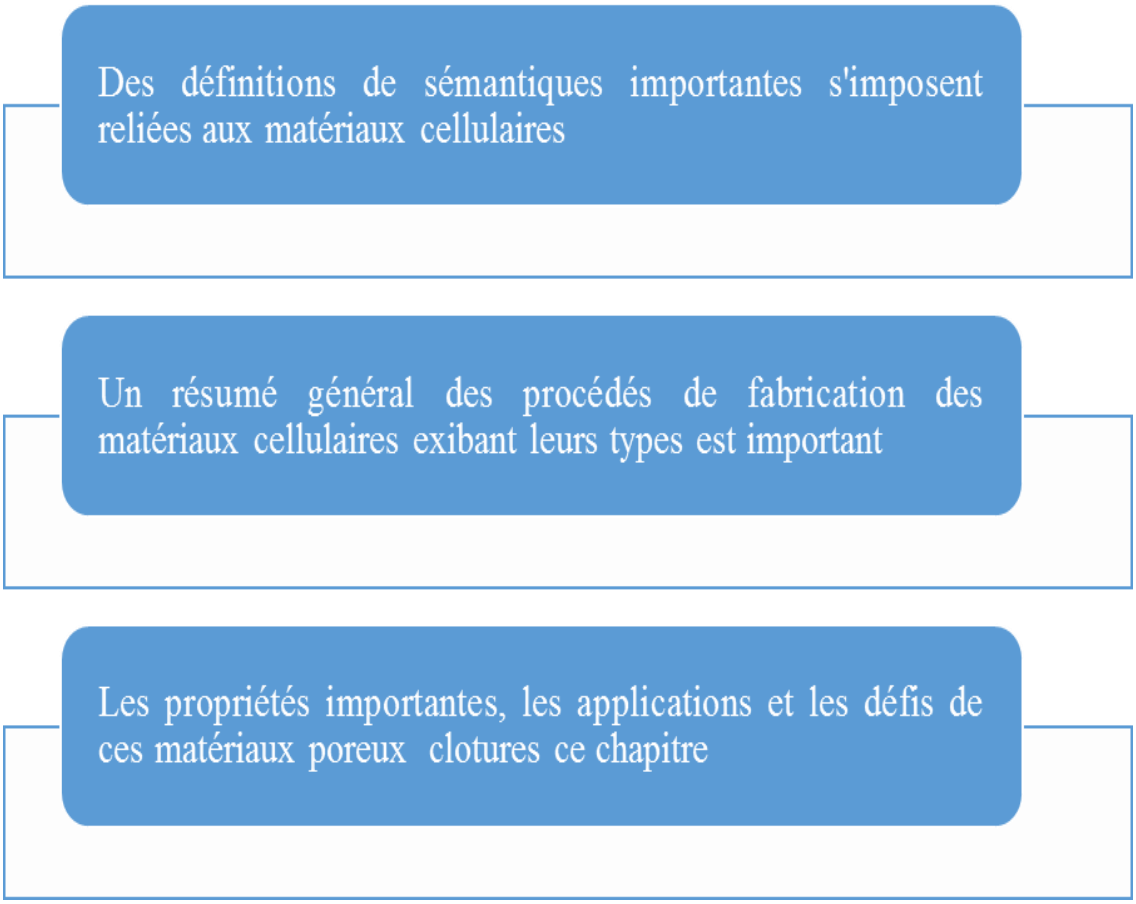


Figure 2.1 : Organigramme résumant le contenu du chapitre 2 concernant les matériaux cellulaires et leurs procédés de fabrication

2.1 Définitions importantes

Nous trouvons souvent les matériaux cellulaires (MC) dans la nature créés à des fins constructives ou fonctionnelles (par exemple le bois ou les os de la Figure 2.2 (Gibson and Ashby, 1999)).

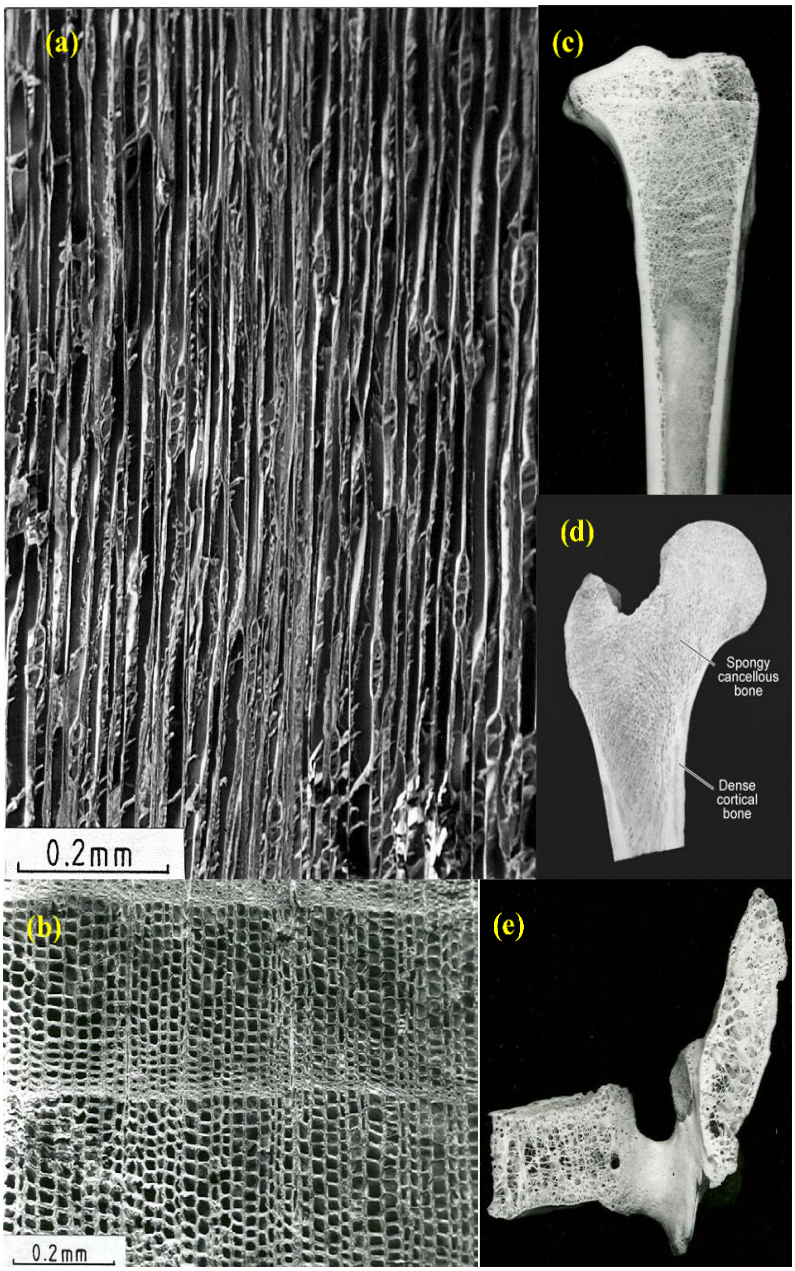


Figure 2.2: Nature cellulaire du bois et des os trabéculaire humain (a) coupe longitudinale d'un cèdre, (b) coupe transversale du même cèdre, (c) tête fémorale, (d) tibia, (e) corps vertébral [Gibson and Ashby, 1999].

Par analogie, l'Homme a fabriqué ses propres MC artificiel (Figure 2.3 (Gibson and Ashby, 1999)). Ces méthodes de fabrication peuvent être classées selon plusieurs critères. Selon les caractéristiques de connectivités des cellules, ils peuvent être structurés ou non, sinon selon l'architecture des pores i.e. stochastiques ou réguliers.

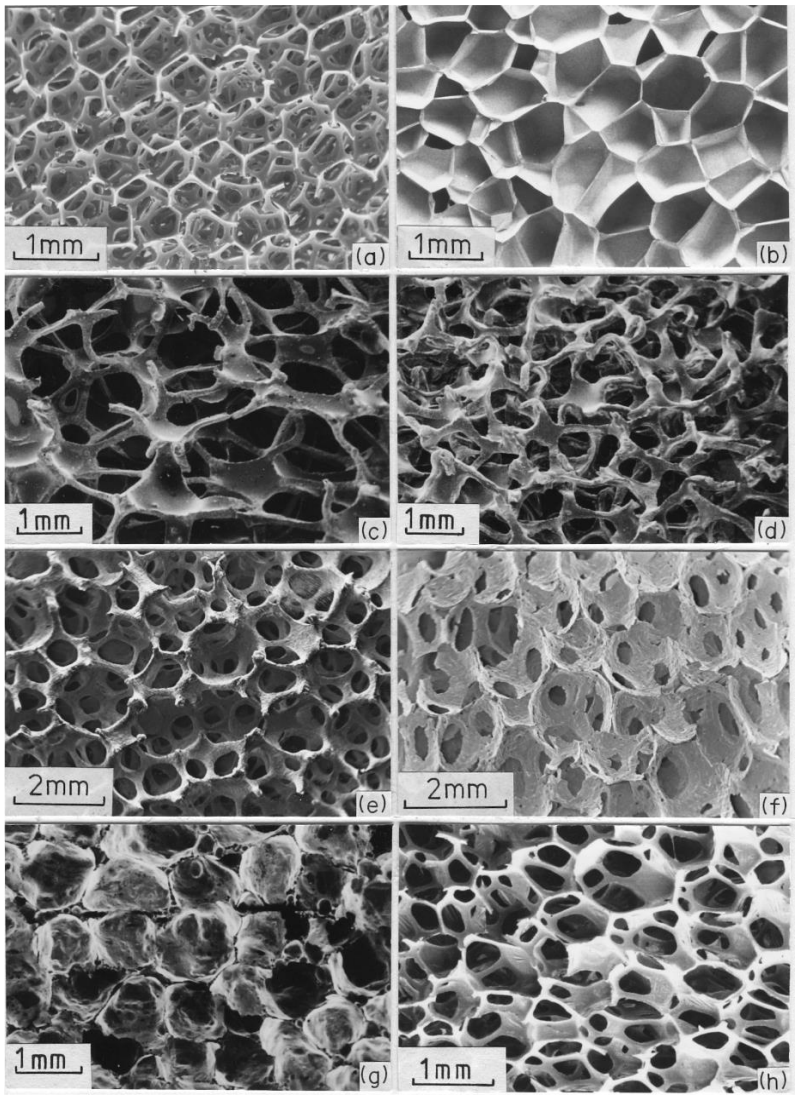


Figure 2.3: Mousses artificielles élaborées par différents procédés: (a) par polyuréthane, (b) polyéthylène, (c) avec du Nickel, (d) avec du cuivre, (e) en céramique comme zirconia, (f) une combinaison d'alumina et silica donnant mullite, (g) en verre, (h) en polymère comme polyéther [Gibson and Ashby, 1999].

Comme nous pouvons les classer selon le type des cellules : fermées ou ouvertes déjà évoqué précédemment. Figure 2.4 résume globalement les critères de classement des matériaux cellulaires artificiels. Le procédé développé durant cette étude nommé « procédé de réplication par excès de sel » (RES), donne un matériau cellulaire de type mousse métallique à porosité intermédiaire dont l'état initial du métal est liquide. Sachant que la porosité intermédiaire est limitée entre 30% et 90%.

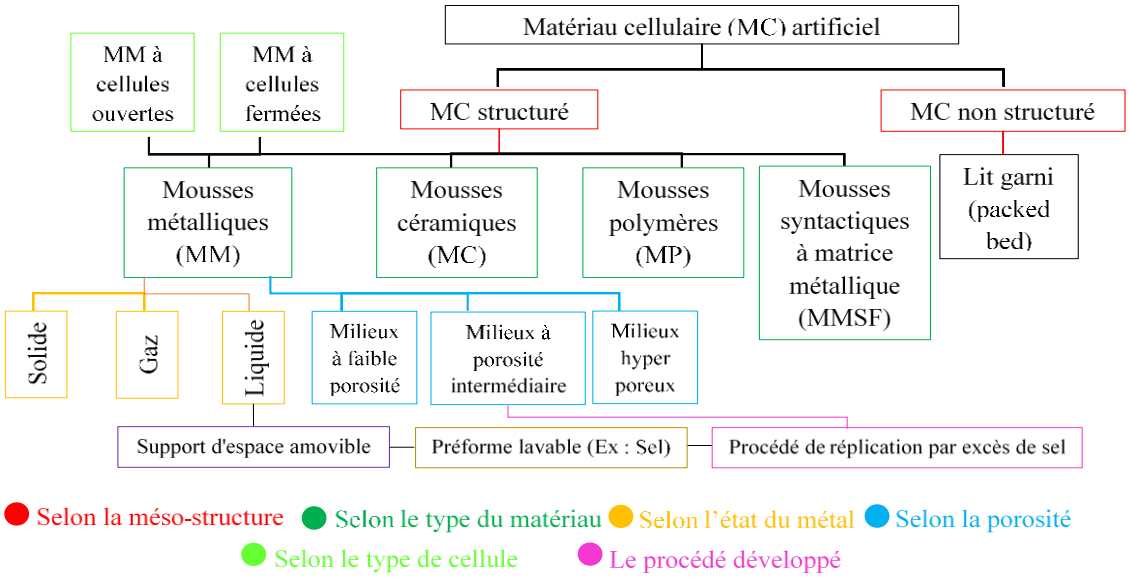


Figure 2.4: Organigramme des différents critères de classement des matériaux cellulaires artificiels donnant le procédé RES développé au cours de cette thèse.

La fabrication d'une mousse à partir d'un métal, par opposition à un polymère, augmente la rigidité, la plage de température de fonctionnement et la résistance à de nombreux solvants (organiques), tandis que, par rapport à une mousse céramique, des avantages importants sont attendus en termes de ténacité, de conductivité (thermique et électrique) et de plasticité.

Avant d'explorer la structure globale d'une cellule, quelques définitions concernant la sémantique durant cette étude s'imposent.

2.1.1 Un matériau cellulaire

Bien que Banhart (Banhart, 2000) estime être judicieux de bien différencier et définir au vrai sens des mots les termes relatifs à chaque matériau poreux comme suit :

- Métaux cellulaires : le terme le plus général, qui désigne un corps métallique dans lequel sont dispersés des vides de toute sorte. La phase métallique divise l'espace en cellules fermées qui contiennent la phase gazeuse.
- Métaux poreux : un type spécial de métal cellulaire, limité à un certain type de vides : Les "pores" sont généralement ronds et isolés les uns des autres.
- Mousses métalliques (solides): une classe spéciale des métaux cellulaires. Elles proviennent des mousses métalliques liquides et leur morphologie est donc limitée. Les cellules sont fermées, rondes ou polyédriques, et séparées les unes des autres par des films minces.
- Éponges métalliques : désigne une morphologie particulière d'un métal cellulaire avec des vides généralement interconnectés.

Il est clair que les trois derniers termes ne sont qu'un cas spécial du premier nom général qui est les métaux cellulaires. Et que ces appellations découlent de différences existantes concernant la connectivité entre les cellules et leurs formes.

Cependant, la majorité des chercheurs ont communément adopté l'indifférence terminologique : (Lefebvre et al., 2008) définissent les métaux cellulaires et les mousses métalliques comme étant des métaux dont les pores sont délibérément intégrés dans leur structure. Les termes "métaux cellulaires" ou "métaux poreux" sont des expressions générales qui se réfèrent aux métaux présentant un grand volume de porosités, tandis que les termes "métal moussé" ou "mousses métalliques" s'appliquent aux métaux poreux produits par des procédés où le moussage a lieu. Par ailleurs, le terme éponge métallique désigne des matériaux très poreux présentant une porosité complexe et interconnectée, dont la porosité ne peut être subdivisée en cellules bien définies.

(Goodall and Mortensen, 2014) considèrent une "mousse métallique", et aussi un "métal micro cellulaire", comme tout matériau métallique très poreux ayant une méso-structure et une microstructure régulières, qu'il soit fabriqué par moussage ou autrement. C'est ce que l'on a maintenant l'habitude de considérer dans la littérature y compris durant cette thèse, bien que la plupart de ces mousses métalliques ne soient pas vraiment des "mousses" au sens strict du terme.

2.1.2 Méso-structure

(Goodall and Mortensen, 2014) ont défini la méso-structure d'une mousse, comme étant un identificateur de la structure associée aux pores, y compris la taille, la forme et l'inter connectivité des pores. Cela se situe entre l'échelle des caractéristiques du métal (la microstructure) et la structure liée au composant.

2.1.3 Mousse stochastique

Une mousse est dite stochastique lorsque la répartition de la porosité est aléatoire. La majeure partie des mousses sont stochastiques à cause des procédés de leur fabrication. Ils sont donc soumis à des variations statistiques des paramètres associés à leur structure. À condition que les échantillons soient suffisamment grands, ces variations seront lissées dans les mesures et les calculs pour donner une valeur moyenne, et des analyses telles que la détermination de la taille des pores permettent d'extraire des mesures statistiques standard de distribution et de confiance pour caractériser l'étendue de ces irrégularités. Néanmoins, des différences individuelles et localisées peuvent avoir un effet important sur certaines propriétés de la mousse, en particulier sur son comportement mécanique. Il est donc important, dans certaines

situations, d'identifier les aberrations telles que des pores individuels de taille particulièrement importante (comme ceux qui peuvent apparaître lorsque la paroi entre deux pores se brise) ou des zones de densité particulièrement élevée ou faible.

2.1.4 Mousse régulière

Une mousse est dite régulière lorsque la structure est ordonnée. C'est une classe importante de structures métalliques périodiques présentant une grande quantité de porosité, à savoir les assemblages périodiques en tresses. Souvent basées sur des réseaux cubiques, comme la structure cubique simple ou en diamant, ou un ancien modèle de tissage de paniers connu sous le nom de Kagome, ces structures s'avèrent très efficaces et peuvent être optimisées pour donner les meilleures performances à une masse ou une porosité donnée pour des conditions de charge données. Il est également prouvé qu'elles sont plus tolérantes aux défauts que les mousses à cellules ouvertes classiques (Goodall and Mortensen, 2014).

2.1.5 Structure globale d'une cellule

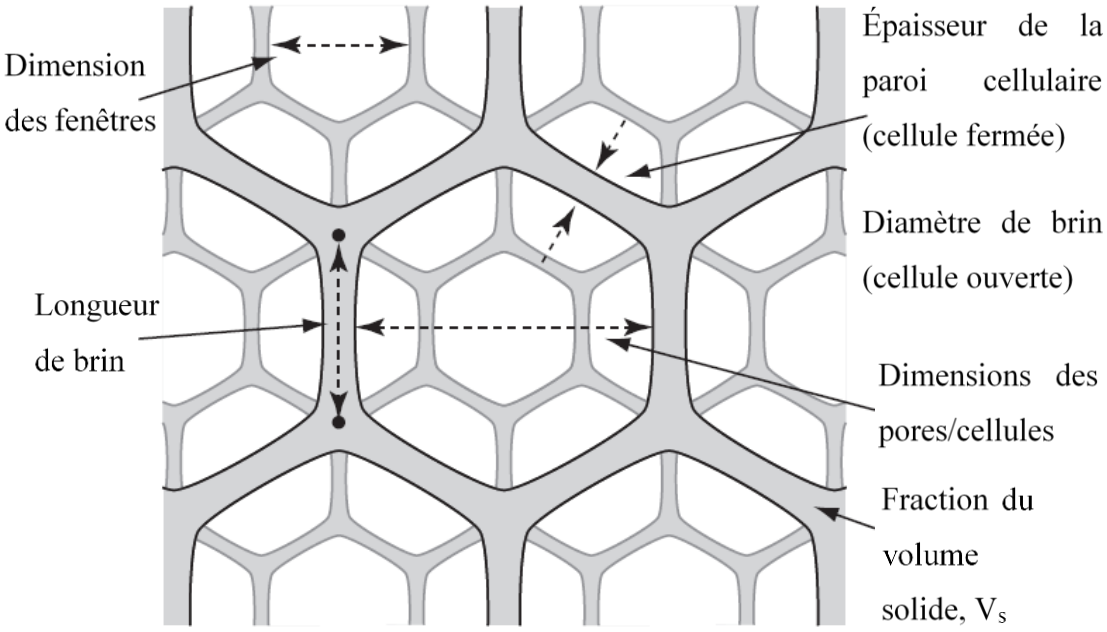


Figure 2.5: Schéma des différentes caractéristiques structurelles et mesures dans la méso-structure des mousses [Goodall and Mortensen, 2014].

D'un point de vue géométrique, il est utile de penser à une structure cellulaire formée par un squelette de parois (brins) cellulaires (Figure 2.5(Goodall and Mortensen, 2014)), qui se rejoignent au niveau des nœuds appelé « cellule unitaire », comme par exemple la cellule kelvin tétrakaïdécaédre (Figure 2.6). Connaissant la géométrie d'une telle structure (cellule unitaire) permet de calculer la densité relative du matériau cellulaire.

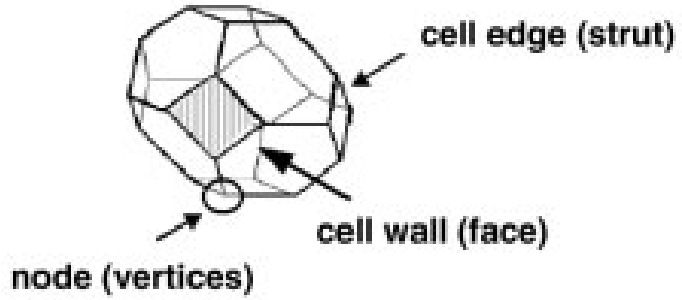


Figure 2.6 : Cellule unitaire tétrakaïdécaédrique idéale (cellule Kelvin) remplissant l'espace et montrant les parois, les bords et les nœuds des cellules [Simancik et al.,2002].

2.1.6 Un pore/une cellule

Une autre problématique à prendre en compte est la définition précise d'un pore. La plupart des auteurs définissent la " dimension des pores " (d_p) comme le diamètre des espaces libres dominants, approximativement équiaxes, dans la structure (les cellules), et la " dimension des fenêtres " comme le diamètre des ouvertures entre ces cellules comme démontré sur Figure 2.5. Cependant, certains auteurs définissent les pores comme étant les ouvertures, et la distance intérieure comme étant le diamètre de la cellule (d_c) (Miwa and Revankar, 2011), il faut donc être prudent lors de l'utilisation et de la publication des résultats.

2.1.7 Une fenêtre

La notion d'ouverture ou de fermeture des cellules induit une notion de fenêtres (aussi appelée cols ou constrictions). Une fenêtre (d_w) est la surface de passage entre deux cellules. De telles fenêtres peuvent exister à différentes échelles :

- à l'échelle de la cellule (macroporosité)
- à l'échelle de la paroi entre les cellules (méso-porosité)
- à l'échelle des brins, fissures dans la phase solide (microporosité)
- vides dans la phase solide (nano-porosité)

2.1.8 Un brin

C'est la distance entre les points de contact ou les nœuds. La longueur du brin (l_s) et son diamètre (d_s) est caractéristique est déterministe dans la modélisation des transports des fluides dans les MC.

2.1.9 La densité relative

La densité d'un matériau cellulaire dépend de la fraction du volume de métal et de gaz. Par conséquence, Les métaux cellulaires sont caractérisés par leur densité par rapport au métal

de base : la densité relative. Les mousses métalliques poreuses typiques ont des densités relatives supérieures à 0,3 mais inférieures à 1.

La base de toute spécification est la densité apparente. Une estimation satisfaisante de la densité peut être obtenue en pesant un échantillon de volume connu.

2.1.10 La porosité

La porosité (ε) d'un milieu poreux est définie comme la fraction du volume total du milieu qui est occupée par l'espace vide. Ainsi (1-ε) est la fraction occupée par le solide. Pour un milieu isotrope, la «porosité superficielle» (c'est-à-dire la fraction de la surface vide par rapport à la surface totale d'une section transversale typique) sera normalement égale à ε. En définissant ε de cette manière, nous supposons que tout l'espace vide est connecté. Si -en fait- nous avons affaire à un milieu dans lequel une partie de l'espace poreux est déconnectée du reste, alors nous devons introduire une «porosité effective», définie comme le rapport du vide connecté au volume total (Nield et al., 2006). Certains auteurs fournissent la porosité totale tandis que d'autres fournissent la porosité accessible au fluide (porosité ouverte). Pour la majorité des études, aucune distinction n'est faite pour ces deux types de porosité.

Pour les milieux naturels, ε ne dépasse normalement pas 0,6. Pour les lits de sphères solides de diamètre uniforme, ε peut varier entre les limites 0,2595 (garnissage rhomboédrique) et 0,4764 (garnissage cubique). La non uniformité de la taille des grains a tendance à conduire à des porosités plus petites que pour les grains uniformes, car des grains plus petits remplissent les pores formés par des grains plus gros. Pour les matériaux artificiels tels que les mousses métalliques, ε peut approcher la valeur de 1 (Nield et al., 2006).

2.1.11 La perméabilité

La perméabilité K est une propriété spécifique du milieu poreux. Elle indique la capacité du matériau à permettre le passage d'un fluide. Si la mousse métallique à cellules ouvertes avait une résistance plus faible au passage des fluides, l'énergie dépensée pour la transporter serait moindre ; et le contraire est vrai ; et les deux cas sont bénéfiques. Avec une perméabilité connue pour un milieu poreux particulier, le contrôle de l'écoulement des fluides, l'amélioration du transfert de chaleur, l'analyse optimale de l'écoulement ainsi que les conceptions pratiques sont facilités.

2.1.12 La surface spécifique

La surface spécifique désigne la superficie réelle d'un objet rapportée à son volume total, par opposition à sa surface apparente (Bonnet, 2007).

La surface spécifique a_s correspond à la surface géométrique du solide en contact avec la porosité ouverte. Elle s'exprime en (m^2/m^3). En outre, elle correspond directement à la surface de frottement entre la phase solide et la phase fluide en écoulement. De ce point de vue, la surface spécifique apparaît comme étant un paramètre fondamental de la structure du milieu poreux lorsque l'on étudie l'aspect écoulement dans ce matériau.

Il existe différentes façons pour caractériser la surface spécifique d'une mousse. Elle peut être mesuré directement avec des techniques telles que XCT ou BET. Elle peut également être estimée, en supposant une structure de pore et en calculant la surface de cette structure pour la fraction volumique particulière de solide et la taille de pore requises. L'efficacité d'une telle estimation dépond fortement de la structure particulière considérée qui correspond à la structure réelle de la mousse (Goodall and Mortensen, 2014).

2.1.13 La rugosité / La tortuosité

Le concept de tortuosité (τ) des milieux poreux a été introduit pour la première fois par Kozeny (Kozeny, 1927), qui a souligné que pour l'écoulement d'un fluide dans un milieu poreux de longueur (L), le trajet effectif (tortueux) (L_e) couvert par un élément fluide est supérieur à L, ce qui est dû au caractère tortueux du trajet d'écoulement. Ce caractère tortueux est intimement lié à l'état de surface interne des parois et brins de la cellule que nous appelons la rugosité (Ru). Donc la tortuosité est l'indice de la rugosité qui est toujours supérieur à 1.

2.2 Procédés de fabrication des matériaux cellulaires

Comme mentionné précédemment, les modes de fabrication des mousses métalliques peuvent être classés selon différents critères tels que la méthode de formation des pores ou l'état du métal pendant le processus. Selon ce dernier critère, Degisher (Simancik et al., 2002) ont proposé une classification différenciant (i) la métallurgie des poudres, (ii) la métallurgie liquide et (iii) les techniques de revêtement. Wadley (Wadley, 2002) a proposé une classification similaire, en distinguant les méthodes selon l'état du métal utilisé dans la fabrication de la mousse (Figure 2.7), c'est-à-dire solide, liquide ou vapeur. (Despois, 2005) a adopté la seconde classification pour décrire les différentes voies de traitement des mousses métalliques.

Cependant, En raison de l'importance de la mésostructure dans la détermination des propriétés des mousses, Goodall (Goodall and Mortensen, 2014) ont séparé les méthodes en fonction de ce qui définit la topologie de la porosité présente dans le matériau produit ; cela a permis de développer des "familles" naturelles de métaux poreux, qui ont tendance à partager de nombreuses caractéristiques et propriétés générales. Cette façon de classer les métaux poreux a conduit à une classification des processus en six groupes naturels et distincts:

- "Porosité isolée": lorsqu'il y a une porosité très faible (diluée), de sorte que les pores peuvent être considérés comme étant isolés ;
- "Mousse métallique réelle": une phase gazeuse crée un amas de bulles de contact séparées par de fines membranes métalliques (ces mousses ont donc tendance à être à cellules fermées).
- "Précurseur de mousse": une mousse préexistante (généralement un polymère tel que le polyuréthane) est utilisée pour créer la structure de la mousse métallique ;
- "Porosité créée par garnissage": un arrangement d'éléments individuels (qui, soit constituent le solide poreux eux-mêmes une fois combinés, soit agissent pour former les pores) laisse des espaces ouverts qui peuvent être exploités pour créer une mousse ;
- "Porosité créée par un changement de phase": lorsque les transitions de phase (généralement invariantes) d'une phase unique à des phases multiples, dont l'une est un gaz, entraînent la formation d'une structure poreuse.
- "Grilles régulières" : une structure poreuse uniforme, souvent constituée d'éléments de barrette réguliers, est répétée plusieurs fois pour former un matériau (diverses techniques peuvent être utilisées, mais toutes nécessitent un traitement spécial pour former des grilles).

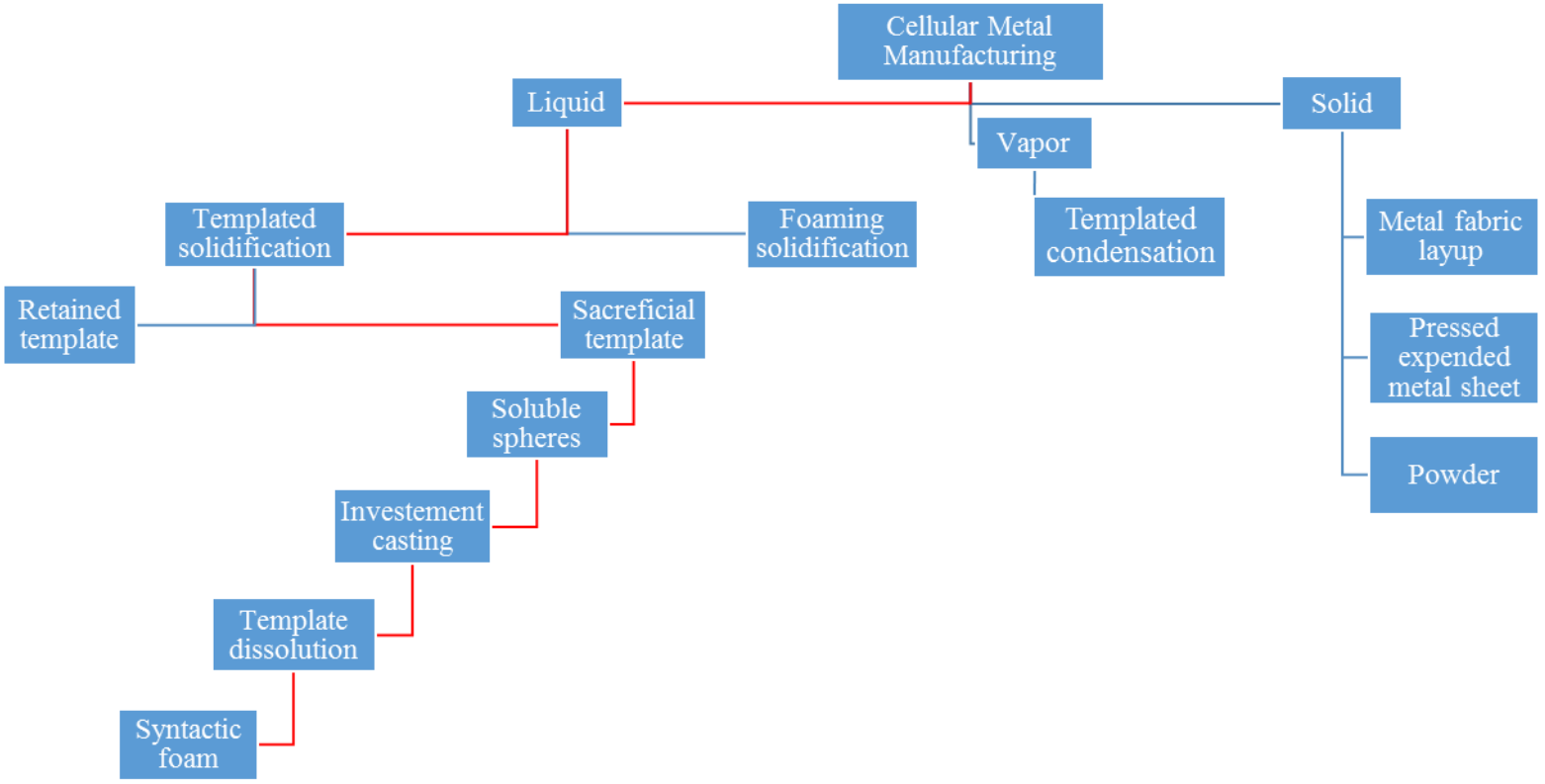


Figure 2.7: Une taxonomie des procédés de fabrication des métaux cellulaires (Wadley, 2002). Ils exploitent les voies de traitement en phase liquide, solide et vapeur. Le procédé RES étudié peut être classé sous la famille des mousses syntactiques dont l'arbre d'origine est coloré en rouge.

Des recherches supplémentaires sont certainement nécessaires pour développer des méthodes de traitement améliorées, car une grande partie du matériel produit jusqu'à présent était de qualité relativement médiocre et/ou intrinsèquement assez coûteux.

Le but de ce chapitre n'étant pas de détailler toutes les méthodes de fabrications, nous nous limiterons aux modes de fabrication des matériaux appartenant à la même famille que le procédé développé dans cette thèse. Il s'agit de mousses métalliques stochastiques obtenues par réplication.

2.3 Procédés de réplication

Ashby et al. ont classé ce procédé dans leur livre (Ashby et al., 2000b) sous la neuvième classe qui est « Co-compactage ou coulée de deux matériaux dont l'un est lavable » et l'ont définie comme suit: un lit de particules du matériau lavable est infiltré par un métal liquide sous pression et laissé refroidir. Le rinçage des particules donne à nouveau une structure métallique cellulaire d'une grande uniformité.

Banhart (Banhart, 2001) classa le processus de réplication du sel sous la catégorie "Coulée autour des matériaux de support d'espace". Les métaux poreux légers peuvent être produits en coulant du métal liquide autour de granules inorganiques ou même organiques ou de sphères creuses de faible densité, ou en introduisant ces matériaux dans une masse métallique en fusion. Les granulés restent dans le produit métallique après la coulée - ce qui donne ce qu'on appelle une "mousse syntactique" - ou sont éliminés par dissolution dans des solvants ou des acides appropriés ou par traitement thermique.

Cela peut être réalisé selon (Banhart, 2001) avec succès si le contenu des espaces contenant des charges est si élevé que tous les granulés sont interconnectés. La vermiculite ou les granulés d'argile cuite, les sels solubles, les granulés d'argile expansée en vrac, les pastilles de sable, les billes de verre moussé ou les sphères creuses en oxyde d'aluminium peuvent servir de matériau de remplissage inorganique. Les billes de polymère peuvent être utilisées comme supports organiques si la solidification de la masse fondue est suffisamment rapide. Cette dernière nécessite une infiltration à haute pression, par exemple dans une machine de coulée sous pression.

Le même auteur affirme que le préchauffage de la quasi-totalité des supports d'espace est généralement nécessaire pour éviter une solidification prématurée du métal fondu, en particulier lorsque la capacité thermique de ces supports d'espace est élevée ou que la pression d'infiltration est faible. En raison de la tension superficielle élevée des métaux à l'état liquides, le mouillage des granules peut poser un problème, car, en général, les interstices entre les

granules ne seront pas complètement remplis. La création d'un vide entre les granules ou la mise sous pression de la masse fondue est donc une condition préalable importante à l'infiltration.

Depois (Despois, 2005) rajoute que le support solide d'espace doit remplir deux conditions principales pour que la coulé soit possible :

(i) Le matériau doit posséder une résistance et une rigidité suffisantes pour résister aux contraintes mécaniques présentes avant et pendant l'infiltration du métal liquide. Il ne doit notamment pas s'affaisser sous son propre poids (ou sous l'action des forces d'Archimède après l'infiltration), et il ne doit pas se déformer pendant l'infiltration, (sous l'effet de forces capillaires ou de contraintes mécaniques lorsque la pression extérieure est utilisée pour entraîner l'écoulement du métal), et

(ii) Le matériau doit également être chimiquement stable au contact du métal fondu.

Dans certains cas, le motif solide est enlevé pour laisser des pores ouverts à sa place. Dans ce cas, une troisième exigence pour le matériau du modèle est qu'il doit être facile à séparer du métal ; la dissolution par un solvant ou le broyage par les ultrasons sont des techniques généralement utilisées

Les supports d'espace en sels sont éliminés par dissolution dans l'eau. Les pastilles de sable peuvent être facilement éliminées si le liant se décompose sous l'influence de la chaleur, tandis que les billes de polymère sont extraites par pyrolyse thermique. Une large gamme de métaux peut être traitée de cette manière, notamment l'aluminium, le magnésium, le zinc, le plomb, l'étain, etc. Des pièces de forme prédéfinie peuvent être fabriquées en concevant un moule de la géométrie désirée. Dans tous les cas, la morphologie des matériaux créés peut être caractérisée comme étant "spongieuse". La porosité obtenue est $\leq 65\%$.

Il convient de souligner que lors du choix d'une application d'une mousse donnée, il ne faut pas tenir compte d'une seule propriété. Par exemple, dans l'industrie automobile, la rigidité, le comportement à l'écrasement, l'absorption d'énergie, l'isolation acoustique ainsi que le cout de la production pas cher d'une forme complexe sont importants. Pour de telles exigences multidimensionnelles, les mousses métalliques peuvent être la meilleure solution. Aussi, que les propriétés conventionnelles suscitant l'intérêt de cette thèse seront évoquées.

2.4 Propriétés structurales

Comme dans la nature, chaque procédé de production donne une structure cellulaire différente. D'abord nous considérons un matériau cellulaire comme étant un matériau composite hétérogène de métal et de gaz. Et si nous n'observions que la matrice métallique, la

microstructure comprenant des grains, des précipités, des dendrites ou des phases différentes peuvent être vues, cependant aucune information sur l'architecture du matériau cellulaire n'est détecté. Ce niveau hiérarchique est souvent appelé « la microstructure du métal ».

La densité relative est l'une de leurs principales caractéristiques qui permet de décrire le matériau au niveau « macroscopique ».

La deuxième caractéristique principale est l'architecture cellulaire dont les fluctuations indiquent une hétérogénéité de la densité, ce qui impose le recours à la distribution de la densité local. Cette façon de décrire les structures cellulaires appartient au niveau "méso-scopique".cependant les définitions de ces trois niveaux macro, méso, micro ne sont pas encore standardisé.

Si nous voulons comprendre les relations entre les paramètres de production et la structure cellulaire, ainsi qu'entre la structure cellulaire et le type de propriété, nous devons étudier et quantifier les cellules et leurs imperfections aussi précisément que possible.

Des méthodes métallographiques typiques sont employées pour caractériser les cellules métalliques comme la microscopie optique et l'analyse quantitative des images qui nous informent sur l'orientation et les dimensions du pore et l'épaisseur de la paroi cellulaire. La distribution de la densité locale des composés cellulaires peut être déterminée par radiographie aux rayons X ou par tomographie assistée par ordinateur (XCT).

2.5 Propriétés hydrodynamique et transport de fluides

Les MC peuvent être employés comme des contrôleurs de fluides et de gaz (Eisenmann, 1998) (comme redresseurs de flux dans les souffleries et les turbines éoliennes) ou des distributeurs de fluides dans les vannes. Cette thèse présentera en détaille les propriétés des mousses RES lors du transport des fluides (air) à travers ces produits.

2.6 Propriétés électrique ou électrochimique

La conductivité du métal cellulaire doit être égale à la conductivité du solide dense multipliée par sa fraction volumique (ou densité relative) (ρ/ρ_s) multipliée par un facteur de efficacité, qui est donné par la géométrie et tient compte du parcours tortueux du flux électrique.

2.7 Propriétés mécaniques

Une autre tâche qui nécessite des paramètres structurels est la modélisation du comportement mécanique des métaux cellulaires.

Les mousses métalliques sont utilisées, ou sont envisageables, pour un certain nombre d'applications qui sont pour la plupart structurelles, c'est-à-dire qui impliquent une résistance à la force mécanique. Les propriétés mécaniques des mousses sont donc importantes; elles sont

examinées dans ce qui suit, en mettant l'accent sur la déformation uni-axiale puisque celle-ci est abordée dans cette thèse.

La dispersion observée dans les propriétés mécaniques rapportées dans la littérature, comme la contrainte de plateau par exemple, dépend énormément de l'uniformité de la structure cellulaire.

2.8 Application des matériaux cellulaires

Les structures cellulaires présentent une combinaison intéressante de propriétés physiques et mécaniques comme remarqué tout au long de ce chapitre, et sont de plus en plus utilisées dans les applications d'ingénierie modernes. Les paramètres les plus importants des structures cellulaires sont le matériau de base, la morphologie, la topologie, la densité relative (Vesenjak et al., 2009). Pour obtenir des propriétés adéquates du matériau cellulaire, le matériau de base doit être soigneusement choisi en fonction de ses propriétés mécaniques (résistance, rigidité) et thermiques (conductivité thermique). Les avantages des matériaux cellulaires sont les suivants: faible densité (structures légères), isolation et amortissement acoustique élevés, hydrophobie (faible absorption d'eau), degré de déformation relativement élevé et absorption d'énergie, durabilité en cas de charges dynamiques et de fatigue, possibilité de recyclage, conductivité électrique intéressante due au métal de la matrice solide (Banhart, 2001). Leurs propriétés micro et macroscopiques les rendent très attractives pour une utilisation dans l'industrie automobile, ferroviaire, navale et aérospatiale comme échangeurs de chaleur, filtres, roulements, amortisseurs acoustiques, implants biomédicaux et éléments d'absorption d'énergie.

Figure 2.8 décrit les fonctionnalités des mousses métalliques qui ont principalement des cellules fermées, ce qui les rend utiles pour des applications structurelles et porteuses de charges, alors que les applications fonctionnelles (filtration, amortissement, etc.) nécessitent des structures ouvertes. Il est utile de distinguer trois grandes familles d'applications pour les mousses métalliques (Banhart, 2000):

- Construction légère : comme les mousses peuvent prendre un grand volume tout en conservant un faible poids, leur rigidité mécanique spécifique au poids est relativement élevée. La rigidité spécifique des panneaux plats, par exemple, est approximativement proportionnelle à leur épaisseur.
- Absorption d'énergie : grâce à leur structure, les mousses peuvent absorber une grande quantité d'énergie mécanique lorsqu'elles sont déformées, tandis que les contraintes sont limitées à la résistance à la compression du matériau. Les mousses métalliques,

grâce à leur grande résistance, peuvent donc agir comme des absorbeurs d'énergie d'impact de grande capacité.

- Contrôle acoustique et thermique : Les mousses peuvent amortir les vibrations et absorber le son dans certaines conditions. De plus, leur conductivité thermique est faible. Ces propriétés ne sont pas exceptionnelles - les mousses polymères sont de bien meilleurs absorbeurs de sons - mais elles pourraient être utiles en combinaison avec d'autres caractéristiques de la mousse.

Et d'y ajouter de façon générale, ceux qui suit, dont les mousses RES sont caractérisés à fin d'être proposés pour, durant cette thèse.

- supports pour les catalyseurs : l'efficacité d'un catalyseur dépend énormément de son importante surface spécifique présente entre le catalyseur et les gaz ou les liquides réagissant. Les meilleurs catalyseurs sont ceux fabriqués en céramique car ils ont une surface spécifique très grande, mais les matériaux peuvent les remplacer malgré leur surface spécifique moins importante car ils présentent autres propriétés utiles comme une flexibilité (ductilité) et une conductivité thermique élevées.
- Filtration et séparation : il existe deux types de filtres : filtres de suspension qui séparent les particules solides ou les fibres dispersés dans un liquide. Ou bien les filtres de fumés (brouillard) qui retiennent les particules solides ou liquides dispersés dans un gaz.
- Machines de refroidissement : les MC peuvent être employés dans le refroidissement par circulation. L'importante surface spécifique, la faible résistance à l'écoulement, et la bonne conductivité thermique de certains métaux utilisés les rendent des candidats favorables pour tel missions.
- Electrodes de batteries : les mousses en plomb servent comme supports pour le matériau actif dans les batteries acides en plomb à fin de remplacer les grilles de plomb conventionnelles ce qui allège les électrodes (Simancik et al., 2002). D'autres MC sont employés dans ce domaine mais dans les piles à combustible.

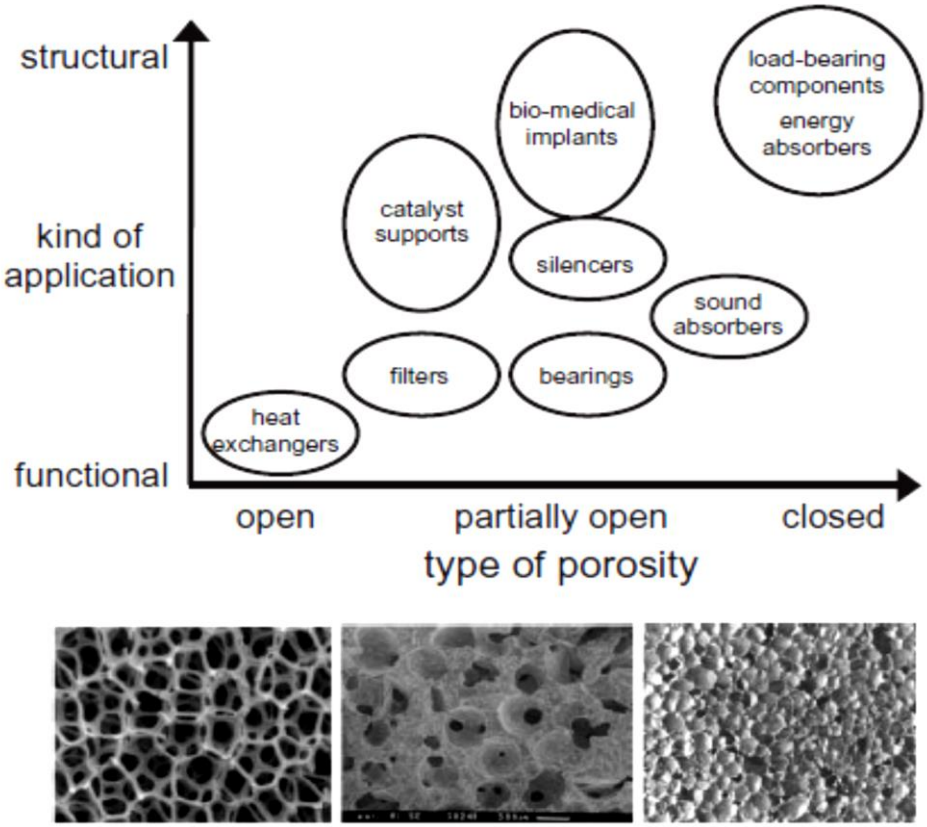


Figure 2.8: Les applications des métaux cellulaires regroupés selon le degré de la porosité ouvertes nécessaire et selon le type d'application fonctionnelle ou bien structurelle [Banhart, 2001]

2.9 Les défis

Le développement des mousses métalliques a une longue histoire. Les premières tentatives sérieuses de fabriquer de telles mousses remontent aux années 1950. Cependant, aucun des procédés disponibles aujourd'hui et dans le passé n'a été amené à un niveau de perfection comparable à celui des mousses polymères, par exemple. Les lacunes des différentes techniques de moussage des métaux peuvent être constatées selon (Banhart, 2000) à de nombreux niveaux, à savoir, par exemple :

1) Le manque de compréhension des mécanismes de base du moussage des métaux. Les connaissances sont encore spéculatives et certains points restent flous, par exemple : pourquoi a-t-on besoin de 10 à 20 % en volume de particules stabilisantes pour le procédé Hydro/Cymat, alors que de très faibles teneurs en filaments d'oxyde (≈1%) sont suffisantes dans la technique de la poudre compacte ?

2) Capacité insuffisante à fabriquer des mousses de qualité constante avec des paramètres prédéfinis : Une grande partie des travaux de recherche et de développement réalisés dans le passé semblent avoir été menés sur une base essentiellement empirique, sans connaissance détaillée des mécanismes sous-jacents du processus de moussage. Cette procédure conduit rapidement à des limites lorsqu'elle est appliquée à un domaine très complexe tel que le moussage des métaux. L'une des raisons de cette situation est qu'une grande partie du travail a été effectuée par des entreprises ou des instituts de recherche à vocation commerciale qui doivent gagner de l'argent très rapidement avec une nouvelle technologie. Une solution serait d'augmenter les travaux de recherche fondamentale. Seule une compréhension détaillée de tous les paramètres du processus permettrait de fabriquer des matériaux conçus avec un profil prédéfini de propriétés mécaniques et physiques.
3) Difficultés à trouver des applications pour les mousses métalliques : À part quelques applications sur des marchés de pointe, il n'existe pas de véritable application industrielle des mousses métalliques pour le moment. Les raisons peuvent être multiples et varient selon les cas discuté dans la Figure 2.9 :

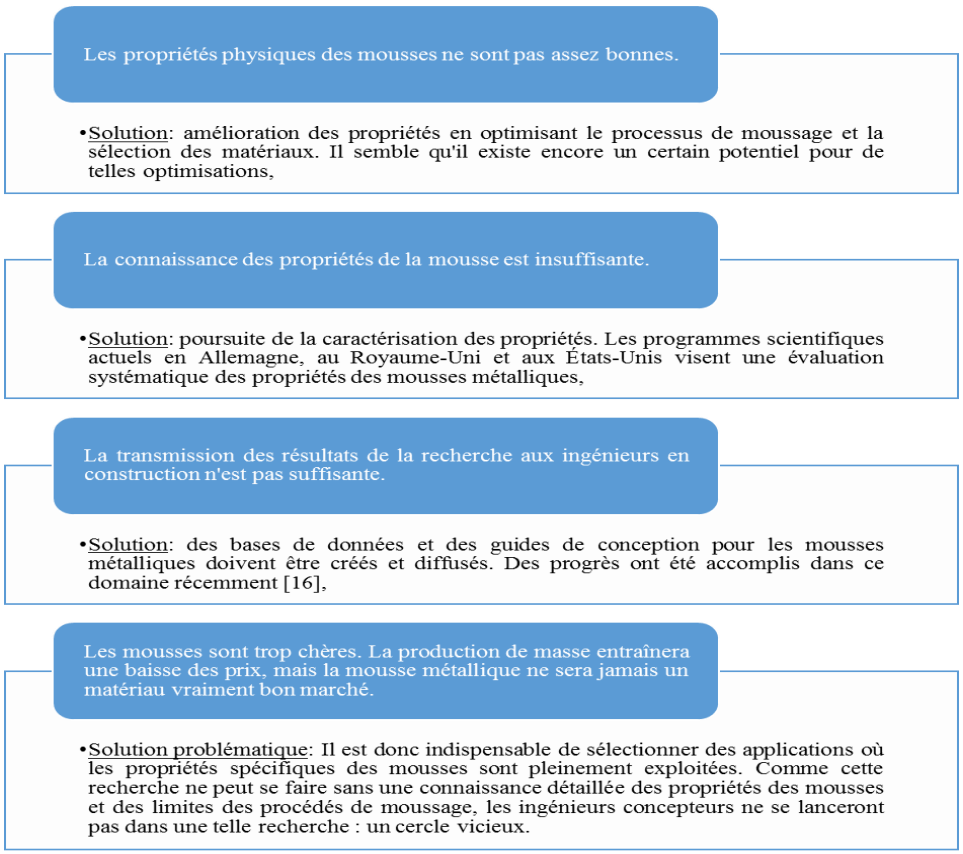


Figure 2.9: Les multiples raisons engendrant des difficultés à trouver des applications pour les mousses métalliques.

Chapitre 2 : Matériaux cellulaires et procédés de fabrication

Résumons : les matériaux métalliques cellulaires peuvent être produits à l'aide de très nombreux procédés et trouvent un nombre croissant d'applications. La possibilité de trouver un métal poreux ou une mousse métallique appropriés pour résoudre un problème donné dépend de nombreuses conditions, résumées ici par les mots clés suivants :

(i) Morphologie : type de porosité nécessaire (ouverte ou fermée), quantité de porosité nécessaire, surface interne totale du matériau cellulaire nécessaire ;

(ii) Métallurgie : métal ou alliage ou état microstructural requis ;

(iii) Transformation : possibilités de façonner la mousse ou le solide cellulaire ou de fabriquer des composites entre la mousse et des feuilles ou des profilés conventionnels ;

(iv) Économie : problèmes de coût, aptitude à la production en grandes quantités (Banhart, 2001).

Il est donc très important de comprendre les relations entre la fabrication, la microstructure et les propriétés des métaux cellulaires, et la signification de ces relations pour les combinaisons de propriétés requises pour diverses applications.

3 ÉTAT DE L'ART SUR LA PERMEABILITE DES FLUIDES DANS LES MATERIAUX CELLULAIRES

La perméabilité est une propriété importante pour les applications d'écoulement à travers les mousses telles que les applications thermiques (Trilok and Gnanasekaran), la filtration, l'électrochimie, l'absorption acoustique, les implants poreux, les unités géothermiques.

Historiquement, les systèmes géothermiques ont été une source d'énergie importante dans ces pays qui ont eu la chance de les avoir. Les eaux souterraines chaudes sont utilisées depuis des siècles pour la cuisson, le bain, les traitements thérapeutiques, le chauffage et les procédés chimiques. Les développements industriels modernes ont étendu ces utilisations au chauffage des bâtiments et à l'utilisation de fluides à enthalpie plus élevée pour la production d'électricité; voir, par exemple, Lund et Freeston (Lund and Freeston, 2001) et Huttrer (Huttrer, 2001). Alors que les premières utilisations impliquaient l'exploitation des écoulements de surface sous forme de sources chaudes et de fumerolles, l'utilisation de ces dernières a dû attendre les techniques de forage, de tuyauterie, de machinerie et de matériaux appropriées du siècle dernier (Park et al., 2020).

Nous présentons dans ce chapitre l'état d'art des études des écoulements de fluides à travers les matériaux cellulaires selon les étapes présentées par la Figure 3.1.

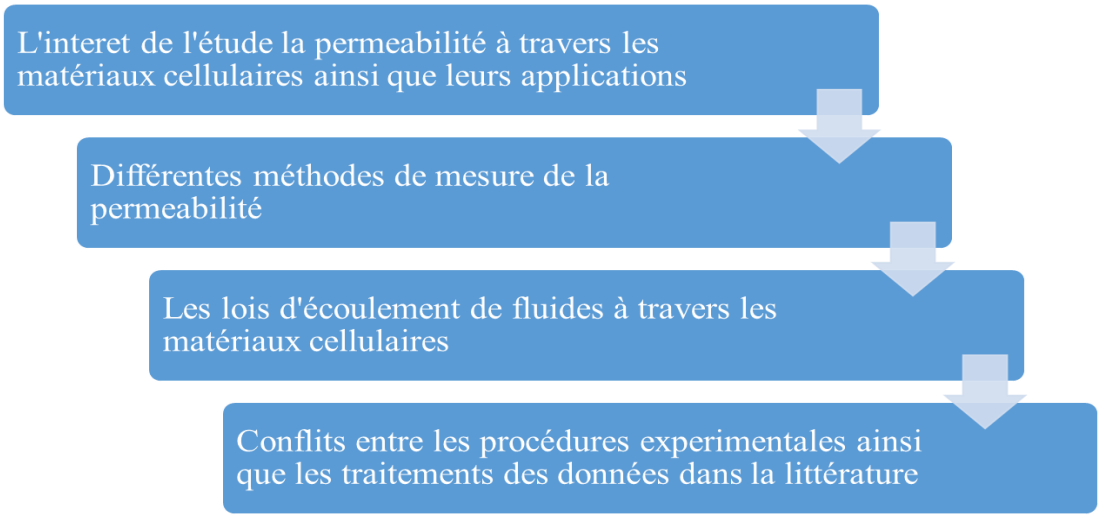


Figure 3.1 : Organigramme des grands titres traités dans ce chapitre.

Chapitre 3 : État de l'art sur la perméabilité des fluides dans les matériaux cellulaires

L'analyse des données de la littérature a mis en évidence une forte dispersion, répartie sur plus de deux ordres de grandeur, des valeurs de pertes de charges en fonction de la structure de la mousse (Bonnet, 2007, Bonnet et al., 2008, Madani et al., 2007). Avant même de chercher à comparer les résultats obtenus entre les différents auteurs, il est important de noter qu'un seul et même auteur éprouve déjà des difficultés pour corréler ses propres données. A notre avis ceci est due à :

- L'absence de procédure universelle de caractérisation des MC à appliquer par tous les chercheurs à fin de pouvoir comparer les résultats obtenues.
- Hypothèses souvent imposés par les chercheurs à fin de simplifier les calculs.
- Tout le monde cherche à trouver une seule loi universelle décrivant l'écoulement des fluides à travers tous les types de mousses quel que soit le procédé de fabrication et le fluide employé.

Nous pouvons y ajouter les raison cités par (Kumar and Topin, 2017b) :

- Les pertes de charges à travers les mousses à cellules ouvertes ne sont pas mesurées de manière cohérente.
- Les méthodes d'extraction et de traitement des données diffèrent selon les auteurs.
- Aucun accord général n'est obtenu sur les définitions et l'utilisation des caractéristiques morphologiques et de la loi d'écoulement.
- Les auteurs choisissent différentes échelles de longueur caractéristiques.

3.1 Les applications importantes de l'écoulement d'air à travers les matériaux cellulaires

De nombreuses applications exigent qu'un milieu, liquide ou gazeux, puisse passer à travers le matériau cellulaire. Il peut être nécessaire d'obtenir divers degrés « d'ouverture », allant de « extrêmement ouvert » pour un débit de fluide élevé à « complètement fermé » pour des applications structurelles porteuses, et il faut trouver des matériaux appropriés satisfaisant ces conditions.

3.1.1 Filtration et séparation

L'une des plus anciennes applications des matériaux poreux est celle des roulements auto lubrifiés. L'eau peut également être conservée et libérée lentement pour le contrôle automatique de l'humidité. Les parfums également. Des structures métalliques très ouvertes peuvent être utilisées pour stocker des fluides à une température constante et uniforme dans des

conditions cryogéniques. De plus, la mousse peut réduire les mouvements indésirables des fluides dans les réservoirs partiellement remplis (anti-fluctuation) (Ashby et al., 2000a).

3.1.2 Diffuseurs (parsemeurs)

Certaines applications exigent qu'un gaz soit introduit dans un liquide de manière homogène et à un rythme constant comme dans la carbonisation des boissons. Cette opération nécessite une partie poreuse qui crée des bulles de gaz suffisamment petites et qui répond à des critères tels que la résistance à la corrosion, à la chaleur ou aux chocs. Les métaux poreux peuvent constituer une solution meilleure que d'autres matériaux tels que les céramiques poreuses (Simancik et al., 2002).

3.1.3 Contrôle de l'écoulement des fluides

Les matériaux poreux peuvent être utilisés pour contrôler l'écoulement des liquides et des gaz (Eisenmann, 1998). Comme il existe de nombreux degrés de « porosité » des métaux cellulaires, nous pourrons trouver des solutions sur mesure pour encore plus d'applications en sélectionnant correctement un métal cellulaire. Ils ont déjà été utilisés comme redresseurs de flux dans des souffleries ou comme distributeurs de flux dans des vannes (Simancik et al., 2002).

3.2 L'importance de l'étude de la perméabilité des matériaux cellulaires

La perméabilité indique la capacité du matériau à permettre le passage d'un fluide et c'est une propriété spécifique du milieu poreux. Si la mousse métallique à cellules ouvertes avait une résistance plus faible au passage des fluides, l'énergie dépensée pour la conduire serait moindre ; et le contraire est vrai ; et les deux cas sont bénéfiques.

Avec une perméabilité connue pour un milieu poreux particulier, le contrôle de l'écoulement des fluides, l'amélioration du transfert de chaleur, l'analyse optimale de l'écoulement ainsi que les conceptions pratiques sont facilités (Yang et al., 2014).

3.3 Méthodes de mesure expérimentales

Dans le cas des matériaux métalliques cellulaires à pores ouverts, nous nous intéressons à la détermination des paramètres liés à la structure interne : surface spécifique (Woudberg et al., 2020), distribution de la taille des pores et distribution de la taille des canaux. Différentes méthodes sont actuellement utilisées :

3.3.1 Porosimétrie par le mercure

Il est basé sur l'intrusion et l'extrusion de mercure dans le volume des pores sous pression. Les données sur le volume pénétré et la pression sont liées à la taille des cellules. Cependant, les pores plus grands que quelques centaines de microns sont difficiles à détecter.

3.3.2 Techniques d'absorption des gaz (BET)

Ils permettent de déterminer assez précisément la surface interne totale d'un matériau cellulaire. Même de très petits pores à l'échelle atomique peuvent être détectés.

3.3.3 Perméamétrie

Il est basé sur l'étude d'un écoulement de gaz ou de liquide à travers un milieu poreux. Nous mesurons la chute de pression ΔP le long d'une colonne de mousse de hauteur L en fonction de la vitesse moyenne du fluide v et nous trouvons une relation linéaire pour les écoulements très lents (loi de Darcy pour les écoulements dominés par des forces visqueuses) et une dépendance quadratique pour les écoulements plus importants (loi de Forchheimer) lorsque les pertes d'énergie dues à l'inertie du fluide en écoulement deviennent importantes. Quelques résultats pour un écoulement de gaz à travers divers échantillons d'aluminium à cellules ouvertes (Banhart, 1999) sont présentés à la Figure 3.2.

En connaissant la viscosité du fluide, nous pouvons en déduire la perméabilité et le coefficient de frottement. En supposant que les frottements sont liés à la surface interne du volume des pores, une estimation peut être obtenue pour la surface spécifique. Les valeurs obtenues de cette manière sont inférieures à celles des mesures BET car seule une partie de la surface interne interagit avec le fluide en circulation.

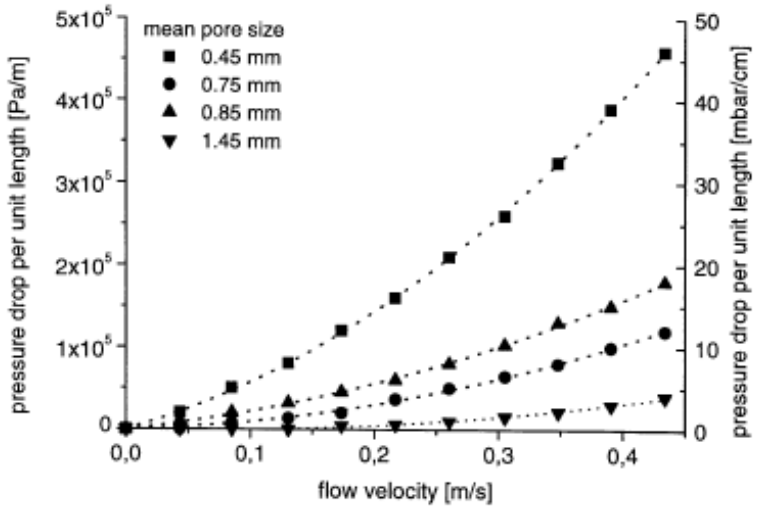


Figure 3.2: Mesures de perte de charge sur divers matériaux à cellules ouvertes [Banhart, 1999].

3.3.4 Méthode du point de bulle

Avec cette technique, le volume des pores est d'abord rempli d'un fluide. Une pression externe augmentant de façon monotone est ensuite appliquée. À une certaine valeur de pression, la force capillaire du liquide est surmontée et le liquide est expulsé de l'éprouvette, ce qui provoque une chute de résistance. En augmentant encore la pression appliquée, nous pouvons vider des pores de plus en plus petits jusqu'à ce que l'échantillon soit finalement sec. En comparant le débit en fonction de la chute de pression avec la courbe correspondante d'un échantillon sec, il est possible de déterminer le plus grand pore traversé de l'échantillon et d'obtenir quelques informations sur la distribution de la taille des pores (ou mieux, la taille du canal).

Récemment, (Anuar et al., 2020) ont proposé la technique thermographique qui pourrait être utilisée pour comprendre les comportements d'écoulement dans la structure poreuse de la mousse métallique. Les températures apparentes ont suivi les tendances des températures d'écoulement mesurées à l'aide d'un thermocouple, mais ont nécessité des analyses supplémentaires pour mettre en corrélation les deux ensembles de données.

3.4 Classification des modèles d'écoulement de fluides dans les matériaux cellulaires :

Certaines ambiguïtés importantes concernant les lois d'écoulements sont à souligner avant d'étudier la perméabilité, à travers un organigramme de classement représenté par la Figure 3.3.

Nous nous intéressons à l'écoulement d'air qui est un fluide Newtonien, monophasique à travers les mousses RES qualifiés de moyenne porosité.

Il existe trois types de modélisation des lois d'écoulement des fluides à travers le MC : soit à travers la simulation numérique, ou bien analytiquement si non par l'expérimentation qui est indispensable dans tous les cas.

3.4.1 Modèles analytiques

À cause de l'importance de la perméabilité, de nombreuses tentatives ont été effectuées pour estimer la perméabilité de divers milieux poreux (Kuwabara, 1959, Happel, 1959, Sangani and Yao, 1988, Sobera and Kleijn, 2006, Tamayol and Bahrami, 2009, Shou et al., 2010, Shou et al., 2011, Yu and Cheng, 2002, Yu and Liu, 2004, Calmidi, 1999, Hooman and Dukhan, 2013, Despois, 2005). Alors que la plupart des modèles précédents ont été développés sur la base de l'ajustement des courbes de données expérimentales ou numériques (Shih et al., 2006,

Dukhan, 2006, Boomsma et al., 2003, Antohe et al., 1997, Tadrist et al., 2004, Paek et al., 2000). Il existe quelques modèles analytiques pour les milieux poreux avec des topologies de pores spécifiques et bien définies, ne nécessitant pas de facteurs ajustables mais avec des topologies très idéalisées telles que la structure unidimensionnelle ou bidimensionnelle dont la disposition est ordonnée (Kuwabara, 1959, Happel, 1959, Sobera and Kleijn, 2006). Ces modèles analytiques sont complexes dans leur forme, indirects et ont des plages de porosité limitées (Kuwabara, 1959, Happel, 1959, Paek et al., 2000).

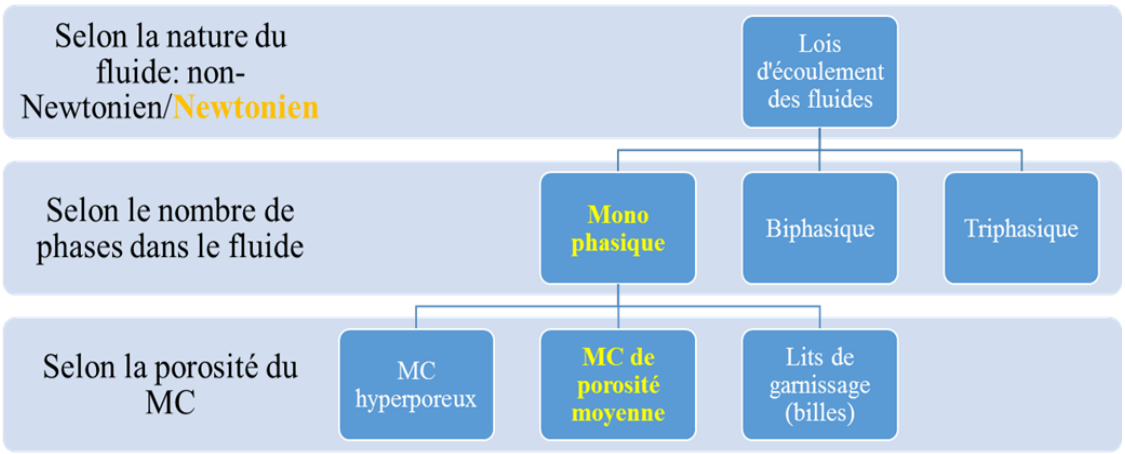


Figure 3.3 : Classification des lois d'écoulement ; le rouge marque la loi étudiée dans cette thèse : écoulement d'un fluide Newtonien monophasique à travers les matériaux cellulaires RES de porosité moyenne.

Citons par exemple un modèle de perméabilité analytique proposée par Du Plessis et al. (Du Plessis et al., 1994) et Fourie et Du Plessis (G. Fourie and P. Du Plessis, 2002) concernant les mousses à cellules ouvertes, par une approche basée sur la microstructure grâce à une modélisation des cellules cubiques. Les résultats ont montré un accord prometteur dans un intervalle de taille de pores réduit (par exemple, 45PPI-100PPI) et une gamme de porosité très étroite (0,973-0,978) pour les régimes d'écoulement de Darcy et Forchheimer. Bhattacharya et al.(Bhattacharya et al., 2002) ont tenté d'étendre le modèle à une gamme de porosité plus large (0,90-0,98), mais malheureusement, des facteurs d'ajustement empiriques ont été introduits.

(Yang et al., 2014) ont présenté un modèle analytique de la perméabilité des milieux poreux isotropes (mousses) basée sur les travaux de Du Plessis et al. Le modèle est exprimé en fonction de la porosité (0,55~0,98) et de la taille des pores.

3.4.2 Modèles numériques

Les méthodes numériques servant à prédire le comportement de la perméabilité et du coefficient inertiel en fonction des propriétés intrinsèques des matériaux cellulaires

(métalliques et céramiques) sont très puisés ces 50 dernières années à fin de gagner du temps et d'économiser la matière première (l'argent et le personnel). Mais vue la diversité des matériaux cellulaires en fonction des procédés de fabrication relatifs, l'expérimental restera toujours indispensable et lui est associé pour construire la base de données nécessaires à la validation des modèles numériques, nous pouvons citer (Regulski et al., 2015, Kundu et al., 2016, De Schampheleire et al., 2016, de Carvalho et al., 2017, Park et al., 2020, Hangi et al., 2021, Xu et al., 2008, Zhang et al., 2020, Langlois et al., 2017) .

3.4.3 Modèles expérimentales

Ce sont des modèles basés sur les résultats expérimentales comme par exemple Madani et al. (Madani et al., 2007) qui ont analysé les expériences réalisées par Boomsma et Poulikakos (Boomsma and Poulikakos, 2002) et Langlois et Coeuret (Langlois and Coeuret, 1989) en utilisant l'approche basée sur (3.1) :

$$\frac{\Delta P}{\Delta x}.\frac{1}{v} = a + bv \qquad (3.1)$$

Le paramètre b est identifié en traçant la pente de la courbe et a par l'interception de la courbe (ordonnée à l'origine). Ils ont montré qu'à des vitesses élevées, le coefficient d'inertie peut être facilement distingué, mais à des vitesses faibles, nous observons une forte dispersion des points expérimentaux dans la partie linéaire de la courbe, ce qui conclut au fait que l'équation (3.1) ne donne pas une estimation correcte de a en raison des grandes erreurs associées aux faibles vitesses. Cette approche suppose, par analogie avec l'écoulement dans un tube, une transition de régime d'écoulement de Darcy à un régime régi par des effets à la fois visqueux et inertiels qui est ensuite utilisé pour déterminer une vitesse critique (v_c) ou un nombre de Reynolds critique (Re_c) associé au régime de transition. Le paramètre Re_c est généralement évalué comme $Re_c = \Delta x/K\beta$ et ne peut être déterminé avec précision en raison des erreurs associées au régime Darcy où il domine par rapport au régime inertiel (Kumar and Topin, 2014).

Pour une gamme de nombres de Reynolds testés (Re faible et élevé), il existe une occurrence de la loi cubique comme régime de transition dans le cas des mousses périodiques, comme l'expliquent les travaux de (Firdaouss et al., 1997). Expérimentalement, la probabilité d'occurrence de la loi cubique est très faible dans le cas des mousses non périodiques car il est très difficile de contrôler le nombre de Reynolds pour les expériences réalisées à grande vitesse. Le régime de transition se produit sur une plage très étroite du nombre de Reynolds, et sa

visibilité est généralement supprimée par le régime d'inertie. Ainsi, l'écoulement de fluides utilisant la loi cubique dans un milieu poreux n'est généralement pas signalé dans la littérature.

3.5 Lois d'écoulement de fluides dans les milieux poreux

De nombreux chercheurs ont confirmé que le processus de fabrication est très déterminant pour le comportement et l'utilisation des mousses résultantes (Dukhan, 2013), en raison de la relation entre les propriétés intrinsèques des cellules et les différents transports thermiques et hydrodynamiques. Les chercheurs (Savaci et al., 2012, Banhart, 2001) ont également noté que les porosités maximales qui peuvent être obtenues en utilisant des « supports d'espace » sont limitées à des valeurs inférieures à 80 %. Cette recherche étudie le transport de l'air dans ces mousses à cellules ouvertes résultantes, dont les porosités sont généralement de 60 %. Les métaux poreux dont la porosité est comprise entre 50 et 80 % sont bons pour les échangeurs de chaleur, mais ils sont rarement signalés dans la littérature (Lu, 2020).

Il existe trois principes régissant le choix de l'utilisation des mousses à cellules ouvertes, comme indiqué dans (Ashby et al., 2000b):

1. Il faut des ligaments (ou des brins) à haute conductivité qui transportent la chaleur rapidement dans le milieu : la préférence va aux métaux tels que le Cu ou l'Al. Le Zn a été choisi dans ce travail en raison de sa compétitivité pour ces deux métaux.

2. Un écoulement fluide turbulent est préféré : ce qui est attendu par ces mousses.

3. Une faible perte de pression est nécessaire entre l'entrée et la sortie du fluide de sorte que le fluide puisse être forcé à travers le milieu en utilisant un système de pompage avec des exigences de puissance modérées : obtenue par l'optimisation des dimensions de l'échantillon et des propriétés structurelles. L'utilisation technique de ces matériaux cellulaires repose sur les propriétés expérimentales qui en résultent.

La morphologie unique de chaque nouvelle mousse à cellules ouvertes et l'absence de lois et des règles générales relayant leurs propriétés avec leur comportement de transport, ont conduit dans un premier temps à la constitution d'une base de données expérimentale.

La perméabilité des matériaux poreux à cellules ouvertes a fait l'objet de plusieurs études antérieures (Kumar and Topin, 2017a). Une attention particulière a été accordée aux métaux micro cellulaires de faible densité du type dérivé des mousses de polyuréthane ; aux matériaux rigides et "hyper poreux" (Lage et al., 1997, Nield et al., 2006) fabriqués avec les meilleurs conducteurs thermiques ou électriques ou avec des matériaux nobles pour des applications

spéciales. Cependant, il est nécessaire de comprendre les performances d'écoulement des fluides dans les matériaux poreux dont la porosité est comprise entre 0,4 et 0,8. Cette thèse contribue expérimentalement à une partie de cet effort de compréhension.

Récemment, il y a eu un accord général sur la classification des régimes d'écoulement dans les milieux poreux. Selon cette classification, le régime d'écoulement - généralement caractérisé par le nombre adimensionnel, le nombre de Reynolds (Re) - change comme montre la Figure 3.4 (Takhanov, 2011) (du petit au grand Re) : 1 =Darcy, 2 = transition de Darcy à Forchheimer (faible inertie), 3 = Forchheimer (forte inertie), 4 = transition de Forchheimer à la turbulence (nous l'appellerons forte transition), et 5 = turbulence (Skjetne, 1995). (Kececioglu and Jiang, 1994, Lu, 2020, Dukhan et al., 2014b) ont signalé l'existence d'un régime pré-Darcy à très faible vitesse dont les données sont très rares en raison de la difficulté de mesurer la perte de charge et la vitesse ultra-faible.

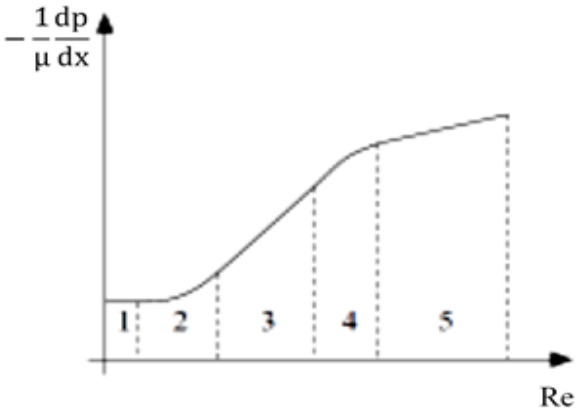


Figure 3.4 : Les régimes d'écoulements des fluides à travers les matériaux cellulaires [Takhanov, 2011].

Le nombre de Reynolds Re basé sur le diamètre de la cellule (D_C) est défini par l'équation (3.2) :

$$Re_{D_c} = \frac{\rho v l}{\mu} = \frac{v l}{\nu} \qquad (3.2)$$

où ρ est la densité du fluide qui est l'air [kg/m^3] dans cette étude, v est la vitesse superficielle (connue aussi comme vitesse de fuite ou vitesse de Darcy) [m/s], l est la longueur caractéristique (D_C dans ce cas) en [m], et μ est la viscosité dynamique de l'air [kg/m.s] ou ν la viscosité cinématique de l'air en [m²/s].

L'écoulement à très faible Reynolds (écoulement glissant) est régi par la célèbre loi de Darcy (équation(3.3)), qui suppose que les forces visqueuses dominent les forces d'inertie dans les milieux poreux ; les forces d'inertie peuvent donc être négligées :

Où ΔP/L est la perte de charge selon la direction du flux principal z , v est la vitesse de Darcy, et K (m^2) est la perméabilité de Darcy de la mousse de longueur L (m). Il est évident que cette relation est linéaire mais seulement pour les vitesses les plus faibles (v< 1 m/s) ; alors

$$\frac{\Delta P}{L} = \frac{\mu}{K} v \qquad (3.3)$$

la perméabilité peut être déduite en connaissant μ. Les flux glissants sont difficiles à maintenir en laboratoire, et les mesures de vitesse et de perte de pression sont difficiles, car ces quantités peuvent être trop faibles pour être saisies avec une bonne précision à l'aide d'instruments courants (Dukhan and Patel, 2011), ce qui est le cas dans cette étude.

Pour les nombres de Reynolds élevés (régime de forte inertie), l'équation empirique de Forchheimer-Dupuit (3.4) est utilisée dans des milieux poreux homogènes. Ainsi, l'équation (3.3) est devenue la somme de deux termes : un terme visqueux (v, loi de Darcy) et un terme d'inertie (v^2) (Forchheimer, 1901):

$$\frac{\Delta P}{L} = \frac{\mu}{\mathrm{K}} v + \rho \beta v^2 \qquad (3.4)$$

Réarrangé souvent en équation (3.5):

$$\frac{\Delta P}{v\, L} = \frac{\mu}{\mathrm{K}} + \rho \beta v \qquad (3.5)$$

Où K est la perméabilité de Forchheimer, β est le coefficient d'inertie ou le coefficient de Forchheimer ou le coefficient de trainée de la forme et ρ est la densité du fluide (de l'air en (kg/m^3)). Le coefficient β représente le blocage de la structure interne (ligaments, nœuds et, parfois, faces fermées de la mousse métallique à cellules ouvertes) à l'écoulement (Dukhan and Minjeur, 2011).

Dans (Du Plessis and Masliyah, 1988), la loi de puissance fractionnaire de 3/2 a été obtenue théoriquement en supposant que les termes non linéaires sont causés par l'effet de l'établissement du profil de vitesse dû à l'inertie, qui peut être observé dans un simple tube régulier (Panfilov and Fourar, 2006).

Notez que diverses autres origines des termes d'inertie ont été discutées dans un certain nombre d'articles comme (McFarland JD, 1976;, Muskat, 1982) (une origine turbulente), (Beliashevsky and Bugai, 1974, Schneebeli, 1955) (forces d'inertie dans un écoulement laminaire), (Hayes et al., 1995) (courbure du canal), (Whitaker, 1996) (une couche limite visqueuse), (Dokl and 1951;) (une macro-rugosité des pores), (Houpeurt, 1953) (pertes d'énergie cinétique dans les rétrécissements et les étranglements), (Chauveteau and Thirriot,

1967) (déformation de la ligne de courant par les forces d'inertie), (Ma and Ruth, 1993) ("force d'inertie microscopique se manifestant dans la force de traînée interfaciale"), (Panfilov et al., 2003) (singularité de la non-périodicité de la ligne de courant et/ou de l'écoulement à micro-échelle), et (Fourar et al., 2004) (dimension spatiale).

Quelle que soit la base physique, dans un milieu isotrope, la loi quadratique pure (3.4) n'a jamais été dérivée théoriquement (sauf dans les cas d'erreurs mathématiques omises). Il a été démontré que la forme de non-linéarité était plutôt compliquée et qu'elle dépendait qualitativement de la forme du canal.

(Mauroy et al., 2003) ont signalé un problème majeur lors de la modélisation de l'écoulement à travers les arbres, qui provient du fait que, en raison des effets d'inertie, la loi de Darcy se dégrade en une description phénoménologique pour les grands nombres de Reynolds. Même à des nombres de Reynolds modérés, les non-linéarités inertielles deviennent pertinentes par rapport aux effets visqueux. Le rapport de l'Institut de recherche sur les gaz à effet de serre (Firoozabadi et al., 1995) ont conclu que la loi de Darcy est inadéquate pour représenter l'écoulement à grande vitesse et que l'effet des propriétés du gaz ne tient pas compte de l'écoulement à grande vitesse dans les milieux poreux.

(Andrade Jr et al., 1999) ont étudié l'origine des écarts par rapport à la loi de Darcy classique par simulation numérique des équations de Navier-Stokes dans des milieux poreux désordonnés à deux dimensions. Ils ont appliqué l'équation de Forchheimer comme modèle phénoménologique pour corréler les variations du facteur de friction pour différentes porosités et conditions d'écoulement. À des nombres de Reynolds suffisamment élevés, lorsque l'inertie devient pertinente, ils ont observé une transition du comportement linéaire au comportement non linéaire, ce qui est typique des expériences. Ils ont constaté qu'une telle transition peut être comprise et caractérisée statistiquement en termes de distribution spatiale de l'énergie cinétique dans le système. Ils ont ensuite résumé que le modèle de Forchheimer devrait être valable pour un Re faible et aussi pour une gamme limitée de Re élevés, même lorsque les non-linéarités inertielles peuvent affecter de manière significative le transport de la quantité de mouvement à l'échelle des pores.

(Takhanov, 2011) fait état de l'existence d'approches à l'échelle globale et à l'échelle micrométrique (local) utilisées pour dériver l'équation de Forchheimer. Les approches macroscopiques globales dérivent l'équation de Forchheimer de l'équation de Navier-Stokes à l'échelle continue. L'approche à micro-échelle local représente un milieu poreux comme un

groupe de tubes capillaires alignés en série ou en parallèle et utilise des solutions analytiques simples.

(Coulaud et al., 1988) ont résolu numériquement les équations d'écoulement à l'échelle des pores en introduisant un terme non linéaire dans l'équation de Darcy (équation (3.4)), pour décrire les effets d'inertie dans un milieu poreux modélisé par des cylindres de diamètres égaux ou différents disposés selon un motif régulier à base carrée ou triangulaire. Ce travail a corroboré certaines expériences en confirmant que les lois de Darcy et de Forchheimer n'étaient valables que dans des plages bien établies de nombres de Reynolds.

Cependant, (Takhanov, 2011, Skjetne and Auriault, 1999) ont expliqué que plus le débit (nombre de Reynolds) augmente, plus les forces d'inertie deviennent importantes et que la loi de Darcy est généralement corrigée par un terme cubique comme dans l'équation (3.6):

$$\frac{\Delta P}{L} = \frac{\mu}{K} v + \frac{C}{\mu} \rho^2 v^3 \qquad (3.6)$$

où k est la perméabilité de la mousse (perméabilité Darcy) (m^2), C c'est le facteur d'inertie faible ou le facteur C -cubique sans dimension (-). Le régime de faible inertie est un régime dans lequel la force d'inertie est du même ordre que la force visqueuse.

(Sivanesapillai et al., 2014) lors de la discussion des résultats numériques pour un écoulement macroscopiquement stable et unidirectionnel à travers un milieu poreux fibreux rigide entièrement saturé pour Re jusqu'à 10^{-3} ; ont affirmé que la nécessité d'utiliser une équation de transition cubique dans le régime de faible inertie, où l'on observe souvent l'échec de l'équation de Forchheimer, était très probablement due au fait que $\gamma > 1$ pour certaines morphologies d'espace poreux (alors que γ était un paramètre libre dictant la largeur effective de la transition inertielle).

(Lage et al., 1997) ont essayé d'adapter leurs résultats expérimentaux à une loi cubique de la forme (équation (3.7)):

$$\frac{\Delta P}{L} = \frac{\mu}{K} v + \frac{\rho C_f}{K^{1/2}} v^2 + C v^3 \qquad (3.7)$$

Où le coefficient cubique C avait les unités Pa s^3/m^4. Ils ont constaté que la perméabilité et les coefficients d'inertie étaient les mêmes que ceux obtenus en interpolant l'intervalle des basses vitesses. Ils ont donc conclu que l'ajustement de l'intervalle des vitesses élevées n'était affecté que par le terme cubique.

(Panfilov and Fourar, 2006) décrivent un modèle explicite d'écoulement à grande vitesse obtenu dans (Bues et al., 2004); en travaillant sur un modèle à l'échelle globale et sur les effets

visqueux-inertiels pour un écoulement Navier-Stokes dans une fracture radiale avec des parois ondulées ; par des élargissements asymptotiques sur le diamètre du canal qui était beaucoup plus petit que la longueur du canal. La série obtenue pour un canal ondulé a révélé une loi cubique totale (équation (3.8)) pour des Re modérés ~1-10 :

$$\frac{\Delta P}{L} = \frac{\mu}{K} v + \beta' \rho v^2 - \alpha' \frac{\rho^2}{\mu} v^3 \qquad (3.8)$$

où les nouveaux paramètres β' et α' peuvent être négatifs ou positifs selon la géométrie du canal.

Une formule cubique générale comprenant un terme quadratique a également été proposée par (Rojas and Koplik, 1998, Lage et al., 1997, Chai et al., 2010) pour mieux décrire l'écoulement dans ce régime transitoire, elle peut être écrite comme suit :

$$\frac{\Delta P}{L} = \frac{\mu}{K} v + C_1 \rho v^2 + \frac{C_2 \rho^2}{\mu} v^3 \qquad (3.9)$$

Où C_1 et C_2 sont des paramètres expérimentaux adimensionnels.

(Rojas and Koplik, 1998) ont étudié l'écoulement d'un liquide incompressible à un nombre de Reynolds Re non nul dans un modèle bidimensionnel en milieu poreux par simulation numérique. La géométrie était un ensemble aléatoire de cylindres de section carrée. Ils ont également réexprimé l'équation de la perte de charge réduite (équation (3.9)) sous une forme entièrement adimensionnelle, en utilisant le nombre de Reynolds basé sur la racine carrée de la perméabilité, en définissant un gradient de pression adimensionnel normalisé à l'écoulement Darcy (F) comme : $F=1+b\,(Re) +c\,(Re)^2$, où les coefficients b et c sont adimensionnels. Nous avons trouvé une transition d'un écoulement Darcy linéaire à très faible valeur de Re, à un régime de transition cubique à faible valeur de Re, puis à un Forchheimer quadratique lorsque Re = 1.

(Venkataraman and Rao, 1998) ont démontré que la loi de puissance empirique de la forme proposée par Missbach (Scheidegger, 1974), telle que donnée dans l'équation (3.10), a démontré qu'elle était simple dans sa forme et suffisamment précise pour décrire le comportement de l'écoulement à travers des milieux poreux à de grands nombres de Reynolds dans des problèmes pratiques du domaine.

$$i = bv^m \qquad (3.10)$$

Où *i* était le gradient hydraulique, *b* était un coefficient dépendant des propriétés du fluide et du milieu poreux, et *m* était un indice, tous deux à déterminer expérimentalement. Cette loi n'a pas été étudiée au cours de cette étude.

L'écoulement visqueux (glissant) et l'écoulement de Forchheimer ont été assez bien compris dans divers milieux poreux avec différents fluides, et diverses raisons ont été suggérées par différents chercheurs cités dans (Panfilov and Fourar, 2006) pour expliquer la relation non linéaire entre le gradient de pression et la vitesse superficielle, mais la situation à des vitesses plus élevées a reçu moins d'attention pour les mousses relativement denses comme les mousses RES.

3.6 Conditions de mesures importantes

3.6.1 Mesures en écoulement

Les données expérimentales fournies dans les publications se résument aux valeurs des pertes de pression (perte de charges) ΔP mesurées sur une longueur L et aux vitesses débitantes v du fluide associé.

La mesure de la perte de charges ΔP est effectuée soit :

- Par deux capteurs indépendants (référence à la pression atmosphérique). ΔP est la différence des deux valeurs mesurées, le niveau de pression moyen est connu,
- Par un seul capteur utilisé en différentiel. La perte de pression est directement mesurée, sans information sur le niveau de pression local (Dukhan, 2006).

La position des points de prises de pression par rapport à l'échantillon est variable selon les études. Pour la très grande majorité d'entre elles, les capteurs sont positionnés sur la zone d'interface canal vide/ échantillon et échantillon/ canal vide et non entre deux points situés au cœur de l'échantillon de mousse.

La mesure de la vitesse v est effectuée soit :

- Par mesures des débits, massiques (gaz et liquide) et/ ou volumiques (liquide), ramenées à la section totale du canal,
- Par une sonde type « tube de Pitot ».

Deux protocoles expérimentaux s'opposent :

- la perte de pression entre l'entrée et la sortie $\Delta P=P_S-P_E$ est fixée par l'expérimentateur (Despois, 2005). Pour chaque valeur de ΔP imposée, la vitesse débitante (ou vitesse de Darcy) est mesurée,

3.6.2 Effet de Compressibilité

De manière générale, quelles que soient les vitesses d'écoulements, les études qui utilisent des gaz pour la caractérisation des mousses métalliques en écoulement ne tiennent pas compte des effets liés à la compressibilité. Pour certaines d'entre elles, les faibles vitesses

d'écoulement justifient de négliger ces effets (perte de pression faible devant le niveau de pression moyen). Généralement, cette hypothèse est valide lorsque le modèle de Darcy décrit correctement l'expérience.

En revanche, dans bien des cas, l'hypothèse d'incompressibilité du gaz n'est pas respectée ((Khayargoli et al., 2004, Azzi et al., 2007)). La perte de pression générée par une longueur L de mousse n'est pas négligeable si elle est rapportée au niveau de pression moyen de l'échantillon. (Bonnet, 2007) a démontré que l'hypothèse d'incompressibilité du gaz dans des cas où le modèle d'écoulement prend en compte les effets inertiels conduit à des valeurs erronées de K et β.

(Moreira et al., 2004) font partie des études qui tiennent compte des effets liés à la compressibilité du gaz dans un milieu de type mousse solide. Il s'agit d'une étude relative à des écoulements d'air (0 à 20 m.s-1) dans des mousses céramiques (8, 20, 45 PPI ; 14 à 30 mm d'épaisseur) dont la topologie est tout à fait comparable à celles des mousses métalliques puisque fabriquées par réplication à partir de mousse de polyuréthane.

$$\frac{\left(P_e{}^2 - P_s{}^2\right)}{2LP_s} \qquad (3.11)$$

Malgré l'utilisation de seulement deux capteurs de pression, l'auteur parvient à tenir compte dans son traitement de la non linéarité du profil de pression en reportant les valeurs de l'équation (3.11) en fonction de la vitesse pour déterminer les valeurs de K et β.

3.6.3 Longueurs des échantillons de mousse

La longueur d'échantillon L sur laquelle est mesurée la perte de pression est très variable. Elle s'étend de quelques millimètres ((Khayargoli et al., 2004)), à quelques centimètres ((Innocentini et al., 1999b)) en fonction de l'étude. Les variations de la longueur « L » proviennent du choix comme direction d'écoulement de l'épaisseur (plus petite dimension de l'échantillon ((Khayargoli et al., 2004))) ou bien de la longueur maximum de l'échantillon. Bien entendu, de la longueur d'étude dépend très fortement la qualité des mesures. Une longueur d'étude élevée permet de s'assurer que l'échantillon choisi est représentatif du matériau.

3.6.4 Lois d'écoulements

Notons enfin que les configurations d'écoulement 1D ne permettent pas la mesure de grandeurs tensorielles. Les paramètres de loi d'écoulement sont toujours des scalaires.

3.6.5 Mesures des paramètres morphologiques

Les méthodes de mesures sont également très différentes :

- microscope électronique (D_p, D_b) ((Du Plessis et al., 1994)),
- photographie+analyse d'images (D_p, D_b,ε,S_p) ((Moreira et al., 2004, Innocentini et al., 1999b, Richardson et al., 2000)),
- caractéristiques constructeur (Grade, D_p, ε, S_p) ((Khayargoli et al., 2004)),
- mesure des éléments du moule ayant fabriqué l'échantillon (D_p, ε, S_p) ((Despois and Mortensen, 2005)).

Nous venons de donner une vue générale de l'ensemble des travaux qui ont été menés sur les écoulements monophasiques dans les mousses solides. Plusieurs résultats existent concernant les milieux hyper poreux ou bien les lits garnis. Néanmoins, presque aucune étude n'aborde le comportement d'écoulement des fluides à travers les milieux de densité moyenne.

3.7 Séjours scientifiques dédiées à cette étude et les travaux résultants

Pendant cette étude, cette partie de la thèse a bénéficié de bourses à l'étranger d'une durée moyenne de travail effectif de trois semaines; planifiées selon l'organigramme de la Figure 3.5, à savoir :

- Sous la direction du Responsable de l'opération de recherche « Milieux Hétérogènes et Transferts » de l'équipe Transferts de Chaleur et de Matière du laboratoire IUSTI-MARSEILLE.
- Collaboration avec le laboratoire GRESPI à Reims sur une série d'échantillons.

Le fruit de ces travaux de collaborations est:

Un article soumis en cour de révision intitulé: « Experimental investigation of fluid flow through zinc open cell foams produced with Excess salt replication process» dans le *journal Fluid Dynamics Research. (ID :* FDR-101705).

Nous pouvons conclure que:

La perméabilité est une propriété importante pour les applications de mousse à écoulement continu telles que les applications thermiques, la filtration, l'électrochimie, l'absorption acoustique, les implants poreux (Lefebvre et al., 2008). Des études récentes ont montré que les modèles classiques tels que ceux de Darcy ou de Forchheimer ne décrivent pas de manière appropriée la chute de pression dans un solide poreux, en particulier à une vitesse de fluide élevée. Il a été démontré que la chute de pression ne peut pas être normalisée par

l'épaisseur du matériau puisque les effets d'entrée et de sortie peuvent affecter de manière significative la chute de pression (A. Mostafid, 2008).

En conséquence, de nouveaux modèles devraient être développés et les méthodes de mesure de la perméabilité devraient être réévaluées, en particulier lorsque l'épaisseur du matériau est faible et la vitesse du fluide élevée.

Des travaux supplémentaires doivent être réalisés pour mieux comprendre la diffusion des gaz dans les systèmes complexes et pour optimiser les performances des dispositifs de passage tels que les échangeurs de chaleur, les électrodes ou les catalyseurs (Lefebvre et al., 2008).

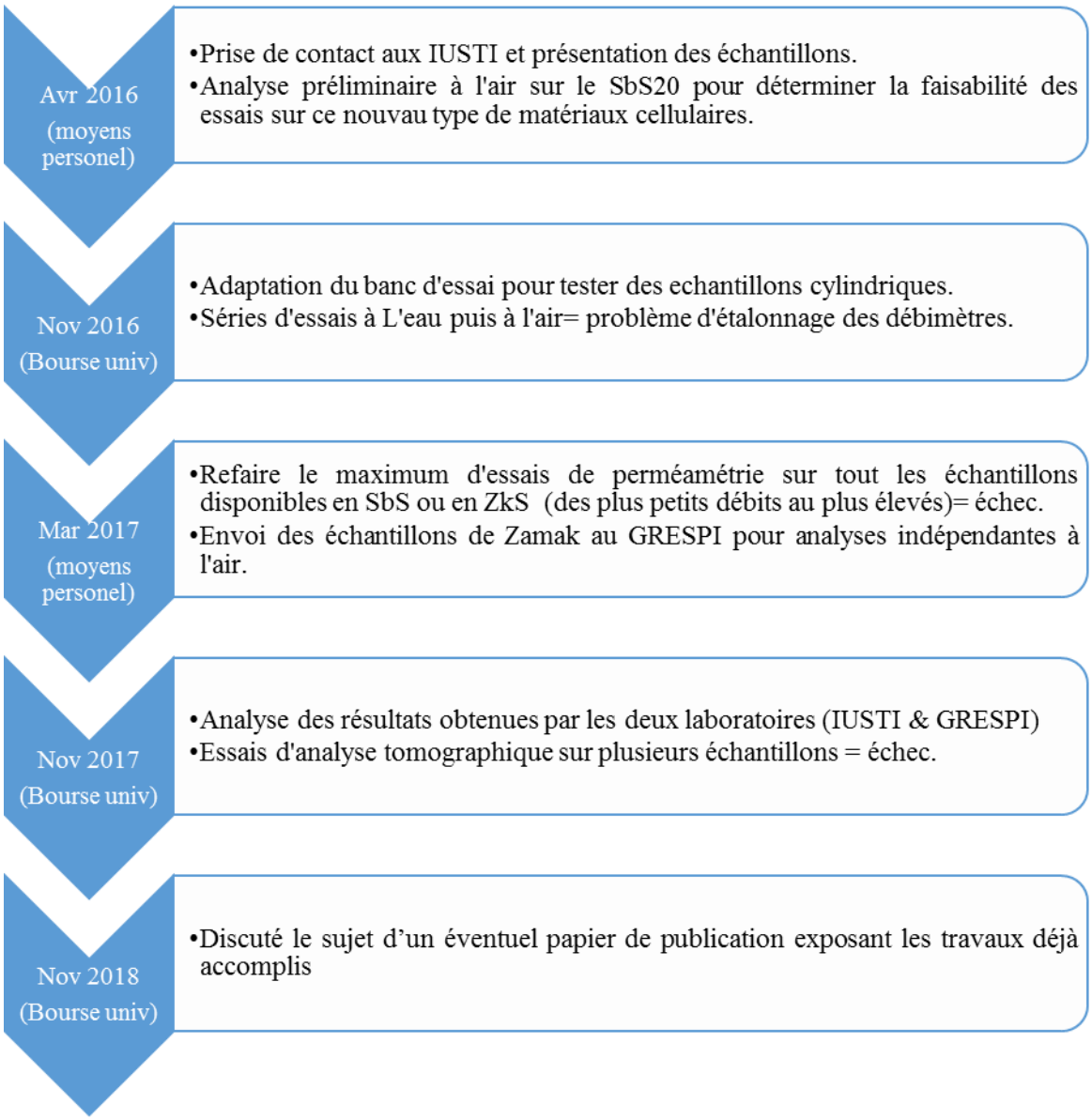


Figure 3.5 : Détail des stages consommés durant cette étude à fin d'atteindre l'objectif de ces recherches.

Chapitre 3 : État de l’art sur la perméabilité des fluides dans les matériaux cellulaires

Outre la caractérisation détaillée des propriétés des métaux cellulaires, une question très importante est la normalisation des procédures de mesure. Les utilisateurs finals des métaux cellulaires ne se fieront qu'aux propriétés mesurées de manière standardisée. C'est pourquoi des initiatives ont été lancées ces derniers temps pour définir de telles normes, tant en Europe qu'au Japon (U. Krupp and T. Hipke, 2008, Technology et al., 2006 & 2007).

4 PROCEDE DE REPLICATION PAR EXCES DE SEL : « PROCEDE RES »

De nombreuses tentatives de faire mousser des métaux liquides par "moussage direct des métaux fondus avec des agents gonflants", principalement de l'aluminium, du magnésium, du zinc ou des alliages à base d'un de ces métaux, ont été entreprises dans les années 1960 et 1970 revue dans (Elliott, 1961, Fiedler, 1965, Hardy PW, 1967, Niebylski, 1970, Berry Jr, 1972, Bjorksten and Rock, 1972, Niebylski et al., 1974, Niebylski et al., 1976, Banhart, 2001). Bien que quelques bonnes mousses métalliques aient été produites, ces matériaux n'ont pas trouvé de véritables applications industrielles.

Au cours de cette thèse, un nouveau procédé basé sur le principe de réplication a été développé et nommé « Procédé de Réplication par Excès de Sel » (RES), donnant des matériaux cellulaires de bonne qualité ayant une porosité entre 45% et 70%.

Ce procédé a permis la production de matériaux cellulaires avec des alliages jamais employés avant selon notre connaissance: le plomb antimonial à 25% et le zamak 5. Ce chapitre détaille les principes et les résultats de ce procédé selon les démarches suivantes (Figure 4.1) :

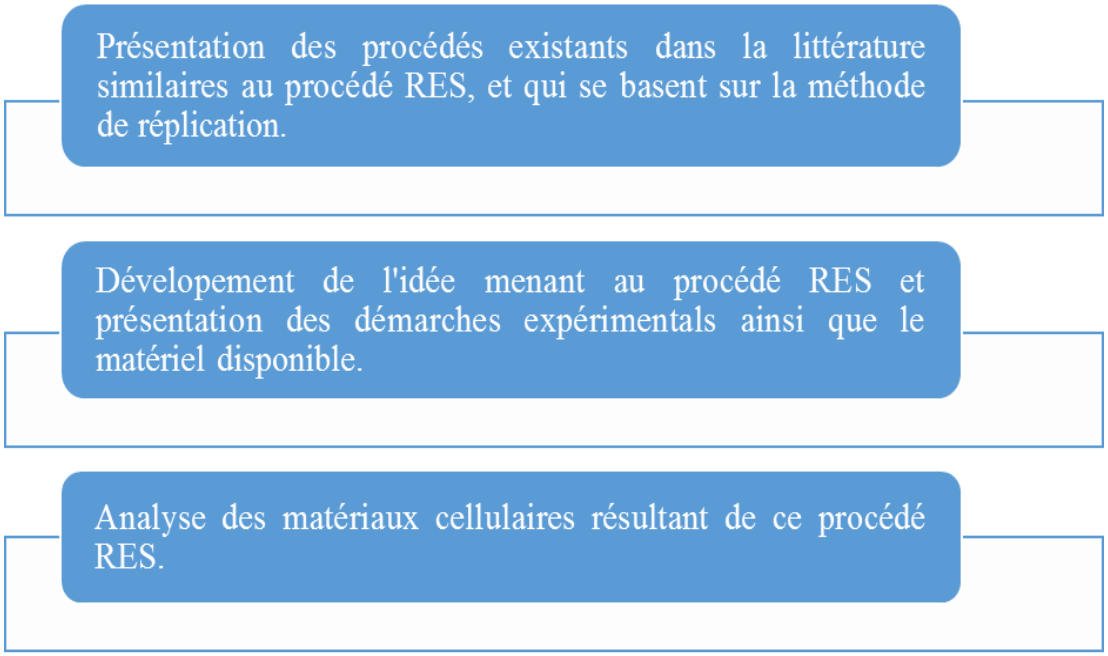


Figure 4.1 : Diagramme résumant les démarches du chapitre 4 analysant le procédé de réplication du sel (RES).

Chapitre 4 : Procédé de réplication par excès de sel : « Procédé RES »

4.1 Moussage du plomb et du zinc

Le plomb antimonial et le zinc et ses alliages n'ont pas suscité beaucoup d'attention dans ce domaine car la littérature ne rapporte que deux étude concernant le premier sous forme pure ou allié à l'étain; et cinq tentations de fabrication pour le second par deux types de procédés à savoir : « Agent de dégagement des gaz » et « dépôt sur une préforme/ réplication» revue dans (Goodall and Mortensen, 2014).

(Simancik et al., 2002) rapportent que le zinc peut être moussé par une simple modification de la "technique de fusion sur une poudre comprimée"(la même que la méthode de l'agent de dégagement des gaz). L'agent moussant : titanium hydride (TiH_2) utilisé pour l'aluminium peut être utilisé, bien que le zirconium hydride (ZrH_2) semble donner des résultats légèrement meilleurs. Les propriétés de la poudre et les procédures de mélange sont assez similaires à celles de l'aluminium. Seule la température de pressage et de moussage doit être choisie légèrement inférieure à celle de l'aluminium en raison de la température de fusion du zinc à 419C°. Le zinc moussé présente une structure de pores très uniforme. Cela peut être attribué au fait que la température de décomposition des agents moussants TiH_2 correspond à la température de fusion du métal. Par conséquent, la fusion et la formation des pores se produisent simultanément et des bulles rondes sont créées dès le début. Contrairement à l'aluminium, il n'y a pas de plage d'expansion à l'état solide avec formation de fissures correspondante.

Le plomb et les alliages de plomb tels que le Pb-Sn et le Pb-Sb peuvent également être transformés en mousse par une autre modification du procédé (Figure 4.2). Le TiH_2 et le ZrH_2 ne peuvent pas être utilisés comme agents moussants en raison de la faible température de fusion du plomb pur (327C°) et de la température de solidus encore plus basse des alliages (noter que T_{fusion} (Sb) est de 630C°). Des mousses assez bonnes ont été obtenues en utilisant le carbonate de plomb (II) comme agent moussant : il se décompose au-dessus d'environ 275C° et libère du CO_2 et de l'eau, qui agissent comme un gaz moussant (Simancik et al., 2002).

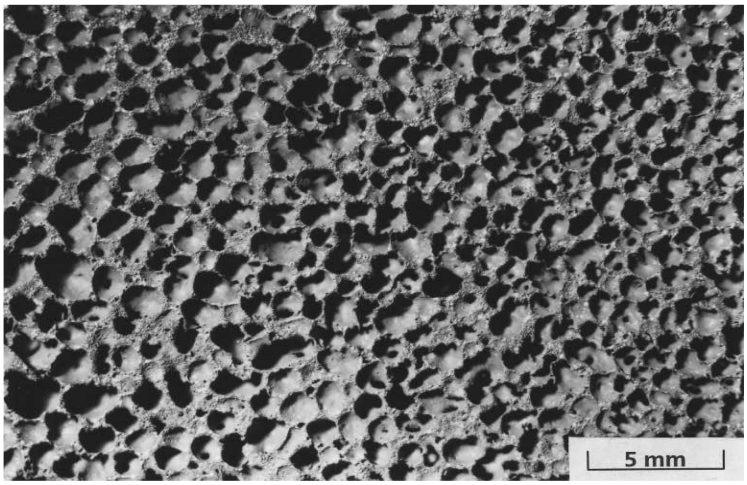


Figure 4.2 : Coupe transversale d'une mousse de plomb fabriquée par fusion sur une poudre comprimée [Simancik et al., 2002].

4.2 Procédés de réplication par préforme amovible

Concernant les méthodes de dépôt sur une préforme ou la réplication par un agent amovible nous avons deux catégories différentes :

4.2.1 Transformation des poudres avec support d'espace

Alors que les procédés de métallurgie des poudres peuvent produire des pièces presque entièrement denses à partir de poudre métallique, la porosité peut être introduite délibérément en introduisant dans le mélange de poudre une phase supplémentaire pour retenir les espaces dans le matériau (cette phase est souvent appelée " support d'espace) ". Si cette phase peut être éliminée, par exemple, par des moyens chimiques ou thermiques après ou pendant le frittage, un métal poreux est produit comme démontré sur la Figure 4.3.

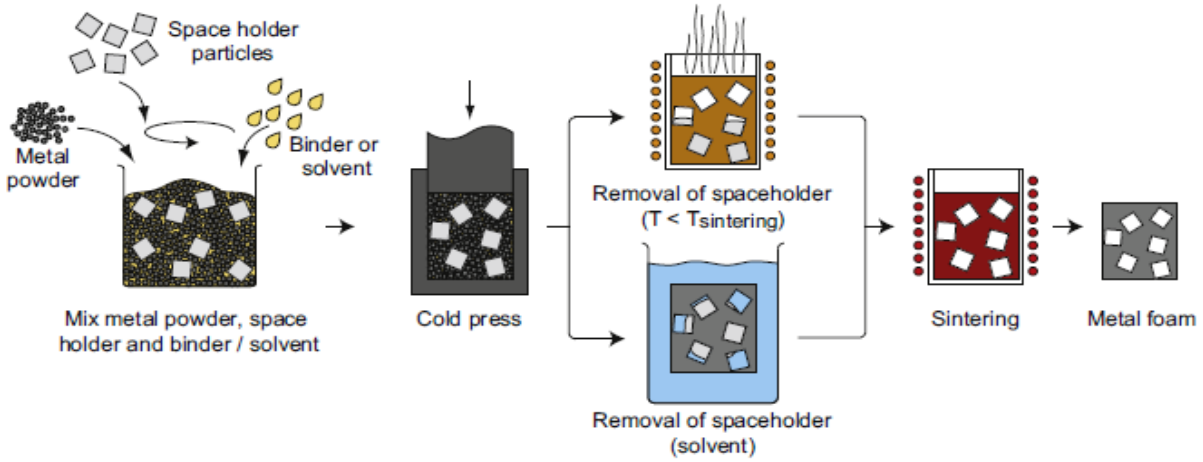


Figure 4.3: Un schéma représentatif des méthodes utilisant des supports d'espace avec des poudres métalliques [(Goodall and Mortensen, 2014].

Ce procédé est souvent utilisé pour les métaux à point de fusion élevé, qui peuvent être difficiles à traiter en phase liquide. Parmi les exemples notables cités dans (Goodall and Mortensen, 2014), nous pouvons citer le titane, l'acier inoxydable et les superalliages, bien qu'il y ait également eu un recours très fréquent à cette méthode pour la fabrication de mousses d'aluminium

4.2.2 Infiltration d'une préforme

Au lieu de mélanger une poudre métallique avec un support d'espace et de la fritter, si ce support d'espace a un point de fusion plus élevé que le métal, nous pouvons alors infiltrer (sous pression ou sous vide ou par gravité) l'espace des pores ouverts formé dans un corps de poudre compressée à froid ou frittée amovible constitué de ce matériau de support d'espace, comme présenté sur Figure 4.4. (Jinnapat and Kennedy, 2011) ont démontré que pour l'infiltration à basse pression, et les préformes à haute densité, la dissolution du sel était rapide, en raison de la nature poreuse des particules.

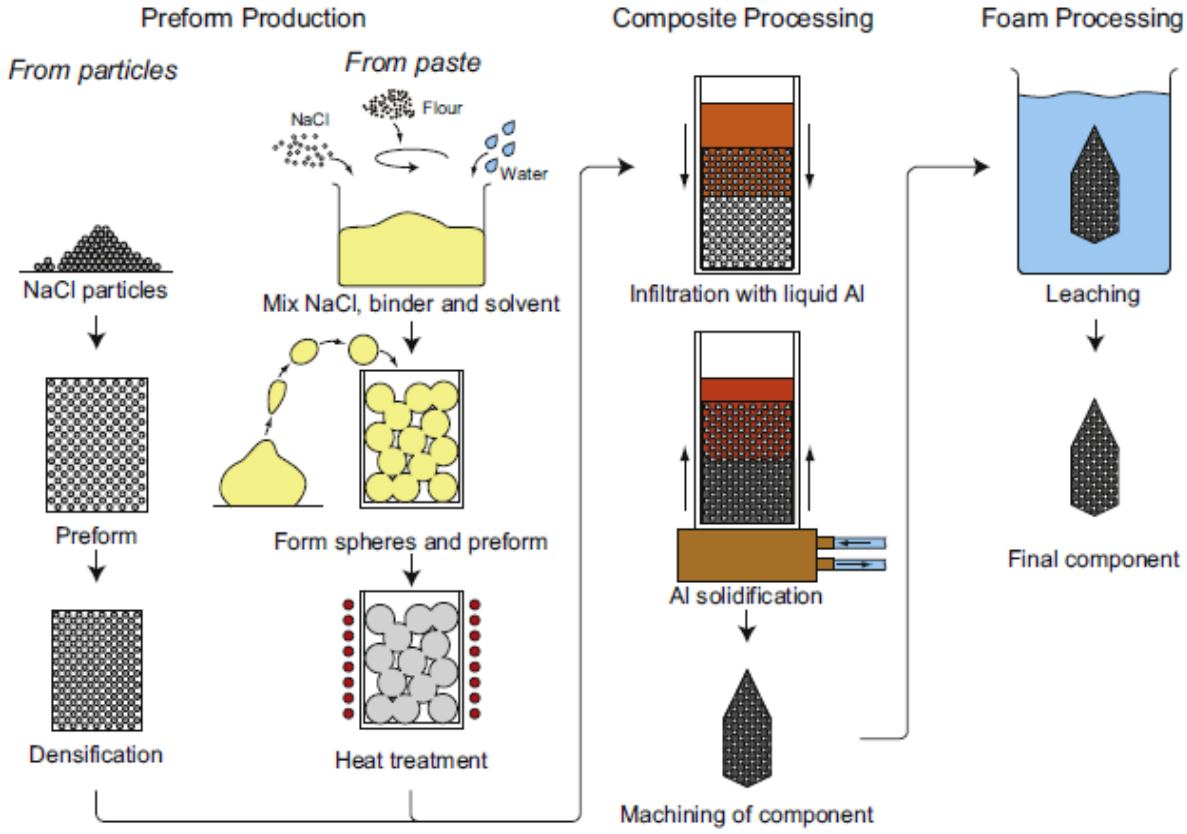


Figure 4.4: Schéma du processus de réplication ou infiltration d'une préforme pour la fabrication de mousse à cellules ouvertes [(Goodall and Mortensen, 2014].

Après solidification du métal, la deuxième phase est éliminée comme auparavant, par exemple par dissolution à l'aide d'un solvant, par attaque chimique ou par pyrolyse oxydative. Avec cette approche, nous obtenons une mousse ayant la structure poreuse de la poudre

compacte ; le fait que ces poudres compactes présentent généralement une faible teneur en pores signifie que les mousses résultantes sont très poreuses. Une utilisation très courante de cette méthode consiste à utiliser du chlorure de sodium comme matériau de préforme pour fabriquer des mousses en aluminium ou ses alliages.

La nécessité de produire une préforme a également été évitée en mélangeant les particules de sel au métal fondu et en utilisant un piston perméable pour compacter les particules et éliminer l'aluminium en excès (Aida et al., 2016, Jamshidi-Alashti and Roudini, 2012). Cette méthode est appelée « Procédure de press à l'état fondu » (melt squeezing procedure (MSP)). La Figure 4.5 présente les étapes de ce procédé.

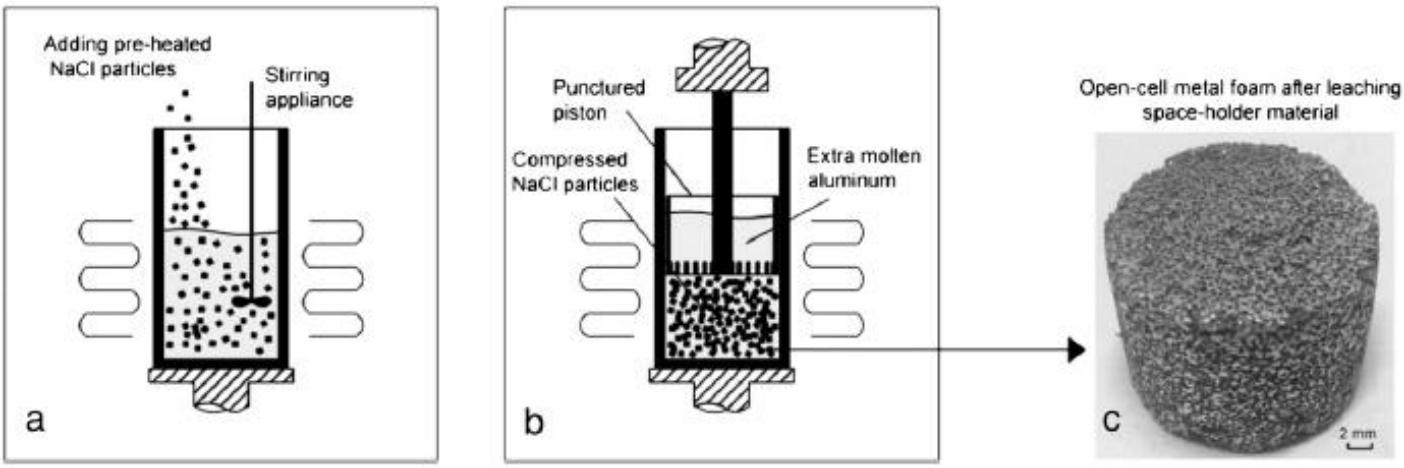


Figure 4.5: Schéma du processus de fabrication de la mousse par MSP ; (a) ajout de particules de sel préchauffées et agitation, (b) compression externe via un piston perforé et (c) échantillon final de mousse après lavage du NaCl et usinage avec 79% de porosité [Jamshidi-Alashti and Roudini, 2012].

Ce procédé a montré qu'une pression manuelle inférieure à 2 MPa exercée sur le piston donne aux mousses la moindre discontinuité de la paroi cellulaire et que ce piston perforé a permis d'éliminer l'excès d'aluminium fondu et a favorisé le contact entre les particules de NaCl. Cependant la demande accrue de mousses métalliques à cellules ouvertes peu coûteuses et de bonne qualité a poussé les recherches vers des procédures permettant d'éviter les déchets métalliques supplémentaires oxydés. En plus l'agitation, peut modifier les dimensions des particules de NaCl et provoquer des bulles de gaz indésirables qui pourraient être piégées à l'intérieur du matériau cellulaire. Toutes ces remarques ont orienté cette thèse à concevoir un procédé simple, sécurisé et rentable qui est le « procédé de réplication par excès de sel ». Son principe est l'opposé du MSP, car au lieu de travailler en excès de métal (parfois cher et le récupérer sous forme oxydé à la fin), penser plutôt à travailler en excès de sel disponible à moindre cout était plus judicieux.

4.3 Choix du sel et des métaux

Le sel qui a servi comme préforme est un sel de roche d'Himalaya, translucide, lisse et pur. Ses cristaux ont une forme cuboïde d'un diamètre équivalent entre 2-5 mm, comme le montre la Figure 4.6.

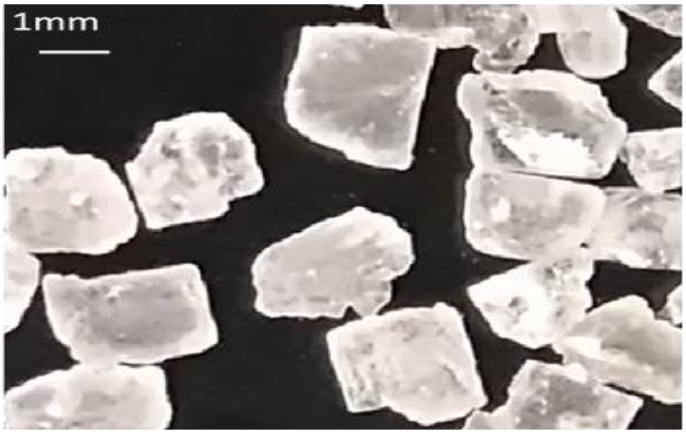


Figure 4.6 : Image numérique montrant la forme cubique irrégulière des particules de sel de 3,5 mm utilisées comme préforme.

4.3.1 Propriétés du sel utilisé comme préforme

Ces propriétés sont citées dans le Tableau 4.1 :

Tableau 4.1 : Propriétés physique et chimique du sel utilisé comme préforme.

Densité ρ_s (g/cm^3) à 20C°	Point de fusion (C°)	Pureté (%)	Morphologie des grains	Solubilité (g/l)		Masse molaire M_s (g/mol)	Réactivité avec les matrices
				Eau à 20C°	Alcool		
2.163	801	99.999	Cuboïde irrégulier à faces lisses	358.5	insoluble	58.443	faible

4.3.2 Propriétés des alliages qui ont servi comme matrice métallique

Les métaux qui ont servie dans la fabrication des matériaux cellulaires sont le plomb antimonial : Sb25%Pb et le zamak 5 : Zk5 et dont les propriétés physique sont citées dans le Tableau 4.2.

Tableau 4.2 : Propriétés physiques des alliages métalliques qui ont servi comme matrice.

Matrice métallique	Proportions moyennes d'éléments (%)	Point de fusion (C°)	Densité de l'alliage dense ρ_a à 20 C° (Kg/m3)
Alliage de plomb antimonial (Sb-Pb)	25% Sb 75% Pb	450	10700
Alliage de zamak 5 (Zk 5)	95% Zn 4% Al 1% Cu 0.03% Mg	400	6700

Les principaux critères de leurs choix sont les suivants :

- Des métaux disponibles à des prix raisonnables
- Leurs points de fusion sont inférieurs à celui du sel
- Bonne coulabilité du plomb antimonial.
- Inertie chimique de ces alliages avec le sel de préforme
- Maitrise de la méthode d'élaboration avec suffisamment de protection (T_{fusion} entre 400 et 450 °C)
- Excellente conductivités électrique et thermique les rendent de bon candidats à des fins électrochimiques et thermiques
- Une résistance élevée à la corrosion et une grande fluidité (coulabilité) favorisent les alliages de zinc, pour former des matériaux cellulaires très compétitifs par rapport à l'aluminium et au magnésium (Porter, 1994, Gelfi et al., 2004) (dans le domaine des énergies renouvelables).
- La bonne résistance à la compression de ces matériaux attire l'attention des industries automobiles.
- Absence de travaux de recherche sur des mousses en plomb antimonial et en zamak 5

4.4 Démarches expérimentales

Après une étude bibliographique approfondie d'environ 6 mois, il était indispensable de passer au laboratoire à fin de reproduire les procédés de réplication de sel existants dans la littérature et évaluer les avantages et les inconvénients de chaqu'un. Juger ainsi de leur faisabilité avec le matériel disponible. Il fallait s'adapter avec le matériel existant, cité dans la liste suivante :

Four à moufle (porte à trappe) de type L9/11 : $T°_{max}$ =1100°C;V=9 l; dimensions internes L*P*H=230*240*170; puissance max=3.0 kW.

2 Balances différentes : Controlab Kern FW (Max= 3000g/e=0.1g; Min=0.5g/e=0.01g); Kern KB (Max=10100g;d=0.1g)

Série de tamis de classe $\phi_t \in$[2-6.3mm]

Tester les procédés de réplication déjà cités était impossible à cause de :

- L'absence d'équipement adapté comme le four sous pression à gaz inerte
- La possibilité d'équiper un four d'un outil d'agitation était irréalisable.
- Manque de matière première sous forme de poudre comme l'aluminium en poudre et le liant adéquat (binder).
- L'intérêt de cette étude était de produire à l'aide d'un procédé fiable et peu couteux, des matériaux cellulaires capables d'alléger les grilles des batteries acides d'automobiles à fin d'économiser le plomb et l'antimoine. Ces métaux ont un effet néfaste pour l'écologie et la diminution de leur taux dans ces accumulateurs d'énergie qui sont jeté la majorité du temps après expiration directement dans la nature, serait bénéfique.

Ces motifs ont imposé le choix d'apprendre uniquement le procédé de « réplication par coulé sous gravité » qui consiste à choisir des métaux de bonne coulabilité (fluidité) et de les faire mousser selon les étapes suivantes :

1. Préparer une préforme de sel en vrac dans un moule allant au four, ce dernier (Figure 4.7) était conçu selon les dimensions internes du four à moufle disponible.



Figure 4.7 : Premier moule conçu pour apprendre le procédé de réplication par coulé sous gravité.

2. Ajouter le métal progressivement en le vibrant délicatement à fin de faire pénétrer le métal sous effet de la gravité et du poids du métal dans les interstices existant dans la préforme.
3. Une fois le métal flottait au-dessus de la préforme, il est laissé refroidir
4. Il est coupé selon les formes et dimensions désirées.
5. Le sel est ensuite rincé pendant toute une nuit à l'eau

L'inconvénient de cette méthode c'est qu'il existe parfois dans l'échantillon long des zone défectueuses (Figure 4.8): soit des zones de cellules fermés apparaissent, soit le métal fait défaut et n'accède pas totalement dans tous le vide de la préforme à cause de la différence de pression capillaire qui peut engendrer une situation de non mouillage spontané, détaillé dans (Despois, 2005).

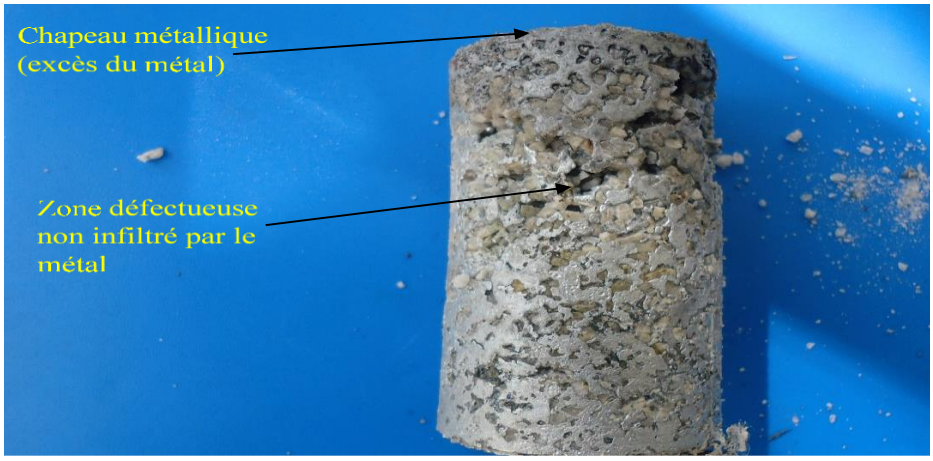


Figure 4.8 : Défauts d'un échantillon en plomb antimonial fabriqué par réplication par coulé sous gravité.

4.5 Procédé de réplication par excès de sel

Nous découvrons de nouveaux procédés en corrigeant les défauts d'autres procédés et en employant les moyens disponibles :

Dans le procédé de réplication par coulé sous gravité :

- Les zones défectueuses peuvent être éliminées en exerçant une pression.
- Le chapeau métallique peut être évité en calculant avec précision la quantité du métal nécessaire pour un pourcentage d'infiltration désiré.

Dans le procédé de MSP décrit précédemment :

- Un piston troué a été utilisé à fin de récupérer le surplus du métal fondu par compression des grains de sel.
- Cette pression assurera d'autre part les contacts entre ces grains de sel.

Une conception bien étudiée d'un moule couplé à une technique inverse de celle de la récupération de l'excès de métal (forcément oxydé) avec les solutions proposées plutôt, font croire qu'il en résulte un procédé fiable.

Au départ, le moule proposé était parallélépipédique (Figure 4.9), conçu spécialement pour faciliter le procédé à l'aide d'outils comme le support de moule et le pied presseur troué manuel. Le couvercle était troué à fin d'empêcher le sel chaud de s'échapper du moule une fois dans le four (car à haute température le sel commence à craquer dans tous les sens). Il est sous-entendu que les trous du pied presseur et du couvercle du moule avaient un diamètre fixe de 1mm qui est inférieur à celui du sel employé.

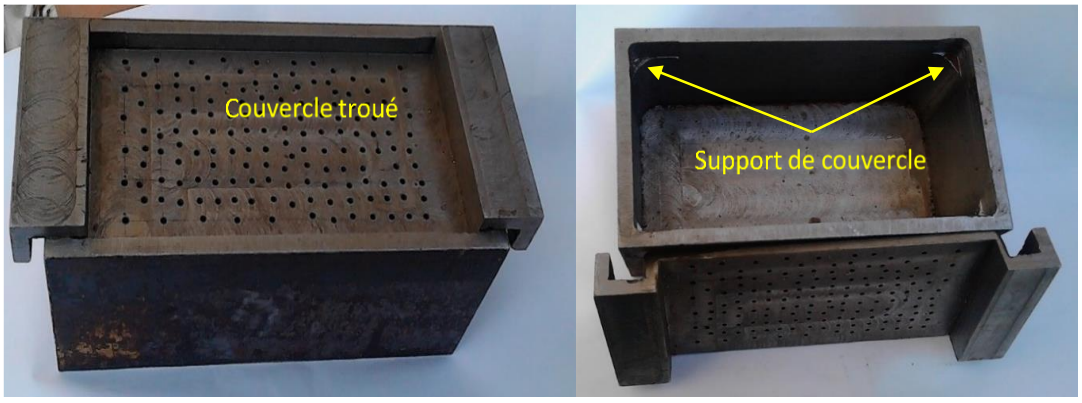


Figure 4.9 : Un moule parallélépipédique adapté pour le procédé RES pour fabriquer des échantillons tablettes.

4.5.1 Essais préliminaires

L'idée de ce procédé était très simple, au lieu de travailler en excès d'alliage, nous travaillons avec un excès de sel selon les étapes suivantes :

- Le moule est enduit d'un enduit inerte qui facilitera le démoulage de l'échantillon ultérieurement.
- Une quantité d'alliage bien calculé est d'abord coulé dans le moule à fin d'obtenir une tablette dense identique aux dimensions du moule qui sera déposé ensuite sur le sel.

- Nous répartissons le sel tamisé en quantité pesé de telle sorte qu'un excès de 15mm est récupéré à la fin. Le diamètre minimal des grains de sel est supérieur à 1mm.
- Le sel est très bien tassé pour avoir un arrangement de densité maximale à l'aide du pied presseur troué.
- La tablette d'alliage déjà coulée et refroidie est placé au-dessus du sel délicatement sans déséquilibrer l'arrangement de la préforme de sel. Elle doit s'adapter soigneusement au moule pour que les grains de sel ne s'y échappent pas une fois que l'ensemble est chauffé dans le four.
- Une fois recouvert avec le couvercle troué, l'ensemble du moule plein est introduit doucement dans un four de température T_f inférieur à la température de fusion du sel et supérieur à celle de l'alliage jusqu'à fusion totale de la tablette d'alliage.
- Le sel est manuellement comprimé à l'aide du pied presseur avec une force répartie uniformément pendant deux minutes pour assurer le maximum de contact entre les grains de sel, et dégager d'éventuels bulles de gaz emprisonnées dans la fusion à travers les trous du pieds presseur.
- Le composite sel-alliage est laissé totalement refroidir puis est démoulé.
- Le sel des échantillons est ensuite dissout dans l'eau pendant une nuit en changeant l'eau tous les 3 heures jusqu'à disparition totale du sel.

Deux essais avec l'alliage de plomb antimonial ont eu lieu avec sucée dès le premier essai, ayant un diamètre de sel de 2 mm, et 3.15mm. La Figure 4.10 et la Figure 4.11 montrent les échantillons SbS20 et SbS31 respectivement à l'état brut (juste après démoulage). Ce sont les premiers échantillons obtenus par ce procédé qui a été nommé « Procédé de réplication par excès de sel » (RES) ; en Anglais : « Excess salt replication process » (ESR) à cause de son principe basé sur l'excès de sel. Le métal employé était le plomb antimonial Sb25%Pb.

Il faut savoir que cette forme de tablette a été choisie parmi bien d'autre, car une partie de cette recherche visait à substituer les électrodes sous forme de grilles des batteries acides par des matériaux poreux (comme dans ce cas les mousses métalliques) à fin d'alléger ces sources d'énergies sans altérer leur rendement électrique. Une analyse comparative est présentée dans le chapitre 7.

Les noms des échantillons sont choisi tel que : par exemple **SbS20** :

- **Sb** désigne le symbole de l'alliage utilisé comme matrice métallique
- **S** désigne le sel utilisé comme préforme
- 20 est le nombre décimal du diamètre des grains de sel employé.

4.5.2 Etude de forme des échantillons SbS20 et SbS31

La face supérieure de la mousse SbS20 photographiée sur la Figure 4.10(a) est complètement poreuse à cause de l'excès de sel qui se trouvait dessus.

Par contre la face inférieure (Figure 4.10(b)) est moins poreuse que la surface car le métal a tendance à se condenser vers le bas sous l'effet de sa densité poussant ainsi les grains de sel vers le haut par force de flottaison positive (positive buoyancy force). Ceci indique que le temps et l'intensité de compression manuel sont très décisifs dans la méso-structure du produit final, et leur étude fait partie des futures perspectives.



Figure 4.10 : Photographies (a) et (b) démontrent les vues de face et de dessous respectivement de l'échantillon SbS20 obtenue par le procédé RES avec une préforme des grains de sel de 2 mm de diamètre.

L'effet de ces deux paramètres (le temps et la force de compression) est très visible sur l'échantillon SbS31 affiché sur la Figure 4.11. La face supérieure représentée par la Figure 4.11 (a) est trouée comme sa précédente mais la face inférieure est pratiquement non poreuse

(Figure 4.11 (b)) car le temps de compression inférieur à 2 min donc les grains de sel ont flotté vite après l'arrêt de compression avant même que le métal ait le temps de commencer à refroidir. Ceci a nécessité plus de séances (de temps) d'électroérosion à fin de dégager les pores inférieurs de l'échantillon, lui faisant perdre ainsi de l'épaisseur.



Figure 4.11 : Photographies de l'échantillon SbS31 obtenue par le procédé RES dont le diamètre du grain de sel de préforme est de 3.15mm. (a) et (b) démontrent les vues de face et de dessous respectivement.

4.5.3 Découpage des échantillons et préparation de leur surface

La préparation des échantillons pour différentes caractérisations nécessite un usinage (découpage) propre et approprié. Cet usinage peut se faire par deux méthodes : soit avant le lavage du sel ou bien après.

4.5.3.1 Usinage après le lavage du sel

(Ashby et al., 2000b) confirment que les techniques conventionnelles de découpage et d'usinage (sciage à bande, fraisage, perçage) provoquent de graves déformations de surface ou des dommages aux mousses métalliques une fois débarrassées du sel.

Un découpage précis de la matrice métallique après dissolution du sel est possible par usinage par électroérosion (ER), par fraisage chimique, par découpage au jet d'eau ou par l'utilisation de fraises volantes à très grande vitesse. Lors de la préparation d'échantillons de

mousses métalliques pour une caractérisation, il est important d'utiliser l'usinage par électroérosion ou le fraisage chimique, à moins que les échantillons ne soient très grands, car les dommages de surface causés par d'autres méthodes de découpage influencent leurs propriétés.

Les échantillons de plomb antimonial SbS20 et SbS31 ont été découpé en deux séances par ER dans les ateliers d'ER de Mr BOUKHATEM. M (Médéa). La machine utilisée figure sur la Figure 4.12.



Figure 4.12 : Découpage des échantillons de SbS20 et SbS31 par électroérosion ER, (a) photographie de l'échantillon monté sur le support de la machine (b).

4.5.3.2 Usinage avant le lavage du sel

Cette méthode est très recommandée. Les techniques conventionnelles peuvent être employées pour usiner les composites métal-sel produits par réplication, notamment le sciage (à la fois à la scie à ruban ou à disque), le perçage, le fraisage, l'usinage au tour, le meulage ou le ponçage. La principale précaution requise consiste à empêcher le sel de corroder les machines. Il est également important que le sel soit retenu dans le composite pendant l'usinage, sinon l'outil écraserait la matrice métallique de la mousse. Toutes les opérations d'usinage doivent donc être effectuées à sec, c'est-à-dire sans aucun lubrifiant susceptible de dissoudre le sel. En général, le nombre d'éprouvettes pouvant être usinées à partir d'un lingot de composite pour une caractérisation mécanique de type compression, dépond de la longueur de ce lingot.

Les échantillons cylindriques ont tous subit un usinage avant le lavage du sel avec le tour du même atelier de Mr BOUKHATEM.M (Médéa).

4.5.3.3 Préparation de surface (polissage)

Une machine de polissage automatique est supposée être utilisée à fin de finaliser la surface des mousses avant toutes caractérisation. Cependant en l'absence d'un tel appareillage, la procédure suivante a été appliquée par un expert de polissage Mr OUDJOUEDJ.N au sein de

la société OCÉAN décoration (Médéa) avec un matériel adapté au besoin des opérations. Pour éviter la dissolution du sel pendant le processus, aucun lubrifiant n'a été utilisé. :

1. Polissage manuel avec rinçage simultané avec de l'éthanol (Figure 4.13) sur des disques en papier SiC, grille 400, 600 et 1200 successivement, pendant 1 min maximum sur chacun. L'alcool médical a été utilisé pour un rinçage efficace à fin de préserver le sel. Le geste de polissage est circulaire et dans le même sens.



Figure 4.13 : Photographie du polissage manuel des échantillons sur papier verre de différents grades avec rinçage simultané avec de l'éthanol médical.

2. La dernière étape a été effectuée sur un drap de polissage rotatif MD-Dur 5x50 mm, pulvérisé avec un spray XY-323, diamants 1 µm, monté sur une chignole BOSCH GSB 13 RE Professional réglé à une vitesse de rotation faible de 600 tr/min pendant 30s avec une charge manuelle sur l'échantillon.

4.5.3.4 Les échantillons après découpage et préparation de surface

Le résultat de ce découpage par ER de la mousse SbS20 est présent sur les figures suivantes (Figure 4.14, Figure 4.15, Figure 4.16). Il est à noter que ces échantillons « tablettes » ne sont étudiés que pour explorer les différentes formes obtenues par le procédé de réplication par excès de sel.

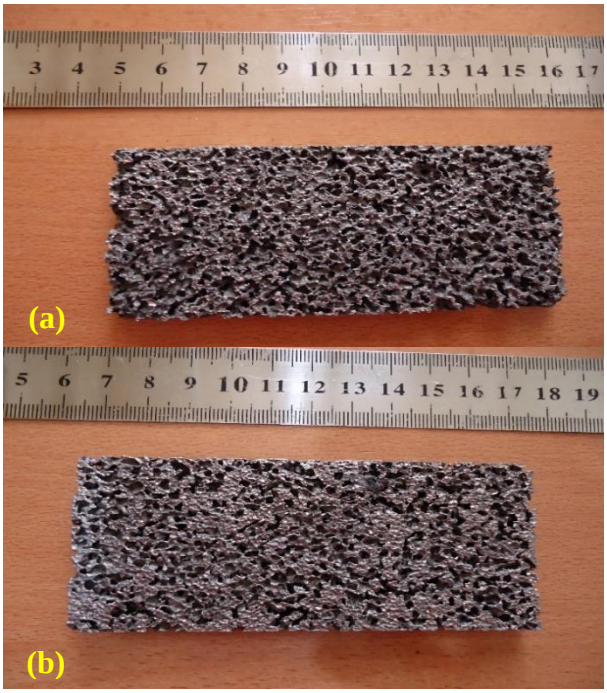


Figure 4.14 : Photographie de l'échantillon SbS20 après électroérosion sur tous les côtés, (a) face du dessus et (b) face du dessous.

Il est clair et visible qu'il y a une bonne répartition des pores ouverts (cellules) sur les deux faces (Figure 4.14 (a) et (b)), ce qui est très important pour les caractéristiques morphologiques et physiques de ces matériaux cellulaires. Cette distribution des cellules présente un certain caractère aléatoire qui est typique d'un tel processus.

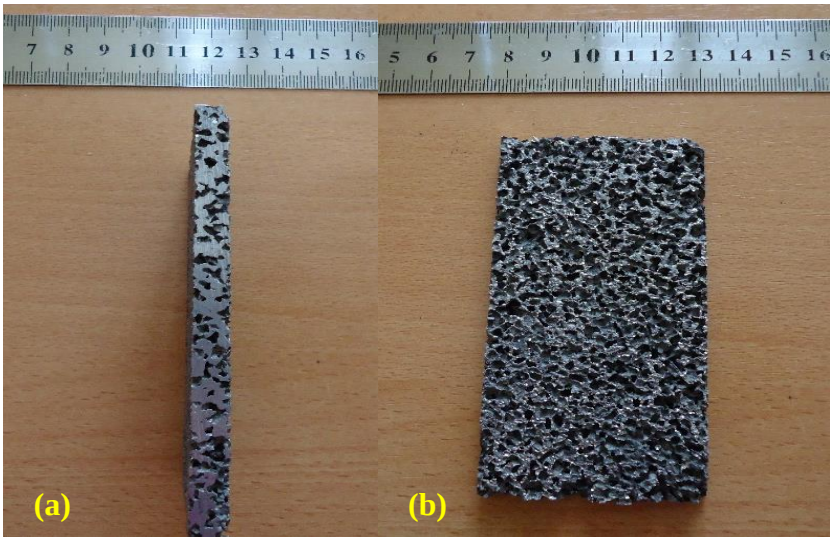


Figure 4.15 : Photographies montrant : (a) vue de côté (épaisseur) et (b) largeur de l'échantillon SbS20 après électroérosion.

Pareil pour la répartition des cellules ouvertes sur le long de l'épaisseur (Figure 4.15 (a)) imposée avec la largeur (Figure 4.15 (b)) en fonction de la cellule de mesure de sa

perméabilité récupérée des stands de l'équipe de Transfert de Chaleur et Masse du laboratoire IUSTI Aix-Marseille. Ces cellules ouvertes sont mise en évidence par la Figure 4.16.



Figure 4.16 : Photographie mettant en évidence les pores ouverts du MC SbS20 produit par le procédé RES, après usinage par électro érosion.

Ces résultats ont rendu le procédé plus fiable ce qui a poussé à essayer de fabriquer d'autres formes comme la forme cylindrique qui est très puisée dans les recherches ; d'autant plus que ces derniers tendaient à vouloir profiter de ces matériaux cellulaires dans le domaine des énergies renouvelables et précisément en Géothermie. Pour cela, le matériau qui convient le plus au procédé RES et qui a une bonne résistance à la corrosion causée par les fluides employés en Géothermie était le zinc sous forme de zamak5.

Un moule en acier (pour usage multiple) plus développé que les précédents, et soigneusement conçu était indispensable à la production de ces mousses à cellules ouvertes de forme cylindrique obtenues par le zamak5.

Afin de facilité le démoulage des pièces cellulaires, le moule a été conçu en deux pièces avec deux joints supérieur et inférieur. Les pièces du moule sont détaillées sur la Figure 4.17.

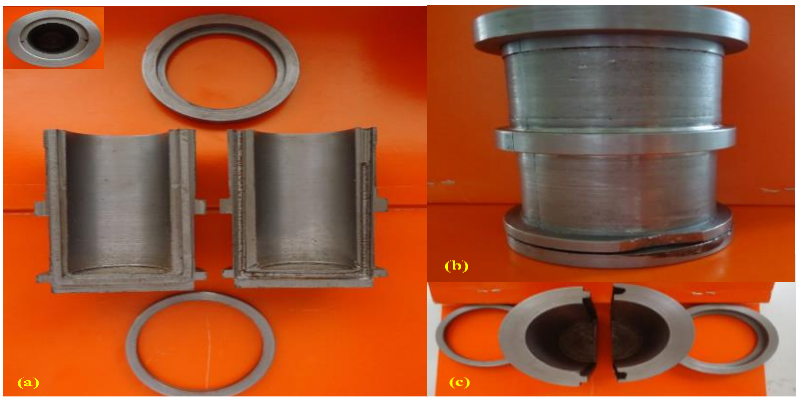


Figure 4.17 : Photographie du moule cylindrique en acier conçu spécialement pour produire des mouse métalliques par le procédé de réplication par excès de sel au cours de cette étude.

4.5.4 Résumé du procédé de réplication par excès de sel

Récapitulant les étapes du procédé de réplication par excès de sel développé et finalisé dans un laboratoire privé que nous avons aménagé spécialement pour le maitriser, à travers le diagramme présent sur la Figure 4.18.

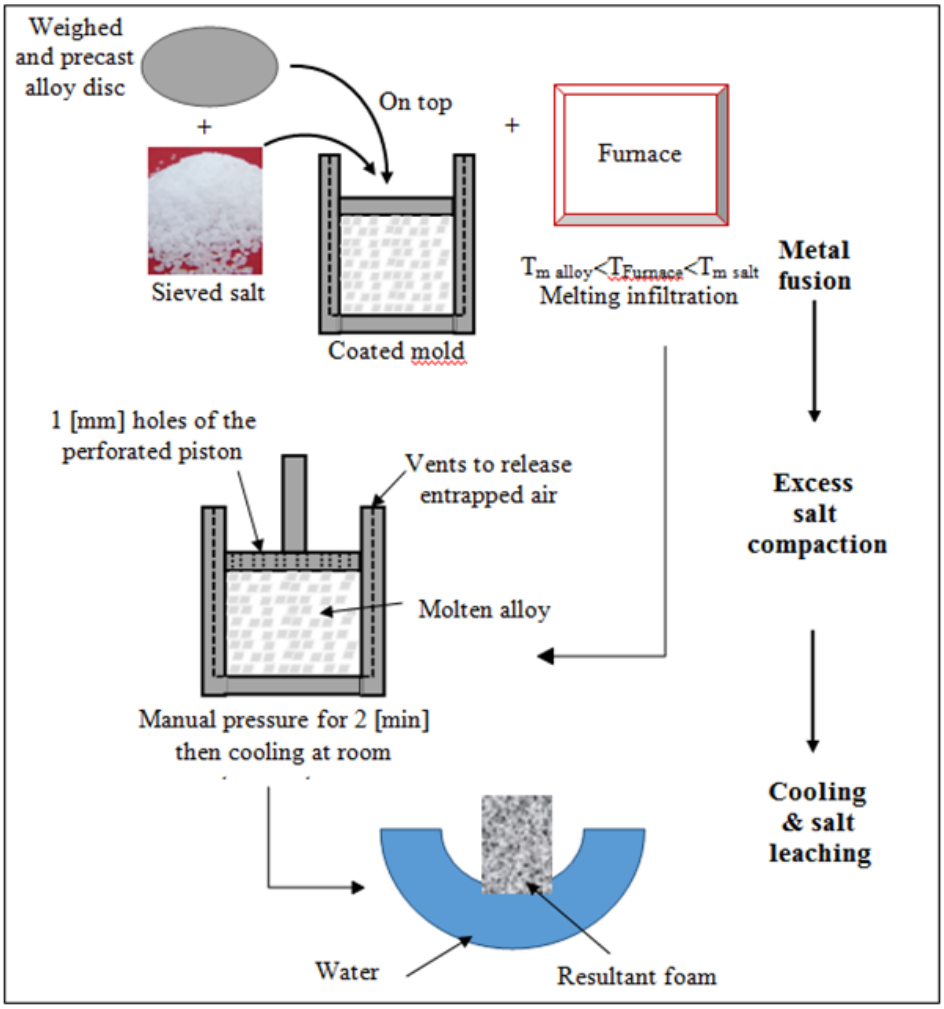


Figure 4.18 : Diagramme des principales étapes du processus d'RES : fusion des métaux avec compression de l'excès de sel, refroidissement et dissolution du sel.

Il se résume en trois étapes majeures :

1. Fusion de l'alliage : où l'infiltration de la préforme a lieu sans préchauffage du sel.
2. Compression de l'excès de sel : manuellement avec un piston perforé à température ambiante pour éliminer l'air indésirable piégé dans la préforme par le bas à travers les évents du moule, et par le haut à travers les trous d' 1 mm de diamètre du piston. Cette compression favorise le contact intime entre les particules de sel.
3. Refroidissement, usinage de l'échantillon et dissolution du sel : il est toujours préférable de découper les échantillons selon les dimensions souhaitées avant l'élimination du sel

quel que soit la caractérisation désirée à fin de garder la méso-structure de la matrice intacte.

L'usage du moule qui apparait sur la Figure 4.19 facilite ces étapes. Un fil doublé en amiante a été utilisé dans les évents d'évacuation du moule pour bien l'isolé et éviter que le métal en fusion ne s'échappe une foi dans le four à haute température.

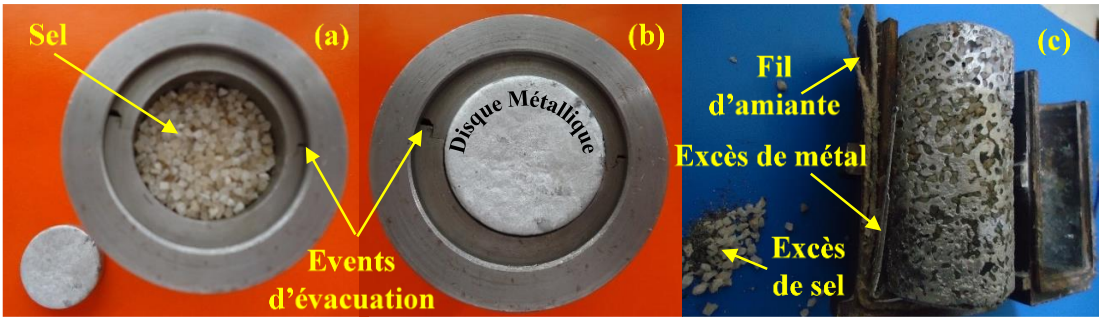


Figure 4.19 : Usage du moule durant les étapes du procédé de réplication par excès de sel.

4.5.5 Matériaux cellulaires résultants du procédé RES

Après chaque essai, les échantillons sans soigneusement vérifiés, et si des défauts se présentent, la partie non endommagée est récupérée comme sur la Figure 4.20.

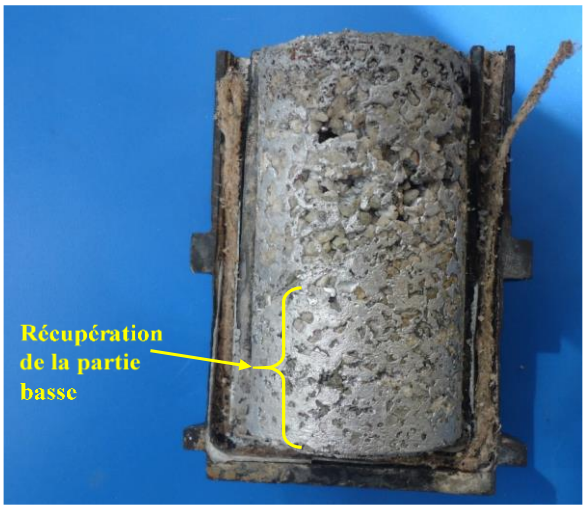


Figure 4.20 : Récupération de la partie basse non abimée après la coulée de l'échantillon SbS45, pendant le découpage (photo).

Le plomb antimonial Sb25%Pb a servi à la production de 8 échantillons d'une porosité allant de 45% à 70%: deux d'entre eux sous forme de tablette à savoir le SbS20 et le SbS31 dont les diamètres de grains de sel est respectivement 2mm et 3.15mm ; et les autres mousses apparent sur la Figure 4.21 ont les diamètres de pores suivants : 2.5mm, 3mm, 3.5mm, 4mm, 4.5mm, 5mm.



Figure 4.21 : Photographie des matériaux cellulaires produites par le Sb25%Pb pendant cette thèse. Le diamètre des grains de sel est entre 2.5mm et 5mm (avant le découpage).

Ces échantillons seront ensuite découpés avant le lavage du sel selon les dimensions nécessaires pour la caractérisation mécanique (un rapport d'hauteur/diamètre de H/D < 1,5(Ashby et al., 2000b)), électrochimique et hydraulique. Cette dernière caractérisation n'est par rapportée dans cette thèse.

Cependant les échantillons en zamak5 présents sur la Figure 4.22 sont quatre (04), de porosité entre 58% et 65% et de diamètre des grains de sel de 2.5mm, 3.5mm, 4mm et 4.5mm. Ils seront ensuite découpés aussi avant l'élimination du sel pour servir à la caractérisation hydraulique.

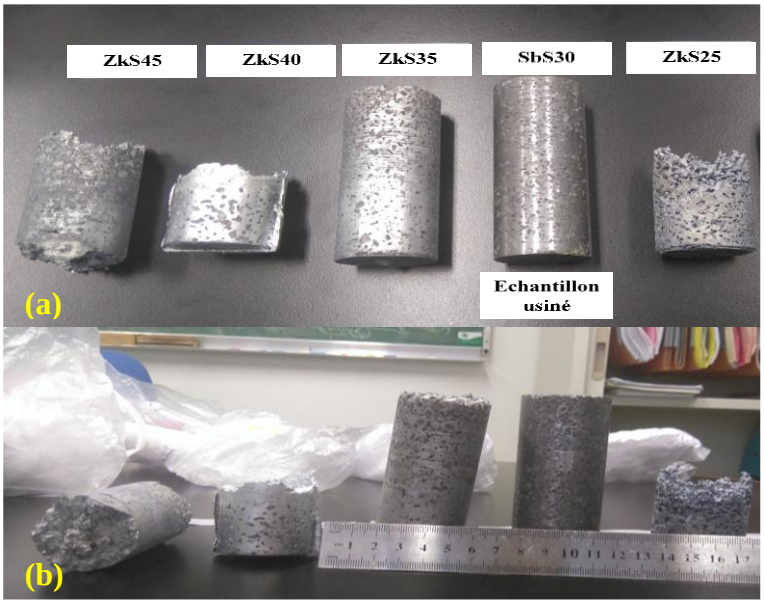


Figure 4.22 : Photographie des matériaux métalliques produites par le zamak5 avec le procédé RES; le diamètre allant de 2.5mm à 4.5mm. (a) vue d'échantillons allongés (b) longueur des échantillons.

Le résumé des échantillons de mousses métalliques produites par le « procédé de réplication par excès de sel » sujet de cette thèse, ainsi que leurs dimensions après le découpage est présent dans le Tableau 4.3.

Tableau 4.3 : Dimensions des matériaux cellulaires produits par le procédé sujet de cette thèse « réplication par excès de sel » après découpage.

MC	L (mm)	Φ (mm)	D_C (mm)
SbS25	7.20	37.04	2.50
SbS30	7.09	37.07	3.00
SbS35	7.18	37.11	3.50
SbS40	7.21	37.08	4.00
SbS45	7.07	37.01	4.50
SbS50	6.60	36.90	5.00
ZkS25D	18.30	37.50	2.50
ZkS35D	15.10	38.18	3.50
ZkS35T	68.83	38.18	3.50
ZkS40D	15.30	38.09	4.00
ZkS45T	38.97	38.28	4.50

5 CARACTERISATION STRUCTURALE DES MATERIAUX CELLULAIRES RES

L'étude de la microstructure est importante. Il existe souvent des défauts typiques, tels que des irrégularités dans la forme des cellules, des fissures dans la structure cellulaire ou des micropores causés par les propriétés intrinsèques du métal massif. Ainsi, dans les recherches sur les mousses, il est important de mettre l'accent sur la microstructure, car toutes les propriétés des matériaux ne peuvent pas être expliquées par l'architecture du métal cellulaire et la connaissance de la microstructure est essentielle pour comprendre la transformation. Ce chapitre suit les étapes exposées sur la Figure 5.1 :

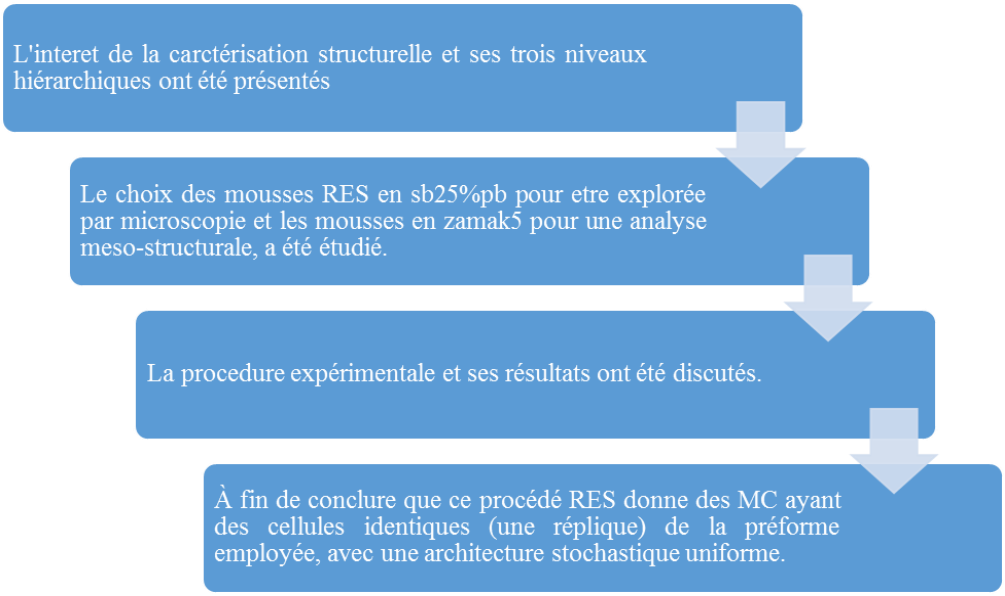


Figure 5.1 : Organigramme représentant la suite des idées de la caractérisation microstructurale des matériaux cellulaires RES étudiée durant ce chapitre.

Nous savons que la structure cellulaire réelle d'un matériau cellulaire est le facteur clé qui détermine ses propriétés. Ce fait conduit à la nécessité de caractériser chaque nouveau matériau. L'objectif de cette dernière est de définir les paramètres structuraux pertinents et de comprendre leur influence sur les propriétés du matériau cellulaire.

(Simancik et al., 2002) ont défini et classé une liste contenant plus de 30 paramètres structurels pouvant décrire la structure géométrique (ou méso structure ou bien architecture) et la microstructure d'un matériau cellulaire. Ces paramètres sont répertoriés dans le Tableau 5.1, en considérant les MC comme des matériaux hétérogènes comme les composites car les pores sont enveloppés dans la matrice cellulaire métallique.

5.1 Analyse structurelle : niveaux hiérarchiques

La forme et l'arrangement des cellules est appelé la structure géométrique ou l'architecture ou méso-structure qui est parfois déterminé visuellement à travers de simple photographie digital ou bien des scanners ordinaires, quand la taille des pores est de l'échelle du millimètre ou plus. Les dimensions externes décrivent la macrostructure.

Si le matériau cellulaire est agrandi, un autre niveau hiérarchique apparait, la microstructure de la matrice cellulaire. Nous pouvons observer la structure du matériau cellulaire métallique, les micropores et les fissures à une résolution de quelques microns en utilisant la microscopie optique ou la microscopie électronique à balayage. Si la microscopie électronique à transmission est utilisée, la résolution latérale est augmentée à quelques nanomètres et nous pouvons observer la structure de dislocation ou de petits précipités.

Tableau 5.1: Liste des paramètres décrivant la structure de la mousse métallique ; en fonction de la résolution, la structure géométrique et la microstructure peuvent être définies (Simancik et al., 2002).

<table>
<tr><td>Structure géométrique (architecture cellulaire ou méso-structure)</td><td>= cellule (pore)</td><td>+ matrice cellulaire du matériau dense (squelette)</td></tr>
<tr><td rowspan="2">– Cellules ouvertes ou fermées
– Arrangement stochastique ou régulier des cellules
– Rapport de voisinage
– Modèles stochastiques (tessellation)

– Composition chimique du matériau cellulaire</td><td>▪ Porosité (fraction de volume)
▪ Facteur de forme
▪ Rapport de forme (d'aspect)
▪ Orientation
▪ Taille (dimension)</td><td>❖ Epaisseur et longueur de la paroi cellulaire
❖ Nombre/surface des nœuds
❖ Courbure / ondulation des parois cellulaires</td></tr>
<tr><td>Microstructure
❖ Structure dendritique
❖ Grains =>particules
❖ Inhomogénéité chimique</td><td>❖ Cellules eutectiques
❖ Micropores
❖ Inclusions
❖ Précipités
❖ Dislocations</td></tr>
</table>

Il en ressort que les matériaux cellulaires ne sont pas uniquement des matériaux hétérogènes : ils sont structurés de manière hiérarchique. En décrivant les matériaux cellulaires, il faut être conscient que différentes caractéristiques structurelles (cités dans Tableau 5.1)

pouvant influencer les propriétés du matériau cellulaire peuvent être définies pour chaque niveau hiérarchique (Simancik et al., 2002).

La compréhension d'un système aussi complexe est assez difficile. En conséquence, aucune règle matérielle générale basée sur des structures réelles ne peut être développée pour expliquer les influences de la structure et de l'architecture sur les propriétés : l'expérimental est indispensable. En outre, aucune procédure de caractérisation des métaux cellulaires n'a été établie.

Donc si nous considérons le matériau cellulaire comme un composite hétérogène mixte formé d'un métal et d'un gaz complémentaires (inséparables). Nous ne pouvons pas le décrire uniquement à travers la matrice métallique.

5.2 Procédure et tests

5.2.1 Pourquoi la microstructure des MC en Sb25%Pb ?

Durant cette thèse, nous avons fabriqués avec succès des mousses métalliques à cellules ouvertes avec deux alliages : le plomb antimonial Sb25%Pb et le zamak5 Zk5. Nous avons choisi les mousses faites de plomb antimonial pour être explorées à l'échelle microscopique avec le MEB:

- Vue l'emploi prévue ou proposé pour ces MC en Sb25%Pb qui comporte des réactions électrochimiques, les espèces enveloppant les sites réactionnelles (parois cellulaires) devaient être identifiées à fin de définir le schéma des réactions électrochimiques.
- Identifier tout changement au niveau des dimensions des cellules avant rinçage du sel et après rinçage car la température de fusion de cet alliage est proche de celle du sel.
- Vérifier l'inertie chimique du plomb antimonial vis-à-vis du sel.
- Vue l'emploi prévue pour les mousses à cellules ouvertes faites de zamak5, qui est le transport des fluides comme l'air, tout l'intérêt était d'explorer leur méso-structure cellulaire qui est très importante pour les propriétés de transport d'air à travers ces mousses.

5.2.2 Caractéristiques structurelles des différents niveaux hiérarchiques des matériaux cellulaires RES

5.2.2.1 Tomographie au rayons X des matériaux cellulaires RES

Vue l'importance de la Tomographie au rayons X (X-MCT) pour l'étude réelle des propriétés des mousses RES à travers leur scanner et leur reconstruction en 3D, nous avons fait des essais sur le SbS30 (impossible : flou, nature d'alliage), le ZkS40 et le ZkS35 (hors dimensions : très haut, trop bas), mais le ZkS45 n'a pas abouti à cause d'un problème de

contrastes (Figure 5.2 (a)) : au Laboratoire de Mécanique et d'Acoustique (LMA) (Aix-Marseille) avec un nouveau tomographe très récemment installé (Figure 5.2 (b)) par Mr VICENTE Jérôme.

Donc nous avons laissé l'échantillon ZkS45 pour être tomographié ultérieurement en raison de la fin de la période de stage scientifique mais aucune réponse n'a été reçue. Ce qui fait que l'outil tomographie est abandonné pendant cette thèse.

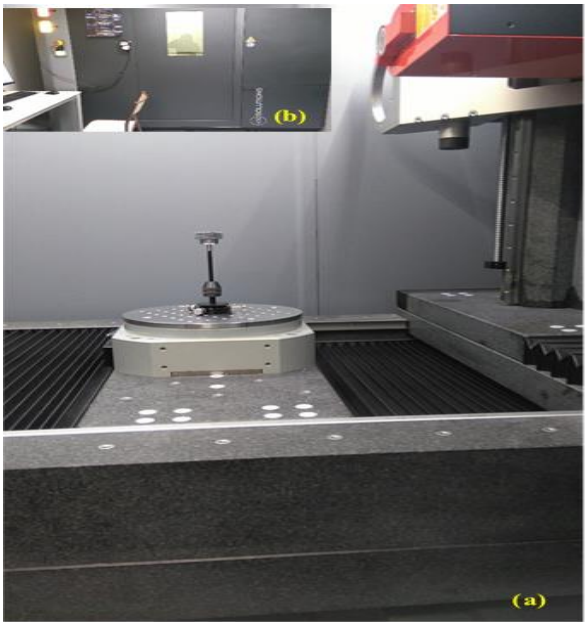


Figure 5.2 : Photographies de (a) la tomographie aux rayons X du MC SbS30, (b) avec le Tomographe du LMA-Aix-Marseille.

Ashby et al. (Ashby et al., 2000b) estiment qu'une mousse métallique est caractérisée structurellement par sa topologie cellulaire (cellules ouvertes, cellules fermées), sa densité relative, la taille et la forme des cellules et son anisotropie. La densité est mesurée au mieux en pesant un échantillon de volume connu ; le reste nécessite un examen microscopique. Les caractéristiques structurelles de chaque niveau hiérarchiques des mousses RES sont classées et analysés :

5.2.2.2 Macrostructure des mousses RES

Le procédé de réplication par excès de sel RES a donné des mousses à cellules ouvertes dont la forme et l'arrangement sont identiques à la préforme en sel utilisée. Ceci est très claire après l'élimination du sel dont les grains avaient une forme cuboïde, les cellules poreuses avaient aussi cette forme cuboïde irrégulière avec un arrangement stochastique uniforme.

La perméabilité qui est supposée appartenir au descripteur de ce niveau est calculée et analysée dans le chapitre 6.

Les dimensions de chaque échantillon dépendent des normes exigées dans les tests qu'il subirait pendant chaque caractérisation.

La reproductibilité des résultats du procédé de réplication par excès de sel est vérifiée à travers la diversité des échantillons qui ont été fabriqués par différentes formes en employant deux différents alliages avec les mêmes étapes.

Et la répétabilité du procédé a été vérifiée à travers le nombre d'échantillons obtenus en considérant le même diamètre de grain de sel.

5.2.2.2.1 Densité apparente

L'une des caractéristiques structurelles les plus importantes est la densité car toutes les propriétés physiques des mousses y sont dépendantes comme le plateau stress de compression, la conductivité électrique, la perméabilité le coefficient inertiel…

La densité d'un MC est influencé par beaucoup d'autres paramètres structurels comme la fraction du vide ou bien la porosité : plus cette dernière est grande moins est la densité.

Il existe une densité apparente et une densité locale déterminée par tomographie aux rayons X qui n'est pas disponible. La densité considérée durant cette étude est la densité apparente ρ^*. Elle est calculée par le rapport de la masse globale (m) de la mousse ayant un volume (V) bien déterminé selon l'équation (5.1) :

$$\rho^* = \frac{m}{V} \tag{5.1}$$

La densité obtenue des mousses RES sont classées dans le Tableau 5.2.

5.2.2.2.2 La porosité

Elle est calculée par la relation (5.2) tel que ρ^* c'est la densité apparente de la mousse et ρ est la densité apparente du métal dense le même que la matrice, qui est de 10.6 g/cm^3 pour l'alliage du plomb antimonial à 25% et, de 6.7 g/cm^3 concernant le zamak5:

$$\varepsilon = 100\left(1 - \frac{\rho^*}{\rho}\right) \tag{5.2}$$

Les résultats des mousses RES obtenue par le Sb25%Pb et le zamak 5 sont classés dans le Tableau 5.2.

Tableau 5.2 : Densité apparente et porosité de tous les matériaux cellulaires métalliques obtenues par le procédé RES

	Matériaux cellulaires RES en Sb25%Pb							Matériaux cellulaires RES en zamak 5			
Nom de l'échantillon	SbS20	SbS25	SbS30	SbS35	SbS40	SbS45	SbS50	ZkS25	ZkS35	ZkS40	ZkS45
Diamètre du grain de sel D_c en (mm)	2.00	2.50	3.00	3.50	4.00	4.50	5.00	2.50	3.50	4.00	4.50
Densité des échantillons ρ^* en (gcm^{-3})	5.77	3.86	3.40-3.61	5.41-5.53	4.62-4.74	5.79	4.25-4.32	2.36	2.65-2.83	2.51	2.68
Porosité des échantillons ε en (%)	45.57	63.58	65.94-67.92	47.83-48.96	55.28-56.41	45.38	59.24-59.91	64.78	57.76-60.45	62.54	60.00

La Figure 5.3 représente la variation de la densité relative des mousses RES en fonction du diamètre de grain de sel. Il est clair qu'aucune relation n'existe entre ces deux paramètres.

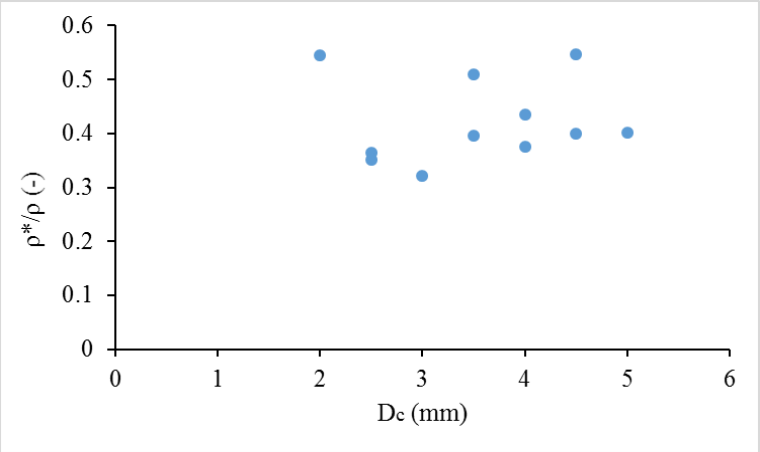


Figure 5.3 : Variations de la densité relative des matériaux cellulaires RES en fonction du diamètre du grain de sel.

La Figure 5.4 représente les variations de la porosité des mousses RES en fonction du diamètre de grain de sel. Pareille, aucune relation n'existe entre ces deux paramètres. Donc la densité et la porosité des mousses sont indépendantes de D_c.

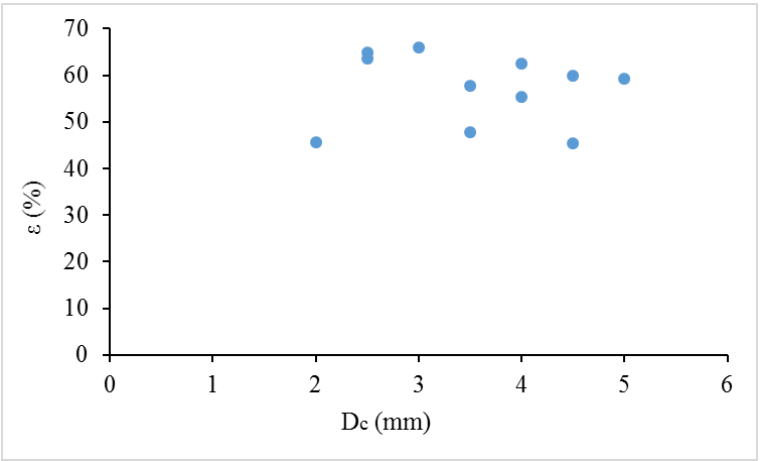


Figure 5.4 : Variation de la porosité des matériaux cellulaires RES en fonction du diamètre du grain de sel.

Ce comportement est vérifié dans la littérature, car nous pouvons avoir deux différentes mousses obtenues par le même procédé avec deux différents diamètres de grain de sel mais ayant la même porosité ou bien la même densité (Simancik et al., 2002).

5.2.2.3 Méso-structure des mousses RES

Si nous examinions par exemple le SbS30 qui a été découpé en trois disques identiques comme représentait sur la Figure 5.5, il est clair que les trois parties sont identiques ce qui

prouve qu'en respectant les étapes de ce procédé nous obtenons des mousses uniformes sur toutes leurs longueur. Et ce résultat est très important car il influence énormément les autres propriétés étudiées.

L'arrangement des grains de sel une fois dans le moule bien entassés ressemblait celui d'un compactage aléatoire de particules cubiques dont la densité du compactage rangeait entre 0.64 et 0.74, ce qui a donné après rinçage du sel une porosité semblable (Tableau 5.2).

Concernant la distribution de la phase solide représentant la matrice métallique de la mousse, elle nous informe aussi sur la distribution de la densité du MC. L'examen visuel en 2D d'une cinquantaine de cellules du ZkS45 rincé après traitement par le logiciel du domaine publique ImageJ version 1.53e confirme l'orientation stochastique des cellules cubiques ainsi que la bonne répartition du vide dans la phase solide (Figure 5.6).



Figure 5.5 : Uniformité du résultat du procédé RES tout au long du même échantillon SbS30.

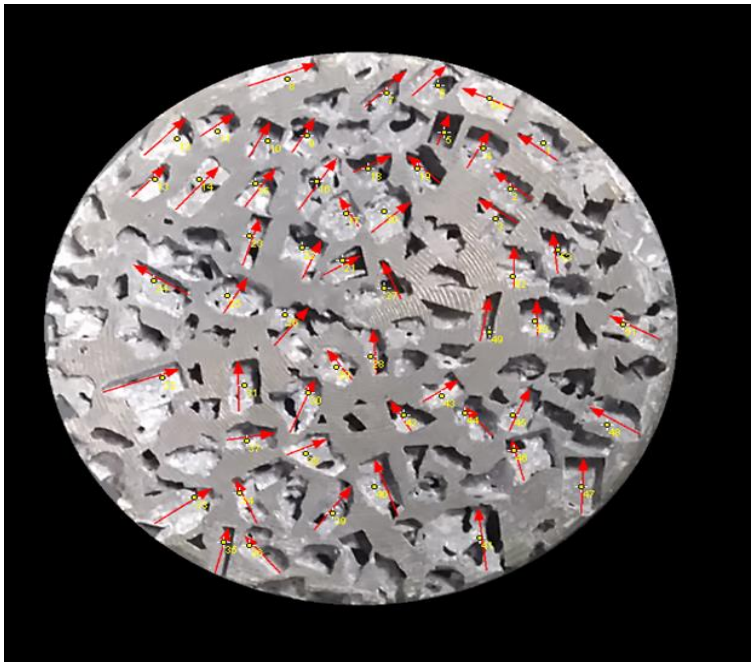


Figure 5.6 : Image de distribution de la phase solide matricielle du ZkS45 ainsi que l'orientation des cellules cubiques.

La Figure 5.6 montre aussi des connexions visibles ou bien des « fenêtres » entres les cellules à travers les parois plus ou moins denses.

5.2.2.4 Microstructure des mousses RES

L'analyse quantitative sous forme d'histogramme des longueurs de 30 cellules représentatives du ZkS40 décrit un comportement conservateur des dimensions des cellules avant et après l'élimination du sel (Figure 5.7(a) et (b)). La prise des longueurs a été faite en utilisons le même logiciel ImageJ. La Figure 5.7 (a) démontre une déviation de la moyenne des longueurs de cellules de la valeur du diamètre des grains de sel déclarée qui est 4mm, au début des histogrammes car en présence du sel les limites des cellules sont floues.

Mais après dissolution du sel, les limites sont claires et l'erreur de mesure diminue ce qui donne une moyenne des diamètres de cellules de 4.09mm visible sur la Figure 5.7(b).

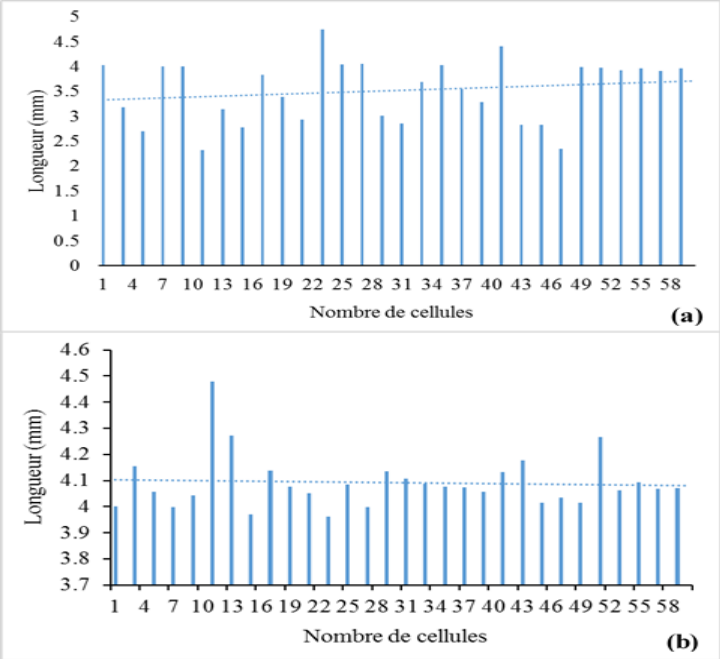


Figure 5.7 : Histogramme des longueurs de 30 cellules représentatifs du ZkS40 (a) avant rinçage du sel, (b) après rinçage du sel.

(Degallaix, 2007) insiste sur le fait que le choix de la technique d'analyse chimique et de la caractérisation de matériaux métalliques doit se faire compte tenu de la nature et de la forme de l'échantillon à analyser, de la teneur probable de l'élément à doser et de la précision de mesure nécessaire attendue. Ce choix devra bien sûr se faire compte tenu de l'objectif de la mesure (analyse de production, moyens d'analyse disponibles, durée et cout acceptable pour cette mesure).

La composition de la matrice cellulaire, la surface interne des parois et autres caractéristiques microscopiques sont analysées avec deux différents MEB.

5.2.3 Microscopie électronique à balayage préliminaire

Nous avons choisi le SbS40 avant le rinçage du sel pour le faire examiner avec le MEB (université Saad DAHLEB de BLIDA). Le microscope électronique à balayage MEB que nous avons utilisé est le FEI Quanta650 FEG.

Cet examen préliminaire nous a permis d'obtenir des agrandissements très intéressants et d'établir les remarques suivantes :

Un agrandissement de 24 fois du SbS40 a donné une vue général (Figure 5.8) de la dispersion des grains de sel dans la matrice métallique en Sb25%Pb à l'échelle millimétrique confirmant des remarques déjà établies et révélant une importante information :

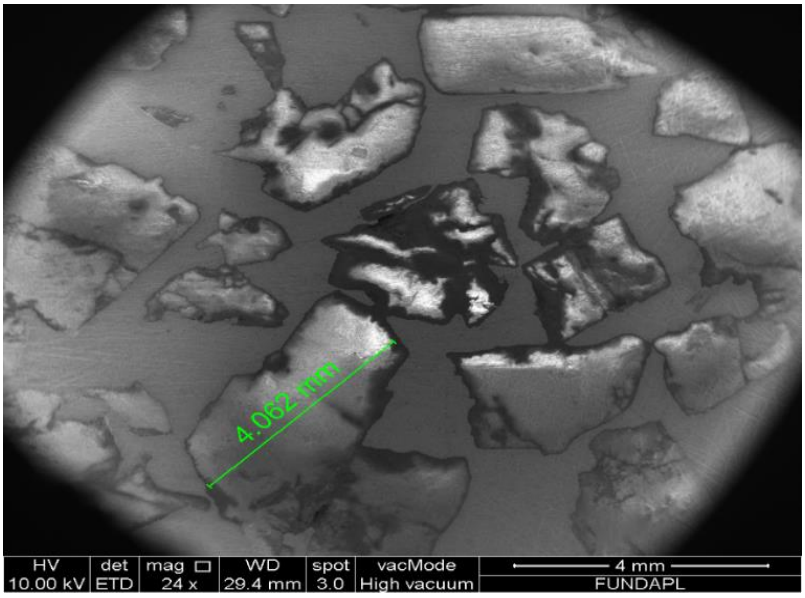


Figure 5.8 : Vue générale de la dispersion des grains de sel dans la matrice métallique du SbS40 produit par le procédé RES (avant dissolution du sel).

- La bonne dispersion du sel dans la matrice métallique signifie que les cellules (ou le vide) sont répartie de manière égale et équilibré dans l'échantillon
- Le diamètre équivalent du grain de sel est confirmé inchangeable par une mesure 2D directe.
- La présence d'un film noirâtre entourant chaque grain de sel suspectant le développement d'une enveloppe pendant la fabrication et nécessitant plus d'inspection.

L'agrandissement de 6000 fois a confirmé l'existence de ce film comme le montre la Figure 5.9.

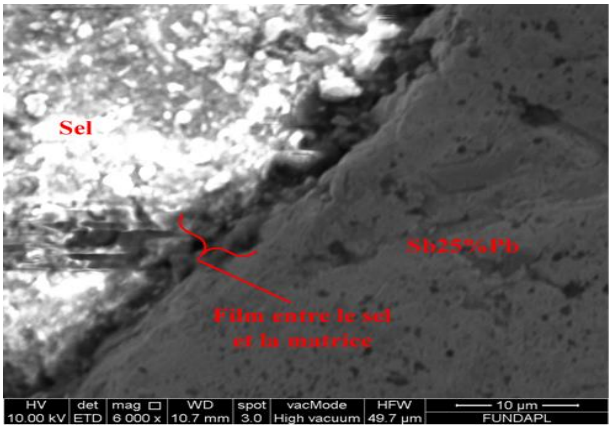


Figure 5.9 : Agrandissement révélant un film qui enveloppe les grains de sel de l'échantillon SbS40 cellulaire avant le lavage du sel.

Ceci nous a incités à explorer la même paroi après rinçage du sel avec un agrandissement de 800 fois. La Figure 5.10 révèle la présence des formes granulaires soupçonnées d'être des oxydes, et donnant une rugosité à la surface interne des pores ce qui a un impact important sur toutes les propriétés de la mousse surtout la conductivité électrique lors d'un emploi potentiel dans le domaine du stockage d'énergie ou en tant que catalyseurs.

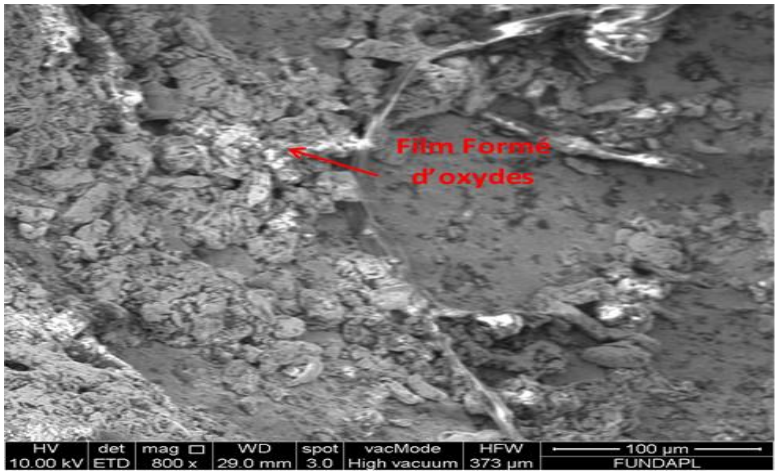


Figure 5.10 : La surface de la paroi cellulaire du SbS40 après dissolution du sel révélant la présence des formes granulaires.

5.2.4 Analyse du film d'oxyde par EDAX JOEL JSM-6360

Afin d'analyser la composition chimique de ce film entourant les grains de sel des mousses RES, l'échantillon SbS40 a été testé au Laboratoire de Science et Génie des Matériaux ; faculté de Génie Mécanique et Génie des Procédés à l'USTHB, Alger. Ce laboratoire est doté d'un Microscope Electronique à Balayage couplée à la Spectrométrie d'Emission X Dispersive en Energie (MEB-EDS) : EDAX JOEL JSM-6360. Le mode de fonctionnement et une étude analytique de cette technique se trouve sur (Choël, 2005) pour plus

d'informations. Cette technique permet d'avoir le dosage (en %) de chaque élément présent dans ce film. Donc une analyse qualitative et quantitative est obtenue aussi pour la matrice métallique et la surface interne des parois cellulaires.

Le même échantillon SbS40 a été inspecté avant et après rinçage du sel pour comparer les deux analyses. La préparation de surface a été faite selon la procédure décrite précédemment dans le chapitre 4 avec de l'éthanol pour préserver le sel.

Des spectre EDS des différentes formes présentes dans le film enveloppant les grains de sel avant et après sa dissolution ainsi qu'une analyse de la matrice cellulaire sont obtenues et analysés.

5.3 Résultats et discussions

Afin de déterminer la composition chimique des parois des cellules, qui a un grand impact sur les performances électriques proposé dans le chapitre 7 et donc sur la batterie au plomb, la composition des électrons rétrodiffusés (BEC) a été réalisée avant et après dissolution du sel, car toute modification physique ou chimique est très importante.

Les fenêtres évoquées précédemment dans la méso-structure des mousses RES sur la Figure 5.6 sont mise en évidence mieux par la Figure 5.11. Ce sont des interconnexions ouvertes entre les cellules de mousse après élimination du NaCl, qui apparaissent comme des micros trous noirs.

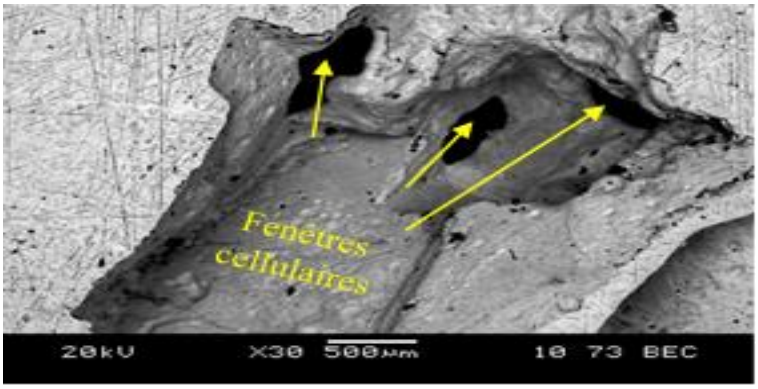


Figure 5.11 : Présence d'interconnections cellulaires par le biais des micros fenêtres.

Tous les changements qui ont pu se produire au cours du processus ont été détectés et un protocole de réactions a été proposé sur la base des images de la BEC, du spectre EDS et des recherches antérieures réalisées dans ce domaine.

L'image de composition des électrons rétrodiffusés (BEC) de la Figure 5.12 confirme la présence d'un mince film de cristaux entourant clairement chaque grain de NaCl, avec une épaisseur d'environ 10 µm ou moins.

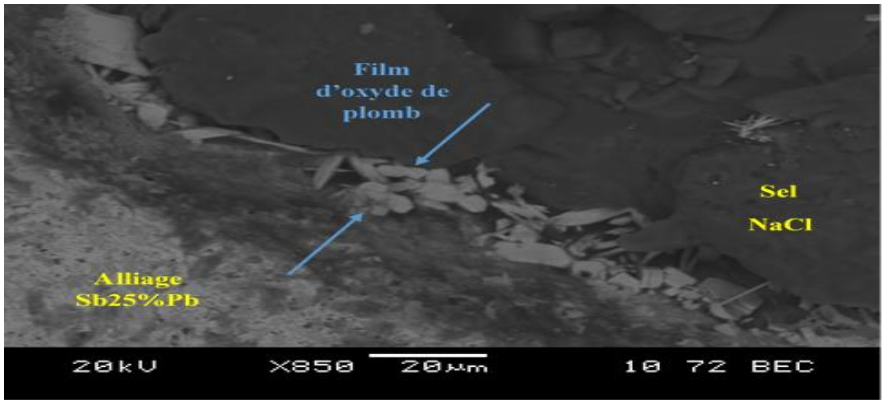


Figure 5.12 : Agrandissement du film existant entre le grain de sel et l'alliage de plomb antimonial dans l'échantillon SbS40 obtenu avec le JOEL JSM-6360 avant la dissolution du NaCl.

Cette croûte pourrait être formée lors du contact de l'alliage en fusion avec les particules de sel ou lors de l'étape de refroidissement de la mousse. Cependant, elle est représentée par deux types de cristaux distincts.

La Figure 5.13 montre ces cristaux plus clairement : la première forme la plus abondante est la forme tubulaire prismatique allongée (croix rouge (+)).

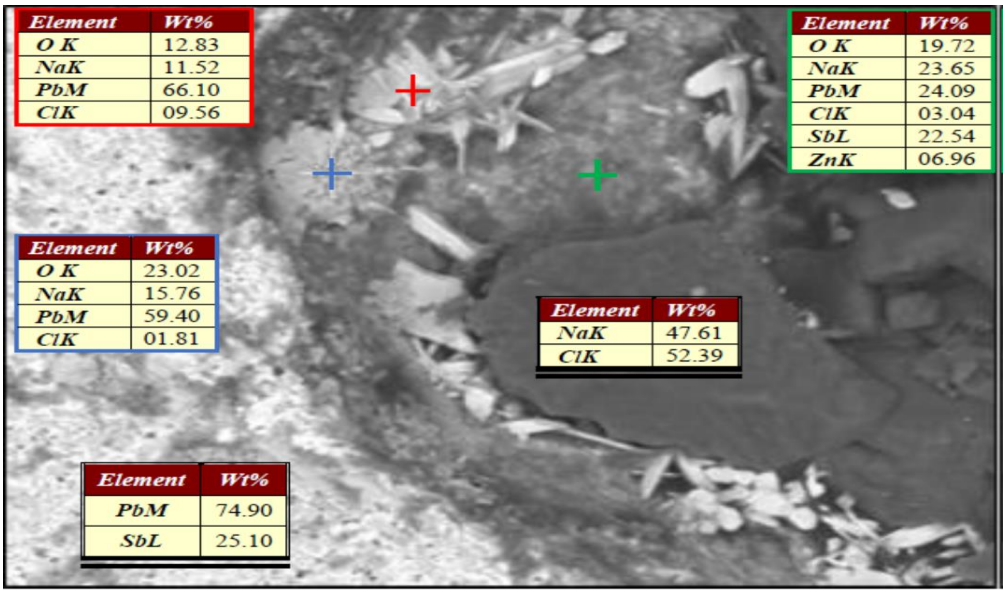


Figure 5.13 : EDAX du SbS40 révélant la composition chimique de différentes espèces présentes dans la matrice cellulaire et le film existant entre le sel cette dernière.

La croix bleue représente la deuxième forme, qui prend l'apparence de la masse des flocons de neige avec de fins cristaux réticulés et délicats. La spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie de ces cristaux avant la dissolution du sel a révélé la présence des éléments O, Na, Pb et Cl uniquement.

Les deux formes avaient la même fraction de masse de Pb, mais la fraction de masse de Cl était cinq fois plus élevée dans les cristaux laminés de la Figure 5.14 que la masse des flocons de neige de la Figure 5.15.

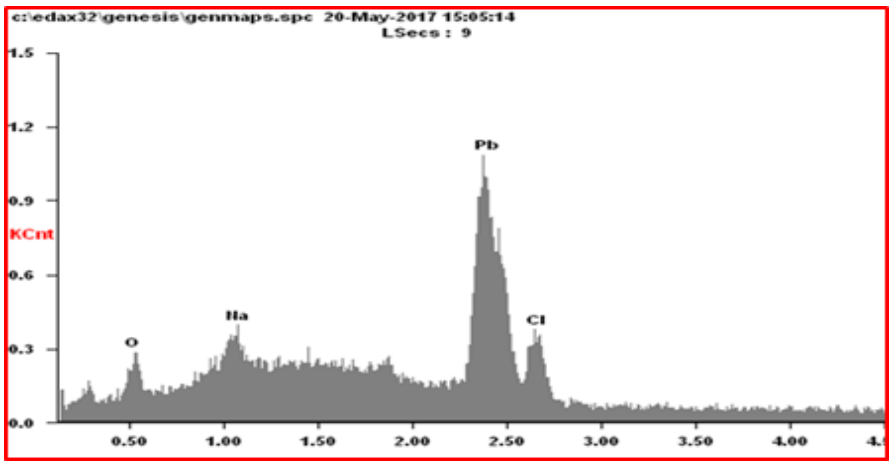


Figure 5.14 : EDXS des cristaux laminés d'oxydes de plomb sous désignés par la croix rouge dans la Figure 5.13 avant rinçage du sel.

Cette dernière forme avait une fraction massique de O deux fois plus élevée que la forme laminée. La quantité de Na n'avait pas changé de manière significative (Figure 5.13).

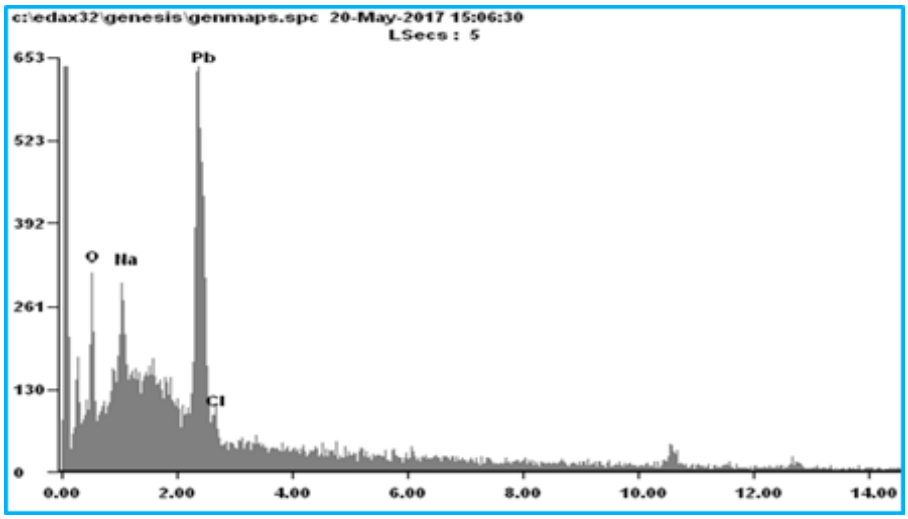


Figure 5.15 : EDXS des cristaux flocons de neige d'oxydes de plomb sous désignés par la croix bleu dans la Figure 5.13 avant rinçage du sel.

Le Sb était présent dans la cellule en forme de paroi représentée clairement dans la Figure 5.16 (croix verte dans la Figure 5.13) avec une fraction de masse de 22,54 %, et complètement absent dans les deux formes de cristaux. Cela indique que Sb n'a pas réagi au cours du processus, peut-être en raison de la température de fusion de Sb qui est pratiquement proche de la température de fusion opérationnelle.

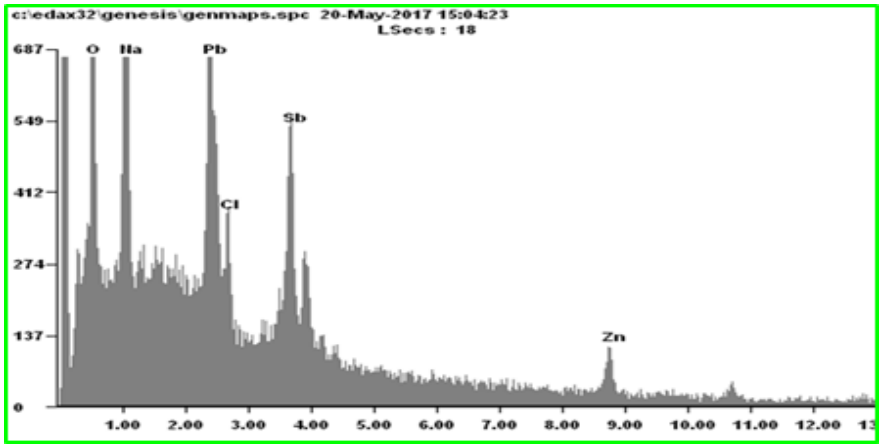


Figure 5.16 : EDXS de la matrice métallique cellulaire en contact avec le grain de sel du SbS40.

La présence de Zn était due aux impuretés de la boîte contenant les particules de sel. Comme le procédé a été essayé dans l'atmosphère, la présence d'oxygène à température élevée a provoqué l'oxydation du plomb, donnant des oxydes ou des hydroxydes de plomb.

Si l'hydrogène (H) ne peut être identifié par les détecteurs EDS, cela ne signifie pas qu'il n'existe pas dans les cristaux d'oxyde (il n'a qu'un électron de la couche K, donc aucun rayon X caractéristique ne peut être émis).

Le principe d'imagerie BEC stipule que les éléments chimiques ayant un numéro atomique plus élevé apparaissent plus brillants que ceux ayant un numéro atomique plus faible (Lloyd, 1987, Goldstein et al., 2003). Cela suggère qu'en raison du numéro atomique élevé du plomb par rapport à l'antimoine, les quelques régions gris foncé de la Figure 5.17 représentent la phase Sb, et les régions gris clair, surtout abondantes, représentent la phase Pb dans l'alliage Sb25%-Pb75%.

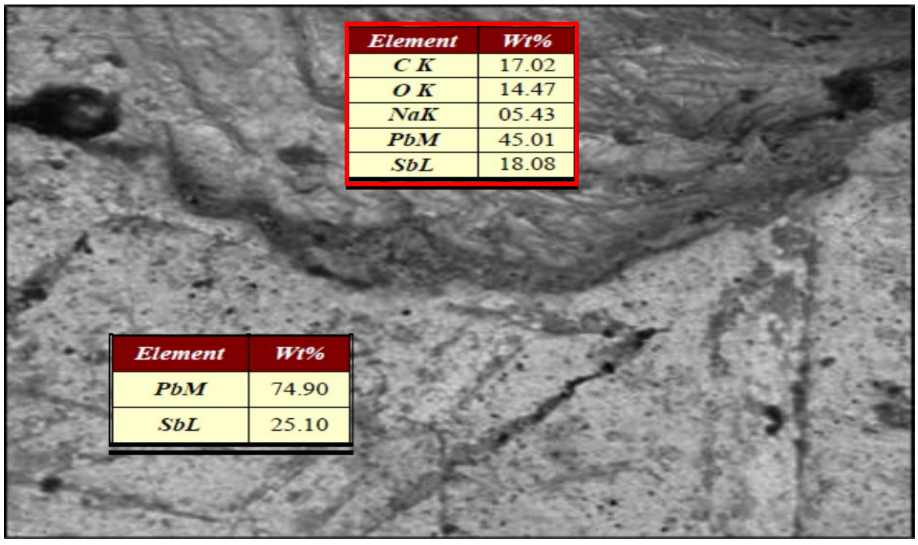


Figure 5.17 : EDAX du SbS40 révélant la composition chimique de matrice cellulaire et de la paroi interne d'une cellule après rinçage du sel.

Selon les chercheurs (Li et al., 2015, Ma et al., 2007) et bien d'autres, cette composition chimique et la morphologie des cristaux sont caractéristiques des oxydes de plomb qui se forment en présence d'O_2, puis se transforment en hydrocarbonates en présence de dioxyde de carbone (CO_2) et d'eau (H_2O) ; comme dans notre cas après la dissolution du sel (Figure 5.17). Le spectre d'EDS de la paroi cellulaire de la Figure 5.18 confirme cette conclusion. La composition chimique de la cellule unitaire était : C, O, Pb, Na et Sb (peut-être du H indétectable), avec un faible pourcentage en poids de Na, et l'absence de Cl après l'élimination du NaCl.

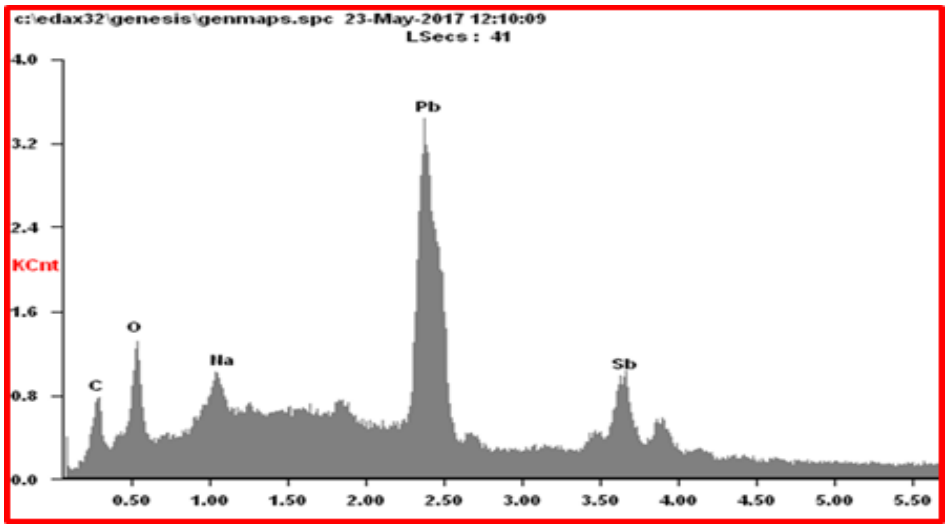


Figure 5.18 : Spectre EDS représentant la composition chimique de la paroi cellulaire après dissolution du sel du SbS40.

Nous pouvons conclure que le plomb métallique a été transformé en oxydes de plomb, puis en carbonates de plomb par oxydation avant la dissolution du sel, suivie de la carbonisation après dissolution du NaCl. Cela a généré une paroi cellulaire de fine croûte blanche agissant comme une couche protectrice, comme l'ont rapporté de nombreux chercheurs (Graedel, 1994, Cao et al., 2003, xf et al., 1987). Les chercheurs (Krivovichev and Burns, 2000, Steele et al., 1998) ont souligné l'importance des carbonates de plomb pour la chimie des batteries au plomb. Leur présence dans les plaques de batterie augmente la résistivité de l'électrolyte. (Sánchez-Navas et al., 2013) affirment que les caractéristiques de croissance cristalline observées pour les carbonates de plomb dépendent de la cinétique des processus de précipitation et de la structure cristalline; en travaillant sur la croissance cristalline des carbonates de plomb: influence du milieu et relation entre la structure et l'habitude.

Un autre schéma réactionnel est possible car le carbone est très souvent enregistré par EDX même pour l'échantillon qui ne contient pas de carbone et nous suggérons d'analyser les échantillons par « la méthode XRD ». Si le carbone n'existe pas cela signifie que nous avons

uniquement des oxydes de plomb ce qui nécessite une vérification électrochimique à travers les mini batteries reconstituées au laboratoire et analysées dans le chapitre 7. (Mai et al., 2014) en étudiant les matériaux composites PbO_2-PANi nano structurés pour l'oxydation électro-catalytique du méthanol en milieu acide sulfurique; ont confirmé que le dioxyde de plomb est connu comme étant un matériau ayant une excellente stabilité chimique, une conductivité élevée et une inertie chimique pour l'électrolyse en milieu acide.

Ce qui est sûr c'est que les oxydes de plomb présentent un ensemble complexe de propriétés chimiques et physiques, et une grande variété d'approches chimiques (Facchetti and Marks, 2010, Gillibrand and Halliwell, 1972), mais sans équipement d'analyse thermique différentielle, les formulations exactes des composés d'oxydes et de carbonates, même au stade de leur développement, resteront difficiles à déterminer.

Le procédé RES a donné ainsi des matériaux cellulaires métalliques à cellules ouvertes stochastiques due à la forme plus ou moins irrégulière des cellules répliques des grains de sel, mais uniforme. Ces cellules sont couvertes d'oxydes de plombs.

6 ÉCOULEMENT DES FLUIDES A TRAVERS LES MATERIAUX CELLULAIRES RES

Bien que les phénomènes de transport en milieux poreux soient étudiés depuis bientôt deux siècles, les travaux concernant les matériaux de porosité moyenne sont encore relativement peu nombreux. Du fait de leur nouveauté, de leur structure particulière, et de la variabilité de texture liée aux différentes voies d'élaboration, les mousses métalliques sont encore mal caractérisées du point de vue des propriétés de transport.

A l'heure actuelle, il y a toujours une controverse entre les approches expérimentales et théoriques pour décrire les écoulements monophasiques en milieux poreux lorsque les effets inertiels sont présents (Fourar et al., 2004). Comme mentionné précédemment dans le chapitre 3, la grande dispersion des résultats fournis par la littérature ne permet pas la mise en place et la validation des modèles relatifs aux propriétés d'écoulement en fonction des paramètres géométriques des mousses.

Rappelons aussi que, les mousses de zinc à porosité moyenne (~60%) sont considérées comme une alternative prometteuse pour les échangeurs de chaleur traditionnels en raison de leur densité de surface, de leur conductivité thermique intéressante et de leur bonne perméabilité à l'écoulement des fluides, ce qui a motivé cette recherche.

Notre raisonnement était composé de trois volets (Figure 6.1): tout d'abord, le comportement de l'écoulement de l'air a été décrit pour chaque échantillon et les régimes d'écoulement ont été délimités. Deuxièmement, les performances de trois lois d'écoulement ont été comparées globalement et localement pour chaque régime puis les perméabilités et les coefficients d'inertie ont été calculés expérimentalement par les coefficients obtenus par la méthode des moindres carrés appliquée aux pertes de charges réduites par la longueur des échantillons. Enfin, l'effet de ce dernier sur le flux d'air à travers les mousses RES a été déduit, et leurs propriétés morphologiques comme la porosité et le diamètre des cellules ont été analysées qualitativement pour identifier et classer ces mousses.

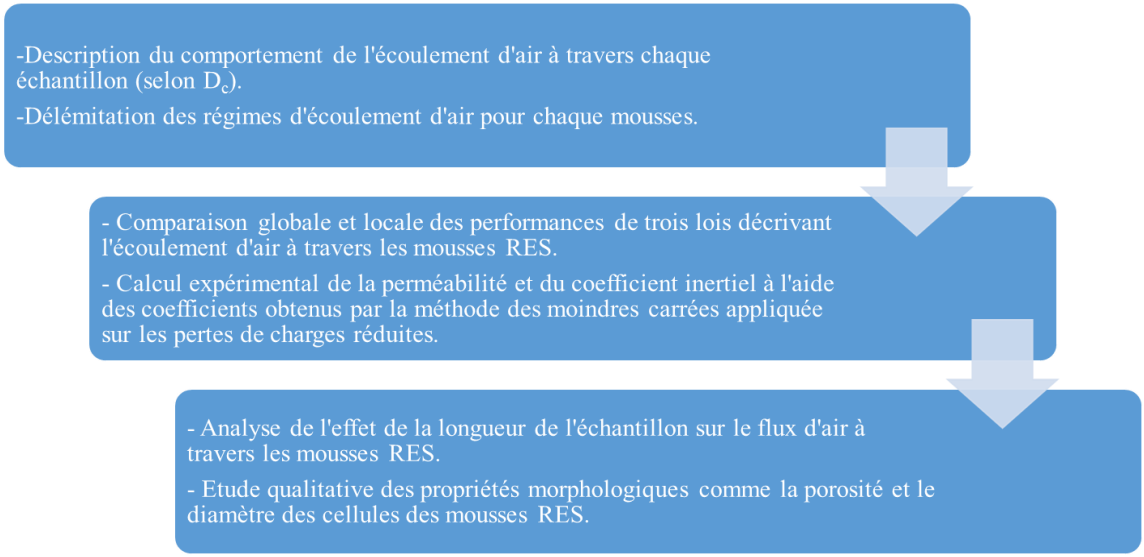


Figure 6.1: Représentation du plan de raisonnement suivi lors de ce chapitre.

Toutes les lois précédentes décrivaient très bien les lits garnis (lits de billes) et les matériaux hyper poreux mais de nombreuses conclusions ont été établies parmi ce qui a été rapporté :

- un seul et même échantillon présentait des constantes de perméabilité complètement distinctes dépendant uniquement de la plage de données choisie pour l'analyse, et,
- la constante de perméabilité de Darcy k présentait plus de variation que les constantes de perméabilité non Darciennes (Innocentini et al., 1999c).

Mais malgré que les mousses à porosité moyenne comme les mousses de zamak RES étudiées dans cette thèse aient une méso-structure différente, il ne faut pas s'attendre à de grandes différences dans le comportement d'écoulement des fluides par rapport aux milieux poreux précédemment cités (chapitre 3). Différents régimes d'écoulement d'air ont été analysés et leurs limites ont été établies. Les travaux consacrés à une telle délimitation des régimes d'écoulement des fluides à travers ces mousses métalliques sont vraiment rares. Parmi les études modestes les plus récentes visant à établir divers régimes d'écoulement, du pré-Darcy au turbulent, dans des milieux poreux, sont cités : (Yang et al., 2017) ont étudié expérimentalement la distinction des régimes d'écoulement dans des lits garnis de particules de différentes tailles, (Kundu et al., 2016) dans des milieux poreux isotropes homogènes et mixtes, (Dukhan et al., 2014b) dans des mousses métalliques poreuses à 20ppi/87% et (Chai et al., 2010) dans des milieux poreux désordonnés.

En fait, les pertes de charges dans un milieu poreux sont dues à deux effets liés aux pertes d'énergie causées par les frottements à la fois visqueux et inertiels (Innocentini et al., 1999a). Nous pouvons s'attendre à des contributions différentes de ces deux derniers effets dans

le comportement des mousses à cellules ouvertes fabriquées par le procédé RES en raison de leur propre structure intrinsèque rigide et de leur porosité moyenne située entre celle des lits garnis ($\varepsilon < 0,4$) et des matériaux hyper-poreux ($\varepsilon > 0,9$).

6.1 Hypothèses de calcul

Dans la littérature abondante travaillant sur le calcul de la perméabilité K et le coefficient d'inertie C, il n'y a pas d'accord explicite sur la méthode de leurs calculs, et de nombreuses divergences existaient dans leurs résultats. L'étude actuelle a comparé trois lois d'écoulement de l'air, à savoir Forchheimer (équation (3.5)), cubique (équation (3.6)) et cubique totale (équation (3.9)) ; et a déterminé laquelle décrit le mieux l'écoulement à travers les mousses RES, avec la méthode des résidus minimums comme dans (Lage et al., 1997), mais avant tout, chaque régime d'écoulement a été soigneusement délimité en termes de vitesse superficielle pour toutes les mousses. La perméabilité et les propriétés de transport des fluides à travers ces mousses ont été obtenues à partir de l'ajustement des moindres carrés de l'équation cubique totale et ont été discutées.

Pour simplifier les calculs, nous avons supposé que :

- Le flux est horizontal et uniforme tout au long du flux principal dans la direction z (Figure 6.2 et Figure 6.8)
- L'air est traité comme un fluide newtonien monophasique.
- Dans notre cas, l'effet de paroi dense est négligé car les mousses testées sont relativement denses (Goodall and Mortensen, 2014).
- La pression statique de l'air est constante dans tout le milieu poreux, et est égale à la différence entre les pressions d'entrée et de sortie de la section testée;

6.2 Mesures expérimentaux

6.2.1 Procédure expérimental à l'eau

Les premières mesures des pertes de charges à travers les mousses cellulaires RES ont été entreprises avec l'eau au laboratoire IUSTI, ceci permettra la dissolution complète du sel à grand débits (s'il y en a).

6.2.1.1 Banc d'essai à l'eau (IUSTI)

Les mesures en différentielle nous a permis de minimiser les erreurs car nous employons un seul capteur en entré et en sortie du canal de mesure selon le banc d'essai de la Figure 6.2. Quel que soit le type des fluides tests ce banc d'essai peut être adapté.

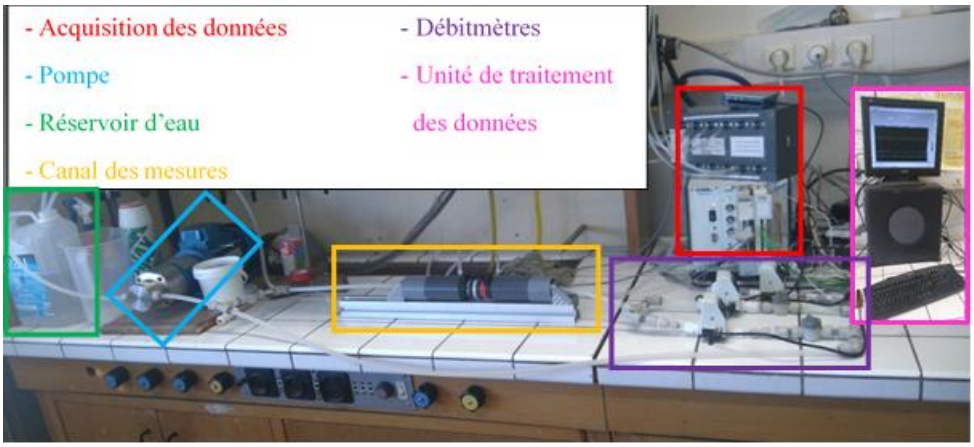


Figure 6.2: Banc d'essai à l'eau à l'IUSTI (Aix-Marseille).

6.2.1.2 Démarches expérimentales

Nous avons mené une campagne de mesure systématique des pertes de pression dans les mousses métalliques RES. Les mesures sont effectuées dans un canal cylindrique celui figurant sur la Figure 6.3 et conçu pour:

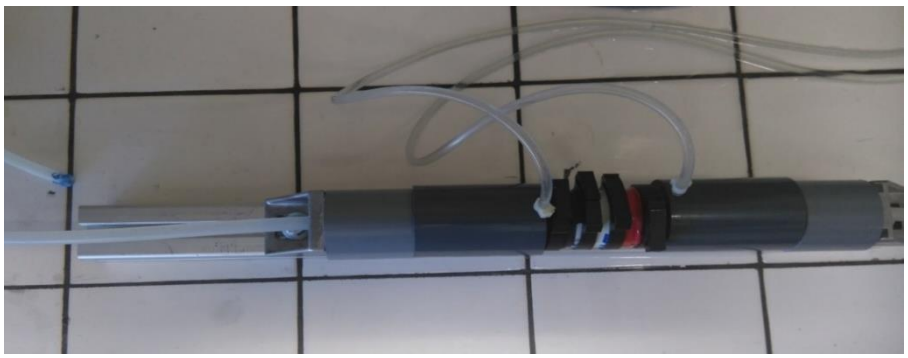


Figure 6.3: Photographie du canal de mesure des pertes de charge de l'eau ou l'air, en différentiel à l'IUSTI.

- Recevoir l'ensemble des échantillons gainés comme représenté sur la Figure 6.4,



Figure 6.4: Photographie de l'échantillon enveloppé par cette gaine est fermement serré aux deux embouts de la Figure 6.5 pour former le canal de mesure.

- Mesurer les pertes de charges entres les extrémités de chaque échantillon ZkS monté avec les deux embouts présents sur la Figure 6.5.



Figure 6.5: Ces deux embouts forment avec l'échantillon gainé, le canal de mesure (photo).

Les essais préliminaires ont été faites par l'eau selon les démarches résumées par l'organigramme de la Figure 6.6, en prenons garde de :

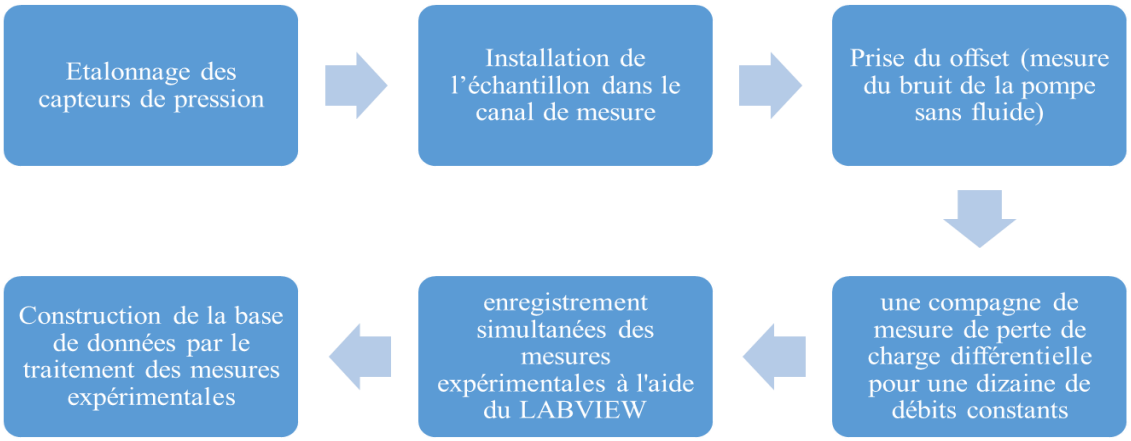


Figure 6.6: Démarches à suivre pour mesurer la perte de charge différentielle entre les deux bouts de l'échantillon RES à fin de construire la base de données nécessaire aux différentes caractérisations du matériau cellulaire.

- Mesurer d'abord le bruit des appareils branchés, appelé offset pour le déduire après des mesures de pression en amont et en aval.
- S'assurer qu'il y a un gradient de pression lors des mesures si non celles ne servent à rien.
- Vérifier l'étanchéité des raccords ainsi que le gonflement de la gaine à très haut débits.
- Chasser les bulles d'air présentes dans les tuyaux avant les mesures en notant le nom du capteur utilisé.

6.2.2 Procédure expérimental à l'air

Vue l'échec des essais faits au IUSTI à cause de l'étalonnage erroné des capteurs de pression, nous avons pensé à envoyer nos mousses au laboratoire GRESPI à Reims pour les refaire cette fois ci avec l'air sur le banc d'essai de la Figure 6.7.

6.2.2.1 Banc d'essai à l'air (GRESPI)

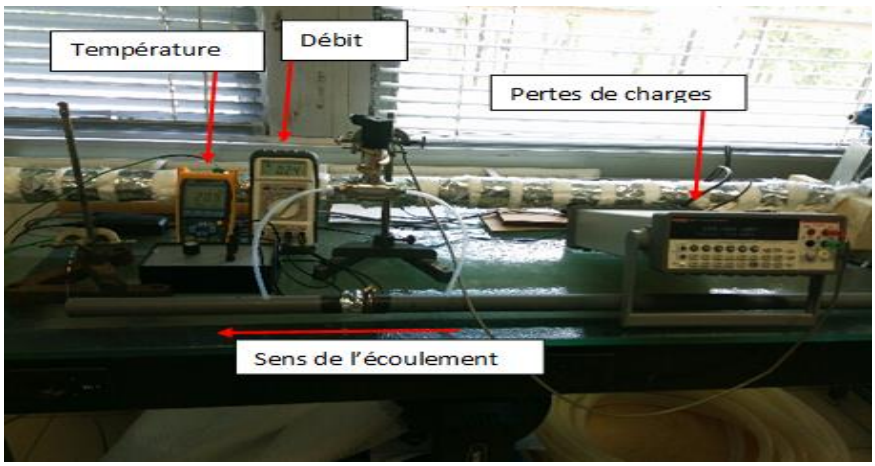


Figure 6.7: Banc d'essai à l'eau à GRESPI (Reims).

Sachant que la perméabilité d'un milieu poreux est une propriété de ce milieu, et est indépendante du fluide utilisé pour sa détermination (Klinkenberg, 1941, Buonomo et al., 2020, Nield et al., 2006). L'air est pratique, sain et pas cher.

Tout le soin a été pris de mesurer pour chaque expérience l'humidité relative ainsi que la température afin de déterminer les valeurs de la viscosité et de la masse volumique.

Compte tenu des valeurs de densités et de viscosités, des vitesses d'écoulement comprises entre 0.06 et 10 m.s-1 ont permis d'explorer une gamme de nombres de Reynolds Re_{Dc} dont les valeurs sont comprises entre 50 et 2000.

6.2.2.2 Mesure des débits massiques de l'air

Les mesures de débit gaz ont été effectuées avec des débitmètres massiques, en $NL.min^{-1}$ (i.e. des litres par minutes pour une pression standard de 1 bar et température de 273K. Dans le cas de l'air, le « ρ » standard est ρ_{Std}=1,29 kg. m^{-3}). Rapporté à la section de l'échantillon, nous accédons ainsi à la valeur de la densité de flux massique η_{air} en kg. $m^{-2}.s^{-1}$.

6.2.2.3 Démarches expérimental

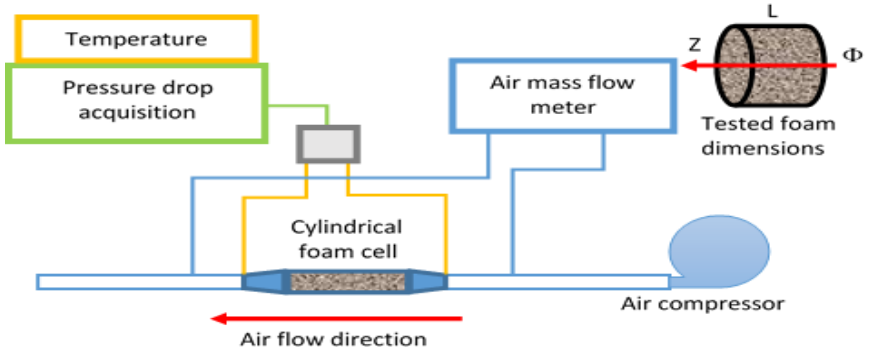


Figure 6.8: Schéma explicatif des mesures d'air en utilisant le banc d'essai illustré sur la Figure 6.7.

Ce banc d'essai consiste en une soufflerie en boucle ouverte avec une cellule de test au milieu, identique au canal du banc d'essai de l'IUSTI, où l'échantillon gainé avec un tube rétractable approprié a été fixé horizontalement pour éliminer l'effet de la gravité. L'échantillon testé a été bien scellé parce que (Akbarnejad et al., 2017) ont prouvé que si le milieu de test n'est pas bien scellé, les paramètres mesurés s'écarteront énormément de leurs valeurs réelles. Le compresseur d'air ambiant a été fixé à une extrémité comme illustré sur la Figure 6.8. La chute de pression et l'unité d'acquisition de la température ont été connectées aux extrémités de la cellule de test avec des capteurs adéquats.

La gamme de vitesse superficielle considérée dans ce travail est celle des applications les plus pratiques (Firdaouss et al., 1997).

Les effets d'entrée et les effets de paroi ont été évités grâce à la géométrie de la cellule d'essai qui garantit une bonne étanchéité et un tube rétractable approprié ; afin de s'assurer que le débit moyen est représentatif des mousses testées (Dukhan and Patel, 2011).

Afin d'étudier l'effet des dimensions des échantillons sur les limites des régimes d'écoulement, les mousses testées ont été usinées avec différente longueur (L) dans la direction de l'écoulement (direction z) mais avec un diamètre presque identique de =38 mm. Un nombre adimensionnel NCLD a été défini par l'équation (6.3) comme le rapport entre le nombre de cellules en longueur de l'échantillon (NCL) dans la direction de l'écoulement (équation (6.1)) et le nombre de cellules dans le diamètre extérieur de l'échantillon (NCD) calculé par l'équation (6.2).

$$NCL = \frac{L}{D_C} \tag{6.1}$$

$$NCD = \frac{\Phi}{D_C} \tag{6.2}$$

$$NCLD = \frac{NCL}{NC\mathrm{D}} = \frac{L}{\Phi} \tag{6.3}$$

Le Tableau 6.1 reprend l'ensemble des propriétés morphologiques des mousses RES testées.

Tableau 6.1: Les paramètres morphologiques des matériaux cellulaires RES testés.

MC	L (mm)	Φ (mm)	D_C (mm)	ρ* ($g.cm^{-3}$)	ε (%)	NCL	NCD	NCLD
ZkS25D	18.30	37.50	2.50	2.36	64.77	7	15	0.47
ZkS35D	15.10	38.18	3.50	2.84	57.65	4	11	0.36
ZkS35T	68.83	38.18	3.50	2.70	59.73	19	11	1.73
ZkS40D	15.30	38.09	4.00	2.51	62.56	3	9	0.33
ZkS45T	38.97	38.28	4.50	2.68	60.00	8	8	1.00

6.3 Résultats et discussions

6.3.1 Description de l'écoulement d'air dans les matériaux cellulaires RES

L'objectif de cette recherche est de révéler la méso-structure des mousses de zamak obtenues avec le procédé RES en étudiant le flux d'air qui les traverse, en découvrant quels types de régimes sont prévus lorsque l'air traverse ces mousses. Cette caractérisation est très déterminante pour leurs applications industrielles compte tenu de l'absence de l'outil tomographique.

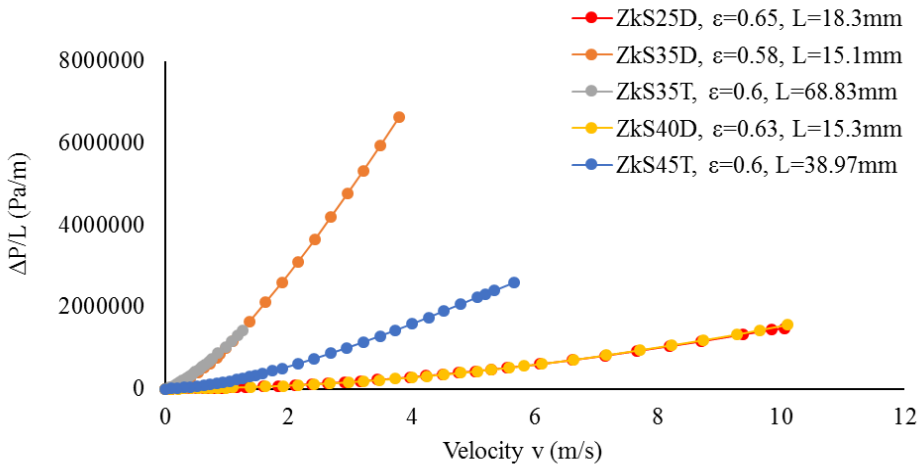


Figure 6.9: Gradient de pression mesuré, normalisé par l'épaisseur en fonction de la vitesse superficielle de l'air dans tous les échantillons RES.

Il est bien connu que la porosité est une propriété morphologique des mousses métalliques à cellules ouvertes qui a un impact considérable sur sa structure. En raison de la grande variété de porosité des mousses métalliques dans les applications thermiques et hydrodynamiques, les chercheurs ont été attirés par cette propriété. C'est pourquoi, au cours de cette étude, chaque représentation des mousses de zamak RES est associée à sa porosité et à la longueur de l'échantillon.

Dans cette section, les auteurs ont préféré discuter des résultats expérimentaux en termes de vitesse superficielle en raison du nombre de longueurs caractéristiques controversées des nombres de Reynolds présents dans la littérature. La Figure 6.9 montre les variations de la perte de charge mesurée par unité de longueur des mousses en fonction de la vitesse du flux d'air. Les tendances générales de la perte de charge sont en accord qualitatif avec les études précédentes comme celles de (CARPIO et al., 2017, Paek et al., 2000, Bonnet et al., 2008).

Le chevauchement des graphiques remarqué pour le ZkS35D et le ZkS35T est dû au fait que les deux échantillons sont identiques et proviennent du même échantillon, mais avec deux longueurs différentes dans la direction du flux ; afin de vérifier la reproductibilité et l'uniformité tout au long de l'échantillon. Les courbes de perte de charge à travers ZkS40D et ZkS25D sont superposées et ont la plus petite perte de charge par unité de longueur parce qu'elles ont presque la même porosité élevée et la même longueur entre tous les échantillons. Mais cette façon de représenter les données est ambiguë et ne décrit pas l'effet de la longueur de la mousse sur la perte de charge. De nombreux chercheurs avaient choisi une forme linéaire (l'équation (3.5)) pour représenter et distinguer clairement chaque régime.

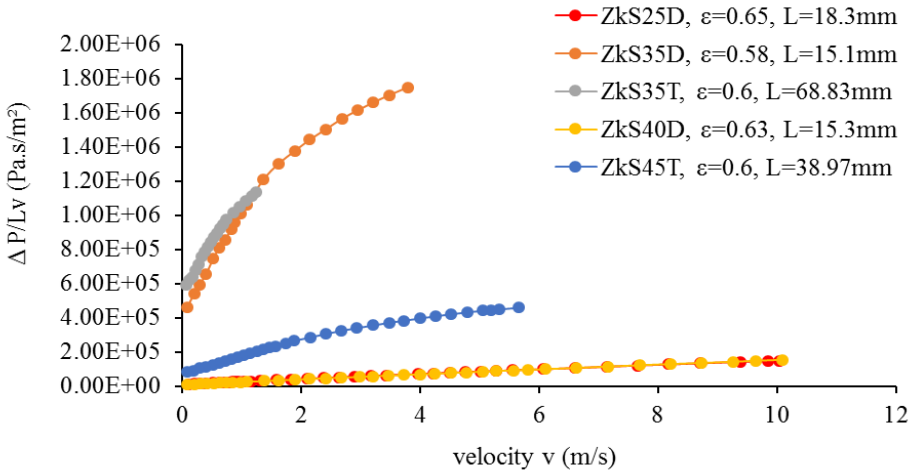


Figure 6.10: Pertes de charge réduite en fonction de la vitesse superficielle pour les matériaux cellulaires RES.

Si l'on compare tous les résultats, les tendances à l'échelle globale des pertes de charges sont en accord qualitatif avec les études précédentes telles que celles de (Dukhan and Patel, 2011). La Figure 6.10 montre le comportement des pertes de charge réduite en fonction de la vitesse superficielle de tous les échantillons RES, qui est influencée par trois paramètres importants, à savoir : la taille des grains de sel (D_C), la longueur (L) dans la direction principale de l'écoulement et la porosité (ε).

Ainsi, le choix de chaque échantillon avec une combinaison spéciale de paramètres (D_C, L et ε) a été fait intentionnellement. La perte de charges diminue avec l'augmentation de la taille des grains de sel (D_C) et de la porosité (ε) des échantillons, ce qui suppose que la perméabilité augmente également dans ce cas. Cependant, lorsque la longueur (L) augmente, la perte de charge augmente à son tour. Ceci est également confirmé par (Paek et al., 2000) qui supposent que lorsque la taille des cellules D_C d'une mousse métallique diminue, le rapport surface/volume augmente, ce qui signifie une résistance à l'écoulement supplémentaire, entraînant une chute de pression plus élevée. Et poursuit que cette dernière est considérablement influencée par la fraction du vide ainsi que par la forme des cellules des mousses métalliques.

L'effet de la longueur (L) sur le comportement des pertes de charges est assez clair, entre le ZkS35D et le ZkS35T, qui appartiennent tous deux au même échantillon, et n'ont que 2 % de différence de porosité. Cet effet est détaillé plus loin.

Néanmoins, avant de décider quelle loi décrit le mieux le flux d'air à travers les mousses RES, il faut identifier et délimiter les différents régimes présents afin de définir le comportement local à micro-échelle.

6.3.2 Identification des régimes d'écoulement

Dans de nombreuses études, on ne s'est pas intéressé aux détails du flux à l'intérieur des cellules, mais plutôt aux lois régissant le lien entre le flux et la force à des échelles de longueur comprenant un grand nombre de cellules, bien que des analyses complètes à l'échelle des pores restent la pierre angulaire de tout progrès vers la dérivation des lois régissant les plus grandes échelles comme le déclarent (Lasseux and Valdés-Parada, 2017), c'est-à-dire que la distinction entre les analyses à l'échelle macro et micro du flux d'air à travers ces mousses est importante.

Ce comportement à micro-échelle a été défini dans cette étude en étudiant la nature des régimes localement déterminés et quelle loi décrit le mieux le flux à grande échelle (globale) à travers ces mousses. L'écoulement à l'échelle globale se réfère à l'ensemble du régime d'écoulement, ce qui signifie que l'on a pris en compte toutes les données de chute de pression réduite en fonction de la vitesse superficielle. Nous pensons que l'écoulement à l'échelle globale

a été influencé par l'un des régimes localement déterminés. La relation entre ces deux échelles a été étudiée.

Il convient de noter que le matériel expérimental disponible ne permettait pas de détecter avec précision le début des effets visqueux (régime d'avant Darcy et de Darcy). L'écart des données expérimentales par rapport à la linéarité était évident, ce qui supposait la présence de différents régimes correspondant à chaque partie. Les régimes d'écoulement ont été identifiés par des changements de pente dans chaque partie des courbes de perte de charge réduite comme cela a été fait par (Kececioglu and Jiang, 1994, Yang et al., 2017, Dukhan and Minjeur, 2011, Dukhan et al., 2014b, Kundu et al., 2016, Fand et al., 1987). La plupart des tests expérimentaux ont montré une tendance générale du flux d'air dans les mousses RES, dominée par un "régime de forte inertie".

(Zhong et al., 2018) ont indiqué qu'il était presque impossible de définir une limite universelle pour la transition des régimes applicables à tous les types de milieux poreux. Bien que certains chercheurs aient présenté une limite définie du nombre de Reynolds pour la transition de régime (Kumar et al., 2017, Dybbs and Edwards, 1984), cela dépendait des propriétés du matériau poreux et du fluide de travail qu'ils utilisaient. Néanmoins, aucune transition brusque entre l'écoulement laminaire et turbulent n'a pu être observée dans les milieux poreux car l'écoulement à travers une structure cellulaire complexe diffère considérablement de l'écoulement dans une conduite. Dans ce cas, comme le montre la Figure 6.11, la transition à l'échelle globale d'un écoulement laminaire Darcy linéaire à un écoulement laminaire non linéaire, puis à un écoulement totalement turbulent, a été un processus progressif. Chaque encart de la Figure 6.11 représente l'écoulement à faible vitesse : aucun régime de Darcy n'a été identifié.

La nature de la non-linéarité (régimes transitoires) dans la relation entre la force de traînée macroscopique et la vitesse superficielle peut être expliquée par la signature des forces visqueuses et inertielles à l'échelle microscopique. (Pauthenet et al., 2018) ont proposé, dans son étude sur les développements historiques, visant à inclure les effets d'inertie et de glissement (respectivement, lorsque les nombres de Reynolds et de Knudsen ne sont pas excessivement petits par rapport à l'unité), que d'une part, plusieurs mécanismes suggérant que seule l'inertie, à l'échelle des pores, peut expliquer le comportement à l'échelle globale peuvent être mis en avant, notamment : i) la déformation des lignes de courant due à la tortuosité de la structure et à des schémas d'écoulement locaux convergents-divergents ; ii) les refoulements et les séparations résultant de la traînée des formes ; iii) les réseaux de pores activement impliqués

dans l'écoulement qui sont dépendants de la vitesse en conséquence de i) et ii) produisant des variations dans la dissipation de l'énergie cinétique (Andrade Jr et al., 1999).

D'autre part, nous pouvons considérer que les effets de la traînée visqueuse à micro-échelle contribuent à la non-linéarité lorsque les couches limites aux interfaces solide-fluide, qui sont devenues plus épaisses lorsque le nombre de Reynolds augmente, ont été prises en compte. Avec ce mécanisme, le flux inertiel central (au centre des cellules) peut être facilement compris comme étant fortement dépendant du nombre de Reynolds, ce qui explique en partie les différents régimes.

La perte de charge était importante, même à faible vitesse. La zone de faible inertie (régime de transition D-F) était indétectable dans la courbe de l'échantillon ZkS35D en raison de sa faible longueur et de sa porosité, et était présente, mais plus étroite que celle de Forchheimer, de zones de transition F-T et de turbulence dans les échantillons restants. Le régime de transition D-F et celui de Forchheimer avant que l'instabilité n'apparaisse ont été appelé par (Panfilov and Fourar, 2006) "l'écoulement stable".

Toutes les courbes ont montré le comportement macroscopique inertiel de l'écoulement à travers les échantillons, qui a été clairement révélé par les propriétés de l'écoulement d'air calculées localement et citées plus loin: dans les premières zones (transition D-F, régimes de Forchheimer), une concurrence entre les forces visqueuses et d'inertie existait au niveau microscopique avec toujours un écoulement stable. Le mot "concurrence" a été employé parce que les deux forces coexistaient ensemble dans tous les régimes et le fait de nommer chaque régime séparément ne signifie pas que chaque régime a un mécanisme différent et indépendant (Firoozabadi and Katz, 1979). Ensuite, à partir du régime de transition F-T entre le régime de Forchheimer et les régimes turbulents et au-delà, les effets de pure inertie ont dominé l'écoulement et l'instabilité a régi l'écoulement macroscopique. De plus, le régime turbulent est atteint plus rapidement dans les échantillons ZkS35T et ZkS35D avec une perte de charge élevée.

Toute cette interprétation était liée à la méso-structure des mousses : selon (Kouidri and Madani, 2016) la rugosité de surface accélère l'atteinte du régime turbulent ; ainsi dans ces deux échantillons ayant la plus grande perte de charge, donc une rugosité significative, il n'y a pas besoin d'une énergie importante pour atteindre le régime turbulent. L'étude de la structure de l'écoulement (Panfilov and Fourar, 2006) a montré que les phénomènes visqueux-inertiels croisés étaient négligeables lorsque la structure de l'écoulement était clairement non périodique. Ainsi, la structure des mousses RES a commencé à se révéler. Les échantillons ZkS25D et

ZkS40D ont montré une tendance à la linéarité de l'écoulement d'air plus importante que les autres échantillons, peut-être en raison de la large gamme de vitesses expérimentées, soulignant le fait qu'il s'agissait de disques ayant la porosité la plus élevée mais la longueur la plus faible.

Les déviations des données par rapport à la ligne droite dans la partie inférieure, selon (Firoozabadi and Katz, 1979), étaient dues à l'effet de glissement (effet Klinkenberg) et les déviations des données par rapport à la ligne droite dans la partie supérieure étaient dues à l'inadéquation de l'équation de Forchheimer pour décrire l'écoulement à grande vitesse. Cependant (Andrade Jr et al., 1999) ont constaté qu'une telle transition peut être comprise et statistiquement caractérisée en termes de distribution spatiale de l'énergie cinétique dans le système.

(Lage et al., 1997) ont étudié la relation entre le gradient de pression hydrostatique d'un fluide (l'air) dans ce que l'on appelle "la transition vers la turbulence dans un milieu poreux" et la vitesse moyenne du fluide d'infiltration. Une analyse théorique basée sur le principe de validation du modèle de semi variance a indiqué que la relation entre le gradient de pression et la vitesse du fluide s'écarte en effet du modèle quadratique d'écoulement de Darcy étendu de Forchheimer, et peut être corrélée par une fonction cubique de la vitesse du fluide pour la gamme de vitesse de leurs expériences.

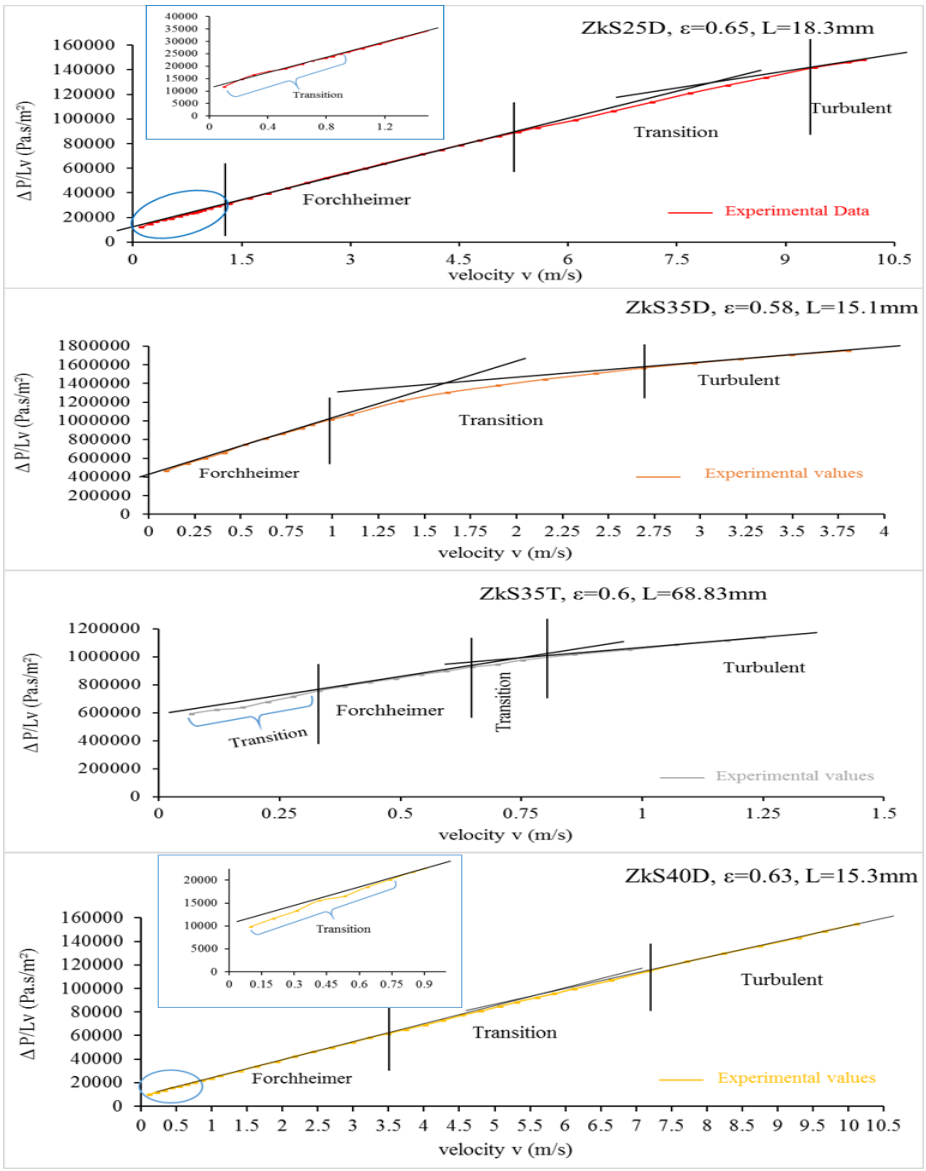
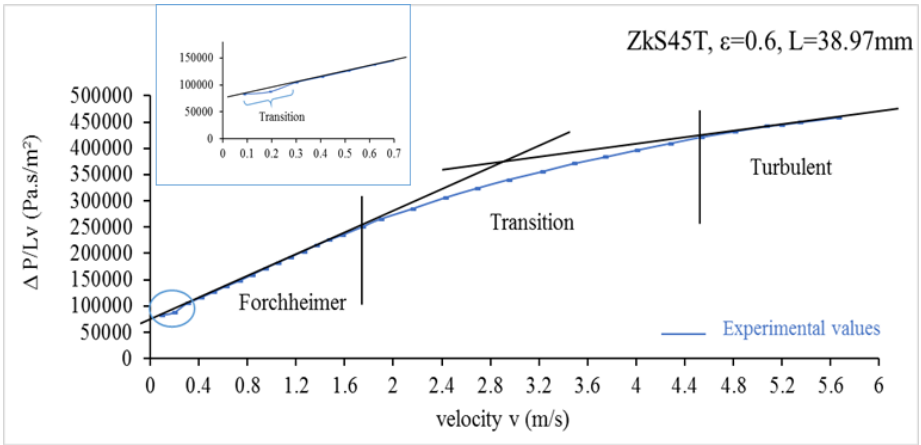


Figure 6.11: Identification des différents régimes d'écoulement de l'air à travers les matériaux cellulaires RES.



6.3.3 Lois gouvernant le flux d'air à travers les matériaux cellulaires RES

Comme suit, les résultats expérimentaux des pertes de charge réduite de chaque échantillon ont été ajustés linéairement ou quadratiquement pour déterminer quelle loi décrivait le mieux le flux d'air pour tous les échantillons RES. La Figure 6.12 illustre l'ajustement linéaire correspondant à la loi de Forchheimer présentée sous la forme linéaire de l'équation (3.5)(y compris la loi laminaire de Darcy lorsque v→∞), cependant, l'ajustement quadratique représente celui de la loi cubique selon l'équation (6.4) et la loi cubique totale donnée par (6.5) :

$$\frac{\Delta P}{Lv} = \frac{\mu}{K} + \frac{C}{\mu}\rho^2 v^2 \tag{6.4}$$

$$\frac{\Delta P}{Lv} = \frac{\mu}{K} + C_1\rho v + \frac{C_2\rho^2}{\mu}\, v^2 \tag{6.5}$$

Il est très clair que toutes les données expérimentales des échantillons déviaient de la linéarité, qu'il soit un disque ou un tube (sauf pour le ZkS25D et le ZkS40D). Cela signifie que l'équation de Forchheimer est inadéquate pour décrire le flux d'air à travers les mousses RES, ce qui a été confirmé par l'analyse des résidus. Le flux non linéaire était beaucoup plus important en le comparant aux résultats de la littérature travaillant sur les liquides pour la même vitesse, en raison de la faible viscosité du gaz (Takhanov, 2011).

(Panfilov and Fourar, 2006) ont déclaré que la non-linéarité n'était pas quadratique, ce qui est le cas des mousses RES. Il a été facile de vérifier qu'elle était cubique pour des vitesses très faibles et exponentielle pour v→∞ (en raison de l'écart des résultats expérimentaux par rapport à la loi quadratique qui fait l'objet d'un document de recherche en cours). L'inertie pure et la viscosité-inertiel croisée (cross inertia-viscosity) coexistent à toute vitesse. Panfilov a montré que les *effets visqueux-inertiel croisée* (the inertia–viscous cross effects) avaient un caractère exponentiel, similaire aux termes d'inertie pure qui comprend une déviation exponentielle de la loi quadratique. (À un Re élevé, une petite déviation de la loi cubique totale signifie que les effets d'inertie pure produits à l'échelle micrométrique sont négligeables et que la structure est clairement périodique). Ce résultat a confirmé que les mousses RES avaient une structure périodique. Les constantes d'ajustement de la courbe ont été utilisées pour calculer la perméabilité et former le coefficient de traînée pour chaque longueur. La constante d'ajustement de courbe la plus basse R^2 était supérieure à 0,9980.

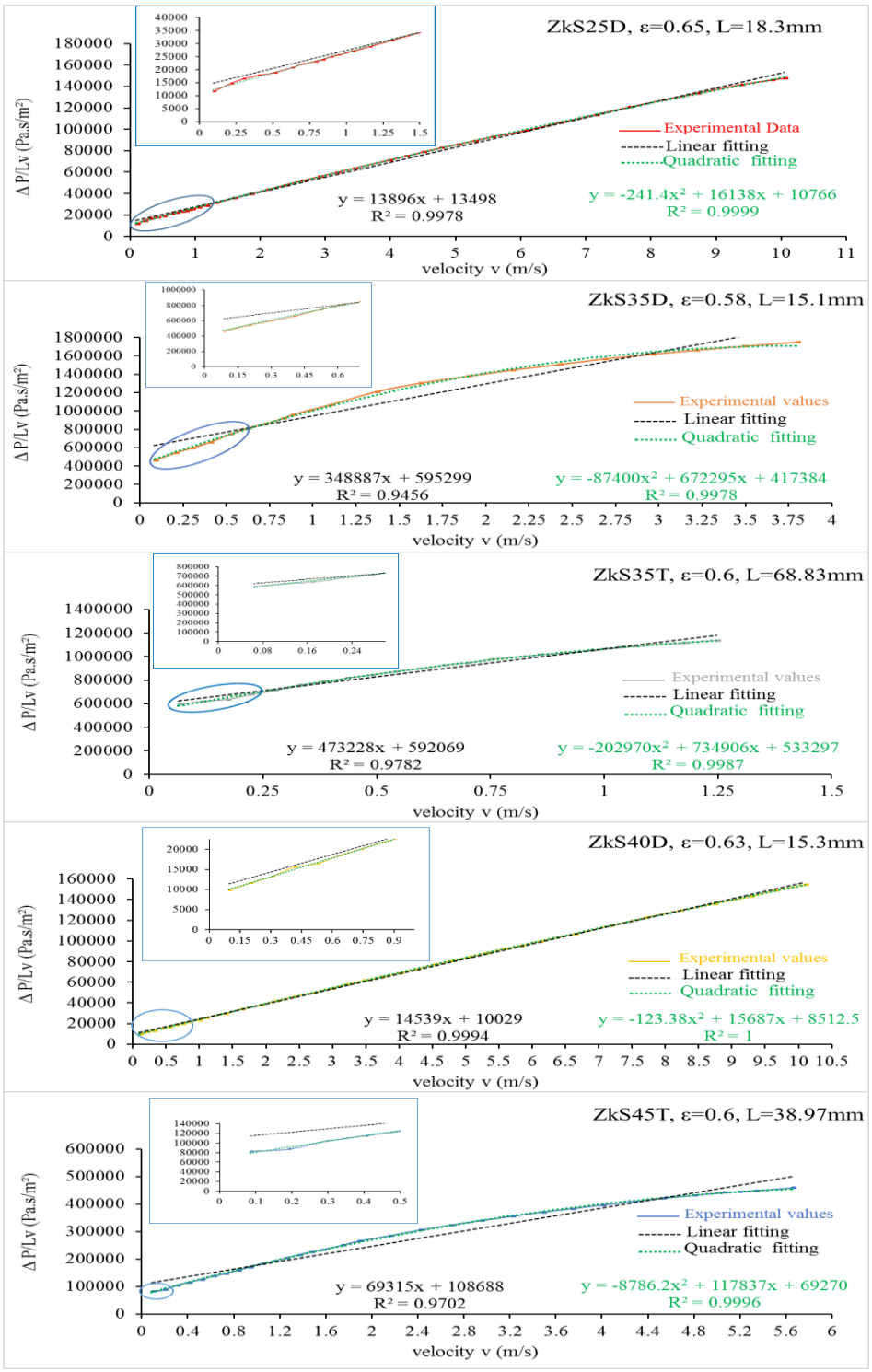


Figure 6.12 : Les pertes de charge réduite en fonction de la vitesse superficielle de l'air pour chaque échantillon RES.

6.3.4 Analyse des résidus de chaque loi d'écoulement

Afin de déterminer quelle loi entre l'équation de Forchheimer et les deux lois cubiques décrit le mieux le flux d'air à travers les mousses RES, les résidus de chaque loi ont été calculés et représentés en fonction de la vitesse superficielle dans la Figure 6.13 (Bonnet et al., 2008, Lage et al., 1997).

Il est clair que la loi de Forchheimer et la loi cubique ne sont pas des modèles appropriés car leurs valeurs résiduelles sont plus importantes que celles de la loi cubique totale dans tous les échantillons. De plus, les résidus de Forchheimer et cubiques ont un comportement opposé : lorsque le modèle de Forchheimer surestime la chute de pression, le modèle cubique la sous-estime ; outre le fait que les deux sont bien décrits par une courbe d'ajustement du troisième ordre comme : $R=a.\ v^3$, cependant les résidus de la loi cubique totale étaient proches d'un bruit aléatoire, ce qui signifie que c'est la meilleure loi décrivant le flux d'air à travers les mousses RES.

Lorsque l'on analyse les résidus de chaque modèle en termes de régimes, les résidus cubiques sont toujours élevés, quelle que soit la taille des grains de sel, la longueur ou la porosité de l'échantillon. Mais lorsque les résidus de Forchheimer sont importants dans les régimes à forte inertie appelés aussi régime de Forchheimer par exemple dans ZkS35D ou ZkS40D, où il est supposé bien décrire le flux d'air dans ces zones, c'est la contradiction à laquelle (Panfilov et al., 2003) ont attribué trois paradoxes, et (Mei and Auriault, 1991) ont montré que ce n'est pas la loi de Forchheimer mais la loi cubique qui décrit le flux dans le cas isotrope à des vitesses plutôt faibles.

La zone du régime de forte transition (Transition F-T) est plus large que celle du régime de Forchheimer pour toutes les mousses RES. Ces mousses sont mieux décrites par la loi cubique totale indiquant que le régime de faible inertie (interprété par *l'effet visqueux-inertiel croisée*) existe toujours et prédomine. Cette prédominance est liée à une explication à l'échelle micrométrique : "une structure ordonnée" selon (Lasseux and Valdés-Parada, 2017), qui affirme que le type de correction de Forchheimer est une approximation puissante sur une gamme très importante de valeurs du nombre de Reynolds pour les structures désordonnées.

Ni Forchheimer ni les deux lois cubiques ne décrivent les régimes turbulents, ce qui est évident à travers les résidus élevés détectés dans cette zone. Cette zone obéit à une loi exponentielle. Nous pensons que les limites de chaque régime sont différentes d'un échantillon à l'autre en raison de considérations liées aux propriétés structurelles des mousses, telles que la taille, la porosité et la longueur des grains de sel. Ceci sera démontré ultérieurement. Ainsi, l'écart entre les pertes de charge réduites et la linéarité donne des informations sur la pertinence des équations de Forchheimer, et l'analyse des résidus guide le choix entre les lois cubiques.

Maintenant que la loi qui convient à la description de l'écoulement à travers les mousses RES a été choisie avec soin, les constantes d'ajustement de la courbe des pertes de charge réduites en fonction de la vitesse, ont été utilisées pour calculer la perméabilité K_{FC} et les

coefficients d'inertie C_1 et C_2, puis examinées par rapport à celles obtenues à partir de l'équation de Forchheimer (K_{Forch} et β).

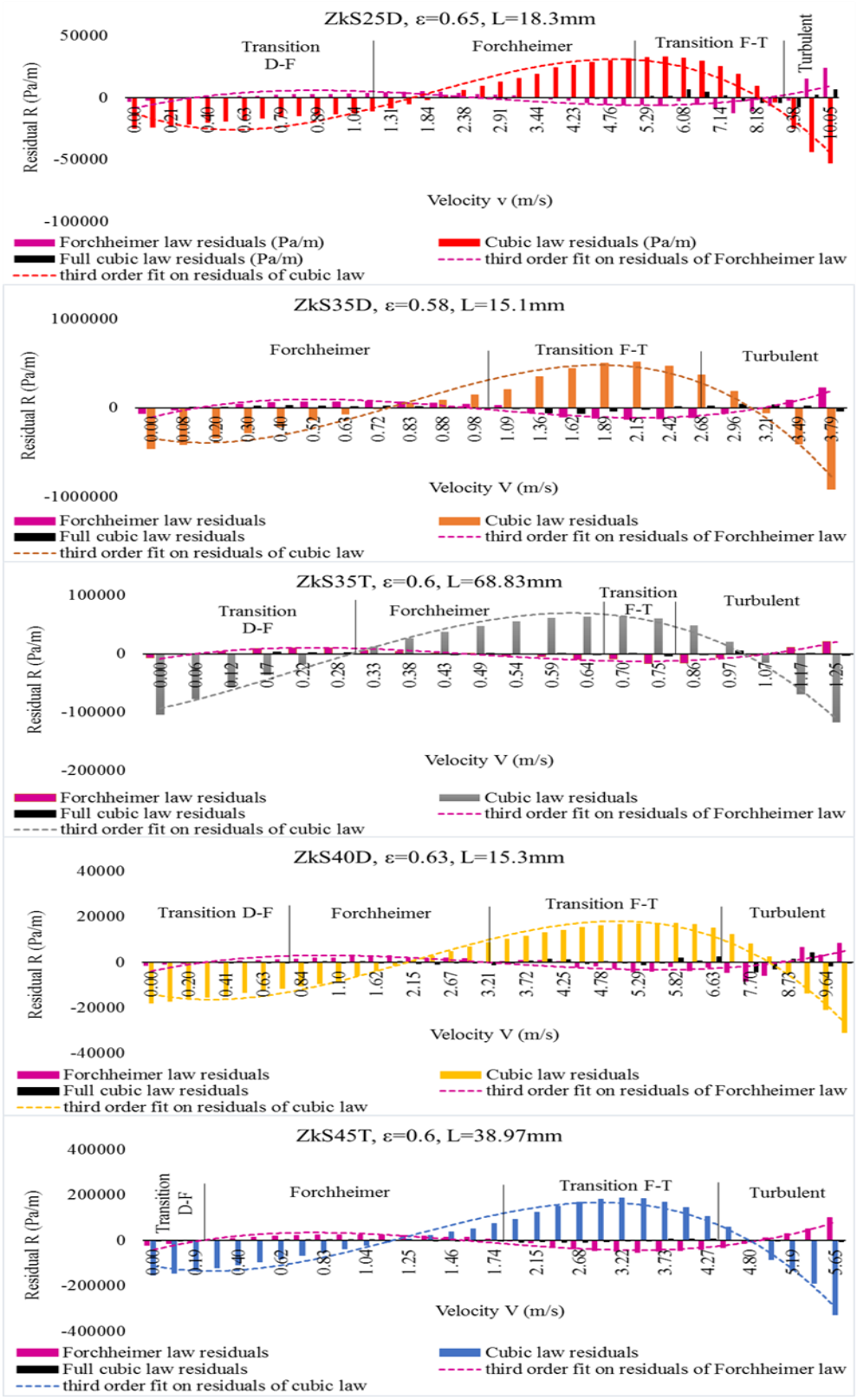


Figure 6.13: Comparaison entre les résidus de Forchheimer, de la loi cubique et de la loi cubique totale, pour chaque échantillon RES.

6.3.5 Propriétés d'écoulement de l'air des matériaux cellulaires RES

La perméabilité permet de prédire le débit pouvant être obtenu pour une chute de pression donnée ou de prédire la pression du fluide nécessaire pour atteindre un débit spécifique (Liu, 2011); il était donc très important de l'explorer dans ces nouveaux matériaux poreux afin d'établir leurs caractéristiques. L'évaluation de la perméabilité et du coefficient d'inertie a été réalisée par l'ajustement au moindre carré de deux modèles choisis en fonction de leurs faibles résidus comparé, à savoir l'équation de Forchheimer et la loi cubique totale.

(Antohe et al., 1997) ont présenté une étude qui utilise le modèle d'écoulement étendu de Forchheimer pour calculer la perméabilité et le coefficient d'inertie des matrices d'aluminium comprimées. Leurs résultats ont montré que la précision des coefficients est améliorée par l'ajustement des courbes, les valeurs de chaque point de données étant prises en compte. Ils ont constaté qu'il est important que les valeurs de perméabilité et du coefficient d'inertie soient associées à la plage de vitesse à partir de laquelle elles ont été déterminées.

De plus, ces valeurs ne pouvaient pas être utilisées en toute confiance pour prédire le comportement hydraulique à des vitesses en dehors de cette plage.

(Boomsma and Poulikakos, 2002) ont testé expérimentalement des mousses métalliques à cellules ouvertes pour évaluer leurs caractéristiques hydrauliques en utilisant de l'eau. La matrice expérimentale des mousses métalliques était constituée de mousses d'aluminium à cellules ouvertes de porosités et de diamètres de pores variés, sous forme comprimée et non comprimée. Parmi les nombreuses conclusions tirées : l'utilisation de différents régimes de vitesse d'écoulement a permis d'obtenir diverses valeurs de perméabilité et de coefficient de forme. Chaque fois que la perméabilité et le coefficient de forme associé pour un milieu poreux à haute porosité sont indiqués, la plage de vitesse d'écoulement sur laquelle ces termes sont calculés doit également être spécifiée pour plus de précision.

(Dukhan and Minjeur, 2011) ont proposé une approche à deux perméabilités pour évaluer les propriétés d'écoulement, l'une déterminée et uniquement valable dans le régime de Darcy, et l'autre valable dans le régime de Forchheimer. Les auteurs, cependant, prétendent trouver des paires de coefficients de perméabilité et d'inertie convenant à toute la gamme d'écoulement et avec une précision satisfaisante.

(Zhong et al., 2018) ont déterminé la perméabilité et les coefficients d'inertie des milieux poreux en métal fritté en utilisant une chambre isotherme. La perméabilité a d'abord été déterminée dans le régime de Darcy, puis le coefficient d'inertie a été déterminé dans le régime de Forchheimer avec la perméabilité résultante. Ils ont qualifié ce traitement de laborieux car il

fallait au moins deux types de capteurs de débit et de pression avec des plages et des précisions différentes pour satisfaire aux exigences des mesures sur différentes plages de débit.

Dans cette étude, les constantes d'ajustement des courbes de la loi cubique totale et de l'équation de Forchheimer ont été utilisées pour calculer la perméabilité et le coefficient d'inertie dans chaque régime séparément puis sur toute la gamme de données pour chaque taille de grain de sel. Nous pouvons affirmer que les valeurs des coefficients de perméabilité et d'inertie données dans cette étude (dans Tableau 6.3, Tableau 6.4, Tableau 6.5) sont strictement applicables aux échantillons qui ont été testés et fabriqués avec ce procédé, et ne sont pas des propriétés matérielles qui peuvent être appliquées à d'autres mousses.

Mais au préalable, une brève analyse d'erreur est nécessaire afin de confirmer la pertinence de la loi cubique totale pour décrire le flux d'air dans les mousses RES, en analysant le pourcentage de changement de perméabilité K (PCK) entre la perméabilité obtenue avec l'équation de Forchheimer (K_{Forch}) et celle obtenue avec la loi cubique totale (K_{FC}), et définie selon l'équation (6.6):

$$PCK = \frac{K_{Forch} - K_{FC}}{K_{FC}} 100 \qquad (6.6)$$

Le PCK global de l'ensemble des données regroupées dans le Tableau 6.2 est élevé et négatif, ce qui signifie que la perméabilité de Forchheimer est inférieure à celle obtenue avec la loi cubique totale. Cette différence augmente lorsque les turbulences commencent à partir de la transition F-T vers des régimes turbulents, ce qui confirme la constatation précédente selon laquelle le modèle de Forchheimer n'est pas adapté pour décrire l'écoulement dans les zones turbulentes des mousses RES. Ce pourcentage était limité positif et négligeable (parfois nul) dans le régime de transition D-F, ce qui suggère que les deux valeurs de perméabilité sont proches car l'équation de Forchheimer est généralement acceptée pour décrire l'écoulement dans cette zone ; néanmoins, en combinant ce résultat avec les résidus des deux modèles dans ces régimes, nous pouvons noter que la loi cubique totale est appropriée pour prédire la perméabilité des mousses RES dans cette zone également.

Afin d'étudier quel régime local influence le flux d'air global à travers les mousses RES, la perméabilité et les coefficients d'inertie de chaque échantillon calculés localement pour chaque régime ont été analysés, même ceux globaux décrivant le flux macroscopique ont été déterminés pour comparaison.

Les valeurs des propriétés du flux d'air issues des expériences (citées dans Tableau 6.3, Tableau 6.4, Tableau 6.5) sont du même ordre de grandeur que celles de la littérature, mais il y a peux de différences d'un régime à l'autre.

ZkS35D et ZkS35T ont le coefficient d'inertie le plus élevé et la perméabilité la plus faible au niveau global et local. La plupart des données publiées sur l'écoulement dans les mousses métalliques (Antohe et al., 1997) présentent des désaccords significatifs sur les valeurs de la perméabilité et du coefficient d'inertie, pour des mousses ayant des porosités et des structures internes similaires ; probablement en raison de (Dukhan et al., 2014b) : 1- la taille de l'échantillon de mousse dans la direction de l'écoulement utilisée par divers chercheurs (Dukhan and Patel, 2011); 2- la taille de l'échantillon de mousse perpendiculaire à la direction de l'écoulement (Zhong et al., 2014), ce qui n'est pas le cas de ces deux échantillons car ils ont le même diamètre. Contrairement aux premiers, ZkS40D et ZkS25D donnent la plus grande perméabilité et le plus faible coefficient d'inertie. Et cela est probablement dû à leur porosité élevée par rapport aux autres échantillons.

En outre, le même échantillon présente des perméabilités et des coefficients d'inertie différents selon les données du régime choisi. Cependant, cette variation n'est pas très importante.

Les valeurs de perméabilité K_{FC} de tous les échantillons RES en régime turbulent sont les plus faibles entre celles des autres régimes quelle que soit la taille des grains de sel ; sauf dans le cas du ZkS35T en raison de sa longueur importante dans la direction de l'écoulement. Cependant, ce sont les valeurs les plus élevées dans la zone de Forchheimer par rapport à celles des autres régimes, à l'exception de la perméabilité du ZkS40D. Du point de vue macroscopique de l'écoulement de l'air, la perméabilité de toute la gamme est identique à celle de la transition F-T pour le ZkS25D, et de la transition D-F pour le ZkS40D et le ZkS45T, et à celle de Forchheimer pour le ZkS35T ; mais jamais influencée par le régime turbulent. Nous pensons que cette influence est due aux propriétés structurelles des mousses telles que la porosité, la longueur dans la direction du flux d'air et la taille des grains de sel; les mousses à cellules ouvertes ont généralement une structure cellulaire anisotrope aléatoire qui a un effet significatif sur leur perméabilité, qui a été prouvée à plusieurs reprises comme dans (Trinh, 2019, Magnico, 2009). La perméabilité est en outre influencée par la dureté de surface des pores et est exceptionnellement influencée par la quantité de cellules fermées dans les mousses RES (Harshit and Gupta, 2020).

Dans son article (van Lopik et al., 2017), les auteurs affirment que la géométrie de la structure des pores (comme les surfaces des pores en forme de tube ou de blob), ainsi que l'interface fluide-solide totale et sa rugosité d'interface, déterminent largement la résistance à l'écoulement en raison des termes de force de traînée dans le coefficient de Forchheimer C_1. Ainsi, si C_1 est élevé, cela signifie qu'il existe un blocage important dû à une structure de pores très compliquée avec des faces peut-être fermées (comme nous soupçonnons que le ZkS35T l'est).

(Dukhan et al., 2014a) ont indiqué que le passage au régime turbulent dans les milieux poreux est influencé par la rugosité de la surface interne.

(Kouidri and Madani, 2016) après une étude hydrodynamique expérimentale de l'écoulement à travers des mousses métalliques, les transitions du régime d'écoulement et l'influence de la rugosité de surface ; ils ont conclu que les pertes de charge augmentent de la mousse la plus lisse à la plus rugueuse. Ce qui signifie qu'il existe un degré de rugosité entre les mousses RES correspondant à leur perte de charge correspondante.

(Boomsma and Poulikakos, 2002) ont constaté que le maintien de la porosité constante et la diminution du diamètre des pores augmentaient la résistance à l'écoulement dans les mousses métalliques non comprimées en réduisant la perméabilité et en augmentant le coefficient de forme C_1. La même remarque a été observée dans la mousse RES, par exemple entre Zks35T et ZkS45T. Cette augmentation est attribuée à la surface spécifique supérieure générée par la taille réduite des pores, ce qui est confirmé par le coefficient cubique non linéaire global correspondant C_2 qui est de -2,59 / ZkS35T contre -0,10 / ZkS45T dans cet exemple.

Le terme cubique non linéaire C_2 est plutôt faible et parfois négatif ou positif selon la plage de vitesse considérée (régime), mais globalement il est négatif ce qui suppose que la géométrie interne des micro-canaux où circule l'air, est tortueuse selon (Panfilov et al., 2003). Il s'agit d'une affirmation intuitive de (Mei and Auriault, 1991) qui prévoient que pour maintenir la même vitesse d'infiltration, un gradient de pression plus élevé est nécessaire si l'inertie du fluide devient de plus en plus importante. C_2 devrait donc être non positif.

(Bues et al., 2004) en travaillant sur le modèle à l'échelle globale et les effets visqueux-inertiels de l'écoulement Navier-Stokes dans une fracture radiale ayant des parois ondulées, ont présenté une analyse intéressante des changements du signe du terme cubique non linéaire C_2 : ils ont considéré une loi de Darcy généralisée, incluant deux termes non linéaires supplémentaires, quadratique et cubique par rapport à la vitesse moyenne de l'écoulement. Le terme quadratique décrit l'effet d'inertie pure, causé par une perte irréversible d'énergie

cinétique due à l'accélération de l'écoulement. Le terme cubique correspond à un effet d'inertie-visqueuse croisée, qui consiste en une dissipation visqueuse additive causée par la déformation de la ligne d'écoulement due aux forces d'inertie. Comme les forces d'inertie ont tendance à redresser les lignes d'écoulement, réduisant ainsi la dissipation visqueuse, le paramètre d'inertie-visqueuse devrait être négatif. Cependant, la formation d'écoulements secondaires, tels que des jets inversés, peut inverser cette tendance et peut donc changer le signe du paramètre visqueux-inertiel. Pour une forte amplitude d'ondulation de la paroi, les forces d'inertie locales deviennent un peu plus importantes que l'inertie globale. Par conséquent, la dissipation visqueuse totale diminue et le paramètre d'inertie-visqueuse devient négatif. Notez que l'incrément négatif de la dissipation visqueux-inertielle est équivalent à une réduction de la perméabilité effective, et l'ondulation de la paroi de la rupture correspond à la tortuosité des mousses RES. Voici une autre information importante sur la structure interne des cellules de ces mousses.

Tableau 6.2: Pourcentage de variation PCK entre la perméabilité obtenue par l'équation de Forchheimer et celle obtenue par la loi cubique totale, des matériaux cellulaires RES.

MC	Transition D-F	Forchheimer	Transition F-T	Turbulent	Full range
ZKS25 D	3.32	-31.09	-48.61	-47.53	-48.84
ZKS35 D	-	-8.13	-47.61	-22.73	-39.06
ZKS35 T	7.64	-4.17	38.36	-8.43	-18.65
ZKS40 D	-0.50	-11.79	-38.21	101.43	-35.72
ZKS45 T	0.00	-13.59	-44.50	-61.60	-52.94

Tableau 6.3: Les perméabilités obtenues par deux lois différentes: la loi cubique totale et l'équation de Frochheimer de tous les régimes d'écoulement d'air à travers les matériaux cellulaires RES testées.

Full Cubic Permeability K_{FC} (m²)						Forchheimer Permeability K_{Forch} (m²)				
MC	Transition D-F	Forchheimer	Transition F-T	Turbulent	Full range*	Transition D-F	Forchheimer	Transition F-T	Turbulent	Full range*
ZkS25 D	1.58E-09	1.96E-09	1.83E-09	6.31E-10	1.83E-09	1.63E-09	1.35E-09	9.41E-10	3.31E-10	9.35E-10
ZkS35 D	-	4.75E-11	4.49E-11	2.15E-11	3.60E-11	-	4.36E-11	2.35E-11	1.66E-11	2.19E-11
ZkS35 T	3.23E-11	3.32E-11	2.49E-11	2.73E-11	3.49E-11	3.48E-11	3.18E-11	3.45E-11	2.50E-11	2.84E-11
ZkS40 D	2.18E-09	2.34E-09	2.48E-09	4.65E-10	2.19E-09	2.17E-09	2.07E-09	1.53E-09	9.37E-10	1.41E-09
ZkS45 T	2.36E-10	2.84E-10	2.03E-10	1.78E-10	2.35E-10	2.36E-10	2.46E-10	1.12E-10	6.83E-11	1.11E-10

(*)"Full range" désigne les propriétés ajustées résultantes décrivant le flux d'air macroscopique pour une vitesse de 0~∞ m/s.

Tableau 6.4: Les coefficients inertiels obtenus par la loi cubique totale et l'équation de Forchheimer de tous les régimes d'écoulement d'air à travers les matériaux cellulaires RES testées.

C_1 (m^{-1}) (Full Cubic Law)						β (m^{-1}) (Forchheimer Law)				
MC	Transition D-F	Forchheimer	Transition F-T	Turbulent	Full range	Transition D-F	Forchheimer	Transition F-T	Turbulent	Full range
ZkS25 D	11583.49	14100.64	13179.79	12188.00	13611.91	12442.48	11959.30	10910.22	7561.98	10770.95
ZkS35 D	-	589388.41	609391.31	269496.22	469425.78	-	495386.93	248916.45	137176.77	206951.25
ZkS35 T	140171.70	521216.88	0.00	359694.79	606814.26	524663.65	436902.63	480645.54	258975.56	328123.88
ZkS40 D	13047.41	13472.89	13350.30	7278.47	13063.34	12894.31	12650.44	11907.28	11085.37	11706.81
ZkS45 T	34851.68	100090.94	88252.99	82705.81	92231.81	34851.68	84141.38	48054.40	27310.87	44912.40

Tableau 6.5: Les coefficients cubiques obtenus par la loi cubique totale de tous les régimes d'écoulement d'air à travers les matériaux cellulaires RES testées.

C_2 (-) (Full Cubic Law)					
MC	Transition D-F	Forchheimer	Transition F-T	Turbulent	Full range
ZkS25 D	0.0083	-0.0045	-0.0024	-0.0037	-0.0033
ZkS35 D	-	-1.0708	-1.5207	-0.3152	-0.8304
ZkS35 T	15.1539	-1.3040	5.1841	-0.7381	-2.5935
ZkS40 D	-0.0023	-0.0027	-0.0020	0.0033	-0.0016
ZkS45 T	0.0000	-0.1043	-0.0970	-0.0846	-0.1008

6.3.6 Effet de la longueur de l'échantillon sur les régimes d'écoulement d'air

Des recherches antérieures comme (Dukhan and Patel, 2011) ont montré que la perméabilité et le coefficient de forme dépendent de la longueur de l'échantillon jusqu'à une épaisseur critique.

(Pauthenet et al., 2018) ont déclaré que la prédiction précise de la transition entre différents régimes d'écoulement est un défi important qui a des répercussions sur de nombreuses applications techniques. De nombreuses tentatives ont été faites pour définir un critère permettant de décrire la limite supérieure des régimes spéciaux comme le régime Darcy. Outre le nombre de Reynolds, basé sur la taille moyenne des particules du milieu poreux, et qui est utilisé pour indiquer si l'écoulement du fluide est laminaire ou turbulent, divers autres critères examinés dans (van Lopik et al., 2017) ont été proposés.

(Zimmerman et al., 2004) ont présenté les résultats de simulations Navier-Stokes à haute résolution et de mesures en laboratoire de l'écoulement des fluides en régime non linéaire dans une fracture naturelle du grès ; il a recommandé, à des fins d'ingénierie, la définition d'une valeur "critique" de Re à laquelle la perte de charges non-Darcy contribue, par exemple, à environ 10 % de la perte de charges totale. Ils ont constaté que cette valeur critique de Reynolds diminue avec l'augmentation de la rugosité de la fracture.

Afin d'analyser adimensionnellement l'effet de la longueur de l'échantillon sur le comportement du flux d'air, le nombre de Reynolds basé sur le diamètre nominal des grains de sel D_C (comme longueur caractéristique) a été calculé par l'équation (3.2). Un nombre adimensionnel NCLD a été défini par l'équation (6.3), où NCL et NCD sont respectivement le nombre de cellules par longueur d'échantillon, et le nombre de cellules par diamètre d'échantillon. Ce nombre liait les propriétés macroscopiques externes et les propriétés microscopiques internes des échantillons RES. Le nombre de Reynolds basé sur le diamètre des grains de sel représentait l'information sur l'écoulement des fluides. Les limites inférieure et supérieure du nombre de Reynolds ont été calculées en utilisant les valeurs inférieure et supérieure de la vitesse superficielle de chaque régime.

Tableau 6.6: Les limites des régimes d'écoulement d'air à travers les matériaux cellulaires RES.

	Re limite inférieure				Re limite supérieure			
MC	Transition D-F	Forchheimer	Transition F-T	Turbulent	Transition D-F	Forchheimer	Transition F-T	Turbulent
ZkS25 D	/	209.24	889.48	1502.79	185.42	847.35	1395.07	/
ZkS35 D	/	0	244.48	602.00	-	220.82	542.93	/
ZkS35 T	/	73.59	156.36	191.86	61.74	144.56	168.15	/
ZkS40 D	/	216.24	954.68	1973.65	189.27	889.61	1836.3	/
ZkS45 T	/	85.87	543.98	1304.24	55.22	501.36	1231.52	/

La Figure 6.14 montre clairement que les limites inférieure et supérieure du nombre de Reynolds de chaque régime (

Tableau 6.6), de la faible inertie (transition D-F) à l'écoulement turbulent sont fortement influencées par les dimensions des échantillons de mousse. Elles sont très dispersées lorsqu'il y a quelques cellules par longueur d'échantillon dans la direction du flux d'air (ZkS35D vs ZkS35T). Pour des échantillons de même porosité (ZkS35T vs ZkS45T), la dispersion est moindre lorsque la mousse a le rapport NCLD le plus élevé. Cela signifie qu'il faut moins de temps pour atteindre le régime turbulent lorsque la longueur de la mousse est supérieure aux deux tiers du NCLD. En effet, chaque régime de flux d'air a besoin d'une longueur nécessaire pour être établi simultanément avec d'autres régimes. Bien qu'elles soient très poreuses, les mousses en forme de disque ont la faible valeur NCLD et présentent la plus forte dispersion dans les limites de Reynolds, car chaque régime a besoin de plus de temps pour s'établir le long de la mousse en forme de disque, ce qui signifie que plus d'énergie est dépensée pour l'atteindre.

Il est à noter que dans le cas du disque RES le plus mince (ZkS35D) ayant un faible rapport NCLD, le régime de faible inertie (transition D-F) a disparu, ce qui pourrait nécessiter un équipement plus précis pour le détecter. Dans le ZkS45T, le nombre de cellules dans la longueur et le diamètre de l'échantillon est égal, mais cela n'empêche pas que la dispersion des régimes soit importante.

Pour résumer, si les mousses RES étaient utilisées dans le domaine du transport de flux d'air, le choix de la longueur de l'échantillon dépend de l'énergie et du temps prévus à être consommés pour atteindre le régime souhaité.

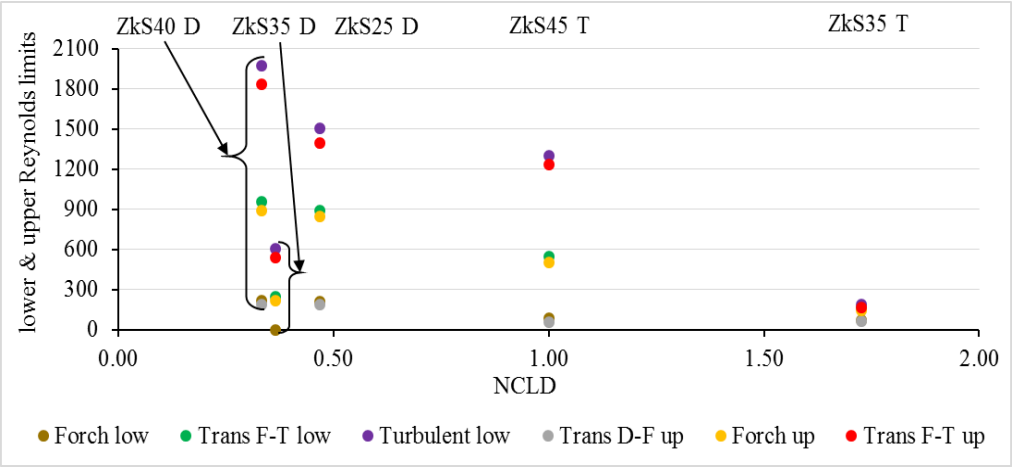


Figure 6.14: Analyse adimensionnelle de l'effet de la longueur de l'échantillon sur les limites du flux d'air en utilisant le nombre de cellules par longueur normalisé par le nombre de cellules par diamètre d'échantillon (NCLD).

6.3.7 Description qualitative des matériaux cellulaires RES

La taille des cellules considérée dans cette étude est la taille des grains de sel déterminée par tamisage (Bear, 2013)[1]. Il s'agit d'une échelle de longueur appropriée, prise qualitativement, pour étudier les propriétés d'écoulement, principalement parce qu'à l'échelle méso-métrique, il apparaît qu'après l'élimination du sel, la cellule était la réplique du grain de sel Figure 6.15 (a) et (b) comme démontré précédemment dans le chapitre 5. Le diamètre de pore d_p utilisé par certaines recherches n'est pas pris en compte en raison de la définition confuse du pore: il est parfois défini comme le diamètre de la cellule et parfois comme le diamètre de la fenêtre(Inayat et al., 2016).

La forme du brin est censée être visiblement uniforme, remplie et fermée, ce qui signifie que la porosité ouverte est égale à la porosité totale calculée indiquée dans le Tableau 6.1.

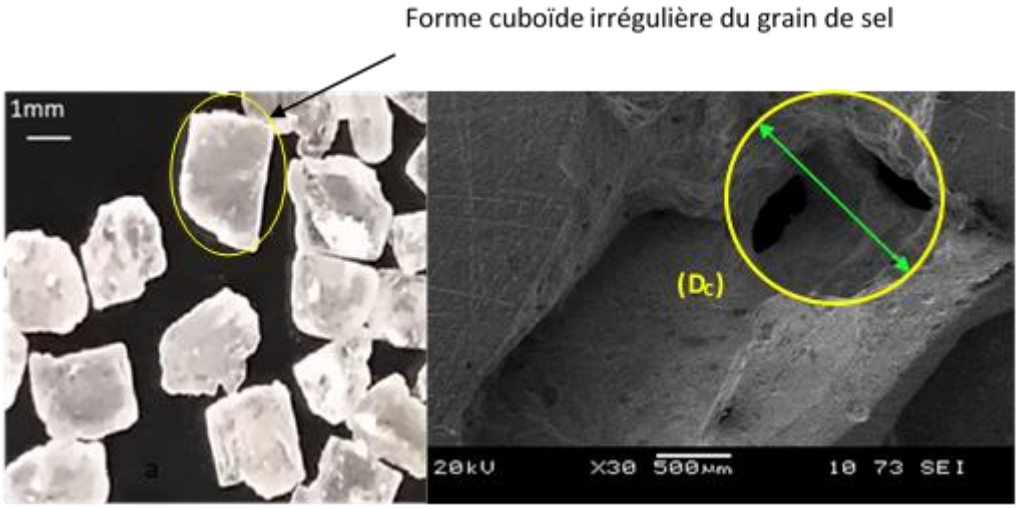


Figure 6.15: (a). Photographie du sel utilisé dans le processus RES. (b). Le diamètre nominal de la cellule (D_C).

Toute l'attention de cette étude porte sur la forme générale du flux d'air à travers les mousses RES, qui nécessite des informations sur la dimension et la forme des cellules. Comme nous l'avons dit précédemment, la perméabilité cubique totale K_{FC}, en tant que propriété

[1] Les deux principales méthodes pour déterminer la taille des particules et leur répartition sont les analyses par tamisage pour les particules supérieures à environ 0,06 mm et l'analyse par hydromètre pour les particules plus petites.
Un milieu poreux composé entièrement ou presque entièrement de particules d'une taille particulière est appelé uniforme.
Une taille de grain effective est une taille de grain moyenne.

déterministe des mousses RES, est influencée par la porosité et le diamètre nominal des cellules, comme le montre la Figure 6.16, ce qui donne cette équation ajustée (6.7) :

$$K_{FC} = 26263 {D_C}^2 \varepsilon^{42} \qquad (6.7)$$

La perméabilité du ZkS35T n'est pas représentée car il a la même porosité que le ZkS45T.

La forme cuboïde irrégulière des grains de sel utilisés dans la mousse RES est à l'origine de la forme cellulaire spéciale des mousses RES (chapitre 5) qui a conduit à **un matériau poreux ordonné anisotrope et périodique dont les cellules sont uniformes**. Cela peut expliquer à notre avis les turbulences macroscopiques du flux d'air à travers ces mousses, en raison de la présence de nombreuses zones mortes dans les coins de chaque cellule cubique, ce qui entraîne une perte d'énergie cinétique résultante des régimes antérieurs.

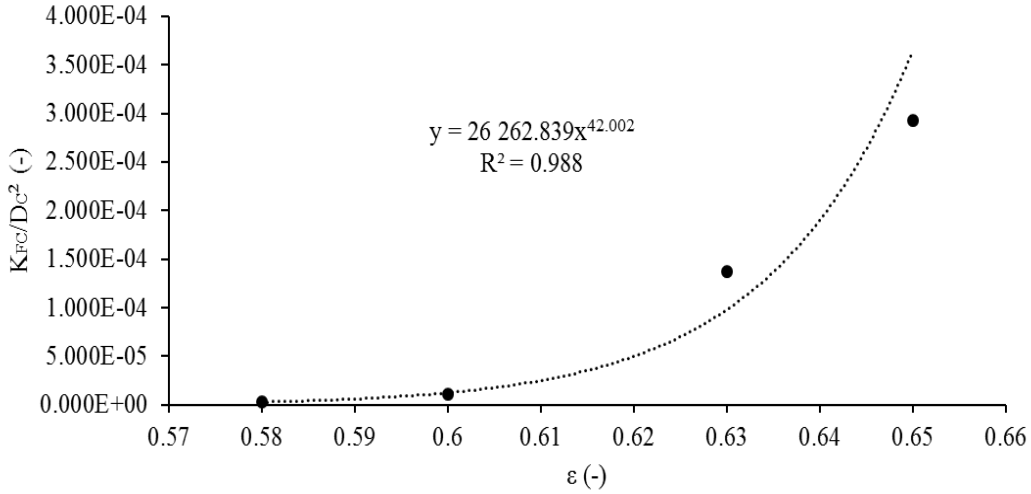


Figure 6.16 : Relation entre la perméabilité cubique totale K_{FC} normalisée par le diamètre de la cellule D_c carrée en termes de porosité des échantillons RES.

Au cours de cette recherche, nous avons acquis la ferme conviction qu'une caractérisation expérimentale est essentielle à chaque fois qu'une nouvelle mousse apparaît en raison de sa structure morphologique unique. Nous pensons sincèrement que les tentations de dériver de nouvelles corrélations tenant compte à la fois des régimes de viscosité et d'inertie, qui pourraient englober différents paramètres morphologiques sur une base commune, et qui pourraient également être valables pour différents ensembles de structures de mousse, ayant différentes sections transversales de brin, dans une large gamme de nombre de Reynolds, serait une perte de temps.

7 PROPRIETES ELECTROCHIMIQUES DES MATERIAUX CELLULAIRES RES

La conductivité électrique des mousses métalliques est une propriété importante à prendre en compte dans les applications structurelles et fonctionnelles. Cette propriété, très sensible à la structure interne, est examinée de manière effective. La structure interne dépend d'autre part du procédé de fabrication des mousses ce qui impose l'étude et la mesure de cette propriété pour chaque nouveau matériau cellulaire. Les données expérimentales existant dans la littérature, obtenues sur différents types de mousses hautement poreuses, ainsi que les modèles mathématiques décrivant cette propriété, sont analysés dans (Ashby et al., 2000a, Simancik et al., 2002, Goodall et al., 2006b, Cuevas et al., 2009).

(Bagshaw, 1991) a déclaré : "Les alliages utilisés pour les grilles des BAP ont été développés en grande partie sur une base empirique, à partir de l'expérience acquise lors de leur moulage et de leur manipulation en usine, ainsi que de leur comportement et de leur durée de vie en service".

(Ruetschi, 1977) a conclue à la fin de son bilan sur la science et la technologie des batteries acide au plomb, que la quantité impressionnante des travaux réalisés sur ces batteries rendait la concurrence des nouvelles sources d'énergie électrochimique si difficile, non seulement à cause de sa longue avance, mais aussi par le haut degré de sophistication et de perfection qu'elle a atteint. La vieille « batterie acide au plomb », inventée il y a 162 ans, n'a toujours pas été détrônée comme le principal système de batterie (utilisé pour le démarrage des automobiles).

L'objectif de ce travail expérimental se concentre sur le matériau cellulaire : si des mousses à cellules ouvertes développées avec de l'antimoine classique avec un dosage entre 4 et 13% en poids dans du plomb sont utilisées dans des BAP, quelles seraient leurs performances par rapport à ce même alliage dense (surtout lorsque notre procédé est utilisé).

La suite des idées menant jusqu'à ce chapitre sont résumées dans l'organigramme de la Figure 7.1.

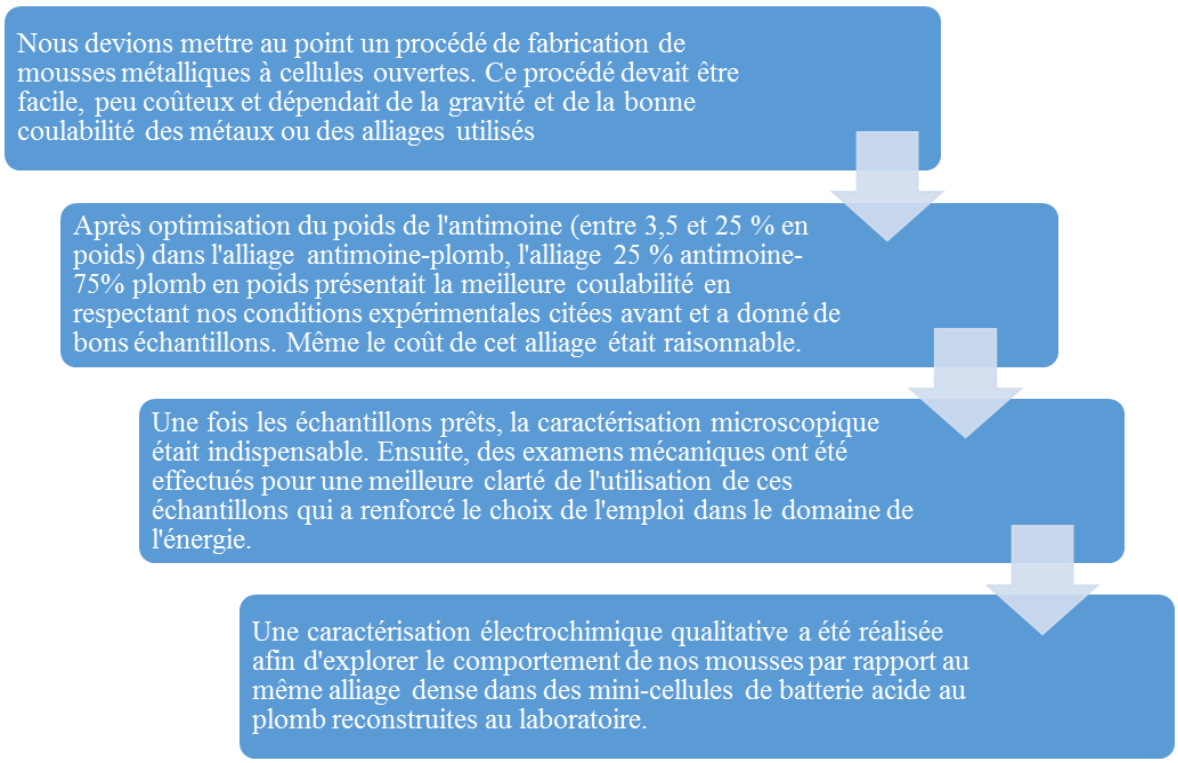


Figure 7.1 : Organigramme représentant la thématique de la caractérisation électrochimique des matériaux cellulaires RES entreprise dans ce chapitre.

7.1 Les batteries acides en plomb

Les batteries acides au plomb (BAP) sont utilisées comme sources d'énergie dans le commerce depuis 1860 (Beard, 2019). Les BAP sont utilisées dans tous les véhicules à moteur à combustion interne (MCI) comme démarreur et sont généralement utilisées pour l'alimentation électrique de secours et le stockage des énergies renouvelables en raison de leur robustesse, leur fonctionnement sûr, leur tolérance à la température et leur faible coût (Vazquez et al., 2010). La batterie se compose de Pb comme électrode négative, de PbO_2 comme électrode positive et d'une solution de H_2SO_4 comme électrolyte (Chau et al., 1999, Rashid, 2011). La réaction électrochimique a lieu dans la BAP comme indiqué dans l'équation (7.1) suivante :

$$Pb + PbO_2 + 2H_2SO_4 \rightleftharpoons 2PbSO_4 + 2H_2O \qquad (7.1)$$

Figure 7.2 montre les caractéristiques chimiques des BAP pendant la décharge et la charge. Lors de la décharge, de la $PbSO_4$ est produite, et de l'eau est libérée au moment de la charge. La batterie fonctionne pendant 6 à 15 ans avec un maximum de 2000 cycles de vie à 80 % de Profondeur de décharge POD et offre un rendement de 70 à 90 % (Chau et al., 1999, Hannan et al., 2017).

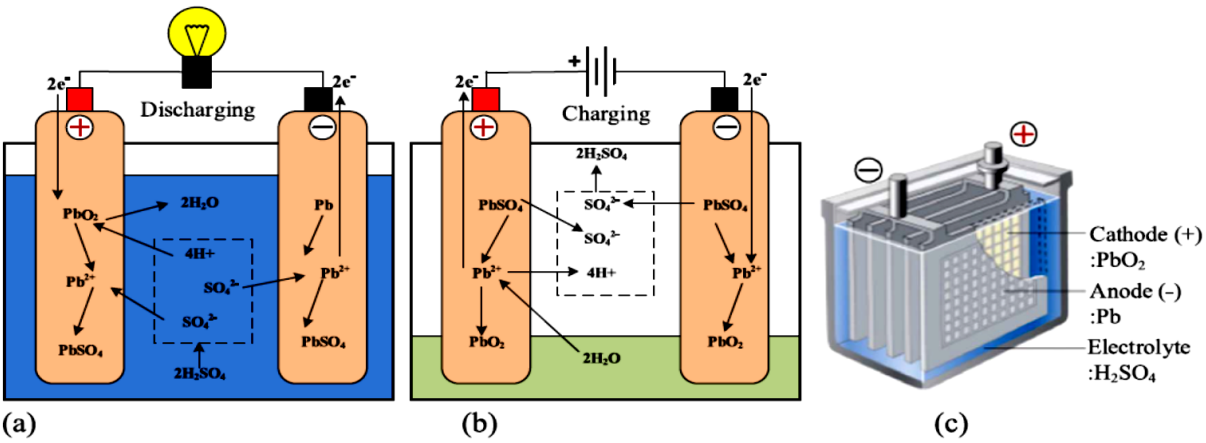


Figure 7.2 : La chimie des batteries acides au plomb BAP : (a) pendant la décharge, (b) pendant la charge, et (c) prototype de BAP (Internet).

7.2 La conductivité électrique à sec

La conductivité électrique d'une mousse métallique est facile à mesurer par plusieurs méthodes, et présente l'avantage de fournir des données à une température unique, bien définie, sans l'influence possible du transport radiatif ; les données de conductivité électrique tendent donc à être plus fiables.

(Ashby et al., 2000b) ont détaillé une méthode de mesure de la conductivité électrique K qui est le réciproque de la résistivité r de la mousse. Cette résistivité électrique d'une épaisse feuille de mousse métallique peut être mesurée à l'aide d'une technique de sonde à quatre points représenté dans la Figure 7.3.

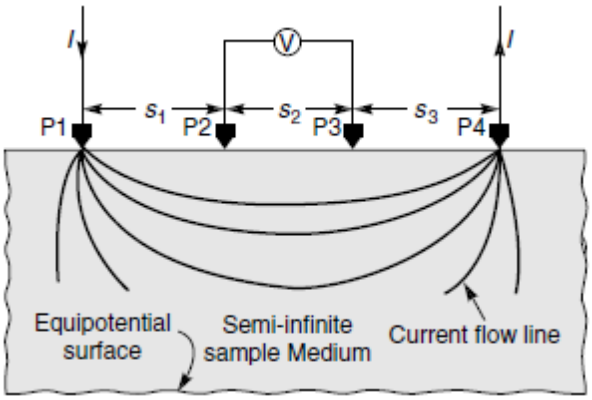


Figure 7.3 : Schéma de la méthode de la sonde à quatre points pour la mesure de la conductivité électrique des mousses métalliques [Ashby et al., 2000b].

Il est généralement accepter que les matériaux cellulaires MC héritent les caractéristiques électriques du métal dense dont ils sont fabriqués. La loi d'Ohm définis la conductivité électrique d'un matériau dense par l'équation (7.2) :

$$K = \frac{l}{s}\frac{I}{U} \tag{7.2}$$

Tel que U est la différence de potentiel le long de la distance l lorsque le courant I est appliqué. C'est clair que la conductivité dépend fortement de la section transversale s de l'échantillon. De plus, il semble que les cellules sont le plus souvent recouvertes en continu d'oxydes métalliques non conducteurs de l'électricité. La structure cellulaire offre donc une conductivité électrique bien plus faible que celle des matériaux denses (Simancik et al., 2002).

L'application de l'équation (7.2) nécessite la connaissance préalable de la longueur effective des parois cellulaire l, ainsi que la surface transversale contribuant efficacement à la conduction d'électricité chose qui est très difficile. Donc le plus raisonnable et moins couteux est de considérer l'échantillon comme une boite noir à dimensions externes données ; tout en supposant une distribution macroscopique homogène et continue du matériau à l'intérieur de la boite. Ceci fait appel à la « conductivité électrique effective ».

7.3 Analyse des modèles de conductivité électrique des MC

Un des premiers modèles fréquemment cités dans la littérature, de la dépendance de la surface effective de la section transversale sur la densité relative de la structure, a été introduit par Ashby et al. (Ashby et al., 2000b). Pour le cas des mousses à cellules ouvertes, les brins ont été arrangés selon un réseau cubique parfait, avec des nœuds reliés par des brins. Pour une densité relative plus élevée, ils ont ajouté également la contribution des nœuds et ont obtenu la relation (7.3) suivante :

Tel que K^*/K est la conductivité électrique effective relative, ρ^*/ρ est la densité relative

$$\frac{K^*}{K} = \varepsilon\left(\frac{\rho^*}{\rho}\right) + (1-\varepsilon)\left(\frac{\rho^*}{\rho}\right)^{3/2} \tag{7.3}$$

et ε est la porosité de la mousse. Donc la conductivité varie de manière non linéaire avec la densité relative.

De nombreux modèles ont été proposés pour la variation de la conductivité relative des mousses avec leur porosité, mais relativement peu d'entre eux présentent les avantages d'être à la fois clairement basés sur un concept structurel et d'avoir prouvé leur applicabilité à de multiples ensembles de résultats expérimentaux (Goodall et al., 2006b). Ceci est due au fait que chaque mousse présente une structure différente et propre à elle (Liu et al., 1999).

D'autre part, si les mousses à cellules ouvertes sont analysées, les valeurs de conductivité relatives de différents auteurs sont très différentes, principalement pour les mousses produites par la méthode de support d'espace ou de réplication. Il a déjà été signalé pour ce type de mousse que la taille des pores affecte la conductivité de la mousse (Ma et al., 2005). Dans le

processus de réplication, la morphologie et la taille des pores sont très similaires à celles des particules de NaCl utilisées. Comme indiqué dans cette référence, pour une porosité fixe, une taille de pore plus petite conduit à une conductivité électrique plus faible, car plus d'air est piégé entre la matrice et les particules de NaCl, en raison de la plus grande surface interfaciale. Une taille de pore plus importante entraîne une meilleure structure de liaison, ce qui se traduit par une conductivité électrique plus élevée.

D'autres facteurs doivent également être pris en compte, tels que des parois cellulaires très fines lorsque les pores sont trop grands, ce qui entraîne une réduction significative de la conductivité (Ma et al., 2005). En outre, il convient également de noter qu'un certain degré d'anisotropie a été décrit pour la conductivité électrique due à l'allongement des pores. Nous avons constaté que cette anisotropie était plus faible pour des porosités plus élevées, bien que l'échantillon puisse être considéré comme étant presque isotrope (Sevostianov et al., 2002).

7.4 La conductivité électrochimique des matériaux cellulaires

Les travaux scientifiques concernant l’électrochimie des MC sont très rares, seules quelques données concernant la conductivité électrique des métaux cellulaires ont été rapportées jusqu'à présent.

La grande surface accessible des mousses métalliques à cellules ouvertes les rend intéressantes comme électrodes pour les batteries. Les mousses de nickel sont largement utilisées dans cette application.

Le nickel peut être utilisé comme électrode dans les réacteurs électrochimiques. Dans les électrodes de filtre-presse (Figure 7.4), par exemple, on utilise un empilement de plaques métalliques isolées. Les plaques sont séparées par un grillage plastique favorisant les turbulences et des membranes isolantes. Si ces grillages sont remplacés par des feuilles de nickel cellulaire à canaux ouverts (chaque feuille étant fixée à l'une de ces plaques), on augmente la surface de l'électrode tout en maintenant la promotion des turbulences. Le réacteur peut être construit plus compact de cette manière. Les mousses de nickel peuvent également être utilisées pour améliorer les processus électro catalytiques. Il a été démontré que les lits de mousses de nickel compactes amélioraient les performances de ces réacteurs (Simancik et al., 2002).

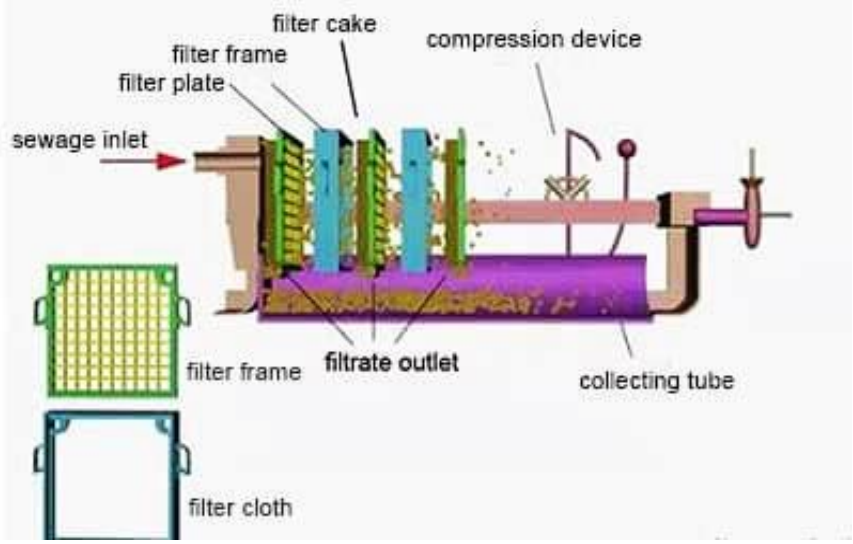


Figure 7.4 : Cellule électrochimique de type filtre-presse destinée en particulier à l'électrolixiviation de métaux comportant au moins une première et une seconde électrode (Wikipedia).

Dans la même thématique, cette étude tente à renforcer les données électrochimiques du rendement des MC dans le domaine du stockage de l'énergie, et spécialement dans les batteries acides à fin de les alléger aussi.

7.5 Procédure expérimentale

Afin d'alléger les électrodes en plomb des BAP, des chercheurs ont introduit les mousses de plomb dans ce domaine. La masse électro chimiquement active, sous forme d'une pâte contenant de très fines poudres d'oxyde de plomb, pouvait être introduite dans les vides ouverts d'une mousse de plomb où elle entrait en contact avec l'électrolyte (acide sulfurique). La mousse de plomb agissait comme un réseau hautement conducteur conduisant à une faible résistance interne de la batterie.

Il paraissait convenable de reconstruire des cellules acides en plomb employant les mousses RES et de calculer leurs conductivités cellulaires électriques effectives et de les comparer avec celle du même matériau dance de la matrice. Ainsi les oxydes de plomb suspectes enveloppant les cellules pouvaient être utiles pour ces batteries. Cette conductivité effective du H_2SO_4 est représentative de celle des électrodes car résultant du courant généré spontanément (décharge) de l'interaction des électrodes une fois mises dans l'acide sulfurique.

7.5.1 Le but de ces tests

Il est bien connu qu'à des concentrations supérieures à 4 % de Sb, l'antimoine a tendance à être libéré du réseau dans l'électrolyte pendant le fonctionnement et la charge. L'antimoine ainsi libéré se dépose sur la mousse en plomb de la plaque négative. Il en résulte une réduction de la surtension de l'hydrogène et les cellules locales de plomb et d'antimoine installées sur la

plaque négative provoquent également une perte de charge en circuit ouvert. Il est souhaitable de réduire le plus possible la teneur en antimoine afin de diminuer les pertes en circuit ouvert et de rendre la batterie résistante aux effets néfastes de la surcharge, tels qu'ils ont tendance à se produire avec les batteries automobiles chargées à partir de sources de courant alternatif, par exemple les alternateurs.

Il est important de faire la différence entre l'emploi de ces mousses en tant que matériaux cellulaires et le dosage de l'alliage Sb25%Pb. Car ce dosage ne convient pas pour les BAP. Ce que nous proposons, c'est la comparaison entre les performances de cellules dont les cathodes sont faites de ces mousses RES par rapport aux cathodes en plomb conventionnelles.

La mousse de plomb antimoniale à très forte teneur en antimoine (25 %) ne peut pas servir de matériau de grillage pour les plaques de BAP. La présence d'antimoine dans la plaque négative accélère la réduction de l'hydrogène et la perte d'eau de la batterie. Si nous utilisons une telle mousse comme grillage pour la plaque positive, l'antimoine sera libéré de la mousse pendant la durée de vie de la batterie, le dépôt ultérieur de l'antimoine sur la plaque négative accélérant à nouveau la réduction de l'hydrogène et la perte d'eau de la batterie.

Dans cette étude, nous explorons une nouveauté : la possibilité de fabriquer une BAP avec une grille en matériau cellulaire dont la matrice métallique est constituée d'un alliage de 25% d'antimoine et de 75% de plomb (cette électrode n'est pas seulement revêtue d'antimoine en surface). Nous avons cru et prouvé que la porosité des mousses donne une surface spécifique importante où se produisent les réactions d'oxydo-réduction, et améliore la conductivité électrique. Nous aurions souhaité disposer d'un équipement plus développé pour étudier instantanément les réactions de décharge et une éventuelle modification de la structure des électrodes (positive : la mousse RES et négative : le plomb dense). La stabilité thermique de la batterie était très importante en raison des problèmes de sécurité.

7.5.2 Reconstruction des cellules énergétiques au laboratoire

La contribution en tant que matériaux cellulaires des mousses obtenues par le procédé RES pour l'amélioration des performances des BAP, a conduit à une série de tests électrochimiques réalisés dans des cellules reconstruites au laboratoire. Les électrodes fabriquées par le procédé RES ont été utilisées comme cathodes et le plomb commercialement dense comme anodes. Le stand expérimentale comprenant ces cellules et représenté sur la Figure 7.5 a été soigneusement conçu à fin d'explorer les conditions nécessaires et les résultats de ces tests :

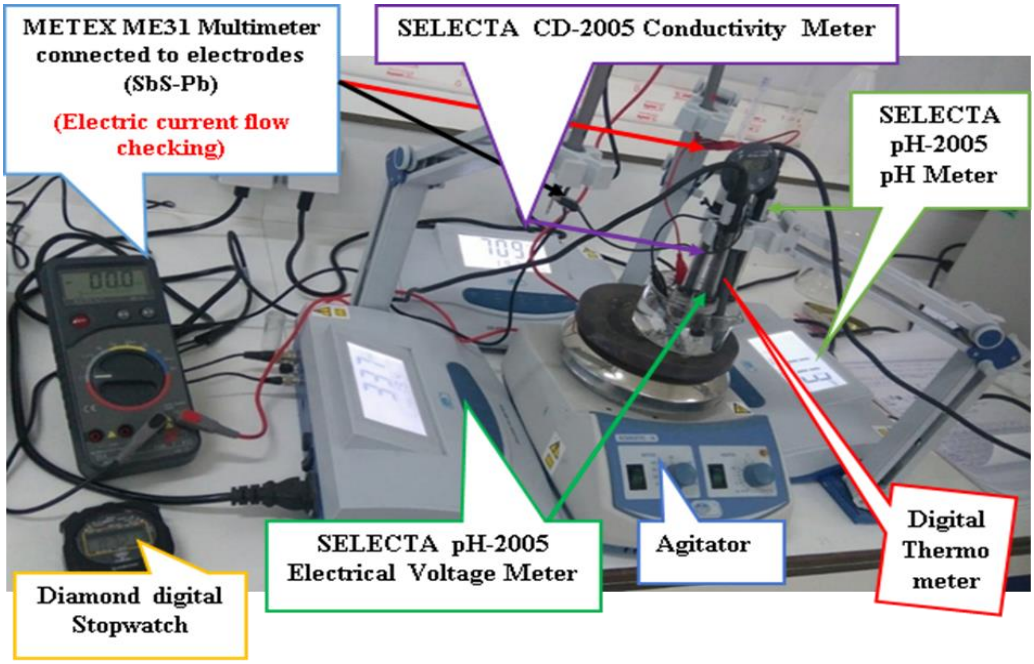


Figure 7.5 : Banc expérimentale représentant une cellule énergétique reconstruite au laboratoire.

Ces mini cellules n'ont pas été chargées. Leur décharge spontanée a été mesurée une fois que les électrodes étaient immergées dans l'acide sulfurique.

7.5.3 Appareillage nécessaire

Les appareils disponibles dans le laboratoire et nécessaires pour la reconstruction de ces mini-cellules électrochimiques sont :

- METEX ME31 Multimètre: connecté aux électrodes SbS et Pb pour vérifier le passage du courant électrique.
- SELECTA CD-2005 Conductimètre: pour mesurer la conductivité électrique effective K de l'électrolyte H_2SO_4
- Deux SELECTA pH-2005 pH Mètre: peut mesurer le pH ou la tension, donc nous avons utilisé deux appareils identiques : l'un pour mesurer la tension et l'autre pour mesurer le pH.
- Chronomètre digital "Diamond": pour suivre l'évolution de ces propriétés dans le temps.
- Thermomètre digital: pour mesurer les variations de la température de l'électrolyte H_2SO_4.
- Un agitateur de laboratoire : pour une bonne distribution des espèces existantes lors des réactions chimiques.

7.5.4 Préparation des électrodes

Avant chaque test les cathodes en mousses RES étaient découpés (Figure 7.6), pesés et leur dimensions prises par la méthode d'Archimède à fin de calculer leur densités (ρ^*) puis leur densités relatives (ρ^*/ρ).

Les échantillons qui ont été testés sont les suivants : SbS20, SbS30, SbS35, SbS40, SbS50 et le métal dense SbPb qui est Sb25%Pb.



Figure 7.6 : Découpage de la cathode SbS40 (photo).

7.5.5 Tests expérimentales

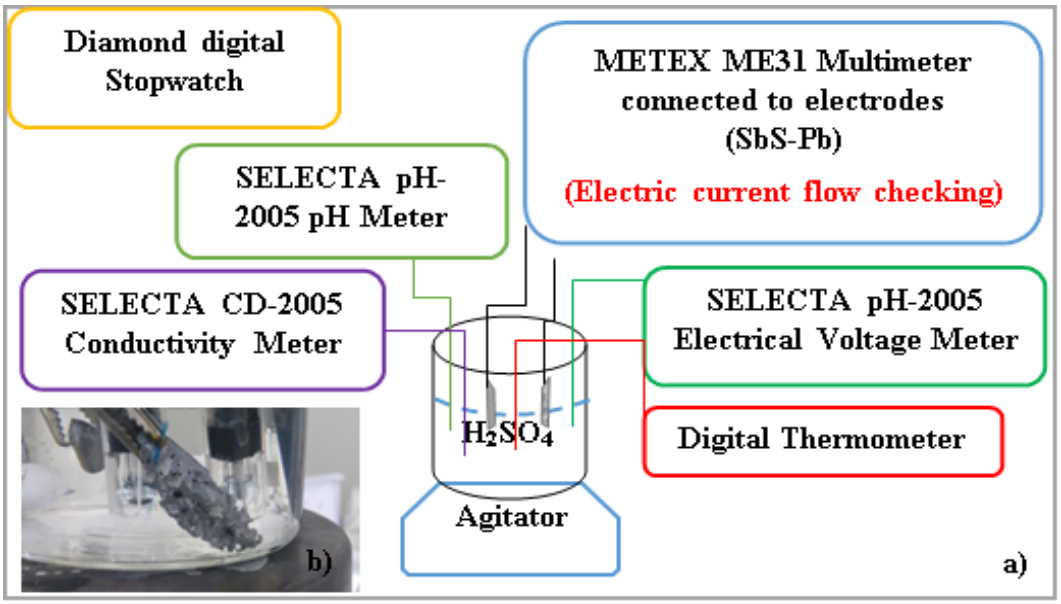


Figure 7.7: (a) Schéma des expériences électrochimiques. (b) Photographie des deux électrodes (cathode et anode) immergées dans de l'acide sulfurique.

Les électrodes étaient maintenus par les pinces crocodiles légèrement immergées dans la solution de l'acide sulfurique agité dont le pH est compris entre 1,11 et 1,25 (Biagetti, 1973). La dimension de l'échantillon était plus grande que la partie immergée des pinces crocodiles.

Dans toutes les manipulations les même fils conducteurs ont été utilisés, et reliés aux échantillons trempés entièrement dans l'acide sulfurique. À cet effet il y a passage du courant

électrique qui a permis de mesurer la conductivité électrique effective affichée sur l'écran numérique du conductimètre SELECTA CD-2005 Conductivity Meter utilisé.

Tout l'échantillon devait être immergé dans l'électrolyte d'acide sulfurique pour que les propriétés étudiées (conductivité, tension, température et pH) soient représentatifs de la totalité des interactions de l'échantillon avec l'électrolyte.

Nous insistons sur le fait que la valeur de la conductivité électrique donnée dans notre étude est une valeur effective car une problématique a entravé ces tests pendant 1 semaine : comment immerger complètement et uniquement les électrodes sans immerger leurs attaches (clips crocodiles) ?, et là les solutions devaient respecter les contraintes suivantes:

- Contrainte de la nature de l'alliage : tous les fils électriques disponibles sont en cuivre, donc aucune soudure ou brasage ou autre technique similaire ne pouvait être utile pour joindre les électrodes avec le fil électrique sans endommager nos échantillons (en raison de la température de fusion très basse de notre alliage).

- Contrainte de la structure de la mousse : le milieu poreux doit conserver la structure de ses pores (vides) (donc pas de compression ni de remplissage)

- Contrainte du fil conducteur électrique : doit être mince, avec une bonne conductivité électrique et très sensible au moindre courant électrique délivré lors des essais.

Même l'utilisation d'une résine pour joindre un mince fil de cuivre électrique et un échantillon volumineux de cet alliage sans en remplir les pores semblait techniquement irréalisable.

Donc il ne restait qu'à utiliser les mêmes pinces crocodiles pour toutes les manipulations et essayer de les immerger dans le même niveau. La contribution des pinces dans la tension électrique est supposée être la même et les résultats seraient donc comparables. Et pour expliquer cette contribution, cette conductivité électrique était appelée "conductivité électrique effective".

Elles ont été connectées au multimètre METEX ME31 pour vérifier le flux de courant électrique.

La mesure de la conductivité électrique effective de l'électrolyte s'est faite directement par la cellule du conductimètre SELECTA CD-2005; et ceci est très connu selon le principe de fonctionnement d'un conductimètre standard.

Deux appareils d'expérimentation électrochimique identiques SELECTA pH-2005 pH Meter ont été utilisés simultanément pour mesurer la différence de potentiel (tension), et le pH, en fonction du temps pris par le chronomètre numérique Diamond. La Figure 7.7 (a) schématise ces tests et le bronchement de ces appareils.

La température de 100 ml d'acide sulfurique H_2SO_4 a également été mesurée avec un thermomètre numérique lors de chaque manipulation afin d'explorer la stabilité thermique de la cellule. Nous supposons que ces piles sont stables et que le changement des températures n'est pas alarmant.

Toutes les cellules expérimentales ont été immergées dans l'acide sulfurique simultanément comme représenté par la Figure 7.7 (b) ainsi que le thermomètre numérique pour mesurer les valeurs initiales (t=0) de la conductivité électrique cellulaire effective; la différence de potentiel, le pH et la température de l'électrolyte avant l'immersion des électrodes.

Une fois les électrodes entièrement immergées dans l'électrolyte, les valeurs de chaque propriété de conductivité électrique ; différence de potentiel, pH et température ont été enregistrées chaque minute (t=1 minute) pendant les 10 premières minutes puis toutes les deux minutes jusqu'à 30 minutes passées. Le test s'arrête quand aucun changement notable de la conductivité électrique de la cellule n'est enregistré.

Tableau 7.1 regroupe les caractéristiques des matériaux utilisés et les conditions de fonctionnement de tous les échantillons testés.

Tableau 7.1 : Conditions opératoires de toutes les batteries expérimentales testées utilisant des cathodes en matériaux cellulaires à pores ouverts obtenues par le procédé RES et des anodes denses en plomb (Pb).

Nom de l'échantillon	SbSPb20	SbSPb30	SbSPb35	SbSPb40	SbSPb50	SbPb Dense
Diamètre du grain de sel D_c (mm)	2.00	3.00	3.50	4.00	5.00	–
$T_{électrolyte}$ (min-max) (°C)	20.0–19.2	17.5–17.9	19.5–19.9	17.7–17.8	16.7–17.1	17.3–17.3
pH_0–pH_{fin}	1.13–1.18	1.25–1.29	1.11–1.13	1.13–1.11	1.25–1.26	1.15–1.16
$(K^*_{t=0} - K^*_{fin})_{électrolyte}$ ($\mu S\,cm^{-1}$)	815–801	730–694	745–709	736–701	759–720	684–670
Densité des échantillons ρ^* ($g\,cm^{-3}$)	5.77	3.61	5.53	4.74	4.32	7.39

Afin de mettre en évidence les performances électrochimiques des mousses préparées par la méthode RES et d'estimer la conductivité électrique effective relative des échantillons, la cathode "dense SbPb" en tant que cathode en alliage non poreux à 25 % en poids de Sb-Pb par rapport à l'anode dense en plomb a également été testée.

La dépendance de la conductivité électrique effective de la densité relative de ces mousses est proposée pour être analysée à la fin de cette étude en utilisant la relation donnée par (Ashby et al., 2000a) pour des matériaux cellulaires relativement denses avec une structure uniforme idéale (l'équation (7.3)), car décrit bien la forme de structure cuboïde obtenue pour les mousses de cellules proposées.

7.6 Résultats & Discussions

Les éléments de la batterie ont été nommés "SbSPb X", où SbS représente les cathodes en mousses obtenues par le procédé RES, Pb est le métal dense utilisé pour les anodes en plomb, et X représente la valeur du diamètre décimal du grain de sel.

7.6.1 Interprétation des résultats de conductivité électrique

Les courbes présentes sur la Figure 7.8 et la Figure 7.9 montrent le comportement électrochimique individuel de chaque mousse RES.

La conductivité électrique effective (CEE) de toutes les cellules présentent une allure décroissant dans le temps.

La conductivité d'un électrolyte dépend de la quantité d'eau libre H_2O qu'il contient (Majima et al., 1987, Biagetti, 1973), ce qui explique la décroissance de la conductivité pendant tous les tests en raison de l'activité spontanée de l'eau (consommation d'ions H^+). (Majima et al., 1987), en étudiant la "Conductivité électrique d'une solution acide de sulfate", ont constaté que : "L'ajout de sulfates métalliques à une solution aqueuse d'acide sulfurique provoque une diminution de la conductivité électrique, et ce phénomène est attribué à une diminution de l'activité de l'eau, qui reflète une diminution de la quantité d'eau libre" et : "D'autre part, toute augmentation de la concentration en ions H^+ entraîne une augmentation de la conductivité électrique. Une nouvelle méthode pour la prévision de la conductivité électrique d'une solution acide de sulfate est proposée, qui utilise les données calculées de l'activité de l'eau et la concentration calculée en ions H^+".

De plus, il y a une ressemblance remarquable entre la courbe de SbSPb20 et celle du SbPb dense qui donnent une décroissance raide et graduée, cependant complètement différentes des autres qui sont plutôt souples : SbSPb30, SbSPb35, SbSPb40, SbSPb50.

En regard du témoin SbPb, et en comparant les données présentes sur le Tableau 7.1, il semblerait que les mousses présentent des surfaces réactionnelles différentes selon leur densité, et que le SbSPb20 a la plus grande densité et porosité.

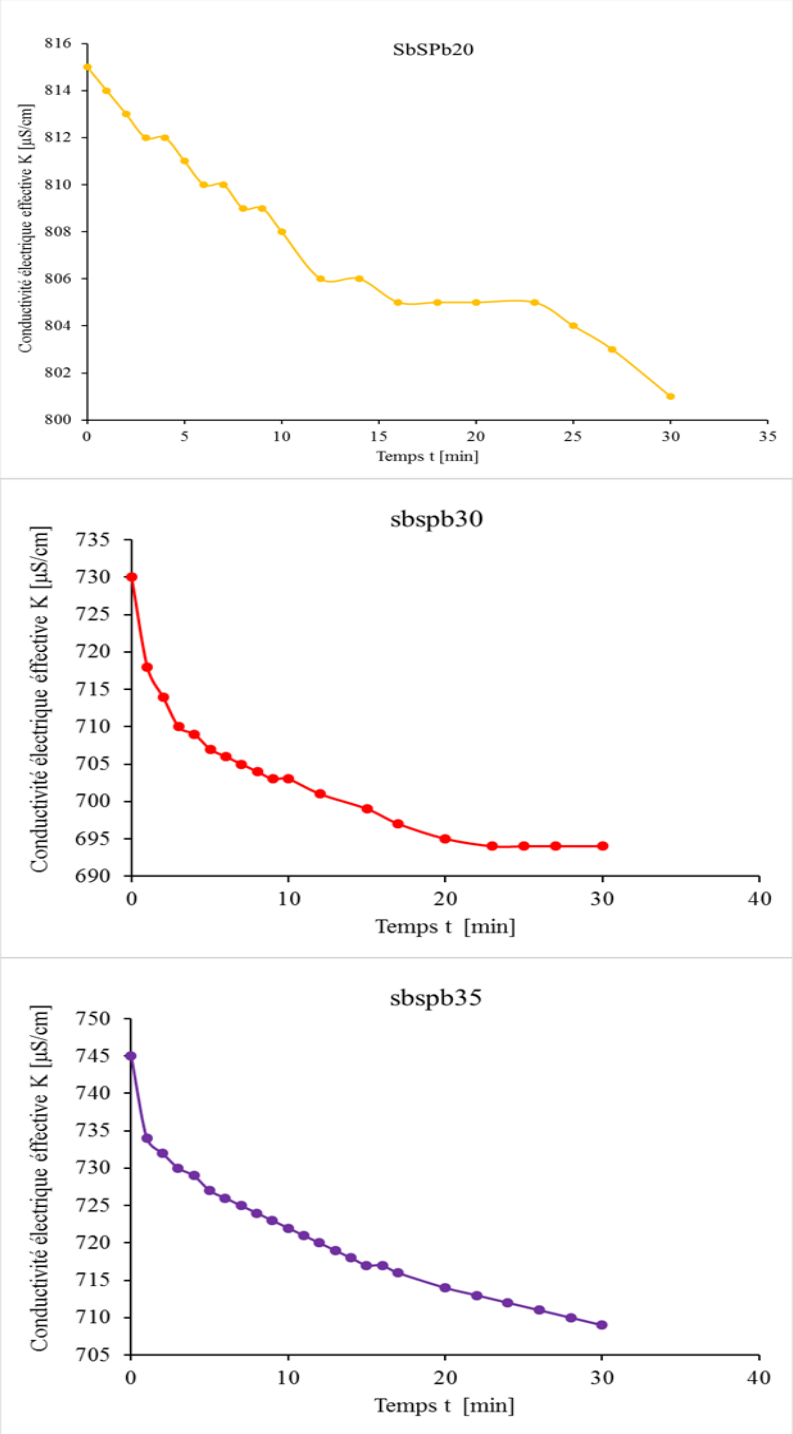


Figure 7.8 : Courbe représentant le comportement électrochimique des cellules SbSPb20, SbSPb30 et le SbSPb35 par la mesure de la conductivité électrique effective.

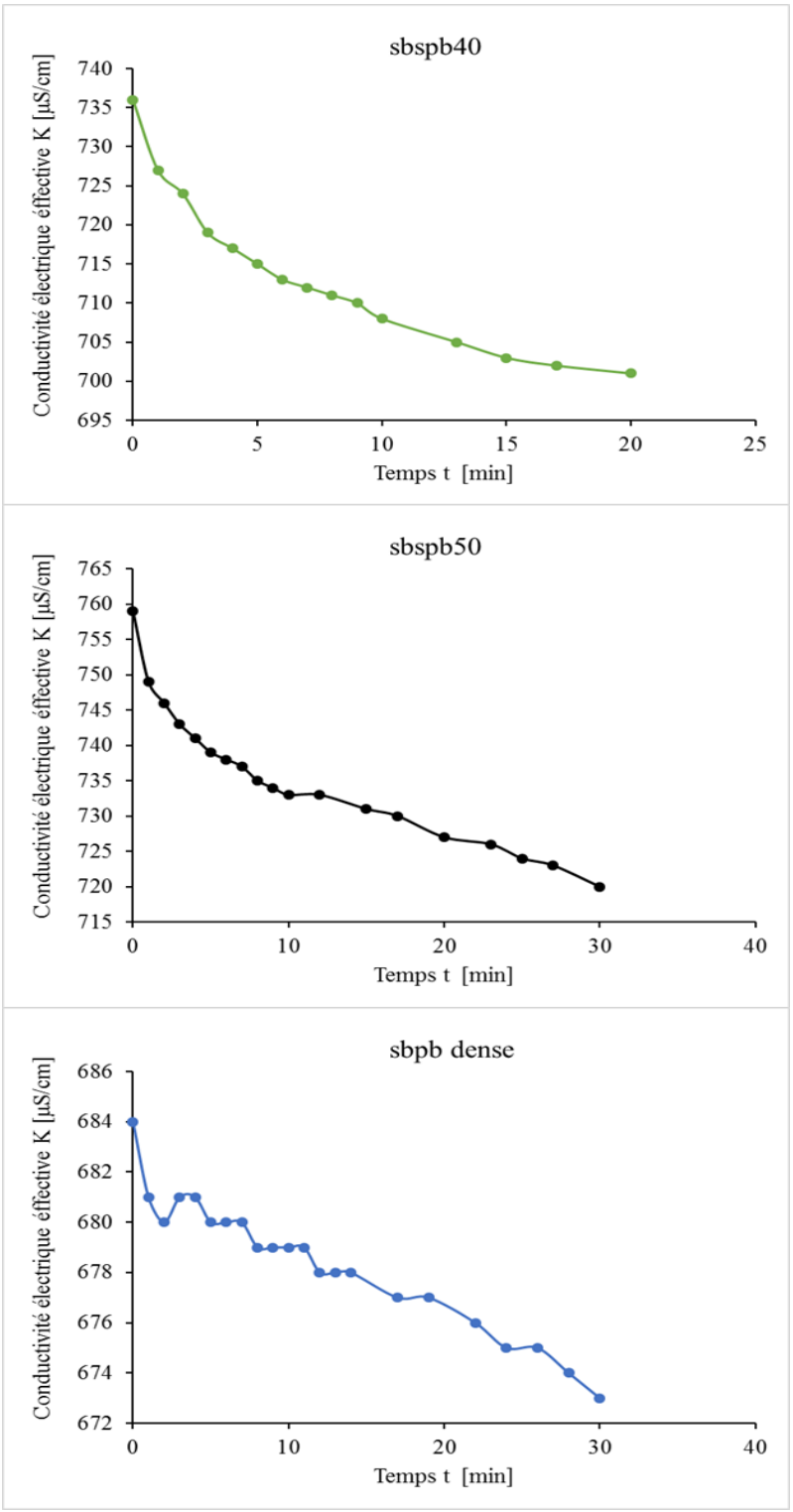


Figure 7.9 : Courbe représentant le comportement électrochimique des cellules SbSPb40, SbSPb50 et le témoin SbPb par la mesure de la conductivité électrique effective.

Bien entendu, le tracé de la conductivité électrique K* de l'acide sulfurique (considérée comme la mesure d'une conductivité apparente de l'interaction entre l'électrolyte et la mousse) de toutes les cellules en comparaison avec celle du matériau dense (Figure 7.10), montre

clairement la supériorité des performances de toutes les mousses par rapport à l'utilisation de l'alliage dense de même composition (non poreux) que les électrodes, quelle que soit leur densité. Ceci est dû à la surface active spécifique remarquable que présentent ces mousses (Newman and Tiedemann, 1975).

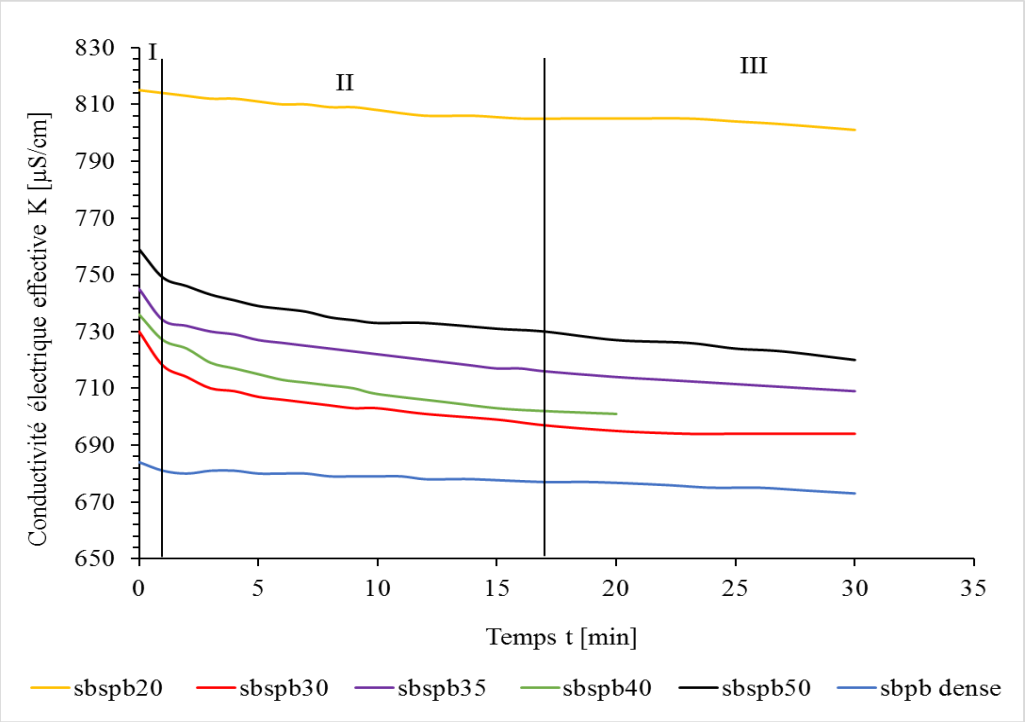


Figure 7.10 : Courbes comparant la conductivité électrique de l'acide sulfurique de toutes les cellules avec l'électrode dense SbPb standard.

(Boggio et al., 1983) ont montré que la présence d'antimoine influençait la structure cristalline du dioxyde de plomb en augmentant la quantité de charge impliquée dans la réduction en $PbS0_4$ et en diminuant la surtension d'oxygène sur le PbO_2, qui se produisait lorsque l'électrode était plongée dans l'électrolyte (zone I de la Figure 7.10). La décharge spontanée et automatique sans charge/décharge, des piles se poursuit lentement dans la zone II de la Figure 7.10, avec des réactions d'oxydoréduction bien décrites (Delahay et al., 1951).

La zone III de la Figure 7.10 décrit l'équilibre du flux d'électrons dans le circuit, ce qui signifie que la conductivité électrique (décharge spontanée automatique) a atteint la limite inférieure ou un seuil final.

7.6.2 Interprétation des résultats du pH

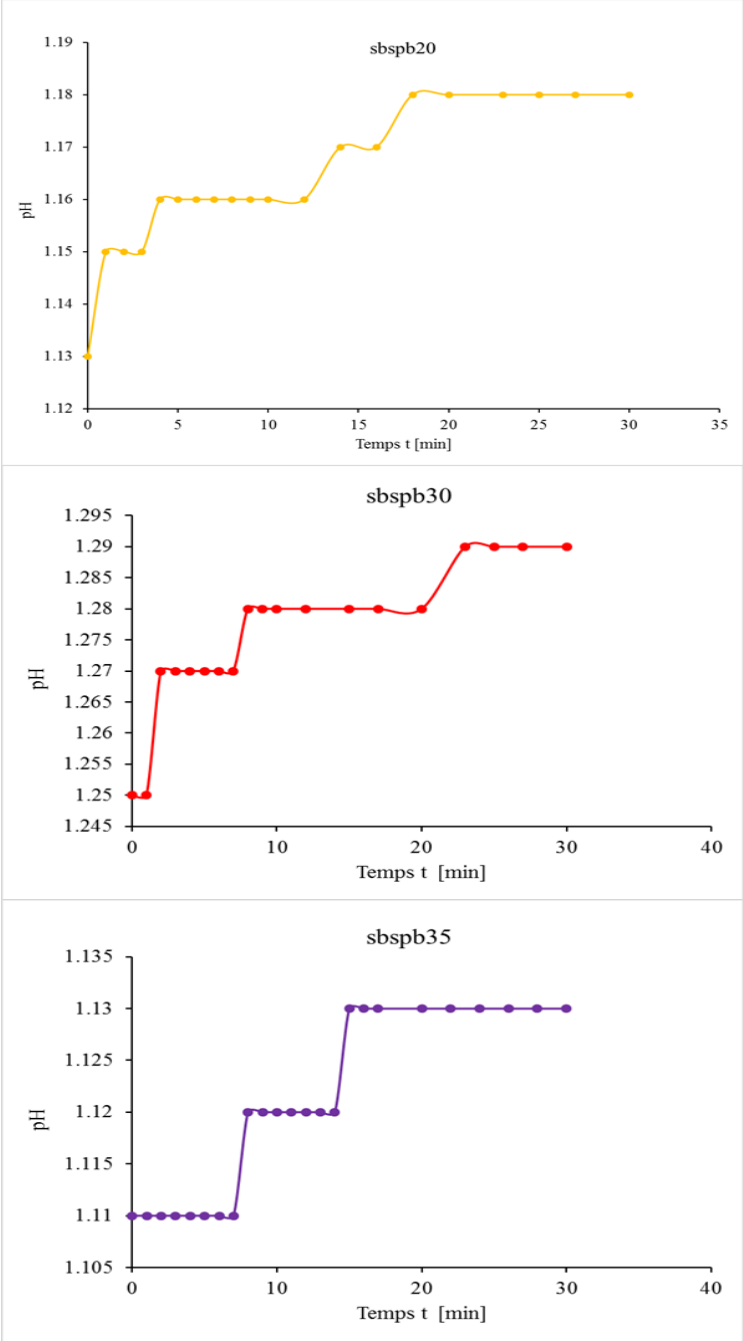


Figure 7.11 : Courbes de pH des électrolytes pour tous les matériaux cellulaires préparés par la méthode RES.

La représentation du pH dans la Figure 7.11 et Figure 7.12 confirme le comportement de la conductivité: un pH stable correspond à la zone I de la conductivité. Cette correspondance signifie qu'il y a une compensation de la consommation de H^+ à l'anode de plomb (l'oxydation du Pb donne 2 électrons à l'eau qui s'électrolyse) ; par réduction du dioxyde de plomb PbO_2 à la cathode (donnant $2H_2O$). Les résultats du SbSPb40 sont aberrants.

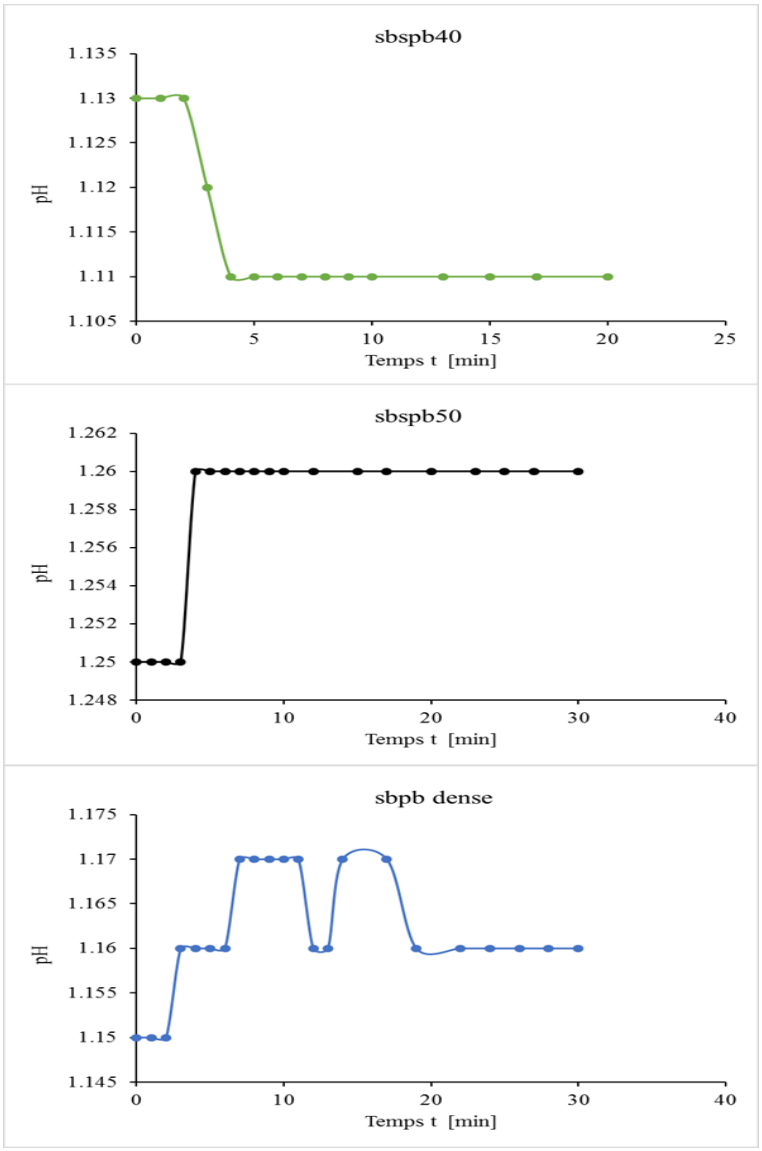


Figure 7.12 : Courbes de pH des électrolytes pour tous les matériaux cellulaires préparés par la méthode RES.

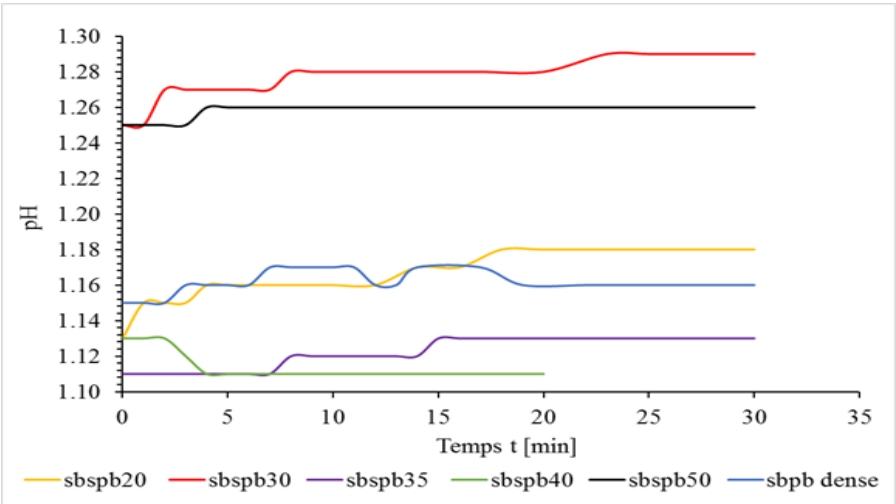


Figure 7.13 : Courbes de pH des électrolytes pour tous les matériaux cellulaires préparés par la méthode RES.

Ensuite, le pH augmente légèrement, ce qui signifie que la solution est devenue alcaline. C'est l'étape de dépôt du sulfate de plomb $PbSO_4$ formé à la cathode, à l'intérieur des mousses poreuses, sur la paroi de la cellule de dioxyde de plomb, réduisant la surface active et donc diminuant le courant délivré.

7.6.3 Interprétation des résultats de la différence de potentiel E

La différence de potentiel E correspondante à chaque mini cellule de toutes les courbes présentes sur la Figure 7.14 et Figure 7.15, dépend étroitement du pH de l'électrolyte. Ils ont une allure décroissante et graduelle.

Il est évident que lorsque le pH diminue, le voltage correspondant augmente, pour toutes les mousses préparées par le procédé RES (mais SbPb présente des valeurs aberrantes à cause de la même sonde probablement), en raison des espèces chimiques qui subissent une réduction et une oxydation dans l'électrolyte (équation de Nernst).

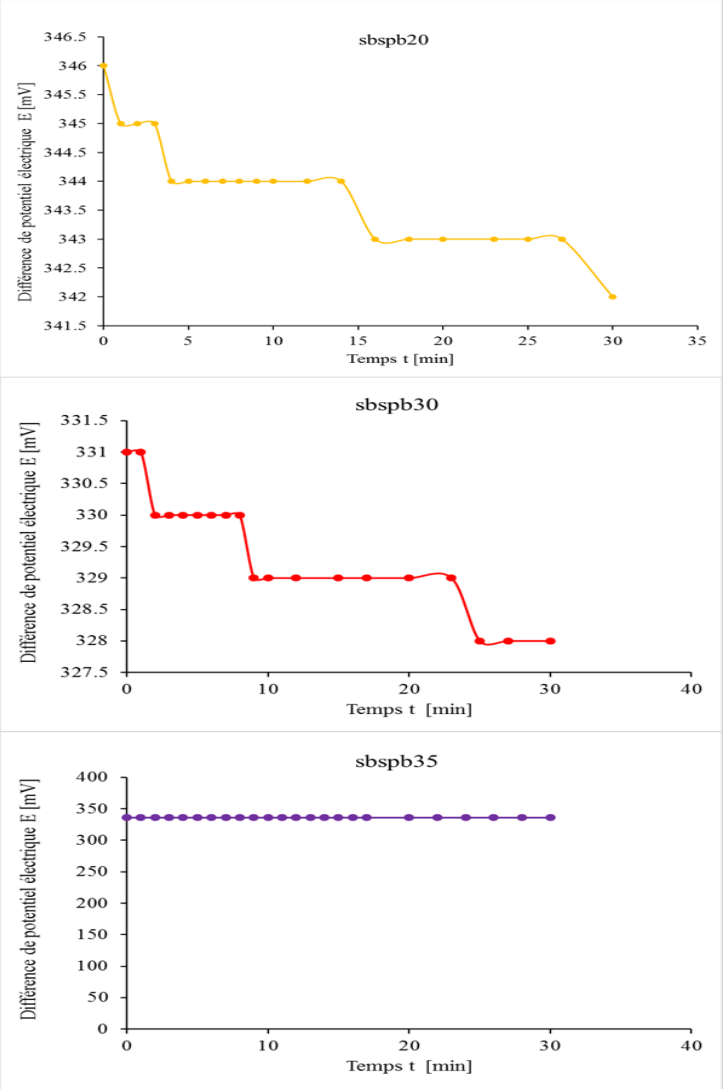


Figure 7.14 : Différence de potentiel mesurée lors de la décharge spontanée des batteries.

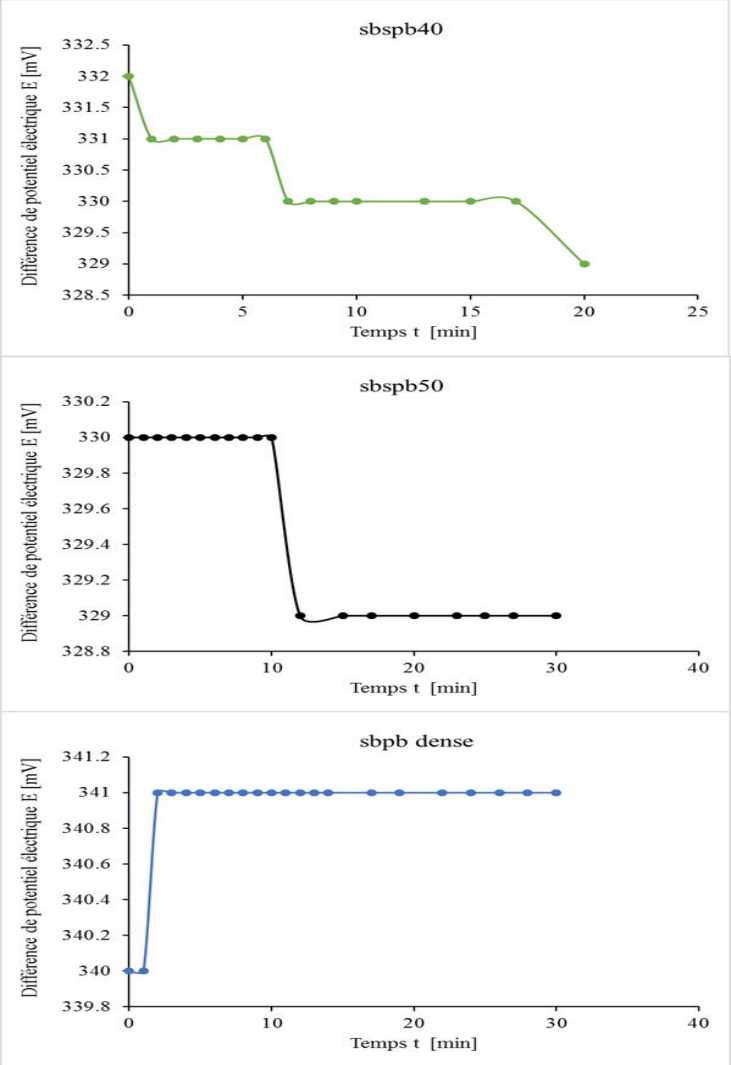


Figure 7.15 : Différence de potentiel mesurée lors de la décharge spontanée des batteries.

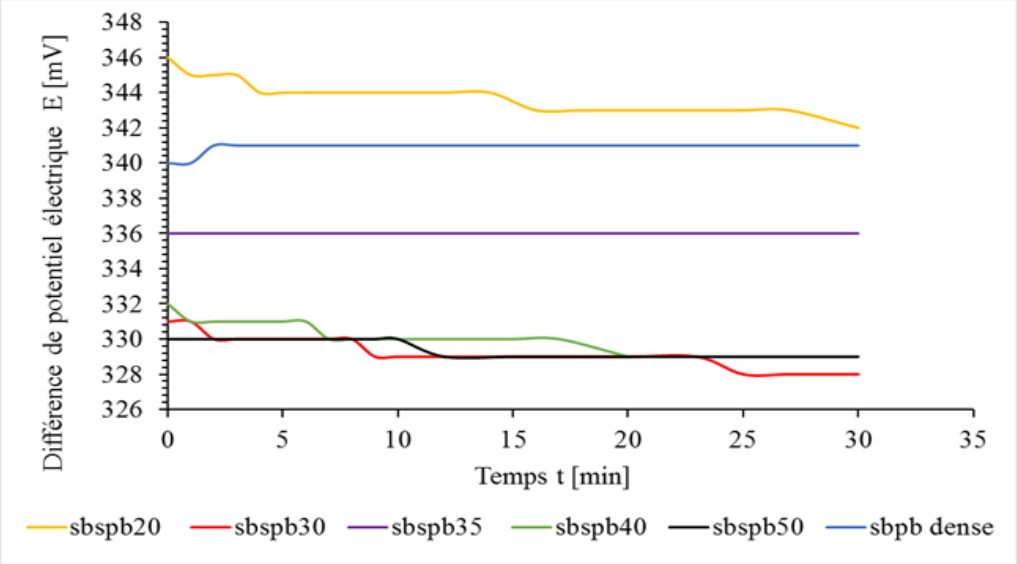


Figure 7.16 : Représentation de la différence de potentiel délivrée par les cellules testées par rapport au matériau matriciel dense.

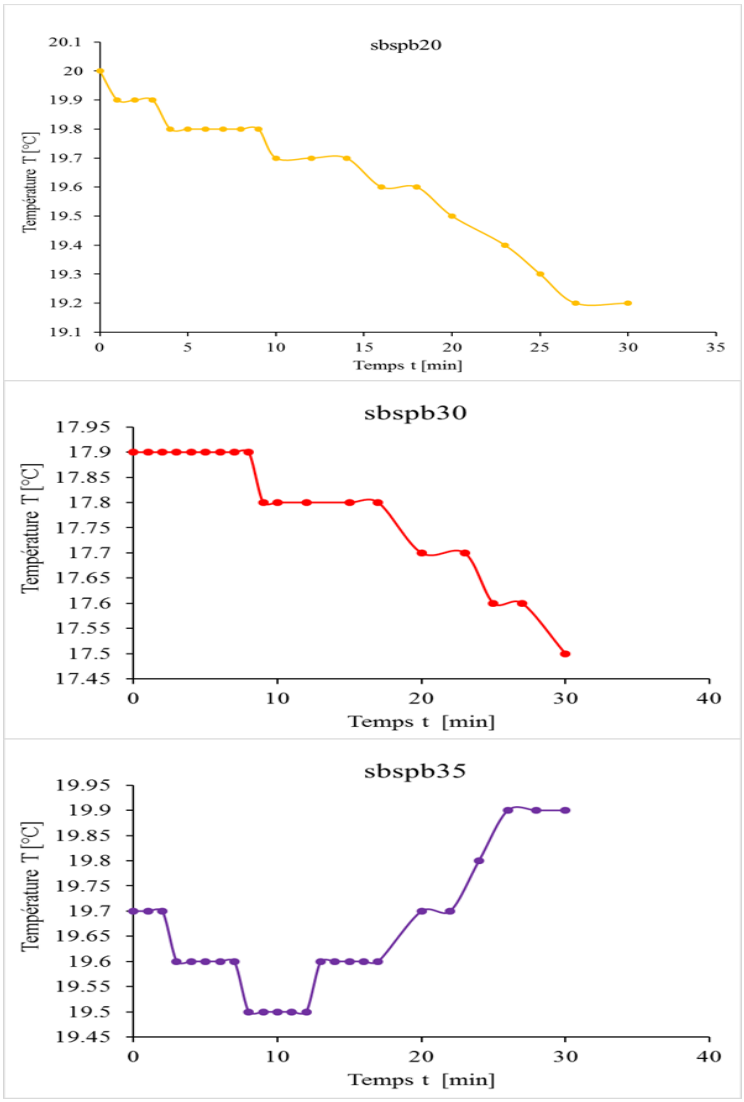


Figure 7.17 : Courbes représentants le changement de la température des cellules de SbSPb20, SbSPb30, SbSPb35 durant les tests.

Nous obtenons toujours une meilleure performance concernant le voltage attribuée au SbSPb20 confirmant les résultats précédents concernant la conductivité électrique effective.

7.6.4 Interprétation des résultats de température T

Chaque courbe présente sur la Figure 7.17 et Figure 7.18 donne une différence de température entre T_{Max} et T_{min} en moyenne : inférieur à 0.4°C, et ceci est très important dans ce domaine. Ce résultat est considéré satisfaisant, et probablement due à la baisse de la température du laboratoire causée par les conditions météologique qui régnaient ces jours-ci.

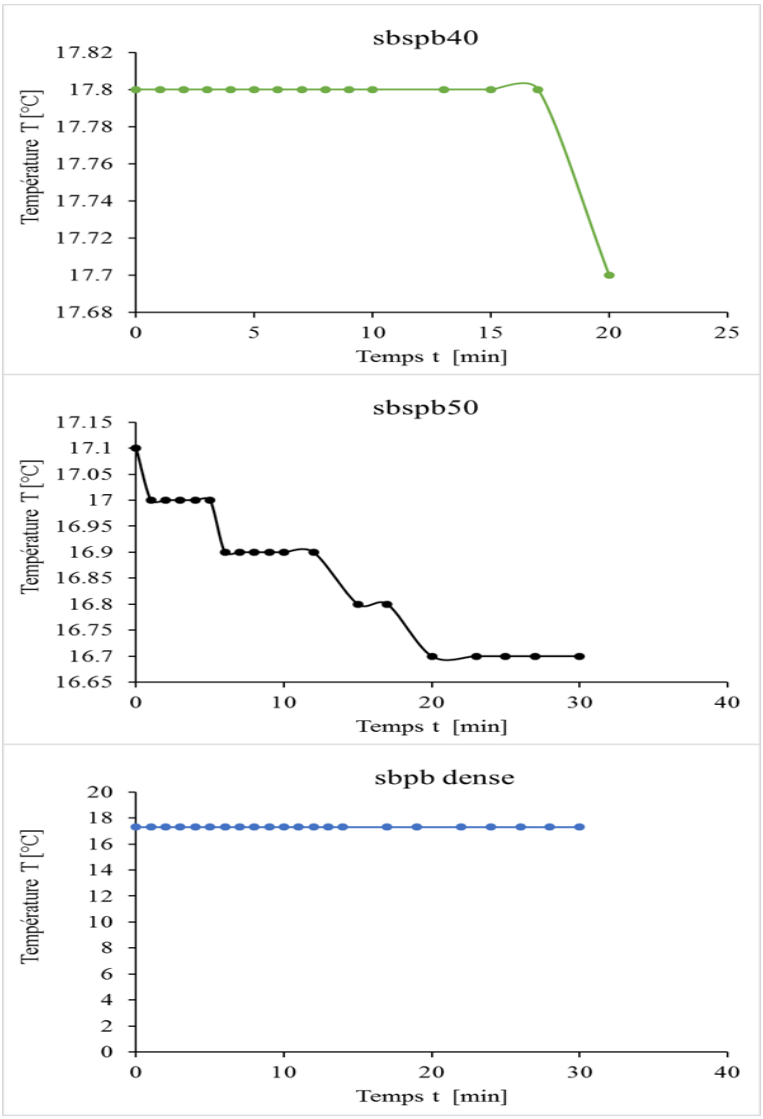


Figure 7.18 : Courbes représentants le changement de la température des cellules de SbSPb40, SbSPb50, SbPb dense durant les tests.

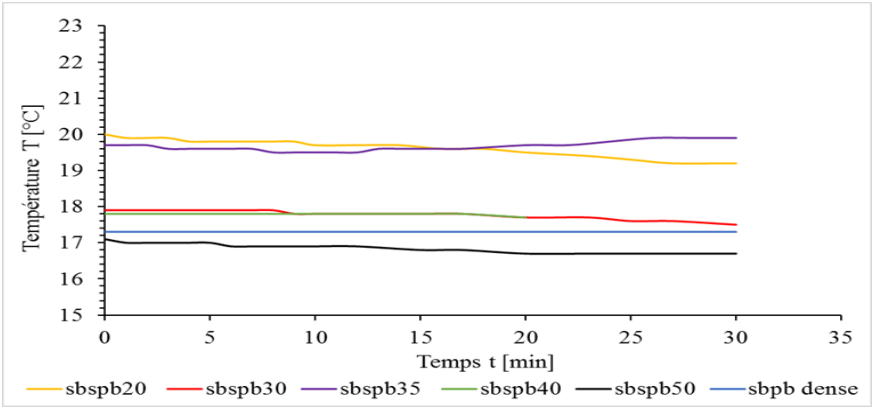


Figure 7.19 : Représentation de la température de l'électrolyte pendant les tests de tous les matériaux cellulaires préparés par le procédé RES par rapport au matériau matriciel dense montrant la stabilité thermique du système.

La stabilité thermique des batteries a été simultanément étudiée, ce qui a donné un bon résultat. La Figure 7.19 montre une température relativement constante de l'électrolyte pour toutes les batteries pendant les tests. La stabilité thermique de la batterie est donc prouvée, ce qui implique une sécurité d'utilisation.

7.7 Corrélation de la conductivité électrique avec la densité relative

En raison de la rareté des recherches sur la conductivité électrique des mousses à cellules ouvertes reproduites, l'équation généralisée d'Ashby pour les métaux cellulaires relativement denses n° (7.4) a était utilisée pour relier la conductivité électrique effective de nos mousses à leur densité relative :

$$\frac{K^*}{K} = \varepsilon\left(\frac{\rho^*}{\rho}\right) + (1-\varepsilon)\left(\frac{\rho^*}{\rho}\right)^{3/2} \qquad (7.4)$$

Le premier terme de l'équation (7.3) décrit la contribution des brins, et le second celle des nœuds, tandis que le paramètre structurel introduit ε décrit la distribution de la matrice entre les nœuds de cellules et les brins. Dans la première approximation concernant le fait que l'électrolyte a une conductivité plus élevée par rapport aux électrodes, le rapport entre la conductivité électrique apparente mesurée de l'électrolyte et de la mousse K^*/K peut être supposé plutôt proportionnel au rapport entre la CEE de la mousse K'^*/K', et peut être estimé à partir des données expérimentales de la Figure 7.10, plutôt du point de vue des valeurs de magnitude. Tous les paramètres des relations d'Ashby (7.3) sont identifiés par régression non linéaire, et l'équation approximative suivante est obtenue :

$$\frac{K'^*}{K'} \approx 7.65\left(\frac{\rho^*}{\rho}\right) - 6.65\left(\frac{\rho^*}{\rho}\right)^{3/2} \qquad (7.5)$$

Par conséquent, dans le cas des mousses préparées par le procédé RES, le paramètre structurel sans dimension ε a une valeur de magnitude très élevée (ε = 7,65), due notamment à l'orientation anisotropique des cellules, à leur forme réellement irrégulière, à l'approximation de la méthode de mesure expérimentale basée sur la conductivité apparente de l'interaction entre l'électrolyte et la mousse, et à l'utilisation de différents types d'alliage.

Nous observons une contribution négative des nœuds de la cellule par rapport au matériau de la matrice métallique en raison de la conductivité électrique élevée des mousses de plomb antimoniales, qui est supposée être le contraire. Ainsi, aucune comparaison n'est possible car le paramètre ε doit être estimé expérimentalement pour chaque matériau, il n'est valable que pour une certaine plage de densité (Degischer and Kriszt, 2002) et nécessite des mesures précises et directes de la conductivité des mousses.

En résumé: le SbSPb20 présente plus de surface de contacte électrochimique parmi les autres mousses ce qui signifie plus de réactions d'oxydo-réductions aux électrodes tentant de réduire le PbO_2 cathodique en $PbSO_4$ solide qui se dépose après consommation du H_2SO_4 et production d'H_2O, diminuant ainsi son activité ce qui fait réduire la CEE et le voltage mais augmente le pH jusqu'à une valeur seuil. Et c'est ce schéma réactionnel électrochimique propre du PbO_2 qui a révélé que les parois interne des pores des mousses RES étaient couvertes de dioxydes de plomb (PbO_2) (et peut être pas de carbonates du tout ou peut). Rien n'est sûr en l'absence d'équipement d'analyse thermique différentielle comme a été signalé auparavant dans le chapitre 5. Aucune influence directe du diamètre des pores n'a été détectée.

8 COMPORTEMENT MECANIQUE UNI-AXIAL DES MATERIAUX CELLULAIRES RES

L'essai mécanique des métaux cellulaires est la condition préalable à toute application structurelle. Les données mécaniques sont nécessaires soit pour l'évaluation d'applications spécifiques, soit plus généralement pour construire les bases de données nécessaires à la modélisation assistée par ordinateur des matériaux cellulaires ou des composants contenant ces matériaux. Les méthodes de caractérisation sont, en principe, les mêmes que pour les autres matériaux non cellulaires. Toutefois, il est parfois nécessaire de modifier les procédures d'essai pour tenir compte de la nature spécifique des matériaux cellulaires.

Par conséquent, afin d'obtenir des résultats significatifs et de faire la moyenne des paramètres cachés, un plus grand nombre d'échantillons peut être nécessaire par rapport à ce qui est exigé par les normes d'essai pour les matériaux non cellulaires. En outre, comme dans les matériaux cellulaires, l'échelle de longueur pour les hétérogénéités macroscopiques est parfois de l'ordre du millimètre, les dimensions des échantillons dans les essais mécaniques pourraient devoir être élargies par rapport aux normes existantes. Des propriétés mécaniques et physiques des mousses métalliques ont été examinées dans (Simancik et al., 2002, Gibson and Ashby, 1999, Davies and Zhen, 1983, Huschka, 1998, Evans et al., 1998, Gibson, 2000).

Dans cette étude, le type de contrainte appliquée est: uni-axial. Le mode de chargement est: la compression, car ces essais sont les plus fréquemment réalisés. De simples éprouvettes cubiques ou cylindriques peuvent être utilisées pour ces essais et le maintien de l'échantillon n'est pas nécessaire (Banhart, 2001). Le métal de la matrice est le plomb antimonial Sb25%Pb à fin d’exposer la réponse mécanique de ces mousses RES avant tout éventuel emploi dans le domaine de stockage de l’énergie. Ce chapitre se présente comme suit (Figure 8.1):

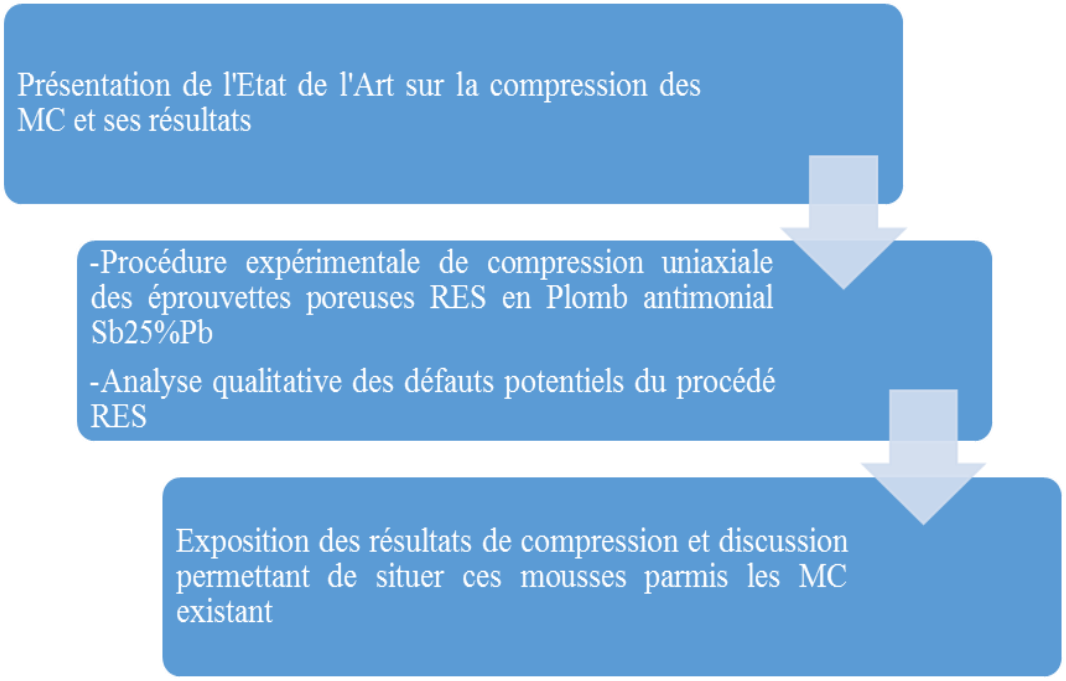


Figure 8.1: Schéma représentant le raisonnement du chapitre 8 analysant le comportement mécanique des MC RES fabriqués par le Sb25%Pb.

Une des caractéristiques structurelles les plus importantes semble être la distribution de la densité. Une relation claire entre la densité relative, le module de rigidité et la contrainte du plateau de compression (plateau stress) a été dérivée du modèle d'échelle de (Gibson and Ashby, 1999). Sur la base des lois d'échelle, l'influence de la distribution inhomogène de la densité sur les propriétés mécaniques est très clairement comprise. À l'origine, la loi d'échelle a été dérivée de paramètres structurels tels que la longueur et peut être remplacée par la densité relative.

Ces auteurs considèrent que les mousses métalliques sont des matériaux élastiques - idéalement plastiques - comprenant des poutres qui se déforment uniquement en flexion.

Lorsqu'elles se déforment en compression, les mousses métalliques présentent trois régimes de déformation : (i) un régime élastique linéaire contrôlé par la flexion des parois cellulaires et, si les cellules sont fermées, par l'étirement des parois cellulaires, suivi par (ii) un plateau d'effondrement résultant de la formation de charnières plastiques où se concentre toute la déformation de la poutre et enfin (iii) une densification, se manifestant par une forte augmentation de la contrainte et provoquée par le contact mécanique entre les parois cellulaires opposées. Le comportement contrainte-déformation des mousses élasto-plastiques ainsi décrit est représenté schématiquement dans la Figure 8.2.

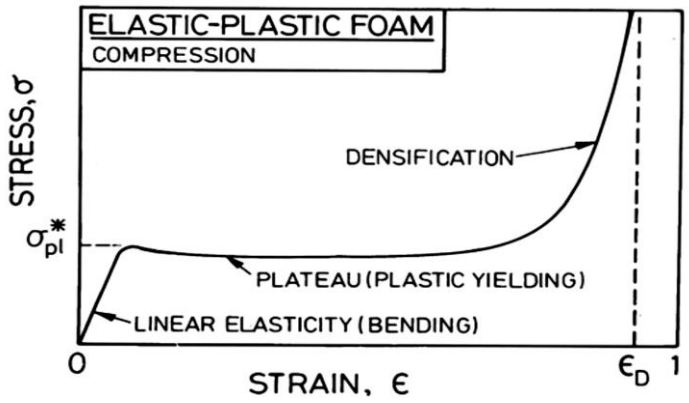


Figure 8.2: Courbe schématique de contrainte-déformation en compression pour les mousses élasto-plastiques montrant les régimes de comportement, par [(Gibson and Ashby, 1999].

8.1.1 Etude micromécanique

En appliquant la théorie des poutres mécanique (engineering beam theory) à une cellule unitaire simple; Gibson et Ashby ont dérivé des relations de base pour la limite d'élasticité, σ_y, des structures micro cellulaires en fonction de la densité, en supposant un comportement équivalent à faible contrainte en compression, et en distinguant les mousses à cellules ouvertes de celles à cellules fermées. L'équation (8.1) est celle d'une mousse à cellules ouvertes.

$$\frac{\sigma_y^*}{\sigma_y} = C V_s^{3/2} \qquad (8.1)$$

Tel que : σ_y^* et σ_y sont les limites d'élasticité du MC et du métal dense dont il est fabriqué, respectivement. C c'est une constante et V_s est la fraction volumique relative du solide dans la mousse.

La configuration de base des cellules unitaires utilisée pour illustrer l'analyse de la structure ouverte est représentée dans la Figure 8.3.

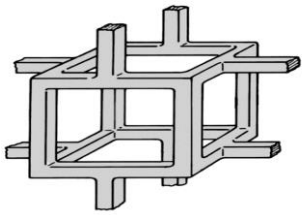


Figure 8.3: Un modèle cubique pour une mousse à cellules ouvertes proposé par [(Gibson and Ashby, 1999].

Cette approche cubique est très intéressante car elle décrit le type de cellules existant dans les mousses RES qui sont des répliques en forme et en dimension des grains de sel

cuboïdes employés comme préforme, comme démontré dans le chapitre 5. Ceci dit, ce procédé est artificiel (fait par l'Homme), et son résultat peut contenir des défauts ou bien des imperfections qui doivent être quantifiés et leur effets décrits même qualitativement. Ce qui fait de ces essais mécaniques un moyen utile pour explorer la qualité offerte par le procédé RES développé durant cette étude.

8.1.2 Effets des défauts et des irrégularités

L'un des principaux résultats des travaux réalisés à ce jour est que les propriétés des matériaux cellulaires ne peuvent être décrites uniquement en fonction de leur densité relative, de nombreux auteurs ont démontré la forte influence jouée par les défauts méso-structuraux internes sur la réponse mécanique des matériaux cellulaires.

(Chen et al., 1999) ont déclaré que la structure des mousses métalliques disponibles ne peut être absolument régulière compte tenu des procédés de fabrication utilisés, car ceux-ci entraînent des imperfections morphologiques dans le matériau. Ils ont illustré cette remarque par des exemples de mousses Al commerciales à cellules fermées et ouvertes, à savoir les mousses Alporas et Duocel. Pour déterminer si la présence de défauts affaiblit le matériau et si cela induit des changements dans le mécanisme de déformation principal, ils ont examiné la réponse de cisaillement de métaux cellulaires en 2-D contenant des défauts (c'est-à-dire l'ondulation de la paroi cellulaire, l'absence d'uniformité de l'épaisseur des parois, les variations de taille des cellules, les parois cellulaires fracturées, les déplacements entre les parois cellulaires, et les cellules manquantes) soumis à une charge bi-axiale.

(Despois, 2005) a détaillé les travaux de la littérature portant sur les effets des défauts et des irrégularités de la matrice cellulaire sur ses propriétés mécaniques en compression et en tension. L'importance de cet étude ce traduit par le nombre énorme des travaux dans ce domaine. Uniquement les travaux de compression des mousses de réplication sont exposés dans ce chapitre.

8.1.3 Analyse du comportement de déformation à travers des résultats expérimentaux

Comme indiqué ci-dessus, Gibson et Ashby ont prétendu que le matériau cellulaire se déformait initialement de manière élastique et linéaire (Gibson and Ashby, 1999). Cela n'est pas confirmé par les données de plusieurs études sur les mousses métalliques, où il a été observé que, même si la déformation initiale est effectivement linéaire, dans les essais de traction et de compression, la pente des cycles de décharge-recharge est nettement plus raide que la partie initiale de la courbe contrainte-déformation (s-e). Il y a donc souvent un certain niveau de déformation permanente (plastique) dès le début de la déformation de la mousse métallique.

La plastification précoce, qui commence dès le début de la déformation, est généralement attribuée à la concentration locale des contraintes. Un manque de déformation purement élastique dès le début de la déformation est signalé pour la plupart des mousses d'aluminium, y compris les mousses à cellules fermées et ouvertes: Alporas (Bart-Smith et al., 1998, Sugimura et al., 1997, Simone and Gibson, 1998, Andrews et al., 1999, Bastawros et al., 2000, Andrews et al., 2001, Ramamurty and Paul, 2004), Alcan (Sugimura et al., 1997, Simone and Gibson, 1998, Andrews et al., 1999), Alulight (procédé Mepura) (Sugimura et al., 1997, Andrews et al., 1999, McCullough et al., 1999), Fraunhofer (Andrews et al., 1999, Banhart and Baumeister, 1998) et mousses d'aluminium répliquées (Despois et al., 2004). Bien que Bart-Smith et al. aient mesuré une pente plus raide au déchargement qu'au chargement initial des mousses d'aluminium Duocel (ERG) (Bart-Smith et al., 1998), les études ultérieures sur ce type de matériau semblent plutôt indiquer qu'il existe un régime élastique pur (Nieh et al., 2000, Andrews et al., 1999, Andrews et al., 2001, Zhou et al., 2004b). Certains rapports peuvent également être influencés par des effets de désalignement, soit de l'échantillon dans les essais de traction, soit entre l'échantillon et les faces du plateau dans les essais de compression.

Après la charge initiale en compression, la plupart des mousses métalliques présentent un pic de contrainte suivi d'un plateau de contrainte ou de fluctuations de contrainte en "dents de scie", produisant une courbe contrainte-déformation globalement plate jusqu'à la hausse brutale due à la densification. Ce comportement a été observé pour la plupart des mousses d'aluminium à cellules fermées. Un comportement similaire a été observé pour les mousses métalliques à cellules ouvertes telles que le Duocel d'ERG (Nieh et al., 1998, Nieh et al., 2000, Bart-Smith et al., 1998, Onck et al., 2004, Zhou et al., 2004b), ou d'autres mousses d'Al et de Mg coulées de manière similaire (Yamada et al., 1999, Yamada et al., 2000b, Yamada et al., 2002), ainsi que les mousses de Ni (CELMET) (Yamada et al., 2000a).

Certaines exceptions ont montré une augmentation monotone et régulière de la contrainte avec la déformation ; par exemple un matériau à cellules fermées en cuivre (GASAR) de densité relative significativement plus élevée que la plupart des matériaux examinés (Simone and Gibson, 1997). Une autre exception se trouve dans les éponges d'aluminium reproduites à cellules ouvertes comme celles étudiées dans (Despois, 2005) (San Marchi et al., 2000, San Marchi et al., 2004, San Marchi and Mortensen, 2002, Banhart and Baumeister, 1998, San Marchi and Mortensen, 2001).

Les travaux de Thornton et Magee (Thornton and Magee, 1975) et ceux de Gradinger et al. (Gradinger et al., 1997) ont suggéré que l'augmentation de la teneur en alliage ou

l'introduction d'une seconde phase fragile dans une mousse ductile à base de métal favoriserait la région du plateau ou des discontinuités dans la pente de la courbe contrainte-déformation. Une tendance visible dans (San Marchi et al., 2000, Gradinger et al., 1997) est également que plus la densité de la mousse est faible, plus la probabilité de présence d'une rupture et d'un plateau dans la courbe (s-e) est élevée.

San Marchi a démontré que la réponse mécanique des mousses d'aluminium répliquées considérées dans (Despois, 2005) est mieux décrite par une loi de puissance (de 0,5% à plus de 10% de déformation) plutôt que par le schéma susmentionné d'un domaine élastique linéaire initial suivi d'une contrainte de plateau. Ce comportement a été attribué à une combinaison de (i) l'accumulation de dommages dès le début de la déformation, (ii) l'alignement des brins ou la création d'un contact en fonction de la direction de la charge et (iii) le durcissement intrinsèque causé par la déformation du métal qui fabrique la mousse (San Marchi et al., 2000, Despois et al., 2004, San Marchi et al., 2004, San Marchi and Mortensen, 2001).

Les caractéristiques d'une méthode de fabrication peuvent entraîner une anisotropie dans la structure de la mousse obtenue. L'élongation préférentielle des cellules dans une direction est souvent la cause d'une telle anisotropie de la mousse. Le moment de flexion étant plus élevé pour les parois cellulaires les plus longues, la rigidité et la résistance sont diminuées lorsque la mousse est comprimée dans la direction perpendiculaire à la direction d'allongement.

Les propriétés de la mousse sont également influencées par la microstructure du métal qui la produit. Cela se voit dans l'influence de la composition et du traitement de la mousse métallique, y compris les variations du traitement thermique (Boomsma et al., 2003, Yamada et al., 2000b, Kanahashi et al., 2001, Zhou et al., 2004a) ou de la taille des grains (Goussery et al., 2004), en présence d'oxydes, d'eutectiques ou d'impuretés dues à l'agent gonflant ou aux additifs améliorant la viscosité utilisés (Markaki and Clyne, 2001, Onck et al., 2004).

Simone et Gibson ont établi des relations de dépendance linéaire sur la densité relative pour la rigidité et la force de tension et de compression des mousses de cuivre GASAR (Simone and Gibson, 1997, Simone and Gibson, 1996). Ces essais ont été réalisés dans une direction parallèle à la direction de solidification, c'est-à-dire parallèle à l'axe principal des pores. Avec des mousses à cellules ouvertes à base d'aluminium de densité relative variant entre 0,19 et 0,27, l'exposant 3/2 dans l’équation (8.1) s'est avéré être en relativement bon accord avec l'évolution de la résistance en fonction de la densité relative, pour la compression (San Marchi and Mortensen, 2001). San Marchi et Mortensen ont affiné le modèle en démontrant qu'un exposant (3+n)/2 dans l’équation (8.1) (au lieu de 3/2 pour un matériau idéalement plastique,

c'est-à-dire pour n=0) permet de prédire les données expérimentales de manière plus précise, où n est l'exposant de durcissement pour le matériau dense constitutif.

En étudiant le comportement des mousses à cellules ouvertes de Ni, Zhao a mesuré un exposant proche de 1,25 au lieu de 1,5 pour la résistance à la traction et a expliqué cette différence par une plasticité modérée du Nickel par rapport à d'autres métaux plus ductiles (Zhao, 2002). D'autre part, (Badiche et al., 2000) ont trouvé des exposants de 1,5 et 1,7 pour respectivement la limite d'élasticité en compression et la limite de rupture en traction des mousses de nickel à brin creux électro-déposé par NiTech, l'exposant du module de Young restant proche de la valeur prédite de 2.

De nombreuses études ont porté sur le comportement mécanique des mousses métalliques au-delà de la déformation monotone uni-axiale. Il s'agit notamment d'études sur la déformation dynamique et le comportement à l'impact (choc), qui sont des questions importantes étant donné le potentiel des mousses métalliques dans les applications de collision et autres applications d'absorption d'énergie mécanique.

Dans cette étude, les résultats du plateau stress devraient être plus intéressants par rapport aux résultats disponibles dans la littérature sur les mousses produites avec différentes méthodes de réplication du sel (principalement les mousses d'aluminium). Selon les études précédentes de (Belhadj et al., 2015) concernant la description du plateau stress- variation de la densité relative pour les mousses métalliques à cellules ouvertes, de nouvelles relations basées sur la physique, proposées par les auteurs, seront prises en compte pour décrire la densification complète, correspondant aux grandes déformations plastiques en compression.

8.2 Procédure expérimentale

8.2.1 Préparation des échantillons

Comme introduit précédemment, les mousses RES obtenu du plomb antimonial Sb25%Pb ont été choisi pour les tests de compression uni-axiale.

Six 06 différentes tailles de cellules ont été préparées sous forme de disques composites (avec le sel) cylindrique avec un rapport hauteur/diamètre de $H_0/D_0 < 1,5$ (Ashby et al., 2000b) et dont le diamètre du grain de sel D_c rangeait entre 2.5mm et 5mm.

Un dernier disque identique en dimensions aux précédents mais dense (non cellulaire) a été découper pour la comparaison adimensionnelle.

Pour vérifier la reproductibilité des résultats tout au long du même échantillon le SbS30 découpé en 03 disques de dimensions identiques, cependant deux 02 seulement d’entre elles ont été comprimé à cause du nombre d’essais limité au laboratoire où les tests ont eu lieu.

Comme expliqué au chapitre 4, les échantillons sont coupés et leur surface préparée (polie) avant la dissolution du sel pour sauvegarder la matrice métallique. Le travail à ce stade, doit être ordonné et les échantillons nommées comme sur la Figure 8.4.

Afin d'exposer qualitativement l'effet des défauts structurelles des mousses ou d'éventuels imperfections dues au procédé de fabrication à travers leur réponse mécanique; et en l'absence de l'outil tomographique ainsi que la nature de l'alliage matriciel (plomb absorbe les rayons): l'échantillon SbS45 a été découpé de tel manière à laisser de la matière dense non quantifiable sur sa face supérieure (présente sur la Figure 8.4).

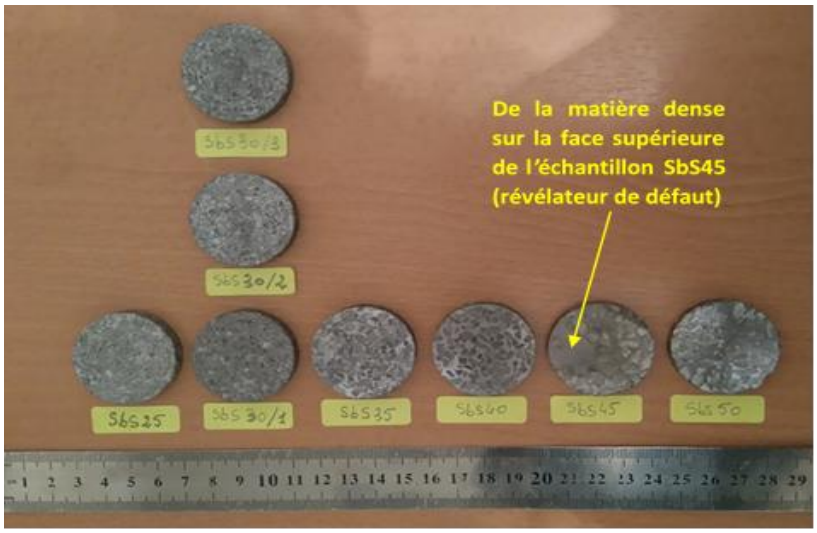


Figure 8.4: Les échantillons RES en Sb25%Pb préparés pour les tests de compression uni-axiale avant dissolution du sel (photo).

L'élimination du sel s'est faite pendant 24h en changeant l'eau du robinet chaque 2h (Figure 8.5).



Figure 8.5: Photographie de l'élimination du sel des échantillons RES.

Séchage des échantillons à température ambiante pendant 24h autre pour s'assurer d'un séchage complet sans l'utilisation d'une source de chaleur (Figure 8.6).

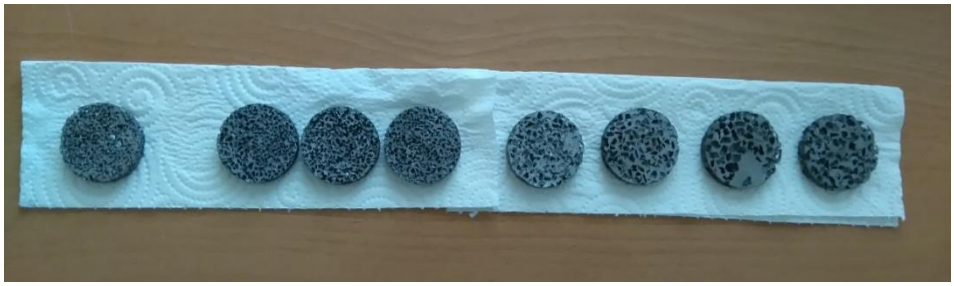


Figure 8.6: Le séchage des échantillons RES (photo).

Une fois secs, les échantillons RES appelées aussi « éprouvettes » sont pesés et les dimensions mesurées (pour déterminer la densité relative de l'échantillon) (Figure 8.7).



Figure 8.7 : Les échantillons RES ou bien « éprouvettes » sont étiquetés et prêt pour les tests de compression (photo).

La porosité des échantillons a été déterminée par l'équation (8.2) :

$$\varepsilon = 1 - \frac{\rho^*}{\rho} \qquad (8.2)$$

où ρ est la densité apparente de l'échantillon calculée par ses dimensions et son poids, ρ_0 est la densité mesurée de l'alliage de plomb antimonial Sb25%Pb commercial, qui est de 10,7 g.cm^{-3} à 23 °C déterminée de la même manière. Le rapport ρ^*/ρ est appelé densité relative (équation (8.3) sans dimension).

8.2.2 Tests de compression

$$R_D = \frac{\rho^*}{\rho} \qquad (8.3)$$

Avant et après chaque test, les dimensions de chaque échantillon étaient prises par un pied à coulisse digital.

La compression uni-axiale standard sous les plateaux lubrifiés de la machine d'essai électronique universelle 100 kN MTS Criterion C45 (Figure 8.8), a été effectuée à une vitesse de 1 mm/min pour atteindre 60-85 % de la déformation.

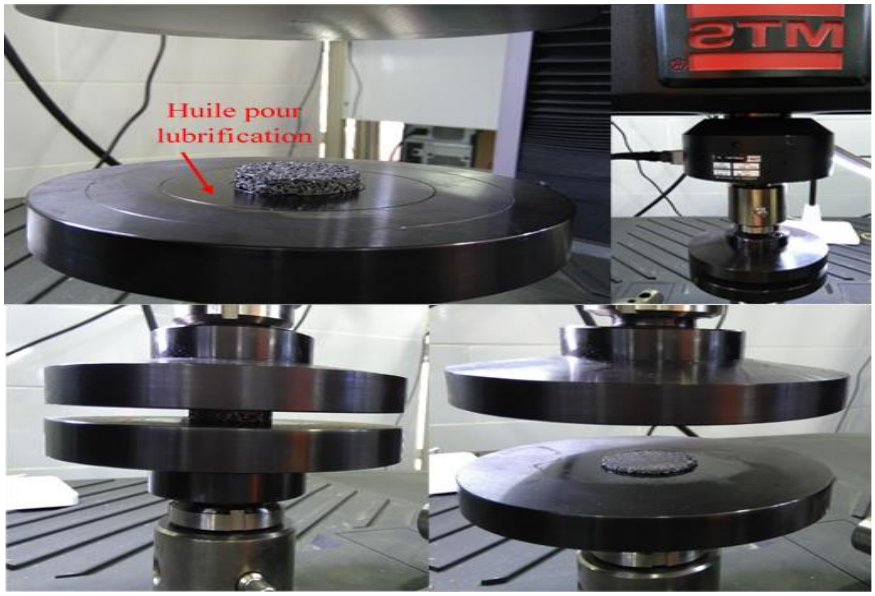


Figure 8.8: Photographies des étapes de compression prises dans le laboratoire des tests mécaniques du CRTI- CHERAGA.

Le plateau stress a été obtenu graphiquement tel qu'il a été réalisé par les chercheurs (par la méthode des tangentes comme figure sur Figure 8.9) (Jamshidi-Alashti and Roudini, 2012, Belhadj et al., 2008).

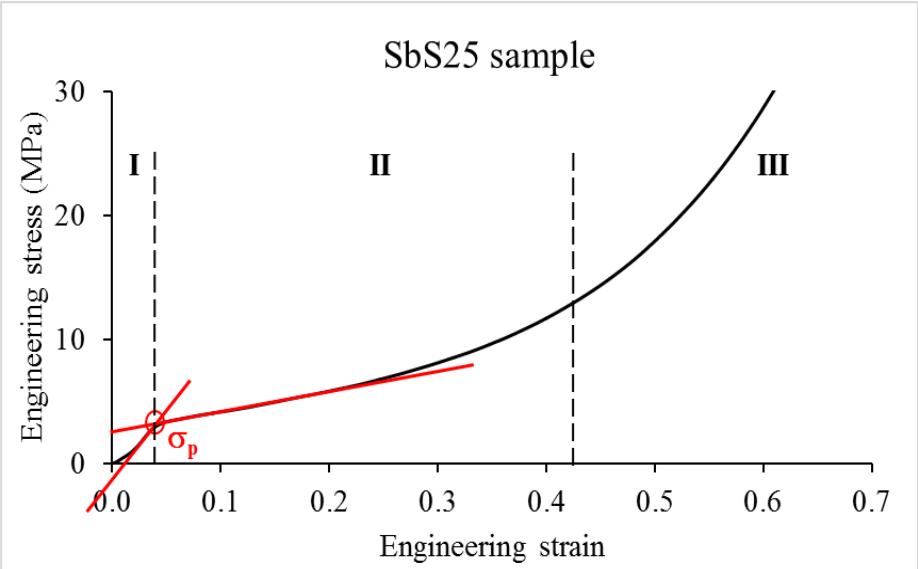


Figure 8.9: Exemple sur la détermination du plateau stress du SbS25 avec la méthode des tangentes.

8.3 Résultats & Discussions

Le Tableau 8.1 résume la morphologie et les propriétés mécaniques obtenues des échantillons. Il a été remarqué que les densités des échantillons étaient indépendantes de la taille des grains de sel.

Tableau 8.1: Morphologie géométrique et propriétés mécaniques des matériaux cellulaires Sb25%Pb obtenus avec le procédé de réplication de l'excès de sel (RES).

Nom de l'échantillon	SbS25	SbS30	SbS35	SbS40	SbS45	SbS50
Diamètre du grain de sel D_c (mm)	2.50	3.00	3.50	4.00	4.50	5.00
Diamètre de l'échantillon D_0 (mm)	37.04	37.07	37.11	37.08	37.01	36.90
Épaisseur de l'échantillon H_0 (mm)	7.20	7.09	7.18	7.21	7.07	6.60
Densité de l'échantillon ρ^* ($g\,cm^{-3}$)	3.86	3.40	5.41	4.62	5.79	4.25
Porosité de l'échantillon ε (%)	63.86	68.25	49.46	56.79	45.93	60.28
limite d'élasticité apparente en compression, σ_y^* (MPa)	3.75	3.05	6.48	4.96	7.31	4.52

Comme prévu, les propriétés mécaniques des mousses préparées par la méthode RES dépendaient entièrement des dimensions des cellules et des propriétés physiques de l'alliage de la matrice.

Les courbes de contrainte de compression - déformation technique correspondant à toutes les éprouvettes testées et tracées sur la Figure 8.10, ont eu le même comportement mécanique que toutes les autres mousses répliquées à cellules ouvertes, comme celles décrites dans les références (Belhadj et al., 2015, Jiang et al., 2005, Zhao and Sun, 2001). Les graphiques représentent clairement trois régions distinctes de déformation. La première est une région élastique linéaire, où la contrainte augmente linéairement avec l'augmentation de la déformation, elle-même contrôlée par la flexion élastique des bords et des parois des cellules.

La fin de ce segment linéaire donne la limite d'élasticité en compression, qui est simultanément le début de la deuxième région, où les cellules s'effondrent progressivement et où la variation de la contrainte est presque constante : c'est le "plateau plastique". La troisième région, lorsque toutes les cellules sont écrasées, donne une augmentation rapide de la contrainte, appelée "région de densification" (Belhadj et al., 2015).

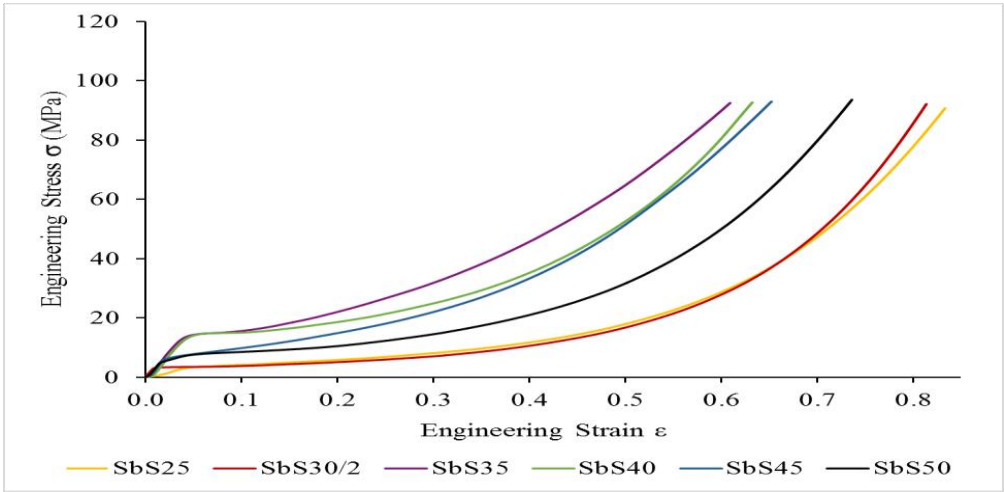


Figure 8.10: Courbes de contrainte-déformation exprimant le comportement mécanique des six échantillons des matériaux cellulaires SbS.

Notez que le plateau stress du SbS25 et le SbS30 est : lisse, proche et le plus long; alors que leurs porosités sont complètement différentes et leurs tailles de cellules sont fermées. Nous retrouvons les mêmes remarques pour le couple SbS35/SbS40 et SbS45/SbS50. Les spécimens SbS25, SbS30 et SbS50 donnent un plateaux stress trois fois plus longue que les autres, ce qui les rend plus susceptibles d'absorber de l'énergie que les autres mousses, en raison de la présence d'un plus grand nombre de cellules et de la résistance des brins à l'effondrement, augmentant ainsi la plasticité de cette région.

Par contre le SbS45 présente le plateau stress le plus court à cause du défaut de matière dense sur la face supérieure qui lui donne la plus basse densité et diminue sa limite d'élasticité apparente en compression. Ceci est très clair sur la Figure 8.11. Il n'y a pas de relation directe notable entre les variations de la taille des grains de sel et le plateau stress.

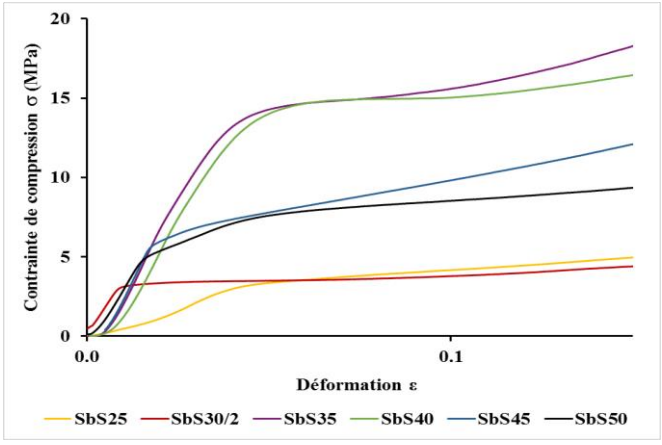


Figure 8.11 : Agrandissement des zones élastiques fournissant des superpositions des graphiques indépendamment de celle du SbS25.

La Figure 8.11 représente un comportement élastique presque identique de tous les échantillons, ce qui était attendu car dans cette région, la déformation élastique se produit au niveau des liaisons interatomiques du même métal, et ses atomes reviennent à leur position initiale lorsque la charge est supprimée. La région élastique linéaire SbS25 est relativement décalée parce que l'échantillon fait face à un désalignement et non pas à cause d'un manque de parallélisme des plateaux de compression (Gaillard et al., 2004) ou bien à cause d'une possible densité non uniforme qui sera vérifié ci-après. La contrainte des plateaux de SbS35 et SbS40 est deux fois plus importante que celle de SbS45 et SbS50, et trois fois plus importante que celle de SbS25 et SbS30, ce qui en fait les plus rigides.

La vérification de la reproductibilité et l'uniformité tout au long de l'échantillon, a été réalisée à travers le test de deux disques identiques SbS30/1 et SbS30/3 usinés à partir du même échantillon SbS30, présentés sur la Figure 8.7, et avons tracé leur courbes de contrainte-déformation technique, comme à la Figure 8.12. Il semble qu'il y ait une similitude notable des résultats obtenus le long de la même mousse, ce qui confirme la stabilité du processus le long de chaque échantillon.

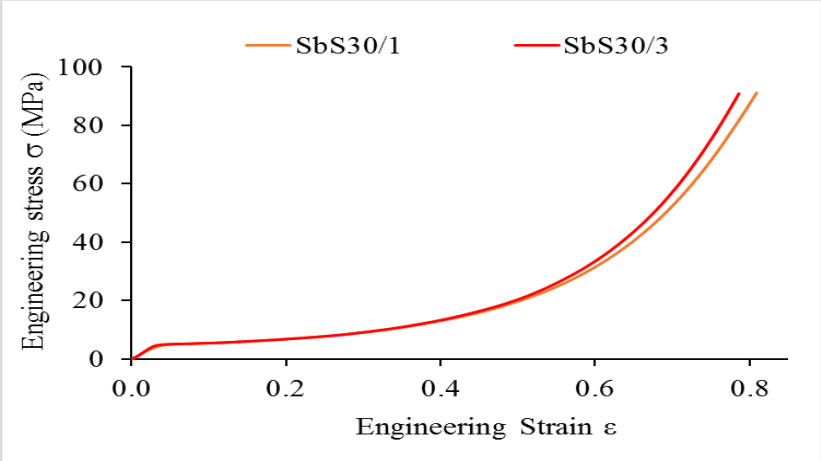


Figure 8.12: Courbe de contrainte-déformation des Deux parties différentes du même échantillon de MC SbS30 montrant la reproductibilité du processus.

La relation linéaire entre le plateau stress σ_p et la densité relative R_D de l'équation (8.3); proposée par Ashby et al. introduite précédemment par l'équation (8.1) pour la mousse métallique à cellules ouvertes actuellement disponible, donne au paramètre n une valeur de 1,6. Cette constante importante, qui caractérise de manière classique les lois d'échelle pour les propriétés mécaniques des mousses (en particulier pour la résistance à la compression en fonction de la densité relative), a été identifiée et obtenue comme n = 1,63 (Figure 8.13).

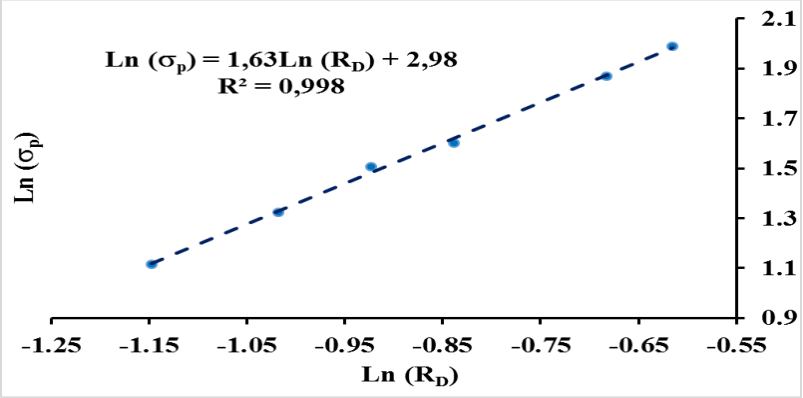


Figure 8.13: Représentation logarithmique du plateau stress en fonction de la densité relative des échantillons obtenue par le processus RES au cours de cette étude.

Néanmoins, le facteur correspondant considéré comme le produit entre la constante C du matériau et la limite d'élasticité du plastique solide σ_y est C.σ_y = 19,78 MPa, ce qui conduit à une constante C = 0,54 au lieu de 0,34 car la limite d'élasticité apparente $\sigma_y = \sigma$ de l'alliage d'antimoine solide est d'environ 36,83 MPa. Ces résultats signifient que ces mousses préparées par le procédé RES présentent des propriétés de résistance à la compression intéressantes.

Donc l'équation d'Ashby (8.1), donnant l'estimation expérimentale de la variation du rapport de contrainte de plateau avec la densité relative des mousses RES est obtenu:

$$\frac{\sigma_P{}^*}{\sigma_P} = 0.54\left(\frac{\rho^*}{\rho}\right)^{1.63} \qquad (8.4)$$

La relation empirique (8.4) permet de prédire la porosité des futures mousses d'alliage de plomb antimonial à 25 %, produites avec ce procédé RES pour une résistance à la compression spécifique avant leur élaboration.

En ce qui concerne le rapport de densité relativement élevé, afin de prendre en compte une augmentation progressive de la contrainte de plateau jusqu'à la valeur correspondant à la densification complète ($\sigma^*_p/\sigma_p \approx 1$ si $\rho \rightarrow 1$), sur la base d'un modèle Féret, et des nouvelles lois généralisées proposées par A. Belhadj & A Gavrus et al. dans la réf. (Belhadj et al., 2015), les expressions approximatives suivantes (équations (8.5)) de la variation du rapport de contrainte de plateau ont été obtenues :

$$\frac{\sigma_P{}^*}{\sigma_P} \approx 1.\left(\frac{\rho^*}{\rho}\right)^{2.25},$$

$$\frac{\sigma_P{}^*}{\sigma_P} \approx 10.5\left\{1 - exp\left[-0.1\left(\frac{\rho^*}{\rho}\right)^{2.25}\right]\right\} or \qquad (8.5)$$

$$\frac{\sigma_P{}^*}{\sigma_P} \approx 1.2\left\{1 - exp\left[-0.1\left(\frac{\rho^*}{\rho}\right)^{25}\right]\right\}^{2.25/25}$$

Pour comparer les résultats actuels avec les données bibliographiques de nombreuses études sur des mousses d'alliage utilisant une technique similaire de réplication du sel, des mousses d'aluminium ont été sélectionnées, pour lesquelles cette méthode d'élaboration semblait plus appropriée.

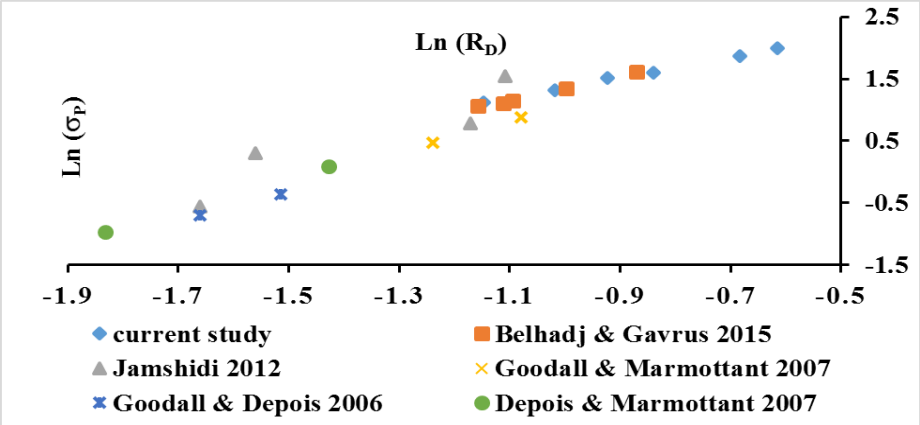


Figure 8.14: Courbe logarithmique de la limite d'élasticité en fonction de la densité relative pour tous les matériaux cellulaires de l'étude actuelle (taille de pore de 2,5-5 mm) par rapport à celles étudiées de manière similaire dans la littérature.

Le tracé logarithmique de la limite d'élasticité à la compression $\sigma_y = \sigma_p$ en fonction des densités relatives R_D de toutes les mousses obtenues par ce nouveau procédé est dessiné dans la Figure 8.13 ainsi que celles citées dans les références (Jamshidi-Alashti and Roudini, 2012, Gaillard et al., 2004, Goodall et al., 2006a, Goodall et al., 2007) sont tous tracées dans la Figure 8.14 (obtenu avec de l'aluminium pure pour un diamètre de cellule de 400 µm, et une porosité comprise entre 66 et 81 %, et le résultat obtenu par (Belhadj et al., 2008) (avec un alliage Sn50 %-Pb50 %, une taille de pore de 1,6-4 mm, et une porosité comprise entre 58 et 68 %). Il est clair que la limite d'élasticité suit la tendance de comportement des données tirées de la littérature scientifique, mais avec de meilleures propriétés de résistance à la compression (en considérant la même taille de grain de sel). Ce résultat encourage leur utilisation dans les batteries au plomb pour la fabrication d'électrodes cellulaires plus résistantes avec des alliages plomb-antimonial de dosage bien connus et convenable.

Les mêmes porosités donnent la même limite d'élasticité en compression, même si la taille des grains de sel diffère, et indépendamment de l'alliage ou du métal utilisé, ou du procédé employé. D'après la littérature, lorsque la porosité augmente, la limite d'élasticité en compression diminue pour une taille de grain et un métal identique, car les brins et les parois cellulaires sont moins rigides. Le procédé RES a donné des mousses dont la résistance diminuait pour des porosités croissantes, quel que soit le diamètre des cellules.

9 CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES

La technologie des métaux poreux, moussants ou spongieux évolue toujours à un rythme rapide. Ce domaine de recherche est hautement interdisciplinaire et nécessite l'application conjointe de la chimie, de la physique et de l'ingénierie des matériaux afin de parvenir à des solutions intégrées qui garantissent que ces matériaux peuvent être produits de manière économique avec la qualité et la reproductibilité requises et que leur intégration dans des systèmes d'ingénierie exploite pleinement leur spectre de propriétés unique. Nous s'attendons à ce que le développement rapide de ces dernières années se poursuive.

Dans ce cadre un nouveau procédé de fabrication de ces matériaux cellulaires nommé « Procédé de Réplication par Excès de Sel RES» a vu le jour et était l'objet de cette thèse. La porosité obtenue par ce procédé est moyenne entre 50% et 75%. L'intégration de ces MC RES dans les technologies contemporaines rendais plus urgente la nécessité de les caractériser parfaitement.

Une évaluation globale et locale précise des caractéristiques des échantillons de mousses RES en plomb antimonial à 25%, dont la porosité est de~ 60% a été entreprise révélant la présence d'un film probablement d'oxydes de Plomb dans les mousses antimonial qui sont bénéfiques dans le domaine des batteries acide en plomb. La conductivité électrique d'une mousse RES est meilleure que celle du même matériau dense.

Les tests de compression uni-axiale standard ont révélé que les mousses RES en plomb antimonial résisté bien au choc et que les résultats de ce procédé étaient uniformes le long de l'échantillon.

Des ensembles de données expérimentales sur la perte de charge des flux d'air de régimes non Darcy à travers ces matériaux cellulaires fabriqués en zamak5, ont été analysés qualitativement sur la base des recherches antérieures établies révélant la structure ordonné anisotrope et périodique dont les cellules sont uniformes. Cette méso-structure est responsable de leur fort comportement inertiel, et les conclusions suivantes ont été établies :

- Le procédé RES a prouvé qu'il est efficace et pas cher pour la production de matériaux cellulaires à pore ouverts ayant des tailles et des formes contrôlables ; ce qui en fait d'excellent compétiteurs des lits garnis traditionnels ou des mousses métalliques hyper poreuses.

- La qualité du comportement macroscopique de l'écoulement d'air à travers ces mousses a révélé une tendance inertielle non-laminaire influencée par des régimes de fortes transitions locales. Les régimes locaux ont été délimités par la méthode de changement de pente des courbes de perte de charge réduite en termes de la vitesse superficielle.
- La loi décrivant le mieux le transport d'air à travers ces mousses RES a été déterminé par la méthode de comparaison des résidus de trois lois conventionnelles supposées les bien décrire à savoir : la loi cubique simple, l'équation de Forchheimer et la loi cubique totale qui fut la meilleure entre autres.
- Le comportement dynamique des fluides de ces mousses est exprimé par la perméabilité obtenue par ajustement des moindres carrées de la loi cubique totale, et peut être classé entre celui des mousses hyper poreuses et celui des milieux poreux conventionnels (lits garis de grains). Les mousses RES présentent différentes perméabilités et coefficient inertiel pour chaque régime.
- Les pertes de charge sont inversement proportionnelles à la porosité. La perméabilité augmente avec les dimensions de la cellule.
- Les mousses RES peuvent être employées dans des appareils de filtration d'air, ou dans les réacteurs catalytiques, ou bien comme des éléments de *Pipe-Line*… puisque la loi de filtration dans les milieux poreux dépond énormément du régime d'écoulement, il était primordial d'analyser les régimes de transition de nos mousses. Ils peuvent être employés comme électrodes dans les batteries avec la matrice métallique adéquate.
- En tant que recommandations générales de commercialisation, il est très important de mentionner toutes les informations nécessaires relatives à la perméabilité et au coefficient inertiel de ces mousses selon les intervalles de vitesse superficielle correspondantes.
- Une corrélation empirique est ajustée pour prédire la perméabilité cubique totale des mousses RES employant le diamètre de la cellule et la porosité de l'échantillon.
- L'expérimental reste indispensable pour la description physique des écoulements des fluides à travers chaque nouveau matériau à cause de la complexité de leur géométrie intrinsèque unique où a lieu l'écoulement.
- Des définitions et méthodes de mesures communes pour l'exploration des relations propriétés morphologiques/caractéristiques mesurés de ces structures mousseuses sont absentes mais à la foi indispensables. nous croyons sincèrement qu'au lieu de perdre du temps précieux à fin de trouver des lois universelles unifiant ce qui est différents de

nature, il vaut mieux penser à régulariser cette procédure d'exploration de la dynamique des fluides, appliqué à chaque nouveau matériau cellulaire à fin de pouvoir comparer, classer et exploiter ces résultats facilement et correctement en industrie. Cette régularisation permettra aussi l'application seine des résultats antérieurs sur les nouveaux matériaux.

- La tomographie aux rayons X est un outil très utile et indispensable dans l'étude de ces matériaux compliqués.
- Comme perspectives dans le future, une caractérisation acoustique et thermique des échantillons RES ainsi que des tests de fatigue et de corrosion sont envisagées.

10REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

A. MOSTAFID, M. M., E. BARIL, L. P. LEFEBVRE 2008.

AIDA, S., HIJRAH, M., AMIRAH, A., ZUHAILAWATI, H. & ANASYIDA, A. 2016. Effect of NaCl as a space holder in producing open cell A356 aluminium foam by gravity die casting process. *Procedia Chemistry,* 19**,** 234-240.

AKBARNEJAD, S., POUR, M. S., JONSSON, L. T. I. & JÖNSSON, P. G. 2017. Effect of fluid bypassing on the experimentally obtained Darcy and non-Darcy permeability parameters of ceramic foam filters. *Metallurgical and Materials Transactions B,* 48**,** 197-207.

ANDRADE JR, J., COSTA, U., ALMEIDA, M., MAKSE, H. & STANLEY, H. 1999. Inertial effects on fluid flow through disordered porous media. *Physical Review Letters,* 82**,** 5249.

ANDREWS, E., GIOUX, G., ONCK, P. & GIBSON, L. 2001. Size effects in ductile cellular solids. Part II: experimental results. *International Journal of Mechanical Sciences,* 43**,** 701-713.

ANDREWS, E., SANDERS, W. & GIBSON, L. J. 1999. Compressive and tensile behaviour of aluminum foams. *Materials Science and Engineering: A,* 270**,** 113-124.

ANTOHE, B., LAGE, J., PRICE, D. & WEBER, R. 1997. Experimental determination of permeability and inertia coefficients of mechanically compressed aluminum porous matrices.

ANUAR, F. S., SAAT, F. A.-Z. M., TOKIT, E. M. & DAN PEMBUATAN, F. T. K. M. 2020. Investigation of flow behaviors and temperature distribution in porous foam using infrared thermographic technique. *Proceedings of Mechanical Engineering Research Day,* 2020**,** 377-378.

ASHBY, M. F., EVANS, A. G., FLECK, N. A., GIBSON, L. J., HUTCHINSON, J. W. & WADLEY, H. N. G. 2000a. *Metal Foams: A Design Guide*, Butterworth-Heinemann.

ASHBY, M. F., EVANS, T., FLECK, N., HUTCHINSON, J. W., WADLEY, H. N. G. & GIBSON, L. J. 2000b. *Metal Foams: A Design Guide,* Elsevier Science.

AZZI, W., ROBERTS, W. & RABIEI, A. 2007. A study on pressure drop and heat transfer in open cell metal foams for jet engine applications. *Materials & Design,* 28**,** 569-574.

BADICHE, X., FOREST, S., GUIBERT, T., BIENVENU, Y., BARTOUT, J.-D., IENNY, P., CROSET, M. & BERNET, H. 2000. Mechanical properties and non-homogeneous deformation of open-cell nickel foams: application of the mechanics of cellular solids and of porous materials. *Materials Science and Engineering: A,* 289**,** 276-288.

BAGSHAW, N. E. 1991. Grid alloys for maintenance-free deep-cycling batteries. *Journal of Power Sources,* 33**,** 3-11.

BANHART, J. 1999. Offenporige Aluminiumschäume-Eigenschaften und Anwendungen. *Aluminium (Düsseldorf),* 75**,** 1094-1099.

BANHART, J. 2000. Manufacturing routes for metallic foams. *JOM Journal of the Minerals, Metals and Materials Society,* 52**,** 22-27.

BANHART, J. 2001. Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foams. *Progress in materials science,* 46**,** 559-632.

Références bibliographiques

BANHART, J. & BAUMEISTER, J. 1998. Deformation characteristics of metal foams. *Journal of materials science,* 33**,** 1431-1440.

BART-SMITH, H., BASTAWROS, A.-F., MUMM, D., EVANS, A., SYPECK, D. & WADLEY, H. 1998. Compressive deformation and yielding mechanisms in cellular Al alloys determined using X-ray tomography and surface strain mapping. *MRS Online Proceedings Library Archive,* 521.

BASTAWROS, A., BART-SMITH, H. & EVANS, A. 2000. Experimental analysis of deformation mechanisms in a closed-cell aluminum alloy foam. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids,* 48**,** 301-322.

BEAR, J. 2013. *Dynamics of fluids in porous media*, Courier Corporation.

BEARD, K. W. 2019. *Linden's Handbook of Batteries*, McGraw-Hill Education.

BELHADJ, A.-E., GAVRUS, A., BERNARD, F. & AZZAZ, M. 2015. Mechanical and Numerical Analysis Concerning Compressive Properties of Tin-Lead Open-Cell Foams. *Journal of Materials Engineering and Performance,* 24**,** 4140-4155.

BELHADJ, A.-E., KAOUA, S.-A., AZZAZ, M., BARTOUT, J. D. & BIENVENU, Y. 2008. Elaboration and characterization of metallic foams based on tin–lead. *Materials Science and Engineering: A,* 494**,** 425-428.

BELIASHEVSKY, N. & BUGAI, N. 1974. Hydraulic structure of porous flow in an individual pore under nonlinear regime. *Republican proceedings, Hydromechanics, Ukrainian Academy of Sciences,* 26**,** 64-69.

BENJAMIN, S. 1948. Process for making foamlike mass of metal. Google Patents.

BERRY JR, C. B. 1972. Foamed metal. Google Patents.

BHATTACHARYA, A., CALMIDI, V. V. & MAHAJAN, R. L. 2002. Thermophysical properties of high porosity metal foams. *International Journal of Heat and Mass Transfer,* 45**,** 1017-1031.

BIAGETTI, R. 1973. Fabrication of lead-acid batteries. Google Patents.

BJORKSTEN, J. & ROCK, E. J. 1972. Method for foaming metals. Google Patents.

BO-YOUNG HUR, S.-E. K., SOONG-KEUN HYUN. MetFoam 2011. the 7th International Confernece on Porous Metals and Metallic Foams, 2011 Busan, Korea.

BOGGIO, A., MAJA, M. & PENAZZI, N. 1983. Effects of antimony on the electrochemical behaviour of lead dioxide in sulphuric acid. *Journal of Power Sources,* 9**,** 221-230.

BONNET, J.-P. 2007. *Phénomènes de transport dans les mousses métalliques: approche expérimentale des écoulements monophasiques et liquide-gaz.* Aix-Marseille 1.

BONNET, J.-P., TOPIN, F. & TADRIST, L. 2008. Flow laws in metal foams: compressibility and pore size effects. *Transport in Porous Media,* 73**,** 233-254.

BOOMSMA, K. & POULIKAKOS, D. 2002. The effects of compression and pore size variations on the liquid flow characteristics in metal foams. *J. Fluids Eng.,* 124**,** 263-272.

BOOMSMA, K., POULIKAKOS, D. & VENTIKOS, Y. 2003. Simulations of flow through open cell metal foams using an idealized periodic cell structure. *International Journal of Heat and Fluid Flow,* 24**,** 825-834.

BUES, M., PANFILOV, M., CROSNIER, S. & OLTEAN, C. 2004. Macroscale model and viscous-inertia effects for Navier-Stokes flow in a radial fracture with corrugated walls. *Journal of Fluid Mechanics,* 504**,** 41.

Références bibliographiques

BUONOMO, B., DI PASQUA, A., MANCA, O., SEKRANI, G. & PONCET, S. 2020. Numerical Analysis on Pressure Drop and Heat Transfer in Nanofluids at Pore Length Scale in Open Metal Porous Structures with Kelvin Cells. *Heat Transfer Engineering***,** 1-15.

CALMIDI, V. V. 1999. Transport phenomena in high porosity fibrous metal foams.

CAO, X., MA, L. Q., CHEN, M., HARDISON, D. W. & HARRIS, W. G. 2003. Lead transformation and distribution in the soils of shooting ranges in Florida, USA. *Science of the Total Environment,* 307**,** 179-189.

CARPIO, A. R., MARTÍNEZ, R. M., AVALLONE, F., RAGNI, D., SNELLEN, M. & VAN DER ZWAAG, S. 2017. Broadband Trailing Edge Noise Reduction Using Permeable Metal Foams.

CHAI, Z., SHI, B., LU, J. & GUO, Z. 2010. Non-Darcy flow in disordered porous media: A lattice Boltzmann study. *Computers & Fluids,* 39**,** 2069-2077.

CHAU, K., WONG, Y. & CHAN, C. 1999. An overview of energy sources for electric vehicles. *Energy Conversion and Management,* 40**,** 1021-1039.

CHAUVETEAU, G. & THIRRIOT, C. 1967. Régimes d'écoulement en milieu poreux et limite de la loi de Darcy. *La Houille Blanche***,** 141-148.

CHEN, C., LU, T. & FLECK, N. 1999. Effect of imperfections on the yielding of two-dimensional foams. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids,* 47**,** 2235-2272.

CHOËL, M. Analyse quantitative des particules atmosphériques par microscopie électronique à balayage couplée à la spectrométrie d'émission X. 2005. Université du Littoral Côte d'Opale.

COULAUD, O., MOREL, P. & CALTAGIRONE, J. 1988. Numerical modelling of nonlinear effects in laminar flow through a porous medium. *Journal of Fluid Mechanics,* 190**,** 393-407.

CUEVAS, F., MONTES, J., CINTAS, J. & URBAN, P. 2009. Electrical conductivity and porosity relationship in metal foams. *Journal of Porous Materials,* 16**,** 675.

DAVIES, G. & ZHEN, S. 1983. Metallic foams: their production, properties and applications. *Journal of Materials science,* 18**,** 1899-1911.

DE CARVALHO, T. P., MORVAN, H. P., HARGREAVES, D. M., OUN, H. & KENNEDY, A. 2017. Pore-Scale Numerical Investigation of Pressure Drop Behaviour Across Open-Cell Metal Foams. *Transport in Porous Media,* 117**,** 311-336.

DE SCHAMPHELEIRE, S., DE KERPEL, K., AMEEL, B., DE JAEGER, P., BAGCI, O. & DE PAEPE, M. 2016. A Discussion on the Interpretation of the Darcy Equation in Case of Open-Cell Metal Foam Based on Numerical Simulations. *Materials,* 9**,** 409.

DEGALLAIX, S. 2007. *Caractérisation expérimentale des matériaux: Propriétés physiques, thermiques et mécaniques*, PPUR presses polytechniques.

DEGISCHER, H.-P. & KRISZT, B. 2002. *Handbook of cellular metals: production, processing, applications*, Wiley-vch Weinheim.

DELAHAY, P., POURBAIX, M. & VAN RYSSELBERGHE, P. 1951. Potential-pH Diagram of Lead and its Applications to the Study of Lead Corrosion and to the Lead Storage Battery. *Journal of The Electrochemical Society,* 98**,** 57-64.

DESPOIS, J.-F. 2005. *Replicated aluminium foam: processing and properties.* Verlag nicht ermittelbar.

DESPOIS, J.-F. & MORTENSEN, A. 2005. Permeability of open-pore microcellular materials. *Acta materialia,* 53**,** 1381-1388.

Références bibliographiques

DESPOIS, J. F., CONDE, Y., SAN MARCHI, C. & MORTENSEN, A. 2004. Tensile behaviour of replicated aluminium foams. *Advanced Engineering Materials,* 6**,** 444-447.

DOKL, M. E. & 1951;. On the turbulent flow through porous media. *Acad Nauk SSSR,* 58(3):409-12 [in Russian].

DU PLESSIS, J. P. & MASLIYAH, J. H. 1988. Mathematical modelling of flow through consolidated isotropic porous media. *Transport in porous media,* 3**,** 145-161.

DU PLESSIS, P., MONTILLET, A., COMITI, J. & LEGRAND, J. 1994. Pressure drop prediction for flow through high porosity metallic foams. *Chemical Engineering Science,* 49**,** 3545-3553.

DUKHAN, N. 2006. Correlations for the pressure drop for flow through metal foam. *Experiments in fluids,* 41**,** 665-672.

DUKHAN, N. 2013. *Metal Foams: Fundamentals and Applications*, Destech Publications.

DUKHAN, N., BAĞCı, Ö. & ÖZDEMIR, M. 2014a. Experimental flow in various porous media and reconciliation of Forchheimer and Ergun relations. *Experimental Thermal and Fluid Science,* 57**,** 425-433.

DUKHAN, N., BAĞCı, Ö. & ÖZDEMIR, M. 2014b. Metal foam hydrodynamics: Flow regimes from pre-Darcy to turbulent. *International Journal of Heat and Mass Transfer,* 77**,** 114-123.

DUKHAN, N. & MINJEUR, C. A. 2011. A two-permeability approach for assessing flow properties in metal foam. *Journal of Porous Materials,* 18**,** 417-424.

DUKHAN, N. & PATEL, K. 2011. Effect of sample's length on flow properties of open-cell metal foam and pressure-drop correlations. *Journal of Porous Materials,* 18**,** 655-665.

DYBBS, A. & EDWARDS, R. 1984. A new look at porous media fluid mechanics—Darcy to turbulent. *Fundamentals of transport phenomena in porous media.* Springer.

EISENMANN, M. 1998. Metal powder technologies and applications. *ASM Handbook,* 7**,** 171-221.

ELLIOTT, J. C. 1961. Metal foam and method for making. Google Patents.

EVANS, A. G., HUTCHINSON, J. & ASHBY, M. 1998. Multifunctionality of cellular metal systems. *Progress in materials science,* 43**,** 171-221.

FACCHETTI, A. & MARKS, T. 2010. *Transparent electronics: from synthesis to applications*, John Wiley & Sons.

FAND, R., KIM, B., LAM, A. & PHAN, R. 1987. Resistance to the flow of fluids through simple and complex porous media whose matrices are composed of randomly packed spheres.

FIEDLER, W. S. 1965. Method of making metal foam bodies. Google Patents.

FIRDAOUSS, M., GUERMOND, J.-L. & LE QUÉRÉ, P. 1997. Nonlinear corrections to Darcy's law at low Reynolds numbers. *Journal of Fluid Mechanics,* 343**,** 331-350.

FIROOZABADI, A. & KATZ, D. L. 1979. An analysis of high-velocity gas flow through porous media. *Journal of Petroleum Technology,* 31**,** 211-216.

FIROOZABADI, A., THOMAS, L. & TODD, B. 1995. High-Velocity Flow in Porous Media (includes associated papers 31033 and 31169). *SPE Reservoir Engineering,* 10**,** 149-152.

FORCHHEIMER, P. 1901. Wasserbewegung durch boden. *Z. Ver. Deutsch, Ing.,* 45**,** 1782-1788.

Références bibliographiques

FOURAR, M., RADILLA, G., LENORMAND, R. & MOYNE, C. 2004. On the non-linear behavior of a laminar single-phase flow through two and three-dimensional porous media. *Advances in Water resources,* 27**,** 669-677.

G. FOURIE, J. & P. DU PLESSIS, J. 2002. Pressure drop modelling in cellular metallic foams. *Chemical Engineering Science,* 57**,** 2781-2789.

GAILLARD, C., DESPOIS, J. F. & MORTENSEN, A. 2004. Processing of NaCl powders of controlled size and shape for the microstructural tailoring of aluminium foams. *Materials Science and Engineering: A,* 374**,** 250-262.

GELFI, M., BONTEMPI, E., POLA, A., ROBERTI, R., ROLLEZ, D. & DEPERO, L. E. 2004. Microstructural and Mechanical Properties of Zinc Die Casting Alloys. *Advanced Engineering Materials,* 6**,** 818-822.

GIBSON, L. 2000. Mechanical behavior of metallic foams. *Annual review of materials science,* 30**,** 191-227.

GIBSON, L. J. & ASHBY, M. F. 1999. *Cellular solids: structure and properties,* Cambridge university press.

GILLIBRAND, M. I. & HALLIWELL, B. 1972. The lead-oxygen system—I: Thermal decomposition of lead dioxide. *Journal of Inorganic and Nuclear Chemistry,* 34**,** 1143-1159.

GOLDSTEIN, J. I., NEWBURY, D. E., ECHLIN, P., JOY, D. C., LYMAN, C. E., LIFSHIN, E., SAWYER, L. & MICHAEL, J. R. 2003. The SEM and its modes of operation. *Scanning Electron Microscopy and X-Ray microanalysis.* Springer.

GOODALL, R., DESPOIS, J.-F., MARMOTTANT, A., SALVO, L. & MORTENSEN, A. 2006a. The effect of preform processing on replicated aluminium foam structure and mechanical properties. *scripta materialia,* 54**,** 2069-2073.

GOODALL, R., MARMOTTANT, A., SALVO, L. & MORTENSEN, A. 2007. Spherical pore replicated microcellular aluminium: Processing and influence on properties. *Materials Science and Engineering: A,* 465**,** 124-135.

GOODALL, R. & MORTENSEN, A. 2014. 24 - Porous Metals A2 - Laughlin, David E. *In:* HONO, K. (ed.) *Physical Metallurgy (Fifth Edition).* Oxford: Elsevier.

GOODALL, R., WEBER, L. & MORTENSEN, A. 2006b. The electrical conductivity of microcellular metals. *Journal of applied physics,* 100**,** 044912.

GOODALL.R. & MORTENSEN.A. 2014. POROUS METALS. *Physical metallurgy.* Elsevier.

GOUSSERY, V., BIENVENU, Y., FOREST, S., GOURGUES, A. F., COLIN, C. & BARTOUT, J. D. 2004. Grain Size Effects on the Mechanical Behavior of Open-cell Nickel Foams. *Advanced Engineering Materials,* 6**,** 432-439.

GRADINGER, R., SIMANCIK, F. & DEGISCHER, H. Determination of mechanical properties of foamed metals. International Conference Welding Technology, Materials and Materials Testing, Fracture Mechanics and Quality Management, Vienna University of Technology, 1997.

GRAEDEL, T. 1994. Chemical mechanisms for the atmospheric corrosion of lead. *Journal of the Electrochemical Society,* 141**,** 922-927.

HANGI, M., WHEELER, V. & LIPIŃSKI, W. 2021. Numerical determination of permeability and Forchheimer coefficient in dual-scale porous media. *International Communications in Heat and Mass Transfer***,** 105089.

HANNAN, M., HOQUE, M., MOHAMED, A. & AYOB, A. 2017. Review of energy storage systems for electric vehicle applications: Issues and challenges. *Renewable and Sustainable Energy Reviews,* 69**,** 771-789.

Références bibliographiques

HAPPEL, J. 1959. Viscous flow relative to arrays of cylinders. *AIChE Journal,* 5**,** 174-177.

HARDY PW, P. G. 1967. U S.

HARSHIT, K. & GUPTA, P. 2020. Advanced Research Developments and Commercialization of Light Weight Metallic Foams. *Handbook of Nanomaterials and Nanocomposites for Energy and Environmental Applications***,** 1-31.

HAYES, R., AFACAN, A. & BOULANGER, B. 1995. An equation of motion for an incompressible Newtonian fluid in a packed bed. *Transport in porous media,* 18**,** 185-198.

HOOMAN, K. & DUKHAN, N. 2013. A theoretical model with experimental verification to predict hydrodynamics of foams. *Transport in porous media,* 100**,** 393-406.

HOUPEURT, A. Etude analogique de l'écoulement radial circulaire transitoire des gaz dans les milieux poreux: application à l'étude des gisements de gaz naturel. 1953. Revue de l'Institut français du pétrole & Annales des combustibles liquides.

HUSCHKA, S. 1998. *Modellierung eines Materialgesetzes zur Beschreibung der mechanischen Eigenschaften von Aluminiumschaum*, VDI-Verlag.

HUTTRER, G. W. 2001. The status of world geothermal power generation 1995–2000. *Geothermics,* 30**,** 1-27.

INAYAT, A., KLUMPP, M., LÄMMERMANN, M., FREUND, H. & SCHWIEGER, W. 2016. Development of a new pressure drop correlation for open-cell foams based completely on theoretical grounds: Taking into account strut shape and geometric tortuosity. *Chemical Engineering Journal,* 287**,** 704-719.

INNOCENTINI, M., SALVINI, V. & PANDOLFELLI, V. 1999a. *The Permeability of Ceramic Foams*.

INNOCENTINI, M. D., SALVINI, V. R., MACEDO, A. & PANDOLFELLI, V. C. 1999b. Prediction of ceramic foams permeability using Ergun's equation. *Materials Research,* 2**,** 283-289.

INNOCENTINI, M. D., SALVINI, V. R., PANDOLFELLI, V. C. & COURY, J. R. 1999c. Assessment of Forchheimer's equation to predict the permeability of ceramic foams. *Journal of the American Ceramic Society,* 82**,** 1945-1948.

JAMSHIDI-ALASHTI, R. & ROUDINI, G. 2012. Producing replicated open-cell aluminum foams by a novel method of melt squeezing procedure. *Materials Letters,* 76**,** 233-236.

JIANG, B., ZHAO, N., SHI, C. & LI, J. 2005. Processing of open cell aluminum foams with tailored porous morphology. *scripta materialia,* 53**,** 781-785.

JINNAPAT, A. & KENNEDY, A. 2011. The manufacture and characterisation of aluminium foams made by investment casting using dissolvable spherical sodium chloride bead preforms. *Metals,* 1**,** 49-64.

KANAHASHI, H., MUKAI, T., YAMADA, Y., SHIMOJIMA, K., MABUCHI, M., AIZAWA, T. & HIGASHI, K. 2001. Experimental study for the improvement of crashworthiness in AZ91 magnesium foam controlling its microstructure. *Materials Science and Engineering: A,* 308**,** 283-287.

KECECIOGLU, I. & JIANG, Y. 1994. Flow through porous media of packed spheres saturated with water.

KHAYARGOLI, P., LOYA, V., LEFEBVRE, L. & MEDRAJ, M. The impact of microstructure on the permeability of metal foams. CSME forum, 2004. 220-228.

KLINKENBERG, L. J. 1941. The Permeability Of Porous Media To Liquids And Gases. *Drilling and Production Practice.* New York, New York: American Petroleum Institute.

KOUIDRI, A. & MADANI, B. 2016. Experimental hydrodynamic study of flow through metallic foams: Flow regime transitions and surface roughness influence. *Mechanics of Materials,* 99**,** 79-87.

Références bibliographiques

KOZENY, J. 1927. Uber kapillare leitung der wasser in boden. *Royal Academy of Science, Vienna, Proc. Class I,* 136**,** 271-306.

KRIVOVICHEV, S. & BURNS, P. 2000. *Crystal chemistry of basic lead carbonates. I. Crystal structure of synthetic shannonite, Pb2O(CO3).*

KUMAR, P., JOBIC, Y. & TOPIN, F. Comment identifier les régimes d'écoulement et déterminer les coefficients d'échange dans les mousses à cellules ouvertes. 2017.

KUMAR, P. & TOPIN, F. 2014. Micro-structural impact of different strut shapes and porosity on hydraulic properties of Kelvin-like metal foams. *Transport in porous media,* 105**,** 57-81.

KUMAR, P. & TOPIN, F. 2017a. *State-of-the-Art of Pressure Drop in Open-Cell Porous Foams: Review of Experiments and Correlations*.

KUMAR, P. & TOPIN, F. 2017b. State-of-the-Art of Pressure Drop in Open-Cell Porous Foams: Review of Experiments and Correlations. *Journal of Fluids Engineering,* 139**,** 111401-111401-13.

KUNDU, P., KUMAR, V. & MISHRA, I. M. 2016. Experimental and numerical investigation of fluid flow hydrodynamics in porous media: Characterization of pre-Darcy, Darcy and non-Darcy flow regimes. *Powder Technology,* 303**,** 278-291.

KUWABARA, S. 1959. The forces experienced by randomly distributed parallel circular cylinders or spheres in a viscous flow at small Reynolds numbers. *Journal of the physical society of Japan,* 14**,** 527-532.

LAGE, J., ANTOHE, B. & NIELD, D. 1997. Two types of nonlinear pressure-drop versus flow-rate relation observed for saturated porous media. *Journal of Fluids Engineering,* 119**,** 700-706.

LANGLOIS, S. & COEURET, F. 1989. Flow-through and flow-by porous electrodes of nickel foam. I. Material characterization. *Journal of applied electrochemistry,* 19**,** 43-50.

LANGLOIS, V., TRINH, V., LUSSO, C., PERROT, C., CHATEAU, X., KHIDAS, Y. & PITOIS, O. 2017. Permeability of porous foamy materials. *arXiv preprint arXiv:1712.05860*.

LASSEUX, D. & VALDÉS-PARADA, F. J. 2017. On the developments of Darcy's law to include inertial and slip effects. *Comptes Rendus Mecanique,* 345**,** 660-669.

LEFEBVRE, L. P., BANHART, J. & DUNAND, D. C. 2008. Porous metals and metallic foams: current status and recent developments. *Advanced Engineering Materials,* 10**,** 775-787.

LI, Y., ZHU, Y., ZHAO, S. & LIU, X. 2015. The weathering and transformation process of lead in China's shooting ranges. *Environmental Science: Processes & Impacts,* 17**,** 1620-1633.

LIU, J. 2011. *Etude expérimentale de la perméabilité relative des matériaux cimentaires et simulation numérique du transfert d'eau dans le béton.* Ecole centrale de Lille.

LIU, P., LI, T. & FU, C. 1999. Relationship between electrical resistivity and porosity for porous metals. *Materials Science and Engineering: A,* 268**,** 208-215.

LLOYD, G. E. 1987. Atomic number and crystallographic contrast images with the SEM: a review of backscattered electron techniques. *Mineralogical Magazine,* 51**,** 3-19.

LU, X. 2020. *Fluid Flow and Heat Transfer in Porous Media Manufactured by a Space Holder Method*, Springer Nature.

LUND, J. W. & FREESTON, D. H. 2001. World-wide direct uses of geothermal energy 2000. *Geothermics,* 30**,** 29-68.

Références bibliographiques

M. ODABAEE, K. H., H. GURGENCI. Comparing the tube fin heat exchangers to metal foam heat exchangers for geothermal applications. Australian Geothermal Energy Conference, 2009 brisbane.

M.F. ASHBY, A. G. E., N.A. FLECK, L.J. GIBSON, J.W. HUTCHINSON AND H.N.G. WADLEY 2000. *Metal Foams: A Design Guide,* United States of America, Butterworth-Heinemann.

MA, H. & RUTH, D. 1993. The microscopic analysis of high Forchheimer number flow in porous media. *Transport in porous media,* 13**,** 139-160.

MA, L. Q., HARDISON, D. W., HARRIS, W. G., CAO, X. & ZHOU, Q. 2007. Effects of soil property and soil amendment on weathering of abraded metallic Pb in shooting ranges. *Water, air, and soil pollution,* 178**,** 297-307.

MA, X., PEYTON, A. & ZHAO, Y. 2005. Measurement of the electrical conductivity of open-celled aluminium foam using non-contact eddy current techniques. *NDT & E International,* 38**,** 359-367.

MADANI, B., TOPIN, F., RIGOLLET, F. & TADRIST, L. 2007. Flow laws in metallic foams: Experimental determination of inertial and viscous contributions. *Journal of porous media,* 10.

MAGNICO, P. 2009. Analysis of permeability and effective viscosity by CFD on isotropic and anisotropic metallic foams. *Chemical Engineering Science,* 64**,** 3564-3575.

MAI, T. T. T., PHAN, T. B., PHAM, T. T. & VU, H. H. 2014. Nanostructured PbO2-PANi composite materials for electrocatalytic oxidation of methanol in acidic sulfuric medium. *Advances in Natural Sciences: Nanoscience and Nanotechnology,* 5**,** 025004.

MAJIMA, H., PETERS, E., AWAKURA, Y. & PARK, S. K. 1987. Electrical conductivity of acidic sulfate solution. *Metallurgical Transactions B,* 18**,** 41-47.

MARKAKI, A. & CLYNE, T. 2001. The effect of cell wall microstructure on the deformation and fracture of aluminium-based foams. *Acta Materialia,* 49**,** 1677-1686.

MAUROY, B., FILOCHE, M., ANDRADE JR, J. & SAPOVAL, B. 2003. Interplay between geometry and flow distribution in an airway tree. *Physical Review Letters,* 90**,** 148101.

MCCULLOUGH, K. Y., FLECK, N. A. & ASHBY, M. F. 1999. Uniaxial stress–strain behaviour of aluminium alloy foams. *Acta Materialia,* 47**,** 2323-2330.

MCFARLAND JD, D. P. 1976;. Visualisation of the transition to

turbulent flow in porous media. *Can Petrol Technol,* 15(2):**,** 71-7.

MEI, C. & AURIAULT, J.-L. 1991. The effect of weak inertia on flow through a porous medium. *Journal of Fluid Mechanics,* 222**,** 647-663.

MIWA, S. & REVANKAR, S. T. 2011. Hydrodynamic characterization of nickel metal foam, Part 2: Effects of pore structure and permeability. *Transport in porous media,* 89**,** 323-336.

MOREIRA, E., INNOCENTINI, M. & COURY, J. 2004. Permeability of ceramic foams to compressible and incompressible flow. *Journal of the European Ceramic Society,* 24**,** 3209-3218.

MUSKAT, M. 1982. The flow of homogeneous fluids through porous media. *Soil Science,* 46**,** 169.

NEWMAN, J. & TIEDEMANN, W. 1975. Porous-electrode theory with battery applications. *AIChE Journal,* 21**,** 25-41.

NIEBYLSKI, L. 1970. German Patent.

Références bibliographiques

NIEBYLSKI, L., JAREMA, C. & IMMETHUN, P. 1974. Metal foams and process therefor. *Patent US*, 3794481**,** 26.

NIEBYLSKI, L. M., JAREMA, C. P. & LEE, T. E. 1976. Reinforced foamed metal. Google Patents.

NIEH, T., HIGASHI, K. & WADSWORTH, J. 2000. Effect of cell morphology on the compressive properties of open-cell aluminum foams. *Materials Science and Engineering: A*, 283**,** 105-110.

NIEH, T., KINNEY, J., WADSWORTH, J. & LADD, A. 1998. Morphology and elastic properties of aluminum foams produced by a casting technique. *scripta materialia,* 38**,** 1487-1494.

NIELD, D. A., BEJAN, A. & NIELD-BEJAN... 2006. *Convection in porous media*, Springer.

ONCK, P., VAN MERKERK, R., DE HOSSON, J. T. M. & SCHMIDT, I. 2004. Fracture of Metal Foams: In-situ Testing and Numerical Modeling. *Advanced Engineering Materials,* 6**,** 429-431.

PAEK, J. W., KANG, B. H., KIM, S. Y. & HYUN, J. M. 2000. Effective Thermal Conductivity and Permeability of Aluminum Foam Materials1. *International Journal of Thermophysics,* 21**,** 453-464.

PANFILOV, M. & FOURAR, M. 2006. Physical splitting of nonlinear effects in high-velocity stable flow through porous media. *Advances in Water Resources,* 29**,** 30-41.

PANFILOV, M., OLTEAN, C., PANFILOVA, I. & BUÈS, M. 2003. Singular nature of nonlinear macroscale effects in high-rate flow through porous media. *Comptes Rendus Mecanique,* 331**,** 41-48.

PARK, S.-H., SEO, D.-H. & JEONG, J. H. 2020. Experimental and numerical analysis of thermal flow in open-cell porous metal during Darcy-Forchheimer transition regime. *Applied Thermal Engineering***,** 116029.

PAUTHENET, M., DAVIT, Y., QUINTARD, M. & BOTTARO, A. 2018. Inertial sensitivity of porous microstructures. *Transport in Porous Media,* 125**,** 211-238.

PORTER, F. C. 1994. *Corrosion resistance of zinc and zinc alloys*, CRC Press.

RAMAMURTY, U. & PAUL, A. 2004. Variability in mechanical properties of a metal foam. *Acta Materialia,* 52**,** 869-876.

RASHID, M. H. 2011. Power electronics handbook: devices, circuits, and applications/edited by Muhammad H. Rashid.

REGULSKI, W., SZUMBARSKI, J., GUMOWSKI, K., SKIBIŃSKI, J., WICHROWSKI, M. & WEJRZANOWSKI, T. 2015. Pressure drop in flow across ceramic foams—A numerical and experimental study. *Chemical Engineering Science,* 137**,** 320-337.

RICHARDSON, J., PENG, Y. & REMUE, D. 2000. Properties of ceramic foam catalyst supports: pressure drop. *Applied Catalysis A: General,* 204**,** 19-32.

ROJAS, S. & KOPLIK, J. 1998. Nonlinear flow in porous media. *Physical Review E,* 58**,** 4776.

RUETSCHI, P. 1977. Review on the lead—acid battery science and technology. *Journal of Power Sources,* 2**,** 3-120.

SAN MARCHI, C., DESPOIS, J.-F. & MORTENSEN, A. 2004. Uniaxial deformation of open-cell aluminum foam: the role of internal damage. *Acta Materialia,* 52**,** 2895-2902.

SAN MARCHI, C., DESPOIS, J. F. & MORTENSEN, A. 2000. Fabrication and Compressive Response of Open-Cell Aluminum Foams with Sub-Millimeter Pores. *Microstructural Investigation and Analysis,* 4**,** 34-39.

SAN MARCHI, C. & MORTENSEN, A. 2001. Deformation of open-cell aluminum foam. *Acta Materialia,* 49**,** 3959-3969.

Références bibliographiques

SAN MARCHI, C. & MORTENSEN, A. 2002. Infiltration and the replication process for producing metal sponges. Wiley-VCH.

SÁNCHEZ-NAVAS, A., LÓPEZ-CRUZ, O., VELILLA, N. & VIDAL, I. 2013. Crystal growth of lead carbonates: Influence of the medium and relationship between structure and habit. *Journal of Crystal Growth,* 376**,** 1-10.

SANGANI, A. S. & YAO, C. 1988. Transport processes in random arrays of cylinders. II. Viscous flow. *The Physics of fluids,* 31**,** 2435-2444.

SAVACI, U., YILMAZ, S. & GÜDEN, M. 2012. Open cell lead foams: processing, microstructure, and mechanical properties. *Journal of Materials Science,* 47**,** 5646-5654.

SCHEIDEGGER, A. E. 1974. *The Physics of Flow Through Porous Media,* Toronto, University of Toronto Press.

SCHNEEBELI, G. 1955. Expériences sur la limite de validité de la loi de Darcy et l'apparition de la turbulence dans un écoulement de filtration. *La Houille Blanche***,** 141-149.

SEVOSTIANOV, I., KOVÁIK, J. & SIMANÍK, F. 2002. Correlation between elastic and electric properties for metal foams: theory and experiment. *International Journal of Fracture,* 114**,** 23-28.

SHIH, W., CHIU, W. & HSIEH, W. 2006. Height effect on heat-transfer characteristics of aluminum-foam heat sinks.

SHOU, D., FAN, J. & DING, F. 2010. A difference-fractal model for the permeability of fibrous porous media. *Physics Letters A,* 374**,** 1201-1204.

SHOU, D., FAN, J. & DING, F. 2011. Hydraulic permeability of fibrous porous media. *International Journal of Heat and Mass Transfer,* 54**,** 4009-4018.

SIMANCIK, F., DEGISCHER, H., KÖRNER, C., SINGER, R., BANHART, J., BAUMGÄRTNER, F., RAUSCH, G., ARNOLD, M., THIES, M. & SAN MARCHI, C. 2002. Handbook of cellular metals: production, processing, applications.

SIMONE, A. & GIBSON, L. 1997. The compressive behaviour of porous copper made by the GASAR process. *Journal of materials science,* 32**,** 451-457.

SIMONE, A. & GIBSON, L. J. 1998. Aluminum foams produced by liquid-state processes. *Acta Materialia,* 46**,** 3109-3123.

SIMONE, A. E. & GIBSON, L. 1996. The tensile strength of porous copper made by the GASAR process. *Acta Materialia,* 44**,** 1437-1447.

SIVANESAPILLAI, R., STEEB, H. & HARTMAIER, A. 2014. Transition of effective hydraulic properties from low to high Reynolds number flow in porous media. *Geophysical Research Letters,* 41**,** 4920-4928.

SKJETNE, E. 1995. *High-velocity flow in porous media.* Ph.D., Norwegian University of Science and Technology.

SKJETNE, E. & AURIAULT, J.-L. 1999. High-Velocity Laminar and Turbulent Flow in Porous Media. *Transport in Porous Media,* 36**,** 131-147.

SOBERA, M. & KLEIJN, C. 2006. Hydraulic permeability of ordered and disordered single-layer arrays of cylinders. *Physical Review E,* 74**,** 036301.

STEELE, I. M., PLUTHL, J. J. & LIVINGSTONE, A. 1998. Crystal structure of macphersonite (Pb4SO4 (CO3) 2 (OH) 2): comparison with leadhillite. *Mineralogical magazine,* 62**,** 451-459.

SUGIMURA, Y., MEYER, J., HE, M., BART-SMITH, H., GRENSTEDT, J. & EVANS, A. 1997. On the mechanical performance of closed cell Al alloy foams. *Acta Materialia,* 45**,** 5245-5259.

Références bibliographiques

TADRIST, L., MISCEVIC, M., RAHLI, O. & TOPIN, F. 2004. About the Use of Fibrous Materials in Compact Heat Exchangers. *Experimental Thermal and Fluid Science,* 28**,** 193-199.

TAKHANOV, D. 2011. Forchheimer model for non-Darcy flow in porous media and fractures.

TAMAYOL, A. & BAHRAMI, M. 2009. Analytical determination of viscous permeability of fibrous porous media. *International Journal of Heat and Mass Transfer,* 52**,** 2407-2414.

TECHNOLOGY, P. R. I. N. E. A. I., DEVELOPMENT ORGANIZATION (NEDO), J., "STANDARDISATION & OF TESTING METH. OF POROUS MET" (IN JAPANESE) 2006 & 2007.

THORNTON, P. & MAGEE, C. 1975. The deformation of aluminum foams. *Metallurgical Transactions A,* 6**,** 1253-1263.

TRILOK, G. & GNANASEKARAN, N. Numerical study on maximizing heat transfer and minimizing flow resistance behavior of metal foams owing to their structural properties. *International journal of thermal sciences,* 159**,** 106617.

TRINH, V. H. Microstructure and Permeability of Anisotropic Open-Cell Foams. International Conference on Engineering Research and Applications, 2019. Springer, 471-476.

U. KRUPP, J. A., A. OHRNDORF, A. DANNINGER, & T. HIPKE, J. H., M. REINFRIED 2008.

VAN LOPIK, J. H., SNOEIJERS, R., VAN DOOREN, T. C., RAOOF, A. & SCHOTTING, R. J. 2017. The effect of grain size distribution on nonlinear flow behavior in sandy porous media. *Transport in Porous Media,* 120**,** 37-66.

VAZQUEZ, S., LUKIC, S. M., GALVAN, E., FRANQUELO, L. G. & CARRASCO, J. M. 2010. Energy storage systems for transport and grid applications. *IEEE Transactions on industrial electronics,* 57**,** 3881-3895.

VENKATARAMAN, P. & RAO, P. R. M. 1998. Darcian, transitional, and turbulent flow through porous media. *Journal of hydraulic engineering,* 124**,** 840-846.

VESENJAK, M., ÖCHSNER, A. & REN, Z. Computational modelling of closed-and open-cell cellular structures with fillers. IUTAM Symposium on Mechanical Properties of Cellular Materials, 2009. Springer, 197-206.

WADLEY, H. N. G. 2002. Cellular Metals Manufacturing. *Advanced Engineering Materials,* 4**,** 726-733.

WHITAKER, S. 1996. The Forchheimer equation: a theoretical development. *Transport in porous media,* 25**,** 27-61.

WOUDBERG, S., MARÉ, E., VAN HEYNINGEN, M., THERON, F. & LE COQ, L. 2020. Predicting the permeability and specific surface area of compressed and uncompressed fibrous media including the Klinkenberg effect. *Powder Technology*.

XF, REN STORGAARD, J., RGENSEN & MARTA, W. 1987. The Fate of Lead in Soils: The Transformation of Lead Pellets in Shooting-Range Soils. *Ambio,* 16**,** 11-15.

XU, W., ZHANG, H., YANG, Z. & ZHANG, J. 2008. Numerical investigation on the flow characteristics and permeability of three-dimensional reticulated foam materials. *Chemical Engineering Journal,* 140**,** 562-569.

YAMADA, Y., CUI, E. W., SHIMOJIMA, K., HOSOKAWA, H., CHINO, Y. & MABUCHI, M. 2002. Compressive deformation characteristics of open-cell Mg alloys with controlled cell structure. *Materials Transactions,* 43**,** 1298-1305.

Références bibliographiques

YAMADA, Y., CUI, E. W., SHIMOJIMA, K., MABUCHI, M., NAKAMURA, M., ASAHINA, T., AIZAWA, T. & HIGASHI, K. 2000a. Effects of cell geometry on the compressive properties of nickel foams. *Materials Transactions, JIM,* 41**,** 1136-1138.

YAMADA, Y., SHIMOJIMA, K., SAKAGUCHI, Y., MABUCHI, M., NAKAMURA, M., ASAHINA, T., MUKAI, T., KANAHASHI, H. & HIGASHI, K. 1999. Compressive properties of open-cellular SG91A Al and AZ91 Mg. *Materials Science and Engineering: A,* 272**,** 455-458.

YAMADA, Y., SHIMOJIMA, K., SAKAGUCHI, Y., MABUCHI, M., NAKAMURA, M., ASAHINA, T., MUKAI, T., KANAHASHI, H. & HIGASHI, K. 2000b. Effects of heat treatment on compressive properties of AZ91 Mg and SG91A Al foams with open-cell structure. *Materials Science and Engineering: A,* 280**,** 225-228.

YANG, X., LU, T. J. & KIM, T. 2014. An analytical model for permeability of isotropic porous media. *Physics Letters A,* 378**,** 2308-2311.

YANG, X., YANG, T., XU, Z. & YANG, B. 2017. Experimental investigation of flow domain division in beds packed with different sized particles. *Energies,* 10**,** 1401.

YU, B. & CHENG, P. 2002. A fractal permeability model for bi-dispersed porous media. *International Journal of Heat and Mass Transfer,* 45**,** 2983-2993.

YU, B. & LIU, W. 2004. Fractal analysis of permeabilities for porous media. *AIChE Journal,* 50**,** 46-57.

ZHANG, L., ZHANG, X. & LIU, Z. 2020. An efficient numerical method for pressure loss investigation in an oil/air separator with metal foam in an aero-engine. *Energies,* 13**,** 346.

ZHAO, S. 2002. Thought about the exponential item in formulas calculating tensile strength for high-porosity materials. *Materials & Design,* 23**,** 497-499.

ZHAO, Y. & SUN, D. 2001. A novel sintering-dissolution process for manufacturing Al foams. *scripta materialia,* 44**,** 105-110.

ZHONG, W., JI, X., LI, C., FANG, J. & LIU, F. 2018. Determination of Permeability and Inertial Coefficients of Sintered Metal Porous Media Using an Isothermal Chamber. *Applied Sciences,* 8**,** 1670.

ZHONG, W., LI, X., LIU, F., TAO, G., LU, B. & KAGAWA, T. 2014. Measurement and correlation of pressure drop characteristics for air flow through sintered metal porous media. *Transport in Porous Media,* 101**,** 53-67.

ZHOU, J., GAO, Z., CUITINO, A. & SOBOYEJO, W. 2004a. Effects of heat treatment on the compressive deformation behavior of open cell aluminum foams. *Materials Science and Engineering: A,* 386**,** 118-128.

ZHOU, J., SHROTRIYA, P. & SOBOYEJO, W. 2004b. Mechanisms and mechanics of compressive deformation in open-cell Al foams. *Mechanics of Materials,* 36**,** 781-797.

ZIMMERMAN, R. W., AL-YAARUBI, A., PAIN, C. C. & GRATTONI, C. A. 2004. Non-linear regimes of fluid flow in rock fractures. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences,* 41**,** 163-169.

ANNEXE DES PRODUCTIONS SCIENTIFIQUES