Mesure de la résistance thermique de super isolant pour le stockage de l'hydrogène liquide en condition cryogéniques

Dans de nombreux domaines notamment le spatial et l'aéronautique, le transport de l'hydrogène à l'état liquide est souvent la seule solution. Pour cela il faut des réservoir très bien isolés. Dans ce cadre nous avons été solicité pour des caractérisations de matériaux en condition cryogéniques.

Quels isolant pour le stockage de l'hydrogène liquide ?

Pour le savoir, il est nécessaire de mesurer les performances de ces différents isolants :

- isolants en vrac
- Aérogels
- MLI (Multi Layer Insulator)
- …

Pour évaluer cela nous avons mis au point une plateforme normalisée de mesure d'isolants sous vide en condition cryogéniques. Ce dispositif est conforme à la norme ASTM C1774. Ce dispositif expérimental est opérationnel aussi sur les isolants en vrac comme les aérogels. Le dispositif fonctionne aussi à pression atmosphérique si nécessaire.

Cet article décrit ce dispositif qui évoluera dans les mois à venir pour mesurer jusqu'à 20K, température de stockage de l'hydrogène liquide.

Ce dispositif fait partie d'un ensemble de bancs de mesures qui sont développé pour caractériser les composant et matériaux jusqu'à 20K (conductivité thermique, module d'élasticité, dilatométrie,…), car si les mesures à 77K sont actellement réalisé nous souhaitons pouvoir aller plus bas en température pour répondre à la demande croissante de caractérisation.

Afin de mesurer la résistance thermique d'un super isolant (par exemple de type MLI, multi layer insulator), on a développé un dispositif de mesure pour cela. Il est composé d'un cylindrique de diamètre externe 114mm et de 450mm de haut. Ce réservoir de mesure est encadré par deux autres réservoir cylindriques de même diamètre et de 100mm de haut. Le dispositif est similaire au dispositif décrit dans la norme ASTM C1774 de la Figure 1. Les trois réservoirs sont remplis d'azote liquide Les deux réservoirs aux extrémités servent de garde thermique. La mesure de la puissance traversant l'isolant est mesurée par le débit massique d'azote vaporisé, connaissant la chaleur latente de l'azote.

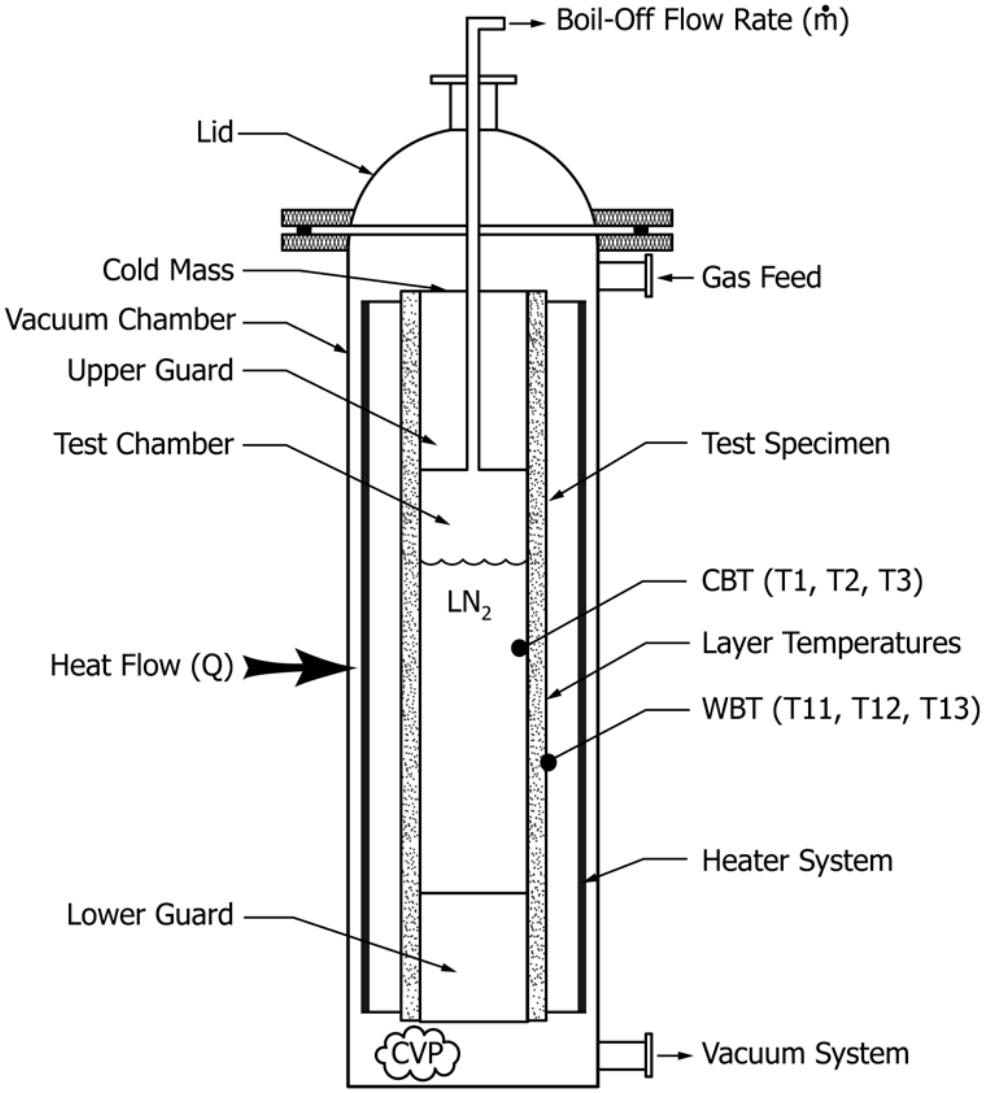


Figure 1 : Dispositif de mesure selon ASTM C1774

Les dispositifs de mesures :
La température de l'enceinte intérieure est à 77K. La mesure de l'enceinte extérieure est assurée par plusieurs thermocouples collées à l'enceinte extérieure.
Les débits sont mesurés par deux débitmètres massiques spécialement étalonnés pour de l'azote pur. Les deux débitmètres couvrent l'ensemble de la gamme de débit utile.
Le dispositif est présenté sur les figures 2 à 5.



Figure 2 : Dispositif de mesure. A sortie vers les débitmètres, B remplissage du réservoir de mesure, C remplissage d'une des gardes, D jauge de Penning, E pompe turbo-moléculaire.



Figure 3 : détail du dispositif d'alimentation en azote liquide et des sorties vers les débitmètres.

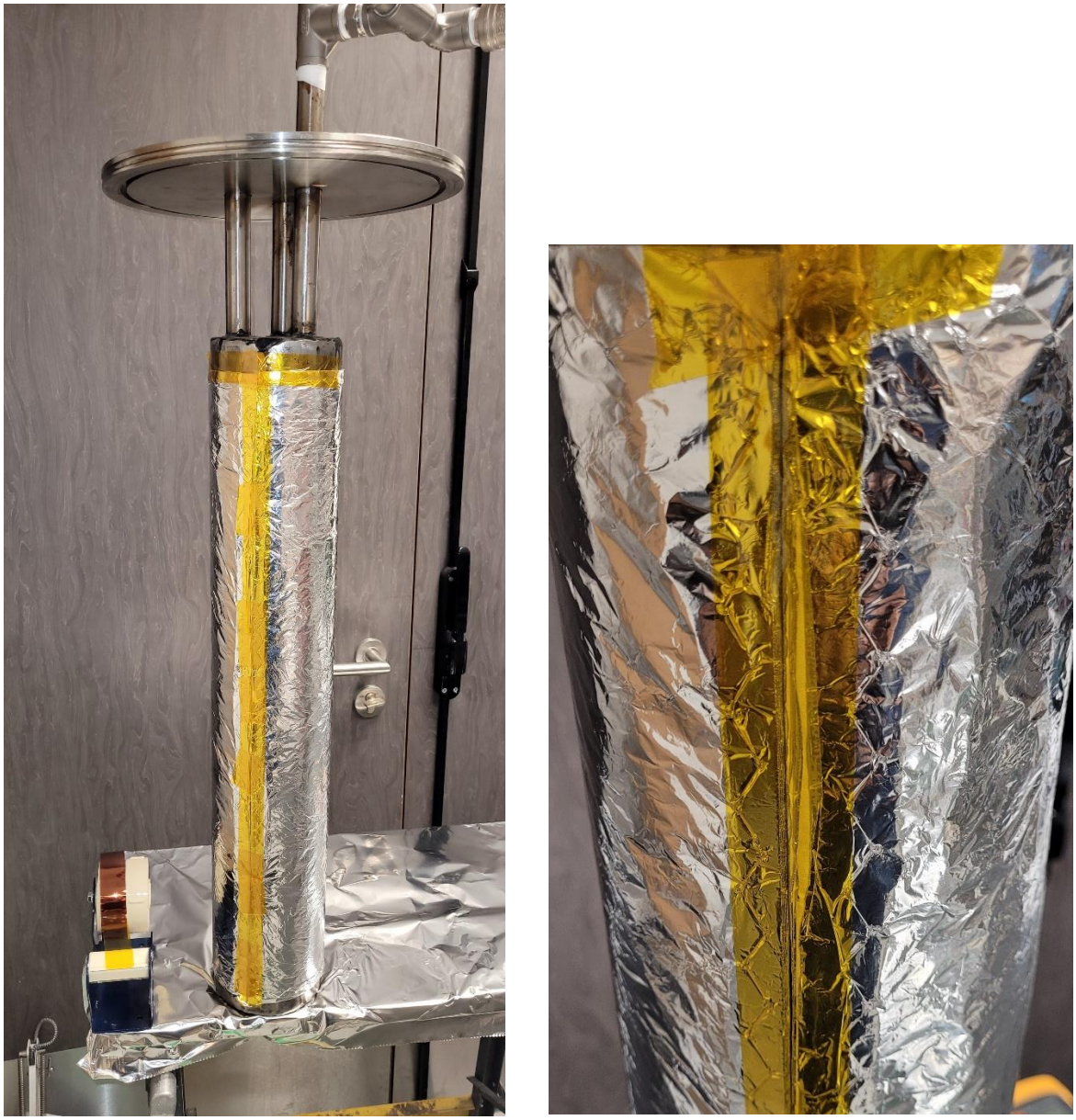


Figure 4 : A gauche le cylindre muni d'un isolant de type MLI (en haut on peut voir les 3 tubes d'alimentation en azote liquide du cylindre de mesure et les deux gardes) à droite le détail du dispositif installé.

Principe de la mesure :

La norme ASTM C1774 propose de calculer la puissance apportée à travers l'isolant par l'équation suivante :

$$Q = \rho \cdot \dot{V} \cdot L_{v\,massique}$$

Où Q est la puissance en W, $\dot{V}$ est le débit volumique en m^3/s, ρ la masse volumique en kg/m^3 à la température du gaz au niveau de la mesure du débit et $L_{v\,massique}$ la chaleur latente massique de vaporisation en J/kg. Voici les valeurs qui ont été prise pour les chaleurs latentes :

Chaleur latente (J/mol)	2792.8
Chaleur latente (J/kg)	198380
Chaleur latente (J/g)	198.38

Le choix ici a été différent en prenant des débitmètres massiques calibrés pour le diazote.
Ainsi la question de la température du gaz en sortie n'est plus un problème puisque c'est la quantité de matière qui est mesurée :

Débit molaire :

$$\dot{n} = \frac{P \cdot \dot{V}_{CNTP}}{R \cdot T}$$

Où P est la pression en Pa, T la température des CNTP en K, $\dot{n}$ le débit molaire en mol/s, $\dot{V}_{CNTP}$ le débit volumique ramené aux CNTP en m^3/s et R la constante des gaz parfaits en J/mol/K.
Ce qui donne au final une puissance de chauffe :

$$Q = M \cdot L_{V\ molaire} \cdot \dot{n}$$

Au final nous avons donc :

$$Q = \frac{M \cdot L_{V\ molaire} \cdot P \cdot \dot{V}_{CNTP}}{R \cdot T}$$

Le principe est de mesurer le débit volumique du diazote vaporisé dans les conditions normales de température et de pression (CNTP) une fois le gaz réchauffé à température ambiante.
La mesure du débit est un débit massique mais la mesure est donnée par le débitmètre en mL/mn dans les CNTP. Ce débit est rapporté aux conditions normales. C'est donc une quantité de matière.

Calcul de la conductivité apparente :
Conformément à la norme C168, la conductivité thermique s'applique à un matériau homogène avec un seul mode de transfert de chaleur et est généralement indépendante de l'épaisseur. La conductivité thermique apparente s'applique à un matériau qui présente une transmission thermique par plusieurs modes de transfert de chaleur, ce qui entraîne souvent des variations de propriété en fonction de l'épaisseur, de l'émissivité de surface, du contenu cellulaire ou interstitiel, etc. L'utilisation du terme "apparent" doit toujours être accompagné des conditions de la mesure. Ces problèmes d'utilisation se posent pour les matériaux homogènes ; les variations de propriétés, sont souvent encore plus prononcées dans le cas des essais sous vide cryogénique.

Nous avons fait le choix de prendre comme surface de référence la surface du cylindre de mesure intérieur (diamètre de 114mm) pour calculer le flux. Etant donnée la faible épaisseur de l'isolant cela n'entraine pas un biais supérieur à 1% (à la place de prendre un modèle axisymétrique prenant dans le calcul le logarithme du ratio des diamètre).

Le flux s'écrit donc :

$$\Phi = \frac{Q}{S}$$

Où Φ est le flux en W/m^2 et S la surface du cylindre de mesure en m^2 Cela donne une résistance thermique :

$$R = \frac{\Delta T}{\Phi}$$

R est la résistance thermique en K.m2/W et ΔT l'écart de température entre le cylindre de mesure et la température du cylindre extérieur en K.

La résistance semble être le paramètre le plus intéressant à comparer car il n'est pas soumis aux aléa de mesure de l'épaisseur qui peut être fortement variable.

La conductivité apparente se calcule avec la même approximation que pour le flux (hypothèse d'une surface plane et non cylindrique) :

$$\lambda = \frac{e}{R}$$

Nous sommes maintenant apte à effectuer des mesures de routines des propriétés thermique de ces isolants, et avons hâte de pouvoir effectuer dans un avenir proche ces mesures à 20K.