

# Prise en compte du couplage échantillon-support pour la caractérisation thermique à haute température de matériaux anisotropes

Christophe RODIET<sup>1\*</sup>, Benjamin REMY<sup>1</sup>, Alain DEGIOVANNI<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Laboratoire d'Energétique et de Mécanique Théorique et Appliquée (L.E.M.T.A)  
U.M.R 7563 – CNRS – Université de Lorraine.

ENSEM - 02, avenue de la Forêt de Haye - TSA 60604, 54518 Vandœuvre-lès-Nancy Cedex, France  
Ecole Nationale Supérieure d'Electricité et de Mécanique (E.N.S.E.M)

\* (auteur correspondant : christophe.rodiet@univ-lorraine.fr)

**Résumé** - Dans ce papier, des méthodes de caractérisation thermique sur zone réduite de matériaux anisotropes prenant en compte le couplage échantillon-support sont présentées. L'originalité de ce travail consiste à utiliser les mesures de températures faites par caméra infrarouge sur les bords de l'échantillon et à les introduire comme conditions aux limites pour s'affranchir de la présence du porte-échantillon. En utilisant le principe de superposition et une transformation intégrale adaptée, il est ensuite possible de remonter simultanément aux propriétés du matériau dans ses différentes directions d'anisotropie par une méthode de type moindres carrés appliquée aux harmoniques spatiales du champ de température. Trois méthodes/modèles sont proposés. Elles sont comparées à une transformation Fourier-Cosinus (estimation tous harmoniques) sur des simulations numériques bruitées à l'aide d'une méthode de Monte-Carlo avant d'être utilisés sur des mesures expérimentales.

## 1. Introduction

De nombreux nouveaux matériaux (isolants ou très conducteurs) sont fabriqués et nécessitent d'être caractérisés, dans un but de sureté, d'optimisation, ou de vieillissement thermique (matériaux aérospatiaux, panneaux solaires photovoltaïques, barrières thermiques d'accélérateurs de particules / de réacteurs nucléaires, de rentrée atmosphérique,...), par exemple. Lorsque l'on cherche à caractériser thermiquement des matériaux, de nombreuses méthodes existent. En effet, par exemple, Plana [1] propose une méthode utilisant les différences finies ADI, Thomas [2] utilise une méthode basée sur les éléments finis, et la méthode de Demange [3] est basée sur la séparation des variables. Cependant, ces méthodes supposent connue la forme spatio-temporelle de l'excitation. En particulier, lorsque l'on cherche à caractériser des isolants ou à faire de la caractérisation à haute température, des difficultés supplémentaires apparaissent. Dans le premier cas, lorsqu'un échantillon est très faiblement conducteur de la chaleur, la zone chauffée est réduite du fait de la faible diffusion. Il peut alors être intéressant de travailler sur une zone réduite de l'échantillon. Dans le second cas, lors de la caractérisation à haute température, on est souvent amené à utiliser des portes échantillons pouvant occulter partiellement la surface apparente de l'échantillon et/ou induire un couplage thermique non négligeable avec celui-ci. Ainsi, le but de ce papier est de présenter des méthodes pour la caractérisation thermique de matériaux anisotropes, pouvant s'appliquer sur une zone réduite, et permettant de s'affranchir de la forme spatiale de l'excitation ainsi que du couplage thermique existant entre l'échantillon et son support. Le principe consiste à utiliser les températures mesurées par caméra infrarouge près des bords de la zone d'étude de l'échantillon, et à les introduire comme conditions aux limites. Parmi les trois méthodes proposées, deux d'entre elles consistent à utiliser le principe de superposition afin de se ramener à des conditions aux limites de type Dirichlet homogène. Ces méthodes peuvent être appliquées en face avant ou arrière, et permettent avec une expérience unique d'obtenir simultanément les propriétés thermiques (diffusivités) du matériau dans ses trois directions principales d'anisotropies, à l'aide d'une méthode de moindres carrés appliquée à l'ensemble des harmoniques spatiales du champ de température. Les méthodes proposées sont basées sur la méthode Flash initialement développée par Parker [4] en 1961 pour la mesure de diffusivité suivant l'épaisseur. Dans une première partie, nous présenterons les méthodes que nous proposons pour prendre en compte des conditions aux limites où le flux et la température aux parois varient avec le temps. Dans une seconde partie, nous validerons ces méthodes à l'aide d'une méthode de Monte-Carlo en les

comparant sur des simulations numériques bruitées à la méthode que nous appellerons « Cos AH » proposée par Ruffio [5] et Rodiet [6] basée sur une transformation Fourier-Cosinus et effectuant l'estimation sur l'ensemble des harmoniques simultanément. Enfin, dans une dernière partie, nous appliquerons les différentes méthodes sur des mesures expérimentales réalisées sur un matériau conducteur anisotrope en carbone.

## 2. Modélisation du problème et méthode d'estimation

### 2.1. Problème général

Nous supposons que l'échantillon à caractériser est de forme parallélépipédique, maintenu à l'aide d'un support sur ses cotés latéraux, qu'il subit sur l'une de ses faces (« face avant ») une sollicitation sous forme de flux à variables séparables  $\varphi_{flash}(x, y, t) \equiv \phi(x, y) \cdot \psi(t)$  et que la mesure du champ de température se fait sur une partie de la face opposée à celle de l'excitation (« face arrière ») comme indiqué sur les Figure 1 et Figure 2. De plus, nous supposons constantes la température extérieure  $T_{ext}$  ainsi que les propriétés thermiques (dans la gamme de température de l'expérience).

Soient,  $\{L_x, L_y, L_z\}$  les dimensions de la zone d'étude (inférieure ou égale à celles de l'échantillon total). Les pertes avec l'extérieur sont prises en compte à l'aide de coefficients d'échanges globaux constants et uniformes notés  $h_{z_0}$  et  $h_{z_L}$ . Le flux échangé avec l'extérieur par la « face avant » de l'échantillon est noté  $\varphi_{z_0}(x, y, t) = h_{z_0}(T(x, y, 0, t) - T_{ext})$  et celui échangé par la « face arrière »  $\varphi_{z_L}(x, y, t) = h_{z_L}(T(x, y, L_z, t) - T_{ext})$ . On posera  $T^*(x, y, z, t) = T(x, y, z, t) - T_{ext}$ . Les conditions aux limites (matérialisées par les points jaunes sur la Figure 1) seront supposées uniformes dans l'épaisseur (au sens de l'approximation de l'ailette). Notons que cela peut être réalisé à l'aide d'une excitation localisée adaptée au temps caractéristique de l'échantillon qui doit être plus faible dans l'épaisseur que dans le plan. Les points jaunes sur la Figure 1 montrent les points correspondants aux conditions aux limites « vues » par la caméra infrarouge en face-arrière.

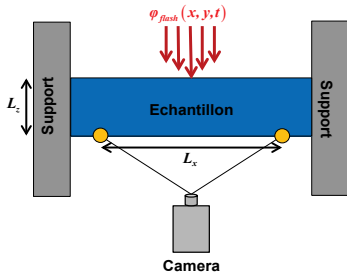


Figure 1 : Illustration schématique du principe de mesure

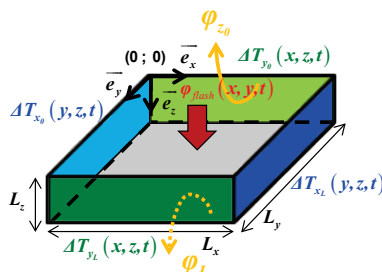


Figure 2 : Illustration schématique de la zone de mesure

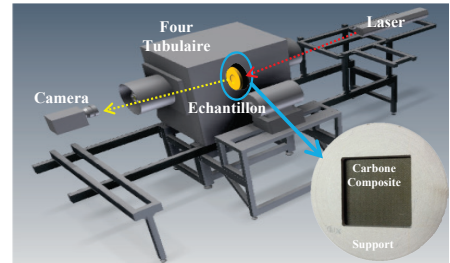


Figure 3 : Schéma de principe du dispositif expérimental pour la mesure de diffusivité sur zone réduite en face-arrière

De plus, afin d'alléger la présentation de la méthode et de diminuer le temps de calcul (dû à la taille importante des matrices à traiter), nous moyennerons le champ de température suivant ( $Oy$ ) en supposant que les flux sont identiques en  $y = 0$  et  $y = L_y$ . Ainsi, en posant

$\bar{T}^*(x, z, t) = \frac{1}{L_y} \int_0^{L_y} T^*(x, y, z, t) dy$ ,  $\bar{\varphi}(x, t) = \frac{1}{L_y} \int_0^{L_y} \varphi(x, y, t) dy$ , et en introduisant les températures  $\overline{\Delta T_{x_0}}(t)$  et  $\overline{\Delta T_{x_L}}(t)$  mesurées par la caméra comme conditions aux limites, le problème s'écrit :

$$\begin{cases} \lambda_x \frac{\partial^2 \bar{T}^*}{\partial x^2} + \lambda_z \frac{\partial^2 \bar{T}^*}{\partial z^2} = \rho c \frac{\partial \bar{T}^*}{\partial t} \\ \text{à } t = 0, \quad \bar{T}^*(x, z, t)_{t=0} = 0 \end{cases} \quad \begin{cases} \text{en } x = 0, \quad \bar{T}^*(x, z, t)_{x=0} = \overline{\Delta T}_{x_0}(t) \\ \text{en } x = L_x, \quad \bar{T}^*(x, z, t)_{x=L_x} = \overline{\Delta T}_{x_L}(t) \end{cases} \quad (1)$$

$$\begin{cases} \text{en } z = 0, \quad -\lambda_z \frac{\partial \bar{T}^*}{\partial z} \Big|_{z=0} = \bar{\varphi}_{flash}(x, t) - \bar{\varphi}_{z_0} \end{cases} \quad \begin{cases} \text{en } z = L_z, \quad -\lambda_z \frac{\partial \bar{T}^*}{\partial z} \Big|_{z=L_z} = \bar{\varphi}_{z_L} \end{cases}$$

On peut remarquer qu'en procédant ainsi, il n'est pas nécessaire de prendre en compte le transfert de chaleur dans le support ou ayant lieu en  $x=0$  et  $x=L_x$ .

## 2.2. Résolution analytique du problème général par superposition

Afin de résoudre le problème (1), nous allons utiliser le principe de superposition et appliquer des transformations intégrales (Transformation Fourier-Sinus suivant  $x$ , et de Laplace en temps) afin d'en simplifier la résolution et de s'affranchir de la répartition spatiale de l'excitation. Comme l'illustre la Figure 4, par superposition le problème (1) peut être décomposé en la somme de deux sous-problèmes,

et le champ de température complet peut s'écrire  $\bar{T}^*(x, z, t) = \sum_{i=1}^2 \bar{T}_{SPi}^*(x, z, t)$ , où  $\bar{T}_{SPi}^*$  représente le

champ de température du sous-problème  $i$ . Plusieurs méthodologies d'estimation sont alors possibles. Une première consiste à soustraire le sous-problème 2 (qui dépend de la diffusivité longitudinale  $a_x = \lambda_x / \rho c$ ) au champ de température expérimental (exprimé dans le domaine temporel), et à effectuer les estimations dans l'espace de Fourier-Sinus à l'aide du sous-problème 1 et du champ de température expérimental « corrigé » par le sous-problème 2. Nous nommerons « Sin-Imp1 » la méthode consistant à utiliser la relation (6) comme solution du sous-problème 2, et « Sin-Ind » celle utilisant la relation (7). Une seconde méthodologie consiste également à effectuer les estimations dans l'espace de Fourier-Sinus, mais à l'aide du champ de température expérimental transformé et de la somme des sous-problèmes 1 et 2 (tous deux également exprimés dans l'espace de Fourier). La méthode associée sera appelée « Sin-Imp2 ».

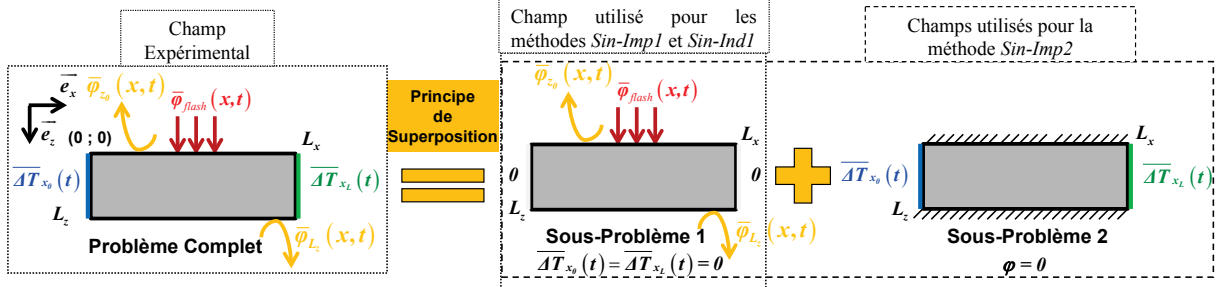


Figure 4 : Illustration du principe de décomposition par superposition du problème complet en sous-problèmes

### 2.2.1. Résolution du sous-problème 1

Par construction, les conditions aux limites du problème 1 sont homogènes suivant ( $Ox$ ). Le problème admet des fonctions propres [7]  $X_n(x) = \sin(\alpha_n x)$ , avec pour valeurs propres  $\alpha_n = n\pi / L_x$ ,  $n \in \mathbb{N}^*$ . En effectuant une transformation de Laplace en temps suivi d'une transformation Fourier-Sinus au système d'équation (1) et en posant

avons :

$$\frac{d^2 \tilde{\theta}}{dz^2} - \left( \frac{p}{a_z} + \alpha_n^2 \frac{a_x}{a_z} \right) \tilde{\theta} = 0 \quad \begin{cases} \text{en } z = 0, \quad -\lambda_z \frac{\partial \tilde{\theta}}{\partial z} \Big|_{z=0} = \tilde{\Phi}(\alpha_n, p) - h_{z_0} \tilde{\theta}(\alpha_n, z, p) \\ \text{en } z = L_z, \quad -\lambda_z \frac{\partial \tilde{\theta}}{\partial z} \Big|_{z=L_z} = h_{z_L} \tilde{\theta}(\alpha_n, z, p) \end{cases} \quad (2)$$

D'où en posant  $\gamma_n^2 = \frac{p}{a_z} + \alpha_n^2 \frac{a_x}{a_z}$ ,  $\tilde{T}_{\text{lim}}(\alpha_n) = \frac{\tilde{\Phi}(\alpha_n)}{\rho c L_z}$ ,  $Bi_{z_0} = \frac{h_{z_0} L_z}{\lambda_z}$  et  $Bi_{z_L} = \frac{h_{z_L} L_z}{\lambda_z}$ , la solution du sous-problème 1 en face-arrière de l'échantillon:

$$\tilde{\theta}_{SP1}(\alpha_n, L_z, p) = \frac{\frac{L_z^2}{a_z} \tilde{T}_{\text{lim}}(\alpha_n) \cdot \Psi(p)}{\left( L_z \gamma_n + \frac{Bi_{z_0} Bi_{z_L}}{L_z \gamma_n} \right) sh(\gamma_n L_z) + (Bi_{z_0} + Bi_{z_L}) ch(\gamma_n L_z)} \quad (3)$$

En pratique, l'estimation des propriétés se fera dans le domaine temporel sur les harmoniques spatiales  $\tilde{T}_{SP1}^*(\alpha_n, L_z, t) = \mathcal{L}^{-1}(\tilde{\theta}_{SP1}(\alpha_n, L_z, p))$  par méthode inverse (basée sur la méthode des moindres carrés [8]) et inversion numérique de Laplace par la méthode de DeHoog [9]. On supposera  $Bi_{z_0} = Bi_{z_L} = Bi$ , car on peut montrer que ces deux paramètres sont corrélés en face arrière [7]. La forme temporelle  $\psi(t)$  de l'excitation et sa transformée de Laplace  $\Psi(p)$  sont supposées parfaitement connues, et les paramètres à estimer sont :  $\{a_x, a_z, Bi, \tilde{T}_{\text{lim}}(\alpha_1), \tilde{T}_{\text{lim}}(\alpha_2), \dots, \tilde{T}_{\text{lim}}(\alpha_n)\}$ .

Notons que si une transformation Fourier-Cosinus avait été appliquée au système (1), avec des conditions aux limites de type Neumann homogène en  $x$  (ce qui est fait dans la méthode "Cos AH"), la solution (que nous noterons  $\tilde{\theta}_{SP1}^{\text{Cos}}(\alpha_n, L_z, p)$ ) aurait été analogue à (3), mais avec  $X_n(x) = \cos(\alpha_n x)$  et  $n \in \mathbb{N}$ . Ainsi, 0 aurait été valeur propre.

### 2.2.2. Résolution des sous-problèmes 2 et 3

Les conditions aux limites en  $x$  étant supposées uniformes dans l'épaisseur et celles en  $z$  étant de type Neumann homogène, on peut montrer que la conduction est strictement 1D suivant  $(Ox)$ . Dans ce cas, nous avons :

$$\left| \begin{array}{l} a_x \frac{\partial^2 \bar{T}^*}{\partial x^2} = \frac{\partial \bar{T}^*}{\partial t} \\ \text{à } t = 0, \quad \bar{T}^*(x, z, t)_{t=0} = 0 \end{array} \right| \left| \begin{array}{l} \text{en } x = 0, \quad \bar{T}^*(x, z, t)_{x=0} = \overline{\Delta T}_{x_0}(t) \\ \text{en } x = L_x, \quad \bar{T}^*(x, z, t)_{x=L_x} = \overline{\Delta T}_{x_L}(t) \end{array} \right. \quad (4)$$

Une possibilité de résolution [6] consiste à effectuer une transformation de Laplace au système (4). En posant  $\gamma^2 = p / a_x$ ,  $\Delta\theta_{x_0}(p) = \mathcal{L}^{-1}(\overline{\Delta T}_{x_0}(t))$ , et  $\Delta\theta_{x_L}(p) = \mathcal{L}^{-1}(\overline{\Delta T}_{x_L}(t))$ , la solution du sous-problème 2 peut s'exprimer dans l'espace de Laplace à l'aide des réponses impulsionnelles  $H_{x_0}(x, p)$  et  $H_{x_L}(x, p)$ , par :

$$\theta_{SP2}(x, p) = \frac{sh(\gamma(L_x - x))}{sh(\gamma L_x)} \Delta\theta_{x_0}(p) + \frac{sh(\gamma x)}{sh(\gamma L_x)} \Delta\theta_{x_L}(p) \quad (5)$$

$$\Rightarrow \bar{T}_{SP2}^*(x, t) = \mathcal{L}^{-1}(H_{x_0}(x, p)) \otimes \underbrace{\overline{\Delta T}_{x_0}(t)}_{\substack{\text{Obtenu expérimentalement} \\ = \mathcal{L}^{-1}(\Delta\theta_{x_0}(p))}} + \mathcal{L}^{-1}(H_{x_L}(x, p)) \otimes \underbrace{\overline{\Delta T}_{x_L}(t)}_{\substack{\text{Obtenu expérimentalement} \\ = \mathcal{L}^{-1}(\Delta\theta_{x_L}(p))}} \quad (6)$$

Cependant, numériquement la convolution avec les réponses impulsionnelles étant délicate (erreurs de troncatures numériques dues à leurs faibles supports, leur décroissance rapide, et aux singularités de type Dirac aux bords), nous montrerons dans la section « validation numérique » qu'il est préférable d'exprimer le champ de température  $\bar{T}_{SP2}^*$  à l'aide de la réponse indicielle (Théorème de Duhamel) qui permet une meilleure précision numérique tant que le bruit peut être considéré comme faible. En effet, les supports des réponses indicielles sont plus grands, leur décroissance est plus lente, et elles ne présentent pas de singularités aux bords, mais nécessitent de dériver un signal expérimental. Ainsi, nous aurons :

$$\bar{T}_{SP2}^*(x, t) = \mathcal{L}^{-1} \left( \frac{H_{x_0}(x, p)}{p} \right) \otimes \frac{\partial \bar{\Delta T}_{x_0}}{\partial t} + \mathcal{L}^{-1} \left( \frac{H_{x_L}(x, p)}{p} \right) \otimes \frac{\partial \bar{\Delta T}_{x_L}}{\partial t} \quad (7)$$

Notons que  $H_{x_0}(x, p)$  et  $H_{x_L}(x, p)$  dépendent de la diffusivité longitudinale  $a_x$  (car  $\gamma^2 = p / a_x$ ), et par conséquent  $\bar{T}_{SP2}^*$ . Les solutions (6) et (7) sont données dans le domaine temporel car les expressions de  $\Delta\theta_{x_0}(p)$  et  $\Delta\theta_{x_L}(p)$  ne sont pas connues contrairement à celles de  $\bar{\Delta T}_{x_0}$  et  $\bar{\Delta T}_{x_L}$ , qui sont expérimentalement mesurées à l'aide de la caméra infrarouge (les bords de l'image de la zone de mesure). De même que pour (3), l'inversion numérique de Laplace des équations (6) et (7) sera réalisée à l'aide de l'algorithme de DeHoog [9].

Enfin, une dernière possibilité permettant de s'affranchir partiellement des difficultés des relations (6) et (7) précédentes consiste à effectuer une transformation de Fourier-Sinus au système (4), afin d'obtenir la solution du sous-problème 2 sous la forme :

$$\tilde{T}_{SP2}^*(\alpha_n, t) = a_x \alpha_n e^{-a_x \alpha_n^2 t} \otimes \bar{\Delta T}_{x_0}(t) + (-1)^{n+1} a_x \alpha_n e^{-a_x \alpha_n^2 t} \otimes \bar{\Delta T}_{x_L}(t) \quad (8)$$

Les simulations numériques réalisées dans la section « validation numérique » montreront que c'est effectivement la méthode utilisant cette dernière expression qui donne les meilleurs résultats d'estimation.

### 2.3. Méthodes d'estimation

Comme expliqué dans la section 2, le champ de température instationnaire est moyenné suivant ( $Oy$ ), et nous supposons  $Bi_{z_0} = Bi_{z_L} = Bi$ . Dans ce cas, les profils de température en face-arrière ne dépendent que des paramètres  $\{a_x, a_z, Bi, \tilde{T}_{lim}(\alpha_1), \tilde{T}_{lim}(\alpha_2), \dots, \tilde{T}_{lim}(\alpha_n)\}$ . Notons que pour estimer  $a_y$ , la méthode est similaire mais le champ de température doit être moyenné suivant ( $Ox$ ). Les paramètres seront estimés à l'aide d'une méthode inverse [8] (méthode des moindres carrés basée sur l'algorithme régularisé de Levenberg-Marquardt [10-11]) qui consiste à minimiser une fonction coût  $J$  correspondant à la somme des écarts-quadratiques entre le signal expérimental et le modèle théorique (sur l'ensemble des harmoniques). Dans la suite, on notera  $\bar{T}_{exp}(x, L_z, t) = \bar{T}_{exp}^*(x, L_z, t) - T_{ext}$  le champ de température expérimental « enregistré » par la caméra infrarouge. Nous proposons de comparer les résultats donnés par deux méthodologies d'estimation différentes.

#### 2.3.1. Méthodologie des méthodes « Sin-Impl » et « Sin-Ind »

Pour ces méthodes, le signal expérimental considéré correspond à la transformée de Fourier-Sinus discrète de  $\bar{T}_{exp}(x, L_z, t) - \bar{T}_{SP2}^*(x, t)$ , notée  $\tilde{T}_{exp,cor}^*(\alpha_n, L_z, t)$ . Nous appellerons « Sin-Impl » la méthode utilisant l'expression (6) pour  $\bar{T}_{SP2}^*(x, t)$ , et « Sin-Ind » celle utilisant (7). La fonction coût à minimiser est alors :  $J = \sum_{n,i} \left( \tilde{T}_{SP1}^*(\alpha_n, z, t_i) - \tilde{T}_{exp,cor}^*(\alpha_n, z, t_i) \right)^2$ . Comme le paramètre inconnu  $a_x$

apparaît dans  $\bar{T}_{SP2}^*(x, t)$ , il va être nécessaire d'implémenter un processus itératif pour l'identification des paramètres. La méthode d'estimation consiste à initialiser l'algorithme avec un premier ensemble de valeurs  $\{a_x^0, a_z^0, Bi^0, \tilde{T}_{lim}^0(\alpha_1), \tilde{T}_{lim}^0(\alpha_2), \dots, \tilde{T}_{lim}^0(\alpha_n)\}$  pour les paramètres. Il est ensuite possible d'implémenter une procédure itérative d'estimation. La méthode consiste alors à calculer la solution particulière  $\bar{T}_{SP2}^{*k}(x, t)$  ( $k > 1$ ) avec la valeur de diffusivité  $a_x^{k-1}$  estimée à l'itération précédente, puis à calculer la transformée de Fourier-Sinus discrète de  $\bar{T}_{exp}(x, L_z, t) - \bar{T}_{SP2}^{*k}(x, t)$  afin d'obtenir  $\tilde{T}_{exp,cor}^{*k}(\alpha_n, L_z, t)$  et d'estimer  $\{a_x^k, a_z^k, Bi^k, \tilde{T}_{lim}^k(\alpha_1), \tilde{T}_{lim}^k(\alpha_2), \dots, \tilde{T}_{lim}^k(\alpha_n)\}$  à l'aide de la fonction coût  $J$ . La procédure est répétée jusqu'à convergence.

### 2.3.2. Méthodologie des méthodes « Cos AH » et « Sin-Imp2 »

La méthode d'estimation « Cos AH » consiste à minimiser l'écart quadratique entre la transformée de Fourier discrète  $\tilde{T}_{\text{exp}}^*(\alpha_n, L_z, t)$  du champ de température expérimental et le modèle théorique  $\tilde{T}_{SP1}^{\text{Cos}}(\alpha_n, L_z, t) = \mathcal{L}^{-1}(\tilde{\theta}_{SP1}^{\text{Cos}}(\alpha_n, L_z, p))$  défini dans la section 2.2.1 (transformation de Fourier-Cosinus de (3) avec conditions aux limites de type Neumann homogène suivant  $x$ ). La fonction coût s'écrira donc :  $J = \sum_{n,i} (\tilde{T}_{SP1}^{\text{Cos}}(\alpha_n, L_z, t_i) - \tilde{T}_{\text{exp}}^*(\alpha_n, z, t_i))^2$ . De façon analogue, la méthode d'estimation

« Sin-Imp2 » (basée sur une transformation de Fourier-Sinus), consiste à minimiser la fonction coût :

$$J = \sum_{n,i} (\tilde{T}_{SP1}^*(\alpha_n, L_z, t_i) + \tilde{T}_{SP2}^*(\alpha_n, t_i) - \tilde{T}_{\text{exp}}^*(\alpha_n, z, t_i))^2, \text{ avec } \tilde{T}_{SP2}^*(\alpha_n, t) \text{ donnée par (8).}$$

## 3. Validation numérique

Afin de valider les méthodes d'identification proposées, une expérience numérique avec échantillon supposé orthotrope et porte échantillon est simulée à l'aide du code d'éléments finis *FlexPDE*<sup>®</sup>. Les paramètres de simulations choisis sont :  $Bi=0,33$ , excitation spatialement uniforme et créneau en temps de durée  $200.10^{-3}s$ , centrée suivant  $(Ox)$ , d'extension spatiale  $L_x/10=4mm$ , échantillon de dimensions totales  $\{L_x=40mm, L_z=2,5mm\}$ , zone d'étude définie par  $\{x \in [10mm;30mm]; z \in [0;2,5mm]\}$  (la taille de la zone d'étude est donc  $\{L_x=20mm, L_z=2,5mm\}$ ), et de propriétés thermiques  $\{a_x = 5.10^{-6} m^2.s^{-1}, a_z = 5.10^{-7} m^2.s^{-1}\}$ . De plus la diffusivité du support a été choisie identique à celle de l'échantillon. Par la suite on ne considèrera que la zone d'étude telle que par changement de coordonnées on ait :  $x \in [10mm;30mm] \rightarrow x \in [0;20mm]$ . La durée de la simulation a été choisie égale au temps de réponse dans l'épaisseur  $t_c = L_z^2/a_z = 12s$ , afin de correspondre à la durée expérimentale permettant d'avoir des harmoniques exploitables. Pour les mêmes raisons, nous n'utiliserons que les 7 premiers harmoniques pour l'estimation. Le contact non parfait a été modélisé par une résistance de contact ( $10^{-4} m^2.K.W^{-1}$ ) aux frontières en  $x=0$  et  $x=L_x$ , et les autres conditions aux limites du support sont du type Neumann homogène. Afin de valider les différents modèles/méthodes, nous avons simulé par méthode de Monte-Carlo avec  $N=100$  thermogrammes face-arrière bruités (bruit normal d'écart-type 1,2K correspondant à 10% du maximum du thermogramme moyen). Les résultats obtenus à l'aide des simulations bruitées et non bruitées sont donnés dans le tableau 1. Nous avons appelé « écart-type TH » la moyenne des  $N=100$  écarts-types théoriques obtenus à l'aide de la matrice de variance-covariance [8], et « écart-type MC » l'écart-type statistique obtenu à l'aide des différentes ( $N=100$ ) valeurs estimées de diffusivités.

**Simulations non bruitées** : Elles permettent de constater que la méthode « Cos AH » est mise en échec pour l'estimation de la diffusivité longitudinale  $a_x$  (60% d'erreur), notamment car le flux n'est pas nul suivant  $x$ , ce qui induit un biais de modèle important. Cependant, elle donne des valeurs acceptables pour la diffusivité transverse  $a_z$  (2% d'erreur), en présence de bruit ou non. Les méthodes ont été classées dans le tableau, de la moins précise à la plus précise (du haut vers le bas). On note ainsi que comme annoncé dans la section 2.2.2, la méthode « Sin-Ind1 » utilisant la relation (7) donne de meilleurs résultats que la méthode « Sin-Imp1 » utilisant l'expression (6), et que la meilleure méthode d'estimation est « Sin-Imp2 » basée sur la relation (8). Cette dernière est en effet la seule à obtenir la valeur « juste » pour  $a_x$ , et donne également les meilleurs résultats pour  $a_z$  (0,8% d'erreur).

		$a_x$ (valeur cible = $5e-6 m^2.s^{-1}$ )					$a_z$ (valeur cible = $5e-7 m^2.s^{-1}$ )				
Bruit 1,2K	Méthode	Valeur Estimée	Erreur Absolue	Erreur Relative [%]	Ecart-Type TH	Ecart-Type MC	Valeur Estimée	Erreur Absolue	Erreur Relative [%]	Ecart-Type TH	Ecart-Type MC
Sans	<i>COS AH</i>	1.97e-06	3.03e-06	60.57	-	-	5.10e-07	1.03e-08	2.07	-	-
	<i>SIN Imp1</i>	5.47e-06	4.75e-07	9.49	-	-	4.94e-07	6.28e-09	1.26	-	-
	<i>SIN Ind1</i>	5.29e-06	2.91e-07	5.82	-	-	4.95e-07	5.01e-09	1.00	-	-
	<i>SIN Imp2</i>	5.00e-06	5.42e-10	0.01	-	-	4.96e-07	3.93e-09	0.79	-	-
Avec	<i>COS AH</i>	1.97e-06	3.03e-06	60.57	1.11e-05	8.81e-12	5.10e-07	1.03e-08	2.07	1.03e-06	1.71e-14
	<i>SIN Imp1</i>	5.47e-06	4.67e-07	9.33	1.01e-04	1.76e-07	4.94e-07	6.03e-09	1.21	1.47e-06	2.67e-09
	<i>SIN Ind1</i>	5.34e-06	3.42e-07	6.84	1.00e-04	3.48e-07	5.00e-07	1.52e-10	0.03	1.48e-06	4.05e-08
	<i>SIN Imp2</i>	4.90e-06	9.96e-08	1.99	6.38e-05	1.17e-07	4.97e-07	3.26e-09	0.65	1.45e-06	2.21e-09

Tableau 1 : Simulations de Monte-Carlo ( $N=100$ ) pour l'estimation de diffusivité en face-arrière sur zone réduite (de 50%) de dimensions  $\{L_x=20mm, L_z=2,5mm\}$ .

**Simulations Bruitées :** Tout d'abord, on constate que les écarts-types théoriques (« écart-type TH ») calculés à partir de la matrice de variance-covariance surestiment beaucoup l'écart-type « réel » donné par la méthode de Monte-Carlo (« écart-type MC »). Le classement des meilleures méthodes est identique à celui des simulations non bruitées. On remarque également que l'amplitude du bruit n'est encore pas suffisante pour que la méthode « Sin-Ind1 » donne de moins bons résultats que la méthode « Sin-Imp1 ». Néanmoins, l'influence du bruit se traduit à travers l'écart-type. Bien que la méthode « Sin-Ind1 » donne la bonne valeur pour la diffusivité  $a_z$ , cela n'est pas révélateur, car d'autres simulations auraient données des résultats tout autres (dérivation d'un signal bruité). Remarquons que toutes les méthodes donnent des résultats satisfaisants (erreur inférieure à 2%) pour  $a_z$ . Enfin, notons que c'est encore la méthode « Sin-Imp2 » qui donne les meilleurs résultats pour les deux diffusivités, avec une erreur inférieure à 2% pour  $a_x$ , et à 1% pour  $a_z$ .

#### 4. Résultats expérimentaux

Afin de tester expérimentalement la méthode, nous avons réalisé l'estimation sur un échantillon anisotrope monolithique de carbone, pour lequel on moyennera le champ de température suivant  $y$ . L'échantillon a pour dimensions totales 40mm x 40mm x 2.5mm. La zone d'étude est définie par  $x \in [9mm; 33mm]$  (soit une réduction de 40% de la zone totale) et l'excitation est réalisée à l'aide d'un laser CO<sub>2</sub> ayant un diamètre de faisceau d'environ 3,5mm. La durée d'excitation est contrôlée et fixée à 224ms. Le schéma de principe du montage expérimental est représenté Figure 3 (section 2.1). Les résultats des estimations des diffusivités sont donnés dans le Tableau 2. De même que lors des simulations numériques, les différentes méthodes donnent des valeurs très proches pour la diffusivité transverse  $a_z$ . On peut donc raisonnablement estimer que  $a_z = 4,18e-7 m^2.s^{-1}$ . Concernant la diffusivité longitudinale  $a_x$ , on remarque, ici, que les méthodes « Cos AH » et « Sin-Imp1 » donnent des résultats sensiblement différents entre elles, et de ceux obtenus par les méthodes « Sin-Ind1 » et « Sin-Imp2 ». Si l'on se fie aux constats faits lors des simulations numériques, il semble légitime d'accorder plus de confiance aux résultats obtenus par ces deux dernières méthodes, et ainsi, estimer que  $a_x$  est peu différent de  $4e-06 m^2.s^{-1}$ . A titre d'illustration, et pour des raisons de place, seuls les graphes de la valeur absolue des harmoniques expérimentaux et estimés de la méthode « Sin-Imp2 » sont représentés sur la Figure 5. Notons que les harmoniques impairs sont nuls car l'excitation est centrée et les fonctions propres sont des fonctions sinus. Le « rebond » de l'harmonique  $\tilde{T}_3^* = \tilde{T}_{SP1}^*(\alpha_3, L_z, t_i) + \tilde{T}_{SP2}^*(\alpha_3, t_i)$  est dû au fait que l'on trace la valeur absolue des harmoniques.

Méthodes		COS AH	SIN Imp1	SIN Ind1	SIN Imp2
$a_x$	Valeur Estimée [ $m^2 \cdot s^{-1}$ ]	2.21e-06	<b>4.60e-06</b>	3.89e-06	<b>4.02e-06</b>
	Ecart-Type TH	1.44e-05	7.81e-05	6.56e-05	4.70e-05
$a_z$	Valeur Estimée [ $m^2 \cdot s^{-1}$ ]	4.22e-07	4.17e-07	4.19e-07	<b>4.18e-07</b>
	Ecart-Type TH	1.10e-06	1.48e-06	1.48e-06	1.51e-06

Tableau 2 : Estimation des diffusivités  $\{a_x, a_z\}$  pour un échantillon monolithique de carbone

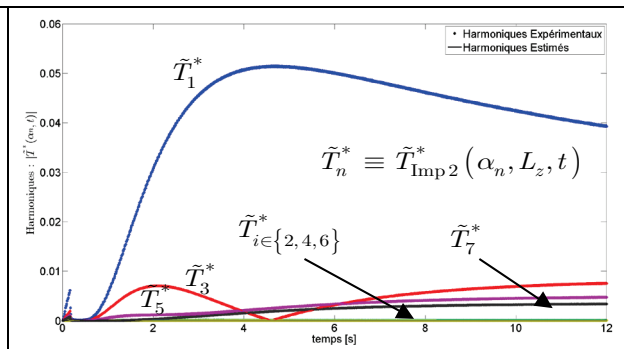


Figure 5 : Harmoniques expérimentales et estimées de la méthode « Sin-Imp2 »

## 5. Conclusion

Dans ce papier, nous avons présenté des méthodes permettant de prendre en compte dans l'estimation de paramètres le couplage échantillon-support et/ou d'effectuer des estimations sur des zones réduites, en introduisant comme conditions aux limites sur les surfaces latérales les températures expérimentales mesurées par la caméra infrarouge. Nous avons montré qu'il est possible de déterminer simultanément les diffusivités thermiques dans le plan et dans l'épaisseur de l'échantillon en travaillant sur l'ensemble des harmoniques spatiales des profils de température, et en s'affranchissant de la connaissance de la répartition spatiale d'énergie, qui peut être quelconque. Nous avons pu montrer à travers une simulation numérique de type Monte-Carlo la pertinence de ces méthodes pour prendre en compte le couplage échantillon-support, comparée à une méthode « classique » basée sur une transformation Fourier-Cosinus. En particulier le modèle qui consiste à travailler dans l'espace de Fourier (cf. (8)). Enfin, nous avons montré une application de ces méthodes sur un cas expérimental.

## Références

- [1] V. Plana, P. Reulet and P. Millan, Experimental Characterization of the Thermophysical Properties of Composite Materials by an Inverse Heat Conduction Method, *J. Composite materials*, 40, 1247 (2006)
- [2] Thomas, M., Boyard, N., Lefèvre, N., Jarny, Y., & Delaunay, D. An experimental device for the simultaneous estimation of the thermal conductivity 3-D tensor and the specific heat of orthotropic composite materials. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 53, 23, 5487-5498 (2010)
- [3] Demange, D., Beauchêne, P., Bejet, M., & Casulleras, R. Mesure simultanée de la diffusivité thermique selon les deux directions principales d'un matériau. *Revue générale de thermique*, 36, 10, 755-770 (1997)
- [4] W.J. Parker, R.J. Jenkins, C.P. Butler, G.L. Abbott, Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity, and Thermal Conductivity, *J. Appl. Phys.* 32, 1679 (1961)
- [5] E. Ruffio, D. Saury, D. Petit. Improvement and comparison of some estimators dedicated to thermal diffusivity estimation of orthotropic materials with the 3D-flash method, *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 64, 1064-1081 (2013)
- [6] C. Rodiet, B. Remy and A. Degiovanni, Thermal characterization of anisotropic materials by integral transforms taking into account the thermal coupling with the sample-holder, *International Journal of Thermal Sciences*. Accepted in 2013, doi: 10.1016/j.ijthermalsci.2013.12.01
- [7] D. Mailliet et al., Thermal Quadrupoles – Solving the Heat Equation through Integral Transforms, *John Wiley & Sons*, Chichester, 2000.
- [8] J.V. Beck, K.J. Arnold, Parameter Estimation in Engineering and Science (Wiley, 1977).
- [9] F.R. De Hoog, J.H. Knight, A.N. Stokes, An improved method for numerical inversion of Laplace transforms, *SIAM J. Sci. Stat. Comput.* 3, 357 (1982)
- [10] K. Levenberg, A method for the solution of certain problems in least squares, *Q. Appl. Math.* 2, 164 (1944)
- [11] D.W. Marquardt, An algorithm for least-squares estimation of nonlinear parameters, *J. Soc. Ind. Appl. Math.* 11, 431 (1963)