

# Caractérisation de matériaux anisotropes à haute température par méthode impulsionnelle et thermographie infrarouge

Youssef SOUHAR<sup>1</sup>, Jérôme DILLET<sup>1</sup>, Benjamin REMY<sup>1/\*</sup>, Yves JANNOT<sup>1</sup>  
et 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 - C.N.R.S 7563 – U.H.P-Nancy I, Institut National Polytechnique de Lorraine.  
02, avenue de la Forêt de Haye - B.P 160, 54 516 Vandœuvre-lès-Nancy Cedex, France  
Ecole Nationale Supérieure d'Electricité et de Mécanique (E.N.S.E.M)

\*(auteur correspondant : [benjamin.remy@ensem.inpl-nancy.fr](mailto:benjamin.remy@ensem.inpl-nancy.fr))

**Résumé** – Ce papier présente le banc de mesure mis en place au LEMTA pour la mesure de la diffusivité thermique de matériaux anisotropes à haute température. Pour caractériser le matériau dans ses différentes directions d'anisotropie, une excitation impulsionnelle bidimensionnelle (Gaussienne) est générée sur la face avant de l'échantillon à l'aide d'un laser CO<sub>2</sub> pulsé. Le champ de température en face arrière est mesuré par une caméra infrarouge. Les diffusivités thermiques sont estimées par la méthode des moindres carrés sur un modèle analytique obtenu par transformations intégrales. Dans ce modèle, le couplage avec l'air est pris en compte, ainsi que l'excitation non rigoureusement Dirac en temps. La mesure dans les trois directions est validée entre 20°C et 1000°C sur un échantillon isotrope de Titane.

## Nomenclature

$C_p$	capacité calorifique, $J.kg^{-1}.K^{-1}$	<i>Symboles grecs :</i>
$e$	épaisseur, $m$	$\alpha, \beta$ fréquences spatiales
$f, F$	forme spatiale du Flash, transformée	$\delta$ Dirac
$g, G$	forme temporelle du Flash, transformée	$\lambda$ conductivité thermique, $W.m^{-1}.K^{-1}$
$h$	coefficient d'échange, $W.m^{-2}.^{\circ}C^{-1}$	$\rho$ densité, $kg.m^{-3}$
$l$	largeur, $m$	$\theta$ transformée de Laplace de T
$L$	longueur, $m$	$\Theta$ transformée de Laplace-Fourier de T
$p$	variable de Laplace, $s^{-1}$	<i>Indices et exposants :</i>
$T$	température, $K$	$l, ext$ latérale, extérieur
$t$	temps, $s$	$n, m$ harmoniques spatiales
$x, y, z$	coordonnées spatiales, $m$	$x, y, z$ direction

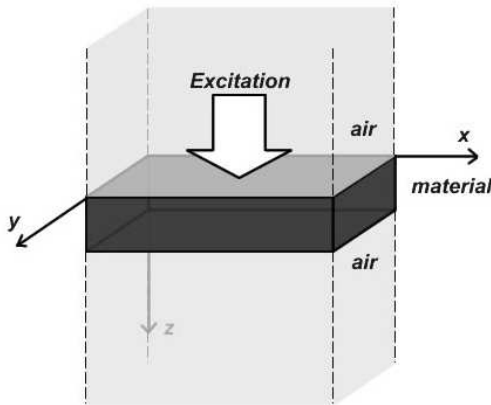
## 1. Introduction

La méthode "Flash", développée par Parker en 1961 [1], est une méthode couramment employée pour la mesure de la diffusivité thermique transverse de matériaux. En 1994, Philippi et Batsale [2-3] montrent, en utilisant une caméra infrarouge et une transformation de Fourier en espace, qu'il est possible de s'affranchir de la forme spatiale du flux. En modifiant la fonction d'identification utilisée dans l'espace de Fourier, B. Remy et al. [4] montrent ensuite sans faire l'hypothèse d'ailette qu'il est possible de mesurer par une seule expérience et sur un échantillon de petite taille, les diffusivités thermiques longitudinales et transverse d'un matériau anisotrope. Dans ce travail, nous chercherons à étendre cette méthode pour la caractérisation de matériaux anisotropes à haute température. L'excitation par lampes flash classiques est alors remplacée par un laser CO<sub>2</sub> continu mais dont la durée et la puissance sont

contrôlées. L'excitation n'étant plus un vrai Dirac en temps, il est alors nécessaire de prendre en compte sa forme temporelle dans le modèle. Par ailleurs, la conduction de l'air dans le sens longitudinal peut affecter les mesures dans le plan d'échantillons à faible conductivité thermique (l'erreur est de 20/30% pour  $\lambda = 1 \text{ W.m}^{-1}.\text{°C}^{-1}$  et 2/3% pour  $\lambda = 10 \text{ W.m}^{-1}.\text{°C}^{-1}$ ). Dans une première partie, nous présenterons le modèle mis en place pour prendre en compte ces deux aspects non idéaux dans la mesure de la diffusivité thermique. La méthode d'estimation proposée classiquement ne pouvant alors plus être facilement utilisée, nous proposerons dans cette étude une autre méthode plus adaptée. Dans une seconde partie, nous présenterons le banc de mesure à haute température, ainsi que différents résultats obtenus en température sur un échantillon isotrope de Titane utilisé pour validation.

## 2. Principe de la mesure et modèle théorique

Le principe de l'expérience est le suivant (voir Figure 1). Un échantillon anisotrope est soumis sur sa face avant à une excitation non idéalement impulsionnelle  $g(t)$  et de forme quelconque en espace  $f(x, y)$ . Le matériau (noté 2) est entouré par deux lames d'air infinies ou non (couche limite thermique  $\delta$ ) sur sa partie supérieure (indice 1) et inférieure (indice 3). On mesure ensuite le champ de température en face arrière à l'aide d'une caméra infrarouge. A partir de son évolution temporelle, on va remonter aux propriétés thermiques du matériau selon ses directions d'anisotropie. Ses conductivités  $\lambda_x$ ,  $\lambda_y$  et  $\lambda_z$  sont supposées constantes. Dans notre modèle, le transfert conductif entre l'échantillon et l'air est pris en compte par la présence de deux lames d'air supposées immobiles. Les transferts par convection et rayonnement sont modélisés par des coefficients d'échange équivalents supposés constants et uniformes sur les faces avant et arrière du matériau, notés respectivement  $h_0$  et  $h_e$ . On notera  $h_l$  le coefficient d'échange des surfaces latérales. Si l'épaisseur du matériau  $e$  est faible devant la longueur  $L$  et la largeur  $l$  de l'échantillon, on pourra supposer les pertes latérales comme négligeables devant les échanges sur les faces avant et arrière ( $\partial T/\partial x = \partial T/\partial y = 0$ ).



- Equation de la chaleur :

$$\lambda_{ix} \frac{\partial^2 T_i}{\partial x^2} + \lambda_{iy} \frac{\partial^2 T_i}{\partial y^2} + \lambda_{iz} \frac{\partial^2 T_i}{\partial z^2} = \rho c \frac{\partial T_i}{\partial t} \quad (1)$$

$$\text{à } t = 0, T_i = T_{ext} \quad (2)$$

(l'indice  $i$  est relatif à la couche  $i$ )

- Conditions aux limites :

$$\text{en } z = 0, T_2|_{z=0} = T_1|_{z=0}$$

$$\lambda_{2z} \frac{\partial T_2}{\partial z} \Big|_{z=0} = \lambda_{1z} \frac{\partial T_1}{\partial z} \Big|_{z=0} + h_0 (T_2|_{z=0} - T_{ext}) - f(x, y) \cdot g(t) \quad (3)$$

$$\text{en } z = e, T_2|_{z=e} = T_3|_{z=e}$$

$$\lambda_{2z} \frac{\partial T_2}{\partial z} \Big|_{z=e} = \lambda_{3z} \frac{\partial T_3}{\partial z} \Big|_{z=e} - h_e (T_2|_{z=e} - T_{ext}) \quad (4)$$

$$\text{en } x = 0 \text{ et } L, \frac{\partial T_i}{\partial x} = 0 \quad (5)$$

$$\text{en } y = 0 \text{ et } l, \frac{\partial T_i}{\partial y} = 0 \quad (6)$$

Figure 1 : principe de l'expérience

Pour déterminer  $T(x,y,z,t)$ , nous utilisons d'après (5) et (6) une transformation intégrale (Laplace en temps et Fourier en cosinus en espace) défini par ( $\alpha_n = n\pi/L$  et  $\beta_m = m\pi/l$ ) [5] :

$$\Theta(\alpha_n, \beta_m, z, p) = \int_{t=0}^{\infty} \int_{y=0}^{\ell} \int_{x=0}^L (T(x, y, z, t) - T_{ext}) \cos(\beta_m y) \cos(\alpha_n x) \exp(-pt) dy dx dt \quad (7)$$

En appliquant cette transformation intégrale au système d'équations (1-6), l'équation différentielle dans l'espace transformée ne dépend plus que de  $z$  et peut être résolue aisément par la méthode des quadripôles thermiques [5]. On obtient alors :

$$\Theta_2(\alpha_n, \beta_m, z = e, p) = \frac{F(\alpha_n, \beta_m).G(p)}{\lambda_z \gamma_{n,m} sh(\gamma_{n,m} e) + (h_0' + h_e') ch(\gamma_{n,m} e) + h_0' h_e' sh(\gamma_{n,m} e) / (\lambda_z \gamma_{n,m})} \quad (8)$$

$$\text{avec : } \gamma_{n,m} = \sqrt{p/a_z + (\lambda_x/\lambda_z)\alpha_n^2 + (\lambda_y/\lambda_z)\beta_m^2} \quad (9)$$

$F(\alpha_n, \beta_m)$  représente la transformée de Fourier de la forme spatiale du flux excitateur  $f(x, y)$  et  $G(p)$  la transformée de Laplace de sa forme temporelle  $g(t)$ .  $h_0'$  et  $h_e'$  sont définis par :

$$h' = h + \lambda_{air} \sqrt{\frac{p}{a_{air}} + \alpha_n^2 + \beta_m^2} \quad (\text{couche d'air infinie}) \quad (10)$$

$$h' = h + \lambda_{air} \sqrt{\frac{p}{a_{air}} + \alpha_n^2 + \beta_m^2} \tanh^{-1} \left( \delta \cdot \sqrt{\frac{p}{a_{air}} + \alpha_n^2 + \beta_m^2} \right) \quad (\text{couche limite d'épaisseur } \delta) \quad (11)$$

Ainsi, cette nouvelle expression ne diffère de la précédente (voir [4]) que par le terme  $\lambda_{air} \approx 0$  et  $G(p) = \mathcal{L}(g(t))$ . L'excitation réalisée expérimentalement est de type créneau (durée  $t_f$ ) :

$$G(p) = \frac{1 - \exp(-p \cdot t_f)}{p} \quad (12)$$

Cette nouvelle expression de la température transformée rend difficile l'estimation de paramètres car il n'est alors plus possible d'utiliser la propriété de translation de la variable de Laplace (voir [4]) pour l'inversion en temps et de se ramener à un problème linéaire au sens de l'estimation de paramètres en utilisant le logarithme des transformées de Fourier du champ de température  $\theta(\alpha_n, \beta_m, e, t)$ , préalablement normé par rapport au thermogramme moyen  $\bar{\theta}_e(t) = \theta(0,0,e,t) = \mathcal{L}^{-1}(\Theta(0,0,e,p))$ . L'idée alors est de réaliser une inversion numérique de Laplace de (8) par la méthode de De Hoog [6] et de procéder à une estimation de paramètres non-linéaire dans l'espace temps par une méthode de type moindres carrés (Levenberg-Marquardt [7]) sur les harmoniques spatiaux (voir section 3.2).

### 3. Mise en oeuvre expérimentale

#### 3.1. Le dispositif expérimental

Le dispositif expérimental est présenté sur la Figure 2. Pour les mesures à haute température, l'échantillon de faibles dimensions (40mm x 40mm x 2-4mm) est placé dans un four résistif cylindrique. Ce four régulé en température permet de chauffer l'échantillon jusqu'à des températures de 1000°C. L'échantillon est positionné au centre du four à l'aide d'un support en céramique isolante (Stumatite). Un bloc de Stumatite est par ailleurs placé à l'entrée du four pour limiter la convection à l'intérieur du four. L'autre extrémité du four est laissée libre pour permettre la mesure de la température de la face arrière de l'échantillon par une caméra infrarouge matricielle InSb [3.6  $\mu\text{m}$ -5.1  $\mu\text{m}$ ] (Cedip Jade III – 320 x 240 pixels),

équipée d'un objectif de 100mm. Elle est positionnée à 60 cm en aval du four et est protégée par un écran radiatif en aluminium qui est retiré lors des mesures. La fréquence d'acquisition est variable (5-147 Hz en pleine trame), ainsi que le temps d'intégration de la caméra (10-2000 $\mu$ s). Un filtre monochromatique [3.97-4.01 $\mu$ m] est utilisé au delà de 200°C.

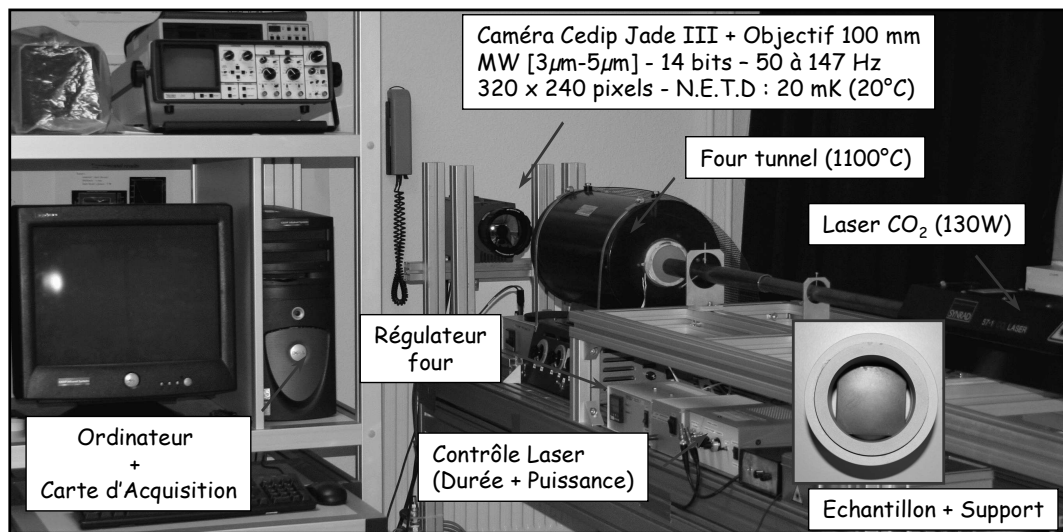


Figure 2 : *dispositif expérimental*

La présence du four rend impossible l'utilisation de lampes à éclats car celles-ci nécessitent d'être placées à proximité de l'échantillon. L'emploi d'une source d'excitation laser se révèle par contre tout à fait adapté à notre problème puisque le laser peut être éloigné de l'échantillon. La source d'excitation utilisée est un laser CO<sub>2</sub> ( $\lambda=10.6\mu\text{m}$ ) de classe IV, pouvant délivrer une puissance maximale de 130W. Le diamètre du faisceau est de 4mm et sa divergence de 4.5  $\mu$ rad. Le laser étant de forte puissance et émettant dans l'Infrarouge (non visible), un tube métallique de protection est placé tout autour du faisceau depuis la sortie laser jusqu'au four. Le laser initialement continu a été modifié pour être contrôlé en temps et en amplitude. On utilise le laser en mode créneau unique et à sa puissance maximale. La quantité d'énergie déposée est fonction de la durée de l'excitation  $t_f$ . Celle-ci peut varier de quelques millisecondes à 6 secondes. Pour obtenir suffisamment d'énergie sur nos échantillons de Titane, la durée nominale des excitations choisie pour nos expériences est de l'ordre de 500 ms. Elle est prise en compte dans le modèle à l'aide de la relation (12).

### 3.2. Estimations à hautes températures sur un échantillon de Titane

Pour valider la méthode de caractérisation de matériaux dans les trois directions et à haute température, nous avons réalisé des mesures sur un matériau de Titane isotrope entre 20°C et 1000°C par pas de 100°C. Comme expliqué dans la section 2, les estimations se font directement par la méthode des moindres carrés sur  $\theta(\alpha_n, \beta_m, e, t) = \mathcal{L}^{-1}(\Theta(\alpha_n, \beta_m, e, p))$  avec le modèle où les couches d'air sont infinies (Les deux modèles finis et infinis conduisent en fait aux mêmes résultats car la tangente hyperbolique tend rapidement vers 1 pour des harmoniques élevés et des temps courts. Ils ont permis d'améliorer sensiblement les estimations). On travaille ainsi dans l'espace transformé de Fourier en espace (partie réelle de la FFT) mais on reste dans l'espace réel en temps pour éviter des erreurs de troncature dues à la transformation de Laplace sur un signal expérimental qui n'est pas défini de 0 à l'infini. Notons cependant qu'il est indispensable de travailler dans l'espace de Fourier car si on connaît à peu près bien la forme temporelle du laser qui a été mesurée, il n'en est pas de même pour sa forme spatiale. Ceci ne pose pas de problèmes particuliers puisque nous mesurons tout le champ de température.

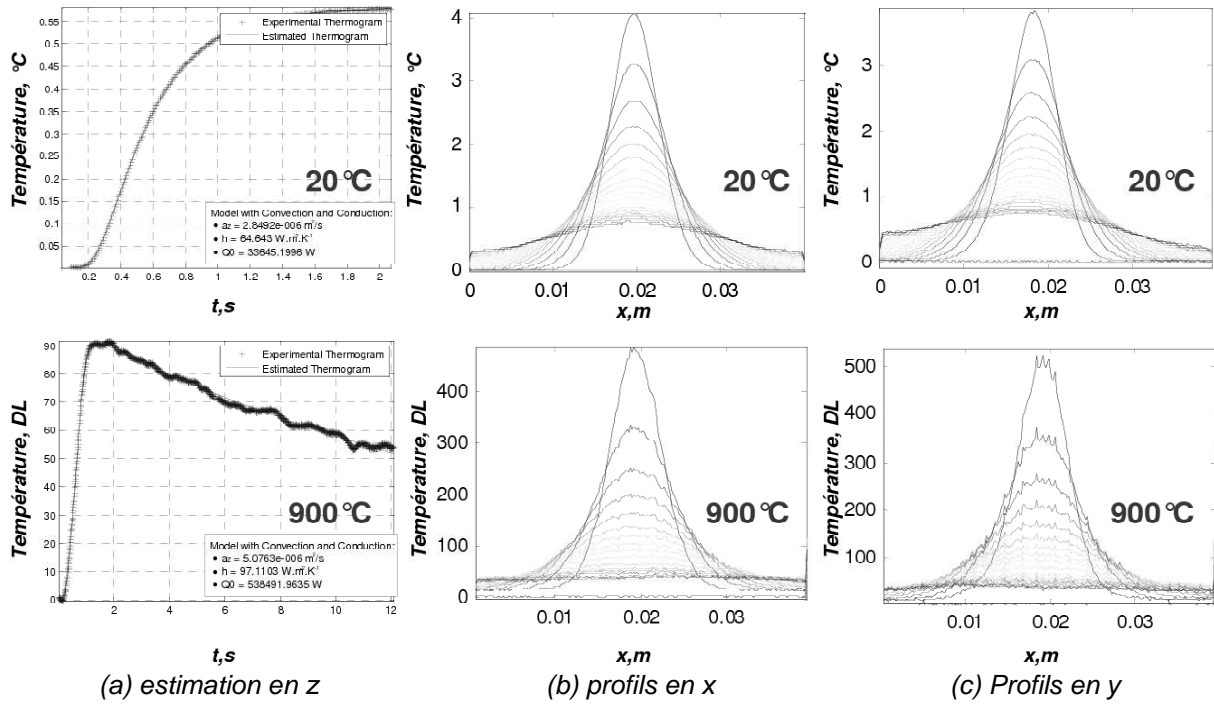


Figure 3 : expériences sur un échantillon de Titane à 20°C et 900°C

La procédure d'estimation est alors la suivante. Dans une première phase, on moyenne chaque image du film thermographique en  $x$  et en  $y$  ( $\alpha_n = \beta_m = 0$ ), ce qui permet d'avoir la diffusivité thermique transverse  $a_z$  (voir Figure 3a), les coefficients d'échanges supposés identiques  $h_0 = h_e = h$ , ainsi que l'énergie moyenne déposée par le Flash  $F(0,0)$ . Dans une seconde phase, on moyenne chaque image par rapport à  $y$  en posant ( $\beta_m = 0$ ).  $a_z$  et  $h$  étant maintenant connus, on peut estimer les valeurs de  $a_x$  et  $F(\alpha_n,0)$  à partir des harmoniques des transformations de Fourier du profil en  $x$  de température (Figure 3b). Dans une dernière phase, on moyenne les images selon  $x$  ce qui revient à poser ( $\alpha_n = 0$ ). Les valeurs de  $a_y$  et de  $F(0,\beta_m)$  sont identifiées à partir des différents harmoniques des transformées de Fourier en  $y$  des profils de température (Figure 3c). En pratique, on ne peut utiliser que les 12 premiers harmoniques. Au-delà, le signal devient très faible. Arbitrairement, nous avons choisi de ne conserver que les 4 meilleures estimations sur les 12 harmoniques. La valeur de la diffusivité obtenue résulte ensuite d'une moyenne pondérée par les écarts-types d'estimation (Voir relation (13) de "Gauss-Markov") car comme le montre la Figure 4, les rapports Signal/Bruit sont loin d'être identiques d'un harmonique à l'autre.

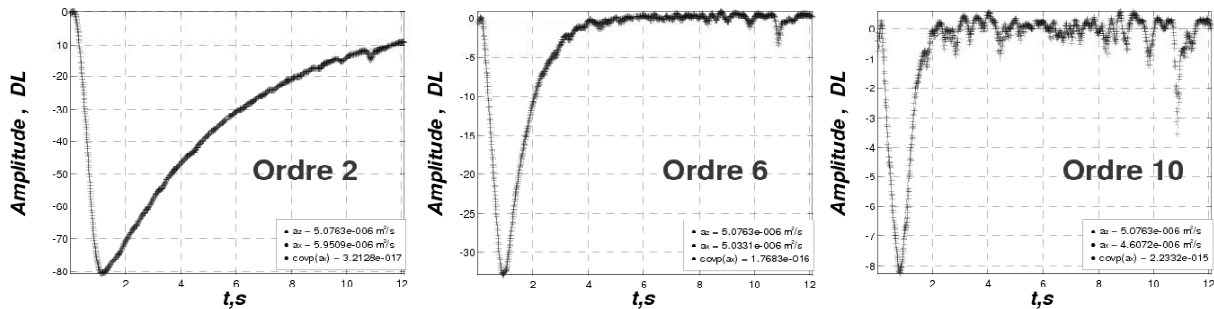
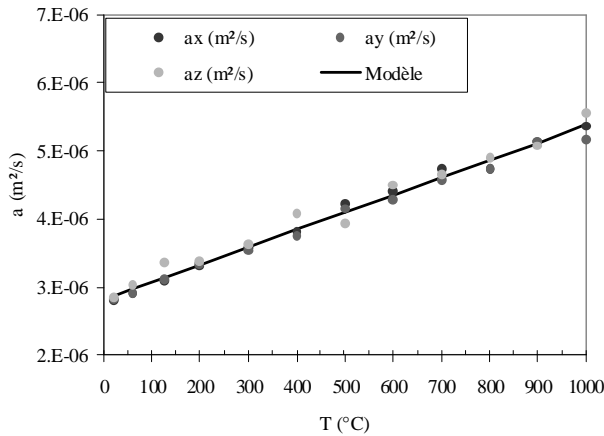


Figure 4 : exemples d'estimation de  $a_x$  sur différents harmoniques (2, 6 et 10) – Titane à 900°C



$$ax_{estimée} = \frac{\sum_1^4 \left( \frac{1}{\text{cov}(ax_i)} \right) \cdot ax_i}{\sum_1^4 \left( \frac{1}{\text{cov}(ax_i)} \right)} \quad (13)$$

"Gauss-Markov"

Les écarts relatifs entre les diffusivités axiales et transverse, sont tous inférieurs ou de l'ordre de 5% (voir Figure 5)

Figure 5 : mesure de la diffusivité thermique du Titane dans les 3 directions de 20°C à 900°C

La mesure a été validée à 20°C par méthode Flash classique transverse.

#### 4. Conclusion

Nous avons pu étendre avec succès la méthode de caractérisation de matériaux anisotropes de petites dimensions aux hautes températures. Ce dispositif est peu intrusif car il repose sur des moyens optiques pour l'excitation et la mesure. Grâce à l'excitation impulsionnelle et au modèle analytique, les mesures (intrinsèques) et les estimations (indépendantes de la forme spatiale du Flash) sont rapides, précises et permettent d'identifier les propriétés du matériau simultanément dans les trois directions de l'espace. Ceci est particulièrement appréciable pour réaliser une caractérisation en température où les mesures sont nombreuses. La mesure sur un échantillon isotrope de Titane a montré la validité de la mesure avec très peu de dispersion des résultats dans les trois directions (écarts <5%). La prise en compte de la conduction dans l'air a permis d'améliorer également ces mesures. Cependant, ne s'agissant que d'une correction, elle n'est réellement applicable que pour des matériaux de conductivités moyennes (Titane). Pour des matériaux plus isolants et donc plus sensibles aux échanges extérieurs et à leurs variations spatiales, il sera nécessaire de faire le vide dans le four. C'est aussi une nécessité si on souhaite monter plus haut en température (1600°C-2000°C). Une autre perspective est d'équiper ce dispositif d'un laser impulsionnel plus puissant de type Nd:Yag.

#### Références

- [1] W.J. Parker, R.J. Jenkins, C.P. Butler and G.L. Abbott, Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity and Thermal Conductivity, *J. App. Phys.*, 32 (9) (1961), 1679-1684.
- [2] I. Philippi, J.C. Batsale, D. Maillat et A. Degiovanni, Traitements d'images infrarouges par transformation intégrale – Application à la mesure de diffusivité thermique de matériaux anisotropes par méthode Flash, *Rev. Gén. Therm.*, 392-393 (1994), 486-496.
- [3] I. Perry, B. Remy, D. Maillat et A. Degiovanni, Mesure de la diffusivité thermique transverse de composites par thermographie infrarouge, *XV Congrès Français de Mécanique*, Nancy, France (3-7 Septembre 2001)
- [4] B. Remy, A. Degiovanni et D. Maillat, Mesure de la diffusivité thermique de matériaux anisotropes de petites dimensions par thermographie infrarouge et transformations intégrales, *Congrès Français de Thermique*, SFT 2007, Île des Embiez, 29 mai-1 juin 2007.
- [5] D. Maillat et al., *Thermal Quadrupoles – Solving the Heat Equation through Integral Transforms*, John Willey & Sons, Chichester, 2000.
- [6] F.R. De Hoog, J.H. Knight and A.N. Stokes, An improved method for numerical inversion of Laplace transforms, *J. Sci. and Stat. Comput. S.I.A.M.*, 3 (1982), 357-366.
- [7] J.V. Beck et K.J. Arnold, *Parameter Estimation in Engineering and Science*, John Wiley & Sons, New-York (1977).