

# Méthode inverse pour la détermination expérimentale des conductivités thermiques et de la capacité calorifique de matériaux orthotropes en fonction de la température

Philippe REULET & Gillian LEPLAT<sup>†</sup>

ONERA - The French Aerospace Lab - Département Modèles pour l'Aérodynamique et l'Énergétique  
2 avenue Edouard Belin - BP 74025 - 31055 Toulouse Cedex 4 - FRANCE

<sup>†</sup> auteur correspondant : Gillian.Leplat@onera.fr

**Résumé** - La présente étude est basée sur une méthode flash originale permettant de déterminer expérimentalement et simultanément les propriétés thermophysiques de matériaux orthotropes. L'identification de ces propriétés repose sur une mesure de température par thermographie infrarouge en face arrière d'un échantillon soumis à un créneau de chauffe exercé en face avant par une source laser contrôlée et caractérisée par méthode inverse. Le post-traitement de ces mesures instationnaires, à l'aide d'un code d'optimisation et d'un modèle direct de conduction, permet d'identifier les conductivités selon les trois directions et la capacité thermique du matériau. L'échantillon est placé à l'intérieur d'une cuve maintenue sous vide dans le but de l'affranchir des échanges convectifs et la variation des propriétés en fonction de la température est obtenue grâce à un contrôle de la température de la cuve sur une gamme de  $0 < T < 100^\circ\text{C}$  admissible par de tels matériaux. Une attention particulière est portée sur le contrôle des conditions aux limites du matériau incluant la distribution de flux laser en face avant et les échanges radiatifs de l'échantillon avec les parois de la cuve et le milieu extérieur dû aux accès optiques. La validité de cette méthode est enfin testée sur un matériau composite, dont la matrice de fibres est unidirectionnelle. Lors d'un benchmark organisé dans le cadre d'une journée SFT en 2005, différents laboratoires ont confronté leur technique de mesure autour de ce même échantillon et la présente étude vient enrichir la base de données de comparaison existante.

## Nomenclature

$C_p$	Capacité calorifique ( $J.kg^{-1}.K^{-1}$ )	$\mathcal{F}$	Fonctionnelle
$k_{ij}$	Tenseur de conductivité ( $W.m^{-1}.K^{-1}$ )	$n_i$	Nombre de pas d'espace ou de temps
$\mathcal{P}$	Vecteur propriétés	$t$	Temps ( $s$ )
$T$	Température ( $K$ )	$\rho$	Masse volumique ( $kg.m^{-3}$ )

## 1 Introduction

La connaissance des propriétés thermophysiques - tenseur de conductivité et capacité calorifique - des matériaux composites est très importante dans la compréhension des transferts de chaleur au sein de systèmes industriels faisant intervenir de tels matériaux. Ces propriétés varient fortement en fonction des matériaux constitutifs, de leur assemblage ainsi que de la fraction de fibres présente dans le matériau considéré. La présence des fibres entraîne intrinsèquement l'anisotropie et généralement l'orthotropie du tenseur de conductivité thermique. Nombreux sont les travaux qui traitent de cette problématique, basé pour la plupart sur la *méthode flash*, technique de mesure permettant de mesurer la diffusivité thermique du matériau dans l'axe de chauffe et généralement limitée à la température ambiante.

La présente étude concerne une méthode flash généralisée en 3D ayant l'avantage d'estimer simultanément les trois principales composantes du tenseur de conductivité ainsi que la capacité calorifique du matériau. Cette méthode, développée à l'ONERA jusqu'en 2003 [1], fait appel à une excitation thermique par laser en face avant d'un échantillon, placé au sein d'une cuve à vide, et dont la réponse instationnaire en température en face arrière est mesurée par thermographie infrarouge. Les données brutes sont ensuite post-traitées par méthode inverse pour identifier les paramètres inconnus. Le banc expérimental a été actualisé en 2010 afin de pouvoir évaluer la variation des propriétés des matériaux en fonction de la température.

## 2 Description d'ensemble du dispositif expérimental

La figure 1 représente le banc d'essai utilisé dans cette étude. Tous les éléments du dispositif sont placés sur une poutre de granit sur laquelle est fixé un profilé aluminium pour permettre positionnement et stabilité du montage. Il se compose en partie centrale d'une cuve à vide destinée à accueillir l'échantillon dont les propriétés doivent être testées. Un tube de cuivre entoure la partie cylindrique de la cuve assurant la mise en température à l'intérieur par circulation de glycol comme fluide caloporteur. La contact cuve-serpentin est assuré par une pâte thermoconductrice pour maximiser les transferts thermiques par conduction vers l'enceinte. Les pertes thermiques vers l'extérieur sont quant à elles réduites significativement en plaçant la cuve dans un caisson de bois rempli de laine de roche. La gamme de température s'étend approximativement à  $0 < T < 100^{\circ}\text{C}$ .

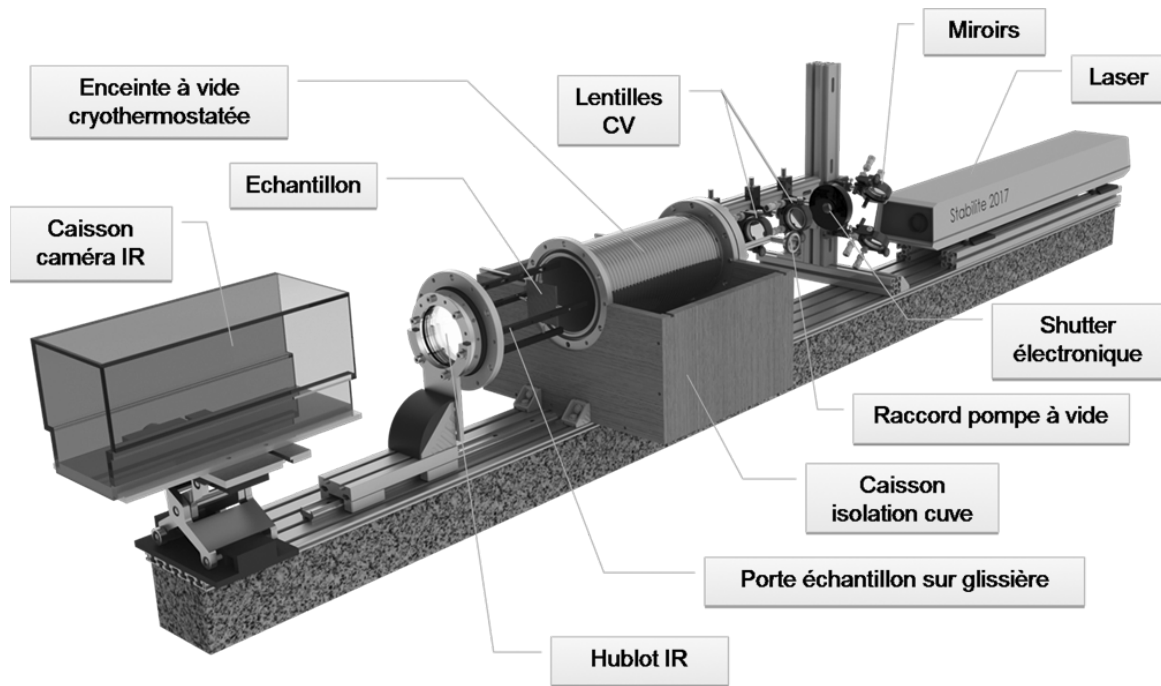


Figure 1 – Dispositif expérimental

Le chauffage de l'échantillon est réalisé à l'aide d'un laser argon 5W dont le faisceau est dirigé dans l'axe de la cuve avec deux miroirs et collimaté ensuite avec deux lentilles convergentes pour un diamètre final de  $20\text{mm}$  à  $1/e^2$ . Il pénètre dans la cuve à travers un hublot de silice. L'autre extrémité présente une partie amovible constituée du hublot infrarouge en ZnSe et de son support monté sur un rail coulissant autorisant un montage/démontage aisé. Cette même partie accueille également de manière solidaire le porte-échantillon visible, sur la figure 1, pour assurer un positionnement précis et répétable de l'échantillon. Des vis en nylon le maintiennent pour réduire les transferts par conduction. L'ensemble des parties internes de la cuve et du porte-échantillon est recouvert d'une peinture à forte émissivité pour favoriser un équilibre thermique par rayonnement ; les échanges convectifs étant évités par la mise sous vide.

La caméra infrarouge est à l'extrémité gauche du banc et alignée dans le plan horizontal médian de la cuve et inclinée légèrement dans ce plan de manière à écarter les réflexions de l'objectif de la caméra sur le hublot sans distorsion de l'image de l'échantillon. D'autre part, ces réflexions sont réduites également en positionnant l'échantillon de sorte que le hublot soit écarté du plan mi-focal de l'objectif.

Le dernier élément est un obturateur électronique placé dans l'axe du faisceau et destiné à contrôler le temps de chauffe de l'échantillon de manière synchrone avec l'acquisition de la caméra infrarouge.

### 3 Méthodologie pour l'identification des paramètres

L'identification des propriétés thermiques d'un matériau est réalisée ici par une méthode inverse qui s'appuie sur une mesure instationnaire de sa température en face arrière alors qu'il est soumis à une excitation thermique connue. Les paramètres manquants sont la capacité calorifique et le tenseur des conductivités thermiques. Les informations nécessaires à l'inversion du problème sont alors la température mesurée sur la face arrière ainsi que les conditions appliquées aux limites de l'échantillon durant le chauffage laser. Il est donc nécessaire de connaître parfaitement la répartition spatiale du flux atteignant la face avant du matériau.

#### 3.1 Protocole expérimental

La procédure consiste à identifier en premier lieu la distribution hétérogène du flux laser appliqué pour exciter thermiquement l'échantillon. Ce flux est déterminé à l'aide d'une plaque de titane pur dont les propriétés sont bien connues. Ce matériau est alors placé sous vide dans la cuve et soumis à un créneau de chauffe en face avant grâce à une excitation laser. L'acquisition consiste à mesurer la température en face arrière par thermographie infrarouge depuis l'état au repos du matériau. Le post-traitement de ces données par une méthode inverse permet ensuite d'obtenir la distribution spatiale du flux imposé sur l'échantillon. Dans un second temps, l'échantillon de titane est remplacé au sein de la cavité par le matériau à caractériser, et un nouveau créneau de chauffe est appliqué synchronisé avec les mesures thermographiques infrarouges. Le flux laser étant maintenant connu, les propriétés sont identifiées par une méthode inverse basée ici sur un algorithme d'optimisation recalant les mesures avec le champ de température instationnaire résultant d'un calcul direct de conduction de la chaleur sous les mêmes conditions que l'expérience.

#### 3.2 Méthode inverse et modèle direct de conduction de la chaleur

L'utilisation du dispositif avec un matériau connu permet de déterminer la distribution de flux laser par une méthode inverse non linéaire de conduction de la chaleur développée par NORTERSHAUSER en 2000 [2]. Elle permet l'identification d'une cartographie de flux de chaleur au cours du temps grâce à une méthode séquentielle de Beck [3] avec spécification de fonction (pas de temps futurs) sur la base d'un filtrage et compression de données par transformée en cosinus discrète [4]. En ce qui concerne les champs de température face arrière calculés qui alimentent l'algorithme d'optimisation, ils sont issus de la résolution numérique de l'équation de la chaleur à l'aide d'un schéma linéarisé. L'équation est discrétisée à l'aide d'un schéma aux différences finies ADI (Alternating Direction Implicit) modifié pour corriger l'instabilité du schéma classique en 3D (algorithme de Douglas).

Ces modèles inclus dans le code ONERA THIDES reposent sur un système de coordonnées cartésiennes et admettent des géométries simples dans lesquelles les conductivités peuvent être différentes selon les directions de l'espace, autorisant l'application à des matériaux orthotropes. La gestion des conditions initiales et aux limites de chacune des faces est possible et permet de prendre en compte les échanges radiatifs avec l'environnement dans la cuve ; les pertes convectives étant écartées par la mise sous vide de l'enceinte.

#### 3.3 Algorithme d'optimisation

La détermination des propriétés thermiques de matériaux orthotropes implique l'identification de 4 paramètres que sont les conductivités thermiques dans les 3 directions de l'espace en coordonnées cartésiennes ( $k_{xx}; k_{yy}; k_{zz}$ ) et la capacité thermique ( $C_P$ ). Le problème inverse considéré ici concerne l'estimation de ces paramètres à partir de la connaissance de champs de température transitoire mesurés par thermographie infrarouge :  $T_{i,j}^{[t]}$  ;  $i$  et  $j$  faisant référence aux pas d'espace dans le plan de l'échantillon et  $t$  la variable temporelle. La méthode consiste, à partir d'une première estimation des propriétés du matériau, à déterminer numériquement le vecteur  $\mathcal{P} = [C_P; k_{xx}; k_{yy}; k_{zz}]^T$  qui minimise

l'écart entre la mesure et le champ de température instationnaire issu du code THIDES :  $T_{i,j_{num}}^{[t]}(\mathcal{P})$ . La fonctionnelle à minimiser s'écrit :

$$\mathcal{F} = \sum_i^{n_x} \sum_j^{n_y} \sum_t^{n_t} \left[ T_{i,j_{exp}}^{[t]} - T_{i,j_{num}}^{[t]}(\mathcal{P}) \right]^2 \quad (1)$$

$(n_x; n_y; n_t)$  étant le nombre de pas d'espace selon  $x$  et  $y$ , et de pas de temps.

Pour minimiser la fonctionnelle (1), la méthode itérative de Levenberg-Marquardt est utilisée. Cet algorithme combine les méthodes de descente de gradient et de Newton donnant plus d'importance initialement à la première compte tenu qu'aucune estimation proche de la valeur des paramètres n'est requise au départ avec cette méthode alors que le poids est ensuite porté sur la méthode de Newton au fur et à mesure de l'optimisation pour accélérer la convergence.

## 4 Résultats & comparaisons

Pour les essais présentés ci-après, les échantillons de forme carrée sont placés dans la cuve, dans le plan perpendiculaire au faisceau laser, les côtés étant alignés avec la verticale et l'horizontale dans l'espace d'étude. La convention adoptée ici sera de nommer 'X' et 'Y' les coordonnées dans le plan de l'échantillon selon respectivement l'horizontale et la verticale, 'Z' étant la direction dans le sens de l'épaisseur du matériau, alignée avec l'axe du faisceau.

### 4.1 Détermination du flux de chaleur émis par le laser

Le flux laser est déterminé à l'aide d'un échantillon de titane pur de dimensions  $80 \times 80 \times 1 \text{ mm}$  et de propriétés  $\rho = 4472 \text{ kg.m}^{-3}$ ,  $C_p = 550 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$  et  $k = 20.5 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ . Un créneau de chauffe de 6 secondes est appliqué sur l'échantillon placé sous vide à  $25^\circ\text{C}$ , l'acquisition débutant 1 seconde avant le créneau et ce pour une durée de 10 secondes (figure 2).

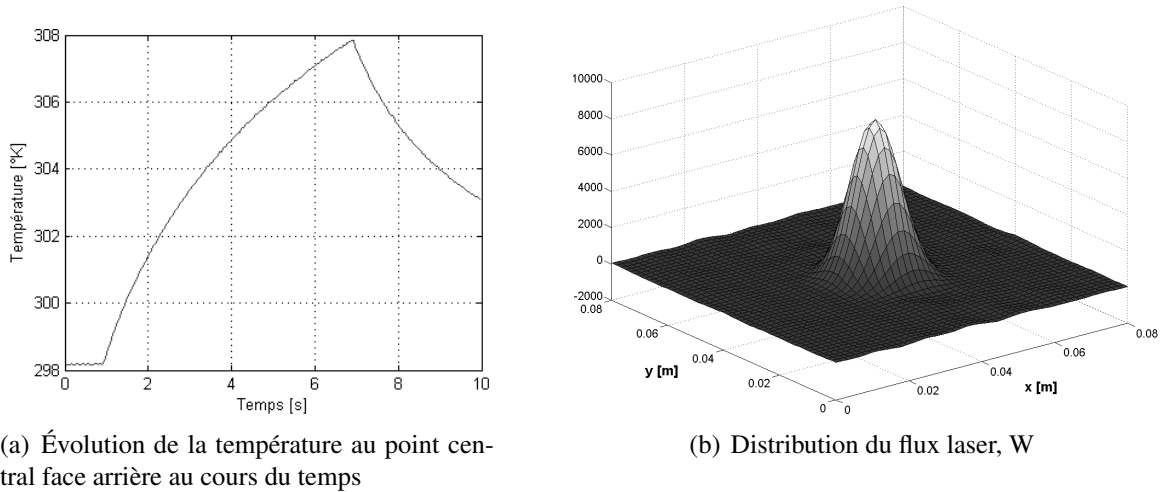


Figure 2 – Détermination du flux laser

### 4.2 Validation sur matériaux isotropes

Par soucis de validation, la méthode est testée sur des matériaux isotropes aux propriétés connues. Les valeurs déterminées par méthode inverse sont comparées aux valeurs des mêmes paramètres données par le fabricant et considérées comme référence ( $X^{ref}$ ). L'écart des valeurs mesurées aux valeurs de référence est signalé entre parenthèses pour chaque paramètre. Les propriétés de ces matériaux sont déterminées à partir de 12 essais de répétabilité sur chaque échantillon placé à  $25^\circ\text{C}$  et encadrées avec la dispersion des mesures. Ces résultats témoignent d'un accord très satisfaisant étant donné l'incertitude (non précisée) des données de référence. L'écart le plus important est relevé sur les valeurs de la conductivité de l'I600. Ce fait est dû à l'épaisseur de cet échantillon massif, trop élevée, conduisant à un échauffement, en face arrière, trop faible pour être mesuré avec précision.

Matériaux	Masse volumique		Capacité thermique		Conductivité thermique	
	$\rho$	$\rho^{ref}$	$C_P$	$C_P^{ref}$	$k$	$k^{ref}$
<b>TA6V</b> 70 × 70 × 3mm	4320 (1.8%)	4400	526.3 ± 0.88% (0.4%)	524	6.38 ± 2.19% (4.7%)	6.7
<b>I600</b> 70 × 70 × 3mm	8260 (2.5%)	8470	441.9 ± 0.98% (0.5%)	444	13.3 ± 2.20% (10.7%)	14.9
<b>AU4G 2017</b> 80 × 80 × 2mm	2790 (0.4%)	2800	873.6 ± 0.98% (0.06%)	873	136.3 ± 0.76% (1.7%)	134

Tableau 1 – Identification des propriétés thermophysiques de matériaux isotropes @ 25°C

### 4.3 Application à la caractérisation d'un composite unidirectionnel

En Mai 2005, eut lieu un benchmark organisé par AIRBUS France et la Société Française de Thermique, dont l'objectif était de comparer méthodes et résultats fournis par différentes techniques de mesure appliquées à un même matériau composite. Le candidat retenu est un composite unidirectionnel pur carbone/epoxy, empilement de 27 couches de AS4/8552 RC34 AW196 UD prepreg fourni par HEXCEL. Un échantillon de dimensions 80.1 × 79.8 × 4.8mm et de masse volumique  $\rho = 1568 \text{kg.m}^{-3}$  a été utilisé pour les essais. Nos résultats et ceux des autres laboratoires partenaires du benchmark sont présentés sur la figure 3. Par convention, les fibres sont alignées avec l'axe X du système de coordonnées adopté dans cette étude.

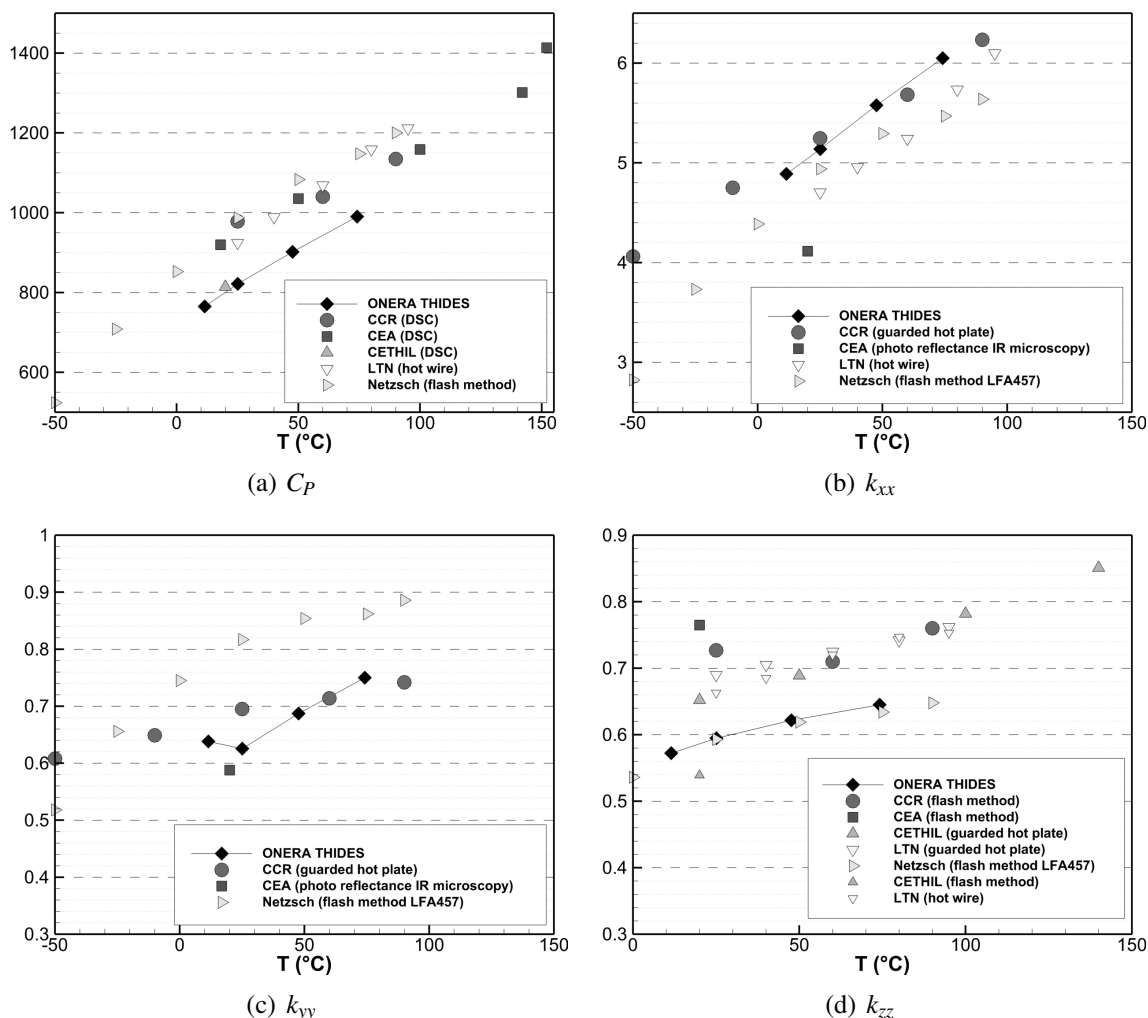


Figure 3 – Comparaison des propriétés thermophysiques d'un matériau composite unidirectionnel

Les propriétés sont données en fonction de la température à laquelle l'échantillon est maintenu avant essai. La dispersion des points est importante même pour deux méthodes identiques. En particulier, l'écart entre les mesures par plaques chaudes gardées réalisées au CETHIL et au LTN est visible et montre deux pentes d'évolution de  $k_{zz}$ . D'autre part, les identifications faisant appel aux méthodes flash traditionnelles passent par la mesure de la diffusivité thermique et de la capacité calorifique. La dispersion peut alors s'expliquer partiellement par le cumul des incertitudes liées à chacune des deux techniques. La méthode présentée ici a l'avantage d'identifier les 4 paramètres simultanément. Néanmoins, l'écart reste important entre les différentes techniques de mesure et témoigne de la difficulté de déterminer de telles propriétés sur un matériau anisotrope. À partir des mesures disponibles, il paraît difficile même de dégager une courbe de valeurs où convergeraient les différents laboratoires, soit par manque de valeurs, soit par une dispersion trop forte. La question de l'homogénéité du matériau se pose aussi mais ne sera pas abordée dans cet article.

Sur les résultats ONERA obtenus avec THIDES, une évolution quasi linéaire sur la gamme de température se dessine à l'exception de la conductivité dans le sens perpendiculaire aux fibres. Toutes les valeurs ont fait l'objet de 15 tests de répétabilité effectués différents jours et à partir de différentes déterminations de flux laser précédant chaque essais sur composite. Ces différentes mesures permettent de déterminer la dispersion liée à la méthode incluant l'incertitude liée à la stabilité du flux laser au cours du temps. La comparaison de ces flux de chaleur a fait apparaître peu d'écarts sur la valeur du maximum alors qu'une dispersion plus grande sur sa position, notamment verticale, a été observée. Concernant la dispersion des mesures, elle atteint selon la température de 0.4 à 0.65% pour  $C_p$ , de 0.47 à 0.8% pour  $k_{xx}$ , de 1 à 2% pour  $k_{yy}$  et de 0.75 à 1.46% pour  $k_{zz}$ . Bien que faible, ces variations de résultats sont plus importantes dans le cas de  $k_{yy}$  et dans une moindre mesure de  $k_{zz}$ . Le problème de stabilité spatiale du laser utilisé dans cette étude corrobore l'évolution irrégulière de  $k_{yy}$ . Concernant la conductivité dans l'épaisseur, la synchronisation de l'ouverture de l'obturateur avec l'acquisition caméra pourrait être mise en cause. En effet, la fréquence d'acquisition de la caméra limitée à 50Hz couplée avec le sous-échantillonnage des données font que la date précise du début de chauffe de l'échantillon peut se situer entre deux snapshots traités par la méthode inverse.

## 5 Conclusions et perspectives

Une méthode flash généralisée en 3D permettant de déterminer simultanément la capacité calorifique et les trois composantes principales du tenseur de conductivité thermique d'un matériau orthotrope a été présentée dans cette étude. La dispersion des résultats soulève des interrogations quant aux incertitudes respectives des différentes méthodes. Les incertitudes de la méthode THIDES sont d'ordre technique : stabilité du laser et synchronisation de la prise de vues. Elles doivent être levées pour améliorer la méthode et augmenter son crédit. L'objectif de cette étude est d'enrichir la base de données existante sur le matériau modèle choisi pour le benchmark, pour alimenter la discussion sur l'évolution future des méthodes calorimétriques.

## Références

- [1] V. PLANA et P. REULET : Experimental Characterization of the Thermophysical Properties of Composite Materials by an Inverse Heat Conduction Method. *Journal Of Composite Materials*, 40(14):1247–1258, 2006.
- [2] D. NORTERSHAUSER : *Résolution de problèmes inverses tridimensionnels stationnaires de conduction de la chaleur*. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure de l'Aéronautique et de l'Espace, 2000.
- [3] J.V. BECK, C.R. ST. CLAIR et B. BLACKWELL : *Inverse Heat Conduction*. John Wiley and Sons Inc., New York, NY, 1985.
- [4] P. REULET, D. NORTERSHAUSER et P. MILLAN : Inverse Method Using Infrared Thermography for Surface Temperature and Heat Flux Measurements. *In Proceedings of the International Congress on Instrumentation in Aerospace Simulation Facilities*, volume 1, pages 118–126, 2003.