

# Caractérisation thermique des matériaux composites orthotropes par méthode inverse.

Matthieu THOMAS<sup>1,2\*</sup>, Didier DELAUNAY<sup>1</sup>, Yvon JARNY<sup>1</sup>, Philippe GUILLEMET<sup>3</sup>,  
Nicolas BOYARD<sup>1</sup>, Bruno ESTEBE<sup>2</sup>

<sup>1</sup>LTN, UMR CNRS 6607, Ecole Polytechnique de l'Université de Nantes, 44306 Nantes cedex 3

<sup>2</sup>Airbus, 316 Route de Bayonne, 31060 Toulouse

<sup>3</sup>LGMPA, Ecole Polytechnique de l'Université de Nantes, 44306 Nantes cedex 3

\* (auteur correspondant : matthieu.thomas@univ-nantes.fr)

**Résumé** - Cette étude présente une méthode de mesure simultanée des conductivités thermiques selon les trois directions principales, ainsi que de la chaleur spécifique de matériaux composites orthotropes couramment utilisés en aéronautique. La technique consiste à mesurer la réponse thermique d'un échantillon soumis à un échauffement induit par une chaufferette, l'ensemble étant positionné dans une enceinte à vide. Une méthode inverse permet l'estimation des paramètres recherchés. Le problème direct, ainsi que les équations de sensibilités sont résolus par éléments finis.

## Nomenclature

$x, y, z$	directions principales de l'échantillon	<i>Symboles grecs</i>	
$n$	vecteur normal	$\varepsilon$	émissivité
$t$	temps, $s$	$\lambda$	conductivité thermique, $W.m.K^{-1}$
$e$	épaisseur, $m$	$\rho$	masse volumique, $kg.m^{-3}$
$r$	rayon, $m$	$\sigma$	constante de Stefan Boltzmann
$T$	température, $K$	$\varphi$	densité de flux, $W.m^{-2}$
$T_\infty$	température des parois de l'enceinte, $K$		
$C_p$	chaleur spécifique, $J.kg^{-1}.K^{-1}$		
$X(\beta)$	sensibilité au paramètre $\beta$	<i>Indice</i>	
$Q$	puissance constante dissipée, $W.m^{-2}$	$x, y, z$	directions principales de l'échantillon
$R_{tc}$	résistance thermique de contact, $m^2.K.W^{-1}$	$i=1,2$	1 : chaufferette, 2 : échantillon

## 1. Introduction

Les simulations par outils numériques sont indispensables pour le dimensionnement des structures aéronautiques. Pour fournir les résultats les plus proches possible de la réalité, ces outils ont besoin de plusieurs paramètres d'entrée parmi lesquels les propriétés thermophysiques des matériaux utilisés. Aussi, la connaissance des propriétés thermiques des matériaux composites supposées homogénéisées à l'échelle considérée (composantes du tenseur de conductivité thermique et chaleur spécifique), ainsi que les incertitudes liées à leurs mesures sont une nécessité de premier ordre.

A l'heure actuelle, de nombreuses techniques permettent d'estimer les propriétés thermiques des matériaux composites. On peut par exemple citer la plaque-chaude gardée, les méthodes de type flash [1,2,3], la méthode du fil chauffant [4], les méthodes d'identification en régime périodique, DSC (pour la chaleur spécifique), etc. Pour estimer les conductivités thermiques selon les trois directions principales ainsi que la chaleur spécifique, il est nécessaire de combiner ou répéter les méthodes citées précédemment. La technique présentée permet l'estimation directe de l'ensemble de ces paramètres, et ce, sans que les échantillons soient instrumentés, ou re-surfacés, en vue de réduire de manière significative la durée des procédures expérimentales. Nous analysons dans cette communication la validité des

solutions techniques retenues, basés sur une étude de sensibilité des mesures aux paramètres à déterminer. La stratégie d'identification par méthode inverse est définie en comparant deux protocoles expérimentaux.

## 2. Méthode de caractérisation

### 2.1 Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental (en cours de réalisation) constitué d'une chaufferette prise en sandwich entre deux échantillons cylindriques, libère un flux de chaleur connu et maîtrisé qui se propage de manière symétrique dans les échantillons. La chaufferette est l'élément essentiel de cette technique de mesure, puisqu'elle est utilisée comme élément chauffant et comme instrument de mesure. Elle se compose d'une superposition de disques de Kapton® sur lesquels sont déposées deux pistes chauffantes ainsi que des micro-thermocouples. Les deux pistes chauffantes déposées forment deux éléments chauffants distincts : d'une part un disque central de faible rayon  $r_{ints}$  et d'autre part une couronne périphérique de rayon intérieur  $r_{int}$  et de rayon extérieur  $r_{max}$ . L'ensemble est enrobé dans de l'élastomère pour garantir un bon contact entre ces éléments chauffants et les échantillons.

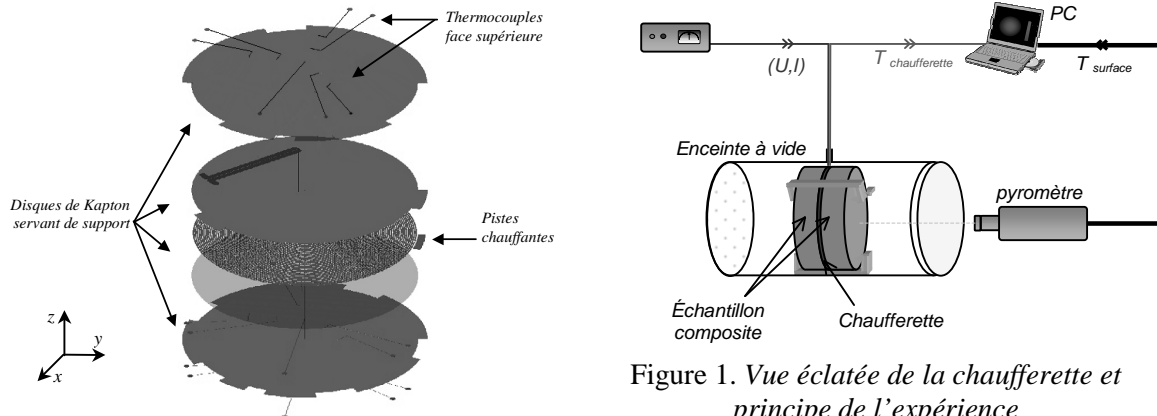


Figure 1. Vue éclatée de la chaufferette et principe de l'expérience

La conception de la chaufferette offre donc deux possibilités de mesure. La configuration ① consiste à n'alimenter que l'élément central. Dans cette configuration, la déformation des isothermes en ellipses permet de mettre en évidence les deux directions d'orthotropie dans le plan  $(O,x,y)$  et de déterminer la différence entre les conductivités planes de l'échantillon ( $\lambda_{2x}$  et  $\lambda_{2y}$ ). On admet que la direction  $(Oz)$  est une direction orthotrope. En revanche, la configuration ② consiste à alimenter l'élément central ainsi que la couronne périphérique pour libérer un flux de chaleur uniforme sur toute la surface de la chaufferette. Le plan  $(O,x,y)$  est alors isotherme (aux effets de bords près) et le champ de température n'est plus sensible aux paramètres  $\lambda_{2x}$  et  $\lambda_{2y}$  mais uniquement à  $\lambda_{2z}$  et  $Cp_2$ .

La réponse thermique des échantillons est mesurée selon les trois directions principales  $(Ox, Oy, Oz)$ . Quatre thermocouples situés au sein de la chaufferette permettent de détecter les évolutions de température dans le plan  $(O,x,y)$  et un pyromètre focalisé au centre de la face supérieure d'un des échantillons assure la mesure du gradient transverse  $(Oz)$ . L'ensemble chaufferette – échantillons est placé dans une enceinte à vide. Les transferts radiatifs sont pris en compte dans les conditions aux limites du modèle développé. La chaufferette et les échantillons sont considérés opaques vis à vis du rayonnement. Le contact entre la chaufferette et les échantillons est modélisé par une résistance thermique supposée uniforme notée  $R_{tc}$ .

Ce dispositif permet donc de réaliser des mesures de chaleur spécifique volumique et de conductivité thermique effectives selon les trois directions principales sur des échantillons de matériau composite, pour une gamme de température allant de l'ambiante à 200°C (limite acceptable pour la chaufferette actuellement utilisée).

## 2.2 Principe d'identification

Pour identifier les paramètres, nous cherchons à minimiser par méthode inverse l'écart entre les thermogrammes expérimentaux et le résultat du modèle direct. Pour résoudre le problème direct, l'utilisation de codes commerciaux est courante. Pour cette étude, nous avons travaillé en éléments finis avec le logiciel commercial *Comsol Multiphysics*. L'intégration des calculs effectués sous *Comsol* dans des routines *Matlab* permet d'élaborer avec souplesse les programmes inverses. La méthode inverse actuellement utilisée étant celle de Gauss Newton, les sensibilités aux paramètres estimés sont aussi calculées.

## 3. Modélisation

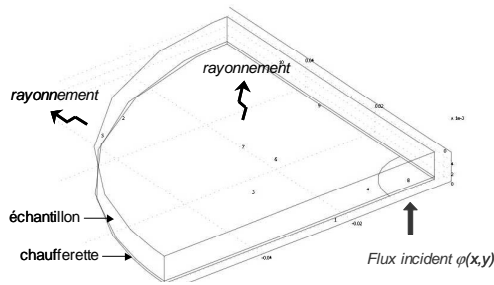


Figure 2. Cellule élémentaire

La chaufferette en élastomère décrite précédemment possède une épaisseur  $e_1$  (0,5mm) et le rayon de l'élément central  $r_{int}$  est de 10mm. Le plan médian de cette chaufferette ( $O, x, y$ ) est aussi un plan de symétrie du montage. Dès lors, les échantillons cylindriques de rayons  $r_{max}$  (60mm) et d'épaisseur  $e_2$  étant supposés homogènes et orthotropes, le domaine spatial ( $\Omega$ ) du problème se réduit à la cellule élémentaire ci-contre et ne représente qu'un huitième de la géométrie globale.

Dans le cadre de cette étude, seule la modélisation de la configuration ① est présentée, les équations étant aisément transposables pour la configuration ②.

### 3.1 Champs de température

Dans la suite les directions ( $Ox, Oy, Oz$ ) du repère sont les directions principales d'orthotropie de l'échantillon. Dans ce repère, le système d'équations à résoudre dans  $\Omega$  (constitué des deux sous domaines  $\Omega_1$  pour la chaufferette et  $\Omega_2$  pour le composite) est :

$$\rho_i C p_i \frac{\partial T_i}{\partial t} = \lambda_{ix} \frac{\partial^2 T_i}{\partial x^2} + \lambda_{iy} \frac{\partial^2 T_i}{\partial y^2} + \lambda_{iz} \frac{\partial^2 T_i}{\partial z^2} \text{ avec } (x, y, z) \in \Omega_i \quad (1)$$

Avec les conditions aux limites suivantes :

$$\text{- Chaufferette: Face inférieure } (z=0): \quad \lambda_1 \left( n_{1x} \frac{\partial T_1}{\partial x} + n_{1y} \frac{\partial T_1}{\partial y} + n_{1z} \frac{\partial T_1}{\partial z} \right) = \varphi(x, y) \quad (2)$$

$$\text{- Chaufferette: Faces latérales } (r=r_{max}): \quad \lambda_1 \left( n_{1x} \frac{\partial T_1}{\partial x} + n_{1y} \frac{\partial T_1}{\partial y} + n_{1z} \frac{\partial T_1}{\partial z} \right) = \varepsilon \sigma (T_\infty^4 - T_1^4) \quad (3)$$

- Composite : Faces supérieures ( $z=e_1+e_2$ ) et latérales ( $r=r_{max}$ ) :

$$\lambda_{2x} n_{2x} \frac{\partial T_2}{\partial x} + \lambda_{2y} n_{2y} \frac{\partial T_2}{\partial y} + \lambda_{2z} n_{2z} \frac{\partial T_2}{\partial z} = \varepsilon \sigma (T_\infty^4 - T_2^4) \quad (4)$$

$$\text{- Interface chaufferette composite } (z=e_1): \quad -\lambda_{1z} n_{1z} \frac{\partial T_1}{\partial z} \Big|_{z=e} = \frac{T_1(e_1) - T_2(e_1)}{Rtc} \quad (5)$$

- Les autres limites respectent une simple condition de symétrie.

A l'instant initial, les échantillons et la chaufferette sont en équilibre thermique avec l'enceinte à vide, soit  $T_i(x,y,z,t=0)=T_\infty$  dans  $\Omega$ , et la chaufferette est inactive. Pour  $t \in (0, t_f)$ , avec  $t_f$  la durée de l'expérience, le flux de chaleur dégagé de manière uniforme par la chaufferette, est défini par :  $\varphi(x, y) = \begin{cases} 0 & \text{pour } r > r_{\text{int}} \\ Q & \text{pour } r < r_{\text{int}} \end{cases}$  (6)

Le modèle direct 3D transitoire présenté par le système d'équations précédent est résolu par élément finis. Etant donné que la solution de ce problème est intégré à une méthode inverse, il va de soi que le temps de calcul de ce modèle direct doit être adapté. Un travail sur le maillage de la géométrie a donc été effectué pour diminuer le nombre d'éléments tout en assurant la convergence du problème avec une bonne précision.

### 3.2 Champs de sensibilités

Le champ de sensibilité au paramètre  $\beta$  est défini par :  $X(\beta, x, y, z, t) = \frac{\partial T(x, y, z, t)}{\partial \beta}$  (7)

Un champ de sensibilité est calculable selon une équation aux dérivées partielles de type équation de la chaleur mais dans laquelle intervient un terme supplémentaire de couplage avec l'équation de base du problème. De même, les conditions aux limites sont de même type que celles habituellement utilisées (1<sup>ère</sup>, 2<sup>ème</sup> et 3<sup>ème</sup> espèce), mais comportent également des termes de couplage, faisant appel à la variable température. Il est donc judicieux de calculer l'ensemble des champs  $T, X(\lambda_{2x}), X(\lambda_{2y}), X(\lambda_{2z})...$ , par résolution globale du système couplé par éléments finis.

Le calcul des sensibilités est doublement important. D'une part ces dernières interviennent directement dans la méthode inverse pour le calcul de la variation des paramètres, et d'autre part elles permettent de nous renseigner sur la faisabilité de l'identification.

## 4. Optimisation de la technique de mesure

### 4.1 Positions des capteurs

Le choix de la position des capteurs a été réalisé pour assurer une sensibilité maximale aux paramètres à identifier tout en tenant compte des corrélations éventuelles entre les paramètres.

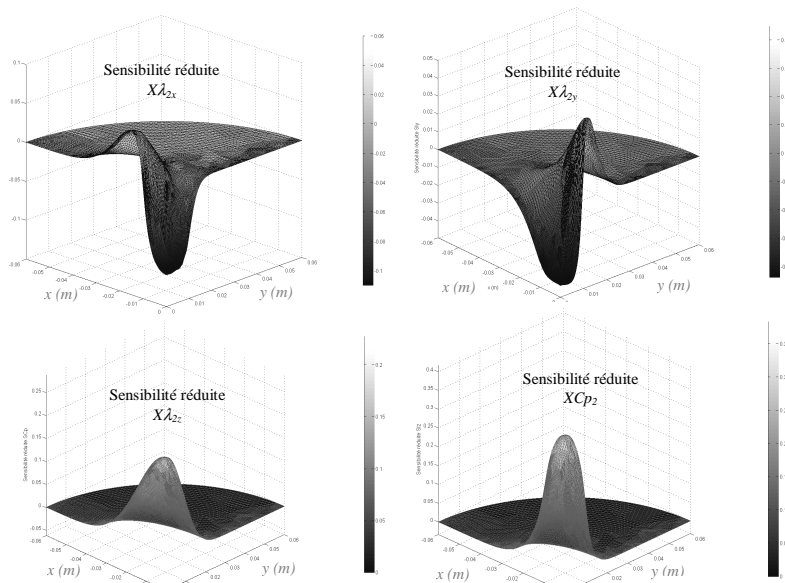


Figure 3. Champs de sensibilités réduites aux paramètres estimés dans le plan de la chaufferette à  $t=60$  secondes

Dans le plan de la chaufferette, la sensibilité maximale pour l'ensemble des paramètres est obtenue au centre de celle-ci. Nous pouvons aussi remarquer qu'un pic secondaire de sensibilité apparaît pour les paramètres  $\lambda_{2x}$  et  $\lambda_{2y}$  selon les directions principales  $x$  et  $y$ . Il paraît donc judicieux de placer un premier capteur ( $Tm1$ ) au centre de la chaufferette, ainsi que deux autres capteurs ( $Tm2, Tm3$ ) aux seconds pics de sensibilité, c'est à dire selon

les directions principales ( $Ox$ ) et ( $Oy$ ) pour des rayons supérieurs à  $r_{int}$ . Il faut cependant rester prudent car la position de ces seconds pics de sensibilité dépend des conductivités que l'on cherche à estimer, et d'autre part elle se déplace vers l'extérieur de la chaufferette en fonction du temps.

Enfin, un quatrième capteur ( $Tm4$ ) peut être placé au centre de la face supérieure d'un échantillon de manière à mesurer le gradient transverse et ainsi estimer avec précision  $\lambda_{2z}$ . Pour éviter toute instrumentation de l'échantillon, la mesure se fait grâce à un pyromètre.

#### 4.2 Corrélation des paramètres aux points de mesures

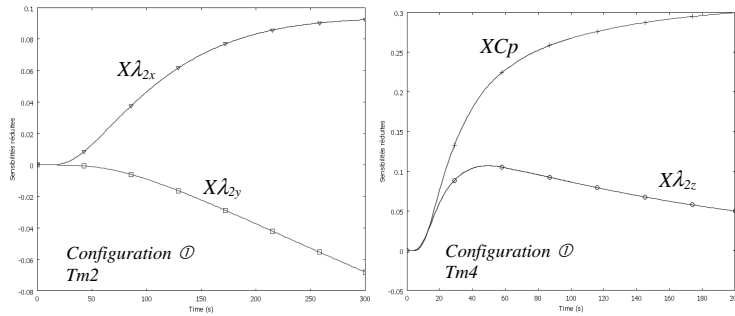


Figure 4. Sensibilités réduites

Pour réduire l'incertitude de l'estimation, il faut éviter que les sensibilités soient corrélées aux emplacements des points de mesure. Aussi, les figures ci-contre indiquent que les sensibilités aux paramètres  $\lambda_{2x}$  et  $\lambda_{2y}$  ne sont pas corrélées à l'emplacement  $Tm2$  (il en va de même pour le capteur  $Tm3$ ), ni celle des paramètres  $\lambda_{2z}$  et  $Cp_2$  pour  $Tm4$ .

#### 4.3 Stratégie d'estimation

Différentes stratégies d'estimations peuvent être adoptées, nous avons retenu les deux suivantes :

- La première consiste à n'utiliser que la configuration ①. On estime alors les quatre paramètres simultanément.
- La seconde stratégie consiste quant à elle à estimer les quatre paramètres de manière successive. En utilisant tout d'abord la configuration ②, les sensibilités aux paramètres  $\lambda_{2x}$  et  $\lambda_{2y}$  sont nulles. L'estimation est réduite à celle des deux autres paramètres ( $\lambda_{2z}$  et  $Cp_2$ ) et est donc a priori de meilleure qualité. Reste ensuite à utiliser la configuration ① pour déterminer  $\lambda_{2x}$  et  $\lambda_{2y}$ , en se servant des deux paramètres précédemment estimés.

Pour déterminer la meilleure des deux stratégies [5], nous comparons les matrices de corrélations définies par :

$$C(\beta_j, \beta_k) = \frac{\text{cov}(\beta_j, \beta_k)}{\sqrt{\text{var}(\beta_j) \text{var}(\beta_k)}} \text{ avec } \text{cov}(\beta) = \sigma^2 (X^t X)^{-1} \quad (8)$$

$$\text{et nous évaluons les erreurs relatives d'estimation : } re(\beta) = \sigma_\beta / \beta = \sigma_N \sqrt{\text{Var}(\beta)} / \beta \quad (9)$$

avec  $\sigma_N$  la variance du bruit de mesure de distribution normale supposé gaussien et de moyenne nulle.

Le tableau suivant obtenu avec  $\sigma_n = 0,02K$ , indique que les deux stratégies sont envisageables, et que l'estimation des paramètres sera assurée. Le choix entre ces deux stratégies est celui du ratio temps de mesure / précision. En effet, la seconde stratégie est plus coûteuse en temps puisque les configurations ① et ② doivent être réalisées, mais c'est aussi celle qui apporte le plus de précision dans les résultats.

		matrices de corrélation	erreurs relatives
Stratégie 1	$C(\lambda_{2x}, \lambda_{2y}, \lambda_{2z}, Cp_2) =$	$\begin{bmatrix} 1 & -0.43 & -0.32 & 0.54 \\ \text{sym} & 1 & -0.025 & 0.25 \\ \text{sym} & \text{sym} & 1 & 0.072 \\ \text{sym} & \text{sym} & \text{sym} & 1 \end{bmatrix}$	$\begin{cases} re(\lambda_{2x}) = 1,9\% \\ re(\lambda_{2y}) = 2,5\% \\ re(\lambda_{2z}) = 0,8\% \\ re(Cp_2) = 1,3\% \end{cases}$
Stratégie 2	$C(\lambda_{2z}, Cp_2) = \begin{bmatrix} 1 & 0,58 \\ \text{sym} & 1 \end{bmatrix}$ et $C(\lambda_{2x}, \lambda_{2y}) = \begin{bmatrix} 1 & -0,79 \\ \text{sym} & 1 \end{bmatrix}$		$\begin{cases} re(\lambda_{2x}) = 1,2\% \\ re(\lambda_{2y}) = 1,4\% \\ re(\lambda_{2z}) = 0,75\% \\ re(Cp_2) = 0,86\% \end{cases}$

Tableau 1 : Comparaison des erreurs d'estimations suivant les deux stratégies envisagées

## 5. Incertitudes

Outre l'influence du bruit de mesure, de nombreux facteurs expérimentaux peuvent être sources d'incertitudes dans le processus d'estimation. Parmi ceux-ci, nous avons référencé les plus critiques : (i) la résistance d'interface, (ii) la position des capteurs, (iii) les propriétés thermiques de la chaufferette. Le tableau 1 montre que l'impact du bruit de mesure sur l'estimation reste faible :  $\Delta\beta/\beta < \pm 2,5\%$ . La résistance d'interface entre la chaufferette en élastomère et le composite est relativement faible, de l'ordre de  $10^{-4} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$ . Une étude numérique est en cours pour étudier précisément son influence. Il en va de même pour l'influence de la position des capteurs dont l'incertitude engendre des biais. La validation expérimentale de l'hypothèse d'uniformité de flux émis par les éléments chauffants reste aussi à réaliser. Enfin, l'incertitude sur les propriétés thermiques de la chaufferette a été évaluée : des variations de  $\lambda_1$  et de  $Cp_1$  de  $\pm 10\%$  entraînent des erreurs  $\Delta\beta/\beta < \pm 4\%$  sur les paramètres estimés.

## 6. Conclusion

La faisabilité de la réalisation d'une méthode de mesure (quasi)-simultanée de la chaleur spécifique volumique et des trois composantes du tenseur de conductivité de matériaux composite orthotropes à été démontrée. Cette approche autorise une réduction significative de la durée totale de caractérisation puisque tous les paramètres sont déterminés sans instrumenter les échantillons. L'analyse des sensibilités des mesures aux paramètres estimés a permis de définir et d'optimiser les protocoles expérimentaux des stratégies d'identifications. La mise en œuvre de l'algorithme d'estimation a montré une convergence rapide et peu sensible à l'initialisation. Le montage expérimental est en cours d'assemblage.

## Références

- [1] Parker, Jenkins, Butler, Abbot Flash methods of determining thermal diffusivity, heat capacity and thermal conductivity, *J. Appl. Phys.*, 23 (1961), 1679-1684.
- [2] Degiovanni A, Bastale JC, Maillot D, Mesure de la diffusivité longitudinale de matériaux anisotropes, *Rev. Gén. Therm.*, 35 (1996), 141-147.
- [3] Demange D, Beauchike P, Bejet M, Casulleras R, Mesure simultanée de la diffusivité thermique selon les deux directions principales d'un matériau, *Rev. C&I Therm.*, 36 (1997), 755-770.
- [4] Jarny Y, Guillemet P, Estimation simultanée de la conductivité thermique et de la chaleur spécifique de matériaux orthotropes, *Congrès SFT*, (2001), 609-614.
- [5] Remy B, Battaglia J.L, Le Niliot C, Specific inverse problems in heat transfer, *Eurotherms Winter School*, Lecture, METTI, (2005).