

Approche de la mesure de diffusivité thermique par radiométrie photothermique aléatoire face avant à l'aide du système SAMMIR

S. Brahim, J.L. Bodnar*, J.L. Nicolas et P. Grossel

Laboratoire d'Energétique et d'Optique, UFR Sciences Exactes et Naturelles, BP 1039, 51687 Reims cedex 02 (* auteur correspondant : jl.bodnar@univ-reims.fr)

Résumé : L'objet du travail que nous présentons ici, est d'approcher de manière expérimentale, les possibilités de mesure de diffusivité thermique, sous contraintes énergétiques moindres, offertes par radiométrie photothermique aléatoire face avant associée à une analyse paramétrique. Nous présentons d'abord le principe de la méthode aléatoire. Nous présentons ensuite le système d'analyse SAMMIR mis en œuvre lors de notre étude. Nous présentons alors l'échantillon étudié, les conditions expérimentales retenues et le modèle théorique développé pour l'étude. Nous montrons enfin, à l'aide de l'étude expérimentale d'un échantillon de nylon, que la méthode photothermique permet dans un cas particulier, une bonne approximation du paramètre diffusivité thermique.

Nomenclature

| | | | |
|-------|--|---------------|--|
| a | Diffusivité thermique, $m^2.s^{-1}$ | p | Variable de Laplace |
| a_m | Coefficients de sortie du filtre paramétrique | pp | Ordre de sortie du filtre paramétrique |
| b_m | Coefficients d'entrée du filtre paramétrique | q | Ordre d'entrée du filtre paramétrique |
| c | Chaleur massique, $J.kg^{-1}.K^{-1}$ | \hat{s} (n) | Signal de sortie estimé du filtre paramétrique |
| e | Epaisseur de l'échantillon, m | S | Surface, m^2 |
| e (n) | Signal d'entrée du filtre paramétrique (W/m^2) | λ | Conductivité thermique, $W.m^{-1}.K^{-1}$ |
| h | Coefficient de convection, $W.m^{-2}.K^{-1}$ | ρ | Masse volumique, $m^3.kg^{-1}$ |
| n | Temps discret | θ | Température, K |
| m | Indice courant | ϕ | Flux, $W.m^{-2}$ |

1. Introduction

La radiométrie photothermique est un mode de contrôle non destructif opérant à distance et sans contact. Son principe consiste à soumettre l'échantillon à analyser à un flux lumineux dont l'absorption produit une élévation locale de température au voisinage du point d'impact laser, puis à observer les variations d'émittances du matériau à l'aide d'une chaîne de détection optique infrarouge. Le signal photothermique ainsi obtenu dépend des propriétés thermophysiques du matériau analysé, ce qui permet alors de les caractériser [1]. Traditionnellement, pour identifier un système thermique ou pour effectuer des mesures de diffusivité thermique, une excitation impulsionnelle conjuguée à une détection continue est mise en œuvre [2-5]. Cette méthode, très performante, présente toutefois l'obligation, pour obtenir une excitation proche d'une fonction de Dirac, de déposer une énergie importante dans un laps de temps très court, ce qui n'autorise pas, par exemple, l'analyse de matériaux sensibles (matériaux biologiques, œuvres d'art, ...). Pour permettre l'étude de ces derniers types de matériaux et donc pour étendre le champ d'investigation de la radiométrie photothermique, de nouvelles études et de nouveaux modes d'analyse sont encore à développer. Depuis quelques années, grâce à l'informatisation de plus en plus poussée des instrumentations et au développement des méthodes de traitement du signal, apparaissent dans de nombreux domaines de la physique, de nouvelles méthodes d'analyse, complémentaires de celles traditionnellement utilisées (analyse de Fourier et analyse flash). L'une d'entre elles, consiste à associer une excitation aléatoire et une analyse paramétrique au mode de contrôle utilisé. Le principal avantage de cette association est alors de donner accès à la réponse

impulsionnelle des matériaux, tout en mettant en œuvre une densité d'excitation moindre et donc, de permettre l'analyse de matériaux plus sensibles qu'avec la méthode flash [6-8]. L'idée d'associer une excitation aléatoire et une analyse paramétrique à la radiométrie photothermique face avant, est alors séduisante, puisque pouvant offrir des possibilités nouvelles en matière de mesure de diffusivité thermique. C'est pourquoi, nous avons entrepris une étude visant à approcher les possibilités de la méthode. L'objet de cet article est alors la présentation des résultats obtenus dans ce cadre. Nous présentons d'abord le principe de la méthode photothermique aléatoire. Nous présentons ensuite le système d'analyse SAMMIR mis en œuvre lors de notre étude. Nous présentons alors l'échantillon étudié, les conditions expérimentales retenues et le modèle théorique développé pour l'étude. Nous montrons enfin, à l'aide de l'étude expérimentale d'un échantillon de nylon, que la méthode photothermique permet dans un cas particulier, une bonne approximation du paramètre diffusivité thermique.

2. Principe de la radiométrie photothermique aléatoire face avant

Le principe de la radiométrie photothermique aléatoire face avant sous analyse paramétrique, consiste à exciter le matériau à étudier, à l'aide d'un signal lumineux (laser) ayant un spectre temporel s'approchant d'un bruit blanc, puis à reconstruire la réponse impulsionnelle de l'échantillon par une analyse paramétrique de la mesure des variations de températures induites par cette excitation, en face avant de l'échantillon étudié [8]. La procédure expérimentale à suivre, consiste donc d'abord, à soumettre l'échantillon étudié à un flux lumineux modulé de façon aléatoire. Elle consiste ensuite, à partir de la réponse thermique donnée par l'échantillon en face avant, à bâtir un modèle de comportement paramétrique de l'expérience. Elle consiste enfin à calculer la réponse théorique de ce modèle face à une fonction delta de Dirac pour aboutir à la réponse impulsionnelle recherchée. La séquence d'excitation, proche d'un bruit blanc, mise en œuvre pour notre étude est de type binaire pseudo aléatoire (PRBS); cela essentiellement pour sa simplicité de mise en œuvre [7-8]. Le modèle de comportement utilisé pour l'étude, est de type Auto Régressif à Moyenne Ajustée (modèle ARMA). Il considère que le signal de sortie du filtre électronique, auquel est assimilé le système physique à identifier, est lié de façon linéaire aux différents états du signal d'entrée du filtre, aux différents paramètres intrinsèques du filtre, mais aussi aux différents états antérieurs du signal de sortie lui-même (1). Il est donc très complet, ce qui explique sa mise en œuvre [6-8]

$$\hat{s}(n) = \sum_{m=1}^{pp} a_m \hat{s}(n-m) + \sum_{m=0}^q b_m e(n-m) \quad (1)$$

3. Le système expérimental mis en œuvre lors de notre étude

Le système expérimental que nous avons mis en œuvre lors de notre étude, est le Système d'Analyse des Matériaux Minces par InfraRouge (SAMMIR) du Laboratoire d'Energétique et d'Optique de l'Université de Reims Champagne Ardenne (figure 1). Ce système est composé de trois grandes parties : Une optique d'excitation, une optique de détection et enfin une électronique et une informatique d'acquisition et de traitement des données. Examinons plus en détails chacune de ces trois parties. L'optique d'excitation est d'abord composée, d'une diode laser pouvant délivrer une puissance maximale de 0,55 watts à une longueur d'onde de 0,81 μm . Cette source lumineuse est ensuite associée à une optique de collimation et à une optique de focalisation. Le faisceau laser, une fois mis en forme, possède un diamètre caractéristique d'environ 500 μm . La diode laser est pilotée électroniquement en courant, afin de pouvoir délivrer des séquences binaires pseudo aléatoires de longueur allant de 64 termes à 4096 termes par raisons géométriques de 2. La fréquence d'échantillonnage de ces signaux

peut aller de quelques dixièmes de hertz à 500 khz. Un sur-échantillonnage, une répétition et un filtrage numérique des signaux sont possibles pour limiter l'influence des problèmes de repliement de spectre et/ou pour augmenter le rapport signal sur bruit. L'optique de détection comprend une association de miroirs paraboliques travaillant hors axe optique et un détecteur quantique de type HgCdTe mono élément, refroidi à l'azote liquide. Ce dernier présente un pic de sensibilité à $10,6 \mu\text{m}$ (c'est un détecteur "ondes longues") et une surface sensible de $100\mu\text{m} * 100\mu\text{m}$. Le système SAMMIR comprend enfin une électronique d'acquisition et une informatique de pilotage et de traitement des signaux. L'électronique de pilotage permet une amplification, à phase quasiment nulle, du signal issu du détecteur infrarouge et une numérisation de ce dernier jusqu'à une fréquence de 500 khz. L'amplification est adaptative en fonction du niveau de signal reçu, ce qui permet de numériser avec le maximum de dynamique et pour chaque étude le signal photothermique recueilli. L'informatique de traitement des signaux permet des analyses paramétriques, et un post traitement des données.

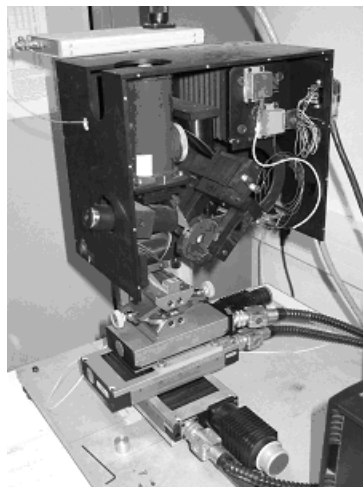


Figure 1: Le dispositif expérimental utilisé

4. L'échantillon analysé et les conditions expérimentales retenues pour l'étude

L'échantillon que nous avons analysé dans cette étude est un échantillon cylindrique de Nylon 6.6. Son épaisseur est de 1,75 mm. Son diamètre vaut 30 mm. Ses propriétés thermophysiques sont une conductivité thermique d'environ 0.26 W/mK (selon les auteurs la conductivité thermique du nylon 6.6 varie entre 0.24 W/mK et 0,28 W/mK), une masse volumique de 1150 kg/m^3 et une capacité calorifique de 1700 J/kg K. Sa diffusivité thermique est donc comprise entre $1,20 \text{ m}^2/\text{s}$ et $1,45 \text{ m}^2/\text{s}$. Les conditions expérimentales mises en œuvre au cours de l'étude avec contact sont l'utilisation d'un signal binaire pseudo aléatoire de 1024 termes, d'une fréquence d'échantillonnage de 5 bits/s, d'un sur échantillonnage de 10 et d'un nombre de paramètres du modèle de comportement ARMA égal à 40 en entrée et à 40 en sortie (valeurs qui permettent une bonne reconstruction théorique de la réponse de l'échantillon étudié).

5. Le modèle théorique développé pour l'étude

Le modèle théorique développé pour l'étude est un modèle 1D de l'expérience photothermique flash. L'échantillon est assimilé à un mur de surface infinie et d'épaisseur e . Initialement ce mur est considéré à l'équilibre thermique et à une température nulle. Des

échanges convecto – radiatifs avec le milieu environnant sont considérés sur les faces avant et arrière de ce dernier. L'excitation est assimilée à une fonction Delta de Dirac et est supposée être déposée dans une tranche surfacique très fine du matériau. Enfin, une hypothèse de petites variations de température dues à l'impulsion thermique permet de considérer les propriétés thermiques comme indépendantes de la température. (Figure 2)

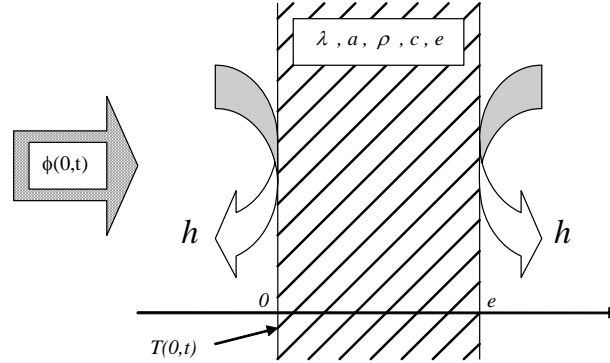


Figure 2 : Le modèle théorique développé pour l'étude

Le mode de résolution de l'équation de la chaleur utilisé est la méthode des quadripôles thermiques (figure 3, [9]).

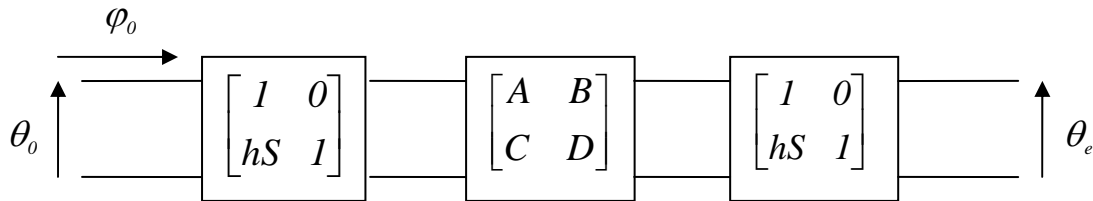


Figure 3 : représentation quadripolaire du modèle thermique développé pour l'étude.

Il conduit à une expression de la température de la face avant de l'échantillon analysé, exprimée dans l'espace de Laplace suivante :

$$\theta_0(p) = \frac{(A + hSB)Q}{C + 2hSA + (hS)^2 B} = \frac{Q(\text{Cosh}(e\sqrt{\frac{p}{a}}) + hS \frac{\text{Sinh}(e\sqrt{\frac{p}{a}})}{\lambda S \sqrt{\frac{p}{a}}})}{\lambda S \sqrt{\frac{p}{a}} \text{Sinh}(e\sqrt{\frac{p}{a}}) + 2hS \text{Cosh}(e\sqrt{\frac{p}{a}}) + (hS)^2 \frac{\text{Sinh}(e\sqrt{\frac{p}{a}})}{\lambda S \sqrt{\frac{p}{a}}}}$$

avec :

$$A = D = \text{Cosh}(e\sqrt{\frac{p}{a}}), \quad B = \frac{\text{Sinh}(e\sqrt{\frac{p}{a}})}{\lambda S \sqrt{\frac{p}{a}}}, \quad C = \lambda S \sqrt{\frac{p}{a}} \text{Sinh}(e\sqrt{\frac{p}{a}}) \quad (2)$$

Enfin le retour dans l'espace temporel et donc l'expression de cette température de surface dans l'espace temporel s'obtient numériquement à l'aide de la méthode de Stefest [10]

6. Les résultats expérimentaux obtenus

Sur la figure 4, nous présentons d'abord un exemple de signal photothermique brut obtenu lors de nos études. Il s'agit, comme nous le pouvons le voir, d'une réponse aléatoire assez difficile à interpréter telle quelle.

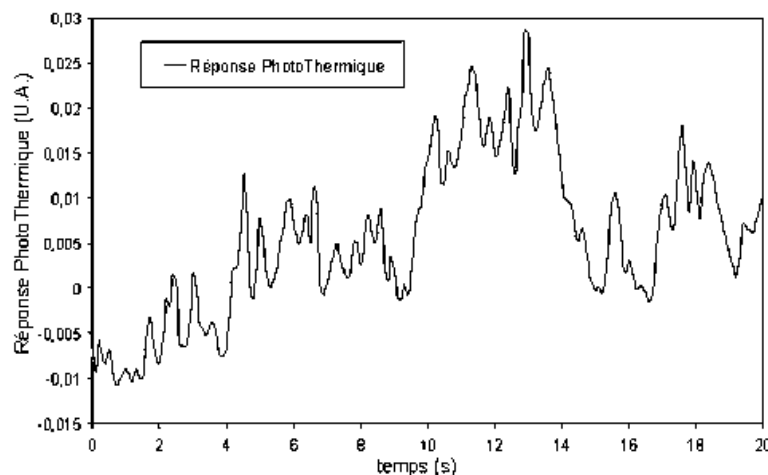


Figure 4 : Exemple de signal photothermique recueilli

Sur la figure 5, nous présentons ensuite un exemple de réponse impulsionnelle reconstruite par analyse paramétrique. Nous retrouvons l'allure classique des réponses impulsionnelles obtenues par méthode flash face avant.

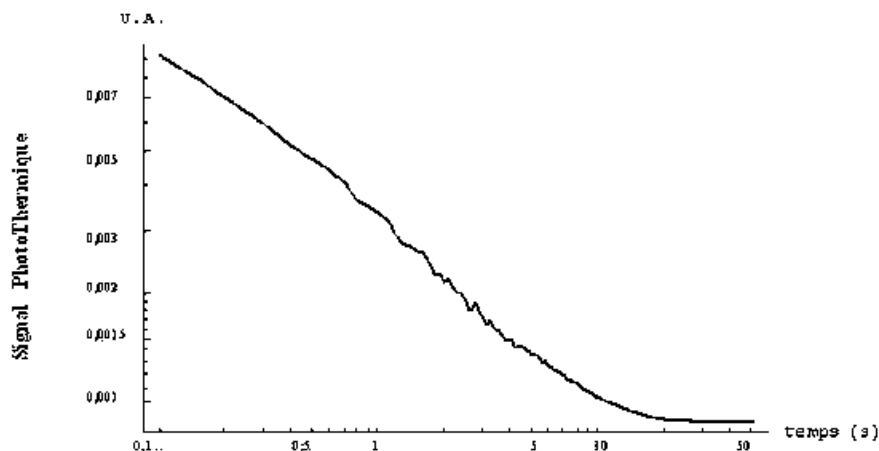


Figure 5 : Exemple de réponse impulsionnelle reconstruite par analyse paramétrique

Afin d'aboutir à une mesure du paramètre diffusivité thermique, le modèle théorique de l'expérience photothermique flash développé pour l'étude a alors été ajusté à cette réponse impulsionnelle reconstruite. La méthode de minimisation utilisée est la méthode de Box-Kanemasu qui est une évolution de la méthode de Gauss-Newton [11-12]. Le résultat de cet ajustement est présenté sur la figure 6. Elle montre que c'est pour une valeur de diffusivité thermique de $1,30 \cdot 10^{-7} \pm 0,15 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$, les courbes théoriques (courbe noire) et expérimentales (courbe grise) sont les plus proches. Cette valeur de diffusivité ainsi estimée, est bien comprise dans la plage de valeurs, $1,20 \cdot 10^{-7} - 1,45 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$ donnée par la littérature, ce qui montre les possibilités de la méthode photothermique en matière de mesure de diffusivité thermique.

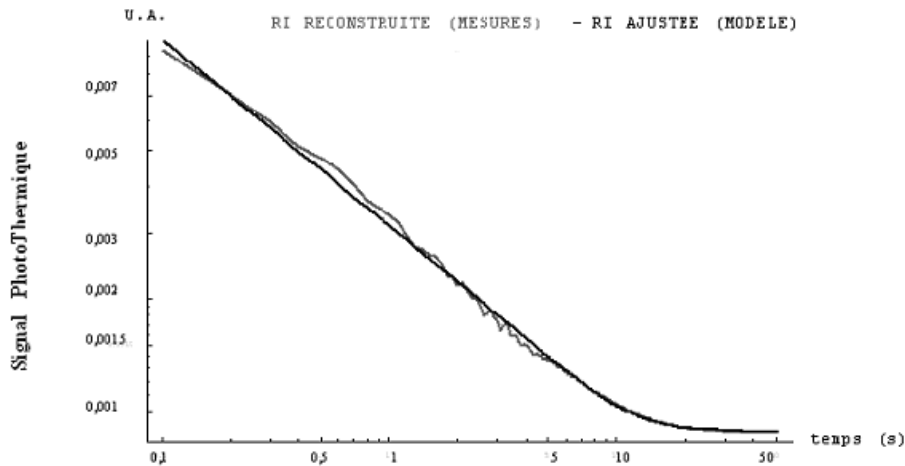


Figure 6 : Exemple de mesure de la diffusivité thermique d'un échantillon de nylon 6.6 par analyse photothermique aléatoire face avant associé à une analyse paramétrique

7. Conclusion

Dans le travail que nous avons présenté ici, nous avons essayé d'approcher les possibilités de mesure de diffusivité thermique, sous contraintes énergétiques moindres, par analyse photothermique aléatoire face avant associée à une analyse paramétrique. Nous avons d'abord présenté le principe de la méthode photothermique aléatoire face arrière. Nous avons ensuite présenté le système d'analyse SAMMIR mis en œuvre lors de notre étude. Nous avons alors présenté l'échantillon étudié, les conditions expérimentales retenues et le modèle théorique développé pour l'étude. Nous avons enfin montré que la méthode photothermique mise en œuvre permettait une mesure convenable de la diffusivité thermique d'un échantillon de nylon 6.6. Ces résultats expérimentaux obtenus sur des échantillons particuliers, sont encourageants puisque semblant ouvrir la voie à la caractérisation photothermique de matériaux sensibles. Ils demandent maintenant à être généralisés. Des études allant dans ce sens sont en cours.

Références Bibliographiques

- [1] J.L Bodnar : Contrôle non destructif par techniques infrarouges. Journée de formation du colloque CMOI 2007, Arcachon.
- [2] W Parker, Flash method of determining thermal diffusivity, J Appl. Phys, 32, (9), 1961, 1679-1684
- [3] J. Hladik, Métrologie des propriétés thermophysiques des matériaux, Masson, 1990.
- [4] A. Degiovanni, Diffusivité et méthode flash, Revue générale de thermique, 185, 1977, pp 420-441
- [5] B. Hay, J.R. Flitz et J.C. Batsale : Mesure de la diffusivité thermique par la méthode flash, techniques de l'ingénieur, R2955, pp1 - 12
- [6] J. Max Traitement du signal. Vol 1 and 2 1993.
- [7] J. Auvray Identification de processus. Techniques de l'ingénieur 1994 fiche r 306.
- [8] J.L Bodnar : Contrôle non destructif par radiométrie photothermique aléatoire. Congrès thermogram' 2003, Senart.
- [9] D. Maillet, S. André, J.C. Batsale, A. Degiovanni, C. Moyne, Thermal quadrupoles. Solving the heat equation through integral transforms, Wiley (2000)
- [10] H. Stefest, Remarks on algorithm 36, A.C.M. Communication, n°13, p.624, 1970
- [11] J.V. Beck, K.J. Arnold, Parameters Estimation in Engineering and Science, Wiley, 1977*
- [12] O. Faugeroux, Caractérisation thermophysique de revêtements de protection thermomécanique par méthode photothermique impulsionnelle, Thèse de Doctorat, Université de Perpignan, 2001