

Influence de l'état de surface (rugosité) sur les propriétés thermiques effectives d'un alliage de titane-aluminium-vanadium (Ti6Al-4V).

Jean Stéphane ANTONIOW¹, Mihai CHIRTOC¹, Hicham BENHAYOUNE² et Richard DREVET²

¹Laboratoire de Thermophysique, GRESPI EA 4301, Université de Reims Champagne-Ardenne URCA, BP 1039, 51687 Reims Cedex 2.

²INSERM UMR-S 926 IBTH, 21 rue Clement Ader, 51685 Reims Cedex 2.

(auteur correspondant : js.antoniov@univ-reims.fr)

Résumé - Des échantillons en alliage de titane-aluminium-vanadium ayant subi un traitement de surface par sablage et corindonnage, sont étudiés par radiométrie photothermique ponctuelle. Nous présentons ici les résultats obtenus dans l'hypothèse d'une couche homogène équivalente à l'interface air/matériaux rugueux pour une rugosité moyenne R_a variant de $0,7 \mu\text{m}$ à $3,6 \mu\text{m}$. On montre que l'épaisseur apparente de cette couche est directement liée à l'écart moyen entre la crête maximale et le creux minimum du profil d'interface, que cette épaisseur dépend linéairement de la rugosité. On montre aussi que les évolutions des propriétés thermophysiques suivent des lois cohérentes. Enfin, une semi-transparence à l'excitation laser de la couche équivalente doit être prise en compte dans le modèle 1D pour chaque valeur de rugosité.

Nomenclature

| | | | |
|----------|---|----------------------|--|
| a | diffusivité thermique, $\text{m}^2.\text{s}$ | <i>Symboles grec</i> | |
| C | capacité calorifique, $\text{J}.\text{kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ | α | taux de porosité, % |
| e | exponentielle | β | coefficient d'absorption optique, m^{-1} |
| f, f_c | fréquence, f. de coupure, Hz | λ | conductivité thermique, $\text{W}.\text{m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ |
| L | épaisseur effective, μm | μ | longueur de diffusion thermique, μm |
| l | longueur, μm | ρ | densité, $\text{kg}.\text{m}^{-3}$ |
| R_a | rugosité moyenne, μm | | |
| r | coefficient de réflexion optique | | |

1. Introduction

Les méthodes de radiométrie photothermiques (*PTR*) sont connues pour leur aptitude à caractériser en profondeur les propriétés thermophysiques et structurales de revêtements déposés en couches minces [1]. Le rayonnement infrarouge détecté résulte de l'échauffement de l'échantillon par absorption d'un faisceau laser modulé et dépend des propriétés d'interface (Figure 1). Sous excitation modulée, les variations de l'amplitude et de la phase de la signature thermique sont influencées par la rugosité moyenne de l'échantillon analysé [2- 5]. Sous réserve de disposer d'une modélisation mathématique adaptée, ces variations peuvent être reliées aux propriétés de transferts de la surface inspectée.

L'influence de la rugosité est souvent éliminée par voie expérimentale ou théorique selon les cas, de façon à déterminer au mieux les paramètres thermophysiques du matériau analysé. En assimilant la surface rugueuse à une couche homogène possédant des propriétés thermiques effectives, Bein et al [2] ont mis en évidence une décroissance de l'effusivité thermique effective avec la rugosité. Walther et al. [3] ont développé une description plus fine

de cette couche équivalente en interprétant les modifications des propriétés thermiques effectives par une association en parallèles de résistances thermiques en lien avec les variations locales de la surface. Depuis, de nombreuses améliorations ont été reportées dans la littérature, analyses fractales [4], application de techniques de traitement de signal en vue d'éliminer l'influence de la rugosité qui est alors considéré comme un bruit aléatoire de distribution gaussienne [5]. D'une manière générale, il ressort de ces études que la rugosité affecte la réponse thermique à moyennes fréquences, domaine où la longueur de diffusion thermique reste assez grande comparée aux dimensions des aspérités de surface (mode isotherme $\mu \gg Ra$). La cinétique des transferts thermiques peut encore être décrite dans ce cas par une modélisation unidimensionnelle (1D) [1] supposant une homogénéisation des propriétés dans la couche effective. A plus hautes fréquences, des écarts à la théorie laissent penser que la diffusion latérale de la chaleur joue un rôle non négligeable et que la longueur de diffusion thermique étant de l'ordre de grandeur de la rugosité ($\mu \sim Ra$), le modèle de couche effective n'est plus applicable, engageant différents auteurs à développer d'autres méthodes très rapidement plus complexes pour décrire les phénomènes rencontrés. Nous avons souhaité au contraire conserver une approche simple de l'étude de la rugosité par méthode *PT*. A cette fin, nous proposons de modifier le modèle de couche effective en incluant un coefficient d'absorption optique effectif et un coefficient de réflexion intimement liés à l'état de surface. En effet, l'excitation optique irradie l'échantillon opaque à des profondeurs évoluant avec le profil de surface. Si l'impact est négligeable dans le domaine des basses fréquences pour lesquelles la couche équivalente est thermiquement mince, il en est autrement à plus hautes fréquences lorsque $\mu < L$. Dans cette situation, la construction du signal thermique résulte du jeu entre les différentes contributions liées à l'échauffement direct de la surface et à la diffusion de la chaleur provenant de zones plus profondes. Tout se passe alors comme si la couche moyenne effective était le siège de sources volumiques de chaleur distribuées selon la profondeur en relation avec le profil de surface. En d'autres termes, la couche effective devient semi-transparente à l'excitation dès lors qu'elle devient thermiquement épaisse ($l/\mu > 1$). Nous montrons dans la suite que ce modèle peut être utilisé sans limitation imposée par l'état de surface et sur une large gamme de rugosités, à condition d'introduire des propriétés de semi-transparence à l'excitation pour la couche effective.

2. Matériel et méthode

Des échantillons préalablement polis de 1 mm d'épaisseur et de 10 mm de coté, en alliage de titane-aluminium-vanadium (*Ti6Al-4V*), ont subi un traitement de surface par sablage sous différentes pressions. Des rugosités moyennes ont été mesurées donnant des valeurs comprises entre $0,7 \mu\text{m}$ et $1,23 \mu\text{m}$ pour une pression de 1,5 bars, de l'ordre de $0,9$ à $1 \mu\text{m}$ pour 2 bars, environ $1,2 \mu\text{m}$, $1,4 \mu\text{m}$ et $1,7 \mu\text{m}$ respectivement pour 3, 4 et 5 bars. Enfin, un échantillon de rugosité proche de $3,6 \mu\text{m}$ a été obtenu par corindonnage. Un profil de surface est représenté sur la figure 2. Le dispositif photothermique (Figure 1) met en œuvre une excitation laser qui peut être modulée par cellule Acousto-Optique (*AO*) sur une gamme de fréquences s'étendant de 1 Hz à 1 MHz. La taille du faisceau exciteur est inférieure à celle du détecteur *HgCdTe* qui est de l'ordre de 1 mm^2 . La cinétique des transferts peut, de fait, être correctement décrite dans une géométrie 1D sous réserve que la longueur de diffusion thermique effective reste très inférieure aux dimensions du détecteur. Ce type d'approche simplificatrice permet d'intégrer les effets tridimensionnels dans la prise en compte de paramètres effectifs. Ce sont ces évolutions effectives que nous représenterons dans la suite.

Le modèle de calcul de la température utilisé est unidimensionnel [1] et suppose une couche mince d'épaisseur effective L , semi-transparente de coefficient d'absorption β et partiellement réfléchissante (r), déposée en parfait contact thermique sur un substrat opaque semi-infini. Au sein de cette couche effective, les propriétés thermophysiques résultent de la

combinaison des propriétés du substrat et de l'air (tirées de la littérature). La capacité thermique volumique (ρC) du mélange est égale à la somme des capacités thermiques des constituants du mélange pondérée par un taux de porosité α . 5 paramètres doivent alors être identifiés pour caractériser la couche effective: α , λ , L , β , r . Cependant, la plupart d'entre eux sont fortement corrélés. Pour y remédier, nous faisons varier par pas réduit, le coefficient d'absorption β et l'épaisseur effective L . Dans le même temps, la méthode d'estimation de Gauss-Newton est appliquée aux 3 autres paramètres et le doublet (β , L) est choisi de sorte que l'écart entre les évolutions harmoniques théoriques et expérimentales d'amplitude et de phase soit le plus petit possible.

3. Résultats expérimentaux et discussions

3.1. Comparaison des résultats théoriques et expérimentaux

Les résultats obtenus sur des échantillons de rugosités différentes sont présentés figure 3. Les réponses harmoniques en amplitude et phase sont normalisées par rapport à celles obtenues pour un substrat poli. Les évolutions sont conformes à ce qui était attendu et montrent une grande sensibilité aux variations du profil de surface, tant en amplitude qu'en phase. Par ailleurs, le bon agrément entre évolutions théoriques et expérimentales, justifie d'une part le choix de considérer un coefficient d'absorption optique dans le modèle et d'autre part, la possibilité d'identifier les paramètres caractéristiques de la couche effective pour des valeurs de rugosité allant jusqu'à $3,6 \mu m$. Sur chacune des courbes figure également la fréquence de coupure thermique f_c au-delà de laquelle la couche effective devient thermiquement épaisse et à partir de laquelle la semi-transparence de la couche doit être prise en compte. Remarquons que pour $f = f_c$, $L/\mu = 1$; l'amplitude présente un maximum facilement identifiable, ce qui donne une information sur la diffusivité thermique via le rapport L^2/a . Enfin, précisons que l'estimation des paramètres pourrait se faire indépendamment de β sur une gamme de fréquences inférieures à f_c sans pour autant se départir de l'influence mineure du coefficient de réflexion sur les évolutions d'amplitude.

3.2. Epaisseur effective L

Les profils de surface de chacun des échantillons ont été parallèlement reconstruits par microanalyse X (Figure 2). Il apparaît que les épaisseurs effectives estimées (Figure 4) correspondent pratiquement aux distances pic-creux maximales et sont donc très bien corrélées au Ra .

3.3. Coefficient d'absorption optique β

Les valeurs estimées de β évoluent pour la gamme d'échantillons donnée, entre $1,14 \cdot 10^6 m^{-1}$ et $1,5 \cdot 10^6 m^{-1}$. La distance pour laquelle le faisceau lumineux est théoriquement atténué d'un facteur $1/e$ est représentée en fonction de L figure 5. On peut considérer que toute la lumière est absorbée sur une distance égale à 5 fois cette épaisseur, soit moins de 5 microns. Tous les échantillons pour lesquels la rugosité moyenne est inférieure à $1 \mu m$, sont, selon cette hypothèse, optiquement minces. C'est le cas des échantillons traités sous des pressions inférieures à 2 bars. On constate alors que la fréquence de coupure est légèrement décalée vers les basses fréquences au fur et à mesure que le Ra augmente mais que les courbes gardent une allure semblable. On notera la superposition des phases du signal PT dans la zone supposée soumise à l'influence de β . Enfin, l'épaisseur optique calculée à $f = f_c$ est représentée pour chaque valeur de L figure 10. La courbe de tendance ajoutée à cette figure permet d'établir une relation exprimant β fonction des valeurs de L pour l'alliage concerné :

$$\beta = -0,0543 L - (4,1017 / L) + 2,4661 \quad (10^6 m^{-1}) \quad (1)$$

Ce qui réduit le nombre de paramètres à identifier quelque soit le domaine de fréquences.

3.4. Conductivité thermique λ , taux de porosité α , coefficient de réflexion optique r

Les évolutions des paramètres estimés λ , α et r , sont représentées en fonction de L sur les figures 6, 7 et 8. Outre la cohérence des évolutions observées, on peut noter la variation importante de ces paramètres à de faibles valeurs de L (i.e. : faibles rugosités). Au-delà de $5 \mu m$ (α est alors de l'ordre de 50%), le coefficient de réflexion reste relativement constant. Idem pour les propriétés thermiques mais à partir de $10 \mu m$. Il semble en effet que les allures se stabilisent, traduisant moins de dépendance vis-à-vis de la rugosité.

3.5. Fréquence de coupure f_c

La figure 9 représente l'ensemble des valeurs de f_c identifiées ou calculées en fonction de L . On notera la décroissance linéaire de la fréquence f_c pour $L < 5 \mu m$, puis une légère stabilisation au-delà de $10 \mu m$.

4. Conclusion

L'interprétation des résultats par la mise en œuvre d'un modèle simple 1-D de transferts de chaleur est possible sur une large gamme de rugosités à condition non seulement d'assimiler la couche interfaciale air/substrat à une couche apparente dont les propriétés thermiques effectives tiennent compte à la fois des propriétés de l'air et du substrat, mais aussi, d'introduire un coefficient d'absorption optique effectif lié à la localisation en profondeur des sources de chaleur dépendant du profil de surface considéré lui-même comme opaque à l'excitation.

Références

- [1] M. Chirtoc, Investigation of layered systems by photothermal methods with periodic excitation, In *Thermal Wave Physics and Related Photothermal Techniques : Basic Principles and Recent Developments*, Ed. E. Martin, Transworld Research Network, 2009.
- [2] B. Bein, S. Krueger, and J. Pelzl, *Can. J. Phys.*, (64), 1208 (1986).
- [3] H.G. Walther, *J. Appl. Phys.*, (89)5, 2939 (2001).
- [4] R. Osiander, R. Haberken, P. Korpium, and W. Schirmacher, in *Photoacoustic and Photothermal Phenomena II*, ed. by J.C. Murphy, J.W. Maclachlan-Spicer, L. Aamodt, and B.S.H. Royce, Springer, Berlin,(1990), 62, 309.
- [5] L. Nicolaidis, A. Mandelis, *J. Appl. Phys.*, (90)3, 1255, (2001).

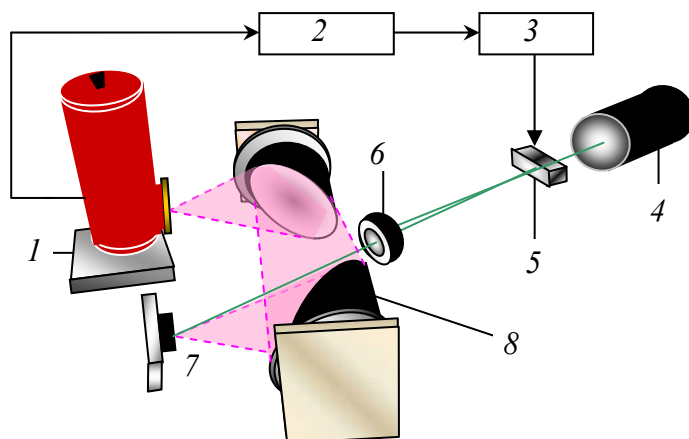


Figure 1 : Dispositif de radiométrie photothermique

- 1 : Détecteur HgCdTe
- 2 : Préamplificateur
- 3 : Lock-In SR 850
- 4 : Laser Argon
- 5 : Modulateur AO
- 6 : Iris
- 7 : Echantillon

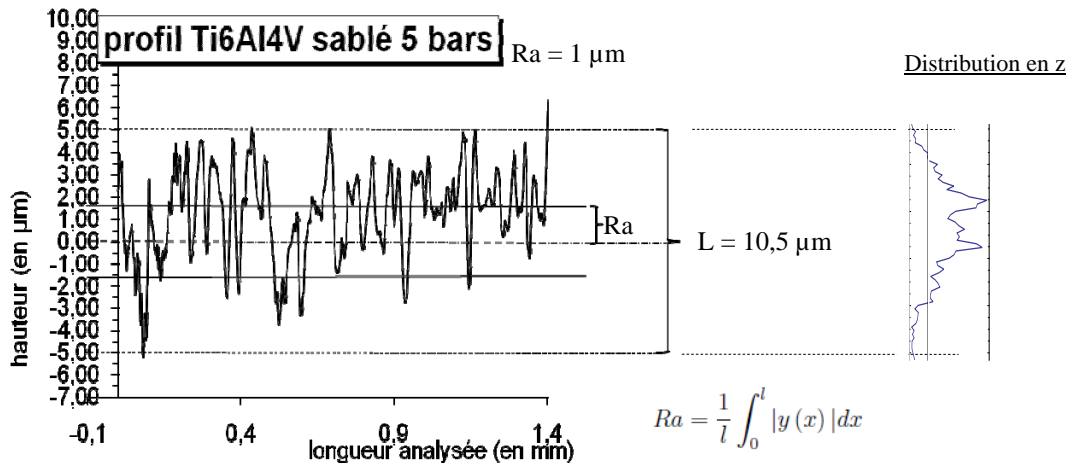


Figure 2 : Profil de surface et distribution selon z des irrégularités de surfaces ; L : épaisseur effective identifiée à partir de la signature thermique équivalente à la hauteur maximale crête/creux. Ra rugosité moyenne.

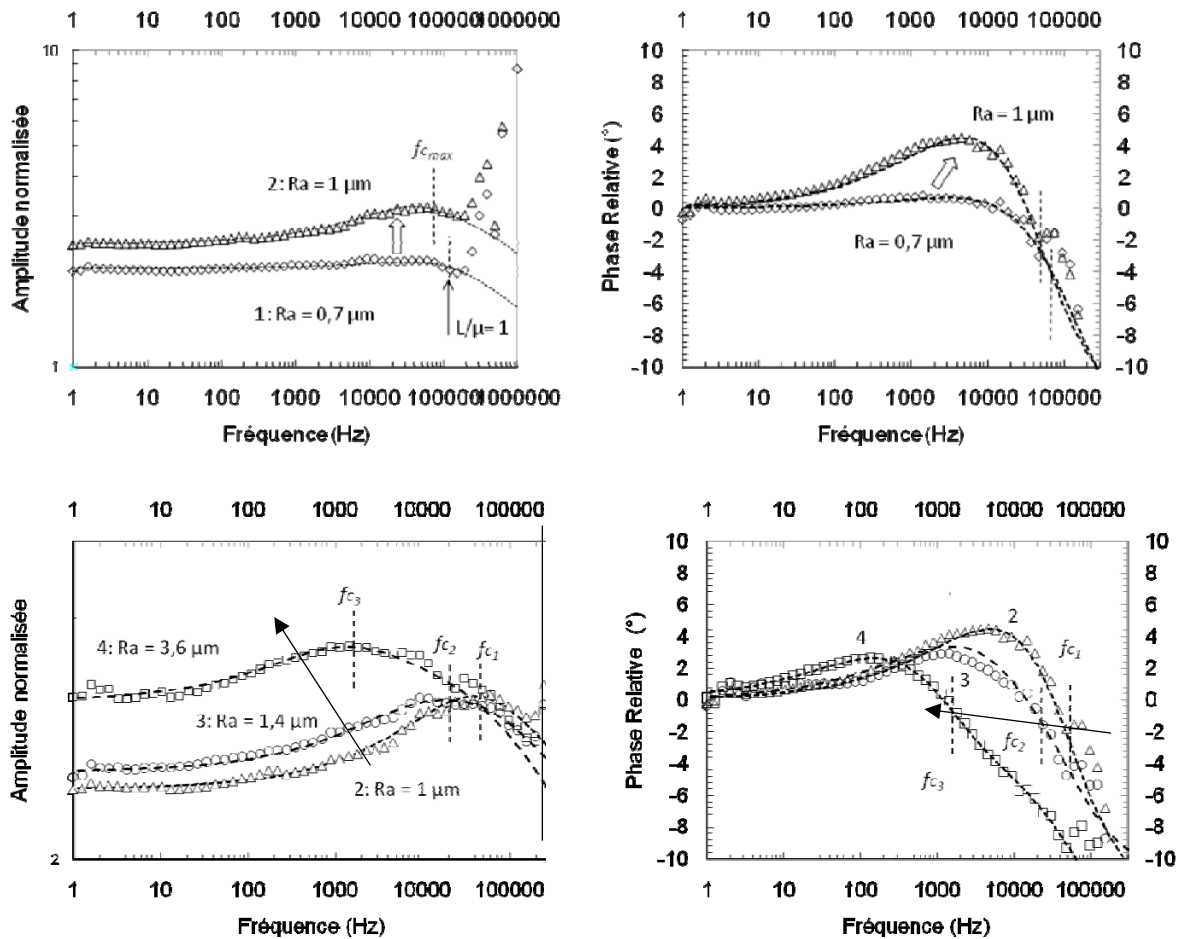


Figure 3 : Résultats expérimentaux (amplitudes et phases vs. fréquence de modulation) obtenus par méthode PTR sur des échantillons de Ti6Al-4V pour différentes rugosités.

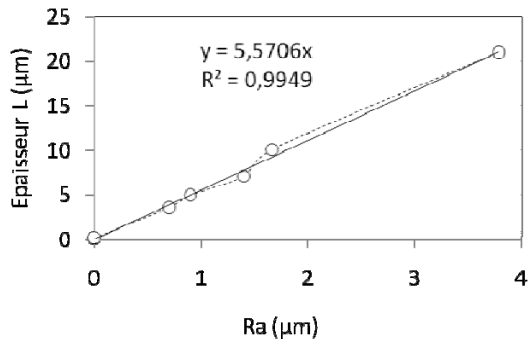


Figure 4 : Epaisseur effective de la couche pour différents rugosités Ra.

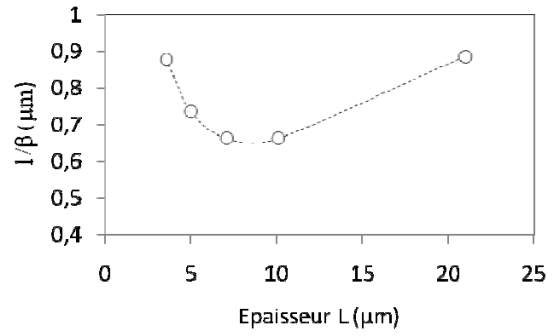


Figure 5 : Profondeur de pénétration de la lumière pour $\beta l = 1$.

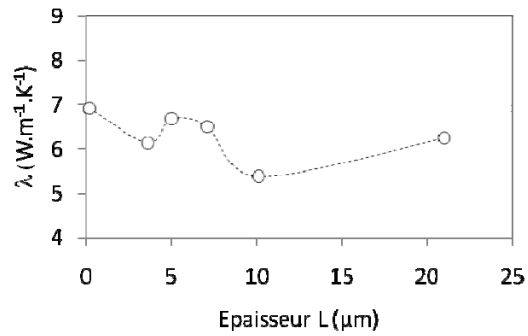


Figure 6 : Conductivité thermique effective valeurs identifiées (mesures PTR).

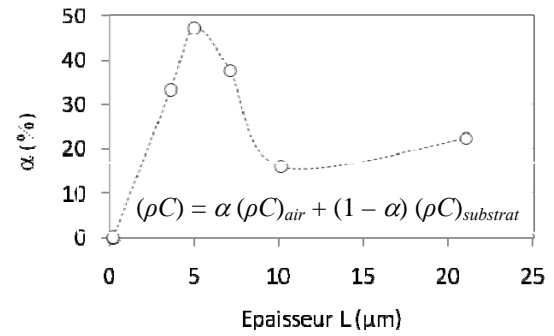


Figure 7 : Proportion des volumes libres Valeurs identifiées (mesures PTR).

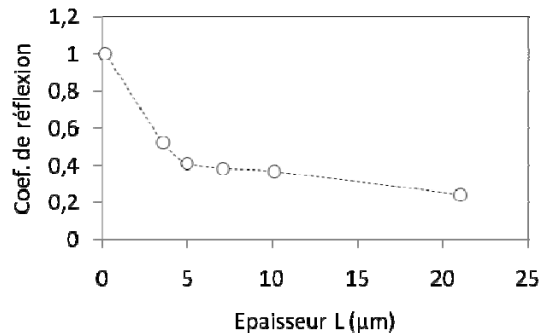


Figure 8 : Coefficient de réflexion face avant ; valeurs identifiées (mesures PTR).

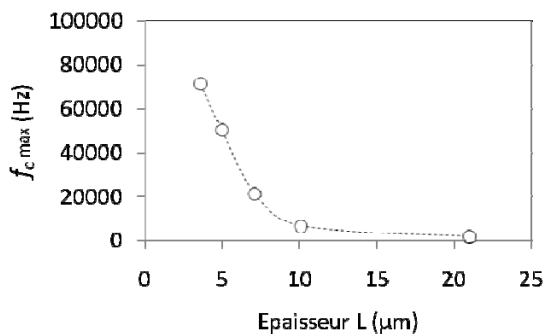


Figure 9 : Evolution de la fréquence de coupure en fonction de l'épaisseur effective L

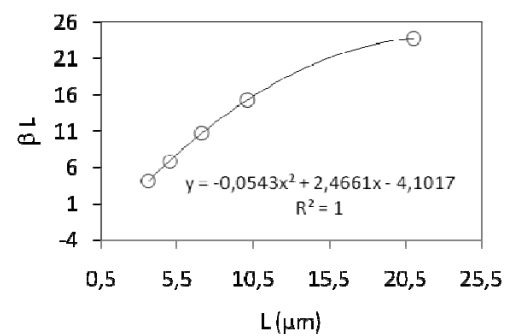


Figure 10 : Epaisseur optique βL vs. épaisseur effective L