

# Différents protocoles expérimentaux pour l'estimation de la diffusivité thermique de matériaux anisotropes par méthode flash

Emmanuel RUFFIO\*, Didier SAURY, Daniel PETIT, Catherine FUENTES, André PITEAU

Institut P' (UPR CNRS 3346), CNRS, ENSMA, Université de Poitiers, Département fluides-thermique-combustion, Branche thermique, ENSMA - BP. 40109, 86961 Futuroscope Chasseneuil.

\*(auteur correspondant : emmanuel.ruffio@ensma.fr)

**Résumé** – Cette étude porte sur l'estimation de la diffusivité thermique de matériaux anisotropes par méthode flash. Un laser CO<sub>2</sub> vient déposer de l'énergie sur la surface d'un échantillon plan. Parallèlement, une caméra infrarouge relève le champ de température sur une des faces de l'échantillon. En utilisant une excitation impulsionnelle ou en échelon, en plaçant la caméra en face avant ou arrière, on définit plusieurs protocoles permettant l'estimation des trois diffusivités thermiques ( $a_x, a_y, a_z$ ). La qualité de l'estimation dépend de l'échantillon qui nous est fourni.

## Nomenclature

$a_x, a_y, a_z$	Diffusivité thermique, m <sup>2</sup> /s	$\gamma_{m,n}(t)$	Observables
$\lambda_x, \lambda_y, \lambda_z$	Conductivité thermique, W/(m.K)	$X_m(x)$	Fonctions de base suivant x
$\rho C$	Capacité thermique vol., J/(m <sup>3</sup> .K)	$Y_n(y)$	Fonctions de base suivant y
$\epsilon$	Emissivité du matériau	$\alpha_m, \beta_n$	$m\pi/l_x$ et $n\pi/l_y$ les pulsations d'une harmonique spatiale, rad.m <sup>-1</sup>
$l_x, l_y, l_z$	Dim. de l'échantillon, m	$V_m$	Niveau numérique mesuré
$h$	Coefficient d'échange, W/(m <sup>2</sup> .K)	$V(T)$	Loi d'étalonnage
$\varphi(x, y, t)$	Densité de flux, W/m <sup>2</sup>	$p$	Variable de Laplace, s <sup>-1</sup>
$Q(x, y)$	Densité d'énergie, J/m <sup>2</sup>	$L\{f\}$	Transformée de Laplace de $f$
$T(x, y, z, t)$	Champ de température, K	$\hat{A}(\alpha_m, \beta_n)$	Transformée spatiale de $A(x,y)$
$\theta(\alpha_m, \beta_n, z, p)$	(ou $\hat{T}$ ) Transformée de $T$ , K.m <sup>2</sup> .s		
$\theta^*(\alpha_m, \beta_n, z, p)$	Transformée expérimentale de $T$		

## 1. Introduction

L'estimation des paramètres thermophysiques est un problème récurrent dès que l'on souhaite modéliser les transferts de chaleur dans un matériau. L'utilisation de plus en plus fréquente de matériaux composites nécessite des méthodes d'estimation dédiées à ces derniers, d'autant plus que leurs propriétés dépendent généralement du processus de fabrication, du type de résine, du type et de la répartition des fibres. Une caractérisation expérimentale systématique peut être nécessaire si une précision correcte est nécessaire.

Il existe de nombreuses méthodes d'estimation de propriétés thermophysiques. Certaines donnent accès la conductivité thermique, d'autres à la diffusivité thermique, d'autres encore à l'effusivité thermique. On peut les classer suivant le régime de fonctionnement [1] : mesures en régime permanent, en régime quasi-établi ou en régime variable, ce qui est le cas de la méthode utilisée ici. Il s'agit d'une extension de la méthode flash [1] qui permet d'estimer les diffusivités thermiques d'un matériau anisotrope tout en nécessitant très peu d'information de la part de l'expérimentateur, ce qui limite les sources d'incertitudes. Le dispositif expérimental mis en place au laboratoire s'appuie sur celui présenté par Philippi et al. [2]. Le post-traitement s'en inspire également mais utilise une variation, suggérée notamment par Bison et al. [3], et qui semble être plus performante.

L'estimation de paramètres par méthode inverse consiste à minimiser l'écart entre des

mesures et un modèle [4]. La première partie de cette étude présente les modèles utilisés ensuite par les différents protocoles expérimentaux. Elle s'achève sur la modélisation du capteur (la caméra infrarouge). Vient ensuite la description du dispositif expérimental puis les résultats obtenus sur un matériau isotrope et anisotrope.

## 2. Modèle analytique

### 2.1. Description du système

Cette extension de la méthode flash s'applique aux matériaux anisotropes dans certaines conditions. Elle permet d'estimer la diffusivité thermique dans les trois directions principales du matériau. Le principe est d'appliquer une densité de flux de chaleur localement sur la surface d'un échantillon pour provoquer une élévation locale de la température.

L'échantillon doit satisfaire les contraintes suivantes : (i) le matériau est supposé *homogène* ou *homogénéisable*, (ii) les propriétés thermophysiques sont *indépendantes de la température* et *uniformes* et (iii) l'échantillon est plan. Dans ces conditions, l'équation de la chaleur est :

$$\frac{\partial T}{\partial t} = a_x \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + a_y \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + a_z \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \quad (1)$$

Les parois latérales de l'échantillon sont *isolées* et la condition limite sur les parois avant et arrière est *de type convectif*. La température initiale est nulle (Fig.1). Pour résoudre ce système, nous avons utilisé les transformations intégrales en espace et en temps. L'objectif de la transformation spatiale est de simplifier la résolution du problème en projetant le champ de température sur une autre base de fonctions qui est ici imposée par les conditions limites. Il s'agit des fonctions cosinus  $X_m(x) = \cos(\alpha_m x)$  et  $Y_n(y) = \cos(\beta_n y)$ . Elles permettent de supprimer les dérivées spatiales en  $x$  et en  $y$  en passant ainsi de l'espace réel  $(x, y)$  dans l'espace des fréquences  $(\alpha_m, \beta_n)$ . La transformée de Laplace permet ensuite de supprimer la dérivée temporelle pour n'obtenir finalement qu'un problème monodimensionnel en  $z$ . La transformée du champ de température  $T$ , notée  $\theta$ , s'exprime par :

$$\theta(\alpha_m, \beta_n, z, p) = \int_0^\infty \int_0^{l_x} \int_0^{l_y} T(x, y, z, t) X_m(x) Y_n(y) e^{-pt} dt dx dy \quad (2)$$

La solution du problème de conduction tridimensionnelle instationnaire en  $\theta$  est alors :

$$\begin{aligned} \theta(\alpha_m, \beta_n, z, p) &= \widehat{\varphi} \frac{\left[ \cosh(\gamma l_z) + \frac{h}{\lambda \gamma} \sinh(\gamma l_z) \right] \cosh(\gamma z) - \left[ \frac{\lambda_z \gamma}{h} \cosh(\gamma l_z) + \sinh(\gamma l_z) \right] \sinh(\gamma z)}{2h \cosh(\gamma l_z) + \lambda \gamma \sinh(\gamma l_z) + \frac{h^2}{\lambda \gamma} \sinh(\gamma l_z)} \\ &= \widehat{\varphi}(\alpha_m, \beta_n, p) F(z, \gamma^2) \quad \text{avec } \gamma^2 = \frac{p}{a_z} + \alpha_m^2 \frac{a_x}{a_z} + \beta_n^2 \frac{a_y}{a_z} \end{aligned} \quad (3)$$

Cette expression correspond à l'évolution temporelle (en  $p$ ) de chaque harmonique (ou coefficient de Fourier)  $(\alpha_m, \beta_n)$  du champ de température à la position  $z$ . Pour pouvoir poursuivre le développement analytique, il est nécessaire de faire des hypothèses sur l'excitation  $\varphi(x, y, t)$ .

### 2.2. Cas de l'excitation impulsionnelle

Si on suppose l'excitation thermique  $\varphi$  impulsionnelle en temps, on peut l'écrire comme un produit d'une densité d'énergie  $Q(x, y)$  et d'un Dirac en temps  $\delta(t)$  :

$$\varphi(x, y, t) = Q(x, y) \delta(t) \implies L\{\varphi(x, y, t)\} = \varphi(x, y, p) = Q(x, y) \quad (4)$$

$p$  n'intervient donc pas dans l'excitation. Dès lors,  $\theta$  ne dépend que de  $\gamma^2$ . En appliquant la propriété de translation à la fonction  $\theta$ , on obtient le résultat remarquable suivant :

$$L^{-1}\{\theta(\alpha_m, \beta_n, z, \gamma)\} = \widehat{Q}(\alpha_m, \beta_n) L^{-1}\{F(z, p)\} e^{-(a_x \alpha_m^2 + a_y \beta_n^2)t} \quad (5)$$

Le terme  $F(z,p)$  est égal à  $\theta(0,0,z,\gamma)$  à un facteur près et peut donc se voir comme la solution du problème de conduction monodimensionnelle suivant  $z$  dans l'échantillon soumis à une excitation impulsionnelle unitaire. On peut montrer que la solution  $F(z,t)$  s'écrit [6] :

$$F(z,t) = L^{-1}\{F(z,p)\} = \frac{1}{\rho C} \sum_{k=1}^{\infty} u_k \frac{Z_k(z)}{\|Z_k\|^2} e^{-a_z u_k^2 t} \quad (6)$$

Avec  $Z_k = u_k \cos\left(u_k \frac{z}{l_z}\right) + \sin\left(u_k \frac{z}{l_z}\right)$ ,  $\|Z_k\|^2 = \int_0^{l_z} Z_k(z) \cdot Z_k(z) dz$  et  $H_z = \frac{hl_z}{\lambda_z}$ . Les  $u_k$  sont les solutions strictement positives de l'équation:  $2H_z u \cos(u) = \sin(u) (u^2 - H_z^2)$ .

Par ailleurs, on constate sur (5) « un découplage » entre la diffusion dans l'épaisseur et la diffusion dans le plan de l'échantillon. La solution  $T$  dans l'espace réel s'écrit en effet :

$$T(x,y,z,t) = \left[ \sum_{m=0}^{\infty} \sum_{n=0}^{\infty} \hat{Q}(\alpha_m, \beta_n) \frac{X_m(x) Y_n(y)}{\|X_m\|^2 \|Y_n\|^2} e^{-(a_x \alpha_m^2 + a_y \beta_n^2)t} \right] L^{-1}\{F(z,p)\} \quad (7)$$

En injectant (6) dans (5), on obtient l'amplitude d'une harmonique à un instant  $t$ :

$$\theta(\alpha_m, \beta_n, z, t) = \underbrace{\hat{Q}(\alpha_m, \beta_n)}_{\substack{\text{Harmonique de} \\ \text{l'excitation} \\ \text{(Amplitude)}}} \times \underbrace{\frac{1}{\rho C} \sum_{k=1}^{\infty} u_k \frac{Z_k(z)}{\|Z_k\|^2} e^{-a_z u_k^2 t}}_{\substack{\text{Réponse impulsionnelle} \\ \text{du problème 1D}}} \times \underbrace{e^{-(a_x \alpha_m^2 + a_y \beta_n^2)t}}_{\substack{\text{Évanescence des} \\ \text{harmoniques}}} \quad (8)$$

On remarque sur cette expression que (i) une harmonique apparaît seulement si elle est présente dans l'excitation, (ii) toutes les harmoniques ont une composante commune qui est la réponse impulsionnelle  $F(z,t)$ , (iii) l'évanescence des harmoniques dépend de la fréquence et du matériau. La thermographie infrarouge permet d'évaluer cette quantité pour  $z=0$  et  $z=l_z$  (qui n'est que la transformée en cosinus des champs de température en surface).

L'estimation des diffusivités thermiques  $a_x$  et  $a_y$  peut se faire de plusieurs manières. A l'origine, Philippi et al. [2] se placent en face arrière ( $z=l_z$ ). Les observables  $\gamma_{m,n}$  sont calculées en faisant le rapport entre les valeurs de  $\theta$  à deux instants différents ( $t_1$  et  $t_2$ ) pour une fréquence  $(\alpha_m, \beta_n)$  fixée. En prenant le logarithme, ils aboutissent ainsi à une expression explicite de la diffusivité thermique  $a_x$  :

$$a_x = \frac{1}{\alpha^2(t_2 - t_1)} \left[ \ln \left( \frac{\theta(0,0,z,t_2)}{\theta(0,0,z,t_1)} \right) - \ln \left( \frac{\theta(\alpha_m, \beta_n, z, t_2)}{\theta(\alpha_m, \beta_n, z, t_1)} \right) \right] \quad (9)$$

En faisant varier  $t_1$ , on obtient ainsi un ensemble d'estimations de  $a_x$  d'où l'on extrait la valeur finale à partir d'une moyenne pondérée par la variance de chaque estimation. L'approche utilisée dans cette étude est similaire. Elle consiste toujours à calculer un rapport, mais entre deux harmoniques différentes  $(\alpha_m, \beta_n)$  et  $(\alpha_r, \beta_s)$  au même instant :

$$\gamma_{m,n}(t) = \ln \left( \frac{\theta(\alpha_m, \beta_n, z, t)}{\theta(\alpha_r, \beta_s, z, t)} \right) = \ln \left( \frac{Q(\alpha_m, \beta_n)}{Q(\alpha_r, \beta_s)} \right) - a_x (\alpha_m^2 - \alpha_r^2) t - a_y (\beta_n^2 - \beta_s^2) t \quad (10)$$

L'harmonique  $(\alpha_r, \beta_s)$  est appelée ici l'harmonique de référence. On obtient un ensemble d'estimation en utilisant différentes harmoniques  $(\alpha_m, \beta_n)$ , l'harmonique de référence restant la même. On peut alors calculer une diffusivité thermique à partir de tous ces échantillons ou résoudre directement le problème d'optimisation linéaire à partir de la relation (10).

L'estimation de  $a_z$  est réalisée à partir de l'expression (8) sur le champ moyen ( $\alpha_0=0, \beta_0=0$ ) à l'aide d'un algorithme de minimisation non linéaire.

### 2.3. Cas de l'excitation en échelon

En convoluant la réponse impulsionnelle (7) avec un échelon en temps, on obtient l'évolution du champ moyen  $(\alpha_0, \beta_0)$  :

$$\theta_e(0,0,z,t) = \Phi(0,0) \frac{l_z^2}{\lambda_z} \sum_{k=1}^{\infty} \frac{1}{u_k} \frac{Z_k(z)}{\|Z_k\|^2} \left(1 - e^{-a_z u_k^2 t}\right) \quad (11)$$

De même que dans le cas impulsionnel, l'estimation de  $a_z$  à partir de cette expression s'obtient en minimisant l'écart entre le modèle et l'évolution du champ moyen. Que ce soit avec l'expression (8) ou (11), on remplace dans le problème d'estimation le temps  $t$  par l'expression  $t-t_0$ . Le paramètre  $t_0$  permet de corriger une erreur sur l'origine des temps entre le modèle et l'expérience. Comme ce paramètre n'est que partiellement connu, une approche Bayésienne [4,7] est utilisée. Ainsi, en laissant l'algorithme de minimisation ajuster légèrement ce paramètre pendant l'estimation, on limite les biais d'estimation.

### 3. Modélisation du capteur

La caméra infrarouge ne mesure pas des températures mais un niveau numérique ( $V_m$ ) qui se doit d'être proportionnel au flux radiatif reçu par le capteur. Le calcul de ce flux reçu par le capteur et émis par un objet s'appuie sur un modèle thermographique [5 p.309] qui dépend d'une loi d'étalonnage  $V$ . Pour des mesures à faible distance ( $\approx 40\text{cm}$ ), le modèle s'écrit :

$$V_m = \epsilon V(T) + (1 - \epsilon)V(T_e) \implies T = V^{-1} \left( \frac{V_m}{\epsilon} - \frac{1 - \epsilon}{\epsilon} V(T_e) \right) = V^{-1}(N) \quad (12)$$

On suppose ici les écarts de température suffisamment faibles pour pouvoir linéariser  $V^{-1}$ . On obtient alors une relation linéaire entre  $\Delta T$  et  $\Delta V_m$  (et donc le flux radiatif) :

$$\Delta T = \frac{\partial V^{-1}}{\partial N} \frac{1}{\epsilon} \Delta V_m \quad (13)$$

L'estimation de  $a_x$  et  $a_y$  nécessite de calculer la transformée de Fourier en cosinus des champs de température pour ensuite calculer les observables par (8) et (10). Comme les observables sont calculés en faisant le rapport de deux harmoniques, le facteur de proportionnalité entre  $\Delta T$  et  $\Delta V_m$  disparaît.

Par ailleurs, une caméra est un filtre passe-bas en espace, si bien que la transformée spatiale expérimentale n'est égale à la transformée théorique qu'à un facteur près. Ce facteur d'atténuation dépend de la fréquence et donc ne disparaît pas dans le rapport de l'équation (10). Cependant, il ne modifie pas les coefficients directeurs devant  $a_x$  et  $a_y$ .

### 4. Dispositif expérimental

Le dispositif associé au modèle présenté précédemment et mis en place au laboratoire utilise un laser CO<sub>2</sub> 100W de Coherent (GEM-100L) pour l'excitation thermique. Un bras articulé constitué de miroirs permet de positionner le faisceau sur l'échantillon. Par rapport à une excitation plus traditionnelle à lampe flash, le laser est beaucoup plus souple. La puissance moyenne émise est pilotable de 4W à 130W et la durée d'émission est modulable.

La caméra infrarouge utilisée est une AGEMA 880SW équipée d'un monocapteur InSb refroidi à l'azote liquide. L'acquisition sur PC se fait avec le logiciel Addelie. La fréquence d'acquisition en mode image est de 6,25 Hz avec une résolution de 280x280 pixels.

### 5. Résultats

Le protocole expérimental à utiliser pour estimer les diffusivités thermiques dépend des temps caractéristiques de diffusion dans l'échantillon. Deux exemples sont présentés pour l'illustrer. Les résultats sont présentés dans le Tableau 1. Les écarts-types sont estimés de façon classique avec la matrice de variance-covariance.

Le premier matériau traité est de l'« Ertalon ». Il s'agit d'un matériau isotrope donc il n'est

pas utile d'estimer la diffusivité thermique dans l'épaisseur. Parmi les différents protocoles possibles, la méthode flash en face avant est celle qui permet d'estimer  $a_x$  et  $a_y$  avec la meilleure précision à condition de respecter les différentes hypothèses effectuées précédemment. Le rapport signal sur bruit est en effet maximal et l'effet filtre du matériau est minimisé: le nombre d'harmoniques exploitables est maximal.

La Figure 3 montre l'évolution des observables en face avant pour 4 harmoniques après une excitation de 10ms à 130W. L'harmonique de référence est  $(\alpha_2, \beta_0)$ . Malgré le bruit relativement important et la présence de quelques oscillations, on y distingue (i) l'évolution affine des différents observables, (ii) l'augmentation de la variance avec le temps, (iii) l'augmentation du coefficient directeur à mesure que la fréquence exploitée augmente.

Le deuxième matériau est un composite constitué de fibres qui sont toutes orientées dans la même direction. L'épaisseur d'1 cm, qui nous est imposée, ne permet pas d'effectuer une méthode flash impulsionnelle en face arrière pour estimer  $a_z$ , sans altérer la surface du matériau en face avant. On effectue donc une méthode flash arrière avec excitation de type échelon ( $P_{\text{laser}}=4\text{W}$ ) pour estimer  $a_z$  (Figure 4) puis un flash avant pour estimer  $a_x$  et  $a_y$ .

	$a_x$ (mm <sup>2</sup> /s)	$a_y$ (mm <sup>2</sup> /s)	$a_z$ (mm <sup>2</sup> /s)
<b>Ertalon</b>	$0,164 \pm 0,007$	$0,177 \pm 0,007$	-
<b>Composite</b>	$3,10 \pm 0,15$	$0,55 \pm 0,03$	$0,42 \pm 0,05$

Tableau 1: Valeurs estimées des diffusivités thermiques du polymère et du composite.

## 6. Conclusion

Cette méthode d'estimation permet d'estimer les diffusivités thermiques d'un matériau anisotrope sans qu'il soit nécessaire (i) de caractériser la forme spatiale du spot laser, (ii) de connaître la forme temporelle dans le cas d'une excitation impulsionnelle, (iii) d'étalonner la caméra infrarouge, (iiii) de déterminer sa fonction de transfert. Cependant, il peut être intéressant d'étudier plus en détails ces deux derniers points pour minimiser les biais d'estimation. Dans les différents protocoles présentés, la faible sensibilité du dispositif à l'environnement « se paye » par une complexification de l'algorithme d'estimation.

## Références

- [1] Degiovanni, Conductivité et diffusivité thermique des solides. Tech. de l'Ing. R2850
- [2] Philippi, Batsale, Maillet, Degiovanni. Measurement of thermal diffusivities through processing of infrared images. Rev. Sci. Instrum., Vol 66 (1), p182-192, 1995
- [3] Bison, Cernuschi, Grinzato. In-depth and In-plane thermal diffusivity measurements of thermal barrier coatings by IR camera : evaluation of ageing. Int. J. Thermophys, Vol 29, p2149-2161, 2008
- [4] Petit, Maillet, Techniques inverses et estimation de paramètres. Partie 1. Techniques de l'Ingénieur. AF4515
- [5] Pajani, Mesure par thermographie infrarouge, Add Editeur, ISBN 2-9504171-0-8
- [6] Maillet, André, Degiovanni, Les erreurs sur la diffusivité thermique mesurée par méthode flash : confrontation théorie-expérience, J. Phys. III France, V.3, p883-909, 1993
- [7] D.S. Sivia, J. Skilling, Data Analysis – A Bayesian Tutorial – Second Edition, Oxford University Press, 2006

## Remerciements

Nous remercions le service technique du laboratoire, et en particulier Hervé Arlaud et Yann Thomas, grâce à qui, le banc expérimental a pu être assemblé.

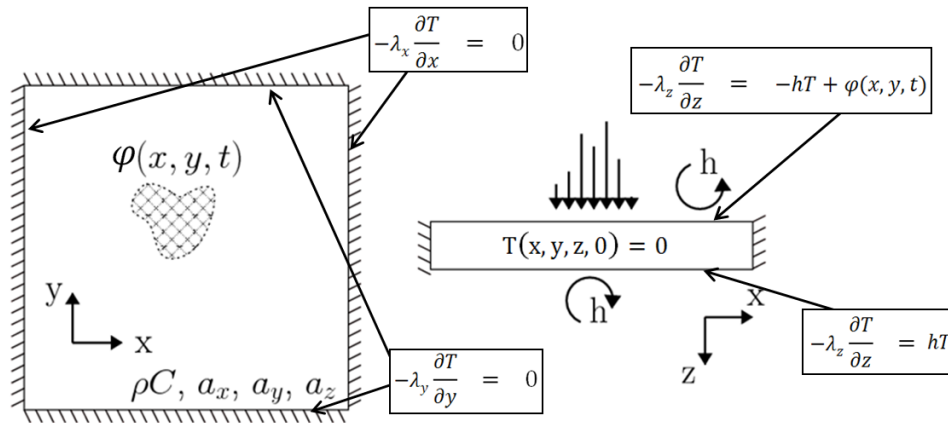


Figure 1: Modélisation de l'échantillon et conditions limites

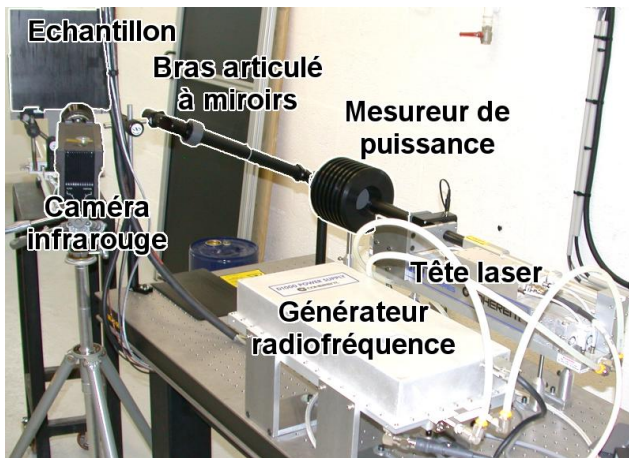


Figure 2: Dispositif expérimental dans le cas d'une méthode flash avant

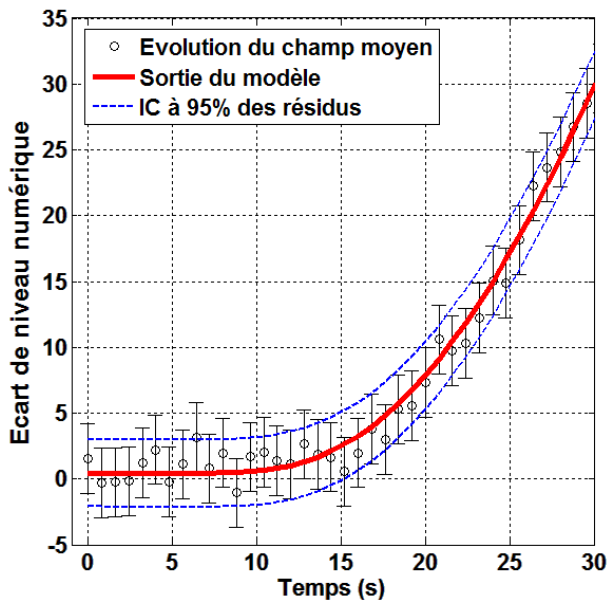


Figure 4: Evolution du champ moyen (cercles) en face arrière du composite avec son intervalle de confiance (IC) à 95% (barres d'erreur); sorties du modèle (ligne continue rouge); IC à 95% des résidus du modèle (pointillés bleus).

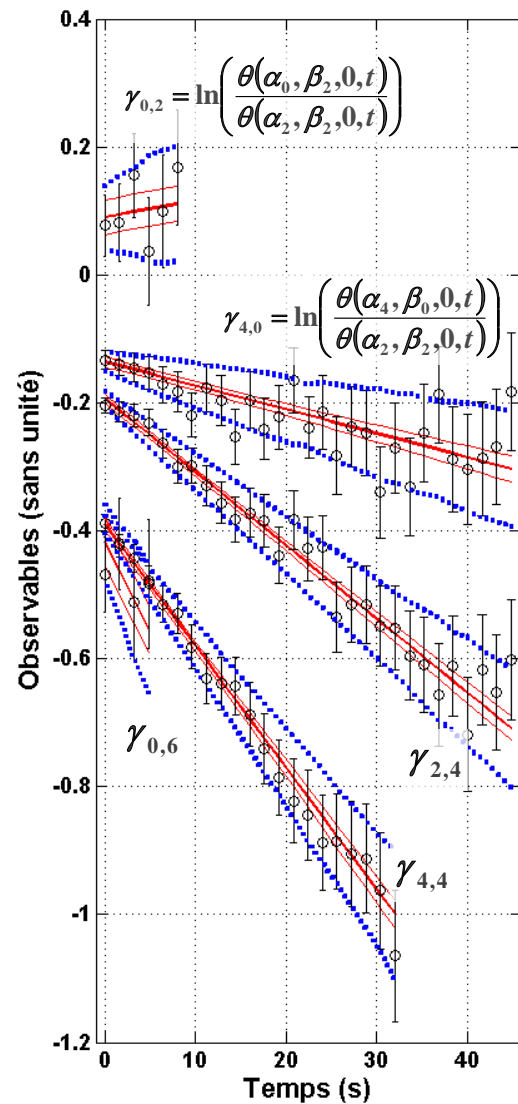


Figure 3: Evolution des observables (cercles) et leur incertitude (barres d'erreurs), sorties du modèle (lignes continues épaisses), IC à 95% des résidus (lignes pointillées bleues) et IC à 95% des sorties du modèle (lignes continues en trait fin).