Journée Thématique de la Société Française de Thermique
NANTES, 25 Septembre 2009

Y. SOUHAR*, B. REMY & A. DEGIOVANNI

Mesure de la diffusivité thermique de matériaux anisotropes à haute température

Nancy–Université, L.E.M.T.A – C.N.R.S
02, avenue de la Forêt de Haye B.P 160,
54 504 Vandœuvre-lès-Nancy Cedex, France

*Email: youssef.souhar@ensem.inpl-nancy.fr

SOMMAIRE

I) Bref historique des méthodes d'estimation de la diffusivité dans le plan

II) Théorie et Principe de la méthode Flash 3D de nos expériences

III) Expériences et estimation des diffusivités à haute température

IV) Mise en place d'un nouveau banc expérimental

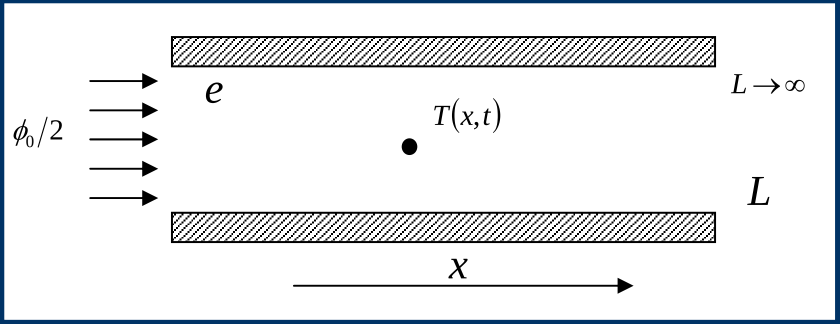
Conclusion et perspectives

I) Bref historique des méthodes d'estimation de la diffusivité dans le plan

Solution dans le cas d'un matériau semi-infini soumis à un échelon de température

Hypothèses:

- Matériau Semi-Infini
- Transfert de chaleur 1D
- Frontières isolées



$$\boxed{T(x,t)=\frac{\phi_0 x}{\lambda}\sqrt{\frac{at}{x^2}}\left(\frac{1}{\sqrt{\pi}}\exp\left(-\frac{x^2}{4at}\right)-\sqrt{\frac{x^2}{4at}}\,erfc\left(\sqrt{\frac{x^2}{4at}}\right)\right)}$$

a: Diffusivité Thermique

λ: Conductivité Thermique

- <u>**Méthode 1**</u>: 1 mesure à 2 temps différents (**Harmathy 1964**, **Steere 1966**)

$$\frac{T(x,2t)}{T(x,t)}=\frac{\sqrt{2}\,ierfc\left(\frac{1}{2\sqrt{2}}\sqrt{\frac{x^2}{at}}\right)}{ierfc\left(\frac{1}{2}\sqrt{\frac{x^2}{at}}\right)}$$

Autre technique:

$$\frac{at_m}{e^2}=\frac{0{,}5\,\tau/t_m}{(1-\tau/t_m)\ln(1-\tau/t_m)^{-1}}$$ (Steere 1967)

Excitation créneau (durée τ)

I) Bref historique des méthodes d'estimation de la diffusivité dans le plan

- **Méthode 2**: 2 mesures distinctes au même instant (**Katayama 1969**)

$$\boxed{\frac{T_L}{T_0} = \exp\left(\frac{-L^2}{4at}\right) - \sqrt{\frac{\pi e^2}{4at}}\, erfc\left(\sqrt{\frac{L^2}{4at}}\right)}$$

Inconvénients:

- La distribution spatiale et temporelle de l'excitation doit être parfaitement connue
- Le matériau est supposé parfaitement isolé
- Les éléments chauffants sont idéaux et en contact parfait avec le matériau
- Le transfert thermique est supposé 1D

- **Méthode 3**: Transformation de Laplace (**Kavianipour & Beck 1977**)

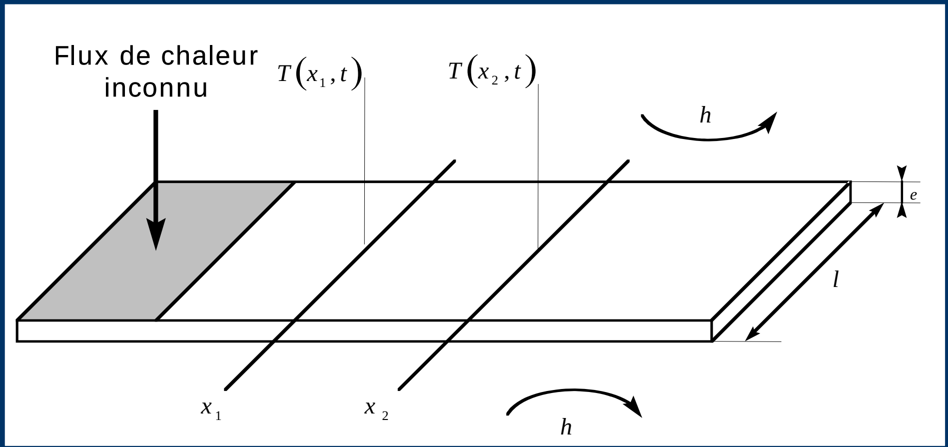
$$\theta(p) = \bigcirc\,(T(t)) = \int_0^{\infty} T(t) \exp^{(-pt)}\, dt \longrightarrow \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = \frac{1}{a_x}\frac{\partial T}{\partial t} \xrightarrow{P} \frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} = \frac{p}{a_x}\theta$$

$$\theta(x,p) = \frac{\varphi_0(p)}{\lambda\sqrt{p/a_x}} \exp\left(-\sqrt{p/a_x}\, x\right) \longrightarrow \boxed{\ln^2\left(\frac{\theta(x_2,p)}{\theta(x_1,p)}\right) = (x_2 - x_1)^2 \frac{p}{a_x}}$$

La solution est indépendante de la forme temporelle du Flux

I) Bref historique des méthodes d'estimation de la diffusivité dans le plan

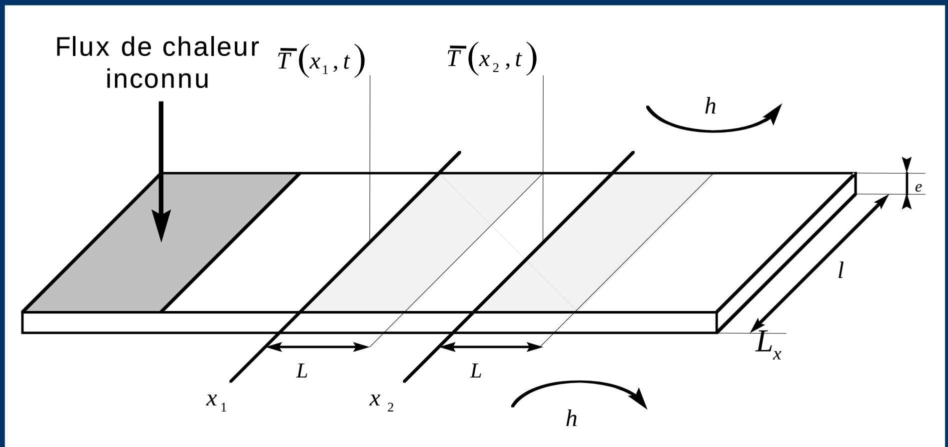
- **<u>Méthode 4</u>**: Méthode avec hypothèse d'ailette (Batsale & Hadisaroyo 1992)



$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} - \frac{S}{\lambda_x}\left(T - T_{ext}\right) = \frac{1}{a_x}\frac{\partial T}{\partial t} \qquad S = \frac{2h\left(e + L_x\right)}{e.L_x}$$

$$\xrightarrow{\mathrm{P}} \quad \frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} = \left(\frac{p}{a_x} + \frac{S}{\lambda_x}\right)\theta$$

$$\boxed{\ln^2\left(\frac{\theta(x_2, p)}{\theta(x_1, p)}\right) = \left(x_2 - x_1\right)^2\left(\frac{p}{a_x} + \frac{S}{\lambda_x}\right)}$$



A la fois la diffusivité a et les pertes par convection h sont prises en compte (On suppose le matériau semi-infini)

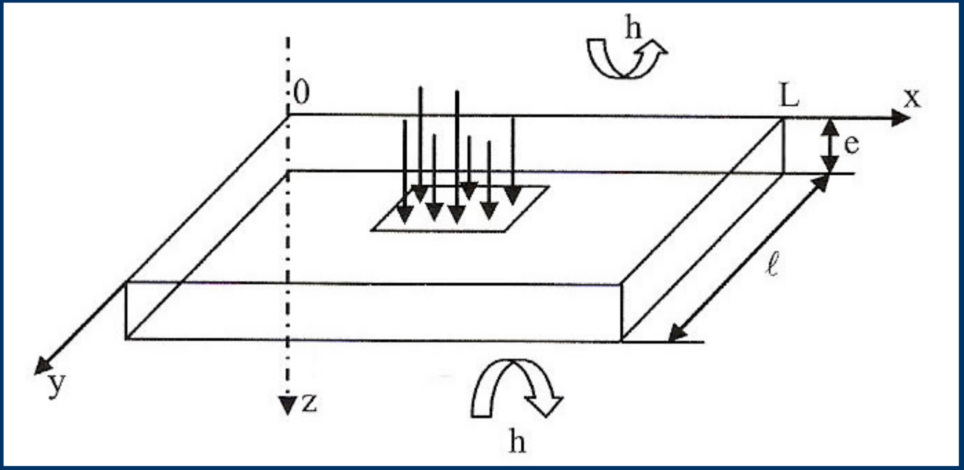
Intérêt de l'utilisation de la caméra infrarouge:

- Excitation pas nécessairement uniforme en espace
- Transfert thermique 1D dans le cas de matériaux isolés.

II) Théorie et Principe de la méthode Flash 3D de nos expériences

Principe

- L'expérience consiste à solliciter un échantillon en face avant par une excitation de type impulsionnelle (Dirac)



- Cette excitation est réalisé au centre du matériau par un Laser et l'on observe les variations du champ de Température sur la face opposée grâce à une caméra infrarouge

- L'observation de ces variations permet alors par comparaison avec un modèle adapté de remonter aux diffusivités du matériau dans les 3 dimensions de l'espace

II) Théorie et Principe de la méthode Flash 3D de nos expériences

Modélisation

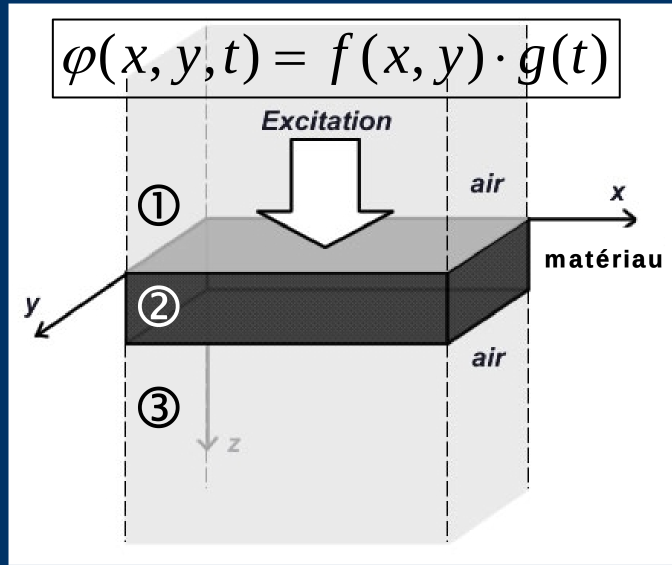
- On considère un matériau entouré par deux couches d'air de dimensions finies ou infinies

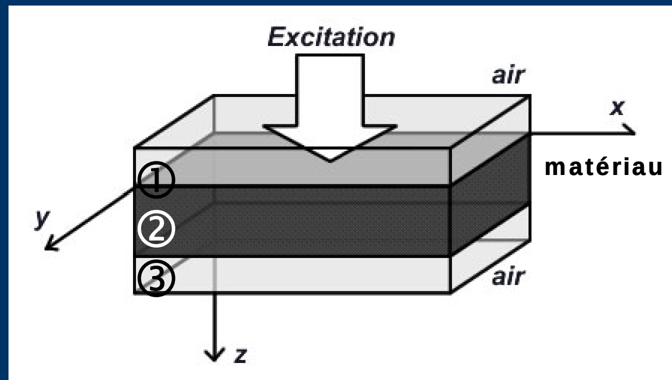
- Les pertes de chaleur avec l'extérieur sont la somme des différents modes de transfert:

$$\Phi_{pertes} = \Phi_{cond} + \Phi_{conv} + \Phi_{rad}$$

- Les pertes de chaleur par convection et rayonnement sont modélisées par des coefficients d'échanges constants et uniformes h0 et he

- Contrairement à l'approche classique h n'inclut pas la conduction qui est modélisée ici par la Loi de Fourier
  → Ceci permet de prendre en compte des transferts longitudinaux avec l'extérieur et le couplage entre l'air et le matériau





NOTATION: Milieu 1=Air (z<0) Milieu 2=Matériau Milieu 3=Air (z>e)

II) Théorie et Principe de la méthode Flash 3D de nos expériences

Mise en équations

- Chacun des 3 milieux vérifie l'équation de la chaleur (Equation orthotropique):

$$\lambda_{ix} \cdot \frac{\partial^2 T_i}{\partial x^2} + \lambda_{iy} \cdot \frac{\partial^2 T_i}{\partial y^2} + \lambda_{iz} \cdot \frac{\partial^2 T_i}{\partial z^2} = \rho c_i \cdot \frac{\partial T_i}{\partial t}$$

- A chaque interface, la Température obéit aux conditions de passages:

Interface z=0: $T_1 = T_2 \quad \lambda_{2z} \cdot \left.\frac{\partial T_2}{\partial z}\right|_{z=0} = \lambda_{1z} \cdot \left.\frac{\partial T_1}{\partial z}\right|_{z=0} + h_0 \cdot (T_2 - T_{ext}) - f(x,y) \cdot g(t)$

Interface z=e: $T_2 = T_3 \quad \lambda_{2z} \cdot \left.\frac{\partial T_2}{\partial z}\right|_{z=e} = \lambda_{3z} \cdot \left.\frac{\partial T_3}{\partial z}\right|_{z=e} - h_e \cdot (T_2 - T_{ext})$

- Les pertes latérales sont supposées nulles (négligées car e «l,L):

En x=0 et x=L: $\lambda_{ix} \cdot \left.\frac{\partial T_i}{\partial x}\right|_{x=0,L} = 0$ En y=0 et y=l: $\lambda_{iy} \cdot \left.\frac{\partial T_i}{\partial y}\right|_{y=0,l} = 0$

- Condition Initiale $T_1 = T_2 = T_3 = T_{ext}$
- Et Conditions aux limites:

Pour z → -∞ : $T_1(z \to -\infty) = T_{ext}$
Pour z → +∞ : $T_3(z \to +\infty) = T_{ext}$

ou

Pour z=-δ0 : $T_1 = T_{ext}$
Pour z=e+δe : $T_3 = T_{ext}$

II) Théorie et Principe de la méthode Flash 3D de nos expériences

Résolution Analytique

- **Résolution basée sur des transformations Intégrales et de Laplace**:
  Les transformations Intégrales adaptées sont les transformations Fourier-cosinus

$$\Theta_i(\alpha_n,\beta_m,z,t)=\int_{x=0}^{x=L}\int_{y=0}^{y=l}\int_{t=0}^{+\infty}T_i^{*}\cdot\cos(\alpha_n\cdot x)\cdot\cos(\beta_m\cdot y)\cdot\exp(-p\cdot t)\cdot dx\cdot dy\cdot dt$$

$$T_i^{*}=T_i-T_{ext}$$

avec $\alpha_n=\dfrac{n\cdot\pi}{L}$ $\quad\beta_m=\dfrac{m\cdot\pi}{l}$ (n, m: entiers naturels)

- **En posant:** $$\gamma_i=\sqrt{\frac{p}{a_{iz}}+\alpha_n^{\,2}\cdot\left(\frac{\lambda_{ix}}{\lambda_{iz}}\right)+\beta_m^{\,2}\cdot\left(\frac{\lambda_{iy}}{\lambda_{iz}}\right)}$$

Le système d'équations devient dans l'espace transformé:

$$\frac{d^2\Theta_i(z)}{dz^2}=\gamma_i^2\cdot\Theta_i(z)$$

Pour z→-∞: $\Theta_1=0$ | Pour z→+∞: $\Theta_3=0$

ou

Pour z→-δ0: $\Theta_1=0$ | Pour z→e+δe: $\Theta_3=0$

Interface z=0: $\Theta_1=\Theta_2$ et $\lambda_{2z}\cdot\left.\dfrac{\partial\Theta_2}{\partial z}\right|_{z=0}=\lambda_{1z}\cdot\left.\dfrac{\partial\Theta_1}{\partial z}\right|_{z=0}+h_0\cdot\Theta_2-F(\alpha_n,\beta_m)\cdot G(p)$

Interface z=e: $\Theta_2=\Theta_3$ et $\lambda_{2z}\cdot\left.\dfrac{\partial\Theta_2}{\partial z}\right|_{z=0}=\lambda_{3z}\cdot\left.\dfrac{\partial\Theta_3}{\partial z}\right|_{z=0}-h_e\cdot\Theta_2$

II) Théorie et Principe de la méthode Flash 3D de nos expériences

- Dans le cas simple où les milieux 1 et 3 sont identiques et constitués d'air, sur la face arrière (z=e) on obtient:

    - Modèle avec couches d'air de dimensions infinies

$$\Theta(\alpha_n,\beta_m,z=e,p)=\frac{F(\alpha_n,\beta_m)\cdot G(p)}{[\lambda_z\cdot\gamma]\cdot sh(\gamma\cdot e)+[h_0+h_e+2\cdot\lambda_{air}\cdot\gamma_{air}]\cdot ch(\gamma\cdot e)+\left[\frac{(h_0+\lambda_{air}\cdot\gamma_{air})\cdot(h_e+\lambda_{air}\cdot\gamma_{air})}{\lambda_z\cdot\gamma}\right]\cdot sh(\gamma\cdot e)}$$

    - Modèle avec couches d'air de dimensions finies

$$\Theta(\alpha_n,\beta_m,z=e,p)=\frac{F(\alpha_n,\beta_m)\cdot G(p)}{[\lambda_z\cdot\gamma]\cdot sh(\gamma\cdot e)+\left[h_0+h_e+\frac{\lambda_{air}\cdot\gamma_{air}}{th(\gamma_{air}\cdot\delta_0)}+\frac{\lambda_{air}\cdot\gamma_{air}}{th(\gamma_{air}\cdot\delta_e)}\right]\cdot ch(\gamma\cdot e)+\left[\frac{1}{\lambda_z\cdot\gamma}\cdot\left(h_0+\frac{\lambda_{air}\cdot\gamma_{air}}{th(\gamma_{air}\cdot\delta_0)}\right)\cdot\left(h_e+\frac{\lambda_{air}\cdot\gamma_{air}}{th(\gamma_{air}\cdot\delta_e)}\right)\right]\cdot sh(\gamma\cdot e)}$$

Où:

$$\boxed{\gamma=\sqrt{\frac{p}{a_z}+\alpha_n^{\,2}\cdot\left(\frac{\lambda_x}{\lambda_z}\right)+\beta_m^{\,2}\cdot\left(\frac{\lambda_y}{\lambda_z}\right)}}\qquad \gamma_{air}=\sqrt{\frac{p}{a_{air}}}$$

$$F(\alpha_n,\beta_m)=\int_{x=0}^{x=L}\int_{y=0}^{y=l} f(x,y)\cdot\cos(\alpha_n\cdot x)\cdot\cos(\beta_m\cdot y)\cdot dx\cdot dy\qquad G(p)=\int_{t=0}^{\infty} g(t)\cdot\exp(-p\cdot t)\cdot dt$$

II) Théorie et Principe de la méthode Flash 3D de nos expériences

- Rappel: Expression obtenue sans la conduction dans l'air

$$\Theta(\alpha_n, \beta_m, z=e, p) = \frac{F(\alpha_n, \beta_m)\cdot G(p)}{[\lambda_z \cdot \gamma]\cdot sh(\gamma\cdot e) + [h_0 + h_e]\cdot ch(\gamma\cdot e) + \left[\dfrac{h_0\cdot h_e}{\lambda_z\cdot\gamma}\right]\cdot sh(\gamma\cdot e)}$$

- Tout se passe comme si le coefficient d'échange h était remplacé par:

$$h' = h + \boxed{\lambda_{air}\cdot\sqrt{\frac{p}{a_{air}} + \alpha_n^2 + \beta_m^2}}$$

ou

$$h' = h + \boxed{\lambda_{air}\cdot\sqrt{\frac{p}{a_{air}} + \alpha_n^2 + \beta_m^2}\cdot th^{-1}\left(\delta\cdot\sqrt{\frac{p}{a_{air}} + \alpha_n^2 + \beta_m^2}\right)}$$

NB: Dépend du temps et de l'espace par l'intermédiaire de α_n, β_n et p

- Par un calcul asymptotique:

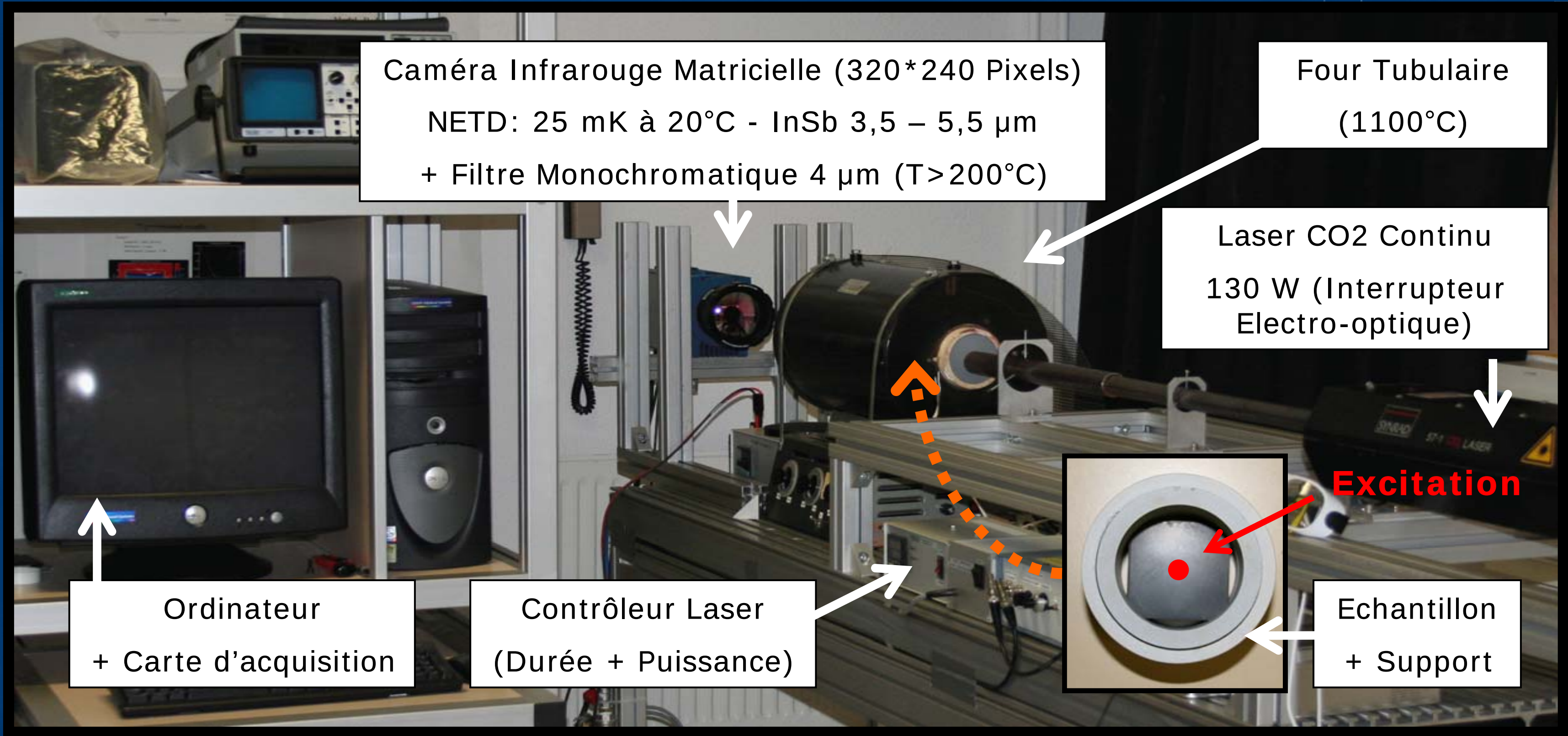
$$\boxed{a_{x,app}(k) = a_{x,ph}\cdot\left(1 + 2\frac{\lambda_{air}}{\lambda}\left(\frac{L_x}{e}\right)\sqrt{\left(1-\frac{a}{a_{air}}\right)\frac{1}{k\pi}}\right) \xrightarrow[\lambda_{air} << \lambda]{} a_{x,ph}}$$

- En conclusion:

  - Le modèle prend en compte les transferts convectifs, conductifs et radiatifs
  - Aucune hypothèse n'a été faite sur le flux excitateur
    → Ceci signifie que théoriquement la méthode peut être appliquée pour toutes sortes de stimulations

III) Expériences et estimation des diffusivités à haute température

Dispositif expérimental:

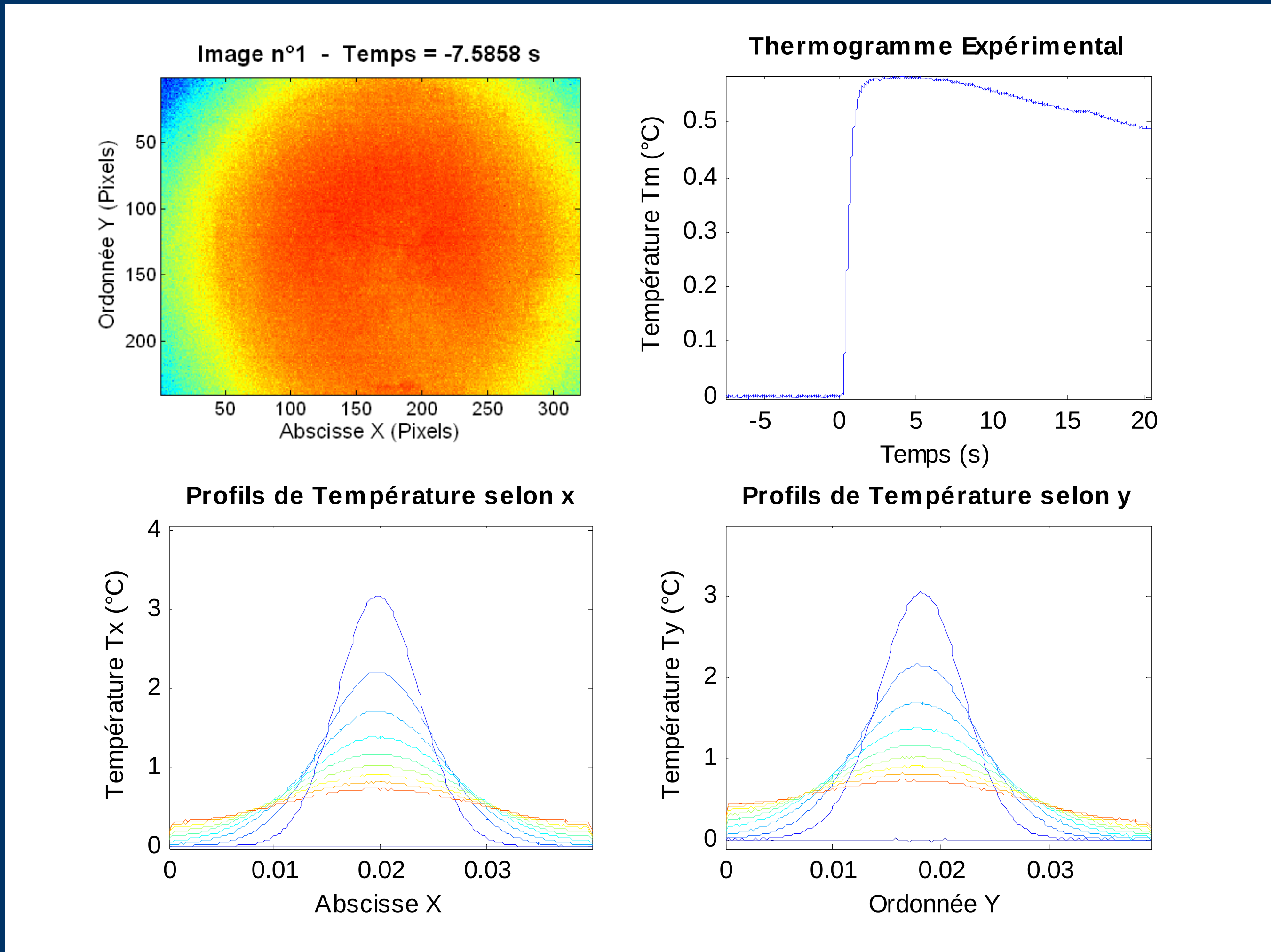


La forme temporelle de l'excitation Laser est un créneau, soit dans l'espace de Laplace:

$$G(p) = \frac{1 - \exp(-p \cdot ExcitationTime)}{p}$$

III) Expériences et estimation des diffusivités à haute température

Expérience sur un échantillon de Titane à 22 °C



Film thermographique composé de 4000 images

Seul la zone correspondant au matériau est utilisée pour faire les différentes moyennes du champ de Température

Au final, on obtient:

- Tm(t)
- Tx(x,t)
- Ty(y,t)

III) Expériences et estimation des diffusivités à haute température

Estimations des diffusivités

- Les modèles vus précédemment sont écrits dans le domaine de Laplace. La Transformation de Laplace étant une intégration du signal de t=0 à l'infini, il est préférable de faire la transformée inverse des modèles (pour éviter des erreurs de troncature)

- Les estimations sont réalisées avec la méthode des moindres carrées de « Levenberg-Marquart » entre le signal expérimental et l'inversion numérique des modèles théoriques. Cette inversion de Laplace est utilise l'algorithme « De Hoog »

- Actuellement les estimations sont faites sur le modèle avec les couches d'air infinies et celles-ci sont réalisées en 3 étapes:

$$NB : \gamma = \sqrt{\frac{p}{a_z} + \cancel{\alpha_n^{2}\left(\frac{\lambda_x}{\lambda_z}\right)} + \cancel{\beta_m^{2}\left(\frac{\lambda_y}{\lambda_z}\right)}}$$

<u>Etape 1</u>: Estimation de az, h et F(αn=0, βn=0) sur le thermogramme moyen

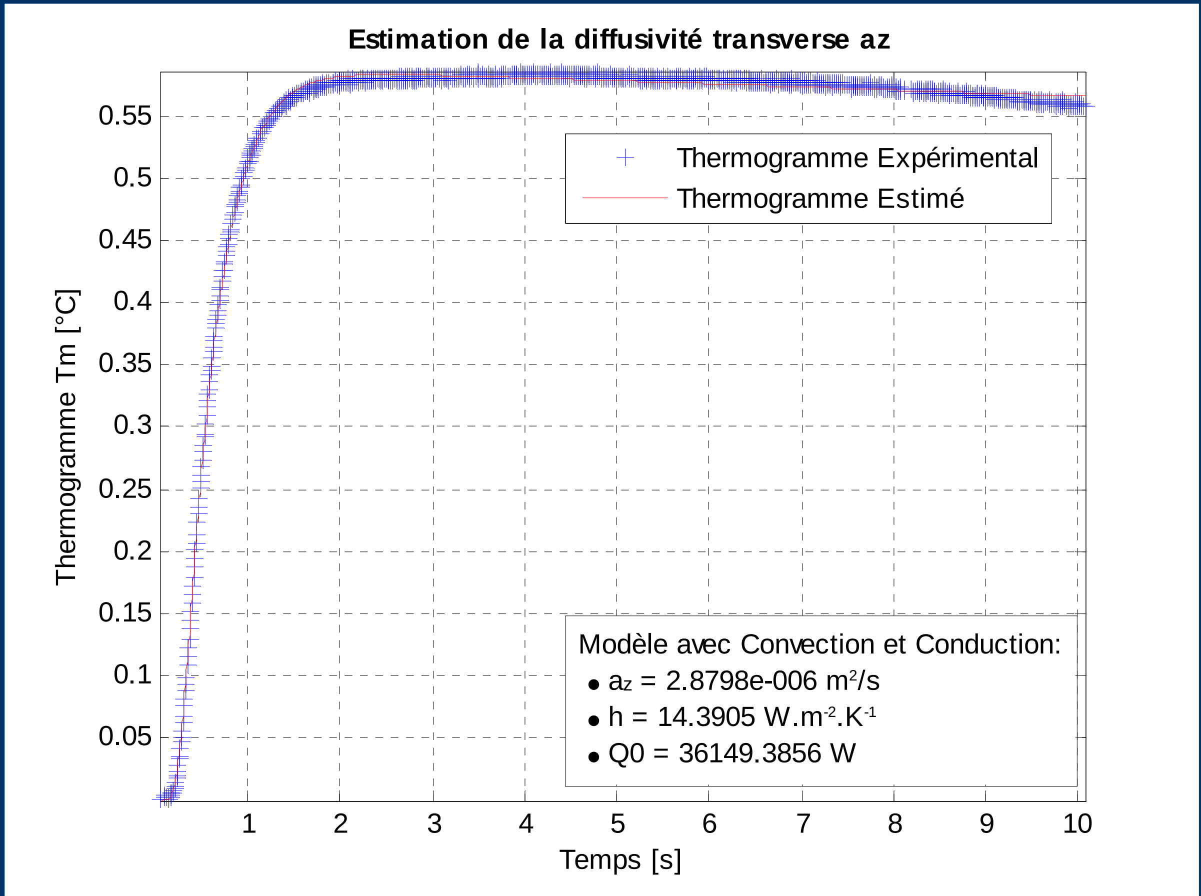
<u>Etape 2</u>: Estimation de ax et F(αn, βn=0) sur les profils de Température selon x et ce harmoniques par harmoniques en considérant az et h connus

<u>Etape 3</u>: Estimation de ay et F(αn=0, βn) sur les profils de Température selon y et ce harmoniques par harmoniques en considérant az et h connus

Les diffusivités axiales sont une pondération des différentes valeurs de ax ou ay

III) Expériences et estimation des diffusivités à haute température

Estimation de la diffusivité transverse



- Expérience sur un échantillon de Titane à 22°C
- Cette estimation a été comparée avec des mesures sur le même échantillon par des dispositifs classiques

→ Résultats similaires

III) Expériences et estimation des diffusivités à haute température

Estimations des diffusivités dans le plan

Titane à 900°C

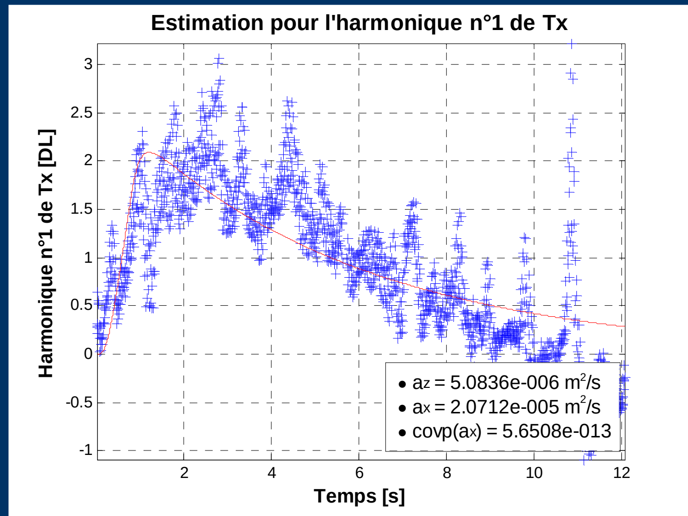
- Tous les harmoniques n'ont pas le même rapport signal/bruit
  → Il serait préjudiciable de leur accorder la même importance

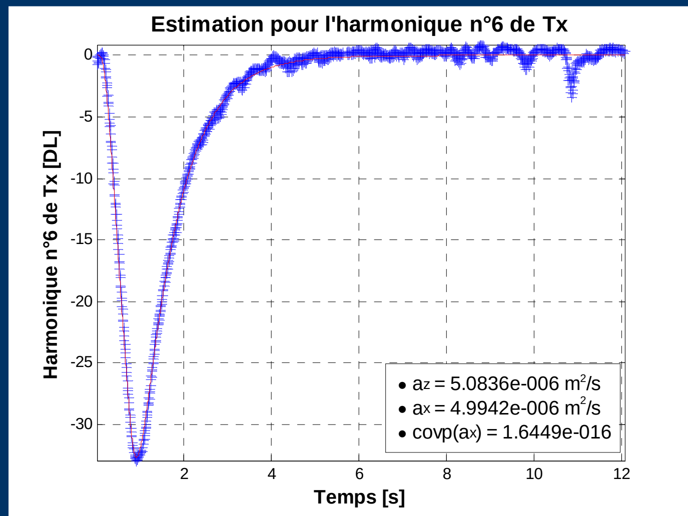
- La variance du paramètre estimé est un bon indicateur d'une estimation réussie
  Plus la variance est faible , meilleure est l'estimation

- La valeur finale de la diffusivité dans le plan est calculée à partir des valeurs obtenues harmoniques par harmoniques suivant la relation:

$$ax_{estimée} = \frac{\sum_{1}^{n}\left(\frac{1}{\sigma^2(ax_i)}\right)\cdot ax_i}{\sum_{1}^{n}\left(\frac{1}{\sigma^2(ax_i)}\right)}$$

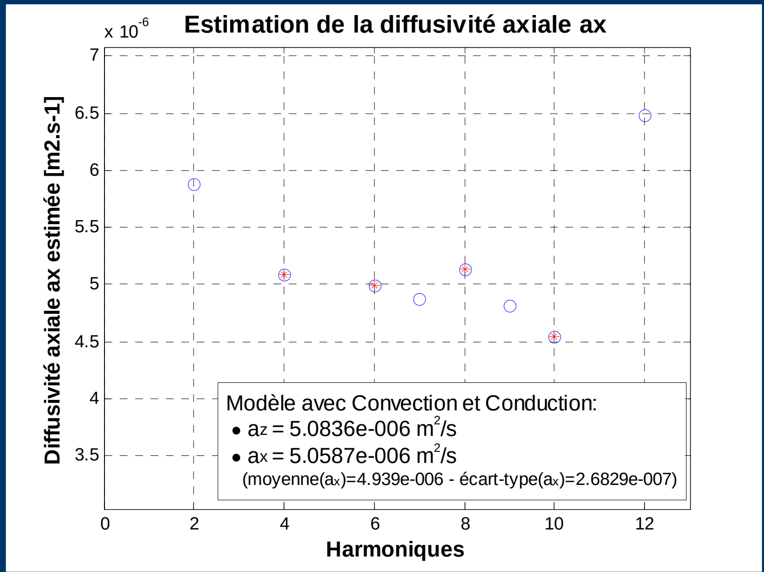
‹‹ Gauss Markov ››

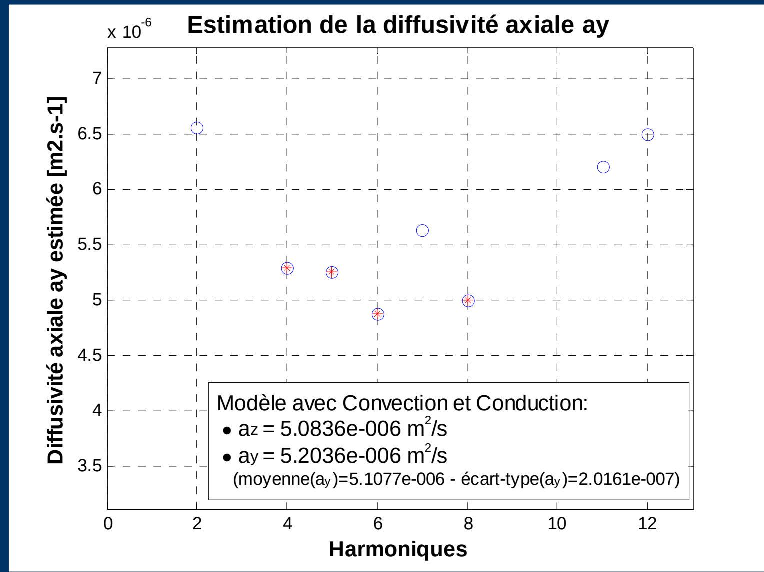




III) Expériences et estimation des diffusivités à haute température

- **Expérience sur du Titane pour une Température de four de <u>900°C</u>**
  <u>NB</u>: Le Titane est un matériau **ISOTROPE** utilisé pour validation

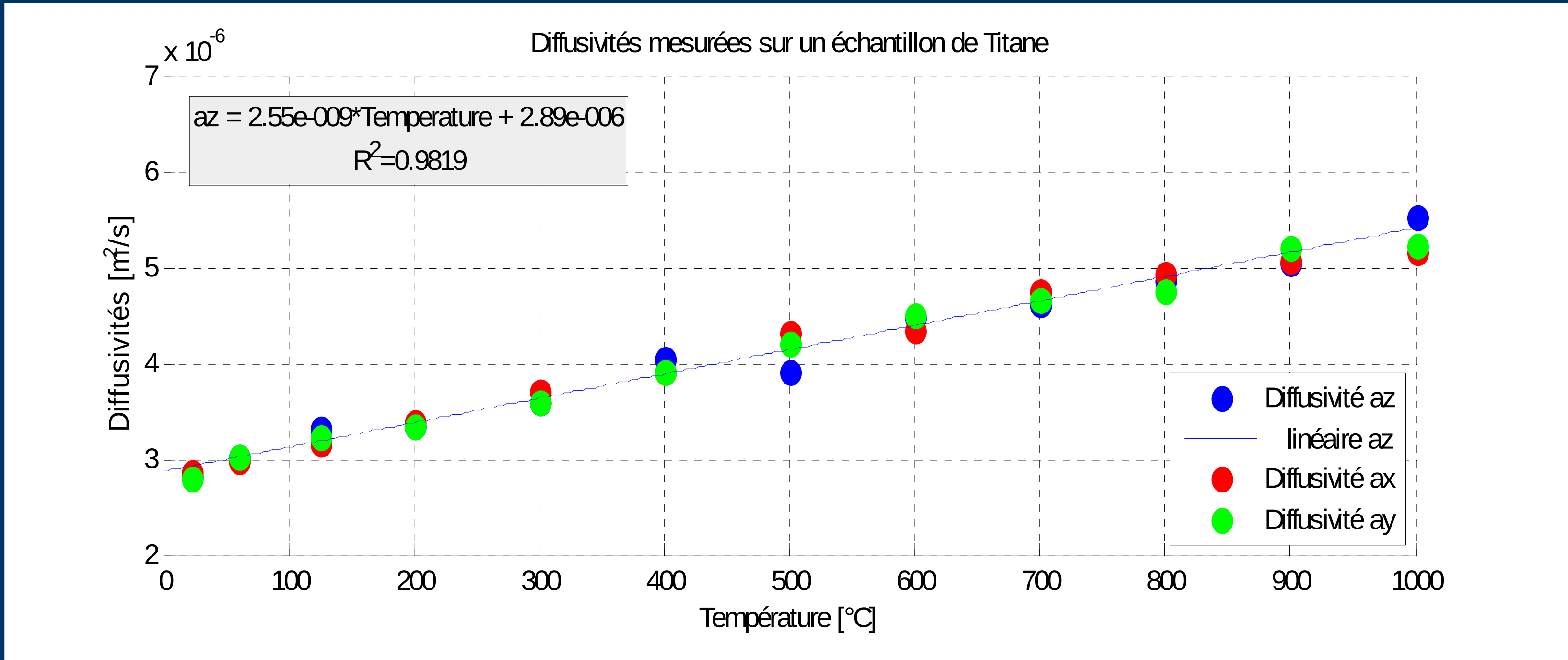




Diffusivité az (m^2s^{-1})	Diffusivité ax (m^2s^{-1})	Diffusivité ay (m^2s^{-1})	Ecart entre ax et az	Ecart entre ay et az
5,08 E-06	5,06 E-06	5,20 E-06	0,39 %	2,36 %

III) Expériences et estimation des diffusivités à haute température

Caractérisation thermique d'un échantillon de Titane



- Résultats très corrects sur une large gamme de températures
- Ecarts entre la diffusivité transverse et les diffusivités axiales inférieurs à 5%
- Pas d'augmentation des écarts avec la température
  → Incertitude sur les diffusivités dépend surtout de la qualité de l'expérience (bon réglage de la caméra, pour l'excitation …)

IV) Mise en place d'un nouveau banc expérimental

Principales limitations du banc

- Température maximale limitée à 1100°C
- Impossibilité de faire le vide et donc de caractériser des matériaux de faibles conductivité thermique
- Perte de sensibilité de la caméra infrarouge [3.5 – 5.5 µm] pour des températures supérieures à 1000° C

Nouveau Four Haute Température

Principales difficultés:

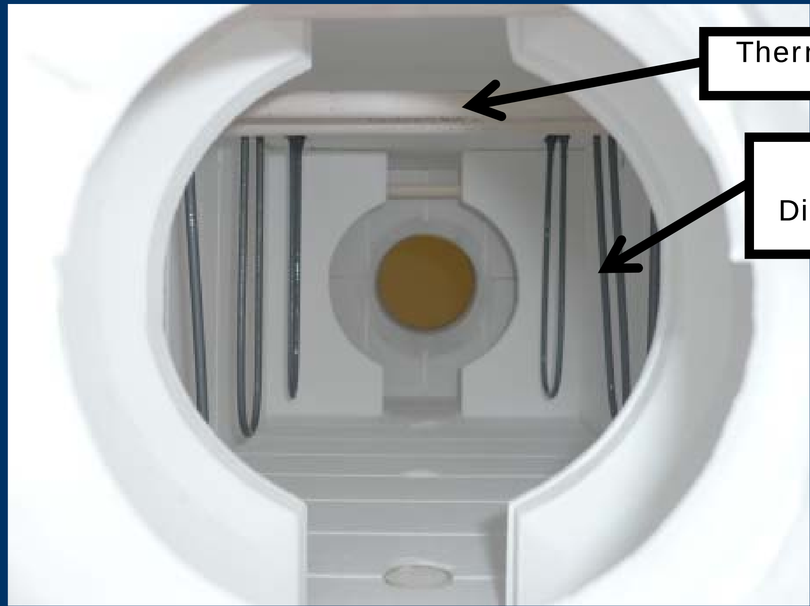
- Nécessité d'avoir deux ouvertures de part et d'autres du four afin de pouvoir exciter le matériau avec le Laser et surtout pouvoir observer le matériau à l'aide d'une caméra infrarouge
- Diamètre intérieur suffisamment large pour pouvoir positionner l'échantillon
- Le four doit pouvoir résister aux contraintes mécaniques inhérentes à une mise sous vide

Intérêts de la mise sous vide:

- Supprimer les effets convectifs
- Pas d'oxydation et donc un champ d'émissivité restant uniforme

IV) Mise en place d'un nouveau banc expérimental

Four Haute Température



- Température maximale de 1800°C
- Puissance de 4,2 à 10 kW repartie sur 3 zones de chauffe
  → Zone uniforme de 60 cm au centre à +-3°C
- Tube en alumine recristallisé imperméable et très résistant mécaniquement et aux attaques chimiques
- Diamètre intérieur du tube de 75 mm

IV) Mise en place d'un nouveau banc expérimental

Four Haute Température

Réalisé sur Mesure:

- Régulateurs indépendants pour chaque zone de chauffe
- Configuration spéciale des régulateurs pour optimiser les performances à faibles températures
  → Température minimale 200°C au lieu de 600°C

- Problème:
  - En principe, le four est obstrué par des bouchons radiatifs en céramiques placés à l'intérieur du tube pour garantir l'étanchéité et éviter des pertes de chaleur

→ Nécessité de repenser les bouchons pour la mise sous vide

IV) Mise en place d'un nouveau banc expérimental

Mise sous vide et hublots

- Afin de visualiser l'intérieur du tube, nous avons prévu des hublots de visite en ZnSe (transparent aux IR 0.6-22 µm)

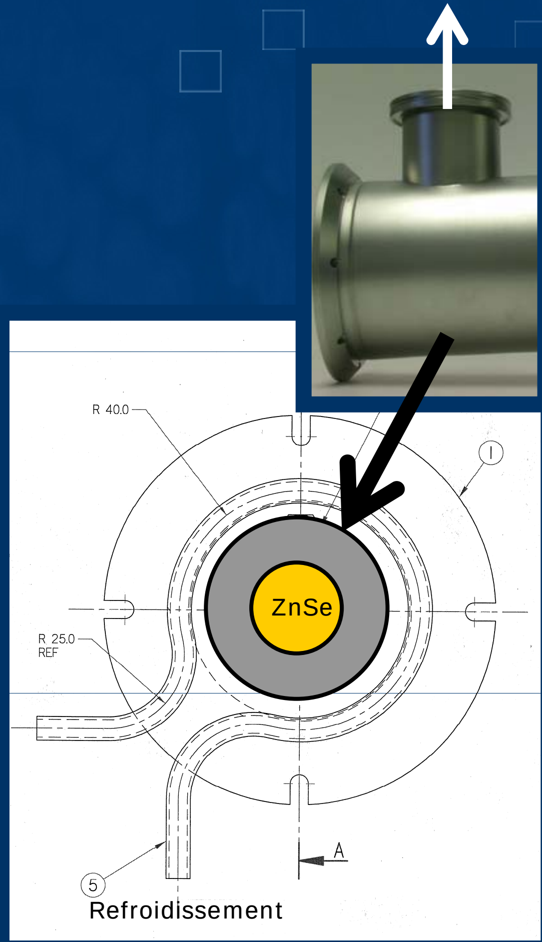
- Par ailleurs, le ZnSe est un matériau très robuste et sera également utilisé pour le passage du faisceau Laser (10 µm)

- Le champ visuel de la caméra étant conique, un hublot de 1' (2,54cm Normalisé) est suffisant

- Ces bouchons devront être refroidis par un fluide caloporteur afin de garantir l'étanchéité des joints qui ne supportent pas les hautes températures:
  - Joints polymères: Température max 200°C
  - Joints métalliques: Température max 1000°C

Turbopompe

(Pas d'encrassement)



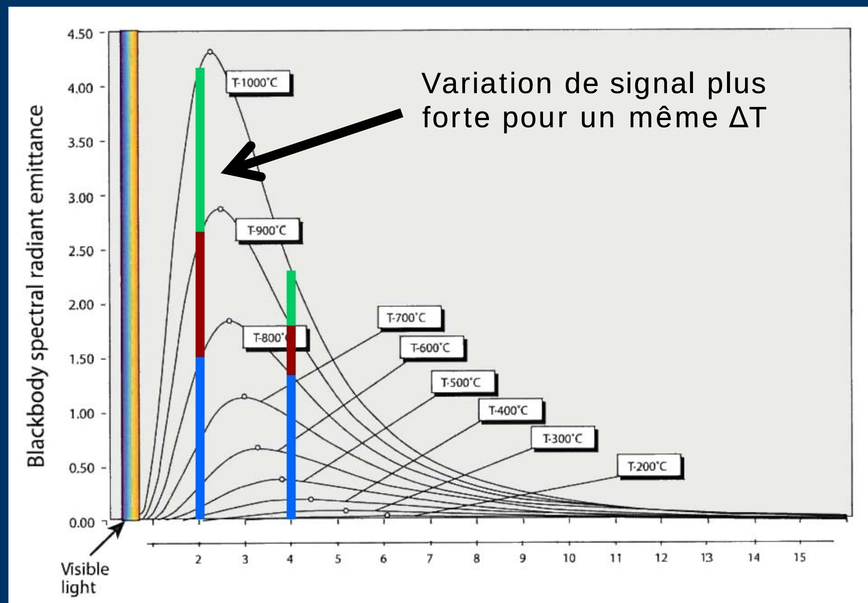
- Dans un premier temps nous allons tester les joints polymères qui sont bien plus commodes d'utilisation

IV) Mise en place d'un nouveau banc expérimental

Caméra Infrarouge « Broad Band »

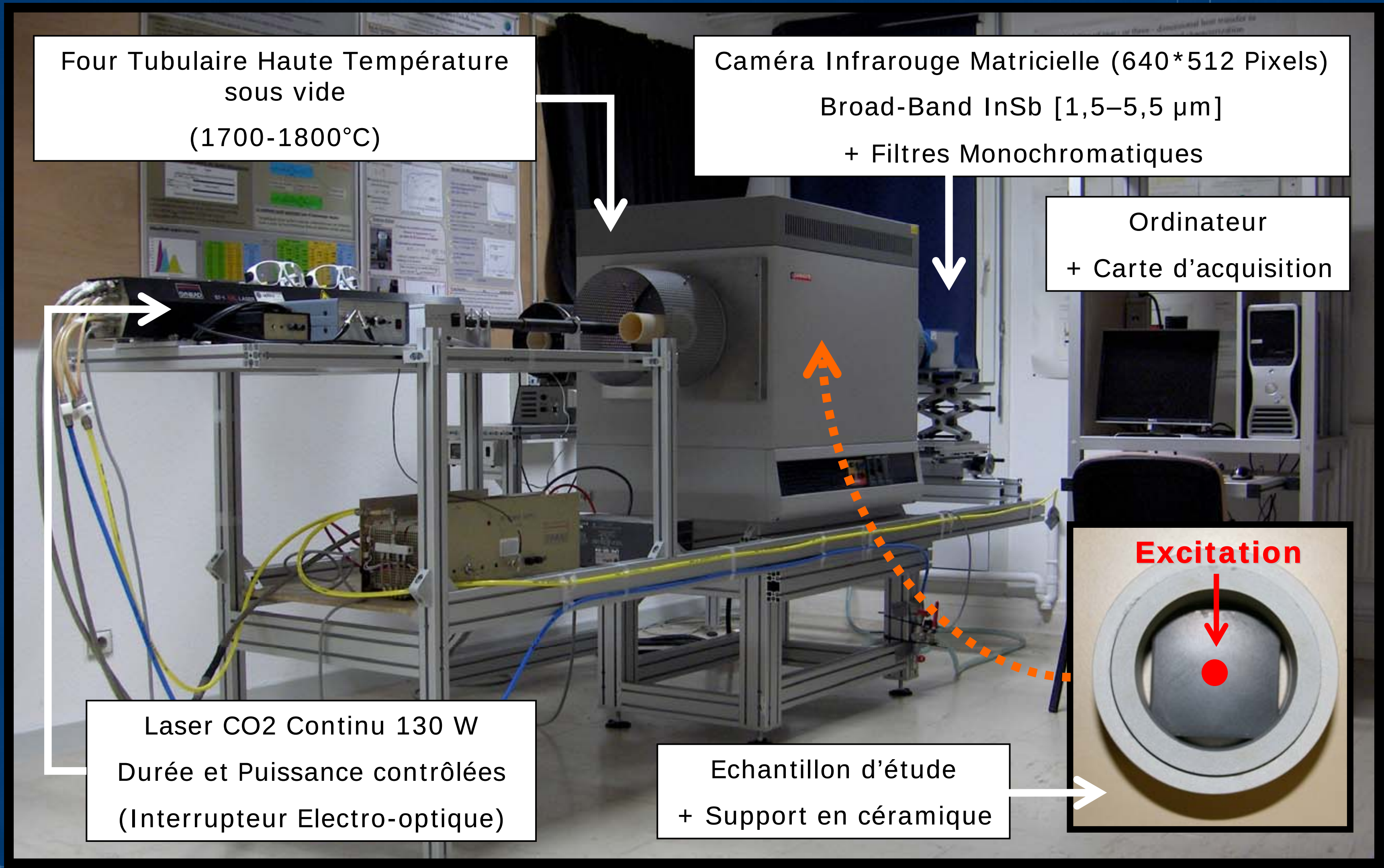
- Détecteur InSb
- 512*640 Pixels
  → Meilleure résolution spatiale
- Caméra « Broad Band »
  Sensibilité: 1.5 – 5.5 µm
  → Meilleure sensibilité de la caméra à haute température

- Utilisation de filtres monochromatiques à hautes températures:
  - Réduction des radiations reçues par le détecteur
  - Evite des problèmes dus à l'émissivité non uniforme de matériaux non « gris »



IV) Mise en place d'un nouveau banc expérimental

Nouveau dispositif en cours d'achèvement



CONCLUSION ET PERSPECTIVES

- Méthode rapide et analytique permettant de s'affranchir :
  - De la forme spatiale de l'excitation
  - D'un échantillon de référence
- Basée sur l'utilisation de dispositifs optiques à la fois pour la stimulation (Laser) et la détection (Caméra Infrarouge), cette technique est non intrusive et permet des caractérisations thermiques à haute température
- Par ailleurs, la grande quantité de données fournies par la Caméra permet la mesure des trois diffusivités en une seule expérience et ce avec une grande précision
- Le nouveau banc qui nous permettra d'atteindre des températures de l'ordre de 2000 K est sur le point d'être mis en place, nous espérons que l'ensemble sera opérationnel pour fin 2009 sur le plan technique
- En effet, la mise sous vide à haute température risque de s'avérer très délicate en particulier si l'on est dans l'incapacité de refroidir convenablement les extrémités du tube de travail.
- Enfin, une caméra multi spectrale est en cours d'acquisition dans le Laboratoire, celle-ci permettrait de s'affranchir complètement du champ d'émissivité