

Validation de modèle et identification des propriétés des peintures intumescentes par méthode non intrusive

MATHIEU GILLET¹, LAETITIA PEREZ², LAURENT AUTRIQUE^{1,3}, JEAN-JACQUES SERRA¹

¹ DGA, Equipe des Hauts Flux, BP 59, 66121 Font-Romeu cedex

² Laboratoire de Thermocinétique de Nantes, rue Christian Pauc, BP50609, 44306 Nantes cedex 3

³ IUP-GSI, Université de Perpignan, 52 avenue P. Alduy, 66860 Perpignan cedex

gillet.ghf@wanadoo.fr, laetitia.perez@univ-nantes.fr, autrique@univ-perp.fr, serra.ghf@wanadoo.fr

Résumé — Un modèle mathématique décrivant le comportement de peintures intumescentes sous différentes agressions est exposé. Un problème d'identification par minimisation de l'erreur de sortie est présenté. Résolu dans l'espace des fréquences, il permet l'expertise de matériau par un contrôle non destructif. Le déphasage de l'onde thermique, induite par une sollicitation périodique, est mesuré à l'aide d'un dispositif expérimental original. L'ensemble est validé à l'aide de matériaux de référence et mis en œuvre pour l'expertise d'un matériau à structure complexe ainsi que pour une peinture intumescente.

Mots clés — Modélisation mathématique, Identification paramétrique, méthode périodique, contrôle non destructif, système thermique.

I. INTRODUCTION

Dans le cadre de l'étude des peintures intumescentes dans un contexte militaire, la mise au point d'un modèle mathématique décrivant leur comportement sous agression nécessite une bonne connaissance de leurs propriétés thermiques. Dans le domaine de la thermique, les approches basées sur la mise en œuvre d'une sollicitation périodique sont attractives. En effet, elles présentent l'avantage d'apporter au système étudié une énergie relativement faible (par rapport aux méthodes flash par exemple) tout en permettant un traitement du signal suffisamment informatif pour réaliser l'identification du paramètre recherché. Le système est observé en régime permanent (oscillations périodiques entretenues) ce qui permet de s'affranchir des effets transitoires difficiles à appréhender. L'identification est réalisée en formulant un problème inverse pour lequel il s'agit de minimiser l'erreur de sortie. L'observable est le déphasage de l'onde thermique au sein du matériau par rapport à la pulsation de l'excitation incidente. Le déphasage simulé est issu de la résolution du problème direct. Dans l'espace des fréquences (s'affranchissant de la dépendance temporelle), la notion de température complexe est introduite. Une transformée de Fourier est mise en œuvre afin de disposer d'une solution semi analytique et les hypothèses nécessaires à cette approche sont exposées. Afin de valider l'ensemble de la démarche suivie, un dispositif expérimental permettant l'identification de paramètres thermophysiques d'un matériau par cette technique non destructive, a été développé. Dans cette communication, le principe des méthodes périodiques est brièvement exposé. La résolution du problème direct dans l'espace des fréquences est présentée dans le quatrième paragraphe. Une analyse de sensibilité est effectuée afin de mettre en évidence les attraits et les domaines de validité de la méthode d'identification. Le banc de mesure est exposé et sa validation est discutée à partir de mesures effectuées sur matériaux de référence. Enfin, l'expertise est

menée sur un matériau à structure complexe. Quelques perspectives sont proposées.

II. MODELE MATHEMATIQUE

A. Considérations préliminaires

On note $\theta(x, t)$ la température à la profondeur x à l'instant $t \in T$. On considère, pour la modélisation de l'évolution de $\theta(x, t)$, les transferts thermiques au sein du substrat (plaque d'acier $x \in]0, e[$).

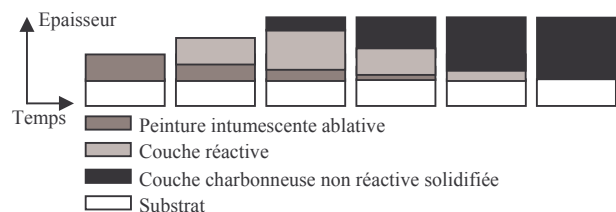


Fig. 1. Evolution de la structure lors d'une agression

Le revêtement actif est un système multicouche, composé d'une couche en régression (correspondant à la peinture ablative $x \in]e, f(t)[$) et d'une couche en expansion (comprenant la couche réactive gonflante et la couche carbonneuse $x \in]f(t), g(t)[$) superposées. Le choix d'une approximation monodimensionnelle a été validé dans la configuration étudiée.

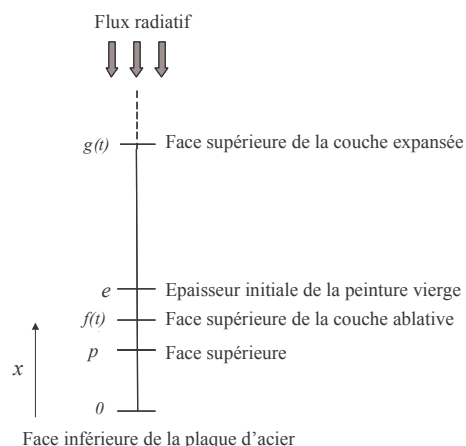


Fig. 2. Géométrie considérée

B. Modélisation de la couche ablative

Des études expérimentales ont montré que la température de l'échantillon sous un flux de chaleur tendait en face irradiée vers une valeur limite θ_v assimilée à une température de vaporisation [4]. Des lois expérimentales de type Arrhenius, décrivant le comportement de la couche qui s'ablate et la perte d'énergie due aux fumées, ont été établies. Les pertes locales $\mathfrak{M}(\theta(x,t))$ [$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{s}^{-1}$], s'expriment :

$$\mathfrak{M}(\theta(x,t)) = \begin{cases} 0 & \text{si } \theta(x,t) < \theta_v \\ -\rho_{abla} k_f \exp\left(\frac{-E}{R\theta(x,t)}\right) & \text{si } \theta(x,t) \geq \theta_v \end{cases}$$

$$\forall (x,t) \in]e, f(t)[\times T$$

où ρ_{abla} [$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$] est la masse volumique de la peinture ablative, k_f [s^{-1}] est le facteur pré exponentiel, E [$\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$] est l'énergie d'activation de la réaction de pyrolyse, R [$\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$] est la constante des gaz parfaits. Les réactions chimiques qui se produisent en profondeur dans la couche qui s'ablate nécessitent un apport d'énergie (enthalpie L_v). Le débit de pyrolyse est obtenu en sommant, dans la couche en cours d'ablation $x \in]e, f(t)[$, l'ensemble des pertes locales. La vitesse du front de pyrolyse se déduit de la même manière :

$$\dot{f} = \frac{df(t)}{dt} = - \int_e^f \frac{\mathfrak{M}(\theta(x,t))}{\rho_{abla}} dx \quad ; \quad \forall t \in T$$

où \dot{f} [$\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$] est la vitesse de régression de la limite supérieure de la couche ablative.

C. Modélisation de la couche qui gonfle

On considère que l'expansion de la couche charbonneuse est causée par la pression des gaz expulsés lors de l'ablation du revêtement intumescent initial. L'équation suivante est proposée pour évaluer le déplacement de la face supérieure de la couche en expansion :

$$\dot{g} = k_g \dot{f} \quad ; \quad \forall t \in T$$

La nature fortement poreuse de la couche réactive et de la couche charbonneuse confère d'importantes propriétés isolantes au système multicouche et assure la protection du substrat. La conductivité équivalente des couches isolantes est déterminée en calculant la résistance thermique de chacune des deux couches (supposées planes) :

$$\rho_{eq} C_{eq} = f_g \rho_g C_g + f_m \rho_m C_m$$

$$\frac{1}{\lambda_{eq}} = \frac{f_g}{\lambda_g} + \frac{f_m}{\lambda_m} \quad \text{avec } f_g + f_m = 1$$

Où C_m et C_g [$\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$] sont les capacités calorifiques respectives du matériau et du gaz, ρ_m et ρ_g [$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$] leurs masses volumiques, f_g et f_m sont respectivement les fractions massiques de gaz et de matériau dans chacune des deux couches concernées. λ_g [$\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$] et λ_m [$\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$] sont les

conductivités thermiques associées du gaz et du matériau. La transition entre la couche réactive et la couche charbonneuse est déterminée par la température de carbonisation du matériau (θ_{car} [K]), au-delà de laquelle la substance réactive devient le matériau carbonisé. Ainsi, au dessus d'un certain seuil, les propriétés thermiques de la couche réactive (en cours de gonflement) sont modifiées de manière irréversible.

D. Modèle global

Le système d'équations suivant est considéré :

- Transferts thermiques au sein des matériaux (acier, couche ablative, couche en expansion) :

$$\rho_{acier} C_{acier} \frac{\partial \theta(x,t)}{\partial t} - \lambda_{acier} \Delta \theta(x,t) = 0$$

$$\forall (x,t) \in]0, e[\times T$$

$$(\rho_{abla} C_{abla} + \rho_g C_g) \frac{\partial \theta(x,t)}{\partial t} - (\lambda_{abla} + \lambda_g) \Delta \theta(x,t) = -L_v \mathfrak{M}(\theta(x,t))$$

$$\forall (x,t) \in]e, f(t)[\times T$$

$$(\rho_{gonfl} C_{gonfl} + \rho_g C_g) \frac{\partial \theta(x,t)}{\partial t} - (\lambda_{gonfl} + \lambda_g) \Delta \theta(x,t) = 0$$

$$\forall (x,t) \in]f(t), g(t)[\times T$$

Ci-dessus sont désignées C_i , ρ_i et λ_i respectivement la chaleur spécifique [$\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$], la masse volumique [$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$] et la conductivité thermique [$\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$] de chaque couche et du gaz.

- Condition limite en face irradiée :

$$-\lambda_{gonfl} \frac{\partial \theta(x,t)}{\partial x} = h(\theta(x,t) - \theta_{ext}) + \epsilon_{gonfl} \sigma (\theta^4(x,t) - \theta_{ext}^4) - \alpha_{gonfl} \Phi(t)$$

pour $x = g(t), \forall t \in T$

où h [$\text{W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$] est le coefficient d'échange convectif, θ_{ext} [K] est la température ambiante, ϵ_{gonfl} est l'émissivité de la face avant, σ [$\text{W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-4}$] est la constante de Stefan Boltzmann, α_{gonfl} est l'absorptivité de la face avant et $\Phi(t)$ [$\text{W}\cdot\text{m}^{-2}$] est le flux incident non stationnaire.

- Condition limite en face arrière (convection naturelle et échange radiatif) :

$$\lambda_{acier} \frac{\partial \theta(0,t)}{\partial x} = h(\theta(0,t) - \theta_{ext}) + \epsilon_{acier} \sigma (\theta^4(0,t) - \theta_{ext}^4)$$

pour $x = 0, \forall t \in T$

- Condition initiale :

$$\theta(x,0) = \theta_{ext}$$

$$f(0) = e$$

$$g(0) = e$$

$$\forall x \in [0, e], t = 0$$

- Conditions aux interfaces (entre chaque couche) : le contact étant supposé idéal, l'hypothèse de continuité des gradients et des températures est retenue.

Ce modèle est discrétisé par la méthode numérique des différences finies, adaptée à la géométrie monodimensionnelle étudiée. Afin d'améliorer la précision des résultats obtenus à partir de ce modèle (champs de température, perte de masse, gonflement du système), il est crucial de connaître précisément certains paramètres d'entrée du modèle. Afin de déterminer lesquels de ces paramètres nécessitent une connaissance précise, une étude de sensibilité a été réalisée. Les résultats en sont brièvement présentés dans le tableau ci-après. Celui-ci montre l'influence déterminante de paramètres tels que le flux incident Φ , la température extérieure θ_{ext} , l'énergie d'activation de la réaction de pyrolyse E , ainsi que les propriétés thermiques de la peinture ablative.

paramètres d'entrées du modèle	influence sur les résultats simulés
Φ	***
θ_{ext}	**
$e - p$	
E	**
θ_v	**
θ_{car}	*
L_v	
$\lambda_{abla}, \rho_{abla} C_{abla}$	**
λ_{gonfl}	**
$\rho_{gonfl} C_{gonfl}$	*
$\lambda_{acier}, \lambda_g, \rho_{acier} C_{acier}, \rho_g C_g$	
h	*
k_f, k_g	*

Tableau 1 : paramètres dont les incertitudes doivent être réduites

Dans le paragraphe suivant, on s'intéresse à la caractérisation des paramètres clés régissant les transferts thermiques dans la peinture vierge (susceptible de s'ablater en présence d'une agression thermique de type incendie ou explosion) : λ_{abla} et $\rho_{abla} C_{abla}$.

III. LES METHODES PERIODIQUES

Le principe des méthodes périodiques est schématisé sur la figure 3. Alors qu'une des faces du matériau est sollicitée par un flux de chaleur périodique, des observations de l'évolution de l'état du système (la température sera encore notée θ) sont réalisées sur la face opposée. Considérant le régime établi, l'état du matériau ($\Omega \subset \mathbb{R}^3$) en chaque point $X = (x, y, z) \in \Omega$ à l'instant $t \in T$ est la somme d'une composante continue et d'une composante périodique de même période que celle de l'excitation [2], [6].

$$\theta(X; t) = \theta_{continue}(X) + \tilde{\theta}(X; t)$$

avec $\tilde{\theta}(X; t)$ une fonction périodique s'écrivant :

$$\tilde{\theta}(X; t) = M(X) e^{j\omega t} e^{j\varphi}$$

où M [K] est le module (amplitude des oscillations), φ [rad]

le déphasage et $f = \frac{\omega}{2\pi}$ [Hz] la fréquence de la sollicitation.

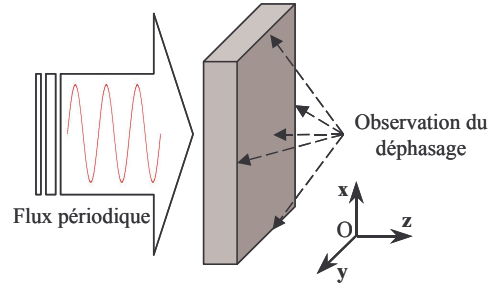


Fig. 3. Schéma de principe

L'atténuation des ondes thermiques ainsi que le déphasage sont intimement liés aux propriétés thermiques du matériau. Aussi, en considérant ρ sa masse volumique [kg.m^{-3}], c sa chaleur spécifique à pression constante [$\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$], et

$\vec{\lambda} = \begin{bmatrix} \lambda_x & 0 & 0 \\ 0 & \lambda_y & 0 \\ 0 & 0 & \lambda_z \end{bmatrix}$ le tenseur des conductivités thermiques [$\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$], on introduit le tenseur des diffusivités

thermiques $\vec{\alpha} = \begin{bmatrix} \alpha_x & 0 & 0 \\ 0 & \alpha_y & 0 \\ 0 & 0 & \alpha_z \end{bmatrix}$ où $\alpha_i = \frac{\lambda_i}{\rho c}$ en [$\text{m}^2.\text{s}^{-1}$]. On

appelle longueur de diffusion la quantité $\mu = \sqrt{\frac{\max \vec{\alpha}}{\pi f}}$ en [m]

et il est d'usage de considérer qu'à une distance supérieure à 3μ , au moins 95% de l'onde thermique est atténuée. De même, il est bien connu que le déphasage dépend principalement de la diffusivité du matériau. Dans cette communication, on considère que le produit ρc est connu et on cherche à identifier :

- soit la diffusivité thermique de matériaux isotropes $\alpha = \alpha_x = \alpha_y = \alpha_z$ à partir de l'observation du déphasage de l'onde thermique en n'importe quel point,
- soit le tenseur de diffusivités $\vec{\alpha}$, pour des matériaux orthotropes $\alpha_x \neq \alpha_y \neq \alpha_z$, en observant le déphasage selon l'axe Oz (resp. Ox et Oy) pour identifier α_z (resp. α_x et α_y).

Afin d'identifier la diffusivité thermique dans l'épaisseur α_z , le déphasage entre le flux incident au centre de la face chauffée et la réponse thermique du centre de la face non chauffée est mesuré. Ainsi, si la classe du matériau est à peu près connue, la fréquence d'excitation peut être déterminée de manière à éviter que la longueur de diffusion ne soit trop petite devant l'épaisseur e (l'amplitude du signal étant alors trop faible). De même, une épaisseur e petite devant la longueur de diffusion ne serait d'aucune utilité, le déphasage étant alors très faible. La fréquence doit alors être adaptée afin d'avoir $e/3 < \mu < 5e$. Afin de disposer du maximum d'informations sur le déphasage au centre de la face observée, un balayage en fréquence est réalisé (vobulation). Il sera nécessaire pour cette vobulation de

prendre en compte une plage de fréquences adaptée à la classe du matériau (voir tableau 2).

	e [m]	Fréquence f [Hz]
Très conducteur : <i>Argent</i> $\alpha \approx 171 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$	10^{-3}	$2 < f < 500$
	10^{-2}	$0,02 < f < 5$
Moyennement conducteur : <i>Titane</i> $\alpha \approx 9 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$	10^{-3}	$0,1 < f < 25$
	10^{-2}	$0,001 < f < 0,25$
Isolant : <i>Verre</i> $\alpha \approx 0,58 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$	10^{-3}	$0,007 < f < 1,5$
	10^{-2}	$0,00007 < f < 0,015$

Tableau 2 : vobulation pour l'identification de α_z

Pour identifier α_x (resp. α_y), des mesures de déphasage sont réalisées selon l'axe Ox (resp. Oy). Ce balayage spatial est effectué à fréquence fixée. De même que pour la vobulation, la fréquence doit être adaptée à l'intervalle spatial considéré. Ainsi, selon la géométrie et la nature du matériau, la fréquence des excitations pour identifier α_z peut être différente de celles utilisées pour identifier α_x et α_y .

IV. MODELISATION DES TRANSFERTS THERMIQUES

L'identification du tenseur de conductivités thermiques nécessite le développement d'un modèle mathématique visant à décrire les transferts thermiques dans l'échantillon étudié. Pour ce faire, un modèle mathématique est proposé en vue de l'identification de la diffusivité thermique dans l'épaisseur (selon z) ainsi que pour les diffusivités dans le plan (selon x et y).

A. Problème direct

Considérons un matériau Ω plan d'épaisseur e dont une face ($\Gamma_0 = \{X = (x, y, 0) \in \Omega \subset \mathbb{R}^3\}$) est soumise à un flux de chaleur sinusoïdal de période ω centré en $O = (0, 0, 0)$, la face opposée ($\Gamma_e = \{X = (x, y, e) \in \Omega\}$) subissant des pertes d'origine convective (voir figure 4). Les dimensions du domaine d'étude sont choisies de manière à négliger les pertes latérales.

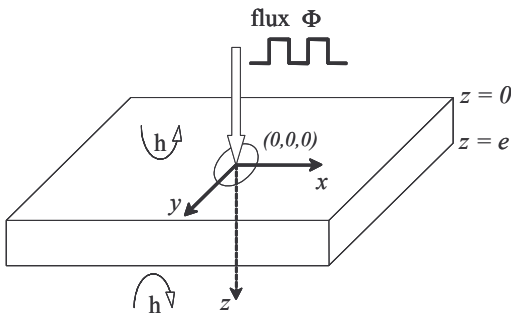


Fig. 4. Géométrie du problème direct

Les transferts thermiques sont décrits par le système suivant :

$$\left\{ \begin{array}{l} \rho c \frac{\partial \theta(X, t)}{\partial t} - \text{div} \left(-\vec{\lambda} \text{grad} \theta(X, t) \right) = 0 \quad \forall (X, t) \in \Omega \times T \\ \lambda_z \frac{\partial \theta(X, t)}{\partial z} = h \theta(X, t) - \phi \cos(\omega t) \quad \forall (X, t) \in \Gamma_0 \times T \\ -\lambda_z \frac{\partial \theta(X, t)}{\partial z} = h \theta(X, t) \quad \forall (X, t) \in \Gamma_e \times T \\ \theta(X, 0) = 0 \quad \forall X \in \Omega \end{array} \right.$$

où $\theta(X, t)$ la température au point $X \in \Omega$ à l'instant $t \in T$, le flux $\phi = \begin{cases} \phi_0 & \text{si } r = \sqrt{x^2 + y^2} \leq R \\ 0 & \text{sinon} \end{cases}$ est en $[\text{W} \cdot \text{m}^{-2}]$, R le rayon de la tache de chauffe en $[\text{m}]$ et le coefficient d'échange convectif h est en $[\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}]$.

B. Résolution du système

Le système précédent pourrait être résolu numériquement en mettant en œuvre un classique code aux éléments finis qui permettrait de déterminer la température en chaque point à chaque instant. Toutefois, l'information pertinente permettant d'identifier le tenseur de diffusivités est le déphasage de l'onde thermique. Ainsi, seul le régime établi est considéré et on cherche à calculer la quantité $\tilde{\theta}(X; \varphi) = M(X) e^{j\varphi}$, appelée température complexe, qui contient l'information sur le module et le déphasage des oscillations de température. On montre facilement (cf. [5]) que le système satisfait par $\tilde{\theta}$ est :

$$\left\{ \begin{array}{l} j\omega \rho c \tilde{\theta} - \text{div} \left(-\vec{\lambda} \text{grad} \tilde{\theta} \right) = 0 \quad \forall X \in \Omega \\ \lambda_z \frac{\partial \tilde{\theta}}{\partial z} = h \tilde{\theta} - \phi \quad \forall X \in \Gamma_0 \\ -\lambda_z \frac{\partial \tilde{\theta}}{\partial z} = h \tilde{\theta} \quad \forall X \in \Gamma_e \end{array} \right.$$

En considérant la transformée de Fourier de $\tilde{\theta}$ selon les axes Ox et Oy :

$$\tau(\omega_x, \omega_y, z) = \iint_{\mathbb{R}^2} \tilde{\theta}(x, y, z) e^{-j\omega_x x} e^{-j\omega_y y} dx dy$$

et la transformée de Fourier de ϕ :

$$\Phi(\omega_x, \omega_y) = \iint_{\mathbb{R}^2} \phi e^{-j\omega_x x} e^{-j\omega_y y} dx dy = \phi_0 \frac{J_1 \left(R \sqrt{\omega_x^2 + \omega_y^2} \right)}{R \sqrt{\omega_x^2 + \omega_y^2}}$$

où J_1 est la fonction de Bessel du premier ordre (cf. [7]), le système précédent devient :

$$\left\{ \begin{array}{l} (-\omega_x^2 \alpha_x - \omega_y^2 \alpha_y - j\omega) \tau(\cdot) + \alpha_z \frac{\partial^2 \tau(\cdot)}{\partial z^2} = 0 \quad \forall z \in]0, e[\\ \lambda_z \frac{\partial \tau(\cdot)}{\partial z} = h \tau(\cdot) - \Phi(\cdot) \quad z = 0 \\ -\lambda_z \frac{\partial \tau(\cdot)}{\partial z} = h \tau(\cdot) \quad z = e \end{array} \right.$$

Ainsi τ ne dépend plus du temps et la solution du système en $z=e$ est:

$$\tau(\cdot) = \frac{2\tilde{\phi}e^2r \exp(-er)}{\lambda_z [(er + Bi)^2 - (er - Bi)^2 \exp(-2er)]}$$

En introduisant $Bi = \frac{he}{\lambda_z}$, le nombre de Biot. Pour un ensemble

de paramètres d'entrées connus $\left[\vec{a}, Bi, R, \omega, e \right]$, la transformée

de Fourier complexe de la température peut ainsi être obtenue et par une transformée inverse, on détermine la composante périodique. On démontre aisément que l'argument φ ne dépend pas de la puissance du flux ϕ (contrairement au module).

C. Exemple numérique

Le problème direct est résolu avec les données suivantes (correspondant à une plaque de titane d'épaisseur $e = 10^{-3}$ m) :

- $h = 20 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$,
- $R = 3 \cdot 10^{-3}$ m,
- $\alpha = \alpha_x = \alpha_y = \alpha_z = 9.10^{-6} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$,
- $\rho c = 2.4 \cdot 10^6 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$.

Sur la figure 5, les résultats d'une vobulation sont montrés ; le déphasage entre le flux incident au centre de la face chauffée $O = (0,0,0)$ et la réponse thermique du centre de la face non chauffée $(0,0,e)$ est représenté en fonction de la fréquence d'excitation.

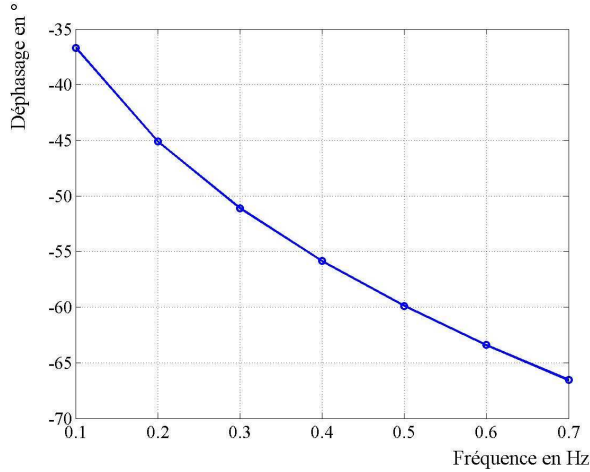


Fig. 5. Vobulation pour l'identification de α_z

Sur la figure 6, le déphasage entre le centre de la face non chauffée $(0,0,e)$ et un point sur l'axe Ox est représenté en fonction de x pour $f = 0.4\text{Hz}$.

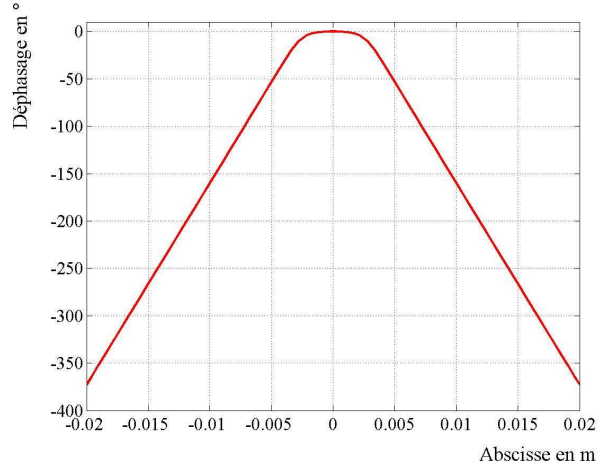


Fig. 6. Balayage spatial pour l'identification de α_x

La donnée des deux courbes précédentes est suffisamment informative pour identifier le tenseur des diffusivités thermiques $\vec{\alpha}$.

V. ETUDE DE SENSIBILITE

Afin d'évaluer si les incertitudes des paramètres d'entrée supposés bien connus du modèle mathématique n'affectent pas de manière rédhibitoire les déphasages calculés, une étude de sensibilité a été préalablement réalisée. Elle a aussi pour objectif de s'assurer de la pertinence des choix technologiques et de disposer préalablement d'informations sur le protocole opératoire. L'observable est le déphasage φ soit lors d'un balayage fréquentiel (pour identifier a_x) soit lors d'un balayage spatial (pour identifier a_y et a_z). Soit un paramètre d'entrée $\beta_i \in \beta = [a_x, a_y, a_z, Bi, R, \omega, e]$; la fonction de sensibilité réduite de φ par rapport à β_i est : $F_{\beta_i} = \beta_i \frac{\partial \varphi(\beta)}{\partial \beta_i}$. Un exemple de représentation graphique de ces fonctions est donné figure 7.

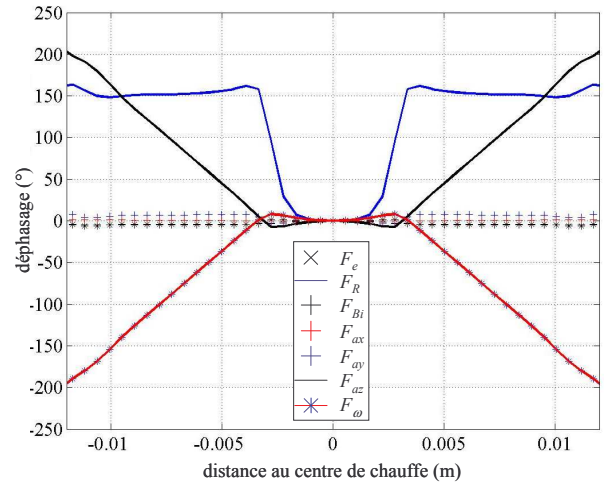


Fig. 7. Courbes de sensibilités réduites du déphasage aux différents paramètres lors d'un balayage spatial selon l'axe Ox (pour une fréquence fixée)

D'après ces courbes, on remarque que les déphasages observés en regard de la tache de chauffe (rayon R) ne peuvent être considérés pour l'identification (sensibilité trop faible au paramètre à identifier). Pour un matériau orthotrope, on pourra identifier a_z (la diffusivité selon Oz) sans être sensible ni au Biot, ni à a_x , ni à a_y . Un intérêt principal de ce dispositif réside en ce que l'épaisseur e est un paramètre qu'il n'est pas nécessaire de connaître avec une grande précision. Toutefois, une imprécision sur la fréquence fixée lors d'un balayage spatial est pénalisante. Cette analyse de sensibilité a été réalisée pour différentes classes de matériaux, en vobulation et en balayage spatial chacun des axes. Elle permet de se placer dans une configuration expérimentale attestant que l'identification paramétrique pourra être menée dans de bonnes conditions. Dans ce qui suit, le banc expérimental est brièvement présenté ainsi que les résultats de l'identification de la diffusivité de la peinture vierge (couche ablatrice) par minimisation de l'erreur de sortie.

VI. IDENTIFICATION PARAMETRIQUE

Un algorithme numérique basé sur une procédure classique de type Levenberg-Marquardt a été mis en œuvre pour l'identification du tenseur α à partir de données d'entrées connues $[\rho c, h, R, f, e]$ et en minimisant l'écart quadratique entre déphasage mesuré et déphasage calculé. Pour une bibliographie relative aux différents aspects de l'identification paramétrique, on peut se référer à [1], [3] et [8].

A. Présentation du banc de mesure

Un dispositif expérimental a été développé afin d'identifier la diffusivité thermique de matériau en réalisant des observations non destructives. L'observation des déphasages est effectuée à l'aide d'une caméra infra rouge ; une solution plus économique consisterait à utiliser un pyromètre à balayage. Le montage est composé de trois éléments distincts :

1. L'échantillon plan est placé dans le plan focal d'un dispositif optique de Köhler.
2. L'excitation est réalisée par une ampoule halogène (36 V - 400 W) placée sous l'assemblage et pilotée par un générateur de fonctions permettant de réaliser une chauffe périodique en face arrière de l'échantillon.
3. Les observations sont effectuées en face supérieure à l'aide d'une caméra IR.

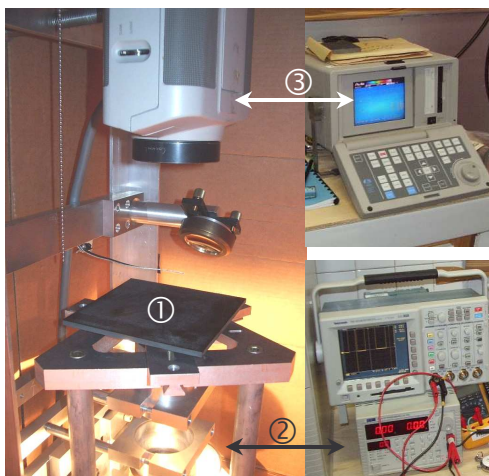


Fig. 8. Dispositif expérimental

La distribution spatiale du champ de températures sur l'échantillon est représentative de la nature du matériau (distribution circulaire pour matériau isotrope, distribution en ellipse pour matériau orthotrope). Le traitement des 512 images enregistrées par la caméra IR nous permet d'extraire l'amplitude et le déphasage des oscillations même si le niveau du signal est faible. Pour ce faire, un algorithme basé sur le principe d'un amplificateur à détection synchrone est mis en œuvre. L'analyse des distributions spatiales du module et du déphasage permet de définir le mode opératoire pour un échantillon inconnu (puissance de la chauffe afin de ne pas dépasser la température altérant les propriétés du matériau et fréquence d'excitation pour s'affranchir des effets de bords). De plus l'analyse du module permet de déterminer à partir de quelle puissance de chauffe en face avant, le signal sera trop atténué pour une exploitation en face arrière. Toutefois, le module de l'atténuation étant sensible à des paramètres de nuisances (échanges convectifs, puissance de la chauffe), l'identification se fait à partir de l'observation du déphasage.

B. Validation sur matériau isolant de référence

La validité de l'algorithme de minimisation est préalablement testée pour un matériau de référence : une plaque de verre recouverte d'une fine couche de peinture noire au comportement optique bien connue (de manière à maîtriser le flux incident). L'épaisseur de cette plaque est de $e = 3,85 \cdot 10^{-3}$ m. La diffusivité thermique de cet échantillon isolant isotrope est bien connue : $\alpha_{\text{verre}} = \alpha_x = \alpha_y = \alpha_z = 6 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ et les autres paramètres d'entrées sont : $h = 20 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$, $R = 3 \cdot 10^{-3} \text{ m}$, $\rho c = 2 \cdot 10^6 \text{ J} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{K}^{-1}$. Une analyse de vobulation est réalisée afin d'identifier à partir du déphasage dans l'épaisseur (selon l'axe Oz) la diffusivité du matériau.

Fréquence d'excitation	Déphasage observé	Déphasage après minimisation
0.07	149	150.8
0.08	158	161.3
0.09	172	171.1
0.1	184	180.4

La valeur de la diffusivité à l'issue du processus itératif de minimisation est de $\alpha = 5,99 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ pour une valeur initiale de l'algorithme de minimisation de $\alpha_0 = 2 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$.

C. Validation sur matériau métallique de référence

Un échantillon de titane (plaque d'épaisseur 1mm) a été étudié. Compte tenu de la nature du matériau, un balayage spatial a été réalisé pour une fréquence d'excitation de 0,1Hz. Les paramètres d'entrées de l'algorithme d'identification sont les mêmes que pour le paragraphe précédent (R, h) et $\rho c = 2,4 \cdot 10^6 \text{ J} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{K}^{-1}$.

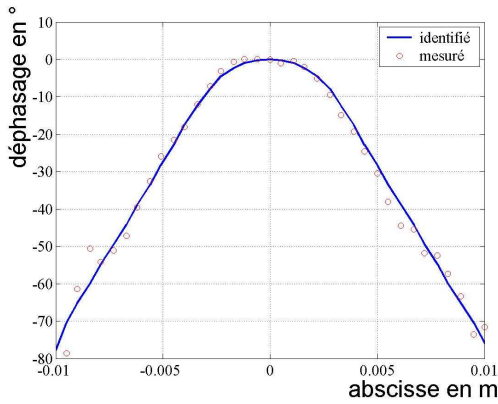


Fig. 9. Comparaison déphasage identifié & mesuré

La valeur identifié pour le titane est de $\alpha = 9,63 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ alors que l'initialisation de l'algorithme était de $\alpha_0 = 1 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ et que la valeur théorique du titane est de $\alpha_{\text{titane}} = 9 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$. L'erreur relative est de 7% ce qui reste acceptable compte tenu de la relative pureté de l'échantillon de « référence » testé.

VII. RESULTATS EXPERIMENTAUX POUR UN MATERIAU ORTHOTROPE INCONNU

Un matériau orthotrope (plaque de composite fibreux) a été étudié à l'aide du dispositif expérimental présenté au paragraphe VI.A en mettant en œuvre la méthodologie présentée aux paragraphes III, IV et V. De même que pour les matériaux de références étudiés pour la validation, l'enregistrement de 512 images (256×100 pixels), a permis d'extraire le module et le déphasage de l'onde thermique lorsque le régime établi est atteint.

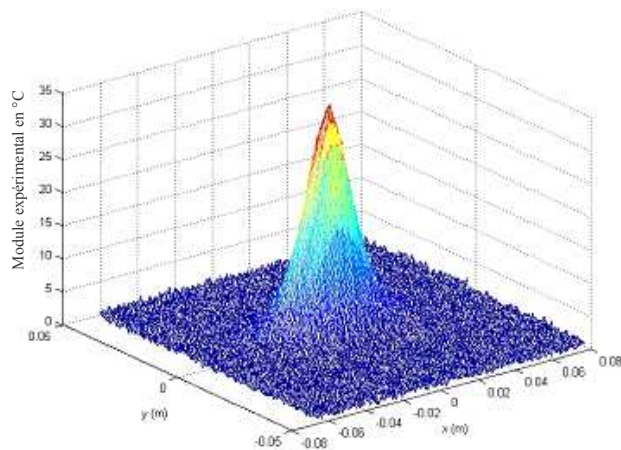


Fig. 10. Exemple de cartographie de module pour un matériau orthotrope

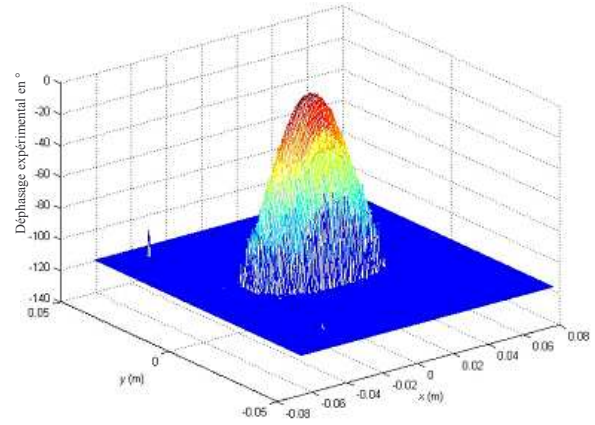


Fig. 11. Exemple de cartographie de déphasage pour un matériau orthotrope

Sur la figure 10 on montre un exemple de distribution de module obtenue à une fréquence donnée. Les ellipses sont caractéristiques d'un matériau orthotrope ($\lambda_x \neq \lambda_y$). La puissance de la source chauffante est choisie afin d'éviter les effets de bords (la résolution du problème direct supposant un matériau plan infini d'une épaisseur donnée). L'analyse des cartographies en module permet aussi de déterminer la zone correspondant à un niveau du signal trop faible sur laquelle il est inutile de chercher à obtenir des informations à partir du déphasage. On peut alors considérer les cartographies de déphasages (un exemple est donnée figure 11) afin de réaliser l'identification selon les axes Ox et Oy . Il est important de noter que la résolution spatiale de la caméra infra rouge n'est pas la même selon les axes Ox et Oy . Compte tenu de la configuration expérimentale, les dimensions d'un pixel rectangulaire sont $\Delta x \approx 0,56 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ et $\Delta y \approx 0,96 \cdot 10^{-3} \text{ m}$. Compte tenu de la meilleure résolution selon l'axe Ox , il est souhaitable de positionner l'échantillon en utilisant éventuellement les cartographies de module (voir figure 10). L'algorithme de minimisation a été modifié pour prendre en compte les tenseurs de conductivité $\vec{\lambda}$ et de diffusivité $\vec{\alpha}$. L'identification a été menée à bien en considérant les déphasages selon les axes Ox et Oy issus de la figure 11.

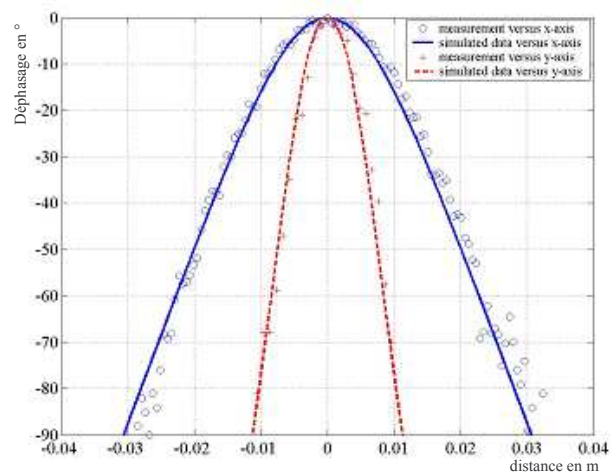


Fig. 12. Résultats de l'identification

La convergence satisfaisante de l'algorithme de minimisation peut être assurée compte tenu de la représentation de la figure

12. On obtient alors $\alpha_x \approx 10\alpha_y$ et $\alpha_z \approx \alpha_y$. Ce résultat est caractéristique d'un empilement de fibres dans une matrice de composite fibreux.

VIII. RESULTATS EXPERIMENTAUX POUR UN ECHANTILLON DE PEINTURE VIERGE

Plusieurs mesures de déphasages ont été effectuées entre 0,02 Hz et 0,09 Hz sur une plaque de peinture mince. Les résultats sont présentés sur la figure 13 pour deux campagnes expérimentales (data 1 et data 2). D'après l'observation des déphasages, l'identification est menée à bien à l'aide de l'algorithme de minimisation de Levenberg – Marquardt.

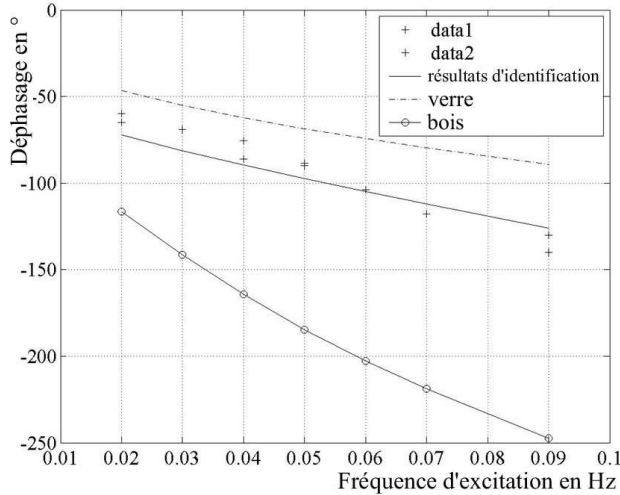


Fig. 13. Résultats de l'identification sur la peinture vierge

La diffusivité thermique du matériau vierge est identifiée :

$$a_{\text{abla}} = \frac{\lambda_{\text{abla}}}{\rho_{\text{abla}} C_{\text{abla}}} = 2,6 \cdot 10^{-7} \quad [\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}]$$

Les déphasages obtenus dans le cadre de cette identification sont exposés sur la figure 13 (ligne pleine). Une telle valeur de diffusivité thermique confirme les propriétés d'isolation thermique de la peinture ablative. La figure 12 présente également une comparaison avec les déphasages obtenus pour deux matériaux de référence :

- verre $a_{\text{verre}} = 6 \cdot 10^{-7} \quad [\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}]$
- bois $a_{\text{bois}} = 7 \cdot 10^{-8} \quad [\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}]$

Le fait que la diffusivité thermique identifiée pour la peinture soit encadrée par celles de deux matériaux isolants connus valide la pertinence de la démarche mise en œuvre.

IX. CONCLUSIONS

Dans cette communication, un modèle mathématique décrivant les évolutions de températures dans un système (substrat & peinture intumescence) a été proposé. L'identification d'un paramètre physique clé a été réalisée en effectuant une minimisation par erreur de sortie en mesurant le déphasage d'une onde thermique générée par une source de chaleur périodique. Un modèle mathématique basé sur l'équation de la chaleur et sur l'introduction de température complexe est résolu dans l'espace des fréquences. Un banc expérimental basé sur une méthode d'observation non destructive a été

développé et présenté. L'ensemble de la démarche a été validée sur plusieurs matériaux de référence (isolant et conducteur thermique). Enfin, un matériau fortement orthotrope a été expertisé. Différentes perspectives peuvent être dressées à l'issue de ce travail. Pour des systèmes non linéaires (le paramètre à identifier dépendant de la température par exemple), la résolution basée sur la transformée de Fourier peut être avantageusement remplacée par une résolution dans l'espace des fréquences mettant en œuvre la méthode des éléments finis. Ceci permettrait aussi d'étendre l'expertise à des matériaux aux géométries plus complexes (ne nécessitant pas l'hypothèse d'un milieu plan semi infini).

X. REFERENCES

- [1] Alifanov O.M., *Inverse Heat Transfer Problems*, pp. 348, Springer-Verlag, 1994.
- [2] Gurevich, Y.G., G.N. Logvinov, G .G. de la Cruz, G.E. Lopez, Physics of thermal waves in homogeneous and inhomogeneous (two-layer) samples, *International Journal of thermal sciences*, **42**, 63-69, 2003.
- [3] Isakov V., *Inverse Problems for Partial Differential Equations*, pp. 284, Springer-Verlag, 1998.
- [4] Laraqi N., *Etude du comportement thermique d'un polymère en cours de dégradation*, Thèse de doctorat de l'Université Pierre et Marie Curie, Paris VI, septembre 1987.
- [5] Martinet J., *Eléments de thermocinétique*, ed. Lavoisier Tec&Doc, pp. 306, 1989.
- [6] Muscio, A., P.G. Bison, S. Marinetti and E. Grinzato, *Thermal diffusivity measurement in slabs using harmonic and one-dimensional propagation of thermal waves*, *International Journal of thermal sciences*, **43**, 453-463, 2004.
- [7] Schwartz L., *Méthodes mathématiques pour les scientifiques*, ed. Hermann, Paris, pp. 392, 1987.
- [8] Walter E., Pronzato L., *Identification of parametric models from experimental data*, Springer-Verlag, Berlin, Germany, 1997.