Nouvelle méthode d'interprétation des thermogrammes pour la détermination de la diffusivité thermique par la méthode impulsionnelle (méthode “ flash ”)

D.L. Balageas

► To cite this version:

D.L. Balageas. Nouvelle méthode d'interprétation des thermogrammes pour la détermination de la diffusivité thermique par la méthode impulsionnelle (méthode “ flash ”). *Revue de Physique Appliquée*, 1982, 17 (4), pp.227-237. 10.1051/rphysap:01982001704022700 . jpa-00244992

HAL Id: jpa-00244992

<https://hal.science/jpa-00244992>

Submitted on 1 Jan 1982

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Classification
Physics Abstracts
44.10 — 65.90

Nouvelle méthode d'interprétation des thermogrammes pour la détermination de la diffusivité thermique par la méthode impulsionnelle (méthode « flash ») (*)

D. L. Balageas

Ingénieur, Chef de la Division de Thermophysique

Office National d'Etudes et de Recherches Aéronautiques, 29, avenue de la Division-Leclerc,
92320 Châtillon s/s Bagneux, France

(Reçu le 4 septembre 1981, accepté le 5 novembre 1981)

Résumé. — Dans la mesure de la diffusivité thermique par la méthode « flash », les pertes thermiques perturbent le thermogramme de la face arrière de l'échantillon. Ces pertes ayant lieu nécessairement après le dépôt d'énergie, la température est d'autant moins perturbée que le temps est proche du temps origine qui est l'instant de l'impulsion. En conséquence, on propose d'effectuer l'identification de la diffusivité par extrapolation pour ce temps origine de la loi de diffusivité apparente obtenue en appliquant au thermogramme l'algorithme d'identification strictement applicable à l'échantillon adiabatique. On montre que le tout début de la montée en température peut être utilisé avec une précision suffisante pour la détermination de la diffusivité, et que la température finale adiabatique peut être évaluée à partir de la montée en température effective sans qu'il soit nécessaire de faire des hypothèses sur les pertes thermiques. Dans ces conditions la méthode proposée est applicable. Pour l'extrapolation, l'évolution de la diffusivité apparente est approchée pratiquement par une régression parabolique aux moindres carrés, chaque point étant pondéré proportionnellement à l'observabilité de la diffusivité qui peut lui être attachée. Après une évaluation théorique de sa précision, la méthode est appliquée à des données expérimentales et ses résultats comparés à ceux obtenus par d'autres méthodes.

Abstract. — In flash thermal diffusivity measurements, sample heat losses distort the rear surface temperature-time history. These thermal losses occurring necessarily after the flash energy deposition, the temperature is all the less perturbed as time is nearer the origin. Consequently, the diffusivity identification by extrapolating towards the initial time the apparent diffusivity-versus-time history, is proposed. It is first demonstrated that the beginning of the temperature rise may be used very soon with sufficient precision for diffusivity determination, and that the adiabatic final temperature may be evaluated from the temperature rise curve without any restrictive assumption concerning the losses. In these conditions, the proposed method is applicable. Practically, for extrapolation, the apparent diffusivity evolution is approximated using least mean squares parabolic regression, every point being weighted proportionally to the corresponding diffusivity observability. After a theoretical evaluation of its precision, the method is applied to experimental data and compared to other methods.

La détermination expérimentale de la diffusivité thermique est généralement réalisée par la méthode impulsionnelle, appelée couramment « méthode flash ». Elle fut proposée pour la première fois par Parker [1].

Dans son principe l'expérience est très simple : la face avant d'un échantillon plan est soumise à une impulsion de flux radiatif dont la durée doit

être faible devant le temps caractéristique de la mesure. Celle-ci porte sur la température de la face arrière. Dans le cas idéal où la durée de l'impulsion peut être considérée comme négligeable, la distribution de flux homogène sur la face avant, et les pertes thermiques négligeables, cette température est fonction du seul nombre de Fourier relatif à l'épaisseur de l'échantillon $Fo_L = a \cdot t / L^2$ (courbe 1 de la figure 1) :

$$\frac{T(L, t)}{T_{\text{lim}}} = \mathcal{F}(Fo_L) = 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp(-n^2 \pi^2 Fo_L). \quad (1)$$

(*) Ce travail a fait l'objet d'une communication au VIII^e Symposium sur les Propriétés Thermophysiques, tenu à Gaithersburg (Maryland) en juin 1981, et organisé par l'ASME.

En particulier cette température atteint la valeur moitié de la température asymptotique finale T_{lim} pour une valeur approchée du nombre de Fourier égale à 0,139. Si donc on mesure le temps de demi-montée en température $t_{1/2}$, on en déduit aisément la diffusivité thermique de l'échantillon :

$$a = 0,139 L^2 / t_{1/2}.$$

Fig. 1. — Evolution de la température de la face arrière. Courbe 1 : échantillon adiabatique, courbe 2 : échantillon avec pertes thermiques.

[Rear face temperature evolution : 1 adiabatic sample, 2 sample with heat losses.]

Depuis que la méthode a été présentée sous cette forme, de nombreuses analyses mathématiques plus élaborées ont été proposées pour prendre en compte l'existence quasi inévitable des pertes thermiques de l'échantillon [2-9]. En effet, s'il est facile grâce au choix d'un laser bien adapté, d'éviter les erreurs dues à la durée et à la distribution de l'impulsion, dans la pratique il est impossible d'éliminer l'existence de pertes thermiques, surtout lorsque l'échantillon est porté à une température moyenne élevée. Dans ce cas, la température de la face arrière passe par un maximum θ_{max} , puis décroît pour tendre vers sa valeur initiale (courbe 2 de la figure 1). L'ensemble des méthodes proposées pour identifier la diffusivité à partir de thermogrammes du type de la courbe 2 n'utilise qu'un nombre limité de points ou qu'une portion de ces thermogrammes, attribuant à chaque point un poids égal. Par ailleurs, la majorité des méthodes repose sur certaines hypothèses restrictives quant à la nature et l'étendue des pertes thermiques.

La méthode proposée ici réalise un progrès notable et tend à présenter un traitement optimal du thermogramme. Elle ne nécessite en effet aucune hypothèse quant à la nature et l'étendue des pertes thermiques, et ne privilégie pas arbitrairement certains points du thermogramme mais leur donne d'autant plus de poids qu'ils sont plus sûrs.

1. Détermination de la diffusivité dans le cas idéal de l'échantillon sans perte. — Dans le cas idéal de l'échan-

tilon sans perte il y a identité entre la loi théorique (1) et le thermogramme expérimental θ/θ_{lim} :

$$\frac{T(L, t)}{T_{lim}} = \mathcal{F}\left(\frac{at}{L^2}\right) = \frac{\theta}{\theta_{lim}} = \bar{\theta}(t)$$

d'où l'expression de la diffusivité :

$$a = \frac{L^2}{t} \mathcal{F}^{-1}(\bar{\theta}) \quad (2)$$

$\mathcal{F}^{-1}$ étant la fonction inverse de la fonction définie par la série (1). Cette fonction $\mathcal{F}^{-1}(u)$ n'a pas d'expression analytique. Dans la pratique elle peut être obtenue par interpolation dans une table numérique $[u, \mathcal{F}(u)]$, ou par l'utilisation d'une expression approchée, un polynôme par exemple.

En particulier, lorsque $\bar{\theta} = 0,5$, on a :

$$a = \frac{L^2}{t_{1/2}} \mathcal{F}^{-1}(0,5) \simeq 0,139 \frac{L^2}{t_{1/2}}.$$

C'est la méthode de Parker qui consiste à effectuer l'identification pour le seul point correspondant au temps de demi-montée, $t_{1/2}$. Cependant, à chaque valeur du temps on peut faire correspondre une valeur de diffusivité $a(t)$. Dans le cas idéal de l'échantillon sans perte et d'une mesure exempte d'erreur, la fonction $a(t)$ ainsi définie doit se réduire à une valeur constante qui est la diffusivité de l'échantillon a_s : $a(t) = a_s$.

En réalité, la mesure est toujours entachée d'erreurs, et l'on peut seulement écrire : $a(t) \simeq a_s$. Une approche simple peut consister à identifier la diffusivité de l'échantillon à la valeur moyenne de la fonction $a(t)$ sur l'intervalle de temps correspondant à la mesure :

$$a_s \simeq \frac{1}{t_2 - t_1} \int_{t_1}^{t_2} a(t) dt \simeq \frac{L^2}{N} \sum_{i=1}^N \frac{\mathcal{F}^{-1}(\bar{\theta}_i)}{t_i}$$

soit encore en attribuant des poids différents aux points expérimentaux :

$$a_s \simeq \frac{\sum_{i=1}^N \bar{\omega}_i a(t_i)}{\sum_{i=1}^N \bar{\omega}_i} = \frac{L^2 \sum_{i=1}^N \mathcal{F}^{-1}(\bar{\theta}_i) \cdot \bar{\omega}_i \cdot t_i^{-1}}{\sum_{i=1}^N \bar{\omega}_i}$$

2. Cas de l'échantillon ayant des pertes. — Dans le cas de l'échantillon avec pertes, le thermogramme a l'allure de la courbe 2 de la figure 1. La température maximale atteinte θ_{max} peut être notablement inférieure à la température limite de l'échantillon adiabatique T_{lim} .

Considérons l'échantillon avec pertes dans le cas le plus général. C'est un cylindre de rayon R , d'épaisseur L , soumis sur sa face avant $z = 0$ à l'instant initial à un flux impulsionnel. L'état thermique initial est l'isothermie (température nulle). Des pertes thermiques existent sur toutes les faces. Compte tenu

du fait que l'on opère toujours de façon à ce que les élévations de température restent faibles, on peut admettre que les pertes thermiques sont proportionnelles à la température locale et caractérisées par les nombres de Biot suivants :

— face avant, $z = 0$: $Bi_0 = h_0 L/k$,

— face arrière, $z = L$: $Bi_L = h_L L/k$,

— face latérale, $r = R$: $Bi_R = h_R R/k$.

Dans ces conditions et en utilisant les variables réduites $\bar{z} = z/L$, $\bar{r} = r/R$ et $Fo_L = at/L^2$, l'expression analytique la plus générale de la température de l'échantillon est la suivante, d'après [9] :

$$T(\bar{r}, \bar{z}, Fo_L) = \sum_n \sum_p A_{np} \left(\cos U_n + Bi_0 \frac{\sin U_n}{U_n} \right) \bar{z} J_0(\omega_p \bar{r}) \exp \left[-Fo_L \left(U_n^2 + \omega_p^2 \frac{L^2}{R^2} \right) \right] \quad (3)$$

avec :

$$A_{np} = \frac{4 Q / \rho C L}{\left(1 + \cos U_n \frac{\sin U_n}{U_n} \right) + 2 \left(\frac{\sin U_n}{U_n} \right)^2 Bi_0 + \left(1 - \cos U_n \frac{\sin U_n}{U_n} \right) \frac{1}{U_n^2} Bi_0^2} \times \frac{J_1(\omega_p) / \omega_p}{J_0^2(\omega_p) + J_1^2(\omega_p)} \quad (4)$$

U_n étant solution de l'équation transcendante :

$$\operatorname{tg} U = \frac{U(Bi_0 + Bi_L)}{U^2 - Bi_0 \cdot Bi_L} \quad (5)$$

et ω_p solution de :

$$\omega \cdot J_1(\omega) = J_0(\omega) \cdot Bi_R. \quad (6)$$

Un tel modèle permet en particulier d'étudier le thermogramme du centre de la face arrière de l'échantillon non adiabatique. A titre d'illustration on donne sur la figure 2 les thermogrammes correspondant aux cas suivants :

- échantillon adiabatique : $Bi_0 = Bi_L = Bi_R = 0$,
- échantillon avec pertes sur la face avant uniquement (ou sur la face arrière uniquement, ce qui revient au même) : $Bi_0 = 1$, $Bi_L = Bi_R = 0$,
- échantillon avec pertes sur la face latérale seule : $Bi_0 = Bi_L = 0$, $Bi_R = R/L$,

Fig. 2. — Thermogrammes comparés du centre de la face arrière d'un échantillon adiabatique et de divers échantillons ayant des pertes caractérisées par des nombres de Biot unitaires.

[Compared rear face center temperature evolution of adiabatic sample and sample with various heat losses.]

— échantillon avec pertes sur l'ensemble des faces : $Bi_0 = Bi_L = 1$, $Bi_R = R/L$.

L'application de l'algorithme d'identification (2) à de tels thermogrammes conduit à des lois de diffusivité apparente telles que celles présentées sur la figure 3.

Fig. 3. — Evolution des lois de diffusivité apparente dans le cas d'un échantillon ayant des pertes frontales pour des valeurs estimées de la température limite croissantes à partir de la température maximale $\theta_{\max}$.

[Apparent diffusivity evolution for a sample with heat losses on its front face. Influence of the estimated final adiabatic temperature $\theta_{\lim}$.]

Celles-ci ont été obtenues en exploitant le thermogramme d'un échantillon ayant des pertes sur sa face avant ($Bi_0 = 1$), calculé à l'aide des formules (3), (4), (5) et (6). La température de la face arrière a été normée par diverses estimations $\theta_{\lim}$ de la température limite qui aurait été celle de l'échantillon s'il avait été adiabatique, $T_{\lim}$. La courbe 1 correspond à une température limite estimée proche de la température maximale $\theta_{\max}$, la courbe 5 à une valeur estimée égale à la véritable valeur de la température limite adiabatique. On notera essentiellement les 2 faits suivants :

i) toutes les courbes partent à l'origine de la bonne valeur de la diffusivité,

ii) dans le cas où la température limite est correctement estimée, la tangente à l'origine est parallèle à l'axe des temps, et la loi de diffusivité apparente monotone décroissante.

3. Identification de la diffusivité dans le cas d'un échantillon ayant des pertes. — 3.1 PRINCIPE DE LA MÉTHODE. — A partir, d'une part d'une réflexion sur les phénomènes physiques mis en jeu, d'autre part d'un examen des résultats de simulation numérique qui viennent d'être présentés, le principe d'une méthode d'identification de la diffusivité, applicable au thermogramme d'un échantillon ayant des pertes, peut être dégagé.

Il faut retenir essentiellement que les pertes thermiques se produisent toujours nécessairement après l'impulsion qui est la cause initiale de tous les transferts thermiques. De ce fait, le thermogramme de la face arrière de l'échantillon doit être d'autant moins perturbé que l'on se rapproche de l'origine des temps, c'est-à-dire du moment de l'impulsion. Il faut profiter de ce décalage dans le temps existant entre le phénomène intéressant et le phénomène perturbateur, et donc identifier la diffusivité le plus précocement possible, pratiquement en extrapolant pour $t = 0$ la loi de diffusivité apparente. Ce raisonnement est confirmé par l'allure des lois de diffusivité apparente obtenues par simulation (Fig. 3) : pour t tendant vers zéro, la diffusivité apparente tend vers la véritable valeur de la diffusivité, bien que l'identification ait été réalisée avec l'algorithme (2) reposant sur le modèle de l'échantillon adiabatique. Cette insensibilité de la diffusivité apparente aux perturbations, pendant les tout premiers instants, a déjà été constatée par R. E. Taylor [10], dans le cas où le phénomène perturbateur n'est pas l'existence de pertes thermiques, mais un éclaircissement volontairement non uniforme de l'échantillon, ou un apport d'énergie parasite par le support de l'échantillon lui-même illuminé par la source. Ceci avait conduit R. E. Taylor à préconiser de n'utiliser que la partie croissante du thermogramme afin de séparer les effets parasites de ces artefacts des effets éventuellement dus aux pertes thermiques [7]. Ce qui est proposé ici va plus loin en ce sens. Il apparaît en effet souhaitable d'opérer encore plus précocement de façon à séparer les effets des pertes thermiques du phénomène idéal de diffusion monodimensionnelle qui peut alors être identifié directement et dans de bonnes conditions. Bien entendu, on suppose ici que les artefacts liés à une durée d'impulsion trop longue ou à une mauvaise illumination de l'échantillon sont éliminés par des mesures technologiques et qu'il n'est pas nécessaire d'en tenir compte au niveau de l'interprétation du thermogramme. Dans ces conditions, l'extrapolation est possible, car il n'y a qu'un seul mécanisme qui soit cause de la divergence entre le phénomène réel et la modélisation idéale.

L'application de ce principe n'est cependant possible que si les 2 conditions suivantes sont réalisées :

i) il faut que la diffusivité identifiée par l'algorithme (2) garde un sens lorsque le temps tend vers zéro, bien que la température de la face arrière tende corrélativement vers zéro et que sa détermination expérimentale soit de moins en moins précise ;

ii) il est nécessaire d'estimer la température limite adiabatique qui aurait été celle de l'échantillon s'il avait été adiabatique. Or celle-ci n'est pas une donnée immédiate de l'expérience. Cette température limite permet en effet de rendre adimensionnelle la température instationnaire $\theta(t)$: $\bar{\theta}(t) = \theta(t)/\theta_{lim}$. La température réduite $\bar{\theta}$ ainsi obtenue est utilisée pour l'identification à l'aide de (2).

Il va être montré à la suite que ces 2 conditions sont remplies et que l'on peut donc appliquer la méthode proposée.

3.2 ETUDE DE LA PRÉCISION INTRINSÈQUE DE L'ALGORITHME D'IDENTIFICATION. — La mesure porte sur 3 grandeurs physiques : l'épaisseur de l'échantillon, la température de sa face arrière et le temps auquel se fait la mesure de la température. Il est évident que la précision sur la mesure du temps pourra avec les appareils modernes, être très grande, pour peu que la durée de l'impulsion reste courte devant ce temps. De même, sauf cas particulier, on peut estimer que l'erreur sur l'épaisseur sera négligeable. L'imprécision sur la température réduite, par contre, est prépondérante. Elle est la résultante des erreurs sur la température instationnaire $\theta(t)$ et sur la température limite θ_{lim} :

$$\left| \frac{\Delta \bar{\theta}}{\bar{\theta}} \right| \leq \left| \frac{\Delta \theta(t)}{\theta(t)} \right| + \left| \frac{\Delta \theta_{lim}}{\theta_{lim}} \right|.$$

L'imprécision relative sur la diffusivité $\Delta a/a$, due à une erreur relative sur la température réduite $\Delta \bar{\theta}/\bar{\theta}$ est étudiée en utilisant l'algorithme d'identification (2), la loi expérimentale $\bar{\theta}(t)$ étant remplacée par la loi théorique (1) entachée d'une erreur relative constante. Les lois de diffusivité apparente $a(t)$ ainsi obtenues, correspondant à diverses valeurs de l'erreur $\Delta \bar{\theta}/\bar{\theta}$, sont présentées sur la figure 4. Les constatations suivantes peuvent être faites :

— l'erreur relative sur la diffusivité est de même signe que celle sur la température réduite ;

— la diffusivité est d'autant moins sensible à l'erreur relative sur la température réduite que le moment de la mesure se rapproche de l'instant initial ;

— pour des temps égaux à plusieurs fois le temps de demi-montée $t_{1/2}$ la sensibilité de la mesure aux erreurs sur la température devient intolérable.

L'ensemble des courbes de la figure 4 permet de calculer la sensibilité de la mesure aux erreurs relatives sur la température réduite : $\sigma_a = (\Delta a/a)/(\Delta \bar{\theta}/\bar{\theta})$ (Fig. 5). Cette grandeur part d'une valeur nulle pour des valeurs du temps proches de zéro, puis croît d'une façon monotone au fur et à mesure que le temps passe. Pour $t = t_{1/2}$ (méthode de Parker), on relève la valeur

Fig. 4. — Lois de diffusivité apparente $a(t)$ obtenues pour différentes erreurs systématiques sur la température réduite de la face arrière $\Delta\bar{\theta}/\bar{\theta}$.

[Apparent diffusivity evolutions obtained for various rear face temperature errors $\Delta\bar{\theta}/\bar{\theta}$.]

Fig. 5. — Evolution au cours du temps de la sensibilité de la mesure de diffusivité aux erreurs relatives sur la température de la face arrière. En trait pointillé, loi moyenne adoptée : $\sigma_a \approx 0,5 \bar{t} + 0,3 \bar{t}^2$.

[Time evolution of the sensibility of diffusivity determination to rear face temperature relative error. Dotted line indicates the mean law $\sigma_a \approx 0,5 \bar{t} + 0,3 \bar{t}^2$.]

$\sigma_a \approx 0,8$. Pour des temps inférieurs à 1,5 fois $t_{1/2}$ on peut approcher la sensibilité σ_a par l'expression suivante :

$$\sigma_a \approx 0,5 \bar{t} + 0,3 \bar{t}^2$$

avec :

$$\bar{t} = t/t_{1/2}.$$

Dans la pratique c'est l'erreur absolue sur la température qui peut être considérée comme constante. Cette

erreur absolue est le bruit de la mesure. Elle dépend de la gamme de température qu'il est nécessaire de prendre. Cette gamme est choisie en fonction de la valeur maximale atteinte *a priori*, θ_{lim} . Soit $\delta\theta$ cette erreur absolue supposée positive. Evaluons l'erreur relative $\Delta\bar{\theta}/\bar{\theta}$ dans cette hypothèse. Compte tenu du fait que l'on a retenu l'hypothèse que seule l'erreur sur la température était notable, on peut écrire :

$$T - \delta\theta \leq \theta \leq T + \delta\theta$$

$$T_{\text{lim}} - \delta\theta \leq \theta_{\text{lim}} \leq T_{\text{lim}} + \delta\theta$$

et :

$$\begin{aligned} \left| \frac{\Delta\bar{\theta}}{\bar{\theta}} \right| &\leq \left| \frac{\Delta\theta}{\theta} \right| + \left| \frac{\Delta\theta_{\text{lim}}}{\theta_{\text{lim}}} \right| = \\ &= \frac{\delta\theta}{T} + \frac{\delta\theta}{T_{\text{lim}}} = \frac{\delta\theta}{T_{\text{lim}}} \left(1 + \frac{1}{\mathcal{F}} \right). \end{aligned}$$

D'où l'expression de l'erreur relative sur la diffusivité :

$$\left| \frac{\Delta a}{a} \right| = \sigma_a \left| \frac{\Delta\bar{\theta}}{\bar{\theta}} \right| \leq \sigma_a \left(1 + \frac{1}{\mathcal{F}} \right) \delta\bar{\theta}$$

en posant :

$$\delta\bar{\theta} = \frac{\delta\theta}{T_{\text{lim}}} \approx \frac{\delta\theta}{\theta_{\text{lim}}}.$$

Comme par ailleurs on a vu que le coefficient de sensibilité σ_a pouvait s'exprimer simplement en fonction du temps réduit $\bar{t}$, pour $\bar{t} \leq 1,5$, on peut écrire :

$$\left| \frac{\Delta a}{a} \right| \leq (0,5 \bar{t} + 0,3 \bar{t}^2) \cdot \left(1 + \frac{1}{\mathcal{F}(\bar{t})} \right) \delta\bar{\theta}. \quad (7)$$

L'évolution du rapport $\left| \frac{\Delta a}{a} \right|_{\text{max}} / \delta\bar{\theta}$ est donnée en fonction du temps réduit sur la figure 6. On notera essentiellement :

— que le minimum de la fonction $\left| \frac{\Delta a}{a} \right|_{\text{max}} / \delta\bar{\theta}$ vaut 2,246 et qu'il est obtenu pour une valeur $t_{\text{opt}} = 0,78$, inférieure à la valeur $t = 1$ choisie par Parker et adoptée par la majorité des expérimentateurs ;

— que l'erreur $\left| \frac{\Delta a}{a} \right|$ reste relativement constante pour une importante plage de variation de la température réduite. Ainsi pour $\bar{T}$ allant de près de 0,05 à plus de 0,8 $\left| \frac{\Delta a}{a} \right|$ reste inférieure à 2 fois sa valeur minimale ;

— que le début du thermogramme est exploitable, car même si à ce moment la précision relative sur la température réduite est faible, la précision sur la diffusivité reste acceptable. Ainsi, en admettant un bruit de mesure $\delta\bar{\theta} = 0,002$, ce qui entraîne une erreur relative $\Delta\bar{\theta}/\bar{\theta}$ égale à 15 % au temps réduit $\bar{t} = 0,3$ — avec $\bar{T}(\bar{t} = 0,3) = 0,0138$ —, la précision relative sur la diffusivité peut être estimée meilleure que 2 %, ce qui est encore satisfaisant. Donc, contrairement aux

Fig. 6. — Evolution, en fonction du temps et de la température réduits, de la sensibilité de la mesure de diffusivité à une erreur absolue constante sur la température de la face arrière.

[Diffusivity determination sensitivity to normalized temperature absolute error *versus* normalized time and temperature.]

idées généralement admises, il est raisonnable d'utiliser la partie initiale du thermogramme, pratiquement dès que la température réduite est supérieure à 0,01.

3.3 ESTIMATION DE LA TEMPÉRATURE LIMITE ADIABATIQUE. — Des nombreuses simulations numériques réalisées à l'aide du modèle analytique — équations (3) à (6) —, il appert qu'il existe une relation entre le rapport du temps du maximum au temps de demimontée à ce maximum, $t_{\max}/t_{1/2}$, et le rapport de la température limite adiabatique à la température maximale, $T_{\lim}/\theta_{\max}$. Cette corrélation, bien vérifiée sur une très large plage de variation des nombres de Biot Bi_0 , Bi_L et Bi_R , est présentée sur la figure 7. La géométrie de l'échantillon, par l'intermédiaire du rapport R/L , a une petite influence qui peut être négligée en considérant une corrélation moyenne passant à travers le nuage de points de la figure 7. Ces points correspondent à des valeurs de R/L allant de 1 à l'infini. Certains, les plus nombreux, correspondent à des pertes uniformes sur l'ensemble de l'échantillon ($h_0 = h_R = h_L$), d'autres à des valeurs indépendantes des coefficients de transfert.

La corrélation simple suivante est proposée pour prendre en compte l'ensemble des points :

$$\text{Log}_{10} [\text{Log}_{10}(T_{\lim}/\theta_{\max})] = -\frac{2}{3}(t_{\max}/t_{1/2}) + 1,13. \quad (8)$$

La relation (8) permet, connaissant expérimentalement le rapport $t_{\max}/t_{1/2}$, d'estimer le rapport de la température limite adiabatique à la température maximale, $T_{\lim}/\theta_{\max}$, et ceci avec une précision toujours meilleure que 15 % pour la plage de variation considérée du rapport $t_{\max}/t_{1/2}$. Comme on le verra

Fig. 7. — Thermogramme du centre de la face arrière d'un échantillon avec pertes : relation entre $t_{\max}/t_{1/2}$ et $T_{\lim}/\theta_{\max}$. Symboles vides : $h_0 = h_L = h_R$. Symboles pleins : $h_0 \neq h_L \neq h_R$.

[Rear face centre temperature evolution of sample with heat losses : relation between $t_{\max}/t_{1/2}$ and $T_{\lim}/\theta_{\max}$. Clear symbols : $h_0 = h_L = h_R$. Plain symbols : $h_0 \neq h_L \neq h_R$.]

plus loin la précision de cette estimation est suffisante.

Le rapport $T_{\lim}/\theta_{\max}$ étant ainsi déterminé, la température réduite $\bar{\theta}(t)$ peut alors être calculée afin de permettre l'identification de la diffusivité à l'aide de l'algorithme (2) :

$$\bar{\theta}(t) = \frac{\theta(t)}{T_{\lim}} = \frac{\theta(t)/\theta_{\max}}{T_{\lim}/\theta_{\max}}.$$

On notera que l'obtention de cette température réduite ne nécessite pas la connaissance de la valeur absolue des températures.

3.4 RÉALISATION PRATIQUE DE L'IDENTIFICATION. — On vient donc de montrer successivement que la diffusivité identifiée à l'aide de l'algorithme (2) conservait un sens lorsqu'on se rapproche de l'origine des temps, tout au moins tant que la température réduite reste supérieure au centième, et qu'on pouvait par ailleurs estimer la température limite adiabatique à partir du thermogramme expérimental, et cela avec une précision de quelques pour-cent. Les conditions sont donc réunies pour que la méthode d'identification proposée soit applicable.

Les valeurs de $T_{\lim}/\theta_{\max}$ étant estimées à l'aide de la corrélation (8) et la température $\theta(t)$ correctement

normée, on va se servir de l'algorithme (2), strictement applicable à l'échantillon adiabatique, pour interpréter le thermogramme de l'échantillon avec pertes. La valeur extrapolée pour l'origine des temps de la diffusivité apparente pourra être assimilée à la diffusivité vraie a_s de l'échantillon, puisque l'influence des pertes doit être quasi inexistante à cet instant.

D'un point de vue pratique on approchera au mieux, au sens des moindres carrés, le début de la loi $a(t)$ par un polynôme en puissances du temps, à dérivée première à l'origine nulle :

$$a(t) \equiv \alpha_0 + \alpha_2 t^2 + \dots$$

Cette régression polynomiale sera effectuée en donnant à chaque point $a(t_i)$ de la loi de diffusivité apparente, un poids $\bar{\omega}_i$ proportionnel à sa précision. Celle-ci sera estimée à partir de la loi de la figure 6 :

$$\bar{\omega}_i \approx \frac{1}{\left| \frac{\Delta a}{a} \right|_{\max} / \delta \bar{\theta}} = \frac{1}{(0,5 \bar{t}_i + 0,3 \bar{t}_i^2) \left(1 + \frac{1}{F(\bar{t}_i)} \right)} \quad (9)$$

Dans cette expression les temps réduits $\bar{t}_i$ seront estimés à l'aide du temps de demi-montée expérimental : $t_{1/2} = t(\theta = \theta_{\max}/2)$. Dans la pratique, seule la régression parabolique a été utilisée.

Sur la figure 8 est présentée la configuration relative de la loi $a(t)$ et de la parabole $\alpha_0 + \alpha_2 t^2$ l'approchant au mieux, chaque point ayant été pondéré suivant la formule (9). La régression polynomiale a été effectuée sur les points $a(t_i)$ tels que $\theta(t_i)/\theta_{\max} \leq 0,4$. Les 2 courbes sont présentées successivement pour une valeur $\theta_{\lim}$ égale à 0,95 fois la limite adiabatique $T_{\lim}$, pour la valeur exacte, et enfin pour une valeur égale à 1,05 fois cette valeur exacte. Dans le cas où la température limite adiabatique est correctement estimée, le terme constant de la parabole est égal à la valeur vraie de la diffusivité, avec une erreur de 4 ‰. On notera par ailleurs qu'une erreur de 5 % sur la limite adiabatique estimée conduit à des erreurs sur la diffusivité relativement faibles : moins de 0,7 % pour une erreur de - 5 % sur $T_{\lim}$ et moins de 1,4 % pour une erreur de + 5 ‰. Il est donc clair que la diffusivité ainsi déterminée est peu sensible aux incertitudes sur l'estimation de la température finale adiabatique et que la détermination de cette dernière par la corrélation (8) est suffisamment précise. Cette faible sensibilité du résultat final à l'imprécision sur la valeur estimée de la température finale adiabatique apparaît plus clairement sur la figure 9 où est présentée l'évolution du rapport α_0/a_s en fonction du rapport $\theta_{\lim}/T_{\lim}$. Ces résultats ont été obtenus dans le cas où $Bi_0 = 1$ et Bi_L et Bi_R étaient nuls. On retiendra de cette figure que pratiquement :

$$\left| \frac{\Delta a}{a} \right| \leq 0,25 \left| \frac{\Delta \theta_{\lim}}{\theta_{\lim}} \right|$$

La précision intrinsèque de la méthode d'identification proposée, c'est-à-dire l'utilisation de l'algo-

Fig. 8. — Configurations relatives de la loi de diffusivité apparente $a(t)$ et de la parabole $\alpha_0 + \alpha_2 t^2$ pour diverses valeurs de la température limite estimée $\theta_{\lim}$. Régression polynomiale effectuée à partir des points tels que $\theta/\theta_{\max} \leq 0,4$. Résultats de simulation dans le cas où $Bi_0 = 1$, $Bi_L = 0$ et $Bi_R = 0$.

[Apparent diffusivity $a(t)$ and parabola $\alpha_0 + \alpha_2 t^2$ relative configuration for various values of estimated final adiabatic temperature $\theta_{\lim}$. The polynomial regression is performed for points corresponding to $\theta/\theta_{\max} \leq \theta_{\text{regr}} = 0.4$ (simulation results for $Bi_0 = 1$, $Bi_L = 0$ and $Bi_R = 0$).]

Fig. 9. — Sensibilité de l'identification de la diffusivité à une erreur sur la température limite (résultats de simulation pour $Bi_0 = 1$, $Bi_L = 0$ et $Bi_R = 0$).

[Sensitivity of identified diffusivity α_0 to estimated final adiabatic temperature error (simulation results for $Bi_0 = 1$, $Bi_L = 0$ and $Bi_R = 0$).]

ritme (2), de la corrélation (8) et de l'extrapolation avec la pondération (9), a été étudiée en simulation dans le cas où $h_0 = h_L = h_R$, pour diverses valeurs du rapport R/L et pour diverses valeurs du coefficient de

transfert h . La précision relative obtenue sur la diffusivité est présentée sur la figure 10, en fonction du rapport $t_{\max}/t_{1/2}$, pour $R/L = 1, 2$ et 5 . On note que l'utilisation de la corrélation (8), qui ne permet pas d'estimer la température limite avec une grande précision, conduit cependant à des erreurs sur la diffusivité inférieures à 2 %. Cette précision très satisfaisante est obtenue pour un domaine expérimental étendu et réaliste caractérisé par : $1 \leq R/L \leq 5$ et $t_{\max}/t_{1/2} > 2$.

Fig. 10. — Précision intrinsèque de la méthode d'identification de la diffusivité d'un échantillon avec pertes. Résultats de simulation pour $Bi_0 = Bi_L = Bi_R \frac{L}{R} = 1$.

[Intrinsic precision of the diffusivity identification method for sample with heat losses. Simulation results for uniform heat losses ($h_0 = h_L = h_R$).]

Ces résultats ont été obtenus en effectuant la régression polynomiale sur les points $a(t_i)$ tels que $\theta(t_i)/\theta_{\max} \leq \bar{\theta}_{\text{regr}} = 0,4$. Cette valeur limite ayant été choisie arbitrairement, on a vérifié que ce choix avait une influence réduite sur la précision du résultat final. Ceci apparaît sur la figure 11 où ont été reprises les configurations conduisant aux erreurs $\Delta a/a$ les plus importantes de la figure 10 : $R/L = 2$ et 5 . L'erreur sur la diffusivité est une fonction légèrement croissante de $\bar{\theta}_{\text{regr}}$, sans que le choix de ce paramètre soit crucial, ce qui laisse une grande latitude à l'expérimentateur. Celui-ci pourra effectuer le choix de $\bar{\theta}_{\text{regr}}$ en fonction des conditions expérimentales, en particulier la fréquence d'échantillonnage et le bruit de fond.

3.5 APPLICATION PRATIQUE DE LA MÉTHODE. — La présente méthode a été utilisée pour interpréter des thermogrammes expérimentaux obtenus sur divers matériaux à l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon. Les résultats ont été comparés à ceux obtenus par la méthode de Degiovani [9], ainsi qu'aux diffusivités calculées par la méthode de Parker supposant l'échantillon adiabatique. L'appareillage, les moyens de mesure et d'enregistrement sont décrits en détail dans la référence [9].

A titre d'illustration on donne ici les résultats corres-

Fig. 11. — Sensibilité de la méthode au choix du paramètre $\bar{\theta}_{\text{regr}}$. Résultats de simulation pour

$$Bi_0 = Bi_L = Bi_R \frac{R}{L} = 1,$$

avec $R/L = 2$ (∇) et 5 (Δ).

[Sensitivity of the method to the choice of the parameter θ_{regr} . Simulation results for $Bi_0 = Bi_L = \frac{L}{R} Bi_R = 1$, with $R/L = 2$ (∇) and 5 (Δ).]

Fig. 12. — Thermogrammes obtenus à l'INSA et exploités par la présente méthode. Courbes 1 et 2 : plâtre, courbe 3 : craie chargée.

[Experimental curves obtained at the INSA and exploited by the present method. Curve 1 and curve 2 : plaster; curve 3 : chalk.]

pondant à 3 thermogrammes pour lesquels les pertes thermiques sont importantes. Ils ont été obtenus avec des échantillons épais de matériaux mauvais conducteurs. Ces thermogrammes sont présentés sur la figure 12. On notera que les courbes 1 et 2 correspondent à 2 essais successifs sur le même échantillon. Les diffusivités calculées sont tout à fait compatibles avec celles obtenues par la méthode de Degiovani, comme on peut le voir sur le tableau I. Cette dernière méthode permet de calculer la diffusivité à partir de divers couples de points : $t_{1/3}$ et $t_{5/6}$, $t_{1/2}$ et $t_{5/6}$, $t_{2/3}$ et $t_{5/6}$.

Tableau I. — Résultats expérimentaux obtenus par la présente méthode et comparaison à la méthode de Degiovani, [9, 11]. Les diffusivités sont exprimées en $\text{m}^2 \text{s}^{-1} \times 10^7$.

Matériaux		Echantillons		Echantillon adiabatique Parker, [1]	Méthodes d'identification			Présente méthode
		Epaisseur (mm)	<i>R/L</i>		Echantillon avec pertes Degiovani, [9, 11]			
		—	—	—	<i>a</i> _{2/3}	<i>a</i> _{1/2}	<i>a</i> _{1/3}	<i>a</i> ₀
Plâtre	Essai 1	9,96	1,206	4,759	3,675	3,703	3,689	3,703
	Essai 2	9,96	1,206	4,734	3,618	3,644	3,645	3,648
Craie	Essai 3	6,16	1,950	3,548	2,861	2,881	2,886	2,905

Les formules utilisées par cette méthode sont les suivantes, d'après [11], page 191 :

$$a_{1/3} = \frac{L^2}{t_{5/6}} \left[0,818 - 1,708 \frac{t_{1/3}}{t_{5/6}} + 0,885 \left(\frac{t_{1/3}}{t_{5/6}} \right)^2 \right]$$

$$a_{1/2} = \frac{L^2}{t_{5/6}} \left[0,954 - 1,581 \frac{t_{1/2}}{t_{5/6}} + 0,558 \left(\frac{t_{1/2}}{t_{5/6}} \right)^2 \right]$$

$$a_{2/3} = \frac{L^2}{t_{5/6}} \left[1,131 - 1,222 \frac{t_{2/3}}{t_{5/6}} \right].$$

Les diffusivités $a_{2/3}$, $a_{1/2}$, $a_{1/3}$ ainsi obtenues sont très proches les unes des autres, et les diffusivités qui peuvent en être extrapolées pour t tendant vers zéro sont en très bon accord avec les diffusivités calculées par la présente méthode, comme on peut s'en rendre compte sur la figure 13.

Fig. 13. — Résultats comparés de la présente méthode et de la méthode de Degiovani. Les symboles vides sont relatifs à cette dernière, les symboles pleins à la présente méthode.

[Comparison of the present method results ($\blacktriangle \blacksquare \bullet$) to the method of Degiovani ($\triangle \square \circ$).]

Les figures 14, 15 et 16 présentent les lois de diffusivité apparente obtenues et les paraboles utilisées pour l'extrapolation. Chaque point de la loi de diffusivité apparente est représenté par un rectangle dont l'élongation suivant l'axe des diffusivités est proportionnelle à la précision estimée. Le bruit de la mesure pour ces 3 essais avait été estimé égal à : $\delta\bar{\theta} = 0,0017$. L'extrapolation est effectuée à partir des points tels que l'on ait : $\bar{\theta} \leq 0,5$. On remarquera, notamment sur la figure 15, que l'utilisation de la pondération (9) permet à l'extrapolation de n'être pas perturbée par les tout premiers points qui peuvent être très imprécis. C'est particulièrement le cas pour l'essai n° 2, le premier point utilisé pour l'identification correspondant à une valeur extrêmement faible de la température réduite : $\bar{\theta} = 0,0012$ (voir le tableau II où l'on donne les valeurs numériques temps-tension utilisées pour l'identification). Dans ces conditions, le premier et le second points ont des poids respectivement 26,3 fois et 8,8 fois moindres que celui du point estimé le plus précis, point correspondant au temps $t = 23,3$ s. Si l'extrapolation avait été faite en donnant un poids identique à tous les points la valeur de la diffusivité extrapolée aurait été égale à $3,727 \times 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, soit une valeur supérieure de près de 1 % à la valeur trouvée avec la pondé-

Fig. 14. — Essai n° 1 (plâtre). Loi de diffusivité apparente et parabole par les moindres carrés avec pondération proportionnelle à la précision estimée — formule (9) —.

[Test number 1 (plaster). Apparent diffusivity law and least mean squares parabola with a weight proportionnal to the estimated precision following formula (9).]

Fig. 15. — Essai n° 2 (plâtre). Loi de diffusivité apparente; en trait continu la parabole de régression par les moindres carrés avec pondération suivant la formule (9), en trait interrompu la parabole obtenue avec une pondération uniforme.

[Test number 2 (plaster). Apparent diffusivity law and regression parabola. Continuous line : regression with a weight according to formula (9); dotted line : uniform weight.]

ration (9) et qui est en très bon accord avec les résultats de la méthode de Degiovani. La parabole correspondant aux moindres carrés avec pondération uniforme est présentée sur la figure 15 en trait interrompu. Cet exemple montre clairement que l'utilisation de la pondération (9) lors de l'extrapolation est nécessaire pour obtenir une bonne précision.

Tableau II. — Essai n° 2 sur plâtre : valeurs de la tension du détecteur, proportionnelle à la température de la face arrière.

Temps (s)	Température (μV)	Temps (s)	Température (μV)
6,5	0,27	30,5	121,3
7,7	0,48	31,7	128,5
8,9	1,25	32,9	135,6
10,1	2,63	34,1	142,1
11,3	4,95	35,3	148,5
12,5	8,25	36,5	154,3
13,7	12,71	37,7	159,8
14,9	18,32	38,9	165,1
16,1	24,54	41,3	174,7
17,3	31,57	44,9	187,2
18,5	39,20	47,3	194,0
19,7	47,20	53,3	207,5
20,9	55,60	59,3	216,3
22,1	64,20	65,3	221,6
23,3	72,7	71,3	224,3
24,5	81,3	75,5	225,0
25,7	89,6	77,3	224,9
26,9	98,2	83,3	224,2
28,1	106,1	95,3	220,4
29,3	113,9	113,3	210,2

Fig. 16. — Essai n° 3 (craie chargée). Loi de diffusivité et parabole obtenue avec la pondération suivant formule (9).

[Test number 3 (chalk). Apparent diffusivity law and regression parabola according to formula (9).]

4. **Conclusion.** — La méthode qui vient d'être exposée permet d'interpréter l'expérience de mesure de diffusivité thermique par méthode flash sans qu'il soit nécessaire de calculer les pertes de l'échantillon ou de faire des hypothèses restrictives quant à leur étendue ou leur importance. La méthode a l'avantage d'utiliser tous les points du début du thermogramme en leur attribuant un poids proportionnel à leur précision, ou plus exactement à l'observabilité de la diffusivité qui peut leur être associée. L'utilisation de cette méthode permet par ailleurs de détecter d'éventuels phénomènes perturbateurs, autres que les pertes thermiques, qui pourraient exister à l'insu de l'expérimentateur.

Les résultats obtenus par la présente méthode sont en très bon accord avec ceux obtenus par la méthode de Degiovani qui a été prise comme méthode de référence, et cela même dans le cas d'échantillons ayant de fortes pertes thermiques — matériaux isolants et échantillons épais.

Sur le plan pratique, l'utilisation du début du thermogramme nécessite un certain degré de précision, mais celui-ci est compatible avec les possibilités des appareils de mesure et d'enregistrement actuels.

Enfin sur le plan méthodologique la démarche suivie est intéressante. Elle consiste à appliquer une modélisation idéale à une expérience qui ne l'est pas, puis à extrapoler les résultats ainsi obtenus pour un domaine temporel où les phénomènes ne sont pas directement observables, mais dans lequel le modèle idéal et la réalité se rejoignent. Il est vraisemblable qu'une telle démarche soit possible pour résoudre d'autres problèmes d'identification.

Remerciements — L'auteur tient à remercier tout spécialement MM. Laurent et Degiovani qui lui ont communiqué gracieusement le programme Fortran

correspondant à la formulation analytique de l'échantillon avec pertes, ainsi que les thermogrammes expérimentaux qui ont été utilisés pour valider la méthode.

Bibliographie

- [1] PARKER, W. J., JENKINS, R. J., BUTLER, C. P. et ABBOTT, G. L., *J. Appl. Phys.* **32** (1961) 1679.
 - [2] COWAN, R. D., *J. Appl. Phys.* **34** (1963) 926.
 - [3] CAPE, J. A. et LEHMAN, G. W., *J. Appl. Phys.* **34** (1963) 1909.
 - [4] FAURE, J., EUR. 1822 f, Ispra, Italie (1964).
 - [5] HECKMAN, R. C., *J. Appl. Phys.* **44** (1973) 1455.
 - [6] JAMET, J., JALIN, R. et LETOURNEUR, C., *Rech. Aérop.* (1977) 233.
 - [7] CLARK III, L. M. et TAYLOR, R. E., *J. Appl. Phys.* **46** (1975) 714.
 - [8] TAYLOR, R. E., *Advances in Thermal Conductivity*, Univ. Missouri at Rolla, 55-73 (1974).
 - [9] DEGIOVANI, A., *Rev. Gén. Therm.* **16** (1977) 420.
 - [10] TAYLOR, R. E., Critical Evaluation of Flash Method for Measuring Thermal Diffusivity, TPRC Purdue Univ., West Lafayette, Indiana, Report PRF 6764 (1973).
 - [11] PONCIN, H., Thermocinétique Impulsionnelle et Mesure de la Diffusivité Thermique, *Monographie du Bureau National de Métrologie*, Ed. Chiron, Paris (1978).
-