PYROMÉTRIE INFRAROUGE DE PRÉCISION POUR MESURE DE LA TEMPÉRATURE POST-CHOC DE MATÉRIAUX MÉTALLIQUES DANS LA GAMME 70-1000°C

M. PEREZ

Centre d'Études de Gramat, F-46500 Gramat, France

ABSTRACT : The infrared pyrometer described in a previous paper [1] has been improved to determine time-resolved surface temperatures of shocked polished metal plates. The actual measurement range is 70-1000°C, the response time is about 60 ns and the accuracy is remarkable : $\pm 3\%$. To overcome the general lack of knowledge for the emissivity of a shocked free-surface, the emissivity of the sample material is increased up to an apparent emissivity of about 0.8 using an integrating reflective cavity which includes : 1) an optimized specular cylindrical reflector for light collection associated to a fluoride glass fiber with high transmittance in the 4-5 μm range and 2) a 3000 Å-thick layer of vacuum deposited ReSi_2 on the metal plate. The emissivity of the shocked material is thereby restricted in the 0.8-1 range, which determine the accuracy of the measured temperature. This technique has been used to record the residual temperature of pure copper subjected to shock loading by plate impact experiments in the range 29-97 GPa.

1 - INTRODUCTION

La connaissance du comportement des matériaux solides aux pressions élevées (0-100 GPa) et aux vitesses de déformation élevées ($> 10^4 \text{s}^{-1}$) est tributaire des progrès accomplis dans le domaine métrologique. Les techniques de métrologie lagrangienne [2] mises au point au cours des trois dernières décennies ont permis d'améliorer la connaissance du comportement mécanique des matériaux hors de l'approximation hydrodynamique. Les techniques de mesure de la température aujourd'hui à l'étude dans les laboratoires devraient permettre une avancée similaire dans la connaissance des processus thermomécaniques mis en jeu dans les chargements dynamiques.

L'objet de cette communication est de présenter une méthode radiométrique de mesure de la température résiduelle d'une plaque métallique plane soumise à un chargement dynamique par projection de plaque ou explosif au contact. Le pyromètre décrit est la version optimisée, sur le plan de la précision de mesure et de la simplicité d'emploi, du pyromètre infrarouge présenté dans une communication précédente [1].

Cette technique a été mise en oeuvre pour mesurer la température post-choc d'un cuivre pur soumis à des chocs d'intensité croissante dans la gamme 29-97 GPa au moyen d'un canon à poudre de laboratoire. Ce matériau a été utilisé pour valider le principe de la méthode et déterminer la précision de mesure.

2 - PRINCIPE DE LA METHODE PYROMETRIQUE

Considerons une cible plane soumise à un cycle de compression-détente par projection frontale d'une plaque selon le schéma représenté sur la figure 1. Cette expérience permet de générer dans le matériau cible une onde longitudinale de compression qui se réfléchit sur sa surface libre sous la forme d'un faisceau d'ondes de détentes qui déchargent le matériau jusqu'à l'état $(P_0 - T_R)$, où T_R est la température superficielle résiduelle du matériau, et P_0 la pression ambiante.

FIGURE 1 : Evolution de la pression et de la température dans une cible sollicitée par projection de plaque. (a) diagramme $X(t)$, (b) température de la surface arrière de la cible en fonction du temps, (c) diagramme $P(T)$.

Les méthodes radiométriques de mesure de la température superficielle d'un matériau reposent sur l'analyse du rayonnement visible ou infrarouge émis par ce matériau. Le flux radiatif émis par un objet opaque est lié à sa température superficielle par l'intermédiaire de la loi de Planck et de l'émissivité de sa surface. Le signal délivré par un détecteur exposé à ce flux est donné par la relation suivante :

$$S = G \int_{\lambda_1}^{\lambda_2} \epsilon(\lambda, T) D(\lambda) R(\lambda) L_0(\lambda, T) d\lambda \quad (1)$$

dans laquelle G est l'étendue géométrique du faisceau capté par le détecteur dans la bande spectrale (λ_1, λ_2) , $\epsilon(\lambda, T)$ est l'émissivité, $D(\lambda)$ est la sensibilité spectrale du détecteur, $R(\lambda)$ est la transmission du système optique, et $L_0(\lambda, T)$ est la luminance du corps noir donnée par la loi de Planck.

Dans le cas de l'expérience d'impact de plaques, si ϵ_s est l'émissivité statique du matériau cible, le problème majeur qui se pose est la méconnaissance de son émissivité ϵ_R à l'instant de la mesure, c'est-à-dire lorsque l'onde de compression atteint la surface libre, dégrade l'état de surface, et accroît en conséquence l'émissivité dans des proportions imprévisibles. Ce problème est particulièrement aigu dans le cas d'une surface dont l'émissivité est de l'ordre de quelques pourcents dans le proche infrarouge. C'est notamment le cas des métaux qui exigent un état de surface poli pour minimiser, le rayonnement thermique parasite dus aux phénomènes de distorsion plastique ou d'éjection de matière en surface [3]. La méthode proposée pour résoudre ce problème consiste à accroître artificiellement l'émissivité de la cible préalablement à son chargement par l'onde de choc. Si ϵ_A est l'émissivité apparente de la cible obtenue dans ces conditions, il résulte de l'analyse précédente que l'émissivité sous choc ϵ_R vérifie l'inégalité suivante :

$$\epsilon_A \leq \epsilon_R \leq 1 \quad (2)$$

soit S la mesure du signal délivré par le détecteur lors de l'expérience. La relation (1) permet d'écrire la double égalité suivante dans laquelle on reconnaît la température de brillance T_B :

$$S(\epsilon_A, T_A) = S(\epsilon_R, T_R) = S(\epsilon = 1, T_B) \quad (3)$$

la condition (2) impose alors l'inégalité suivante :

$$T_A \geq T_R \geq T_B \quad (4)$$

Nous conviendrons de définir la température résiduelle T_R par sa valeur médiane dans l'intervalle (T_A, T_B) .

$$T_R = (T_A + T_B)/2 \quad (5)$$

Ce qui permet de définir l'incertitude expérimentale sur la mesure de température par la relation suivante :

$$\Delta T_R = (T_A - T_B)/2 \quad (6)$$

3 - DISPOSITIF EXPERIMENTAL

3.1. Le pyromètre infrarouge

Le pyromètre est conçu pour être utilisé avec un lanceur de laboratoire comme représenté sur la figure 2, ou sur un site d'expérimentation de détonique.

FIGURE 2 : Pyromètre infrarouge : montage de mesure de la température résiduelle post-choc d'une cible plane soumise à l'impact d'une plaque au moyen d'un lanceur à poudre.

Le rayonnement infrarouge (IR) émis par le matériau cible est collecté dans une cavité de forme cylindrique qui a pour rôle d'accroître l'émissivité apparente de la surface d'émission. La visée s'effectue par un orifice percé à l'arrière de cette cavité, au moyen d'une fibre optique IR en verre fluoré dont la transparence dans le proche infrarouge s'étend jusqu'à $5\text{ }\mu\text{m}$ environ /4/. Le flux IR est transporté jusqu'au pyromètre par cette fibre dont la longueur est de 1,5 m dans la configuration d'essai actuelle.

Le faisceau en sortie de fibre est focalisé au moyen de deux miroirs paraboliques hors axes, sur un détecteur photovoltaïque InSb de 1 mm^2 de surface active et d'étendue spectrale $1,5\text{--}5,5\text{ }\mu\text{m}$. Le signal délivré par ce détecteur est repris par un préamplificateur de tension de bande passante 0-70 MHz et de 40 dB de gain maximum. L'enregistrement du signal amplifié s'effectue sur un oscilloscope numérique Hewlett-Packard 54111D. Le diamètre de la fibre optique IR dépend du niveau de température attendu. Des fibres de 1 mm et 0,3 mm de diamètre de cœur permettent de couvrir les plages respectives de 70-1000°C et de 150-1000°C avec un rapport signal/bruit supérieur à 10 pour les températures les plus basses.

3.2. La cavité optique

Le concept original de cette technique pyrométrique repose sur l'utilisation d'une cavité conçue pour conférer à la surface d'émission une émissivité apparente élevée. Cette cavité est constituée de deux éléments : i) un dépôt mince d'un matériau d'émissivité élevée, déposé sur la surface d'émission, ii) un réflecteur cylindrique spéculaire percé d'un orifice de visée pyrométrique, positionné en regard de la surface d'émission.

Le premier élément de cette cavité doit satisfaire deux conditions : d'une part, l'impédance de choc du dépôt émissif doit être supérieure à celle du substrat pour éviter son éjection par l'onde de choc, d'autre part l'épaisseur du dépôt doit être calculée pour minimiser le temps d'équilibre thermique avec le substrat. Un dépôt de platine de $0,5\text{ }\mu\text{m}$ d'épaisseur a été utilisé, dans ces conditions, sur une cible de cuivre poli soumise à un choc de 97 GPa /1/. L'émissivité relativement faible du platine poli nous a conduit à rechercher un matériau de revêtement plus performant. Le disiliciure de rhénium ou ReSi_2 , est un semi-conducteur à faible gap élaboré par frittage, qui possède une impédance acoustique élevée de l'ordre de $65,4 \cdot 10^6$ MKSA, une température de fusion également élevée de 1980°C, et une émissivité remarquable. Dans la bande spectrale $1,5\text{--}5,5\text{ }\mu\text{m}$ du pyromètre infrarouge, l'émissivité normale de ReSi_2 , à l'état poli croît de 0,85 à 0,95 entre 100 et 500°C. Ces valeurs d'émissivité mesurées sur un matériau imparfaitement densifié par frittage, donc poreux, sont supérieures à celles mesurées sur un dépôt dense de ReSi_2 , réalisé par pulvérisation cathodique, comme on peut s'en rendre compte sur la figure 3. Une épaisseur de dépôt de $0,3\text{ }\mu\text{m}$ a été retenue dans le cadre de cette étude. Le temps d'équilibre thermique calculé pour cette épaisseur est de l'ordre de 140 ns.

Le deuxième élément de cette cavité est un réflecteur intensificateur d'émissivité dont les caractéristiques ont été optimisées à l'aide d'un logiciel de calcul conçu pour traiter les échanges radiatifs par la méthode de Monte-Carlo. Le réflecteur optimal vis-à-vis d'une surface métallique polie est un réflecteur cylindrique spéculaire doré de 10 mm de longueur, percé d'un orifice de visée par fibre optique de 1,6 mm de diamètre. Le diamètre du réflecteur a été fixé à 30 mm pour se prémunir de l'influence des détentés radiales sur le signal de température. Ce réflecteur est positionné en retrait de la surface d'émission à une distance qui détermine le temps de mesure utile de la température avant impact de la cible sur le réflecteur. Les distances utilisées en pratique varient de 2 à 5 mm pour assurer un temps de mesure utile supérieur à la microseconde. La profondeur de champ du système optique constitué par la fibre optique et le réflecteur se traduit par un accroissement de l'émissivité apparente de l'ordre de quelques pourcents lorsque la cible parcourt la distance maximale de 5 mm qui la sépare du réflecteur.

La contribution respective de ces artifices optiques, au gain d'émissivité apparente

d'une cible de cuivre, est illustrée par la figure 3. Il a été montré par ailleurs que l'émissivité apparente obtenue dans ces conditions est quasiment indépendante de la nature du substrat.

3.3. Calibrage du pyromètre

Pour calibrer le pyromètre préalablement à chaque expérience, on détermine les courbes de calibrage tension(V)-température(T) en positionnant le réflecteur face à un corps noir, puis face à une cible semblable à la cible d'essai (Figure 2). On obtient les courbes respectives $T = f(V)$ et $T = g(V)$ qui permettent de calculer la courbe moyenne de calibrage et la bande d'incertitude expérimentale définies par les relations respectives suivantes :

$$T = \frac{1}{2} [g(V) + f(V)] \quad (7)$$

$$\Delta T = \frac{1}{2} [g(V) - f(V)] \quad (8)$$

FIGURE 3 : Influences respectives du revêtement de ReSi_2 (a) et du réflecteur cylindrique spéculaire doré (b) sur l'émissivité apparente du cuivre poli ($R_a = 0,025 \mu\text{m}$) dans la bande spectrale $1,5\text{--}5,5 \mu\text{m}$.

4 - ETUDE EXPERIMENTALE

Le cuivre est un matériau de référence pour les mesures de température car c'est pour ce matériau que la base documentaire de données expérimentales sur les mesures de température est la plus riche. Le matériau retenu est un cuivre de haute pureté (> 99,99%), élaboré par NRC sous la dénomination MARZ, qui possède une taille de grain de $30 \mu\text{m}$ après laminage croisé et traitement thermique. Le montage expérimental utilisé pour mesurer la température résiduelle du cuivre MARZ après un cycle de compression-détente met en oeuvre des expériences d'impact de plaques réalisées au moyen d'un canon à poudre de calibre 98 mm. Les caractéristiques des expériences sont données dans la table I. Les cibles de cuivre MARZ ont un diamètre de 75 mm , une épaisseur de 5 mm , et un état de surface défini par une rugosité $R_a = 0,02 \mu\text{m}$. Le réflec-

teur cylindrique est positionné à une distance de la cible comprise entre 3 et 5 mm selon les essais pour assurer un temps de mesure utile de l'ordre de 2 μ s. Par ailleurs, les essais sont réalisés sous un vide secondaire de l'ordre de 10^{-5} mbar pour se prémunir du rayonnement thermique de l'air, comprimé par la mise en vitesse de la cible de cuivre. La figure 4 montre deux profils de température sur lesquels on distingue l'effet de l'impact de la cible sur le réflecteur. La figure 5 permet de comparer ces résultats expérimentaux aux prévisions théoriques de Mc QUEEN et al /5/. L'analyse de ces essais appelle les commentaires suivants :

- Le choix de ReSi₂ comme matériau de revêtement est validé par la cohérence des mesures de température obtenues pour les essais n° 89 et 98. Ces résultats prouvent, d'une part que le dépôt de ReSi₂ a une impédance de choc supérieure à celle du cuivre sinon il aurait été éjecté de la surface libre, d'autre part que ReSi₂ ne présente pas d'émission photoluminescente dans la bande spectrale 1,5-5,5 μ m comme sa nature semi-conductrice aurait pu le laisser craindre.
- Le revêtement ReSi₂ autorise une précision de mesure de l'ordre de $\pm 3\%$ contre $\pm 15\%$ pour le revêtement en platine. Cette précision de mesure reportée sur la table I pour chacun des essais, résulte des relations (7) et (8). Le revêtement ReSi₂ permet une meilleure précision de mesure car l'émissivité apparente du cuivre obtenu dans le cas présent est de l'ordre de 0,8 (Figure 3) contre 0,37 environ dans le cas du revêtement en platine associé à un réflecteur hémisphérique spéculaire /1/.
- Les signaux obtenus présentent un phénomène d'"overshoot" sur les premières 0,2 μ s dont l'amplitude croît avec l'intensité du choc. Ce phénomène observé par Taylor /6/ sur du cuivre résulterait, selon cet auteur, de l'équilibre de la couche d'émission radiative en surface du matériau. Cette interprétation est contredite par les résultats obtenus sur le fer /7/. L'analyse de ce phénomène nécessite des essais complémentaires sur d'autres matériaux.
- Nous conviendrons de définir le temps de réponse global de la chaîne pyrométrique par le temps de montée mesuré sur les signaux de température. Le temps de réponse moyen pour l'ensemble des tirs réalisés sur le cuivre est de 60 ns environ.
- Enfin, la remarquable cohérence des résultats que révèle la courbe de lissage représentée sur la figure 5 est une validation implicite de la méthode pyrométrique présentée dans cette communication.

TABLE I : Caractéristiques des essais réalisés sur le cuivre MARZ

N° Essai	Matériau impacteur	Vitesse impact (m/s)	Dépôt émissif		Cible cuivre	
			nature	épaisseur (μ m)	contrainte maximale (GPa)	température résiduelle (°C)
100	Cuivre	1335	ReSi ₂	0,3	29,3	120 $\pm$ 3
98	Cuivre	2198	ReSi ₂	0,3	54,6	310 $\pm$ 7
89	Cuivre	2172	Platine	0,5	53,8	326 $\pm$ 34
106	Tungstène	2350	ReSi ₂	0,3	83,6	613 $\pm$ 15
11(a)	Acier	3500	Platine	0,1	97,0	755 $\pm$ 115

(a) Référence /1/.

FIGURE 4 : Exemples de signaux de température résiduelle mesurés sur le cuivre MARZ.

FIGURE 5 : Synthèse des résultats expérimentaux obtenus sur le cuivre MARZ et comparaison avec la prévision théorique de Mc Queen et al. Les points expérimentaux sont donnés avec les barres d'erreur calculées avec la relation (8).

5 - CONCLUSIONS

Une technique originale de pyrométrie infrarouge a été mise au point pour mesurer la température superficielle d'une plaque métallique spéculaire soumise à un chargement dynamique par impact de plaque. Elle se caractérise par une étendue de mesure de 70-1000°C, un temps de réponse de l'ordre de 60 ns, et une précision de mesure de $\pm 3\%$. Elle comprend les éléments optiques suivants :

- i) Une cavité optique conçue pour accroître l'émissivité apparente d'une surface métallique polie à une valeur supérieure ou égale à 0,8 dans les conditions d'essai. Ce procédé permet de s'affranchir du problème de la méconnaissance de l'émissivité sous choc de ce type de surface, et détermine la précision de mesure du pyromètre.
- ii) Une fibre optique infrarouge en verre fluoré qui assure le transport du faisceau IR entre la cavité optique et le pyromètre. L'emploi de cette fibre simplifie considérablement les procédures d'alignement optique et de calibrage.
- iii) Un pyromètre constitué d'un système optique achromatique et d'un détecteur photovoltaïque InSb associé à un préamplificateur de tension.

Cette technique pyrométrique a été validée par des expériences réalisées sur un cuivre MARZ dans la gamme 29-97 GPa.

REMERCIEMENTS

L'auteur remercie P. de CASO pour son assistance expérimentale, R. MEVREL, C. INDRIGO et A. DEOM pour leur contribution à la sélection du revêtement en disiliciure de rhénium, P. MASCLLET pour sa contribution aux mesures d'émissivité du platine et du disiliciure de rhénium, B. JIMENEZ et G. RUBERT pour la réalisation des essais au moyen du lanceur à poudre.

REFERENCES

- /1/ M. PEREZ, J. COSTERASTE, in *Shock Waves in Condensed Matter*, Ed. S.C. Schmidt et N.C. Holmes, 703-706, 1987.
- /2/ J. CAGNOUX, P. CHARTAGNAC, P.L. HEREIL, M. PEREZ, *Ann. Phys. Fr.* Vol 12, 451-524, 1987.
- /3/ J. COSTERASTE, Thèse N° 28, INSA Toulouse, 1986.
- /4/ G. MAZE, V. CARDIN, M. POULAIN, in *SPIE Vol. 484 Infrared Optical Materials and Fiber III*, 93-98, 1984.
- /5/ R.G. Mc QUEEN, S.P. MARSH, J.W. TAYLOR, J.N. FRITZ, W.J. CARTER, chapitre 6 dans *"High Velocity Impact Phenomena"*, Ed. R. Kinslow, Academic Press, 1970.
- /6/ J.W. TAYLOR, *J. Appl. Phys.*, Vol. 34, 9, p 2727, 1963.
- /7/ M. PEREZ, in *"APS Topical Conference on Shock Compression of Condensed Matter"*, Elsevier Science Publishers, June 1991.