HAL open science

# Validation expérimentale d'estimations de sources de chaleur - Cas uniforme

Vincent Delobelle, Denis Favier, Hervé Louche

**To cite this version:**

Vincent Delobelle, Denis Favier, Hervé Louche. Validation expérimentale d'estimations de sources de chaleur - Cas uniforme. CFM, Aug 2011, Besançon, France. hal-00813097

**HAL Id: hal-00813097**

**https://hal.science/hal-00813097**

Submitted on 15 Apr 2013

**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.

# VALIDATION EXPERIMENTALE D'ESTIMATIONS DE SOURCES DE CHALEUR – CAS UNIFORME

**V. Delobelle[(1)], D. Favier[(1)] et H. Louche[(2)]**

*[(1)] Université de Grenoble/CNRS, Laboratoire 3SR, BP 53, 38041 Grenoble Cedex 9.*
*Tel : 04 76 82 51 85, Fax : 04 76 82 70 43*
*vincent.delobelle@hmg.inpg.fr, Denis.Favier@hmg.inpg.fr*

*[(2)] Laboratoire de Mécanique et de Génie Civil (LMGC), Université Montpellier 2- CC 048, Place Eugène Bataillon, 34095 Montpellier Cedex*
*Tel : 04 67 14 96 34*
*herve.louche@univ-montp2.fr*

## Résumé

*Les couplages thermomécaniques sont étudiés depuis plusieurs années en estimant les sources de chaleur à partir de mesures de champs de température obtenues par thermographie infrarouge. Ces estimations sont basées sur l'approximation des dérivées temporelle et spatiale impliquées dans l'équation de la chaleur. Nous présentons dans un premier temps le cadre général de la démarche originale mise en place en vue d'une validation expérimentale de ces estimations. Nous appliquons ensuite cette démarche dans le cas de variations de température homogènes, où interviennent seulement les dérivées temporelles, en utilisant un alliage à mémoire de forme NiTi. La démarche permet dans un premier temps d'estimer les chaleurs spécifiques des différentes phases austénitique et martensitique, puis d'obtenir les chaleurs latentes de transformation, qui sont comparées avec succès à des mesures de DSC.*

**Mots clefs : Capacité thermique, Conductivité thermique, NiTi, Sources de chaleur, Thermographie Infrarouge**

## 1. Introduction

Depuis quelques années, la mesure de champs thermiques est devenue un standard pour étudier le comportement thermomécanique des matériaux, souvent associé à leur déformation. L'intensité et la distribution spatio temporelle des variations de température sont dépendantes du comportement du matériau (élasticité, plasticité, viscosité, endommagement, transformation de phase, …) mais aussi des différentes caractéristiques du problème thermique (géométrie, propriété thermique, conditions aux limites,…). Des articles antérieurs [1] ont montré l'intérêt de l'étude des sources de chaleur locales, qui sont les causes des variations de températures. Plusieurs méthodes ont été proposées pour obtenir de tels champs de source [2]. La méthode utilisée dans ce travail pour estimer les sources de chaleur repose sur l'approximation de la dérivée première et du Laplacien de la température présents dans l'équation de la chaleur [1].

La précision sur les champs de sources estimés dépend de nombreux facteurs. Parmi ces derniers se trouve la connaissance des données thermophysiques du matériau, telles que la chaleur spécifique et la conductivité thermique. Bien connues pour de nombreux matériaux, ces grandeurs demeurent cependant rares et peu précises pour les Alliages à Mémoire de Forme (AMF) Nickel Titane (NiTi). Aussi, nous présentons, dans un premier temps, une méthode pour identifier ces deux grandeurs thermophysiques pour les phases Austénite (A) et Martensite (M) ; dans un second temps, nous montrons les expériences menées pour calculer les chaleurs spécifiques pour chacune des phases.

Différentes méthodes pour valider ces estimations de sources de chaleur ont été proposées. La plupart exploitent des distributions analytiques ou numériques de champs de température et de sources de chaleur associées [1-3]. L'objectif de notre présentation est de montrer une seconde approche, qualifiée d'expérimentale, et basée sur la transformation de phase induite thermiquement sur des alliages à mémoire de forme de type NiTi.

Après une brève description du dispositif expérimental et des modèles 0D, 1D et 2D, nous exposons des résultats représentatifs de cas particuliers de distributions uniformes (0D) de sources de chaleur.

## 2. Méthodologie

### 2.1 Dispositif expérimental

L'ensemble des expériences (détermination des paramètres matériaux et validation de l'estimation de source) utilise le même type de manipulation que celui présenté sur la Fig. 1. Dans un premier temps, l'échantillon, découpé dans une plaque fine, est maintenu dans une enceinte thermique à la température $T_{ini}$ pendant 45 minutes environ, afin que l'ensemble de l'éprouvette soit à une température uniforme. L'échantillon est ensuite placé brusquement dans une seconde enceinte thermique à la température $T_{enceinte} \neq T_{ini}$. Une caméra infrarouge, placée à l'extérieur de la seconde enceinte, observe le refroidissement ou le réchauffement naturel à la surface de l'échantillon. Cette observation s'effectue à travers un hublot transparent au rayonnement infrarouge. En fonction des conditions aux limites, le champ de température est uniforme (Fig. 1.a), non uniforme axialement (Fig. 1.b), ou complètement non uniforme dans le plan d'observation (Fig. 1.c).

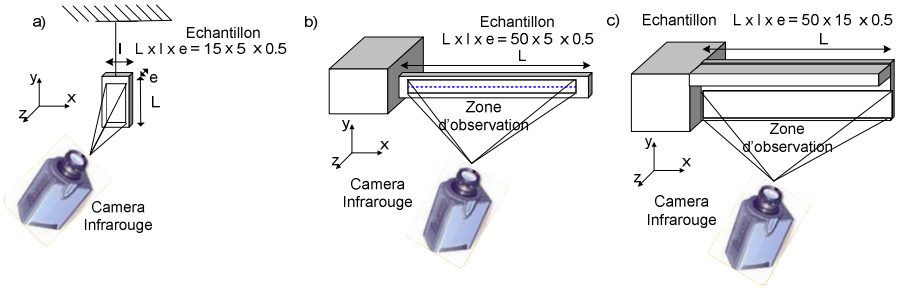


FIG. 1 - Montage expérimental montrant les différentes situations d'observation d'un échantillon de type plaque fine pour des variations de température (a) uniforme ; b) non uniforme 1D ; c) non uniforme 2D.

### 2.2 Estimations des données thermophysiques

Les données thermophysiques, chaleur spécifique $C$ et conductivité thermique $k$, sont des paramètres matériau du modèle de thermique reliant l'évolution temporelle des champs de température aux champs de sources de chaleur. L'épaisseur $e$ de l'échantillon observé étant faible, on suppose alors que la température et les sources sont uniformes dans l'épaisseur. Grâce à ces hypothèses, une formulation simplifiée, 2D, de l'équation de diffusion de la chaleur permet de mettre en relation l'écart de température $\theta$ mesurée à la surface avec les sources de chaleur massiques $\dot{q}$ (en W/kg) moyennes dans l'épaisseur [1] :

$$C\left(\frac{\partial\theta(x,y,t)}{\partial t}+\frac{\theta(x,y,t)}{\tau_2}\right)+\frac{2\varepsilon\sigma}{\rho}\left(\frac{T^4(x,y,t)-T_0^4}{e}\right)-\frac{k}{\rho}lap\theta(x,y,t)=\dot{q}(x,y,t) \qquad (1)$$

où $\rho$ est la masse volumique du matériau, $\theta = T-T_0$ la variation de température par rapport à l'état d'équilibre final uniforme $T_0 = T_{enceinte}$ $\varepsilon$ l'émissivité des faces avant et arrière de l'échantillon, σ la constante de Stephan et $e$ l'épaisseur de la plaque. Les positions $x$ et $y$ représentent les coordonnées spatiales des points de la surface observée et le terme $\tau_2$ la constante de temps des fuites par convection sur les faces avant et arrière de l'échantillon.

Des modèles simplifiés sont enfin établis en intégrant équation (1) dans la direction transverse (modèle 1D):

$$C\left(\frac{\partial\theta(x,t)}{\partial t}+\frac{\theta(x,t)}{\tau_1}\right)+\frac{2\varepsilon\sigma}{\rho}\left(\frac{T^4(x,t)-T_1^4}{e}\right)-\frac{k}{\rho}\frac{\partial^2\theta(x,t)}{\partial x^2}=\dot{q}(x,t) \qquad (2)$$

ou dans les directions transverse et axiale (modèle 0D) :

$$C\left(\frac{\partial\theta(t)}{\partial t}+\frac{\theta(t)}{\tau_0}\right)+\frac{2\varepsilon\sigma}{\rho}\left(\frac{T^4(t)-T_1^4}{e}\right)=\dot{q}(t) \quad (3)$$

où les deux constantes de temps $\tau_1$ et $\tau_0$ sont associées à une modélisation des fuites par convection sur les frontières de l'échantillon. L'épaisseur e de l'échantillon étant très faible par rapport aux dimensions dans le plan (x,y) d'observation, on considère que les fuites par convection s'effectuent principalement par les faces avant et

arrière de l'échantillon. On peut alors montrer [1] que la constante de temps $\tau_0$ peut être approchée par l'expression suivante $\tau_0 = \frac{Ce}{2h}$ où $h$ est le coefficient de convection à la surface de l'échantillon.

Dans le travail présenté dans ce papier, afin de s'affranchir de la détermination des termes de fuite (convection et rayonnement, respectivement paramétrés par les constantes de temps $\tau_1$ et l'émissivité $\varepsilon$), nous utilisons en parallèle de l'échantillon à étudier, un échantillon témoin aux propriétés thermiques ($C$ et $k$) connues (Fig 2).

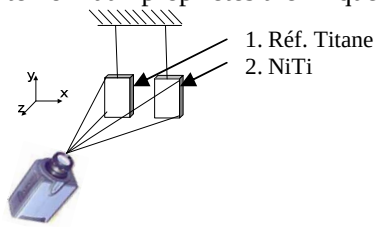


FIG. 2 Dispositif expérimental, exploitant un échantillon de référence (ici en Titane), pour estimer les fuites par convection et rayonnement dans l'échantillon à étudier (ici le NiTi).

*Estimation de C*

L'estimation de C est réalisée dans des conditions expérimentales où les variations de température au cours du temps sont supposées uniformes sur chacun des deux échantillons (Fig. 1a). Pour le cas du NiTi, les gammes de température étudiées sont telles que le matériau conserve, au cours de l'observation, la même phase. Il n'y a donc pas de transformation de phase et les sources de chaleur sont supposées nulles ($\dot{q} = 0$) lors de ce chargement thermique pour les deux échantillons. Le modèle de thermique 0D (3) permet alors d'établir l'évolution de la variation de température moyenne $\theta_1$ et $\theta_2$ pour l'échantillon à tester (indice 1) et l'échantillon de référence (indice 2) :

$$\rho_1 C_1 e_1 \frac{\partial \theta_1(t)}{\partial t} = -\left(2h(T_1(t) - T_0) + 2\varepsilon\sigma(T_1^4(t) - T_0^4)\right) = f(T_1) \qquad (4.1)$$

$$\rho_2 C_2 e_2 \frac{\partial \theta_2(t)}{\partial t} = -\left(2h(T_2(t) - T_0) + 2\varepsilon\sigma(T_2^4(t) - T_0^4)\right) = f(T_2) \qquad (4.2)$$

En se plaçant aux instants $t_1$ pour l'échantillon 1 et $t_2$ pour l'échantillon 2 tel que $T_1(t_1)=T_2(t_2)$, les deux équations ci-dessus se simplifient et fournissent une expression pour la chaleur spécifique $C_1$ inconnue de l'échantillon :

$$C_1 = \left(\frac{\rho_2 C_2 e_2}{\rho_1 e_1}\right)\left(\frac{\partial \theta_2(t_2)}{\partial t} / \frac{\partial \theta_1(t_1)}{\partial t}\right) \qquad (5)$$

*Estimation de k*

On exploite cette fois une situation de chargement thermique non uniforme axialement (Fig. 1b) et on se place là aussi dans une gamme de température où il n'y a pas de transformation de phase ($\dot{q} = 0$). On suppose enfin que la constante de temps des fuites par convection $\tau_1$ peut être confondue avec $\tau_0$. En écrivant l'équation (2) pour les deux échantillons et en se plaçant aux instants $t_1$ et $t_2$ et aux positions $x_1$ et $x_2$ , tels que $T_1(x_1,t_1)=T_2(x_2,t_2)$, on obtient la relation suivante :

$$\rho_1 C_1 e_1 \frac{\partial \theta_1(x_1,t_1)}{\partial t} - k_1 e_1 \frac{\partial^2 \theta_1(x_1,t_1)}{\partial x^2} = \rho_2 C_2 e_2 \frac{\partial \theta_2(x_2,t_2)}{\partial t} - k_2 e_2 \frac{\partial^2 \theta_2(x_2,t_2)}{\partial x^2}$$

permettant de déduire la conductivité thermique inconnue $k_1$ en connaissant $\rho_1$, $C_1$ $\rho_2$, $C_2$, $k_2$ et en estimant les différentes dérivées à partir des données expérimentales $\theta_1$ et $\theta_2$.

Dans cette étude, le titane est utilisé comme matériau de référence car il a des propriétés thermiques proches de celles proposées dans la littérature pour le NiTi : $C_{Ti}$ = 520 $Jkg^{-1}K^{-1}$ et $k_{Ti}$=21 $Wm^{-1}K^{-1}$. La méthode a également été testée avec du vanadium : $C_{Va}$ = 486 $Jkg^{-1}K^{-1}$ et $k_{Va}$=30 $Wm^{-1}K^{-1}$.

## 2.3 Calculs de sources de chaleur

A partir d'un modèle de thermique (équations (1) à (3)) incluant les données thermophysiques désormais connues, de la mesure des variations de température $\theta$ et d'un traitement d'images, il est possible d'estimer les

sources de chaleurs mises en jeu [1]. Ce calcul de sources de chaleur est effectué lors d'un chargement thermique (refroidissement par exemple) entraînant un changement de phase dans le matériau (AMF NiTi étudié). On note TFM (Temperature Field Measurement) cette méthode d'estimation des sources de chaleur.
La validation expérimentale proposée consiste à comparer les sources de chaleurs ainsi obtenues avec « des sources de référence » mesurées par Differential Scanning Calorimetry (DSC). La Fig. 3 montre les différentes étapes de calcul pour la validation des sources. Après l'enregistrement des champs de température, lors d'essais avec transformation de phase, on estime les sources de chaleur à partir des équations (1), ou (2) ou (3) selon le type de problème étudié.
Le flux thermique mesuré (W/g) pendant une DSC pour une transformation de phase displacive thermoélastique telle que celle des alliages à mémoire de forme est proportionnel à la vitesse de refroidissement ou de chauffe de l'échantillon. C'est pourquoi, pour normaliser les résultats, on divise les sources obtenues par $\dot{T}$ . Par la suite, on comparera donc les rapports $(\frac{\dot{q}}{\dot{T}})_{TFM}$ et $(\frac{\dot{q}}{\dot{T}})_{DSC}$ . Cela nous permet d'évaluer qualitativement et quantitativement les performances du calcul de source réalisé.

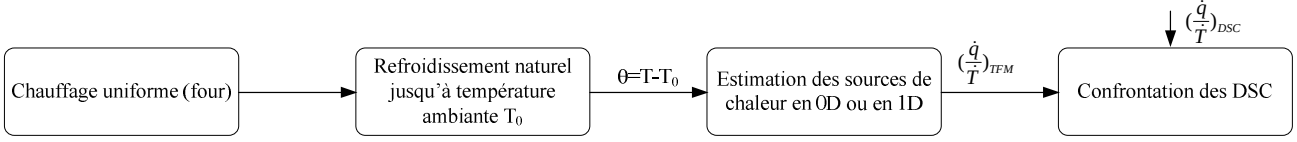

FIG. 3 - Différentes étapes de la validation expérimentale du calcul de sources de chaleur.

## 3. Résultats : cas uniforme (0D)

### 3.1 Estimation de C

La méthode précédemment décrite est utilisée pour déterminer C des phases Austénite (A) et Martensite (M) de l'AMF NiTi.
La variation de température lors du refroidissement des deux éprouvettes de Titane et de NiTi (dans sa phase M) est tracée Fig. 4a. On note que le refroidissement se fait bien d'une température $T_{ini}$ (= 25°C sur Fig. 4a) à une température $T_{enceinte}$ (= 3°C sur Fig.4a) identiques pour les deux échantillons. La superposition des courbes de refroidissement est représentative de valeurs de C très proches l'une de l'autre. Des résultats caractéristiques de l'estimation de C à partir de la relation (5) sont tracés en fonction de la température (Fig. 4.b), pour trois expériences afin de quantifier la dispersion de l'estimation. A partir de cette courbe, une valeur moyenne de C sur une plage de température 8°C-15°C est estimée : C=490 +/-10 $J.kg^{-1}.K^{-1}$ pour la phase M. On note que sur les trois essais, on retrouve bien une valeur moyenne comprise entre 480 et 500 $J.kg^{-1}.K^{-1}$. On observe que l'essai ayant la plus grande variation de température (essai 3), est celui qui permet la meilleure estimation de C. En effet, le déséquilibre de température entre la température initiale de l'échantillon ($T_{ini}$) et l'enceinte thermique ($T_{enceinte}$) dans lequel ce dernier est placé étant très important, le refroidissement est plus rapide, donc les dérivées premières plus importantes et plus faciles à évaluer. On a donc par la même occasion plus de facilité à évaluer C.
Le bruit observé sur ces courbes est lié au calcul de la dérivée première à partir de données thermiques bruités, et ce malgré les procédés de filtrage utilisés. Il est notamment très important lorsqu'on se rapproche de la température d'équilibre $T_{enceinte}$ où le terme présent au dénominateur de (5) devient petit.

Des valeurs comparables pour C ont été également obtenues pour la phase A. Les valeurs de C, ainsi mesurées pour les phases A et M, ne sont pas toujours en adéquation avec certains résultats de la littérature indiquant que $C_M \neq C_A$ [4]. En revanche, selon les études, des valeurs comprises entre 450 et 500 $J.kg^{-1}.K^{-1}$ sont souvent mentionnées pour la phase M et/ou A du matériau [4-6].

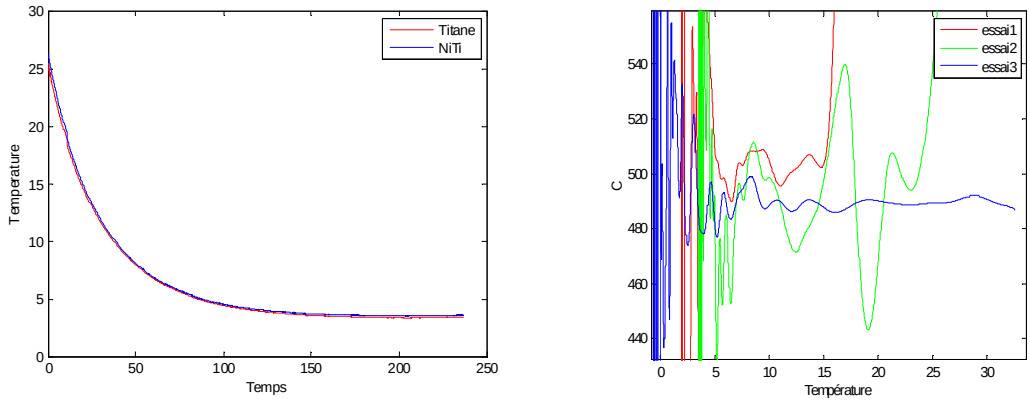


FIG. 4 - Courbes caractéristiques de l'évolution de : a) la température pendant l'essai, b) de la chaleur spécifique C en fonction de la température pour trois essais menés sur un échantillon de NiTi en phase martensitique M.

## 3.2 Validation expérimentale du calcul des sources de chaleur dans le cas uniforme (0D)

La méthode précédente est ensuite utilisée pour calculer les rapports $(\frac{\dot{q}}{\dot{T}})_{TFM}$ à partir de deux expériences de refroidissement, réalisées entre 90°C et 21°C (Test 1) et entre 38°C et 0°C (Test 2). On obtient ainsi, respectivement, les courbes de température lorsque le matériau passe de la phase austénite A à la phase R puis de la phase R à la phase martensite M, cf. Figure 5.a. Dans ce cas, on observe clairement une différence de refroidissement entre le Titane et le NiTi. Il est lié aux changements de phase exothermiques, i.e. au relâchement de chaleur pendant la transformation, qui crée une « bosse » sur la courbe de refroidissement du NiTi. Les températures en début ($T_{ini}$) et en fin ($T_{enceinte}$) d'essais sont identiques pour les deux échantillons mais avec des cinétiques de refroidissement très différentes.

A partir des équations présentées précédemment, les évolutions des rapports $(\frac{\dot{q}}{\dot{T}})$ obtenus par par TFM (courbes verte pour test 1 et marron pour test 2) sont tracées dans la Fig. 5.b. Dans l'intervalle 21°C-38°C les deux courbes TFM sont quasiment superposées. En unissant les deux courbes TFM des deux tests entre 21 et 38°C, on obtient une courbe unique TFM tracée en bleu sur la Fig. 5.c Les tracés obtenus par DSC (tracé en magenta) et TFM permettent d'estimer les températures de début de transformation : $(T_{A\text{-}R})_{start}$=78 ±2°C et $(T_{R\text{-}M})_{start}$=42 ±2°C. Un léger décalage au niveau de la position des pics de transformation mesurés par TFM et DSC est observé. Un tel décalage s'explique principalement par la faiblesse de la précision de la mesure de température absolue réalisée par la caméra IR : ±2°C. L'amplitude des pics calculés par TFM est, elle aussi, qualitativement en adéquation avec la mesure par DSC.

Afin de quantifier la validité du modèle 0D d'estimation des sources de chaleur, les chaleurs latentes de transformation ont été calculées à partir des courbes de la Fig.5c, en calculant l'aire sous la courbe comme présenté sur la Fig. 5.d. Les valeurs mesurées par TFM ($\Delta H_{TFM}$=20.9 J/g) sont en très bon accord avec celles de référence, mesurées par DSC ($\Delta H_{DSC}$=20.5 J/g).

Cette comparaison entre les énergies obtenues par la méthode TFM (estimation de sources de chaleur à partir de traitement de champs thermiques expérimentaux) avec une référence (DSC) offre ainsi une validation expérimentale de la méthode TFM.

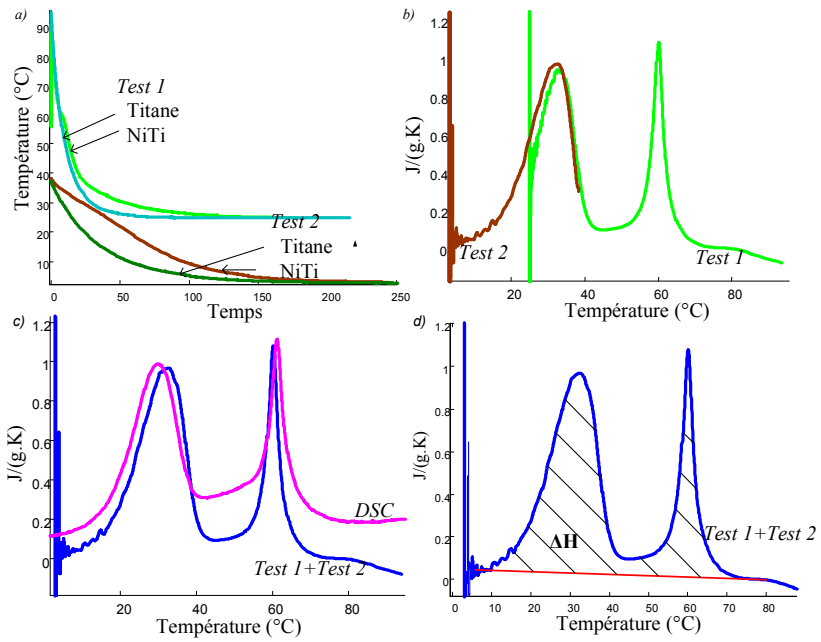


FIG. 5 - a) Courbes de refroidissement des échantillons NiTi étudiés et des échantillons témoins (Titane) lors de deux tests. b) Evolutions, avec la température, de $(\frac{\dot{q}}{\dot{T}})_{DSC}$ et de $(\frac{\dot{q}}{\dot{T}})_{TFM}$ pour les deux tests. c) Evolutions, avec la température, de $(\frac{\dot{q}}{\dot{T}})_{DSC}$ et de $(\frac{\dot{q}}{\dot{T}})_{TFM}$ moyennés sur les deux essais. d) Méthode d'estimation de ΔH par intégration.

## 4. Conclusion

Ce travail présente : (i) une méthode générale de détermination de la chaleur spécifique C et de la conductivité thermique k, (ii) une méthode expérimentale permettant de valider des estimations de sources de chaleur dans un cas uniforme. Les résultats d'estimations de C conduisent, pour les phases Martensite et Austénite de l'alliage à mémoire de forme NiTi étudié, à des valeurs équivalentes (C=490+/-10 $Jkg^{-1}.K^{-1}$), en partie conformes aux rares valeurs relevées dans la littérature. Le même dispositif a ensuite été utilisé pour valider, expérimentalement, la méthode (notée TFM) d'estimation des sources de chaleur. Cette méthode est basée sur le traitement des images thermiques obtenues lors du refroidissement d'un échantillon de NiTi pendant une transformation de phase. Limités ici au cas uniforme (0D), les résultats obtenus montrent un très bon accord, qualitatif et quantitatif, entre les énergies mesurées par TFM et celles obtenues par la technique de référence (DSC).
Les travaux en cours portent sur la détermination de la conductivité thermique *k* des phases Austénite et Martensite de l'AMF NiTi ainsi que sur la validation expérimentale des sources dans des cas 1D puis 2D.

## 5. Références


1. Chrysochoos A. and Louche H. (2000) An infrared image processing to analyse the calorific effects accompanying strain localization, *Int J Eng Sci*, 38(16), 1759–1788.
2. Renault N., Andre S., Maillet D. and Cunat C. (2008) A two-step regularized inverse solution for 2-D heat source reconstruction, *Int. J. Of Thermal Sc.*, 47, 834-847.
3. Schlosser P., Louche H., Favier D., and Orgéas L. (2007) Image processing to estimate the heat sources related to phase transformations during tensile tests of NiTi tubes, *Strain*, 43(3), 260–271.
4. Faulkner M.G., Amalraj J.J., and Bhattacharyya A. (2000) Experimental determination of thermal and electrical properties pf Ni-Ti shape memory wires, *Smart Mater. Struct.*, 9, 632-639.
5. Zanotti C., Giuliani P., Bassani P., Zhang Z., and Chrysanthou A. (2010) Comparison between the thermal properties of fully dense and porous NiTi SMAs, *Intermetallics*, 18, 14-21.
6. Terada Y., Ohkubo K., Nakagawa K., Mohri T., and Suzuki T. (1994) Thermal conductivity of B2-type aluminides and titanides, *Intermetallics*, 3, 347-355.