

Validation expérimentale d'un modèle de luminance non couplé sur des échantillons de polyéthylène haute densité (PEHD) soumis à une excitation périodique de température au voisinage de l'ambiance

N'GUESSAN Yao et SAKO Mohamed

Laboratoire de Froid & Thermique, INP-HB B.P. 1093 Yamoussoukro, COTE D'IVOIRE
Tél. (225) 30 64 66 85 – 30 64 66 60 – Fax. (225) 30 64 04 06, Emails : yao2000m@yahoo.fr – sakomk@yahoo.fr

N'GUESSAN Kotchi et GBAHA Prosper

Laboratoire d'énergies nouvelles et renouvelables, INP-HB B.P. 1093 Yamoussoukro, COTE D'IVOIRE
Tél. (225) 30 64 10 76 – 30 64 66 60 – Fax. (225) 30 64 04 06, Emails : kotching@yahoo.fr – pgbaha@yahoo.fr

RÉSUMÉ

Cet article présente une étude de l'émission infrarouge de lames semi-transparentes non diffusantes, soumises sur une de leurs faces à une excitation périodique de température.

Un modèle non couplé de luminance en régime sinusoïdal permet de calculer le flux émis par la lame. Au voisinage de la température ambiante et pour le matériau considéré, les transferts thermiques radiatifs au sein de la lame peuvent - en première approximation - être négligés, ce qui justifie l'emploi du modèle non couplé. Les écarts entre les modèles couplé et non couplé ne dépassent pas 4% sur les modules et 3° sur les phases.

Une étude expérimentale est menée sur des échantillons de PEHD, d'épaisseurs 3 mm et 5 mm, modulés autour de la température ambiante sous la forme d'une somme de sept sinusoïdes, de fréquences comprises entre 0,78 mHz et 50 mHz.

L'analyse spectrale des signaux mesurés permet de calculer, pour chaque fréquence de modulation, l'amplitude et la phase de la luminance de l'échantillon et de la température du support. Par identification des mesures au modèle conductif, il est possible de déterminer les caractéristiques thermiques du matériau (diffusivité, nombre de Biot) qui sont nécessaires dans les modèles thermiques. Les valeurs expérimentales de luminance sont en accord, en module et en phase, avec les valeurs calculées. Les incertitudes statistiques calculées sont inférieures à 9% sur les modules et 5° sur les phases, quelle que soit l'épaisseur d'échantillon choisie.

Mots clés : Détection synchrone, émissivité, mesure, modélisation, rayonnement, radiométrie

ABSTRACT

This report shows a periodic radiometric method at room temperature, to non-scattering semitransparent media study. A non-coupled model of the intensity of a temperature modulated semitransparent media is developed. At room temperature and for a given sample, the radiative thermal transfers of the sample can be - in a first approximation - neglected, that is a non-coupled model using justification. The gap between the couple and the non-coupled models is less than 4% on the amplitudes and 3° on the phases.

An experimental study is carried out on 3 mm and 5 mm thickness polyethylen samples, modulated around room temperature on the form of seven amount sinusoids, with frequencies included in 0.78 mHz and 50 mHz.

The spectral analysis of measured signals yields to calculate, for each frequency of modulation, the amplitude and the phase of the sample thermal intensity and the sample support temperature. The identification of experimental values to the conductive model yields thermal characteristics (diffusivity, Biot number) which are required in thermal models. Experimental values of thermal intensity and calculated values are well concordant in amplitude and phase. The statistical accuracy is less than 9% on the amplitudes and 9° on the phases.

Key words : Synchronous detection, emissivity, measurement, modelling, radiation, radiometry

Nomenclature

- d épaisseur de l'échantillon
- λ longueur d'onde
- f fréquence de modulation
- n indice de réfraction
- t temps
- \square indice d'extinction
- k conductivité thermique
- κ coefficient volumique d'absorption
- α diffusivité thermique
- ϵ émissivité
- Bi nombre de Biot
- x profondeur dans l'échantillon
- θ température
- ref relatif à la référence d'émissivité
- φ phase de la température
- L_λ luminance monochromatique
- λ luminance réduite
- U signal infrarouge
- moy relatif à la valeur moyenne
- av relatif à la face avant
- ar relatif à la face arrière
- pn relatif à l'échantillon recouvert de peinture noire
- M.S.T. : matériau semi-transparent
- PEHD : polyéthylène haute densité

INTRODUCTION

En 1972, Schatz et Simmons [1] ont développé une technique de mesure de conductivité thermique des matériaux semi-transparents à haute température. Cette technique est basée sur l'analyse de la phase de la luminance d'un échantillon soumis à une excitation thermique périodique.

Plus récemment, Mattei et al. [2, 3, 4, 5] ont appliqué différentes techniques de traitement du signal à l'étude de l'émission infrarouge des matériaux opaques sous excitation périodique. Elles ont permis d'effectuer à température ambiante des mesures de luminance très précises et insensibles à l'environnement radiatif de l'échantillon.

L'objectif est maintenant d'appliquer ces techniques à l'étude de l'émission d'une lame semi-transparente non-diffusante afin de déterminer ses propriétés thermo-optiques, et en particulier son indice d'extinction. Ce travail, essentiellement expérimental, fait suite à une étude préliminaire purement numérique [6] et est destinée à vérifier la fiabilité des mesures et la faisabilité de la méthode.

I. COMPORTEMENT RADIATIF D'UNE LAME SEMI-TRANSPARENTÉ MODULÉE EN TEMPÉRATURE

On considère une lame semi-transparente non diffusante (d'indices n et χ), d'épaisseur d très supérieure à la longueur d'onde d'émission λ , optiquement

isotrope et homogène, placée sur un support opaque (figure 1).

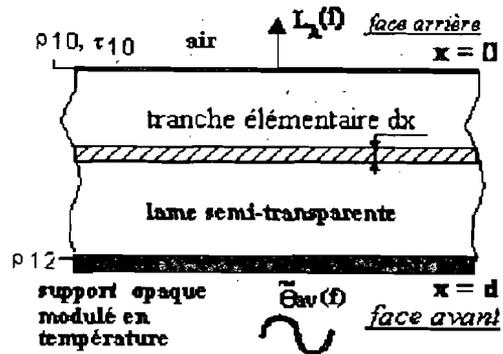


Fig. 1. Lame semi-transparente modulée en température

La lame étant semi-transparente, le flux émis provient aussi bien de la surface que des couches internes. Sa luminance dépend donc du profil de température à l'intérieur du matériau. Lorsque le support est soumis à une excitation sinusoïdale de température, de fréquence f, les températures internes à la lame sont modulées à la même fréquence. La lame peut être décomposée en tranches élémentaires. La température d'une tranche peut s'écrire comme une fonction du temps et de la profondeur x de la lame :

$$\theta(x, t) = \theta_{\text{moy}} + \Delta\theta(x) \cdot \sin[2 \cdot \pi \cdot f \cdot t + \varphi(x)] \quad (1)$$

Pour chaque profondeur, la composante fréquentielle en f de la température peut être décrite par un nombre complexe $\tilde{\theta}(x, f)$ de module $\Delta\theta(x)$ et de phase $\varphi(x)$. Cette température dépend de la fréquence de modulation f, de la profondeur x, de la diffusivité thermique α et des pertes convectives et radiatives en face arrière caractérisées par un nombre de Biot Bi.

Chaque tranche élémentaire émet un flux modulé synchrone avec sa température, et on appelle $d\tilde{L}_\lambda(x, f)$ sa contribution à la luminance monochromatique $\tilde{L}_\lambda(f)$ de la lame. Pour de faibles amplitudes de modulation, $d\tilde{L}_\lambda(x, f)$ est une fonction linéaire de la température. Sous incidence normale et en tenant compte des réflexions multiples au sein du matériau, la valeur instantanée de cette contribution peut être calculée à l'aide d'une méthode de tracé de rayon [7], ou à partir de l'équation de transfert radiatif. La quantité $d\tilde{L}_\lambda(x, f)$ s'exprime donc par

$$d\tilde{L}_\lambda(x, f) = \kappa \cdot A \cdot B(x) \cdot \tilde{L}_\lambda[\theta(x, f)] \cdot dx \quad (2)$$

avec $\kappa = \frac{4\pi\chi}{\lambda}$ $A = \frac{\tau_{10}}{1 - \rho_{10} \cdot \rho_{12} \cdot \exp(-2 \cdot \kappa \cdot d)}$

et $B(x) = \exp(-\kappa \cdot x) + \rho_{12} \cdot \exp(-\kappa \cdot (2 \cdot d - x))$

r_{10} et τ_{10} sont les facteurs de réflexion et de transmission à l'interface lame-air, et r_{12} est le facteur de réflexion à l'interface lame-support.

Aux températures proches de l'ambiance, les transferts thermiques radiatifs sont négligeables devant les transferts conductifs. Les températures $\tilde{\theta}(x, f)$ sont donc calculées à partir d'un modèle monodimensionnel purement conductif. La luminance monochromatique de la lame s'obtient en intégrant sur l'épaisseur d les luminances élémentaires, et en y ajoutant la contribution du support opaque de température $\tilde{\theta}_{av}(f)$, soit finalement :

$$\tilde{L}_\lambda(f) = (1 - \rho_{12}) A \cdot \exp(-\kappa \cdot d) \cdot \tilde{L}_\lambda(\tilde{\theta}_{av}(f)) + \int_0^d d\tilde{L}_\lambda(x, f) \cdot dx \quad (3)$$

D'après ce modèle, la luminance $\tilde{L}_\lambda(f)$ de la lame dépend, en particulier, de l'indice d'extinction χ du M.S.T. L'objet de l'étude qui suit est d'évaluer la faisabilité d'une technique originale de détermination de cet indice à partir de mesures de luminance en régime modulé. Cette évaluation passe par la vérification préliminaire de l'accord mesure - modèle. L'étude expérimentale consiste donc à mesurer, pour différentes fréquences de modulation, la luminance d'un M.S.T. de constantes optiques connues et à la comparer à la luminance calculée.

II. DISPOSITIF EXPÉRIMENTAL ET TRAITEMENT DES DONNÉES

Ce dispositif est destiné à mesurer la luminance et la température en face avant d'un échantillon semi-transparent et d'une référence opaque d'émissivité connue, pour différentes fréquences de modulation, autour de la température ambiante.

Le choix de l'excitation multifréquentielle se justifie par le fait qu'elle est plus rapide et permet de conserver les amplitudes relatives des différentes composantes mesurées.

Le nombre de composantes fréquentielles étudiées est limité d'une part par la puissance disponible, et d'autre part par l'amplitude de température admissible (10°C crête à crête maximum). La capacité thermique de la plaque avant des porte-échantillons est de l'ordre de 50 J.K⁻¹, et le flux thermique instantané maximum disponible de l'ordre de 20 W.

La température en face avant est modulée sous la forme d'une somme de 7 sinusoides dont les fréquences sont comprises entre 0,78 mHz et 50 mHz. Cette modulation est assurée par un bloc Peltier serré entre

une plaque avant métallique qui reçoit l'échantillon et un dissipateur thermique à ailettes. La fréquence et l'amplitude des différentes composantes de la tension électrique $v(t)$ qui alimente le bloc Peltier déterminent la forme de l'excitation thermique.

Cette tension est de la forme :

$$v(t) = V_{moy} + \sum_{i=1}^7 V_i \cdot \cos(2 \cdot \pi \cdot 2^{i-1} \cdot f_0 \cdot t) \quad (4)$$

Avec V_{moy} la valeur moyenne de la tension d'excitation et V_i l'amplitude de la tension pour la fréquence $f_i = 2^{i-1} \cdot f_0$.

Les valeurs de V_i ont été choisies de façon à conserver un rapport signal/bruit du même ordre de grandeur dans la gamme de fréquences étudiées.

La température $\theta_{av}(t)$ est mesurée par un thermocouple placé au milieu de la plaque qui supporte l'échantillon. L'amplitude crête à crête de température est de l'ordre de 10°C.

Un système de détection infrarouge (figure 2) mesure le flux monochromatique issu d'un échantillon.

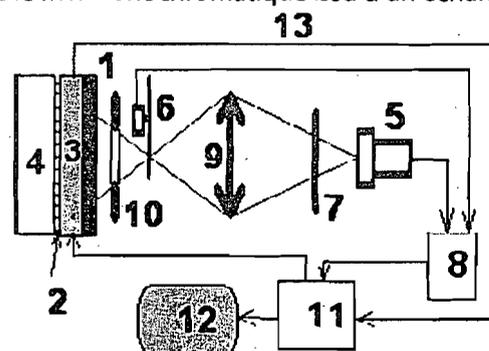


Fig. 2 : Système de détection infrarouge

1 : échantillon 2 : Peltier 3 : plaque avant 4 : dissipateur 5 : détecteur 6 : hacheur 7 : filtre 8 : voltmètre vectoriel 9 : lentille 10 : diaphragme 11 : système d'acquisition et de contrôle 12 : micro-ordinateur 13 : thermocouple.

Ce système est composé d'un détecteur infrarouge HgCdTe ($D^* = 2 \times 10^{10} \text{ cm} \cdot \text{Hz}^{1/2} \cdot \text{W}^{-1}$) associé à un hacheur mécanique fonctionnant à 2300 Hz, un filtre interférentiel passe-bande ($10,6 \mu\text{m} \pm 180 \text{ nm}$) et un voltmètre vectoriel. Une lentille de ZnSe et un diaphragme permettent de viser un disque de diamètre 36 mm sur l'échantillon (44 mm x 44 mm). Un système automatisé assure une quadruple fonction : commande analogique du chauffage des porte-échantillons, mesure de la température $\theta_{av}(t)$ des échantillons, mesure de la tension en sortie du voltmètre vectoriel et placement motorisé des différents échantillons devant le détecteur. Toutes les données sont échantillonnées à 0,4 Hz et transmises à un micro-ordinateur. La durée d'acquisition est de l'ordre de 85 mn par échantillon.

Le signal infrarouge $U(t)$ recueilli à l'extrémité de la chaîne de mesure est la somme de plusieurs composantes : 7 composantes significatives dont on cherche à déterminer l'amplitude et la phase, un bruit très basse fréquence dû aux variations lentes de température ambiante qui influent sur le flux réfléchi par l'échantillon ou émis par le hacheur, des fluctuations de courte durée (parasites électriques) et un bruit blanc constitué essentiellement du bruit de fond du détecteur. Les figures 3a et 3b présentent un signal infrarouge $U(t)$ typique et son spectre d'amplitude $|\tilde{U}(f)|$.

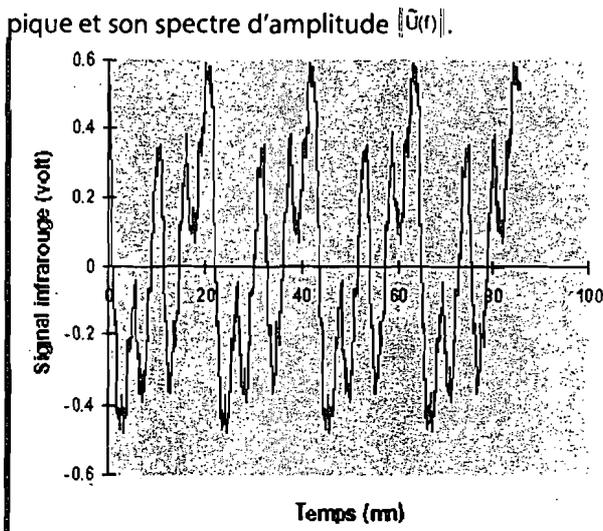


Fig. 3a. - Allure du signal infrarouge mesuré

Le traitement des données consiste d'abord à calculer la luminance du corps noir $L_{\lambda}^*(t)$ correspondant à la température mesurée $\theta_{av}(t)$ et à la bande de longueur d'onde $\Delta\lambda$ considérée. Après redressement des signaux $L_{\lambda}^*(t)$ et $U(t)$, leurs différentes composantes fréquentielles $\tilde{L}_{\lambda}^*(f)$ et $\tilde{U}(f)$ sont obtenues par transformation de Fourier. Pour chacune des 7 fréquences de modulation, la tension mesurée en sortie de la chaîne de mesure est de la forme suivante :

$$\tilde{U}(f_i) = \tilde{A}(f_i) \tilde{L}_{\lambda}^*(f_i) \quad (5)$$

où $\tilde{A}(f_i)$ représente la fonction de réponse en fréquence de la chaîne de mesure et $\tilde{L}_{\lambda}^*(f_i)$ la luminance complexe de la lame.

Enfin, on calcule les luminances réduites $\tilde{T}(f_i)$ que l'on définit par :

$$\tilde{T}(f_i) = \tilde{U}(f_i) / \tilde{L}_{\lambda}^*(f_i) \quad (6)$$

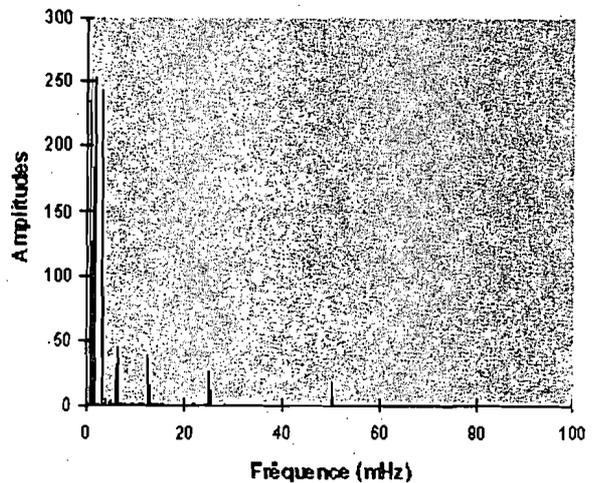


Fig. 3b. - Spectre d'amplitude du signal mesuré

III. RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX

3.1. Comparaison au modèle de luminance

Notre étude a porté sur des échantillons de polyéthylène haute densité (PEHD) d'épaisseurs 3 mm et 5 mm. Ces échantillons sont métallisés sur une face (par pulvérisation cathodique d'une couche d'or de 1 mm). La face métallisée est collée sur le porte-échantillon à l'aide d'une colle conductrice à l'argent. Pour chaque échantillon, 2 mesures de luminance réduite sont effectuées : l'une sur l'échantillon nu (indice : nu), l'autre sur l'échantillon recouvert d'une peinture noire (indice : pn) d'émissivité connue. En outre, chaque mesure sur un échantillon de PEHD s'accompagne d'une mesure de luminance réduite sur une surface de référence (indice : ref) constituée de cette même peinture noire ($\theta_{ref} = 0,97$) déposée directement sur la plaque métallique d'un porte-échantillon.

Dans le modèle de luminance décrit au paragraphe 1, interviennent la diffusivité thermique α et le nombre de Biot Bi . Ces deux paramètres n'ont pas à être connus *a priori* car ils peuvent être déduits des mesures de luminance réduite sur les échantillons recouverts de peinture noire et sur la référence. En effet, on montre [5] que l'amortissement de température entre les faces avant et arrière des échantillons de PEHD recouverts de peinture noire est donné par une fonction de transfert définie par :

$$\tilde{H}(f_i) = \frac{\tilde{\theta}_o(f_i)}{\tilde{\theta}_s(f_i)} = \frac{\tilde{T}_p(f_i)}{\tilde{T}_{ref}(f_i)} \quad (7)$$

Par identification au modèle conductif, on détermine les valeurs des paramètres α et Bi . Les valeurs trouvées sont en accord avec la littérature [8]. La figure

4 présente l'amortissement de température pour les deux épaisseurs étudiées (PEHD, épaisseurs 3 mm et 5 mm).

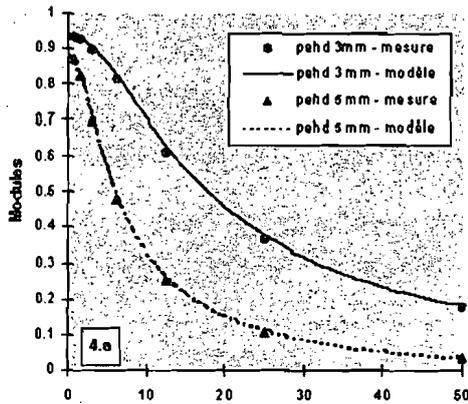


Fig. 4a. - Modules de l'amortissement de température en fonction de la fréquence de modulation

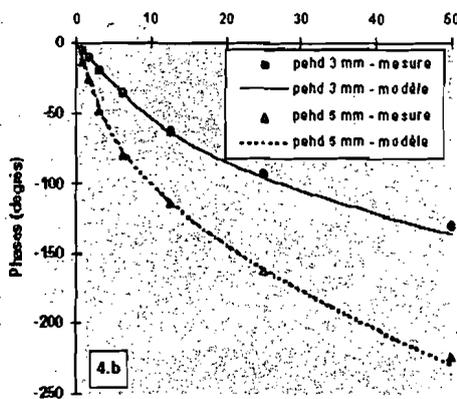


Fig. 4b. - Phases de l'amortissement de température en fonction de la fréquence de modulation

L'amortissement augmente avec la fréquence de modulation et l'épaisseur de l'échantillon. ($\alpha = 0.25 \cdot 10^6 \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$; $Bi = 0.065$ pour le PEHD 3 mm, $Bi = 0.141$ pour le PEHD 5 mm).

Cet amortissement augmente avec la fréquence de modulation et l'épaisseur de l'échantillon. Il s'accompagne d'un déphasage pouvant atteindre 230° pour une période de modulation de 20 secondes, la température de la face arrière étant en retard par rapport à celle de la face avant. Aux très basses fréquences, le module de l'amortissement tend vers une valeur inférieure à 1, ce qui est dû aux pertes convecto-radiatives en face arrière.

Dans le modèle de luminance, interviennent également les constantes optiques de l'air, du support d'or et de l'échantillon. Celles des deux premiers milieux,

ainsi que l'indice de réfraction n du PEHD, sont donnés par la littérature. En revanche, les indices d'extinction χ des deux échantillons étudiés ont été déterminés à partir de mesures en transmission classiques. Afin de permettre la comparaison mesure-modèle, on introduit la notion d'émissivité apparente complexe $\tilde{\epsilon}_c$ d'une lame semi-transparente modulée en température. On la définit comme étant le rapport entre sa luminance et celle d'un corps noir à la température de surface de la lame. A partir du modèle de luminance, elle s'écrit d'après l'équation (3) :

$$\tilde{\epsilon}(f) = \frac{\tilde{L}_c(f)}{\tilde{L}_c(\theta_{ar}(f))} \quad (8)$$

A partir des mesures de luminances réduites, elle s'écrit pour chaque fréquence f :

$$\tilde{\epsilon}_{\lambda, \lambda'}(f_i) = \frac{\tilde{I}_a(f_i)}{\tilde{I}_p(f_i)} \cdot \epsilon_{ref} \quad (9)$$

La figure 5 présente les courbes d'émissivités apparentes complexes calculées (équation 8) et mesurées (équation 9) en fonction de la fréquence de modulation en température, pour les deux échantillons étudiés.

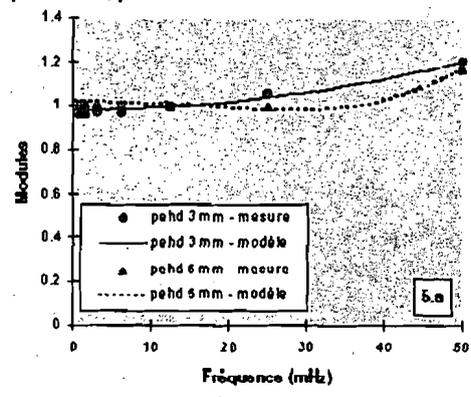


Fig. 5a. - Modules de l'émissivité apparente des échantillons nus en fonction de la fréquence de modulation

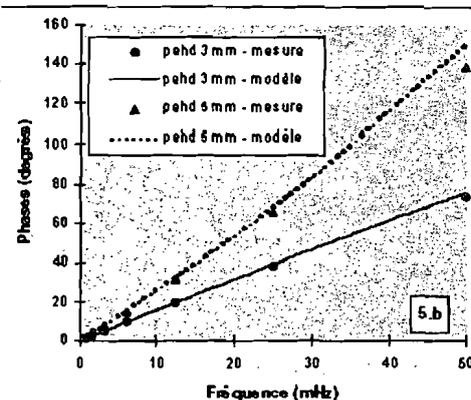


Fig. 5b. - Phases de l'émissivité apparente des échantillons nus en fonction de la fréquence de modulation

La phase de l'émissivité augmente fortement avec la fréquence de modulation. Le module en dépend peu. ($\chi = 4.9 \cdot 10^4$, $Bi = 0.065$ pour le PEHD 3 mm ; $\chi = 5.5 \cdot 10^4$, $Bi = 0.141$ pour le PEHD 5 mm ; $\alpha = 0.25 \cdot 10^6 \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$; $n = 1,3$).

Ces courbes montrent clairement que les mesures sont en accord avec le modèle, aussi bien en module qu'en phase.

L'émissivité apparente complexe d'une lame semi-transparente modulée en température n'est pas une propriété intrinsèque du matériau puisqu'elle dépend en particulier de la fréquence de l'excitation thermique à laquelle elle est soumise. Cette grandeur n'a donc été introduite ici que pour permettre la comparaison des mesures au modèle. Néanmoins les courbes de la figure 5 appellent quelques remarques.

⇒ Du fait de la définition adoptée pour l'émissivité, son module peut être supérieur à 1 puisque l'amplitude de modulation en température des couches internes à la lame est toujours supérieure à celle de la surface, et cet effet est d'autant plus marqué que la fréquence de modulation est élevée. Pour de faibles fréquences, les gradients thermiques instantanés sont faibles et le module de l'émissivité se rapproche de 1. Du fait des pertes thermiques en face arrière, les gradients thermiques instantanés au sein de la lame ne s'annulent toutefois jamais complètement lorsque la fréquence tend vers zéro, c'est pourquoi le module de l'émissivité peut rester légèrement supérieur à l'unité.

⇒ Les courbes de phase traduisent le fait que la luminance de la lame est en avance par rapport à la température de surface. En effet, plus la fréquence de modulation augmente, plus les températures internes sont en avance par rapport à la température de surface. Lorsque la fréquence de modulation tend vers zéro, les différentes couches internes tendent à être en phase et l'argument de l'émissivité tend vers zéro.

CONCLUSION

La technique radiométrique en régime périodique a permis de mesurer l'émissivité apparente complexe de lames semi-transparentes de polyéthylène à tem-

pérature ambiante. Cette technique qui s'apparente à une détection synchrone permet en effet de mesurer de très faibles variations de flux infrarouge. Les luminances mesurées sont en accord, en amplitude et en phase, avec le modèle utilisé. Cette technique peut donc devenir un nouvel outil de détermination des paramètres thermiques et optiques des M.S.T.

BIBLIOGRAPHIE

- 1- **SCHATZ, J. F. & SIMMONS G., 1972.** – Method of Simultaneous Measurement of Radiative and Lattice Thermal Conductivity. – In : « J. Appl. Phys. », Vol. 43, No. 6.
- 2- **MATTEI, S., ESPECEL, D., 1991.** – Mesure de l'émissivité des matériaux opaques aux températures proches de l'ambiance. – In : « Colloque de Thermique, SFT, Belfort », Vol. 2, pp. 79-82.
- 3- **ESPECEL, D., MATTEI, S., 1992.** – Measurement of the total Emissivity of Gold and Aluminium Samples at room Temperature. – In : « 1st European Conference On Thermal Sciences, Birmingham », Vol. 1, pp. 709-715.
- 4- **MATTEI, S., ESPECEL, D., N'GUESSAN, Y., 1994.** – Une méthode de mesure de l'émissivité thermique des matériaux opaques à la température ambiante. – In : « RGT n° 388 », pp. 258-264.
- 5- **SIROUX, M., ESPECEL, D., MATTEI, S., 1994.** – Détermination de l'émissivité et de la diffusivité d'échantillons thermiquement épais à température ambiante par une méthode radiométrique en régime modulé. – In : « Journée SFT ».
- 6- **N'GUESSAN, Y., MATTEI, S., ESPECEL, D., GEHIN, E., 1993.** – Vers une caractérisation radiative des matériaux semi-transparentes à la température ambiante. – In : « Colloque interuniversitaire Franco-Québécois, TOULOUSE », pp. 227-232.
- 7- **GEHIN, E., 1991.** – Etude des propriétés d'émission de couches planes semi-transparentes dans l'infrarouge. – In : « Thèse de Doctorat de l'Université Paris VI ».
- 8- **GOODFELLOW** : Document du fournisseur.

