

## Caractérisation thermophysique de revêtements par méthode photothermique impulsionnelle en face avant

O. Faugeroux<sup>a,b,\*</sup>, B. Claudet<sup>a</sup>, S. Bénet<sup>a</sup>, J.J. Serra<sup>c</sup>, D. Boisson<sup>b</sup>

<sup>a</sup> LP2A, Université de Perpignan, 52, avenue Paul Alduy, 66860 Perpignan cedex, France

<sup>b</sup> Giat Industries, DSAM/DT/BIA/BIU, 7, route de Guerry, 18023 Bourges cedex, France

<sup>c</sup> DGA/CTA/LOT/GHF, BP6 Odeillo, 66125 Font Romeu, France

Reçu le 27 juin 2002 ; accepté le 12 septembre 2003

### Résumé

Un matériau destiné à subir de fortes contraintes thermomécaniques peut être protégé d'une usure précoce par un revêtement déposé par voie électrolytique. Nous nous proposons dans cet article de caractériser ce type de revêtement par une méthode de contrôle non-destructif : la méthode flash en face avant. Après résolution d'un problème inverse de transferts thermiques, nous obtenons les valeurs des diffusivités et des effusivités du dépôt, qui serviront à estimer l'efficacité de sa protection. Ces valeurs seront aussi utilisées comme données d'entrées de codes de calculs thermomécaniques. Les paramètres sont identifiés par une méthode itérative de minimisation des écarts quadratiques entre les mesures et les valeurs calculées par un modèle, la méthode de Box–Kanemasu modifiée par Bard. Plusieurs modèles sont développés et comparés afin d'estimer leurs performances. Cette comparaison permet de mettre en œuvre une procédure de régularisation du problème inverse par réduction du nombre de paramètres. Une étude de sensibilité exhaustive permet de concevoir de façon optimale le mode opératoire expérimental. Une estimation de la résistance thermique de contact entre le dépôt et son substrat menée à partir de mesures obtenues sur deux échantillons différents de chrome électrolytique sur substrat d'acier permettent de mettre en évidence une évolution des propriétés de la couche protectrice et de la qualité de l'interface.

© 2003 Elsevier SAS. Tous droits réservés.

*Mots-clés* : CND ; Méthode flash face avant ; Modélisation ; Méthode inverse ; Identification de paramètres ; Conception optimale

### 1. Introduction

A l'intérieur des tubes d'armes est fréquemment déposée une couche de chrome électrolytique destinée à protéger l'acier de l'usure causée par la succession des tirs (cyclage en température et pression, frottement de l'obus, exposition à des gaz corrosifs). Cette couche de protection subit un vieillissement qui affecte ses propriétés thermophysiques.

A l'aide d'une méthode photothermique impulsionnelle en face avant, nous cherchons à identifier l'effusivité, la diffusivité du dépôt de chrome ainsi que la résistance thermique de contact entre ce dernier et son substrat. Ces trois grandeurs seront utilisées dans des codes de calculs thermomécaniques et aideront ainsi à une meilleure détermination des champs de contraintes dans le tube. Le procédé expérimental consiste à chauffer localement l'échantillon à ca-

ractériser à l'aide d'un rayonnement laser puis d'en enregistrer le refroidissement. Cette décroissance de température dépend non seulement des propriétés thermophysiques des différentes couches de l'échantillon mais aussi de la résistance de contact pouvant exister entre elles. Dans un premier temps, la résolution du problème inverse de conception optimale d'expérience par la maximisation du déterminant de la matrice d'approximation du Hessien permet de sélectionner la plage temporelle d'exploitation des mesures la plus intéressante pour l'estimation des trois paramètres recherchés. Nous résolvons ensuite le problème inverse d'estimation de ces paramètres, en minimisant la somme des écarts quadratiques entre des mesures issues de l'expérience flash et des valeurs théoriques fournies par un modèle par une méthode itérative, la méthode de Box–Kanemasu modifiée par Bard. Différentes expressions de la température surfacique de l'échantillon sont proposées suivant les différentes hypothèses admises. Ces modèles sont testés et permettent de mettre en œuvre une régularisation du problème inverse par troncature. Puis nous présentons des résultats d'identifica-

\* Auteur correspondant.

Adresse e-mail : [faugerou@univ-perp.fr](mailto:faugerou@univ-perp.fr) (O. Faugeroux).

### Nomenclature

$a$	diffusivité..... $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$	$R_m$	rayon du faisceau de mesure..... m
$b$	effusivité..... $\text{J} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{s}^{-1/2}$	$S(\beta)$	critère
$b_i$	paramètre estimé	$T(t)$	température..... K
$c_p$	capacité calorifique..... $\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$	$X_i(\beta, t)$	coefficient de sensibilité
$e_d$	épaisseur du dépôt..... m	$Z_i(\beta, t)$	coefficient de sensibilité réduit
$e_i$	composante de l'erreur ( $1 \leq i \leq 6$ )	$\beta_i$	paramètre à estimer
$e_s$	épaisseur du substrat..... m	$\Delta b_{\text{GN}}$	pas de Gauss–Newton
$f(r)$	profil radial de l'excitation	$\Delta b_{\text{BK}}$	pas de Box–Kanemasu
$k$	conductivité thermique..... $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$	$\Delta b_{\text{BKm}}$	pas de Box–Kanemasu modifié
$p$	variable de Laplace	$\eta(t)$	signal mesuré
$r$	position	$\phi$	flux
$s$	variable de Hankel	$\varphi$	flux (espace de Laplace)
$t$	temps..... s	$\rho$	masse volumique..... $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$
$F(s)$	Transformé de Hankel de $f(r)$	$\sigma$	écart-type
$M^*$	mesure expérimentale	<i>Grandeurs matricielles ou vectorielles (en gras)</i>	
$M(b)$	valeur du modèle	$\beta$	vecteur paramètre
$Q$	quantité d'énergie..... J	$X$	matrice de sensibilité
$R_c$	résistance thermique de contact.... $\text{W}^{-1} \cdot \text{K} \cdot \text{m}^2$	$Z$	matrice de sensibilité réduite
$R_e$	rayon du faisceau d'excitation..... m		

tions faites sur des mesures obtenues à partir de trois échantillons différents de dépôt de chrome électrolytique sur substrat d'acier [1].

## 2. Les méthodes utilisées

Cette partie, destinée à bien fixer les idées, est consacrée à un rappel concernant la méthode flash ainsi qu'au principe de résolution d'un problème inverse.

### 2.1. Principe de la méthode « Flash »

L'expérience consiste à éclairer, uniformément et pendant une durée très courte, à l'aide d'une source excitatrice [2], dans notre cas un laser, un petit élément de surface de l'échantillon à caractériser (voir Fig. 1). L'élément voit

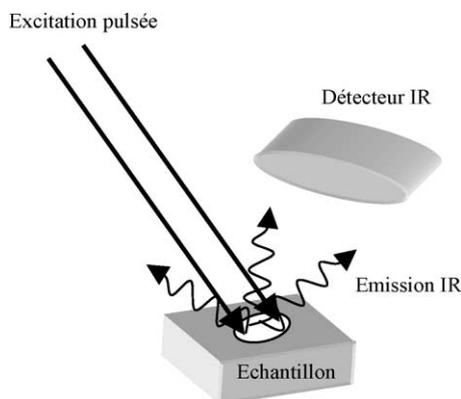


Fig. 1. Principe de la méthode Flash.

alors sa température augmenter pour ensuite rapidement décroître. Cette variation de température surfacique induit une émission infrarouge caractéristique qui est mesurée par un détecteur infrarouge. Nous enregistrons le signal délivré par le détecteur. Dans les conditions des petits échauffements, que nous nous efforcerons de respecter, le signal mesuré  $\eta(t)$  est proportionnel à l'élévation de température de la surface  $\Delta T(t)$  [3]

$$\eta(t) = K \cdot \Delta T(t) \quad (1)$$

$\Delta T(t)$  étant elle-même fonction des propriétés de l'échantillon à caractériser, comme la conductivité thermique, la masse volumique ou la capacité calorifique, on peut écrire :

$$\Delta T(t) = F(k, \rho, c_p, \dots) \quad (2)$$

La modélisation permettra de réécrire l'observable  $F$ . Par la résolution du problème inverse associé, nous pourrions identifier les propriétés thermiques de l'échantillon.

### 2.2. Principe de résolution du problème inverse

En calculant un critère, nous allons comparer les mesures obtenues expérimentalement et les valeurs obtenues par un modèle auquel on a attribué un jeu de paramètres initiaux (Fig. 2). Notre but est de minimiser ce critère. Cette minimisation nous permet de recalculer un nouveau jeu de paramètres que l'on réinjectera dans le modèle afin de recalculer un nouveau critère et ainsi de suite [4]. Nous pouvons considérer que les valeurs des paramètres sont les valeurs à identifier lorsque le critère atteint une valeur critique.

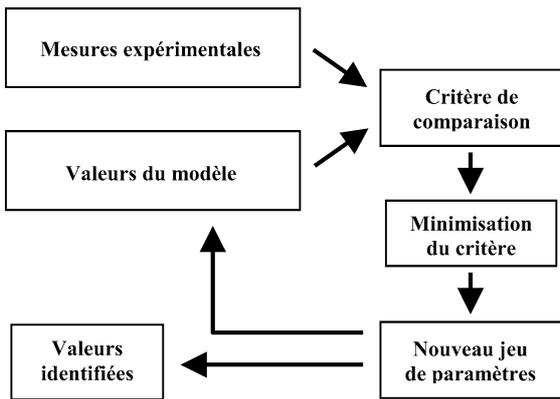


Fig. 2. La résolution du problème inverse.

### 3. L'estimation de paramètres

Cette partie traite de la méthode d'estimation de paramètres que nous avons utilisée. Puis, nous nous intéressons à la conception optimale de notre expérience.

#### 3.1. La méthode d'estimation

En comparant les mesures à un modèle adapté fonction de paramètres ajustables, il est possible de calculer un critère. Ce critère peut être minimisé en corrigeant pas à pas les paramètres. Lorsque le critère atteint une valeur limite pour laquelle les valeurs des paramètres n'évoluent plus, l'algorithme d'estimation est stoppé. On obtient ainsi les valeurs estimées ( $\mathbf{b}$ ) des paramètres que l'on cherche ( $\boldsymbol{\beta}$ ). Il s'agit alors de calculer la précision de ces résultats. Ce paragraphe décrit d'abord le critère choisi, puis la méthode utilisée pour le minimiser et enfin la manière de calculer les incertitudes de nos résultats.

##### 3.1.1. Le critère ou fonction coût

Nous utilisons le critère, très classique, des moindres carrés ordinaires. En effet, nous ne supposons aucune hypothèse a priori concernant le bruit de mesure ou les paramètres recherchés [4]. Ce critère consiste à calculer l'écart relatif qui existe entre des mesures expérimentales ( $\mathbf{M}^*$ ) et un modèle ( $\mathbf{M}$ ). On note  $S$  le critère :

$$S(\boldsymbol{\beta}) = \sum_{i=1}^n [M_i^* - M(\boldsymbol{\beta})]^2 \quad (3)$$

qui s'écrit sous forme matricielle :

$$S(\boldsymbol{\beta}) = (\mathbf{M}^* - \mathbf{M}(\boldsymbol{\beta}))^T (\mathbf{M}^* - \mathbf{M}(\boldsymbol{\beta})) \quad (4)$$

Le critère, ou fonction coût, est donc une fonction scalaire des paramètres  $\beta_j$ . Chercher la meilleure estimation  $\mathbf{b}_{\text{opt}}$  du vecteur paramètre  $\boldsymbol{\beta}$  revient alors à chercher un extremum (minimum) de la fonction  $S$ .

##### 3.1.2. Les coefficients de sensibilité

Le coefficient de sensibilité  $X_j$  de  $\eta$  au temps  $t_i$  par rapport au paramètre  $\beta_j$  est défini par la relation :

$$X_j(\boldsymbol{\beta}, t_i) = \left. \frac{\partial \eta(\boldsymbol{\beta}, t)}{\partial \beta_j} \right|_{t_i, \beta_k \neq j} \quad (5)$$

Il représente l'influence d'un paramètre  $\beta_j$  seul sur l'observable  $\eta(\boldsymbol{\beta}, t)$ . Cependant, ces coefficients s'expriment dans des unités souvent différentes et leur comparaison est délicate voire impossible. Il est donc recommandé de travailler avec les coefficients de sensibilité réduits. Ils sont définis par la relation (6) et indiquent la variation absolue de l'observable liée à une variation relative d'un paramètre  $\beta_j$ .

$$Z_j(\boldsymbol{\beta}, t_i) = \beta_j X_j(\boldsymbol{\beta}, t_i) \quad (6)$$

L'identification simultanée de plusieurs paramètres est possible si les différents  $Z_j(\boldsymbol{\beta}, t)$  sont décorrélés au cours du temps et présentent des niveaux relatifs suffisants c'est à dire au moins 1% de l'observable [5]. Plus ce niveau sera élevé, plus l'identification est facile et précise.

##### 3.1.3. La méthode de minimisation du critère

Nous venons de définir un critère que nous devons minimiser. Le choix de la méthode de minimisation dépend de la linéarité du modèle par rapport aux paramètres. Si le modèle est linéaire, les coefficients de sensibilité sont indépendants des paramètres. Ce n'est pas tout à fait vrai dans notre cas. Nous utilisons donc des méthodes adaptées. Nous avons choisi des méthodes appartenant à la classe des méthodes du gradient : la méthode de Gauss-Newton, la méthode de Box-Kanemasu et la méthode de Box-Kanemasu modifiée [4]. Ce sont des méthodes qui permettent une optimisation du pas de descente lorsque l'on s'approche de la solution. Le schéma général de l'algorithme de minimisation est présenté par la Fig. 2. En calculant une première fois les valeurs du modèle à l'aide d'un jeu de paramètres initiaux (nous expliquerons plus loin comment choisir les valeurs initiales), on peut calculer la première valeur du critère avec l'expression (4). Si la condition test basée sur la variation relative de chaque paramètre n'est pas remplie (voir : le critère d'arrêt des itérations), l'algorithme calcule ensuite les corrections à apporter aux paramètres pour faire diminuer  $S(\boldsymbol{\beta})$  à l'itération suivante. Le nouveau jeu de paramètres est ainsi réinjecté dans le modèle pour commencer l'itération suivante. On peut écrire la relation de récurrence suivante entre un paramètre à l'itération  $k + 1$  et sa valeur à l'itération  $k$  :

$$b_i^{(k+1)} = b_i^{(k)} + \Delta b_i^{(k)} \quad (7)$$

On appelle  $\Delta b_i^{(k)}$  le pas correctif à l'itération  $k$  de la  $i$ ème composante du vecteur  $\mathbf{b}$  (paramètre  $b_i$ ).

**3.1.3.1. Le critère d'arrêt des itérations.** Ce critère, proposé par Beck [4], est donné par l'expression (8). S'il est respecté, cela signifie que le paramètre  $b_i$  a été corrigé d'une valeur négligeable d'une itération à la suivante.

$$\frac{|b_i^{(k+1)} - b_i^{(k)}|}{|b_i^{(k)}| + \delta_1} < \delta \quad \text{avec } \delta_1 = 10^{-10} \text{ et } \delta = 10^{-4} \quad (8)$$

3.1.3.2. *La méthode de Gauss–Newton.* La méthode de minimisation de Gauss–Newton est une des plus simples et des plus efficaces des méthodes de minimisation. Cependant, son efficacité est liée au conditionnement du problème que l’on veut traiter. Les cas les plus délicats ne pourront pas être traités de cette façon, on se tournera alors vers des méthodes de Gauss–Newton modifiées (voir paragraphe suivant). Le pas de Gauss–Newton  $\Delta b_{GN}^{(k)}$  est donné par l’expression suivante :

$$\Delta b_{GN}^{(k)} = [X^{T(k)} X^{(k)}]^{-1} [X^{T(k)} (M^* - M(b^{(k)}))] \quad (9)$$

On remarque dans cette expression la présence de la matrice de sensibilité. Il s’agit plus exactement de l’expression de l’approximation de la matrice du Hessian  $X^T X$ . On remarque aussi que pour calculer la valeur des paramètres à l’itération suivante, il est nécessaire d’inverser cette matrice. Son conditionnement devra donc être étudié et optimisé.

3.1.3.3. *La méthode de Box–Kanemasu.* La méthode de minimisation de Box–Kanemasu est une modification de la méthode de Gauss–Newton. Elle permet de traiter des cas où la méthode de Gauss–Newton ne converge pas. En effet, comme la méthode de Gauss–Newton repose sur une approximation de linéarité du modèle par rapport aux paramètres, il peut arriver que l’on rencontre des cas où cette approximation n’est absolument pas vérifiée. Les corrections se mettent alors à osciller avec des amplitudes de plus en plus importantes pour finalement ne jamais converger. L’inconvénient de cette seconde méthode est qu’elle ne contient pas de test permettant de vérifier si le critère diminue d’une itération à l’autre. Le pas de Box–Kanemasu  $\Delta b_{BK}^{(k)}$  est donné par l’expression suivante :

$$\Delta b_{BK}^{(k)} = h_{BK} \cdot \Delta b_{GN}^{(k)} \quad (10)$$

Il s’agit simplement d’affecter un coefficient  $h_{BK}$  au pas de Gauss–Newton. Le coefficient  $h_{BK}$  est calculé suivant le logigramme de la Fig. 3. Le coefficient  $g^{(k)}$ , calculé à chaque itération, est donné par la relation (11) où  $A$  est une constante valant 1,1.

$$g^{(k)} = [\Delta b_{GN}^{(k)}]^{-1} \cdot [X^{(k)T} X^{(k)}] \cdot [\Delta b_{GN}^{(k)}]^{-1} \quad (11)$$

3.1.3.4. *La méthode de Box–Kanemasu modifiée.* Bard [4] a proposé une modification de la méthode de Box–Kanemasu. Il s’assure ainsi que le critère diminue d’une itération à l’autre. Il s’agit de calculer différemment le coefficient  $h$ . On a alors :

$$\Delta b_{BKm}^{(k)} = h_{BKm} \cdot \Delta b_{GN}^{(k)} \quad (12)$$

Le coefficient  $h_{BKm}$  est calculé suivant le logigramme de la Fig. 4. C’est cette méthode de minimisation qui est utilisée dans la plupart des estimations. En effet, comme nous le verrons dans le paragraphe 5, les problèmes sont assez mal conditionnés.

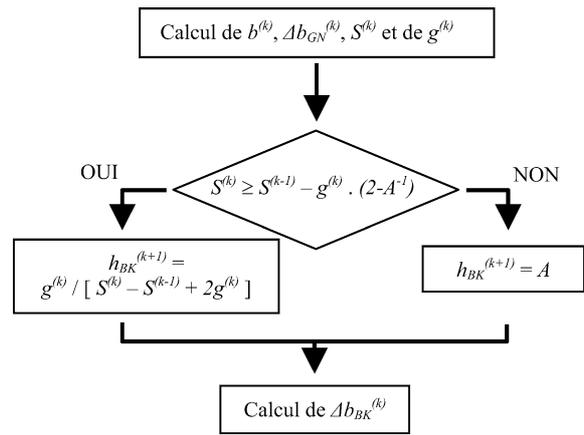


Fig. 3. Calcul du pas de Box–Kanemasu.

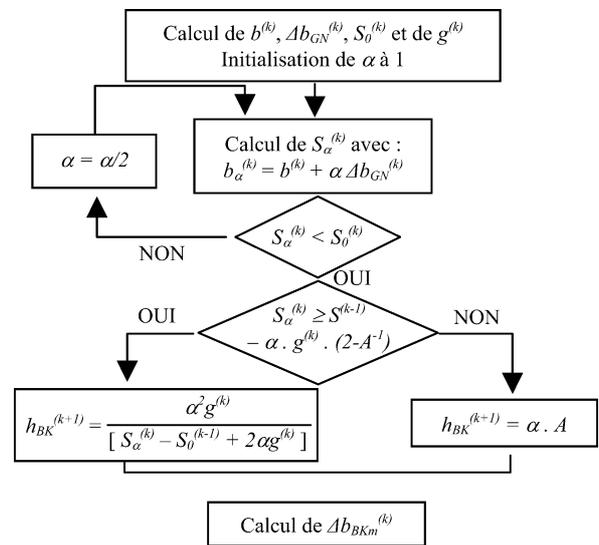


Fig. 4. Calcul du pas de Box–Kanemasu modifié.

### 3.2. La précision des résultats

Lorsque l’on procède à l’estimation d’un paramètre  $\beta_i$ , il est important de connaître le niveau de confiance que l’on peut accorder à l’estimation  $b_i$ . Dans ce paragraphe nous allons nous efforcer de calculer l’incertitude (absolue ou relative) d’un résultat obtenu.

#### 3.2.1. Les différents types d’erreurs

L’expérience effectuée et l’estimation terminée, nous disposons donc d’une valeur estimée  $b$  de la valeur exacte  $\beta$ . On peut alors définir l’erreur d’estimation  $e_b$  par l’expression [6] :

$$e_b = b - \beta \quad (13)$$

Si l’on réalise un certain nombre  $n$  d’expériences identiques et que l’on procède à une estimation par expérience, on obtient alors  $n$  estimations des paramètres que l’on cherche. Les  $n$  estimations  $b$  peuvent être considérées comme des variables aléatoires et il est ainsi possible d’en

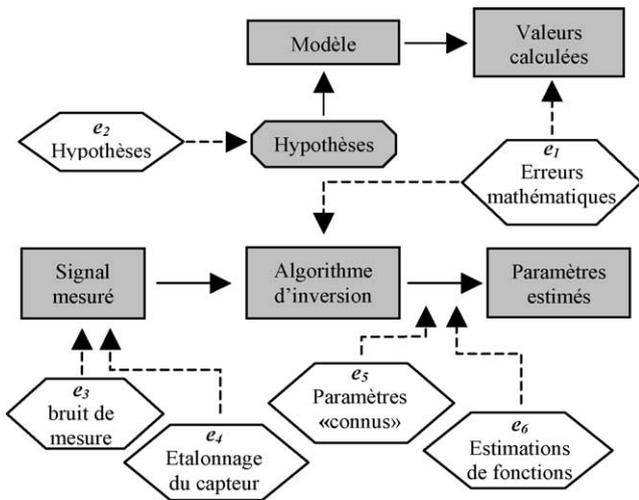


Fig. 5. Les différents types d'erreurs.

donner des caractéristiques statistiques. Nous allons donc nous attacher à cet aspect statistique des estimations. Il est possible de décomposer l'erreur d'estimation en somme de plusieurs erreurs [6]. La Fig. 5 présente la terminologie et les composantes de l'erreur  $e_b$  d'estimation. On peut alors écrire :

$$e_b = e_1 + e_2 + e_3 + e_4 + e_5 + e_6 \quad (14)$$

Cette hypothèse, volontairement réductrice, ne prend pas en compte les effets couplés de deux sources d'erreurs. L'erreur mathématique  $e_1$ , ou erreur de résolution du problème direct, est directement liée à la méthode utilisée pour résoudre le problème direct (séparation des variables, différences finies, ...). Elle est également liée aux approximations faites par l'ordinateur. Le résultat des calculs sera toujours une solution approchée de la solution exacte. Les erreurs d'hypothèses (composante  $e_2$ ) mettent en jeu les influences sur un résultat que peuvent avoir des hypothèses supposées a priori et non respectées expérimentalement, ou qui dans un cas particulier n'ont pas été vérifiées ou bien encore que l'on ne connaît pas. Ces hypothèses peuvent avoir un effet non négligeable sur les résultats de l'estimation. Il s'agit donc d'être le plus rigoureux possible dans la modélisation et surtout l'expérimentation. Dans l'erreur due au bruit de mesure, notée  $e_3$ , on inclut les erreurs dues au dispositif de mesure. Ce dispositif génère un bruit, souvent additif et aléatoire par nature. Ainsi, il devient plus difficile d'être sûr de l'unicité du problème. Cette composante requiert une attention particulière ; le paragraphe 3.2.2 lui est consacré. Dans notre expérience, nous avons un détecteur infrarouge qui convertit un signal optique en signal électrique. Cette conversion peut induire des problèmes. C'est la composante  $e_4$  de l'erreur d'estimation. Afin de réduire cette source d'erreur, il suffit simplement de s'assurer du bon fonctionnement des différents appareils. Ceci vérifié, cette composante devient quasi-nulle. L'erreur due aux paramètres supposés connus est une erreur induite par l'expérimentateur-inverseur lui-même. Dans son problème, il peut être amené pour calcu-

ler les résultats à utiliser des grandeurs qu'il n'estime pas lui-même (et c'est souvent, voire toujours le cas). Ces grandeurs sont donc mesurées ou calculées séparément de l'expérience que l'on réalise. Elles ont donc une incertitude ou une précision qui leur est propre. C'est l'influence de la bonne ou mauvaise connaissance de ces grandeurs qui est caractérisée par la composante  $e_5$ . Le paragraphe 3.2.3 traite plus particulièrement de la composante  $e_5$ . La composante  $e_6$  est présente uniquement dans les cas où l'on cherche à estimer des fonctions. C'est une erreur déterministe qui est produite par des méthodes inverses particulières comme les filtrages numériques ou les temps futurs de Beck.

### 3.2.2. Erreur due aux bruits de mesures

Nous allons supposer que le bruit de mesure est une variable aléatoire qui est :

- additive,
- de moyenne nulle,
- d'écart type constant,
- non corrélée.

On peut montrer que l'estimateur des moindres carrés est l'estimateur qui minimise la variance de l'erreur due au bruit de mesure. C'est à dire que l'estimée  $\mathbf{b}$  minimise la somme quadratique  $S(\mathbf{b})$  des écarts entre les mesures et le modèle direct que l'on peut écrire, dans le cas d'un modèle linéaire :

$$S(\mathbf{b}) = (\mathbf{M}^* - \mathbf{X}\mathbf{b})^T \cdot (\mathbf{M}^* - \mathbf{X}\mathbf{b}) \quad (15)$$

La solution s'écrit alors :

$$\mathbf{b} = (\mathbf{X}^T \mathbf{X})^{-1} \mathbf{X}^T \mathbf{M}^* \quad (16)$$

Il vient alors l'expression de la matrice de covariance de  $\mathbf{b}$  :

$$\mathbf{Cov}(\mathbf{b}) = \mathbf{Cov}(e_3) = \sigma^2 (\mathbf{X}^T \mathbf{X})^{-1} \quad (17)$$

$\sigma$  étant l'écart type du bruit de mesure, et :

$$\mathbf{Cov}(\mathbf{b}) = \begin{bmatrix} \sigma_1^2 & \text{cov}(b_1, b_2) & \text{cov}(b_1, b_3) \\ \text{cov}(b_2, b_1) & \sigma_2^2 & \text{cov}(b_2, b_3) \\ \text{cov}(b_3, b_1) & \text{cov}(b_3, b_2) & \sigma_3^2 \end{bmatrix}$$

L'équation (17) montre que l'inverse de  $\mathbf{X}^T \mathbf{X}$  a un rôle d'amplificateur du bruit de mesure. L'inverse d'une matrice étant proportionnel à l'inverse du déterminant de la matrice, on comprend bien que maximiser le déterminant de  $\mathbf{X}^T \mathbf{X}$  (voir paragraphe 3.3) revient à minimiser l'écart type de chaque estimation ( $\sigma_i$ ). Cependant, on ne dispose pas toujours des caractéristiques statistiques du bruit de mesure pour pouvoir calculer les éléments de la matrice de covariance. Grâce à la valeur du critère calculée en fin d'identification, on peut obtenir une estimation  $\sigma_{\text{est}}^2$  de  $\sigma^2$ . On a, dans le cas d'un bruit de mesure à variance constante :

$$\sigma_{\text{est}}^2 = \frac{S_{\text{fin}}(\mathbf{b})}{n - p} \quad (18)$$

Tableau 1  
Les valeurs de  $K_{\text{conf}}$

Nombre de paramètres	Confiance	
	90 %	95 %
1	1,645	1,960
2	2,146	2,447
3	2,500	2,795
4	2,789	3,080

avec  $S_{\text{fin}}(\mathbf{b})$  : la valeur finale du critère,  $n$  : le nombre de points ayant servi à l'estimation,  $p$  : le nombre de paramètres estimés. Ainsi, on peut écrire :

$$\sigma_{i(3)} = \sigma_{\text{est}}^2 [(\mathbf{X}^T \mathbf{X})^{-1/2}]_{ii} \quad (19)$$

où  $[\mathbf{Mat}]_{ii}$  représente la composante de la  $i$ ème ligne et  $i$ ème colonne de la matrice  $\mathbf{Mat}$ ,  $\sigma_{i(3)}$  est l'écart type de l'erreur due au bruit sur la  $i$ ème composante du vecteur paramètre.

Cherchons maintenant à associer à chaque résultat un niveau de confiance. Une manière pratique est de définir des intervalles de confiance à  $x$  % : c'est à dire que l'on pourra être sûr à  $x$  % que le résultat est dans cet intervalle. La demi-largeur de l'intervalle est proportionnelle à la variance de la meilleure estimation  $b_{\text{meil}}$ , on peut alors écrire [4] :

$$b_{\text{meil}} = b \pm K_{\text{conf}} \cdot \sigma_b \quad (20)$$

où  $K_{\text{conf}}$  est une constante qui dépend du niveau de confiance que l'on a choisi.

Dans le Tableau 1, on peut trouver les valeurs de  $K_{\text{conf}}$  en fonction du nombre de paramètres que l'on estime et du niveau de confiance que l'on a choisi [4]. Habituellement, on prend 95 %. Ainsi, dans le cas d'un bruit normal, si l'on cherche à estimer trois paramètres et que l'on veut être sûr à 95 % du résultat, on peut écrire :

$$b_{i\text{meil}} - 2,795\sigma_b < \beta_i < b_{i\text{meil}} + 2,795\sigma_b, \quad i = 1, 2, 3 \quad (21)$$

L'erreur absolue due au bruit de mesure sur la  $i$ ème composante du vecteur paramètre peut alors s'écrire :

$$(e_3)_i = K_{\text{conf}} \cdot \sigma_{i(3)} \quad (22)$$

### 3.2.3. Erreur due aux paramètres supposés connus

Les paramètres supposés connus englobent toutes les grandeurs qui ne sont pas estimées par l'inversion. Cependant, il est possible de fractionner le vecteur paramètre  $\boldsymbol{\beta}$  en deux « sous-vecteurs » :  $\boldsymbol{\beta}_c$  (relatif aux paramètres connus) et  $\boldsymbol{\beta}_r$  (relatif aux paramètres recherchés). Ainsi, la matrice de sensibilité  $\mathbf{X}$  prendra aussi la forme de deux « sous-matrices » :  $\mathbf{X}_c$  et  $\mathbf{X}_r$ . Toujours dans le cas d'un modèle linéaire par rapport aux paramètres, on peut alors écrire [6] :

$$\mathbf{M} = [\mathbf{X}_r \mid \mathbf{X}_c] \begin{bmatrix} \boldsymbol{\beta}_r \\ \boldsymbol{\beta}_c \end{bmatrix} \quad (23)$$

Et donc :

$$\mathbf{M} - \mathbf{X}_c \boldsymbol{\beta}_c = \mathbf{X}_r \boldsymbol{\beta}_r \quad (24)$$

En combinant avec l'équation (16), l'erreur  $e_5$  s'écrit :

$$e_5 = E(\mathbf{b}_r) - \mathbf{b}_r = -(\mathbf{X}_r^T \cdot \mathbf{X}_r)^{-1} \mathbf{X}_r^T \cdot \mathbf{X}_c \cdot e_{bc} \quad (25)$$

où  $E(a)$  représente l'espérance de la grandeur  $a$ ,  $e_{bc}$  est l'erreur sur le paramètre supposé connu.

L'erreur absolue due aux paramètres supposés connus sur la  $i$ ème composante du vecteur paramètre s'exprime :

$$(e_5)_i = e_{bc} \cdot [-(\mathbf{X}_r^T \cdot \mathbf{X}_r)^{-1} \mathbf{X}_r^T \cdot \mathbf{X}_c]_{ii} \quad (26)$$

### 3.3. La conception optimale d'expérience

Comme nous l'avons vu précédemment, nous devons, pour que l'identification soit possible et les estimations de bonne qualité, optimiser le conditionnement de la matrice  $\mathbf{X}^T \mathbf{X}$ . C'est la conception optimale d'expérience qui va nous y aider.

#### 3.3.1. Principes et buts

La première question qu'il faut se poser est : « Comment faire pour que l'expérience conçue pour mesurer les propriétés thermophysiques de dépôts métalliques donne les résultats les plus précis possible ? ». Cette question signifie simplement qu'il faut chercher la configuration expérimentale pour laquelle on aura les meilleurs résultats. Il faut prendre configuration au sens de réglage du banc de mesure.

#### 3.3.2. Application à notre expérience

Dans notre configuration, la maximisation du déterminant de  $\mathbf{X}^T \mathbf{X}$  (ou  $\mathbf{Z}^T \mathbf{Z}$  de façon équivalente) sera obtenue par un choix judicieux de la plage temporelle d'identification. Nous devons déterminer l'instant initial, l'instant final et le nombre de points que nous utiliserons pour l'identification. Ceci doit être fait pour chaque résultat d'expérimentation puisque cette matrice, dépendant directement des coefficients de sensibilité donc des paramètres à estimer, est différente. Deux cas se présentent :

- (1) L'expérience est à réaliser et on doit choisir, *avant la réalisation de la mesure*, la plage temporelle d'identification. Ce cas peut se présenter si l'on a des contraintes expérimentales : impossibilité de mesurer en continu, problème de profondeur mémoire, ... Ce problème relève typiquement de la conception optimale d'expérience.
- (2) L'expérience est réalisée et il faut chercher comment exploiter au mieux *les mesures déjà prises*. Il s'agit ici d'un problème d'optimisation de l'identification. Nous nous trouvons dans ce cas.

## 4. La modélisation

Cette partie est consacrée à la modélisation de l'expérience photothermique en face avant. Trois modèles, de complexité croissante, sont présentés. Pour chacun d'eux, notre

but est d'exprimer la température de surface d'un échantillon soumis à une impulsion de flux. Nous utilisons le formalisme des quadripôles thermiques pour toutes les configurations : structure bicouche monodimensionnelle (modèle #1, température  $T_1$ ), structure bicouche monodimensionnelle avec résistance thermique de contact (modèle #2, température  $T_2$ ), structure bicouche bidimensionnelle avec résistance thermique de contact (modèle #3, température  $T_3$ ).

4.1. La modèle #1

4.1.1. Hypothèses

Soit un milieu composé d'une couche finie (dépôt) accolée à un milieu semi-infini (substrat). Les propriétés thermiques sont considérées comme étant constantes avec la température et au cours du temps (Fig. 6). Les deux couches sont homogènes, isotopes et opaques au rayonnement laser excitateur. Les transferts radiatifs et convectifs sont négligés devant les transferts conductifs.

4.1.2. Formulation

La Fig. 7 représente le schéma quadripôles thermiques [7] de la structure bicouche. L'indice  $f$  est associé à la face avant (« front face »), l'indice  $b$  à la face arrière (« back face »). Sous forme matricielle et dans l'espace de Laplace, le problème s'écrit :

$$\begin{bmatrix} \theta_f \\ \varphi_f \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} A_d & B_d \\ C_d & D_d \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} A_s & B_s \\ C_s & D_s \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \theta_b \\ \varphi_b \end{bmatrix}$$

avec :

$$A_d = \text{ch}(e_d u_d), \quad B_d = \text{sh}(e_d u_d) / k_d u_d$$

$$D_d = \text{ch}(e_d u_d), \quad C_d = \text{sh}(e_d u_d) \cdot k_d u_d$$

et :

$$A_s = \text{ch}(e_s u_s), \quad B_s = \text{sh}(e_s u_s) / k_s u_s$$

$$D_s = \text{ch}(e_s u_s), \quad C_s = \text{sh}(e_s u_s) \cdot k_s u_s$$

$$\text{où } u_i = \sqrt{p/a_i}$$

La face arrière étant adiabatique, on a :  $\varphi_b = 0$ .

La température en face avant dans l'espace de Laplace s'écrit alors :

$$\theta_f = \frac{A_d A_s + B_d C_s}{C_d A_s + D_d C_s} \varphi_f \tag{27}$$

Cependant, le substrat est considéré comme semi-infini ( $e_s \rightarrow \infty$ ), il vient :

$$\theta_f = \frac{Q}{k_d u_d} \times \frac{1 + \gamma e^{-2u_d e_d}}{1 - \gamma e^{-2u_d e_d}}$$

avec :

$$\gamma = \frac{U - 1}{U + 1} \quad \text{et} \quad U = \frac{u_d k_d}{u_s k_s} \tag{28}$$

d'où :

$$\theta_f = \frac{Q}{k_d u_d} \left[ 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} \left( \frac{b_d/b_s - 1}{b_d/b_s + 1} \right)^n e^{-2n u_d e_d} \right] \tag{29}$$

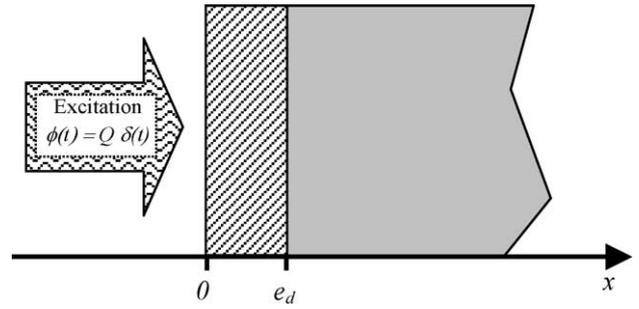


Fig. 6. Le bicouche monodimensionnel (contact parfait).

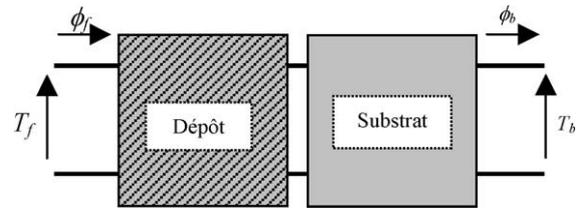


Fig. 7. La structure bicouche 1D (quadripôles).

Cette expression s'inverse facilement et donne :

$$T_f = \frac{Q}{b_d \sqrt{\pi t}} \left[ 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} \left( \frac{b_d/b_s - 1}{b_d/b_s + 1} \right)^n e^{-n^2 e_d^2 / (a_d t)} \right] \tag{30}$$

Cette expression constitue la formulation de notre premier modèle  $\eta_1(t)$ .

4.1.3. Etude de sensibilité

4.1.3.1. Les paramètres du modèle. On définit les groupements suivants :

$$\beta_1 = \frac{(b_d/b_s) - 1}{(b_d/b_s) + 1}, \quad \beta_2 = \frac{a_d}{e_d^2}, \quad \beta_3 = \frac{Q}{b_d \sqrt{\pi}} \tag{31}$$

L'équation (30) donne alors :

$$\eta_1(t, \boldsymbol{\beta}) = \frac{\beta_3}{\sqrt{t}} \left[ 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} \beta_1^n e^{-n^2 / (\beta_2 t)} \right] \tag{32}$$

avec  $\boldsymbol{\beta}$  le vecteur paramètre dont les composantes sont décrites par (31).

La Fig. 8 représente un thermogramme en face avant. On distingue trois zones temporelles : la zone 1 ou des temps courts, la zone 2 ou des temps intermédiaires et la zone 3 ou des temps longs. Dans la zone 1, le bicouche se comporte comme son dépôt seul. Le signal peut s'écrire :

$$\eta_1(t, \boldsymbol{\beta}) = \frac{\beta_3}{\sqrt{t}}$$

En normalisant le signal par sa valeur à un instant court  $t_c$  choisi dans la zone 1, on obtient [3] :

$$\eta_1^*(t, t_c, \boldsymbol{\beta}) = \frac{\eta_1(t, \boldsymbol{\beta})}{\eta_1(t_c, \boldsymbol{\beta})} = \sqrt{\frac{t_c}{t}} \left[ 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} \beta_1^n e^{-n^2 / (\beta_2 t)} \right] \tag{33}$$

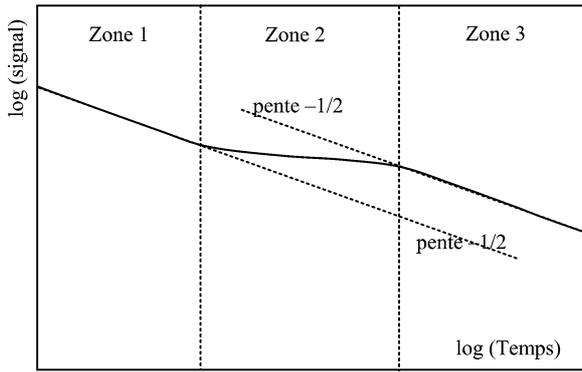


Fig. 8. Exemple de thermogramme en face avant.

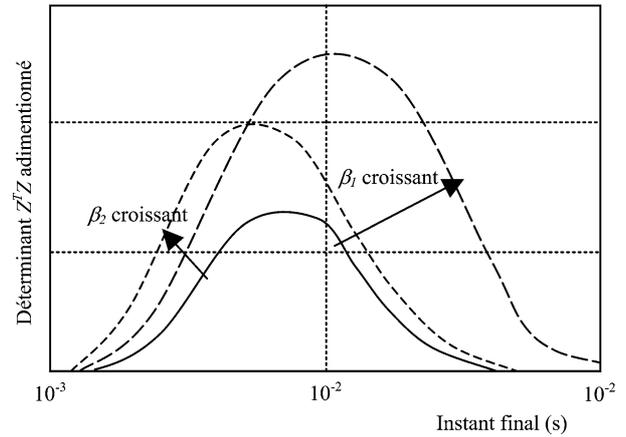


Fig. 10. Valeurs du déterminant de  $Z^T Z$ .

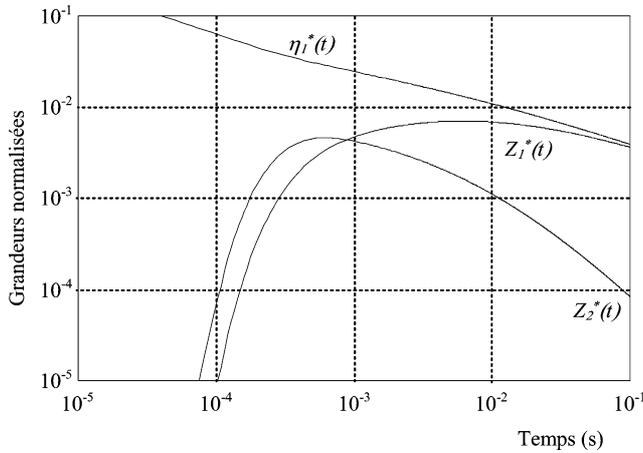


Fig. 9. Le modèle #1 et ses coefficients de sensibilité réduits.

Cette normalisation fait disparaître un des paramètres, et le modèle ne dépend plus que de deux paramètres. Un seul paramètre expérimental intervient : le temps court  $t_c$ , qui est parfaitement connu puisqu'il est choisi par l'expérimentateur inverseur.

**4.1.3.2. Les coefficients de sensibilité réduits.** D'après les expressions (6) et (33), on peut facilement calculer les coefficients de sensibilité réduits de  $\eta_1^*(t, t_c, \beta)$  par rapport à  $\beta_1$  et  $\beta_2$ . La Fig. 9 représente le modèle et ses coefficients de sensibilité réduits en fonction du temps. On constate que les coefficients sont décorrélés et que leur niveau relatif est suffisant ; l'identification simultanée des deux paramètres est donc possible.

**4.1.3.3. La conception optimale d'expérience.** En définissant les instants optimaux pour l'identification, nous allons maximiser, à nombre de points constant, le déterminant de la matrice  $X^T X$  (ou  $Z^T Z$ , de façon tout à fait équivalente) afin de pouvoir identifier les paramètres facilement et précisément. Cette méthode est une technique courante et souvent utilisée. Bien que l'on puisse tout à fait tenter une minimisation des écarts-types de chaque paramètre, la méthode que nous avons choisie permet de faire une optimisation globale. En effet, d'après la relation (17), la matrice des covariances

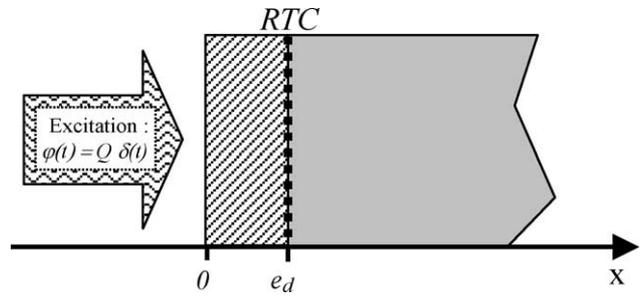


Fig. 11. Le bicouche monodimensionnel avec résistance thermique de contact.

du vecteur paramètre estimé  $b$ , dont les éléments diagonaux sont les écarts-types des paramètres estimés, est proportionnelle à  $(X^T X)^{-1}$  et donc à l'inverse de son déterminant. Ainsi, maximiser le déterminant de  $X^T X$  garantit la minimisation globale des écarts-types.

La Fig. 10 montre que, en fonction de la valeur des paramètres à identifier, à un nombre de points constant et à un instant initial fixé choisi dans la zone temporelle 1 (Fig. 8), il existe un instant final d'estimation qui maximise le déterminant de  $Z^T Z$ . A partir de valeurs fixées des paramètres (courbe en trait plein), une petite augmentation de  $\beta_1$  augmentera significativement la valeur de  $Z^T Z$  et décalera son maximum vers les temps longs. De même, une petite augmentation de  $\beta_2$  décalera le maximum vers les temps courts.

**4.2. Le modèle #2**

**4.2.1. Hypothèses**

Les hypothèses sont exactement les mêmes que pour le paragraphe 4.1. Cependant, on prend en compte une résistance thermique de contact notée RTC (Fig. 11).

**4.2.2. Formulation**

La Fig. 12 représente le schéma quadripôle associé à la structure bicouche avec RTC. Il s'agit donc d'intercaler une matrice associée à une RTC entre celle associée au dépôt

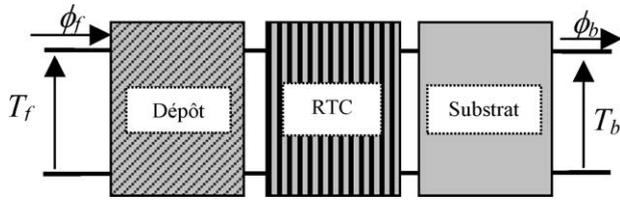


Fig. 12. Le quadripôle associé à la structure bicouche avec RTC.

et celle du substrat. En écriture matricielle, cette structure s'écrit :

$$\begin{bmatrix} \theta_f \\ \varphi_f \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} A_d & B_d \\ C_d & D_d \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} 1 & R_c \\ 0 & 1 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} A_s & B_s \\ C_s & D_s \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \theta_b \\ \varphi_b \end{bmatrix}$$

c'est à dire en posant  $\varphi_b = 0$  (surface adiabatique) :

$$\theta_f = \frac{A_d A_s + (A_d R_c + B_d) C_s}{C_d A_s + (C_d R_c + D_d) C_s} \varphi_f \quad (34)$$

On obtient alors l'expression suivante :

$$\theta_e = \frac{\varphi_e}{k_d u_d} \frac{1 + G e^{-2u_d e_d}}{1 - G e^{-2u_d e_d}} \quad (35)$$

avec :

$$G = \frac{U(1 + R_c k_s u_s) - 1}{U(1 + R_c k_s u_s) + 1}, \quad U = \frac{u_d k_d}{u_s k_s} \quad \text{où } u_i = \sqrt{\frac{p}{a_i}}$$

d'où :

$$\theta_e = \left( \frac{Q}{b_d \sqrt{p}} \right) \left( 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} G(R_c, p)_n \exp\left(-2n\sqrt{p} \frac{e_d}{\sqrt{a_d}}\right) \right)$$

avec :

$$G(R_c, p) = \frac{(b_d/b_s) + R_c b_d \sqrt{p} - 1}{(b_d/b_s) + R_c b_d \sqrt{p} + 1}$$

Il n'existe pas de transformée inverse de Laplace connue pour cette expression. Un algorithme d'inversion numérique [8] est alors utilisé pour calculer les valeur de  $T_2(t)$ .

#### 4.2.3. Étude de sensibilité

4.2.3.1. Les paramètres du modèle. On définit les groupements suivants :

$$\begin{aligned} \beta_1 &= \frac{b_d}{b_s}, & \beta_2 &= \frac{a_d}{e_d^2} \\ \beta_3 &= R_c \cdot b_d, & \beta_4 &= \frac{Q}{b_d} \end{aligned} \quad (36)$$

On obtient :

$$\eta_2^L(p, \beta) = \frac{\beta_4}{\sqrt{p}} \left[ 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} \left( \frac{\beta_1 + \beta_3 \sqrt{p} - 1}{\beta_1 + \beta_3 \sqrt{p} + 1} \right)^n e^{-2n\sqrt{p}/\beta_2} \right]$$

avec  $\beta$  le vecteur paramètre dont les composantes sont décrites par (36).

A partir de  $\eta_2^L(p, \beta)$  et à l'aide de l'algorithme de Stefest [8], on calcule les valeurs  $\eta_2(t_i, \beta)$ . De la même façon que précédemment, on peut, ensuite, normaliser le signal à un instant court  $t_c$ . On obtient :

$$\eta_2^*(t, t_c, \beta) = \frac{\eta_2(t, \beta)}{\eta_2(t_c, \beta)} \quad (37)$$

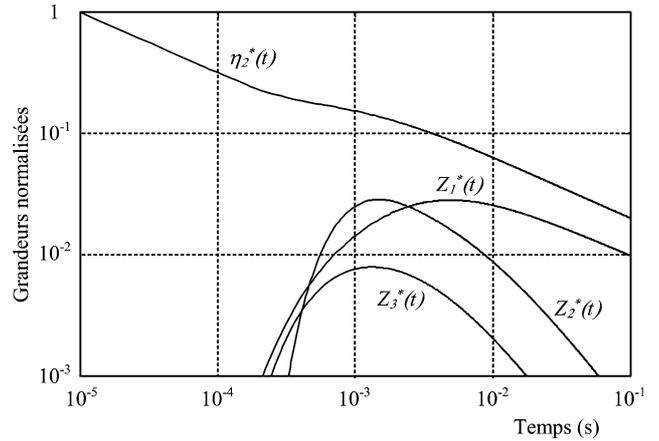


Fig. 13. Le modèle  $\eta_2(t)$  et ses coefficients de sensibilité réduits.

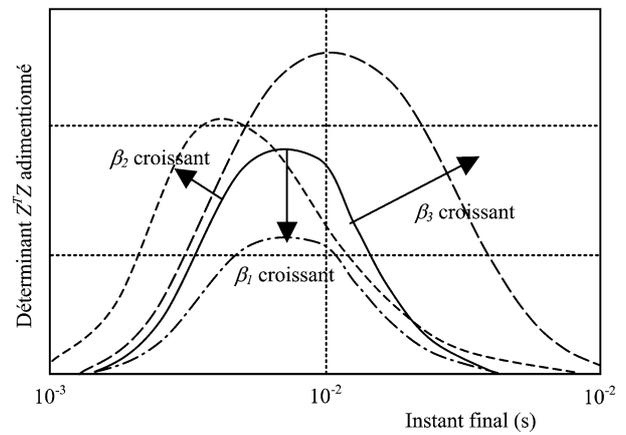


Fig. 14. Valeurs du déterminant de  $Z^T Z$ .

Cette normalisation fait disparaître un des paramètres. Le modèle direct ne dépend plus que de trois paramètres.

4.2.3.2. Les coefficients de sensibilité réduits. Les expressions (6) et (37) permettent de calculer les trois expressions des coefficients de sensibilité réduits [1]. La Fig. 13 représente le modèle et ses coefficients de sensibilité réduits en fonction du temps. Comme précédemment, l'identification simultanée des trois paramètres est possible. Cependant, l'identification de  $\beta_3$  risque d'être moins précise que celle de  $\beta_1$  et  $\beta_2$ . En effet, le niveau de  $Z_3^*(t)$  est bien plus faible que celui de  $Z_1^*(t)$  et de  $Z_2^*(t)$ .

4.2.3.3. La conception optimale d'expérience. La Fig. 14 représente la valeur du déterminant de  $Z^T Z$  en fonction de l'instant final d'estimation. L'influence d'une petite variation de chaque paramètre sur la valeur du déterminant est aussi représentée. Ainsi, on peut constater que  $\beta_3$  a une très forte influence sur cette valeur.

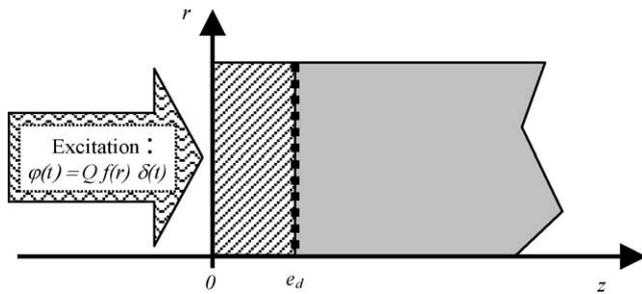


Fig. 15. La structure bicouche bidimensionnelle.

#### 4.3. Le modèle #3

##### 4.3.1. Hypothèses

Considérons un bicouche composé d'un dépôt d'épaisseur  $e_d$ , et d'un substrat semi-infini. Les deux couches sont considérées comme homogènes et isotropes. A nouveau, leurs propriétés thermophysiques sont supposées constantes, les transferts thermiques autres que la conduction sont négligés. Ce bicouche est soumis à une impulsion de flux de profil  $f(r)$  sur sa face avant (Fig. 15).

##### 4.3.2. Formulation

La Fig. 12 est le schéma quadripôles thermiques associé à ce problème. En procédant comme dans le cas du bicouche monodimensionnel, on obtient l'expression suivante :

$$\tau_e = \left( \frac{QF(s)}{k_d \gamma_d} \right) \left( 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} G(Rc, p, s)^n \times \exp(-2n\gamma_d e_d) \right) \quad (38)$$

avec :

$$\gamma_i^2 = \left( s^2 + \frac{p}{a_i} \right)$$

où  $i$  se rapporte au dépôt ( $i = d$ ) ou au substrat ( $i = s$ ).  $F(s)$ , la transformée de Hankel de la répartition spatiale de l'excitation,

$$G(Rc, p, s) = \frac{(\gamma_d k_d)/(\gamma_s k_s) + Rc \gamma_d k_d - 1}{(\gamma_d k_d)/(\gamma_s k_s) + Rc \gamma_d k_d + 1}$$

##### 4.3.3. Étude de sensibilité

4.3.3.1. Les paramètres du modèle. On définit les groupements suivants :

$$\beta_1 = \frac{b_d}{b_s}, \quad \beta_2 = a_d \quad (39)$$

$$\beta_3 = Rc \cdot b_d, \quad \beta_4 = \frac{Q}{b_d}$$

On pose :

$$G^+ = \beta_1 \left( \frac{\beta_2 s^2 + p}{a_s s^2 + p} \right)^{1/2} + \beta_3 (\beta_2 s^2 + p)^{1/2} + 1 \quad \text{et}$$

$$G^- = \beta_1 \left( \frac{\beta_2 s^2 + p}{a_s s^2 + p} \right)^{1/2} + \beta_3 (\beta_2 s^2 + p)^{1/2} - 1$$

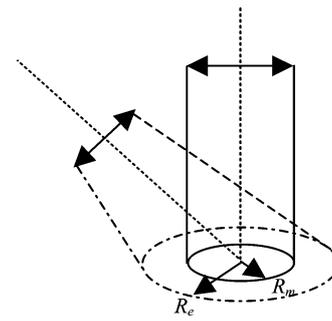


Fig. 16. Le faisceau excitateur et le faisceau de mesure.

donc :

$$\eta_3^{HL}(s, p, \beta) = \frac{\beta_4 F(s)}{(\beta_2 s^2 + p)^{1/2}} \left[ 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} G^n e^{-2ne_d(s^2 + \frac{p}{\beta_2})^{1/2}} \right]$$

où  $G = G^- / G^+$ .

Pour retrouver l'original  $\eta_3(r, t, \beta)$ , de  $\eta_3^{HL}(s, p, \beta)$ , on utilise un algorithme d'inversion numérique [1]. Le signal est à nouveau normalisé :

$$\eta_3^*(r, t, \beta) = \frac{\eta_3(r, t, \beta)}{\eta_3(r, t_c, \beta)} \quad (40)$$

**Remarque.** Nous venons de définir le champ de température de surface d'un échantillon bicouche bidimensionnel (expression 40). Dans les cas monodimensionnels (33) et (37), la température était considérée comme homogène sur toute la surface. Dans le cas bidimensionnel, il faut tenir compte de la forme et de la taille du faisceau excitateur. Nous obtenons alors une réponse qui dépend de la position  $r$ . Nous devons donc nous intéresser à la température que « voit » le détecteur IR. La Fig. 16 représente les positions des deux faisceaux (excitation et mesure). L'expression de la température est alors :

$$T(t) = \frac{1}{\pi R_m^2} \int_0^{R_m} T(r, t) 2\pi r dr \quad (41)$$

C'est ainsi que  $\eta_3^*(t)$  est obtenu à partir de  $\eta_3^*(r, t)$ .

4.3.3.2. Les coefficients de sensibilité réduits. A partir des expressions (6), (40) et (41), on calcule les valeurs des coefficients de sensibilité réduits [1]. La Fig. 17 présente ces valeurs en fonction du temps. L'analyse graphique des coefficients de sensibilité donne les mêmes résultats que précédemment : l'estimation simultanée des trois paramètres est possible.

#### 4.4. La conception optimale d'expérience

La Fig. 18 présente l'influence de petites variations des paramètres sur la valeur du déterminant de  $\mathbf{Z}^T \mathbf{Z}$  en fonction du temps.

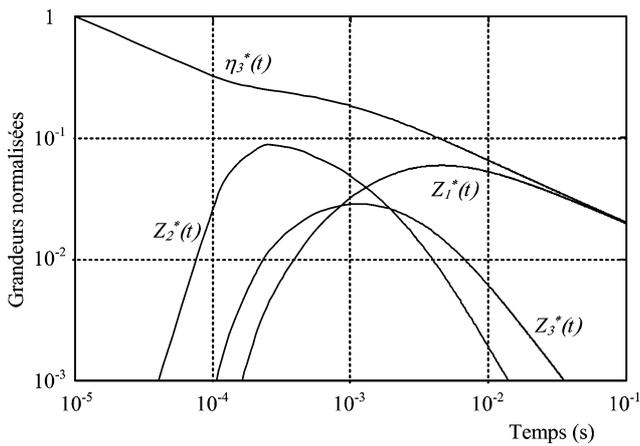


Fig. 17. Le modèle  $\eta_3^*(t)$  et ses coefficients de sensibilité réduits.

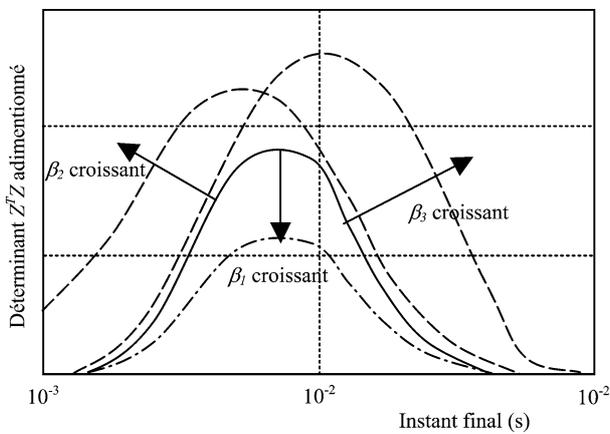


Fig. 18. Les valeurs du déterminant de  $Z^T Z$ .

### 5. Comparaison des modèles

Afin de pouvoir élaborer une procédure d'identification optimale, nous testons les trois modèles en les utilisant tour à tour dans l'algorithme d'estimation. Nous pouvons ainsi étudier l'influence de la résistance thermique de contact, du bruit de mesure et des effets d'un éventuel transfert de chaleur bidimensionnel, sur le résultat de l'identification [1].

#### 5.1. L'influence de la résistance thermique de contact

Nous allons simuler des mesures avec le modèle #2 et utiliser dans l'algorithme d'estimation de paramètres le modèle #1. Nous pourrions ainsi évaluer l'erreur commise si l'on estime des propriétés à l'aide d'un modèle qui ne tient pas compte d'une RTC alors qu'elle existe. La Fig. 19 représente l'écart relatif en % des résultats de l'identification avec les valeurs réelles qui ont servi à simuler des mesures, en fonction de la résistance thermique de contact. Les résultats de l'identification sont, en fait, les moyennes des résultats obtenus par 100 simulations Monte Carlo. L'écart-type de chaque résultat étant très faible, nous ne nous en préoccupons pas.

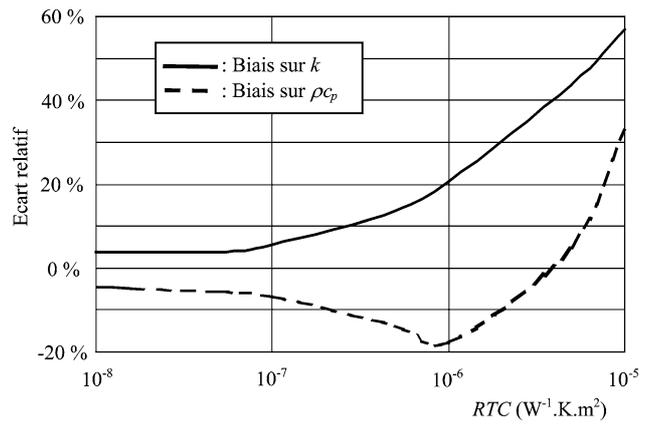


Fig. 19. Ecart relatif des résultats en fonction de la RTC.

Nous pouvons constater que négliger la RTC peut induire un biais sur les estimations. Comme l'on pouvait s'y attendre, plus la RTC est forte, plus ce biais est important. Dès que la résistance de contact prend des valeurs supérieures à  $5 \times 10^{-7} \text{ W}^{-1} \cdot \text{K} \cdot \text{m}^2$ , l'erreur commise sur les propriétés franchit les 10%. Ainsi pour des échantillons dont l'interface a une RTC inférieure à cette valeur, on peut très bien utiliser le modèle #1. De plus, pour des faibles RTC (faibles  $\beta_3$ ), le problème inverse associé au modèle #2 devient très mal conditionné. Il est donc préférable d'utiliser le modèle #1. En effet, un mauvais conditionnement du problème risque d'engendrer de très larges incertitudes. Le biais introduit par le modèle #1 est alors négligeable devant celles-ci. En revanche, ce biais n'est plus négligeable pour des valeurs de RTC supérieures à  $5 \times 10^{-7} \text{ W}^{-1} \cdot \text{K} \cdot \text{m}^2$  et le problème inverse associé au modèle #2 n'est pas trop mal conditionné : l'estimation des paramètres devient plus simple et plus précise. Dans ce deuxième cas, il est préférable d'utiliser le modèle #2.

#### 5.2. L'influence des effets bidimensionnels

En premier lieu, nous allons tenter de définir des conditions expérimentales qui permettent de nous affranchir des effets de transfert bidimensionnel de la chaleur. Nous nous assurerons ensuite que ces conditions expérimentales suffisent à garantir que ces effets n'induisent pas de biais d'identification.

##### 5.2.1. Les conditions expérimentales

La Fig. 20 présente le niveau relatif du coefficient de sensibilité du modèle au rayon d'excitation pour une excitation gaussienne en fonction du temps. La valeur du rayon de mesure est fixée à 1 mm, le rayon d'excitation (rayon à mi-hauteur de la gaussienne) varie de 1 à 10 mm. Nous constatons que dès que le rayon d'excitation est égal à 10 mm (soit 10 fois plus grand que le rayon de mesure) le coefficient de sensibilité ne dépasse pas le millième du modèle. Comme nous cherchons à faire disparaître l'influence du rayon d'excitation, nous devons

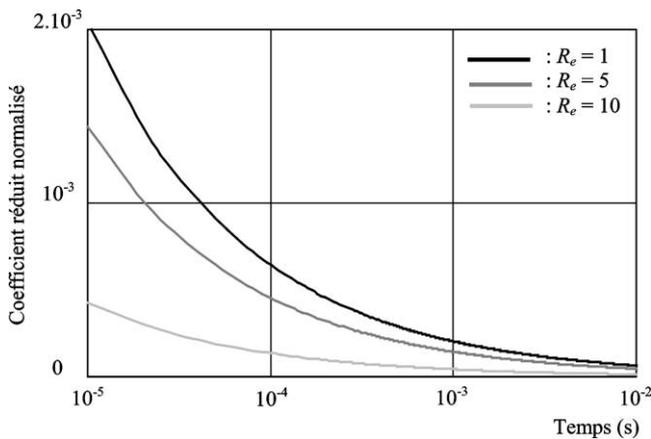


Fig. 20. La sensibilité du modèle au rayon d'excitation.

donc nous diriger dans cette direction. Les niveaux relatifs des autres coefficients de sensibilité sont bien supérieurs au millième du modèle, un rapport excitation/mesure de dix semble adapté à nos besoins. Dorénavant, cette configuration excitation/mesure sera toujours respectée.

### 5.2.2. Le biais d'identification

Nous allons simuler des mesures à l'aide du modèle #3 (en respectant le critère excitation/mesure). Nous allons, ensuite, procéder à 100 estimations avec le modèle #2 et comparer, par un calcul de biais, la moyenne des 100 valeurs estimées avec les valeurs utilisées dans la simulation (expérience de type Monte Carlo). Les mesures sont simulées à l'aide des propriétés suivantes :

Dépôt :

$$k = 50 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$$

$$\rho c_p = 6 \times 10^6 \text{ J}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{m}^{-3}$$

$$e_d = 150 \text{ }\mu\text{m}$$

Substrat :

$$k = 37 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$$

$$\rho c_p = 3,35 \times 10^6 \text{ J}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{m}^{-3}$$

Interface :

$$R_c = 10^{-6} \text{ W}^{-1}\cdot\text{K}\cdot\text{m}^2$$

Excitation :

$$R_e = 10 \text{ mm}$$

Mesure :

$$R_m = 1 \text{ mm}$$

Les résultats moyennés de l'estimation sont les suivants, nous ne nous préoccupons pas de leurs écart-types, qui sont très faibles :

Conductivité du dépôt :

$$52 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$$

Capacité calorifique volumique :

$$5,95 \times 10^6 \text{ J}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{m}^{-3}$$

RTC de l'interface :

$$9,8 \times 10^{-7} \text{ W}^{-1}\cdot\text{K}\cdot\text{m}^2$$

Les biais sont alors :

Conductivité du dépôt : + 4%

Capacité calorifique volumique : - 0,8%

RTC de l'interface : - 2%

Le modèle #2 utilisé dans les conditions expérimentales définies précédemment semble tout à fait convenir à notre étude. Cependant, s'il s'avérait que ces conditions ne sont pas respectées, il faudrait réaliser toute l'identification à l'aide du modèle #3. Ceci présenterait un inconvénient majeur : le temps de calcul (voir paragraphe 5.4). Il est donc primordial de s'assurer que chaque expérimentation sera réalisée dans des conditions répondant au critère excitation/mesure établi plus haut.

### 5.3. L'influence du bruit de mesure

Jusqu'ici toutes les mesures simulées ne contenaient pas de bruit de mesure. Nous allons nous intéresser à l'influence du bruit de mesure sur les estimations. Pour simuler les mesures, nous utilisons le modèle #3 et nous y ajoutons un bruit gaussien d'écart-type connu et de moyenne nulle. En faisant varier l'écart-type, nous pourrions ainsi apprécier la précision des estimations en fonction du niveau de bruit présent dans les mesures. L'algorithme d'identification fonctionne alors avec le modèle #2.

Les mesures sont simulées avec les propriétés suivantes :

Dépôt :

$$k = 115 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$$

$$\rho c_p = 4,28 \times 10^6 \text{ J}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{m}^{-3}$$

$$e_d = 150 \text{ }\mu\text{m}$$

Substrat :

$$k = 37 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$$

$$\rho c_p = 3,35 \times 10^6 \text{ J}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{m}^{-3}$$

Interface :

$$R_c = 7,77 \times 10^{-6} \text{ W}^{-1}\cdot\text{K}\cdot\text{m}^2$$

Le bruit de mesure a un écart-type normalisé (par rapport à  $T(t_c)$ ) compris entre 0 et 0,01.

La Fig. 21 représente l'écart relatif de la moyenne de 100 estimations (que nous nommerons estimation par la suite) avec les valeurs qui ont servi à simuler les mesures en fonction de l'écart-type normalisé du bruit de mesure. On peut constater que les estimations sont sensibles au niveau du bruit de mesure, ceci est certainement dû au fait que la normalisation du signal s'effectue sur un seul point dont la valeur dépend complètement du niveau du bruit. L'estimée la plus sensible aux bruits de mesure est la résistance thermique

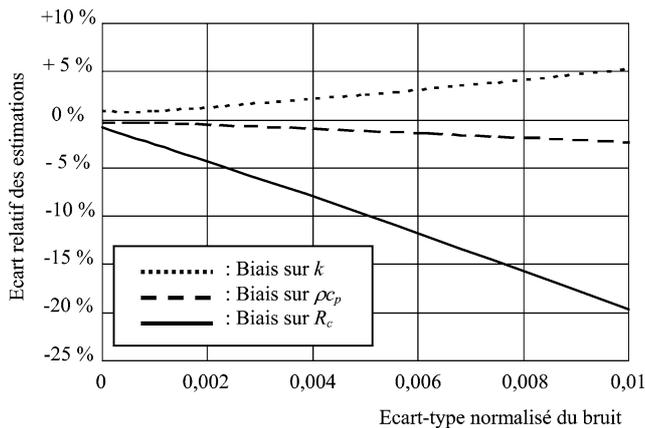


Fig. 21. L'influence du bruit de mesure.

de contact. Ceci n'est pas étonnant puisque c'est au paramètre contenant la RTC que le modèle a la sensibilité la plus faible (Fig. 13). En effet, dès que le niveau de bruit (écart-type normalisé) atteint la valeur du coefficient de sensibilité relatif à un paramètre, le bruit de mesure masque ce paramètre. Son identification sera soit impossible, soit très délicate (grand biais et grand niveau d'incertitude sur le résultat). De la même façon, le bruit de mesure perturbera moins l'identification d'un paramètre dont le coefficient de sensibilité est fort. C'est le cas de la capacité volumique massique. La Fig. 21 montre aussi que notre algorithme d'estimation aura tendance à surestimer la conductivité thermique et à sous-estimer la capacité calorifique volumique et la résistance thermique de contact. Il faut veiller à ce que le bruit de mesure n'ait pas un niveau relatif supérieur à 0,01 sous peine d'avoir des estimations très biaisées (surtout sur la RTC) et aux incertitudes importantes.

#### 5.4. Le cas test

Jusqu'à présent, nous ne nous sommes intéressés qu'à des cas bien particuliers. Dans ce paragraphe, nous allons étudier un cas test et commenter les résultats de façon complète : biais des résultats, incertitudes, temps de calcul, convergence de l'algorithme, ... Les mesures seront simulées avec le modèle #3 auquel nous ajouterons un bruit gaussien de moyenne nulle. Le Tableau 2 présente les valeurs des différentes grandeurs utilisées pour cette simulation. Les propriétés du dépôt et la qualité de l'interface sont les grandeurs à estimer, elles sont donc supposées exactes. Les propriétés du substrat sont les « paramètres supposés connus », chacun associé à une incertitude de 10%. Les largeurs des faisceaux d'excitation et de mesure sont des paramètres expérimentaux que nous considérons complètement maîtrisés, leur incertitude est donc nulle. Il s'agit d'une simulation, le bruit de mesure est donc une grandeur complètement connue. Nous allons procéder à trois estimations successives, l'algorithme fonctionnant tour à tour avec les trois modèles. Pour chaque propriété estimée, nous nous intéressons à son biais (écart de

Tableau 2

Le cas test

	Grandeur	Valeur	Précision
Dépôt	Conductivité	$75 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$	Exact
	Cap. calorifique	$3000000 \text{ J}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{K}^{-1}$	Exact
	Épaisseur	150 $\mu\text{m}$	10 %
Substrat	Conductivité	$37 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$	10 %
	Cap. calorifique	$3350000 \text{ J}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{K}^{-1}$	10 %
Interface	RTC	$3,5 \times 10^{-7} \text{ W}^{-1}\cdot\text{K}\cdot\text{m}^2$	Exact
Excitation	$R_e$	10 mm	Exact
Mesure	$R_m$	1 mm	Exact
Bruit de mesure	Ecart-type normalisé	0,001	Exact
	Moyenne	0	Exact

l'estimée avec la valeur vraie) et à son incertitude (calculée suivant le paragraphe 3.2).

##### 5.4.1. Estimation à l'aide du modèle #1

Les propriétés du dépôt identifiées avec le modèle #1 sont les suivantes, entre parenthèses figurent les incertitudes relatives sur ces résultats :

- $k$  :  $92 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  (22 %) ;
- $\rho c_p$  :  $2,53 \times 10^6 \text{ J}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{K}^{-1}$  (22 %).

Comme nous avons pu le voir auparavant, les résultats du modèle #1 sont biaisés. Cependant, les incertitudes des résultats sont acceptables (elles sont calculées pour un niveau de confiance égal à 95 %). L'avantage de ce modèle est que le problème inverse associé est assez bien conditionné. L'algorithme converge rapidement (7 itérations en moyenne) et ceci sans prendre de précautions particulières pour le jeu de paramètres initial. L'utilisation de l'algorithme est donc très souple.

##### 5.4.2. Estimation à l'aide du modèle #2

Nous identifions les propriétés suivantes :

- $k$  :  $77 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  (21 %) ;
- $\rho c_p$  :  $2,95 \times 10^6 \text{ J}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{K}^{-1}$  (21 %) ;
- RTC :  $3,2 \times 10^{-7} \text{ W}^{-1}\cdot\text{K}\cdot\text{m}^2$  (22 %).

Les résultats sont très proches des valeurs utilisées pour la simulation (biais faibles). Comme pour le modèle #1, les incertitudes associées (entre parenthèses) à un niveau de confiance des résultats de 95 % sont acceptables. Cependant, le problème inverse associé est mal conditionné et le choix du jeu de paramètres initiaux est très délicat, entraînant des risques de divergence de l'algorithme importants. Le nombre d'itération nécessaire à la convergence est souvent compris entre 15 et 20.

##### 5.4.3. Estimation à l'aide du modèle #3

Les résultats des identifications sont :

- $k$  :  $76 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  (20 %) ;
- $\rho c_p$  :  $2,96 \times 10^6 \text{ J}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{K}^{-1}$  (20 %) ;
- RTC :  $3,2 \times 10^{-7} \text{ W}^{-1}\cdot\text{K}\cdot\text{m}^2$  (15 %).

Ces résultats sont comparables à ceux du modèle #2, seule l'incertitude associée à la RTC est significativement plus faible. L'algorithme fonctionnant avec ce modèle est cependant très pénalisant : les temps de calcul deviennent longs. Alors que le nombre d'itérations est souvent le même, l'obtention des résultats du calcul par le modèle #3 nécessite un temps de calcul en moyenne dix fois supérieur à celui nécessité par un calcul qui utilise le modèle #2.

#### 5.4.4. Conclusion

Le meilleur compromis en terme de précision (faible biais et faibles incertitudes) et de temps de calcul est un algorithme utilisant le modèle #2. Cependant, un mauvais choix du jeu initial de paramètres peut engendrer une divergence du calcul. Le problème inverse reste mal posé. Nous devons régulariser notre problème pour améliorer le conditionnement de la matrice  $X^T X$ .

#### 5.5. La régularisation du problème

Nous allons procéder à une régularisation par réduction du nombre de paramètres (Fig. 22), c'est-à-dire que nous allons utiliser le modèle #1 (le plus simple et le plus souple à mettre en œuvre) pour estimer de façon assez grossière les propriétés. Ensuite, sachant que ces résultats sont biaisés d'une valeur à peu près connue, nous allons procéder à l'optimisation de l'identification puis à l'identification de paramètres avec le modèle #2.

#### 5.6. Conclusion

Les trois modèles développés ont permis de dimensionner correctement certains paramètres expérimentaux. Une procédure d'identification utilisant une régularisation du problème a été mise au point. Les résultats des estimations sur des simulations sont satisfaisants car peu biaisés. Cepen-

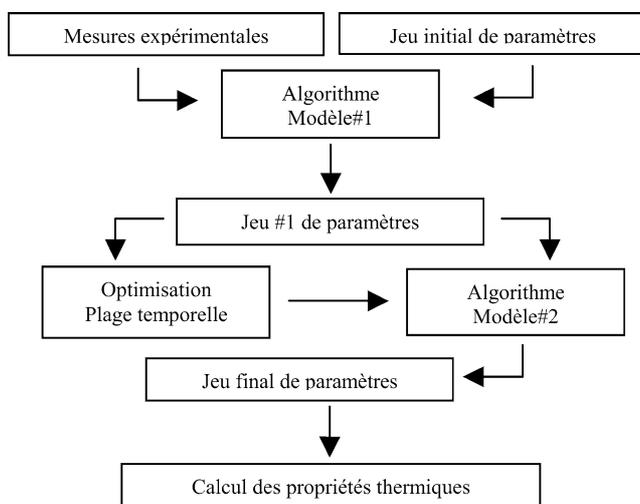


Fig. 22. La procédure d'identification.

nant, l'incertitude de chaque estimation, bien qu'acceptable, peut être diminuée par une meilleure connaissance des paramètres supposés connus (erreur  $e_5$ , Section 3.2.1) : propriétés du substrat et épaisseur du dépôt. En effet, les incertitudes associées aux paramètres supposés connus sont celles qui sont les plus pénalisantes, les incertitudes liées à la méthode de calcul et aux bruits de mesure (erreur  $e_1$  et  $e_3$ , Section 3.2.1) ne représentant souvent que quelques pour-cent de la totalité. Il s'agira donc d'améliorer de façon significative notre connaissance du substrat et de l'épaisseur du dépôt si l'on veut réduire les incertitudes de nos résultats.

## 6. Résultats expérimentaux

### 6.1. Le montage expérimental

La clé de voûte du montage expérimental, représenté sur la Fig. 23, est la source laser. Il s'agit d'un laser impulsif de type Nd :Yag. Un dispositif permet de doubler ou tripler la fréquence de la longueur d'onde nominale (1056 nm). La longueur d'onde utilisée couramment est 532 nm (utilisation du doubleur de fréquence, faisceau visible de couleur verte). La durée de l'impulsion est de l'ordre de 6 ns et l'énergie disponible est de 450 mJ. Le faisceau a un diamètre voisin du centimètre. Le faisceau exciteur traverse une série de lames de verre traité dont le rôle est d'absorber une partie de l'énergie émise afin d'éviter un endommagement de l'échantillon, et un doublet de lentilles qui met en forme le faisceau. L'échantillon est placé sur un support dont on peut régler la hauteur, l'orientation et la position. L'hémisphère réfléchissante permet d'augmenter artificiellement l'absorptivité de la surface de l'échantillon [1]. Le rayonnement infrarouge émis par la surface est « collecté » par un doublet en ZnSe. Il est composé de deux lentilles plan-convexes. Le détecteur infrarouge est

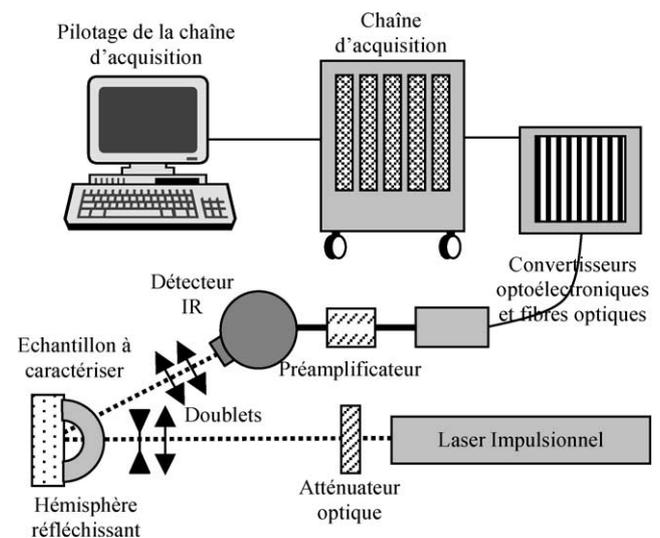


Fig. 23. Le montage expérimental.

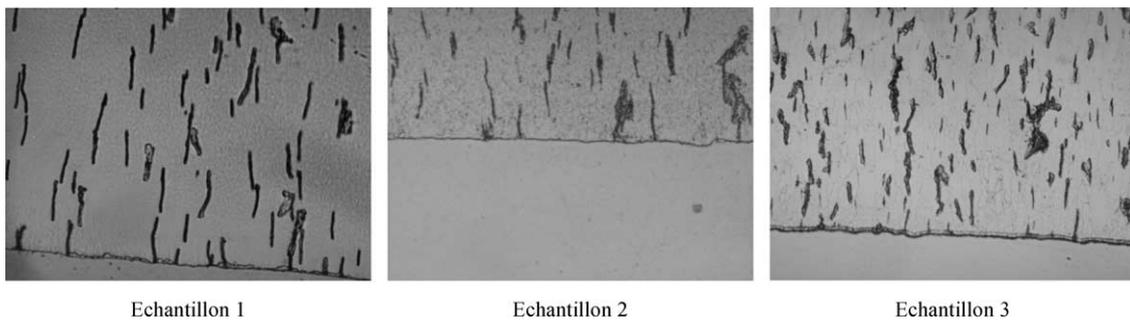


Fig. 24. Les micrographies des trois échantillons.

de type HgCdTe (bande de détection 5–13 μm). La chaîne d’acquisition Nicolet® peut être équipée de différentes cartes d’acquisition qui diffèrent par leurs plages de fréquence d’acquisition (jusqu’à 100 MHz) et par le nombre de voies de mesure disponible (de 1 à 8). Un PC, équipé du logiciel Nicolet Windows® pilote cette chaîne. Entre le préamplificateur et la chaîne d’acquisition, on intercale un dispositif opto-électronique, la liaison préamplificateur—chaîne d’acquisition se fait alors par fibre optique. Ceci permet de diminuer grandement le bruit de mesure en supprimant des connections par câble classique.

6.2. Résultats expérimentaux

Nous allons présenter les résultats obtenus sur trois échantillons : des dépôts de chrome électrolytique déposés sur de l’acier. Il s’agit d’un acier dont nous connaissons les propriétés à 10 % près. Ces dépôts ont une épaisseur de 130 μm, mesurée au microscope. Ainsi, nous prendrons une incertitude relative liée à l’épaisseur égale à 1 %. L’échantillon 1 est un dépôt brut non traité et les échantillons 2 et 3 sont des dépôts qui ont subi un traitement thermique identique. Cependant, nous avons procédé à une opération de recuit supplémentaire sur l’échantillon 3 qui a pour effet de simuler une usure sur la structure métallographique. La Fig. 24 présente des micrographies de chaque échantillon. Elles montrent bien les différences de structure métallographique de chacun. La densité et la taille des micro-fissures subissent une évolution au cours des opérations de traitement. Le grain apparent du chrome et la clarté de l’interface chrome/acier ont aussi été affectés. Nous disposons donc de trois échantillons qui devraient présenter des caractéristiques thermiques macroscopiques distinctes : nous allons tenter de les distinguer et de corréler traitement thermique et propriétés identifiées à l’aide de notre méthode de caractérisation.

Le signal exploité est obtenu en moyennant 100 signaux. Ceci permet de diviser par 10 le niveau du bruit. Nous nous sommes assurés que notre expérience présentait des résultats reproductibles et que les mesures étaient non corrélées.

Les valeurs estimées présentées sont les résultats de la procédure d’identification présentée au paragraphe 5.5.

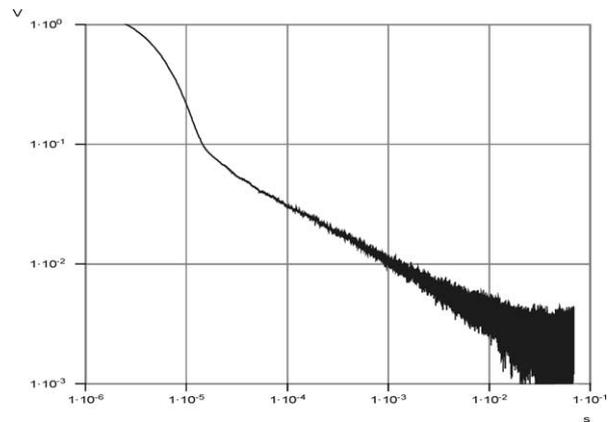


Fig. 25. Le signal moyenné (échantillon 1).

6.2.1. Les calculs d’incertitudes

Pour calculer les incertitudes sur les propriétés identifiées, on utilise les dérivées logarithmiques. Prenons l’exemple des paramètres identifiés par le modèle #2 :

$$\beta_1 = b_d/b_s, \quad \beta_2 = a_d/e_d^2, \quad \beta_3 = R_c \cdot b_d$$

En recombinant, on obtient :

$$a_d = \beta_2 \cdot e_d^2, \quad b_d = b_s \cdot \beta_1, \quad R_c = \beta_3/(b_s \cdot \beta_1)$$

Et donc :

$$\frac{\Delta a_d}{a_d} = \frac{\Delta \beta_2}{\beta_2} + 2 \frac{\Delta e_d}{e_d}$$

$$\frac{\Delta b_d}{b_d} = \frac{\Delta \beta_1}{\beta_1} + \frac{\Delta b_s}{b_s}$$

$$\frac{\Delta R_c}{R_c} = \frac{\Delta \beta_1}{\beta_1} + \frac{\Delta \beta_3}{\beta_3} + \frac{\Delta b_s}{b_s}$$

Les  $\Delta \beta_i/\beta_i$  sont calculés à l’aide de l’expression (21). Pour les propriétés identifiées par les modèles #1 et #3, on procéderait de la même façon.

6.2.2. Échantillon 1

La Fig. 25 présente le signal moyenné obtenu à partir de la série de 100 mesures faites sur l’échantillon 1. Malgré un rapport signal sur bruit assez faible, on peut tout de même identifier les trois régimes temporels. Les incertitudes des résultats risquent cependant d’être assez importantes. Le Tableau 3 présente les résultats de l’identification. La

Tableau 3  
Propriétés identifiées, échantillon 1

	<i>a</i>	<i>b</i>	<i>k</i>	$\rho c_p$	$R_c$
Valeurs	$4,87 \times 10^{-5}$	12560	88	$1,80 \times 10^6$	$1,00 \times 10^{-7}$
Incertitudes	14 %	11 %	18 %	18 %	36 %

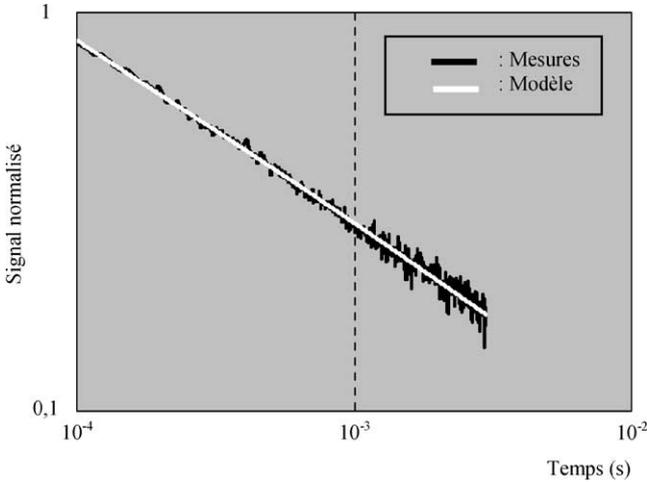


Fig. 26. Comparaison valeurs mesurées / valeurs calculées (échantillon 1).

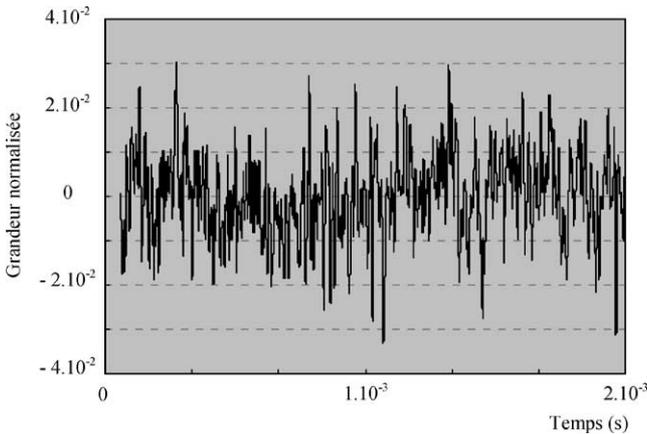


Fig. 27. Les résidus (échantillon 1).

plage temporelle d'identification est bornée par les instants :  $8 \times 10^{-5}$  s et  $2 \times 10^{-3}$  s (9600 points). L'instant de normalisation est  $7 \times 10^{-5}$  s. Les caractéristiques statistiques normalisées des résidus et du bruit de mesure sont très proches (écart quadratique moyen normalisé des résidus :  $9,46 \times 10^{-3}$ , Moyenne des résidus :  $2 \times 10^{-5}$ , écart-type estimé du bruit :  $9,47 \times 10^{-3}$  pour une moyenne nulle). La valeur finale du critère est 0,86. Les résidus ne présentent ni fluctuation ni dérive sur la plage temporelle d'estimation (Fig. 27). Nous pouvons donc considérer que ces estimations sont tout à fait acceptables.

### 6.2.3. Échantillon 2

La Fig. 28 présente le signal moyenné obtenu à partir de la série de 100 mesures faites sur l'échantillon 2. Ce signal est d'une qualité très satisfaisante. Le régime semi-

Tableau 4  
Propriétés identifiées, échantillon 2

	<i>a</i>	<i>b</i>	<i>k</i>	$\rho c_p$	$R_c$
Valeurs	$0,86 \times 10^{-5}$	18570	55	$6,33 \times 10^6$	$9,28 \times 10^{-7}$
Incertitudes	4 %	12 %	13 %	13 %	29 %

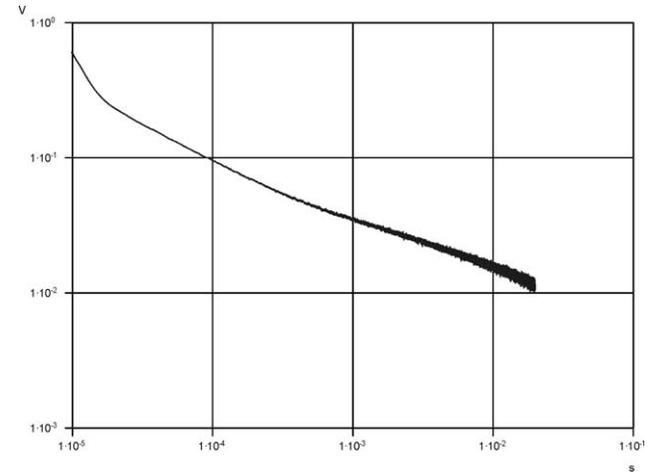


Fig. 28. Le signal moyenné (échantillon 2).

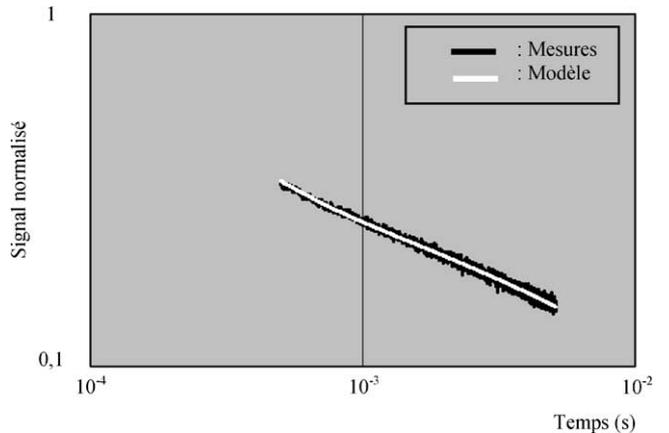


Fig. 29. Comparaison valeurs mesurées / valeurs calculées (échantillon 2).

infini ainsi que la transition dépôt-substrat sont tous deux bien marqués. Le rapport signal sur bruit est très satisfaisant. L'identification de paramètres est donc tout à fait possible. Le Tableau 4 présente les résultats de l'identification. La plage temporelle permettant une identification optimisée est comprise entre les instants  $5 \times 10^{-4}$  s et  $5,1 \times 10^{-3}$  s (23000 points). L'instant de normalisation est  $5,5 \times 10^{-5}$  s. L'écart-type normalisé des résidus vaut  $3,41 \times 10^{-3}$  et leur moyenne normalisée est égale à  $-6 \times 10^{-5}$ , ce qui est proche des caractéristiques statistiques normalisées du bruit de mesure (écart-type estimé :  $3,42 \times 10^{-3}$ , moyenne nulle). La valeur finale du critère est 0,26. Les résidus ne présentent aucun signe de dérive ou d'oscillation (Fig. 30). Ils sont bien centrés sur une valeur proche de zéro. Nous pouvons donc accorder toute confiance à ces estimations.

Tableau 5  
Propriétés identifiées, échantillon 3

	<i>a</i>	<i>b</i>	<i>k</i>	$\rho c_p$	<i>R<sub>c</sub></i>
Valeurs	$1,39 \times 10^{-5}$	18020	67	$4,82 \times 10^6$	$7,86 \times 10^{-7}$
Incertitudes	3 %	11 %	12 %	12 %	18 %

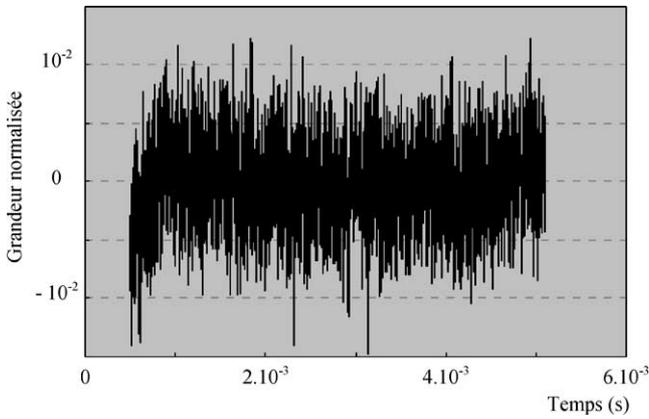


Fig. 30. Les résidus (échantillon 2).

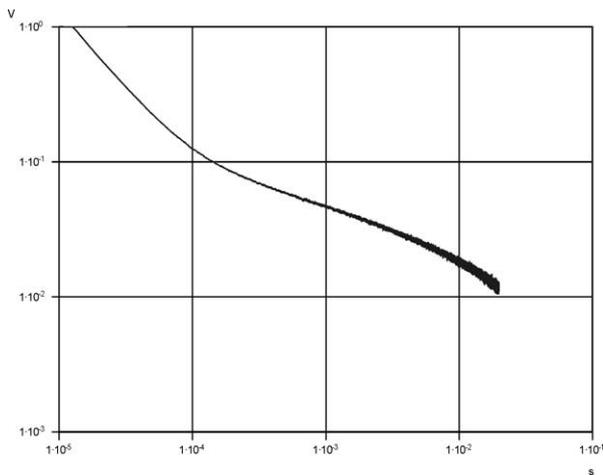


Fig. 31. Le signal moyenné (échantillon 3).

#### 6.2.4. Échantillon 3

La Fig. 31 présente le signal moyenné obtenu à partir de la série de 100 mesures faites sur l'échantillon 3. Ce signal est comparable à celui mesuré sur l'échantillon 2. Bien que très court, le régime semi-infini est visible. Le niveau de bruit reste toujours faible. La transition dépôt-substrat est, en revanche, très marquée. L'identification est donc possible et nous pouvons déjà dire que les résultats que nous obtiendrons auront un niveau d'incertitude certainement plus faible que les autres estimations. Le Tableau 5 présente les résultats de l'identification. La plage temporelle d'identification est comprise entre les instants  $2,05 \times 10^{-4}$  s et  $5,15 \times 10^{-3}$  s (24725 points). L'instant de normalisation est  $2 \times 10^{-4}$  s. L'écart quadratique moyen normalisé des résidus vaut  $5,52 \times 10^{-3}$  et leur moyenne normalisée est égale à  $-1 \times 10^{-4}$ . L'estimation de l'écart-type normalisé du bruit

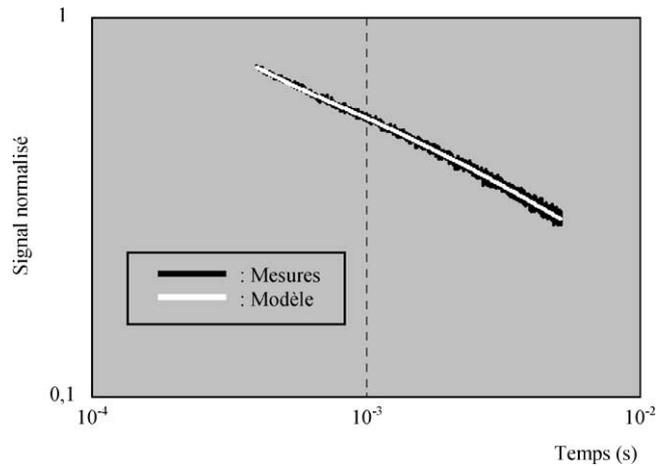


Fig. 32. Comparaison valeurs mesurées / valeurs calculées (échantillon 3).

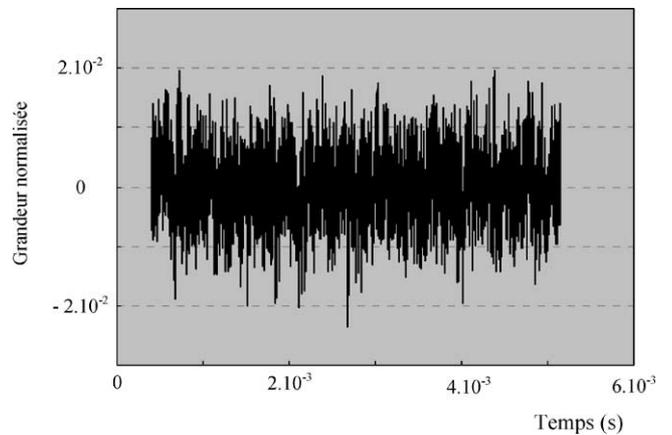


Fig. 33. Les résidus (échantillon 3).

de mesure donne  $5,52 \times 10^{-3}$  (de moyenne toujours nulle). Comme pour l'échantillon 2, les résidus ont un aspect tout à fait satisfaisant (Fig. 33) : centrés sur une valeur proche de zéro, non oscillants et ne dérivant pas aux temps longs. Ces estimations sont donc fiables.

#### 6.3. Interprétation des résultats

Les Fig. 34 à 38 représentent les valeurs de la conductivité, du produit  $\rho \times c_p$ , de la diffusivité, de l'effusivité et de la résistance de contact de chaque échantillon. L'incertitude relative de chaque résultat est mise en évidence ainsi que les propriétés du chrome massif.

Les valeurs identifiées sont bien différentes suivant les échantillons. Notre procédé expérimental associé à notre technique d'identification nous permet de distinguer les trois échantillons par leurs propriétés thermiques. De plus, on constate que les dépôts de chrome électrolytique ne présentent pas les mêmes propriétés que le chrome massif. La structure micro-fissurée du chrome dur est sans doute à l'origine de cette différence. Le traitement thermique (échantillon 1/échantillon 2) fait diminuer significativement la diffusivité thermique, ce qui améliore le rôle de protection

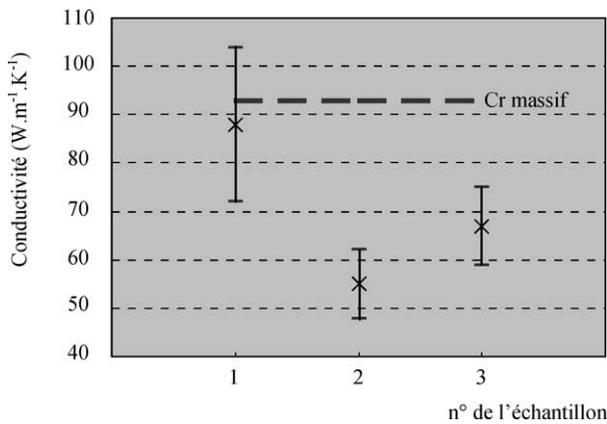


Fig. 34. Évolution de la conductivité.

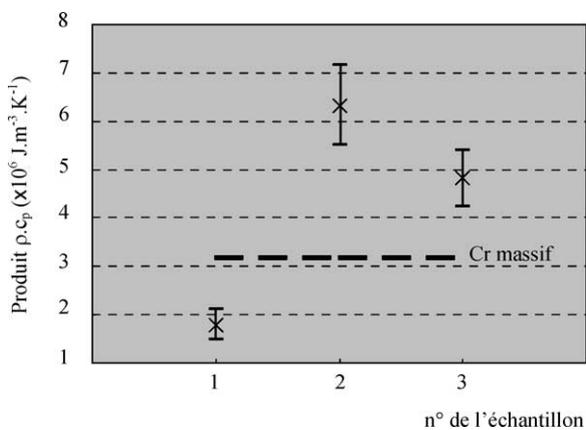
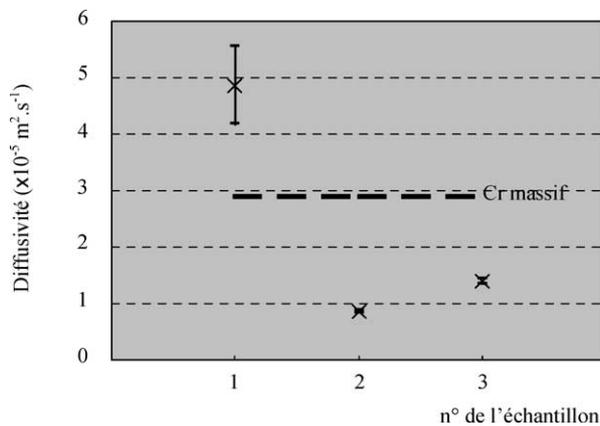
Fig. 35. Évolution du produit  $\rho \cdot c_p$ .

Fig. 36. Évolution de la diffusivité.

thermique du dépôt (Fig. 36). Ce traitement, cependant, détériore la qualité thermique de l'interface chrome/acier (Fig. 38). L'opération de recuit (échantillon 2/échantillon 3), simulatrice d'usure, semble ramener les propriétés thermiques vers des propriétés d'un chrome massif. La diffusivité du dépôt augmente : son rôle protecteur en est réduit d'autant (Fig. 36). On ne peut rien dire sur les éventuelles évolutions de la RTC puisque le niveau d'incertitude de ces résultats ne nous permet pas de les distinguer (Fig. 38).

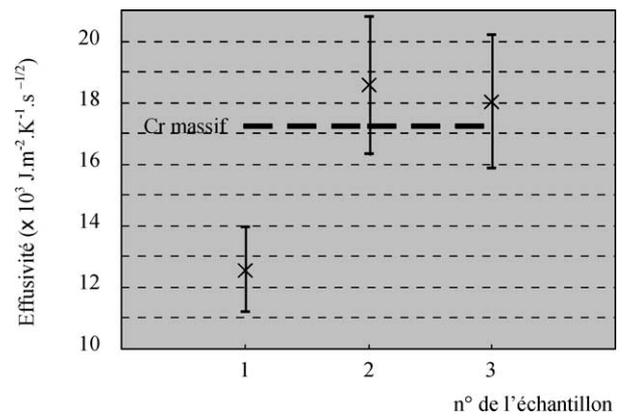


Fig. 37. Évolution de l'effusivité.

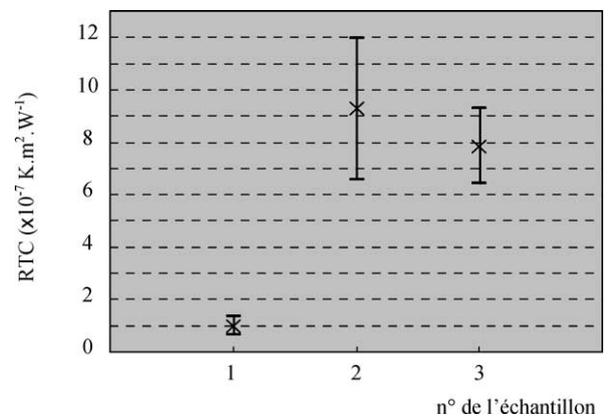


Fig. 38. Évolution de la résistance thermique de contact.

#### 6.4. Conclusion

Les trois échantillons qui présentent des caractéristiques métallographiques différentes ont des propriétés thermophysiques et des qualités d'interface différentes. Ceci a été bien mis en évidence par les résultats d'estimation sans ambiguïté possible. Nos estimations confirment que le dépôt qui remplira le mieux son rôle de protection thermique est celui qui a été traité thermiquement dans ce but (échantillon 2). L'usure simulée par le recuit (échantillon 3) a bien été détectée par notre technique.

#### 7. Conclusion

Nous avons développé une technique d'identification efficace qui nous permet d'estimer les propriétés thermophysiques d'un dépôt métallique et la résistance thermique de contact pouvant exister entre celui-ci et son substrat. Nous commençons par utiliser un modèle simplifié à deux paramètres dont le problème inverse associé n'est pas trop mal conditionné. L'algorithme résolvant ce problème converge facilement sans prendre de précautions particulières sur le jeu de paramètres initiaux. Le jeu de paramètres ainsi identifié nous permet de faire une étude du conditionnement de

la matrice  $X^T X$  en fonction de la fenêtre temporelle d'identification. A l'aide de la nouvelle plage temporelle d'identification et du jeu de paramètres identifié par le modèle simplifié, nous mettons en œuvre un deuxième algorithme utilisant un modèle à trois paramètres beaucoup plus sensible aux conditions d'initialisation. Les résultats obtenus sont fiables et précis. Le niveau d'incertitude des résultats obtenus à partir des mesures est acceptable mais nous pouvons espérer le réduire par une meilleure connaissance des substrats.

A l'avenir, nous souhaitons continuer les expérimentations sur des dépôts de différentes natures et de différentes épaisseurs, procéder à des mesures des propriétés thermiques à des températures supérieures à la température ambiante et poursuivre les améliorations de notre méthode d'identification en optimisant le choix de l'instant initial de la plage temporelle d'identification et de l'instant de normalisation.

## Références

- [1] O. Faugerox, Caractérisation thermophysique de revêtement de protection thermomécanique par méthode photothermique impulsionnelle, Thèse de doctorat, Université de Perpignan, déc. 2001.
- [2] W.J. Parker, C.P. Jenkins, C.P. Butler, G.L. Abott, Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity and thermal conductivity, *J. Appl. Phys.* 32 (1961) 1676–1684.
- [3] F. Rigollet, Caractérisation thermophysique d'un revêtement à l'aide d'une méthode photothermique impulsionnelle associée à la résolution d'un problème inverse, Thèse de doctorat, Université de Provence, jan. 1999.
- [4] J.V. Beck, K.J. Arnold, *Parameters Estimation in Engineering and Sciences*, Wiley, New York, 1977.
- [5] M. Raynaud, Conception optimale des expériences, in: Cours C3A, Ecole d'hiver METTI '99, Presses Universitaires de Perpignan, 1999, pp. 137–155.
- [6] Y. Jarny, D. Maillet, Problèmes inverses et estimation de grandeurs en thermique, in: Cours C1A, Ecole d'Hiver METTI '99, Presses Universitaires de Perpignan, 1999, pp. 1–50.
- [7] D. Maillet, A. Degiovanni, C. Moyne, J.C. Batsale, *Thermal Quadrupoles*, Wiley, New York, 2000.
- [8] H. Stefest, Remarks on algorithm 368, *ACM Commun.* 13 (1970) 624.