

Table des matières

Table des matières	1
Introduction générale.....	2
1. Développement d'un banc de mesure d'émissivité à haute température (B.M.E.I.R)	10
2. Etalonnage et validation du banc BMEIR	45
3. Mesure de l'émissivité spectrale à chaud du TA6V et de l'Inconel 625	72
4. Développement d'une méthode de mesure RTC à haute température	114
5. Mesure de la RTC à haute température pour des applications de formage SPF	160
Conclusion générale	200
Perspectives.....	203
Annexe 1 : Compléments et définitions sur les échanges radiatifs	208
Annexe 2 : Calcul du coefficient d'échange convecto-radiatif	213
Annexe 3 : Choix de la référence pour le corps noir de transfert du banc BMEIR.....	216
Annexe 4 : Compléments sur l'incertitude de mesure d'émissivité.....	220
Annexe 5 : Diagnostic ex situ des pastilles d'Inconel 625 après chauffage	223
Annexe 6 : Mise en œuvre des barreaux de béton	227
Annexe 7 : Détermination de la conductance pour l'interface TA6V-Béton.....	229
Annexe 8 : Détermination de la conductance pour l'interface Inconel 625-Béton	231
Bibliographie.....	233
Table des figures.....	249
Liste des tableaux.....	257

Introduction générale

L'attention apportée aux alliages légers (Aluminium, Titane et Magnésium) ainsi que la nécessité de pièces de plus en plus complexes ont amené un intérêt croissant pour le formage superplastique dans l'industrie aéronautique [1]. Le principe de ce procédé est d'amener une tôle dans une gamme de température et de vitesse de déformation permettant au matériau d'atteindre un état dit superplastique. Des déformations très élevées sont alors possibles avec des allongements à rupture pouvant aller jusqu'à 1000% [2].

La ductilité élevée dans des conditions de superplasticité permet de réaliser des formes très complexes en une seule opération. Les pressions à appliquer pour déformer la tôle sont également beaucoup plus faibles que celles observées pour un formage à chaud classique (emboutissage...). La pression est donc imposée grâce à un gaz inerte permettant à la tôle en condition de superplasticité d'épouser la forme de l'outil situé en dessous (Figure 1).

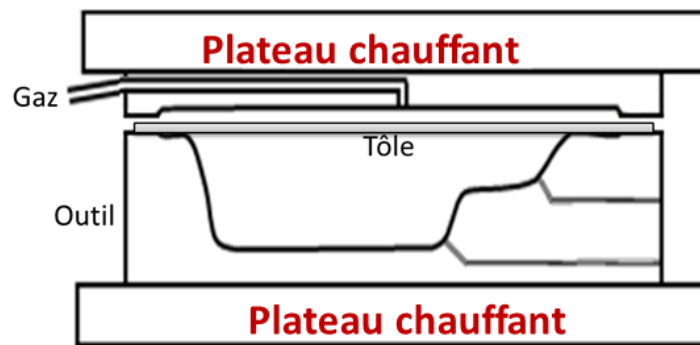


Figure 1 : Schéma de principe du formage SPF conventionnel [3]

Le formage superplastique présente donc un certain nombre d'avantages comme la réalisation de pièces complexes ainsi qu'un très bon état de surface de la pièce formée. Ce procédé présente également un certain nombre de limitations comme la nécessité de garder une taille de grains faible et stable pendant la déformation, donc la contrainte de mettre en place des cycles thermiques limitant les phénomènes tels que la croissance de grains ou les changements de phase.

De plus, l'élaboration de la microstructure initiale à grains fins peut s'avérer complexe pour les fabricants de tôle, ce qui induit un coût matière relativement élevé. **Le formage superplastique est également très énergivore.** En effet, les températures de formage sont souvent élevées : autour de 900°C pour les alliages de titane à titre d'exemple. En outre, la tôle est chauffée de manière indirecte dans le cas d'un formage superplastique conventionnel (Figure 1).

Le chauffage par conduction amène donc des temps longs avec un temps de chauffe initial de la presse et des outils compris entre 12 et 18 heures[3]. De plus, dans le cadre d'une production en série, il est nécessaire de chauffer la presse entre chaque cycle de formage avec des temps de chauffage compris entre 45 et 90 minutes. Seulement 5% de l'énergie totale est ainsi utilisée pour le chauffage de la tôle[4].

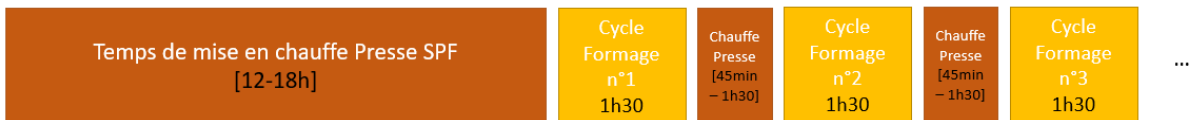


Figure 2 : Exemple de tôle issue d'un formage SPF conventionnel [3]

Afin de réduire significativement les temps de cycles induits par le formage SPF conventionnel, des solutions de chauffage direct de la tôle ont été envisagées. Cet objectif a été le cœur du projet FASTE (Formage Avancé Superplastique du Titane Economique) entre 2012 et 2016 mené en partenariat entre la société Aurock et l'Institut Clément Ader.

Un pilote de formage SPF industriel doté d'un couvercle de chauffage utilisant des lampes infrarouges (IR) a été le résultat principal de ce projet (Figure 4). Ce type de chauffage permet à la fois un gain de temps, de flexibilité et de coût par rapport à un chauffage résistif plus traditionnel[5]. Les gains de temps obtenus avec l'utilisation du chauffage IR sont illustrés sur la Figure 3.

SPF conventionnel:



SPF Infra rouge:

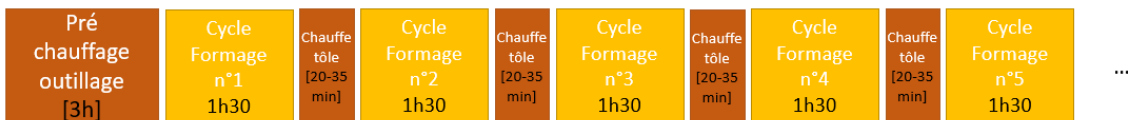


Figure 3 : Comparaison des temps de cycle induits par les deux types de chauffage pour une production en série[3]

La température de la tôle est cependant plus difficile à maîtriser car l'interaction rayonnement/tôle doit être bien contrôlée. De plus, un gradient thermique important se développe entre la tôle et l'outil car le gain de temps de cycle passe par un formage sur un outil froid (à tout le moins à une température inférieure à celle de formage).

Afin de caractériser les échanges thermiques (radiatifs comme conductifs), il est nécessaire de connaître précisément **les propriétés radiatives des matériaux en présence** mais aussi **les propriétés thermiques à l'interface tôle-outil**.



Figure 4 : Exemple de plateau de chauffage pour un formage SPF-IR[3]

Le formage de la tôle se déroule principalement en deux étapes : la tôle est d'abord amenée à la température de superplasticité puis la mise en forme est réalisée par pression de gaz dans un second temps. Le maintien de cette température de tôle au cours du cycle est primordial. En effet, le comportement superplastique d'un matériau n'est possible que pour une étroite plage de température et de vitesses de déformation donnée[6]. **Le non-respect de ces conditions peut entraîner un déchirement de la tôle.** La prédiction de la température de la tôle en amont par simulation numérique s'impose donc d'elle-même.

Le développement des outils informatiques lors des dernières décennies a ainsi permis la généralisation de la simulation numérique dans les procédés de mise en forme à chaud ($T > 500^{\circ}\text{C}$) [7]. Elle a permis de réduire significativement les cycles de mise en forme mais également d'améliorer la qualité des pièces formées[8] et donc corollairement le taux de rebus ainsi que la quantité d'opérations de parachèvement.

La majorité des outils de simulation numérique utilisent la méthode des éléments finis. La fiabilité des modèles prédictifs réalisés est en partie dépendante de la précision apportée à la fois sur les propriétés physiques des matériaux en présence et sur les conditions aux limites[9].

Néanmoins, disposer de bases de données complètes et précises de propriétés thermo-physiques des matériaux s'avère une tâche particulièrement ardue. En effet, les plages de température observées dans les procédés de formage à chaud imposent de connaître précisément leur évolution selon la température.

De plus, les bases de données à haute température ($> 700^{\circ}\text{C}$) sont rares du fait de la complexité expérimentale des moyens de caractérisation et de la diversité des alliages métalliques impliqués dans ce type de procédé.

En outre, une certaine dispersion est souvent observée dans les données issues de la littérature, qui peut provenir de légères différences de nature chimique des échantillons, d'environnement ou de méthode de mesure. A titre d'exemple, l'évolution de la chaleur spécifique C_p de l'alliage TA6V en fonction de la température selon plusieurs sources est présentée sur la Figure 5 :

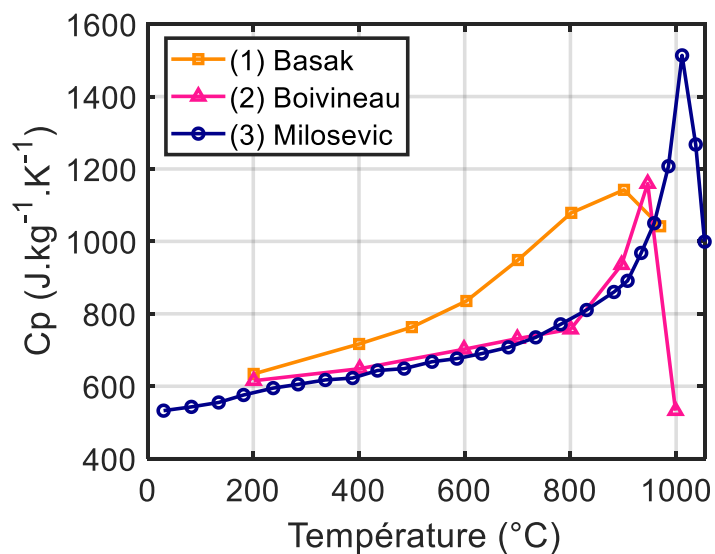


Figure 5 : Chaleur spécifique (Cp) de l'alliage TA6V en fonction de la température selon : (1)[10], (2)[11], (3)[12]

Des différences importantes (jusqu'à 50 %) sur le Cp sont observées à haute température selon la source. Elles peuvent s'expliquer par une différence de composition chimique et/ou microstructurale mais aussi par l'emploi de techniques de mesure différentes. Il est évident que l'impact d'une telle dispersion sur un calcul thermomécanique induirait un biais important sur les cycles et/ou températures prédits.

De manière générale, les mesures des propriétés physiques à haute température relevées dans la littérature souffrent d'un manque d'informations et de traçabilité sur les conditions expérimentales (composition chimique, état de surface, présence de défauts, atmosphère...). Il en résulte alors une incertitude importante sur les valeurs des propriétés physiques implémentées qui s'additionne aux incertitudes inhérentes aux modèles numériques.

Les travaux présentés dans ce manuscrit s'inscrivent dans le cadre du projet « FASTE 2 » (Formage Avancé Superplastique du Titane Economique 2) faisant suite au projet FASTE. Il réunit 3 partenaires : Aurock (PME), NEOTIM (PME) et l'Institut Clément Ader – Albi (laboratoire de recherche). L'objectif de ce projet était de fiabiliser le procédé de formage superplastique par chauffage IR. Cette fiabilisation passe par une optimisation des modèles thermomécaniques prédictifs existants.

Il est donc nécessaire d'apporter une précision suffisante sur les données d'entrée implémentées dans ces modèles éléments finis. Ces données d'entrée doivent également être connues sur une gamme thermique suffisamment large. En effet, la température de formage superplastique est en général supérieure à $0.5 \cdot T_f$ (avec T_f le point de fusion) [13]. Les deux grandeurs étudiées dans ces travaux sont :

- l'émissivité (propriété radiative) qui permet de caractériser l'échange lampe-tôle mais également l'échange thermique entre la tôle et l'outil avant contact, **majoritairement radiatif**.
- la résistance thermique de contact (RTC) permet quant à elle de caractériser l'échange thermique à l'interface lors de **la mise en contact de la tôle et de l'outil**.

Un calcul paramétrique simplifié réalisé sous Comsol Multiphysics® permet de mettre en évidence l'influence importante de ces deux grandeurs sur la température atteinte sur la tôle, donc sur sa bonne formabilité. Le cas étudié est une tôle de TA6V chauffée par rayonnement IR en contact avec un outil en acier inoxydable. Les conditions aux limites sont présentées sur la Figure 6.

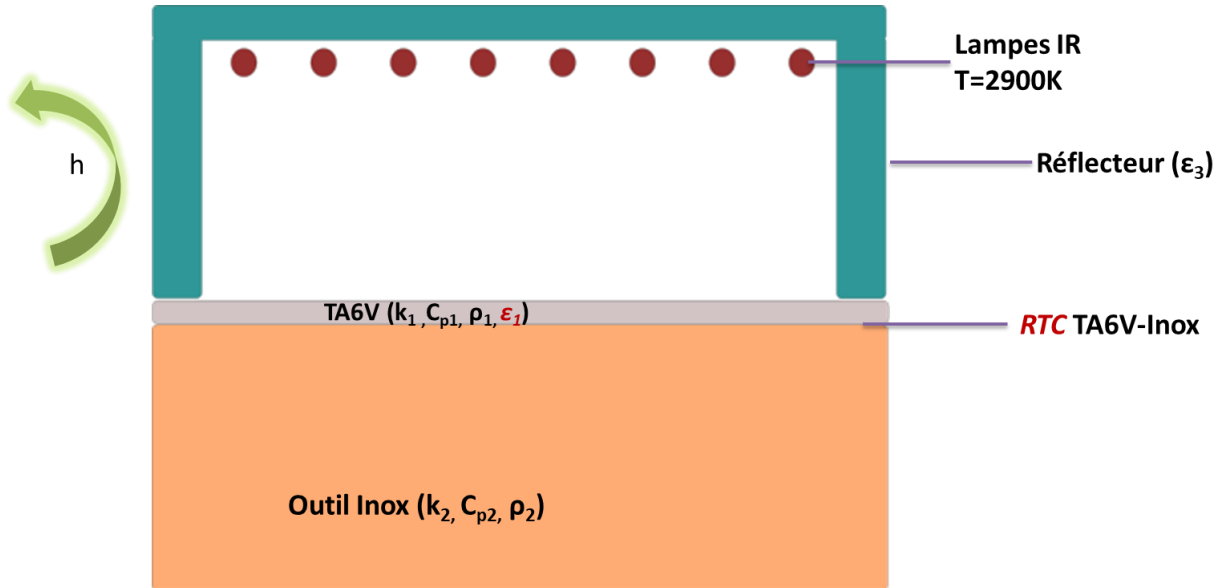


Figure 6 : Conditions aux limites du modèle

Un cycle de formage d'une heure, caractéristique du formage SPF IR, a été considéré. L'interface entre l'outil et la tôle a également été ramenée à un contact plan/plan. Les valeurs des propriétés thermiques et de la masse volumique sont considérées constantes avec la température pour ce calcul de première approche. Elles sont explicitées dans le Tableau 1.

Matériau	Conductivité thermique k ($W.m^{-1}.K^{-1}$)	Chaleur spécifique C_p ($J.kg^{-1}.K^{-1}$)	Masse volumique ρ ($kg.m^{-3}$)	Emissivité ϵ
(1) Tôle TA6V	$k_1=6.7$	$C_{p1}=550$	$\rho_1=4420$	<u>ϵ_1 : paramètre</u>
(2) Outil Inox	$k_2=16$	$C_{p2}=502$	$\rho_1=7850$	-
(3) Réflecteur	$k_3=0.15$	$C_{p3}=1400$	$\rho_3=300$	$\epsilon_3=0.1$

Tableau 1 : Propriétés physiques des matériaux en présence[14][15]

Les deux paramètres étudiés à travers ce calcul sont l'émissivité de la tôle TA6V et la RTC entre l'outil et la tôle. Les plages de variations utilisées dans ce calcul sont présentées dans le Tableau 2.

ϵ_1	[0.3 ; 0.7] avec un pas de 0.05
$h_{cond}=1/RTC$ ($W.m^{-2}.K^{-1}$)	[600 ; 1400] avec un pas de 100

Tableau 2 : Plages de variation des paramètres

Les plages de variation des paramètres ont été choisies par rapport à un couple d'émissivité/conductance permettant d'atteindre la température SPF cible sur la tôle : $\epsilon_1=0.5$ et

$h_{\text{cond}}=1000 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$. Une température moyenne de 877°C a ainsi été calculée sur la tôle. Les températures de tôle calculées en faisant varier ces deux paramètres tel que défini dans le Tableau 2 sont représentées sur la Figure 7.

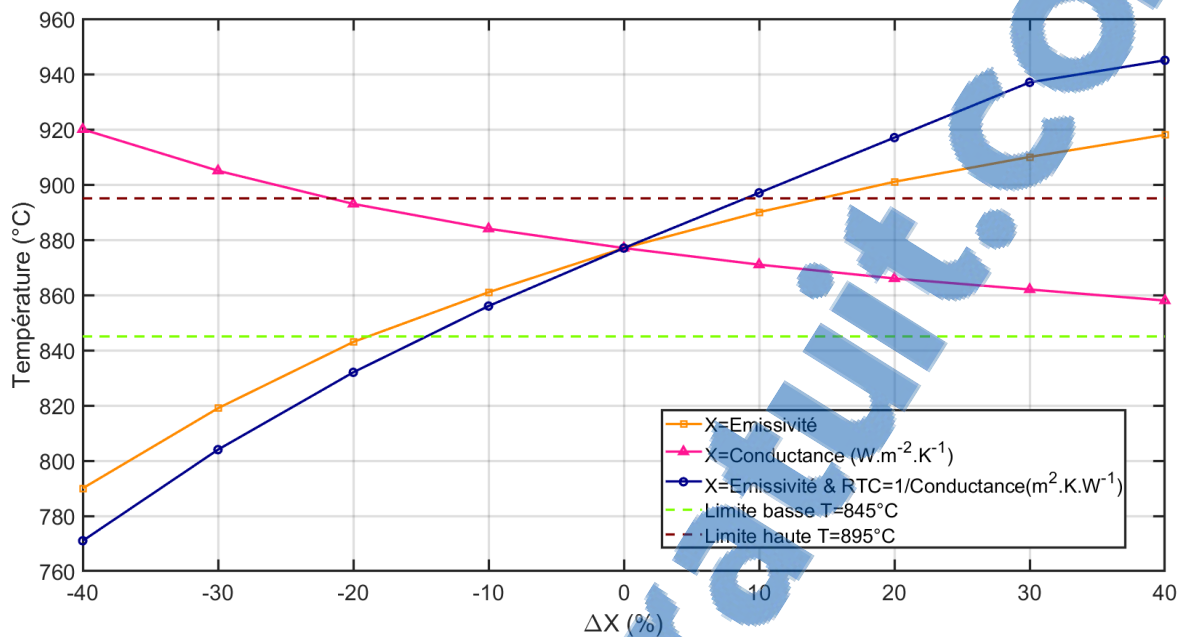


Figure 7 : Influence de l'émissivité et de la conductance sur la température de tôle

La sous-estimation de l'émissivité entraîne une sous-estimation importante sur la température de tôle. La marge d'erreur acceptable est également faible avec une variation autorisée de +13% autour de la valeur de référence. Cette fenêtre étroite est logique au regard du type de chauffage utilisé sur la tôle.

La diminution de la conductance, correspondant à une augmentation de la RTC, a pour conséquence des températures plus importantes observées sur la tôle. En effet, la RTC à l'interface peut être considérée comme une « pseudo zone d'isolation thermique » ayant pour conséquence une amplification de la température de surface. Un écart de 70°C par rapport à la valeur de référence est calculé au bout d'une heure de chauffage dans le cas d'un contact quasi-parfait ($h_{\text{cond}}=10^9 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$). L'hypothèse du contact parfait souvent utilisée en première approche a donc pour conséquence une sous-estimation significative de la température de tôle. Il est donc nécessaire de caractériser la RTC afin d'éviter cette dérive qui peut être pénalisante pour le processus de formage.

Le calcul précédent a permis d'illustrer le fait qu'il est nécessaire de connaître assez précisément ces deux grandeurs qui sont des entrées du calcul thermomécanique (préchauffage radiatif et phase de contact). Dans le cas précis de la simulation de la température d'une tôle de TA6V en contact avec un outil en acier inoxydable et chauffé par des lampes infrarouges, l'émissivité doit être connue à 13% près et la RTC à 20%. Dans le cas où les deux grandeurs sont biaisées, ces incertitudes peuvent se cumuler et l'erreur ne doit pas dépasser 9% pour ces deux grandeurs.

Le recours à des bases de données de la littérature s'avère donc particulièrement complexe car les données sont rares, dispersées et les métrologies relatives à ces mesures sont généralement très peu détaillées. Il est aussi à rappeler qu'aucune norme ne régit l'évaluation de ces paramètres. Le

verrou scientifique réside donc autant dans l'évaluation de paramètres dans des conditions thermiques difficiles (hautes températures) que dans l'évaluation des métrologies s'y rapportant et l'étroitesse de la fenêtre d'incertitude visée. Pour toutes ces raisons, il a été décidé de développer des bancs de mesure à haute température dédiés à chacune de ces grandeurs.

L'approche adoptée dans cette thèse consiste donc à développer deux bancs d'essai spécifiques permettant la mesure de l'émissivité totale et de la RTC dans des conditions proches du procédé de formage superplastique IR.

La mesure d'émissivité se fait ainsi à partir du chauffage par lampes d'échantillons métalliques ; la mesure de RTC est réalisée à chaud avec deux matériaux (échantillon de tôle et cylindre) chargés en compression afin de reproduire le contact tôle/outil sous pression gazeuse. La méthodologie adoptée pour ces deux grandeurs sera la même et se déclinera selon quatre étapes fondamentales de métrologie :

- Le dimensionnement du banc par calculs analytiques ou numériques
- La conception, l'instrumentation et le test
- La validation métrologique à partir d'un cas de référence
- La campagne de mesure sur les échantillons test et une analyse critique.

Le manuscrit est donc organisé selon cinq chapitres :

- Le développement du banc de mesure de l'émissivité à chaud est détaillé dans le chapitre 1. Une étude bibliographique a d'abord permis de sélectionner la méthode de mesure utilisée. Un dimensionnement des organes du banc a ensuite été réalisé afin d'obtenir des gammes de températures représentatives du formage SPF. Un soin particulier été apporté au choix de l'instrumentation afin de disposer à la fois de mesures spectrales (mesure de température sans contact) et intégrées (code de calcul).
- Le chapitre 2 est axé sur l'étalonnage et la validation du banc de mesure développé dans le chapitre 1. Les capteurs sélectionnés ont tout d'abord été étalonnés. La prise en compte des signaux parasites sur la mesure d'émissivité a ensuite été particulièrement étudiée. Le banc a finalement été validé avec un matériau de référence (platine) bien documenté et présentant peu de variation de ses propriétés radiatives avec la température.
- Une étude de l'émissivité de deux matériaux emblématiques de l'aéronautique (TA6V et Inconel 625) a ensuite été abordée dans le chapitre 3. Des mesures spectrales et intégrées ont été réalisées sur ces deux matériaux. Le TA6V étant un matériau présentant une forte oxydation à haute température, son émissivité a ensuite été reliée à une épaisseur de couche d'oxyde.
- Le développement du banc de mesure de la RTC à chaud est quant à lui présenté dans le chapitre 4. Comme dans le cas de l'émissivité, une étude bibliographique a permis de choisir la méthode de mesure utilisée. Un dimensionnement des constituants du banc (éprouvettes, isolation, mors refroidis...) permettant de maximiser la température d'interface et de

maîtriser les conditions aux limites a été réalisé. Les deux outils sélectionnés dans le cadre du projet FASTE 2 ont été étudiés :

- un outil en acier inoxydable 310 (Inox 310) et un autre en béton réfractaire. L'instrumentation a été différente dans les deux cas : pour l'inox 310, la température de l'échantillon est mesurée par un thermocouple.
 - Dans le cas de l'outil béton, elle est réalisée par un pyromètre doté d'une fibre optique blindée traversant l'outil béton. Cette différence d'instrumentation a amené une résolution différente de la RTC dans les deux cas.
 - Dans le cas de l'inox 310, le flux de chaleur est 1D et la résolution se fait donc de manière analytique. Dans le cas du béton, le flux de chaleur n'est pas 1D et la résolution se fait alors par méthode inverse.
- La détermination de la RTC pour des tôles de TA6V et d'Inconel 625 en contact avec des outils en inox 310 ou béton est abordée dans le chapitre 5.
 - Dans le cas de l'outil inox 310, l'effet de la pression de contact et de la température sur la RTC a été particulièrement étudié. L'effet d'un revêtement en nitrure de bore (BN) utilisé comme lubrifiant dans les applications industrielles sur la RTC a également été étudié.
 - Dans le cas de l'outil béton, la RTC a été étudiée à une seule température et a permis de mettre en évidence la faisabilité de la mesure malgré un flux de chaleur non 1D et des conditions aux limites plus complexes que dans le cas de l'outil inox 310.

1. Développement d'un banc de mesure d'émissivité à haute température (B.M.E.I.R)

1.	Développement d'un banc de mesure d'émissivité à haute température (B.M.E.I.R)	10
1.1.	État de l'art sur les méthodes de mesure de l'émissivité à haute température.....	13
1.1.1.	Rappel sur les propriétés radiatives des matériaux	13
a.	Luminance	13
b.	Rayonnement du corps noir	14
c.	Emissivité d'un corps.....	14
1.1.2.	Méthodes de mesure de l'émissivité	16
a.	Méthodes de mesures indirectes.....	16
b.	Méthodes de mesure calorimétriques.....	19
c.	Méthode de mesures directes	20
1.1.3.	Bilan et choix de la méthode de mesure	26
1.2.	Développement du banc de mesure d'émissivité à haute température	29
1.2.1.	Description générale du banc BMEIR.....	29
a.	Schéma du système.....	29
b.	Caractérisation de la source radiative.....	30
c.	Dimensionnement du porte-échantillon.....	32
1.2.2.	Instrumentation du banc BMEIR	36
a.	Sélection des détecteurs	36
b.	Influence de la discontinuité du spectre sur le calcul d'émissivité totale.....	38
c.	Détermination de la zone de mesure sur l'échantillon	40
d.	Adaptation du banc pour des mesures sous vide/atmosphère neutre	41
1.2.3.	Performances du banc BMEIR	42
1.3.	Conclusion partielle.....	44

NB : Le contenu de ce chapitre a été en partie repris d'un article de revue publié [16]: « A fast and versatile method for spectral emissivity measurement at high temperatures », A. El Bakali, R. Gilblas, T. Pottier, Y. Le Maoult, *Review of Scientific Instruments* 90, 115116 (2019); <https://doi.org/10.1063/1.5116425>. Avec la permission d'AIP Publishing.

La généralisation de la simulation numérique [17], ainsi que le développement des moyens de mesure de température sans contact [18][19] ces dernières décennies, a conduit à un besoin croissant en données thermo-physiques, en particulier en propriétés radiatives telle que l'émissivité des matériaux. L'émissivité est une grandeur complexe présentant une dépendance à la fois matérielle, spectrale, thermique et directionnelle. Elle peut être déclinée sous différentes formes telles que l'émissivité spectrale directionnelle, l'émissivité spectrale hémisphérique, l'émissivité totale directionnelle ou encore l'émissivité totale hémisphérique [20].

En pratique, les grandeurs les plus couramment utilisées et recherchées restent **l'émissivité spectrale directionnelle et l'émissivité totale hémisphérique**. L'émissivité spectrale directionnelle est majoritairement utilisée dans le domaine de la mesure de température sans contact avec des appareils fonctionnant dans une gamme spectrale restreinte [21] (Pyromètre IR, Caméra IR...). Comme l'émissivité peut présenter de **fortes variations spectrales**, une bonne connaissance de sa valeur dans la bande spectrale du détecteur est nécessaire pour une mesure précise de température [22].

L'émissivité totale hémisphérique est quant à elle utilisée comme condition aux limites dans les calculs thermiques en général que ce soit en calcul de rayonnement de surface à surface, en calcul thermique analytique ou encore en simulation numérique. L'émissivité totale hémisphérique reste la valeur la plus accessible et répandue à des températures proches de l'ambiante. Elle peut être mesurée avec des moyens simples tels que les thermopiles ou bolomètres [23].

L'émissivité d'un matériau dépend de nombreux paramètres tels que sa **température, sa rugosité de surface, le traitement thermique appliqué, l'oxydation, la méthode de mesure**[24][25]... Ainsi, les valeurs retrouvées dans la littérature pour un même matériau souffrent d'une forte dispersion. De plus, le peu d'informations concernant les caractéristiques de l'échantillon utilisé ainsi que la méthode de mesure complexifient l'établissement d'une base de données fiable et universelle. Cette incertitude peut s'avérer problématique pour des applications nécessitant une précision importante telles que les procédés de mise en forme utilisant un chauffage IR ou encore la mesure de température précise sans contact (thermographie).

Des dispositifs commerciaux (spectromètre IRTF, emissomètre...) existent pour des mesures d'émissivité directionnelle spectrale ou totale **jusqu'à 400°C** [26], ce qui est particulièrement adapté pour les matériaux thermoplastiques et les matériaux composites [27], mais souvent insuffisant pour les matériaux métalliques ou les céramiques pouvant être utilisés et mis en forme à plus haute température. Pour accéder à une valeur réaliste de l'émissivité, il est préconisé de la mesurer dans des conditions expérimentales proches de l'application finale (température, atmosphère, vitesse de chauffe, paliers de température, moyen de chauffage...).

Dans ces travaux, le choix s'est porté sur le développement en propre d'un dispositif dédié aux mesures d'émissivité à chaud. Le choix de la gamme thermique est déduite des températures observées dans les procédés de mise en forme métalliques les plus courants (estampage [28],

formage à chaud [29], matriçage [30], formage superplastique [13]...). La gamme spectrale est, quant à elle, tributaire des technologies de détecteurs existants et compatibles avec la gamme thermique évoquée précédemment [21] :

- NIR BI (Near Infrared Band I) correspondant à une gamme spectrale comprise entre 0.9 et 1.7 μm dans le proche infrarouge
- MIR BII (Mid Infrared Band II) correspondant à une gamme spectrale comprise entre 3 et 5 μm dans le moyen infrarouge
- MIR BIII (Mid Infrared Band III) correspondant à une gamme spectrale comprise entre 7 et 14 μm dans le moyen infrarouge

NB : La bande comprise entre 5 et 7 μm est peu propice pour la mesure en raison d'une forte absorption du rayonnement IR par l'atmosphère à ces longueurs d'onde

Une émissivité totale peut ensuite être calculée à partir des valeurs spectrales obtenues sur chaque bande spectrale à condition que la gamme spectrale soit suffisamment large pour rendre compte de l'intégralité du flux émis par le matériau. A titre d'exemple, la plage de rayonnement utile représentant 96% de l'énergie totale et correspondant à une étendue spectrale comprise entre 0.5 et 5 fois la longueur d'onde d'émission maximale (λ_{max}) calculée par la loi de Wien ($\lambda_{max} = 2898/T(K)$) est présentée dans le Tableau 3 pour des températures de 600 et 1000°C.

Température (°C)	Longueur d'onde d'émission maximale (μm)	Etendue spectrale (μm)
600	3.32	[1.65 ; 16.5]
1000	2.27	[1.13 ; 11.3]

Tableau 3 : Etendues spectrales calculées par la loi de Wien à 600 et 1000°C

Ainsi, pour assurer une détection correcte de spectres de 600°C à 1000°C, il est nécessaire de mettre au point un système opérant entre 1.13 et 16.5 μm . A partir de ces données, il est possible de créer un cahier des charges présenté dans le Tableau 4.

Gamme thermique	Instrumentation	Gamme spectrale	Atmosphère	Matériau	Régulation
[600 ; 1000]°C	Mesure ϵ entre 600 et 1000°C	[1 ; 16.5] μm	Air, Vide, Ar, N, He	Métallique	Cyclage, Paliers, Rampes

Tableau 4 : Objectifs du banc de mesure d'émissivité

L'application première des résultats de ce banc de mesure est la mise en forme à chaud de matériaux métalliques. Il devra néanmoins être à la fois **simple dans sa mise en œuvre tout en étant versatile**. Cette versatilité est nécessaire afin de couvrir une large gamme d'applications allant de la mise en forme, aux applications spatiales, solaires... Les moyens de détection et de chauffage doivent donc être suffisamment **flexibles** pour réaliser des mesures spectrales et totales tout en permettant d'adapter facilement les conditions thermiques et atmosphériques. La simplicité est recherchée afin

de dimensionner un **banc autonome présentant un bon compromis économique** et pouvant également être mis en œuvre par des laboratoires non spécialisés (Sciences des matériaux...).

Ce chapitre sera donc organisé de la manière suivante : la première partie 1.1 présentera les différentes méthodes de mesure de l'émissivité puis une comparaison sera réalisée. Un choix sera ensuite fait en conséquence afin de sélectionner la méthode la plus adaptée pour cette étude. La deuxième partie 1.2 décrira le développement du dispositif ainsi que les différentes parties du banc expérimental afin de respecter les prérequis demandés dans le cahier des charges (Cf. Tableau 4).

1.1.État de l'art sur les méthodes de mesure de l'émissivité à haute température

Dans cette partie, un rappel des propriétés radiatives des matériaux est fait, avec une attention particulière apportée à l'émissivité. Ensuite, les méthodes de mesure les plus représentatives et emblématiques de celle-ci sont présentées et comparées. Une liste non-exhaustive de dispositifs de mesure d'émissivité est enfin détaillée dans un troisième point.

1.1.1. Rappel sur les propriétés radiatives des matériaux

a. Luminance

Le rayonnement thermique étant de nature électromagnétique, il est nécessaire de prendre en compte **son aspect directionnel**. Une grandeur photométrique appelée luminance prenant en compte cette dépendance spatiale est définie comme le flux émis dans une direction donnée par un élément de surface [20]. En considérant un flux surfacique φ émis par un élément de surface dS avec :

$$\varphi = \frac{d\phi}{dS} \text{ en } W.m^{-2} \quad (1)$$

La luminance monochromatique s'écrit de la manière suivante :

$$L_\lambda = \frac{d^3\phi}{dS * \cos\theta * d\Omega * d\lambda} \text{ en } W.m^{-2}.\mu m^{-1}.sr^{-1} \quad (2)$$

Cette relation est illustrée par le schéma suivant :

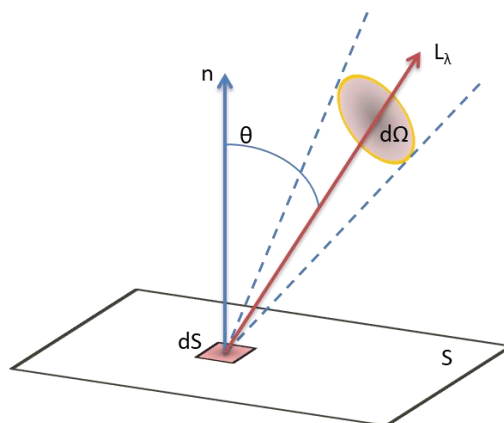


Figure 8 : Représentation schématique de la luminance

La luminance monochromatique (L_λ) correspond donc à la répartition dans l'espace du flux émis par une surface dS à une longueur d'onde donnée. L_λ se mesure en $W.m^{-2}.\mu m^{-1}.sr^{-1}$, le stéradian étant la mesure de l'angle solide qui, ayant son sommet au centre d'une sphère, intercepte sur celle-ci une surface égale au carré de son rayon. La luminance totale englobant toutes les longueurs d'onde peut également être définie en intégrant l'équation (2) par rapport à la longueur d'onde. L_λ est **la grandeur fondamentale** du rayonnement thermique permettant de calculer les différents flux de chaleur surfaciques (Exitance, Eclairement, Radiosité : voir Annexe 1) mais également les propriétés radiatives des matériaux dont l'émissivité.

b. Rayonnement du corps noir

Le corps noir, défini comme **l'émetteur optimal**, émet à une température donnée le maximum de flux énergétique possible. Il absorbe également l'intégralité du rayonnement incident quels que soient la longueur d'onde ou l'angle d'incidence. Le corps noir est un corps idéal servant de **référence** à la mesure d'émission thermique pour les autres corps. Ses caractéristiques peuvent être reproduites en utilisant une cavité fermée la plus isotherme possible et dotée d'une petite ouverture[31]. Ces dispositifs sont appelés « corps noir à cavité » ou encore « corps noir de laboratoire » et peuvent être obtenus avec diverses géométries.

La luminance monochromatique du corps noir dans le vide à une température donnée est exprimée par la loi de Planck :

$$L^0(\lambda, T) = \frac{c_1 \lambda^{-5}}{e^{\frac{c_2}{\lambda T}} - 1} \quad \text{en } W.m^{-2}.\mu m^{-1}.sr^{-1} \quad (3)$$

Avec λ la longueur d'onde en micromètres, T la température en Kelvin, c_1 et c_2 les constantes de la loi de Planck égales à :

$$c_1 = 2hc^2 = 1.19 * 10^{-16} W.m^2 \quad \text{et} \quad c_2 = \frac{h.c}{k} = 14388 \mu m.K \quad (4)$$

Avec $h = 6,626.10^{-34} m^2.kg.s^{-1}$ la constante de Planck, $k = 1,38.10^{-23} m^2.kg.s^{-2}.K^{-1}$ la constante de Boltzmann et $c = 299\,792\,458 m.s^{-1}$ la célérité de la lumière dans le vide.

En intégrant la loi de Planck par rapport à la direction et la longueur d'onde, l'exitance totale du corps noir exprimée par la loi de Stephan-Boltzmann est obtenue :

$$M = \sigma.T^4 \quad \text{en } W.m^{-2} \quad (5)$$

c. Emissivité d'un corps

La luminance d'un corps quelconque définie précédemment peut être exprimée sous la forme du produit de la luminance d'un corps noir et de l'émissivité [20][32].

$$L^{\vec{r}}(\lambda, T) = \varepsilon^{\vec{r}}(\lambda, T) * L^0(\lambda, T) \quad (6)$$

Cette émissivité est donc définie par le rapport de la luminance émise par une surface et celle émise par un corps noir à la même température. Comme la luminance, **l'émissivité présente des dépendances spectrale, thermique et directionnelle.**

$$\varepsilon^{\vec{r}}(\lambda, T) = \frac{L^{\vec{r}}(\lambda, T)}{L^0(\lambda, T)} \quad (7)$$

Cette émissivité est dite *spectrale directionnelle* ; elle peut être intégrée dans le demi-espace (hémisphère) pour définir l'émissivité *spectrale hémisphérique*:

$$\varepsilon^{\Omega}(\lambda, T) = \frac{\int_{\Omega_r=0}^{2\pi} \varepsilon^{\vec{r}}(\lambda, T) * L^0(\lambda, T) * \cos\theta_r d\Omega_r}{\int_{\Omega_r=0}^{2\pi} L^0(\lambda, T) \cos\theta_e d\Omega_r} \quad (8)$$

$$\text{Avec } \Omega = \iint_{\mathcal{S}} \sin\theta. d\theta. d\varphi$$

Sachant que l'émission thermique du corps noir est par définition isotrope, l'équation (8) peut être simplifiée :

$$\varepsilon(\lambda, T) = \frac{\int_{\Omega_r=0}^{2\pi} \varepsilon(\lambda, T) * L^0(\lambda, T) d\Omega_r * d\Omega_r}{\pi * L^0(\lambda, T)} = \frac{1}{\pi} \int_{\Omega_r=0}^{2\pi} \varepsilon(\lambda, T) d\Omega_r \quad (9)$$

L'intégration est réalisée dans le demi-espace car cette étude s'applique à des surfaces. Dans le cas d'une configuration ponctuelle, l'intégration doit se faire dans tout l'espace.

L'émissivité spectrale directionnelle peut également être intégrée en fonction de la longueur d'onde pour obtenir une émissivité totale directionnelle :

$$\varepsilon^{\vec{r}}(T) = \frac{\int_0^{\infty} \varepsilon^{\vec{r}}(\lambda, T) * L^0(\lambda, T) * d\lambda}{\int_0^{\infty} L^0(\lambda, T) * d\lambda} \quad (10)$$

$$\varepsilon^{\vec{r}}(T) = \frac{\int_0^{\infty} \varepsilon^{\vec{r}}(\lambda, T) * L^0(\lambda, T) * d\lambda}{\sigma T^4 / \pi} \quad (11)$$

Une émissivité totale hémisphérique peut être finalement obtenue en intégrant à la fois suivant la longueur d'onde et la direction :

$$\varepsilon^{\Omega}(T) = \frac{\int_{\Omega_r=0}^{2\pi} \int_0^{\infty} \varepsilon^{\vec{r}}(\lambda, T) * L^0(\lambda, T) * \cos\theta_r d\Omega_r d\lambda}{\int_{\Omega_r=0}^{2\pi} \int_0^{\infty} L^0(\lambda, T) * \cos\theta_r d\Omega_r d\lambda} \quad (12)$$

$$\varepsilon^{\Omega}(T) = \frac{\int_0^{\infty} \varepsilon^{\Omega}(\lambda, T) * L^0(\lambda, T) * d\lambda}{\sigma T^4 / \pi} \quad (13)$$

L'émissivité spectrale directionnelle est également reliée à l'absorptivité spectrale directionnelle (Annexe 1) du matériau par le biais de la loi de Kirchhoff (à l'équilibre thermodynamique) :

$$\varepsilon^{\vec{r}}(\lambda, T) = \alpha^{\vec{r}}(\lambda, T) \quad (14)$$

Par intégration spectrale et/ou spatiale, cette relation est valable pour les grandeurs totales et/ou hémisphériques. Il en découle également une relation avec la réflectivité (Annexe 1) :

$$\varepsilon^{\vec{r}}(\lambda, T) = 1 - \rho^{\vec{r}, \Omega}(\lambda, T) \quad (15)$$

Remarque : Cette relation peut également être intégrée sur une plage de longueur d'onde ou sur l'hémisphère. Les autres propriétés radiatives (absorptivité, réflectivité (BRDF[33]), transmittivité) sont définies en Annexe 1.

1.1.2. Méthodes de mesure de l'émissivité

L'émissivité spectrale directionnelle et l'émissivité totale hémisphérique sont les valeurs les plus recherchées, particulièrement à haute température. La quantification de l'effet de la température sur ces propriétés est souvent recherchée, particulièrement pour les métaux dont l'émissivité varie notablement avec la température, principalement à cause des phénomènes d'oxydation. De nombreuses méthodes expérimentales existent pour caractériser l'émissivité et elles peuvent majoritairement être regroupées en trois familles[34] :

- Les méthodes indirectes : l'émissivité est déduite de manière indirecte d'une mesure de réflectivité puis une application de la loi de Kirchhoff (Equation (15)).
- Les méthodes directes : ces dispositifs appliquent directement la définition de l'émissivité (Equation (7)). Les flux émis par le corps noir et l'échantillon sont mesurés à la même température et l'émissivité est obtenue directement par calcul du rapport.
- Les méthodes calorimétriques pouvant également être considérée comme « directes » même si elles ne nécessitent pas de référence corps noir. Le principe général de la mesure est de maintenir un échantillon à une température fixe dans une enceinte sous vide et donc d'avoir uniquement un flux radiatif en condition aux limites. La mesure de ce flux et l'ajustement précis de la température de l'échantillon permettent d'en déduire une émissivité qui sera ici totale et hémisphérique.

a. Méthodes de mesures indirectes

Les méthodes radiométriques indirectes sont les techniques de mesure qui ne découlent pas de la définition de l'émissivité (Equation (7)). Elles permettent généralement de déterminer l'émissivité (spectrale directionnelle, totale directionnelle ou totale hémisphérique) à partir d'une mesure de réflectivité (Cf. Equation (15)). Contrairement aux méthodes calorimétriques, ces dispositifs de mesure présentent une très grande variété dans leur conception.

Les **sphères et demi-sphères intégrantes**, très utilisées dans les dispositifs commerciaux, peuvent être utilisées pour déterminer une émissivité directionnelle spectrale[35]. Pour ce type de technique, un revêtement hautement réfléchissant et diffusant (BaSO₄, Or en couche mince...) est appliqué sur l'intégralité de la surface intérieure de la sphère. La mesure se fait en appliquant un faisceau incident sur l'échantillon. Le flux réfléchi dans toutes les directions est réfléchi de multiples fois jusqu'au détecteur.

Les avantages de ces techniques sont une mesure sur une bande spectrale souvent très large et une très bonne répétabilité. Toutefois, ces méthodes sont peu adaptées aux matériaux spéculaires et aux gammes thermiques recherchées, les revêtements utilisés ne supportant pas les hautes températures (oxydation).

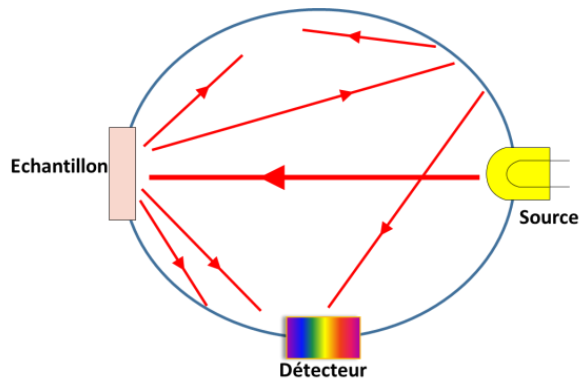


Figure 9 : Schéma de principe d'une sphère intégrante

La **spectrophotométrie** développée par Makino et Wakabayashi[36][37] permet également une mesure de l'émissivité spectrale directionnelle dans une gamme spectrale comprise entre 0.3 et 11 μm . Pour cette méthode, l'échantillon est chauffé par conduction et placé à un des points focaux d'un système de deux miroirs paraboliques en vis à vis. Une lampe halogène pour les basses longueurs d'onde [0.3-1.8] μm ou une LED en nitrure de silicium pour les plus hautes longueurs d'onde [1.8-11] μm sont placées au point focal opposé.

Le signal réfléchi dans tout l'hémisphère est ensuite dirigé via un système de miroirs sur plusieurs détecteurs selon la longueur d'onde (photodiodes en Si et Ge pour les basses longueurs d'onde et InSB ou HgCdTe pour les plus hautes longueurs d'onde). La réflectivité hémisphérique est ici mesurée pour un angle d'incidence de 15° et une température de 800°C . Cette technique permet une mesure rapide dans une gamme spectrale assez large, mais présente des limites notamment dans la complexité du système optique de redirection du flux composé de 20 éléments ainsi qu'une augmentation de l'erreur de mesure pour des températures inférieures à 800°C .

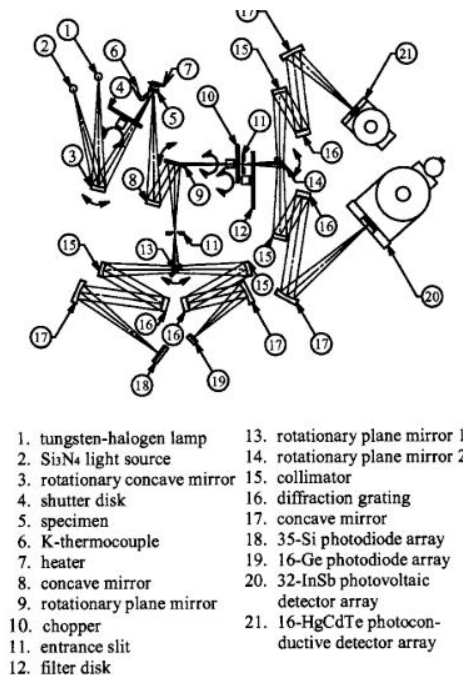


Figure 10 : Schéma de principe du spectrophotomètre [36]

L'émissivité directionnelle spectrale peut également être déterminée à partir des **techniques dites du miroir**. Dans ce type de dispositif, l'échantillon et le détecteur sont tous deux positionnés dans un miroir hémisphérique. L'échantillon va réfléchir un faisceau de lumière passant au travers d'un trou dans le miroir. Le flux réfléchi dans toutes les directions est ensuite collecté par le détecteur et permet de mesurer une réflectivité hémisphérique.

Dans ce type d'approche, un seul angle d'incidence est généralement possible pour un dispositif. Des travaux plus récents ont cependant fait évoluer la technique pour permettre une mesure avec un angle d'incidence variable. A titre d'exemple, le dispositif développé par Hameury et al [38] permet de faire des mesures pour 5 angles d'incidences entre 12 et 60° en utilisant plusieurs trous dans le miroir. Le système se complexifie cependant fortement avec la nécessité d'ajout de nombreux composants optiques et le dispositif perd donc la simplicité inhérente à la technique du miroir.

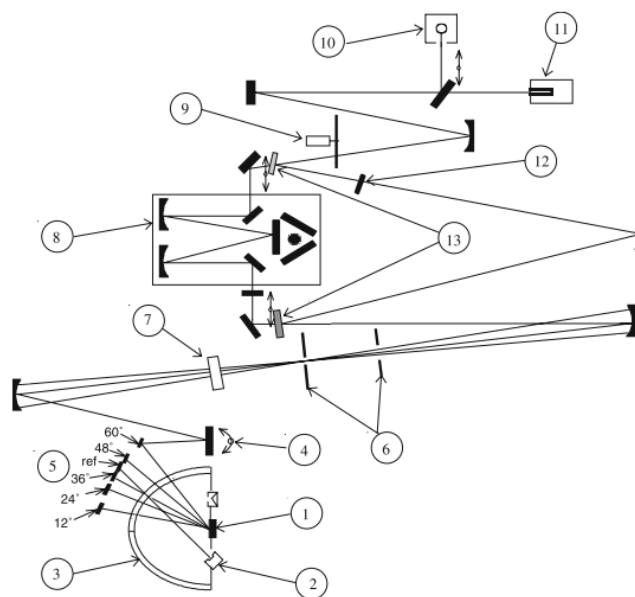


Fig. 1. Diagram of the apparatus: (1) sample; (2) detector; (3) set of four mirrors with spherical surface; (4) rotating plane mirror; (5) fixed plane mirrors for the selection of the angle of incidence; (6) field stop and aperture limiting stop; (7) polarizer; (8) grating monochromator; (9) mechanical chopper; (10) lamp source; (11) blackbody source; (12) interference filter; (13) flat mobile mirrors for the selection of the monochromator or the interference filters.

Figure 11 : Schéma de principe de la technique du miroir [38]

L'utilisation de la **thermoréfectométrie**[39][40] en tant que méthode indirecte active est également possible. Le but de cette méthode est de mesurer la température vraie d'un objet par thermographie avec une correction en direct de l'émissivité à deux longueurs d'onde. Cette correction s'effectue à partir de deux faisceaux laser appliqués sur l'échantillon à 1.31 et 1.55 μm en supposant une fonction de distribution des réflectivités homothétique à ces deux longueurs d'onde.

L'avantage de cette technique est une mesure continue et à chaud de l'émissivité à haute température. Cette technique est donc particulièrement adaptée aux métaux dont l'oxydation fait fortement varier l'émissivité à haute température. Cependant, pour de bonnes performances, l'échantillon est nécessairement plan et opaque, et l'émissivité n'est identifiée que pour deux longueurs d'onde.

La majorité des dispositifs de mesure par méthode indirecte permet donc la mesure d'une émissivité spectrale directionnelle. Il est cependant possible d'obtenir une émissivité totale directionnelle par intégration de la réflectivité directionnelle hémisphérique sur une bande spectrale suffisamment large. Il faut pour cela soit disposer de **la réflectivité spectrale sur une large gamme spectrale** et en déduire l'émissivité totale directionnelle par intégration numérique, ou alors disposer d'un détecteur (pyroélectrique, bolomètre, thermopile[41]) ayant une **bande spectrale suffisamment large** pour capter l'intégralité du flux réfléchi.

La mesure d'une émissivité spectrale hémisphérique est quant à elle possible en utilisant un **appareil de mesure de la BRDF** (voir Annexe 1). Ces dispositifs[42] similaires à des goniomètres avec une mesure de la réflectivité pour chaque angle d'incidence permettent généralement une mesure de l'émissivité spectrale hémisphérique à une seule longueur d'onde correspondant à la longueur d'onde d'émission de la source laser.

Le calcul d'une émissivité totale hémisphérique est également possible en utilisant une sphère intégrante associée à une source et des détecteurs opérant sur une large bande spectrale tout en faisant varier l'angle d'incidence. Un calcul avec un dispositif de mesure de la BRDF[43] est également possible mais avec la nécessité d'une source et de détecteurs dont la bande spectrale est modulable ou suffisamment large.

b. Méthodes de mesure calorimétriques

Les méthodes calorimétriques[44][45] sont intéressantes du fait que ce sont les seules méthodes garantissant une mesure **d'émissivité totale hémisphérique**. Les mesures s'effectuent le plus souvent en régime permanent avec un échantillon amené à la température de mesure (T_s). L'échantillon, chauffé par une résistance noyée en son sein ou par chauffage laser[46], est suspendu dans une enceinte sous vide dont les parois sont généralement revêtues d'une peinture noire très absorbante pour limiter les réflexions sur l'échantillon. La température des parois (T_w) est maintenue constante et un refroidissement est généralement assuré soit par une circulation d'eau froide, soit par de l'azote liquide.

Cette condition est nécessaire pour **minimiser et négliger le flux émis par les parois vers l'échantillon**. Un vide assez poussé est également nécessaire pour supprimer les échanges convectifs et garder une condition aux limites uniquement radiative sur l'échantillon. Durant la mesure en régime permanent, la puissance de la résistance P est ajustée pour maintenir la température de l'échantillon T_s constante. L'émissivité ε peut ensuite être calculée, pour un échantillon ayant une surface totale d'échange S , selon la relation suivante :

$$\varepsilon = \frac{P}{S * \sigma * (T_s^4 - T_w^4)} \quad (16)$$

Avec $\sigma = 5.67 * 10^{-8} \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-4}$ la constante de Stefan-Boltzman

La méthode calorimétrique peut également être adaptée aux régimes transitoires[45] avec une mesure s'effectuant durant le refroidissement d'un échantillon chaud. L'émissivité peut alors s'écrire sous sa forme la plus simple (équation (17)) en considérant un échantillon thermiquement mince de masse m et de chaleur spécifique C_p .

$$\varepsilon = \frac{mC_p dT/dt}{S * \sigma * (T_s^4 - T_w^4)} \quad (17)$$

Les méthodes calorimétriques présentent l'avantage d'une mesure continue et donc d'obtenir de nombreux points de mesure en fonction de la température. Elles nécessitent cependant une connaissance précise des propriétés thermiques de l'échantillon à mesurer et particulièrement la chaleur spécifique (C_p), dont l'évaluation de la dépendance à la température constitue un défi en soi[47][48].

Les avantages de la méthode calorimétrique sont **une détermination directe de l'émissivité totale hémisphérique**, la simplicité du principe de mesure et une bonne précision de mesure due aux faibles valeurs des signaux parasites. Les inconvénients sont l'absence totale d'informations sur le comportement spectral de l'émissivité, les temps de stabilisation pouvant être assez importants et finalement le maintien de la température des parois et la mise sous vide de l'enceinte entraînant une installation assez lourde et coûteuse. De plus, la mise sous vide peut également provoquer la **vaporisation de certains éléments des alliages à chaud**[49].

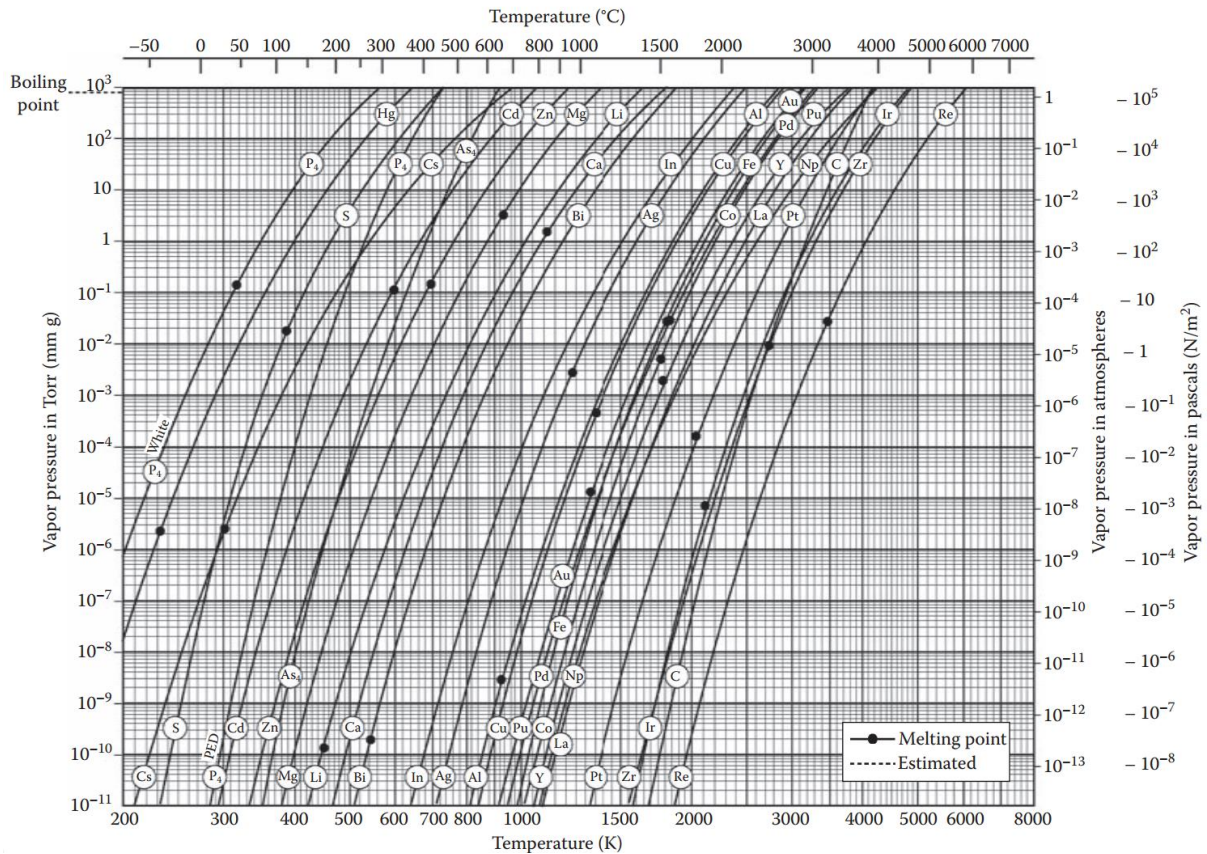


Figure 12 : Températures de vaporisation de métaux purs selon la pression [49]

c. Méthode de mesures directes

Les méthodes directes appliquant la définition de l'émissivité (équation (7)) sont plus adaptées aux hautes températures par rapport aux méthodes indirectes puisqu'elles **requièrent moins de composants optiques**. Une des principales difficultés est d'avoir la même température sur l'échantillon et le corps noir de référence. L'homogénéité de la température dans la zone de mesure

peut également être compliquée à réaliser. La température de l'échantillon doit donc être parfaitement régulée ou à défaut mesurée avec précision afin d'implémenter une éventuelle correction. Plusieurs types de capteurs ou techniques peuvent être utilisés pour mesurer la température tels que:

- **les thermocouples**, particulièrement adaptés pour les métaux mais qui délivrent une information uniquement ponctuelle[50].
- **la pyrométrie IR**[51], qui est non intrusive et permet une mesure sans contact ponctuelle et peut par exemple être utilisée au travers d'un hublot sur un échantillon placé dans une enceinte étanche. L'utilisation de ce moyen de mesure nécessite cependant l'application d'un revêtement d'émissivité spectrale connue sur une partie de l'échantillon. Elle devient également inadaptée pour les métaux à haute température qui s'oxydent.
- **la thermographie IR**[52], présente les mêmes avantages que la pyrométrie avec en plus une information sur l'homogénéité en température de l'échantillon. Les inconvénients sont les mêmes.
- **La pyrорélectométrie**[53], permettant une correction de la température en fonction de l'état de surface en direct. L'instrumentation reste cependant assez lourde avec l'installation de deux lasers.
- **L'utilisation du point de Christiansen**[54], qui est une longueur d'onde spécifique pour laquelle l'émissivité tend vers 1 pour un matériau diélectrique (ZrO_2 , Al_2O_3 , MgO , SiC ...).

Différentes approches existent également dans la littérature pour le chauffage de l'échantillon telles que : l'utilisation d'un fluide thermostatique[55], d'un laser[51], d'un chauffage résistif[50] ou d'un chauffage radiatif[53]. Concernant le corps de référence, un corps noir de laboratoire[56] ou un échantillon très émissif[57] dont les propriétés radiatives sont parfaitement connues peuvent être utilisés. Ces différentes possibilités sur la mesure de température, le chauffage de l'échantillon et la référence corps noir permettent une grande variété ainsi qu'une flexibilité importante dans la conception des dispositifs de mesures d'émissivité par méthode directe comme observé dans la littérature.

- Un exemple parmi ces dispositifs est la technique dite du « lâcher de four » développé par Dozhilkov et al[58]. L'échantillon est ici suspendu à l'intérieur d'un corps noir de laboratoire commercial jusqu'à ce que sa température soit stable. L'échantillon est ensuite sorti brutalement du corps noir et la luminance (L_s) de l'échantillon est mesurée. La luminance du corps noir à la même température (L_b) est déterminée par une étape d'étalonnage préalable. Le rapport de ces deux luminances permet ensuite de calculer une émissivité en appliquant l'équation (7). Cette technique est intéressante car elle permet de s'affranchir du calcul d'un signal parasite environnant qui est un problème récurrent des dispositifs de mesure d'émissivité par méthode directe. Elle permet également une mesure à haute température [1000 ; 1800] K. Comme mentionné dans le titre de l'article, cette méthode est peu adaptée aux matériaux très conducteurs. De plus, la gamme spectrale [1.5 ; 5.5] μm ne permet pas de calculer une émissivité totale à ces températures. Se pose aussi la capacité à travailler sous atmosphère à l'intérieur même d'un corps noir.
- Des travaux plus récents sur la méthode directe ont été réalisés par le LNE et ont abouti à la mise en place d'un dispositif de mesure[53]. L'échantillon est placé dans une enceinte sous

vide et chauffé par **7 lampes halogènes IR** au travers d'un dôme de quartz hémisphérique. Le signal émis par la face inférieure de l'échantillon est capté par un spectromètre IRTF dont la gamme spectrale est comprise entre 0.8 et 10 μm . Le corps noir de référence est une cavité en SiC équipée d'un thermocouple de type S. La température de l'échantillon est mesurée par pyroréfectométrie[59]. Ce dispositif permet une mesure d'émissivité spectrale jusqu'à **1500°C** avec une grande flexibilité sur la vitesse de chauffe. De plus, la gamme spectrale est suffisamment étendue pour calculer une émissivité totale. Cependant, il est assez complexe à mettre en œuvre tant pour le système de chauffe que pour l'instrumentation. De plus, une contrainte existe dans la géométrie de l'échantillon qui est un disque de 25 mm de diamètre et 10 mm d'épaisseur. Cette contrainte sur l'épaisseur génère des problèmes d'homogénéité thermique et rend également la mesure d'émissivité sur des tôles métalliques difficilement réalisable.

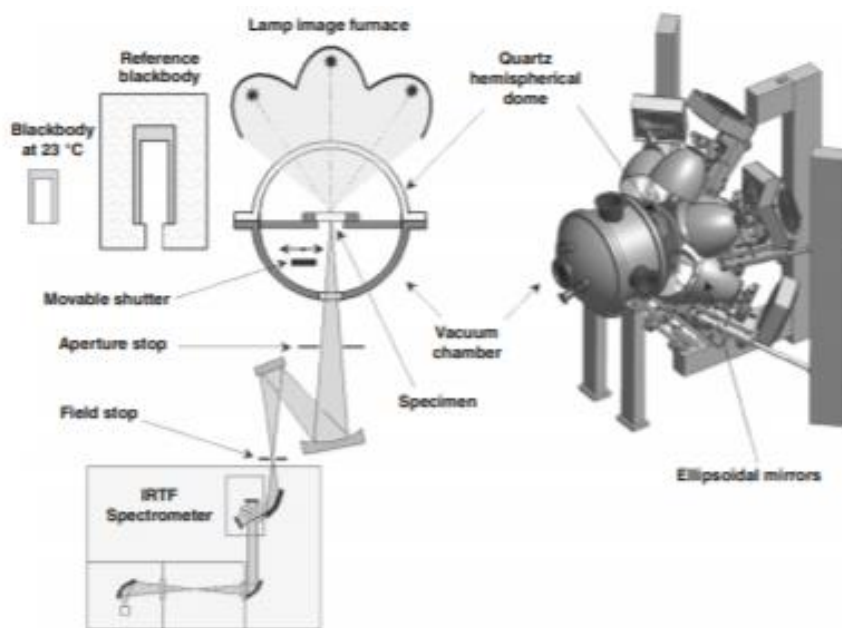


Figure 13 : Banc de mesure développé par le LNE [53]

- Les travaux de Rydzek et al permettent également des mesures d'émissivité directionnelle spectrale à haute température (**1400°C**)[60]. Ce dispositif se démarque également par la possibilité de mesurer une indicatrice d'émissivité¹. Il est constitué d'un four résistif tubulaire inséré dans une enceinte sphérique refroidie à l'azote liquide et dont les parois internes sont revêtues d'une peinture très émissive. L'enceinte est dotée d'une ouverture avec une fenêtre en KBr permettant de diriger les flux de l'échantillon ou du corps noir vers un spectromètre IRTF Bruker® Vertex 70. Ce four est monté sur un système de rotation de 180° qui permettra ensuite de réaliser les mesures directionnelles. L'échantillon et la cavité corps noir de référence sont chacun placés à une extrémité du four et leur position par rapport à la fenêtre en KBr est ajustée selon le besoin. Cette technique permet une mesure d'émissivité spectrale hémisphérique sur une gamme thermique assez large de [200 ; 1400]°C, une gamme spectrale large comprise entre **6 et 22 μm** ainsi que la possibilité d'étudier précisément l'aspect directionnel de l'émissivité. De plus, il est montré dans cet article une

¹ L'indicatrice d'émissivité permet de représenter les variations angulaires de l'émissivité

application à une gamme de matériaux assez large (métaux, céramiques) ainsi qu'une possibilité de réaliser des mesures sous atmosphère neutre. Il existe cependant une interrogation sur la tenue en température du revêtement utilisé (peinture noire) pour la cavité corps noir *ad hoc* à haute température. Le chauffage résistif implique également des vitesses de chauffe limitées. De plus, la gamme spectrale choisie ne semble pas optimale pour les hautes températures ($\lambda_{\max}=1.6 \mu\text{m}$ pour $T=1400^\circ\text{C}$).

- Le dispositif développé par Honnerova et al.[61] permet des mesures d'émissivité spectrale directionnelle entre **200 et 900°C** dans une large bande spectrale [**1.38 ; 26**] μm . L'échantillon est ici chauffé sur sa face inférieure par un laser de puissance 400W. La température de l'échantillon est suivie soit par thermographie IR grâce à un revêtement d'émissivité connue sur une partie de l'échantillon ou par l'utilisation du point de Christiansen pour les matériaux diélectriques. L'échantillon et la référence corps noir sont placés face à face et les flux émis sont dirigés vers le spectromètre par le biais d'un miroir rotatif. Malgré l'utilisation **d'un laser pour la chauffe**, la température sur l'échantillon est relativement homogène. De plus, cette méthode de chauffage permet d'obtenir des vitesses de chauffe très élevées. La gamme spectrale est également suffisamment large pour calculer une émissivité totale directionnelle dans la gamme thermique du dispositif. Une application à une gamme de matériaux assez large a également été démontrée avec notamment des mesures d'émissivité sur des revêtements très émissifs, des céramiques ou encore des métaux. Les mesures sont en revanche possibles uniquement sous air ce qui exclut une application à une grande partie des procédés de mise en forme à haute température. De plus, l'épaisseur des échantillons (5 mm) peut entraîner des problèmes d'homogénéité thermique et rend difficile la mesure sur des tôles fines.

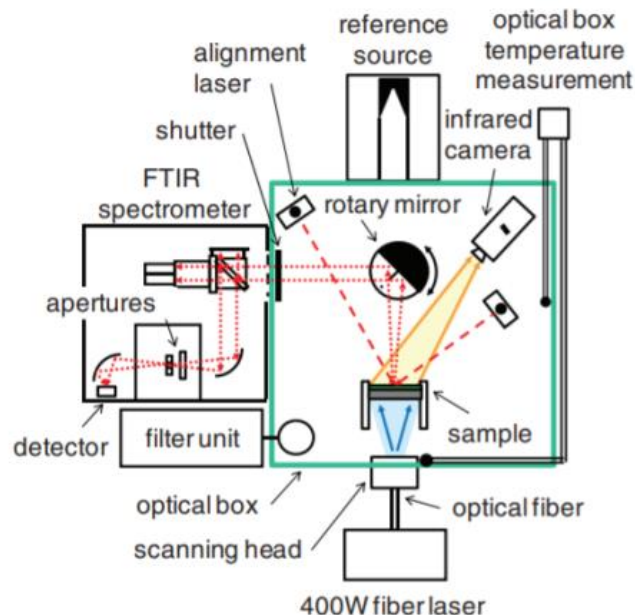


Figure 14 : Banc de mesure développé par Honnerova et al. [61]

- L'institut de technologie de Pékin[62] propose, quant à lui, un dispositif de mesure d'émissivité spectrale directionnelle dans le proche infrarouge [**0.8 ; 2.2**] μm . Comme dans le

dispositif évoqué précédemment, l'échantillon et le corps noir sont placés face à face et séparés par un miroir rotatif. Cependant, le flux réfléchi par le miroir n'est pas directement dirigé vers le spectromètre mais vers un second miroir parabolique qui va diriger ce flux vers le détecteur InGaAs placé sur une table optique. Ce moyen a l'avantage d'être plus simple dans sa mise en œuvre que ceux étudiés précédemment. Il permet également des mesures sur une gamme thermique assez large [200 ; 900]°C, bien que la gamme spectrale semble relativement étroite pour le calcul de l'émissivité totale directionnelle. Le bruit de mesure est également assez important et l'alignement des miroirs doit être parfaitement réalisé pour obtenir des valeurs d'émissivité cohérentes.

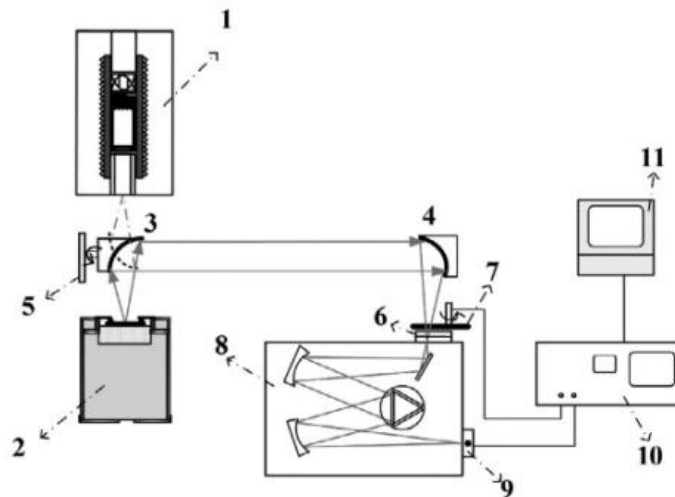


Fig. 1. Schematic diagram of the spectral emissivity measurement apparatus. 1 – Blackbody, 2 – sample furnace, 3 and 4 – parabolic gold-coated mirrors, 5 – motorized rotation stage, 6 – filter wheel, 7 – chopper, 8 – grating monochromator, 9 – detector, 10 – lock-in amplifier, and 11 – data capture system.

Figure 15 : Schéma de principe du banc de mesure développé par l'institut de technologie de Pékin [62]

- Le dispositif de mesure développé par le CEMHTI[63] permet des mesures d'émissivité directionnelle spectrale entre **400 et 2200°C** pour une gamme spectrale comprise entre **0.5 et 500 µm**. L'échantillon est chauffé soit par une galette chauffante en céramique pour les températures inférieures à 900°C ou par un **laser CO₂** pour les températures supérieures. La mesure de température est faite en utilisant le **point de Christiansen** pour les matériaux diélectriques. Ce dispositif permet potentiellement le calcul d'une émissivité directionnelle totale grâce à sa large gamme spectrale. De plus, la mesure peut être appliquée à des **matériaux opaques ou semi transparents**. Le système de chauffe reste cependant compliqué à mettre en œuvre pour la configuration laser avec la nécessité de plusieurs miroirs pour homogénéiser la température sur l'échantillon. La mesure de température sur les matériaux métalliques non oxydés peut également s'avérer plus problématique puisqu'il faut alors connaître alors le point χ^2 ou utiliser un thermocouple.

² Le point χ est une longueur d'onde pour laquelle la valeur d'émissivité ne varie pas avec la température. Cette invariance est possible uniquement pour les métaux purs.

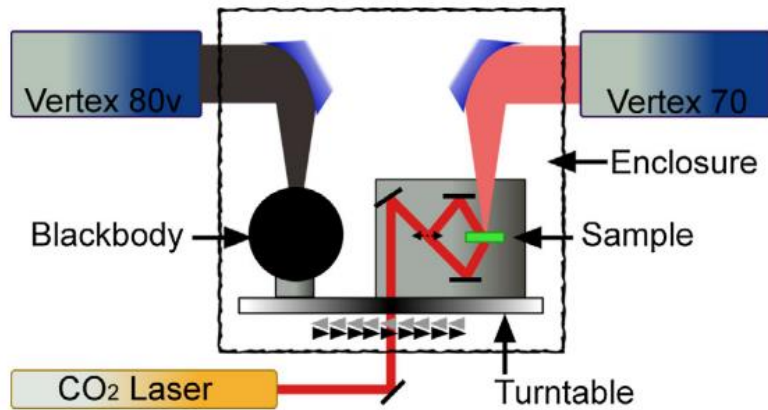


Figure 16 : Schéma de principe du banc développé par le CEMHTI [63]

- Le banc MEDIASE[64][65] développé par le PROMES permet quant à lui de déterminer une émissivité totale hémisphérique jusqu'à **1577°C**. Le chauffage de l'échantillon de 40 mm de diamètre et 2 mm d'épaisseur est réalisé directement par le four solaire sur la face arrière et permet d'avoir des vitesses de chauffe très élevées. La mesure de température de l'échantillon est réalisée par pyroréflexométrie tandis que le flux émis par l'échantillon est mesuré par un bolomètre de gamme spectrale **[0.6 ; 40] μm**. L'émissivité totale directionnelle peut être mesurée pour des angles d'incidence compris entre **0 et 90°** avec un pas de 10 ° grâce à un goniomètre. Une interpolation de type spline est ensuite réalisée pour les angles incidents manquants et une **émissivité totale hémisphérique** est ensuite calculée par intégration spatiale. Les mesures sont possibles sous vide et sous air pour différentes pressions atmosphériques. Les avantages de cette technique sont la détermination à la fois de l'émissivité totale directionnelle et totale hémisphérique pour de hautes températures avec des vitesses de chauffes très élevées. De plus, l'atmosphère est également modulable. Les inconvénients sont le manque de flexibilité sur la régulation en température de l'échantillon ainsi qu'une installation assez lourde (pyroréflexomètre, porte-échantillon refroidi, goniomètre...).

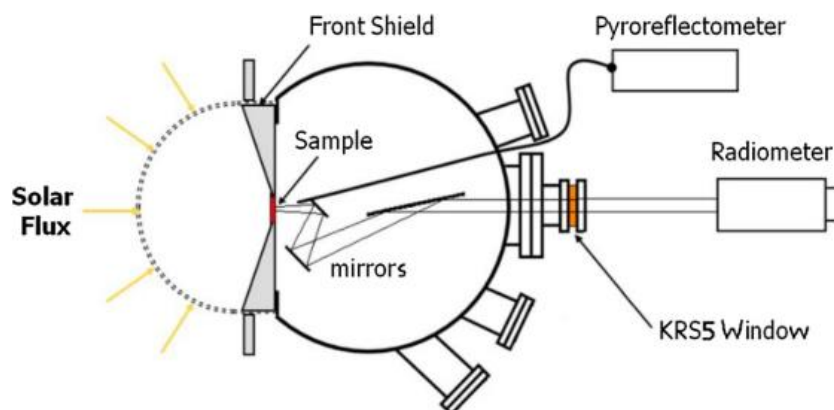


Figure 17 : Banc MEDIASE développé par le PROMES[65]

1.1.3. Bilan et choix de la méthode de mesure

Le choix de la méthode sur laquelle baser le dispositif de mesures est fait par rapport à plusieurs critères tels que :

- la gamme spectrale
- la gamme thermique
- la simplicité de mise en œuvre
- la possibilité de travailler sous atmosphère

Certaines méthodes comme les sphères intégrantes[66] difficiles à adapter à haute température ou les mesures par pyrométrie[67] donnant une valeur à une seule longueur d'onde ont été automatiquement éliminées. Ce choix est donc effectué à partir d'un tableau comparatif donné en page suivante (Tableau 5) et de l'analyse associée.

Méthode	Calorimétrique			Indirecte			Directe			
	[68]	[69]	[70]	[37]	[38]	[40]	[52]	[53]	[62]	[63]
Emissivité spectrale	Non	Non	Non	[2 ; 11] μm	[0.8 ; 11] μm	1.3 et 1.55 μm	[1.28 ; 25] μm	[0.8 ; 10] μm	[0.2 ; 2.2] μm	[0.5 ; 500] μm
Emissivité totale hémisphérique	OK	OK	OK	-	-	-	-	-	-	-
Matériaux	Métaux	Métaux	Métaux	Métaux	Céramique, Peinture	Métaux	Métaux	Métaux	Métaux	Opaque, Semi-transparent
Gamme thermique (°C)	[300 ; 1000]	[-20 ; 80]	[727 ; 1227]	827	T ambiante	[300 ; 1000]	[25 ; 777]	1500	[200 ; 1000]	[427 ; 2227]
Mesure de température sur l'échantillon	Thermocouple de type S	Thermocouple de type K	Thermocouple de type S	Thermocouple de type K	-	Thermoréfectometrie	Thermocouple de type K	Pyroréfectometrie	Thermocouple de type K	Point de Christiansen, Point χ
Chauffage de l'échantillon	Courant électrique	Sonde en polyimide	Courant électrique	Chauffage IR	Chauffage IR	-	Résistif	Chauffage IR	Galette chauffante	Galette chauffante, Chauffage laser
Instrumentation pour la mesure du flux	-	-	-	Photodiodes (Si ; Ge) ; Détecteurs InSb ; HgCdTe	Détecteur pyroélectrique	Détecteur VisGaAs	Spectromètre FTIR : Détecteur DLaTGS	Spectromètre IR-TF	Détecteur InGaAs	Spectromètre FTIR : Bolomètre, Si-diode, DLaTgs, InGaAs
Référence corps noir	-	-	-	-	-	-	Cavité en SiC	Cavité en SiC	Cavité en SiC	Cavité en LaCrO ₃
Vitesse de chauffe	Inconnue	Inconnue	Inconnue	1°C/s	-	-	Inconnue	Rapide	Inconnue	Rapide
Atmosphère	Vide	Vide	Vide	Air	Air	-	Vide	Vide	Air	Argon

Tableau 5 : Comparaison de plusieurs dispositifs de mesure d'émissivité [68][69][70][37][38][40][52][53][62][63]

Analyse comparative des méthodes

- Les méthodes calorimétriques sont les plus fiables pour mesurer une émissivité totale hémisphérique. Elles sont cependant difficilement applicables pour des mesures spectrales et ne permettent donc **pas d'avoir accès aux variations d'émissivité selon la longueur d'onde** dont la connaissance est primordiale pour une mesure de température. De plus, elles imposent également des mesures sous vide. Cette méthode n'est donc pas applicable dans cette étude.
- Les méthodes indirectes présentent, quant à elles, une grande variété dans leurs principes et mise en œuvre même si la majorité se repose sur une mesure de la réflexion. Elles permettent de réaliser des mesures dans des gammes spectrales assez larges et de calculer une émissivité spectrale directionnelle avec une bonne précision. Elles impliquent cependant **souvent des systèmes optiques assez conséquents** et peuvent présenter des limitations dans le cas de matériaux très réfléchissants.
- Les méthodes directes sont plus adaptées aux applications hautes températures et sont en général plus simples dans leur conception que les méthodes indirectes. Elles permettent également une plus grande flexibilité sur la vitesse de chauffe de l'échantillon ainsi qu'une adaptation plus aisée à différentes atmosphères. Elles requièrent cependant une température maîtrisée de l'échantillon qui doit être égale à celle du corps noir de référence. De plus, elles sont particulièrement sensibles aux signaux parasites environnants.

Par rapport aux besoins définis dans le Tableau 4, la méthode directe apparaît comme la plus adaptée pour le banc de mesure. En effet, elle s'adapte particulièrement bien aux mesures à haute température sur des matériaux métalliques avec une atmosphère variable. Dans le cas où un corps noir de laboratoire est déjà présent, le coût sera également moindre par rapport aux méthodes indirectes. Le banc développé pour ces travaux utilisera donc cette approche.

Le chauffage IR par lampes halogènes a été choisi par rapport au chauffage laser afin de simplifier le système tout en minimisant les coûts. Le chauffage IR polychromatique est également d'avantage adapté aux matériaux métalliques par rapport à un chauffage laser monochromatique. **La répartition de l'énergie sur un plus grand nombre de longueurs d'onde** dans le cas du chauffage radiatif permet une dépendance moins grande aux variations spectrales des propriétés radiatives de l'échantillon.

En outre, la gamme spectrale d'émission des lampes IR est située dans les courtes longueurs d'onde où l'absorptivité des métaux est élevée. Le chauffage laser amène un risque de détérioration de la surface de l'échantillon provoquée par une haute densité spectrale couplée à une faible absorptivité des métaux à longueur d'onde de fonctionnement des lasers CO₂ ($\lambda \approx 10 \mu\text{m}$)[71]. L'utilisation d'un laser YAG à courte longueur d'onde ($\lambda \approx 1 \mu\text{m}$) est toujours possible, mais le problème du chauffage monochromatique demeure toujours.

1.2. Développement du banc de mesure d'émissivité à haute température

Un dispositif de chauffage infrarouge existant[72] utilisé pour des applications telles que la pyrolyse[73] a été adapté en banc de mesure d'émissivité par méthode directe. Il a dû être modifié pour atteindre les valeurs cibles du cahier des charges (Tableau 4). Une instrumentation permettant de mesurer l'émissivité normale spectrale ainsi qu'une émissivité intégrée a été également mise en œuvre.

1.2.1. Description générale du banc BMEIR

a. Schéma du système

Le dispositif BMEIR sous sa forme originelle est présenté sur la Figure 18. Il est constitué d'une enceinte réfléchissante en acier inoxydable poli et utilise une technique de chauffage de type four à images[74]. Une lampe halogène est placée à l'un des foyers de l'ellipse tandis que l'échantillon est placé à l'autre. La température de l'échantillon est mesurée par un thermocouple de type K et peut être contrôlée par un régulateur PID ajustant la puissance de la lampe. Les rampes, paliers et cycles de température sont donc possibles. L'ellipse est refroidie grâce à une circulation d'eau réfrigérée à 15°C.

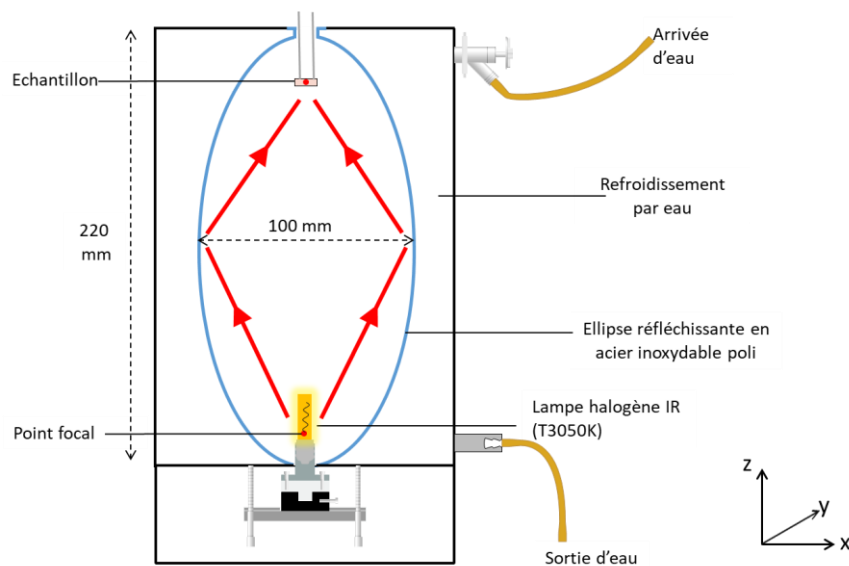


Figure 18 : Banc de chauffage IR original

En pratique, les sources optiques permettant d'atteindre les températures cibles ne sont pas ponctuelles. Ce sont le plus souvent des lampes à filament long spiralé. Un système de réglage de la lampe a donc été ajouté pour ajuster la position de la lampe dans les axes x, y et z. Ce système permet également une rotation autour des axes x et y afin de corriger les défauts d'inclinaison éventuels du filament. La mesure de la luminance de l'échantillon est assurée par un spectromètre équipé d'une fibre blindée haute température à l'aide de caméras avec un renvoi par un miroir incliné à 45°. Une pompe à vide turbomoléculaire est également disponible et permet des mesures sous vide secondaire[75].

b. Caractérisation de la source radiative

Comme mentionné précédemment, la géométrie de la lampe doit être connue précisément pour déterminer son image projetée sur le point focal opposé et donc déterminer le flux reçu par l'échantillon. La majorité des lampes commerciales haute puissance pouvant s'insérer dans le dispositif présente des filaments à double spiralage.

Une lampe halogène IR dotée d'un long filament vertical doublement spiralé a donc été choisie. Les caractéristiques de la lampe USHIO® JVC 1000W sélectionnée sont présentées dans le Tableau 6.

Puissance nominale	Longueur du filament	Diamètre du filament	Température de couleur	Longueur d'onde d'émission maximale
1000 W	25 mm	4.5 mm	3200 K	906 nm

Tableau 6 : Caractéristiques de la lampe Ushio® JVC 1000 W[76]

Le choix d'une lampe haute puissance permet d'avoir une large gamme de vitesses de chauffe possibles sur l'échantillon. Une mesure par thermographie IR a été réalisée sur cette lampe avec une caméra proche IR de marque XENICS®, modèle Xeva, équipée d'un objectif focal fixe 200 mm afin de déterminer la zone d'émission maximale mais aussi observer les gradients le long du filament (Figure 19).

Le choix de cette caméra a été conditionné par la bonne compatibilité de la gamme spectrale de détection de la caméra ([0.9-1.7] μm , détecteur InGaAs) avec le spectre d'émission de la lampe Ushio® ([0.45-4.5] μm). De plus, le pic d'émission de la lampe se trouve également dans la bande spectrale de cette caméra.



Figure 19 : Mesure du gradient thermique sur le filament de la lampe USHIO® JVC 1000 W

L'observation du filament correspondante est présentée sur la Figure 20.

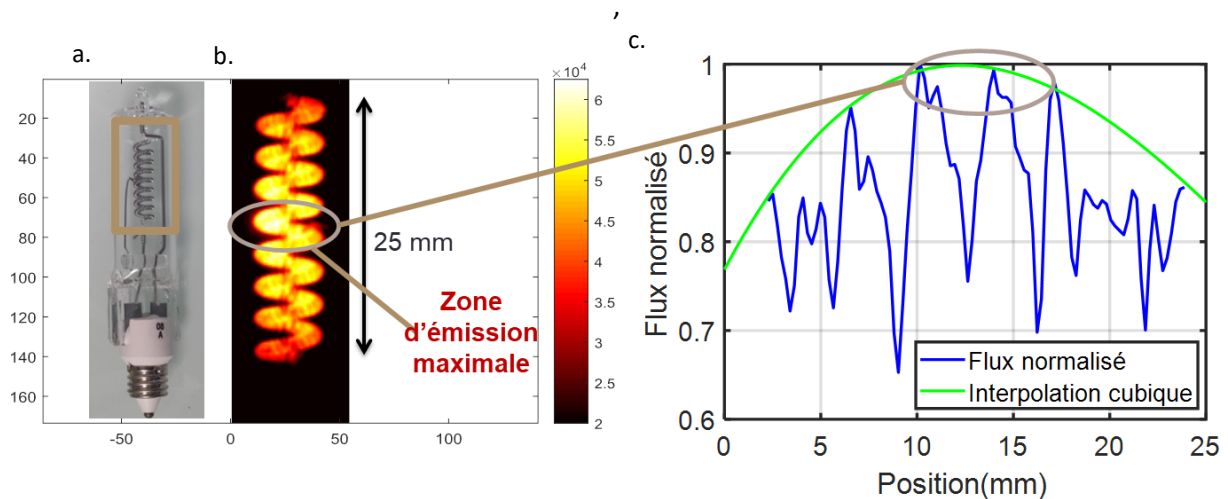


Figure 20 : a. Photographie de la lampe USHIO® JVC 1000 W, b. Image infrarouge du filament, c. Flux normalisé en fonction de la position sur le filament

Comme le montre la Figure 20c, le maximum d'émission géométrique de la lampe est situé au centre du filament et une différence maximale de 15% est observée entre le centre et les extrémités du filament. Le renvoi du maximum d'énergie vers l'échantillon s'obtient en faisant coïncider le maximum d'émission géométrique de la lampe avec le point focal de l'ellipse.

Cependant, une zone d'émission homogène peut être définie en choisissant la longueur pour laquelle le maximum d'émission est atténué de 5%. Dans notre cas, cette longueur homogène est égale à 11 mm environ, ce qui induit une marge de réglage sur la position verticale (z) de l'échantillon.

De ce fait, et conjointement avec une contribution des rayons émis hors de la zone homogène (parties haute et basse de la lampe), l'énergie au voisinage de l'échantillon est répartie selon une zone focale plutôt que selon un point focal. Ce phénomène est positif dans notre cas car il facilite le réglage de la lampe et de l'échantillon et peut potentiellement « lisser » le flux atteignant l'échantillon pour une température plus homogène.

Ces mesures en thermographie confirment une certaine tolérance dans le réglage de la position verticale de la lampe. Le diamètre du filament (4.5 mm) ne permet pas une telle latitude dans le réglage de la position horizontale de la lampe. Celle-ci doit donc être réglée de manière précise afin d'éviter un décentrement de l'image du flux sur le point focal opposé.

Un système de réglage constitué d'un manchon métallique et d'une diode laser a donc été mis au point (Figure 21a). Celui-ci vient se loger sur le bulbe de la lampe et permet à la fois de centrer la position horizontale, ajuster la position verticale et de corriger les défauts d'inclinaison éventuels de la lampe.

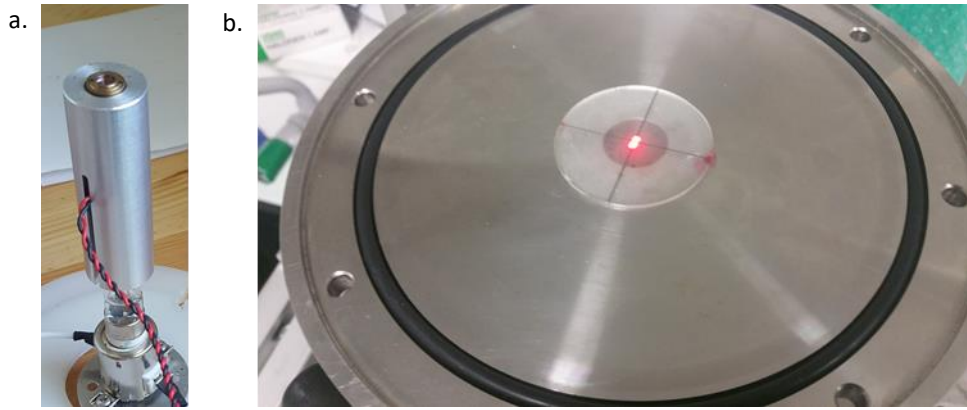


Figure 21 : a. Manchon de réglage avec diode laser, b. Centrage de la lampe

c. Dimensionnement du porte-échantillon

La problématique de la position de la lampe étant réglée, l'échantillon placé dans la zone focale doit également être positionné de manière précise. Pour cela, un porte-échantillon adapté a été dimensionné. Les dimensions de l'échantillon doivent être préalablement optimisées par rapport à la lampe sélectionnée.

- Détermination des dimensions de l'échantillon

La forme de l'échantillon a été choisie circulaire en accord avec la géométrie du filament qui peut être assimilée à un cylindre. Le diamètre optimal de l'échantillon a été calculé par une méthode de lancer de rayons[32][77]. Ce calcul est nécessaire à la fois pour **maximiser l'éclairement** sur l'échantillon et surtout assurer la plus grande **homogénéité** possible en surface.

En effet, une des problématiques de la mesure par méthode directe est d'avoir la même température sur l'échantillon et le corps noir de référence. Cela implique donc de minimiser le gradient thermique sur l'échantillon. La réponse thermique de l'échantillon supposé mince peut être obtenue en première approche à partir d'un modèle du premier ordre avec un éclairement constant[78] :

$$T(t) = T_0 + \frac{2P_E}{h_g \pi d^2} \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau}}\right) \quad (18)$$

Avec T_0 la température initiale de l'échantillon, d le diamètre de l'échantillon, P_E le flux atteignant l'échantillon, h_g le coefficient d'échange global et τ la constante de temps du système. La température est donnée en régime permanent par :

$$T_{max} = \lim_{t \rightarrow +\infty} T(t) = T_0 + \frac{2P_E}{h_g \pi d^2} \quad (19)$$

Le calcul du coefficient d'échange global convecto-radiatif[79] est détaillé dans l'Annexe 2. Un modèle de lancer de rayons est ensuite utilisé pour évaluer le flux intercepté par l'échantillon suivant l'équation 20 :

$$P_E = P_{nom} \cdot \alpha \cdot \beta \quad (20)$$

Avec P_{nom} la puissance nominale de la lampe, α l'absorptivité de l'échantillon et β représentant le rapport du flux intercepté par l'échantillon sur le flux total émis par lampe et défini tel que :

$$\beta = \frac{\sum_{i=1}^{N_t} P_s(z) \cdot \rho_w^{ri}}{\sum_{i=1}^{N_t} P_s(z)} \quad (21)$$

Avec $N_t = 10^7$ le nombre total de rayons calculés, $\rho_w = 0.97$ la réflectivité des parois de l'ellipse et ri représentant le nombre de réflexions du $i^{\text{ème}}$ rayon. En effet, si une puissance de 1 est attribuée à chaque rayon émis par la lampe alors cette puissance décroît après chaque réflexion sur les parois de l'ellipse. $P_s(z)$ représente la puissance initiale normalisée du rayon. Celle-ci est comprise entre 0.75 et 1 en fonction de la position verticale z du point de départ et la répartition du flux sur le filament décrite sur la Figure 20.

Le rapport de puissance β peut également être discrétisé suivant le rayon r de l'échantillon afin de déterminer ce rapport à chaque position de l'échantillon. Pour ce faire, le rayon de l'échantillon est divisé en 50 éléments et β_j peut être calculé selon :

$$\beta_j = \frac{\sum_{i \in N_j} P_s(z) \cdot \rho_w^{ri}}{\sum_{i \in N_j} P_s(z)}$$

Avec : (22)

$$\beta = \sum_{j=1}^{50} \beta_j$$

Avec N_j le nombre de rayons intercepté par le $j^{\text{ème}}$ élément de l'échantillon.

Le filament de la lampe est modélisé comme un cylindre de 4.5 mm de diamètre et 25mm de hauteur. La puissance affectée à chaque rayon dépend quant à elle de sa position initiale sur l'axe z . Cette répartition de puissance sur le filament correspond au profil mesuré sur la Figure 20c. Quatre configurations sont décrites sur la Figure 22:

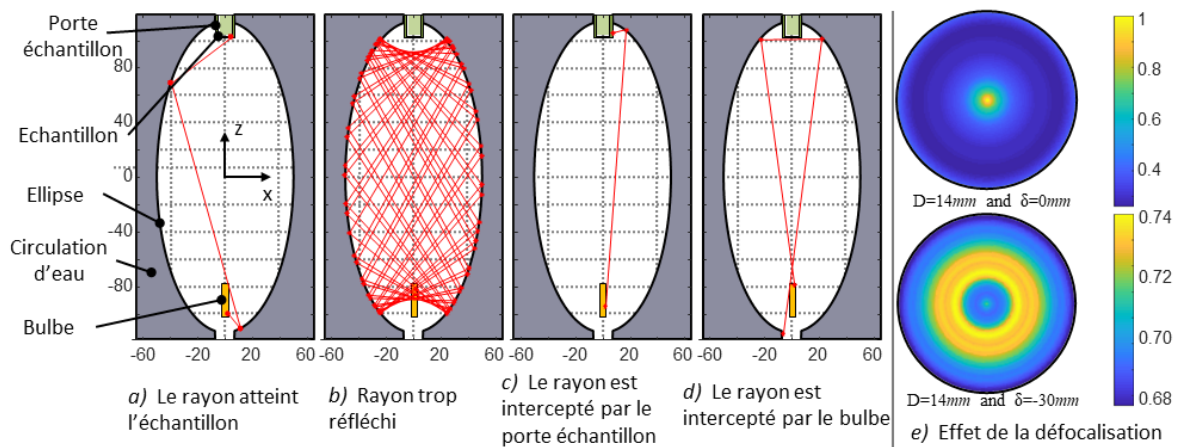


Figure 22 : a.b.c.d. Scénarios possibles pour un rayon émis, e. Effet de la défocalisation de l'échantillon

Le premier cas représente le cas général dans lequel le rayon atteint l'échantillon après r_i réflexions. Le second cas correspond à un nombre de réflexions suffisant pour diminuer la puissance d'un rayon à moins de 10% de sa puissance initiale (ce qui correspond à 76 réflexions avec une réflectivité de l'ellipse polie fixée à 0.97). Dans les troisième et quatrième cas, le rayon est intercepté soit par le porte-échantillon soit par le bulbe de la lampe. Pour les cas 2 et 4, la valeur de r_i est fixé à $r_i = +\infty$. Les rayons ne sont alors pas pris en compte dans le calcul de la puissance.

La dépendance du ratio β au diamètre de l'échantillon et à sa position verticale (z) par rapport au point focal situé en $\delta = 0$ est représentée sur la Figure 22.e. L'effet de la **défocalisation** de l'échantillon peut être observé avec une meilleure répartition du flux pour un décalage de 30 mm par rapport au point focal. Cet effet, dû à la géométrie de la lampe, doit donc être étudié. Une combinaison de 72 positions de l'échantillon $\delta = [+5 ; -40]$ mm (déterminés par la géométrie de l'ellipse) et diamètres $D = [10 ; 20]$ mm a donc été testée. Un diamètre minimal de 10 mm est imposé afin de permettre une soudure de thermocouple efficace et reproductible sur la face supérieure de l'échantillon.

Le rapport de flux β pour plusieurs diamètres et décalages par rapport au point focal est représenté en Figure 23 (a). L'image (b) représente l'écart type le long du rayon de l'échantillon et (c) la température calculée en régime permanent à partir de l'équation (18). Une valeur d'absorptivité de 0.5 représentant un bon compromis entre un matériau peu oxydé ($\epsilon=0.1$) et un matériau très oxydé ($\epsilon=0.9$) a été fixée tandis qu'un coefficient d'échange global h_g de $122.5 \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$ a été calculé[79](Cf. Annexe 2).

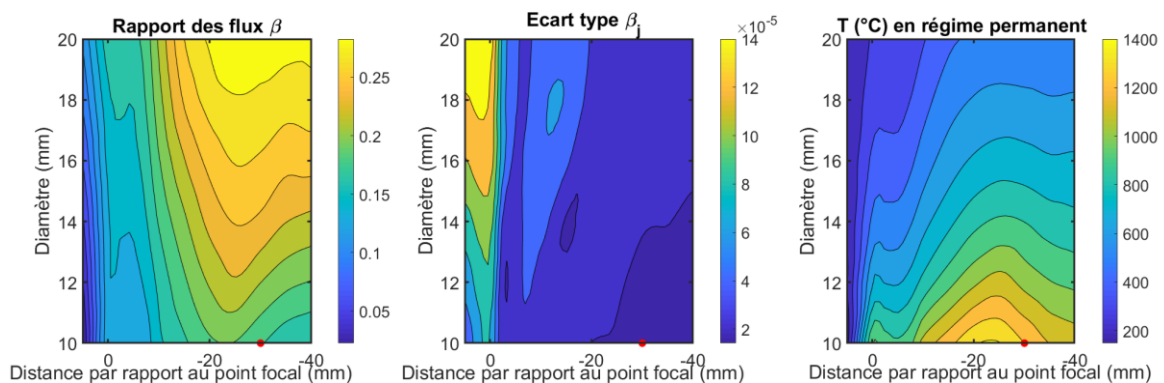


Figure 23 : a. Rapport de flux β fonction du diamètre de l'échantillon et de sa position, b. Ecart type correspondant, c. Température calculée en régime permanent. Le point rouge correspond au point de fonctionnement retenu

L'augmentation du diamètre diminue la température maximale atteinte sur l'échantillon mais sans améliorer l'homogénéité du flux reçu. De plus, une défocalisation de l'échantillon comprise entre 10 et 30 mm permet d'augmenter significativement la répartition du flux sur celui-ci. Par conséquent, **un diamètre d'échantillon de 10 mm ainsi qu'une distance de 30 mm par rapport au point focal géométrique ont été choisis**. Un porte-échantillon permettant de placer l'échantillon dans ces conditions a donc été développé.

Mais avant cela, une validation expérimentale de la position optimale de la pastille ainsi définie a été réalisée grâce un essai de chauffage à iso-puissance sur une pastille d'Inconel 625 oxydé. Un thermocouple de type K passant par une tige en céramique faisant aussi office de nacelle a été soudé sur la face supérieure. La température a ensuite été enregistrée selon plusieurs positions par rapport au point focal géométrique (Figure 24).

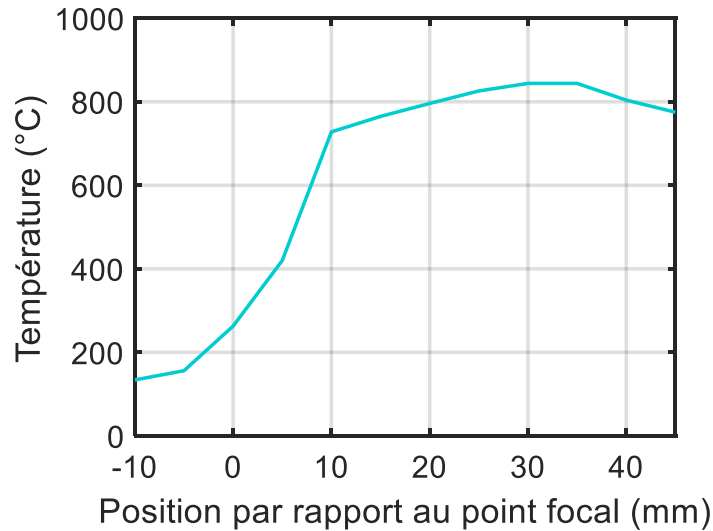


Figure 24 : Recherche du point focal expérimental sans porte-échantillon

Une zone focale apparaît clairement entre **30 et 35 mm** en dessous du point focal géométrique ce qui confirme les calculs précédents.

- Caractéristiques du porte-échantillon

Le porte-échantillon doit positionner et maintenir l'échantillon dans l'enceinte BMEIR. Les caractéristiques recherchées sont une bonne **réfractarité** (jusqu'à 1000°C ou plus), une **faible conductivité thermique** (afin de limiter les pertes latérales de l'échantillon), un faible coefficient de dilatation thermique et une totale opacité pour éviter l'interférence du rayonnement de la lampe sur le flux mesuré en face de l'échantillon. Un porte-échantillon en céramique réfractaire est donc le plus adapté par rapport à ces critères. La **stéatite** a été choisie par rapport aux autres céramiques réfractaires usuelles (SiC, Alumine, Zirconne...) car moins conductrice[80][81]. Le porte-échantillon a été conçu pour centrer un échantillon de 10 mm de diamètre avec un thermocouple soudé. Il est constitué en deux parties : une partie extérieure où vient se poser l'échantillon et s'insérant dans le banc de mesure et un manchon intérieur rainuré, appelé positionneur, permettant le centrage de l'échantillon et le passage du thermocouple de régulation. Des cales en céramique sont utilisées afin d'ajuster la position verticale de l'échantillon. Le porte-échantillon est représenté sur la Figure 25.

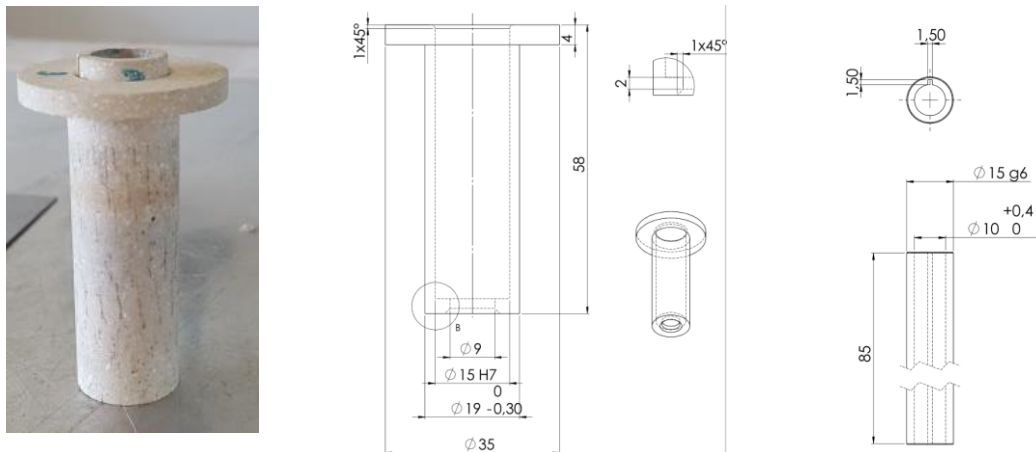


Figure 25 : Photographie et CAO du porte-échantillon en stéatite

Une seconde validation expérimentale de la position optimale de la pastille par rapport au point focal a été réalisée. La température d'une pastille de platine chauffée à iso-puissance et installée cette fois-ci dans le porte-échantillon a été enregistrée selon plusieurs positions par rapport au point focal géométrique (Figure 26).

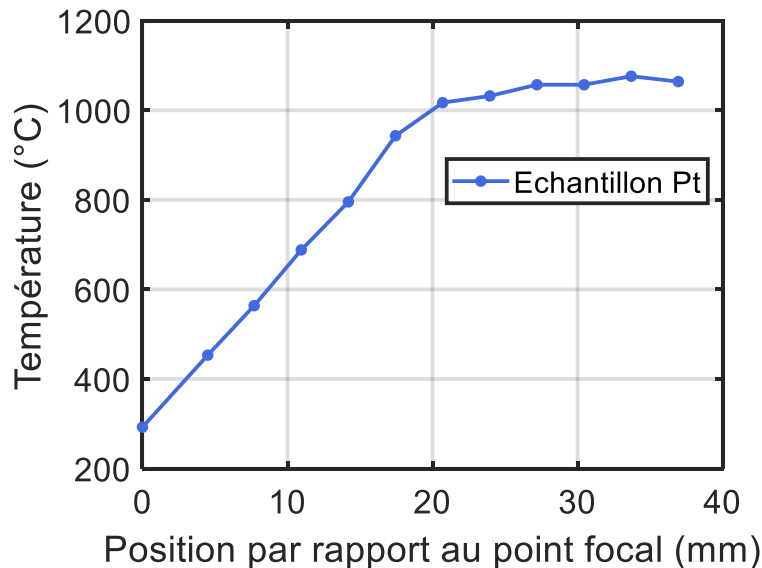


Figure 26 : Recherche expérimentale de la position optimale de la pastille avec porte-échantillon

La position optimale de la pastille est donc située dans une zone située entre 30 et 33 mm sous le point focal géométrique ce qui est en accord avec les calculs réalisés précédemment ainsi que la première validation expérimentale (Figure 24). Cette position sera ajustée *in fine* avec des cales d'épaisseur de 1 à 3 mm selon les besoins.

1.2.2. Instrumentation du banc BMEIR

a. Sélection des détecteurs

La mesure d'émissivité spectrale par méthode directe demande une sélection minutieuse des détecteurs. En effet, comme expliqué précédemment, 96% du rayonnement émis par l'échantillon est compris entre $0.5 \cdot \lambda_{\max}$ et $5 \cdot \lambda_{\max}$, avec λ_{\max} étant la longueur d'onde correspondant au flux maximal émis calculé par la loi de Wien.

Comme mentionné précédemment, les applications de formage à chaud sont généralement comprises **entre 600 et 1000°C** ($\lambda_{\max}=3.32$ et $2.28 \mu\text{m}$ respectivement). Le rayonnement du corps noir calculé par la loi de Planck et ses dérivées correspondantes par rapport à la température pour différentes longueurs d'onde sont présentés sur la Figure 27.

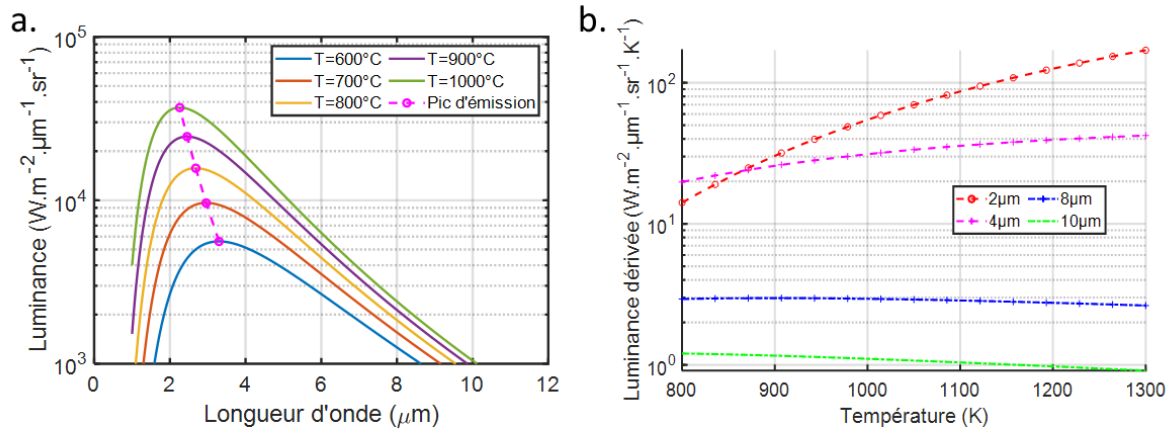


Figure 27 : a. Luminance monochromatique du corps noir, b. Dérivée de la luminance par rapport à la température à plusieurs longueurs d'onde

Ainsi, pour des températures comprises entre 600 et 1000°C, les longueurs d'onde correspondant au maximum d'émission sont respectivement de 3.31 et 2.26 μm, ce qui implique des flux émis dans la gamme [1.13 ; 16.5] μm comme indiqué dans le Tableau 3. Le calcul d'une émissivité totale nécessite donc des points de mesure dans toutes les gammes spectrales classiques des détecteurs IR : la bande NIR BI ainsi que les bandes MIR BII et BIII.

Les courbes de la dérivée de la luminance par rapport à la température (Figure 27 b) permettent quant à elles de montrer une grande sensibilité dans la bande I pour les hautes températures et inversement une sensibilité basse et quasi-constante dans la bande III. Pour ces gammes de température, une mesure d'émissivité idéale se ferait par le biais d'un capteur assurant une mesure continue entre 1.1 et 16.5 μm. Cependant, la disponibilité des capteurs ainsi que l'autonomie et la transportabilité désirées pour le banc de mesure impose une mesure discontinue entre 1.3 et 10 μm.

Pour les mesures dans la bande NIR BI, le choix s'est donc orienté vers un spectromètre IR-TF NeoSpectra® opérant dans une gamme spectrale comprise entre 1.3 et 2.5 μm avec un photodétecteur de type InGaAs. Une fibre optique Texys® de 0.6 mm de diamètre entourée d'un blindage pour un diamètre total de 6 mm conçue pour les mesures à haute température est placée au voisinage de l'échantillon. Celle-ci est connectée au spectromètre et permet de mesurer la luminance émise par l'échantillon. Cette fibre fonctionne pour des températures comprises entre -20 et 1100°C.

Pour les mesures en bande II, une caméra IR FLIR® SC7000 équipée d'une roue à filtres a été utilisée. Cette caméra a une résolution de 320*256 pixels avec une fréquence d'image comprise entre 1 et 500 Hz. Le temps d'intégration peut être ajusté entre 1 μs et 1 seconde. La gamme spectrale est quant à elle comprise entre 2.5 et 5.5 μm. Le détecteur est également refroidi par un moteur stirling interne.

Les mesures en bande III sont réalisées avec une caméra FLIR® SC325. La caméra a une résolution de 320*240 pixels, une fréquence de 60 Hz ainsi qu'une gamme spectrale comprise entre 7.5 et 13 μm.



Figure 28 : Capteurs NIR et MIR : a. Spectromètre NIR NeoSpectra® ; b. Caméra MIR SC7000 ; c. Caméra MIR SC325

Les filtres en BII sont sélectionnés pour avoir des longueurs d'onde centrales équidistantes sur la bande spectrale de la caméra SC7000. Pour les mesures sur la caméra SC325, un unique filtre en milieu de bande a été sélectionné. Les conséquences de la **discontinuité spectrale** induites par cette sélection de détecteurs sont étudiées dans la partie suivante b. Les caractéristiques des filtres équipant les caméras BII et BIII sont résumées dans le Tableau 7.

Caméra	MIR BII			MIR BIII
Longueur d'onde (μm)	3.027	4	5.071	10
Type	Bande étroite	Bande étroite	Bande étroite	Bande étroite
Largeur de bande (nm)	60	80	96	2000
Transmission (%)	73.91	60	68.86	92

Tableau 7 : Caractéristiques des filtres utilisés sur les caméras BII et BIII

b. Influence de la discontinuité du spectre sur le calcul d'émissivité totale

L'objectif de ce banc est de mesurer à la fois une émissivité spectrale directionnelle et une émissivité totale directionnelle. En pratique, celle-ci est calculée par intégration des mesures d'émissivité directionnelle spectrale. Cependant, ces calculs nécessitent **généralement une continuité de la luminance mesurée** dans la plage spectrale considérée ce qui est incompatible avec la sélection des détecteurs réalisée précédemment.

Cette discontinuité dans le spectre entraîne une erreur sur la valeur d'émissivité totale calculée. Cette erreur doit donc être quantifiée afin de valider la démarche. Pour cela, une comparaison est faite entre des valeurs d'émissivité calculées avec un spectre continu dans un cas et un spectre discontinu dans l'autre, et ce pour un même matériau.

Le choix de ce **matériau de référence s'est porté vers le platine poli** dont l'émissivité spectrale peut être calculée à partir de ses indices optiques[82]. L'émissivité spectrale calculée à partir d'un spectre continu ainsi que celles calculées à partir d'un spectre discontinu correspondant aux bandes spectrales des détecteurs sont mises en évidence sur la Figure 29. Les valeurs entre les bandes de mesure ont été interpolées soit par une méthode linéaire, cubique ou de type Spline Akima[83]. Les allures des émissivités spectrales interpolées sont assez similaires à celle obtenue via un spectre continu.

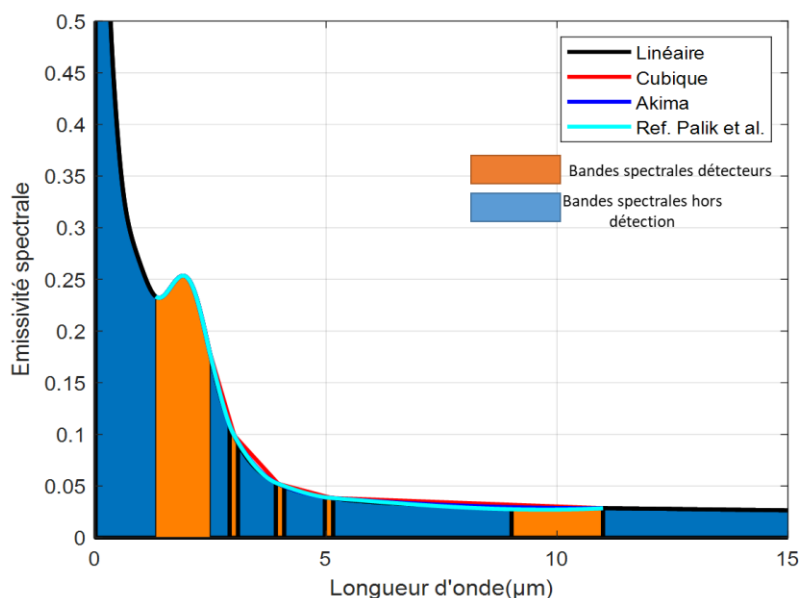


Figure 29 : Emissivité théorique continue (Palik[82]) calculée comparée aux émissivités interpolées

L'émissivité intégrée à partir de valeurs interpolées selon différentes méthodes ainsi que l'écart à la valeur de référence sont présentés dans le Tableau 8. Il est important de noter ici qu'une autre source d'erreur significative est la valeur des bornes d'intégration. En effet, le choix des détecteurs impose une étendue spectrale comprise entre 1.3 et 11 μm tandis que les bornes théoriques sont 0 et $+\infty$ (équation (10)). En utilisant les données de Palik[82], les différences d'émissivité intégrée obtenues dans les deux cas sont de respectivement 4.7% à 600°C et 0.37% à 1000°C.

A basse température, l'erreur provient principalement de la coupure du spectre dans le moyen infrarouge à 10 μm . Cette erreur peut être fortement réduite en ajoutant un point au-delà de 10 microns. A titre d'exemple, l'erreur calculée à 600°C diminue à 1,8% avec un point ajouté à 14 μm .

Spectre		Palik[82]	Interpolation linéaire	Interpolation cubique	Interpolation « Akima »
T=600°C	$\varepsilon^{\vec{\lambda}}(T)$	0.0746	0.0773	0.0750	0.0747
	$\Delta\varepsilon/\varepsilon$ (%)	Référence	3.8	0.59	0.10
T=1000°C	$\varepsilon^{\vec{\lambda}}(T)$	0.1185	0.1211	0.1192	0.1187
	$\Delta\varepsilon/\varepsilon$ (%)	Référence	2.1	0.33	0.17

Tableau 8 : Calcul de l'émissivité totale du platine poli pour les différentes techniques d'interpolations et comparaison avec la valeur théorique de référence

Les valeurs calculées dans le Tableau 8 montrent une erreur plus faible obtenue avec l'interpolation de type Akima par rapport aux autres interpolations. Cette interpolation correspond à une fonction polynomiale d'ordre 3 par morceaux. L'avantage de cette méthode par rapport à une fonction spline classique est que le calcul des coefficients du polynôme s'effectue uniquement avec les points au voisinage, ce qui permet une meilleure stabilité ainsi qu'une influence moins importante des points aberrants sur la courbe reconstruite. **L'interpolation de type Akima sera donc utilisée pour les calculs d'émissivité totale dans cette étude.**

c. Détermination de la zone de mesure sur l'échantillon

La mesure d'émissivité par méthode directe requiert une égalité de température stricte entre l'échantillon mesuré et le corps noir de référence. Il est donc nécessaire de sélectionner une zone avec un gradient thermique le plus faible possible pour la mesure du flux émis par l'échantillon. Une mesure par thermographie IR avec une caméra de marque FLIR® modèle SC7000 opérant dans la bande $[2.5-5]\mu\text{m}$ sur un échantillon de TA6V porté à 1000°C a été réalisée pour estimer une zone de mesure maximale acceptable.

Le choix du TA6V constitue des conditions plutôt défavorables car le TA6V est un métal très peu conducteur[84] ($k = 6.7 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ à 25°C), et induit potentiellement davantage de gradients thermiques latéraux.

Cette mesure est indispensable notamment pour le positionnement de la fibre optique par rapport à l'échantillon pour les mesures sur le spectromètre NIR BI. Le gradient maximal autorisé sur la zone de mesure a été fixé à 10°C (voir Figure 30.c). Ce gradient représente une dispersion relative de 1% à 1000°C et constitue a priori une bonne homogénéité de température autour de 1000°C . Une surface de mesure circulaire centrée d'un diamètre maximal de 3.5 mm est donc définie.

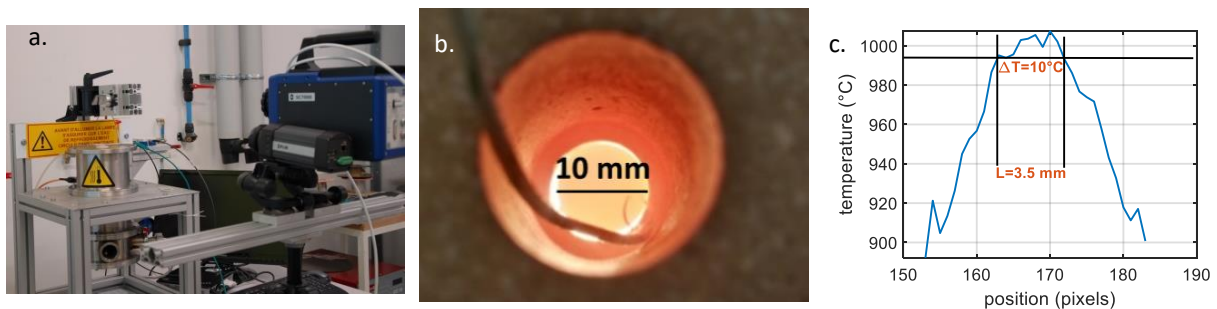


Figure 30 : Détermination de la zone de mesure maximale ; a. dispositif expérimental ; b. Image de la pastille de TA6V portée à 1000°C ; c. Distribution de température sur le diamètre de la pastille

La sélection de cette zone par les caméras sera aisée puisque ces dernières disposent toutes d'outils de tracé de zone d'intérêt. Pour les mesures avec le spectromètre NIR BI, cela nécessite de placer la fibre optique à une position très proche de l'échantillon. En effet, celle-ci ayant une ouverture numérique de 30°, la distance avec le porte-échantillon ne devra pas excéder 6.5 mm pour une dispersion de température de 1%.

La position choisie sera cependant de 2.5 mm au-dessus de l'échantillon afin de diminuer le gradient thermique sur la zone de mesure mais également préserver la fibre optique soumise à des conditions extrêmes dans le porte-échantillon. La mesure de flux s'effectue donc sur une zone centrale circulaire de diamètre 1.34 mm sur la pastille ce qui correspond à un gradient de 3°C sur la Figure 30 c.

L'homogénéité thermique parfaite sur l'échantillon n'est pas réaliste, un gradient thermique résiduel, (bien que minimisé par le choix d'une zone restreinte), est inévitable. Il convient donc d'estimer quel est l'impact de ce défaut sur la mesure d'émissivité. Une incertitude relative sur l'émissivité mesurée induite par l'incertitude sur la température peut également être calculée avec l'équation suivante [85]:

$$\frac{\Delta\varepsilon}{\varepsilon} = \left| \frac{c_2/(\lambda T)}{\exp\left(-\frac{c_2}{\lambda T}\right) - 1} \right| \frac{\Delta T}{T} \quad (23)$$

Cette équation peut également être écrite en utilisant une approche par écarts type ($\Delta\varepsilon=3*\sigma_\varepsilon$ and $\Delta T=3*\sigma_T$) en considérant une distribution gaussienne de l'incertitude. Cette incertitude relative sur l'émissivité est ensuite calculée pour un gradient thermique de 3°C et une gamme spectrale comprise entre 1 et 16.5 µm (Figure 31).

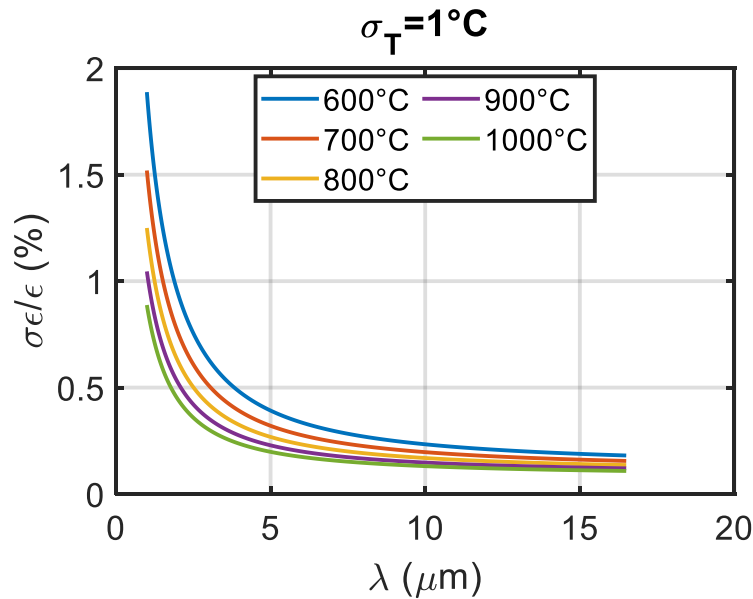


Figure 31 : Incertitude relative sur l'émissivité entre 1 et 16.5 µm provoquée par un écart-type de 1°C sur la zone de mesure

Le gradient thermique a un plus grand impact dans le proche IR sur la mesure d'émissivité par rapport aux bandes II et III dans le moyen IR. L'incertitude maximale est observée à 600°C mais reste inférieure à 1.33% dans la bande spectrale du spectromètre NeoSpectra®.

L'incertitude est quant à elle inférieure à 0.33% dans les bandes II et III. De plus, ce gradient thermique peut être négligé pour les mesures réalisées par caméra étant donné que la zone de mesure du flux sur la pastille se résume alors à un pixel (environ 500 µm), ce qui correspond à un gradient thermique inférieur à 1°C sur la Figure 30c.

d. Adaptation du banc pour des mesures sous vide/atmosphère neutre

Un des objectifs définis pour ce banc de mesure d'émissivité est la capacité à réaliser des mesures sous vide et sous atmosphère neutre. Cela nécessite donc une adaptation du banc pour assurer l'étanchéité du dispositif durant l'essai mais également permettre les mesures de températures et flux. Pour cela, un couvercle spécifique avec une configuration spécifique a été développé, permettant ainsi des mesures avec le spectromètre NIR via la fibre optique ou des mesures en caméra MIR.



Figure 32 : a. CAO du couvercle instrumenté pour les mesures sous vide, b. Configuration NIR avec passage fibre optique, c. Configuration MIR avec hublot ZnSe

Les mesures par thermographie peuvent être effectuées au travers d'un hublot en ZnSe d'une épaisseur de 10 mm avec une transmission moyenne de 70% entre 1 et 15 μm (données constructeur). Pour les mesures par spectrométrie, la fibre optique est positionnée dans l'enceinte grâce à un presse étoupe assurant l'étanchéité.

Dans les deux cas, des passages étanches pour thermocouples sont installés avec quatre connecteurs miniatures de type K. Le vide est assuré par une pompe à vide turbomoléculaire Leybold® PT 70 F-Compact permettant une mise sous vide secondaire de l'enceinte. Le banc instrumenté et modifié est présenté sur la Figure 33.

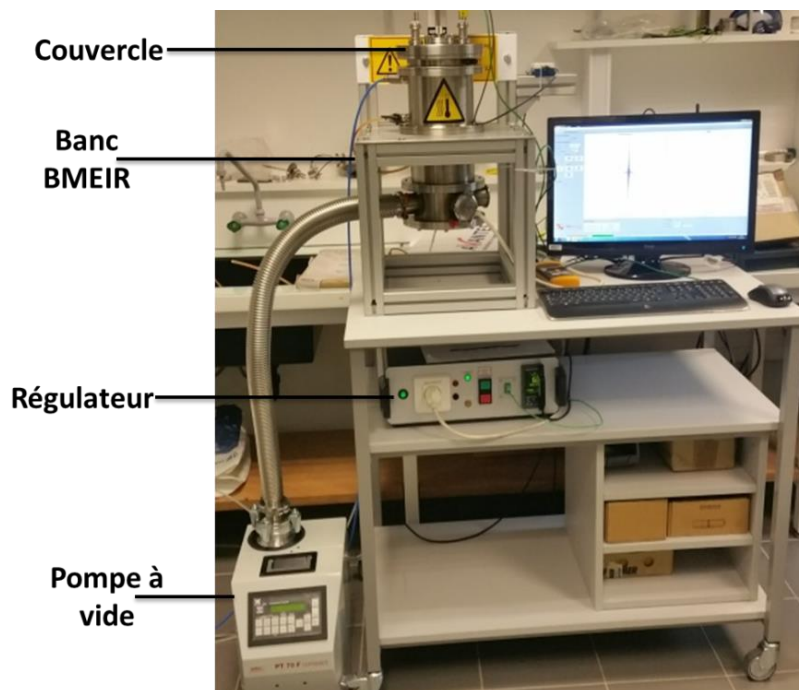


Figure 33 : Banc de mesure BMEIR actuel

1.2.3. Performances du banc BMEIR

Des essais de chauffe ont été réalisés pour vérifier que les températures atteintes respectent le cahier des charges. Cette validation sur la cinétique de chauffe a été faite sur les deux matériaux suivants :

- Le platine, très réfléchissant[86] et donc plutôt défavorable pour un chauffage radiatif

- L'Inconel 625 préalablement oxydé permettant d'estimer une vitesse de chauffe maximale du dispositif

Les deux pastilles sont placées dans le porte-échantillon qui est lui-même placé à la position optimale définie dans la partie 1.2.1.c. Un thermocouple de type K est soudé en périphérie de la pastille dans les deux cas. Les courbes de montée en température pour les deux matériaux avec une puissance appliquée de 100% sur la lampe sont présentées sur la Figure 34.

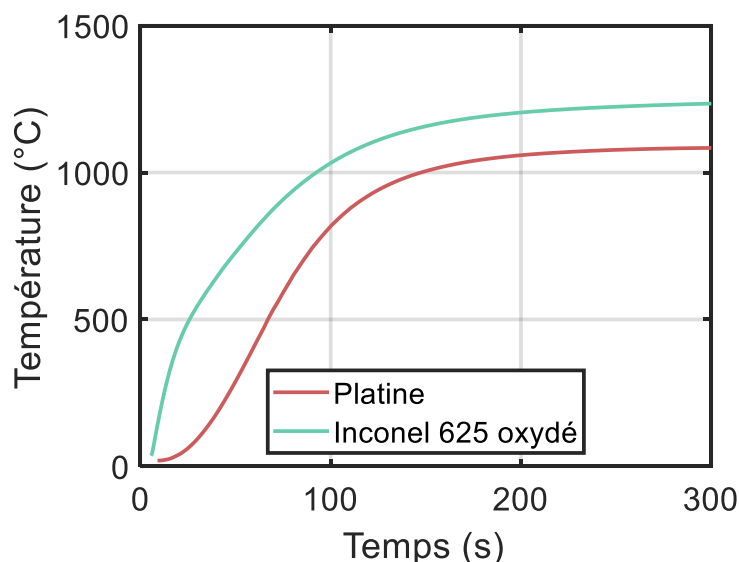


Figure 34 : Essais de chauffe à pleine puissance pour des échantillons de platine et d'Inconel 625 oxydé

Dans les deux cas, la température de 1000°C est dépassée avec une température atteinte de 1095°C sur le platine et de 1246°C sur l'Inconel 625 oxydé. Des vitesses de chauffe de 8°C/s et 11.2°C/s sont respectivement calculées pour atteindre 1000°C.

Il est également intéressant de réaliser un essai de chauffage sur une pastille sans porte échantillon. Cet essai permet de mesurer la vitesse de chauffe maximale que le banc peut assurer. Cette pastille en Inconel 625 oxydé est amenée à la même position que pour le cas précédant avec une tige thermocouple de type K soudée sur sa surface supérieure. La montée en température est tracée sur la Figure 35.

Une vitesse de chauffe de 106°C/s est observée pour atteindre une température de 1000°C. Cette configuration n'est pas utilisable pour le calcul d'émissivité car il devient très compliqué de dissocier les flux de la lampe et de l'échantillon dans ce cas avec en plus des phénomènes de saturation importants sur les détecteurs.

Ces saturations imposeraient des temps d'intégration très faibles sur les détecteurs. De plus, Il faut ajouter le fait que les fibres optiques risqueraient de se détériorer très rapidement dans ces conditions expérimentales. Ces mesures ouvrent cependant d'autres perspectives qui seront abordées dans la partie conclusion/perspectives de ce manuscrit.

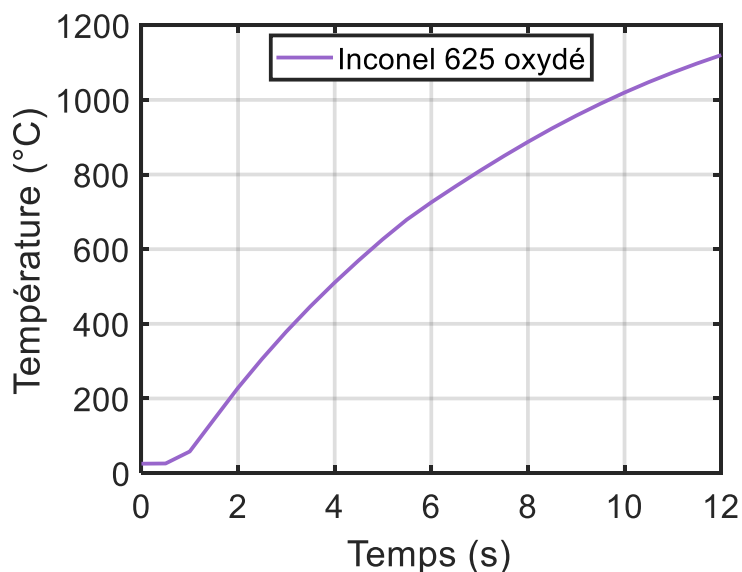


Figure 35 : Essai de chauffe sur une pastille d'Inconel 625 oxydée sans porte-échantillon

1.3.Conclusion partielle

Dans ce chapitre, le développement d'un nouveau banc de mesure d'émissivité à haute température a été présenté. Une mesure par méthode directe a été choisie suite à une étude bibliographique. Les contraintes sur les températures cibles à atteindre ainsi que l'homogénéité sur l'échantillon ont nécessité un choix et un dimensionnement rigoureux des différents éléments du banc (lampe, porte-échantillon, instrumentation). Une attention particulière a également été accordée à la géométrie et au positionnement de l'échantillon avec le développement d'un modèle de lancer de rayons.

L'objectif de ce banc étant de réaliser à la fois des mesures d'émissivité spectrales et intégrées, une sélection de détecteurs a donc été réalisée dans ce sens. Pour la bande I, un spectromètre proche IR NeoSpectra® avec gamme spectrale [1.3 ; 2.5] μm a été sélectionné. Pour les bandes II et III en MIR, le choix s'est porté vers des caméras équipées de filtres à 3.027, 4, 5.071 et 10 μm .

L'influence de la discontinuité du spectre induit par cette sélection de détecteurs a été analysée. Les erreurs calculées sont très faibles dans le cas d'une interpolation de type Akima. Celle-ci a donc été retenue pour le calcul d'émissivité intégrée.

Le dimensionnement du banc a finalement permis d'atteindre les objectifs en température avec une valeur maximale de 1265°C et une vitesse de chauffe associée de 11°C/s pour une pastille placée dans un porte-échantillon. Le banc a également été doté de capteurs permettant des mesures d'émissivité spectrale et intégrées.

2. Etalonnage et validation du banc BMEIR

2.	Etalonnage et validation du banc BMEIR	45
2.1.	Etalonnage et incertitude du système	46
2.1.1.	Choix et développement des références corps noir pour le banc BMEIR.....	46
a.	Sélection des références corps noir pour le banc BMEIR.....	46
b.	Développement du corps noir de transfert.....	47
2.1.2.	Qualification du corps noir de transfert par rapport à un corps noir de laboratoire ...	48
a.	Dispositif expérimental	48
b.	Méthode de qualification	49
c.	Détermination des coefficients de correction.....	50
2.1.3.	Etalonnage des moyens de mesure.....	51
a.	Etalonnage thermique en proche IR.....	51
b.	Etalonnage thermique en moyen IR.....	52
c.	Incertitude sur l'émissivité	53
d.	Contribution de l'environnement.....	55
2.2.	Validation du banc BMEIR	63
2.2.1.	Présentation des échantillons et dispositif expérimental	63
a.	Caractéristiques de l'échantillon	63
b.	Dispositif expérimental	65
2.2.2.	Mesures d'émissivité spectrale	66
a.	Mesures dans la bande NIR BI	66
b.	Mesures en MIR.....	67
2.2.3.	Calcul d'une émissivité intégrée.....	69
a.	Calcul de l'émissivité intégrée	69
b.	Comparaison avec les valeurs de littérature	70
2.3.	Conclusion partielle	71

Les éléments constitutifs (lampe, détecteurs...) du banc BMEIR ont été sélectionnés et dimensionnés dans le chapitre précédent. Le contenu de ce chapitre se focalise d'avantage sur la méthodologie de mesure. En effet, la méthode directe utilisée pour ce banc nécessite un étalonnage précis des capteurs devant un corps noir de référence.

Afin de valider la méthode de mesure, le choix a été fait d'utiliser un matériau de référence avec une comparaison à la fois avec un moyen de mesure de référence (spectromètre Bruker® Vertex 70) et des valeurs issues de la littérature.

Un étalonnage du système, primordial d'un point de vue métrologique, sera donc détaillé dans la partie 2.1. Une procédure de validation du banc par rapport à un matériau de référence qu'est le platine est ensuite mise en place et expliquée dans la partie 2.2.

2.1. Etalonnage et incertitude du système

Les objectifs en température et en gamme spectrale étant atteints, une référence corps noir doit ensuite être choisie pour les mesures d'émissivité. Les détecteurs sélectionnés précédemment seront ensuite étalonnés par rapport à cette référence. De plus, les méthodes directes présentent l'inconvénient d'être particulièrement sensibles aux signaux parasites[34] environnants qu'il faut donc quantifier.

2.1.1. Choix et développement des références corps noir pour le banc BMEIR

a. Sélection des références corps noir pour le banc BMEIR

La mesure d'émissivité par méthode directe requiert une référence corps noir avec une émissivité la plus proche possible de l'unité (>0.99). Les corps noirs de laboratoire commerciaux actuels permettent de réaliser cette condition dans des gammes thermiques assez larges ($[-20 ; 1600]$ °C. La majorité des dispositifs de mesure directe observés dans la littérature sont donc dotés de corps noir de laboratoire commerciaux. Certains laboratoires avec des besoins ou contraintes spécifiques choisissent plutôt l'option de développer une référence corps noir propre.

Les géométries les plus courantes utilisées sont les formes sphériques[87] ainsi que les formes cylindriques à fond plat, conique ou conique inversé[88][31][89][90]. Pour une application à haute température, les céramiques très conductrices comme le SiC ou les métaux sont utilisés comme matériaux pour diminuer le gradient thermique sur la référence corps noir. Une peinture haute émissivité est en général appliquée sur les parois internes pour accentuer l'effet « cavité ».

D'autres dispositifs utilisent, quant à eux, des échantillons plans avec un revêtement très émissif. L'émissivité obtenue est plus basse que celle observée pour les géométries de type cavité. Le gradient thermique est cependant plus facilement contrôlable et la réalisation plus simple que pour les géométries de type cavité.

Leur émissivité doit cependant être stable et parfaitement connue avec une éventuelle correction par rapport à un corps noir de laboratoire. Un cas test de revêtement de ce type est présenté en Annexe 3.

Pour le banc BMEIR, le choix est fait de disposer à la fois d'un corps noir de laboratoire commercial et d'une référence corps noir propre appelée ici corps noir de transfert. Le corps noir de laboratoire sélectionné (Figure 36) est un Land® R1500T d'émissivité 0.99 selon le constructeur. Sa gamme thermique est comprise entre 500 et 1500°C.



Figure 36 : Corps noir de laboratoire Land® R1500T utilisé dans ces travaux

Le choix du corps noir de transfert s'est porté vers une cavité cylindrique inspirée de la forme du porte-échantillon. Le choix de cette géométrie est détaillé dans l'Annexe 3.

b. Développement du corps noir de transfert

Du fait des contraintes et de la géométrie du banc BMEIR, les dimensions extérieures de ce corps noir de transfert « cavité » sont égales à celles du porte-échantillon (Cf. Figure 25). En effet, ce corps noir pourra dans ce cas être placé dans la zone focale de l'ellipse et centré pour avoir une répartition de flux symétrique. La partie intérieure du corps noir de transfert est, quant à elle, inspirée des géométries de corps noirs de laboratoire.

Le matériau choisi dans une première approche est l'acier inoxydable moins coûteux à l'usinage que l'Inconel ou les céramiques réfractaires conductrices telles que le SiC. Le corps noir de transfert est constitué en deux parties : un manchon cylindrique central et un fond interchangeable qui vient se visser sur la partie centrale.

Trois fonds ont été fabriqués : un fond conique, un fond conique inversé ainsi qu'un fond plat. Ces configurations correspondent aux géométries classiques observées dans les corps noirs de laboratoire commerciaux. Elles sont présentées sur la Figure 37.



Figure 37 : Corps noir de transfert cavité avec les différents fonds possibles

Afin de maximiser l'émissivité de ce corps noir de transfert, les parois internes sont revêtues d'une peinture haute température Pyromark[91][92]. Celle-ci est déposée avec un aérographe afin de minimiser les gradients d'épaisseur de peinture. La caractérisation de cette peinture est donnée en Annexe 3.

L'émissivité totale du corps noir de transfert peut être calculée grâce aux formules de Gouffé[93] :

$$\varepsilon_{ouverture} = \frac{\varepsilon_{parois} [1 + (1 - \varepsilon_{parois})(\eta - \sin^2\theta)]}{\varepsilon_{parois}(1 - \eta) + \eta} \quad (24)$$

Avec : ε_{parois} l'émissivité des parois de la cavité, θ la demi ouverture de l'angle solide sous lequel est vue l'ouverture de la cavité d'un point de la paroi opposée, $\varepsilon_{ouverture}$ l'émissivité apparente du corps noir, η le rapport de la surface de l'ouverture de la cavité sur la surface totale de la cavité.

Une émissivité de 0.94 est calculée en prenant le fond plat et les données de la peinture Pyromark®. Celle-ci sera donc encore augmentée avec les fonds coniques. Cette émissivité est cependant calculée pour une cavité isotherme qui est une condition non applicable compte tenu de la méthode de chauffage employée sur le banc BMEIR. Il convient donc de vérifier cette valeur expérimentalement **en réalisant une comparaison avec un corps noir de laboratoire.**

2.1.2. Qualification du corps noir de transfert par rapport à un corps noir de laboratoire

a. Dispositif expérimental

La qualification du corps noir de transfert est réalisée dans le proche IR avec le spectromètre NIR BI NeoSpectra® et dans la bande II avec la caméra FLIR® SC7000. Les mesures thermographiques sur le corps noir de transfert seront réalisées de la même manière que dans la partie précédente avec un miroir de renvoi revêtu argent.

Le corps noir sélectionné est à fond conique inversé afin de maximiser son émissivité. La fibre optique est, quant à elle, insérée dans le corps noir de transfert à la même position que celle définie dans la partie 1.2.1.c pour la mesure de flux sur l'échantillon.

En effet, le gradient thermique sur le corps noir de transfert impose de rentrer la fibre optique afin de viser une zone thermique homogène. Les dispositifs expérimentaux sont schématisés sur la Figure 38.

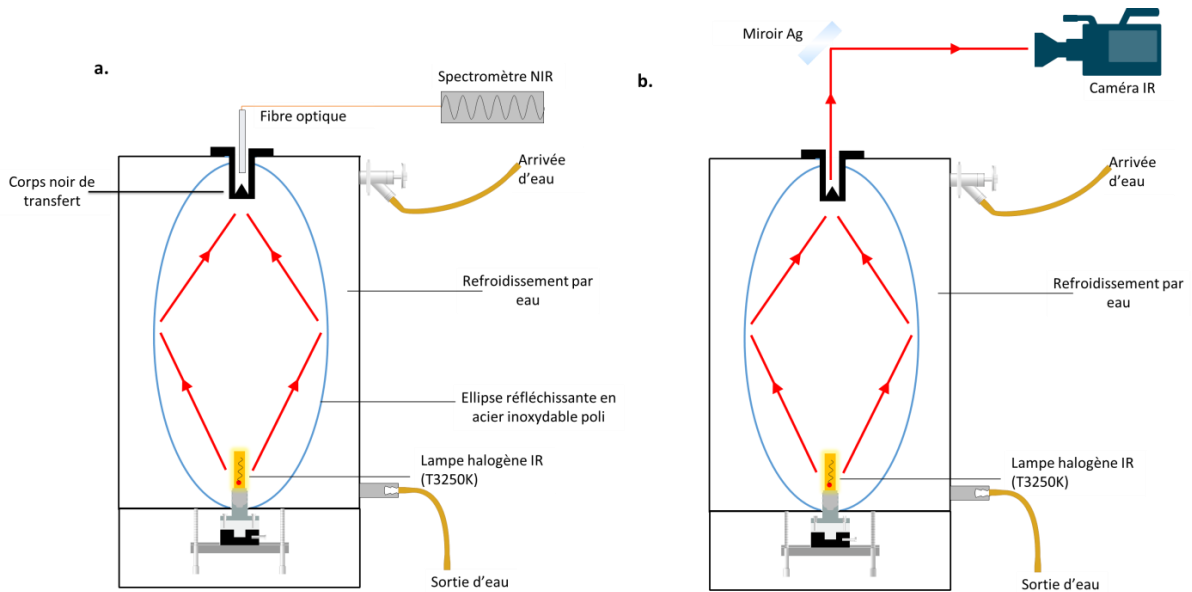


Figure 38 : Dispositif expérimental pour la qualification du corps noir de transfert, a. Configuration NIR, b. Configuration MIR

b. Méthode de qualification

La méthode utilisée pour qualifier le corps noir de transfert est la méthode dite d'égalisation des températures : la température imposée est la même pour les deux cavités. Le temps d'intégration sur la caméra est également le même pour les deux mesures.

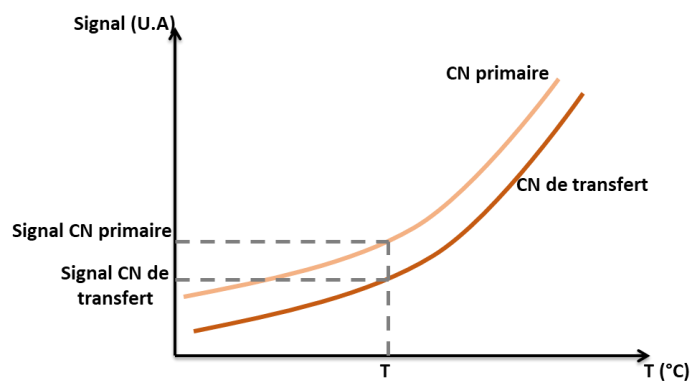


Figure 39 : Représentation schématique de la méthode d'égalisation des températures

Cette méthode permet de faire correspondre des flux émis à une même température pour les deux cavités. Elle permet également d'évaluer le rapport du signal émis par le corps noir de transfert sur le signal émis par un corps noir à la même température. En effet, l'émissivité peut s'écrire de cette manière :

$$\varepsilon_{\lambda}(T) = \frac{I_{ech}(T)}{I_{CN TR}(T)} * \frac{I_{CN TR}(T)}{I_{CN PR}(T)} = K(\lambda, T) * \frac{I_{ech}(T)}{I_{CN TR}(T)} \quad (25)$$

Le rapport des signaux émis par les deux cavités peut donc être assimilé à un facteur correctif sur les émissivités obtenues dans les mesures sur le dispositif BMEIR. Ce facteur correctif correspond à « l'émissivité » du corps noir de transfert.

c. Détermination des coefficients de correction

Les émissivités du corps noir de transfert calculés dans la bande NIR BI et dans la bande MIR BII sont présentées sur la Figure 40.

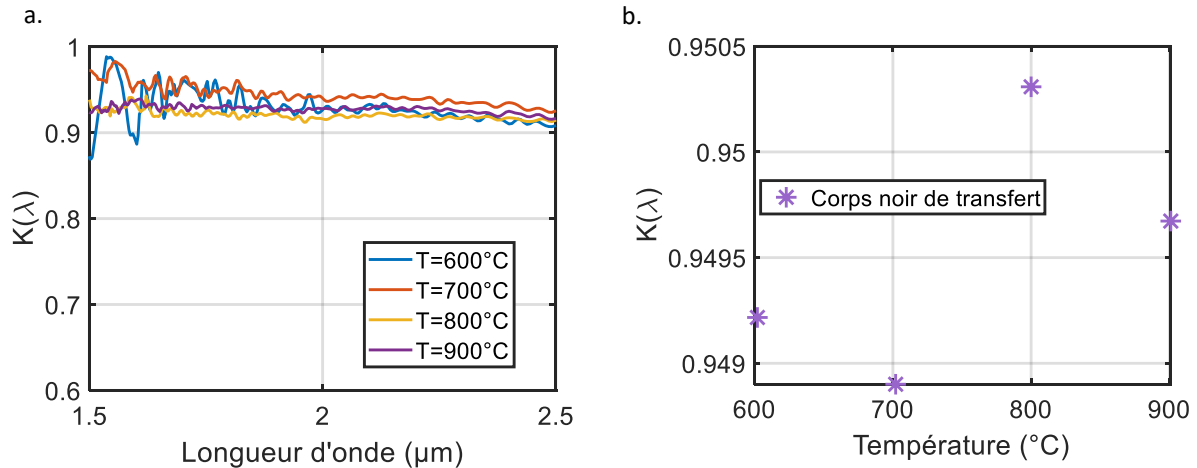


Figure 40 : Coefficients de correction déterminés dans les bandes NIR (a.) et MIR BII (b.)

Le coefficient de correction pour la bande NIR BI est calculé pour chaque longueur d'onde tandis que celui correspondant à la bande MIR BII est calculé sur l'ensemble de la gamme spectrale de la caméra. Ce coefficient est relativement constant dans le proche infrarouge avec une valeur comprise entre 0.91 et 0.94 pour toutes les températures sur l'ensemble de la gamme spectrale.

Le coefficient calculé dans la bande II est quant à lui quasi constant avec la température. Le corps noir de transfert à fond conique inversé présente donc des émissivités assez proches de celles observées pour un fond plat malgré une valeur plus élevée à 600 $^\circ\text{C}$.

Ces courbes permettent de conclure que le facteur de correction à appliquer peut être considéré comme quasi constant avec la longueur d'onde et la température, avec une valeur de 0.95, ce qui simplifie les corrections à apporter lors du calcul d'émissivité.

A ce stade, le banc dispose donc d'un étalon de transfert permettant une utilisation relativement « autonome » sans recours à des moyens « lourds » de laboratoire, ce qui peut faciliter une utilisation de routine de celui-ci.

2.1.3. Etalonnage des moyens de mesure

a. Etalonnage thermique en proche IR

Afin d'optimiser les performances métrologiques du banc, les moyens de mesure ont d'abord été étalonnés sur un corps noir de laboratoire afin d'éviter les étapes de corrections.

- Etalonnage du spectromètre NeoSpectra® par rapport au corps noir de laboratoire R1500T

Le spectromètre équipé de sa fibre optique blindée a été étalonné entre 600 et 1000°C par rapport au corps noir de laboratoire. Les courbes d'étalonnage présentées sur la Figure 41 ont été obtenues en faisant la moyenne sur 10 spectres.

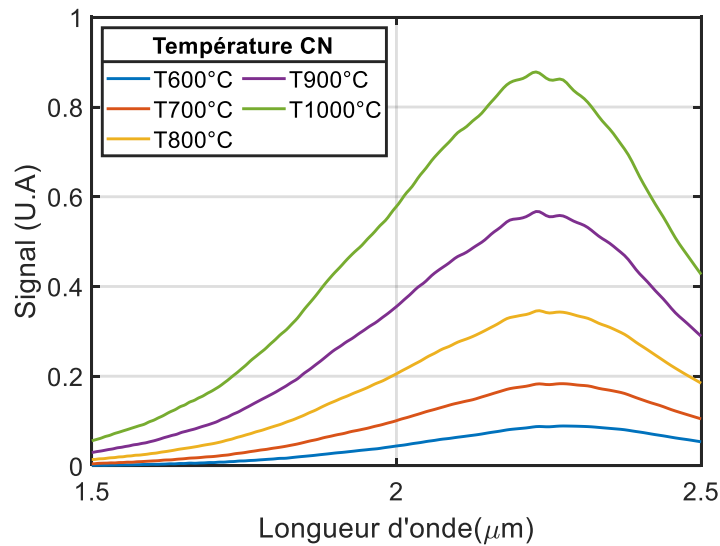


Figure 41 : Etalonnage du spectromètre NIR devant le corps noir (CN) de laboratoire R1500T

Une augmentation de la valeur des spectres en fonction de la température est observée avec un pic obtenu à 2.2 μm. L'allure de ces spectres s'explique par le fait que l'énergie émise par le corps noir de laboratoire est multipliée par la réponse spectrale du photodétecteur selon l'expression [94] :

$$I_{brut}(\lambda) = I(\lambda) * T_{fibre}(\lambda) * R_{det}(\lambda) \quad (26)$$

Avec $I_{brut}(\lambda)$ le signal brut mesuré, $I(\lambda)$ le signal émis par l'échantillon, $R_{det}(\lambda)$ la réponse spectrale du détecteur, $T_{fibre}(\lambda)$ la transmission de la fibre optique. Mais ces expressions sont implicitement prises en compte lors des étalonnages.

- Etalonnage par rapport au corps noir de transfert

Le spectromètre est cette fois-ci étalonné devant le corps noir de transfert entre 600 et 900°C. La procédure de mesure est la même que pour celle réalisée devant le corps noir de laboratoire. Les courbes d'étalonnage sont présentées sur la Figure 42.

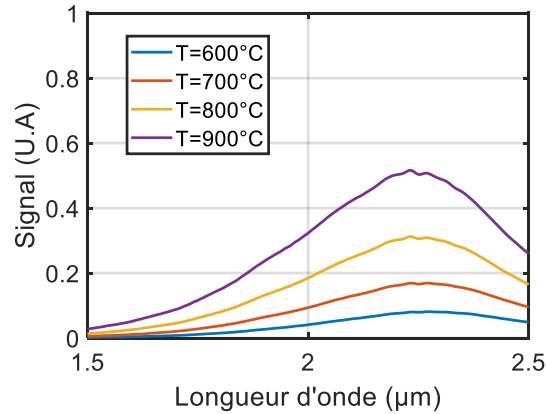


Figure 42 : Etalonnage du spectromètre NIR devant le corps noir de transfert

Les courbes obtenues sont très similaires à celles obtenues avec le corps noir de laboratoire ce qui est en accord avec le coefficient de correction entre les corps noirs primaire et secondaire quasi constant déterminé précédemment.

Par rapport au corps noir de laboratoire, le corps noir de transfert a une inertie thermique assez faible. Cela se traduit par une légère dérive de la température imposée sur celui-ci au cours d'un cycle due notamment à une dégradation de la peinture.

De plus, comme démontré dans la partie 1.2.2.c, l'erreur sur l'émissivité due à la mesure de température est particulièrement importante dans le proche infrarouge. Une interpolation de ces spectres par un modèle radiométrique est donc nécessaire pour apporter les éventuelles corrections.

b. Etalonnage thermique en moyen IR

- Etalonnage de la caméra FLIR® SC7000 dans la bande MIR BII

La caméra équipée des trois filtres définis dans la partie 1.2.2.a a été étalonnée par rapport au corps noir de laboratoire. Une valeur autour de 10000 niveaux numériques a été maintenue en ajustant le temps d'intégration pour éviter la saturation. Les courbes d'étalonnage sont présentées sur la Figure 43.

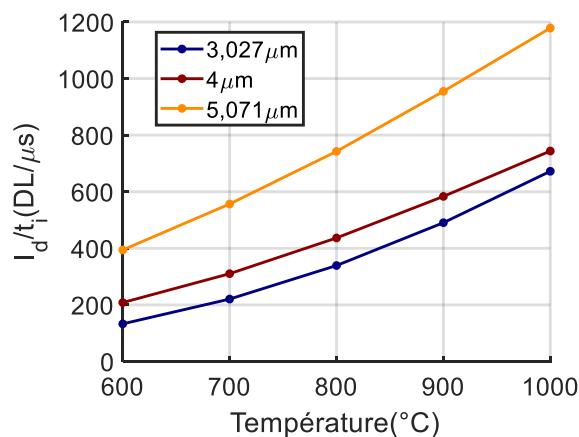


Figure 43 : Etalonnage de la caméra SC7000 équipée des filtres 3.027, 4 et 5.071 μm

La décroissance du signal avec la longueur d'onde (contraire à la loi de Planck) s'explique par les différences de bandes passantes et de transmission sur les différents filtres (Cf. partie 1.2.2.a).

- Etalonnage de la caméra FLIR SC325 (bande III)

Le temps d'intégration ($t_i=12.5$ ms) de la caméra SC325 n'est pas ajustable contrairement à la caméra SC7000. La courbe d'étalonnage pour la caméra équipée d'un filtre à $10\ \mu\text{m}$ est présentée sur la Figure 44.

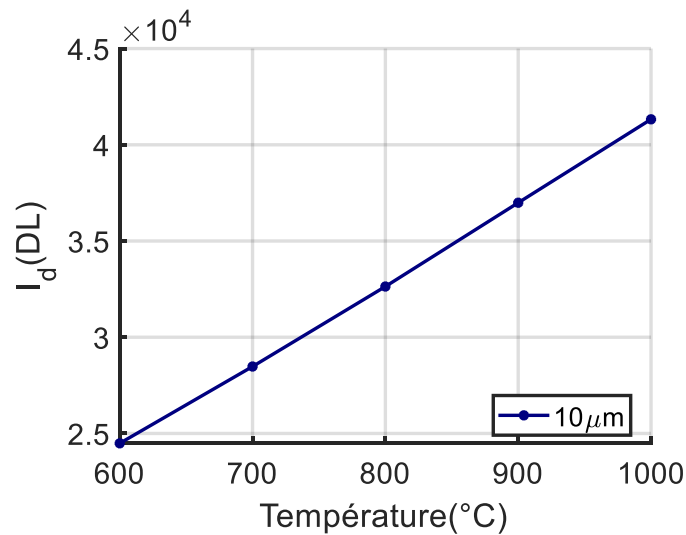


Figure 44 : Etalonnage de la caméra BIII équipée du filtre à $10\ \mu\text{m}$

Une évolution quasi-linéaire du signal en fonction de la température est observée, ce qui indique une sensibilité quasi-constante avec la température (Cf. partie 1.2.2.a). Cette évolution semble contraire à la loi de Planck mais peut être expliquée par un effet d'échelle et des effets de corrections au niveau des micro-bolomètres dans le logiciel du fabricant.

c. Incertitude sur l'émissivité

Une des principales difficultés des mesures par méthode directe est d'assurer la même température sur l'échantillon et le corps noir de référence. Il est donc nécessaire d'estimer l'incertitude sur l'émissivité mesurée engendrée par l'incertitude sur la mesure de température. Deux types d'incertitudes liées à la température sont possibles :

- une incertitude provoquée par un gradient thermique sur la zone de mesure du flux, étudié dans la partie 1.2.2.c
- une incertitude liée à la mesure de température et donc au thermocouple.

Un biais sur la température mesurée peut donc impacter la valeur des signaux mesurés. La mesure d'émissivité par méthode directe est par définition le rapport des signaux émis par l'échantillon et par un corps noir à la même température. Afin de simplifier le calcul et maximiser l'incertitude, l'écart type sur les signaux émis par l'échantillon et le corps noir sont considérés égaux tandis que le signal émis par la pastille est remplacé par le signal émis par le corps noir. L'incertitude relative avant élargissement sur l'émissivité est donc donnée par la relation suivante :

$$\frac{\sigma_{\varepsilon}}{\varepsilon} = 2 * \frac{\sigma_S}{S} \quad (27)$$

Avec : σ_{ε} l'écart type sur la mesure d'émissivité, S le signal mesuré émis par le corps noir et σ_S l'écart type sur le signal mesuré (considéré égal pour le corps noir et la pastille)

Les incertitudes sur le signal et la température sont ensuite liées via la sensibilité des détecteurs $k(T)$. Ce calcul est donc réalisé sur chaque détecteur aux longueurs d'onde présentant la plus grande sensibilité afin de maximiser l'incertitude : 2.2 μm en bande I, 5.071 μm en bande II et 10 μm en bande III. Les réponses des détecteurs en bande I et II étant non linéaires, celles-ci sont approximées par des polynômes de second ordre. La réponse du détecteur en bande III ayant une sensibilité constante est quant à elle approximée par une droite.

La sensibilité est ensuite déduite à partir des signaux bruts mesurés entre 600 et 1000°C (Figure 41, Figure 43, Figure 44). Les réponses spectrales ainsi que les sensibilités de chaque détecteur sont présentées dans le Tableau 9. Les graphiques correspondants sont présentés en Annexe 4.

Gamme détecteur	NIR BI	MIR BII	MIR BIII
Longueur d'onde (μm)	2.2	5.071	10
Réponse du détecteur (U.A)	$1.96 \cdot 10^{-6} \times T^2 - 2.2 \cdot 10^{-6} \times T + 0.63$	$0.0011 \times T^2 - 0.27 \times T - 149.2$	$42 \times T - 960$
Sensibilité (U.A.°C ⁻¹)	$k(T) = 4 \cdot 10^{-6} \times T - 0.0022$	$k(T) = 0.0022 \times T - 0.27$	$k(T) = 42$

Tableau 9 : Réponses spectrales des détecteurs

L'incertitude sur le signal peut ensuite être déduite à partir de la sensibilité et de l'incertitude de mesure du thermocouple pour des faibles variations de température :

$$\sigma_S(T) = k(T) * \sigma_T \quad (28)$$

Avec : $k(T)$ la sensibilité du détecteur, σ_S l'écart type sur le signal mesuré et σ_T l'écart type sur la température mesurée.

L'incertitude absolue sur le thermocouple définie par le constructeur a une évolution linéaire entre 333 et 1200°C et est définie selon la relation suivante[95] :

$$\sigma_T = 0.0025 * T \quad (29)$$

Cette incertitude fournie par le constructeur ne prend pas en compte les effets de l'équilibre thermique du thermocouple dans le milieu sur la mesure. Ces effets n'ont pas été pris en compte dans le calcul d'incertitude. En prenant en compte l'équation (29), l'incertitude relative sur l'émissivité peut alors s'écrire de la manière suivante :

$$\frac{\sigma_{\varepsilon}}{\varepsilon} = 2 * \frac{0.0025 * k(T) * T}{S(T)} \quad (30)$$

L'incertitude totale liée aux effets de température peut ensuite être obtenue par propagation des écarts type déduits des effets de gradient (partie 1.2.2.c) et ceux résultant de la mesure avec un coefficient d'élargissement de 2[96] :

$$\Delta\varepsilon = 2 * \sigma_t = 2 * \sqrt{\sigma_\varepsilon^2(\text{gradient}) + \sigma_\varepsilon^2(\text{mesure})} \quad (31)$$

Les incertitudes maximales calculées pour chaque bande sont récapitulées dans le Tableau 10. Les incertitudes en fonction de la température sont présentées en Annexe 4.

Gamme détecteur	NIR BI	MIR BII	MIR BIII
Longueur d'onde (µm)	2.2	5.071	10
Incertitude maximale (%)	7.4 (à 700°C)	1.3 (à 600°C)	1.5 (à 600°C)

Tableau 10 : Incertitude relative sur la mesure d'émissivité engendrée par les effets de température

Les incertitudes cumulées liées à la température sont significatives uniquement en bande I. En effet, elles n'excèdent pas 1.5% en bande II et III. L'incertitude maximale observée en Bande I est de 7.4% à 700°C avec cependant une décroissance observée avec la température et une valeur de 5% observée à 1000°C.

d. Contribution de l'environnement

Le choix de la méthode de chauffage pour le banc de mesure impose d'avoir l'échantillon positionné dans un porte-échantillon. Celui-ci absorbe une partie du flux émis par la lampe et est également chauffé par un flux de chaleur conductif issu de l'échantillon. Le porte-échantillon émet donc un flux propre qui va interférer avec le signal mesuré sur l'échantillon (Figure 45).

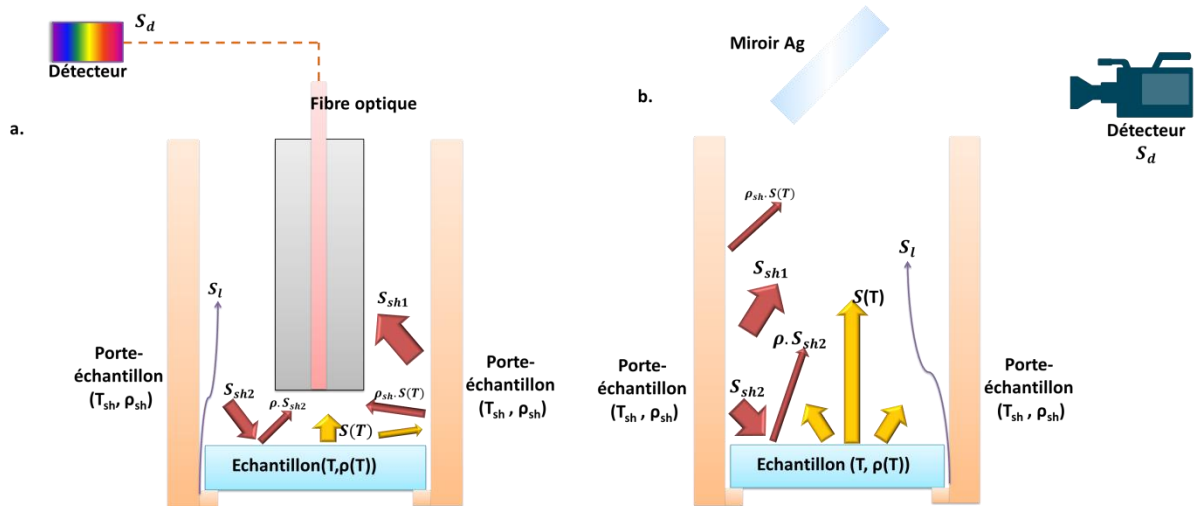


Figure 45 : Illustration des signaux parasites ; a. configuration NIR ; b. Configuration MIR

Cette émission parasite peut être dissociée en trois contributions (Figure 45) détaillées ici :

$$S_{sh} = \int_{\Omega} s. d\Omega = \underbrace{\int_{\Omega_1} s. d\Omega_1}_{S_{sh1}} + \underbrace{\int_{\Omega_2} s. d\Omega_2}_{S_{sh2}} + \underbrace{\int_{\Omega_3} s. d\Omega_3}_{S_{sh3}} \quad (32)$$

Avec S_{sh1} le signal direct émis vers le détecteur (Ω_1 l'angle solide dans lequel le détecteur voit le porte-échantillon), S_{sh2} le signal émis par le porte-échantillon et réfléchi par l'échantillon (Ω_2 l'angle solide dans lequel le détecteur voit l'échantillon) et S_{sh3} la part restante du flux émis par le porte-échantillon tel que $\Omega = \Omega_1 + \Omega_2 + \Omega_3 = 2\pi sr$.

Le signal brut mesuré par le détecteur $\tilde{S}(T)$ peut donc être détaillé en une somme de contributions que sont :

- le flux émis par l'échantillon $S(T)$
- le flux émis par l'échantillon et réfléchi par le porte-échantillon $\rho_{sh}S(T)$ (avec ρ_{sh} la réflectivité du porte-échantillon)
- le signal parasite direct émis par le porte-échantillon $S_{sh1}(T_{sh})$
- la réflexion par la surface de l'échantillon du flux émis par le porte-échantillon $\rho_\lambda(T) * S_{sh2}(T_{sh})$ (avec ρ la réflectivité de l'échantillon)
- le signal de la lampe passant à travers les interstices du porte-échantillon S_l
- le signal de fond du détecteur S_d .

Tous ces signaux parasites résumés dans l'équation 33 doivent être éliminés ou calculés afin de déterminer une valeur d'émissivité cohérente à partir du signal brut.

$$\tilde{S}(T) = S(T) + \rho_{sh}(T_{sh})S(T) + S_{sh1}(T_{sh}) + \rho(T)S_{sh2}(T_{sh}) + S_l + S_d \quad (33)$$

Cette équation globale peut être affinée selon les deux configurations de mesures du banc : la configuration proche infrarouge NIR où une fibre optique est utilisée et la configuration MIR avec une mesure caméra via un miroir de renvoi. Elle peut également être ajustée selon le type de matériaux métalliques : réfléchissant (spéculaire) ou émissif (oxydé).

La mesure du signal mesuré devant un corps noir à une température T peut s'écrire de cette manière :

$$\tilde{S}^0(T) = S^0(T) + S_d \quad (34)$$

L'équation 33 peut donc être réécrite en remplaçant le signal $S(T)$ par le produit de l'émissivité spectrale et le signal émis par le corps noir $S^0(T)$:

$$\tilde{S}(T) = \varepsilon_\lambda(T)(\tilde{S}^0(T) - S_d) + \rho_{sh}(T_{sh})\varepsilon_\lambda(T)(\tilde{S}^0(T) - S_d) + S_{sh1}(T_{sh}) + \rho(T)S_{sh2}(T_{sh}) + S_l + S_d \quad (35)$$

En utilisant la loi de Kirchhoff, l'équation 35 devient :

$$\tilde{S}(T) = \varepsilon(T)S^0(T) + (1 - \varepsilon_{sh})\varepsilon(T)S^0(T) + S_{sh1}(T_{sh}) + (1 - \varepsilon(T))S_{sh2}(T_{sh}) + S_l + S_d \quad (36)$$

L'émissivité peut ensuite être extraite à partir de l'équation 37 :

$$\varepsilon(T) = \frac{\tilde{S}(T) - S_{sh1}(T) - S_{sh2}(T) - S_l - S_d}{S^0(T) - S_{sh2}(T) + (1 - \varepsilon_{sh})S^0(T)} \quad (37)$$

Les variables $S_{sh1}(T)$, $S_{sh2}(T)$, S_l et S_d représentent l'ensemble des contributions parasites de l'environnement de mesure. Leur évaluation dépendra de la bande spectrale de mesures. ε_{sh} représente l'émissivité du porte-échantillon en stéatite. L'influence des contributions $S_{sh1}(T)$ et $S_{sh2}(T_{sh})$ peut être évaluée soit par simulation numérique soit expérimentalement.

Cependant, les conditions aux limites (distribution de température sur le porte-échantillon, gradient de température sur l'échantillon, propriétés radiatives des surfaces) doivent être parfaitement connues dans le cas d'un calcul numérique. **Une évaluation expérimentale est donc plus appropriée dans ce cas précis.**

- **Contribution de l'environnement pour la configuration NIR BI**

Deux corrections différentes ont été mises en place selon l'état de surface de l'échantillon (spéculaire ou diffusant). Dans le cas de matériaux spéculaires, les rayons se réfléchissant sur le porte-échantillon proviennent de directions quasiment rasantes, là où l'indicatrice d'émissivité est étroite et fortement variable.

En conséquence, la surface d'échange avec le porte-échantillon est plus faible que dans le cas de matériaux diffusants. La différence entre les deux corrections est la prise en compte ou non du flux émis par la pastille et réfléchi par la porte-échantillon vers la fibre optique ($(1 - \varepsilon_{sh})\varepsilon(T)S^0(T)$). **Ce flux est donc négligé dans le cas de matériaux spéculaires.**

- Cas d'un matériau spéculaire

La zone d'émission du flux déterminée précédemment correspond à une tache circulaire centrée de 1.34 mm de diamètre. Les signaux parasites issus de la lampe S_l et de l'émission directe du porte-échantillon ($S_{sh1}(T_{sh})$) peuvent donc être négligés. L'émissivité devient donc :

$$\varepsilon(T) = \frac{\tilde{S}(T) - S_{sh2}(T) - S_d}{S^0(T) - S_{sh2}(T)} = \frac{\tilde{S}(T) - S_{sh2}(T) - S_d}{\widetilde{S^0}(T) - S_{sh2}(T) - S_d} \quad (38)$$

S_d peut être facilement mesuré en plaçant un écran noir sur la tête de la fibre optique. $S_{sh2}(T)$ est plus compliqué à estimer et nécessite une méthode d'estimation spécifique. Il peut être extrait de l'équation (38) :

$$S_{sh2}(T) = \frac{(\tilde{S}(T) - S_d) - \varepsilon(T) * (\widetilde{S^0}(T) - S_d)}{1 - \varepsilon(T)} \quad (39)$$

Cette contribution du porte-échantillon peut donc être estimée avec **un matériau de référence d'émissivité connue**. Ce matériau doit être très réfléchissant afin de minimiser le flux direct émis par l'échantillon et présenter idéalement une faible variation de l'émissivité avec la température. **Le platine poli permet de remplir ces critères grâce à sa grande stabilité chimique** et donc une absence d'oxydation avec la température.

De plus, la faible variation de l'émissivité du platine avec la température dans le proche IR a été démontrée dans plusieurs travaux tels que ceux de Deemyad and Silvera [97] entre 1.8 et 3.1 μm ainsi que ceux du CEMHTI[63] dans leurs travaux sur le point χ du platine. Ces résultats sont présentés sur la Figure 46.

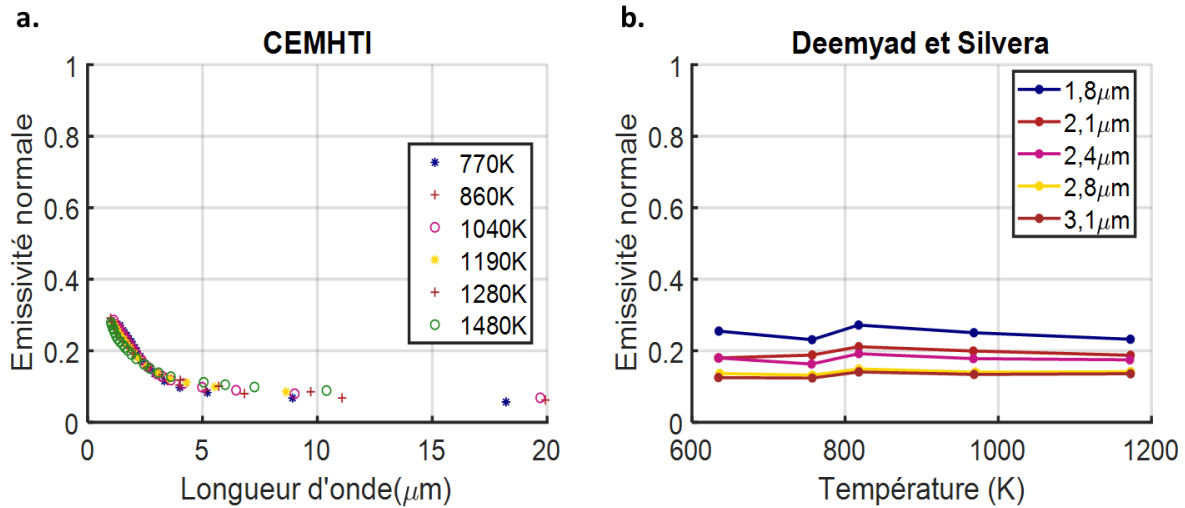


Figure 46 : Emissivité spectrale du platine à haute température ; a.[63] ; b. [97]

Des mesures d'émissivité réalisées sur le module chauffant du spectromètre Bruker® Vertex 70 entre 200 et 400°C confirment également cette tendance dans le moyen IR (Figure 47). Les mesures réalisées sur ce dispositif se font par méthode directe, la référence étant une peinture noire Pyromark® caractérisée en Annexe 3.

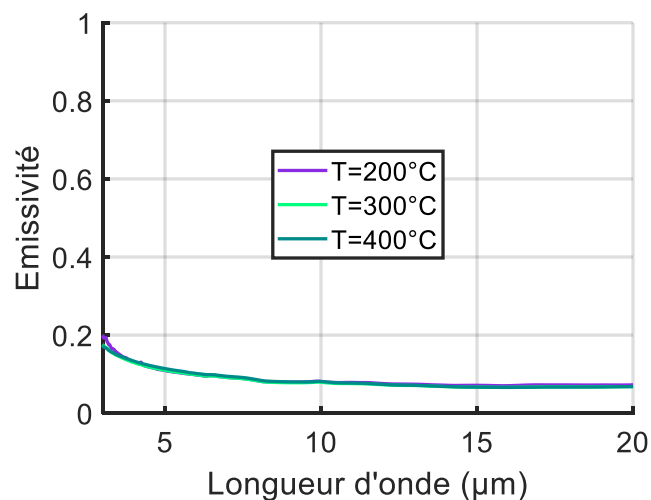


Figure 47 : Emissivité spectrale du platine mesurée sur le module chauffant du spectromètre Bruker® dans le moyen IR

La thermodépendance très faible de l'émissivité du platine entre 200 et 1200°C a donc été mise en évidence grâce aux courbes précédentes. L'hypothèse d'une émissivité quasi constante du platine $\varepsilon(T) = \varepsilon(20^\circ\text{C})$ est donc prise en compte.

Cette émissivité est donc mesurée sur un spectromètre Bruker® Vertex 70 en proche IR à température ambiante et ensuite utilisée dans l'équation 39 pour déterminer $S_{sh2}(T)$. L'évolution de cette contribution parasite en fonction de la température est présentée sur la Figure 48.

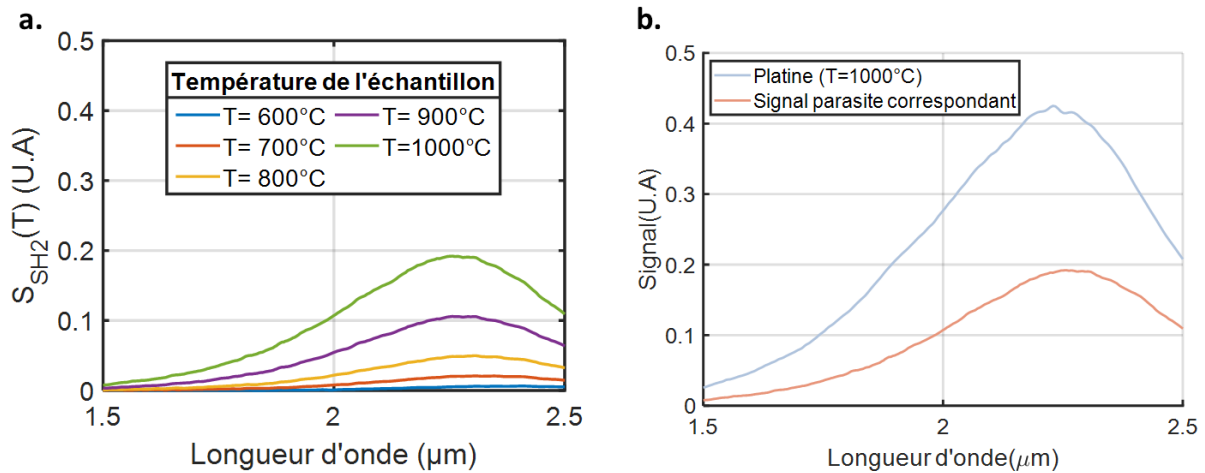


Figure 48 : a. Représentation du signal parasite dû au porte-échantillon en NIR ; b. Comparaison par rapport au signal brut mesuré sur un échantillon de platine porté à 1000°C

La valeur du signal parasite issu du porte-échantillon augmente avec la température avec un spectre ayant la même forme que celui de l'échantillon. La Figure 48 permet aussi de confirmer que cette contribution ne peut pas être négligée, particulièrement à haute température. En effet, la valeur calculée du signal parasite est proche de 50% du signal brut mesuré pour un échantillon à 1000°C.

○ Cas d'un matériau diffusant

L'émissivité est déterminée ici en prenant en compte l'ensemble des contributions (équation 37). Par rapport au cas du matériau réfléchissant, la contribution $(1 - \varepsilon_{sh})S^0(T)$ doit être connue. Le signal du porte-échantillon $S_{sh_2}(T)$ a été estimé précédemment. Il est également nécessaire d'estimer l'émissivité de la stéatite. Celle-ci a été mesurée grâce au spectromètre Bruker® vertex 70 à température ambiante. Nous supposons dans cette étude que ses propriétés varient peu avec la température. Celle-ci est représentée sur la Figure 49.

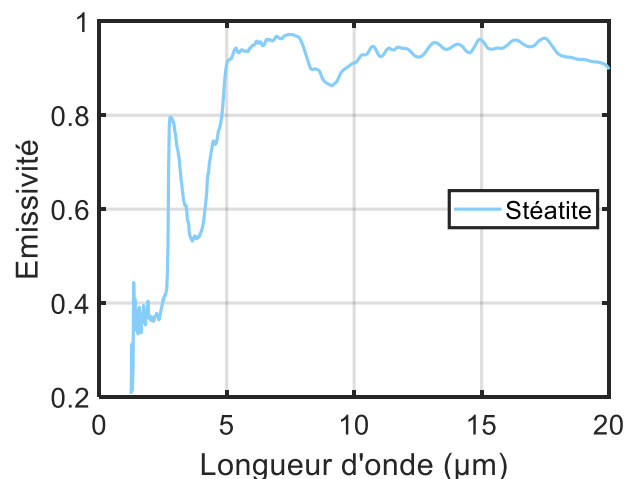


Figure 49 : Emissivité spectrale de la stéatite

Les valeurs d'émissivité de la stéatite sont comprises entre 0.35 et 0.45 dans la bande spectrale du spectromètre proche IR. Cette émissivité augmente ensuite fortement dans le moyen IR avec des valeurs atteignant 0.91 à des longueurs d'onde de 5 et 10 μm . Ces valeurs ajoutées à la surface

d'émission du manchon indiquent que le signal émis par le porte échantillon est donc prépondérant dans le moyen IR.

- **Contribution de l'environnement en MIR BII et BIII**

Dans cette configuration, aucun parasite ne peut être négligé, contrairement à la configuration en bande I où la fibre tenait le rôle d'«écran» optique. Il a donc été décidé de mettre en place un dispositif expérimental afin d'éliminer la totalité des parasites présents.

Pour ce faire, **un manchon métallique en acier inoxydable est inséré de telle sorte que les contributions de la lampe et du porte-échantillon soient supprimés** avec donc $S_{sh1} = S_l = S_{sh2} = 0$. En pratique, le manchon doit être froid afin d'éviter une émission de celui-ci. Lorsque la température est stable sur l'échantillon, le manchon est inséré et sur un court intervalle de temps, le signal mesuré devient :

$$\tilde{S}(T) = \varepsilon(T)S^0(T) + S_d \Rightarrow \varepsilon(T) = \frac{\tilde{S} - S_d}{S^0} = \frac{\tilde{S} - S_d}{\tilde{S}^0 - S_d} \quad (40)$$

Cette approche nécessite une insertion très rapide du manchon et une mesure instantanée afin d'éviter un nouveau signal parasite émis par l'échauffement du manchon. Les influences du parasite et de la correction apportée par le manchon sont illustrées sur la Figure 50.

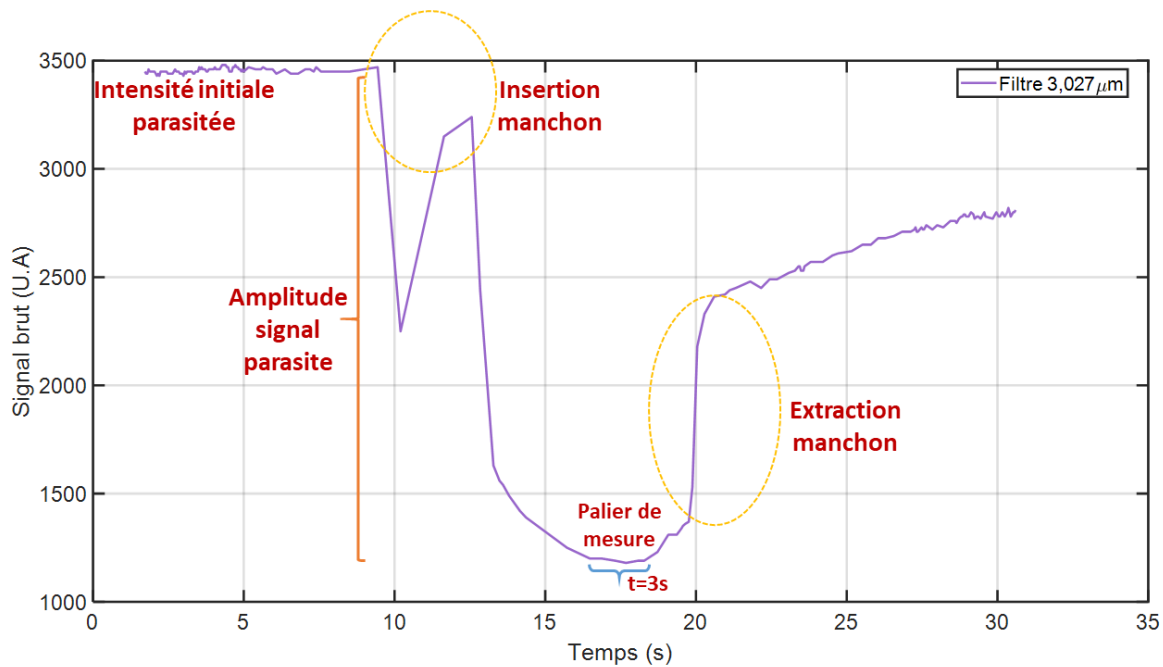


Figure 50 : Illustration de l'effet du signal parasite sur les mesures en MIR BII ; exemple pour une mesure sur un échantillon de platine porté à 1000°C

La première partie de la courbe jusqu'à un temps d'environ 10 secondes correspond à l'addition des signaux émis par l'échantillon et parasites. Une chute rapide du signal mesuré par la caméra est observée après insertion du manchon. Cette chute se déroulant sur un intervalle de 3.5 secondes correspond au temps d'insertion et de descente du manchon dans le porte-échantillon.

Le signal mesuré est ensuite quasi constant durant 3 secondes, ce qui offre une fenêtre de mesure dans laquelle le signal parasite est réduit à une valeur minimale. Un échauffement du manchon est ensuite observé, ce qui génère un nouveau signal parasite émis. Après l'enlèvement du manchon à $t=20$ s, le signal brut augmente de nouveau et tend vers sa valeur initiale.

Cette méthode permet donc de minimiser le signal parasite mais pas de le supprimer complètement. Un flux émis par l'échantillon et réfléchi par le manchon subsiste toujours et son impact sur la mesure du flux émis par l'échantillon doit donc être analysé.

- **Evaluation du signal parasite induit par le manchon pour les mesures d'émissivité en MIR BII et BIII**

Une évaluation du signal parasite induit par l'insertion du manchon en prenant en compte l'aspect directionnel est étudié dans cette partie. Les signaux reçus par la caméra seront donc explicités pour deux configurations : une configuration A sans manchon (Figure 51 a.) et une configuration B (Figure 51 b.) après insertion du manchon métallique.

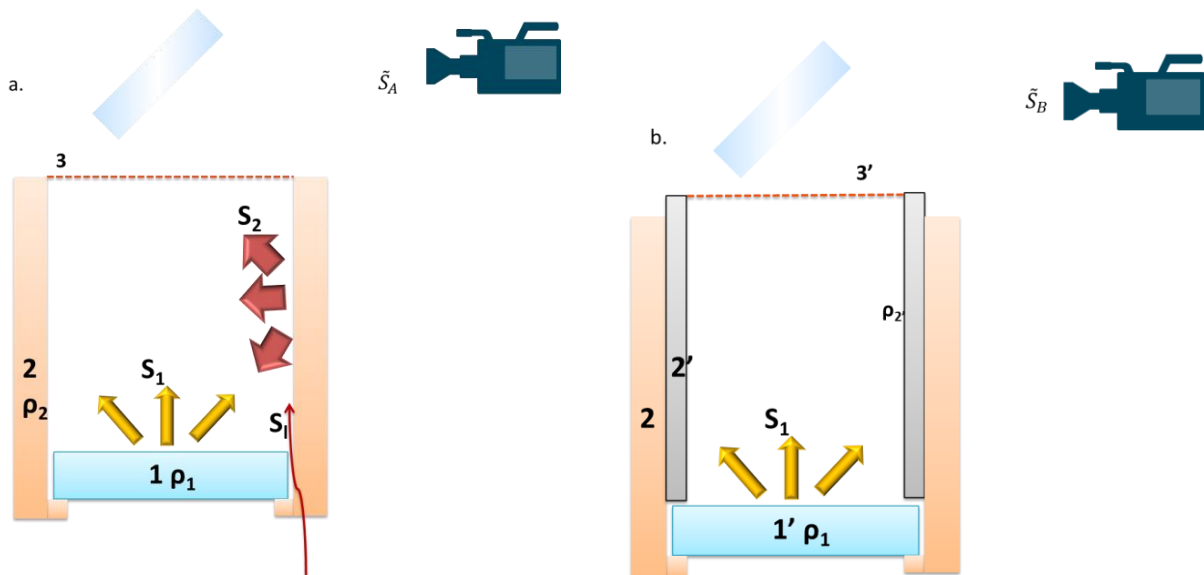


Figure 51 : Evaluation du signal parasite induit par le manchon : a. Configuration A sans manchon ; b. Configuration B après insertion du manchon

- Configuration A

En représentant l'aspect directionnel par un calcul de facteurs de forme géométriques (F_{13} , F_{23} ,...), le signal \tilde{S}_A reçu par la caméra s'écrit de la manière suivante :

$$\tilde{S}_A = F_{13} \cdot S_1 + F_{23} \cdot \rho_2 \cdot F_{12} \cdot S_1 + F_{23} \cdot \rho_2^2 \cdot F_{22} \cdot F_{12} \cdot S_1 + F_{13} \cdot \rho_1 \cdot F_{21} \cdot S_2 + F_{23} \cdot S_2 + F_{23} \cdot \rho_2^2 \cdot F_{22} \cdot S_2 + S_l \quad (41)$$

La surface 3 correspond à une surface fictive à température ambiante vue par la caméra via le miroir. La réflectivité du miroir n'a pas été représentée dans ce bilan pour alléger l'écriture car commune dans les deux configurations. Le signal S_l n'est pas associé à un facteur de forme car non associé à une surface d'émission. La réflexion de ce signal par les parois du porte-échantillon n'a pas été ici considérée. Le signal reçu par la caméra peut également être écrit de cette manière :

$$\tilde{\mathbf{S}}_A = \mathbf{F}_{13} \cdot \mathbf{S}_1 + \mathbf{S}_p \quad (42)$$

Avec $\mathbf{F}_{13} \cdot \mathbf{S}_1$ le signal direct émis par la pastille et reçu par la caméra et \mathbf{S}_p représentant la somme des signaux parasites :

$$S_p = F_{23} \cdot \rho_2 \cdot F_{12} \cdot S_1 + F_{23} \cdot \rho_2^2 \cdot F_{22} \cdot F_{12} \cdot S_1 + F_{13} \cdot \rho_1 \cdot F_{21} \cdot S_2 + F_{23} \cdot S_2 + F_{23} \cdot \rho_2^2 \cdot F_{22} \cdot S_2 + S_l \quad (43)$$

○ Configuration B

Le manchon étant considéré comme peu épais, les surfaces 1' et 3' sont proches des surfaces 1 et 3 de la configuration A. Le facteur de vue $\mathbf{F}_{1'3'}$ de la configuration B est donc quasi égal au facteur de vue \mathbf{F}_{13} de la configuration A. Le signal propre émis par le manchon \mathbf{S}_2 , est également négligeable devant le signal émis par la pastille S_1 en considérant un manchon froid réfléchissant. Le signal reçu par la caméra s'écrit donc de la manière suivante :

$$\tilde{\mathbf{S}}_B = F_{13} \cdot S_1 + F_{2'3} \cdot \rho_{2'} \cdot F_{12'} \cdot S_1 + F_{2'3} \cdot \rho_{2'}^2 \cdot F_{2'2'} \cdot F_{12'} \cdot S_1 \quad (44)$$

$\tilde{\mathbf{S}}_B$ peut également s'écrire de la manière suivante :

$$\tilde{\mathbf{S}}_B = \mathbf{F}_{13} \cdot \mathbf{S}_1 + \mathbf{S}_M \quad (45)$$

Avec \mathbf{S}_M le signal parasite induit par le manchon :

$$\begin{cases} S_M = F_{2'3} \cdot \rho_{2'} \cdot F_{12'} \cdot S_1 + F_{2'3} \cdot \rho_{2'}^2 \cdot F_{2'2'} \cdot F_{12'} \cdot S_1 \\ S_M = \tilde{\mathbf{S}}_B - F_{13} \cdot S_1 \end{cases} \quad (46)$$

En considérant les hypothèses définies précédemment, les signaux reçus par la caméra dans les deux configurations peuvent être soustraits :

$$\tilde{\mathbf{S}}_A - \tilde{\mathbf{S}}_B = S_p - S_M \quad (47)$$

D'où :

$$\mathbf{S}_p = \tilde{\mathbf{S}}_A - \tilde{\mathbf{S}}_B + \mathbf{S}_M \quad (48)$$

La soustraction directe des signaux implique une sous-estimation du signal parasite \mathbf{S}_p . Il est donc nécessaire d'évaluer l'impact du signal \mathbf{S}_M sur la mesure du signal $\tilde{\mathbf{S}}_B$.

○ Ordre de grandeur du signal S_M

Les facteurs de forme doivent tout d'abord être déterminés afin de pouvoir évaluer l'influence du signal S_M sur le signal direct émis par la pastille $F_{13} \cdot S_1$. Le facteur de forme $F_{12'}$ est calculé en considérant l'échange radiatif entre la pastille et la surface interne du manchon comme une configuration géométrique « disque vers cylindre coaxial »[98]. Les facteurs $F_{2'3}$, $F_{2'2'}$, et F_{13} sont quant à eux déduits grâce aux relations d'additivité et de réciprocité.

Facteur de forme	$F_{12'}$	$F_{2'3}$	$F_{2'2'}$	F_{13}
Valeur	0.55	0.02	0.96	0.45

Tableau 11 : Facteurs de forme calculés

Pour un manchon idéalement poli avec une réflectivité $\rho_{2'} = 0.95$ sur toute la bande spectrale considérée, le signal S_M s'écrit :

$$S_M = 0.01 * S_1 + 0.02. S_1 = 0.03. S_1 \quad (49)$$

Le signal reçu par la caméra pour la configuration B s'écrit donc :

$$\tilde{S}_B = 0.45. S_1 + 0.03. S_1 \quad (50)$$

Le signal réfléchi par le manchon S_M représente donc 6% du signal direct émis par la pastille et reçu par la caméra ($F_{13}.S_1$). En pratique, le manchon n'est cependant pas idéalement poli et les insertions successives font qu'il a une surface interne légèrement oxydée.

Des valeurs de réflectivité issues de la littérature[99] pour un acier inoxydable légèrement oxydé à une température de 530 °C sont donc utilisées pour chaque filtre équipant les caméras :

Longueur d'onde (μm)	3.027	4	5.071	10
$\rho_{2'}$	0.65	0.7	0.72	0.78

Tableau 12 : Réflectivité spectrale de l'acier inoxydable légèrement oxydé[99]

Les expressions du signal déduites pour chaque longueur d'onde sont exprimées dans le Tableau 13.

λ (μm)	3.027	4	5.071	10
\tilde{S}_B (NN)	$0,45. S_1 + 0,01. S_1$	$0,45. S_1 + 0,01. S_1$	$0,45. S_1 + 0,02. S_1$	$0,45. S_1 + 0,02. S_1$
S_M	$\simeq 2\%$ de $F_{13}.S_1$	$\simeq 2\%$ de $F_{13}.S_1$	$\simeq 3\%$ de $F_{13}.S_1$	$\simeq 3\%$ de $F_{13}.S_1$

Tableau 13 : Ordre de grandeur du signal S_M par rapport au signal $F_{13}.S_1$

Le signal S_M ne représente donc que 2 à 3% du signal direct émis par la pastille et reçu par la caméra. **L'impact du manchon sur la mesure du signal de la pastille reste donc faible.** L'émissivité mesurée sera néanmoins légèrement sous-estimée.

2.2. Validation du banc BMEIR

2.2.1. Présentation des échantillons et dispositif expérimental

a. Caractéristiques de l'échantillon

Deux échantillons de platine sont utilisés dans cette étude :

- l'échantillon A est utilisé pour calculer la contribution de l'environnement
- l'échantillon B est utilisé pour la validation du banc de mesure.

Les deux échantillons présentent une pureté de 99.95% et proviennent du même lot. L'échantillon A est poli avec un feutre de 2 μm pour augmenter sa réflexion et donc avoir un meilleur calcul de la contribution de l'environnement (Cf. Equation (39)).

Des mesures d'émissivité spectrale dans le proche IR sur le spectromètre Bruker® Vertex 70 et sa sphère intégrante (Figure 53) sur l'échantillon A après polissage sont présentées sur la Figure 52. Elles sont comparées à l'échantillon brut B ainsi qu'au calcul théorique utilisant les indices optiques pour du platine poli.

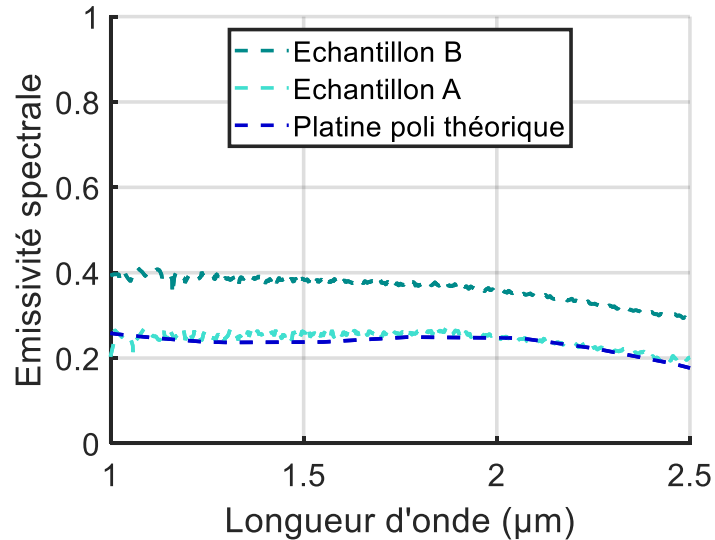


Figure 52 : Emissivité spectrale des échantillons de platine brut (B) et poli (A) à température ambiante; comparaison avec la valeur théorique calculée avec les indices optiques [82]

Les valeurs d'émissivité spectrale mesurées sur l'échantillon A sont très proches de celles calculées théoriquement avec les indices optiques. Le polissage peut donc être considéré comme suffisamment fin pour calculer le signal parasite du porte-échantillon dans la configuration proche IR. L'évolution de l'émissivité spectrale est la même dans les trois cas avec une décroissance observée après 2 µm.



Figure 53 : a. Spectromètre IRTF Bruker® Vertex 70 ; b. Sphère intégrante

Les rugosités de surface ont également été mesurées sur chaque échantillon et présentées dans le Tableau 14. Les paramètres Sa et Sq, fournissant une indication de la planéité de la surface, sont présentés, ainsi que les classiques Ra et Rq.

	Dimensions			Ondulation & Rugosité		Rugosité	
	Diamètre (mm)	Epaisseur (mm)	Nombre de Biot à 1000°C	Sa (µm)	Sq (µm)	Ra (µm) Filtre .8mm	Rq (µm) Filtre .8mm
Echantillon A	10	1.5	$1.2 \cdot 10^{-6}$	1.09	1.38	0.253	0.412
Echantillon B	10	2.5	$2 \cdot 10^{-6}$	2,10	3.03	1.08	1.41

Tableau 14 : Caractéristiques des échantillons de Platine de l'étude

Le nombre de Biot³ calculé (pour un coefficient d'échange $h=113 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) est très faible dans les deux cas, ce qui confirme une absence de gradient thermique dans l'épaisseur sur les échantillons. Une forte diminution des paramètres de rugosité est également observée après polissage qui explique la différence d'émissivité entre les deux échantillons sur la Figure 52.

Le rapport des rugosités de surface sur les longueurs d'onde correspondant aux détecteurs sont inférieures à 1 et induit donc un comportement plutôt spéculaire[100]. Les topographies présentées sur la Figure 54 confirment quant à elles la nécessité de privilégier les paramètres Sa et Sq.

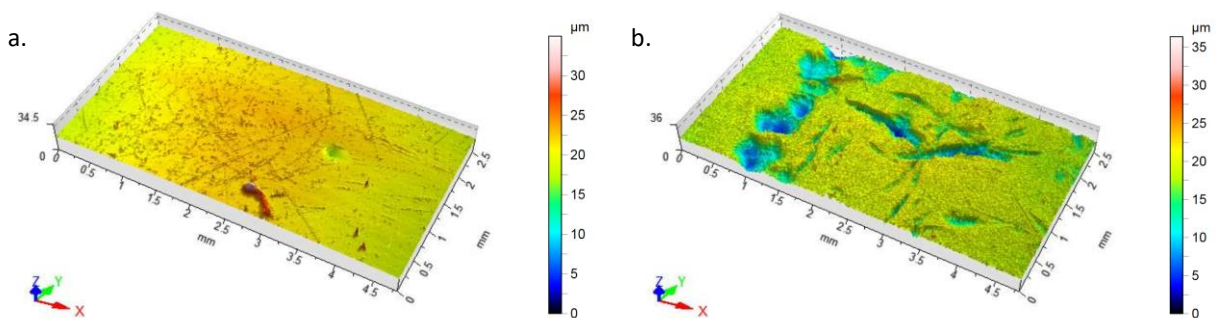


Figure 54 : Topographie des échantillons A (a.) et B (b.)

b. Dispositif expérimental

La mesure d'émissivité se fait en trois phases : en proche IR avec le spectromètre NeoSpectra® décrit dans la partie 1.2.2.a, en bande II MIR avec une caméra FLIR® SC7000 équipée des filtres décrits dans la même partie et en bande III MIR avec une caméra SC325 équipée d'un filtre 10 µm. La température des échantillons de platine se mesure par un thermocouple de type K de diamètre 0.3 mm soudé en surface et également utilisé pour la régulation.

Pour les mesures en proche IR, la position de la fibre optique est fixée et maintenue par un porte-fibre développé pour assurer une répétabilité des mesures. Pour les mesures en proche IR, la fibre optique est placée à 2.5 mm de la surface de l'échantillon. Un miroir revêtu argent avec une réflexion

³ Le nombre de Biot est un nombre sans dimension défini par $Bi = \frac{h.L}{k}$ avec h le coefficient d'échange global, k la conductivité thermique du matériau et L la longueur caractéristique ; Si $Bi \ll 1$ le corps est thermiquement mince.

de 0.95 selon le constructeur dans la gamme spectrale [$1 \mu\text{m} - 14 \mu\text{m}$] est utilisé pour les mesures en MIR. Cette valeur de réflexion a été vérifiée expérimentalement sur le spectromètre Bruker® Vertex 70.

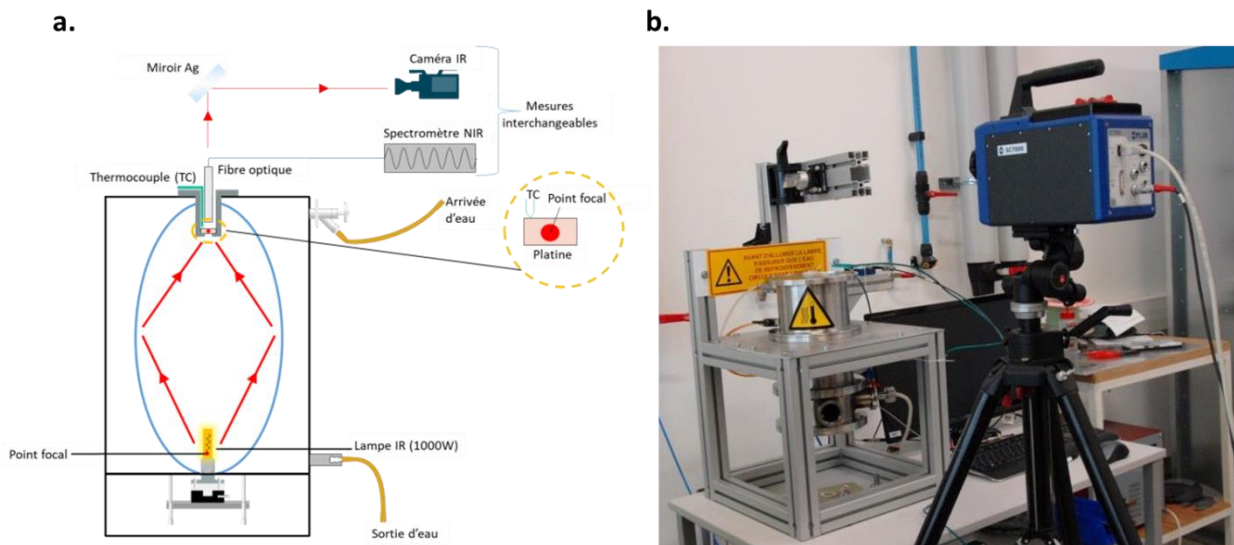


Figure 55 : a. Représentation schématique complète du dispositif de mesure, b. Photographie de la configuration MIR BII

2.2.2. Mesures d'émissivité spectrale

a. Mesures dans la bande NIR BI

L'émissivité spectrale du platine brut (Echantillon B) dans le proche IR est présentée sur la Figure 56. La faible dépendance de celle-ci avec la température est observée, ce qui est en accord avec les travaux sur le platine cités précédemment.

L'émissivité spectrale suit deux tendances : une valeur quasi-constante jusqu'à $1.8 \mu\text{m}$ puis une décroissance régulière au-delà. Les spectres obtenus sont comparés à une mesure réalisée à 25°C sur le spectromètre Bruker® Vertex 70 avec une sphère intégrante et un détecteur InGaAs.

Mis à part les mesures réalisées à 600°C , l'écart observé entre les deux mesures reste très bas dans cette gamme spectrale. La décroissance de l'écart avec la température est expliquée par un rapport signal sur bruit plus favorable à haute température.

Comme pour l'émissivité spectrale, cet écart suit deux tendances : une valeur quasi-constante inférieure à 2% jusqu'à $2 \mu\text{m}$ puis une augmentation régulière au-delà expliquée par la baisse d'efficacité du détecteur. L'écart maximal est d'ailleurs observé à $\lambda=2.5 \mu\text{m}$ qui correspond à la longueur d'onde de coupure du spectromètre.

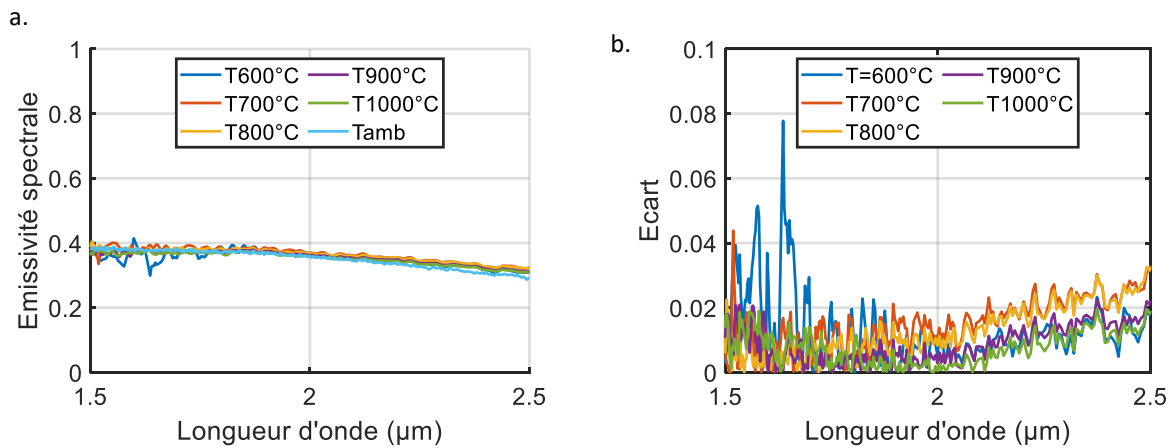


Figure 56 : a. Emissivité spectrale en fonction de la température en NIR (Echantillon B), b. Ecart par rapport à la mesure de référence (à température ambiante)

b. Mesures en MIR

Les valeurs d'émissivité mesurées en MIR BII et BIII sont présentées dans le Tableau 15. Contrairement aux mesures en proche IR, elles sont réalisées à des longueurs d'ondes discrètes correspondant aux filtres. Une faible dépendance en température est observée comme dans le proche IR.

Ces valeurs ont été comparées à des valeurs mesurées à 400°C sur le module chauffant du spectromètre Bruker® Vertex 70. Ce module permet de réaliser des mesures par méthode directe et équipé d'un détecteur DLATGS bien adapté aux mesures en MIR.

Ce module n'a pas été utilisé pour la comparaison en BI dû à un rapport signal sur bruit très défavorable pour ce dispositif, dans cette bande spectrale et pour ces températures. Cette mesure de référence a donc été faite à 400°C pour maximiser le signal mesuré.

Les émissivités mesurées dans la bande II MIR sont très proches de la valeur de référence à l'exception de la mesure à 5.071 μm entre 700 et 1000°C où un léger décalage est observé. Cependant, les faibles valeurs d'émissivité mesurées à cette longueur d'onde entraînent automatiquement une erreur non négligeable.

Les mesures réalisées en bande III MIR montrent le plus grand écart. Cela s'explique par une émissivité très faible à cette longueur d'onde couplée à une influence beaucoup plus importante de l'environnement sur la mesure dans cette bande.

	Longueur d'onde (μm)				
	3.027	4	5.071	10	
Température ($^{\circ}\text{C}$)	Emissivité spectrale				Méthode
400	0.17	0.13	0.11	0.08	Spectrométrie IRTF
600	0.16	0.14	0.10	0.12	<i>Banc BMEIR</i>
700	0.19	0.13	0.06	0.13	
800	0.18	0.14	0.07	0.16	
900	0.16	0.12	0.06	0.13	
1000	0.16	0.13	0.07	0.12	

Tableau 15 : Emissivités spectrales mesurées en MIR BII et BIII

Ces valeurs ajoutées aux valeurs mesurées en proche IR sont illustrées sur la Figure 57.

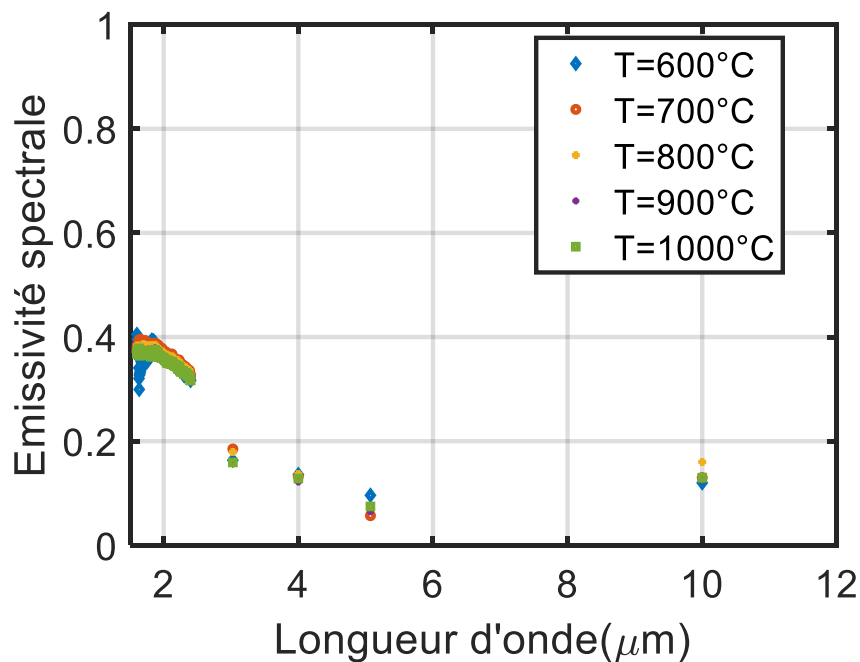


Figure 57 : Emissivités spectrales du platine brut mesurées dans les trois bandes

L'allure générale de ce spectre est typique d'un matériau métallique [20] avec une décroissance régulière de l'émissivité avec la longueur d'onde jusqu'à 5 μm . La valeur à 10 μm est surestimée mais il sera démontré dans la partie suivante que cette erreur n'est pas critique pour le calcul d'une émissivité totale.

2.2.3. Calcul d'une émissivité intégrée

a. Calcul de l'émissivité intégrée

Le calcul de l'émissivité intégrée est approximé à partir de mesures discontinues suivant la méthode d'interpolation définie dans la partie 1.2.2.b. Cette émissivité interpolée est ensuite intégrée suivant la relation suivante :

$$\varepsilon(T) = \frac{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} \varepsilon_{\lambda}(T) * L^0(\lambda, T) * d\lambda}{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} L^0(\lambda, T) * d\lambda} \quad (51)$$

La luminance du corps noir ainsi que le produit de celle-ci et de l'émissivité interpolée sont présentées sur la Figure 58. Les courbes ont des formes assez similaires et présentent la même évolution en température. La valeur de luminance à 10 μm est très basse par rapport aux valeurs observées en NIR BI et en MIR BII, ce qui confirme le peu d'impact de l'erreur de mesure en ce point sur la valeur totale.

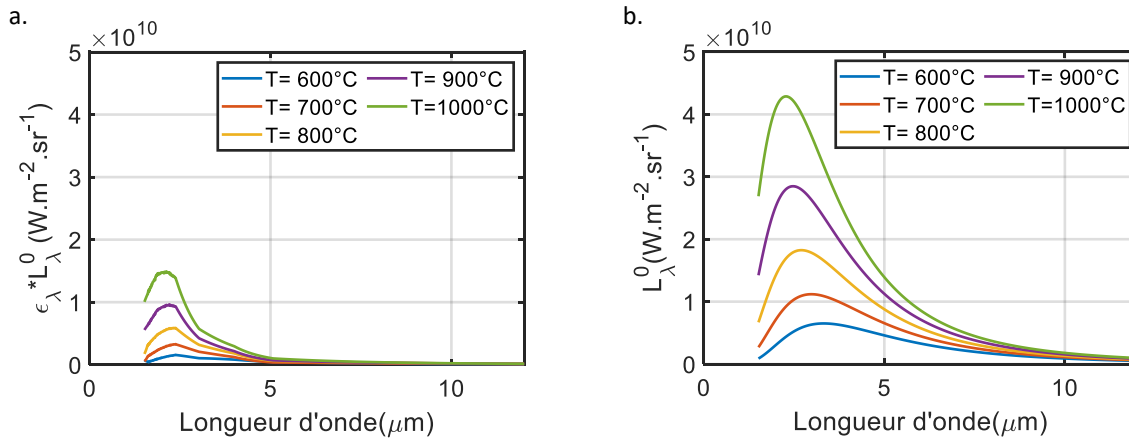


Figure 58 : a. Produit de l'émissivité interpolée et de la luminance corps noir ; b. Luminance du corps noir

Ces valeurs sont intégrées entre 1.3 et 11 μm pour déterminer une émissivité totale normale. Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau 16. Une augmentation avec la température typique des matériaux métalliques est observée. De plus, ces valeurs montrent une bonne correspondance avec les émissivités extrapolées calculées au spectromètre Bruker® Vertex 70.

Cette extrapolation est réalisée en intégrant l'émissivité spectrale mesurée à 400°C mais à différentes températures dans la loi de Planck. Cette extrapolation est valable dans ce cas car **le platine ne s'oxyde pas avec la température.**

Température (°C)	600	700	800	900	1000
Emissivité intégrée (BMEIR)	0.13	0.14	0.16	0.17	0.19
Emissivité intégrée extrapolée (spectromètre BRUKER®)	0.15	0.16	0.18	0.19	0.20

Tableau 16 : Emissivité intégrée calculée sur BMEIR et comparaison avec les valeurs extrapolées sur le spectromètre Bruker® Vertex 70 (échantillon B)

b. Comparaison avec les valeurs de littérature

Les mesures d'émissivité intégrée sur du platine non poli à haute température restent relativement rares dans la littérature. Les valeurs calculées dans la partie précédente sont confrontées à quelques mesures identifiées mais avec des échantillons présentant des rugosités de surface différentes. Cette comparaison est présentée sur la Figure 59.

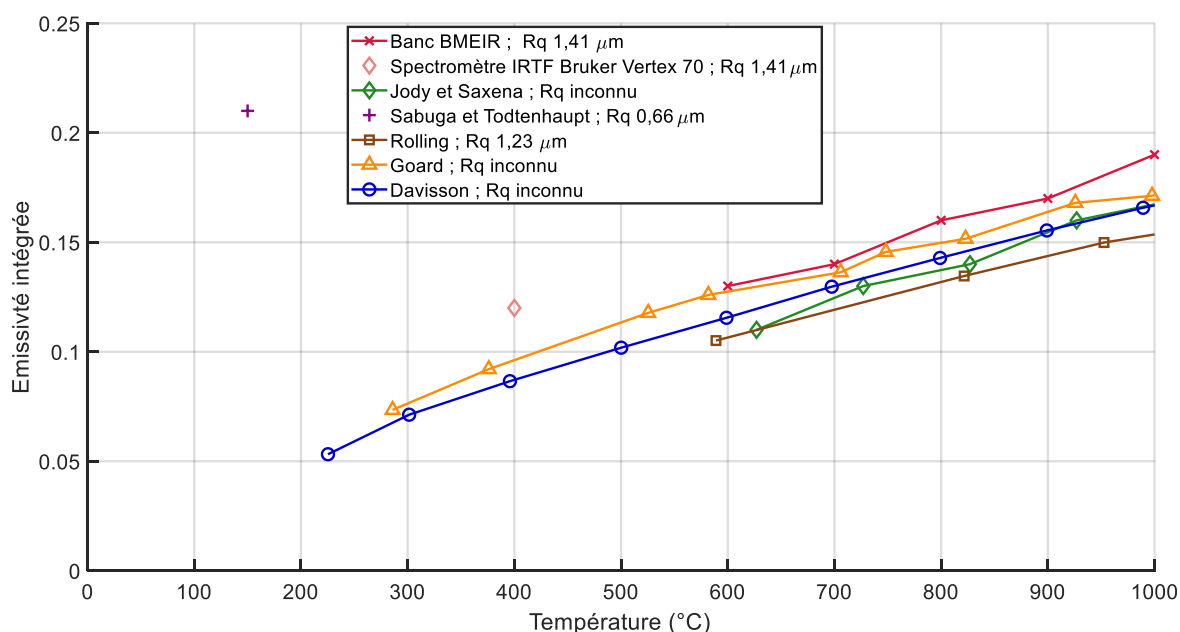


Figure 59 : Comparaison des émissivités intégrées avec des valeurs issues de la littérature [101][102][103][104][105]

Les valeurs issues de la littérature sont proches et présentent une évolution similaire avec la température par rapport aux valeurs calculées sur le banc BMEIR. Les différences observées avec la mesure issue de Sabuga [102] peuvent être expliquées par une différence de rugosité de surface ainsi qu'une méthode de mesure différente.

2.3. Conclusion partielle

Afin de disposer d'une référence propre au banc, un **corps noir de transfert** de type cavité cylindrique a été développé. Cette cavité a été revêtue d'une peinture haute température caractérisée. Une qualification de ce corps noir de transfert a ensuite été faite par rapport à un corps noir de laboratoire. Un coefficient de correction quasi-constant avec la longueur d'onde dans le proche IR en a été déduit. Les trois capteurs ont ensuite été étalonnés devant un corps noir de laboratoire R1500T.

L'obstacle majeur pour la mesure d'émissivité a été la dissociation des signaux émis par la pastille et des **signaux parasites environnants**. La prise en compte de cette contribution a donc été particulièrement détaillée avec des méthodes spécifiques mises en place pour chaque bande de mesures.

Un matériau de référence a ensuite été choisi pour valider le banc et la méthode de mesure. Le choix s'est porté vers le *platine* qui est à la fois très stable chimiquement, ne s'oxyde pas et présente également une faible variation de l'émissivité avec la température dans le proche IR.

Les mesures réalisées dans le proche IR ont confirmé la faible thermodépendance de l'émissivité dans le proche IR pour le platine. Ces mesures ont ensuite été confrontées à des valeurs de référence mesurées sur un spectromètre commercial avec des valeurs très proches obtenues sur les deux moyens de mesure.

Les mesures dans la bande II MIR sont également assez proches des valeurs de référence. Les mesures en bande III MIR ont montré un plus grand écart s'expliquant par une forte diminution du rapport signal sur bruit à ces longueurs d'onde. Cette erreur a néanmoins eu un impact assez faible sur le calcul d'émissivité intégrée dans la gamme thermique de cette étude.

Les émissivités spectrales mesurées ont ensuite été intégrées pour obtenir des émissivités intégrées en fonction de la température. Les valeurs calculées sont relativement proches de celles observées dans la littérature malgré des différences de rugosité de surface.

Le banc de mesure d'émissivité et la méthodologie associée ont donc été validés à la fois pour les mesures spectrales en proche IR, en bande II MIR mais aussi pour le calcul d'une émissivité intégrée.

Ces mesures ont été réalisées sur le platine qui est un matériau très réfléchissant et très peu favorable pour des mesures d'émissivité. **Le banc peut donc être considéré validé sur un cas limite en termes de signal.** En effet, les matériaux usuels utilisés dans les procédés de formage à chaud présentent en général des émissivités plus élevées et ont donc des rapports signaux sur bruit beaucoup plus favorables.

Des mesures d'émissivité peuvent donc maintenant être réalisées sur d'autres matériaux métalliques. Une campagne d'essais sur les alliages TA6V et Inconel 625 a donc été réalisée dans ce sens et détaillée dans le chapitre 3.

3. Mesure de l'émissivité spectrale à chaud du TA6V et de l'Inconel 625

3.	Mesure de l'émissivité spectrale à chaud du TA6V et de l'Inconel 625	72
3.1.	Mesure de l'émissivité spectrale à chaud de l'alliage TA6V à haute température	73
3.1.1.	Etat de l'art sur l'émissivité à chaud du TA6V et détermination d'un plan d'essais	73
a.	Généralités sur l'alliage TA6V.....	73
b.	Composition chimique et rugosité de l'alliage TA6V.....	75
c.	Données sur l'émissivité du TA6V dans la littérature	75
d.	Détermination d'un plan d'essais.....	81
e.	Etalonnage du système pour des mesures temporelles	82
3.1.2.	Diagnostics ex-situ des pastilles de TA6V après chauffage	83
3.1.3.	Mesure de l'émissivité spectrale du TA6V à haute température.....	88
a.	Mesures dans la bande NIR BI	88
b.	Mesures dans le MIR	93
3.1.4.	Calcul de l'émissivité intégrée	98
3.1.5.	Lien entre l'émissivité et l'épaisseur de couche d'oxyde pour l'alliage TA6V.....	101
3.2.	Mesure de l'émissivité spectrale de l'Inconel 625 à haute température	102
3.2.1.	Etat de l'art sur l'émissivité à chaud de l'Inconel 625	102
a.	Généralités sur l'alliage Inconel 625	102
b.	Composition chimique et rugosité de l'alliage Inconel 625	103
c.	Données sur l'émissivité de l'Inconel 625 dans la littérature	103
d.	Détermination d'un plan d'essais.....	104
3.2.2.	Mesure de l'émissivité spectrale de l'Inconel 625 à haute température.....	105
a.	Mesures dans le proche IR	105
b.	Mesures dans le moyen infrarouge.....	108
3.2.3.	Calcul d'une émissivité intégrée.....	111
3.3.	Conclusion partielle	113

Dans cette partie, le banc de mesure d'émissivité dimensionné et validé dans la première partie est appliqué à deux matériaux utilisés dans l'aéronautique : le TA6V et l'Inconel 625. Contrairement au platine, **ces deux alliages s'oxydent à haute température et présentent donc une thermodépendance importante de l'émissivité**, ce qui justifie la mesure *in situ* développée dans ce chapitre. Le cycle thermique imposé (rampe, temps de palier) dont dépend fortement la couche d'oxyde est également pris en compte lors de la détermination du plan d'essais.

Les mesures d'émissivité à haute température du TA6V dans la littérature sont plutôt rares et quasi inexistantes pour l'Inconel 625. Ces mesures d'émissivité ont donc un intérêt évident pour les applications de mise en forme de ces matériaux à haute température.

Ce chapitre débutera par la partie 3.1 centrée sur la mesure d'émissivité de l'alliage TA6V. Une analyse des couches d'oxyde après chauffage est d'abord réalisée. L'analyse des mesures d'émissivité spectrale dans les trois bandes ainsi que les émissivités intégrées calculées sont ensuite détaillées. Ces valeurs d'émissivité sont ensuite confrontées à des valeurs issues de la littérature ainsi qu'à des mesures réalisées post-mortem sur le spectromètre Bruker® vertex 70 présenté dans le chapitre 2. Elles sont ensuite mises en perspective avec les épaisseurs de couches d'oxyde correspondantes.

Dans la partie 3.2, les mesures d'émissivité spectrale de l'Inconel 625 dans les trois bandes sont analysées et comparées à des valeurs post-mortem obtenues sur le spectromètre IRTF. Les valeurs d'émissivité intégrées calculées sont comme pour le TA6V comparées à des valeurs issues de la littérature ainsi qu'à celles mesurées à froid.

3.1.Mesure de l'émissivité spectrale à chaud de l'alliage TA6V à haute température

3.1.1. Etat de l'art sur l'émissivité à chaud du TA6V et détermination d'un plan d'essais

a. Généralités sur l'alliage TA6V

L'alliage Ti_6Al_4V communément appelé TA6V est un alliage de titane généralement bi-phasé présentant deux variétés allotropiques dénotées phase α et phase β [106]. Les éléments d'addition principaux de cet alliage sont l'aluminium présent dans une proportion d'environ 6% ainsi que le vanadium présent, quant à lui, dans une proportion d'environ 4%. L'aluminium permet d'augmenter fortement la dureté de la phase α tout en diminuant la densité de l'alliage.

Le Vanadium permet la stabilisation de la phase β ainsi qu'une augmentation de la ductilité à chaud de l'alliage. D'autres éléments comme l'hydrogène, le fer, le carbone, l'oxygène, l'azote peuvent également être présents mais dans des proportions beaucoup plus faibles.

La faible densité de cet alliage (4.42 à température ambiante), sa bonne résistance à la corrosion, ses excellentes propriétés mécaniques ainsi que sa bonne formabilité font de celui-ci un matériau très intéressant pour les applications aéronautiques et spatiales. Il est utilisé notamment dans l'élaboration des turboréacteurs, rotors, pales d'hélicoptère...

La biocompatibilité du titane permet également des applications médicales avec la fabrication de prothèses, vis, implants... Toutes ces applications font du TA6V l'alliage de titane le plus utilisé au monde et représentant près de 50% de la consommation mondiale d'éponge de titane [106].

L'alliage TA6V peut être mis en forme par de nombreux procédés tels que la fonderie [107], le forgeage [108], le formage à chaud [109] ou encore le formage superplastique [110]. De plus, il se prête particulièrement bien au soudage laser [111] mais présente une mauvaise usinabilité [112].

Le titane pur présente une bonne solubilité à l'oxygène ce qui entraîne la formation immédiate d'une fine couche de TiO_2 d'une épaisseur de 4 à 5 nm [113], qui reste inchangée jusqu'à une température de 600°C environ [114], [115]. Cette couche empêche la diffusion de l'oxygène et donc le développement d'une couche d'oxyde à basse température (<400°C). Au-dessus de 600°C, la diffusion de l'oxygène est rendue possible dans cette couche et permet l'apparition d'une couche d'alumine en surface [116].

Les travaux de Dong [117] sur l'oxydation du TA6V entre 850 et 1100°C montrent une couche d'oxyde majoritairement constituée de TiO_2 et d' Al_2O_3 , ainsi que de $TiVO_4$ dans une proportion moindre. La proportion d' Al_2O_3 augmente avec la température, il en résulte le développement d'une couche d'oxyde dépendant de la température, du temps de chauffage et de la composition chimique.

En augmentant encore le temps de chauffage et/ou la température atteinte, l'oxyde prend la forme d'un empilement de couche de TiO_2/Al_2O_3 [118]. Cette formation successive de couches d'oxyde est possible grâce à une diffusion des éléments Ti et Al vers la surface au travers de la couche d'oxyde. Le nombre de couches d'alumine dépend du temps de chauffage et de la température.

Les travaux de Du [119] ont notamment montré une augmentation du nombre de couches d'alumine en fonction de la température et du temps de chauffage entre 650 et 750°C. La phénoménologie de l'oxydation peut être décrite selon le schéma présenté en Figure 60.

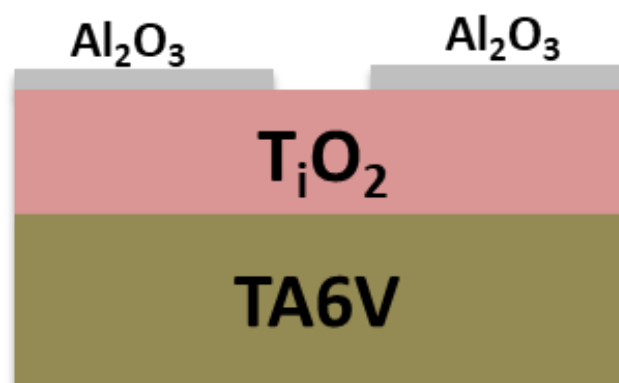


Figure 60 : Composition de l'oxyde TA6V

Du point de vue des propriétés optiques, ces oxydes développent une teinte blanchâtre, donc une émissivité faible dans le visible, avec de plus des propriétés de semi-transparence qui complexifient l'étude.

b. Composition chimique et rugosité de l'alliage TA6V

La composition chimique de l'alliage TA6V caractérisé dans cette étude est présentée dans le Tableau 17. Cet alliage est livré sous forme de tôles de 1.5 mm d'épaisseur conçues pour des applications de formage superplastique. La proportion des différents éléments d'ajout correspond bien aux valeurs définies dans la partie a.

Elément	Al	V	C	Fe	O	N	Y	Ti
Part(%)	6.47	3.94	0.015	0.18	0.16	0.001	<0.001	Le reste

Tableau 17 : Composition chimique de l'alliage TA6V

Les rugosités de surface ont également été mesurées et sont présentées dans le Tableau 18.

Ondulation & Rugosité		Rugosité	
Sa (μm)	Sq (μm)	Ra (μm) Filtre 0.8mm	Rq (μm) Filtre 0.8mm
0.485	0.641	0.5422	0.6922

Tableau 18 : Paramètres de rugosité de l'alliage TA6V

Les valeurs de Ra et Rq mesurées sont faibles et deux fois inférieures à celles mesurées pour le platine non poli dans le chapitre 2.

c. Données sur l'émissivité du TA6V dans la littérature

Les mesures d'émissivités directionnelles spectrales ou totales du TA6V à haute température sont relativement rares dans la littérature. Les mesures sont en général réalisées sous vide ou sous argon mais il existe cependant quelques mesures sous air. Une importante dispersion des valeurs d'émissivité selon la source est observée, ce qui peut être expliqué par les différences de composition chimique, de conditions expérimentales et de rugosités de surface.

Ces divergences ont été mises en évidence par les travaux de Shur et Peletskii sur l'émissivité des alliages de titane [120]. L'influence de la proportion en aluminium ainsi que celle du traitement thermique appliqué ont été étudiées et ont montré des différences d'émissivité non négligeables selon le cas étudié (jusqu'à 10% pour des proportions d'aluminium de 3.95 et 4.16%).

• Emissivité spectrale directionnelle

L'émissivité normale spectrale du TA6V a été mesurée sous vide entre 237 et 877°C dans les travaux de González-Fernández et al [121]. Le dispositif utilisé [52] décrit dans le chapitre 1 permet des mesures dans une gamme spectrale comprise entre 2.5 et 22 μm . Ces travaux ont mis en évidence une croissance quasi-linéaire de l'émissivité normale spectrale quelle que soit la longueur d'onde dans la gamme thermique considérée.

De plus, des essais de cyclage thermique sous vide sur le même échantillon ont montré des différences significatives d'émissivité entre le premier et le deuxième cycle et ce sans signe d'oxydation en surface.

Les auteurs expliquent ces différences par le relâchement des contraintes de surface générées lors de la fabrication bien que d'autres pistes puissent être avancées comme notamment l'évaporation de certains éléments d'alliage comme évoqué dans le chapitre 1. En l'absence d'explication physico-chimique claire sur ces aspects, il est tout de même possible de conclure que « **L'histoire thermique** » du matériau a un impact non négligeable sur les propriétés optiques et donc sur la mesure d'émissivité.

Li et al. [122] ont quant à eux étudié l'impact de l'oxydation sur l'émissivité normale spectrale du TA6V dans le proche infrarouge entre 1.5 et 2.2 μm et pour une gamme thermique comprise entre 550 et 700°C. Avant oxydation, une croissance quasi-linéaire de l'émissivité sur la gamme thermique est également observée. Une augmentation régulière de l'émissivité en fonction du temps d'oxydation est observée pour des températures inférieures ou égales à 600°C.

Des oscillations importantes de l'émissivité en fonction du temps d'oxydation sont, quant à elles, observées à des températures de 650 et 700°C. Ce phénomène s'explique par la semi transparence de la couche d'oxyde du TA6V provoquant un effet d'interférences important à ces températures.

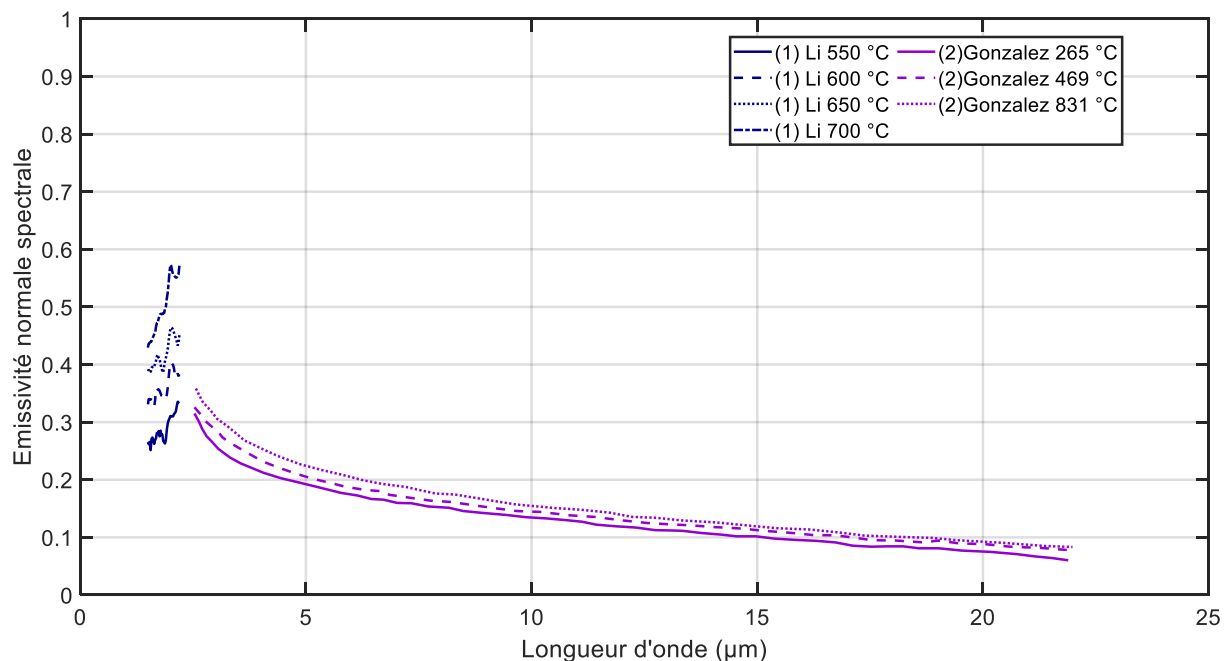


Figure 61 : Emissivité normale spectrale du TA6V selon : (1)[122], (2)[121]

Zhu et al. [123] ont également étudié l'effet de l'oxydation sur l'émissivité spectrale normale pour une longueur d'onde de 1.5 μm et une gamme thermique comprise entre 527 et 827°C. Comme pour les travaux de Li [122], des oscillations de l'émissivité en fonction du temps d'oxydation sont observées. Celles-ci sont particulièrement marquées pour des températures inférieures à 727°C et présentes dans une moindre mesure à des températures supérieures.

Ces oscillations se déroulent durant les 20 premières minutes d'oxydation pour toutes les températures étudiées. Une croissance régulière de l'émissivité en fonction du temps d'oxydation est ensuite observée jusqu'à 200 minutes de chauffage. Au-delà de ce temps, la couche d'oxyde semble se stabiliser et l'émissivité augmente très faiblement.

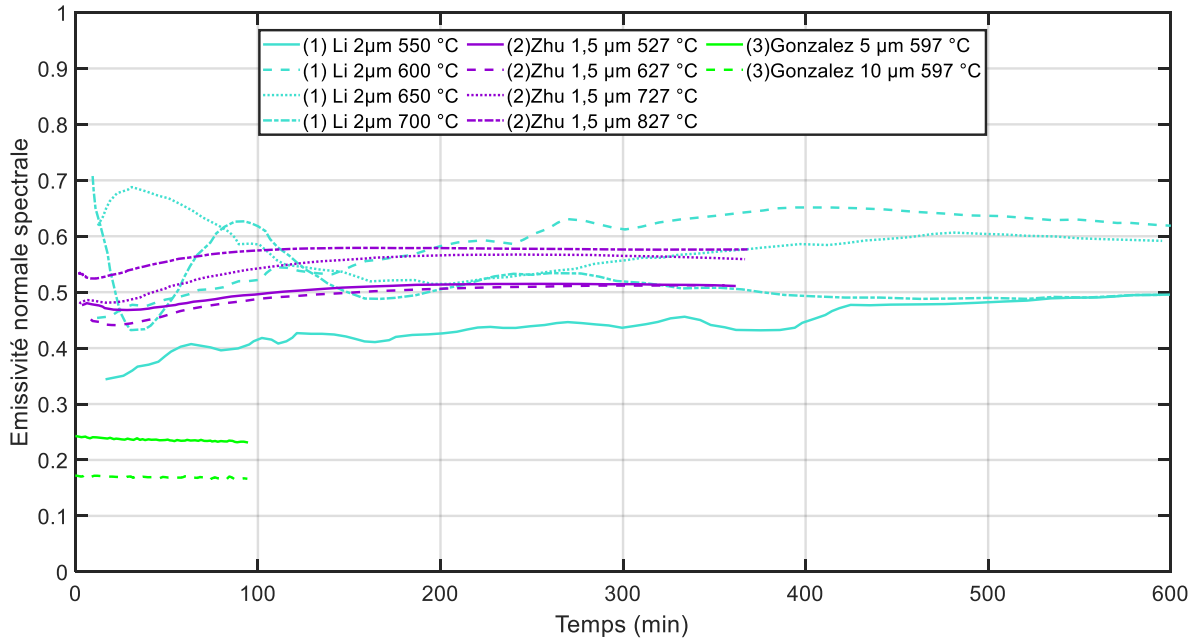


Figure 62 : Emissivité normale spectrale du TA6V en fonction du temps de chauffage selon : (1)[122], (2)[123], (3)[121]

L'effet du transus β ($T=950^{\circ}\text{C}$) sur l'émissivité selon l'oxydation a été étudié dans les travaux de Pagan et al.[124] pour une longueur d'onde de 960 nm. Une diminution forte après le transus β est observée pour un échantillon non oxydé tandis que l'effet observé est beaucoup plus faible pour des échantillons légèrement ou fortement oxydés.

Cette tendance est également confirmée par les travaux de Milosevic [12] pour une longueur d'onde de 900 nm ainsi que ceux de Betz [125] pour une longueur d'onde de 665 nm et ceux de Sklarew et Rabensteine [126] pour une longueur d'onde de 650 nm. Nous pouvons donc supposer que la couche d'oxyde vient 'masquer' l'évolution de la microstructure due au passage du transus β .

Les travaux de Boivineau et al. [11] ont quant à eux permis d'étudier l'évolution de l'émissivité normale spectrale à 684.5 nm entre 1100 et 2600°C. Une chute significative de l'émissivité est observée au-delà du point de fusion ($T=1660^{\circ}\text{C}$).

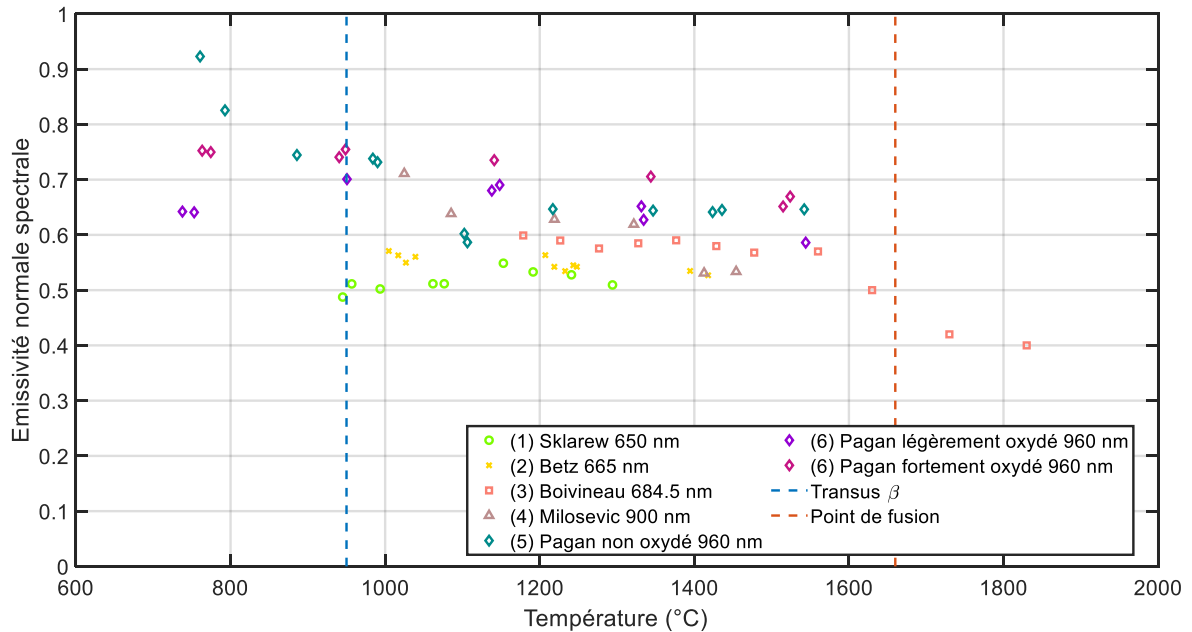


Figure 63 : Emissivité normale spectrale du TA6V selon plusieurs sources : (1)[126], (2)[125], (3)[11], (4)[12], (5) [124]

- **Emissivité totale directionnelle**

L'émissivité normale intégrée du TA6V entre 0.4 et 8 μm a également été étudiée dans les travaux de Massuti-Ballester et Pagan [127]. Ces mesures réalisées dans une gamme thermique comprise entre 727 et 1527°C ont pour but d'estimer des valeurs d'émissivité pour des débris d'engins spatiaux entrant dans l'atmosphère terrestre. Les échantillons de TA6V vierge, légèrement et fortement oxydés ont tout d'abord été insérés dans une soufflerie à plasma haute enthalpie afin de reproduire les conditions d'entrée dans l'atmosphère.

L'émissivité a ensuite été mesurée à l'aide d'un banc de mesure par méthode directe décrit dans les travaux de Schübler [128]. Ces travaux ont surtout mis en évidence la forte influence du transus β sur la valeur d'émissivité normale intégrée avec une forte chute observée à haute température (>1000°C).

Les travaux récents de Barka [129] concernent également l'émissivité du TA6V dans des conditions spatiales de rentrée atmosphérique. L'émissivité totale normale a notamment été mesurée entre 817 et 1267°C avec le dispositif décrit dans le chapitre 1[65] pour des échantillons de TA6V vierges et pré-oxydés sous plasma d'air à 300 et 2000 Pa.

L'émissivité du matériau du TA6V vierge est quasi-constante dans cette plage de température. Une augmentation de l'émissivité non répétable causée par le décollement des couches d'oxyde est également observée. Un facteur compris entre 3 et 4 est observé entre les valeurs d'émissivité du TA6V vierge et celles du TA6V pré-oxydé.

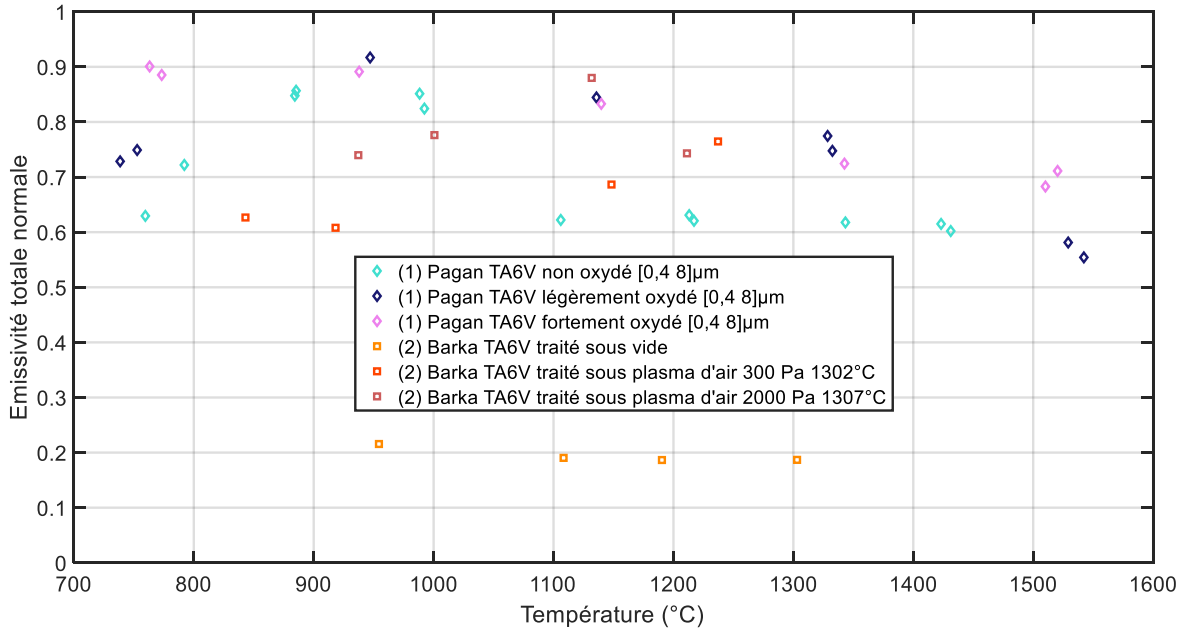


Figure 64 : Emissivité totale normale du TA6V selon : (1)[124], (2)[129]

Les valeurs d'émissivité totale normale mesurées sous air à haute température sont donc comprises entre 0.55 et 0.9. **Cet ordre de grandeur est donc attendu dans les mesures d'émissivité totale réalisées dans ce chapitre.**

- **Emissivité totale hémisphérique**

Les valeurs d'émissivité totale hémisphérique trouvées dans la littérature sont assez disparates selon la source compte tenu des différences de composition chimique et d'états de surface (Figure 65).

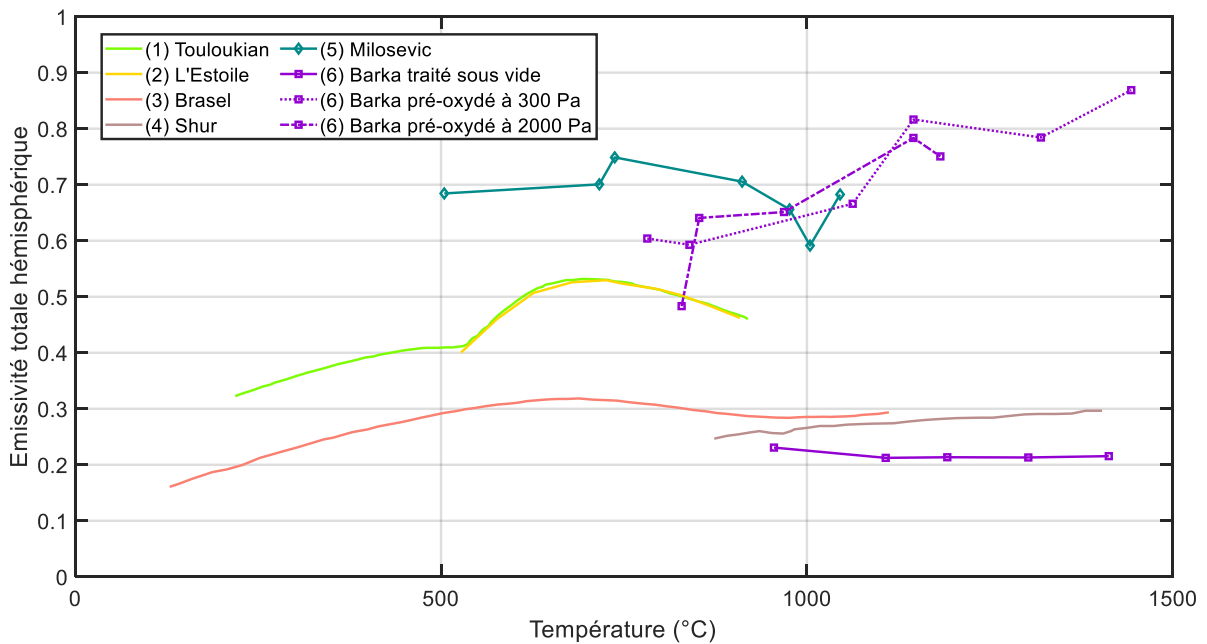


Figure 65 : Emissivité totale hémisphérique du TA6V selon : (1)[130], (2)[131], (3)[132], (4)[120], (5)[12], (6)[129]

Les données issues de Touloukian [130] montrent une augmentation régulière de l'émissivité jusqu'à 570°C, puis une augmentation brutale jusqu'à 730 °C et enfin une diminution jusqu'à 920 °C. Les travaux de L'Estoile [131] confirment les travaux de Touloukian avec des évolutions et valeurs quasi-confondues. Les travaux de Brasel [132] montrent une augmentation régulière de l'émissivité jusqu'à 700°C puis une diminution régulière jusqu'au transus β et enfin une légère augmentation après celui-ci. Les travaux de Shur [120] montrent quant à eux deux régimes d'évolution de l'émissivité avant et après le transus β .

Une augmentation quasi-linéaire est observée après celui-ci. Les travaux de Milosevic [12] montrent une légère augmentation entre 600 et 800°C puis une décroissance régulière jusqu'à 1350°C. Enfin, les travaux de Barka [129] montrent une légère décroissance de l'émissivité du TA6V non oxydé sous vide entre 900 et 1400°C et une augmentation non régulière de l'émissivité du TA6V pré-oxydé entre 800 et 1500°C.

Ce recueil de données montre la dispersion de mesures observées pour un même matériau et la difficulté, via la littérature, d'assurer une traçabilité des données présentées avec toutes les particularités (composition chimique, rugosité de surface, type de cycle, microstructure, histoire thermique...).

d. Détermination d'un plan d'essais

Cette campagne d'essais doit permettre d'atteindre un double objectif :

- le premier consiste à caractériser les variations d'émissivité avec la température et l'influence de la croissance d'une couche d'oxyde en surface.
- le second est de simuler des cycles thermiques représentatifs d'un cycle de formage superplastique (Cf. Figure 66 pour le TA6V), tout en réalisant une mesure d'émissivité *in situ*, pour renseigner *a posteriori* des codes de calcul thermomécaniques avec le souci d'assurer un maximum de traçabilité sur les essais accomplis.

La gamme thermique comprise **entre 600 et 1000°C englobe la majorité des procédés de mise en forme des métaux à haute température**. Un exemple typique de cycle thermique imposé lors d'un essai de formage superplastique avec chauffage IR sur une tôle de TA6V [110] est présenté sur la Figure 66 :

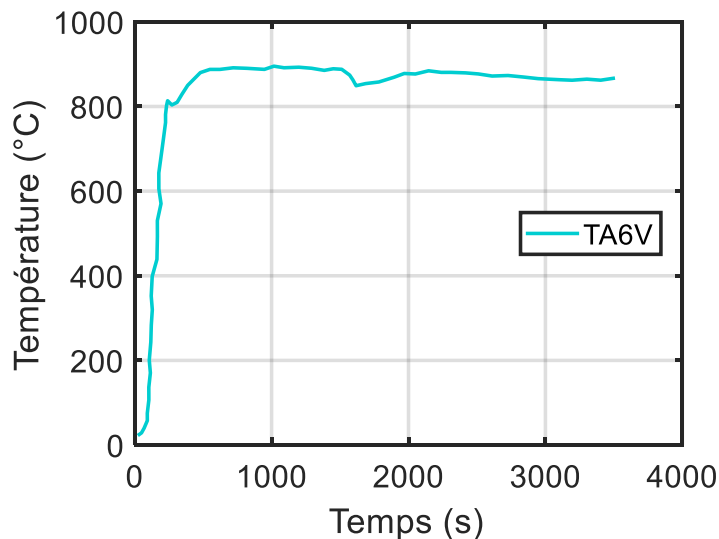


Figure 66 : Température d'une tôle de TA6V durant un essai de formage superplastique[110]

Le temps caractéristique d'un essai de formage superplastique par chauffage IR d'une tôle de TA6V **est d'une heure**. Cette durée sera donc retenue pour les mesures d'émissivité.

Les travaux de Li[122] et Zhu [123] ont montré des variations d'émissivité au-delà de ce temps caractéristique. Une étude sera donc également effectuée sur un temps d'oxydation plus long à haute température. Les conditions expérimentales sont résumées dans le Tableau 19.

T(°C)	600	700	800	900	1000	1000
Durée du cycle (min)	60	60	60	60	60	300
Pas de temps Δt (min)	6	6	6	6	6	30
Atmosphère	Air					

Tableau 19 : Conditions expérimentales des mesures d'émissivité du TA6V

Ces conditions expérimentales permettent donc d'associer une émissivité à chaque température ainsi que d'observer l'impact de l'oxydation sur cette même émissivité au cours du temps à une température donnée.

e. Etalonnage du système pour des mesures temporelles

L'étalonnage des capteurs par rapport à un corps noir a déjà été réalisé dans le chapitre 2. L'estimation de la contribution de l'environnement dans la bande NIR a également été réalisée (Cf. équation 37). Concernant les mesures dans la bande MIR, l'insertion d'un manchon à chaque point de mesure est difficilement réalisable expérimentalement (cf. [2]).

En effet, du fait du nombre élevé des points de mesure (environ 200), une correction *in situ* telle que celle appliquée au Platine s'avérerait lourde à mettre en œuvre. De plus, le manchon aura tendance à s'oxyder à chaque insertion ce qui amène donc des problèmes de répétabilité.

Pour les matériaux de l'étude, nous avons donc opté pour une correction *a posteriori*, inspirée de l'estimation d'un parasite pour une surface diffusante, comme défini dans le chapitre précédent. Une estimation des signaux parasites dans les bandes MIR BII et BIII a donc été réalisée sur un échantillon de TA6V préalablement oxydé durant 1H à 1000°C.

Par conséquent, un signal parasite (S_p) dans les bandes II et III a donc été identifié pour chaque filtre et température. L'émissivité s'écrit alors sous cette forme :

$$\varepsilon(T) = \frac{\tilde{S}(T) - S_p(T) - S_d}{S^0(T)} = \frac{\overline{S(T)} - S_p(T) - S_d}{\overline{S^0(T)} - S_d} \quad (52)$$

Ce signal parasite en fonction de la température est représenté sur la Figure 67 (bandes II et III).

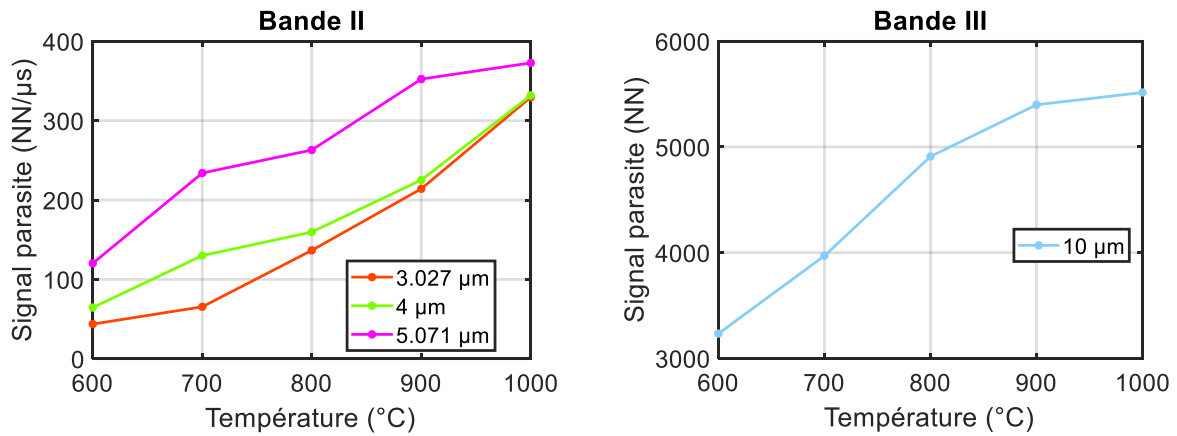


Figure 67 : Signal parasite en fonction de la température pour une pastille de TA6V oxydée (temps d'intégration variable en BII et fixe en BIII)

Une augmentation régulière du signal parasite en fonction de la température est observée en bande II. La valeur maximale est observée à 5.071 μm comme pour l'étalonnage. Une stabilisation du signal parasite est observée après 900°C en bande III.

3.1.2. Diagnostics ex-situ des pastilles de TA6V après chauffage

Les photographies des échantillons⁴ après chauffage (Tableau 19) prises par un microscope optique DINO-LITE® AM413ZT permettant un grossissement jusqu'à 230x sont présentées sur la Figure 68.

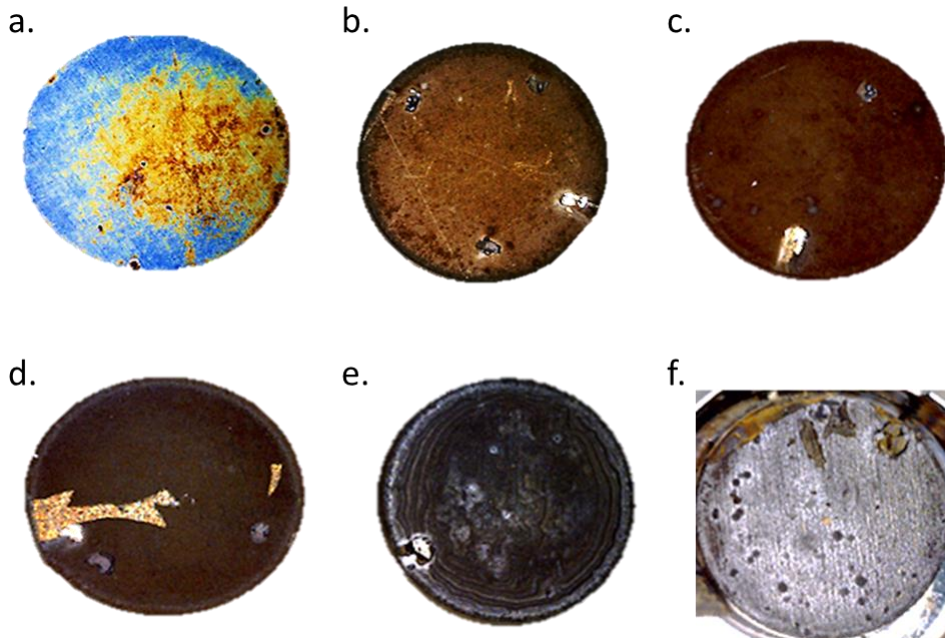


Figure 68 : Photographie des pastilles de TA6V après application des cycles de chauffage de : a. 60 minutes à 600°C ; b. 60 minutes à 700°C ; c. 60 minutes à 800°C ; d. 60 minutes à 900°C ; e. 60 minutes à 1000°C ; f. 300 minutes à 1000°C

Les aspects des surfaces présentées sur la Figure 68 sont commentés ci-dessous :

⁴ Pour rappel, les échantillons ont un diamètre de 10 mm et une épaisseur de 1.5 mm

- La surface correspondant à un chauffage d'une heure à 600°C présente un aspect irisé correspondant à des couches d'oxyde très fines induisant des interférences dans le visible.
- Les surfaces chauffées à 700 et 800°C présentent une teinte brune de plus en plus foncée avec l'augmentation de température.
- La surface chauffée à 900°C présente, quant à elle, une teinte brune mais également un écaillage de la surface laissant entrevoir une surface partiellement oxydée.
- L'échantillon chauffé à 1000°C durant une heure présente une surface d'aspect gris foncé.
- Celui chauffé à 1000°C durant 5 heures présente une surface d'aspect gris clair avec des écailles très facilement détachables.

Ces images montrent donc une morphologie différente des surfaces d'échantillons en fonction de la température ou du temps de chauffage. La revue bibliographique présentée dans la partie 3.1.1.c a montré l'impact significatif de l'oxydation sur l'émissivité. Une étude de la couche d'oxyde formée au cours du chauffage permet de relier les valeurs d'émissivité à chaud à une cinétique d'oxydation.

Afin de caractériser cette couche d'oxyde, les pastilles ont été pesées avant et après essais de chauffage afin d'estimer leur gain de masse. Ce gain de masse en fonction de la température de chauffage est tracé sur la Figure 69.

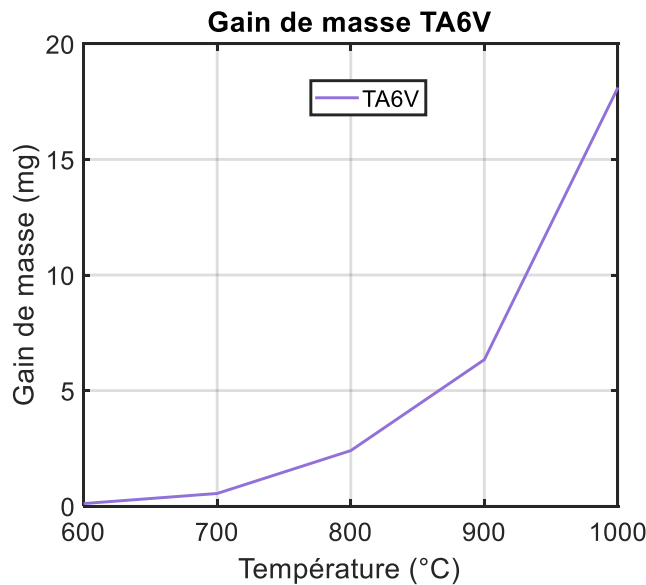


Figure 69 : Gains de masse des pastilles de TA6V après un cycle d'une heure de chauffage

Le gain de masse croît de manière exponentielle, conformément à une loi d'Arrhenius, en fonction de la température avec un facteur 8 observé entre 800 et 1000°C. A partir de cette courbe de gain de masse, il est possible d'identifier les paramètres de la loi d'Arrhenius :

$$k_p = k_{p0} \exp\left(\frac{-E}{RT}\right) \quad (53)$$

Avec k_p : coefficient de cinétique de croissance parabolique (en $\text{kg}^2 \cdot \text{m}^{-4} \cdot \text{s}^{-1}$) ; k_{p0} : limite à 0 K du coefficient de cinétique de croissance parabolique (en $\text{kg}^2 \cdot \text{m}^{-4} \cdot \text{s}^{-1}$) ; E : énergie d'activation ($\text{J} \cdot \text{mol}^{-1}$) ; R : constante des gaz parfaits = $8.31 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$.

En effet, la cinétique de formation de la couche d'oxyde suit le plus souvent une loi parabolique en fonction du temps pour une température donnée [133] :

$$\left(\frac{\Delta m}{A}\right)^2 = k_p * t \quad (54)$$

Avec A la surface de l'échantillon ; Δm le gain de masse ; t le temps d'oxydation

Les constantes k_p calculées à partir de cette loi pour chaque palier de température sont présentées dans le Tableau 20.

$T(^{\circ}\text{C})$	600	700	800	900	1000	1000
t (h)	1	1	1	1	1	5
k_p ($\text{kg}^2 \cdot \text{m}^{-4} \cdot \text{s}^{-1}$)	$5.85 \cdot 10^{-10}$	$1.36 \cdot 10^{-8}$	$2.61 \cdot 10^{-7}$	$1.81 \cdot 10^{-6}$	$1.48 \cdot 10^{-5}$	$2.12 \cdot 10^{-5}$

Tableau 20 : Constantes k_p calculées pour l'alliage TA6V

Connaissant k_p , il est ensuite possible d'identifier les autres paramètres E et k_{p0} en écrivant la loi d'Arrhenius sous forme logarithmique :

$$\ln k_p = \ln k_{p0} - \frac{E}{RT} \quad (55)$$

Avec T en Kelvin

En appliquant une régression linéaire, k_{p0} ainsi que le rapport E/R peuvent être identifiés (Figure 70). La loi d'Arrhenius s'écrit donc sous la forme :

$$k_p = 9.62 * 10^4 * \exp\left(\frac{-238355}{8.31 * T}\right) \quad (56)$$

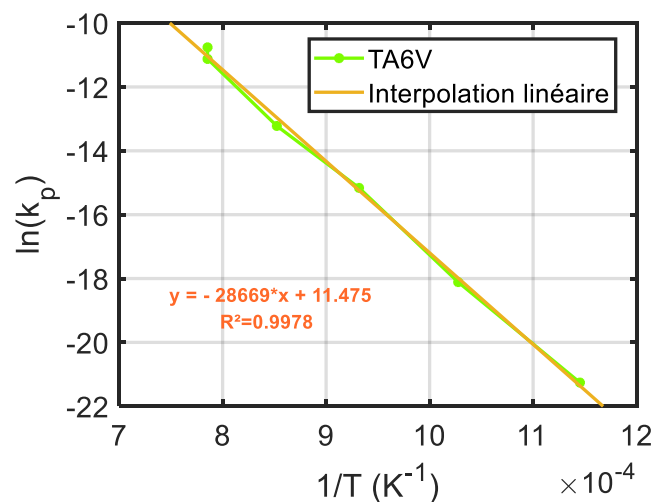


Figure 70 : Loi d'Arrhenius sous forme logarithmique pour l'oxydation de l'alliage TA6V

Les paramètres de la loi d'Arrhenius étant maintenant identifiés, il est possible de calculer le gain de masse pour chaque point de mesure et non *a posteriori* avec la micro balance.

Une évaluation de l'épaisseur de couche d'oxyde en fin de cycle de chauffe a également été réalisée par microscopie électronique à balayage (MEB). Les couches d'oxyde sont en effet visibles par contraste chimique en mode High Vacuum (Figure 71a). Les épaisseurs de couche mesurées à chaque température sont présentées sur la Figure 71b.

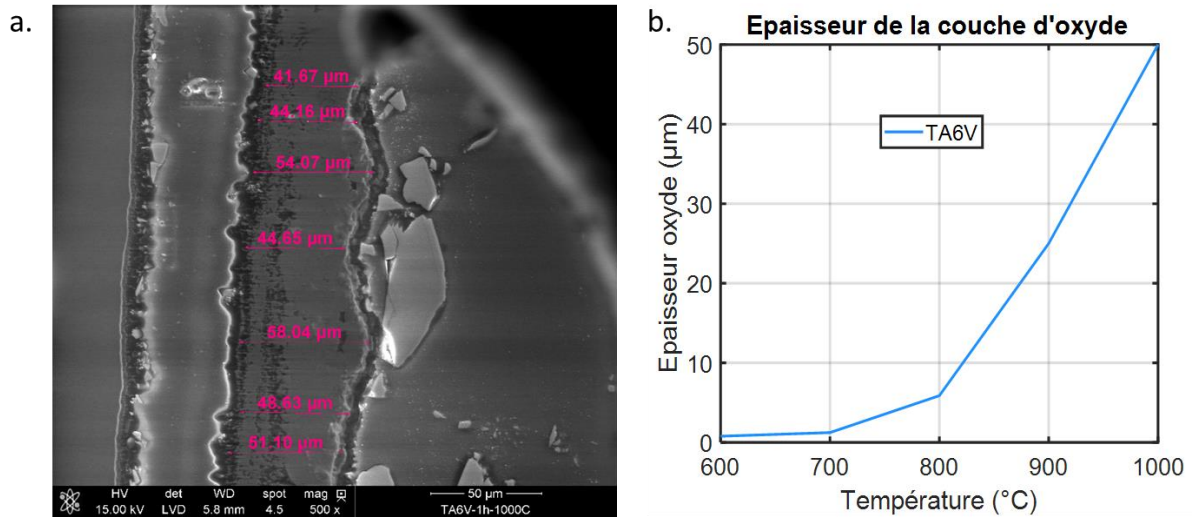


Figure 71 : a. Exemple de micrographie des coupes transversales de couche d'oxyde pour l'alliage TA6V (T=1000°C) ; b. Epaisseurs de couche d'oxyde mesurées sur les pastilles de TA6V après un cycle d'une heure de chauffage

L'épaisseur de couche d'oxyde présente une évolution similaire à celle du gain de masse, toujours conformément à une loi d'Arrhenius, en fonction de la température avec une forte augmentation après 800°C. Les valeurs de gain de masse et d'épaisseurs de couche d'oxyde en fonction de la température sont récapitulées dans le Tableau 21.

T (°C)	600	700	800	900	1000	1000
t (min)	60	60	60	60	60	300
Gain de masse (mg)	0.114	0.550	2.405	6.341	18.112	48.553
Epaisseur couche d'oxyde (μm)	0.78	1.24	5.88	25	50	120

Tableau 21 : Gain de masse et épaisseur de couche d'oxyde sur les pastilles de TA6V après essai

Le temps de chauffage a une forte influence à la fois sur l'épaisseur de couche d'oxyde et le gain de masse. En effet, une forte augmentation est observée sur ces deux grandeurs à 1000°C pour des temps de chauffage de 60 et 300 minutes. Ceci corrobore bien les travaux réalisés par Dong [134] sur l'oxydation du TA6V montrant que le temps de chauffage influence fortement le gain de masse au-delà de 850°C.

Une reconstitution de la cinétique d'oxydation est ensuite possible en reformulant l'équation 54. L'épaisseur de la couche d'oxyde en fonction du temps de chauffage s'écrit alors :

$$e = \frac{\sqrt{k_p * t}}{\rho} \quad (57)$$

Avec ρ la masse volumique de la couche d'oxyde.

Les épaisseurs calculées à partir de cette relation sont représentées sur la Figure 72.

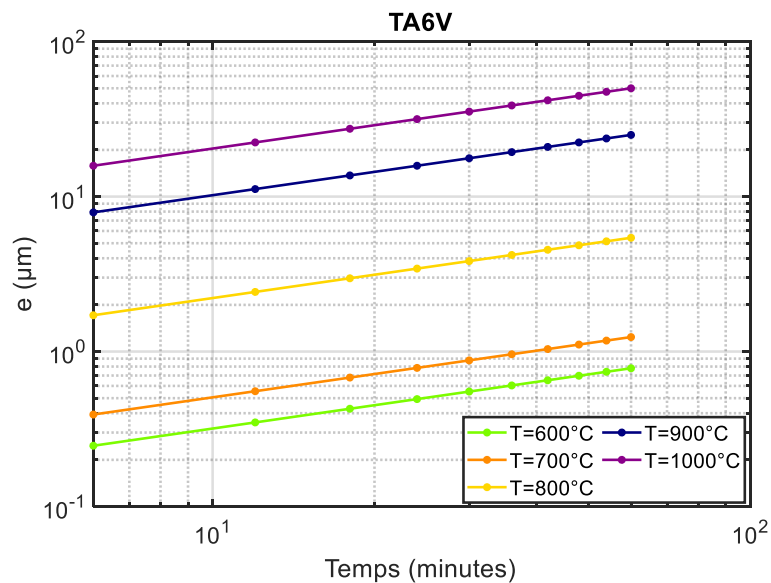


Figure 72 : Epaisseur de la couche d'oxyde en fonction du temps pour des paliers de température d'une heure

L'influence du temps de chauffage sur l'épaisseur de la couche d'oxyde augmente considérablement avec la température. En effet, deux régimes sont observés : pour des températures comprises entre 600 et 800°C, une croissance faible et régulière de la couche d'oxyde en fonction du temps est observée. L'oxydation est faiblement activée dans cette plage de température. Pour des températures supérieures, la croissance est beaucoup plus marquée avec également des tendances indiquant une augmentation significative de la couche d'oxyde au-delà de 60 minutes. Cette observation est confirmée par les épaisseurs calculées pour un palier de 5 heures à une température de 1000°C.

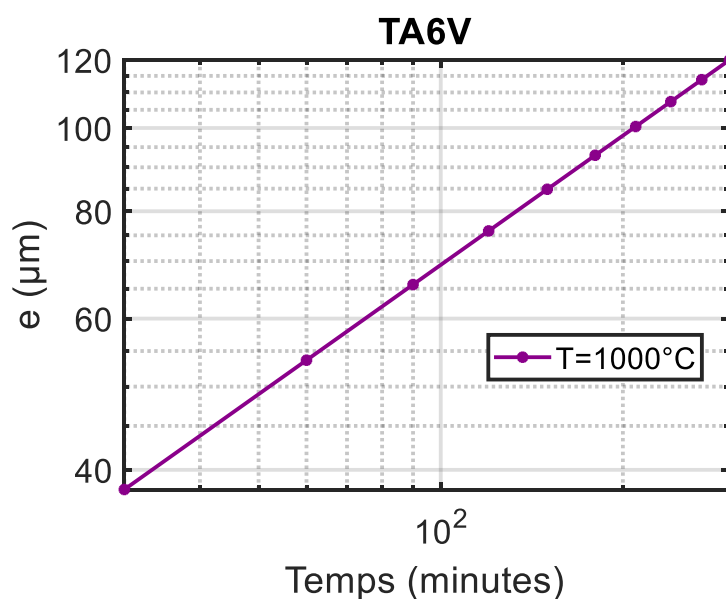


Figure 73 : Epaisseur de la couche d'oxyde en fonction du temps pour un palier de température de 5 heures à 1000°C

L'influence du temps de chauffage à haute température est encore une fois mise en évidence. Un facteur 3 est notamment observé entre des temps de chauffage de 30 et 300 minutes. La tendance de la courbe indique également une croissance de la couche d'oxyde significative au-delà de 5 heures de chauffage.

Les analyses réalisées dans cette partie ont donc permis d'évaluer l'évolution temporelle de l'épaisseur de la couche d'oxyde au cours des essais de chauffage. L'influence de cette épaisseur sur l'émissivité dans le cas du TA6V sera discutée dans la partie 3.1.5.

3.1.3. Mesure de l'émissivité spectrale du TA6V à haute température

a. Mesures dans la bande NIR BI

- **Paliers de température d'une heure**
 - *Emissivité spectrale en fonction de la température*

Les valeurs d'émissivité spectrales mesurées dans le proche IR en fonction du temps de chauffage sont représentées pour chaque palier de température sur la Figure 74. Le premier point de mesure (t=0) correspond à l'instant où la température cible est atteinte.

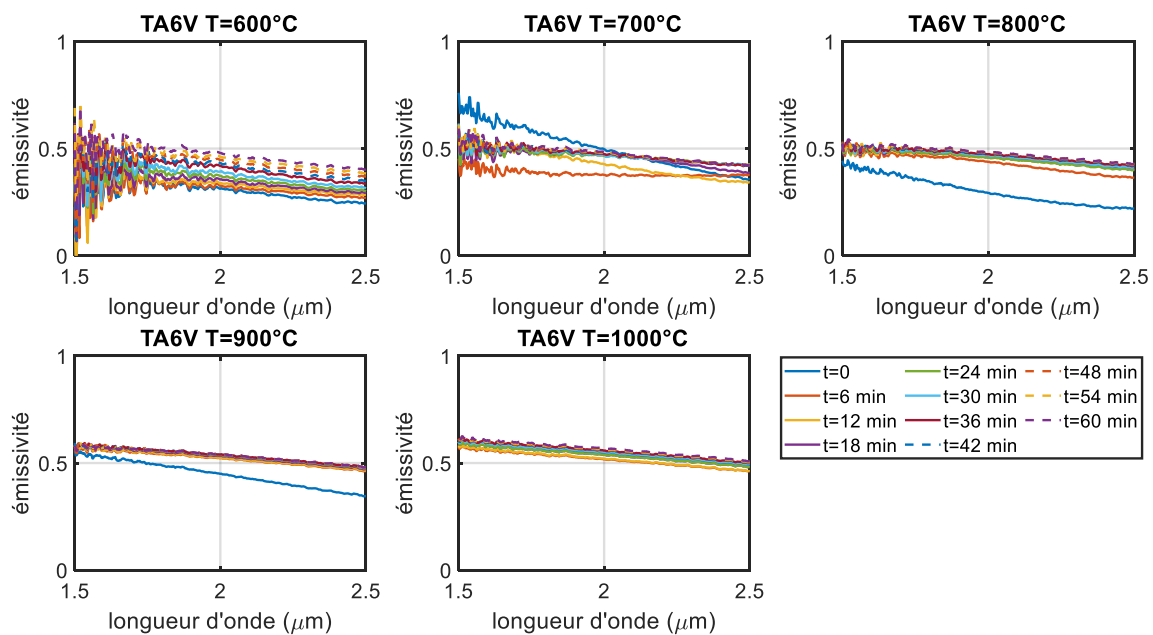


Figure 74 : Emissivité du TA6V dans le proche IR en fonction de la température et du temps de chauffage

Une décroissance de l'émissivité avec la longueur d'onde typique des matériaux métalliques est observée à chaque palier de température. Une augmentation assez faible mais régulière avec la température est également observée. L'influence du temps de chauffage semble plus significative pour les basses températures (métal non oxydé), puis semble plus faible à 900 et 1000°C. Ce phénomène peut être relié à la stabilisation de la couche d'oxyde d'un point de vue optique, c'est-à-

dire à une épaisseur optique⁵ très grande devant 1. Ainsi, l'augmentation de l'épaisseur de la couche d'oxyde n'induit plus une croissance de l'émissivité au-dessus de ce seuil.

L'analyse des spectres à 700°C montre, quant à elle, des variations importantes et irrégulières avec la température. Ce phénomène peut s'expliquer par la semi-transparence de la couche d'oxyde composée de TiO₂ ou Al₂O₃, tous deux semi-transparents (voir Figure 68 a et b). L'épaisseur de la couche d'oxyde durant ce traitement thermique à 700°C passe de presque 0 en début d'essai à 1.24 μm, pour des longueurs d'onde de mesure proches ([1.5-2.5] μm). Ces conditions sont favorables à l'apparition d'interférences entre le signal émis en extrême surface et le signal émis à l'interface.

Néanmoins ces interférences disparaissent pour un temps de 20 min environ malgré des conditions d'interférence toujours favorables, avec un rapport longueur d'onde/épaisseur de couche proche de 1. La disparition précoce de ces interférences, qui devraient être détectées également en fin d'essai, est probablement liée à la nature diffusante de la couche d'oxyde.

En effet, l'augmentation de l'opacité de la couche d'oxyde par diffusion optique a tendance à faire disparaître ces interférences. Ainsi, un croisement des courbes d'émissivité est observé sur les 20 premières minutes de l'essai.

Les courbes d'émissivité reprennent ensuite une allure similaire à celles observées pour les autres paliers de température, ce qui indique une opacification de la couche d'oxyde.

Les courbes à 600°C et les valeurs à courtes longueurs d'onde montrent, quant à elles, un bruit de mesure significatif. Un calcul de propagation d'incertitudes sur l'équation 37 est donc réalisé afin d'estimer l'impact du bruit sur la mesure d'émissivité.

Un enregistrement de 10 signaux a été effectué sur le spectromètre à chaque incrément de temps. L'incertitude-type composée sur l'émissivité est donc exprimée selon l'équation suivante[96] :

$$\Delta_\varepsilon = 2 * \sqrt{\left(\frac{\partial \varepsilon}{\partial S}\right)^2 \cdot (\sigma_S)^2 + \left(\frac{\partial \varepsilon}{\partial S^0}\right)^2 \cdot (\sigma_{S^0})^2 + \left(\frac{\partial \varepsilon}{\partial S_{sh2}}\right)^2 \cdot (\sigma_{S_{sh2}})^2 + 2 * \frac{\partial \varepsilon}{\partial S} * \frac{\partial \varepsilon}{\partial S_{sh2}} * cov(S, S_{sh2})} \quad (58)$$

Avec σ_S l'écart type sur les 10 mesures réalisées sur l'échantillon en U.A ; S le signal moyen émis par l'échantillon de TA6V en U.A ; σ_{S^0} l'écart type sur les 10 mesures réalisées sur le corps noir en U.A ; S^0 le signal moyen émis par le corps noir en U.A ; $\sigma_{S_{sh2}}$ l'écart type sur le signal émis par le porte-échantillon en U.A ; S_{sh2} le signal moyen émis par le porte-échantillon en U.A.

Les signaux émis par l'échantillon et le porte-échantillon sont corrélés, la covariance entre ces deux grandeurs est donc prise en compte dans le calcul d'incertitudes. Un coefficient d'élargissement de 2[96] a été appliqué pour la détermination d'une incertitude maximale ($\Delta\varepsilon/\varepsilon=2*\sigma\varepsilon/\varepsilon$). Celle-ci est présentée sur la Figure 75.

⁵ L'épaisseur optique est un nombre sans dimension permettant de caractériser la transparence d'un milieu.

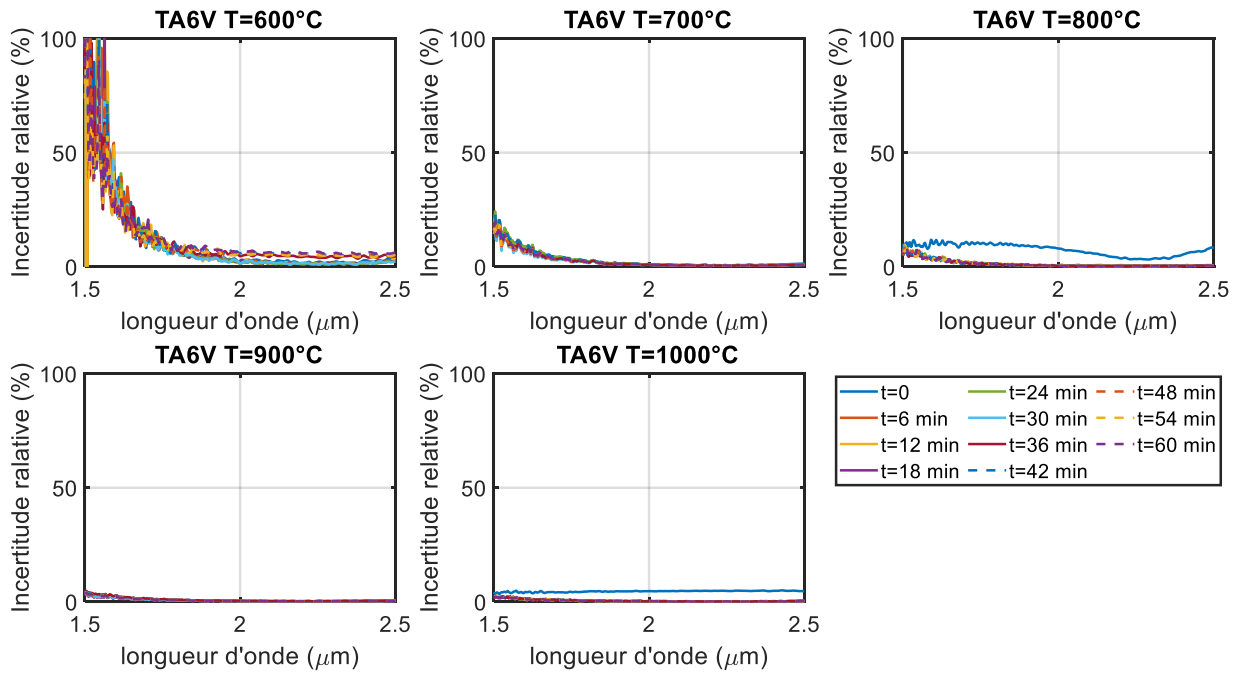


Figure 75 : Incertitude provoquée par le bruit de mesure sur l'émissivité du TA6V dans le proche IR

L'incertitude est particulièrement significative à basse température et aux courtes longueurs d'onde avec notamment une incertitude supérieure à 10% à 600°C pour des longueurs d'onde inférieures à 1.7 μm. Elle diminue cependant fortement avec la température avec des valeurs comprise entre 0.3 et 3% à 900 et 1000°C.

Les valeurs maximales d'incertitude à 800 et 1000°C sont observées aux temps initiaux. Il est provoqué ici par un problème de régulation et donc de stabilisation de température à des temps courts. L'incertitude diminue ensuite une fois la température stabilisée.

○ Emissivité spectrale en fonction du temps de chauffage

Les valeurs d'émissivité en fonction du temps de chauffage ont été tracées pour plusieurs longueurs d'onde sur la Figure 76.

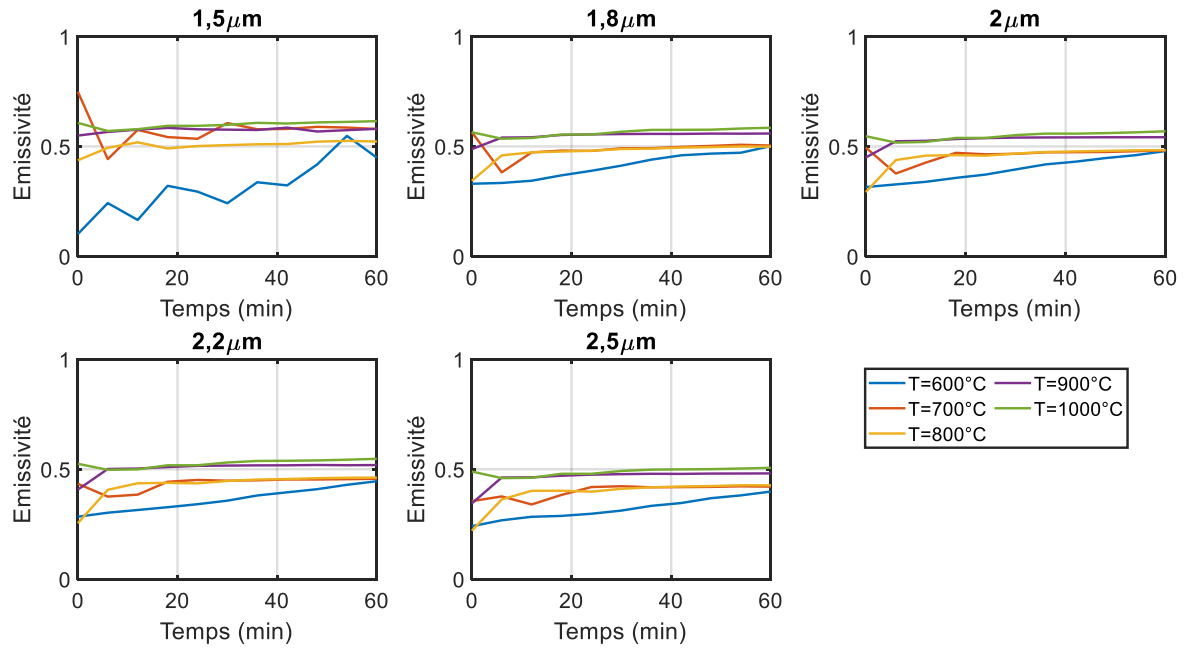


Figure 76 : Emissivité du TA6V en fonction du temps à différentes longueurs d'onde

Ces courbes montrent un temps de stabilisation de l'émissivité plus court pour les hautes températures. En effet, une croissance régulière de l'émissivité est observée à une température de 600°C quelle que soit la longueur d'onde. La valeur mesurée à 1.5 μm montre quant à elle de fortes variations expliquées par un rapport signal sur bruit défavorable (Cf. Figure 75).

Les effets de la semi-transparence de la couche d'oxyde peuvent également être observés à 700°C avec des variations importantes durant les 30 premières minutes à toutes les longueurs d'onde. Une stabilisation de l'émissivité est ensuite observée au-delà.

Une augmentation abrupte de l'émissivité est observée à 800 et 900°C durant les 6 premières minutes. Celle-ci croît ensuite de manière plus régulière. Une augmentation lente de l'émissivité est quant à elle observée à 1000°C, ce qui implique une vitesse de formation de la couche d'oxyde élevée, donc une épaisseur optique très rapidement grande devant 1. Ces observations confirment les tendances observées pour la croissance de l'épaisseur de couche d'oxyde en fonction du temps de chauffage de la Figure 72.

Les valeurs d'émissivité à 1.5 μm en fonction du temps de chauffage pour des températures de 800 et 900°C ont été comparées à celles issues des travaux de Zhu [123] (Figure 77). Les valeurs à 600°C ont été exclues de cette comparaison car l'incertitude est trop élevée à cette longueur d'onde (Figure 75). Les valeurs à 700°C ont également été exclues car la semi transparence couplée au rapport signal sur bruit défavorable rend l'interprétation difficile.

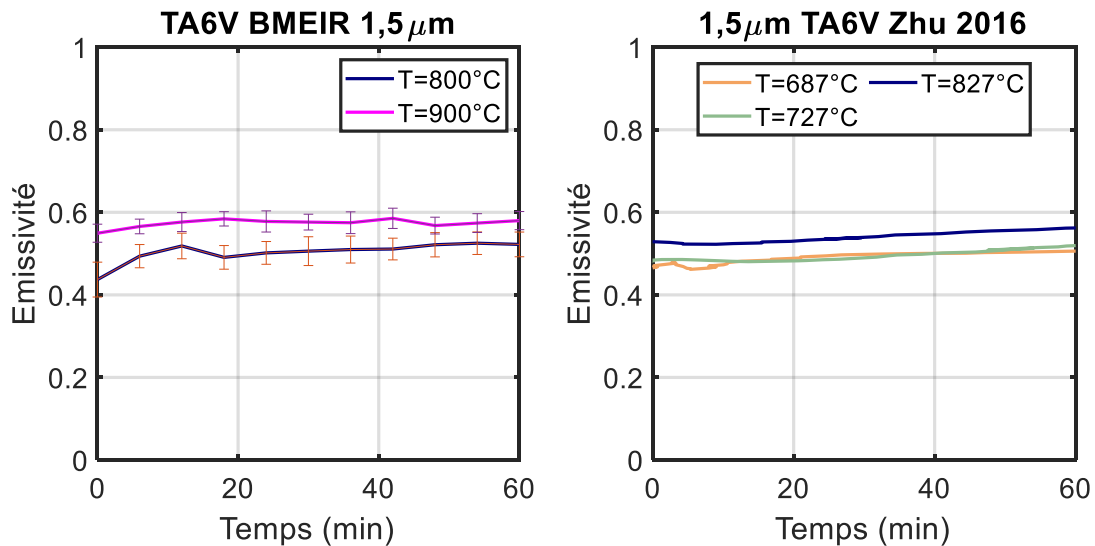


Figure 77 : Comparaison de l'émissivité mesurée du TA6V à 1.5 μm avec des données issues de la littérature[123]

Les valeurs d'émissivité mesurées sont en accord avec celles issues des travaux de Zhu. En effet, les valeurs mesurées à 800°C se situent entre les courbes à 727 et 827°C dans les travaux de Zhu. Les valeurs mesurées à 900°C sont quant à elles supérieures à celles observées à 827°C dans les travaux de Zhu.

- **Palier de température de 5 heures à 1000°C**

Les valeurs d'émissivité spectrales dans le proche IR pour un cycle de chauffage de 5 heures sont présentées sur la Figure 78 avec une mesure réalisée toutes les 30 minutes. Les incertitudes calculées à partir de l'équation 58 sont également représentées.

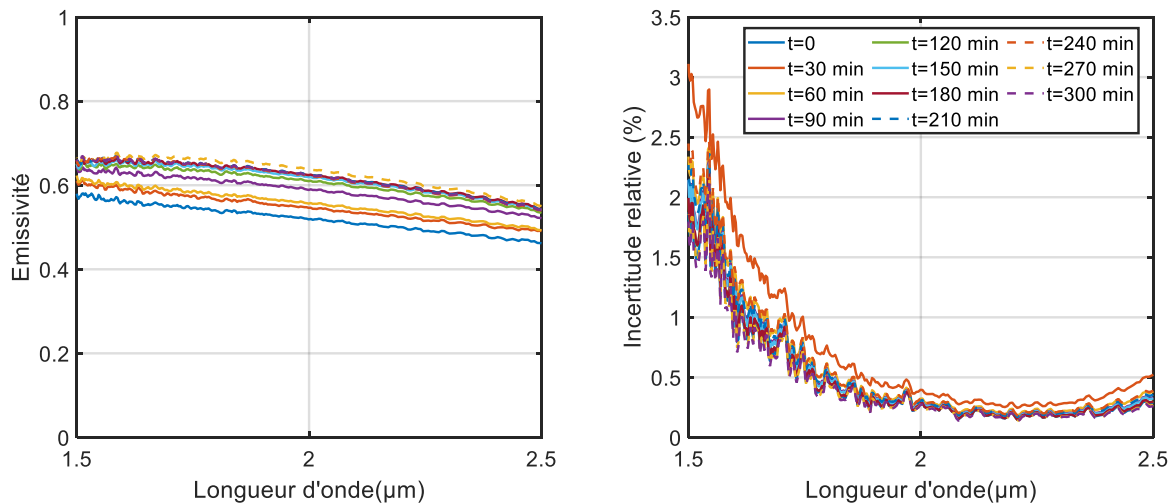


Figure 78 : Emissivité du TA6V à 1000°C dans le proche IR en fonction du temps de chauffage pour un cycle de 5 heures

Une décroissance de l'émissivité est observée comme pour les essais réalisés pour un cycle d'une heure. Les valeurs mesurées lors de la première heure de chauffe sont très proches de celles observées pour un temps de cycle d'une heure (Figure 76). **L'incertitude reste quant à elle relativement faible puisqu'elle n'excède pas 3% et reste inférieure à 1% pour des longueurs d'onde supérieures à 1.7 μm .** Ces incertitudes sont très faibles mais l'effet de la température n'a pas été pris

en compte. L'incertitude « réelle » prenant en compte toutes les causes d'erreur (température, signal...) sera donc plus élevée.

L'émissivité en fonction du temps de chauffage pour plusieurs longueurs d'onde est présentée sur la Figure 79.

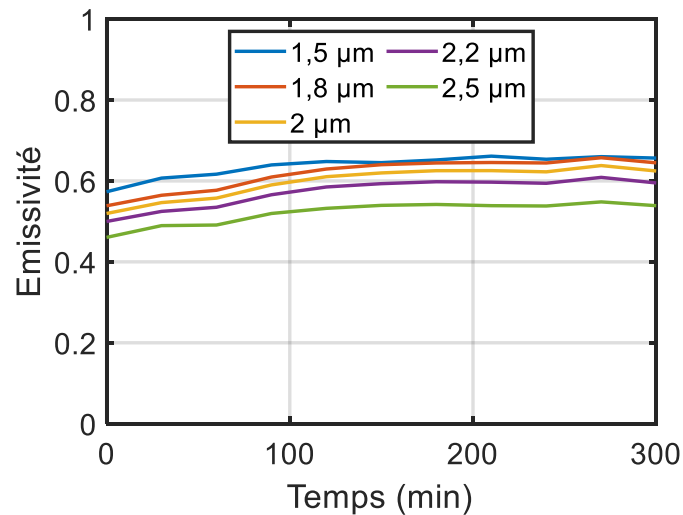


Figure 79 : Emissivité spectrale du TA6V en fonction du temps à 1000°C pour plusieurs longueurs d'onde

L'émissivité croît de manière régulière durant les 100 premières minutes, puis de manière plus faible entre 100 et 200 minutes et se stabilise au-delà malgré l'augmentation de l'épaisseur de couche d'oxyde.

b. Mesures dans le MIR

- **Paliers de température d'une heure**

Les valeurs d'émissivité mesurées (Cf. équation 52) dans le moyen IR pour chaque filtre sont présentées sur la Figure 80.

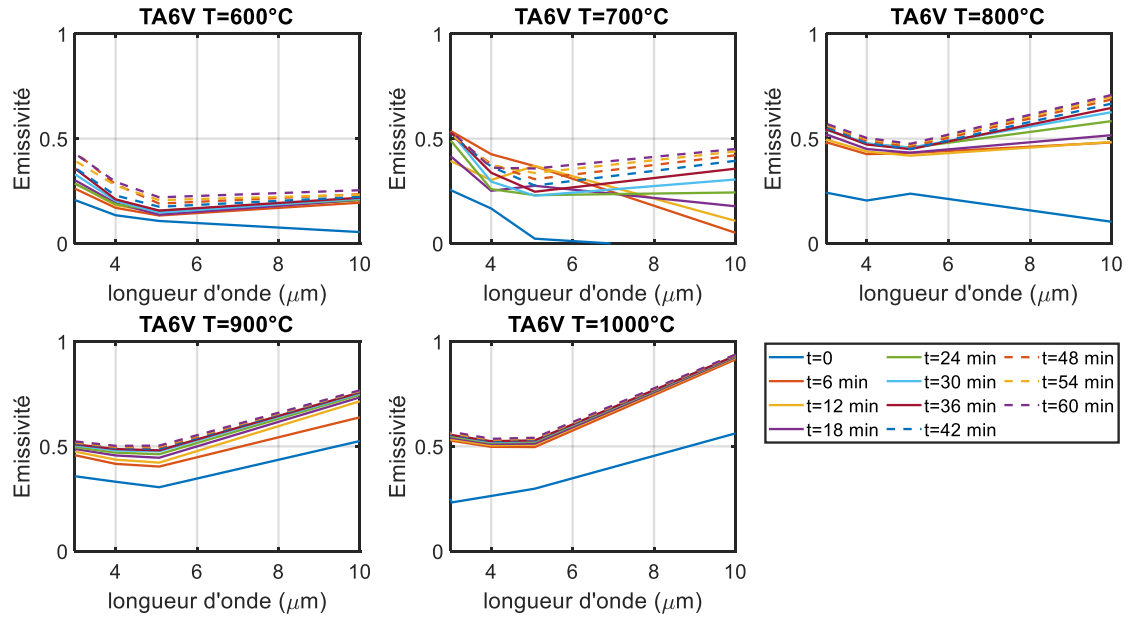


Figure 80 : Emissivité du TA6V dans le moyen IR en fonction de la température et du temps de chauffage

Une augmentation avec la température et le temps de chauffage est observée pour chaque longueur d'onde. L'augmentation avec la température est plus brutale à 10 μm avec une valeur proche de 1 à 1000°C. Ce pic d'émissivité à 10 μm, dont l'intensité augmente avec la température, le temps et donc l'épaisseur de couche d'oxyde, suggère la présence du point de Christiansen⁶ de l'Alumine [135] à cette longueur d'onde. Le point de mesure de l'émissivité à 10 μm est donc un bon marqueur de la présence de l'Alumine dans la couche d'oxyde.

Les mesures dans la bande II montrent, quant à elles, une forte décroissance avec la longueur d'onde à basse température puis une diminution beaucoup plus faible à haute température. Les oscillations et croisements entre courbes observés à 700°C mettent encore une fois en évidence la semi-transparence de la couche d'oxyde.

Comme pour les mesures dans le proche IR, un enregistrement de 10 images a été effectué à chaque point de mesure. L'incertitude-type composée peut donc être exprimée de la manière suivante [96]:

$$\Delta\varepsilon = 2 * \sqrt{\left(\frac{\partial\varepsilon}{\partial\tilde{S}} * \sigma\tilde{S}\right)^2 + \left(\frac{\partial\varepsilon}{\partial S_p} * \sigma S_p\right)^2 + \left(\frac{\partial\varepsilon}{\partial\tilde{S}^0} * \sigma\tilde{S}^0\right)^2 + 2 * \frac{\partial\varepsilon}{\partial\tilde{S}} * \frac{\partial\varepsilon}{\partial S_p} * cov(\tilde{S}, S_p)} \quad (59)$$

La corrélation entre le signal émis par la pastille et le signal parasite est ici prise en compte. En effet, le signal parasite inclut la réflexion vers le porte-échantillon du signal émis par la pastille (cf. Figure 45). L'incertitude relative associée est présentée sur la Figure 81.

⁶ Pour rappel, le point de Christiansen est une longueur d'onde spécifique à un diélectrique pour laquelle l'émissivité tend vers 1

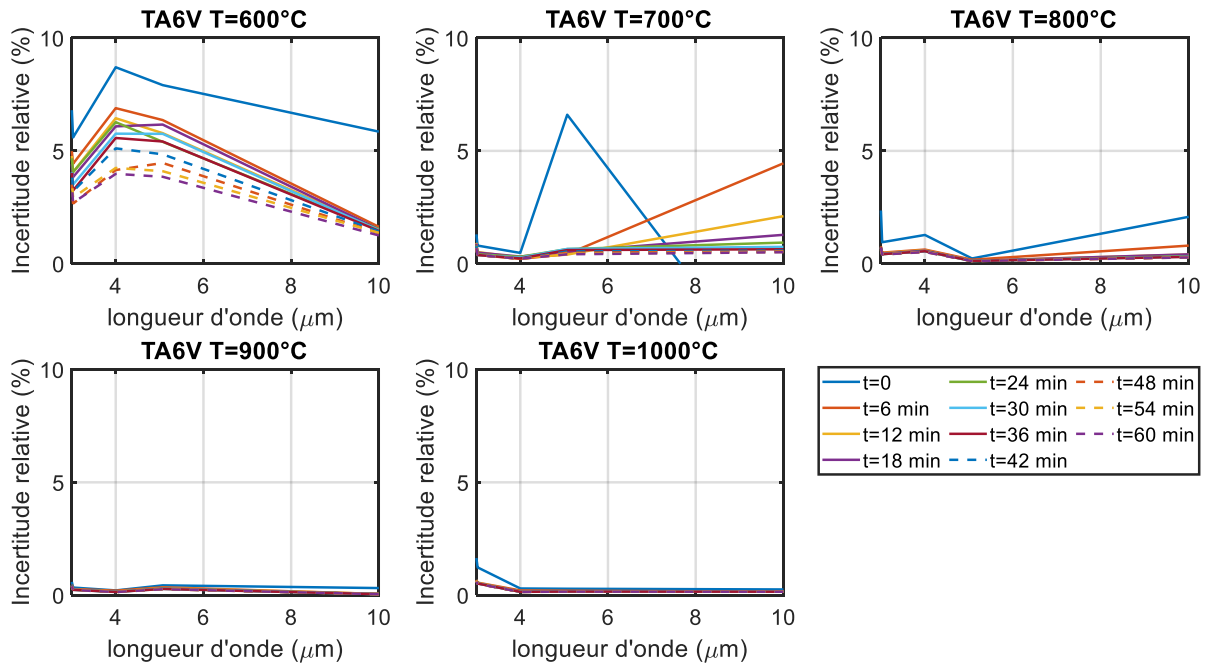


Figure 81 : Incertitude provoquée par le bruit de mesure sur l'émissivité du TA6V dans le moyen IR

L'incertitude décroît avec la température et le temps de chauffage **avec une valeur maximale de 8.7% à 600°C et des valeurs inférieures à 1% pour des températures supérieures à 800°C**. Ces incertitudes sont plus faibles à basse température (<800°C) qu'en bande I. Ceci peut s'expliquer par :

- La régulation thermique du détecteur de la caméra servant à l'acquisition
- Un signal généré par la pastille plus favorable à 600°C en bande II qu'en bande I, conformément à la loi de Planck.

Les courbes d'évolution temporelles de l'émissivité pour chaque température et chaque filtre sont représentées sur la Figure 82.

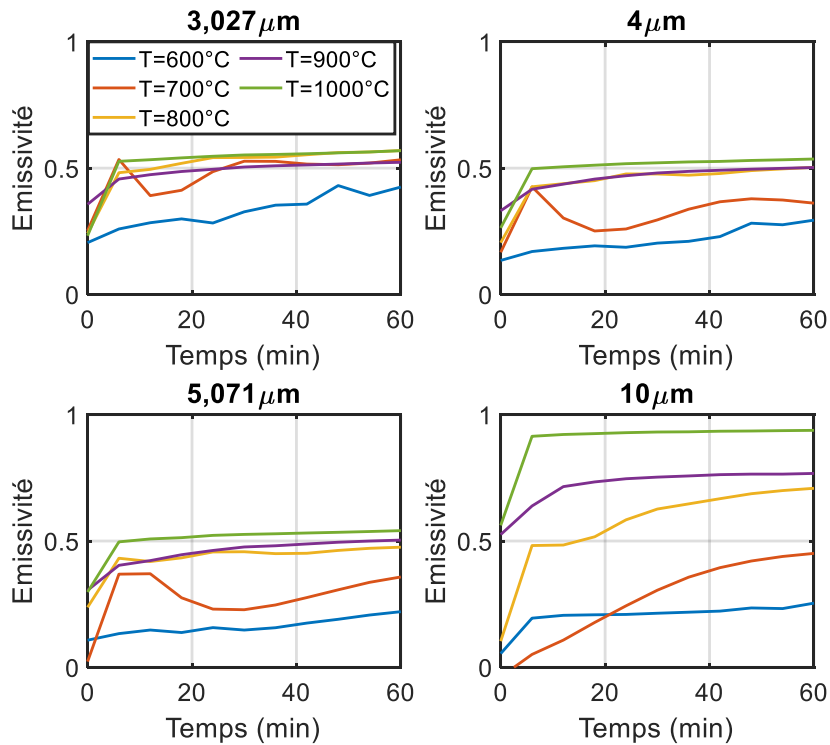


Figure 82 : Emissivité en fonction du temps dans le moyen IR

Les oscillations observées à 700°C attestent une fois de plus de la semi-transparence de la couche d'oxyde. Une croissance régulière de l'émissivité en fonction du temps de chauffage est observée à 600°C.

A haute température, une augmentation abrupte est d'abord observée sur un temps compris entre 6 et 12 minutes ; elle devient ensuite plus faible et régulière (à ce titre, il semblerait judicieux d'augmenter l'échantillonnage temporel durant les premières minutes afin de mieux saisir la nature des phénomènes s'y produisant).

Ces évolutions peuvent être expliquées par la stabilisation de l'épaisseur de couche d'oxyde. Les courbes à 10 μm suggèrent une fois de plus l'apparition d'un point de Christiansen autour de cette longueur d'onde.

- **Palier de température de 5 heures à 1000°C**

Les valeurs d'émissivité spectrale dans le moyen IR pour un cycle de chauffage de 5 heures sont présentées sur la Figure 83 avec une mesure réalisée toutes les 30 minutes. Les incertitudes calculées à partir de l'équation 59 sont également représentées.

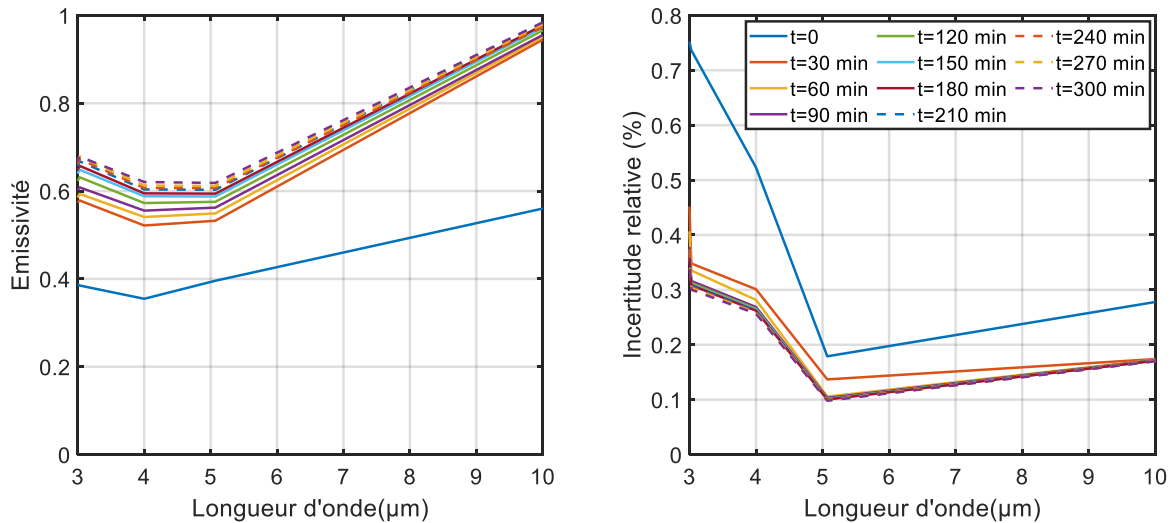


Figure 83 : Emissivité spectrale du TA6V à 1000°C dans le moyen IR en fonction du temps de chauffage pour un cycle de 5 heures

Une forte augmentation de l'émissivité est observée entre le temps initial et la deuxième mesure. Cette augmentation est logique étant donné l'écart de temps de 30 minutes entre ces deux mesures. Les variations sont ensuite beaucoup plus faibles avec des évolutions similaires selon le temps de chauffage. Les évolutions temporelles pour chaque filtre sont présentées sur la Figure 84.

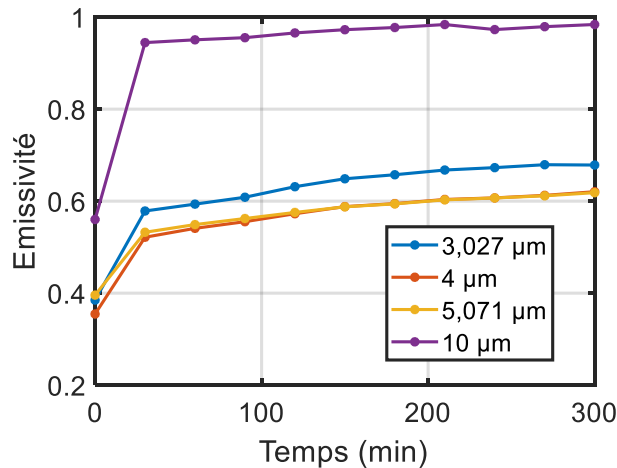


Figure 84 : Emissivité du TA6V à 1000°C dans le moyen IR en fonction du temps de chauffage pour un cycle de 5 heures

L'émissivité du TA6V à 10 μm est comprise entre 0.97 et 0.98 pour des temps de chauffage supérieurs à 100 minutes ce qui confirme une fois de plus la présence d'un point de Christiansen.

Les valeurs d'émissivité à 4 et 5 μm sont quant à elles quasi-confondues pour des temps de chauffage supérieurs à 100 minutes. Les valeurs mesurées à 3 μm augmentent de manière régulière avec le temps de chauffage et se stabilisent pour des temps supérieurs à 240 minutes. Les variations les plus fortes sont observées dans les 30 premières minutes comme dans la bande NIR.

3.1.4. Calcul de l'émissivité intégrée

Le calcul de l'émissivité intégrée s'effectue selon la procédure détaillée dans le chapitre 2. Les valeurs d'émissivité intégrées calculées en fonction du temps de chauffage sont représentées sur la Figure 85 (temps de chauffage d'une heure) et la Figure 86 (temps de chauffage de 5 heures à 1000°C).

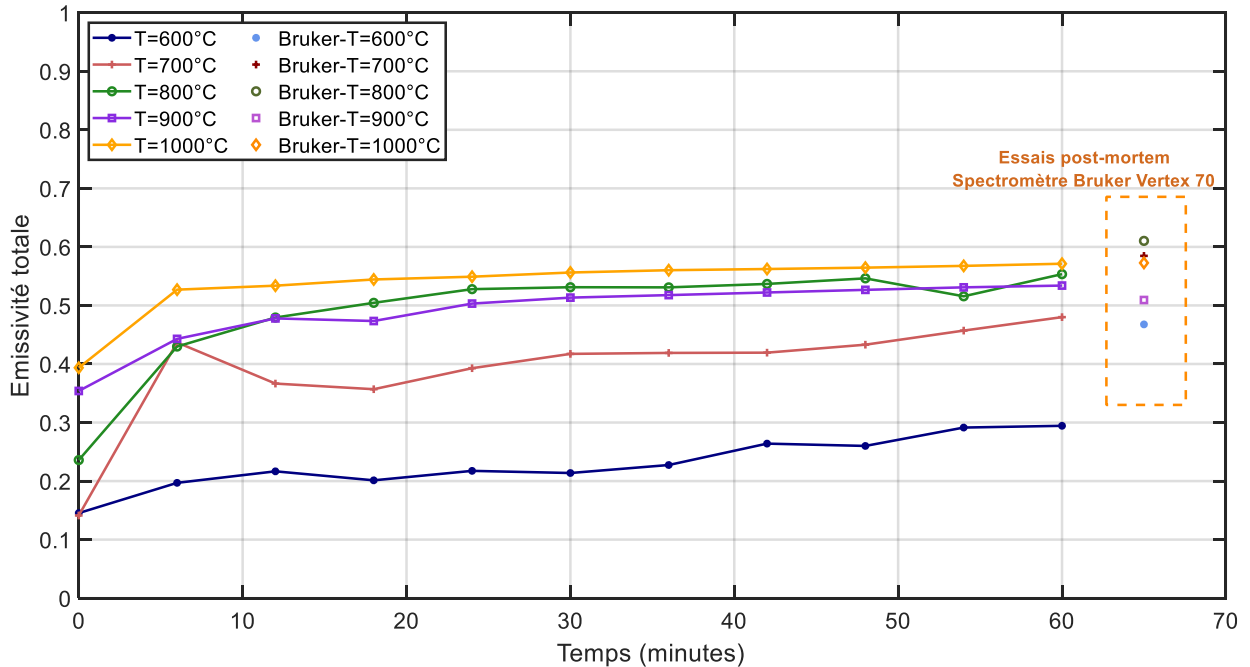


Figure 85 : Emissivité intégrée en fonction du temps de chauffage pour un cycle d'une heure et comparaison avec les valeurs mesurées à froid après chauffage

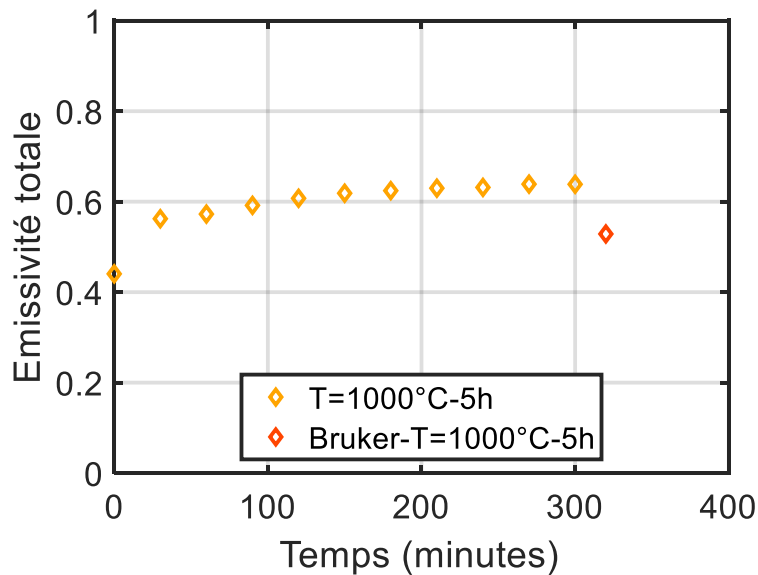


Figure 86 : Emissivité intégrée en fonction du temps de chauffage pour un cycle de 5 heures et comparaison avec les valeurs mesurées à froid après chauffage

Tout comme les émissivités spectrales, les émissivités intégrées augmentent fortement durant les premières minutes de chauffage puis de manière plus régulière durant le reste du cycle de chauffage. Les valeurs intégrées à 700°C présentent des oscillations expliquées par la semi-transparence durant les 30 premières minutes comme pour les valeurs spectrales.

Les valeurs calculées en fin de cycle sont comparées à des mesures d'émissivité totale réalisées sur le spectromètre Bruker® vertex 70 après chauffage sur les mêmes pastilles. Les valeurs à 600 et 700°C présentent de fortes différences tandis que les valeurs comprises entre 800 et 1000°C pour un temps de chauffage d'une heure montrent une bonne concordance. Cette comparaison réalisée sur les deux moyens de mesure est résumée dans le Tableau 22.

T (°C)	600	700	800	900	1000	1000
t (min)	60	60	60	60	60	300
Emissivité BMEIR	0.29	0.48	0.56	0.54	0.57	0.63
Spectromètre IRTF à froid après oxydation	0.46	0.58	0.61	0.51	0.57	0.54

Tableau 22 : Comparaison entre les émissivités intégrées calculées sur BMEIR et les valeurs post-mortem sur le spectromètre Bruker® vertex 70

Les émissivités mesurées sur les deux dispositifs sont d'autant plus proches que la température est élevée. L'écart observé pour un temps de chauffage de 5 heures peut être expliqué par **un écaillage de la surface de la pastille lors du refroidissement** (Figure 68). Plusieurs causes d'erreurs peuvent expliquer les écarts observés :

- Le rapport S/B : les écarts importants observés à 600 et 700°C peuvent être en partie expliqués par un rapport S/B défavorable à ces températures.
- La non correspondance des bandes spectrales d'émission et de détection : le flux radiatif est émis dans une bande spectrale plus large à basse température qu'à haute température ([1.65 ; 16.5] μm à 600°C et [1.13 ; 11.3] μm à 1000°C). Une part plus importante du flux est hors de la gamme spectrale de mesure à basse température.
- L'effet de la température : la température a un effet plus important sur l'émissivité pour des pastilles peu oxydées (cf. Figure 74), ce qui peut accentuer l'écart entre les mesures à chaud et les mesures post-mortem à froid.
- L'interpolation : cette dernière a été validée dans le cas du platine qui présente un comportement monotone dans la bande MIR. Pour le TA6V, l'oxydation peut amener des pics d'émission hors des points de mesure dans la bande MIR. Ces pics n'amènent cependant pas de différences importantes sur l'émissivité intégrée à haute température dans le cas du TA6V car les pics d'émissions sont alors décalés vers les courtes longueurs d'onde.

- Les moyens de mesure différents : les mesures réalisées sur BMEIR donnent des émissivités proches de la normale tandis que les valeurs obtenues sur la sphère intégrante sont des émissivités directionnelles à 8°.

Les valeurs d'émissivité intégrées à plusieurs temps de mesure ont également été comparées à des valeurs d'émissivité totale normale issues de la littérature (Figure 87).

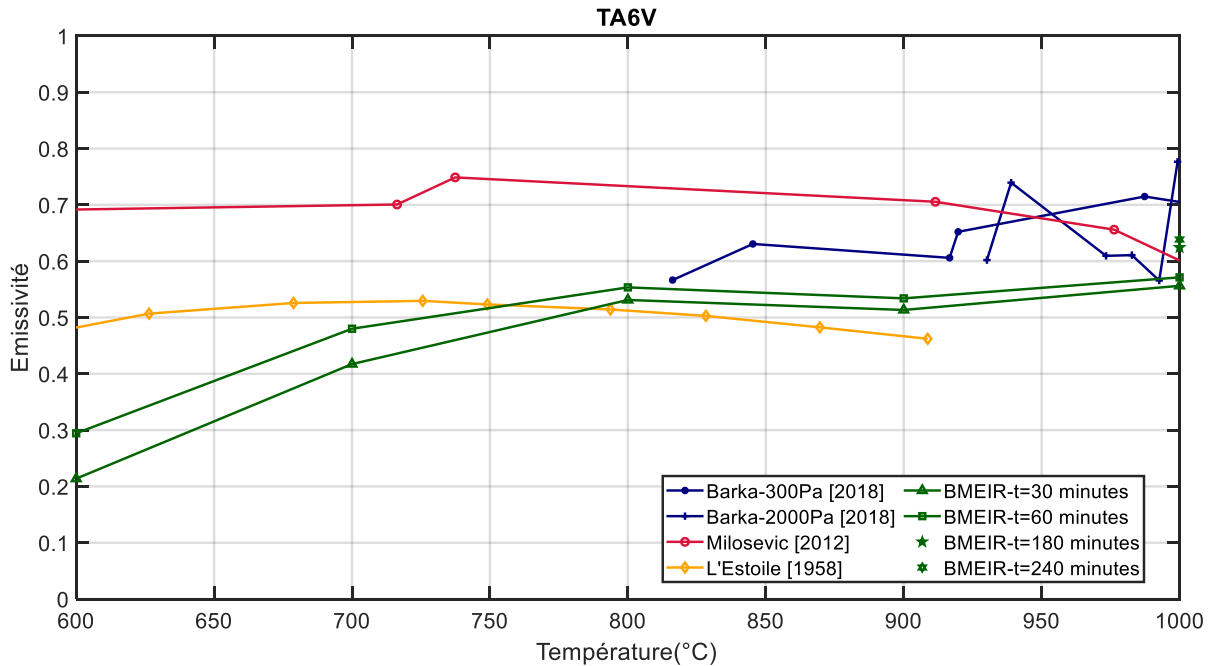


Figure 87 : Comparaison des valeurs d'émissivité intégrée du TA6V mesurées par le BMEIR avec des valeurs issues de la littérature [129][12][131]

Les valeurs d'émissivité mesurées sont du même ordre de grandeur que celles rencontrées dans la littérature. Les plus grands écarts sont enregistrés pour une température de 600°C, température où la thermodépendance de l'émissivité et de l'épaisseur de la couche d'oxyde sont importantes. Les valeurs entre 700°C et 900°C montrent une bonne concordance avec les mesures réalisées par L'Estoile [131].

Les valeurs à 800°C sont proches de celles mesurées par L'Estoile [131] ainsi que Barka [129]. A partir de 900°C, la concordance est bonne à $\pm 10\%$ quelle que soit la référence, il est cependant à rappeler que les temps d'oxydation ainsi que les pressions partielles d'oxygène diffèrent dans ces trois cas.

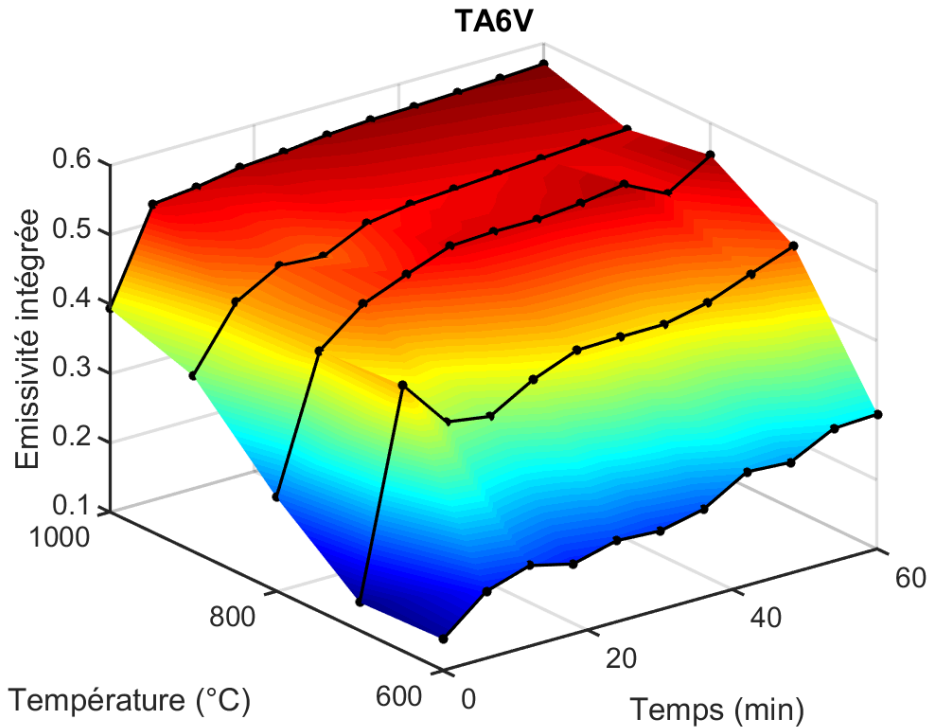


Figure 88 : Emissivité intégrée du TA6V en fonction du temps de chauffage et de la température

La Figure 88 synthétise de manière graphique les résultats présentés dans cette section. Elle permet d'observer le comportement de l'émissivité sur la gamme temps/température de l'étude. On constate tout d'abord que l'émissivité croît avec la température et le temps de chauffage. La température joue un rôle important sur l'émissivité entre 600°C et 800°C et un rôle moindre au-delà. Le temps de chauffage n'influe sur l'émissivité que **durant les 20 à 30 premières minutes**.

A ce stade, il est intéressant de rappeler les résultats de la section 3.1.2 et de noter que ces deux facteurs exercent conjointement une influence sur l'épaisseur de la couche d'oxyde. On peut aussi remarquer sur la Figure 88 (ou Figure 85) que l'émissivité se stabilise au-delà d'un certain produit Temps x Température. Il semble donc que ce soit l'épaisseur de la couche d'oxyde qui pilote le **comportement de l'émissivité dans cette gamme de température**.

3.1.5. Lien entre l'émissivité et l'épaisseur de couche d'oxyde pour l'alliage TA6V

Les résultats présentés précédemment suggèrent une forte influence de l'épaisseur de la couche d'oxyde sur les valeurs d'émissivité. Il a donc été décidé de lier ces valeurs d'émissivité à l'épaisseur de couche d'oxyde correspondante.

L'intérêt est de disposer d'une corrélation reliant directement l'émissivité à l'épaisseur d'oxyde et donc à une signature de la composition chimique. L'émissivité intégrée en fonction de l'épaisseur de couche d'oxyde est ainsi représentée sur la Figure 89.

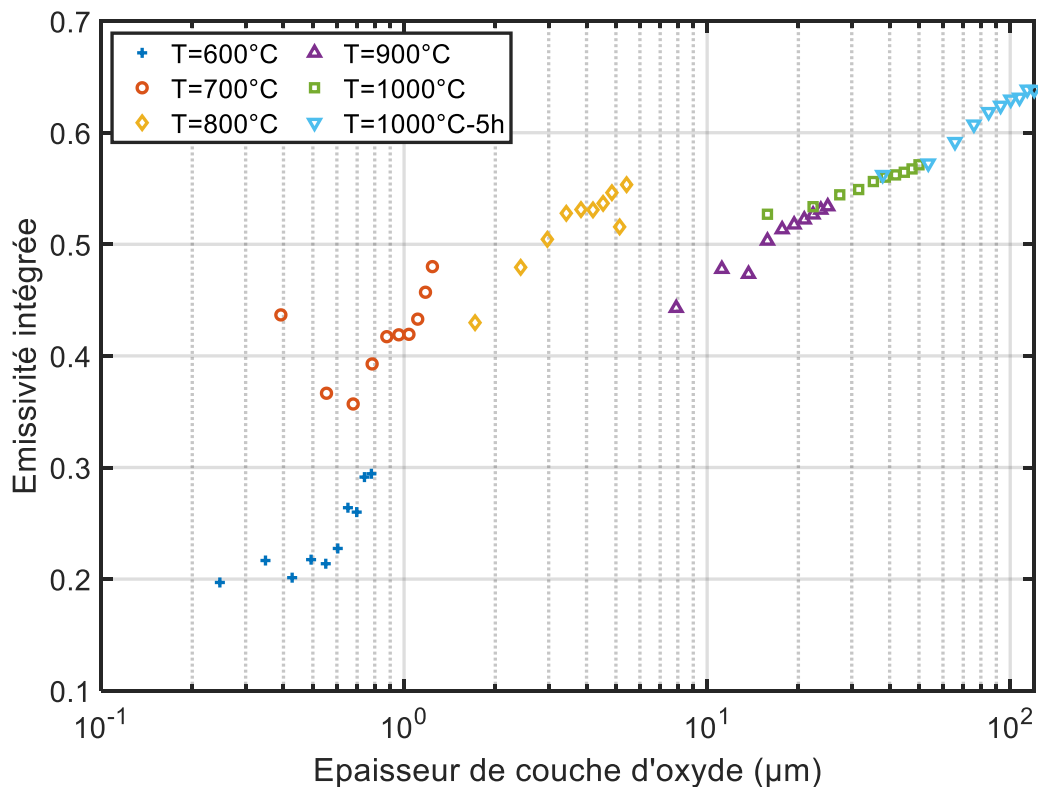


Figure 89 : Emissivité intégrée en fonction de l'épaisseur de couche d'oxyde

Les valeurs les plus basses, observées à 600°C avec une épaisseur comprise entre 0.15 μm et 0.3 μm, correspondent à un substrat TA6V avant oxydation avec sa rugosité initiale. L'émissivité croît ensuite pour une épaisseur d'oxyde supérieure à 0.5 μm.

La semi transparence est clairement mise en évidence à 700°C. Des oscillations sont notamment observées pour des épaisseurs comprises entre 0.4 et 0.8 μm. De manière globale, deux tendances se dessinent : une continuité entre les points entre 600 et 800°C et une continuité observée entre 900 et 1000°C.

Ces tendances s'expliquent par la différence de compositions chimiques de la couche d'oxyde principalement constituée de rutile TiO_2 pour des températures inférieures à 900°C et avec une présence accrue d'alumine au-delà (cf. partie 3.1.1.a).

3.2. Mesure de l'émissivité spectrale de l'Inconel 625 à haute température

3.2.1. Etat de l'art sur l'émissivité à chaud de l'Inconel 625

a. Généralités sur l'alliage Inconel 625

L'Inconel 625 [136] est un superalliage de Nickel de formule chimique $NiCr_{22}Mo_9Nb$. Il est principalement composé de Nickel, Chrome, Molybdène, Niobium et de Fer. La présence de titane, d'aluminium, de carbone, de silicium, etc. peut également être observée dans des proportions beaucoup plus faibles.

La forte proportion de chrome et de molybdène permet une grande résistance à la corrosion ainsi que d'excellentes propriétés mécaniques à haute température et dans des conditions extrêmes tandis que la faible proportion de titane et d'aluminium permet une très bonne soudabilité par rapport aux autres nuances d'Inconel.

L'Inconel 625 a initialement été conçu pour les tuyauteries d'évacuation de fumées de combustion mais a rapidement trouvé sa place dans d'autres domaines d'application tels que l'aéronautique (turbines, le nucléaire (réacteurs), ou encore la pétrochimie [137]...).

La couche d'oxyde formée à haute température (>600°C) est principalement constituée de Cr₂O₃, NiCr₂O₄ mais la présence de manganèse chromite peut également être observée [138]. **Les oxydes de Chrome sont réputés pour être très noirs, donc très émissifs dans le visible, même pour des épaisseurs très faibles.**

b. Composition chimique et rugosité de l'alliage Inconel 625

La composition chimique de l'Inconel 625 est présentée dans le Tableau 23. La proportion en nickel et en fer est plus élevée par rapport aux valeurs définies dans la partie a tandis que celle en chrome est un peu moins élevée.

Elément	Ni	Cr	Mo	Nb	Fe	Ti	Si	Al	Ta
Part (%)	62.3	20.85	8.48	3.36	4.36	0.18	0.12	0.18	0.010

Tableau 23 : Composition chimique de l'Inconel 625

Comme pour le TA6V, les rugosités de surface de l'Inconel 625 ont été mesurées et sont présentées dans le Tableau 24.

Ondulation & Rugosité		Rugosité	
Sa (µm)	Sq (µm)	Ra (µm) Filtre 0.8mm	Rq (µm) Filtre 0.8mm
0.210	0.340	0.3001	0.4015

Tableau 24 : Paramètres de rugosité de l'alliage Inconel 625

Les rugosités de surface mesurées sont faibles et inférieures à celles observées pour le TA6V.

c. Données sur l'émissivité de l'Inconel 625 dans la littérature

Les mesures d'émissivité de l'Inconel 625 sont plus rares que celles sur le TA6V et l'Inconel 718. En effet, seules deux publications traitant de l'émissivité de l'Inconel 625 sont recensées dans la littérature. Les mesures issues des travaux de Compton [139] et réalisées sous vide par calorimétrie montrent une augmentation régulière et quasi-linéaire de l'émissivité entre 350 et 950°C. Les mesures réalisées par Kieruj [140] dans la bande III montrent également une évolution similaire.

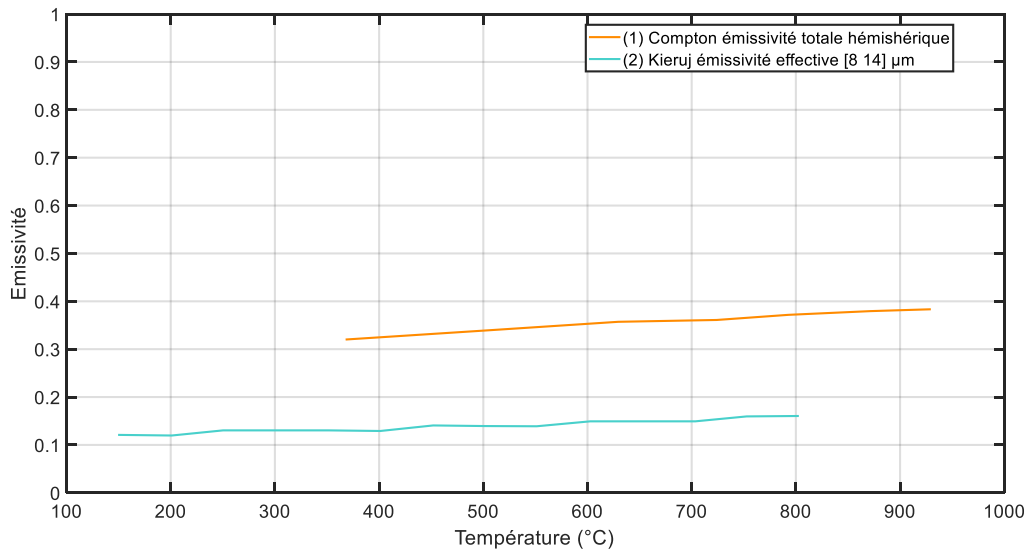


Figure 90 : Emissivité de l'Inconel 625 en fonction de la température selon : (1) [139] ; (2) [140]

Les courbes observées présentent des tendances similaires. La différence d'ordre de grandeur s'explique par la différence d'atmosphère avec dans un cas une mesure sous vide et dans l'autre une mesure sous air. De plus, les mesures issues des travaux de Kieruj ont été réalisées en bande III tandis que celles de Compton englobent l'ensemble du spectre (mesure calorimétrique).

Les mesures réalisées sur l'Inconel concernent généralement l'Inconel 718 qui reste la nuance la plus utilisée en aéronautique [25][68][141][142]. Les travaux de Greene [68] ont notamment mis en évidence l'impact des rugosités de surface, de la température et de l'état d'oxydation sur l'émissivité totale hémisphérique.

L'émissivité spectrale directionnelle pour plusieurs temps d'oxydation a été étudiée dans les travaux de Del Campo et al. [142]. Il a été montré un impact du temps de chauffage sur l'émissivité pour des temps longs (7 à 20 heures) particulièrement aux courtes longueurs d'onde. L'effet de revêtements en zircon et en Yttrium sur l'émissivité normale spectrale a été étudiée dans les travaux de González-Fernandez et al [25]. Un point de Christiansen autour de 12.8 μm a été identifié pour l'alliage revêtu. Des effets de semi-transparence ont également été montrés pour des épaisseurs de revêtement inférieures à 300 μm.

d. Détermination d'un plan d'essais

Bien que la superplasticité de l'Inconel 625 reste encore à définir par la communauté, la microstructure des tôles étudiées ici s'inspire de celle du TA6V-SPF. Il n'existe donc pas dans la littérature de cycle thermique typique pour le formage superplastique de l'Inconel 625. Les temps d'essais ainsi que les conditions expérimentales sont donc les mêmes que ceux déterminés pour le TA6V dans la partie 3.1.1.d.

L'Inconel présentant des couches d'oxydes extrêmement fines avec des émissivités invariantes avec la longueur d'onde (matériau gris induisant de faibles signatures chimiques), le lien entre les propriétés optiques et l'épaisseur de la couche d'oxyde n'est pas abordé ici (des compléments sont tout de même apportés en Annexe 5). Seule la thermo-dépendance de l'émissivité est investiguée.

3.2.2. Mesure de l'émissivité spectrale de l'Inconel 625 à haute température

a. Mesures dans le proche IR

- **Paliers de température d'une heure**
 - Emissivité spectrale en fonction de la température

Les valeurs d'émissivité spectrale mesurées dans le proche IR en fonction du temps de chauffage sont représentées pour chaque palier de température sur la Figure 91. Elles sont également comparées avec les valeurs mesurées sur les pastilles après chauffage sur le spectromètre Bruker® Vertex 70.

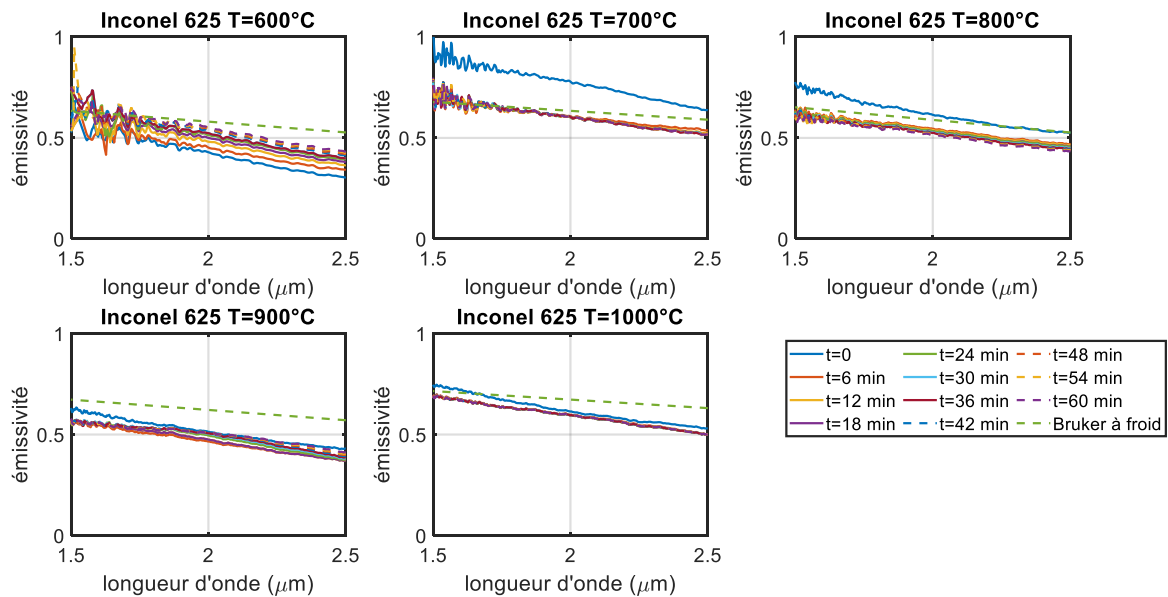


Figure 91 : Emissivité de l'Inconel 625 dans le proche IR en fonction de la température et du temps de chauffage

Une décroissance de l'émissivité typique des matériaux métalliques est observée en fonction de la longueur d'onde pour toutes les températures. L'influence du temps de chauffage sur l'émissivité diminue à haute température. En excluant les mesures à 700°C, une augmentation de l'émissivité avec la température est également observée. Les fortes valeurs observées aux temps initiaux entre 700 et 1000°C s'expliquent par des problèmes de régulation avec une surchauffe de la pastille amenant un calcul biaisé de l'émissivité.

Les allures observées sont assez similaires à celles observées sur le spectromètre Bruker®. A l'exception des mesures à 900°C, les émissivités mesurées pour des longueurs d'onde inférieures à 2 μm sont proches. L'écart entre les valeurs obtenues par les deux moyens de mesure augmente ensuite après cette longueur d'onde.

Un écart important est observé quelle que soit la longueur d'onde à une température de 900°C. Ces écarts pourraient être une conséquence de l'effet de la température sur l'émissivité, les mesures au spectromètre Bruker® étant réalisées à température ambiante.

L'incertitude-type composée calculée à partir de l'équation 58 est représentée sur la Figure 92.

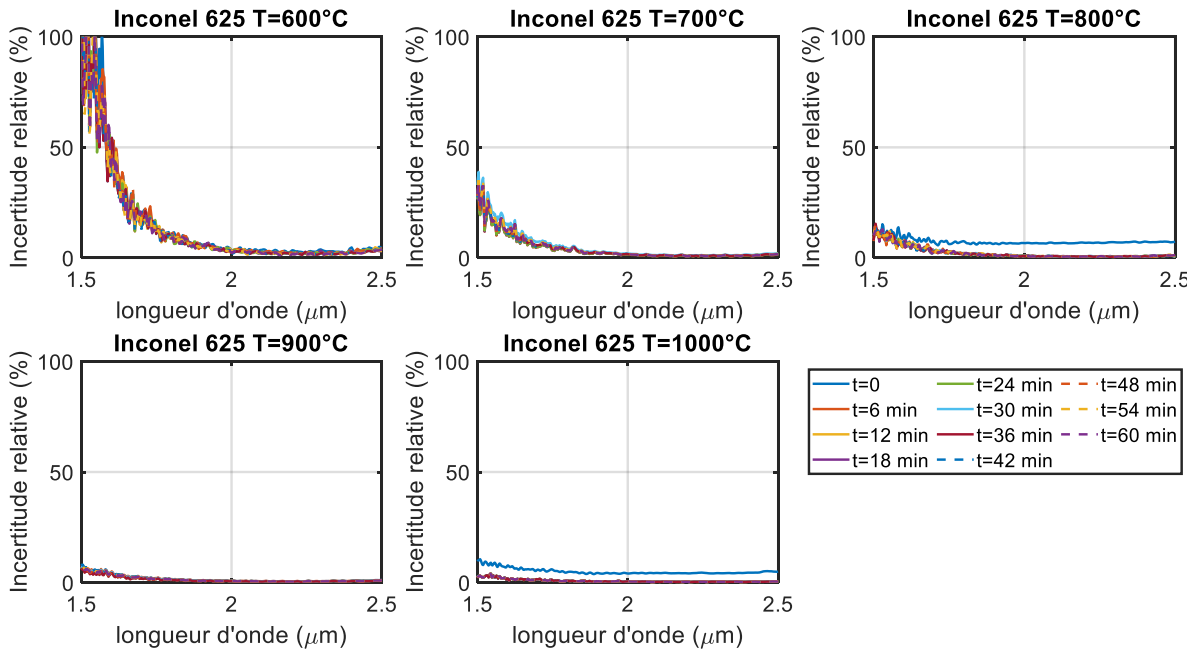


Figure 92 : Incertitude provoquée par le bruit de mesure sur l'émissivité de l'Inconel 625 dans le proche IR

De la même manière que pour le TA6V, l'incertitude est maximale à basse température et courtes longueurs d'onde. Elle diminue fortement avec la température avec des incertitudes inférieures à 5% au-delà de 800°C.

- Emissivité spectrale en fonction du temps de chauffage

Les valeurs d'émissivité en fonction du temps de chauffage ont été tracées pour plusieurs longueurs d'onde sur la Figure 93.

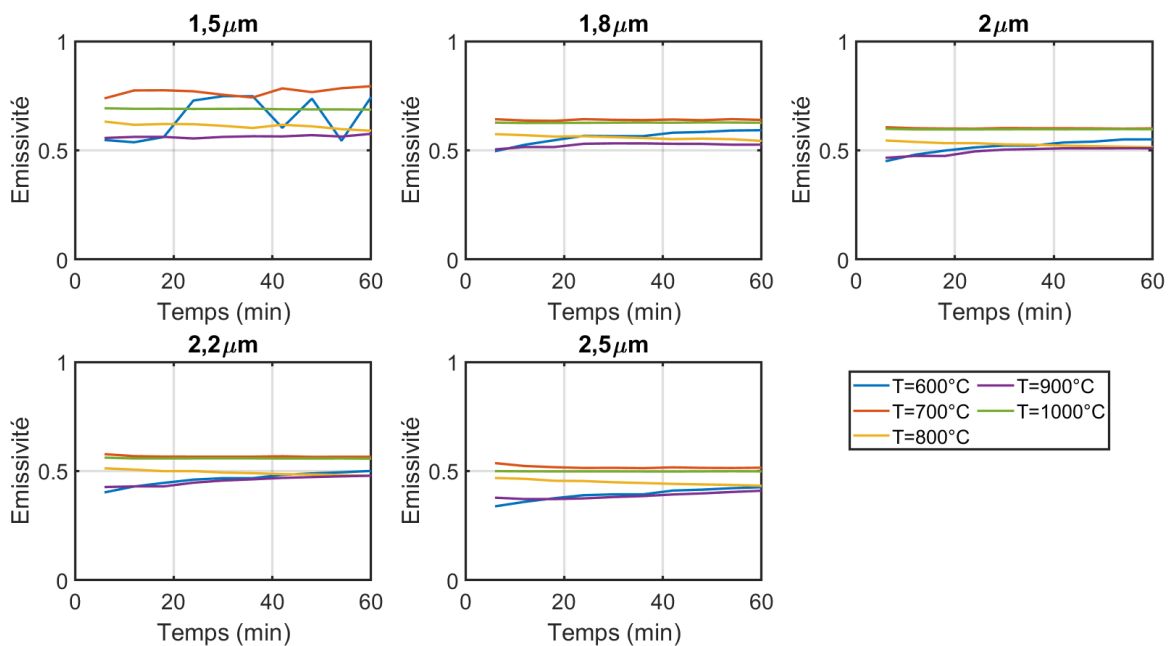


Figure 93 : Emissivité de l'Inconel 625 en fonction du temps à différentes longueurs d'onde dans le proche IR

Les valeurs à 600°C et 900°C montrent une légère croissance de l'émissivité en fonction du temps de chauffage tout le long du cycle imposé à l'exception de la courbe à 1.5 µm pour une température de 600°C dont l'évolution irrégulière est expliquée par la forte incertitude observée (Figure 92). Une décroissance est quant à elle observée à 800°C en fonction du temps de chauffage tandis que les valeurs à 1000°C sont quasi constantes tout le long du cycle.

Les variations temporelles restent cependant moins significatives que dans le cas du TA6V, ce qui est assez cohérent avec l'apparition d'une couche d'oxyde de type Chromine Cr₂O₃, oxyde réputé pour sa forte absorption [143]. Ainsi, l'opacité est obtenue pour de très faibles épaisseurs, et ni les variations temporelles de l'émissivité, ni les phénomènes d'interférences, ne peuvent être observés.

- **Palier de température de 5 heures à 1000°C**

Les valeurs d'émissivité spectrale dans le proche IR pour un cycle de chauffage de 5 heures sont présentées sur la Figure 94 avec une mesure réalisée toutes les 30 minutes. Les incertitudes calculées à partir de l'équation 58 sont également représentées.

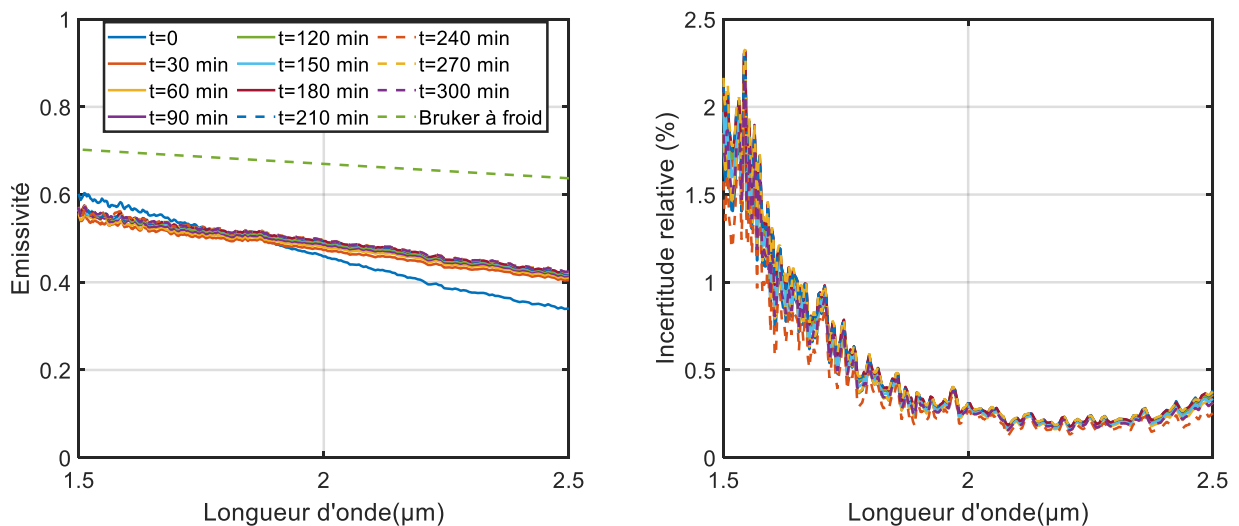


Figure 94 : Emissivité de l'Inconel 625 à 1000°C dans le proche IR en fonction du temps de chauffage

Ces courbes montrent une fois de plus le peu d'influence du temps de chauffage sur l'émissivité à 1000°C, corroborant une nouvelle fois l'opacité de l'oxyde. Les allures observées entre les mesures à chaud et post-mortem sont similaires mais un écart important est observé.

Cet effet peut également être causé par l'effet de la température sur l'émissivité. L'incertitude-type calculée est également faible avec des valeurs sous les 2.5% quels que soient le temps ou la longueur d'onde. Cependant, comme expliqué dans les commentaires de la Figure 78, cette incertitude ne prend pas en compte les effets de température. Elle sera donc en réalité plus élevée.

b. Mesures dans le moyen infrarouge

• Paliers de température d'une heure

Les valeurs d'émissivité mesurées dans le moyen IR pour chaque filtre sont présentées sur la Figure 95.

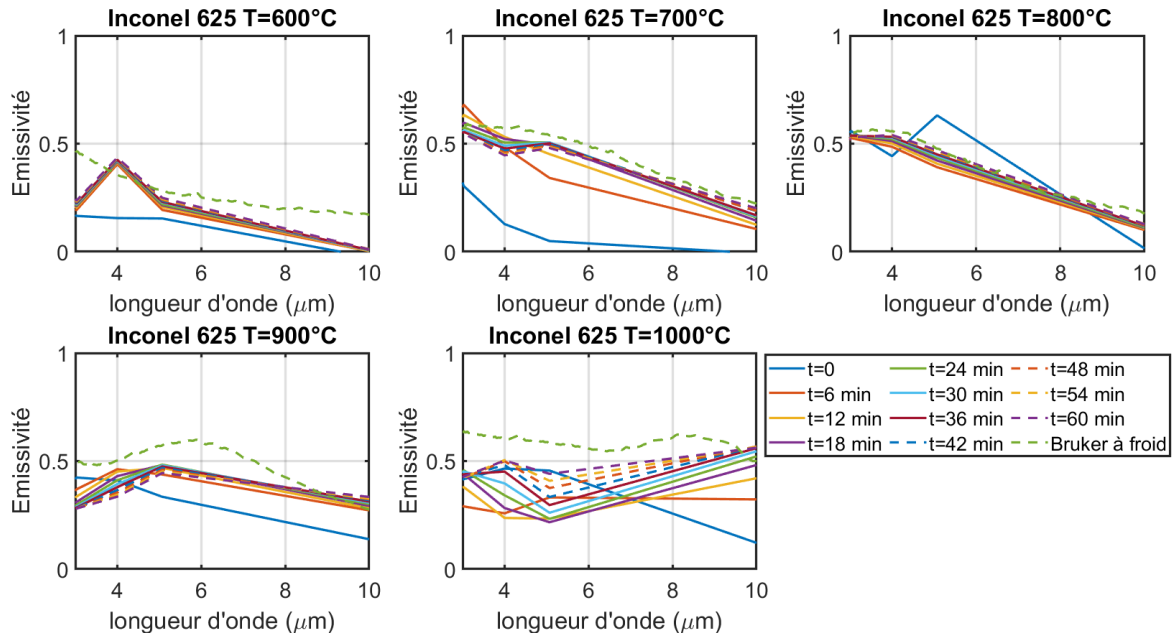


Figure 95 : Emissivité de l'Inconel 625 dans le moyen IR en fonction de la température et du temps de chauffage

Les décrochements aux temps initiaux sont expliqués par des problèmes de régulations amenant des calculs d'émissivité biaisés. Pour une température de 600°C, les valeurs de l'émissivité en bande III sont si faibles (largement en-dessous de l'incertitude de mesure), qu'elles ont été forcées à une valeur minimale de 0.

Contrairement à ce qui est observé dans la bande NIR, le temps de chauffage influe d'avantage sur les valeurs d'émissivité à haute température. Il est également à noter une forte augmentation de l'émissivité en fonction de la température et du temps de chauffage à 10 μm qui pourrait attester de la présence d'une bande de forte opacité aux alentours de cette longueur d'onde.

La valeur mesurée à 3 μm présente un écart significatif avec la valeur mesurée post-mortem, probablement liée à une erreur de mesure. Les valeurs mesurées à 700 et 800°C s'accordent plutôt bien avec les valeurs mesurées sur les pastilles à froid. Les valeurs à 900°C présentent un certain écart en bande II mais les allures sont assez similaires (avec un maximum présent autour de 5-6 μm) dans l'ensemble de la gamme spectrale.

De plus, les valeurs observées à 10 μm sont quasiment identiques. Les valeurs observées à 1000°C s'accordent bien en bande III selon les deux moyens de mesure mais un écart est observé en bande II.

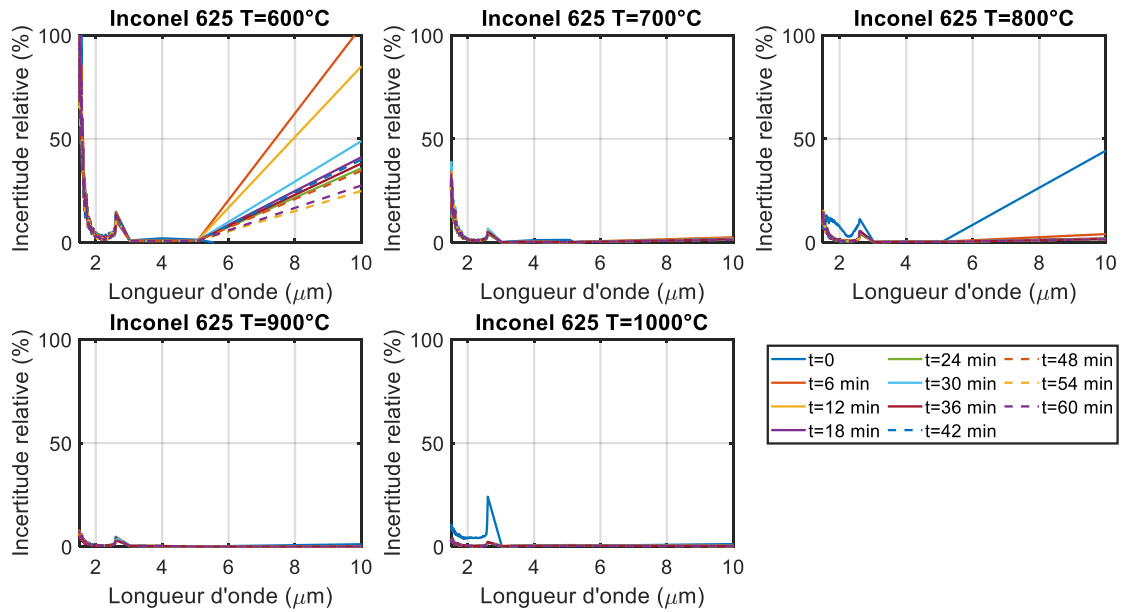


Figure 96 : Incertitude provoquée par le bruit de mesure sur l'émissivité de l'Inconel 625 dans le moyen IR

Les incertitudes calculées sont faibles dans l'ensemble des gammes thermiques et spectrales mis à part à 600°C et 10 μm ce qui explique les valeurs aberrantes observées précédemment. Cette incertitude importante s'explique par un problème de régulation avec une température de pastille inférieure à 600°C amenant une émissivité tendant vers 0.

- **Palier de température de 5 heures à 1000°C**

Les valeurs d'émissivité spectrale dans le moyen IR pour un cycle de chauffage de 5 heures sont présentées sur la Figure 97 avec une mesure réalisée toutes les 30 minutes. Les incertitudes calculées à partir de l'équation 59 sont également représentées.

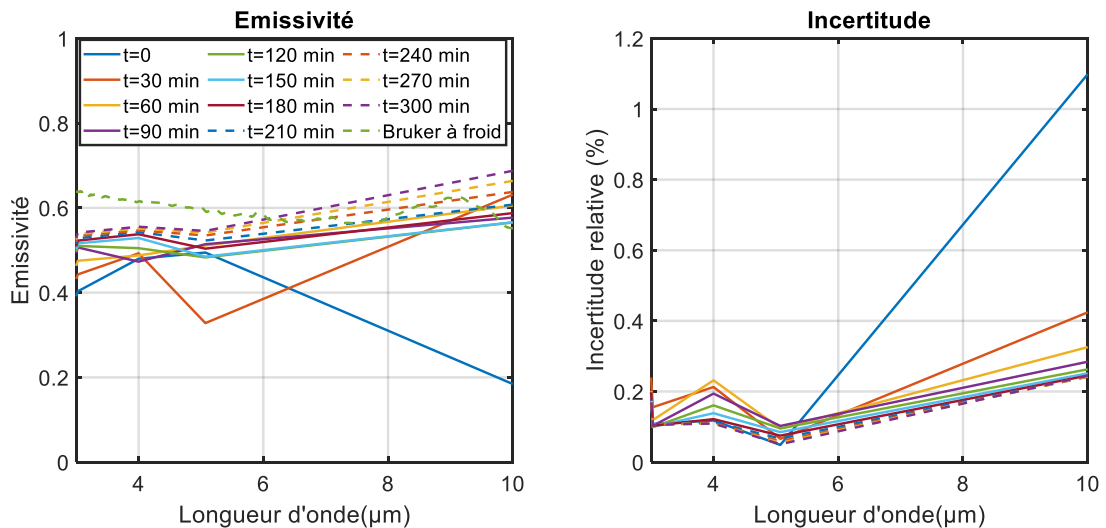


Figure 97 : Emissivité de l'Inconel 625 à 1000°C dans le moyen IR en fonction du temps de chauffage

Une croissance de l'émissivité est observée en fonction du temps de chauffage, particulièrement à 10 μm , ce qui confirme les essais de chauffage réalisés à 1000°C pour un temps de cycle d'une heure. Les décrochements aux temps initiaux correspondent à un problème de régulation et donc de stabilité en température.

Un écart significatif est observé en bande II entre les mesures à chaud et les mesures post-mortem tandis que celles observées en bande III sont du même ordre de grandeur. Les incertitudes observées sont quant à elles assez faibles avec une valeur maximale observée de 1.2%. L'évolution de l'émissivité en fonction du temps pour chaque filtre est présentée sur la Figure 98.

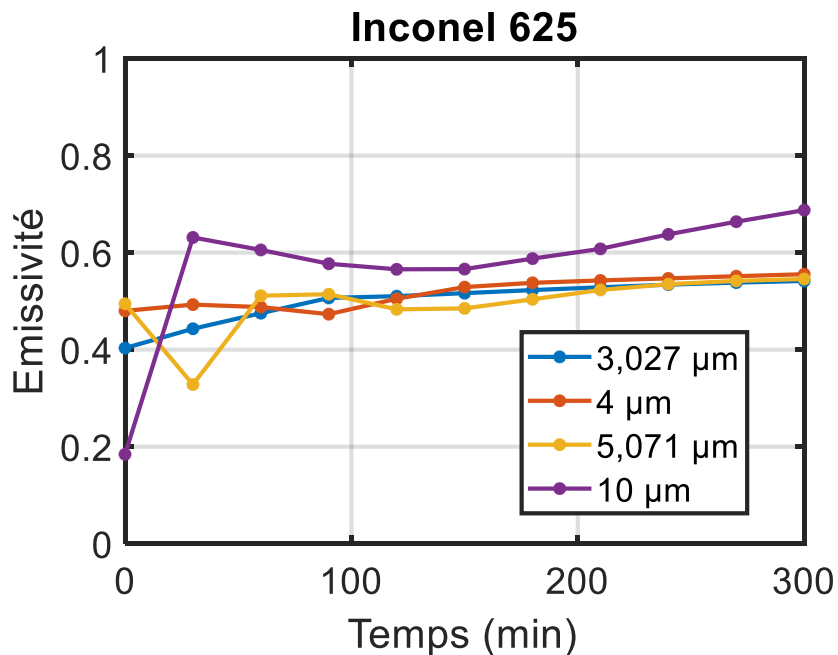


Figure 98 : Emissivité de l'Inconel 625 à 1000°C dans le moyen IR en fonction du temps de chauffage pour un cycle de 5 heures

Une augmentation légère et régulière de l'émissivité est observée à 4 et 5.071 μm en fonction du temps de chauffage. Le point de mesure réalisé à un temps de 30 minutes peut être considéré comme aberrant au regard des résultats observés pour un temps de cycle d'une heure.

L'évolution de l'émissivité à 3.071 μm suit deux régimes : une croissance linéaire durant les 90 premières minutes puis une stabilisation au-delà. L'évolution observée à 10 μm montre d'abord une forte croissance durant les 30 premières minutes, puis une légère diminution jusqu'à 120 minutes et enfin une augmentation significative jusqu'à 300 minutes de chauffage.

Globalement, le comportement de l'oxyde formé lors du chauffage sous air de l'Inconel 625 induit de faibles variations de l'émissivité en BI et BII, ainsi qu'un caractère « gris » qui se renforce (aplatissement des spectres en BII). L'opacité est ainsi rapidement atteinte, et ce même pour de faibles épaisseurs. En BIII, les variations sont plus importantes, ce qui peut être la signature d'un type d'oxyde en formation.

3.2.3. Calcul d'une émissivité intégrée

Les valeurs d'émissivités intégrées de l'Inconel 625 en fonction du temps de chauffage pour un cycle d'une heure et confrontées à celles réalisées post-mortem sur le spectromètre Bruker® Vertex 70 sont présentées sur la Figure 99.

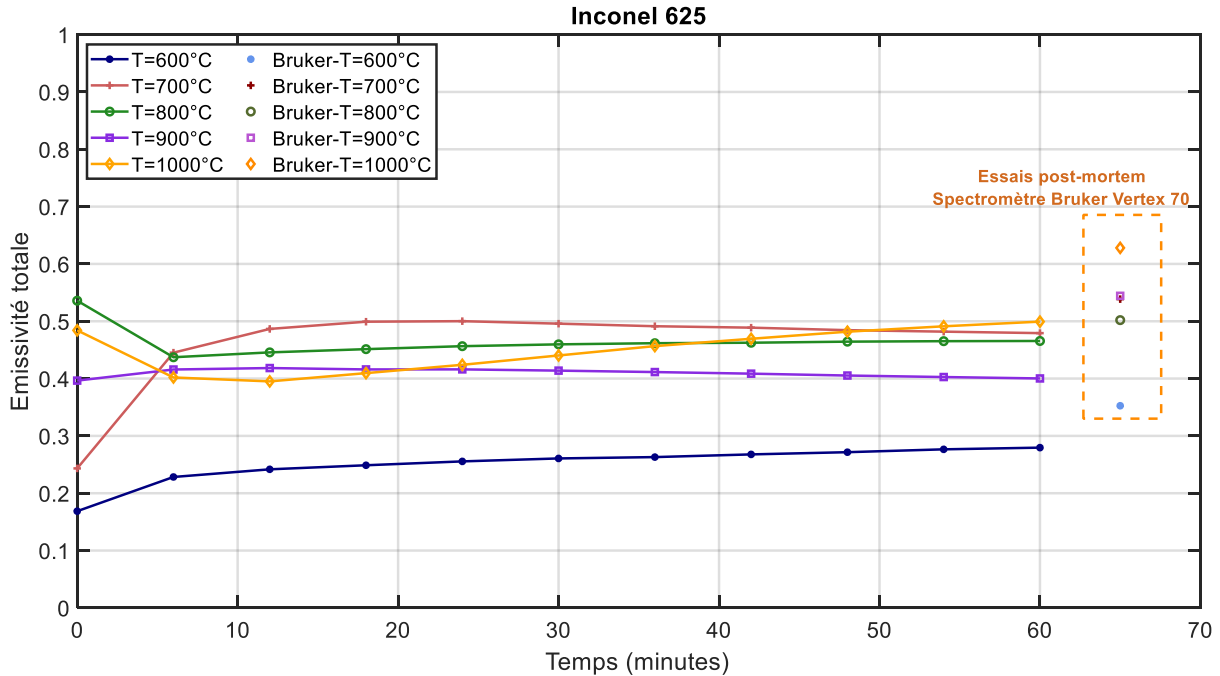


Figure 99 : Emissivités intégrées de l'Inconel 625 en fonction de la température et du temps de chauffage pour un cycle de chauffage d'une heure

L'émissivité totale à toutes les températures présente des variations faibles en fonction du temps de chauffage, en cohérence avec ce qui a été noté sur les valeurs spectrales. Un décalage systématique est observé entre les valeurs à chaud et les valeurs post-mortem, ce qui induit une assez forte influence de la température sur l'émissivité.

Des valeurs assez proches sont observées à 600°C malgré les valeurs aberrantes observées en bande III. Cet effet est une conséquence du « lissage » induit par l'intégration spectrale, qui de plus privilégie certaines longueurs d'onde (3.3 μm pour 600°C selon la loi de Wien), déjà traité dans le chapitre précédent. La validité du calcul d'émissivité intégrée dépend donc particulièrement de la justesse des mesures spectrales réalisées en bande II.

Les émissivités intégrées calculées à 1000°C pour un temps de chauffage de 5 heures sont présentées sur la Figure 100.

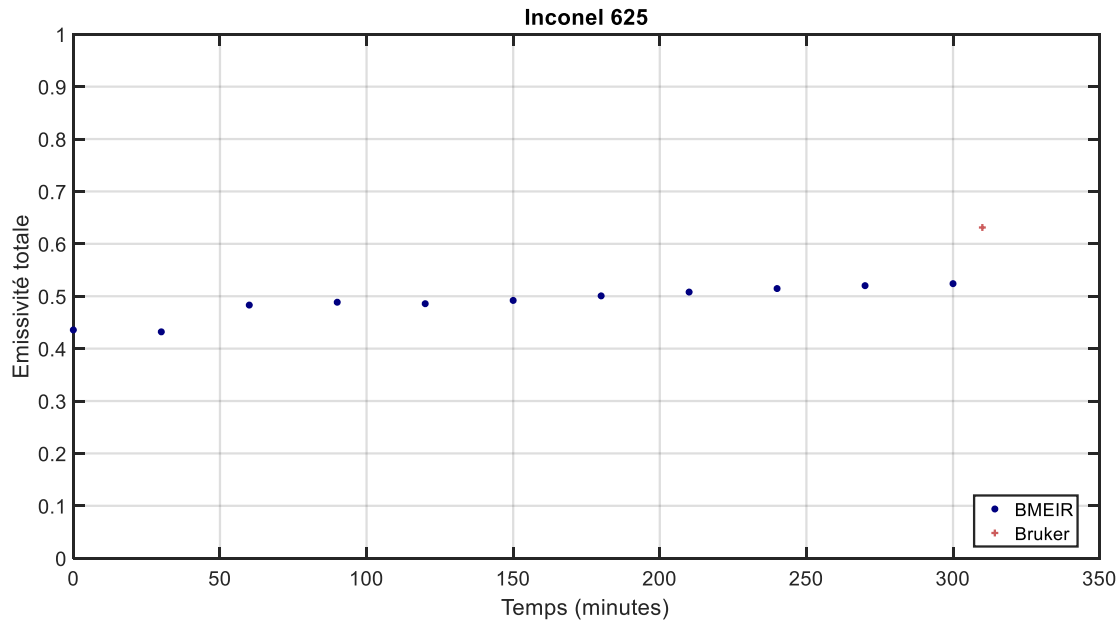


Figure 100 : Emissivités intégrées de l’Inconel 625 en fonction de la température et du temps de chauffage pour un cycle de chauffage de 5 heures

Les variations observées au-delà d’un temps de chauffage de 60 minutes sont assez faibles, attestant de nouveau de l’opacification précoce de la couche d’oxyde. Un écart de 15% est constaté entre la valeur mesurée à chaud pour un temps de 300 minutes et pour la valeur mesurée post-mortem.

Cet écart est cohérent à la vue des différences observées pour les valeurs spectrales en bande I et bande II. Il est également à relativiser au vu des différents moyens de mesure utilisés ainsi que l’effet de la température non pris en compte dans les mesures réalisées sur le spectromètre IRTF.

Les émissivités calculées en fin de chauffage sont comparées aux émissivités mesurées sur les pastilles post-mortem ainsi qu’à des valeurs issues de la littérature (Figure 101).

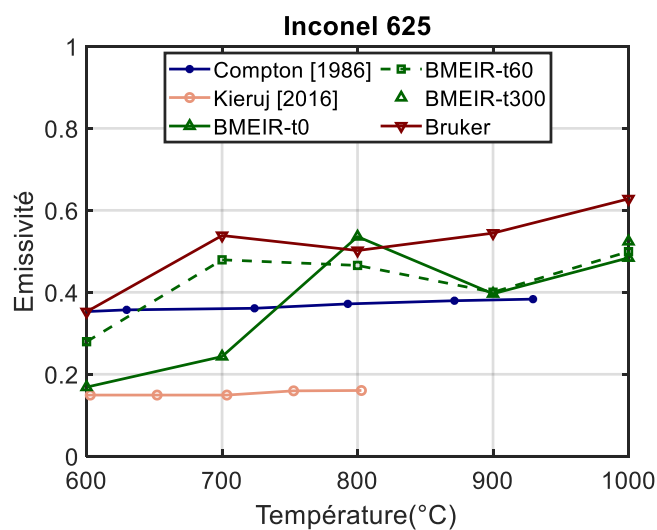


Figure 101 : Comparaison des émissivités intégrées de l’Inconel 625 en fin de chauffage avec la littérature[139][140]

Contrairement aux mesures réalisées sur le banc BMEIR, les courbes issues de la littérature montrent une faible variation de l’émissivité avec la température. Elles sont cependant réalisées sous vide dans

les travaux de Compton ou sur des temps courts dans les travaux de Kieruj et ne tiennent donc pas compte du développement de la couche d'oxyde. Comme vu précédemment, **les valeurs mesurées à chaud et à froid après essai montrent un bon accord jusqu'à 800°C.**

3.3.Conclusion partielle

Des mesures d'émissivité spectrales et intégrées sur du TA6V et de l'Inconel 625 ont été détaillées dans ce chapitre. Les mesures réalisées sur le TA6V à haute température ($\geq 800^{\circ}\text{C}$) ont montré un bon accord avec les valeurs de référence réalisées post-mortem sur le spectromètre Bruker® Vertex 70.

Des écarts plus importants ont été notés à 600 et 700°C. La **semi-transparence** de la couche d'oxyde à 700°C a également été mise en évidence sur des temps caractéristiques de 20 minutes. L'influence moindre du temps de chauffage sur l'émissivité avec la température a également été notée.

Des analyses *ex situ* de la couche d'oxyde formée après essai ont également été réalisées. Elles ont permis de mettre en évidence une **influence importante de l'épaisseur de la couche d'oxyde sur les valeurs d'émissivité.**

Les mesures réalisées sur l'Inconel 625 montrent quant à elles un bon accord avec les mesures de référence jusqu'à 800°C. Les écarts deviennent significatifs pour des températures supérieures et sont causés par les fortes différences observées dans les mesures d'émissivité spectrale en bande II. Les effets de semi-transparence ne sont pas observés contrairement au cas du TA6V. En effet, la nature de l'oxyde (chromine) permet une **opacification de la couche d'oxyde malgré des épaisseurs très faibles** (cf. Annexe 5).

Les écarts observés sont cependant à relativiser avec notamment des moyens de mesure totalement différents entre les mesures à chaud et les mesures de référence à froid. De plus, deux échantillons différents (1 pour la mesure avec fibre et 1 pour la mesure caméra IR) correspondant aux trois bandes spectrales sont utilisés pour chaque température.

L'oxydation des matériaux amène également une difficulté non présente dans le cas de matériaux ne s'oxydant pas comme le platine ou les mesures sous vide : l'apparition de pics en dehors des points de mesures dans le moyen IR causé par l'oxydation et donc difficiles à prendre en compte dans l'interpolation.

Une discrétisation des mesures dans les bandes II et III semble donc nécessaire dans le cas des matériaux s'oxydant pour des calculs d'émissivité totale. L'intégration spectrale permet cependant de lisser ces erreurs et d'obtenir des émissivités intégrées cohérentes et réalistes.

4. Développement d'une méthode de mesure RTC à haute température

4.	Développement d'une méthode de mesure RTC à haute température	114
4.1.	Etat de l'art sur la mesure de la RTC	117
4.1.1.	Définition de la RTC	117
4.1.2.	Facteurs d'influence de la RTC	120
4.1.3.	Revue des moyens de mesure de la RTC à haute température	121
a.	Mesures en régime permanent	122
b.	Mesures en régime transitoire	127
4.1.4.	Comparaison et choix de la méthode.....	129
4.2.	Développement d'un banc de mesure de la RTC	131
4.2.1.	Dimensionnement de la géométrie des éprouvettes.....	131
a.	Couples de matériaux de l'étude	131
b.	Méthode de calcul de la RTC	132
c.	Données d'entrée et conditions aux limites.....	133
4.2.2.	Conception du dispositif.....	137
4.2.3.	Dimensionnement de l'isolation	140
a.	Hypothèses et simplifications.....	140
b.	Détermination des résistances thermiques	140
c.	Détermination du rayon critique de l'isolant	141
d.	Calcul de la résistance équivalente pour plusieurs matériaux.....	142
e.	Détermination du flux de chaleur et de la température de surface de l'isolant.....	143
f.	Mise en œuvre de l'isolant	144
4.2.4.	Influence de la longueur du barreau supérieur sur la température de l'échantillon..	145
4.3.	Instrumentation du banc.....	148
4.3.1.	Influence de la position des thermocouples	148
4.3.2.	Influence du diamètre des thermocouples sur le champ de température	149
4.3.3.	Mesure des températures sur l'échantillon et sur les barreaux	152
a.	Mesure de température sur l'échantillon	152
b.	Mesure de température sur les barreaux	153
4.3.4.	Influence de la fibre optique sur la mesure de flux pour les barreaux de béton.....	154

4.3.5. Vérification de la position des thermocouples par tomographie	158
4.4. Conclusion partielle	159

La résistance thermique de contact (RTC) est une grandeur fondamentale dans tous les procédés de formage à chaud. Elle impacte, par exemple, directement les échanges de chaleur entre la tôle et l'outil durant un cycle de formage. Comme cela a été présenté de manière simplifiée dans l'introduction, la RTC est cependant une grandeur complexe à maîtriser et à estimer compte tenu des nombreux paramètres l'influençant [144] (état de surface, pression, température, propriétés thermiques, propriétés mécaniques, atmosphère...), mais également de ses ordres de grandeurs très faibles.

Les premiers travaux traitant de la RTC remontent à 1930 pour des applications cryogéniques sous vide [144]. Les effets de la température et de la pression de contact sur la RTC ont notamment été mis en évidence. Les effets convectifs du gaz interstitiel sur la RTC ont ensuite été décrits par plusieurs travaux issus de l'industrie aéronautique entre 1940 et 1955 [144][145]. Les premiers modèles de RTC ont par la suite été établis entre 1950 et 1970 grâce aux travaux réalisés notamment pour des applications nucléaires [144][146][147].

De nombreux travaux ont ensuite été faits par la NASA entre 1960 et 1985 pour des applications spatiales sous vide avec des contacts métal/métal à basse pression de contact [148]. L'industrie microélectronique reste cependant le pourvoyeur principal des travaux réalisés sur la RTC depuis 1970 [144].

En effet, les nombreuses interfaces présentes dans les systèmes nécessite de maximiser la conductance thermique entre les différents éléments en contact. Ceci a justifié le nombre important d'études réalisées jusqu'à ce jour [146][149][150][151].

Le développement de la simulation numérique dans les procédés de mise en forme a également amené un besoin croissant de connaissance de cette grandeur. La RTC devient cependant très compliquée à mesurer à haute température et seuls quelques travaux ont été réalisés pour des températures supérieures à 700°C [152][153].

Il n'existe pas non plus d'essai normalisé permettant la mesure de RTC dans des conditions de référence. Les valeurs de RTC pour un couple de matériaux donné et pour des conditions expérimentales spécifiques sont donc difficiles, voire parfois impossible à trouver dans la littérature. Ainsi, compte tenu du besoin de données pour notre étude sur des contacts à la fois métal (TA6V ou Inconel 625)/métal (Inox 310) et métal (TA6V ou Inconel 625)/béton réfractaire à haute température [500 ; 1000]°C, et de l'absence de données correspondantes dans la littérature, **il a été décidé de mettre en œuvre un banc de mesure dédié à la mesure de la RTC à haute température.**

Ce banc a donc pour objectif de pouvoir opérer sur une gamme thermique assez large afin de couvrir différents types de procédés de mise en forme, mais également de pouvoir mesurer la RTC sur des contacts de natures différentes : métal/métal ou métal/céramique. Les 4 couples de matériaux de l'étude ainsi que les limites de température et de pressions ciblées sont récapitulés dans le Tableau 25.

Outil	Echantillon	Pression	Température
Béton	TA6V	[0.1 ; 4] MPa	[450 ; 1000]°C
	Inconel 625		
Inox 310	TA6V		
	Inconel 625		

Tableau 25 : Couples de matériaux et conditions d'essai pour la mesure RTC

4.1. Etat de l'art sur la mesure de la RTC

4.1.1. Définition de la RTC

La résistance thermique de contact peut être définie comme une grandeur traduisant l'imperfection d'un contact entre deux corps [78]. Ces imperfections peuvent être d'origine microscopique et donc provoquées par les rugosités de surface, mais elles peuvent également découler de défauts macroscopiques tels que les défauts de planéité. La surface de contact réelle est donc souvent bien inférieure à la surface de contact nominale. A titre d'exemple, les métaux présentent en général une surface de contact réelle de l'ordre de 2% de la surface nominale [146]. Ces imperfections de surface sont illustrées sur la Figure 102.

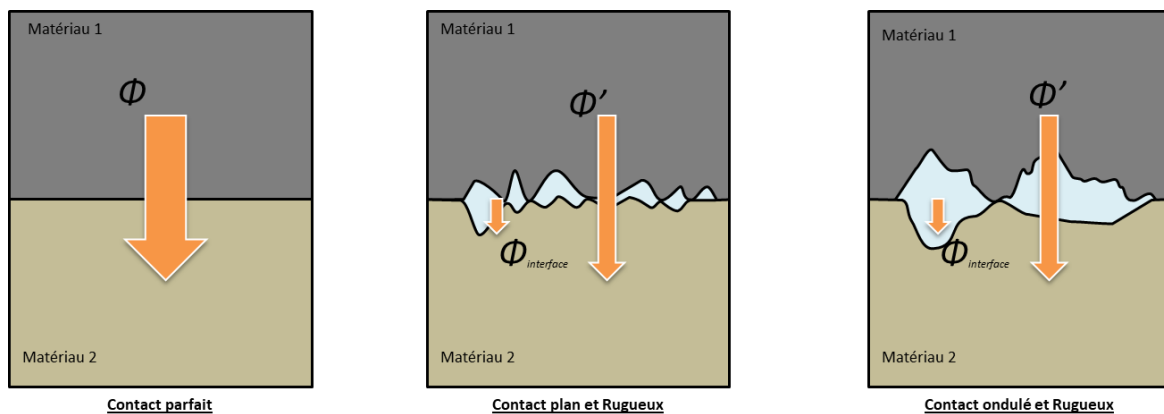


Figure 102 : Illustration des aspérités de surface responsables de l'apparition de la RTC

Ces interstices, présents à la frontière entre les deux matériaux, sont en général remplis d'air ayant une conductivité thermique très faible [154] ($k = 0.026 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ à 25°C). Dans certaines applications, les aspérités du contact peuvent renfermer différents gaz industriels Ag ou N voire le vide (applications spatiales notamment).

Des zones d'isolation thermique sont donc créées entre les deux matériaux et il en résulte alors une chute de température à l'interface. Cet effet sur les températures d'interface est illustré sur la Figure 103.

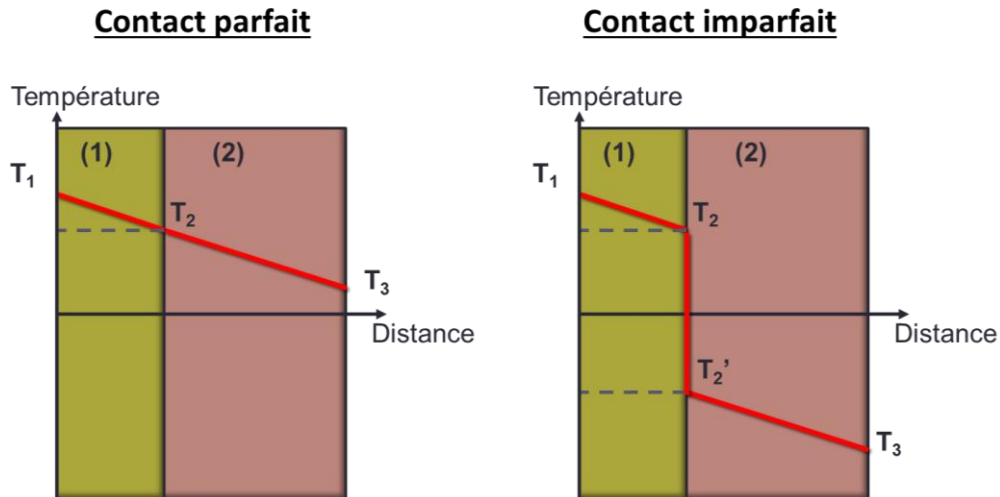


Figure 103 : Gradient de température à l'interface créé par la RTC

La densité de flux de chaleur étant une grandeur conservatrice, la RTC peut donc s'écrire de la manière suivante :

$$RTC = \frac{\Delta T}{\varphi} \text{ en } m^2.K.W^{-1} \quad (60)$$

Avec : φ le flux surfacique traversant ($W.m^{-2}$) et ΔT le saut de température entre les deux surfaces à l'interface en °C.

Un coefficient de transfert ou *conductance de contact* défini comme l'inverse de la RTC peut également s'écrire comme suit :

$$h_c = \frac{1}{RTC} = \frac{\varphi}{\Delta T} \text{ en } W.m^{-2}.K^{-1} \quad (61)$$

Il est à noter que ce coefficient a la même unité qu'un coefficient d'échange convectif ou radiatif.

La RTC est une grandeur caractérisant principalement un transfert conductif. L'existence d'aspérités avec un gaz interstitiel implique cependant des transferts radiatifs et convectifs au sein de celles-ci. Les transferts convectifs sont souvent négligés au regard de la faible longueur caractéristique empêchant un échange convectif significatif [146]. Ils peuvent parfois être pris en compte dans le cas de contacts à basse pression ou lors de défauts macroscopiques importants à l'interface.

Les échanges radiatifs sont quant à eux en général négligés en dessous de 300°C, mais sont parfois pris en compte pour un gradient thermique d'interface important ou dans le cas d'un contact entre matériaux métalliques peu conducteurs [146]. Le coefficient de transfert s'écrit alors de la manière suivante :

$$h = h_c + h_{rd} + h_{cv} \text{ en } W.m^{-2}.K^{-1} \quad (62)$$

Avec h_c représentant la conductance d'origine conductive, h_{rd} la conductance radiative, h_{cv} la conductance convective 'inter-aspérités'.

D'autres formulations de la RTC ont également été définies dans différentes études pour des configurations particulières données. Ces modèles empiriques ou semi-empiriques prennent souvent en compte l'aspect géométrique représenté par une fonction ou un terme de constriction représentant la surface réelle de contact par rapport à la surface nominale (Figure 102).

L'aspect thermique [146] (permanent, transitoire, axisymétrique...), le type de constriction [146] (circulaire [155], conique [156], rectangulaire [157]...) ainsi que la déformation des matériaux aux interfaces [155] (élastique, plastique) sont également pris en compte.

La détermination de la RTC à partir de ces modèles reste cependant ardue car elle nécessite une parfaite connaissance des propriétés des matériaux en présence mais également de la surface de contact réelle ainsi que le type de déformation associée.

A titre d'exemple, le modèle CMY (Cooper-Mikic-Yovanovich) étant l'un des premiers modèles établis pour un contact métal-métal sous vide et ayant inspiré de nombreux travaux, permet d'écrire la conductance de la manière suivante [158] :

$$h_c = \frac{2 * k_s * n * a}{\left(1 - \sqrt{A_r/A_a}\right)^{1.5}} \quad \text{en } W.m^{-2}.K^{-1} \quad (63)$$

Avec k_s la conductivité thermique moyenne des deux surfaces en contact en $W.m^{-1}.K^{-1}$, n la densité des points de contact, a le rayon de contact en mètres, A_r/A_a le rapport des surfaces de contact réelle (A_r) et apparente (A_a).

Pour une déformation plastique, les différents termes s'écrivent alors de la manière suivante :

$$\left\{ \begin{array}{l} A_r/A_a = 0.5 * \operatorname{erfc}\left(\frac{\lambda}{\sqrt{2}}\right) \\ n = \frac{1}{16} * \left(\frac{m}{\sigma}\right)^2 * \frac{\exp(-\lambda^2)}{\operatorname{erfc}\left(\frac{\lambda}{\sqrt{2}}\right)} \\ a = \sqrt{\frac{8}{\pi}} * \left(\frac{\sigma}{m}\right) * \exp\left(\frac{\lambda^2}{2}\right) * \operatorname{erfc}\left(\frac{\lambda}{\sqrt{2}}\right) \\ k_s = \frac{2 * k_1 * k_2}{k_1 + k_2} \end{array} \right. \quad (64)$$

Avec k_1 et k_2 les conductivités de chaque matériau, $\sigma = \sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2}$ la rugosité moyenne, $m = \sqrt{m_1^2 + m_2^2}$ la pente moyenne associée aux aspérités de surface et λ un nombre adimensionnel représentant la séparation moyenne relative des deux plans.

Un autre modèle de référence développé par Mikic [155] et également repris et adapté par de nombreux auteurs permet, quant à lui, de lier les paramètres géométriques aux propriétés mécaniques :

$$\begin{cases} h_c(\text{plastique}) = 1.13 * k_s * \frac{m}{\sigma} * \left(\frac{P}{H + P} \right)^{0.94} \\ h_c(\text{élastique}) = 1.55 * k_s * \frac{m}{\sigma} * \left(\frac{P\sqrt{2}}{E * m} \right)^{0.94} \end{cases} \text{ en } W.m^{-2}.K^{-1} \quad (65)$$

Avec P la pression de contact (MPa), H la dureté (MPa) et E le module d'Young (MPa). Une illustration du modèle de Mikic pour des déformations élastique et plastique est donnée sur la Figure 104.

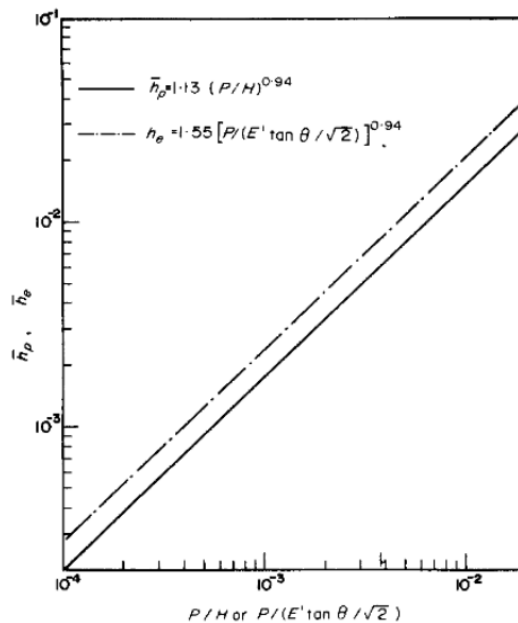


Figure 104 Conductances adimensionnées pour des déformations élastique (h_e) et plastique (h_p) ; contacts métal/métal sous vide [155]

Ces courbes montrent bien une évolution quasi-linéaire de la conductance selon la pression de contact quel que soit le type de déformation.

4.1.2. Facteurs d'influence de la RTC

- **Pression de contact**

La pression de contact reste le paramètre le plus étudié, particulièrement dans les procédés de mise en forme. En effet, les résultats de conductance ou de RTC correspondants déterminés sont souvent fournis sous forme de courbes en fonction de la pression. Une augmentation de la conductance correspondant à une baisse de la RTC est en général observée avec la croissance de la pression de contact.

Les tendances observées sont généralement une conductance augmentant souvent linéairement avec la pression de contact [159][160]. Des plateaux correspondants à un écrasement des rugosités sont parfois observés particulièrement à basse pression (<6 MPa) [161]. Cette pression de contact va également gouverner le type de déformation à l'interface.

- **Etat de surface**

L'effet des rugosités de surface, qui est également lié à la pression de contact, est indéniable [162][163]. Une croissance de la RTC est en général observée avec la multiplication des aspérités de surface. Un écrasement de ces rugosités augmente la surface de contact et permet de diminuer significativement la RTC. Les rugosités de surface ont également une influence significative sur les échanges convectifs et radiatifs à l'interface [146]. En effet, la surface correspondant aux interstices présente souvent un ordre de grandeur de 2 à 4 fois celle de la surface de contact réelle [146].

Il en résulte une longueur caractéristique suffisante pour un échange convectif non négligeable particulièrement à basse température et pour des matériaux à conductivités thermiques faibles. Les facteurs de forme dans les aspérités vont quant à eux directement impacter les échanges radiatifs.

- **Température**

La température est également un paramètre majeur de l'échange thermique à l'interface [164][146]. En effet, les propriétés mécaniques (module d'Young...) et thermiques (conductivité thermique) présentent une dépendance à la température affectant directement la valeur de la RTC. Elle influence également l'état de surface dans le cas des métaux avec une oxydation modifiant les rugosités de surface [165]. L'échange radiatif est également directement lié à la température. Il est en général négligé pour des températures inférieures à 300°C [146]. Certaines publications ont même montré un effet négligeable jusqu'à 580°C [166].

- **Conductivité thermique**

Certains auteurs ont montré une diminution de la RTC lorsque la conductivité thermique augmente [167][146]. Celle-ci va favoriser la part de l'échange conductif sur l'échange total, et rendre négligeable les parts radiatives et convectives.

- **Temps et atmosphère**

Le temps de chauffage et l'atmosphère vont directement influencer l'état de surface des métaux via l'oxydation et vont donc indirectement impacter la valeur de RTC. Les effets convectifs sont quant à eux directement liés à la nature du gaz interstitiel [146].

- **Revêtements**

Les revêtements jouent également un rôle prépondérant dans l'échange thermique à l'interface[168][169]. En effet, ils vont directement modifier l'aspect géométrique ainsi que la conductivité thermique moyenne à l'interface. Ils peuvent également avoir un impact sur l'échange radiatif à haute température avec une augmentation ou une diminution de l'émissivité de surface.

4.1.3. Revue des moyens de mesure de la RTC à haute température

La détermination expérimentale de la RTC est en général réalisée sur des contacts plan-plan[170]. Plusieurs techniques dont le choix dépend de la nature du contact ainsi que l'aspect temporel (permanent ou transitoire) existent. L'approche du régime permanent est considérée comme fiable et donne en général de bons résultats [170][146].

Elle est cependant souvent associée à des temps d'essais longs. L'approche du régime transitoire permet de réduire significativement le temps d'essai mais la détermination de la RTC devient cependant plus complexe. En effet, la RTC qui est dans ce cas déterminée par méthode inverse [171] demande souvent l'utilisation d'algorithmes plus complexes [170] et s'avère très sensible aux conditions aux limites tant thermiques que mécaniques.

a. Mesures en régime permanent

- Revue des méthodes de mesure en régime permanent

Plusieurs méthodes de mesures existent en régime permanent selon le type de contact étudié [170]. Ces méthodes sont très diversifiées avec des applications allant des couches minces jusqu'à des échelles macroscopiques. Quelques exemples de méthodes sont présentés dans cette partie.

Les mesures par spectroscopie Raman [172] se prêtent par exemple particulièrement bien à la mesure entre un échantillon et un substrat [173][174] (Figure 105). Elles sont en général utilisées pour des matériaux très conducteurs tels que le graphène. Un laser est utilisé pour irradier la partie centrale de l'échantillon et la lumière réfléchi par celui-ci est captée par un spectromètre Raman.

La différence de fréquence entre les flux incident et réfléchi, appelée décalage Raman [172] permet d'identifier le comportement de l'interface. Cette technique nécessite cependant des épaisseurs très fines, une instrumentation très fournie et est assez complexe à mettre en œuvre. La mesure optique rend également compliquée l'application d'un effort homogène sur l'assemblage.

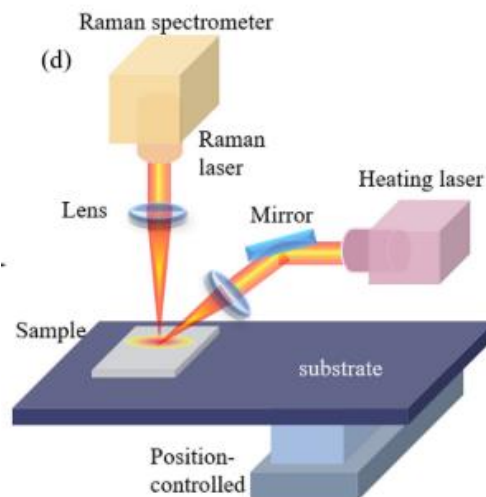


Figure 105 : Mesure par spectrométrie Raman [170]

Les mesures par micro-thermométrie [175][176] (Figure 106) permettent par exemple de mesurer la RTC entre les constituants d'un tapis de nanotubes de carbone [177]. Le principe de la mesure est de suspendre l'échantillon entre deux thermo-résistances noyées dans des membranes en SiNx. L'une de ces résistances sert d'élément chauffant tandis que l'autre sert de capteur.

Un courant est appliqué sur l'élément chauffant et l'augmentation de la température sur les résistances de détection est alors directement liée aux propriétés thermiques de l'échantillon, et

donc à la RTC entre les constituants. Cette méthode est applicable uniquement pour les nanostructures et non utilisable pour des applications de mise en forme car elle conduirait à la mesure de la conductivité thermique dans le cas d'un matériau continu.

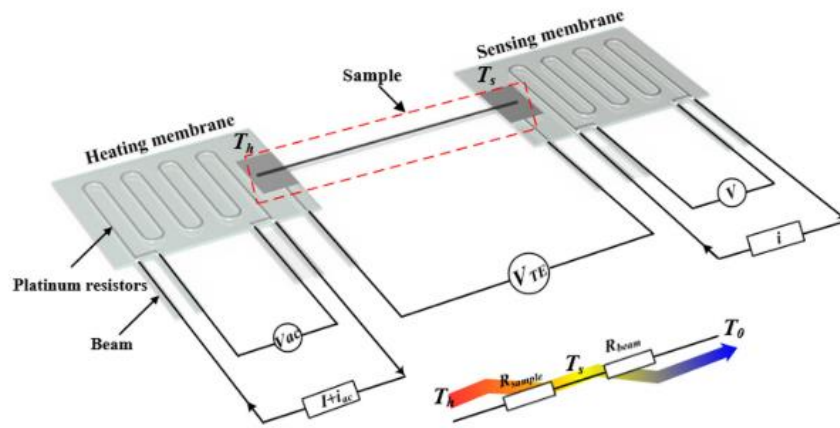


Figure 106 : Principe de mesure de la RTC par micro-thermométrie [170]

D'autres techniques sont utilisées pour caractériser les nanostructures telles que les méthodes de type T[178] (Figure 107). Celles-ci font appel au même principe que la micro-thermométrie mais l'échantillon est ici suspendu entre un fil chaud et un dissipateur thermique.

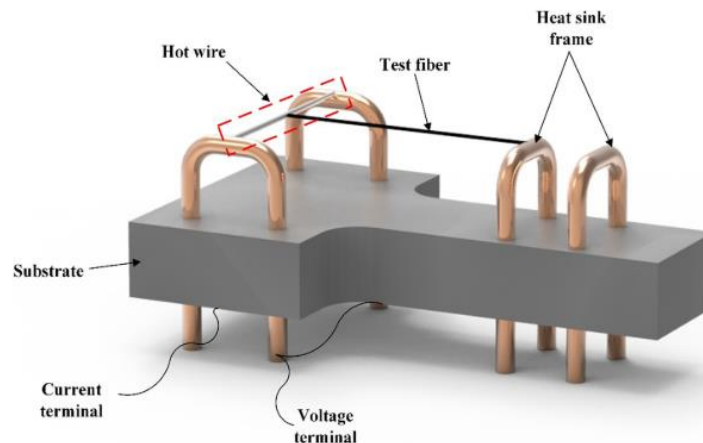


Figure 107 : Principe de mesure de la méthode de type T [170]

Les méthodes de mesures conventionnelles en régime permanent sont en général une application directe de la définition de la RTC (équation 60). Les deux matériaux dont l'interface est étudiée sont mis en contact et alignés verticalement. Une instrumentation est conçue pour déterminer le flux de chaleur traversant à la frontière. Ces méthodes nécessitent en général un flux de chaleur 1D car les mesures réalisées en 2D ou 3D augmentent significativement l'erreur de mesure [179].

Cette méthode est également intrusive car le flux de chaleur est mesuré par des thermocouples insérés dans les échantillons. Une minimisation du nombre de capteurs ainsi que de leurs dimensions est donc de rigueur. Ces méthodes s'adaptent bien aux procédés de mise en forme mais présentent l'inconvénient d'être assez chronophages.

Les bancs développés récemment ont cependant significativement diminué les temps d'essais avec des mesures souvent réalisées en moins de 3 heures [170]. Quelques exemples de dispositifs illustrant la méthode de mesure « conventionnelle » sont décrits dans la partie suivante.

- **Exemples de bancs de mesure conventionnels**

A titre d'exemple, le banc développé par Zhang et al. [180] permet de réaliser des mesures de RTC à des températures légèrement supérieures à l'ambiante et pour des pressions allant jusqu'à 1.3 MPa (Figure 108). L'échantillon supérieur est chauffé uniformément tandis que l'extrémité de l'échantillon inférieur est maintenue à une température constante par un système de refroidissement à eau. Le dispositif est mis sous vide afin de supprimer les échanges convectifs. Il en résulte un flux de chaleur 1D dont la valeur est mesurée grâce à 4 thermocouples de 0.5 mm de diamètre.

Les températures de surface sont ensuite extrapolées en considérant un champ de température linéaire. La RTC en est ainsi déduite (Cf. équation 60). Ce banc permet de réaliser des mesures sur des échantillons métalliques conducteurs cylindriques de diamètre 25 mm et de hauteur 100 mm.

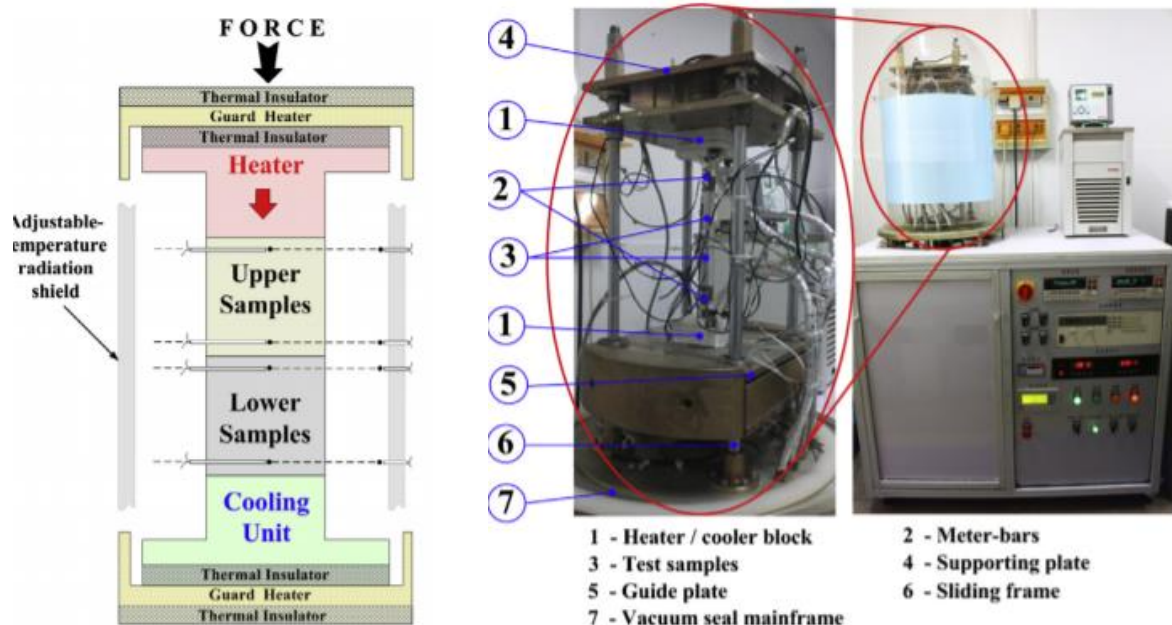


Figure 108 : Banc développé par Zhang et al. [180]

Le banc développé par Woodland et al. [181] permet de réaliser des mesures sous air jusqu'à une température de 60°C et des pressions allant jusqu'à 180 MPa (Figure 109). Les échantillons sont des rondelles en acier inoxydable d'un diamètre interne de 20 mm et d'une épaisseur de 4 mm entourant deux tubes constitués du même matériau.

La subtilité de cette méthode est de multiplier les interfaces afin de réduire l'incertitude de mesure sur la RTC. Cela impose cependant un contrôle rigoureux de l'alignement des rondelles étant donné que le moindre désalignement peut amener des divergences importantes sur les valeurs de RTC au vu des pressions imposées. Le montage est inséré dans une machine de traction INSTRON® 5500 permettant l'alignement et le contrôle précis de la pression imposée.

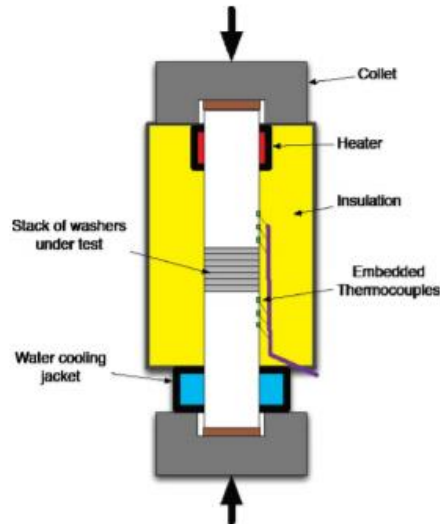


Figure 109 : Banc de mesure développé par Woodland et al.[181]

Le banc développé par Sponagle et Groulx permet des mesures sous air à des pressions comprises entre 0.16 et 2.8 MPa à une température de 60°C [182]. Ce montage s'applique à des assemblages en aluminium avec éventuellement une graisse conductrice à l'interface. Le but de ce banc est de maximiser le transfert de chaleur à l'interface pour des applications de micro-électronique. Les dimensions des échantillons ont été optimisées sous Comsol Multiphysics® afin de minimiser le gradient latéral.

La mesure du flux de chaleur se fait par l'intermédiaire de sondes de platine fixées sur la partie externe des échantillons. Les températures de surface sont extrapolées en considérant une distribution de température linéaire. La conductance à l'interface en est ensuite déduite. La pression est quant à elle ajustée manuellement par un étau ce qui permet d'avoir un dispositif peu encombrant et simple d'utilisation mais un réglage moins précis que dans une machine de traction. Un capteur de pression étalonné permet de mesurer la pression exacte.

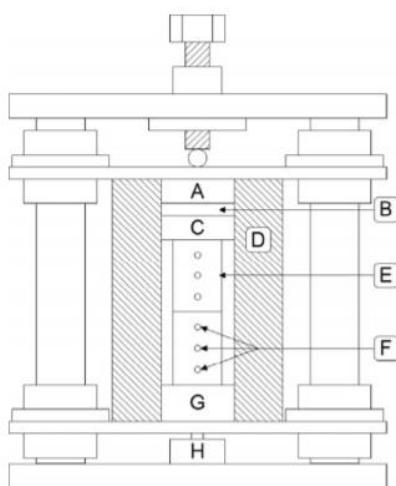


Fig. 4. Schematic of the experimental setup: (A) guard heater block, (B) Macor insulation, (C) experimental block heater, (D) insulation, (E) meter bars, (F) RTDs placed in holes, (G) heat sink, (H) load cell.



Figure 110 : Banc de mesure développé par Sponagle et Groulx [182]

Le banc du LET2E permettant des mesures de résistances électriques de contact (Figure 111) a été adapté pour des mesures de RTC dans le cadre des travaux de thèse de Guy Léon Kaza [183]. Comme pour les travaux de Woodland, un empilement est utilisé afin de minimiser l'incertitude sur la RTC.

Le chauffage est réalisé par deux poinçons en cuivre entourant l'empilement inséré dans une machine de traction MTS de capacité 5 kN. Un gradient thermique constant de 100°C est maintenu entre les deux poinçons. Ce banc permet des mesures sous air jusqu'à une température de 600°C et une pression de 90 MPa. La RTC est alors déterminée par la formule suivante :

$$RTC = \frac{1}{N_i} \left(\frac{\Delta T_{emp}}{q_m} - \frac{(N_e - 1)e_{ech}}{\lambda_{ech}(T_m)} \right) \quad \text{en } m^2.K.W^{-1} \quad (66)$$

Avec N_i le nombre d'interfaces dans l'empilement, ΔT_{emp} le gradient thermique aux extrémités de l'empilement, q_m le flux de chaleur traversant, N_e le nombre d'échantillons empilés, e_{ech} l'épaisseur de l'échantillon et λ_{ech} la conductivité thermique de l'échantillon à une température moyenne T_m .

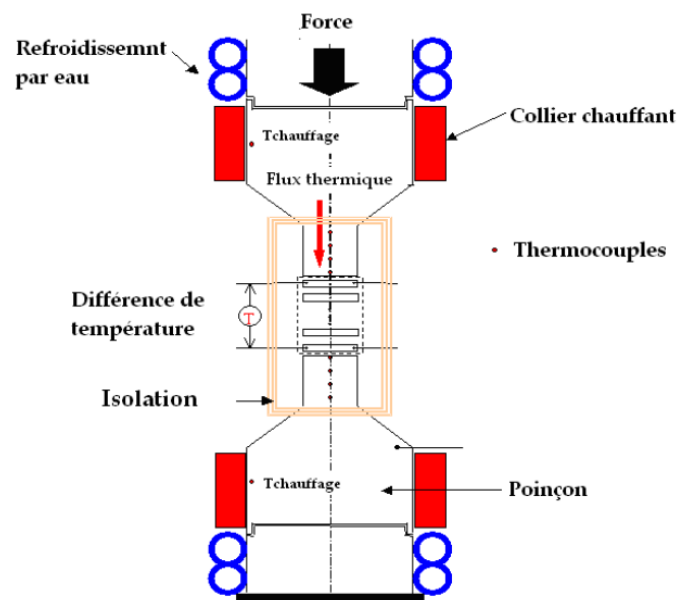


Figure 111 : Moyen de mesure développé par le LET2E [183]

Le banc développé par Liu et al. [184] permet également des mesures de RTC sous air jusqu'à 530°C et des pressions allant jusqu'à 3MPa. L'originalité de cette méthode est le couple de matériaux en présence avec un super alliage (Inconel 600) en contact avec un composite carbone/carbone à haute conductivité thermique. Une machine de traction Instron® 8874 est utilisée pour l'alignement et le contrôle de la pression.

La mesure du flux est réalisée par le biais de 4 thermocouples de type K insérés sur chaque matériau. Les températures d'interface sont ensuite déduites par régression linéaire à partir du flux de chaleur mesuré. Les RTC en sont ensuite déduites.

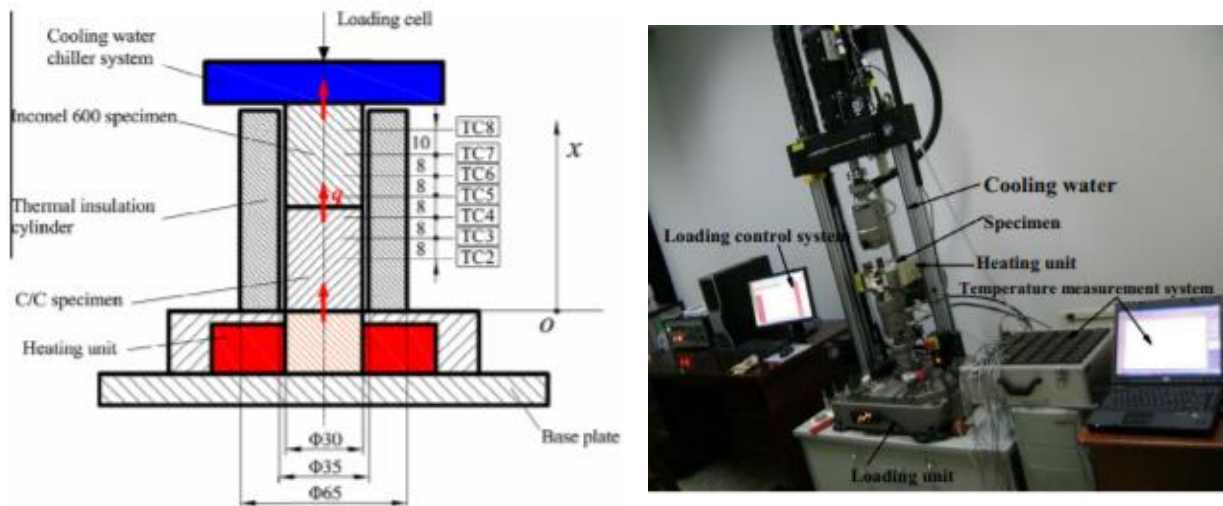


Figure 112 : Banc de mesure développé par Liu et al. [184]

Les principes de mesure par méthode conventionnelles sont donc assez **récurrents** dans l'ensemble des dispositifs observés. Quelques originalités sont observées telles que **la multiplication des interfaces** ou **la correction des conditions aux limites par éléments finis**. **Un soin particulier est apporté à l'alignement des matériaux en contact, ce qui incite le plus souvent les chercheurs à utiliser des machines de tractions**. Enfin, toutes ces approches reposent sur l'utilisation d'une régression linéaire afin de déterminer la température exacte de l'interface.

Ce détail analytique a cependant une conséquence expérimentale fondamentale puisqu'il impose **l'isolation stricte du ou des barreaux**. **En effet en absence d'isolation, le flux devient tri-directionnel et la réponse des thermocouples perd toute linéarité rendant la mesure difficile**.

b. Mesures en régime transitoire

Les mesures en régime transitoire permettent d'éviter les inconvénients des mesures en régime permanent tels que la nécessité d'avoir un flux 1D, les temps d'expérimentation très longs et la perturbation de la mesure par des capteurs intrusifs. Ces techniques sont cependant souvent onéreuses et plus compliquées à mettre en œuvre (laser, thermographie IR...) [170][146].

Les mesures de la RTC par thermographie IR (Figure 113) ont été introduites récemment (2008) par Fieberg et al [185][186]. Elles permettent des mesures pour des pressions allant jusqu'à **80 MPa et des températures allant jusqu'à 300°C**. Les deux échantillons sont entourés par des résistances électriques les amenant à la température cible. Une fois celle-ci atteinte, les deux corps sont brièvement mis en contact et le gradient de température de surface autour de l'interface est enregistré par une caméra IR haute fréquence.

Le temps de contact est suffisamment bref pour considérer un cas d'échange dans **un milieu semi-infini**. Les parois des deux matériaux sont également peintes en noir afin de minimiser l'influence du rayonnement ambiant. Le nombre de Biot est supposé $\ll 1$ pour les deux échantillons. Ils sont donc considérés comme minces selon leur épaisseur. Le transfert de chaleur est alors considéré unidimensionnel. La RTC est ensuite déduite par méthode inverse avec une résolution numérique utilisant un algorithme de type gradient conjugué [187]. Une des difficultés de cette méthode est de calculer précisément le coefficient d'échange global avec l'environnement.

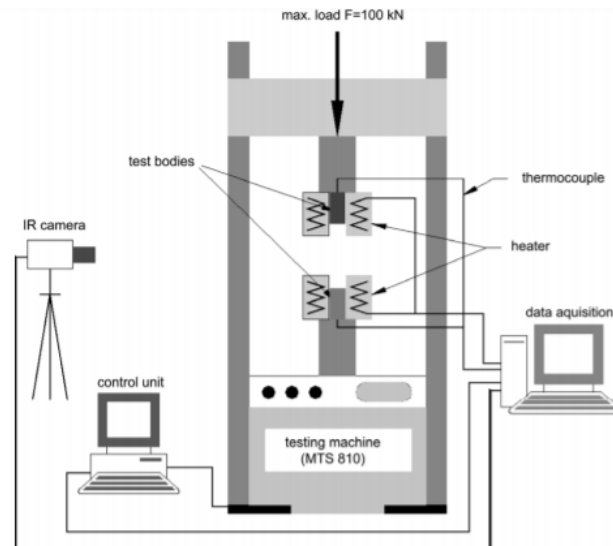


Figure 113 : Principe de la mesure de la RTC par thermographie IR[185]

La méthode flash habituellement utilisée pour des mesures de diffusivité thermique [188][189] a également été adaptée à des mesures de RTC [190][191]. Le principe de la mesure (Figure 114) est d'irradier la face d'un empilement de 2 ou 3 échantillons et de mesurer la réponse en température sur la surface opposée avec une caméra de thermographie IR.

La RTC est ensuite déterminée par une estimation de paramètres selon le même principe que la détermination de la diffusivité thermique [191]. Les mesures peuvent être réalisées sous différentes atmosphères possibles (vide [190], air [191]).

Les propriétés thermiques (chaleur spécifique, diffusivité thermique...) ainsi que les masses volumiques des matériaux en présence doivent être rigoureusement connues à la température de mesure afin d'éviter une forte augmentation de l'incertitude de mesure [170][192]. De plus, l'incertitude de mesure augmente fortement avec la baisse de la RTC [170][193] ce qui empêche les mesures de RTC trop faibles. Il est également difficile d'appliquer des efforts sur l'empilement de manière homogène car les deux faces doivent rester accessibles.

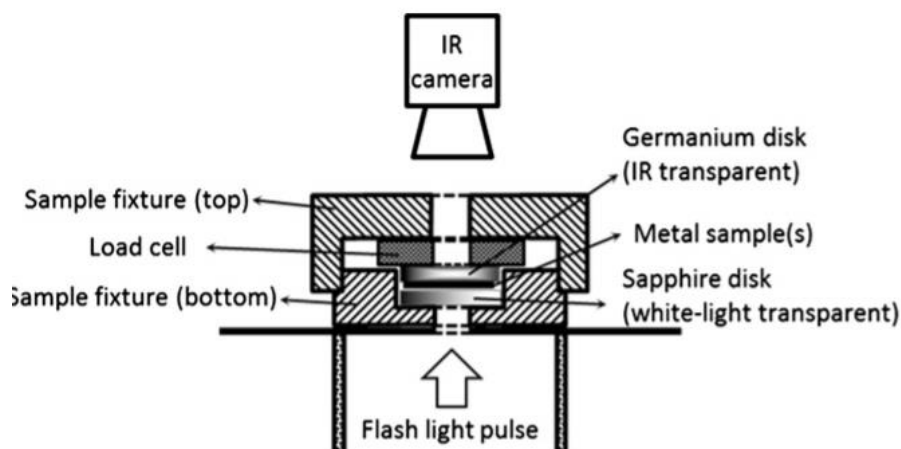


Figure 114 : Principe de la mesure de RTC par méthode flash [191]

D'autres méthodes de mesure en régime transitoire existent (méthodes photoacoustiques ne permettant pas de mesures à haute température [194][195], méthodes 3ω plutôt appliquées pour des nanotubes ou des revêtements très fins [196][167]...) mais ne sont pas applicables pour les procédés de mise en forme à haute température.

4.1.4. Comparaison et choix de la méthode

Les caractéristiques essentielles de plusieurs bancs présentés dans la partie « état de l'art » sont rassemblées et présentées dans le Tableau 26.

	<u>Régime permanent</u>						<u>Régime transitoire</u>			
<u>Dispositifs</u>	[180]	[181]	[182]	[183]	[184]	[197]	[186]	[190]	[191]	[198]
<u>Plage de température (°C)</u>	25	[25 ; 60]	[25 ; 60]	<600	<530	[25 ; 90]	<90	<90	30	25
<u>Gamme de pression (MPa)</u>	[1 ; 5]	[18 ; 180]	[0.16 ; 2.8]	<90	<2.82	[1 ; 16]	<125	P atm	<15	<13
<u>Direction du flux</u>	1D	1D	1D	1D	1D	1D	1D Semi infini	2D	2D	1D
<u>Couple de matériaux</u>	Métal/ Métal	Métal/ Métal	Métal/ graisse /Métal	Métal/ Métal	Métal/ C-C	Métal/ Métal	Métal/ Métal	Métal/ Métal	Céramique/ Céramique	Métal/ Métal
<u>Instrumentation</u>	TC type K	TC type K	Sondes Pt	TC type K	TC type K	TC type K	Caméra IR	Caméra IR	Caméra IR	TC type K
<u>Atmosphère</u>	vide	air	air	air	air	vide	air	vide	air	air

Tableau 26 : Comparaison de dispositifs de mesure de RTC

De manière générale, cette revue bibliographique permet de mettre en lumière plusieurs éléments pertinents dans la mise au point du dispositif ciblé :

- i) il existe assez peu de dispositifs de mesure de RTC à haute température (>600°C).
- ii) les dispositifs en régime permanent permettent une plus grande gamme de pression ainsi que des températures de mesure plus élevées. Ils sont plus lourds que les dispositifs en régime transitoire mais le calcul de la RTC est plus simple grâce à une meilleure maîtrise des conditions aux limites.
- iii) les dispositifs en régime transitoire permettent généralement d'éviter les contraintes des dispositifs en régime permanent mais sont plus complexes à mettre en œuvre à haute température (notamment car les échanges avec l'environnement deviennent plus complexes à identifier lorsque la température augmente).

Les caractéristiques des dispositifs présentés dans le Tableau 26 ne correspondent pas aux objectifs en température et pression recherchés. Le développement d'un banc de mesure paraît donc nécessaire.

Le choix du principe de la méthode pour le banc de mesure s'est donc porté sur la méthode conventionnelle plus simple à mettre en œuvre à haute température et dont les conditions aux limites seront plus facilement maîtrisées.

4.2. Développement d'un banc de mesure de la RTC

Le dimensionnement du banc de mesure est détaillé dans cette partie. La géométrie des éprouvettes a d'abord été déterminée afin de se rapprocher d'une configuration 1D. Une sélection du moyen d'essai (ajustement pression et température) par rapport à la géométrie déterminée a ensuite été faite. Un soin particulier a ensuite été apporté à la maîtrise des conditions aux limites (isolation et longueur des barreaux).

4.2.1. Dimensionnement de la géométrie des éprouvettes

a. Couples de matériaux de l'étude

Les échanges thermiques entre des échantillons de TA6V ou d'Inconel 625 et un outil en acier inoxydable 310 ou en béton réfractaire ont été étudiés. Les échantillons de TA6V et d'Inconel 625 d'épaisseur 1.5 mm **proviennent du même lot de matière que pour les mesures d'émissivité réalisées dans le chapitre 3**

L'approche choisie ici est de tendre vers une configuration 1D en régime permanent avec une géométrie axisymétrique. Cette géométrie a été choisie car elle représente un point de convergence dans la littérature et a l'avantage d'être plus simple à mettre en œuvre d'un point de vue pratique. Il convient maintenant de déterminer les caractéristiques géométriques des éprouvettes pour une mesure optimale de la RTC. La géométrie des échantillons (rayon et hauteur) doit donc dans un premier temps être déterminée. Un dimensionnement de ces grandeurs a donc été réalisé grâce au module « Heat Transfer » du logiciel Comsol Multiphysics® utilisant la méthode des éléments finis [199].

b. Méthode de calcul de la RTC

L'équation de la chaleur dans le cas d'un cylindre sans génération interne d'énergie et en considérant une conductivité thermique isotrope et constante avec la température s'écrit de la manière suivante :

$$\frac{\partial^2 T}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T}{\partial r} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 T}{\partial \theta^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} - \frac{1}{a} \frac{\partial T}{\partial t} = 0 \quad (67)$$

Avec T la température en Kelvin, r , θ et z les coordonnées cylindriques en mètres, a la diffusivité thermique en $m^2.s^{-1}$, t le temps en secondes.

En considérant un transfert de chaleur 1D le long du barreau et dans le cas d'un régime permanent, l'équation de la chaleur se simplifie de la manière suivante :

$$\frac{d^2 T}{dz^2} = 0 \quad (68)$$

Le champ de température le long du cylindre s'écrit alors de manière linéaire :

$$T(z) = Az + B \quad (69)$$

Les constantes A et B sont ensuite déterminées par rapport aux conditions aux limites du problème. Une condition aux limites de deuxième espèce (flux imposé) est considérée sur la face supérieure de l'outil inox 310 avec un flux de chaleur conductif 1D traversant. Une condition aux limites de première espèce correspondant à la température du mors refroidi est quant à elle imposée à l'extrémité inférieure du barreau. Ces conditions aux limites sont illustrées sur la Figure 115.

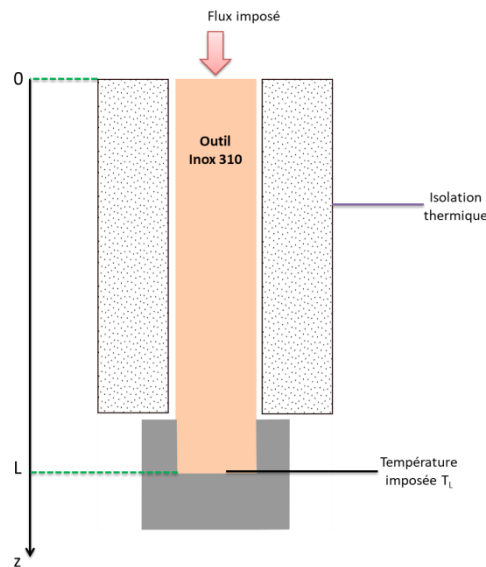


Figure 115 : Conditions aux limites sur le barreau inférieur en inox 310

En tenant compte de ces conditions aux limites, le profil de température s'écrit alors de la manière suivante :

$$T(z) = \frac{\varphi}{k}(L - z) + T_L \quad (70)$$

Avec φ le flux surfacique traversant en $W.m^{-2}$, k la conductivité thermique en $W.m^{-1}.K^{-1}$, L la longueur du barreau en mètres, z la position sur le barreau en mètres et T_L la température à l'extrémité du barreau à $z=L$.

Le flux surfacique peut donc être déterminé en identifiant le coefficient directeur égal au rapport de celui-ci sur la conductivité thermique. Ce coefficient directeur est lui-même déterminé par régression linéaire sur les valeurs des thermocouples équipant le barreau en inox 310.

L'identification de ce coefficient directeur permet ensuite de calculer la température de surface du barreau nécessaire au calcul de la RTC. Cette température s'écrit de la manière suivante :

$$T(0) = \frac{\varphi}{k} * L + T_L \quad (71)$$

La détermination de cette température de surface couplée à l'identification du flux surfacique ainsi qu'à la mesure de température sur l'échantillon permet donc de calculer la RTC selon l'équation 60.

c. Données d'entrée et conditions aux limites

La configuration géométrique choisie est un échantillon de TA6V ou d'Inconel 625 placé sur un barreau cylindrique en inox 310 ou en béton réfractaire. Un calcul paramétrique faisant varier le rayon des deux échantillons ainsi que la longueur du barreau inférieur est réalisée avec un objectif de minimisation du flux de chaleur radial.

Une condition aux limites de première espèce (Température) est imposée sur la face supérieure de la pastille avec une température uniforme de $1000^{\circ}C$ afin de maximiser le flux observé sur le barreau inférieur.

Le contact entre les deux matériaux est quant à lui considéré comme parfait. Une condition aux limites de troisième espèce (échange convecto-radiatif) est imposée sur la surface latérale avec un coefficient d'échange convecto-radiatif. Une température de $15^{\circ}C$ correspondant à un refroidissement par eau est imposée sur la face inférieure du barreau. Ces conditions aux limites sont résumées sur la Figure 116.

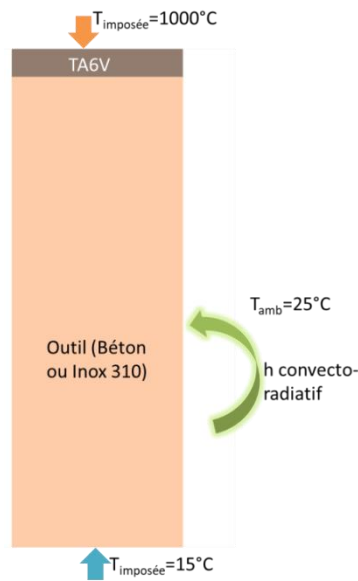


Figure 116 : Conditions aux limites du calcul de dimensionnement de la géométrie des éprouvettes

Les gammes de variation du rayon et de la longueur du barreau inférieur sont présentées dans le Tableau 27.

	Rayon	Longueur barreau inférieur
Valeur minimale (mm)	10	100
Valeur maximale (mm)	20	400
Pas (mm)	1	30

Tableau 27 : Variation des paramètres dans le calcul de dimensionnement

Le rayon minimal a été choisi pour des contraintes de mise en œuvre des barreaux de béton. Le rayon maximal correspond quant à lui à **l'ouverture maximale des fours à disposition**. Les propriétés thermo-optiques pour chaque matériau doivent également être renseignées. L'émissivité du TA6V à 1000°C a déjà été mesurée dans le chapitre 3.

Les émissivités intégrées du béton et de l'inox 310 ont été mesurées sur le spectromètre Bruker® Vertex 70 et sont présentées dans le Tableau 28. L'inox 310 a préalablement subi un cycle de chauffage de 24 heures à 900°C dans un four de traitement thermique afin de se rapprocher des conditions industrielles, **ce qui explique sa haute émissivité provoquée par une très forte oxydation**.

Matériau	Béton	Inox 310
Emissivité	0.91	0.86

Tableau 28 : Emissivités intégrées des deux outils

Le calcul s'effectuant en régime permanent, la seule propriété thermique nécessaire est la conductivité thermique. Les conductivités thermiques des quatre matériaux en fonction de la température sont donc représentées sur la Figure 117.

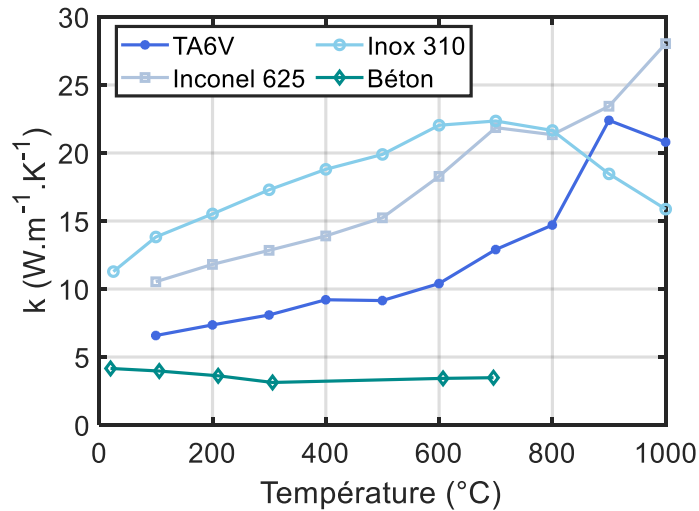


Figure 117 : conductivités thermiques des matériaux en présence

Les conductivités thermiques présentent des évolutions différentes avec la température selon le matériau. Une légère diminution entre 25 et 300°C puis une stabilisation autour de 3.5 W.m⁻¹.K⁻¹ est observée dans le cas du béton. Dans le cas du TA6V, une augmentation est d'abord observée jusqu'à 900°C. Une diminution est ensuite observée au-delà du transus β. L'Inconel 625 montre une croissance jusqu'à 700°C puis une stabilisation due à la précipitation de la phase γ'' à 700°C typique des alliages Inconel [200]. Une augmentation est ensuite observée au-delà de 900°C. Dans le cas de l'Inox 310, une croissance régulière est observée jusqu'à 600°C, puis une stabilisation jusqu'à 800°C et enfin une diminution jusqu'à 1000°C. Ce changement de comportement s'explique par une transformation de phase α+σ vers α [201].

Un maillage de type quadrangle structuré implicite [202] consistant en 10500 éléments de domaine et 570 éléments de frontière est réalisé. Le maillage est représenté sur la Figure 118.

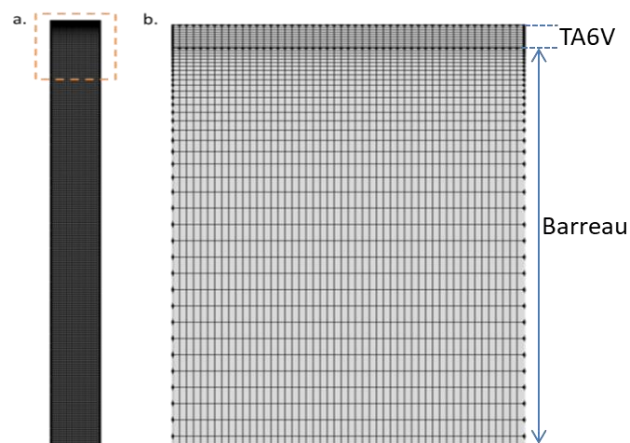


Figure 118 : Maillage réalisé pour le dimensionnement de la géométrie des éprouvettes

La distribution de température pour un barreau en béton de longueur 400 mm et de rayon 18.5 mm est représentée sur la Figure 119.

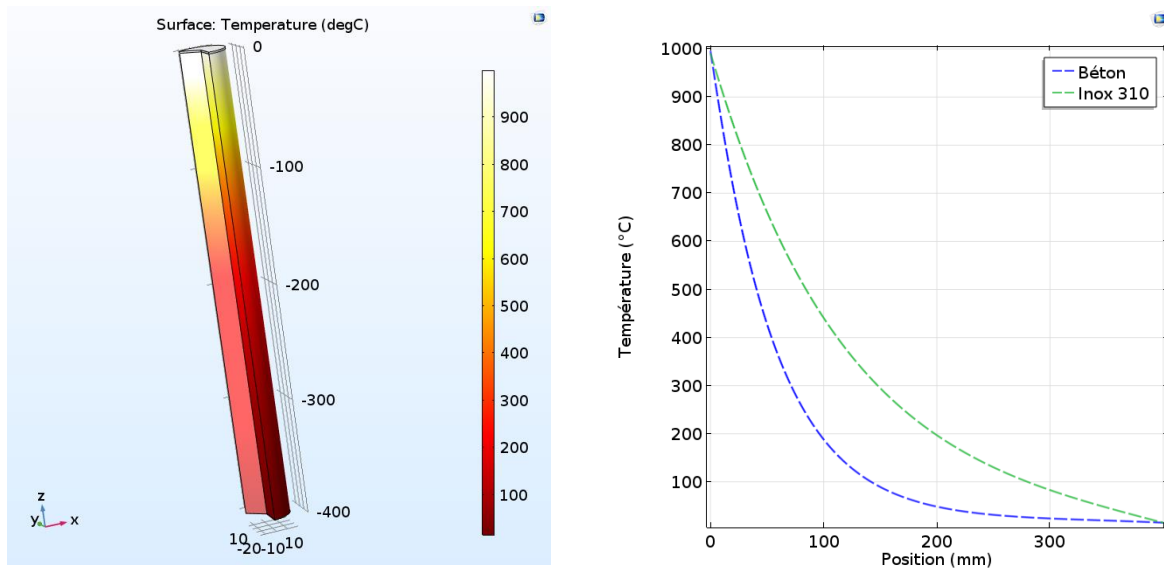


Figure 119 : Distribution de température pour un barreau de béton de 400 mm de long et de 18.5 mm de rayon

Le but de ce dimensionnement étant de se rapprocher le plus possible d'un transfert de chaleur 1D, il est donc intéressant de représenter le flux radial pour chacun des outils en fonction du rayon et de la longueur du barreau (Figure 120).

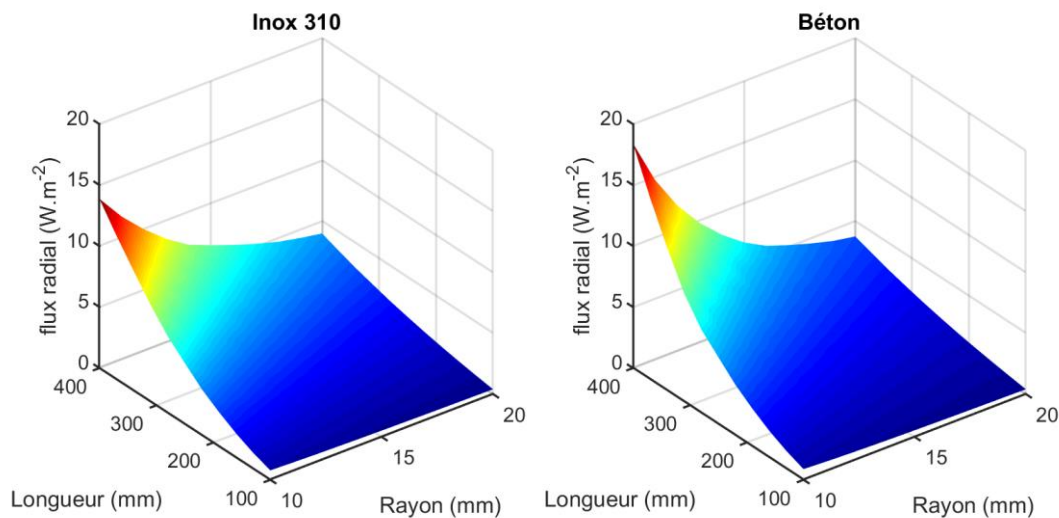


Figure 120 : Flux radial moyen en fonction du rayon et de la longueur du barreau inférieur

Le flux radial est maximal dans les deux cas pour des faibles rayons et des longueurs importantes. L'influence de la longueur du barreau sur le flux radial est d'autant plus importante que le rayon est faible. L'influence du rayon sur le flux radial est quant à elle maximale pour des longueurs importantes. Les deux surfaces présentent des allures similaires mais les effets de rayon et de longueur sont plus marqués dans le cas du béton.

Ces figures suggèrent donc de sélectionner un rayon élevé afin de minimiser le flux radial tout en minimisant l'influence de la longueur. Il est cependant intéressant de vérifier cette tendance sur le rapport des flux radial et longitudinal (Figure 121).

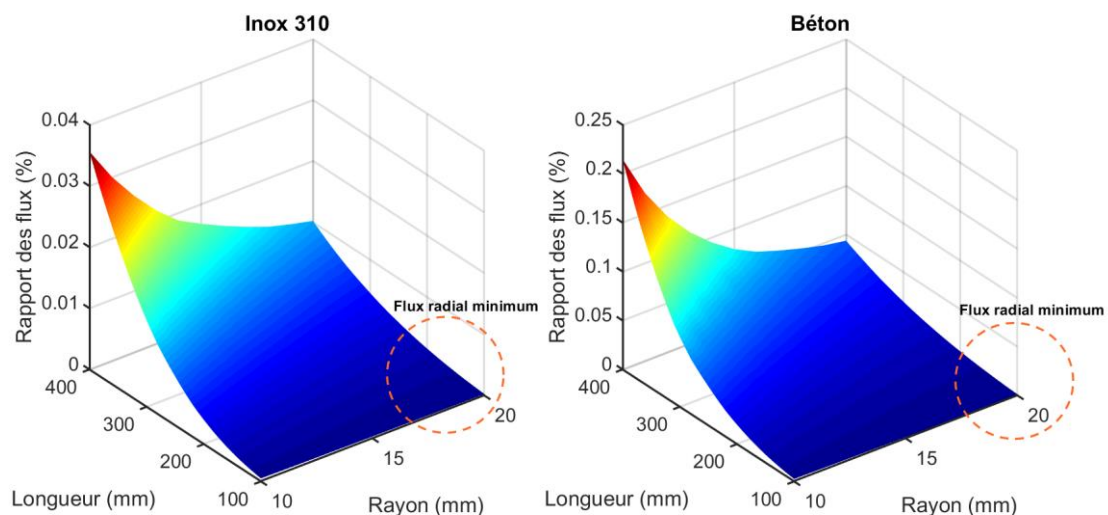


Figure 121 : Rapport des flux radiaux et longitudinaux en fonction du rayon et de la longueur des barreaux

Les allures sont les mêmes que celles observées sur les flux radiaux avec également les mêmes tendances. Ces figures suggèrent donc de sélectionner **un rayon d'éprouvette de 20 mm**. Le rapport des flux est suffisamment faible dans le cas de l'inox 316 pour ne pas avoir de contrainte de longueur dans la gamme étudiée.

Une longueur de 240 mm est donc choisie d'un point de vue pratique pour avoir suffisamment d'espace pour le passage des thermocouples. Dans le cas du béton, un rapport des flux maximal de 0.04 % sera autorisé ce qui **autorise une longueur maximale de 350 mm**.

4.2.2. Conception du dispositif

La caractérisation de la RTC en configuration 1D impose plusieurs contraintes **telles que l'alignement précis des surfaces en contact mais également un réglage précis de la pression de contact exercée**. Une machine de traction MTS® 50 kN (Figure 122) équipée d'un vérin et d'un groupe hydraulique est donc sélectionnée. La sollicitation est réalisée grâce à la montée et au blocage hydraulique de la traverse. Le pilotage du système peut être réalisé en force ou en déplacement.

Parmi les multiples techniques d'usinage de barreaux en béton, la méthode la plus simple et la plus adaptée à nos géométries (cylindres avec passages de thermocouples) semble le coulage du béton (à l'état liquide) dans un moule. Pour faciliter la fabrication de prototypes et un usinage simple, le matériau sélectionné pour le moule est le bois. Ce procédé de fabrication des cylindres est détaillé en Annexe 6 et conduit à une contrainte sur le rayon minimal du barreau de 18.5 mm.

Il en résulte une pression maximale applicable de **46 MPa** par la machine de traction sur l'éprouvette. Cette valeur est largement acceptable étant donné que la pression exercée en général dans les procédés de mise en forme SPF est plutôt de l'ordre de 1 à 3 MPa [13][203]. Les prérequis en terme de pression définis dans le Tableau 25 sont également respectés.



Figure 122 : Machine de traction MTS® 50 kN

Le chauffage est quant à lui réalisé avec un four résistif ouvrant MTS® 653-02(Figure 123) doté d'une régulation thermique et permettant d'atteindre des températures de 1050°C. La régulation s'effectue grâce à deux thermocouples d'ambiance de type K insérés dans l'enceinte.



Figure 123 : Four ouvrant MTS® 653-02

Des mors en acier inoxydable ont également été conçus pour le maintien et l'alignement des barreaux. Ils permettent un refroidissement de l'extrémité des barreaux grâce à une circulation d'eau à 15°C.

Un passage pour fibre optique a également été prévu dans le mors inférieur pour la mesure de température sans contact, avec la fibre optique blindée déjà présentée dans le chapitre 2 et connectée cette fois à un pyromètre.

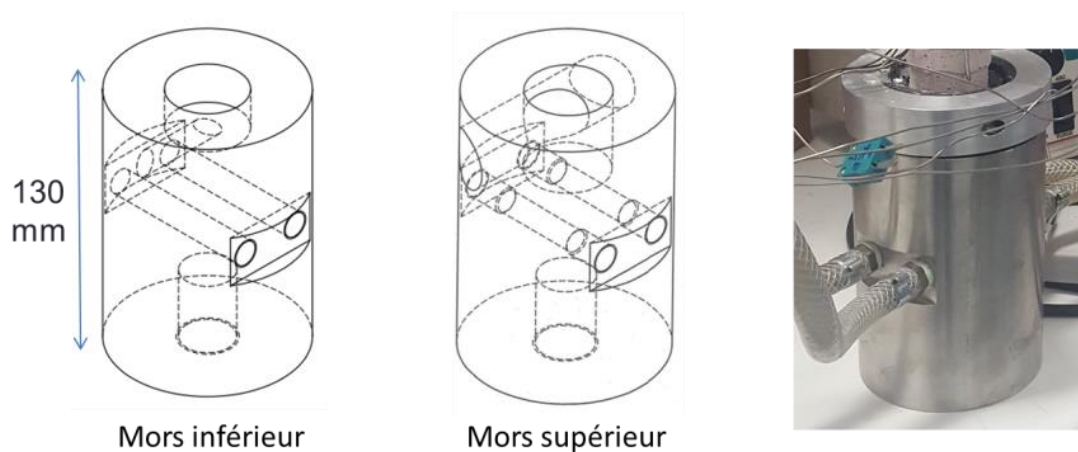


Figure 124 : Schémas des mors refroidis

Le montage complet du banc de mesure pour le cas de l'outil béton est présenté sur la Figure 125. Le montage dans le cas de l'outil inox 310 est le même à l'exception du pyromètre déporté dans le barreau inférieur.

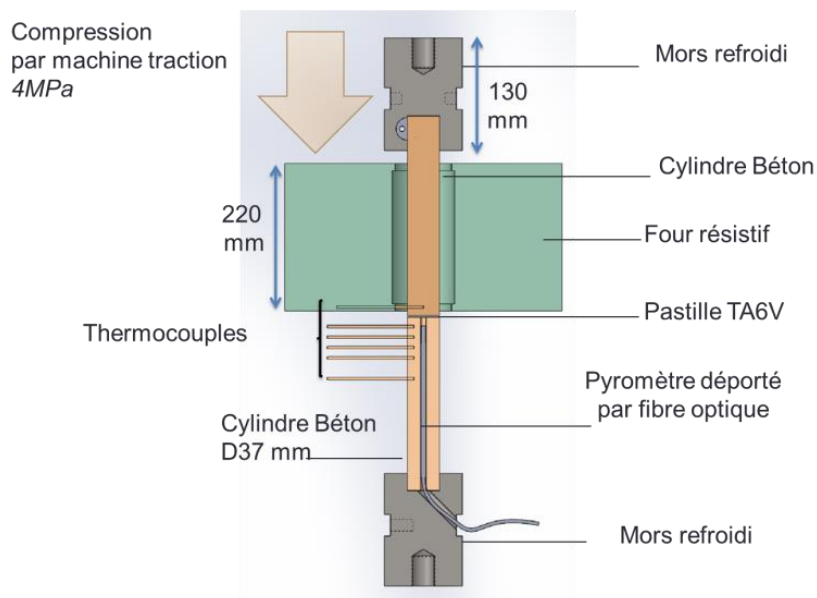


Figure 125 : Schéma de principe du banc de mesure RTC

Le barreau supérieur est chauffé au sein du four ouvrant et maintenu grâce au mors refroidi haut. L'échantillon et le barreau inférieur sont chauffés par conduction depuis le barreau supérieur chaud. Un peigne de thermocouples dans le barreau inférieur permet de déterminer le flux de chaleur traversant ainsi que la température de surface. Dans le cas de l'outil béton, une fibre optique blindée traversant au centre du barreau permet de mesurer directement la température de l'échantillon. Le barreau inférieur est maintenu et aligné grâce au mors refroidi inférieur.

4.2.3. Dimensionnement de l'isolation

Le banc de mesure de RTC est dimensionné pour des cas avec un flux de chaleur 1D en régime permanent. Les dimensions géométriques des éprouvettes ont été précédemment déterminées en ce sens. L'ajout d'une isolation thermique sur la partie basse permet également de renforcer l'aspect unidirectionnel du flux de chaleur en minimisant le flux radial.

a. Hypothèses et simplifications

Le calcul de dimensionnement a été réalisé pour le cas d'un outil béton étant donné que le flux radial est plus important dans cette configuration (Figure 121). Une épaisseur optimale d'isolation autour d'un cylindre de béton chauffé à haute température est donc à déterminer. Pour cela, le cas d'un cylindre multicouches en régime permanent a été choisi. Plusieurs isolants ont été étudiés à plusieurs températures. Plusieurs hypothèses et simplifications ont été prises en compte pour ce calcul :

- La température du barreau de béton est considérée uniforme
- Le coefficient d'échange convecto-radiatif (h) est fixé à $10 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ [204]
- La RTC entre le barreau de béton et l'isolant n'est pas prise en compte
- La densité de flux [W.m^{-2}] n'étant pas conservative en géométrie cylindrique, les calculs sont donc réalisés avec des flux [W]
- Les résistances thermiques par unité de surface sont utilisées dans le cadre de ce calcul [K.W^{-1}]

b. Détermination des résistances thermiques

Le cas étudié est un cylindre de béton entouré d'une couche d'isolant soumise à une condition aux limites de troisième espèce (Figure 126). Une température uniforme T_1 est imposée sur le cylindre de béton. La température T_2 représente quant à elle la température de surface de l'isolant. La surface de l'isolant présente un échange convecto-radiatif avec l'environnement à température $T_f = 25^\circ\text{C}$. Ces conditions aux limites sont présentées sur la Figure 126.

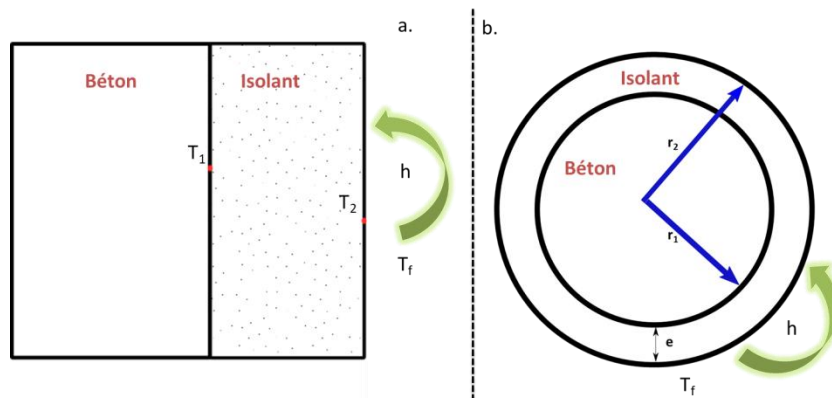


Figure 126 : Cylindre de béton entouré d'isolant ; a. Vue en coupe ; b. Vue de haut

Ce problème de conduction peut également être représenté par un schéma électrique équivalent en utilisant une analogie électrique (Figure 127). R_1 représente la résistance thermique de la couche d'isolant tandis que R_2 représente quant à elle la résistance convecto-radiative. Une résistance R_{eq} est ensuite écrite en considérant un circuit en série.

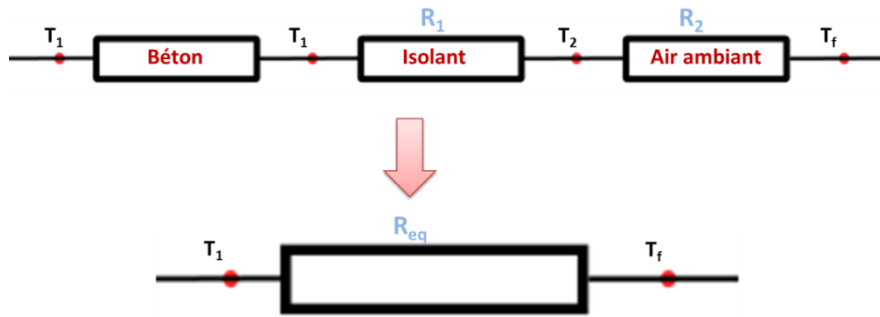


Figure 127 : Schéma électrique équivalent

La résistance thermique d'une couronne cylindrique déterminée à partir de la loi de Fourier s'écrit de la manière suivante :

$$R_1 = \frac{\ln(r_2/r_1)}{2\pi Lk} = \frac{\ln\left(\frac{r_1 + e}{r_1}\right)}{2\pi Lk} \quad [K \cdot W^{-1}] \quad (72)$$

Avec r_1 le rayon du cylindre en béton en [m], r_2 le rayon total des deux couches en [m], e l'épaisseur d'isolant en [m] (Figure 126), L la hauteur du cylindre en [m] et k la conductivité thermique de l'isolant en $[W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}]$.

La résistance thermique convecto-radiative s'écrit quant à elle de la manière suivante :

$$R_2 = \frac{1}{2\pi h L r_2} = \frac{1}{2\pi h L (r_1 + e)} \quad [K \cdot W^{-1}] \quad (73)$$

Avec h le coefficient d'échange convecto-radiatif en $[W \cdot m^{-2} \cdot K^{-1}]$, L et r_2 définis précédemment.

L'association de résistances étant en série, la résistance équivalente s'obtient donc par addition :

$$R_{eq} = R_1 + R_2 = \frac{\ln(r_1/r_2)}{2\pi Lk} + \frac{1}{2\pi h L r_2} \quad [K \cdot W^{-1}] \quad (74)$$

c. Détermination du rayon critique de l'isolant

Il existe dans les problèmes d'isolation de conduites cylindriques un rayon critique r_c pour lequel la résistance thermique équivalente sera minimale. La dérivée de la résistance thermique équivalente par rapport au rayon r_2 doit donc être calculée afin de le déterminer.

$$\frac{\partial R_{eq}}{\partial r_2} = \frac{1}{2\pi Lk r_2} - \frac{1}{2\pi h L r_2^2} \quad [K \cdot W^{-1} \cdot m^{-1}] \quad (75)$$

Le rayon critique est ensuite obtenu en trouvant la valeur pour laquelle la dérivée s'annule.

$$\frac{\partial R_{eq}}{\partial r_2} = 0 \quad \Rightarrow \quad r_2 = r_c = k/h \quad [m] \quad (76)$$

Le rayon critique est donc égal au rapport de la conductivité thermique de l'isolant sur le coefficient d'échange h . Deux cas vont donc se poser :

- Le rayon r_2 est supérieur à r_c ; la résistance équivalente sera strictement croissante selon l'augmentation de l'épaisseur d'isolant

- Le rayon r_2 est inférieur à r_c ; la résistance équivalente va décroître jusqu'à r_c puis augmenter au-delà.

Il est à noter que l'augmentation du coefficient d'échange a tendance à diminuer la valeur du rayon critique. Il est donc souhaitable d'avoir un rayon $r_2 > r_c$ afin d'avoir une résistance thermique croissante avec l'épaisseur quelle que soit la valeur de h .

d. Calcul de la résistance équivalente pour plusieurs matériaux

La résistance équivalente est ici calculée pour plusieurs matériaux ayant une haute tenue en température (Tableau 29) :

Matériau	Nappe isolante fibreuse	Silice rigide	Stéatite
k ($W.m^{-1}.K^{-1}$)	0.04 [205]	0.3 [206]	5 [207]

Tableau 29 : Matériaux isolants et conductivités thermiques associées

La résistance thermique équivalente est calculée pour chacun de ces matériaux et pour une température de 900°C sur le cylindre en béton (Figure 128).

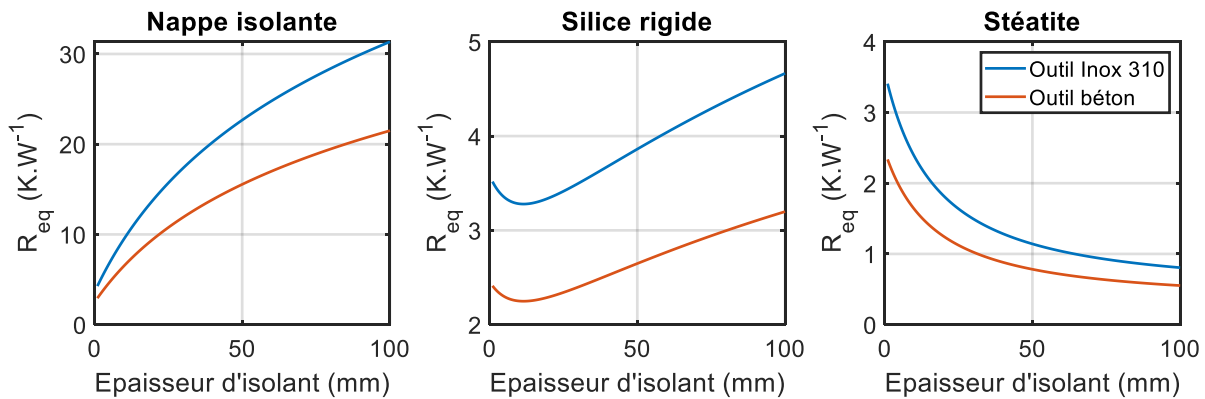


Figure 128 : Résistance thermique équivalente calculée pour chaque matériau isolant

La stéatite n'est pas un isolant valable pour cette application avec une résistance thermique diminuant fortement avec l'épaisseur, ce qui s'explique par sa conductivité thermique élevée par rapport aux deux autres matériaux (Tableau 29). D'autres céramiques réfractaires comme l'alumine ayant une conductivité thermique supérieure [208] sont donc également exclues.

Le rayon critique apparaît de manière évidente dans le cas de la silice rigide et correspond à une épaisseur d'isolant de 11.5 mm. Il n'apparaît cependant pas dans le cas de la nappe isolante étant donné la faible conductivité thermique de l'isolant et le rayon du cylindre de béton important. En effet, le rayon critique calculé dans ce cas est de 4 mm alors que le rayon du cylindre en béton est de 18.5 mm.

La nappe isolante présente donc des propriétés d'isolation bien supérieures mais la difficulté du maintien autour de l'outil, celle de l'uniformisation de l'épaisseur ainsi que les problématiques HSE (matériau pulvérulent) guident le choix vers de la silice rigide. La conductivité thermique de celle-ci doit être la plus basse possible afin de limiter le problème du rayon critique. En effet, dans cette

configuration, le rayon critique est inférieur ou égal au rayon de l'outil pour une conductivité thermique d'isolant de $0.185 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ (Cf. équation 76).

L'isolant sélectionné Insulfrax® composé majoritairement de SiO_2 (61-67%) et de CaO (27-33 %) permet de répondre à ces critères. En effet, la conductivité thermique de ce matériau à 800°C est de $0.15 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Cet isolant est livré par le fabricant sous la forme de panneaux de 20 mm d'épaisseur.

e. Détermination du flux de chaleur et de la température de surface de l'isolant

Le flux de chaleur étant conservatif, la température de surface de l'isolant peut donc être déterminée. Le flux de chaleur doit dans un premier temps être calculé :

$$\phi = \frac{T_1 - T_f}{R_{eq}} = \frac{T_1 - T_f}{\frac{\ln(r_1/r_2)}{2\pi Lk} + \frac{1}{2\pi hLr_2}} \quad [W] \quad (77)$$

Le flux de chaleur en fonction de l'épaisseur d'isolant (Insulfrax®) est représenté sur la Figure 129.

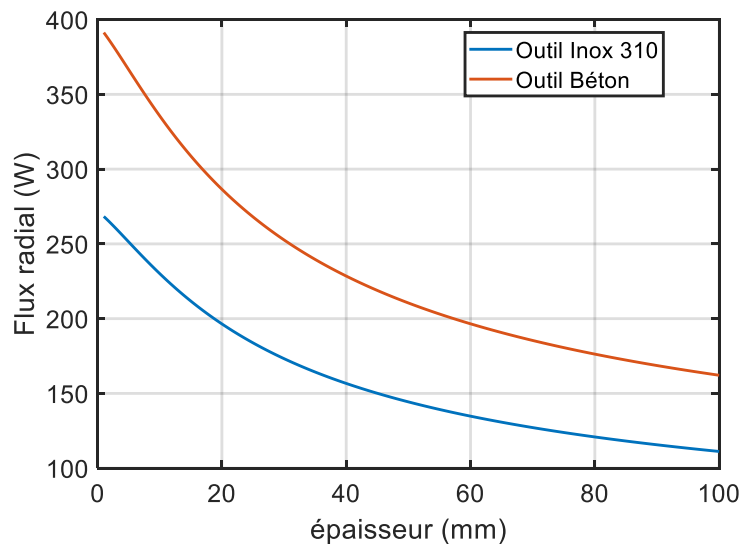


Figure 129 : Flux de chaleur en fonction de l'épaisseur d'isolant

Une décroissance du flux de chaleur radial couplée à l'absence de rayon critique est observée. Une différence de 30% expliquée par les différences de longueur des barreaux est observée entre les flux émis par chaque outil. La valeur maximale de ce flux de chaleur est observée pour une épaisseur nulle. La conductivité thermique est suffisamment faible pour avoir un rayon critique situé dans l'outil. La température de surface de l'isolant peut ensuite être déduite de la manière suivante :

$$T_2 = T_f - \frac{\phi}{2\pi hLr_2} \quad [^\circ\text{C}] \quad (78)$$

La température calculée en fonction de l'épaisseur d'isolant dans le cas d'un outil béton est ensuite présentée sur la Figure 130.

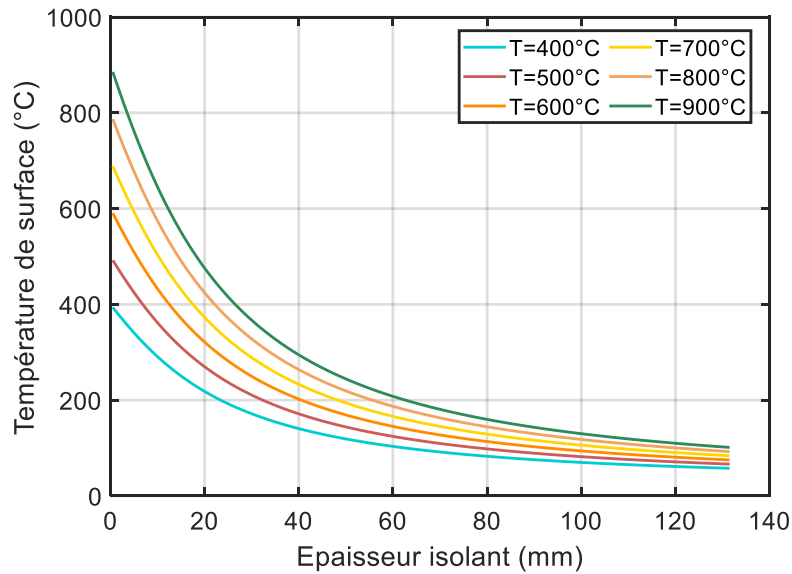


Figure 130 : Température de surface de l'isolant en fonction de l'épaisseur

Une forte décroissance de la température est observée jusqu'à 60 mm d'épaisseur. Cette décroissance est ensuite beaucoup plus faible.

Afin de garder des épaisseurs d'isolant raisonnables, le critère choisi est une température de surface T_2 comprise entre 100 et 200°C. Les épaisseurs associées en fonction de la température imposée sur le cylindre en béton T_1 sont présentées dans le Tableau 30.

T_2 (°C)	Epaisseur d'isolant (mm)					
	$T_1=900^\circ\text{C}$	$T_1=800^\circ\text{C}$	$T_1=700^\circ\text{C}$	$T_1=600^\circ\text{C}$	$T_1=500^\circ\text{C}$	$T_1=400^\circ\text{C}$
200	62.5	55.5	48	40.5	32	23.5
150	85.5	76.5	67	57.5	47.5	36.5
100	133	120	106.5	92.5	77.5	62.5

Tableau 30 : Epaisseur de l'isolant pour une température de surface T_2 entre 100 et 200°C

L'épaisseur choisie est donc comprise entre 60 et 80 mm avec une température de surface comprise entre 80 et 190°C. De plus, ces épaisseurs sont bien supérieures au rayon critique et la résistance thermique sera donc toujours croissante.

En pratique, la température de surface sera moins importante étant donné que le barreau de béton n'a pas une température uniforme et présente un gradient important le long de son axe (Figure 119).

f. Mise en œuvre de l'isolant

La présence des thermocouples dans le barreau inférieur impose un jeu entre le barreau inférieur et l'isolant. Afin d'avoir un passage suffisant pour les thermocouples, la valeur imposée de celui-ci est de 4 mm. La CAO de l'isolant est représentée sur la Figure 131.

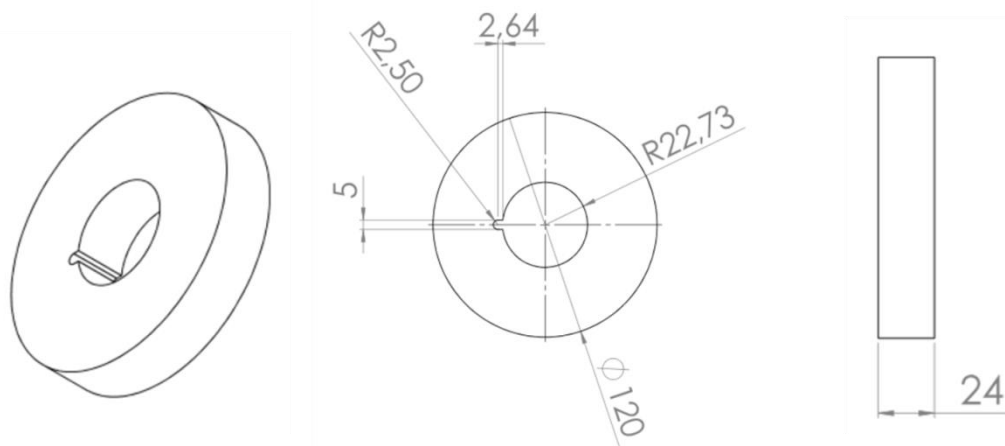


Figure 131 : CAO de l'isolant

Une rainure a été réalisée afin de faciliter le passage des thermocouples. Ces tranches d'isolant ont donc été superposées comme vu sur la Figure 132a et sont maintenues ensemble grâce à une enveloppe en PLA d'épaisseur 4 mm mise en œuvre par impression 3D (Figure 132b).

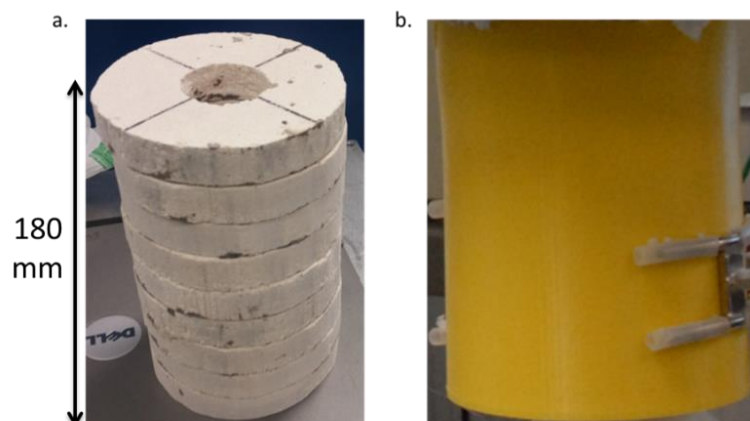


Figure 132 : a. Groupe isolant : b. Enveloppe en PLA

4.2.4. Influence de la longueur du barreau supérieur sur la température de l'échantillon

Dans cette partie, l'influence de la longueur du barreau supérieur L sur la température atteinte sur l'échantillon est étudiée. Un calcul paramétrique est pour cela réalisé sur le logiciel Comsol Multiphysics® en faisant varier la longueur du barreau supérieur (Tableau 31). Une longueur minimale de 220 mm correspondant à la hauteur de four a été sélectionnée.

L_{\min} (mm)	L_{\max} (mm)	Pas (mm)
220	550	20

Tableau 31 : Longueurs considérées du barreau supérieur pour le calcul paramétrique

Les conditions aux limites du calcul sont illustrées sur la Figure 133. Les propriétés thermo-optiques des matériaux en présence ont, quant à elles, déjà été définies dans la partie c.

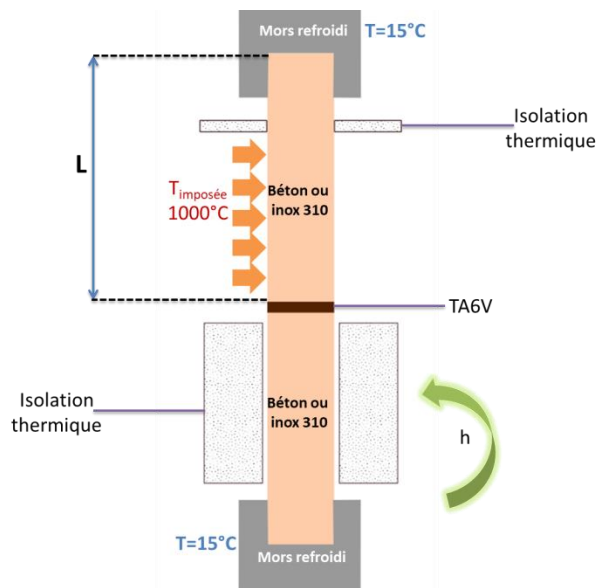


Figure 133 : Conditions aux limites pour le calcul de l'influence du barreau supérieur

Une température de 1000°C est imposée sur la partie du barreau supérieur immergée dans le four résistif. L'isolation thermique de la partie basse dimensionnée dans la partie précédente est également représentée. Elle est soumise à un échange avec l'environnement sur la partie externe. Une isolation thermique est également apposée sur l'embouchure supérieure du four.

Une température de 15°C est imposée sur les mors refroidis, ce qui correspond à un refroidissement par eau. La distribution de température dans le cas d'un outil inox 310 avec une longueur de barreau supérieur de 540 mm est représentée sur la Figure 134.

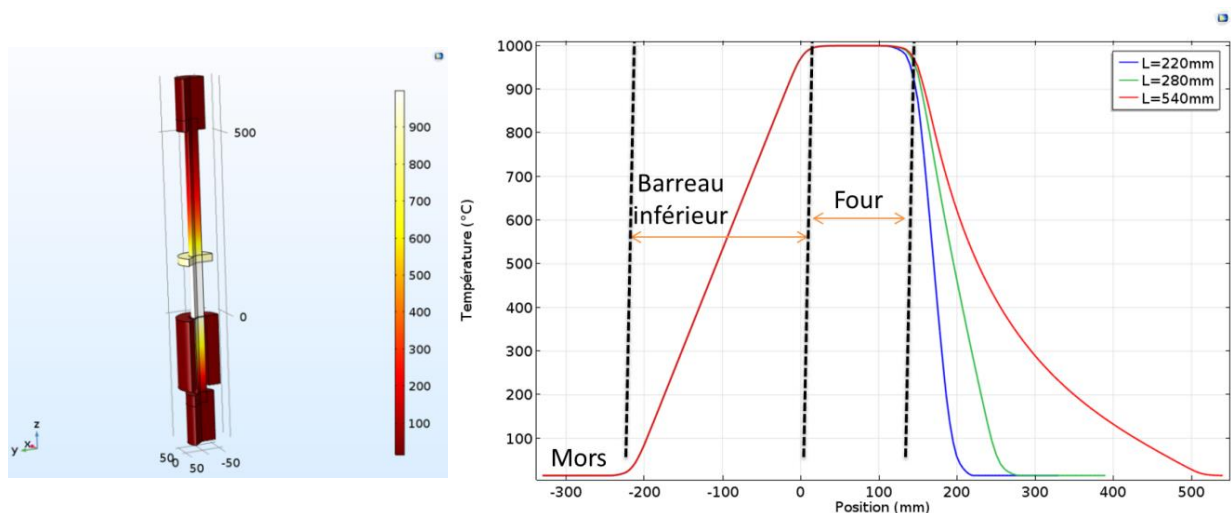


Figure 134 : Distribution de température sur le montage dans le cas d'un outil inox et une longueur de barreau de 540 mm

La longueur du barreau supérieur influe peu sur les températures atteintes dans la partie inférieure du montage. Les gradients thermiques observés sur la partie supérieure sont plus marqués dans le cas de faibles longueurs.

L'influence de la longueur du barreau supérieur sur la température atteinte ainsi que le gradient thermique associé sur l'éprouvette TA6V est illustrée sur la Figure 135 dans le cas de l'outil Inox 310 et sur la Figure 136 dans le cas de l'outil béton.

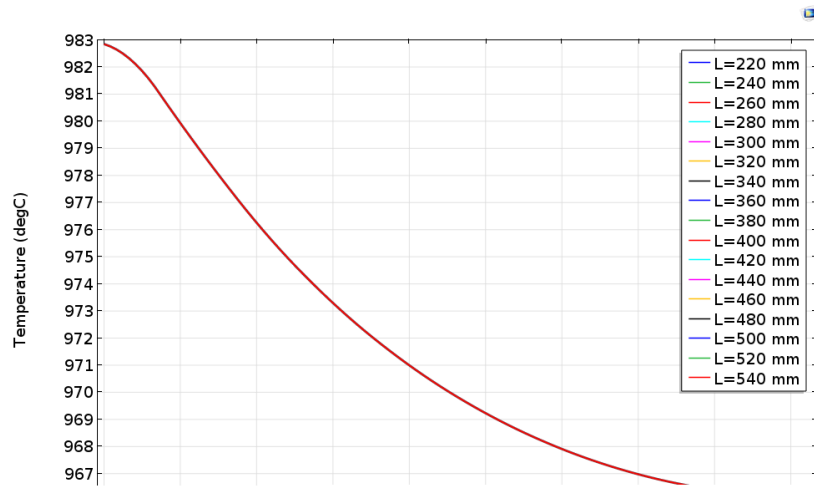


Figure 135 : Influence de la longueur du barreau supérieur sur la valeur de température et le gradient thermique radial de l'éprouvette TA6V dans le cas de l'outil inox 310

La longueur du barreau supérieur n'a aucune incidence sur la température atteinte sur l'éprouvette TA6V. Le gradient thermique sur l'éprouvette est également le même quelle que soit la longueur.

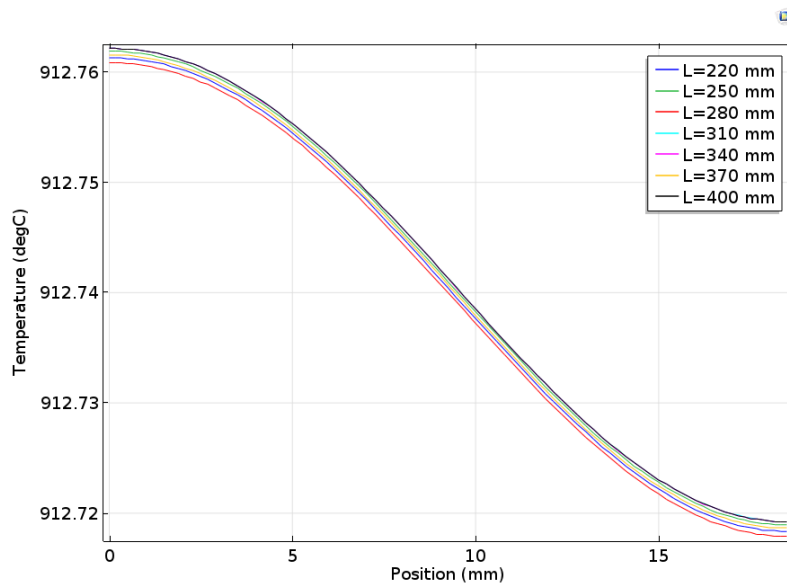


Figure 136 : Influence de la longueur du barreau supérieur sur la valeur de température et le gradient thermique radial de l'éprouvette TA6V dans le cas de l'outil béton

Tout comme pour l'outil Inox, l'influence de la longueur du barreau supérieur sur la température et le gradient thermique de l'éprouvette est négligeable. La longueur du barreau supérieur a donc été fixée à 550 mm afin de réduire la température au voisinage du mors refroidi supérieur et donc un gradient thermique moins marqué.

4.3. Instrumentation du banc

4.3.1. Influence de la position des thermocouples

Le banc de mesure a été dimensionné pour avoir un flux de chaleur le plus unidimensionnel possible le long du barreau inférieur. Malgré les précautions présentées précédemment, les conditions de mesure (Figure 137a) ne sont pas parfaites. Cet effet sur la mesure du flux thermique peut être réduit en choisissant des positions de thermocouple où les températures mesurées sont les moins impactées par un écart à cette hypothèse.

Une méthode est utilisée pour évaluer l'uniformité du flux 1D sur la température le long du barreau inférieur par rapport au cas idéal avec unidimensionnalité. Pour cela, une comparaison des gradients de température le long du barreau pour le cas est réalisée. Le premier cas (Figure 137a) correspondant au cas réel expérimental reprend les conditions de mesure (Figure 137a) avec une longueur de barreau supérieur de 550 mm.

Des longueurs de barreaux inférieurs de 240 mm ont été sélectionnées. Le flux total moyen conductif sur la surface supérieure du barreau est extrait et injecté de manière uniforme dans un calcul réalisé uniquement sur le barreau inférieur (Figure 137b).

Figure 137: Représentation schématique; a. Cas expérimental; b. Cas idéal

Les profils de température au centre du barreau sont ensuite extraits pour chaque cas expérimental (T_{exp}) et idéal ($T_{idéal}$). Un écart relatif δ peut ensuite être calculé avec la relation suivante

$$\delta = \frac{T_{exp} - T_{idéal}}{T_{idéal}} \quad (79)$$

Cet écart relatif est représenté pour les outils béton et inox 316L (Figure 138).

Figure 138: Ecarts relatifs entre le cas idéal et le cas expérimental pour les outils béton et inox 310

Les écarts relatifs calculés sont très faibles et restent inférieurs à 1% quelle que soit la position sur le barreau entre un cas réel et un cas parfaitement 1D. Elle aura donc également très peu d'influence sur le flux et sur les températures mesurées localement.

4.3.2. Influence du diamètre des thermocouples sur le champ de température

Il a été montré dans la section précédente que la présence des thermocouples a une influence négligeable sur le champ de température et sur les températures mesurées localement.

Une étude paramétrique a donc été réalisée sous Comsol Multiphysics avec des diamètres de thermocouples de 0,5 mm et 1 mm. Une comparaison avec une configuration sans thermocouples a ensuite été réalisée.

La présence des thermocouples nécessite un calcul en 3D contrairement aux calculs réalisés précédemment. Les conditions aux limites correspondantes sont illustrées Figure 139.

Figure139: Thermocouples utilisés sont des chemises type K avec une gaine en Inconel 600 dont la conductivité thermique est de $17 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ [209].

Un contact parfait a également été considéré entre les thermocouples et le barreau. Un maillage tétraédrique de 122799 éléments a été utilisé (Figure140).

Figure140: Maillage du barreau inférieur

Les thermocouples ont quant à eux été maillés de la même manière par 5373 éléments chacun. Les lignes représentées pour chaque diamètre de thermocouple sur Figure 141. Elles sont également comparées au flux traversant sur un barreau sans thermocouples.

Figure141 : Influence du diamètre des thermocouples sur le flux de chaleur longitudinal pour un outil béton

Une distorsion des lignes de flux est observée localement aux extrémités des thermocouples pour les trois diamètres envisagés. Cette distorsion amène une forte augmentation du flux de chaleur localement avec des valeurs multipliées par un facteur compris entre 2 et 2.5 par rapport à une configuration sans thermocouples.

Cette perturbation se limite cependant quasiment négligeable dans le reste du barreau. En effet, en dehors des positions correspondant au diamètre des thermocouples, les valeurs de flux observées pour les quatre configurations sont confondues.

Les thermocouples ayant un effet non négligeable localement sur le flux de chaleur, il est intéressant de comparer les résultats obtenus pour les quatre configurations étudiées précédemment est représentée sur la Figure142

Figure142: Influence du diamètre des thermocouples sur la température le long du barreau pour un outil béton

La température observée le long du barreau est très faible. Un écart maximal de 7°C est observé entre un barreau sans thermocouples et un barreau équipé de thermocouples de diamètre 3 mm. Les perturbations observées sont

Ces faibles écarts de température sont suffisante pour assurer un flux de chaleur quasi 1D. Une augmentation du flux radial entraîne automatiquement des écarts plus importants.

Le diamètre des thermocouples est de 3 mm. Cette configuration justifie par un risque moins important de fissuration ou de casse du barreau de béton lors du démoulage (CfAnnexe6

Les résultats sont représentés sur la Figure 143.

Figure143: Influence du rayon des thermocouples sur le flux de chaleur longitudinal pour un outil inox 310

La variation maximale de 5% sur le flux est observée pour des diamètres étudiés.

Le diamètre des thermocouples est de 2 mm (gaine thermocouple) Inconel600. Le diamètre de thermocouple choisi est de 2 mm ayant une rigidité supérieure à un thermocouple de diamètre 1 mm et permettant une meilleure tenue et une mise en place plus aisée dans le barreau.

4.3.3. Mesure des températures sur les barreaux

a. Mesure de température sur les barreaux

La température doit être impérativement mesurée pour la détermination de la RTC. Cette température est mesurée de



Figure 145 : Barreau en inox 310 instrumenté

Dans le cas de l'outil béton, les thermocouples sont coulés dans le barreau lors de la fabrication (cf. Annexe 6

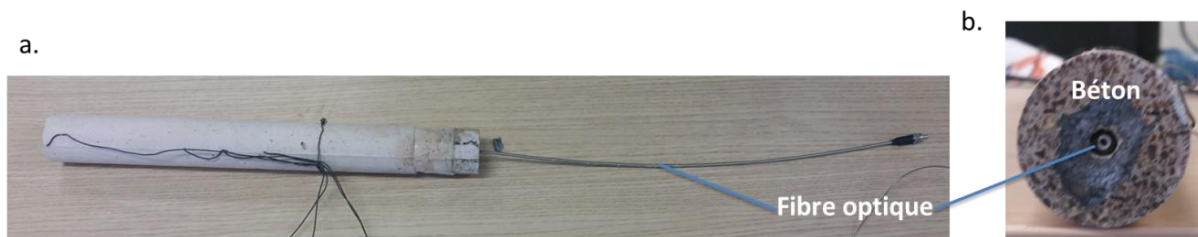


Figure 146 : Barreau de béton instrumenté ; a. Vue de côté ; b. Vue de face

Les relevés de température sont réalisés via une centrale d'acquisition DataTacker® DT80 (Figure 147). Cette centrale permet de réaliser des mesures sur 15 voies avec une vitesse d'échantillonnage maximale de 25 Hz. L'isolation des voies d'entrée permet également de réaliser des mesures à haute température dans le four résistif sans perturbation du signal.



Figure 147 : Centrale d'acquisition DataTacker® DT-80

4.3.4. Influence de la fibre optique sur la mesure de flux pour les barreaux de béton

La mesure de température sur l'échantillon se fait par le biais d'une fibre optique blindée de diamètre 6 mm (cf. partie 4.3.3.a). L'impact de cette fibre sur le flux de chaleur conductif est donc étudié dans cette partie. Pour ce faire, un calcul dont les conditions aux limites sont illustrées sur la Figure 148 est réalisé sous Comsol Multiphysics®.

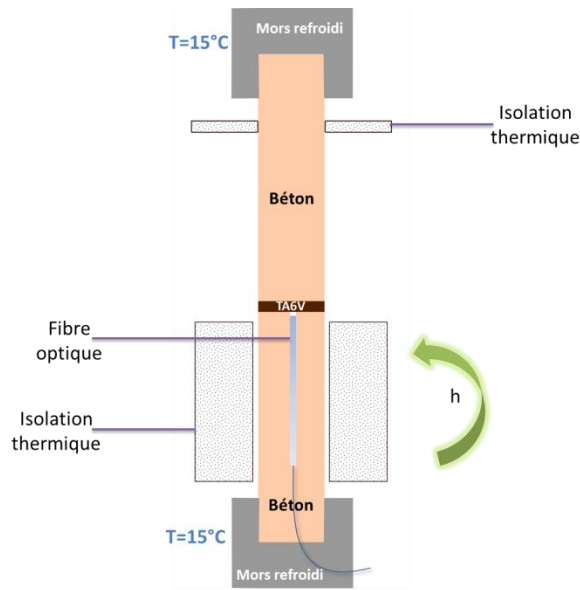


Figure 148 : Influence de la fibre optique sur le champ de température : conditions aux limites

Une température de 1000°C a été imposée sur les parois du barreau supérieur. La fibre optique est entourée d'un blindage en acier inoxydable. La conductivité thermique correspondante sera donc celle d'un acier inoxydable d'une valeur de $16 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ [210]. Un contact parfait est considéré entre le barreau et la fibre blindée. Les propriétés thermiques des autres matériaux en présence ont été détaillées dans les parties précédentes. Le calcul est réalisé en régime permanent et une géométrie en 2D axisymétrique. Le maillage utilisé pour ce calcul est illustré sur la Figure 149.

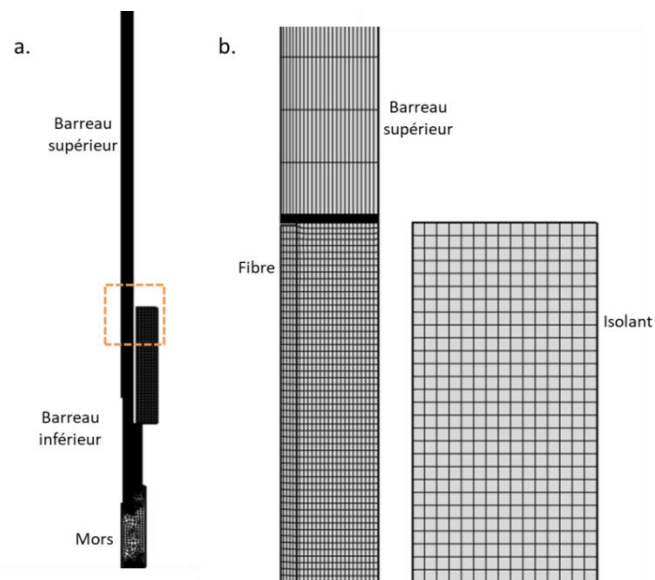


Figure 149 : Maillage : a. géométrie entière b. zoom sur l'interface

Un maillage quadrangulaire structuré a été choisi avec un nombre total d'éléments de 9881 et une longueur caractéristique de 0.8 mm. Le maillage a été particulièrement affiné sur le barreau inférieur et la fibre avec 3220 et 600 éléments respectivement. Le champ de température calculé en régime permanent est illustré sur la Figure 150.

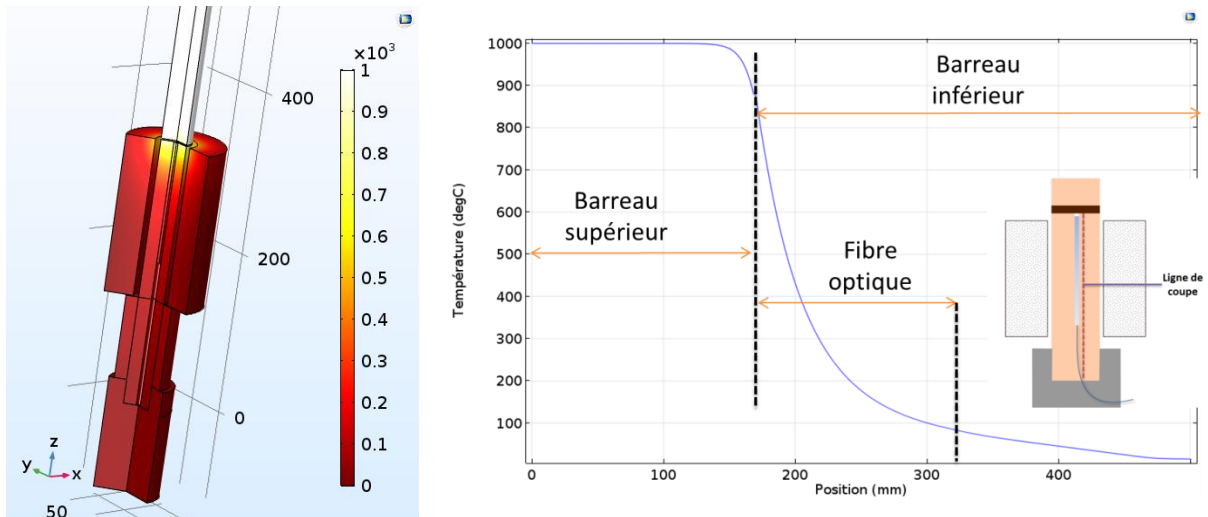


Figure 150 : Influence de la fibre optique sur le champ de température

Le champ de température observé le long du barreau inférieur **n'est plus linéaire**. La présence de la fibre optique plus conductrice que le béton amène donc deux régimes d'évolution de température. Les flux de chaleurs longitudinal et radial correspondants en fonction de la position sur une ligne de coupe interceptant l'extrémité des thermocouples sont représentés sur la Figure 151.

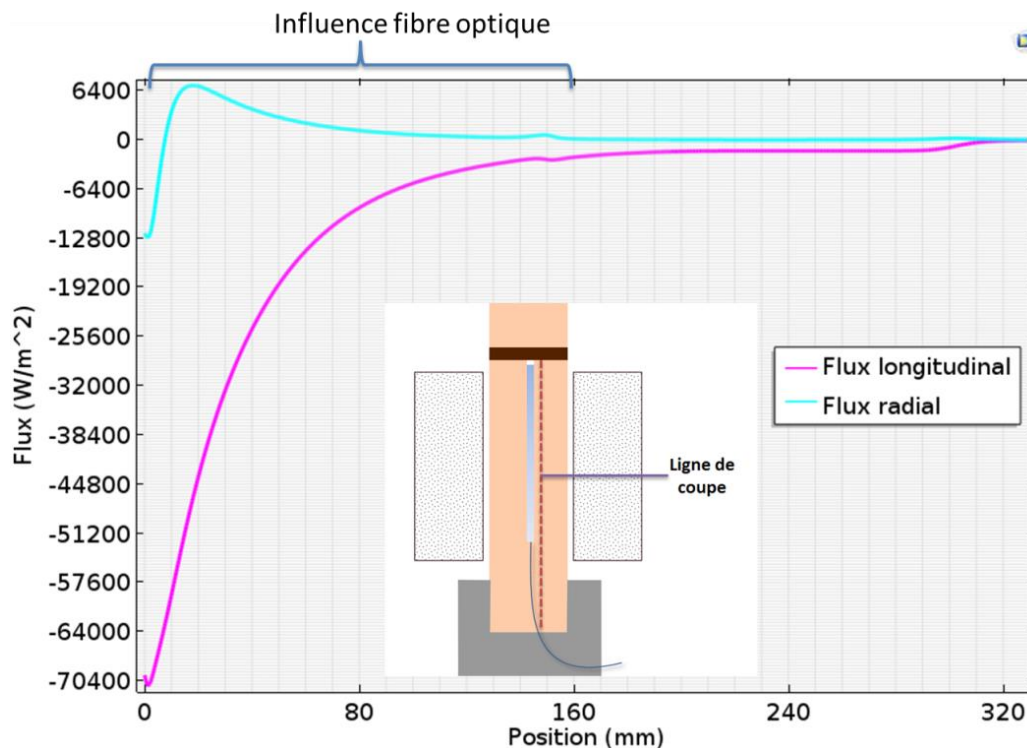


Figure 151 : Flux radial et longitudinal en fonction de la position le long du barreau inférieur

Comme on peut le voir, la fibre optique a une influence non négligeable sur la direction du flux de chaleur. En effet, la valeur du flux radial augmente considérablement par rapport aux calculs réalisés précédemment sans fibre optique. Le rapport de ces deux flux est donc représenté sur la Figure 152.

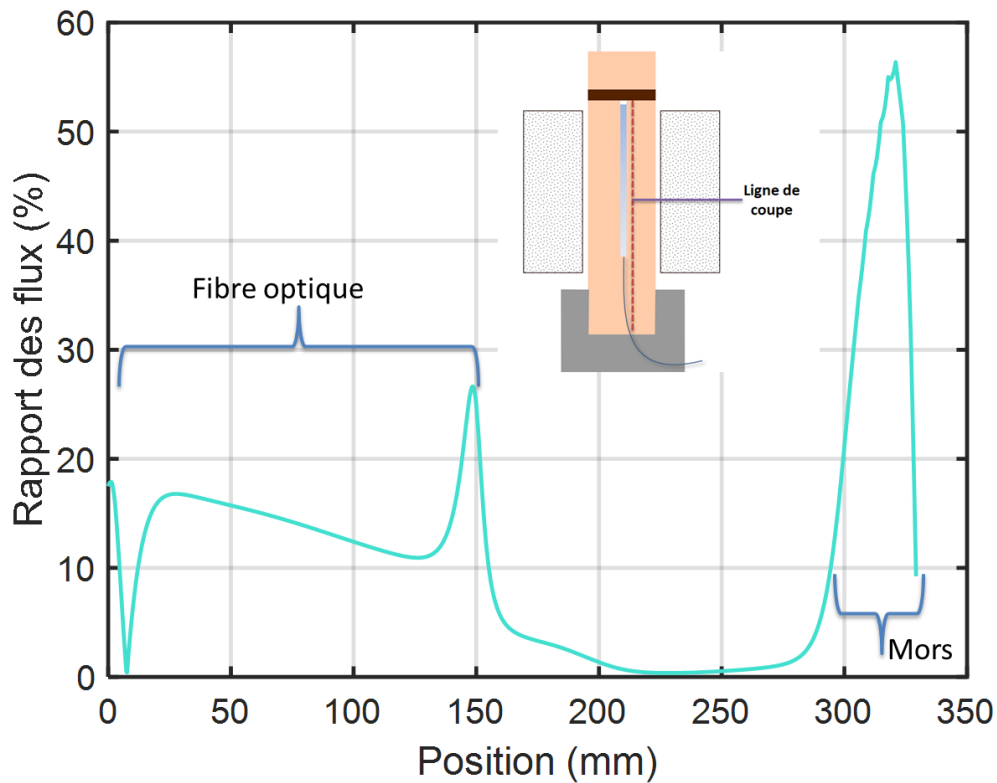


Figure 152 : Rapport des flux en fonction de la position le long du barreau inférieur

Les deux extremums de flux observés proche de l'interface et à 150 mm de celle-ci correspondent aux frontières entre le barreau et la fibre optique. L'hypothèse d'un transfert thermique 1D dans le barreau inférieur est donc affectée par la présence de la fibre optique. En effet, le flux radial représente jusqu'à 30% de la valeur du flux longitudinal au voisinage de la fibre.

Ce rapport chute fortement après 150 mm ce qui correspond à la longueur de la fibre. **Une résolution numérique sera donc nécessaire pour la détermination de la RTC afin de prendre en compte les effets de la présence de la fibre.**

4.3.5. Vérification de la position des thermocouples par tomographie

Le procédé de mise en œuvre des barreaux de béton décrit dans l'Annexe 6 peut amener des défauts d'alignement entre les thermocouples. De plus, la résolution numérique du problème impose de connaître précisément la position des thermocouples.

Une vérification de la position des thermocouples dans les barreaux de béton a donc été réalisée par tomographie [211] après fabrication. Une vue en coupe avec les quatre thermocouples coulés est présentée sur la Figure 153.

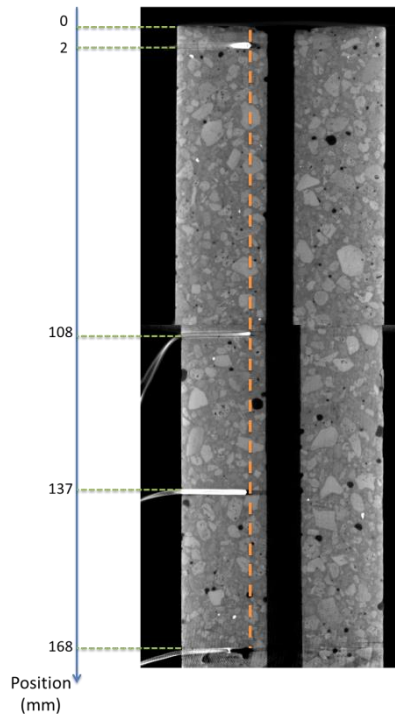


Figure 153 : Vue en coupe du barreau de béton par tomographie

Les trois premiers thermocouples sont relativement bien alignés tandis qu'un décalage de 2 mm est observé sur le quatrième thermocouple ($z=168$ mm). La partie centrale correspond quant à elle au passage de la fibre. Les taches sombres dans le barreau représentent quant à elles les porosités présentes.

4.4. Conclusion partielle

Un banc de mesure de la RTC à haute température a été conçu dans cette partie. Le principe de mesure sélectionné est **une méthode conventionnelle en régime permanent**. Un dimensionnement de la géométrie des éprouvettes a d'abord été fait afin de se rapprocher d'un flux 1D.

Il a ensuite été décidé d'adapter une machine de traction pour l'alignement et le contrôle de la pression de contact. Le chauffage est assuré par un four ouvrant chauffant le barreau supérieur de l'empilement. Une isolation thermique a enfin été dimensionnée afin de minimiser les pertes latérales.

L'instrumentation a été adaptée selon le type de contact étudié :

- Configuration métal/métal : la température de l'échantillon est mesurée par thermocouple
- Configuration métal/béton : la température de l'échantillon est cette fois mesurée par un pyromètre

Dans les deux cas, un peigne de thermocouples a été inséré dans le barreau inférieur. L'influence de la position ainsi que le diamètre des thermocouples sur la mesure du flux de chaleur ont ensuite été étudiés. La position des thermocouples a peu d'influence sur la mesure tandis que le diamètre a une influence sur le flux de chaleur local uniquement dans le cas du béton. Il a ensuite été vérifié que l'influence de telles perturbations ne compromettait pas les mesures de température.

A contrario, la présence de la fibre optique dans l'axe du barreau inférieur amène une perturbation sur la mesure des températures. En effet, la présence de celle-ci crée un flux latéral qui invalide l'hypothèse d'un flux de chaleur rigoureusement 1D. Une résolution numérique par méthode inverse est donc nécessaire dans le cas du béton.

De cette contrainte découle la nécessité de connaître la position exacte des thermocouples afin de recalibrer la simulation numérique. Elles ont été mesurées par tomographie avec un alignement correct des thermocouples à l'exception du dernier thermocouple présentant un décalage de 2 mm.

5. Mesure de la RTC à haute température pour des applications de formage SPF

5.	Mesure de la RTC à haute température pour des applications de formage SPF	160
5.1.	Détermination d'un plan d'essais et protocole expérimental	161
5.1.1.	Plan d'essais.....	161
5.1.2.	Protocole expérimental.....	162
5.1.3.	Méthodes de calcul de la RTC	166
a.	Cas de l'outil Inox 310	166
b.	Cas de l'outil en béton réfractaire – approche inverse	166
5.2.	Mesure de la RTC pour le cas d'un outil Inox 310	168
5.2.1.	Cas du contact avec l'alliage TA6V	168
a.	Mesures de la RTC sur l'alliage non revêtu	168
b.	Mesures de la RTC sur l'alliage revêtu de BN.....	178
c.	Influence du revêtement en BN sur la RTC	182
5.2.2.	Cas du contact avec l'alliage Inconel 625	183
a.	Mesures de la RTC sur l'alliage non revêtu	183
b.	Mesures de la RTC sur l'alliage revêtu de BN.....	186
c.	Influence du revêtement en BN sur la RTC	188
5.3.	Mesure de la RTC pour le cas d'un outil en béton réfractaire	190
5.3.1.	Validation du modèle de calcul direct.....	190
a.	Conditions aux limites et maillage.....	190
b.	Comparaison des températures mesurées et simulées	191
5.3.2.	Calcul de la RTC BETON pour les deux alliages.....	192
a.	Cas de l'alliage TA6V.....	192
b.	Cas de l'alliage Inconel 625	196
5.4.	Conclusion partielle	198

Ce chapitre est consacré à l'exploitation du banc de mesure effective de la RTC entre des échantillons de TA6V, Inconel 625 et des outils en béton ou acier inoxydable 310, ceci sur une gamme de pression correspondant au procédé de formage SPF (voir début du chapitre 4). Les valeurs ainsi mesurées peuvent par la suite être **directement** utilisées dans un code de calcul pour l'optimisation du procédé de formage SPF.

La détermination de cette RTC a été réalisée de manière différente selon l'outil. Dans le cas de l'outil inox 310 abordé dans la partie 5.2, la résolution a été faite de manière analytique sur un cas 1D en régime permanent. L'influence d'un lubrifiant en nitrure de bore (BN) sur les valeurs de RTC a aussi été étudiée. L'outil béton ne permettant pas d'avoir une configuration rigoureusement 1D, la résolution a donc été faite par approche inverse sur Comsol Multiphysics® en régime permanent également. Ces résultats sont présentés dans la partie 5.3.

NB : Pour des raisons de confidentialité, les valeurs de conductances/RTC présentées dans ce chapitre ont été adimensionnées. Cette adimensionnalisation a été faite en divisant les valeurs de conductance mesurées par une valeur maximale.

5.1. Détermination d'un plan d'essais et protocole expérimental

5.1.1. Plan d'essais

Les gammes de température et de pression ont été sélectionnées afin d'obtenir des valeurs de RTC (ou plus exactement son inverse : la conductance) directement utilisables comme paramètres d'entrée pour des cas de simulations de formage superplastique. La température d'interface est conditionnée par la température de consigne imposée dans le four où est placé le barreau supérieur. Une température de consigne comprise entre 700 et 1000°C avec un pas de 100°C a ainsi été imposée dans le cas de l'outil inox 310. Dans le cas de l'outil béton, une seule température de consigne de 1000°C a été étudiée. L'influence du lubrifiant BN a été étudiée dans le cas de l'outil Inox. Les conditions expérimentales selon l'interface étudiée sont présentées dans le Tableau 33.

Outil	Inox 310				Béton	
Echantillon	TA6V	TA6V-BN	Inconel 625	Inconel 625-BN	TA6V	Inconel 625
Température de consigne du four (°C)	[700 ; 1000]	[700 ; 1000]	[800 ; 1000]	[800 ; 1000]	1000	1000
Gamme de force appliquée (N)	[100 ; 2000]	[100 ; 2000]	[100 ; 2000]	[100 ; 2000]	[100 ; 2000]	[100 ; 2000]
Contrainte en compression correspondante (MPa)	[0.1 ; 2]	[0.1 ; 2]	[0.1 ; 2]	[0.1 ; 2]	[0.1 ; 2]	[0.1 ; 2]
Atmosphère	Air					

Tableau 33 : Récapitulatif des conditions d'essai en fonction du type de contact étudié

5.1.2. Protocole expérimental

L'essai de mesure de la RTC se déroule en plusieurs étapes (Figure 154). L'échantillon est d'abord déposé à la surface du barreau inférieur. Celui-ci est ensuite relevé afin d'amener l'échantillon à 5 mm du barreau supérieur. Ce dernier est alors chauffé jusqu'à atteindre sa température de consigne. En conséquence, l'échantillon subit un préchauffage de nature radiative durant cet intervalle de temps.

Une fois le régime permanent atteint dans le barreau supérieur, le barreau inférieur s'élève grâce au vérin hydraulique et l'échantillon est mis en contact avec le barreau supérieur avec un effort de compression de 100 N (correspondant au premier point de la gamme d'effort).

L'échantillon et le barreau inférieur sont alors chauffés par conduction jusqu'à atteinte du régime permanent. Une fois celui-ci atteint, les thermogrammes mesurés sont utilisés afin de déterminer la RTC.

La pression est alors augmentée (selon le plan d'essais présenté dans le Tableau 33), ce qui provoque une élévation de la température dans le barreau inférieur due à la diminution du gradient thermique à l'interface. L'équilibre thermique est de nouveau atteint, ce qui permet une nouvelle mesure de RTC. Ce schéma est ensuite répété pour chaque point de pression réalisé.

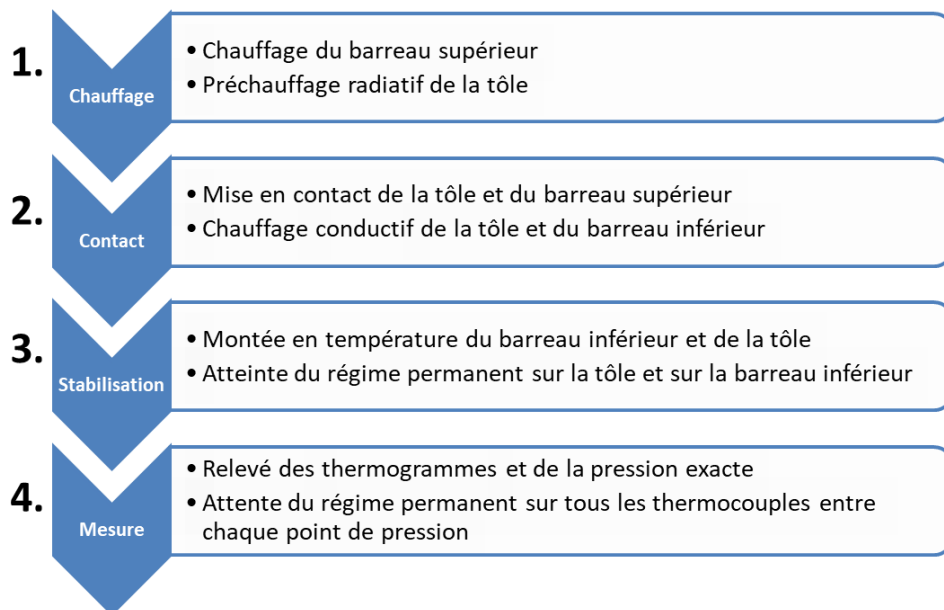


Figure 154 : Définition des étapes de la mesure de RTC d'un point de vue expérimental

Le temps de maintien en température de l'échantillon dépend de la pression imposée. Les mesures en fonction de la pression sont réalisées successivement à un même palier de température. Les temps de chauffage longs induits par la méthode de mesure « conventionnelle » (cf. chapitre 4) sont ainsi réduits significativement dans le cas d'un essai en compression.

Une croissance de la couche d'oxyde, influençant directement le contact, sera cependant observée à haute température entre chaque point de mesure. Un exemple de relevés de températures dans le cas d'un outil inox 310 pour une température de consigne imposée dans le four de 800°C est illustré sur la Figure 155.

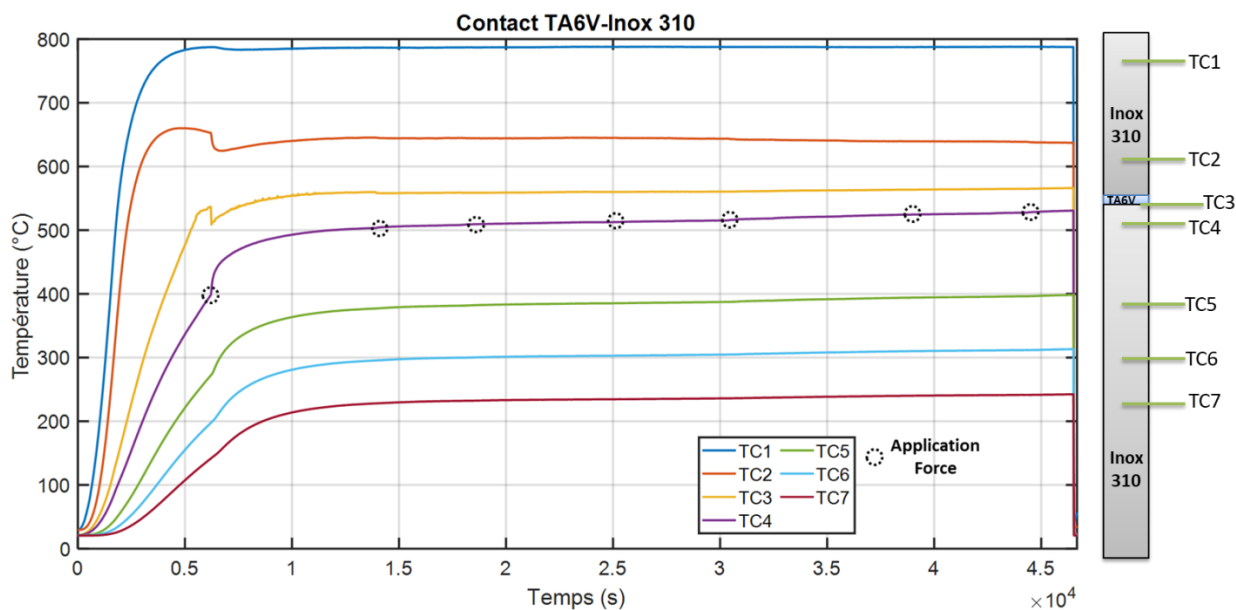


Figure 155 : Relevés de température en fonction du temps pour un contact TA6V-Inox 310

Comme illustré sur cette figure, les temps de chauffage sont longs avec un régime permanent atteint dans le barreau supérieur (TC1) au bout de 6000 secondes. Les temps de stabilisation sur les différents thermocouples après contact du barreau supérieur et de l'échantillon sont de l'ordre de 9000 secondes.

Les temps observés entre chaque mesure de RTC sont compris entre 2700 et 5000 secondes et dépendent de l'incrément de pression. En effet, plus l'incrément de pression est important, plus le temps de stabilisation sera élevé. Les variations de température restent cependant très faibles étant donné les pressions faibles étudiées (Figure 156).

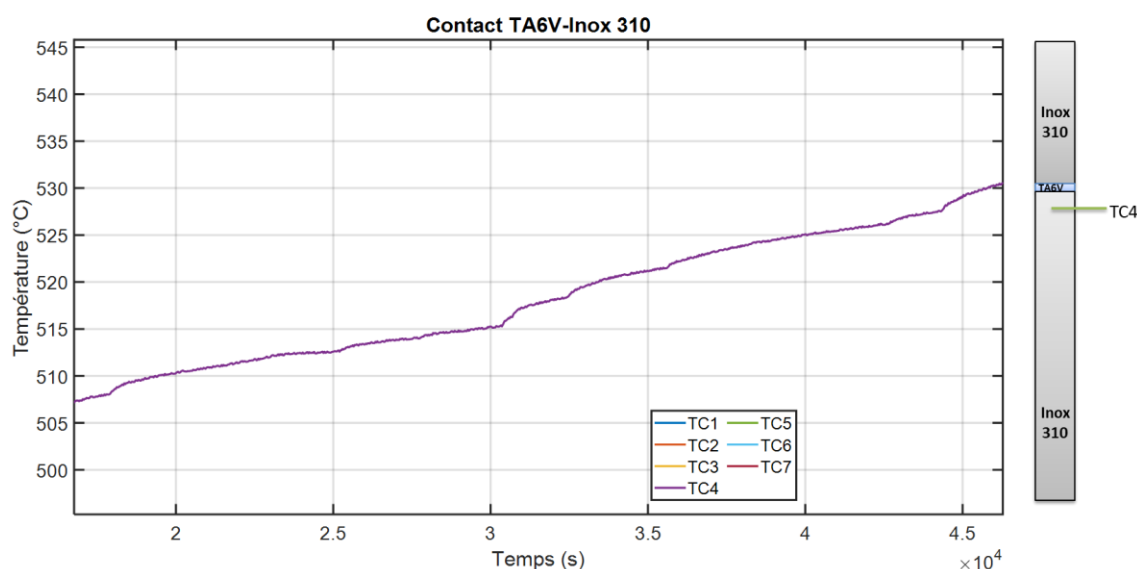


Figure 156 : Relevés de température en fonction du temps : zoom sur le thermocouple TC4

Le schéma de principe correspondant à l'essai de mesure de la RTC pour le cas d'un outil inox 310 est représenté sur la Figure 157.

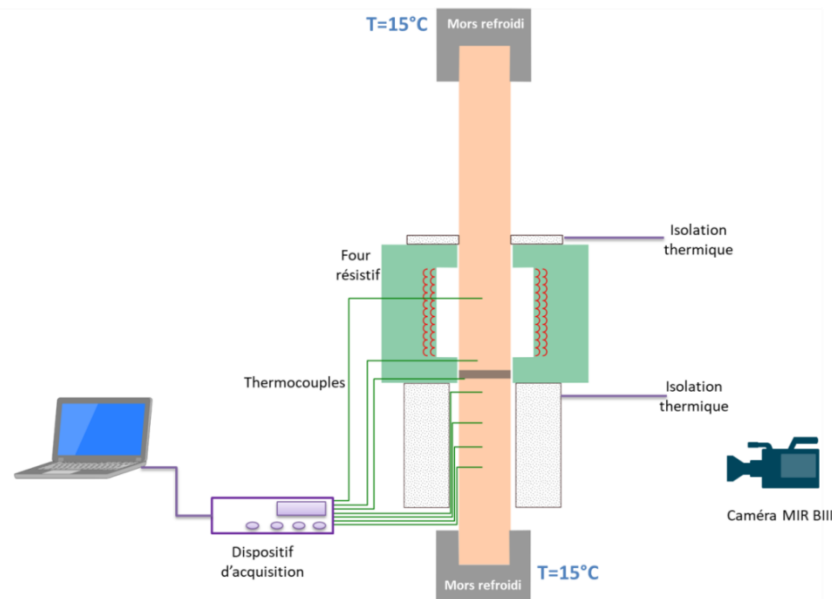


Figure 157 : Schéma de principe de l'essai de mesure de RTC dans le cas de l'outil inox 310

Un enregistrement des températures est réalisé toutes les 30 secondes grâce au dispositif d'acquisition Datatacker-DT80 présenté dans le chapitre 4. Grâce à deux thermocouples insérés au centre et au bas du barreau supérieur, il est possible de vérifier l'établissement du régime permanent. La température de l'échantillon est enregistrée par un thermocouple de type K relié au dispositif d'acquisition dans le cas de l'outil inox 310 comme décrit dans le chapitre 4.

Le schéma de principe correspondant à l'essai de mesure de la RTC pour le cas d'un outil béton est quant à lui représenté sur la Figure 158.

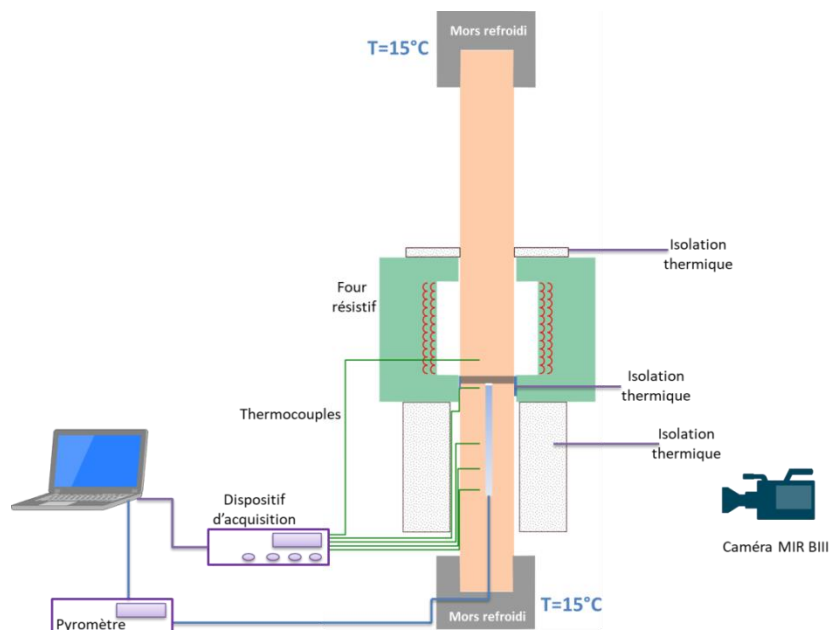


Figure 158 : Schéma de principe de l'essai de mesure de RTC dans le cas de l'outil béton

Le relevé des températures mesurées par thermocouple est réalisé toutes les 40 secondes. La température de l'échantillon est mesurée par un pyromètre déporté par fibre optique tel que détaillé dans le chapitre 4. L'acquisition est réalisée grâce à un logiciel développé en interne sur Labview®. Un

suivi par thermographie IR avec une caméra MIR BIII SC325 permet également de vérifier les éventuels défauts d'isolation thermique et permettre un recalage éventuel des conditions aux limites dans le cas d'un calcul *a posteriori*.

Contrairement au cas de l'outil inox 310, le contact est réalisé au niveau de l'interface intérieure du four (Figure 159). En effet, le béton étant un matériau moins conducteur que l'inox 310, il est nécessaire de remonter le contact dans le four afin de maximiser la température atteinte sur l'échantillon. De l'isolant Insulfrax® a été découpé et entoure la partie du barreau inférieur ressortant (Figure 158).

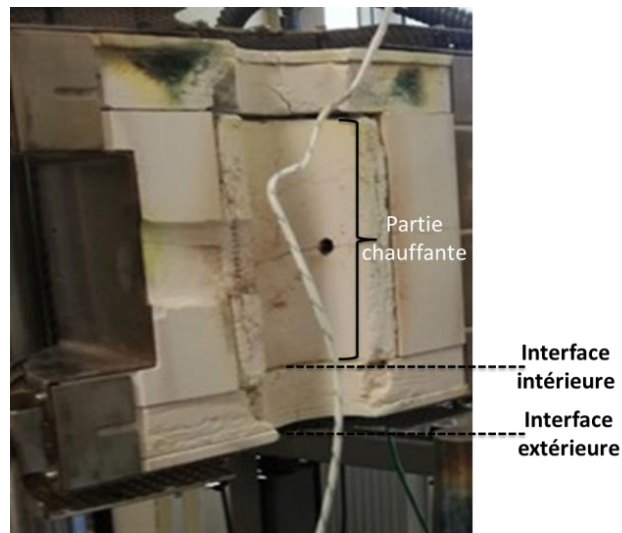


Figure 159 : Interfaces de contact sur le four ouvrant

Le banc de mesure de la RTC en cours d'essai béton est illustré sur la Figure 160.

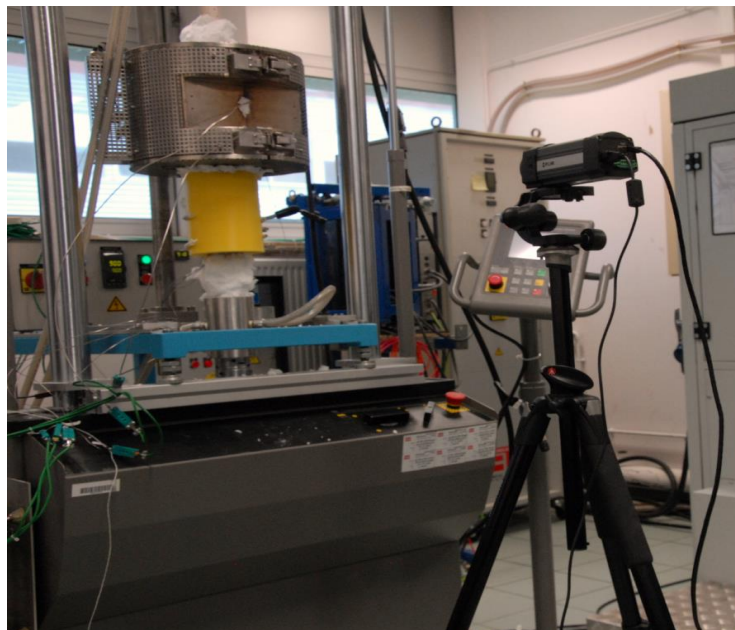


Figure 160 : Photographie d'un essai de mesure de RTC en cours

5.1.3. Méthodes de calcul de la RTC

Dans cette partie, les méthodes de calcul de la RTC pour chaque outil sont expliquées. Comme présenté dans le chapitre 4, l'hypothèse d'un flux de chaleur unidirectionnel peut être retenue dans le cas de l'outil inox 310 mais pas dans celui de l'outil béton. Cela conduit à deux résolutions différentes de l'approche inverse. Dans le cas inox, une inversion des relations de Fourier permet d'évaluer la RTC alors que dans le cas du béton, une méthode numérique est nécessaire.

a. Cas de l'outil Inox 310

L'expression du champ de température dans le barreau a été détaillée dans la partie 4.2.1.b du chapitre 4. Le flux de chaleur traversant est déterminé par régression linéaire sur les quatre thermocouples équipant le barreau inférieur. La température de surface du barreau en est ensuite déduite en utilisant l'équation 71. La température de l'échantillon est mesurée par un thermocouple tel que décrit dans la partie 4.3.3.a du chapitre 4. La RTC est ensuite calculée en utilisant l'équation 60.

b. Cas de l'outil en béton réfractaire – approche inverse

La détermination de la RTC se fait dans ce cas par approche inverse sur le logiciel Comsol Multiphysics®. Le modèle utilisé dans ce calcul est illustrée sur la Figure 161. Les propriétés thermo-optiques (conductivité thermique, émissivité) des matériaux en présence ont été détaillées dans la partie 4.2.1.c.

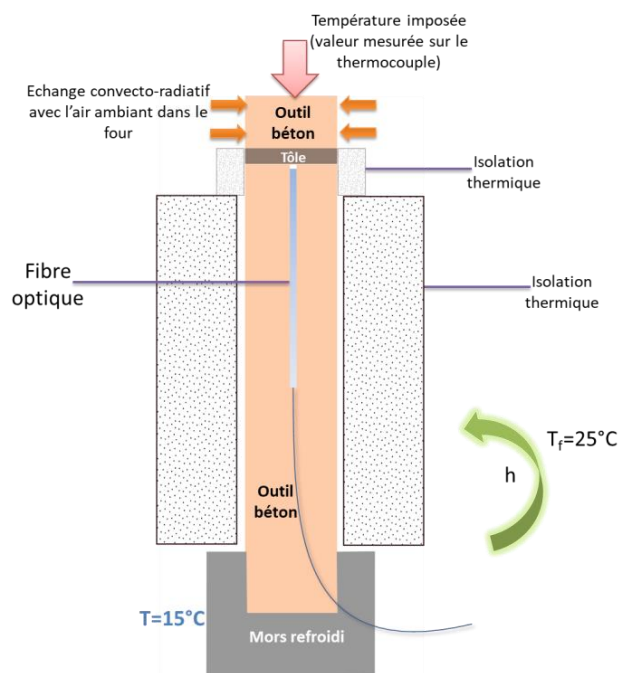


Figure 161 : Conditions aux limites pour le calcul de la RTC dans le cas de l'outil en béton

Seule la partie du barreau supérieure située entre le thermocouple à proximité de l'interface et l'échantillon a été représentée (Figure 158). La mesure relevée sur ce thermocouple durant l'essai a été utilisée comme condition aux limites.

Un calcul d'identification paramétrique permet ensuite de déterminer la conductance par minimisation d'une fonctionnelle basée sur les valeurs des quatre thermocouples insérés dans le barreau inférieur. Le problème à optimiser devient donc :

$$h_c^* = \underset{h_c}{\operatorname{argmin}} \left(\sum_{i=1}^4 \left\| \frac{T_i^{\text{exp}} - T_i^{\text{num}}(h_c)}{T_i^{\text{exp}}} \right\|_2^2 \right) \quad (80)$$

Où h_c^* est la conductance optimale qui permet au modèle d'approcher au mieux les mesures des 4 thermocouples. Cette méthode de calcul de la RTC nécessite cependant une validation directe du modèle utilisé faite au préalable.

En d'autres termes, il s'agit de s'assurer que le modèle COMSOL® est suffisamment sensible au paramètre à optimiser et aussi qu'il est suffisamment contraint pour pouvoir converger de manière robuste vers ce dernier.

Cette validation est réalisée en utilisant les résultats obtenus de manière analytique dans le cas du contact inox-TA6V. En effet, des valeurs de RTC ont déjà été calculées dans la partie 5.3.1. Les différentes étapes de cette démarche sont résumées sur la Figure 162.

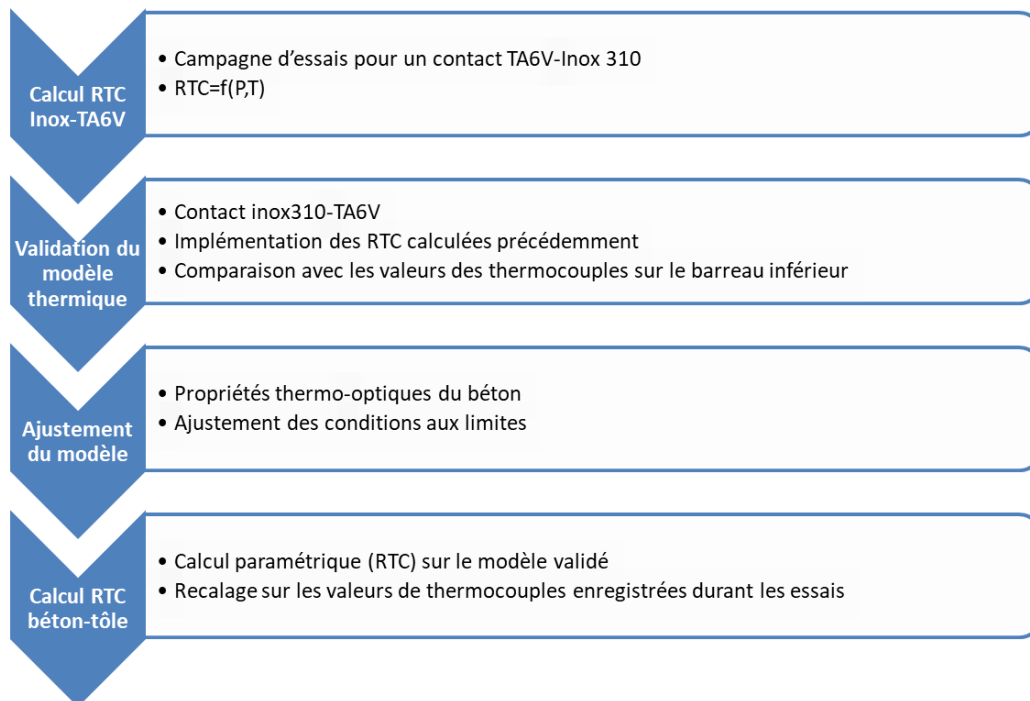


Figure 162 : Etapes du calcul de la RTC dans le cas de l'outil béton

La première étape correspond au calcul de la RTC pour un contact TA6V-Inox 310 tel que détaillé dans le chapitre 4 suivi d'un calcul direct validé pour une configuration inox 310-TA6V en utilisant les RTC mesurées (Figure 163). Un ajustement de ce modèle pour un outil béton est alors réalisé (Figure 161).

In fine, les valeurs de RTC dans le cas de l'outil béton sont déterminées par comparaison entre les températures mesurées sur les thermocouples et les températures simulées correspondantes.

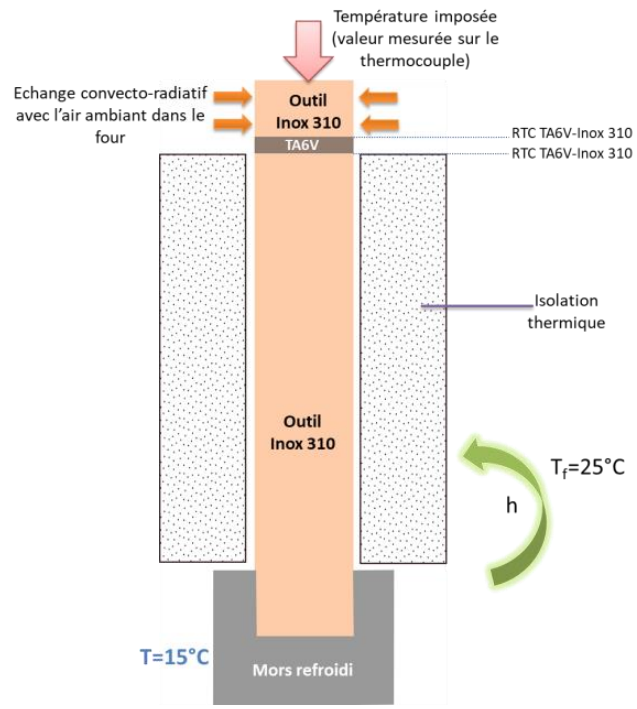


Figure 163 : Conditions aux limites pour la validation du modèle thermique

5.2. Mesure de la RTC pour le cas d'un outil Inco 310

5.2.1. Cas du contact avec l'alliage TA6V

a. Mesures de la RTC sur l'alliage non revêtu

L'ensemble des températures mesurées est représenté sur la Figure 164. Ces courbes illustrent donc les profils longitudinaux de température obtenus pour les 4 températures de consigne et pour les 6 valeurs de pression définies dans le Tableau 33.

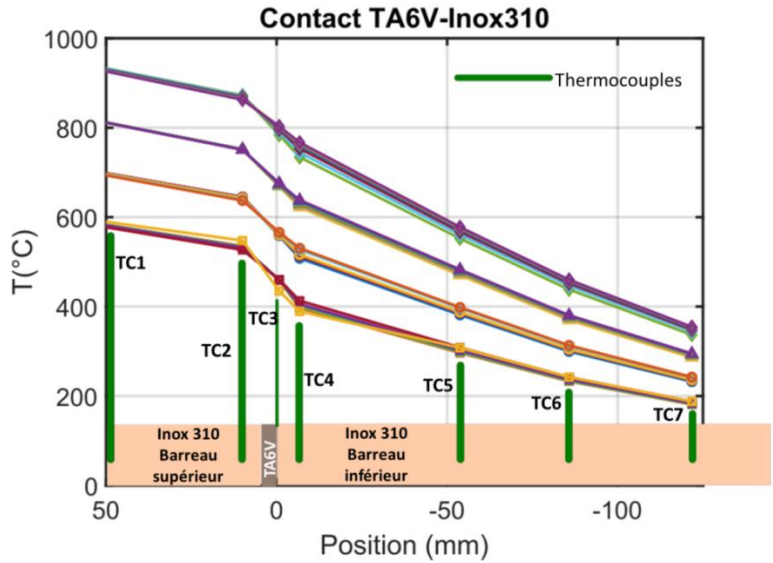


Figure 164 : Profils de température mesurés correspondant aux mesures de RTC pour un contact TA6V-Inco310

Une chute de température entre les thermocouples TC3 (échantillon) et TC4 provoquée par la RTC est observée. L'amplitude de cette chute diminue cependant lorsque la température de consigne (TC1) augmente, ce qui est synonyme d'une augmentation importante de la conductance avec la température.

Comme attendu, le champ de température dans le barreau inférieur est quasi-linéaire. La méthode de calcul analytique 1D de la RTC peut donc effectivement être utilisée.

Un zoom sur les relevés de températures à proximité de l'interface entre les thermocouples TC3 et TC4 (Figure 164) pour une température de consigne de 700°C est présenté sur la Figure 165.

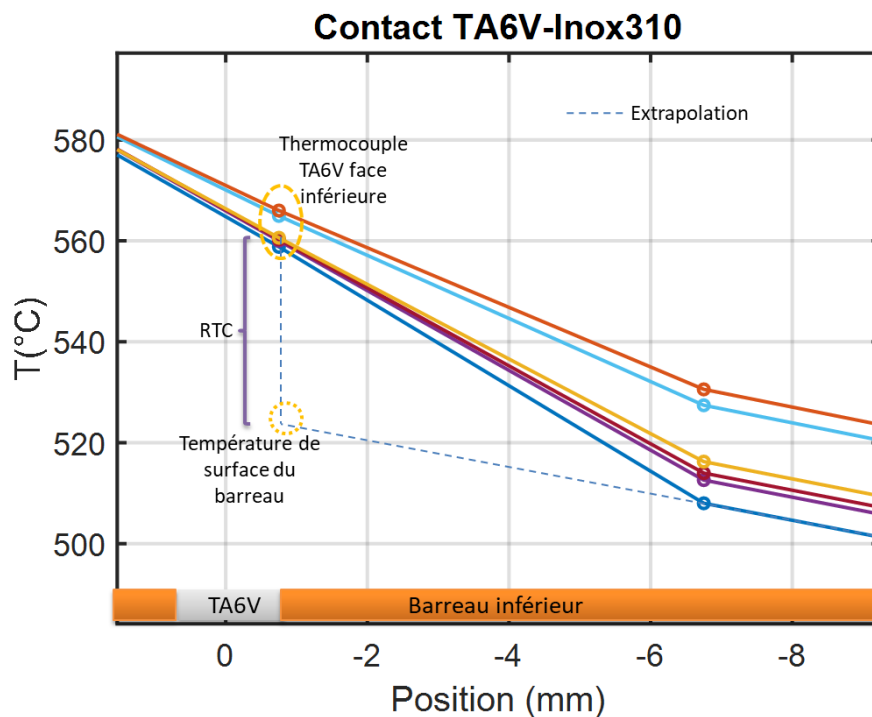


Figure 165 : Relevés de température à proximité de l'interface pour un contact TA6V-Inox310 à une température de consigne de 600°C et 6 pressions de contact différentes

En extrapolant linéairement les mesures de température du barreau inférieur, sa température de surface en est déduite. La RTC est alors clairement mise en évidence avec des sauts de température à l'interface compris entre 15 et 38°C selon la pression exercée.

- **Conductances en fonction de la pression de contact**

Les 25 essais menés sur ce couple de matériaux permettent de tracer les conductances sur des gammes de température et de pression représentatives du procédé SPF (Figure 166).

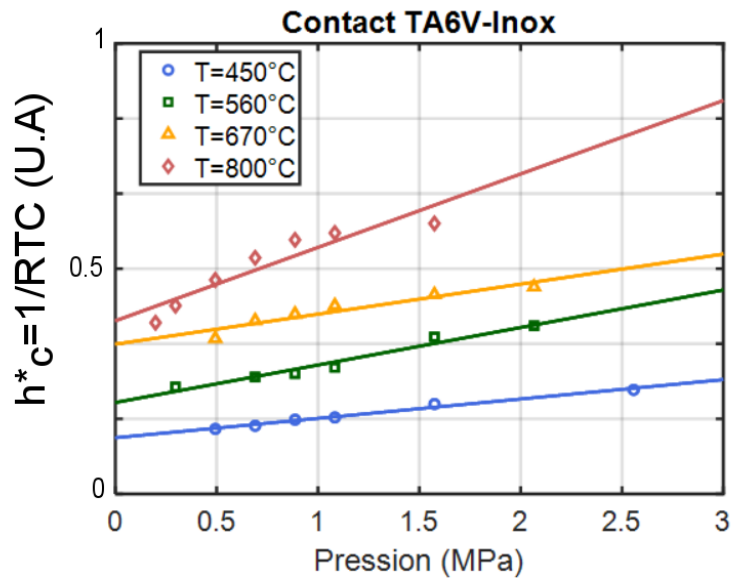


Figure 166 : Conductance en fonction de la température de l'échantillon et de la pression de contact pour une interface TA6V-Inox310

Les allures des conductances sont quasi-linéaires selon la pression pour des températures d'échantillons comprises entre 450 et 670°C. Cette évolution est en accord avec les modèles de RTC classiques de la littérature [158][155]. Elle traduit l'augmentation de la surface de contact avec l'écrasement des rugosités. Pour des pressions faibles, la conductance tend vers une valeur initiale représentant la RTC découlant de l'air emprisonné entre l'échantillon et l'outil.

L'échantillon est alors uniquement posé sur le barreau inférieur sans pression de contact imposée. Cette conductance initiale à pression atmosphérique augmente selon la température de l'échantillon. Cette augmentation s'explique principalement par l'augmentation de la conductivité thermique de l'air avec la température ainsi que l'amplitude des échanges radiatifs.

Dans le cas de l'essai à 800°C (et dans une moindre mesure celui à 670°C), on constate une allure bilinéaire en fonction de la pression. En effet, il semble que deux régimes se succèdent (avant et après 0.7 MPa ou avant et après 380 minutes après contact).

Cette chute de la conductance à basse pression est observée dans d'autres travaux tels que ceux de Zhu [212] pour un contact Hastelloy-Acier SS-302, cependant l'auteur n'avance aucune explication quant à la cause d'un tel phénomène. Dans le cas présent, ce changement de comportement peut s'expliquer en partie par une croissance importante de la couche d'oxyde avec le temps de chauffage (plusieurs heures). A de telles températures, cette couche est majoritairement composée de rutile TiO_2 dont la conductivité est inférieure à celle du substrat ($k=3.34 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ [213] au lieu de $15 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ cf. Figure 117).

En se reportant à la loi d'oxydation déterminée dans la partie 3.1.2 du chapitre 3 et rappelée sur la Figure 167, on peut estimer que l'épaisseur de cette de couche d'oxyde passe de 8 à 15 μm entre le premier et le dernier point de mesure (soit entre 0.1 MPa et 1.6 MPa).

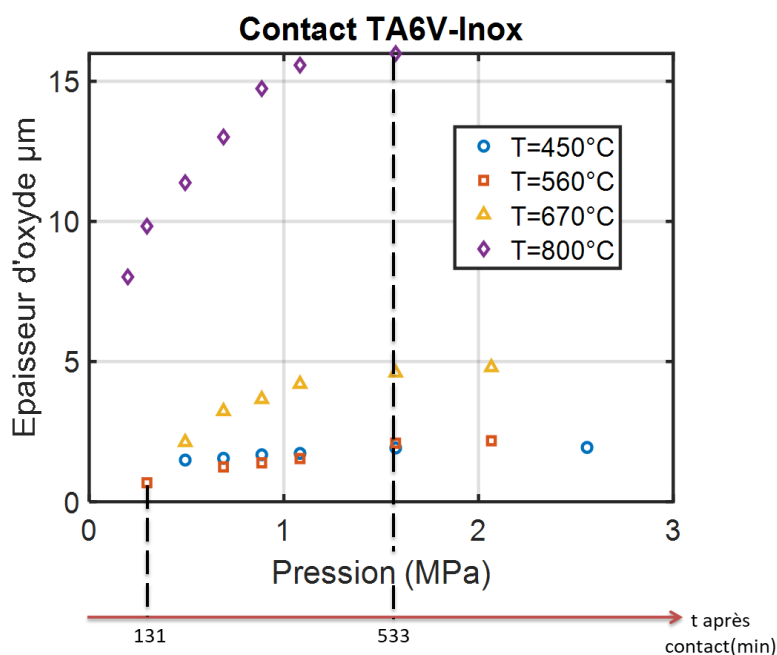


Figure 167 : Epaisseurs d'oxyde sur l'échantillon TA6V durant les mesures de RTC

Les épaisseurs d'oxyde calculées à 450 et 560°C sont inférieures à 2 μm quel que soit le temps de chauffage. L'épaisseur d'oxyde devient significative à une température de 800°C et peut expliquer l'inflexion observée sur la courbe de conductance à cette température (Figure 166).

Plusieurs travaux de la littérature ont étudié les effets de l'oxydation sur la RTC [214][215][216][164]. Ils montrent principalement une diminution importante de la conductance avec l'augmentation de l'épaisseur de la couche d'oxyde par rapport à une surface non oxydée. En effet, l'apparition de cette couche d'oxyde crée une résistance thermique supplémentaire venant s'ajouter à la RTC « initiale ».

- **Détermination théorique de la conductance aux faibles pressions**

Le comportement très non linéaire aux faibles charges n'est pas décrit par les modèles classiques de RTC (présentés en section 4.1.1). Les faibles pressions de contact sont en effet très peu étudiées dans la littérature et les auteurs placent généralement une limite inférieure de validité à leurs modèles. Les problématiques d'oxydation évoquées dans la section précédente semblent en partie responsables de ce comportement mais semblent aussi insuffisantes pour fournir une explication complète à ce problème.

En première approche, il est raisonnable de modéliser le contact TA6V/INOX comme un accostage de solides élastiques. Sous cette hypothèse, il devient possible de déterminer théoriquement la conductance de l'interface.

Tel que décrit dans l'équation 62, la conductance totale à l'interface est la somme des conductances radiative, convective et conductive (air). La conductance convective est négligée étant donné les faibles longueurs caractéristiques observées.

Selon les travaux de la littérature, la conductance radiative est quant à elle considérée négligeable pour des températures inférieures à 600°C [146]⁷.

Elle ne sera donc pas prise en compte dans un premier temps. La conductance totale se résume donc à la conductance d'origine conductive qui correspond à la somme des résistances thermiques des couches d'air emprisonnées dans les aspérités. Elle peut être exprimée de la manière suivante :

$$h = \frac{k_{air}(T) \cdot (1 - \alpha(P))}{\bar{e}(P)} \text{ en } W \cdot m^{-2} \cdot K^{-1} \quad (81)$$

Avec $\bar{e}(P)$ l'épaisseur moyenne de la lame d'air pour une charge P donnée, $k_{air}(T)$ la conductivité thermique de l'air. α est le rapport surfacique, donné par la relation suivante :

$$\alpha(P) = \frac{A(P)}{A_0} \quad (82)$$

Avec $A(P)$ l'aire de contact effective selon la pression de contact, A_0 la surface de contact initiale de la pastille, ainsi α vaut 0 lorsqu'il n'y a pas contact et 1 lorsque la lame d'air a complètement disparu sous l'effet de la pression.

○ Détermination de $\alpha(P)$

Une topographie bidirectionnelle de la surface de l'échantillon de TA6V a été réalisée à l'aide d'un altimètre Altisurf® 520 (Figure 168 a-b). En ce qui concerne le barreau en béton, sa hauteur importante empêche une topographie 2D directe. Seuls des profils de rugosité ont pu être mesurés par un rugosimètre linéaire et ont permis de générer une surface fictive équivalente (Figure 168 c-d).

Pour ce faire, l'algorithme issu des travaux de Persson [217] a été utilisé, avec une hypothèse d'isotropie de la rugosité. Il est à noter que les deux surfaces $Z_1(x,y)$ et $Z_2(x,y)$ (1 : TA6V et 2 : Inox 310) se sont vues retirer leurs distances respectives à leurs plans moyens de manière à obtenir des surfaces rugueuses, planes et parallèles. Les allures et profils correspondants (Figure 168) sont représentés sur 2401 pixels avec un pas de 2 μm .

⁷ $h_{rad} = \sigma \left(\frac{\varepsilon_1 \varepsilon_2}{\varepsilon_1 + \varepsilon_2 - \varepsilon_1 \varepsilon_2} \right) \left(\frac{T_1^4 - T_2^4}{T_1 - T_2} \right)$ [248] avec 1 : TA6V et 2 : Inox310 ; $h_{rad} = 112 W \cdot m^{-2} \cdot K^{-1}$ avec $T_1=803^\circ C$ et $T_2=775^\circ C$ d'où $h_{rad} \approx 0.067 \cdot h_{tot}$

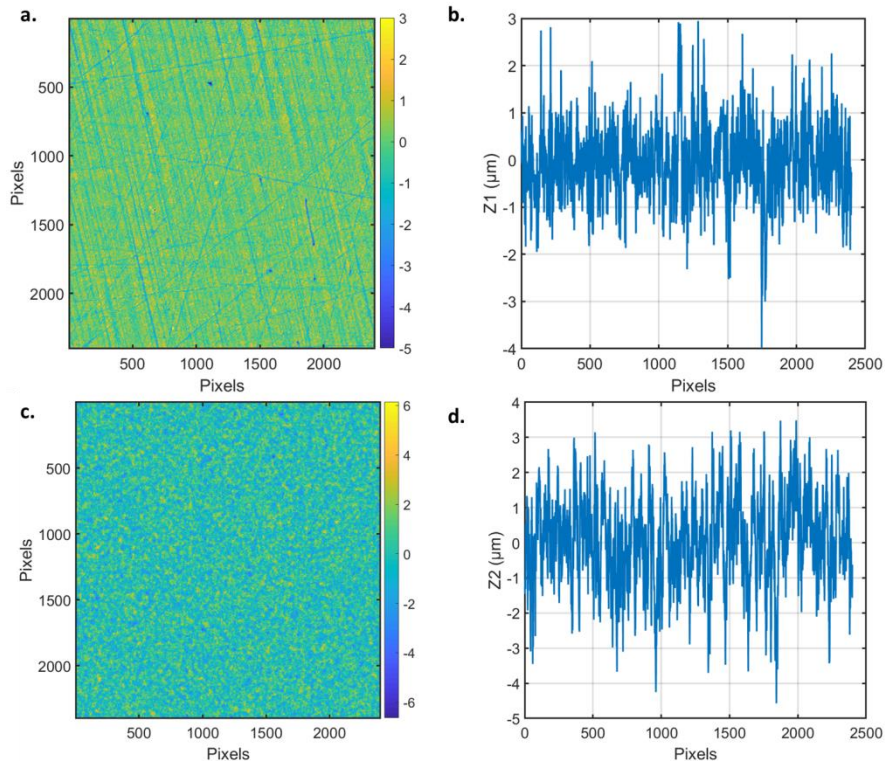


Figure 168 : Allure et profilométrie au centre des deux surfaces en contact : a-b : TA6V et c-d : inox 310

Les rugosités respectives des surfaces sont évaluées à $Ra_1=0.66 \mu\text{m}$ et $Ra_2=1.02 \mu\text{m}$.

La théorie du contact élastique de Hertz [218] permet d'écrire que chaque interférence de rugosité conduit à une force de réaction élastique F dont la valeur vaut :

$$F = \frac{4}{3} E^* \cdot R^{1/2} \cdot \delta^{3/2} \quad (83)$$

Avec R le rayon de contact équivalent, δ l'incrément de déplacement normal correspondant à l'inclusion de la surface 1 dans 2 et E^* le module d'Young équivalent du contact tel que :

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1 - \nu_1^2}{E_1} + \frac{1 - \nu_2^2}{E_2} \quad (84)$$

Avec E_1 et E_2 les modules d'Young de chaque matériau, ν_1 et ν_2 les coefficients de poisson respectifs.

Les valeurs de Modules d'Young utilisées ont été de :

Matériaux	Température (°C)	20	400	800
TA6V	$E(\text{GPa})$	110 [106]	85 [219]	60 [219]
Inox 310		200 [220]	170 [221]	130 [221]

Tableau 34 : Modules d'Young utilisés

A partir de l'hypothèse de Hertz modélisant la surface effective de contact entre deux aspérités par un contact sphère/sphère, il vient que:

$$a(\delta) = \sqrt{R \cdot \delta} \quad (85)$$

La force de réaction élastique F peut donc être écrite de la manière suivante :

$$F = \frac{4}{3} E^* . a . \delta \quad (86)$$

Connaissant $Z_1(x, y)$ et $Z_2(x, y)$, il est possible de déterminer numériquement $a(\delta)$ en approximant cette surface par la somme des zones de contact entre Z_1 et Z_2 à un δ donné tel que :

$$a(\delta) = \int \int_{x \ y} \max[Z_1(x, y) - (Z_2(x, y) + (\delta_0 - \delta)), 0] dx . dy \quad (87)$$

Avec $\delta_0 = \max(Z_1) + |\min(Z_2)|$ (cf. Figure 169)

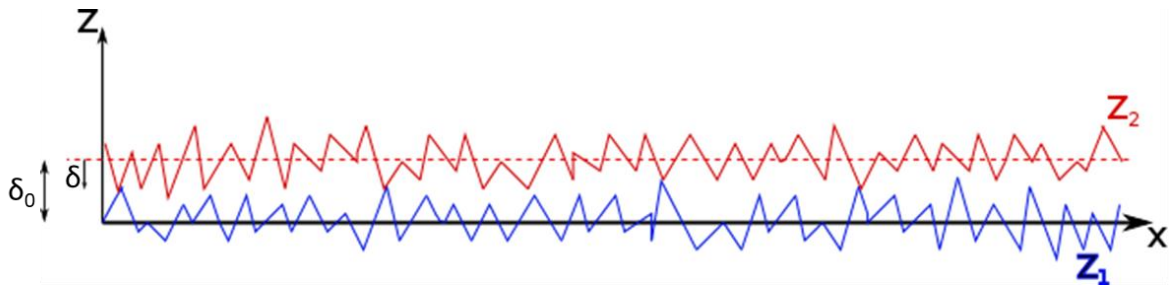


Figure 169 : Illustration des zones de contact

Connaissant A_0 la surface de contact initiale de l'échantillon, l'évolution de α en fonction de δ (Figure 170 a.) puis de $\sigma = F/A(\delta)$ (Figure 170 b.), peut être obtenue à partir de l'équation 85.

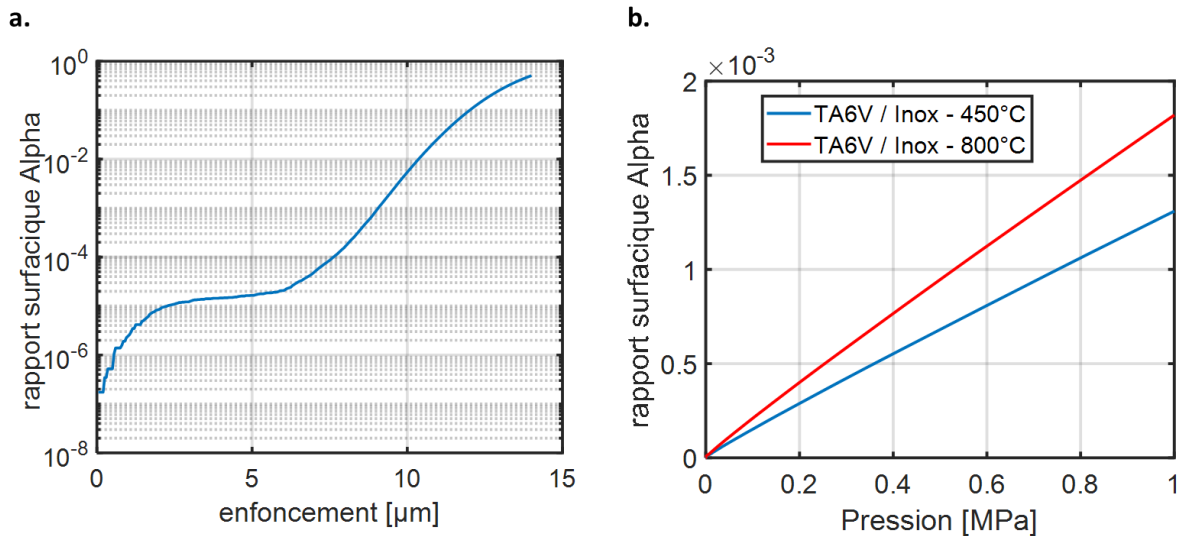


Figure 170 : a. Evolution du rapport surfacique en fonction de l'enfoncement ; b. Evolution du rapport surfacique en fonction de la pression

○ Détermination de $e(P)$ et de la conductance

L'évaluation de l'épaisseur de la lame d'air peut se faire directement à partir de l'équation 87 et des résultats présentés sur la Figure 171 en projetant pour une pression donnée σ (et donc un enfoncement δ donné) la surface Z_1 sur Z_2 .

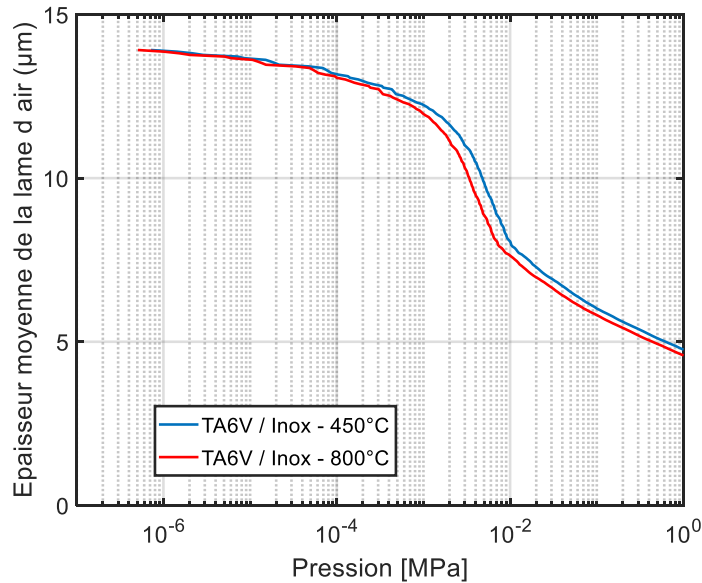


Figure 171 : Evolution de l'épaisseur de la lame d'air en fonction de la pression

Après que $\alpha(P)$ et $e(P)$ ont été déterminés, il est possible de déterminer la conductance $h(P)$. En se dotant des valeurs de conductivités thermiques de l'air à 450°C ($k=0.053 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) et à 800°C ($k=0.070 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$), elle peut être déterminée aux faibles charges ($\sigma < 1 \text{ Mpa}$) analytiquement en utilisant l'équation 81.

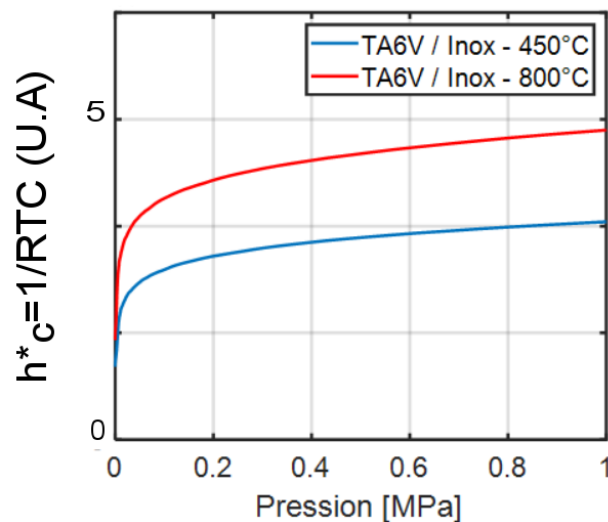


Figure 172 : Conductances calculées aux faibles charges pour un contact TA6V-Inox310

Il est à noter que pour des pressions faibles, le rapport surfacique α tend vers 1. L'épaisseur de la lame d'air pilote donc l'échange thermique à l'interface.

Les valeurs obtenues par calcul sont largement surestimées par rapport aux tendances expérimentales présentées sur la Figure 166. L'évaluation de l'épaisseur de la lame d'air $e(p)$ apparaît directement comme la principale source d'erreur (cf. équation 81). En effet, dans le calcul présenté ici, cette épaisseur est issue de l'accostage entre deux surfaces parallèles, planes et rugueuses.

Or, il apparaît que si la surface de l'éprouvette montre un défaut d'ondulation très faible (de l'ordre de $\pm 0.3 \mu\text{m}$), il n'en va pas de même pour Z_2 , la surface du barreau inférieur. La Figure 173, ci-dessous, montre l'allure de ce défaut sur un profil situé au centre de l'éprouvette.

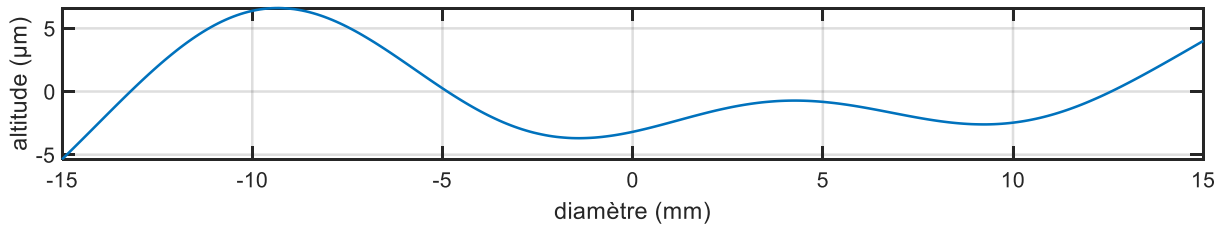


Figure 173 : Défaut d'ondulation de la surface du barreau inférieur

En prenant en compte cet écart supplémentaire (Figure 168 a-b), il est possible de corriger l'évolution de l'épaisseur de la lame d'air aux faibles pressions et donc de réévaluer la conductance de manière plus rigoureuse (voir Figure 174).

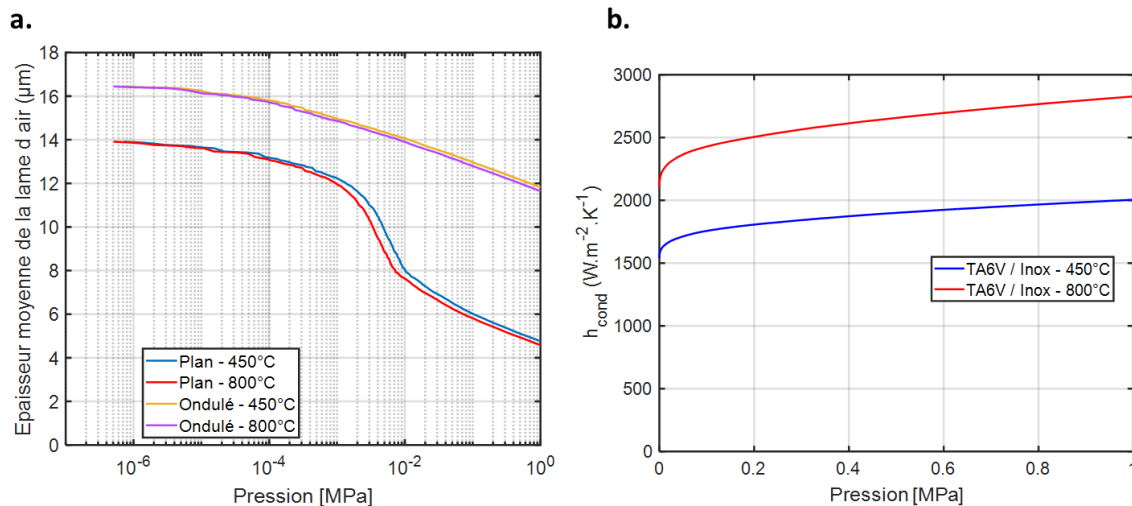


Figure 174 : a. Épaisseur de la lame d'air en fonction de la pression ; b. Conductance calculée en fonction de la pression

Il apparaît donc que la prise en compte des défauts de rugosité **et** d'ondulation permet de corriger significativement le modèle mais ne permet pas de justifier les valeurs expérimentales obtenues. Une modélisation plus fine prenant en compte les défauts d'orientation des surfaces (**e.g. parallélisme des surfaces, parallélisme entre les surfaces exposées des barreaux...**) permettrait de diminuer les écarts entre résultats expérimentaux et numériques, mais sort du cadre de cette étude.

Par ailleurs, il est envisageable d'évaluer expérimentalement cette épaisseur de manière « macroscopique », notamment à l'aide des méthodes d'émission acoustique [222] largement utilisées en mécanique de la rupture afin d'évaluer les épaisseurs et/ou largeurs de fissures.

Une autre source d'erreur du modèle est la présence de viscoplasticité locale à même de modifier la nature de l'accostage entre les deux surfaces considéré comme totalement élastique ici. En effet, la surface de contact étant très faible, **la contrainte est donc répartie sur une partie infime de la surface totale de l'échantillon.**

Les paliers de température imposés sur l'échantillon (Figure 155) sont également suffisamment longs pour générer une viscoplasticité/« fluage » significatif. Les travaux de Badea [223] ont notamment montré une déformation induite de 10% pour un alliage TA6V pour un temps de maintien de 4 heures à une température de 600°C et une contrainte appliquée de 200 MPa.

Cette déformation atteint même 45% pour un temps de 8 heures dans les mêmes conditions de température et de contrainte. Au regard des temps de chauffage observés ayant un ordre de grandeur de 14 heures, cette présence de viscoplasticité permet donc d'augmenter significativement la surface de contact à haute température. Cet aspect constituera également une perspective importante de ce manuscrit.

- **Conductances en fonction de la température de l'échantillon**

L'effet de la pression de contact a été étudié dans les sous parties précédentes. Il a été expliqué précédemment (cf. chapitre 4) que la température joue également un rôle important dans l'échange thermique à l'interface. L'effet de la température sur les valeurs de conductance est donc étudié dans cette partie. Celles-ci sont présentées en fonction de la température de l'échantillon à pression constante sur la Figure 175.

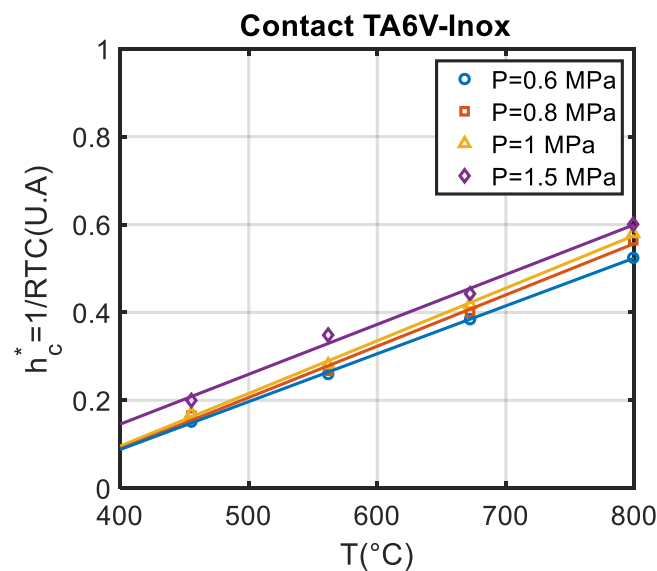


Figure 175 : Conductances en fonction de la température à iso-pression pour un contact TA6V-Inox310

Une allure quasi-linéaire des conductances selon la température est observée à pression constante. Cette diminution de RTC à iso-pression s'explique en partie par l'augmentation de la conductivité thermique équivalente du couple TA6V-Inox avec la température (Cf. Figure 117).

Elle s'explique également par une croissance quasi-linéaire de la conductivité thermique de l'air en fonction de T sur cette gamme de température [224] : $k=0.053 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ à 450°C et $0.070 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ à 800°C. Il est à noter que cette conductivité thermique de l'air augmente également légèrement avec la pression [224].

- **Influence conjuguée de la température et de la pression**

L'effet simultané de la température de l'échantillon et de la pression de contact sur les conductances observées à l'interface TA6V-Inox310 est présenté sur la Figure 176.

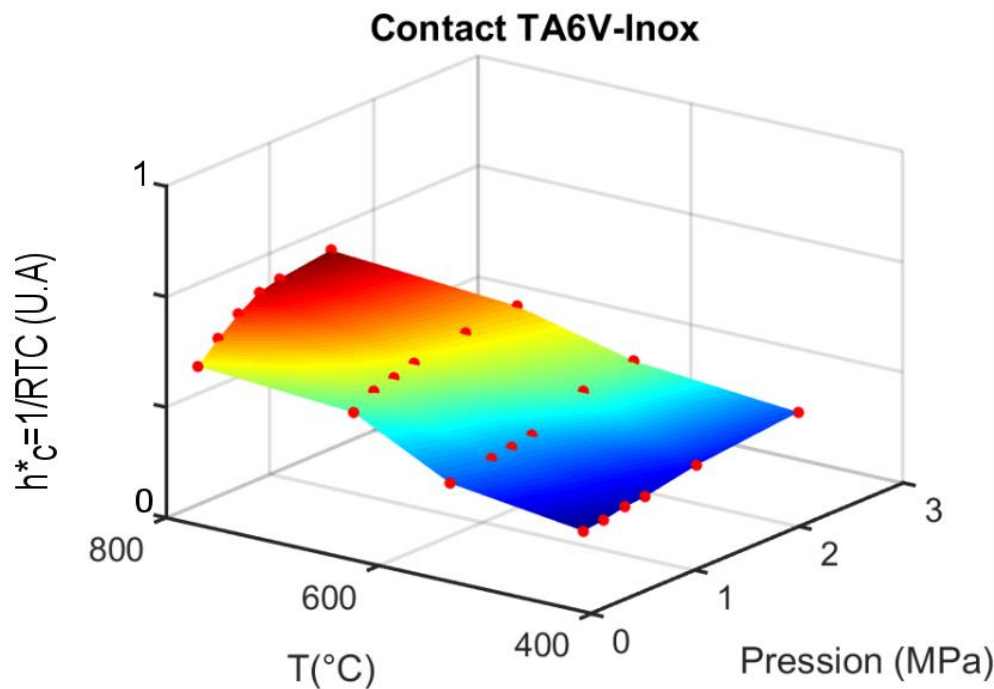


Figure 176 : Conductance en fonction de la température et de la pression pour un contact TA6V-Inox310

La conductance montre une dépendance à la pression de contact accrue à haute température. Une diminution du module d'Young du TA6V [219] entre 450 et 800°C permet d'expliquer ce phénomène. En effet, les modèles de conductances issus de la littérature montrent une augmentation de la conductance avec la diminution du module d'Young [158][155][225]. Les conductances maximales sont observées à haute pression et haute température lorsque la surface de contact ainsi que la conductivité thermique de l'air sont maximales.

b. Mesures de la RTC sur l'alliage revêtu de BN

En condition industrielle, les tôles sont revêtues de nitrure de Bore (BN) afin de faciliter le glissement dans la matrice et leur extraction lors d'un formage SPF. La RTC a donc également été mesurée pour un contact TA6V-Inox avec l'ajout d'un revêtement sur l'échantillon. Une épaisseur de couche moyenne de 3 µm typique d'un cas industriel a été déposée sur les échantillons de TA6V.

Il est à noter que le BN a une conductivité supérieure à celles des matériaux en présence [226][227][228] avec k compris entre 25 et 100 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ selon les sources. Deux micrographies de la surface revêtu de BN avant chauffage sont présentées sur la Figure 177.

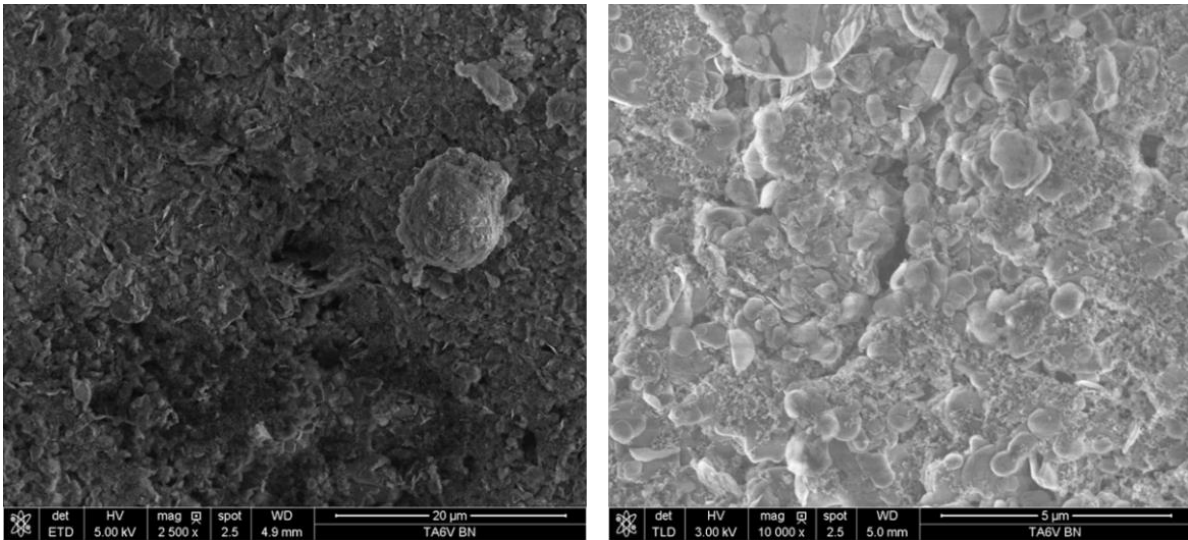


Figure 177 : Micrographies de l'alliage TA6V revêtu de BN

De nombreuses porosités dues à la nature pulvérulente du BN sont observées. Cette tendance est confirmée par les mesures de rugosité de surface avec des paramètres Sa de 0.54 µm sans BN et 2.17 µm avec.

- **Conductance en fonction de la pression de contact**

L'effet de la pression de contact sur un échantillon revêtu de BN en contact avec l'outil inox 310 est étudié ici. Les conductances mesurées en fonction de la température de l'échantillon et la pression de contact sont ainsi présentées sur la Figure 178. Des temps d'essai compris entre 10 et 12 heures de chauffage ont été observés pour ces mesures.

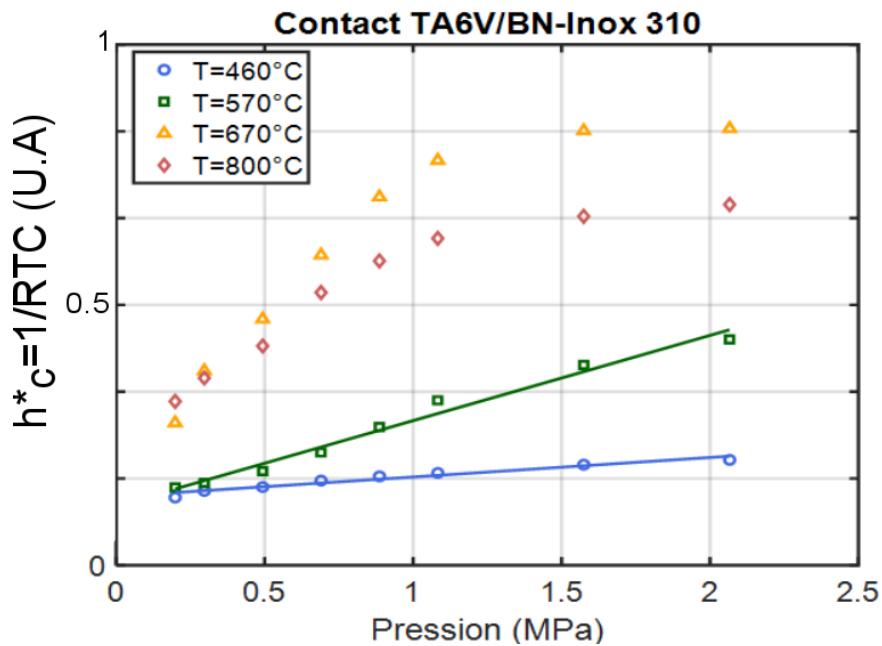


Figure 178 : Conductance en fonction de la température de l'échantillon et de la pression de contact pour une interface TA6V-BN-Inox310

Une évolution quasi-linéaire de la conductance selon la pression est observée à 460°C et 570°C, ce qui rejoint les résultats observés pour un contact sans revêtement. Pour des températures de 670°C et 800°C, deux régimes d'évolutions sont observés : une évolution linéaire rapide pour des pressions inférieures à 1MPa puis une évolution linéaire plus lente au-delà.

Ce changement de régime peut en partie s'expliquer par une croissance de la couche d'oxyde avec le temps de chauffage venant traverser la couche de BN. Il en résulte une interface hybride composée de la couche d'oxyde peu conductrice et de BN très conducteur et pulvérulent. Les valeurs supérieures observées à 670°C s'expliquent par une épaisseur de couche d'oxyde plus faible qu'à 800°C et donc une interface plus conductrice. Ces différents cas sont représentés sur la Figure 179 :

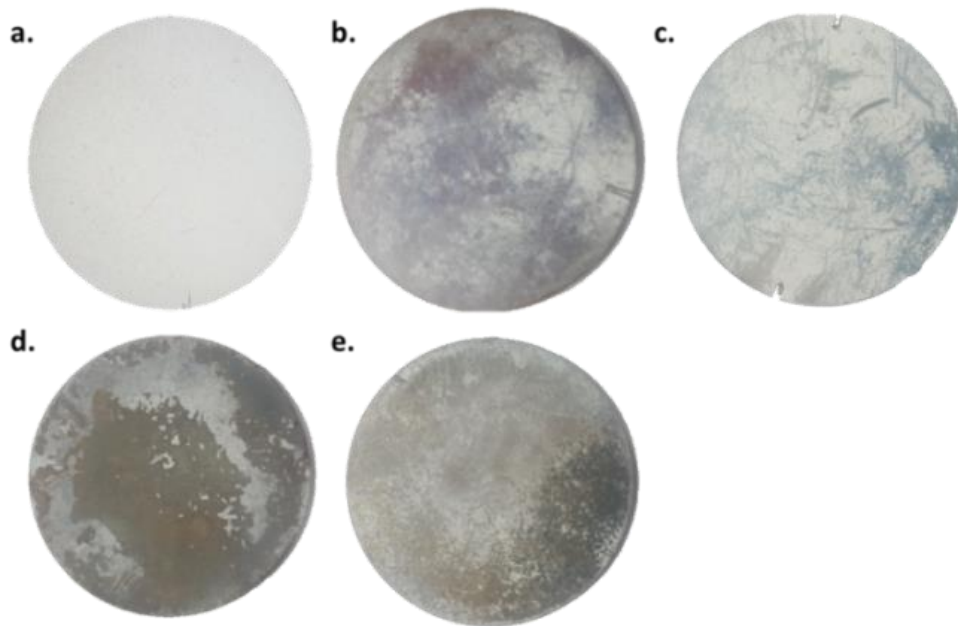


Figure 179 : Pastilles de TA6V revêtues de BN ; a. Avant essai ; b. Après essai à T=460°C ; c. Après essai à T=570°C ; d. Après essai à T=670°C ; e. Après essai à T=800°C

On observe sur la Figure 179 que les phénomènes d'oxydation interagissent très rapidement avec la couche de BN, et ceci même pour des températures faibles (Figure 179-b). Il apparaît donc que dans le cas de pastilles revêtues BN, les interactions entre nitrure de Bore et oxydation constituent un véritable défi pour les modèles, d'autant plus que Rutile et BN présentent des conductivités et des diffusivités thermiques très différentes.

Ces constatations ainsi que celles réalisées dans d'autres parties du manuscrit mettent en évidence le besoin de mieux comprendre les phénomènes d'oxydation du TA6V dans ces gammes de température et constituent à l'évidence une perspective centrale de ce travail.

- **Conductance en fonction de la température de l'échantillon**

Le BN présente une thermodépendance importante de certaines de ses propriétés physiques (module d'Young, conductivité thermique...). A titre d'exemple, les modules d'Young du TA6V et du BN à 300 et 700°C sont présentés dans le Tableau 35.

Matériau	T (°C)	300	700
TA6V [229]	E (GPa)	92	68
BN [230]		23.9	3.5

Tableau 35 : Thermodépendance des modules d'Young du TA6V et du BN

La chute du module d'Young du BN avec la température implique une thermodépendance plus forte à l'interface dans le cas d'un alliage revêtu. L'effet de la température sur la conductance est donc étudié dans cette partie. Les valeurs de conductance pour chaque pression sont présentées en fonction de la température de l'échantillon sur la Figure 180.

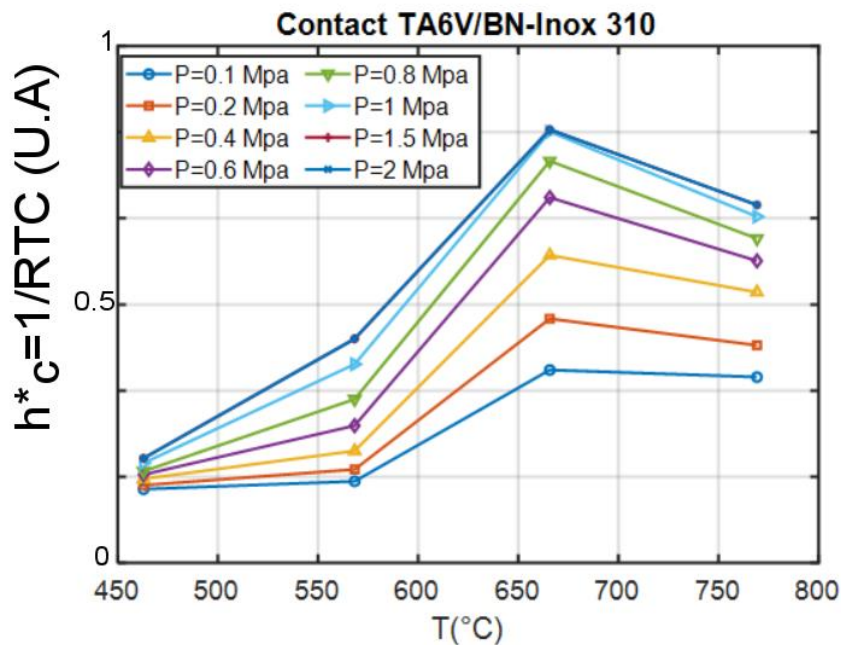


Figure 180 : Conductances en fonction de la température à iso-pression pour un contact TA6V-BN-Inox310

Contrairement au contact sans revêtement, les allures des conductances en fonction de la température ne sont plus linéaires. Les conductances maximales sont observées à 670°C quelle que soit la pression. La diminution observée à 800°C s'explique par une chute de la conductivité thermique du BN avec la température [226][227][228] ainsi qu'une croissance importante de la couche d'oxyde moins conductrice que le revêtement en BN.

L'effet de la pression est également plus notable pour une température d'échantillon élevée. Cette augmentation s'explique par une chute importante du module d'Young du BN avec la température due à son aspect pulvérulent [230] : $E(300^\circ\text{C})=23.9$ GPa et $E(700^\circ\text{C})=3.5$ GPa.

- **Influence conjuguée de la température et de la pression**

Les effets significatifs de la pression de contact et de la température dans le cas d'un contact entre un échantillon revêtu de BN et un outil inox 310 ont été mis en évidence précédemment. L'effet simultané de ces deux grandeurs sur la conductance à l'interface est donc présenté sur la Figure 181.

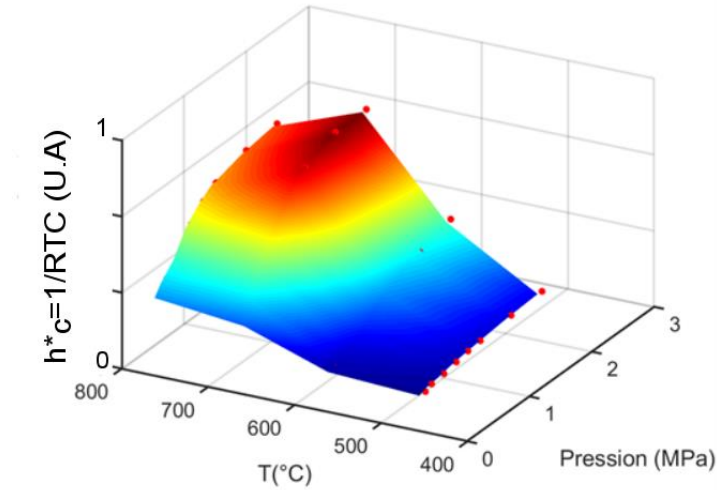


Figure 181 : Conductance en fonction de la température et de la pression pour un contact TA6V-BN-Inox310

L'influence de la pression augmente fortement avec la température de l'échantillon comme expliqué plus haut. L'influence de la température augmente elle aussi avec la pression de contact. Le BN est en effet un matériau bien plus conducteur que le TA6V et l'inox 310. L'augmentation de la surface de contact couplée à une forte croissance de la conductivité thermique équivalente à l'interface amène donc cette plus forte dépendance de la température. L'effet de l'oxydation est également visible avec une diminution de la conductance à haute température provoquée par une croissance de la couche d'oxyde venant inhiber les effets conducteurs du BN.

c. Influence du revêtement en BN sur la RTC

Les conductances en fonction de la pression de contact avec et sans revêtement pour un contact TA6V-Inox310 sont comparées sur la Figure 182.

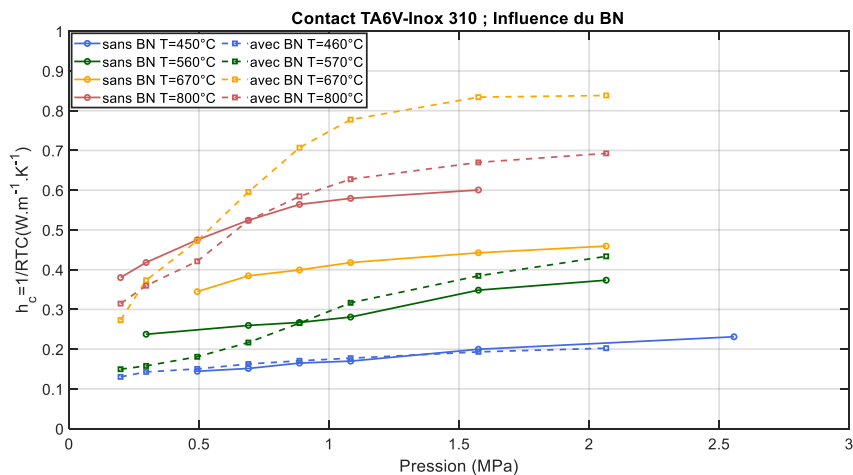


Figure 182 : Influence du BN sur les conductances pour un contact TA6V-Inox 310

L'influence du BN sur les conductances à 450°C est négligeable. Cela s'explique par une forte augmentation de la rugosité de surface amenée par le BN ($S_a=2.17 \mu\text{m}$ avec BN et $0.54 \mu\text{m}$ sans BN) qui inhibe l'effet de l'augmentation de la conductivité thermique équivalente à l'interface. Une influence plus importante est observée à 560°C avec une conductance moins importante observée dans le cas d'un échantillon revêtu pour des pressions inférieures à 0.8 MPa.

La différence de rugosité est à nouveau responsable de cette différence. Au-delà de 0.8 MPa, une inversion est observée avec une conductance supérieure dans le cas de l'échantillon revêtu. Les augmentations de la surface de contact et de la conductivité thermique équivalente supérieure dans le cas de l'échantillon revêtu expliquent cette inversion.

Le BN joue pleinement son rôle de revêtement conducteur à une température de 670 °C. En effet, la conductance augmente fortement avec un facteur 2 observé pour des pressions supérieures à 1MPa. La chute du module d'Young à cette température permet d'atténuer l'effet de l'augmentation de la rugosité de surface. Au-delà de 1 MPa, les allures observées sont assez similaires. Cela s'explique par une croissance de la couche d'oxyde donnant une allure similaire pour les deux configurations.

L'effet du BN est beaucoup moins important à 800°C. Une forte croissance de la couche d'oxyde à cette température inhibant les effets conducteurs du BN en est la cause. En effet, les allures très similaires dans les deux cas montrent une influence moindre du BN à cette température. Un léger effet est tout de même observé pour des pressions supérieures à 1 MPa avec une conductance augmentant plus rapidement dans le cas de l'alliage revêtu. La diminution du module d'Young du BN explique cette augmentation.

En conclusion, l'effet du BN sur l'interface TA6V est complexe car ce dernier agit sur deux facteurs :

- d'une part, de par sa nature pulvérulente et poreuse, la couche de BN affecte largement la rugosité de surface et donc la surface effective de contact. Cet effet est d'autant plus complexe qu'il est très sensible à la pression de contact par compaction de la couche poreuse.
- D'autre part, comme le montre la Figure 179 et les commentaires s'y rapportant, il y a une interaction significative entre la couche de BN et les oxydes formés par le TA6V, ceci même à des températures *faibles*. Ces deux matériaux (oxyde et BN) présentant des conductivités thermiques très différentes (3.34 et 25 à $100 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ respectivement), la conductance de l'interface peut s'en trouver drastiquement modifiée selon que l'une ou l'autre espèce soit prévalente dans le contact.

5.2.2. Cas du contact avec l'alliage Inconel 625

a. Mesures de la RTC sur l'alliage non revêtu

- **Conductance en fonction de la pression de contact**

Comme pour le TA6V, l'interface entre un échantillon en Inconel 625 et un outil en inox 310 est étudiée dans cette partie. L'Inconel 625 est un matériau plus conducteur et ayant une cinétique d'oxydation différente de celle du TA6V. Les conductances mesurées en fonction la pression de contact et à différentes températures d'échantillon sont présentées sur la Figure 183.

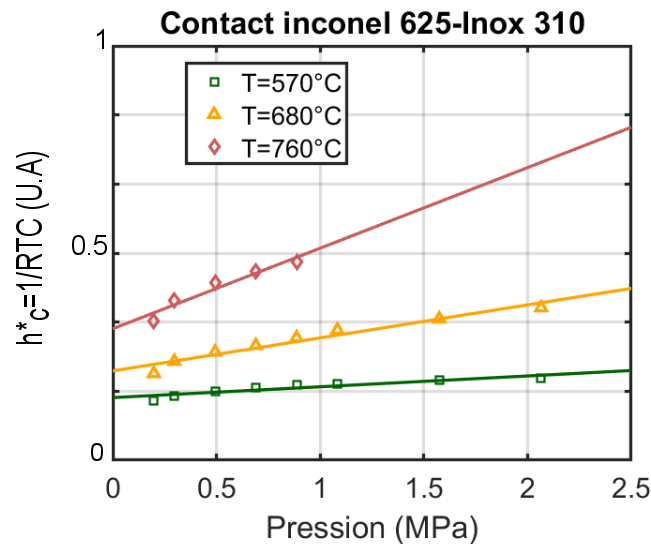


Figure 183 : Conductance en fonction de la température de l'échantillon et de la pression de contact pour une interface Inconel 625-Inox310

La conductance croît avec la pression de manière quasi-linéaire comme observé dans le cas du TA6V. L'effet de la pression sur la conductance est également plus significatif à haute température avec des pentes plus importantes.

- **Conductance en fonction de la température d'échantillon**

L'effet de la température sur les valeurs de conductances à iso-pression pour un contact Inconel 625-Inox 310 est illustré sur la Figure 184.

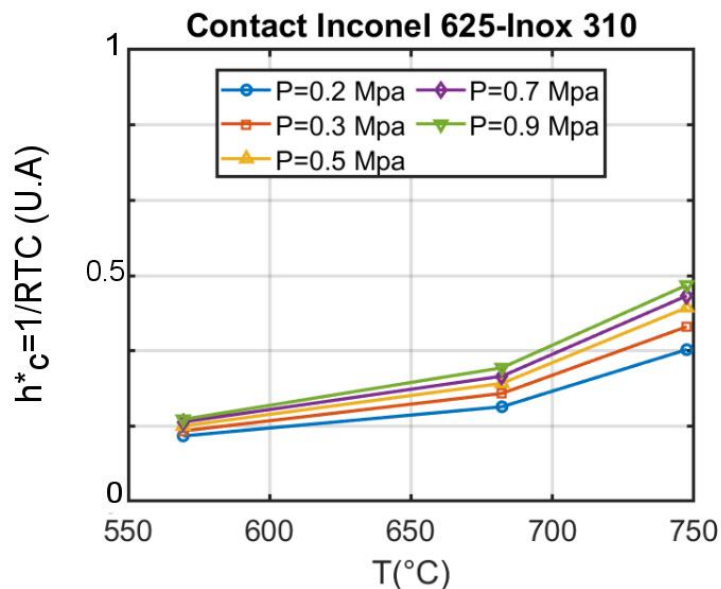


Figure 184 : Conductances en fonction de la température à iso-pression pour un contact Inconel 625-Inox310

Les allures des conductances en fonction de la température de l'échantillon sont similaires quelle que soit la pression. La croissance de la conductance à iso-pression avec la température s'explique par l'augmentation de la conductivité thermique équivalente du couple Inconel 625-Inox 310. La hausse de la conductivité thermique de l'air avec la température permet également de maximiser la

conductance à haute température. L'effet de la pression est plus important à haute température, ce qui peut s'expliquer par une diminution du module d'Young équivalent à haute température (cf. Tableau 34, Tableau 36).

- **Influence conjuguée de la température et de la pression**

L'effet simultané de la température et de la pression de contact sur la conductance à l'interface Inconel 625-Inox310 est illustré sur la Figure 185.

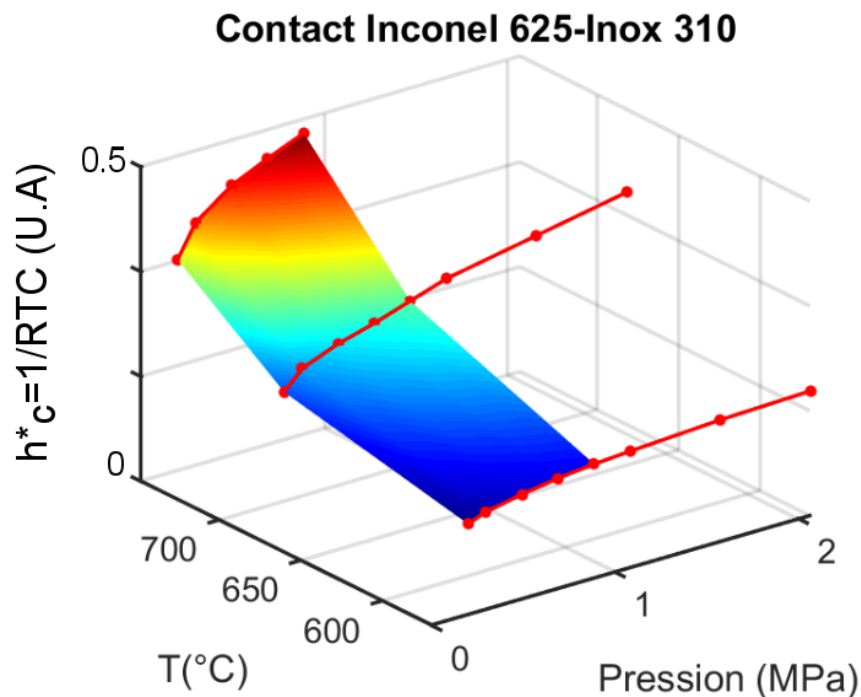


Figure 185 : Conductance en fonction de la température et de la pression pour un contact Inconel 625-Inox310

Comme pour le TA6V, les conductances maximales sont observées à haute température et à pression maximale. L'augmentation des effets de la pression sur la conductance selon la température est provoquée par une diminution du module d'Young avec la température (Tableau 36). La croissance de la conductance à iso-pression selon la température est quant à elle expliquée par la hausse de la conductivité thermique équivalente à l'interface. Les conductances mesurées sont inférieures à celles observées dans le cas du TA6V malgré une conductivité thermique supérieure pour l'Inconel 625 ainsi que des rugosités de surface plus faibles.

Cela s'explique en partie par un module d'Young plus important dans le cas de l'Inconel 625, particulièrement à haute température. Les différences importantes des limites d'élasticité observées à haute température permettent également d'expliquer ce constat. En effet, la diminution de la limite d'élasticité a pour conséquence un contact plus « intime » entre les deux matériaux.

Matériaux	Température (°C)	20	400	800
TA6V	E(GPa)	110 [106]	85 [219]	60 [219]
	Re(MPa)	650 [229]	320 [229]	4 [229]
Inconel 625	E(GPa)	200 [231]	183 [231]	160 [231]
	Re(MPa)	598 [232]	434 [232][233]	392 [232]

Tableau 36 : Modules d'Young (E) et limites d'élasticité (Re) du TA6V et de l'Inconel 625 en fonction de la température

Le module d'Young de l'Inconel 625 est du même ordre de grandeur que celui de l'inox 310 mais plus important que celui du TA6V. La décroissance observée avec la température est moins importante que dans le cas du TA6V. La limite d'élasticité Re du TA6V est quant à elle très faible à partir de 600 °C [229] et est de l'ordre de quelques MPa. La thermodépendance de Re dans le cas de l'alliage Inconel 625 est beaucoup moins significative.

b. Mesures de la RTC sur l'alliage revêtu de BN

- Conductance en fonction de la pression de contact

L'effet d'un revêtement BN conducteur sur la conductance observée à l'interface d'un contact Inconel 625-Inox 310 est étudié dans cette partie. Les conductances mesurées en fonction de la pression de contact à différentes températures d'échantillon sont ainsi présentées sur la Figure 186.

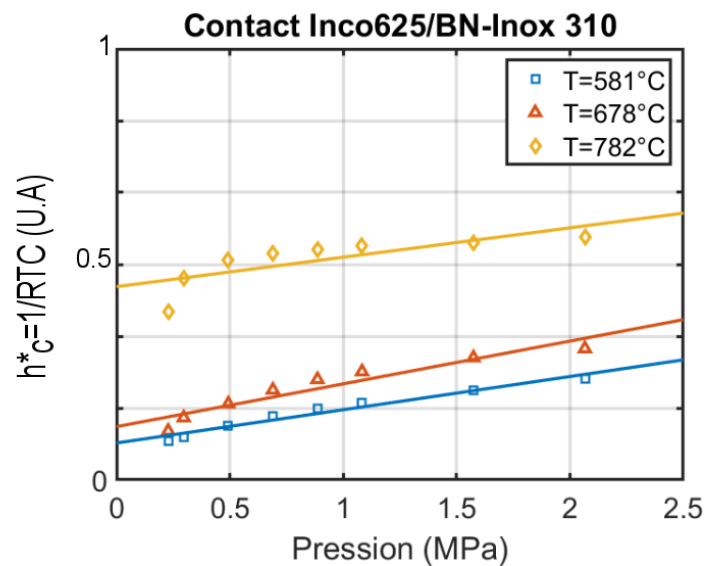


Figure 186 : Conductance en fonction de la température de l'échantillon et de la pression de contact pour une interface Inconel 625-BN-Inox310

Une augmentation rapide de la conductance est observée pour des pressions inférieures à 0.5 MPa. Une évolution quasi-linéaire en fonction de la pression est ensuite observée au-delà. Une croissance logique de la conductance avec la pression et la température est observée comme précédemment.

- Conductance en fonction de la température de l'échantillon

L'effet de la température sur la conductance à l'interface de l'échantillon revêtu de BN et de l'outil Inox 310 est mis en évidence sur la Figure 187.

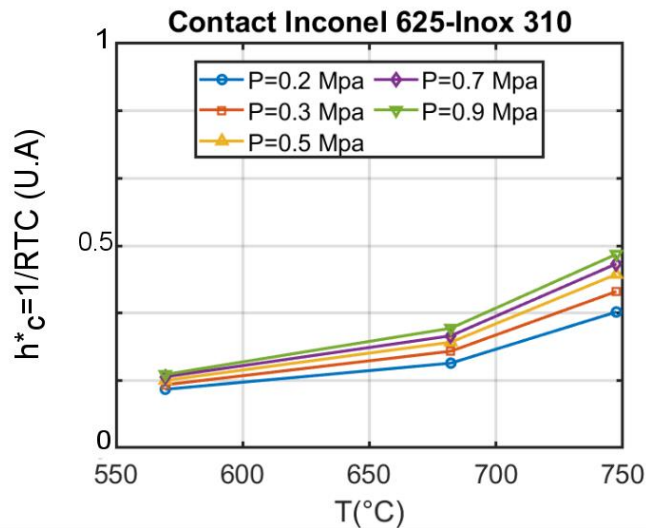


Figure 187 : Conductances en fonction de la température à iso-pression pour un contact Inconel 625-BN-Inox310

Les allures de la conductance en fonction de la température sont très similaires à celles observées sans revêtement (Figure 184). L'effet de la température est particulièrement marqué à haute température avec une forte croissance observée entre 680 et 780°C. Ceci peut s'expliquer par une diminution brutale des propriétés mécaniques (E et Re notamment) entre 600 et 800°C [234]. Contrairement au cas du TA6V, l'oxydation joue un rôle minime et ne change pas significativement l'allure des courbes à haute température.

- **Influence conjuguée de la température et de la pression**

Les résultats précédents ont montré une dépendance plus importante de la conductance avec la température par rapport à la pression. L'effet conjugué de ces deux grandeurs est mis en évidence sur la Figure 188.

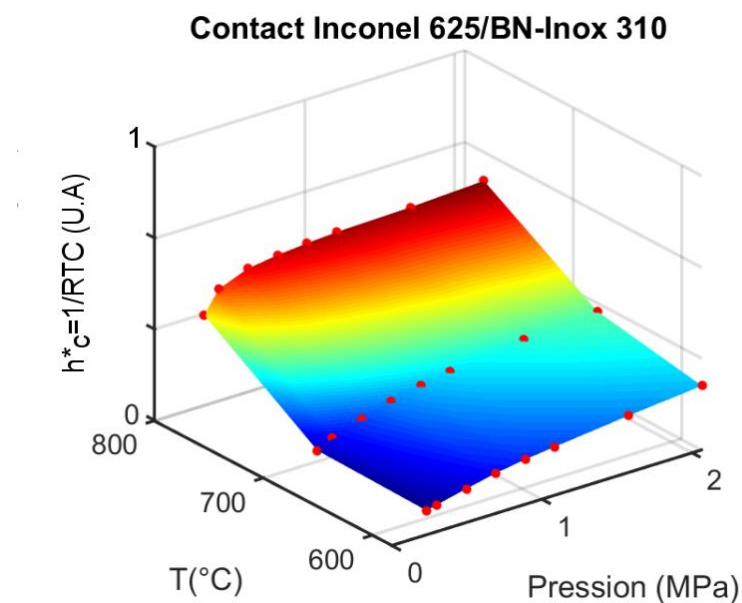


Figure 188 : Conductance en fonction de la température et de la pression pour un contact Inconel 625-BN-Inox310

L'évolution de la conductance en fonction de la pression de contact et de la température présente le même comportement avec et sans revêtement. Ces différences moins importantes observées que dans le cas du TA6V s'expliquent par une oxydation moins significative. En effet, dans le cas du TA6V, l'épaisseur importante de la couche d'oxyde (cf. chapitre 3) a pour conséquence une interface hybride composée de la couche d'oxyde et du revêtement BN.

c. Influence du revêtement en BN sur la RTC

L'influence du revêtement BN sur le contact Inconel 625-Inox 310 est mise en évidence grâce à la comparaison des conductances avec et sans revêtement illustrée sur la Figure 189.

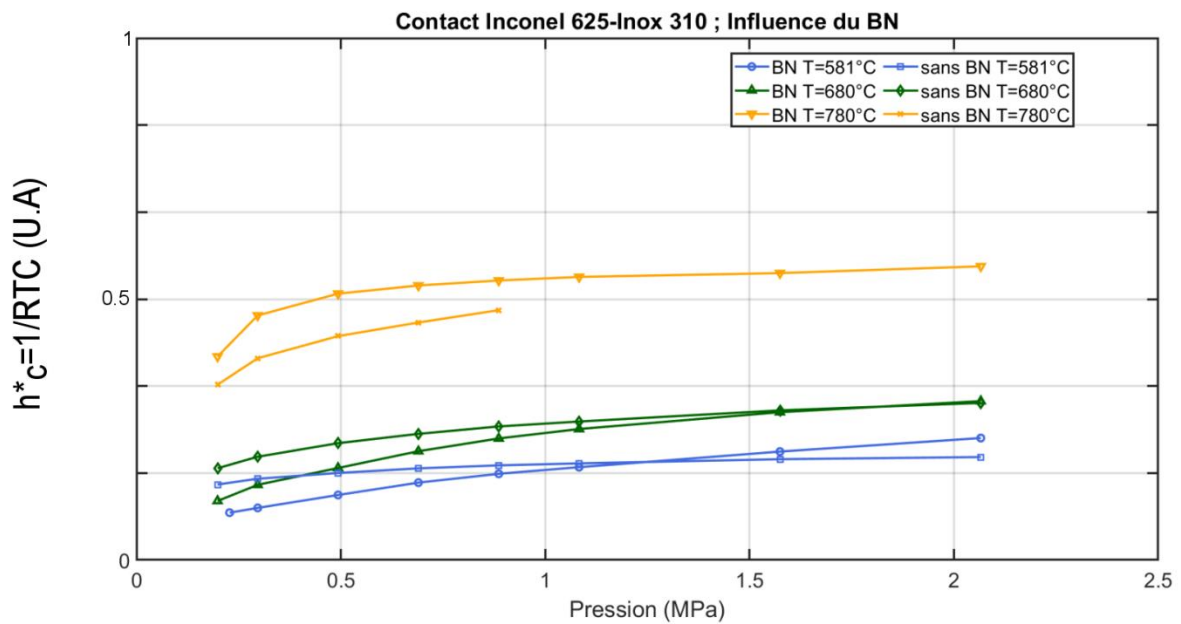


Figure 189 : Influence du BN sur les conductances pour un contact Inconel 625-Inox 310

Pour des pressions inférieures à 1.5 MPa, les conductances mesurées sans revêtement à 581°C et 680°C sont supérieures à celles mesurées avec. Comme dans le cas du TA6V, l'explication vient d'une hausse importante des rugosités de surfaces avec l'ajout du BN ($S_a=0.29 \mu\text{m}$ sans BN et $S_a=1.64 \mu\text{m}$ avec) qui inhibe l'effet d'augmentation de la conductivité thermique équivalente à l'interface. Pour des pressions supérieures à 1.5 MPa, les rugosités de surface diminuent et les valeurs de conductances avec revêtement sont supérieures à celles observées sans.

A 780°C, la conductance observée avec BN est toujours supérieure à celle observée pour une interface sans. La chute du Module d'Young du BN ainsi que la différence de conductivité thermique compensent alors les importantes différences de rugosités de surface observées.

Le BN a donc une influence différente selon le matériau revêtu. En effet, dans le cas du TA6V, l'oxydation joue un rôle primordial à haute température et vient inhiber l'effet conducteur du BN. Cet effet d'oxydation n'est pas observé dans le cas de l'Inconel 625. Ces différences d'interaction selon le matériau revêtu sont illustrées sur la Figure 190.

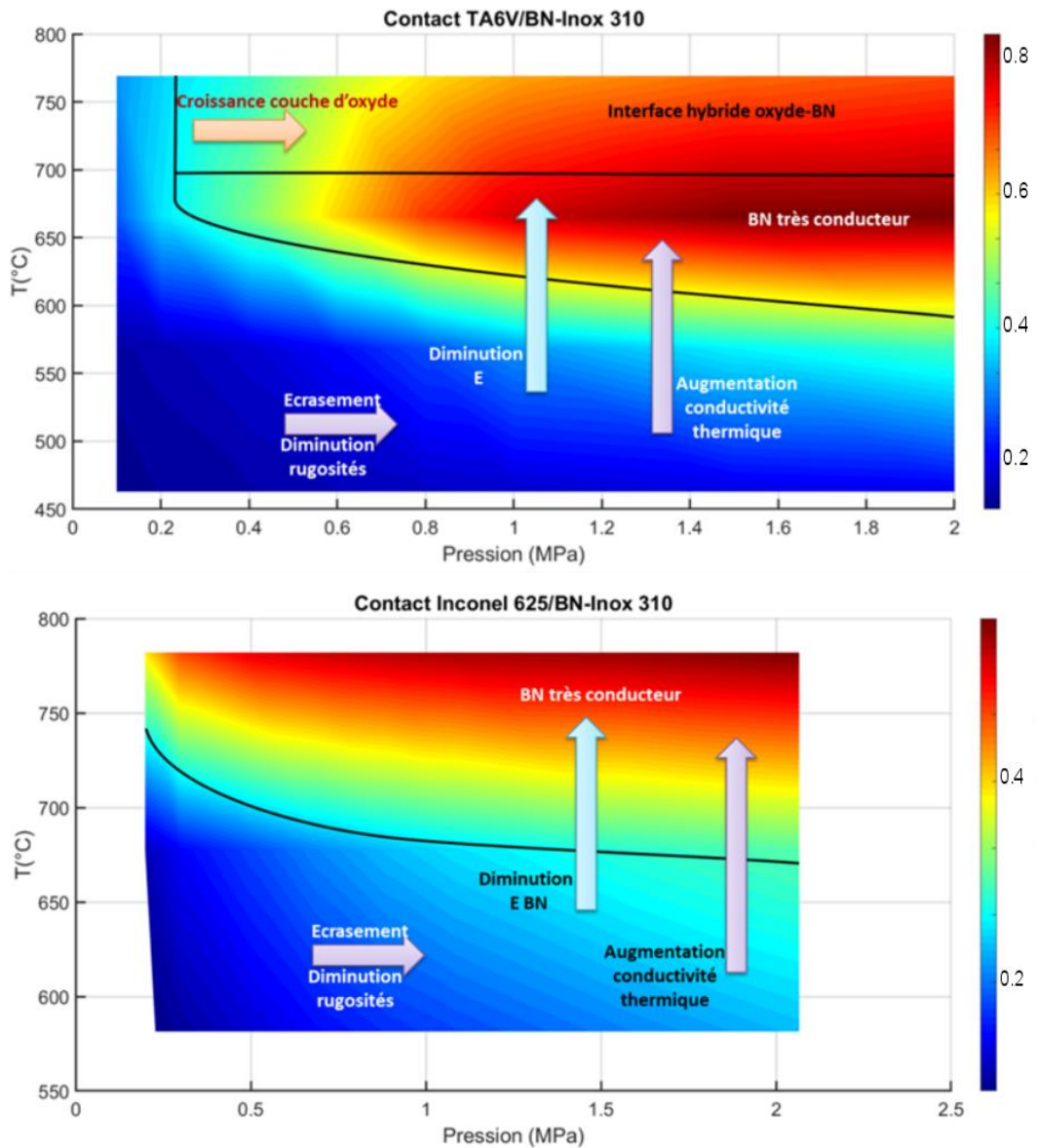


Figure 190 : Influence du BN sur la conductance pour des contacts TA6V/BN-Inox 310 et Inconel 625/BN-Inox 310

Cette figure illustre bien la nature plus complexe de l'interface dans le cas du TA6V due à une oxydation plus importante. La thermodépendance plus importante du module d'Young et de la limite élastique du TA6V accentue également cette différence de comportement.

5.3. Mesure de la RTC pour le cas d'un outil en béton réfractaire

5.3.1. Validation du modèle de calcul direct

La résolution numérique inverse de la RTC dans le cas de l'outil béton nécessite tout d'abord une validation du modèle utilisé. Cette validation est donc réalisée sur un contact TA6V-Inox 310 dont les propriétés thermiques des matériaux en présence (Figure 117) sont connues et dont les conductances ont été présentées dans la partie 5.2.1.

Cette validation est réalisée pour une température de consigne de 1000°C qui est la même que celle utilisée pour la mesure de RTC dans le cas de l'outil béton. La température correspondante sur l'échantillon de TA6V est de 800°C (Figure 166). Cette validation est réalisée pour 3 pressions de contact différentes : 0.1, 0.6 et 1.5 MPa. Ces valeurs ont été choisies car elles correspondent à des points en début, milieu et fin de la gamme de pression étudiée.

a. Conditions aux limites et maillage

Les conditions aux limites du modèle sont détaillées dans la partie 5.1.3.b (Figure 161). Les conductances utilisées aux interfaces sont celles mesurées dans la partie 5.2.1.a. Elles sont rappelées dans le Tableau 37 :

Pression (MPa)	0.1	0.6	1.5
h (adimensionné)	0.38	0.52	0.60

Tableau 37 : Conductances utilisées pour la validation directe du modèle

Le maillage de type quadrangle structuré utilisé est, quant à lui, illustré sur la Figure 191. Il consiste en 6539 éléments au total dont 4560 éléments sur le barreau inférieur. L'échantillon de TA6V est maillé par 1080 éléments tandis que 480 éléments ont été affectés à la partie du barreau supérieur modélisé. Ceci donne une longueur moyenne d'éléments de 0.7 mm pour le barreau inférieur.

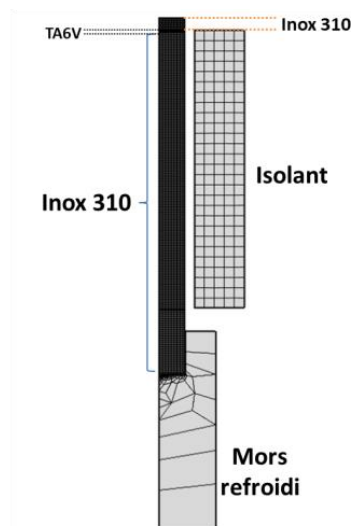


Figure 191 : Maillage utilisé pour la validation du modèle direct

b. Comparaison des températures mesurées et simulées

La distribution de température dans la géométrie ainsi que la comparaison entre les valeurs expérimentales mesurées par les thermocouples et les valeurs simulées pour une pression imposée de 0.1 MPa sont présentées sur la Figure 192.

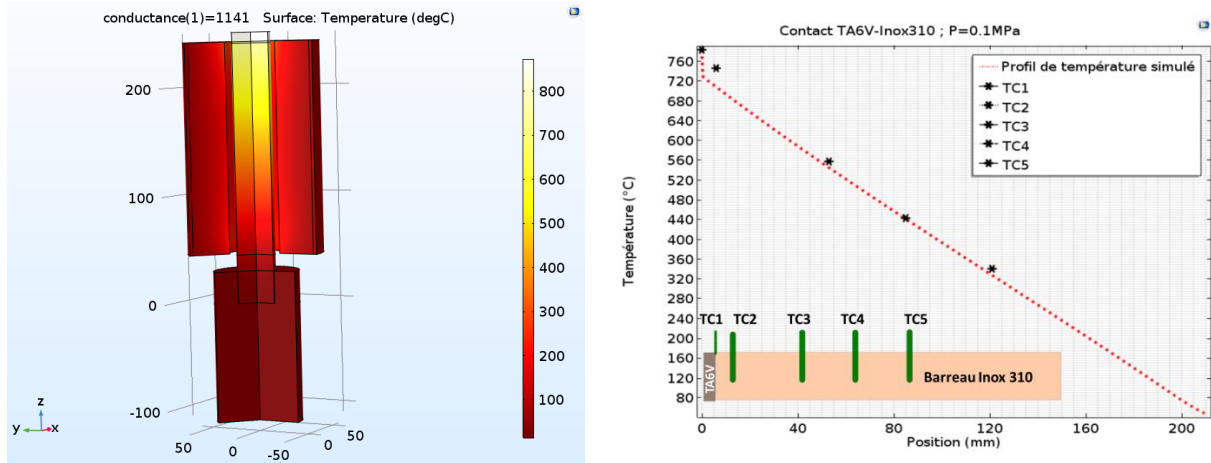


Figure 192 : Comparaison des températures expérimentales et simulées pour un contact TA6V-Inox 310 à une pression imposée de 0.1 MPa

Les valeurs de températures simulées et expérimentales montrent un bon accord, particulièrement sur l'échantillon TA6V ainsi qu'au centre du barreau. Le plus gros écart est observé sur le thermocouple TC2 proche de l'interface. Les comparaisons des températures expérimentales et simulées pour des pressions de 0.6 et 1.5 MPa sont présentées sur la Figure 193.

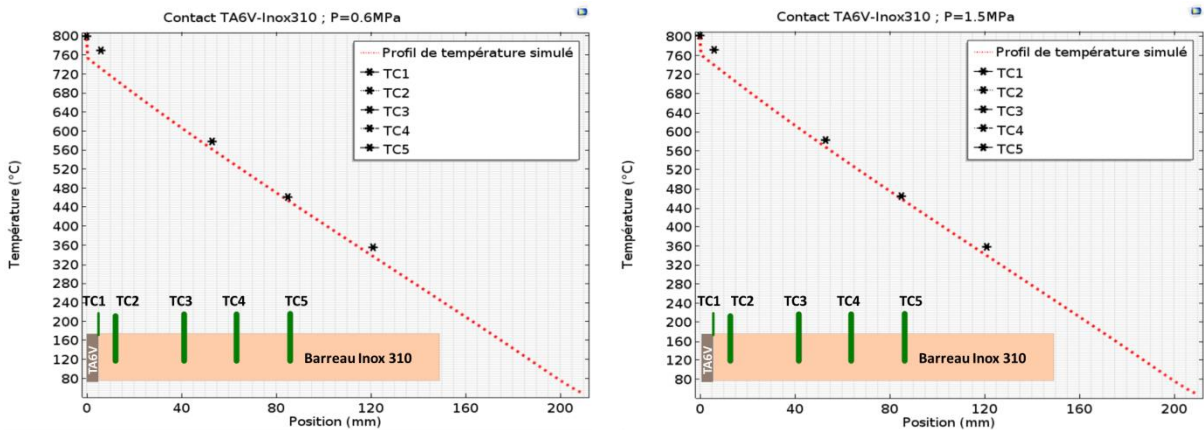


Figure 193 : Comparaison des températures expérimentales et simulées pour un contact TA6V-Inox 310 à des pressions de 0.6 et 1.5 MPa

Les températures expérimentales et simulées montrent encore une fois un bon accord. Les différences les plus importantes sont observées sur les thermocouples TC2 et TC5. Les écarts entre les valeurs expérimentales et simulées sont quantifiés dans le Tableau 38.

Charge (MPa)	Ecart relatif (%)				
	TC1	TC2	TC3	TC4	TC5
0.1	0.13	4.96	2.19	0.34	3.81
0.6	0.75	4.55	2.77	1.30	4.51
1.5	0.50	4.15	2.40	1.29	5.00

Tableau 38 : Ecart relatif entre les températures expérimentales et simulées

L'écart observé sur la température de l'échantillon TC1 est très faible avec une différence inférieure à 1% quelle que soit la pression. Les écarts les plus importants sont observés aux thermocouples TC2 et TC5. Le thermocouple TC2 est proche de l'interface et à proximité de l'embouchure du four tandis que le thermocouple TC5 est le plus proche de la frontière inférieure de l'isolant. Des pertes convectives expliquent donc certainement ces écarts plus importants. Des thermocouples d'ambiance seront donc placés à proximité de ces deux positions afin de mieux prendre en compte ces conditions aux limites.

5.3.2. Calcul de la RTC BETON pour les deux alliages

Le modèle ayant été validé par un calcul direct, la RTC pour des contacts métal/béton est déterminée dans cette partie.

a. Cas de l'alliage TA6V

Les essais ont été réalisés pour des charges comprises entre 0.1 et 4 MPa. Les charges imposées sont détaillées dans le Tableau 39.

Charge (MPa)	0.1	0.6	1	1.5	4
--------------	-----	-----	---	-----	---

Tableau 39 : Charges imposées pour les essais de mesure de la RTC Béton-TA6V

Etant donné que le béton est un matériau moins conducteur que l'inox 310, le contact a été réalisé à une position plus haute que dans le cas de l'outil inox 310 afin de maximiser la température d'interface. Le contact a ainsi été réalisé à une position de 50 mm au-dessus de la frontière supérieure de l'isolant rigide (cf. Figure 161). De l'isolant rigide Insulfrax® (cf. chapitre 4) a été découpé et entoure la partie du barreau dépassant. La distribution de température dans l'axe du barreau est représentée pour une pression de contact de 4 MPa sur la Figure 194.

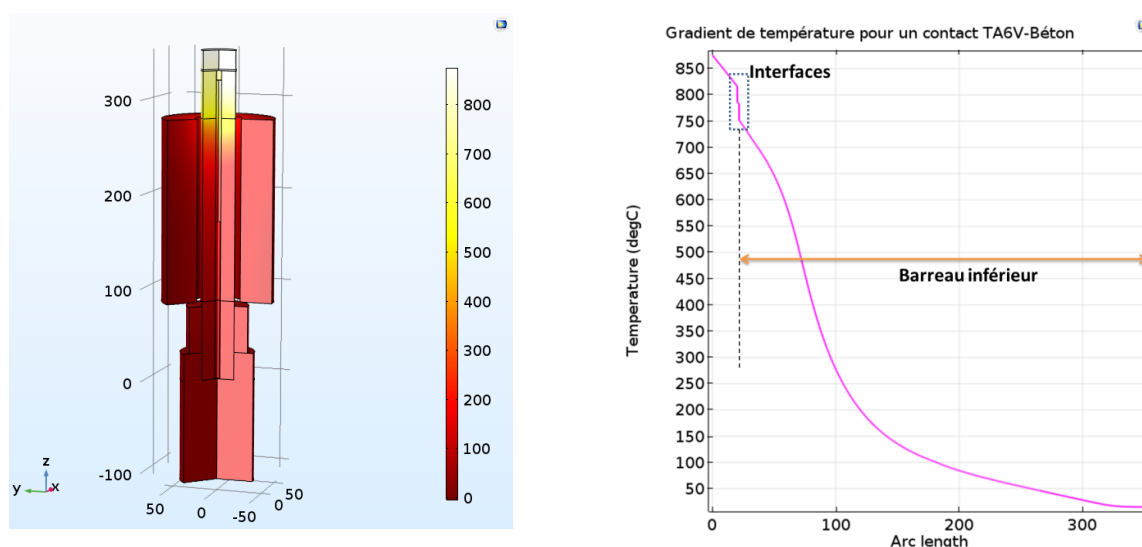


Figure 194 : Distribution de température dans la géométrie pour un contact TA6V-Béton

Une décroissance linéaire de la température selon la position est observée sur le barreau supérieur. Cependant, comme évoqué précédemment le flux dans le barreau inférieur n'est clairement pas 1D et empêche donc toute régression linéaire. Les RTC aux interfaces sont également clairement visibles et sont détaillées sur la Figure 195.

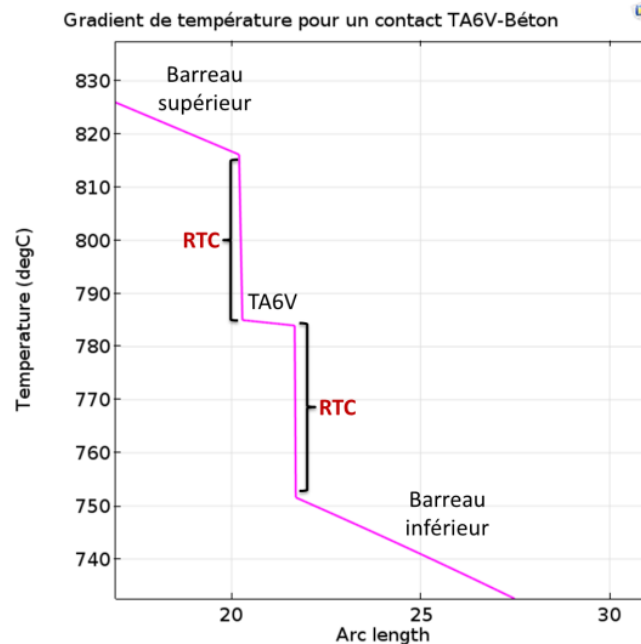


Figure 195 : Distribution de température aux interfaces pour un contact TA6V-Béton

Le gradient de température au sein de l'échantillon TA6V est très faible, ce qui confirme bien l'hypothèse de solide mince. Les RTC aux interfaces sont clairement mises en évidence avec des sauts de température de l'ordre de 30°C observés aux interfaces.

L'évolution de la température dans le barreau inférieur présentée sur la Figure 194 a quant à elle plusieurs régimes : une décroissance rapide de la température sur 150 mm puis une décroissance beaucoup plus lente jusqu'au mors refroidi.

Ces deux régimes s'expliquent par deux raisons : le fait que la partie haute du barreau inférieur n'est pas en vis-à-vis de l'isolant rigide, et ce malgré la présence de la nappe isolante ainsi que celle de la fibre optique blindée très conductrice par rapport au béton. Afin de mettre en évidence ces différents régimes, les flux radial et longitudinal sont présentés sur la Figure 196.

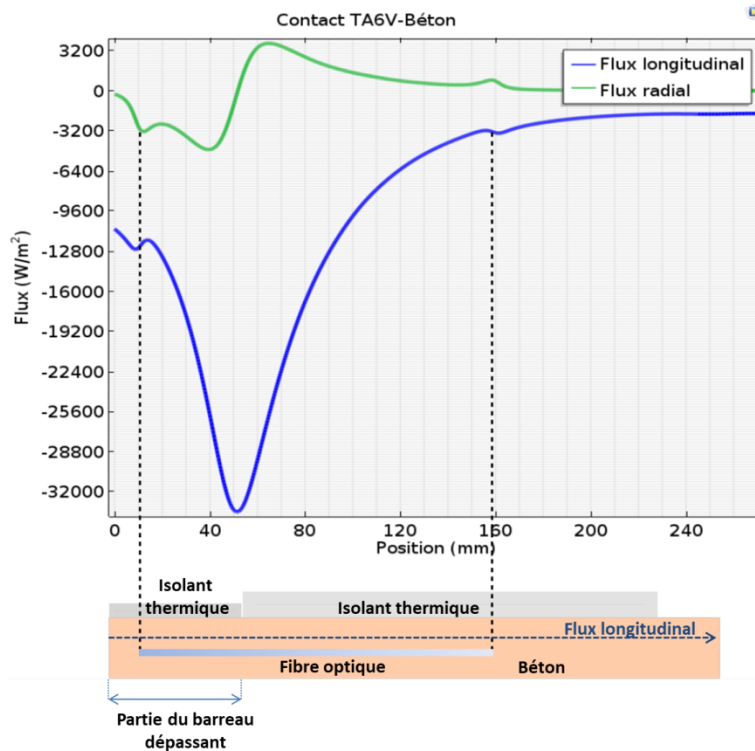


Figure 196 : Flux radial et longitudinal le long du barreau inférieur pour un contact TA6V-Béton

L'effet de la fibre optique ainsi que du dépassement du barreau par rapport à l'isolant rigide est clairement mis en évidence. Un extremum des flux est ainsi observé à la frontière des deux isolations. De plus, le flux radial devient quasi-nul pour des positions au-delà de celle de la longueur de la fibre optique.

Les différents régimes de température observés sur la Figure 194 s'expliquent donc par ces trois régimes d'évolution du flux de chaleur conductif. Cela confirme la nécessité d'une **détermination** de la conductance par approche inverse car **une résolution analytique devient dans ce cas très complexe**.

Les conductances ont donc été ajustées via un calcul paramétrique réalisé sur Comsol Multiphysics® afin de faire correspondre les températures mesurées expérimentalement avec les températures simulées (Cf. équation 80). Un exemple de détermination de la conductance pour une charge de 4 MPa est présenté sur la Figure 197. Les courbes correspondantes aux autres charges sont disponibles dans l'Annexe 7.

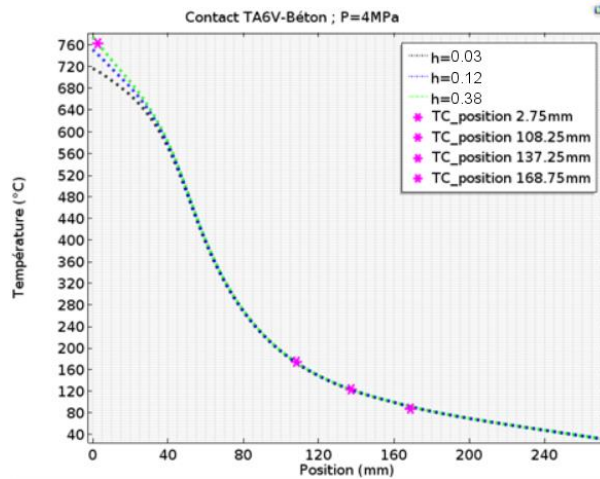


Figure 197 : Détermination de la conductance par approche inverse pour un contact TA6V-Béton à une charge de 4 MPa

Les valeurs de conductance ont peu d'impact sur les températures à des positions au-delà de 50 mm de l'interface. Ce constat s'explique par la faible conductivité thermique du béton ainsi que la distribution non-linéaire de la température au sein du barreau. La valeur de conductance est donc ajustée grâce au thermocouple situé à proximité de l'interface (Figure 198).

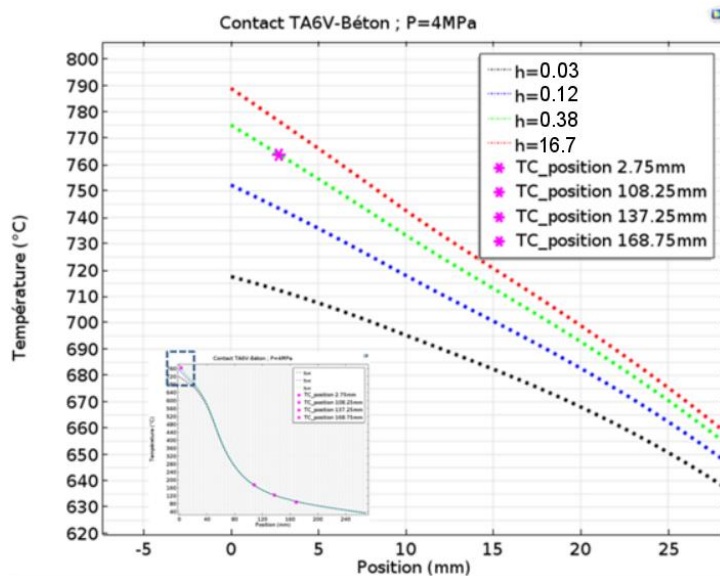


Figure 198 : Détermination de la conductance par approche inverse pour un contact TA6V-Béton à une charge de 4 MPa ; Zoom sur une zone située à proximité de l'interface

Le modèle éléments finis est donc suffisamment robuste pour présenter une sensibilité satisfaisante à l'inversion et donc prédire proprement l'allure du thermogramme à condition que la conductance implémentée soit la bonne.

Les valeurs de conductance obtenues en fonction de la pression de contact sont présentées sur la Figure 199.

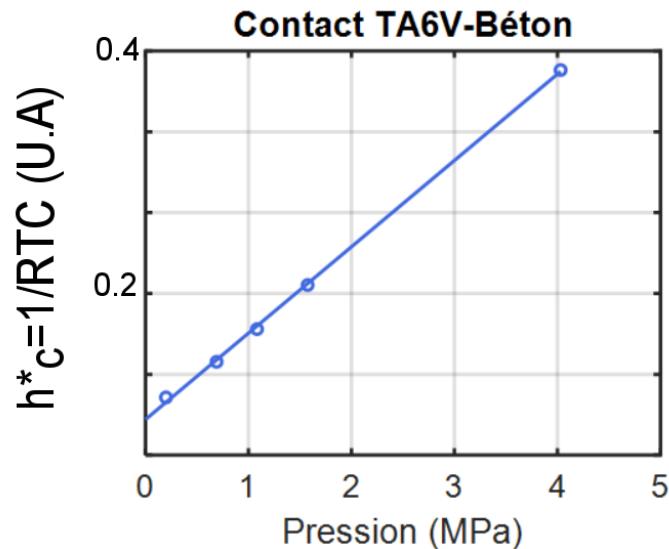


Figure 199 : Conductance en fonction de la pression de contact à T=800°C pour une interface TA6V-Béton

L'évolution de la conductance avec la pression est parfaitement linéaire ce qui corrobore bien les différents modèles de la littérature. Les valeurs observées sont plus faibles que dans le cas d'un contact avec un outil inox 310 (Figure 166). Un facteur compris entre 3 et 4 est ainsi observé à charge imposée équivalente. Cette importante différence s'explique en partie par une conductivité thermique supérieure dans le cas de l'outil inox 310 avec un facteur 5 observé mais également avec des rugosités de surface plus importantes dans le cas de l'outil béton ($R_a=6.6 \mu\text{m}$ contre $1.02 \mu\text{m}$ pour l'inox 310).

La surface du barreau de béton montre également un défaut d'ondulation particulièrement élevé de l'ordre de $20 \mu\text{m}$, ce qui accentue encore les différences observées entre les deux outils. Le module d'Young du béton inférieur à celui de l'inox 310 (Tableau 40) permet cependant d'atténuer ces différences.

Matériau	Inox 310	Béton
E (GPa)	130	40 [235]

Tableau 40 : Modules d'Young des deux outils à 800°C

b. Cas de l'alliage Inconel 625

Les essais ont été réalisés pour des charges comprises entre 0.2 et 1.5 MPa. Les charges imposées sont détaillées dans le Tableau 41.

Charge (MPa)	0.2	0.6	1	1.5

Tableau 41 : Charges imposées pour les essais de mesure de la RTC Béton-Inconel 625

Comme pour le cas du TA6V, les conductances ont été ajustées afin de faire correspondre les températures mesurées expérimentalement et simulées. Un exemple de détermination de cette conductance à une pression de contact de 1.1 MPa est illustré sur la Figure 200.

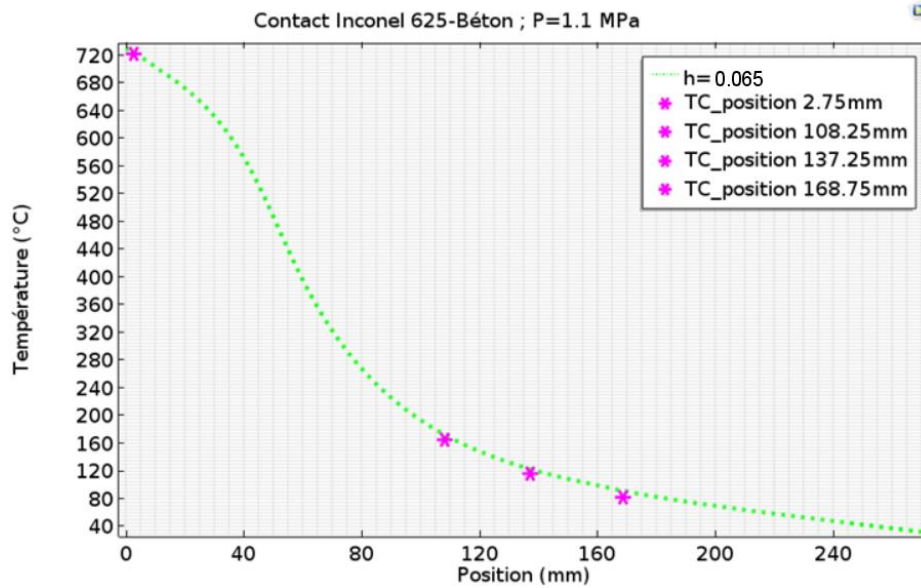


Figure 200 : Détermination de la conductance par méthode inverse pour un contact Inconel 625-Béton à une charge de 1 MPa

L'allure du thermogramme est similaire à celui observé dans le cas du TA6V. Le modèle permet encore une fois de prédire précisément la distribution de température dans le barreau. Les thermogrammes correspondants aux autres pressions de contact sont disponibles en Annexe 8. Les conductances calculées en fonction de la pression de contact sont présentées sur la Figure 201.

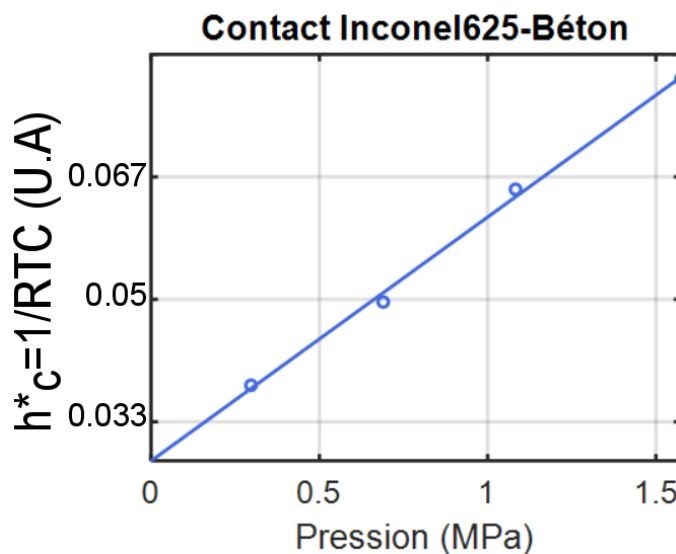


Figure 201 : Conductance en fonction de la pression de contact à T=760°C pour une interface Inconel625-Béton

Comme pour le TA6V, une évolution quasi-linéaire de la conductance selon la pression est observée. Les valeurs sont très inférieures à celles observées dans le cas du TA6V avec un facteur compris entre 2.5 et 2.8 à pression de contact équivalente. Les différences importantes de Module d'Young entre les deux matériaux ainsi que des limites d'élasticité (Tableau 36) à cette température permettent d'expliquer ces différences.

5.4. Conclusion partielle

Dans ce chapitre, les RTC de plusieurs couples de matériaux ont été étudiées. Les résultats obtenus pour des contacts TA6V-Inox 310 ont montré l'importance significative de l'oxydation dans le cas du TA6V à haute température. En effet, la couche d'oxyde ajoute une résistance thermique à l'interface qui a pour conséquence une croissance plus faible de la conductance selon la pression.

L'effet de la pression de contact sur la conductance augmente avec la température grâce notamment à une diminution importante du module d'Young et de la limite d'élasticité ainsi qu'à une hausse de la conductivité thermique équivalente à l'interface.

L'ajout d'un revêtement BN, augmentant fortement les rugosités de surface, a un effet négligeable sur la conductance pour des températures inférieures à 600°C malgré sa haute conductivité thermique. La chute de son module d'Young à haute température permet cependant d'augmenter significativement la conductance. L'effet de l'oxydation vient cependant inhiber cette croissance à 800°C.

Les résultats obtenus pour un contact Inconel 625-Inox 310 ont montré des conductances plus faibles que celles observés pour le TA6V malgré une conductivité thermique supérieure ainsi que des rugosités de surface moins importantes.

Le module d'Young plus élevé et moins thermodépendant ainsi qu'une plasticité locale moins prononcée que dans le cas du TA6V en sont les explications. Le revêtement BN diminue la conductance à basse température (<700°C) et basse pression (<1 MPa).

Comme pour le cas du TA6V, la hausse significative de la rugosité de surface est responsable de cette baisse. La chute du module d'Young du BN associée à l'augmentation de la conductivité thermique équivalente de l'interface à haute température amènent alors une augmentation de la conductance par rapport à un contact sans revêtement. Il est également à noter que la faible épaisseur de couche d'oxyde dans le cas de l'Inconel 625 n'interfère pas avec la couche de BN.

Les résultats obtenus avec l'outil béton ont montré quant à eux des valeurs de conductances **significativement plus basses** que pour l'outil Inox 310. Une conductivité thermique plus basse ainsi que des rugosités de surface plus importantes expliquent cet écart important.

Les conductances observées dans le cas du TA6V sont également supérieures à celles mesurées dans le cas de l'Inconel 625. Ceci s'explique encore une fois par l'importante différence des modules d'Young de ces deux matériaux à haute température.

De manière générale, la présence de la fibre optique conductrice perturbe significativement la distribution de température dans le barreau de béton. Mais, **la robustesse du modèle permet cependant de l'évaluer de manière précise.**

Conclusion générale

Deux grandeurs primordiales pour les procédés de mise en forme à haute température ont été étudiées dans ce manuscrit : **l'émissivité et la RTC**. La rareté et la dispersion des données observées en littérature ont conduit au développement de nouveaux bancs expérimentaux afin d'identifier ces propriétés à haute température.

Un banc de mesure d'émissivité (BMEIR) utilisant le principe de la méthode directe a ainsi été développé via le dimensionnement des éléments constitutifs (lampe, porte-échantillon...) avec pour objectif de disposer d'un outil **simple, versatile** (atmosphère, rampe de température, cyclage...) et peu encombrant. Une sélection rigoureuse des détecteurs a permis de mesurer des émissivités spectrales dans trois bandes spectrales mais également de calculer une émissivité intégrée **malgré la discontinuité des spectres**.

La difficulté principale, lors de l'utilisation de ce banc, a été l'impact et la prise en compte des signaux parasites sur la mesure. Ces signaux ont été évalués dans le proche IR grâce à un échantillon de platine poli. Un manchon a été utilisé afin de les supprimer pour les mesures par thermographie dans le moyen IR. Le banc BMEIR a ainsi été validé grâce à un matériau de référence **peu thermodépendant** qu'est le **platine**. Les résultats obtenus ont montré un bon accord avec des mesures obtenues par méthode indirecte grâce à un spectromètre Bruker® Vertex 70 et avec des données issues de la littérature.

Les émissivités spectrales et intégrées du TA6V et de l'Inconel 625 entre 600 et 1000°C ont ensuite été mesurées sur le banc BMEIR. Les temps de chauffage ont été choisis en concordance avec des cycles typiques de formage SPF par chauffage IR. Durant ces essais, les effets de **semi-transparence de la couche d'oxyde de TA6V** à 700°C ont été mis en évidence. Le point de Christiansen de l'alumine à haute température a également pu être identifié. Globalement, les résultats obtenus sur la TA6V ont montré une **importance significative de l'épaisseur de couche d'oxyde sur l'émissivité**. Les effets de semi-transparence n'ont pas été observés dans le cas de l'Inconel 625. **L'opacité forte** de la couche d'oxyde malgré des épaisseurs très faibles explique ce constat.

Les comparaisons avec le moyen de référence (spectromètre Bruker®) ont montré un bon accord à haute température ($\geq 800^\circ\text{C}$) dans le cas du TA6V et des écarts plus importants pour $T < 800^\circ\text{C}$. Inversement, les mesures sur l'Inconel 625 ont montré un bon accord jusqu'à 800°C et des écarts plus significatifs au-delà. Les écarts observés dans la bande II, se répercutant sur le calcul d'émissivité intégrée, expliquent ces différences.

Plusieurs sources d'erreurs ont été identifiées :

- des échantillons différents pour chaque bande spectrale,
- l'oxydation amenant des pics hors des zones de mesure dans le moyen IR,
- moyens de mesure totalement différents à chaud (BMEIR donc méthode directe) et à froid (IR-TF BRUKER® méthode indirecte).

Concernant la mesure de RTC, un banc de mesure utilisant **la méthode conventionnelle** a également été développé pour des hautes températures. Les éléments constitutifs du montage (machine de traction, mors, four) ont été sélectionnés afin de garantir le meilleur alignement possible et un

contrôle précis de la contrainte imposée. Le dimensionnement des échantillons a été guidé par la **minimisation du flux radial**. Afin de bien maîtriser les conditions aux limites et se rapprocher d'un flux 1D, un soin particulier a donc été apporté au **dimensionnement de l'isolation thermique**.

L'instrumentation est différente selon le couple de matériaux étudié :

- dans le cas métal/métal, la température de l'échantillon a été mesurée **par thermocouple**.
- Dans le cas béton/métal, un **pyromètre doté d'une fibre optique** traversant le barreau a été utilisé.
- Les barreaux inférieurs ont été équipés d'un peigne de thermocouple pour l'évaluation du flux dans les deux cas.

Les calculs réalisés ont montré une faible influence du diamètre et de la position des thermocouples sur le champ de température. Par contre, la fibre optique change complètement l'allure du champ de température dans le barreau de béton avec une forte augmentation du flux radial observée. **Une résolution par approche inverse a donc été mise en œuvre dans le cas d'un outil béton tandis qu'une résolution analytique correspondant à une distribution de température 1D s'est avérée suffisante pour l'outil Inox 310.**

Ce banc de mesure a ensuite permis d'étudier plusieurs contacts différents.

- L'importance significative de **l'oxydation et donc du temps de chauffage** sur la conductance pour un contact TA6V-Inox ont été mis en évidence.
- Ce même temps de chauffage affecte également la nature de l'accostage avec **l'apparition de viscoplasticité** pour des temps suffisamment longs.
- **Les diminutions très fortes du module d'Young et de la limite d'élasticité avec la température** ont pour conséquence un effet plus important de la pression à haute température.
- Cette importance du module d'Young sur la conductance est confirmée par les mesures réalisées sur l'interface Inconel625-Inox310. En effet, les conductances mesurées sont moins fortes que celles observées avec le TA6V malgré une conductivité thermique supérieure et des rugosités de surface moins importantes. **Une thermodépendance moins importante** du module d'Young ayant pour conséquence un contact moins intime en est l'explication.

L'effet des rugosités de surface est particulièrement mis en évidence avec l'ajout d'un revêtement en BN à l'interface. En effet, pour des températures inférieures à 600°C, l'effet de ce lubrifiant très conducteur sur la conductance d'un contact TA6V-Inox est négligeable. Ce résultat s'explique par **l'augmentation significative des rugosités de surface**. La chute du module d'Young du BN à haute température permet cependant d'augmenter la conductance à l'interface. L'effet de la conductivité thermique est alors mis en évidence avec des conductances supérieures observées avec revêtement.

De manière générale, ces essais réalisés avec un outil Inox ont montré la dépendance simultanée de la RTC à de nombreux paramètres :

- 1) la pression de contact
- 2) l'état de surface
- 3) la température
- 4) l'oxydation (épaisseur de couche)
- 5) le temps de chauffage (viscoplasticité, oxydation)
- 6) la conductivité thermique (échantillon, outil, oxyde, air, BN)
- 7) le module d'Young
- 8) la limite élastique (ces deux derniers paramètres 7 et 8 pouvant être eux-mêmes très thermodépendants)

Il est aussi apparu clairement que **le développement de modèles prédictifs de RTC pour ce genre de contact complexe nécessite la mise en place d'approches largement plus poussées que celles issues des théories du contact de Hertz**. Une modélisation de la RTC pour ce type contact impliquerait donc la prise en compte de tous ces paramètres et donc un travail conséquent de développement et d'identification dans le futur.

Néanmoins, les valeurs de conductances mesurées dans le cas d'un contact TA6V-inox 310 avec du BN à l'interface ont été implémentées comme donnée d'entrée dans un modèle prédictif de formage superplastique développé par un partenaire industriel. Le cycle de formage SPF calculé a été validé expérimentalement et confirme donc la validité et la cohérence des mesures de RTC réalisées.



Four consecutive IR formed sheets before chemical milling and final trimming

Figure 202 : Tôles formées avec les valeurs de RTC de l'étude implémentées[3]

La présence de la fibre optique dans le cas de l'outil béton a imposé **une détermination de la RTC par approche inverse**. La robustesse du modèle ainsi que la maîtrise des conditions aux limites ont permis de déterminer la conductance de manière précise. Les conductances observées dans le cas de l'outil béton sont très inférieures à celles mesurées avec l'outil Inox. L'effet de la conductivité thermique mais surtout de l'état de surface (rugosités de surface et défauts d'ondulation plus importants) expliquent ces différences d'ordres de grandeur.

Les travaux présentés dans ce manuscrit ont donc permis la réalisation de deux bancs de mesure permettant de mesurer deux grandeurs complexes à caractériser à haute température. Ces deux bancs ont donné des résultats encourageants et ont été validés avec un moyen de mesure de référence pour l'émissivité et par le biais d'un cas industriel dans le cas de la RTC.

Perspectives

Les travaux présentés dans ce manuscrit ont montré des résultats prometteurs pour la mesure de propriétés réputées complexes et difficiles à déterminer à haute température. De nombreuses perspectives à la fois techniques (optimisation des bancs de mesure...) mais également plus fondamentales (impact de l'oxydation sur les propriétés...) peuvent être identifiées. Elles sont présentées ici selon trois thèmes que sont la mesure d'émissivité à haute température, la mesure de la RTC HT et enfin l'intégration de ces valeurs à un calcul thermomécanique.

1. Perspectives sur le banc de mesure BMEIR

1.1. Optimisation du banc de mesure

Les perspectives d'amélioration du banc de mesure concernent principalement l'instrumentation et la contribution de l'environnement dans le signal mesuré. En effet, la prise en compte du signal induit par le porte-échantillon s'avère complexe (Cf. Partie 2.1.3.d) tandis que la discontinuité des spectres peut amener des erreurs d'interpolation pour les matériaux oxydés (Cf. Conclusion partielle 3.3).

- Minimisation du signal parasite

Les mesures d'émissivité sur le platine réalisées dans le MIR ont montré que l'insertion d'un manchon froid permettait de réduire significativement le signal parasite. Les limites de cette correction ont cependant été montrées avec les mesures sur le TA6V et l'Inconel 625 dans le MIR ne permettant pas une insertion à chaque point de mesure. La solution optimale est donc de disposer d'un manchon refroidi, thermiquement stable et peu réfléchissant. Un prototype en Inconel 718 présenté sur la Figure 203 a été conçu dans ce sens.



Figure 203 : Manchon refroidi avec circulation interne d'eau

Ce manchon a été mis en œuvre par fabrication additive SLM [236] en utilisant une machine SLM 125HL. Il est refroidi grâce à une circulation d'eau interne dans un serpentier de tubes rectilignes. Il est revêtu de peinture Pyromark® dans sa partie interne afin de minimiser sa réflexion. Ce manchon permettra de simplifier considérablement la mesure d'émissivité puisque celle-ci se résumera alors à sa forme la plus simple (Cf. équation (7)).

- Discrétisation des bandes spectrales MIR

L'oxydation des métaux fait apparaître des bandes d'absorption dans le spectre plutôt monotone du métal non oxydé. Dans l'hypothèse où ces pics d'absorption se développent hors des bandes de

détection ([2.5-3]µm ou [5-10]µm), l'impact sur l'émissivité totale peut être important. Un meilleur échantillonnage spectral permettra d'améliorer l'interpolation du spectre et donc de diminuer l'incertitude. L'utilisation de barrettes pyroélectriques (Figure 204) a donc été choisie afin de couvrir les bandes II et III. Elles présentent également l'avantage d'un coût moindre par rapport à des caméras IR équipées de filtres.



Figure 204 : Barrette pyroélectrique PYREOS® en fonctionnement

Les barrettes sélectionnées sont constituées de 128 détecteurs en ligne permettant une mesure de flux dans les bandes [2.5 ; 5] et [5.5 ; 11]µm.

Bande spectrale	Bande NIR BI	Bande MIR BII	Bande MIR BIII
Mesure du flux	Spectromètre NeoSpectra®	Barrette PYREOS® PY-LAS-128	Barrette PYREOS® PY-LAS-128
Bande spectrale (µm)	[1.3 ; 2.5]	[2.5 ; 5]	[5.5 ; 11]

Tableau 42 : Détecteurs équipés sur le banc BMEIR (future configuration)

Ce choix de détecteurs permet donc d'avoir un spectre quasi continu entre 1.3 et 11 µm. La discontinuité du spectre est en effet réduite à une bande de 0.5 µm entre 5 et 5.5 µm. Cette discrétisation et extension de la bande spectrale de mesure vont permettre un calcul plus précis de l'émissivité intégrée. Elles vont également permettre de détecter les pics spectraux apparaissant en cours d'oxydation, ceci dans l'optique d'une meilleure compréhension et quantification de ces phénomènes.

1.2. Potentialités du banc de mesure BMEIR

L'un des atouts principaux du banc BMEIR est sa versatilité à la fois sur le cycle thermique subi par l'échantillon (rampe, température maximale...) et sur l'atmosphère (air, vide). Cette versatilité permet d'ouvrir de nombreuses potentialités au-delà de la mesure d'émissivité :

- **Mesure de chaleur spécifique** : les vitesses de chauffe sont suffisamment élevées pour approximer la réponse thermique de l'échantillon à une réponse de type échelon de flux. La pente à l'origine p s'écrit dans ce cas de la manière suivante : $p = \frac{\alpha E}{m \cdot C_p}$ avec α l'absorptivité de la pastille, m sa masse, C_p sa chaleur spécifique et E l'éclairement en $W \cdot m^{-2}$. La difficulté est de déterminer l'éclairement qui est une fonction de l'état de surface de l'ellipse mais aussi du vieillissement de la lampe. En prenant un matériau de référence dont les propriétés thermiques et optiques sont connues (Platine, Tantale), il est possible de s'affranchir de l'éclairement en faisant un rapport des pentes. A éclairement équivalent, la chaleur

spécifique d'un échantillon quelconque (Cp_{ech}) se ramène donc à l'expression suivante :

$$Cp_{ech} = \frac{p_{ref} \cdot \alpha_{ech} \cdot m_{ref} \cdot Cp_{ref}}{p_{ech} \cdot m_{ech} \cdot \alpha_{ref}}$$
 Le BMEIR devient alors un moyen de mesure du Cp en fonction de la température.

- **Choc thermique** : les vitesses de chauffe conséquentes pour un échantillon suspendu (>100°C/s) permettent d'étudier l'impact d'un choc thermique important appliqué. Des changements de phase peuvent être ainsi étudiés qu'ils soient Solide/Solide, Solide/Liquide. Un champ applicatif aux procédés de mise en forme en phase semi-solide (semi-solid die casting notamment), où la connaissance précise de la thermique s'avère fondamentale [237], peut donc être ouvert.
- **Etude de cinétiques d'oxydation** : les campagnes d'essai réalisées sur le TA6V et l'Inconel 625 ont permis de lier l'émissivité à une épaisseur de couche d'oxyde. Ce moyen de chauffage permet de chauffer l'échantillon de manière homogène avec une très grande flexibilité et simplicité par rapport à un four résistif. Des études de cinétiques d'oxydation sont donc possibles (essais interrompus, paliers, rampes...) et ceci sous différentes compositions d'atmosphère. La caractérisation physico-chimique abordée dans le chapitre 3 doit donc être approfondie afin d'affiner les liens entre couche d'oxyde et propriétés optiques.
- **Application aux matériaux céramiques** : les températures atteintes dans le cas d'un échantillon suspendu sont suffisantes pour atteindre les températures de travail de nombreuses céramiques réfractaires.

2. Perspectives sur le banc de mesure de la RTC

2.1. Optimisation du banc de mesure

Le banc de mesure présenté dans ce manuscrit a permis d'obtenir des résultats cohérents et d'étudier des contacts différents à haute température. Des ajustements de la méthode sont cependant nécessaires pour atteindre des températures plus élevées, simplifier la méthode et la rendre plus versatile.

- **Alignement** : Il a été montré dans le chapitre 5 que la prise en compte des effets de parallélisme et de gauchissement était primordiale pour une bonne prédiction de la RTC. Le contrôle de l'alignement et du parallélisme des barreaux doit donc être affiné.
- **Remplacement de la machine de traction** : les pressions induites par le formage superplastique sont suffisamment faibles pour une application de la force grâce à un système de masses. Cette adaptation permettrait de réduire significativement l'encombrement du banc et s'affranchir des contraintes inhérentes aux machines de traction (taille de la zone de travail, précision des cellules de charge aux faibles contraintes, régulation et réglage des PID, mais aussi les problématiques de disponibilités/planning existantes dans de nombreux laboratoires).

- **Chauffage** : le chauffage résistif utilisé est limitant sur plusieurs points : 1) les temps d'essais longs, 2) l'isolation impérative pour atteindre des températures suffisantes à l'interface. Le chauffage IR serait une alternative intéressante et permettrait de se rapprocher des conditions expérimentales de mise en forme. Cette approche est déjà utilisée avec succès sur des essais de traction dans plusieurs laboratoires et semble prometteuse dans le cadre applicatif des mesures de RTC [238].
- **Instrumentation** : les mesures de RTC réalisées dans le cas d'un outil béton ont montré de bons résultats malgré la présence de la fibre optique. L'adaptation de cette méthode aux matériaux métalliques est donc envisageable et permettrait d'avoir la température de tôle sans thermocouple. L'adaptation du chauffage permettrait également de supprimer l'isolation de la partie basse et donc de mesurer le champ de température du barreau inférieur par thermographie IR. Des mesures en régime transitoire sont dès lors possibles.

2.2. *Perspectives sur les essais de mesure*

- **Mesures sous atmosphère /vide** : les mesures sous atmosphère neutre permettrait de se rapprocher des conditions expérimentales de certains procédés de formage à chaud. Les mesures sous vide permettraient de supprimer l'effet de l'oxydation et donc une étude simplifiée du contact. Les mesures sous atmosphère nécessitent cependant une optimisation de la méthode de chauffage et probablement de quitter l'environnement machine de traction (Cf. points au-dessus).
- **Physique du contact** : les résultats obtenus sur la RTC ont mis en évidence les nombreux paramètres l'influençant simultanément. Une étude plus approfondie du contact prenant en compte les effets de viscoplasticité et d'oxydation semble incontournable dans l'optique d'une modélisation de la conductance aux hautes températures (et ceci pour la plupart des matériaux métalliques).

Annexe 1 : Compléments et définitions

sur les échanges radiatifs

Dans cette annexe, quelques compléments et définitions sur les propriétés radiatives et les échanges de chaleur par rayonnement sont apportés.

a. Spectre électromagnétique

Tout corps ayant une température supérieure à 0 Kelvin émet un rayonnement thermique[98]. Les ondes électromagnétiques responsables de ce transfert thermique par rayonnement se propagent à la vitesse de la lumière ($c=2.998 \cdot 10^8 \text{ m.s}^{-1}$) et sont généralement exprimées en nombre d'ondes (cm^{-1}) ou en longueur d'onde λ (μm).

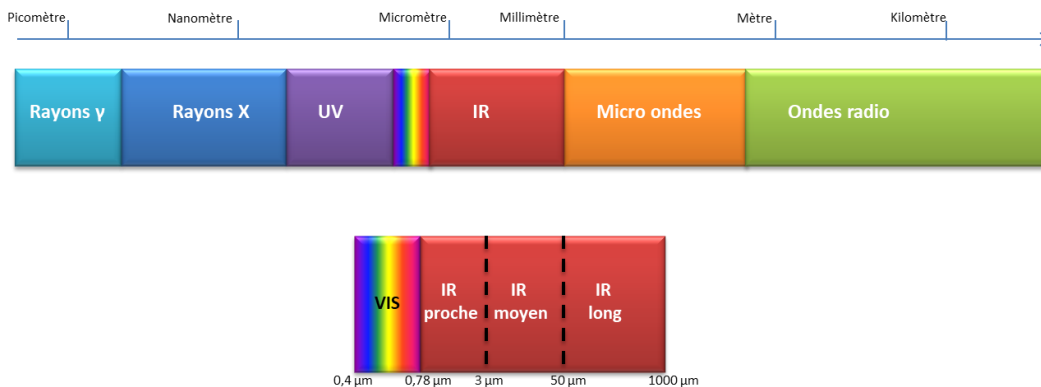


Figure 205 : Spectre électromagnétique selon la norme NF ISO 20473 [239]

Il est à noter que dans les conditions terrestres usuelles, la plage spectrale du rayonnement thermique est comprise entre 0.78 et 100 μm [240] ce qui correspond à un rayonnement majoritairement émis dans l'infrarouge et également en partie dans le visible pour les hautes températures.

b. Flux surfacique radiatif

Dans le cas d'un échange entre surfaces, il existe plusieurs types de flux surfaciques (émis, reçu, réfléchi...). L'exittance abordée dans le chapitre 1 correspond à un flux émis par une surface dans le demi-espace et l'ensemble du spectre électromagnétique à une température donnée. Cette exittance peut être définie par la relation suivante :

$$M = \frac{d\phi_{\text{émis}}}{dS} \text{ en } W \cdot m^{-2} \quad (88)$$

Avec $d\phi_{\text{émis}}$ le flux de chaleur émis en Watt par un élément de surface dS . Une exittance monochromatique peut également être définie de la manière suivante :

$$M_{\lambda} = \frac{dM}{d\lambda} \text{ en } W \cdot m^{-2} \cdot \mu\text{m}^{-1} \quad (89)$$

L'éclairement E représente quant à lui le flux reçu ($d\phi_{\text{reçu}}$) par unité de surface réceptrice (dS), en provenance de l'ensemble des directions.

$$E = \frac{d\phi_{reçu}}{dS} \text{ en } W.m^{-2} \quad (90)$$

Comme pour l'exitance, un éclairement monochromatique peut être défini.

$$E_\lambda = \frac{dE}{d\lambda} \text{ en } W.m^{-2}.\mu m^{-1} \quad (91)$$

Dans un calcul de transfert de chaleur de surface à surface, il est nécessaire de prendre en compte l'ensemble du flux de chaleur quittant une surface. Une grandeur appelée radiosité (J) représentant la densité de flux ($d\phi_{partant}$) quittant une surface (dS) toutes causes confondues a donc été définie. Elle est définie de la manière suivante :

$$J = \frac{d\phi_{partant}}{dS} \text{ en } W.m^{-2} \quad (92)$$

Ce flux surfacique est une grandeur fondamentale utilisée notamment dans la méthode des radiosités permettant de caractériser un échange radiatif entre plusieurs surfaces à l'équilibre thermique [98][241][242]. En considérant une surface S à une température T , de réflectivité ρ , la radiosité peut être schématisée de la manière suivante :

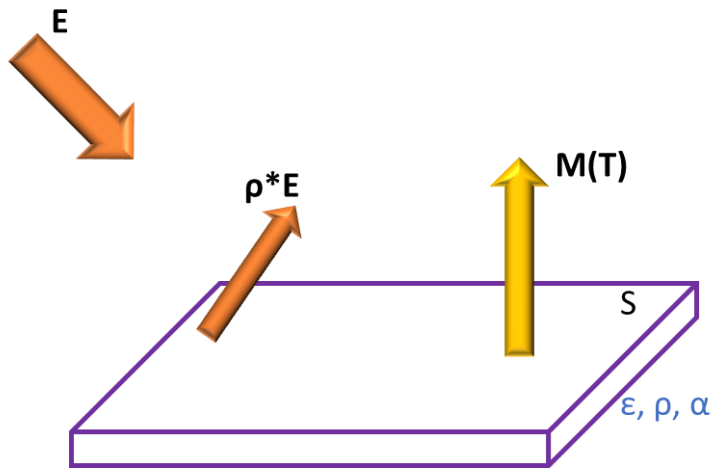


Figure 206 : Représentation schématique de la radiosité

La radiosité peut donc s'écrire de la manière suivante :

$$J = M + \rho * E \text{ en } W.m^{-2} \quad (93)$$

c. Absorptivité d'une surface

L'absorptivité d'une surface est la propriété radiative caractérisant la part absorbée du flux radiatif reçu par cette même surface. Comme pour l'émissivité, cette grandeur dépend à la fois de la direction et de la longueur d'onde. L'absorptivité directionnelle spectrale est donc définie par le rapport du flux absorbé $d^3\phi_{\lambda a}$ sur le flux incident $d^3\phi_{\lambda a}^r$ dans une direction donnée.

$$\alpha^r(\lambda, T) = \frac{d^3\phi_{\lambda a}}{d^3\phi_{\lambda a}^r} \quad (94)$$

Comme pour l'émissivité, l'absorptivité totale hémisphérique peut être déduite des relations d'interdépendance :

$$\alpha^\Omega(T) = \frac{\int_{\Omega_r=0}^{2\pi} \int_0^\infty \alpha^{\vec{r}}(\lambda, T) * L^0(\lambda, T) * \cos\theta_r * d\Omega_r * d\lambda}{\int_{\Omega_r=0}^{2\pi} \int_0^\infty L^0(\lambda, T) * \cos\theta_r * d\Omega_r * d\lambda} \quad (95)$$

Comme pour les émissivités, les absorptivités sont comprises entre 0 et 1.

d. Réflectivité d'une surface

Contrairement à l'émissivité et l'absorptivité, la réflectivité a un aspect bidirectionnel. La représentation du phénomène de réflexion doit donc prendre en compte à la fois les directions d'incidence et de réflexion.

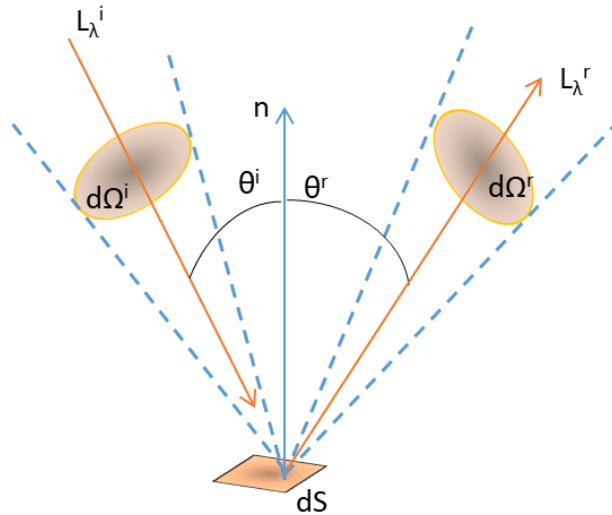


Figure 207 : Représentation schématique du phénomène de réflexion

Le paramètre fondamental permettant de caractériser la réflexion en liant les deux directions est la BRDF (Bidirectionnal Reflectance Distribution Function)[33]. Elle est définie de la manière suivante :

$$f_{r\lambda} = \frac{dL_\lambda^r}{dE_\lambda} = \frac{dL_\lambda^r}{L_\lambda^i \cos\theta_i d\Omega_i} \quad \text{en } sr^{-1} \quad (96)$$

Toutes les réflectivités (totale, directionnelle hémisphérique spectrale...) peuvent être définies à partir de ce paramètre. La réflectivité directionnelle hémisphérique spectrale s'écrit par exemple de la manière suivante :

$$\rho(\lambda, T)_\Omega^i = \int_\Omega f_{r\lambda} \cos\theta_r d\Omega_r \quad (97)$$

Les autres réflectivités peuvent être obtenues par intégration de cette relation.

e. Transmittivité

Comme pour la réflexion, la transmission a un aspect bidirectionnel. Le paramètre fondamental contenant toute l'information est la BTDF (Bidirectionnal Transmission Distribution Function) [243]. Ce paramètre permet de relier les directions d'incidence et de transmission.

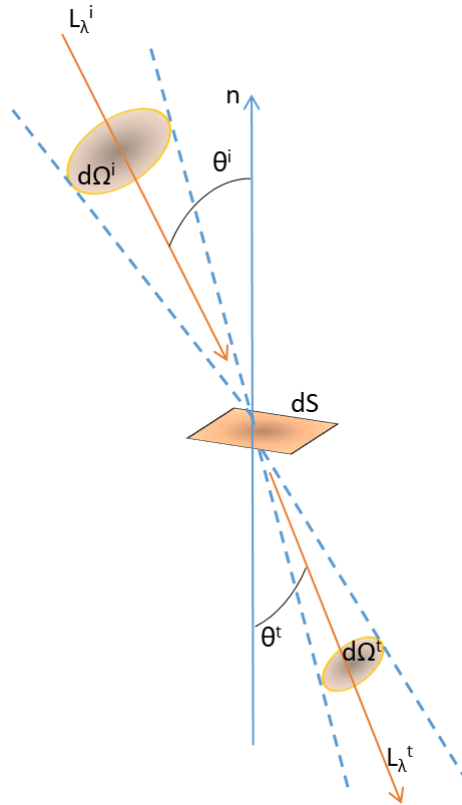


Figure 208 : représentation schématique du phénomène de transmission

La BTDF est donc définie de la manière suivante :

$$f_{t\lambda} = \frac{dL_{\lambda}^t}{dE_{\lambda}} = \frac{dL_{\lambda}^t}{L_{\lambda}^i \cos\theta_i d\Omega_i} \quad \text{en } sr^{-1} \quad (98)$$

Toutes les transmittivités sont calculables à partir de ce paramètre. La transmittivité hémisphérique spectrale s'écrit notamment de la manière suivante :

$$\tau(\lambda, T)_{\Omega}^i = \int_{\Omega} f_{t\lambda} \cos\theta_t d\Omega_t \quad (99)$$

La transmittivité totale sera calculée par intégration à partir de cette relation.

f. Bilan radiatif

Soit un corps soumis à un flux incident $d\phi_i$ sur sa face avant :

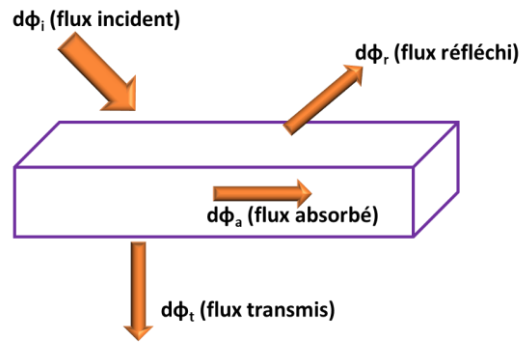


Figure 209 : Bilan radiatif

D'après le principe de conservation de l'énergie, la relation suivante peut être écrite :

$$d\phi_a + d\phi_r + d\phi_t = d\phi_i \quad [W] \quad (100)$$

En divisant cette relation par $d\phi_i$, la relation suivante dite 1^{ère} loi de Kirchhoff peut être obtenue :

$$\alpha + \rho + \tau = 1 \quad (101)$$

g. Deuxième loi de Kirchhoff

La deuxième loi de Kirchhoff découlant de la physique fondamentale indique que la capacité d'un matériau à émettre et celle d'absorber le même rayonnement sont liées. A l'équilibre thermodynamique local[98], cela se traduit par la relation suivante :

$$\varepsilon^{\vec{r}}(\lambda, T) = \alpha^{\vec{r}}(\lambda, T) \quad (102)$$

h. Corps gris

Un corps opaque est dit gris si son émissivité ne dépend pas de la longueur d'onde. L'émissivité présente alors une dépendance uniquement directionnelle. D'après la deuxième loi de Kirchhoff, les relations suivantes peuvent être écrites pour un corps gris :

$$\begin{cases} \varepsilon^{\vec{r}}(\lambda, T) = \alpha^{\vec{r}}(\lambda, T) = \varepsilon^{\vec{r}}(T) = \alpha^{\vec{r}}(T) \\ \varepsilon(\lambda, T) = \alpha(\lambda, T) = \varepsilon(T) = \alpha(T) \end{cases} \quad (103)$$

i. Corps lambertien

Un corps, dont la luminance est indépendante de la direction quelle que soit la longueur d'onde, est dit lambertien. Ce type de corps émet donc de manière isotrope et homogène. D'après la deuxième loi de Kirchhoff, les relations suivantes peuvent être écrites pour un corps lambertien :

$$\begin{cases} \varepsilon^{\vec{r}}(\lambda, T) = \alpha^{\vec{r}}(\lambda, T) = \varepsilon(\lambda, T) = \alpha(\lambda, T) \\ \varepsilon^{\vec{r}}(T) = \alpha^{\vec{r}}(T) = \varepsilon(T) = \alpha(T) \end{cases} \quad (104)$$

Annexe 2 : Calcul du coefficient d'échange convecto-radiatif

Le calcul du coefficient d'échange convecto-radiatif utilisé dans le calcul de lancer de rayons de la partie 1.2.1.c du chapitre 1 est détaillé dans cette annexe. L'échange avec l'environnement est l'addition simultanée d'un échange convectif et d'un échange radiatif avec de l'environnement à une température (T_{amb}). Le coefficient d'échange global h_g s'écrit donc de la manière suivante :

$$h_g = h_{conv} + h_{rad} \quad \text{en } W \cdot m^{-2} \cdot K^{-1} \quad (105)$$

Avec h_{conv} le coefficient d'échange convectif et h_{rad} le coefficient d'échange radiatif. Chacun de ces coefficients doit donc être calculé afin d'évaluer le coefficient d'échange global.

1. Calcul du coefficient d'échange convectif

La convection naturelle est un phénomène physique qui se produit lorsqu'un gradient thermique crée un mouvement dans un fluide. En général, le fluide s'échauffe au contact d'une paroi chaude, ce qui induit une diminution de sa masse volumique et donc un mouvement par poussée d'Archimède. La convection naturelle est généralement caractérisée par 4 nombres adimensionnels [79] :

- Le nombre de Prandlt

$$Pr = \frac{\nu}{a} = \frac{\mu * c_p}{k} \quad (106)$$

Avec ν la viscosité cinématique du fluide en $m^2 \cdot s^{-1}$, a la diffusivité thermique du fluide en $m^2 \cdot s^{-1}$, μ la viscosité dynamique du fluide en Pa.s, c_p la chaleur spécifique du fluide en $J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$ et k la conductivité thermique du fluide en $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$.

Le nombre de Prandlt permet de comparer les effets dynamiques aux effets thermiques dans un écoulement de type couche limite.

- Le nombre de Grashof

$$Gr = \frac{g \cdot \beta \cdot (T_p - T_{amb}) \cdot L^3}{\nu^2} \quad (107)$$

Avec : $g=9.81 \text{ m} \cdot \text{s}^{-2}$ l'accélération de la pesanteur, β le coefficient de dilatation du fluide en K^{-1} , T_p la température de la paroi en °C, T_{amb} la température du fluide loin de la paroi en °C, L la longueur caractéristique de l'écoulement en mètres.

Le nombre de Grashof correspond au rapport des forces de gravité sur les forces visqueuses.

- Le nombre de Rayleigh

$$Ra = Gr \cdot Pr \quad (108)$$

Le nombre de Rayleigh est, par analogie au nombre de Reynolds pour la convection forcée, la grandeur permettant de déterminer la nature de l'écoulement. En pratique, un écoulement est généralement considéré laminaire pour $Ra < 10^9$. Il existe un nombre de Rayleigh critique [244] ($Ra_c \approx 1700$) sous lequel la convection ne peut plus s'opérer. Le fluide est alors complètement immobile et seul un transfert par conduction persiste.

- Le nombre de Nusselt

$$Nu = \frac{h \cdot L}{k} \quad (109)$$

Avec : h le coefficient d'échange convectif en $W \cdot m^{-2} \cdot K^{-1}$, L la longueur caractéristique de la géométrie de l'écoulement en mètres et k la conductivité thermique en $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$.

Le nombre de Nusselt permet de caractériser l'échange de chaleur entre le fluide et la paroi.

Il existe de nombreuses corrélations permettant de déterminer le coefficient d'échange convectif à partir de ces nombres. Les relations sont en général sous la forme :

$$Nu = C \cdot Ra^m \quad (110)$$

Les valeurs de coefficients C et m dépendent de la nature et de la géométrie de l'écoulement. Celles-ci sont données pour des cas classiques dans le tableau suivant :

Géométrie	Ra	C	m
Plaque verticale	$10^4 - 10^9$	0.59	0.25
	$10^9 - 10^{13}$	0.021	0.4
Face supérieure d'une plaque chaude horizontale	$2 \cdot 10^4 - 8 \cdot 10^6$	0.54	0.25
	$8 \cdot 10^6 - 10^{11}$	0.15	0.33
Face inférieure d'une plaque chaude horizontale	$10^5 - 10^{11}$	0.27	0.25

Tableau 43 : Corrélations en convection naturelle [79][78]

Le coefficient d'échange convectif dans le cas d'un échantillon positionné horizontalement peut donc être calculé grâce aux relations suivantes [79] :

$$h_{conv} = \begin{cases} \frac{0.54 k R_{al}^{\frac{1}{4}}}{L} \approx 26 W \cdot m^{-2} K^{-1} \text{ pour la surface supérieure} \\ \frac{0.27 k R_{al}^{\frac{1}{4}}}{L} \approx 13 W \cdot m^{-2} K^{-1} \text{ pour la surface inférieure} \end{cases} \quad (111)$$

2. Coefficient d'échange radiatif

Le coefficient d'échange radiatif est calculé par linéarisation du flux radiatif. En effet, le flux de chaleur par rayonnement échangé entre une surface et son environnement est exprimé de la manière suivante :

$$\phi = \varepsilon \cdot S \cdot \sigma \cdot (T_p^4 - T_{amb}^4) \quad [W] \quad (112)$$

Avec : T_p la température du corps en Kelvin, T_{amb} la température de l'environnement en Kelvin, ε l'émissivité du corps, S la surface d'échange en m^2 . Le flux radiatif peut également s'écrire de la manière suivante :

$$\phi = h_{rad} \cdot S \cdot (T_p - T_{amb}) \quad [W] \quad (113)$$

Avec :

$$h_{rad} = \frac{\varepsilon \sigma (T_p^4 - T_{amb}^4)}{T_p - T_{amb}} \quad [W \cdot m^{-2} \cdot K^{-1}] \quad (114)$$

Le coefficient d'échange radiatif calculé est de $\approx 113 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$ en considérant une émissivité de 0.5. Le coefficient d'échange radiatif est donc prépondérant par rapport au coefficient d'échange convectif ce qui est logique au vu des températures étudiées qui favorisent d'avantage un transfert radiatif.

Annexe 3 : Choix de la référence pour le corps noir de transfert du banc BMEIR

Deux configurations ont été envisagées pour la géométrie du corps noir de transfert. Le choix de la référence est détaillé dans cette annexe.

1. Développement des corps noirs de transfert

1.1. Revêtement du corps noir de transfert « cavité »

La géométrie du corps noir de transfert a été détaillée dans la partie 2.1.1.b du chapitre 1. Des précisions sont apportées ici sur la peinture « pyromark[®] » utilisée pour maximiser l'émissivité de parois. L'épaisseur minimale de dépôt a été déterminée en comparant les émissivités spectrales de plusieurs échantillons d'acier inoxydable ayant chacun une épaisseur de revêtement différent. Ces mesures d'épaisseur de revêtement ont été faites par un appareil de mesure par courant de Foucault [245] FISCHER[®] ISOSCOPE FMP10. L'émissivité spectrale pour ces différentes épaisseurs de revêtement est présentée sur la Figure 210 :

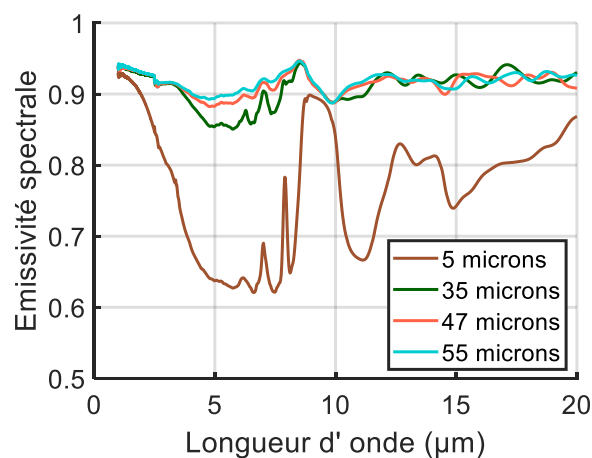


Figure 210 : Emissivité spectrale de la peinture Pyromark[®] en fonction de l'épaisseur de couche déposée

L'émissivité spectrale augmente avec l'épaisseur de la couche de peinture pour atteindre une valeur stabilisée autour de 50 µm. Ces différences importantes observées sont dues à une couche de peinture suffisamment fine pour s'avérer semi transparente. La stabilisation de l'émissivité spectrale de la peinture indique une couche de peinture devenue totalement opaque. Une épaisseur minimale de 55 µm correspondant est donc fixée (condition d'opacité). Une émissivité totale de 0.91 est calculée pour cette épaisseur.

1.2. Echantillon avec revêtement émissif

La solution la plus simple pour le revêtement est d'appliquer une peinture noire haute température. Cependant, l'échantillon était soumis à des vitesses de chauffe et de refroidissement assez

conséquentes. Un vieillissement rapide de la peinture et surtout un écaillage en cours d'essai ont été observés. De plus, pour un échantillon plan, il n'y a pas d'effet cavité pour compenser l'effet de l'écaillage contrairement à la configuration cylindrique.

A l'opposé, pour une géométrie plane simple, un procédé original de texturation de surface par laser [246] est utilisable et a donc été testé pour maximiser l'émissivité de l'échantillon. Ce procédé développé par Alphanov® consiste à utiliser un laser pour créer des microcavités coniques en surface se comportant comme des puits de lumière. L'émissivité est de ce fait très augmentée avec des valeurs obtenues de 0.95 pour le titane pur dans le proche infrarouge.

Le choix de l'échantillon à texturer est un échantillon d'Inconel 718 avec une épaisseur de 4mm. Cette épaisseur a été choisie afin de pouvoir souder un thermocouple sur la tranche de l'échantillon. L'aspect de la pastille d'Inconel 718 texturée peut être observé sur la Figure 211.



Figure 211 : Photographie de la pastille d'Inconel 718 texturée

Cette position du thermocouple qui ne correspond pas à la position de mesure du flux sur l'échantillon peut entraîner une erreur sur la température de mesure. Un essai de chauffage à pleine puissance sur une pastille d'Inconel 718 avec un thermocouple soudé au centre et un autre soudé sur la tranche a donc été réalisé afin d'estimer le gradient entre la zone de mesure du flux et la position du thermocouple(Figure 212).

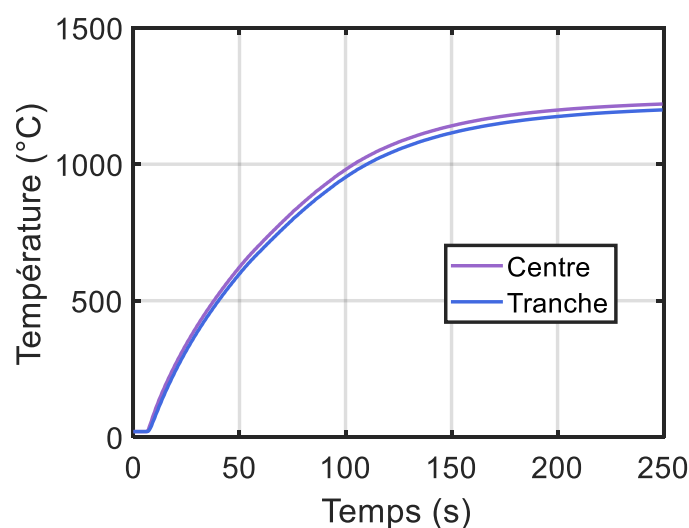


Figure 212 : Gradient thermique entre la zone centrale et la tranche sur la pastille en Inconel 718 texturée

La température maximale atteinte est de 1216°C au centre de la pastille. Un écart maximal de 22°C est observé entre les thermocouples placés au centre et sur la tranche. Cet écart est supérieur à l'écart maximal admissible défini dans la partie 1.2.2.c du chapitre 1.

Les valeurs cibles de températures sont atteintes mais le gradient thermique va induire une erreur importante dans le proche IR. Une correction sur la température sera donc nécessaire en cas de sélection de cette référence.

2. Comparaison entre le corps noir de transfert cavité et la pastille texturée

Les deux références sélectionnées ont été comparées à un corps noir de laboratoire (Land® P1200 B) entre 600 et 900°C qui correspond à la limite de température d'utilisation de la peinture sans dégradation préconisée par le fabricant. Le fond choisi pour le corps noir de transfert est le fond plat afin de n'avoir que l'effet du revêtement.

Les deux références sont comparées par rapport au corps noir en utilisant une caméra MIR BII SC7000. Les signaux émis par les trois entités ainsi qu'une émissivité apparente calculée en faisant le rapport entre les signaux émis par les deux références et le corps noir sont représentés sur la Figure 213.

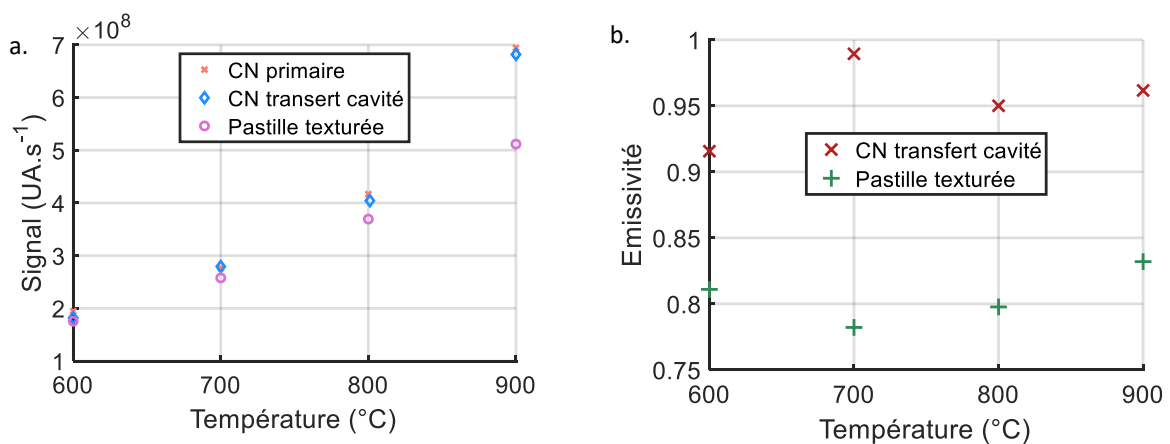


Figure 213 : a. Comparaison des signaux émis par les différentes références, b. Emissivité sur la bande II pour les deux références

L'émissivité du corps noir de transfert « cavité » est assez proche de celle du corps noir de laboratoire avec des valeurs supérieures à 0.95 au-delà de 700°C. Ces valeurs rejoignent celle calculée par la formule de Gouffé dans le chapitre 2. Cela démontre aussi que les hétérogénéités de température ne jouent pas un rôle prépondérant dans cette configuration particulière.

Concernant la pastille texturée, l'émissivité chute drastiquement par rapport aux valeurs observées dans le proche IR avant chauffage. Cela peut s'expliquer en partie par l'oxydation qui bouche les cônes en surface et supprime donc l'effet « puits de lumière ». Des images de la surface de la pastille texturée prises avant et après chauffage à 900°C sur un microscope Dino-Lite® confirment d'ailleurs ces observations (Figure 214).

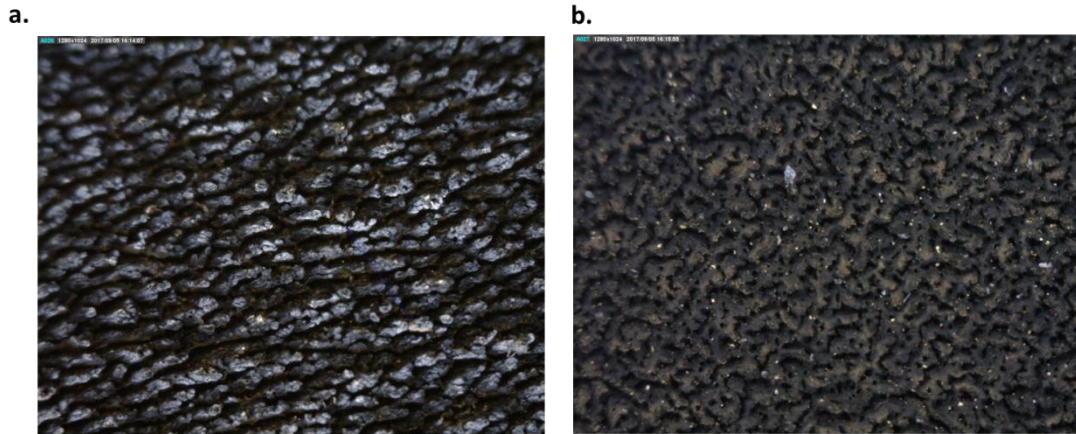


Figure 214 : Photographies de la surface de la pastille texturée avec un grossissement de 130 : a. avant chauffage ; b. après chauffage à 900°C

La pastille texturée ne peut donc pas être utilisée comme référence corps noir pour le banc de mesure. Le corps noir de transfert cavité présente, quant à lui, des valeurs d'émissivité assez hautes mais devra quand même être qualifié devant un corps noir de laboratoire. En effet, une référence corps noir utilisée directement dans une méthode de mesure directe doit normalement avoir une émissivité minimale de 0.99[34].

Dans les cas contraires, un coefficient de correction, prenant en compte cette imperfection, doit être déterminé. De plus, si l'émissivité du matériau dépasse celle du corps noir de transfert même légèrement, la mesure n'est virtuellement plus possible.

Annexe 4 : Compléments sur l'incertitude de mesure d'émissivité

Les courbes de sensibilité ainsi que les incertitudes en fonction de la température pour chaque bande spectrale sont détaillées dans cette annexe.

1. Effet de l'incertitude liée à la température sur l'émissivité dans la bande NIR BI

Comme expliqué dans la partie 2.1.3.c du chapitre 2, l'effet de l'incertitude de la température a été étudié à 2.2 μm où la sensibilité est la plus élevée afin de maximiser l'incertitude.

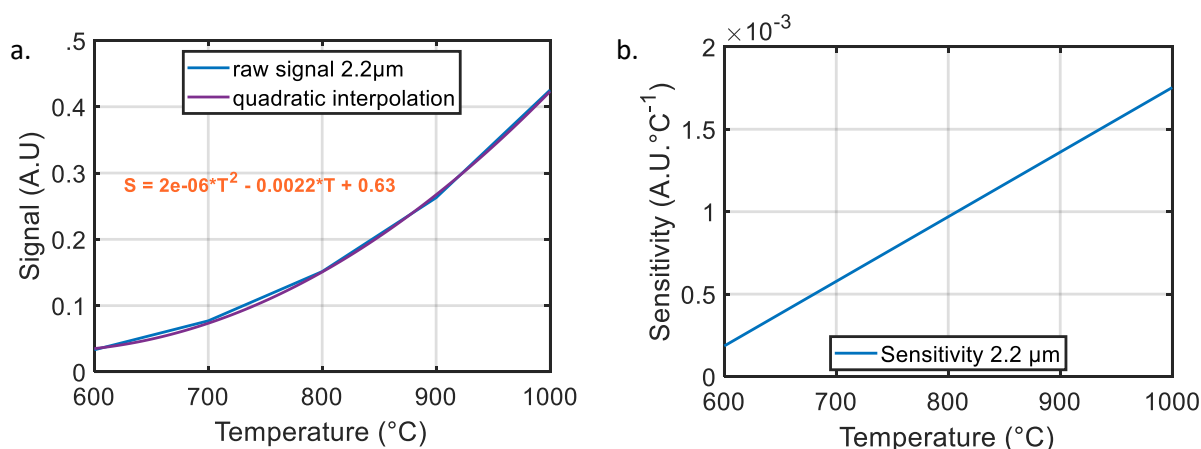


Figure 215 : a. Signal brut en fonction de la température et interpolation quadratique à 2.2 μm ; b. Sensibilité en fonction de la température à 2.2 μm

La sensibilité à 2.2 μm croît donc linéairement selon la température. L'incertitude correspondante calculée selon la méthode décrite dans la partie 2.1.3.c du chapitre 2 est représentée sur la Figure 216.

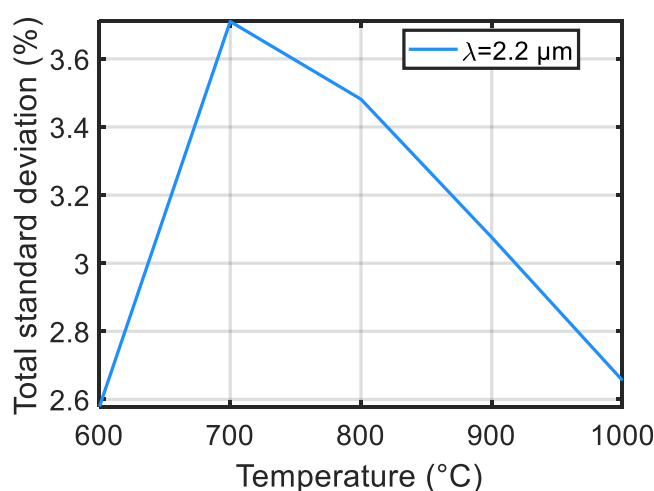


Figure 216 : Ecart-type calculé à 2.2 μm

En appliquant un coefficient d'élargissement de 2, l'incertitude relative sur l'émissivité découlant du gradient de température et de l'erreur de mesure du thermocouple est comprise entre 5.2 et 7.4%.

La valeur la plus basse observée est à 600°C et s'explique par l'incertitude amenée par le thermocouple étant minimale à cette température.

Malgré l'augmentation de l'incertitude de mesure provoquée par la mesure thermocouple, l'incertitude sur l'émissivité diminue entre 700 et 1000°C. Cette diminution s'explique par une forte augmentation du signal mesuré au-delà de 700°C et donc à un rapport signal sur bruit favorable.

2. Effet de l'incertitude liée à la température sur l'émissivité dans la bande MIR BII

L'étude a été réalisée à 5.071 μm où la sensibilité est maximale. De la même manière que pour la bande I, la réponse du détecteur a été approximée par un polynôme d'ordre 2.

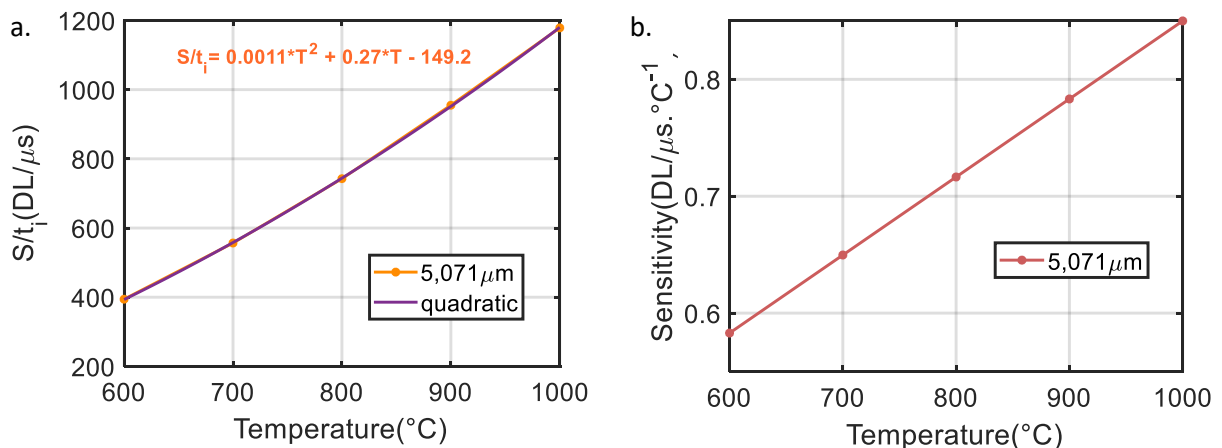


Figure 217 : a. Signal brut en fonction de la température et interpolation quadratique à 5.071 μm ; b. Sensibilité en fonction de la température à 5.071 μm

La sensibilité en fonction de la température est logiquement linéaire. L'incertitude relative calculée est représentée sur la Figure 218.

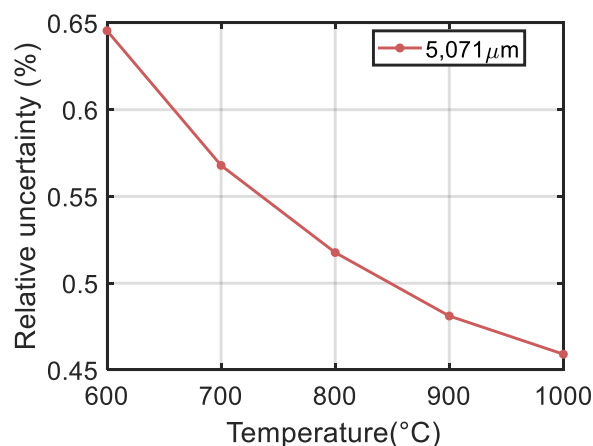


Figure 218 : Incertitude relative à 5.071 μm

Une décroissance régulière de l'incertitude en fonction de la température est observée. Cette diminution s'explique par une forte augmentation du signal émis. Les incertitudes observées dans la bande BII sont également très inférieures à celles observées en bande I.

3. Effet de l'incertitude liée à la température sur l'émissivité dans la bande MIR BIII

Contrairement aux deux autres bandes spectrales, la réponse du détecteur est linéaire. Une sensibilité constante de $42 \text{ NN} \cdot \text{°C}^{-1}$ a été calculée.

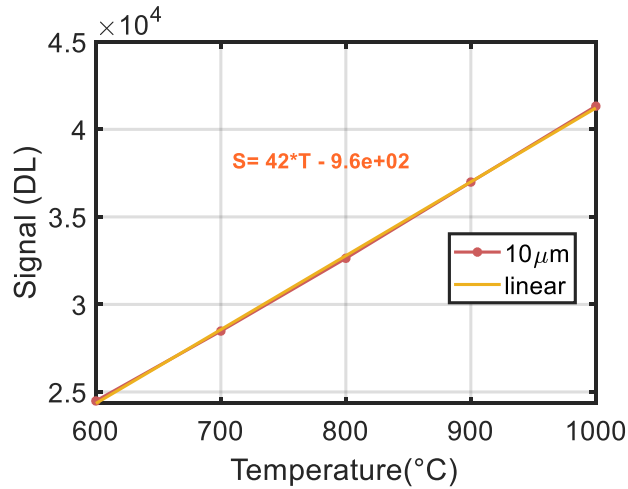


Figure 219 : Signal brut en fonction de la température à 10 µm et interpolation linéaire

L'incertitude relative correspondante est représentée sur la Figure 220.

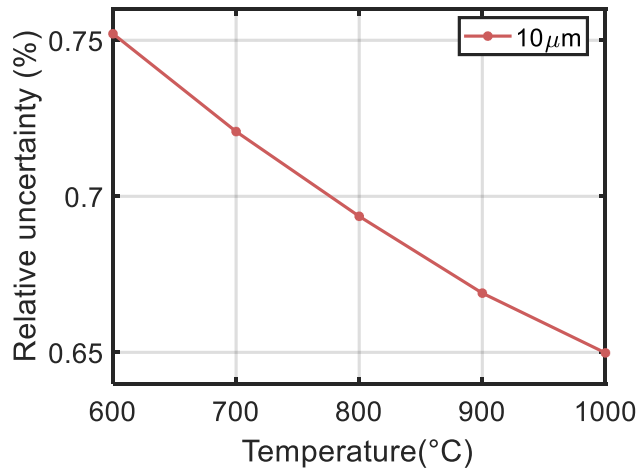


Figure 220 : Incertitude relative à 10 µm

L'incertitude diminue légèrement avec la température avec un ordre de grandeur similaire à celui observé en bande II. Les incertitudes sont **toujours inférieures à 1% quelle que soit la température.**

4. Conclusion

L'incertitude sur l'émissivité provoquée par le gradient thermique et l'erreur de mesure de température est **significative uniquement dans la bande NIR BI**. En effet, **l'incertitude liée aux effets de température n'excède pas 1.5% dans les bandes MIR BII et BIII**. L'incertitude maximale est observée à 700°C dans la bande NIR BI avec une valeur de 7.4% liée à la faible sensibilité du détecteur à basse température. Cette incertitude diminue ensuite avec la température et atteint 5.4% à 1000°C.

Annexe 5 : Diagnostic ex situ des pastilles d'Inconel 625 après chauffage

Dans cette annexe complémentaire au chapitre 3, une analyse des couches d'oxyde formées sur les pastilles d'Inconel 625 est proposée.

Les photographies des échantillons après chauffage prises par un microscope DINO-LITE® sont présentées sur la Figure 221.

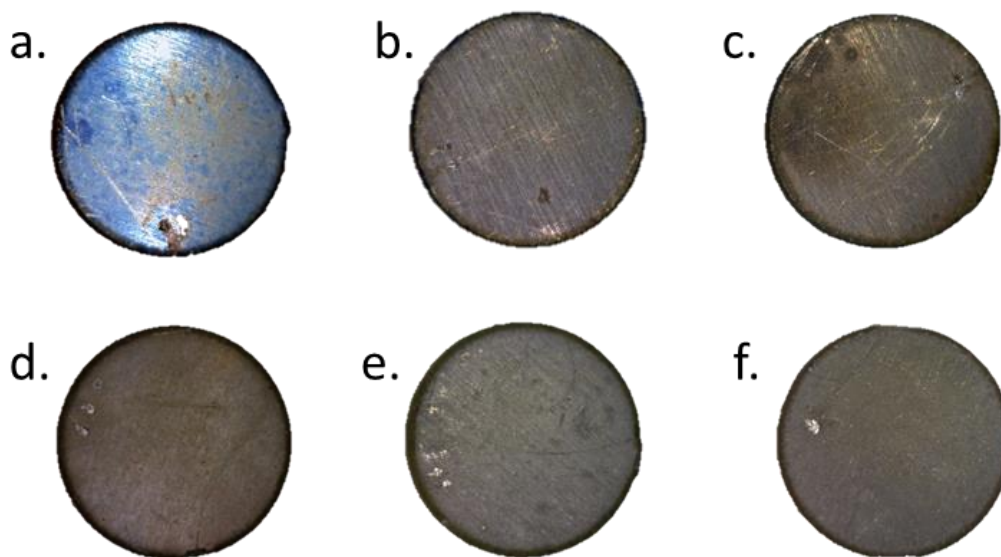


Figure 221 : Photographie des pastilles d'Inconel 625 après application des cycles de chauffage de : a. 1 heure à 600°C ; b. 1 heure à 700°C ; c. 1 heure à 800°C ; d. 1 heure à 900°C ; e. 1 heure à 1000°C ; f. 5 heures à 1000°C

Une couleur bleutée est d'abord observée pour une température de 600°C. L'aspect des pastilles devient ensuite marron/gris avec un assombrissement observé avec l'augmentation de température. Il est cependant à noter que pour des temps de chauffage assez courts, l'aspect de la couche d'oxyde a un aspect verdâtre typique du NiCr_2O_4 [247].

Les pastilles ont été pesées avant et après essais de chauffage afin d'estimer le gain de masse. Ce gain de masse en fonction de la température de chauffage est tracé sur la Figure 222. Le gain de masse à 600°C n'a pas pu être mesuré car en dessous de la résolution de la microbalance utilisée.

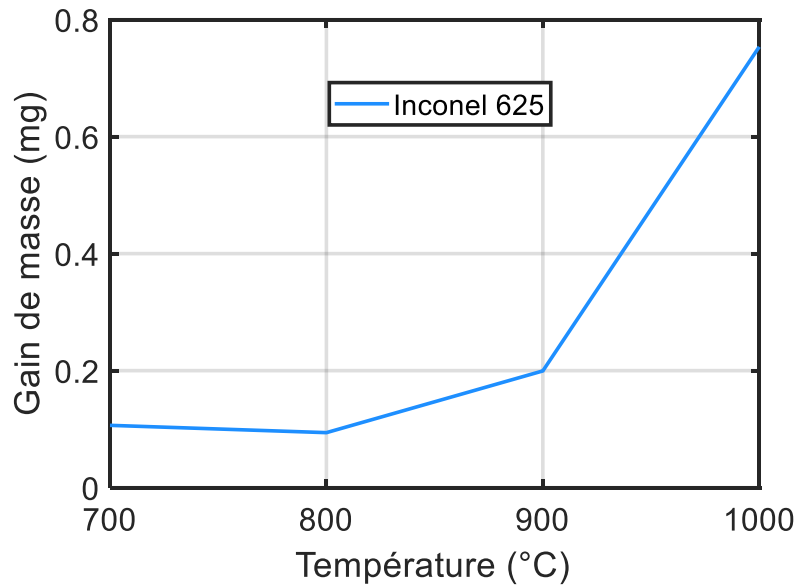


Figure 222 : Gain de masse des pastilles d’Inconel 625 après un cycle d’une heure de chauffage

En excluant la valeur à 800°C, le gain de masse suit une évolution conforme à celle d’une loi d’Arrhenius avec un facteur 5 observé entre 700 et 1000°C. Les gains de masse observés sont significativement plus faibles que ceux du TA6V, ce qui dénote d’une oxydation moins forte dans le cas de l’Inconel 625.

Des temps d’oxydation plus longs permettraient de faire apparaître une allure exponentielle plus nette. En effet, le gain masse à 1000°C pour un cycle de 5 heures est quasiment doublé par rapport à celui observé pour une durée d’1 heure (Tableau 45).

En suivant la méthode décrite dans le chapitre 3, les constantes k_p calculées pour chaque palier de température sont présentées dans le Tableau 44.

T(°C)	600	700	800	900	1000	1000
t (h)	1	1	1	1	1	5
k_p (kg ² .m ⁻⁴ .s ⁻¹)	-	$5.16 \cdot 10^{-10}$	$3.98 \cdot 10^{-10}$	$1.73 \cdot 10^{-9}$	$1.36 \cdot 10^{-8}$	-

Tableau 44 : Constantes k_p calculées pour l’alliage Inconel 625

Les constantes k_p calculées sont plus faibles que dans le cas du TA6V, ce qui valide une oxydation plus faible pour cet alliage. Les valeurs n’ont pas été calculées à 600°C car le gain de masse n’a pas pu être mesuré à 1000°C. L’épaisseur de la couche d’oxyde correspondant à un palier de 5 heures n’a pu non plus être mesurée. Les épaisseurs de couche d’oxyde après essai ont également été mesurées par MEB et sont présentées sur la Figure 223.

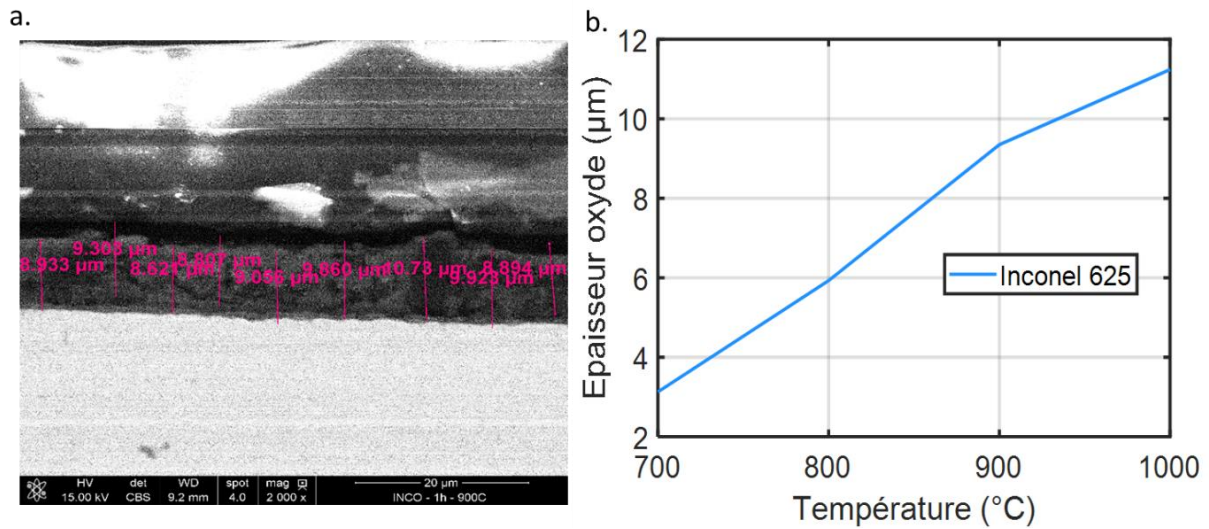


Figure 223 : a. Exemple de micrographie de coupes transversales des couches d'oxyde pour l'alliage Inconel 625 (T=900°C) ; b. Epaisseurs de couche d'oxyde mesurées sur les pastilles d'Inconel 625 après un cycle d'une heure de chauffage

La variation quasi-linéaire observée s'explique par des temps d'oxydation trop courts pour avoir une allure exponentielle. Les valeurs observées sont également plus faibles que celles observées pour le TA6V et ce particulièrement à haute température (>900°C). Les valeurs de gain de masse et d'épaisseur de couche d'oxyde en fonction de la température sont récapitulées dans le Tableau 45.

T (°C)	600	700	800	900	1000	1000
t (min)	60	60	60	60	60	300
Gain de masse (mg)	-	0.107	0.094	0.196	0.55	1.023
Epaisseur couche d'oxyde (μm)	3.78	3.13	5.93	9.35	11.24	-

Tableau 45 : Gain de masse et épaisseur de couche d'oxyde mesurés sur les pastilles d'Inconel 625 après essai

Les gains de masse observés sont bien plus faibles que ceux observés pour le TA6V avec un rapport de 5 observé à 700°C et un rapport de 50 à 1000°C. Les valeurs d'épaisseurs de couche d'oxyde sont quant à elles supérieures pour l'Inconel 625 à 600 et 700°C mais bien inférieures à celles observées sur le TA6V pour des températures de 900 et 1000°C. Le temps de chauffage a également moins d'influence que dans le cas du TA6V avec un gain de masse doublé entre des temps de chauffage de 1 heure et 5 heures à 1000°C.

La reconstitution de l'épaisseur d'oxyde selon le temps de chauffage calculée selon la méthode détaillée dans le chapitre 3 est présentée sur la Figure 224.

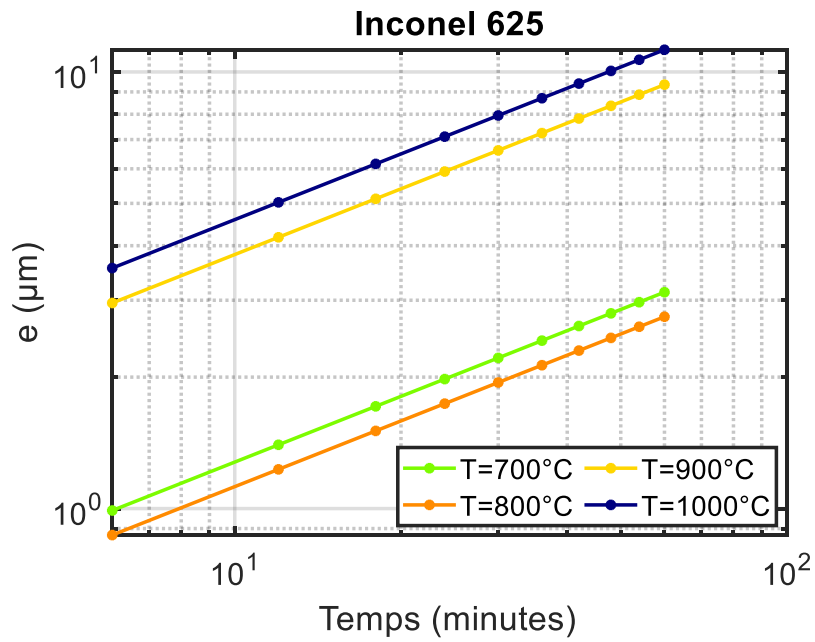


Figure 224 : Epaisseur de la couche d'oxyde en fonction du temps pour des paliers de température d'une heure

L'influence du temps de chauffage sur l'épaisseur de couche d'oxyde augmente fortement avec la température. En effet, les valeurs d'épaisseurs observées à 900 et 1000°C pour un temps de chauffage de 6 minutes sont du même ordre de grandeur que celles observées au bout de 60 minutes à 700 et 800°C.

Annexe 6 : Mise en œuvre des barreaux de béton

La mise en œuvre de barreaux de béton instrumentés est détaillée dans cette annexe. Il a été décidé d'instrumenter les barreaux directement lors de la phase de coulage du béton afin d'éviter un perçage *a posteriori* des barreaux et donc les éventuels risques de fissuration.

Il est cependant difficile, en pratique, de contrôler la position et l'alignement des thermocouples dans le barreau en les insérant directement durant le coulage. Une méthode de fabrication des barreaux par stratification a donc été mise au point afin de limiter les risques de désalignement et d'inclinaison des thermocouples dans le barreau.

Pour ce faire, un moule en bois stratifié permettant un coulage progressif du barreau a été mis au point (Figure 225).

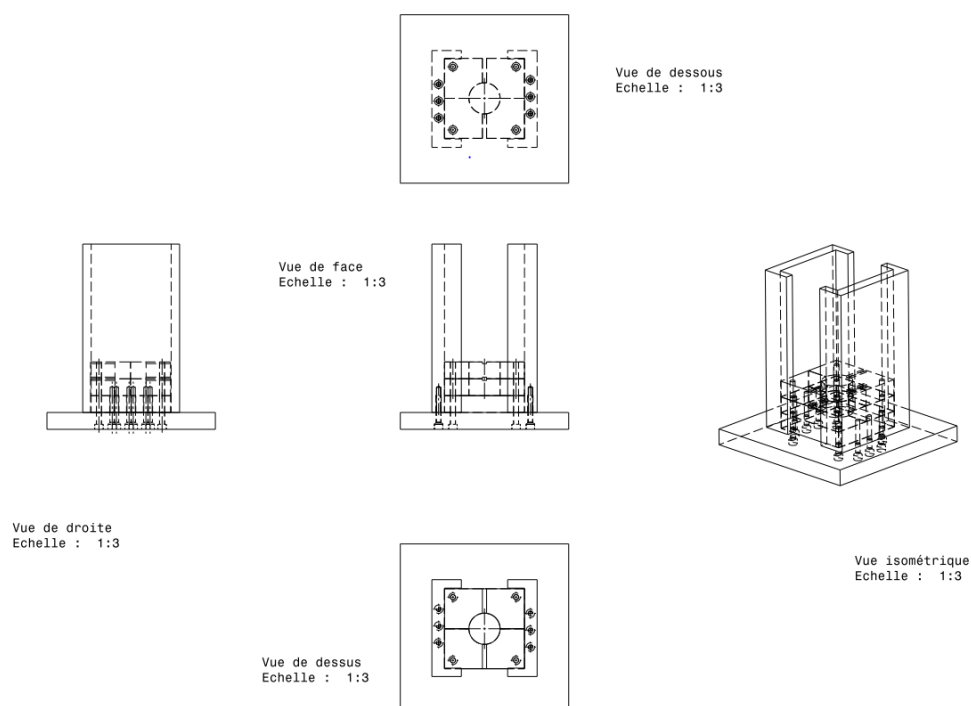


Figure 225 : CAO du moule en bois stratifié

Les éléments constituant ce moule sont illustrés sur la Figure 226. Ces éléments rainurés permettent le passage d'un thermocouple qui est inséré au moment où la coulée est au niveau de l'élément ce qui permet d'éviter l'inclinaison du thermocouple vers le bas. La rainure permet ensuite d'éviter les désalignements horizontaux lors de la coulée des strates supérieures.



Figure 226 : Élément du moule en bois stratifié

Un exemple d'alignement de thermocouples sur un barreau de béton contrôlé par tomographie est présenté sur la Figure 227.

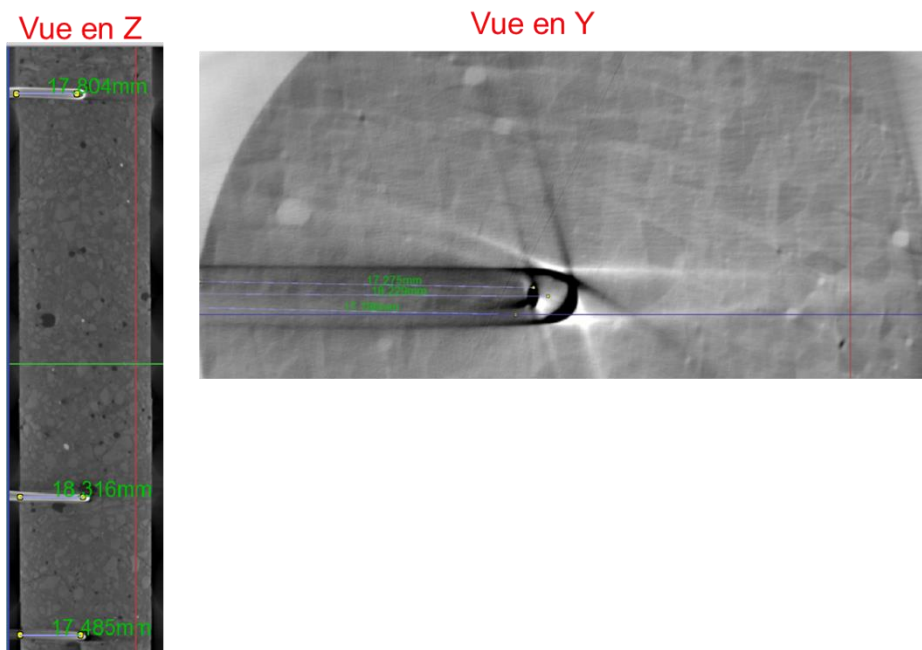


Figure 227 : Alignement des thermocouples dans un barreau de béton mis en œuvre par stratification

Cette méthode permet donc d'avoir des thermocouples « droits » et non inclinés vers le bas par rapport à une méthode de coulage classique (cylindre en PVC percé). L'alignement est également satisfaisant avec un écart observé inférieur à 1 mm pour les trois thermocouples.

Le passage de la fibre optique est réalisé à l'aide d'une tige filetée de diamètre 6 mm. Un écrou permettant la fixation de la tige a été fixé sur la base du moule et un système de maintien a été placé sur la partie haute du moule afin qu'elle reste fixe lors du coulage. La tige est enduite de paraffine ayant une température de fusion située autour de 60°C. La tige peut donc facilement être extraite du barreau après étuvage.

Annexe 7 : Détermination de la conductance pour l'interface TA6V-Béton

Dans cette annexe complémentaire au chapitre 5, les courbes de comparaison entre les températures simulées et expérimentales servant à la détermination de la conductance pour l'interface TA6V-Béton sont présentées.

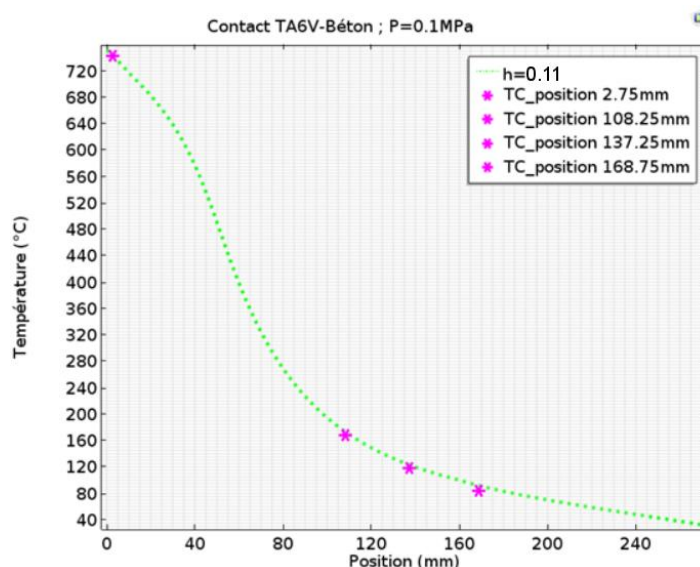


Figure 228 : Détermination de la conductance par méthode inverse pour un contact TA6V-Béton à une charge de 0.1 MPa

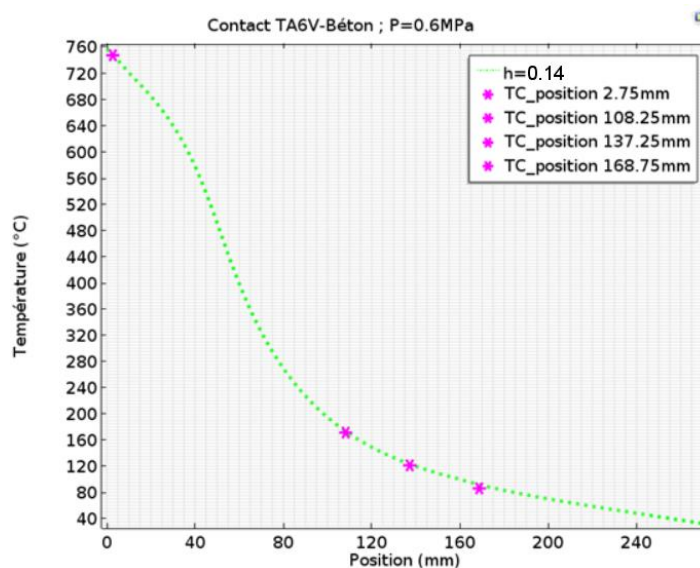


Figure 229 : Détermination de la conductance par méthode inverse pour un contact TA6V-Béton à une charge de 0.6 MPa

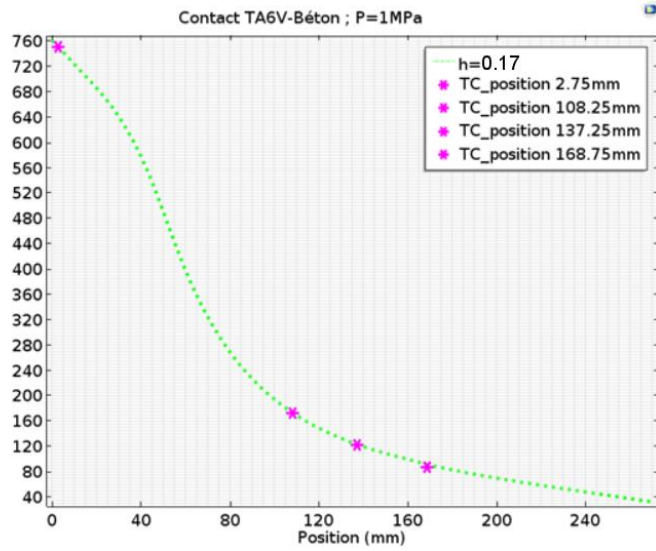


Figure 230 : Détermination de la conductance par méthode inverse pour un contact TA6V-Béton à une charge de 1 MPa

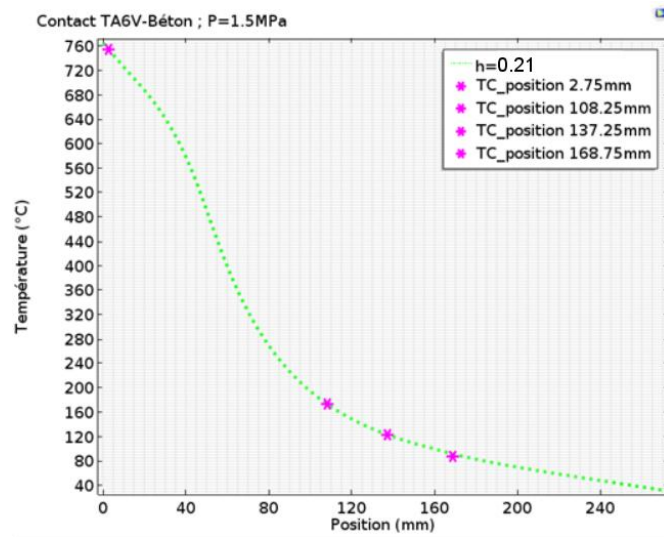


Figure 231 : Détermination de la conductance par méthode inverse pour un contact TA6V-Béton à une charge de 1.5 MPa

Annexe 8 : Détermination de la conductance pour l'interface Inconel 625-Béton

Dans cette annexe complémentaire au chapitre 5, les courbes de comparaison entre les températures simulées et expérimentales servant à la détermination de la conductance pour l'interface Inconel 625-Béton sont présentées.

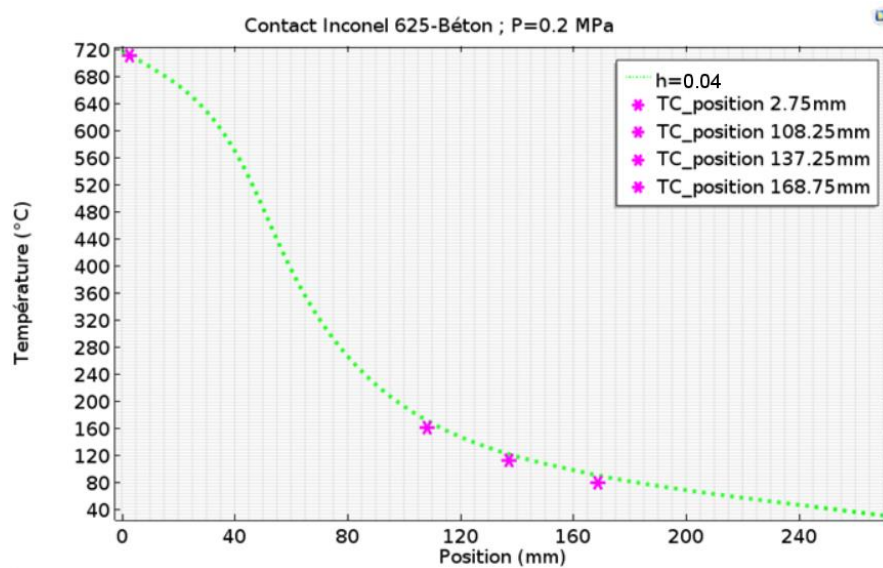


Figure 232 : Détermination de la conductance par méthode inverse pour un contact Inconel 625-Béton à une charge de 0.2 MPa

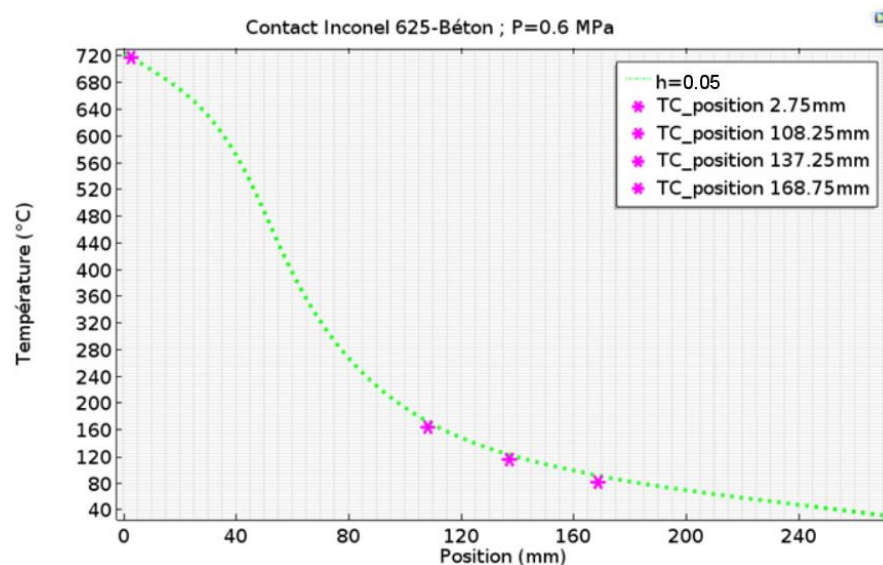


Figure 233 : Détermination de la conductance par méthode inverse pour un contact Inconel 625-Béton à une charge de 0.6 MPa

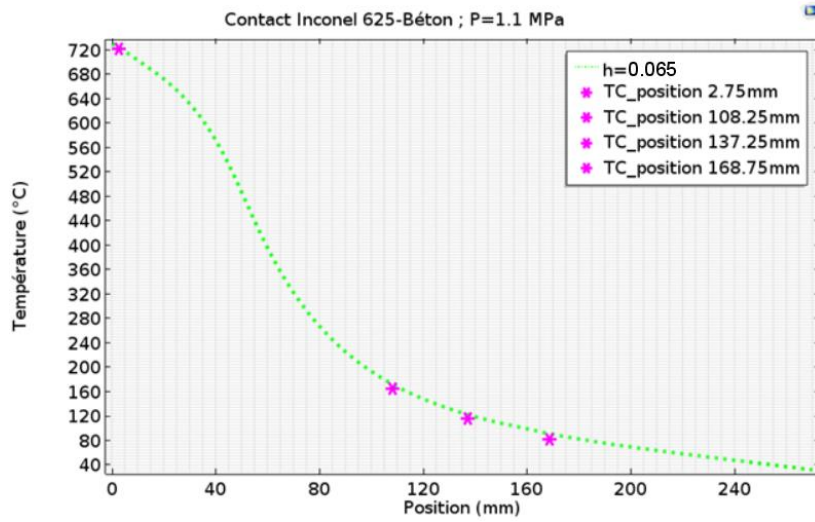


Figure 234 : Détermination de la conductance par méthode inverse pour un contact Inconel 625-Béton à une charge de 1 MPa

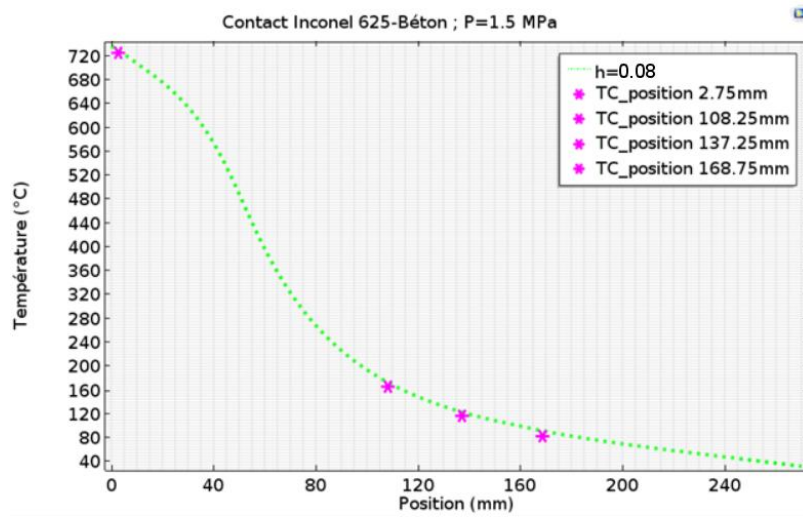


Figure 235 : Détermination de la conductance par méthode inverse pour un contact Inconel 625-Béton à une charge de 1.5 MPa

Bibliographie

- [1] A. J. Barnes, "Superplastic forming 40 years and still growing," *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 16, no. 4. pp. 440–454, Aug-2007.
- [2] D. Stephen, "Superplastic forming," in *High Performance Materials in Aerospace.*, Flower H.M., no. 5, Springer, Ed. Dordrecht, 1994, p. 155.
- [3] D. Mauduit, E. Lamic, F. Nazaret, R. Gilblas, T. Pottier, and T. Cutard, "SUPERPLASTIC PARTS MANUFACTURING BY INFRARED EMITTERS: SERIES FORMING APPLICATION WITH THERMAL REGULATION," in *TITANIUM*, 2019.
- [4] A. Jocelyn *et al.*, "Indirect versus direct heating of sheet materials: Superplastic forming and diffusion bonding using lasers," in *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2010, vol. 19, no. 4, pp. 527–532.
- [5] M. LE Fournier, F. Nazaret, O. Barrau, E. Lebard, and V. Vidal, "The Use of Infra-Red Heater in Superplastic Forming: A Way Of Saving Costs," in *Proceedings of the 13th World Conference on Titanium*, Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc., 2016, pp. 1571–1576.
- [6] G. Giuliano, *Superplastic forming of advanced metallic materials : methods and applications*. Woodhead Publishing, 2011.
- [7] M. A. Ablat and A. Qattawi, "Numerical simulation of sheet metal forming: a review," *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 89, no. 1–4, pp. 1235–1250, Mar. 2017.
- [8] D. Banabic, "FE-Models of the Sheet Metal Forming Processes," in *Sheet Metal Forming Processes*, Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2010, pp. 1–25.
- [9] R. Kopp and F.-D. Philipp, "Physical parameters and boundary conditions for the numerical simulation of hot forming processes," *Steel Res.*, vol. 63, no. 9, pp. 392–398, Sep. 1992.
- [10] D. Basak, R. A. Overfelt, and D. Wang, "Measurement of specific heat capacity and electrical resistivity of industrial alloys using pulse heating techniques," *Int. J. Thermophys.*, vol. 24, no. 6, pp. 1721–1733, Nov. 2003.
- [11] M. Boivineau *et al.*, "Thermophysical Properties of Solid and Liquid Ti-6Al-4V (TA6V) Alloy," *Int. J. Thermophys.*, vol. 27, no. 2, pp. 507–529, Mar. 2006.
- [12] N. Milošević and I. Aleksić, "Thermophysical properties of solid phase Ti-6Al-4V alloy over a wide temperature range," *Int. J. Mater. Res.*, vol. 103, no. 6, pp. 707–714, Jun. 2012.
- [13] G. Bernhart, P. Lours, T. Cutard, V. Velay, and F. Nazaret, *Processes and equipment for superplastic forming of metals*. Elsevier Ltd., 2011, pp. 49–71.
- [14] Y. S. Touloukian and E. H. Buyco, "Thermophysical properties of matter - the TPRC data series. Volume 4. Specific heat - metallic elements and alloys. (Reannouncement). Data book." 01-Jan-1971.
- [15] Y. S. Touloukian, R. W. Powell, C. Y. Ho, and P. G. Klemens, "Thermophysical properties of matter - the TPRC data series. Volume 1. Thermal conductivity - metallic elements and alloys. (Reannouncement). Data book." 01-Jan-1970.
- [16] A. El Bakali, R. Gilblas, T. Pottier, and Y. Le Maoult, "A fast and versatile method for spectral emissivity measurement at high temperatures," *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 90, no. 11, p. 115116,

Nov. 2019.

- [17] G. Dubois, *Modeling and Simulation*. CRC Press, 2018.
- [18] W. L. Wolfe, G. J. Zissis, Environmental Research Institute of Michigan. Infrared Information and Analysis Center., United States. Office of Naval Research., and Environmental Research Institute of Michigan]), *The infrared handbook*. Office of Naval Research, Dept. of the Navy, 1985.
- [19] D. P. DeWitt and G. D. Nutter, *Theory and practice of radiation thermometry*. Wiley, 1988.
- [20] J. R. Howell, R. Siegel, and M. P. Mengüç, *Thermal radiation heat transfer*. CRC Press, 2010.
- [21] M. Vollmer and K.-P. Möllmann, *Infrared thermal imaging: fundamentals, research and applications*. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- [22] P. B. Coates, "Multi-Wavelength Pyrometry," *Metrologia*, vol. 17, no. 3, pp. 103–109, Jul. 1981.
- [23] L. Ibos, M. Marchetti, A. Boudenne, S. Datcu, Y. Candau, and J. Livet, "Infrared emissivity measurement device: principle and applications," *Meas. Sci. Technol.*, vol. 17, no. 11, pp. 2950–2956, Nov. 2006.
- [24] K. Yu, H. Zhang, Y. Liu, and Y. Liu, "Study of normal spectral emissivity of copper during thermal oxidation at different temperatures and heating times," *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 129, pp. 1066–1074, Feb. 2019.
- [25] L. González-Fernández, L. del Campo, R. B. Pérez-Sáez, and M. J. Tello, "Normal spectral emittance of Inconel 718 aeronautical alloy coated with yttria stabilized zirconia films," *J. Alloys Compd.*, vol. 513, pp. 101–106, Feb. 2012.
- [26] A. Synnefa *et al.*, "Interlaboratory comparison of cool roofing material measurement methods," in *34th AIVC Conf., Athens, Greece, 2013*.
- [27] V. Le Louet *et al.*, "Directional spectral reflectivity measurements of a carbon fibre reinforced composite up to 450 °C," *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 112, pp. 882–890, 2017.
- [28] H. Karbasian and A. E. Tekkaya, "A review on hot stamping," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 210, no. 15, pp. 2103–2118, Nov. 2010.
- [29] E. Billur, "Hot formed steels," *Automot. Steels*, pp. 387–411, Jan. 2017.
- [30] T. Altan and G. Ngaile, *Cold and Hot Forging Fundamentals and applications*. 2005.
- [31] Y. Ohwada, "Evaluation of the Integrated Emissivity of a Black Body," *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 23, no. Part 2, No. 3, pp. L167–L168, Mar. 1984.
- [32] M. F. Modest, *Radiative heat transfer*. Elsevier Science, 2013.
- [33] F. E. Nicodemus, "Directional Reflectance and Emissivity of an Opaque Surface," *Appl. Opt.*, vol. 4, no. 7, p. 767, Jul. 1965.
- [34] M. Honner and P. Honnerová, "Survey of emissivity measurement by radiometric methods," *Appl. Opt.*, vol. 54, no. 4, p. 669, Feb. 2015.
- [35] D. G. Goebel, "Generalized Integrating-Sphere Theory," *Appl. Opt.*, vol. 6, no. 1, p. 125, Jan.

1967.

- [36] H. Wakabayashi and T. Makino, "A new spectrophotometer system for measuring thermal radiation phenomena in a 0.30-11 μm wavelength region," *Meas. Sci. Technol.*, vol. 12, pp. 2113–2120, 2001.
- [37] T. Makino and H. Wakabayashi, "A New Spectrophotometer System for Measuring Hemispherical Reflectance and Normal Emittance of Real Surfaces Simultaneously," *Int. J. Thermophys.*, vol. 31, no. 11–12, pp. 2283–2294, Dec. 2010.
- [38] J. Hameury, B. Hay, and J. R. Filtz, "Measurement of Infrared Spectral Directional Hemispherical Reflectance and Emissivity at BNM-LNE," *Int. J. Thermophys.*, vol. 26, no. 6, pp. 1973–1983, Nov. 2005.
- [39] Rémi Gilblas, "Mesure de champs de températures vraies par thermo-réfléctométrie proche infrarouge," Thèse de doctorat en Systèmes Embarqués, INSA Toulouse, 2012.
- [40] R. Gilblas, T. Sentenac, D. Hernandez, and Y. Le Maout, "Thermoreflectometry: a new system to determine the true temperature fields on surface with unknown emissivities," in *SPIE Defense, Security, and Sensing*, 2011, p. 801305.
- [41] B. T. Barnes, W. E. Forsythe, and E. Q. Adams, "The Total Emissivity of Various Materials at 100–500°C," *J. Opt. Soc. Am.*, vol. 37, no. 10, p. 804, Oct. 1947.
- [42] M. Rink, V. Kromchenko, S. Mekhontsev, and L. M. Hanssen, "Near Infrared Indirect Emissivity Measurements and System Employing a Vacuum Goniometer | NIST." 25-Jun-2004.
- [43] T. J. Warren, N. E. Bowles, K. Donaldson Hanna, and I. R. Thomas, "The Oxford space environment goniometer: A new experimental setup for making directional emissivity measurements under a simulated space environment," *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 88, no. 12, p. 124502, Dec. 2017.
- [44] R. N. Rogers and E. D. Morris, "Determination of Emissivities with a Differential Scanning Calorimeter.," *Anal. Chem.*, vol. 38, no. 3, pp. 410–412, Mar. 1966.
- [45] S. Sasaki, H. Masuda, M. Higano, and N. Hishinuma, "Simultaneous measurements of specific heat and total hemispherical emissivity of chromel and alumel by a transient calorimetric technique," *Int. J. Thermophys.*, vol. 15, no. 3, pp. 547–565, May 1994.
- [46] H. Fukuyama, H. Kobatake, K. Takahashi, I. Minato, T. Tsukada, and S. Awaji, "Development of modulated laser calorimetry using a solid platinum sphere as a reference," *Meas. Sci. Technol.*, vol. 18, no. 7, pp. 2059–2066, Jul. 2007.
- [47] S. Sawai, A. Uematsu, K. Morimoto, and K. Hisano, "Thermal Radiation Calorimeter for Measuring the Specific Heat Capacity of Liquid Samples," *Int. J. Thermophys.*, vol. 23, no. 6, pp. 1617–1629, Nov. 2002.
- [48] N. Tao, X. L. Li, and J. G. Sun, "Simultaneous measurement of thermal conductivity and heat capacity by flash thermal imaging methods," *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 88, no. 6, Jun. 2017.
- [49] R. . Honig, "Vapor Pressure Data for the More Common Elements," *RCA Rev.*, vol. 18, pp. 195–204, 1957.
- [50] S. Clausen, A. Morgenstjerne, and O. Rathmann, "Measurement of surface temperature and emissivity by a multitemperature method for Fourier-transform infrared spectrometers,"

- Appl. Opt.*, vol. 35, no. 28, p. 5683, Oct. 1996.
- [51] R. M. Sova, M. J. Linevsky, M. E. Thomas, and F. F. Mark, "High-temperature infrared properties of sapphire, ALON, fused silica, yttria, and spinel," *Infrared Phys. Technol.*, vol. 39, no. 4, pp. 251–261, Jun. 1998.
- [52] L. del Campo, R. B. Pérez-Sáez, X. Esquisabel, I. Fernández, and M. J. Tello, "New experimental device for infrared spectral directional emissivity measurements in a controlled environment," *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 77, no. 11, p. 113111, Nov. 2006.
- [53] B. Hay *et al.*, "New Facilities for the Measurements of High-Temperature Thermophysical Properties at LNE," *Int. J. Thermophys.*, vol. 35, no. 9–10, pp. 1712–1724, Oct. 2014.
- [54] D. Demange, M. Bejet, and B. Dufour, "New Methods for Measuring the Thermal Emissivity of Semi-transparent and Opaque Materials," in *Proceedings of the 2006 International Conference on Quantitative InfraRed Thermography*, 2006.
- [55] J. Ishii and A. Ono, "Uncertainty estimation for emissivity measurements near room temperature with a Fourier transform spectrometer," *Meas. Sci. Technol.*, vol. 12, no. 12, pp. 2103–2112, Dec. 2001.
- [56] J. Hameury, "Determination of uncertainties for emissivity measurements in the temperature range 200 - 800 °C," *High Temp. Press.*, vol. 30, no. 2, pp. 223–228, 1998.
- [57] A. Pantinakis and N. Kortsalioudakis, "A simple high-sensitivity radiometer in the infrared for measurements of the directional total emissivity of opaque materials at near-ambient temperatures," *Int. J. Thermophys.*, vol. 22, pp. 1843–1854, 2001.
- [58] V. Dozhdikov and V.- Petrov, "New automated apparatus for the measurement of spectral emissivity of nonconducting materials by high-speed spectrometer," *High Temp. - High Press.*, vol. 27–28, no. 4, pp. 403–410, 1995.
- [59] D. Hernandez, J. L. Sans, A. Netchaieff, P. Ridoux, and V. Le Sant, "Experimental validation of a pyroreflectometric method to determine the true temperature on opaque surface without hampering reflections," *Measurement*, vol. 42, no. 6, pp. 836–843, Jul. 2009.
- [60] M. Rydzek, T. Stark, M. Arduini-Schuster, and J. Manara, "Newly designed apparatus for measuring the angular dependent surface emittance in a wide wavelength range and at elevated temperatures up to 1400°C," in *Journal of Physics: Conference Series*, 2012, vol. 395, no. 1.
- [61] P. Honnerová, J. Martan, M. Kučera, M. Honner, and J. Hameury, "New experimental device for high-temperature normal spectral emissivity measurements of coatings," *Meas. Sci. Technol.*, vol. 25, no. 9, p. 095501, Sep. 2014.
- [62] F. Zhang, K. Yu, K. Zhang, Y. Liu, K. Xu, and Y. Liu, "An emissivity measurement apparatus for near infrared spectrum," *Infrared Phys. Technol.*, vol. 73, pp. 275–280, 2015.
- [63] D. De Sousa Meneses, P. Melin, L. del Campo, L. Cosson, and P. Echegut, "Apparatus for measuring the emittance of materials from far infrared to visible wavelengths in extreme conditions of temperature," *Infrared Phys. Technol.*, vol. 69, pp. 96–101, Mar. 2015.
- [64] M. Balat-Pichelin, J. F. Robert, and J. L. Sans, "Emissivity measurements on carbon-carbon composites at high temperature under high vacuum," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 253, no. 2, pp. 778–783, Nov. 2006.

- [65] M. Balat-Pichelin and A. Bousquet, "Total hemispherical emissivity of sintered SiC up to 1850 K in high vacuum and in air at different pressures," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 38, no. 10, pp. 3447–3456, Aug. 2018.
- [66] A. Seiffter, K. Boboridis, and A. W. Obst, "Emissivity Measurements on Metallic Surfaces with Various Degrees of Roughness: A Comparison of Laser Polarimetry and Integrating Sphere Reflectometry," *Int. J. Thermophys.*, vol. 25, no. 2, pp. 547–560, Mar. 2004.
- [67] G. Pottlacher, K. Boboridis, C. Cagran, T. Hüpf, A. Seiffter, and B. Wilthan, "Normal Spectral Emissivity Near 680 nm at Melting and in the Liquid Phase for 18 Metallic Elements," *AIP Conf. Proc.*, vol. 2, no. 1552, pp. 704–709, 2013.
- [68] G. Greene, C. Finfrock, and T. Irvine, "Total hemispherical emissivity of oxidized Inconel 718 in the temperature range 300–1000°C," *Exp. Therm. Fluid Sci.*, vol. 22, no. 3–4, pp. 145–153, Sep. 2000.
- [69] S. Moghaddam, J. Lawler, J. Currano, and J. Kim, "Novel Method for Measurement of Total Hemispherical Emissivity," *J. Thermophys. Heat Transf.*, vol. 21, no. 1, pp. 128–133, Jan. 2007.
- [70] T. Fu and P. Tan, "Transient Calorimetric Measurement Method for Total Hemispherical Emissivity," *J. Heat Transfer*, vol. 134, no. 11, p. 111601, Nov. 2012.
- [71] C. K. N. Patel, "Continuous-Wave Laser Action on Vibrational-Rotational Transitions of CO₂," *Phys. Rev.*, vol. 136, no. 5A, pp. A1187–A1193, Nov. 1964.
- [72] Emile KAGAMBAGE, "Etude et conception d'un banc de mesures d'émissivités infrarouge," Rapport de stage, Ecole des Mines d'Albi, 2007.
- [73] V. Pozzobon, S. Salvador, J. J. Béziau, M. El-Hafi, Y. Le Maout, and G. Flamant, "Radiative pyrolysis of wet wood under intermediate heat flux: Experiments and modelling," *Fuel Process. Technol.*, vol. 128, pp. 319–330, 2014.
- [74] P. E. Evans and G. Wildsmith, "Carbon arc image furnace: Design, construction and evaluation," *Br. J. Appl. Phys.*, vol. 13, no. 2, pp. 68–74, Feb. 1962.
- [75] L. N. Rozanov and M. H. Hablanian, *Vacuum technique*. Taylor & Francis, 2002.
- [76] USHIO, "GL JCV Halogen E11." [Online]. Available: <https://www.ushio.com/files/catalog/jcv.pdf>. [Accessed: 30-Jun-2019].
- [77] B. Cosson, F. Schmidt, Y. Le Maout, and M. Bordival, "Infrared heating stage simulation of semi-transparent media (PET) using ray tracing method," *Int. J. Mater. Form.*, vol. 4, no. 1, pp. 1–10, Mar. 2011.
- [78] M. N. Özişik, *Heat transfer : a basic approach*. McGraw-Hill, 1985.
- [79] W. H. (William H. McAdams and National Research Council (U.S.). Committee on Heat Transmission., *Heat transmission*. R.E. Krieger Pub. Co, 1985.
- [80] H. Gökçe, D. Ağaoğulları, M. L. Öveçoğlu, İ. Duman, and T. Boyraz, "Characterization of microstructural and thermal properties of steatite/cordierite ceramics prepared by using natural raw materials," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 31, no. 14, pp. 2741–2747, Nov. 2011.
- [81] M. Hänchen, S. Brückner, and A. Steinfeld, "High-temperature thermal storage using a packed bed of rocks – Heat transfer analysis and experimental validation," *Appl. Therm. Eng.*, vol. 31, no. 10, pp. 1798–1806, Jul. 2011.

- [82] E. D. PALIK, "Introductory Remarks," in *Handbook of Optical Constants of Solids*, Elsevier, 1985, pp. 3–9.
- [83] H. Akima and Hiroshi, "A New Method of Interpolation and Smooth Curve Fitting Based on Local Procedures," *J. ACM*, vol. 17, no. 4, pp. 589–602, Oct. 1970.
- [84] Y. S. (Yeram S. Touloukian, *Thermophysical properties of matter; [the TPRC data series; a comprehensive compilation of data*. Purdue University. Thermophysical Properties Research Center., 1970.
- [85] H. Watanabe, J. Ishii, H. Wakabayashi, T. Kumano, and L. Hanssen, "Spectral Emissivity Measurements," in *Experimental Methods in the Physical Sciences*, vol. 46, 2014, pp. 333–366.
- [86] E. M. (Evgeniĭ M. Savitskiĭ, *Physical metallurgy of platinum metals*. Mir Publishers, 1978.
- [87] R. Castrejón-García, J. R. Castrejón-Pita, and A. A. Castrejón-Pita, "Design, development, and evaluation of a simple blackbody radiative source," *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 81, no. 5, p. 055106, May 2010.
- [88] F. E. Nicodemus, "Emissivity of Isothermal Spherical Cavity with Gray Lambertian Walls," *Appl. Opt.*, vol. 7, no. 7, p. 1359, Jul. 1968.
- [89] P. Saunders and B. P. Saunders, "Optimising Blackbody Cavity Shape for Spatially Uniform Integrated Emissivity," *Int. J. Thermophys.*, vol. 38.
- [90] A. Reiser and L. Schächter, "Geometric effects on blackbody radiation," *Phys. Rev. A*, vol. 87, no. 3, p. 033801, Mar. 2013.
- [91] C. K. Ho, A. R. Mahoney, A. Ambrosini, M. Bencomo, A. Hall, and T. N. Lambert, "Characterization of Pyromark 2500 Paint for High-Temperature Solar Receivers," *J. Sol. Energy Eng.*, vol. 136, no. 1, p. 014502, Jul. 2013.
- [92] J. Coventry and P. Burge, "Optical properties of Pyromark 2500 coatings of variable thicknesses on a range of materials for concentrating solar thermal applications," in *AIP Conference Proceedings*, 2017, vol. 1850, no. 1, p. 030012.
- [93] A. Gouffé, A. nationale de la recherche technique, C. Roy-Pochon, P. de la Roussière, and S. française des thermiciens, *Formules et données numériques sur la transmission de la chaleur: Transmission de la chaleur par rayonnement. Cahier 1*, no. vol.~1. Eyrolles, 1968.
- [94] P. R. Griffiths and J. A. De Haseth, *Fourier transform infrared spectrometry*. Wiley-Interscience, 2007.
- [95] TCSA, "Traité de thermométrie par thermocouple et résistance," 2012.
- [96] JCGM/WG1, "Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure," BIPM, 2008.
- [97] S. Deemyad and I. F. Silvera, "Temperature dependence of the emissivity of platinum in the IR," *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 79, no. 8, p. 086105, Aug. 2008.
- [98] J. R. Howell and M. P. Mengüç, "Radiative transfer configuration factor catalog: A listing of relations for common geometries," *J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transf.*, vol. 112, no. 5, pp. 910–912, Mar. 2011.
- [99] R. A. Klein, *SFPE handbook of fire protection engineering (1995)*, vol. 29, no. 1. 1997.

- [100] H. E. Bennett and J. O. Porteus, "Relation Between Surface Roughness and Specular Reflectance at Normal Incidence," *J. Opt. Soc. Am.*, vol. 51, no. 2, p. 123, Feb. 1961.
- [101] B. J. Jody and S. C. Saxena, "Radiative heat transfer from metal wires: hemispherical total emittance of platinum," *J. Phys. E.*, vol. 9, no. 5, pp. 359–362, May 1976.
- [102] W. Sabuga and R. Todtenhaupt, "Effect of roughness on the emissivity of the precious metals silver, gold, palladium, platinum, rhodium, and iridium," *High Temp. Press.*, vol. 33, no. 3, pp. 261–269, 2001.
- [103]; R E Rolling and A. I. Funai, "INVESTIGATION OF THE EFFECT OF SURFACE CONDITIONS "ON THE RADIANT PROPERTIES OF METALS Part II, Measurements on Roughened Platintm and Oxidized Stainless Steel," 1967.
- [104] P. R. C. Goard, "Application of hemispherical surface pyrometers to the measurement of the emissivity of platinum (a low-emissivity material)," *J. Sci. Instrum.*, vol. 43, no. 4, pp. 256–258, Apr. 1966.
- [105] C. Davisson and J. R. Weeks, "The Relation between the Total Thermal Emissive Power of a Metal and its Electrical Resistivity," *J. Opt. Soc. Am.*, vol. 8, no. 5, p. 581, May 1924.
- [106] G. Lütjering and J. C. Williams, *Titanium*. Berlin, Heidelberg.
- [107] F. Gao, M. Li, and P. Ding, "Relationship Between Diameter of Tensile Specimen and Grain Size for TA6V Castings," in *High Performance Structural Materials*, Singapore: Springer Singapore, 2018, pp. 549–555.
- [108] A. Colin, C. Desrayaud, M. Mineur, and F. Montheillet, "A Physically Based Flow Rule for the Simulation of Ti-6Al-4V Forging in the α - β Range," *Mater. Sci. Forum*, vol. 539–543, pp. 3661–3666, Mar. 2007.
- [109] B. Chartrel, "Analyse et optimisation des procédés de formage de pièces en alliage de Titane," Mines ParisTech, 2016.
- [110] D. Mauduit, M. Le Fournier, K. Grondin, T. Pottier, and Y. Le-Maoult, "Industrial applications of the superplastic forming by using Infra-Red heater," *Procedia Eng.*, vol. 207, pp. 1898–1903, Jan. 2017.
- [111] Y. Robert, "Simulation numérique du soudage du TA6V par laser YAG impulsif : caractérisation expérimentale et modélisation des aspects thermomécaniques associés à ce procédé," Mines ParisTech, 2007.
- [112] M. Harzallah, "Caractérisation in-situ et modélisation des mécanismes et couplages thermomécaniques en usinage : application à l'alliage de titane Ti-6Al-4V," Ecole nationale des Mines d'Albi-Carmaux, 2018.
- [113] S. Kumar, T. S. N. Sankara Narayanan, S. Ganesh Sundara Raman, and S. K. Seshadri, "Thermal oxidation of Ti6Al4V alloy: Microstructural and electrochemical characterization," *Mater. Chem. Phys.*, vol. 119, no. 1–2, pp. 337–346, Jan. 2010.
- [114] A. Biswas and J. Dutta Majumdar, "Surface characterization and mechanical property evaluation of thermally oxidized Ti-6Al-4V," *Mater. Charact.*, vol. 60, no. 6, pp. 513–518, Jun. 2009.
- [115] H. Guleryuz and H. Cimenoglu, "Surface modification of a Ti-6Al-4V alloy by thermal

- oxidation," *Surf. Coatings Technol.*, 2005.
- [116] S. Frangini, A. Mignone, and F. de Riccardis, "Various aspects of the air oxidation behaviour of a Ti6Al4V alloy at temperatures in the range 600-700 °C," *J. Mater. Sci.*, vol. 29, no. 3, pp. 714–720, Jan. 1994.
- [117] E. Dong, W. Yu, and Q. Cai, "Alpha-case kinetics and high temperature plasticity of Ti-6Al-4V alloy oxidized in different phase regions," *Procedia Eng.*, vol. 207, pp. 2149–2154, Jan. 2017.
- [118] B. Sefer, "Oxidation and Alpha-Case Phenomena in Titanium Alloys used in Aerospace Industry: Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo and Ti-6Al-4V," Luleå University of Technology, 2014.
- [119] H. L. Du, P. K. Datta, D. B. Lewis, and J. S. Burnell-Gray, "Air oxidation behaviour of Ti6Al4V alloy between 650 and 850°," *Corros. Sci.*, 1994.
- [120] B. A. Shur and V. E. Peletskii, "The Effect of Alloying Additions on the Emissivity of Titanium in the Neighborhood of Polymorphous Transformation," *High Temp.*, vol. 42, no. 3, pp. 414–420, May 2004.
- [121] L. González-Fernández, E. Risueño, R. B. Pérez-Sáez, and M. J. Tello, "Infrared normal spectral emissivity of Ti-6Al-4V alloy in the 500–1150 K temperature range," *J. Alloys Compd.*, vol. 541, pp. 144–149, Nov. 2012.
- [122] L. Li, K. Yu, K. Zhang, and Y. Liu, "Study of Ti-6Al-4V alloy spectral emissivity characteristics during thermal oxidation process," *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 101, pp. 699–706, Oct. 2016.
- [123] W. Zhu, D. Shi, Z. Zhu, and J. Sun, "Effect of the surface oxidization and nitridation on the normal spectral emissivity of titanium alloys Ti-6Al-4V at 800–1100 K at a wavelength of 1.5 μm ," *Infrared Phys. Technol.*, vol. 76, pp. 200–205, May 2016.
- [124] A. S. Pagan, B. Massuti-Ballester, G. Herdrich, and A. S. Pagan, "Total and Spectral Emissivities of Demising Aerospace Materials Development of the miniaturized Pulsed Plasma Thruster PETRUS View project Characterisation of Demisable Materials View project Total and Spectral Emissivities of Demising Aerospace Materials," 2016.
- [125] H. T. Betz, "WADC TR 56-222 (Pt. II)," 1957.
- [126] S. Sklarew and A. S. Rabensteine, "EMITTANCE STUDIES OF VARIOUS HIGH TEMPERATURE MATERIALS AND COATINGS," 1963.
- [127] B. Massuti-Ballester, A. S. Pagan, and G. Herdrich, "Determination of Total and Spectral Emissivity of Space-Relevant Materials," *Proc. 8th Eur. Symp. Aerothermodyn. Sp. Veh.*, no. 1, 2015.
- [128] M. Schüßler, M. Auweter-Kurtz, G. Herdrich, and S. Lein, "Surface characterization of metallic and ceramic TPS-materials for reusable space vehicles," *Acta Astronaut.*, vol. 65, no. 5–6, pp. 676–686, Sep. 2009.
- [129] L. Barka, "Etude de la survivabilité des débris spatiaux en phase de rentrée atmosphérique (oxydation et émissivité)."
- [130] Y. Touloukian, *Thermophysical properties of high temperature solid materials*. New York: Macmillan, 1967.
- [131] H. L'Estoile and L. Rosenthal, "AGARD-211," Paris, 1958.

- [132] J. Brasel and P. Gorsuch, "Emittance Studies of Ti-6Al-4V Alloy," in *Proc. 7th Symp. of Thermophysical Properties*, 1977, p. 567.
- [133] A. S. Khanna, *Introduction to high temperature oxidation and corrosion*. ASM International, 2002.
- [134] E. Dong, W. Yu, • Qingwu Cai, L. Cheng, and J. Shi, "High-Temperature Oxidation Kinetics and Behavior of Ti-6Al-4V Alloy," *Oxid. Met.*, vol. 88.
- [135] O. Rozenbaum, D. D. S. Meneses, Y. Auger, S. Chermanne, and P. Echegut, "A spectroscopic method to measure the spectral emissivity of semi-transparent materials up to high temperature," *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 70, no. 10, pp. 4020–4025, Oct. 1999.
- [136] H. L. Eiselstein and D. J. Tillack, "THE INVENTION AND DEFINITION OF ALLOY 625."
- [137] L. E. Shoemaker, "ALLOYS 625 AND 725: TRENDS IN PROPERTIES AND APPLICATIONS."
- [138] L. Kumar, R. Venkataramani, M. Sundararaman, P. Mukhopadhyay, and S. P. Garg, "Studies on the Oxidation Behavior of Inconel 625 Between 873 and 1523 K," 1996.
- [139] Compton and E. C., "Evaluation of a standard test method for total hemispherical emittance of surfaces from 293K to 1673K," Jan. 1986.
- [140] P. Kieruj, D. Przystacki, and T. Chwalczuk, "Archives of Mechanical Technology and Materials Determination of emissivity coefficient of heat-resistant super alloys and cemented carbide," *Arch. Mech. Tech. Mater*, vol. 36, pp. 30–34, 2016.
- [141] B. P. Keller, S. E. Nelson, K. L. Walton, T. K. Ghosh, R. V. Tompson, and S. K. Loyalka, "Total hemispherical emissivity of Inconel 718," *Nucl. Eng. Des.*, vol. 287, 2015.
- [142] L. del Campo *et al.*, "Emissivity measurements on aeronautical alloys," *J. Alloys Compd.*, vol. 489, no. 2, pp. 482–487, Jan. 2010.
- [143] M. F. Al-Kuhaili and S. M. A. Durrani, "Optical properties of chromium oxide thin films deposited by electron-beam evaporation," *Opt. Mater. (Amst.)*, vol. 29, no. 6, pp. 709–713, 2007.
- [144] M. M. Yovanovich, "Four decades of research on thermal contact, gap, and joint resistance in microelectronics," *IEEE Trans. Components Packag. Technol.*, vol. 28, no. 2, pp. 182–206, 2005.
- [145] M. E. Barzelay, K. N. Tong, and G. Hollo, "CASE FILE COPY NATIONAL ADVISORY COMMITTEE FOR AERONAUTICS THERMAL CONDUCTANCE OF CONTACTS IN AIRCRAFT JOINTS," Washington, 1954.
- [146] C. V. Madhusudana, *Thermal contact conductance*, no. February. New York, NY: Springer-Verlag, 1996.
- [147] R. Dean, "Thermal contact conductance between UO₂ and Zircaloy -2," Pittsburgh, 1962.
- [148] J. CASSIDY and H. MARK, "Thermal contact resistance measurements at ambient pressures of one atmosphere to 3 x 10 super minus super 12 mm Hg and comparison with theoretical predictions," 1969.
- [149] L. S. Fletcher, "A Review of Thermal Enhancement Techniques for Electronic Systems," *IEEE Trans. Components, Hybrids, Manuf. Technol.*, vol. 13, no. 4, pp. 1012–1021, 1990.

- [150] S. Song, K. P. Moran, R. Augi, and S. Lee, "Experimental study and modeling of thermal contact resistance across bolted joints," *J. Thermophys. Heat Transf.*, vol. 8, no. 1, pp. 159–163, 1994.
- [151] Y. S. Muzychka, M. R. Sridhar, M. M. Yovanovich, and V. W. Antonetti, "Thermal spreading resistance in multilayered contacts: Applications in thermal contact resistance," *J. Thermophys. heat Transf.*, vol. 13, no. 4, pp. 489–494, 1999.
- [152] B. Abdul Hay, B. Bourouga, and C. Dessain, "Thermal contact resistance estimation at the blank/tool interface: Experimental approach to simulate the blank cooling during the hot stamping process," *International Journal of Material Forming*, vol. 3, no. 3, pp. 147–163, 2010.
- [153] A. Blaise, B. Bourouga, B. Abdulhay, and C. Dessain, "Thermal contact resistance estimation and metallurgical transformation identification during the hot stamping," *Appl. Therm. Eng.*, vol. 61, no. 2, pp. 141–148, 2013.
- [154] K. Kadoya, N. Matsunaga, and A. Nagashima, "Viscosity and Thermal Conductivity of Dry Air in the Gaseous Phase," *J. Phys. Chem. Ref. Data*, vol. 14, no. 4, pp. 947–970, Oct. 1985.
- [155] B. B. Mikić, "Thermal contact conductance; theoretical considerations," *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 17, no. 2, pp. 205–214, Feb. 1974.
- [156] A. R. Mitchell and R. P. Pearce, "Explicit Difference Methods for Solving the Cylindrical Heat Conduction Equation," *Math. Comput.*, vol. 17, no. 84, p. 426, Oct. 1963.
- [157] G. SCHNEIDER, "Thermal constriction resistance due to arbitrary contacts on a half-space Numerical solution of the Dirichlet problem," 1978.
- [158] M. G. G. Cooper, B. B. B. Mikic, and M. M. M. Yovanovich, "Thermal contact conductance," *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 12, no. 3, pp. 279–300, Mar. 1969.
- [159] Z. Zhao, H.-M. Huang, Q. Wang, and S. Ji, "Effects of pressure and temperature on thermal contact resistance between different materials," *Therm. Sci.*, vol. 19, no. 4, pp. 1369–1372, 2015.
- [160] Q. Tang, J. He, and W. Zhang, "Influencing factors of thermal contact conductance between TC4/30CrMnSi interfaces," *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 86, pp. 694–698, Jul. 2015.
- [161] V. Nalewajk, Y. Chastel, and J. P. Nauzin, "Importance of temperature control in warm deep drawing of - Technische Informationsbibliothek (TIB)," *GRIPS' Sparkling World of Steel: Vol. 1, Proceedings, STEEL-GRIPS 2 (2004) Suppl. Metal Forming*. [Online]. Available: <https://www.tib.eu/en/search/id/tema%3ATEMA20050604838/Importance-of-temperature-control-in-warm-deep/>. [Accessed: 02-Dec-2019].
- [162] M. Bahrami, J. R. Culham, M. M. Yananovich, and G. E. Schneider, "Review of Thermal Joint Resistance Models for Nonconforming Rough Surfaces," *Appl. Mech. Rev.*, vol. 59, no. 1, pp. 1–12, Jan. 2006.
- [163] P. Zhang, T. Cui, and Q. Li, "Effect of surface roughness on thermal contact resistance of aluminium alloy," *Appl. Therm. Eng.*, vol. 121, pp. 992–998, 2017.
- [164] R. Dou, T. Ge, X. Liu, and Z. Wen, "Effects of contact pressure, interface temperature, and surface roughness on thermal contact conductance between stainless steel surfaces under atmosphere condition," *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 94, pp. 156–163, Mar. 2016.
- [165] F. YIP, "The effect of oxide films on thermal contact resistance," in *Thermophysics and Heat*

Transfer Conference, 1974.

- [166] Y. Xian, P. Zhang, S. Zhai, P. Yang, and Z. Zheng, "Re-estimation of thermal contact resistance considering near-field thermal radiation effect," *Appl. Therm. Eng.*, vol. 157, p. 113601, Jul. 2019.
- [167] S. Kuthati and A. Pattamatta, "Thermal Conductivity and Thermal Interface Resistance Measurements of Thin Films using 3 ω Method," *Int. J. Micro-Nano Scale Transp.*, vol. 4, no. 3–4, pp. 85–106, Sep. 2013.
- [168] E. E. Marotta, L. S. Fletcher, and T. A. Dietz, "Thermal contact resistance modeling of non-flat, roughened surfaces with non-metallic coatings," *J. Heat Transfer*, vol. 123, no. 1, pp. 11–23, Feb. 2001.
- [169] A. Lahmar, T. P. Nguyen, D. Sakami, S. Orain, Y. Scudeller, and F. Danes, "Experimental investigation on the thermal contact resistance between gold coating and ceramic substrates," *Thin Solid Films*, vol. 389, no. 1–2, pp. 167–172, Jun. 2001.
- [170] Y. Xian, P. Zhang, S. Zhai, P. Yuan, and D. Yang, "Experimental characterization methods for thermal contact resistance: A review," *Appl. Therm. Eng.*, vol. 130, pp. 1530–1548, Feb. 2018.
- [171] J. V. Beck, "Nonlinear estimation applied to the nonlinear inverse heat conduction problem," *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 13, no. 4, pp. 703–716, 1970.
- [172] P. Larkin, *Infrared and Raman Spectroscopy; Principles and Spectral Interpretation*. Elsevier Inc., 2011.
- [173] P. Yuan, C. Li, S. Xu, J. Liu, and X. Wang, "Interfacial thermal conductance between few to tens of layered-MoS₂ and c-Si: Effect of MoS₂ thickness," *Acta Mater.*, vol. 122, pp. 152–165, Jan. 2017.
- [174] J. Liu, H. Wang, W. Ma, X. Zhang, and Y. Song, "Simultaneous measurement of thermal conductivity and thermal contact resistance of individual carbon fibers using Raman spectroscopy," *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 84, no. 4, Apr. 2013.
- [175] C. Yu *et al.*, "Thermal contact resistance and thermal conductivity of a carbon nanofiber," *J. Heat Transfer*, vol. 128, no. 3, pp. 234–239, Mar. 2006.
- [176] J. Yang *et al.*, "Measurement of the Intrinsic Thermal Conductivity of a Multiwalled Carbon Nanotube and Its Contact Thermal Resistance with the Substrate," *Small*, vol. 7, no. 16, pp. 2334–2340, Aug. 2011.
- [177] P. Kim, L. Shi, A. Majumdar, and P. L. McEuen, "Thermal transport measurements of individual multiwalled nanotubes," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 87, no. 21, pp. 215502-1-215502-4, Nov. 2001.
- [178] J. Hirotani, T. Ikuta, T. Nishiyama, and K. Takahashi, "Thermal boundary resistance between the end of an individual carbon nanotube and a Au surface," *Nanotechnology*, vol. 22, no. 31, Aug. 2011.
- [179] M. Asif and A. Tariq, "Correlations of Thermal Contact Conductance for Nominally Flat Metallic Contact in Vacuum," *Exp. Heat Transf.*, vol. 29, no. 4, 2016.
- [180] P. Zhang, Y. M. Xuan, and Q. Li, "A high-precision instrumentation of measuring thermal contact resistance using reversible heat flux," *Exp. Therm. Fluid Sci.*, vol. 54, pp. 204–211, Apr. 2014.

- [181] S. Woodland, A. D. Crocombe, J. W. Chew, and S. J. Mills, "A New Method for Measuring Thermal Contact Conductance—Experimental Technique and Results," *J. Eng. Gas Turbines Power*, vol. 133, no. 7, Mar. 2011.
- [182] B. Sponagle and D. Groulx, "Measurement of thermal interface conductance at variable clamping pressures using a steady state method," *Appl. Therm. Eng.*, vol. 96, pp. 671–681, Mar. 2016.
- [183] G. Kaza, "Contribution à l'étude de la résistance thermique de contact et à sa modélisation à travers l'écrasement de l'interface tôle/outil dans la mise en forme à chaud de tôles d'acier," Institut Clément Ader, 2010.
- [184] D. Liu, Y. Luo, and X. Shang, "Experimental investigation of high temperature thermal contact resistance between high thermal conductivity C/C material and Inconel 600," *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 80, pp. 407–410, Jan. 2015.
- [185] C. Fieberg and R. Kneer, "Determination of thermal contact resistance from transient temperature measurements," *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 51, no. 5–6, pp. 1017–1023, Mar. 2008.
- [186] E. M. Burghold, Y. Frekers, and R. Kneer, "Transient contact heat transfer measurements based on high-speed IR-thermography," *Int. J. Therm. Sci.*, vol. 115, 2017.
- [187] M. R. Hestenes and E. Stiefel, "Methods of conjugate gradients for solving linear systems," *J. Res. Natl. Bur. Stand. (1934)*, vol. 49, no. 6, p. 409, Dec. 1952.
- [188] H. W. Deem and W. D. Wood, "Flash thermal-diffusivity measurements using a laser," *Review of Scientific Instruments*, vol. 33, no. 10, pp. 1107–1109, 1962.
- [189] B. Rémy, D. Maillet, and S. André, "Laser-flash diffusivity measurement of diamond films," *Int. J. Thermophys.*, vol. 19, no. 3 SPEC.ISS., pp. 951–959, May 1998.
- [190] N. D. Milošević, "Determination of Transient Thermal Interface Resistance Between Two Bonded Metal Bodies using the Laser-Flash Method," *Int. J. Thermophys.*, vol. 29, no. 6, pp. 2072–2087, Dec. 2008.
- [191] J. Chen, W. Zhang, Z. Feng, and W. Cai, "Determination of thermal contact conductance between thin metal sheets of battery tabs," *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 69, pp. 473–480, 2014.
- [192] V. Khuu, M. Osterman, A. Bar-Cohen, and M. Pecht, "Considerations in the use of the laser flash method for thermal measurements of thermal interface materials," *IEEE Trans. Components, Packag. Manuf. Technol.*, vol. 1, no. 7, pp. 1015–1028, 2011.
- [193] J. M. P. Martins, D. M. Neto, J. L. Alves, M. C. Oliveira, and L. F. Menezes, "Numerical modeling of the thermal contact in metal forming processes," *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 87, no. 5–8, pp. 1797–1811, Nov. 2016.
- [194] A. C. Tam, "Applications of photoacoustic sensing techniques," *Rev. Mod. Phys.*, vol. 58, no. 2, pp. 381–431, 1986.
- [195] X. Wang, B. A. Cola, T. L. Bougher, S. L. Hodson, T. S. Fisher, and X. Xu, "PHOTOACOUSTIC TECHNIQUE FOR THERMAL CONDUCTIVITY AND THERMAL INTERFACE MEASUREMENTS," *Annu. Rev. Heat Transf.*, vol. 16, no. 1, pp. 135–157, May 2013.

- [196] D. G. Cahill, "Thermal conductivity measurement from 30 to 750 K: The 3ω method," *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 61, no. 2, pp. 802–808, 1990.
- [197] A. Tariq and M. Asif, "Experimental investigation of thermal contact conductance for nominally flat metallic contact," *Heat Mass Transf. und Stoffuebertragung*, vol. 52, no. 2, pp. 291–307, Feb. 2016.
- [198] S. Kumar and A. Tariq, "Effects of contact-nature on transient thermal contact conductance," *Int. J. Therm. Sci.*, vol. 137, pp. 299–312, Mar. 2019.
- [199] R. D. Cook, D. S. Malkus, and R. J. Witt, *Concepts and applications of finite element analysis*. Wiley, 2001.
- [200] V. Shankar, K. Bhanu Sankara Rao, and S. L. Mannan, "Microstructure and mechanical properties of Inconel 625 superalloy," *J. Nucl. Mater.*, vol. 288, no. 2–3, pp. 222–232, 2001.
- [201] H. Okamoto, M. E. Schlesinger, and E. M. Mueller, Eds., "Binary Alloy Phase Diagrams," *Alloy Phase Diagrams*, vol. 3. ASM International, p. 0, 27-Apr-2016.
- [202] K. Ho-Le, "Finite element mesh generation methods: a review and classification," *Comput. Des.*, vol. 20, no. 1, pp. 27–38, Jan. 1988.
- [203] M. Rollin, L. Penazzi, V. Velay, A. Dupuy, and S. Gallet, "A new numerical strategy for SPF pressure profile computing based on statistical strain rate controlling," *Int. J. Mech. Sci.*, vol. 141, pp. 479–490, Jun. 2018.
- [204] F. Kreith and R. M. Manglik, *Principles of heat transfer*, 8th Editio. Cengage Learning.
- [205] S. Zhao, B. Zhang, and X. He, "Temperature and pressure dependent effective thermal conductivity of fibrous insulation," *Int. J. Therm. Sci.*, vol. 48, no. 2, pp. 440–448, Feb. 2009.
- [206] Goldstein and H. E., "Fibrous ceramic insulation," 1982, p. p 261-274.
- [207] W. H. Diment and H. R. Pratt, "THERMAL CONDUCTIVITY OF SOME ROCK-FORMING MINERALS: A TABULATION," Denver, Colorado , 1988.
- [208] Narottam P. Bansal and Dongming Zhu, "Thermal Conductivity of Alumina-Toughened Zirconia Composites," Cleveland, Ohio, 2003.
- [209] L. Filoni and G. Rocchini, "Thermal conductivity of Inconel 600 and Ti-6Al-4V from 360 K to 900 K," *High Temp. - High Press.*, vol. 21, no. 4, pp. 373–376, 1989.
- [210] P. G. Klemens and R. K. Williams, "Thermal conductivity of metals and alloys," *Int. Met. Rev.*, vol. 31, no. 1, pp. 197–215, Jan. 1986.
- [211] J. Baruchel, J. Y. Buffière, E. Maire, P. Merle, and G. Peix, *X-ray tomography in material science*. Hermes Science Publications, 2000.
- [212] Z. Zhu, L. W. Zhang, Q. K. Wu, and S. D. Gu, "An experimental investigation of thermal contact conductance of Hastelloy C-276 based on steady-state heat flux method," *Int. Commun. Heat Mass Transf.*, vol. 41, pp. 63–67, Feb. 2013.
- [213] F. A. Grant, "Properties of rutile (titanium dioxide)," *Rev. Mod. Phys.*, vol. 31, no. 3, pp. 646–674, 1959.
- [214] L. J., SALERNO and P. KIT'EL, "Thermal contact conductance," Moffett Field, California, 1997.

- [215] M. N. Mian, F. R. Al-Astrabadi, P. W. O'Callaghan, and S. D. Probert, "Thermal Resistance of Pressed Contacts between Steel Surfaces: Influence of Oxide Films," *J. Mech. Eng. Sci.*, vol. 21, no. 3, pp. 159–166, Jun. 1979.
- [216] P. Hu, L. Ying, Y. Li, and Z. Liao, "Effect of oxide scale on temperature-dependent interfacial heat transfer in hot stamping process," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 213, no. 9, pp. 1475–1483, 2013.
- [217] B. N. J. Persson, O. Albohr, U. Tartaglino, A. I. Volokitin, and E. Tosatti, "On the nature of surface roughness with application to contact mechanics, sealing, rubber friction and adhesion," *Journal of Physics Condensed Matter*, vol. 17, no. 1. 12-Jan-2005.
- [218] H. Hertz, "Ueber die Verdunstung der Flüssigkeiten, insbesondere des Quecksilbers, im luftleeren Raume," *Ann. Phys.*, vol. 253, no. 10, pp. 177–193, 1882.
- [219] R. Julien, V. Velay, V. Vidal, Y. Dahan, R. Forestier, and F. Rézaï-Aria, "Characterization and modeling of forged Ti-6Al-4V Titanium alloy with microstructural considerations during quenching process," *Int. J. Mech. Sci.*, vol. 142–143, pp. 456–467, Jul. 2018.
- [220] U. K. Mudali and M. G. Pujar, *Corrosion of Austenitic Stainless Steels*. Alpha Science International Ltd, 2002.
- [221] B. G. Kim, J. L. Rempe, D. L. Knudson, K. G. Condie, and B. H. Sencer, "In-situ creep testing capability for the advanced test reactor," *Nucl. Technol.*, vol. 179, no. 3, pp. 417–428, 2012.
- [222] M. Ohtsu, M. Enoki, Y. Mizutani, and M. Shigeishi, "Principles of the Acoustic Emission (AE) Method and Signal Processing," in *Practical Acoustic Emission Testing*, Springer Japan, 2016, pp. 5–34.
- [223] L. Badea, M. Surand, J. Ruau, and B. Viguiet, "CREEP BEHAVIOR OF Ti-6Al-4V FROM 450°C TO 600°C," 2014.
- [224] K. Stephan and A. Laesecke, "The Thermal Conductivity of Fluid Air," *J. Phys. Chem. Ref. Data*, vol. 14, no. 1, pp. 227–234, 1985.
- [225] M. Bahrami, J. R. Culham, and M. M. Yovanovich, "Modeling Thermal Contact Resistance: A Scale Analysis Approach," *J. Heat Transfer*, vol. 126, no. 6, pp. 896–905, Jan. 2005.
- [226] A. Simpson and A. D. Stuckes, "The thermal conductivity of highly oriented pyrolytic boron nitride," *J. Phys. C Solid State Phys.*, vol. 4, no. 13, pp. 1710–1718, 1971.
- [227] E. K. Sichel, R. E. Miller, M. S. Abrahams, and C. J. Buiochi, "Heat capacity and thermal conductivity of hexagonal pyrolytic boron nitride," *Phys. Rev. B*, vol. 13, no. 10, pp. 4607–4611, 1976.
- [228] S. Barman, "Effect of isotopic purity on thermal conductivity of boron nitride: A theoretical study," *EPL*, vol. 96, no. 1, Oct. 2011.
- [229] R. Julien, "Comportement thermomécanique et évolution microstructurale d'un alliage Ti-6Al-4V forgé $\alpha+\beta$, durant la trempe : expérimentations, analyses et modélisation," Ecole nationale des Mines d'Albi-Carmaux, 2017.
- [230] J. F. Shackelford, Y.-H. Han, S. Kim, and S.-H. Kwon, *Materials Science and Engineering Handbook (4th ed.)*, Fourth Edi. CRC Press, 2015.
- [231] V. Shankar, M. Valsan, K. B. S. Rao, and S. L. Mannan, "Effects of temperature and strain rate

- on tensile properties and activation energy for dynamic strain aging in alloy 625," *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 35 A, no. 10, pp. 3129–3139, 2004.
- [232] M. de Oliveira, A. Couto, G. Almeida, D. Reis, N. de Lima, and R. Baldan, "Mechanical Behavior of Inconel 625 at Elevated Temperatures," *Metals (Basel)*, vol. 9, no. 3, p. 301, Mar. 2019.
- [233] K. D. Ramkumar, W. S. Abraham, V. Viyash, N. Arivazhagan, and A. M. Rabel, "Investigations on the microstructure, tensile strength and high temperature corrosion behaviour of Inconel 625 and Inconel 718 dissimilar joints," *J. Manuf. Process.*, vol. 25, pp. 306–322, Jan. 2017.
- [234] "INCONEL[®] alloy 625."
- [235] H. Marzagui, "Étude de deux bétons réfractaires silico-alumineux : microstructure et comportement thermomécaniques en traction et en flexion," Université Toulouse III, 2005.
- [236] B. Vayre, F. Vignat, and F. Villeneuve, "Metallic additive manufacturing: state-of-the-art review and prospects," *Mech. Ind.*, vol. 13, no. 2, pp. 89–96, May 2012.
- [237] X. G. Hu *et al.*, "A time-dependent power law viscosity model and its application in modelling semi-solid die casting of 319s alloy," *Acta Mater.*, vol. 124, pp. 410–420, Feb. 2017.
- [238] W. Qu, D. Li, F. Zhang, M. Luo, X. Hu, and Y. Zhang, "Multiphase modelling of the transient flow for Sn-15Pb and 357.0 alloys in semi-solid die casting process," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 278, Apr. 2020.
- [239] *NF ISO 20473 Optique et photonique - Bandes spectrales*. 2007.
- [240] G. W. Petty, *A first course in atmospheric radiation*. Madison, Wis. : Sundog Pub, 2006.
- [241] S. Nakouzi, F. Berthet, Y. Le Maoult, and F. Schmidt, "Simulations of an infrared composite curing process," in *Key Engineering Materials*, 2013, vol. 554–557, pp. 1517–1522.
- [242] D. Fahloul, G. Trystram, A. Duquenoy, and I. Barbotteau, "Modelling heat and mass transfer in band oven biscuit baking," *LWT - Food Sci. Technol.*, vol. 27, no. 2, pp. 119–124, 1994.
- [243] F. O. Bartell, E. L. Dereniak, and W. L. Wolfe, "<title>The Theory And Measurement Of Bidirectional Reflectance Distribution Function (Brdf) And Bidirectional Transmittance Distribution Function (BTDF)</title>," 1981, pp. 154–160.
- [244] Y. A. Çengel, J. M. T. Cimbala, and Robert H., *Fundamentals of Thermal Fluid Sciences 5th edition.pdf*. McGraw-Hill Education, 2017.
- [245] Vincent J. Coates, "Thickness measurements of thin material," 27-Oct-1986. [Online]. Available: <https://patents.google.com/patent/US4849694A/en>. [Accessed: 30-Jun-2019].
- [246] M. Faucon, A. Laffitte, J. Lopez, and R. Kling, "Surface blackening by laser texturing with high repetition rate femtosecond laser up to 1MHz," 2014, vol. 8972, p. 89721M.
- [247] E. Ochiai, *Chemicals for life and living*. Springer, 2011.
- [248] B. Snaith, S. D. Probert, and P. W. O'Callaghan, "Thermal resistances of pressed contacts," *Appl. Energy*, vol. 22, no. 1, pp. 31–84, 1986.

Table des figures

Figure 1 : Schéma de principe du formage SPF conventionnel [3].....	2
Figure 2 : Exemple de tôle issue d'un formage SPF conventionnel [3]	3
Figure 3 : Comparaison des temps de cycle induits par les deux types de chauffage pour une production en série[3].....	3
Figure 4 : Exemple de plateau de chauffage pour un formage SPF-IR[3]	4
Figure 5 : Chaleur spécifique (Cp) de l'alliage TA6V en fonction de la température selon : (1)[10], (2)[11], (3)[12]	5
Figure 6 : Conditions aux limites du modèle	6
Figure 7 : Influence de l'émissivité et de la conductance sur la température de tôle	7
Figure 8 : Représentation schématique de la luminance	13
Figure 9 : Schéma de principe d'une sphère intégrante	17
Figure 10 : Schéma de principe du spectrophotomètre [35]	17
Figure 11 : Schéma de principe de la technique du miroir [37]	18
Figure 12 : Températures de vaporisation de métaux purs selon la pression [48].....	20
Figure 13 : Banc de mesure développé par le LNE [52].....	22
Figure 14 : Banc de mesure développé par Honnerova et al. [60].....	23
Figure 15 : Schéma de principe du banc de mesure développé par l'institut de technologie de Pékin [61]	24
Figure 16 : Schéma de principe du banc développé par le CEMHTI [62]	25
Figure 17 : Banc MEDIASE développé par le PROMES[64].....	25
Figure 18 : Banc de chauffage IR originel	29
Figure 19 : Mesure du gradient thermique sur le filament de la lampe USHIO® JVC 1000 W.....	30
Figure 20 : a. Photographie de la lampe USHIO® JVC 1000 W, b. Image infrarouge du filament, c. Flux normalisé en fonction de la position sur le filament	31
Figure 21 : a. Manchon de réglage avec diode laser, b. Centrage de la lampe.....	32
Figure 22 : a.b.c.d. Scénarios possibles pour un rayon émis, e. Effet de la défocalisation de l'échantillon	33
Figure 23 : a. Rapport de flux β fonction du diamètre de l'échantillon et de sa position, b. Ecart type correspondant, c. Température calculée en régime permanent. Le point rouge correspond au point de fonctionnement retenu	34
Figure 24 : Recherche du point focal expérimental sans porte-échantillon	35
Figure 25 : Photographie et CAO du porte-échantillon en stéatite	35
Figure 26 : Recherche expérimentale de la position optimale de la pastille avec porte-échantillon...	36
Figure 27 : a. Luminance monochromatique du corps noir, b. Dérivée de la luminance par rapport à la température à plusieurs longueurs d'onde.....	37
Figure 28 : Capteurs NIR et MIR : a. Spectromètre NIR NeoSpectra® ; b. Caméra MIR SC7000 ; c. Caméra MIR SC325	38
Figure 29 : Emissivité théorique continue (Palik[81]) calculée comparée aux émissivités interpolées	39
Figure 30 : Détermination de la zone de mesure maximale ; a. dispositif expérimental ; b. Image de la pastille de TA6V portée à 1000°C ; c. Distribution de température sur le diamètre de la pastille.....	40
Figure 31 : Incertitude relative sur l'émissivité entre 1 et 16.5 μm provoquée par un écart-type de 1°C sur la zone de mesure	41

Figure 32 : a. CAO du couvercle instrumenté pour les mesures sous vide, b. Configuration NIR avec passage fibre optique, c. Configuration MIR avec hublot ZnSe	42
Figure 33 : Banc de mesure BMEIR actuel.....	42
Figure 34 : Essais de chauffe à pleine puissance pour des échantillons de platine et d'Inconel 625 oxydé	43
Figure 35 : Essai de chauffe sur une pastille d'Inconel 625 oxydée sans porte-échantillon	44
Figure 36 : Corps noir de laboratoire Land® R1500T utilisé dans ces travaux	47
Figure 37 : Corps noir de transfert cavité avec les différents fonds possibles.....	48
Figure 38 : Dispositif expérimental pour la qualification du corps noir de transfert, a. Configuration NIR, b. Configuration MIR.....	49
Figure 39 : Représentation schématique de la méthode d'égalisation des températures.....	49
Figure 40 : Coefficients de correction déterminés dans les bandes NIR (a.) et MIR BII (b.)	50
Figure 41 : Etalonnage du spectromètre NIR devant le corps noir (CN) de laboratoire R1500T	51
Figure 42 : Etalonnage du spectromètre NIR devant le corps noir de transfert	52
Figure 43 : Etalonnage de la caméra SC7000 équipée des filtres 3.027, 4 et 5.071 μm	52
Figure 44 : Etalonnage de la caméra BIII équipée du filtre à 10 μm	53
Figure 45 : Illustration des signaux parasites ; a. configuration NIR ; b. Configuration MIR.....	55
Figure 46 : Emissivité spectrale du platine à haute température ; a.[62] ; b. [96].....	58
Figure 47 : Emissivité spectrale du platine mesurée sur le module chauffant du spectromètre Bruker® dans le moyen IR	58
Figure 48 : a. Représentation du signal parasite dû au porte-échantillon en NIR ; b. Comparaison par rapport au signal brut mesuré sur un échantillon de platine porté à 1000°C	59
Figure 49 : Emissivité spectrale de la stéatite	59
Figure 50 : Illustration de l'effet du signal parasite sur les mesures en MIR BII ; exemple pour une mesure sur un échantillon de platine porté à 1000°C	60
Figure 51 : Evaluation du signal parasite induit par le manchon : a. Configuration A sans manchon ; b. Configuration B après insertion du manchon	61
Figure 52 : Emissivité spectrale des échantillons de platine brut (B) et poli (A) à température ambiante; comparaison avec la valeur théorique calculée avec les indices optiques [81]	64
Figure 53 : a. Spectromètre IRTF Bruker® Vertex 70 ; b. Sphère intégrante.....	64
Figure 54 : Topographie des échantillons A (a.) et B (b.)	65
Figure 55 : a. Représentation schématique complète du dispositif de mesure, b. Photographie de la configuration MIR BII.....	66
Figure 56 : a. Emissivité spectrale en fonction de la température en NIR (Echantillon B), b. Ecart par rapport à la mesure de référence (à température ambiante)	67
Figure 57 : Emissivités spectrales du platine brut mesurées dans les trois bandes.....	68
Figure 58 : a. Produit de l'émissivité interpolée et de la luminance corps noir ; b. Luminance du corps noir	69
Figure 59 : Comparaison des émissivités intégrées avec des valeurs issues de la littérature [100][101][102][103][104]	70
Figure 60 : Composition de l'oxyde TA6V.....	74
Figure 61 : Emissivité normale spectrale du TA6V selon : (1)[121], (2)[120].....	76
Figure 62 : Emissivité normale spectrale du TA6V en fonction du temps de chauffage selon : (1)[121], (2)[122], (3)[120]	77

Figure 63 : Emissivité normale spectrale du TA6V selon plusieurs sources : (1)[125], (2)[124], (3)[11], (4)[12], (5) [123]	78
Figure 64 : Emissivité totale normale du TA6V selon : (1)[123], (2)[128]	79
Figure 65 : Emissivité totale hémisphérique du TA6V selon : (1)[129], (2)[130], (3)[131], (4)[119], (5)[12], (6)[128]	79
Figure 66 : Température d'une tôle de TA6V durant un essai de formage superplastique[109]	81
Figure 67 : Signal parasite en fonction de la température pour une pastille de TA6V oxydée (temps d'intégration variable en BII et fixe en BIII).....	83
Figure 68 : Photographie des pastilles de TA6V après application des cycles de chauffage de : a. 60 minutes à 600°C ; b. 60 minutes à 700°C ; c. 60 minutes à 800°C ; d. 60 minutes à 900°C ; e. 60 minutes à 1000°C ; f. 300 minutes à 1000°C	83
Figure 69 : Gains de masse des pastilles de TA6V après un cycle d'une heure de chauffage	84
Figure 70 : Loi d'Arrhenius sous forme logarithmique pour l'oxydation de l'alliage TA6V.....	85
Figure 71 : a. Exemple de micrographie des coupes transversales de couche d'oxyde pour l'alliage TA6V (T=1000°C) ; b. Epaisseurs de couche d'oxyde mesurées sur les pastilles de TA6V après un cycle d'une heure de chauffage	86
Figure 72 : Epaisseur de la couche d'oxyde en fonction du temps pour des paliers de température d'une heure	87
Figure 73 : Epaisseur de la couche d'oxyde en fonction du temps pour un palier de température de 5 heures à 1000°C	87
Figure 74 : Emissivité du TA6V dans le proche IR en fonction de la température et du temps de chauffage.....	88
Figure 75 : Incertitude provoquée par le bruit de mesure sur l'émissivité du TA6V dans le proche IR	90
Figure 76 : Emissivité du TA6V en fonction du temps à différentes longueurs d'onde	91
Figure 77 : Comparaison de l'émissivité mesurée du TA6V à 1.5 μm avec des données issues de la littérature[122].....	92
Figure 78 : Emissivité du TA6V à 1000°C dans le proche IR en fonction du temps de chauffage pour un cycle de 5 heures.....	92
Figure 79 : Emissivité spectrale du TA6V en fonction du temps à 1000°C pour plusieurs longueurs d'onde.....	93
Figure 80 : Emissivité du TA6V dans le moyen IR en fonction de la température et du temps de chauffage.....	94
Figure 81 : Incertitude provoquée par le bruit de mesure sur l'émissivité du TA6V dans le moyen IR	95
Figure 82 : Emissivité en fonction du temps dans le moyen IR.....	96
Figure 83 : Emissivité spectrale du TA6V à 1000°C dans le moyen IR en fonction du temps de chauffage pour un cycle de 5 heures	97
Figure 84 : Emissivité du TA6V à 1000°C dans le moyen IR en fonction du temps de chauffage pour un cycle de 5 heures.....	97
Figure 85 : Emissivité intégrée en fonction du temps de chauffage pour un cycle d'une heure et comparaison avec les valeurs mesurées à froid après chauffage	98
Figure 86 : Emissivité intégrée en fonction du temps de chauffage pour un cycle de 5 heures et comparaison avec les valeurs mesurées à froid après chauffage	98
Figure 87 : Comparaison des valeurs d'émissivité intégrée du TA6V mesurées par le BMEIR avec des valeurs issues de la littérature[128][12][130]	100
Figure 88 : Emissivité intégrée du TA6V en fonction du temps de chauffage et de la température ..	101

Figure 89 : Emissivité intégrée en fonction de l'épaisseur de couche d'oxyde	102
Figure 90 : Emissivité de l'Inconel 625 en fonction de la température selon : (1) [138] ; (2) [139]....	104
Figure 91 : Emissivité de l'Inconel 625 dans le proche IR en fonction de la température et du temps de chauffage	105
Figure 92 : Incertitude provoquée par le bruit de mesure sur l'émissivité de l'Inconel 625 dans le proche IR	106
Figure 93 : Emissivité de l'Inconel 625 en fonction du temps à différentes longueurs d'onde dans le proche IR	106
Figure 94 : Emissivité de l'Inconel 625 à 1000°C dans le proche IR en fonction du temps de chauffage	107
Figure 95 : Emissivité de l'Inconel 625 dans le moyen IR en fonction de la température et du temps de chauffage.....	108
Figure 96 : Incertitude provoquée par le bruit de mesure sur l'émissivité de l'Inconel 625 dans le moyen IR.....	109
Figure 97 : Emissivité de l'Inconel 625 à 1000°C dans le moyen IR en fonction du temps de chauffage	109
Figure 98 : Emissivité de l'Inconel 625 à 1000°C dans le moyen IR en fonction du temps de chauffage pour un cycle de 5 heures	110
Figure 99 : Emissivités intégrées de l'Inconel 625 en fonction de la température et du temps de chauffage pour un cycle de chauffage d'une heure.....	111
Figure 100 : Emissivités intégrées de l'Inconel 625 en fonction de la température et du temps de chauffage pour un cycle de chauffage de 5 heures	112
Figure 101 : Comparaison des émissivités intégrées de l'Inconel 625 en fin de chauffage avec la littérature[138][139]	112
Figure 102 : Illustration des aspérités de surface responsables de l'apparition de la RTC.....	117
Figure 103 : Gradient de température à l'interface créé par la RTC.....	118
Figure 104 Conductances adimensionnées pour des déformations élastique (<i>he</i>) et plastique (<i>hp</i>) ; contacts métal/métal sous vide [154].....	120
Figure 105 : Mesure par spectrométrie Raman [169].....	122
Figure 106 : Principe de mesure de la RTC par micro-thermométrie [169].....	123
Figure 107 : Principe de mesure de la méthode de type T [169]	123
Figure 108 : Banc développé par Zhang et al. [179].....	124
Figure 109 : Banc de mesure développé par Woodland et al.[180].....	125
Figure 110 : Banc de mesure développé par Sponagle et Groulx [181].....	125
Figure 111 : Moyen de mesure développé par le LET2E [182].....	126
Figure 112 : Banc de mesure développé par Liu et al. [183].....	127
Figure 113 : Principe de la mesure de la RTC par thermographie IR[184]	128
Figure 114 : Principe de la mesure de RTC par méthode flash [190].....	128
Figure 115 : Conditions aux limites sur le barreau inférieur en inox 310	132
Figure 116 : Conditions aux limites du calcul de dimensionnement de la géométrie des éprouvettes	134
Figure 117 : conductivités thermiques des matériaux en présence	135
Figure 118 : Maillage réalisé pour le dimensionnement de la géométrie des éprouvettes	135
Figure 119 : Distribution de température pour un barreau de béton de 400 mm de long et de 18.5 mm de rayon	136

Figure 120 : Flux radial moyen en fonction du rayon et de la longueur du barreau inférieur.....	136
Figure 121 : Rapport des flux radiaux et longitudinaux en fonction du rayon et de la longueur des barreaux	137
Figure 122 : Machine de traction MTS® 50 kN.....	138
Figure 123 : Four ouvrant MTS® 653-02.....	138
Figure 124 : Schémas des mors refroidis.....	139
Figure 125 : Schéma de principe du banc de mesure RTC	139
Figure 126 : Cylindre de béton entouré d'isolant ; a. Vue en coupe ; b. Vue de haut	140
Figure 127 : Schéma électrique équivalent.....	141
Figure 128 : Résistance thermique équivalente calculée pour chaque matériau isolant.....	142
Figure 129 : Flux de chaleur en fonction de l'épaisseur d'isolant.....	143
Figure 130 : Température de surface de l'isolant en fonction de l'épaisseur.....	144
Figure 131 : CAO de l'isolant	145
Figure 132 : a. Groupe isolant ; b. Enveloppe en PLA	145
Figure 133 : Conditions aux limites pour le calcul de l'influence du barreau supérieur.....	146
Figure 134 : Distribution de température sur le montage dans le cas d'un outil inox et une longueur de barreau de 540 mm.....	146
Figure 135 : Influence de la longueur du barreau supérieur sur la valeur de température et le gradient thermique radial de l'éprouvette TA6V dans le cas de l'outil inox 310	147
Figure 136 : Influence de la longueur du barreau supérieur sur la valeur de température et le gradient thermique radial de l'éprouvette TA6V dans le cas de l'outil béton	147
Figure 137 : Représentation schématique ; a. Cas expérimental ; b. Cas idéal	148
Figure 138 : Ecarts relatifs entre le cas idéal et le cas expérimental pour les outils béton et inox 310	149
Figure 139 : Conditions aux limites pour le calcul caractérisant l'influence du diamètre des thermocouples	150
Figure 140 : Maillage du barreau inférieur	150
Figure 141 : Influence du diamètre des thermocouples sur le flux de chaleur longitudinal pour un outil béton	151
Figure 142 : Influence du diamètre des thermocouples sur la température le long du barreau pour un outil béton.....	151
Figure 143 : Influence du rayon des thermocouples sur le flux de chaleur longitudinal pour un outil inox 310.....	152
Figure 144 : Photographies de la fibre optique blindée : a. Représentation globale ; b. Tête de la fibre optique.....	153
Figure 145 : Barreau en inox 310 instrumenté.....	154
Figure 146 : Barreau de béton instrumenté ; a. Vue de côté ; b. Vue de face.....	154
Figure 147 : Centrale d'acquisition DataTaker® DT-80	154
Figure 148 : Influence de la fibre optique sur le champ de température : conditions aux limites.....	155
Figure 149 : Maillage : a. géométrie entière b. zoom sur l'interface.....	155
Figure 150 : Influence de la fibre optique sur le champ de température	156
Figure 151 : Flux radial et longitudinal en fonction de la position le long du barreau inférieur	156
Figure 152 : Rapport des flux en fonction de la position le long du barreau inférieur.....	157
Figure 153 : Vue en coupe du barreau de béton par tomographie	158
Figure 154 : Définition des étapes de la mesure de RTC d'un point de vue expérimental.....	162

Figure 155 : Relevés de température en fonction du temps pour un contact TA6V-Inox 310	163
Figure 156 : Relevés de température en fonction du temps : zoom sur le thermocouple TC4.....	163
Figure 157 : Schéma de principe de l'essai de mesure de RTC dans le cas de l'outil inox 310	164
Figure 158 : Schéma de principe de l'essai de mesure de RTC dans le cas de l'outil béton	164
Figure 159 : Interfaces de contact sur le four ouvrant.....	165
Figure 160 : Photographie d'un essai de mesure de RTC en cours	165
Figure 161 : Conditions aux limites pour le calcul de la RTC dans le cas de l'outil en béton	166
Figure 162 : Etapes du calcul de la RTC dans le cas de l'outil béton	167
Figure 163 : Conditions aux limites pour la validation du modèle thermique.....	168
Figure 164 : Profils de température mesurés correspondant aux mesures de RTC pour un contact TA6V-Inox310	168
Figure 165 : Relevés de température à proximité de l'interface pour un contact TA6V-Inox310 à une température de consigne de 600°C et 6 pressions de contact différentes.....	169
Figure 166 : Conductance en fonction de la température de l'échantillon et de la pression de contact pour une interface TA6V-Inox310	170
Figure 167 : Epaisseurs d'oxyde sur l'échantillon TA6V durant les mesures de RTC	171
Figure 168 : Allure et profilométrie au centre des deux surfaces en contact : a-b : TA6V et c-d : inox 310.....	173
Figure 169 : Illustration des zones de contact.....	174
Figure 170 : a. Evolution du rapport surfacique en fonction de l'enfoncement ; b. Evolution du rapport surfacique en fonction de la pression	174
Figure 171 : Evolution de l'épaisseur de la lame d'air en fonction de la pression	175
Figure 172 : Conductances calculées aux faibles charges pour un contact TA6V-Inox310.....	175
Figure 173 : Défaut d'ondulation de la surface du barreau inférieur	176
Figure 174 : a. Epaisseur de la lame d'air en fonction de la pression ; b. Conductance calculée en fonction de la pression	176
Figure 175 : Conductances en fonction de la température à iso-pression pour un contact TA6V-Inox310.....	177
Figure 176 : Conductance en fonction de la température et de la pression pour un contact TA6V-Inox310.....	178
Figure 177 : Micrographies de l'alliage TA6V revêtu de BN	179
Figure 178 : Conductance en fonction de la température de l'échantillon et de la pression de contact pour une interface TA6V-BN-Inox310	179
Figure 179 : Pastilles de TA6V revêtues de BN ; a. Avant essai ; b. Après essai à T=460°C ; c. Après essai à T=570°C ; d. Après essai à T=670°C ; e. Après essai à T=800°C	180
Figure 180 : Conductances en fonction de la température à iso-pression pour un contact TA6V-BN-Inox310.....	181
Figure 181 : Conductance en fonction de la température et de la pression pour un contact TA6V-BN-Inox310.....	182
Figure 182 : Influence du BN sur les conductances pour un contact TA6V-Inox 310	182
Figure 183 : Conductance en fonction de la température de l'échantillon et de la pression de contact pour une interface Inconel 625-Inox310.....	184
Figure 184 : Conductances en fonction de la température à iso-pression pour un contact Inconel 625-Inox310.....	184

Figure 185 : Conductance en fonction de la température et de la pression pour un contact Inconel 625-Inox310.....	185
Figure 186 : Conductance en fonction de la température de l'échantillon et de la pression de contact pour une interface Inconel 625-BN-Inox310.....	186
Figure 187 : Conductances en fonction de la température à iso-pression pour un contact Inconel 625-BN-Inox310.....	187
Figure 188 : Conductance en fonction de la température et de la pression pour un contact Inconel 625-BN-Inox310.....	187
Figure 189 : Influence du BN sur les conductances pour un contact Inconel 625-Inox 310.....	188
Figure 190 : Influence du BN sur la conductance pour des contacts TA6V/BN-Inox 310 et Inconel 625/BN-Inox 310.....	189
Figure 191 : Maillage utilisé pour la validation du modèle direct.....	190
Figure 192 : Comparaison des températures expérimentales et simulées pour un contact TA6V-Inox 310 à une pression imposée de 0.1 MPa.....	191
Figure 193 : Comparaison des températures expérimentales et simulées pour un contact TA6V-Inox 310 à des pressions de 0.6 et 1.5 MPa.....	191
Figure 194 : Distribution de température dans la géométrie pour un contact TA6V-Béton.....	192
Figure 195 : Distribution de température aux interfaces pour un contact TA6V-Béton.....	193
Figure 196 : Flux radial et longitudinal le long du barreau inférieur pour un contact TA6V-Béton....	194
Figure 197 : Détermination de la conductance par approche inverse pour un contact TA6V-Béton à une charge de 4 MPa.....	195
Figure 198 : Détermination de la conductance par approche inverse pour un contact TA6V-Béton à une charge de 4 MPa ; Zoom sur une zone située à proximité de l'interface.....	195
Figure 199 : Conductance en fonction de la pression de contact à T=800°C pour une interface TA6V-Béton.....	196
Figure 200 : Détermination de la conductance par méthode inverse pour un contact Inconel 625-Béton à une charge de 1 MPa.....	197
Figure 201 : Conductance en fonction de la pression de contact à T=760°C pour une interface Inconel625-Béton.....	197
Figure 202 : Tôles formées avec les valeurs de RTC de l'étude implémentées[3].....	202
Figure 203 : Manchon refroidi avec circulation interne d'eau.....	203
Figure 204 : Barrette pyroélectrique PYREOS® en fonctionnement.....	204
Figure 205 : Spectre électromagnétique selon la norme NF ISO 20473 [238].....	208
Figure 206 : Représentation schématique de la radiosité.....	209
Figure 207 : Représentation schématique du phénomène de réflexion.....	210
Figure 208 : représentation schématique du phénomène de transmission.....	211
Figure 209 : Bilan radiatif.....	212
Figure 210 : Emissivité spectrale de la peinture Pyromark® en fonction de l'épaisseur de couche déposée.....	216
Figure 211 : Photographie de la pastille d'Inconel 718 texturée.....	217
Figure 212 : Gradient thermique entre la zone centrale et la tranche sur la pastille en Inconel 718 texturée.....	217
Figure 213 : a. Comparaison des signaux émis par les différentes références, b. Emissivité sur la bande II pour les deux références.....	218

Figure 214 : Photographies de la surface de la pastille texturée avec un grossissement de 130 : a. avant chauffage ; b. après chauffage à 900°C.....	219
Figure 215 : a. Signal brut en fonction de la température et interpolation quadratique à 2.2 μm ; b. Sensibilité en fonction de la température à 2.2 μm	220
Figure 216 : Ecart-type calculé à 2.2 μm	220
Figure 217 : a. Signal brut en fonction de la température et interpolation quadratique à 5.071 μm ; b. Sensibilité en fonction de la température à 5.071 μm	221
Figure 218 : Incertitude relative à 5.071 μm	221
Figure 219 : Signal brut en fonction de la température à 10 μm et interpolation linéaire.....	222
Figure 220 : Incertitude relative à 10 μm	222
Figure 221 : Photographie des pastilles d’Inconel 625 après application des cycles de chauffage de : a. 1 heure à 600°C ; b. 1 heure à 700°C ; c. 1 heure à 800°C ; d. 1 heure à 900°C ; e. 1 heure à 1000°C ; f. 5 heures à 1000°C.....	223
Figure 222 : Gain de masse des pastilles d’Inconel 625 après un cycle d’une heure de chauffage....	224
Figure 223 : a. Exemple de micrographie de coupes transversales des couches d’oxyde pour l’alliage Inconel 625 (T=900°C) ; b. Epaisseurs de couche d’oxyde mesurées sur les pastilles d’Inconel 625 après un cycle d’une heure de chauffage	225
Figure 224 : Epaisseur de la couche d’oxyde en fonction du temps pour des paliers de température d’une heure	226
Figure 225 : CAO du moule en bois stratifié.....	227
Figure 226 : Elément du moule en bois stratifié	228
Figure 227 : Alignement des thermocouples dans un barreau de béton mis en œuvre par stratification	228
Figure 228 : Détermination de la conductance par méthode inverse pour un contact TA6V-Béton à une charge de 0.1 MPa.....	229
Figure 229 : Détermination de la conductance par méthode inverse pour un contact TA6V-Béton à une charge de 0.6 MPa.....	229
Figure 230 : Détermination de la conductance par méthode inverse pour un contact TA6V-Béton à une charge de 1 MPa.....	230
Figure 231 : Détermination de la conductance par méthode inverse pour un contact TA6V-Béton à une charge de 1.5 MPa.....	230
Figure 232 : Détermination de la conductance par méthode inverse pour un contact Inconel 625-Béton à une charge de 0.2 MPa	231
Figure 233 : Détermination de la conductance par méthode inverse pour un contact Inconel 625-Béton à une charge de 0.6 MPa	231
Figure 234 : Détermination de la conductance par méthode inverse pour un contact Inconel 625-Béton à une charge de 1MPa	232
Figure 235 : Détermination de la conductance par méthode inverse pour un contact Inconel 625-Béton à une charge de 1.5 MPa	232

Liste des tableaux

Tableau 1 : Propriétés physiques des matériaux en présence[14][15].....	6
Tableau 2 : Plages de variation des paramètres	6
Tableau 3 : Etendues spectrales calculées par la loi de Wien à 600 et 1000°C	12
Tableau 4 : Objectifs du banc de mesure d'émissivité.....	12
Tableau 5 : Comparaison de plusieurs dispositifs de mesure d'émissivité [67][68][69][36][37][39][51][52][61][62]	27
Tableau 6 : Caractéristiques de la lampe Ushio® JVC 1000 W[75].....	30
Tableau 7 : Caractéristiques des filtres utilisés sur les caméras BII et BIII	38
Tableau 8 : Calcul de l'émissivité totale du platine poli pour les différentes techniques d'interpolations et comparaison avec la valeur théorique de référence.....	39
Tableau 9 : Réponses spectrales des détecteurs	54
Tableau 10 : Incertitude relative sur la mesure d'émissivité engendrée par les effets de température	55
Tableau 11 : Facteurs de forme calculés	62
Tableau 12 : Réflectivité spectrale de l'acier inoxydable légèrement oxydé[98]	63
Tableau 13 : Ordre de grandeur du signal S_M par rapport au signal $F_{13} \cdot S_1$	63
Tableau 14 : Caractéristiques des échantillons de Platine de l'étude.....	65
Tableau 15 : Emissivités spectrales mesurées en MIR BII et BIII.....	68
Tableau 16 : Emissivité intégrée calculée sur BMEIR et comparaison avec les valeurs extrapolées sur le spectromètre Bruker® Vertex 70 (échantillon B)	70
Tableau 17 : Composition chimique de l'alliage TA6V	75
Tableau 18 : Paramètres de rugosité de l'alliage TA6V.....	75
Tableau 19 : Conditions expérimentales des mesures d'émissivité du TA6V	82
Tableau 20 : Constantes k_p calculées pour l'alliage TA6V	85
Tableau 21 : Gain de masse et épaisseur de couche d'oxyde sur les pastilles de TA6V après essai	86
Tableau 22 : Comparaison entre les émissivités intégrées calculées sur BMEIR et les valeurs post-mortem sur le spectromètre Bruker® vertex 70	99
Tableau 23 : Composition chimique de l'Inconel 625	103
Tableau 24 : Paramètres de rugosité de l'alliage Inconel 625	103
Tableau 25 : Couples de matériaux et conditions d'essai pour la mesure RTC.....	117
Tableau 26 : Comparaison de dispositifs de mesure de RTC	130
Tableau 27 : Variation des paramètres dans le calcul de dimensionnement	134
Tableau 28 : Emissivités intégrées des deux outils	134
Tableau 29 : Matériaux isolants et conductivités thermiques associées.....	142
Tableau 30 : Epaisseur de l'isolant pour une température de surface T_2 entre 100 et 200°C.....	144
Tableau 31 : Longueurs considérées du barreau supérieur pour le calcul paramétrique	145
Tableau 32 : Position des thermocouples (TC) dans les deux outils à partir de la surface	153
Tableau 33 : Récapitulatif des conditions d'essai en fonction du type de contact étudié.....	161
Tableau 34 : Modules d'Young utilisés.....	173
Tableau 35 : Thermodépendance des modules d'Young du TA6V et du BN.....	181
Tableau 36 : Modules d'Young (E) et limites d'élasticité (Re) du TA6V et de l'Inconel 625 en fonction de la température	186

Tableau 37 : Conductances utilisées pour la validation directe du modèle.....	190
Tableau 38 : Ecart relatifs entre les températures expérimentales et simulées.....	192
Tableau 39 : Charges imposées pour les essais de mesure de la RTC Béton-TA6V	192
Tableau 40 : Modules d'Young des deux outils à 800°C.....	196
Tableau 41 : Charges imposées pour les essais de mesure de la RTC Béton-Inconel 625	196
Tableau 42 : Détecteurs équipés sur le banc BMEIR (future configuration).....	204
Tableau 43 : Corrélations en convection naturelle[78][77]	214
Tableau 44 : Constantes k_p calculées pour l'alliage Inconel 625.....	224
Tableau 45 : Gain de masse et épaisseur de couche d'oxyde mesurés sur les pastilles d'Inconel 625 après essai	225

Contribution to the study of thermal boundary conditions in hot forming; development of new experimental setups dedicated to emissivity and thermal contact resistance (TCR) measurements at high temperature.

The present work deals with the high temperature heat transfers involved in sheet/die contact within hot forming processes. The investigated heat ranges lie between 600°C and 1000°C while the study materials are namely TA6V and Inconel 625 (for the sheet) and AISI 310 stainless steel and refractory concrete (for the die). Under such industrial configuration, the heat transfers can be split in two steps: i) a gap closing phase during which the radiative property of the contact pair prevail and ii) a solid contact phase during which the conductive properties are involved and more precisely the thermal contact resistance (TCR). This twostep approach allows a separate investigation of both phenomena which are herein studied by the mean of two dedicated experimental means:

- a) The gap closing phase is studied through an emissivity measurement setup dedicated to high temperature. The chosen setup is inspired from elliptical oven setups. Its features include a heating rate over 11°C/s and a maximal in-service temperature of 1250°C. The related measurement instruments selection and design are also part of the presented work. The metrological aspects along with the uncertainty quantification are performed through the use of a reference material: pure platinum. This latter has proven worthy by its ability to sustain very high temperature while remaining free from oxidation. In addition, platinum's optical properties are well documented throughout the scientific literature which provides solid comparisons with other published results. Finally, the construction of an emissivity database is presented for the two sheet materials of the study: TA6V and INCONEL 625.
- b) The solid contact phase is studied through a second tailor made experimental setup dedicated to TCR measurements. The proposed features include the ability to study metal contact pair (AISI 310 vs. TA6V/INCONEL 625) or ceramic vs. metal contact (Concrete vs. TA6V/INCONEL 625) for temperature as high as 800°C. The whole setup can be inserted within a classical tensile device in order to load the contact interfaces at stress levels similar to those involved in metal forming processes (here up to 4 MPa). In practice, a circular sample cut from the studied sheet metals is clasped in between two cylindrical bars made of AISI 310 or concrete. The upper bar is then heated up by the mean of a resistive oven in order to generate a directional heat flux throughout the material interfaces. A suited measurement instrumentation then allows the assessment of the TRC for each contact pair for temperature ranging from 450°C to 800°C and pressure ranging from 0.1 MPa to 4 MPa.

The results obtained from these two setups have built up a material database that was then use to simulate industrial hot forming operations. The process parameters retrieved from these simulation were used as input in an actual forming process and has led to the successful manufacturing of four parts all of which satisfying the quality requirements in term of geometry and microstructure.

Keywords: Emissivity, Thermal contact resistance (TCR), IR spectrometry, Superplastic forming, TA6V, IR thermography, Platinum, Inconel 625

Contribution à l'étude des échanges thermiques aux interfaces pour les procédés de formage à chaud : développement de moyens de mesure de l'émissivité et de la résistance thermique de contact (RTC) à haute température

Les travaux présentés ici concernent les échanges de chaleur entre une tôle métallique et un moule en béton réfractaire ou en acier inoxydable sont abordés pour des températures comprises entre 600 et 1000°C, voire plus. Ces échanges sont décomposés en deux étapes : une phase d'approche sans contact dite radiative qui nécessite la détermination des propriétés radiatives des solides en présence puis une phase avec contact : détermination d'une Résistance Thermique de Contact (ou « RTC ») à haute température. Pour décrire ces deux étapes, deux nouveaux moyens expérimentaux ont été étudiés et développés :

a) Un banc de mesure directe de l'émissivité à chaud a été développé afin d'étudier la phase sans contact. Une enceinte elliptique utilisant le principe d'un four à images a permis d'obtenir des températures élevées (jusqu'à 1250°C) ainsi que des vitesses de chauffe élevées (>11°C/s) sur les échantillons à caractériser. Une instrumentation permettant de réaliser des mesures d'émissivité spectrale et totale a également été développée. La méthodologie de mesure a été validée en choisissant le platine comme matériau de référence, de par sa bonne stabilité chimique, la faible dépendance de ses propriétés avec la température et des propriétés bien documentées. L'émissivité du TA6V et de l'Inconel 625 en fonction de la température ([600 ; 1000]°C) et du temps de chauffage (jusqu'à 5 heures) a ensuite été étudiée.

b) Le développement d'un banc de mesure de la RTC à haute température a permis quant à lui d'étudier la phase avec contact. Ce moyen a pour objectif de mesurer la RTC entre des couples de matériaux métal/métal (TA6V ou Inconel 625 /Inox 310) ou métal/céramique (TA6V ou Inconel 625 /Béton réfractaire) pour des pressions allant jusqu'à 4 MPa. L'approche adoptée a été de disposer une pastille métallique représentant la tôle (TA6V ou Inconel 625) entre deux barreaux représentant l'outil (Inox 310 ou béton réfractaire), eux-mêmes, amarrés à une machine de traction. Le chauffage a été réalisé en introduisant le barreau supérieur dans un four résistif porté à 1000°C maximum. L'instrumentation du barreau inférieur a permis de déterminer le flux de chaleur conductif traversant ainsi que sa température de surface, ce qui a permis de mesurer la RTC sur une gamme thermique comprise entre 450 et 800°C et une gamme de pression de contact comprise entre 0,1 et 4 MPa.

Les résultats obtenus à l'aide de ces deux bancs peuvent être intégrés dans des simulations numériques de formage, pour calculer des recettes de lampes. Ces valeurs ont conduit au formage réussi de 4 tôles successives en TA6V avec de bonnes conformités géométriques et microstructurales.

Mots-clés : Emissivité, Résistance thermique de contact (RTC), Spectrométrie IR, Formage superplastique, TA6V, Thermographie IR, Platine, Inconel 625