



**HAL**  
open science

# Analyse de systèmes intumescents sous haut flux : modélisation et identification paramétrique

Mathieu Gillet

► **To cite this version:**

Mathieu Gillet. Analyse de systèmes intumescents sous haut flux : modélisation et identification paramétrique. Sciences de l'ingénieur [physics]. Université d'Angers, 2009. Français. NNT: . tel-00465240

**HAL Id: tel-00465240**

**<https://theses.hal.science/tel-00465240>**

Submitted on 19 Mar 2010

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

**ANALYSE DE SYSTÈMES INTUMESCENTS SOUS HAUT  
FLUX : MODÉLISATION ET IDENTIFICATION  
PARAMÉTRIQUE**

**THÈSE DE DOCTORAT**

**Spécialité : Sciences Pour l'Ingénieur**

**ÉCOLE DOCTORALE : SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE L'INFORMATION ET  
MATHÉMATIQUES**

**Présentée et soutenue publiquement**

**le :** 10/07/2009

**à :** Font-Romeu

**par :** Mathieu Gillet

Devant le jury ci-dessous :

**Laurent AUTRIQUE,  
Serge BOURBIGOT,  
Jean-Louis FERRIER,  
Penh LAMUTH,  
Philippe LE MASSON,  
Laetitia PEREZ,  
Thierry POINOT,  
Jean-Jacques SERRA,**

Professeur, LISA - Angers  
Professeur, École Nationale Supérieure de Chimie de Lille  
Professeur, LISA - Angers  
Dr, Commissariat à l'Énergie Atomique  
Professeur, LIMATB - Lorient  
MCF, Laboratoire de Thermocinétique de Nantes  
Professeur, Ecole Supérieure d'Ingénieurs de Poitiers  
HDR, Délégation Générale pour l'Armement - EHF

**Directeur de thèse : Pr. Laurent Autrique  
Co-directrice de thèse : Dr. Laetitia Perez**

Laboratoire d'Ingénierie des Systèmes Automatisés - 62, avenue Notre Dame du Lac -  
49000 Angers

**ED STIM**



## Remerciements

Très nombreuses sont les personnes qui ont contribué au bon déroulement de ces travaux, grâce à leur aide scientifique directe ou sur un plan plus personnel, parfois en combinant les deux. Je tiens ici à en remercier quelques unes, et je demande par avance à celles et ceux que j’oublie de m’excuser.

J’adresse mes premiers remerciements à mes directeurs de thèse, le Pr. Laurent AUTRIQUE et le Dr. Lætitia PEREZ pour leur disponibilité qui s’est révélée remarquable compte tenu des « *difficultés géographiques* » qui nous ont rapidement affectés. Sans leur inspiration, leurs compétences et leur implication, cette thèse n’aurait pas existé.

Ces travaux ayant été réalisés sur le site du groupe Expertise Hauts Flux de la DGA, ils doivent également beaucoup au personnel du laboratoire. Je remercie en premier lieu le Dr. Jean-Jacques SERRA de m’avoir permis de réaliser cette thèse dans des conditions sereines. Sa disponibilité, son expérience et ses conseils m’ont également beaucoup aidé. Qu’Emmanuel « *Manu* » SCHEER soit également assuré de toute ma gratitude, tant pour son aide scientifique et technique que pour les inoubliables moments de détente que nous avons partagés, souvent en famille et autour d’une table bien garnie. Merci à Jean-Marc SAYOUS et à Jean-Pierre JUDIC, dont l’aide et les compétences techniques furent précieuses, notamment pour la mise en place et le déroulement des essais expérimentaux. Merci à l’adjudant chef Alain LARRIEU pour toute l’aide qu’il a pu m’apporter, tant pour résoudre des problèmes administratifs que mécaniques.

Je remercie tout particulièrement Nathanaëlle MUSEUX pour sa bonne humeur communicative et son éternel optimisme, même (et surtout...) dans les moments où je devenais insupportable. Merci aussi pour son œil de lynx et sa méticulosité lors de la relecture de mon manuscrit.

Je n'oublie pas Sébastien RODIER, dont les travaux préliminaires sur les peintures intumescentes m'ont fourni une base solide et des directions pertinentes à suivre. Les résultats obtenus par Camille CHAUVIN m'ont également été très utiles. Merci à eux deux.

Merci à Philippe SIGAUD, chef du département LOT de la DGA d'avoir été présent et compréhensif, notamment en s'efforçant de faciliter les déplacements que j'avais à effectuer pour travailler avec mes directeurs de thèse.

Pour être tout à fait complet, je me dois de remercier les stagiaires, Miguel CANO et Guillaume DELPORTE, leur trop brève présence a souvent été l'occasion de sortir d'une certaine routine.

J'exprime toute ma gratitude aux Professeurs Philippe LE MASSON et Thierry POINOT, qui ont accepté d'évaluer mes travaux dans des délais assez serrés. Leurs conseils m'ont été précieux et ont fortement contribué à la qualité de ce document.

Je remercie le Pr. Jean-Louis BOIMOND, directeur du LISA, d'avoir accepté que je poursuive ma thèse dans son laboratoire.

Pour la partie plus « personnelle » de ces remerciements, je tiens à commencer par mes parents. Que dire, si ce n'est que j'admire le courage et la patience dont ils ont fait preuve durant ces années. Merci infiniment d'avoir cru en moi et de m'avoir soutenu, merci d'avoir fait des milliers de kilomètres pour venir me voir, et surtout merci d'avoir compris à un certain point qu'il ne fallait plus me demander : « *Alors, quand est-ce que tu soutiens ?* ».

Je ne pourrai probablement jamais remercier suffisamment Khâryn' (Dr. Corine LORMEL pour certains), qui a sans aucun doute été mon plus fidèle soutien tout au long de cette entreprise. Dans le siège d'à côté ou à l'autre bout du Monde, elle a tout mis en œuvre pour que je conserve mon équilibre et ma motivation. J'ai beaucoup appris à son contact, et je lui dois bien plus que ce que je pourrais exprimer ici. Je remercie également le reste du *clan LORMEL*, en particulier ses parents.

Impossible de citer tous les amis qui m'ont entouré lors de la réalisation de cette thèse, je tiens cependant à adresser un remerciement tout particulier à Fernando (Dr. TEIXEIRA pour certains), dont l'expérience du terrain (entièrement pavé à la main) et le sens de la formule ont permis à mon moral de rester au beau fixe. Merci également à Sophie (pour qui j'espère ne pas avoir été trop *nuisible*), Marc et Caroline, Nicolas et Virginie, Patrick et Marie, Nadine et le reste de la famille Scheer, Cathy, Priscilla (notamment pour sa correction de la version anglaise du résumé qui figure au dos de cette thèse), Gaëtan (pour nos parties de squash endiablées et quelques sympathiques apéritifs), Fanny (pour sa bonne humeur et sa confiture de châtaignes). Je tiens à remercier également Linda et ses pizzas, Lionel, Julien, Stéphane, Olivier et le reste de l'équipe du lycée, sans oublier un merci particulier à tous ceux qui *en ont gros*.

Je remercie les quelques doctorants du LISA que j'ai côtoyés lors de mes visites à Angers : Abdel, Agnès, Euriell, Jean-Luc, Julien et Julien. Je leur souhaite courage et réussite pour leurs thèses respectives.

Merci à mon éternel binôme Martin, qui a eu la délicatesse de ne pas venir me perturber trop souvent dans mes travaux pendant ces années de thèse, en dépit de mes nombreuses invitations, sa dévotion allant jusqu'à refuser obstinément de décrocher son téléphone quand il m'arrivait de l'appeler.

Sans oublier, pour honorer *in extremis* ceux qui ont réussi l'exploit de me faire rire dans les moments où c'était nécessaire, un grand merci à : Alexandre Astier, Pierre Desproges ainsi que le Dr. Sheldon Cooper et ses acolytes.



# Table des Matières

|   |           |
|---|-----------|
| <b>Introduction</b>   | <b>9</b>  |
| <b>Nomenclature</b>   | <b>13</b> |
| <br>  |           |
| <b>Chapitre 1 Peintures intumescentes et comportement sous hauts flux</b> | <b>17</b> |
| 1.1. Généralités sur les peintures intumescentes                          | 17        |
| 1.1.1. <i>Principe de la protection</i>                                   | 17        |
| 1.1.2. <i>Domaines d'application, fabrication, utilisation</i>            | 20        |
| 1.1.3. <i>Performances</i>  | 23        |
| 1.2. Agressions radiatives  | 25        |
| 1.2.1. <i>Les incendies</i>   | 26        |
| 1.2.2. <i>Les BLEVE</i>   | 43        |
| 1.2.3. <i>Les explosions nucléaires</i>                                   | 55        |
| 1.3. Expertise sous haut flux   | 60        |
| 1.3.1. <i>Le Four Solaire Principal</i>                                   | 60        |
| 1.3.2. <i>Résultats en simulation incendie</i>                            | 65        |
| 1.3.3. <i>Résultats en simulation BLEVE</i>                               | 69        |
| 1.3.4. <i>Résultats en simulation nucléaire</i>                           | 78        |
| 1.4. Bilan  | 79        |
| 1.5. Bibliographie  | 80        |
| <br>  |           |
| <b>Chapitre 2 Modélisation du comportement sous haut flux</b>             | <b>87</b> |
| 2.1. Modèle 1D  | 87        |
| 2.1.1. <i>Modélisation des pertes de masse</i>                            | 89        |
| 2.1.2. <i>Modélisation des frontières mobiles</i>                         | 92        |
| 2.1.3. <i>Modélisation des transferts thermiques</i>                      | 94        |
| 2.1.4. <i>Exemples de simulations</i>                                     | 97        |
| 2.2. Analyse de sensibilité du modèle 1D                                  | 105       |
| 2.2.1. <i>Méthode des plans d'expériences</i>                             | 106       |
| 2.2.2. <i>Fonctions de sensibilité</i>                                    | 119       |
| 2.3. Modèle 2D  | 128       |
| 2.3.1. <i>Equations du modèle</i>   | 129       |
| 2.3.2. <i>Résolution par la méthode des éléments finis</i>                | 132       |
| 2.4. Exemples préliminaires d'application du modèle 2D                    | 134       |
| 2.4.1. <i>Plaque exposée à une distribution de flux gaussienne</i>        | 135       |
| 2.4.2. <i>Plaque inclinée</i>   | 137       |
| 2.5. Bilan  | 139       |
| 2.6. Bibliographie  | 140       |



|                   |  |            |
|-------------------|--|------------|
| <b>Chapitre 3</b> | <b>Identification paramétrique par méthodes périodiques</b>                          | <b>143</b> |
| 3.1.              | Principe et mise en œuvre des méthodes   | 144        |
| 3.1.1.            | <i>Modélisation des transferts en régime périodique</i>                              | 145        |
| 3.1.2.            | <i>Algorithme à détection synchrone</i>  | 150        |
| 3.2.              | Exemple du calcul du déphasage théorique   | 151        |
| 3.2.1.            | <i>Modélisation 1D</i>   | 151        |
| 3.2.2.            | <i>Modélisation 2D axisymétrique</i>   | 154        |
| 3.2.3.            | <i>Modélisation 3D</i>   | 157        |
| 3.3.              | Illustration de la démarche d'identification   | 162        |
| 3.3.1.            | <i>Analyse de sensibilité du modèle</i>  | 164        |
| 3.3.2.            | <i>Description du banc de mesure</i>   | 169        |
| 3.3.3.            | <i>Validation sur matériau de référence</i>  | 171        |
| 3.3.4.            | <i>Exemple d'essai sur matériau orthotrope</i>                                       | 173        |
| 3.4.              | Identification de la diffusivité thermique de la peinture vierge                     | 176        |
| 3.4.1.            | <i>Résultats expérimentaux</i>   | 177        |
| 3.4.2.            | <i>Résultats de la démarche d'identification</i>                                     | 180        |
| 3.5.              | Identification de la diffusivité thermique de la couche carbonneuse                  | 182        |
| 3.5.1.            | <i>Réalisation de l'échantillon</i>  | 182        |
| 3.5.2.            | <i>Modélisation de la propagation d'une onde thermique dans un bicouche</i>          | 185        |
| 3.5.3.            | <i>Dispositifs expérimentaux utilisés</i>  | 189        |
| 3.5.4.            | <i>Validation de la démarche au Four Solaire Principal sur matériau de référence</i> | 189        |
| 3.5.5.            | <i>Validation de la démarche au four à lampe sur matériaux de référence</i>          | 196        |
| 3.6.              | Bilan  | 200        |
| 3.7.              | Bibliographie  | 201        |
| <br>              |  |            |
| <b>Chapitre 4</b> | <b>Identification paramétrique par la méthode du gradient conjugué</b>               | <b>205</b> |
| 4.1.              | Modification du modèle 1D  | 207        |
| 4.1.1.            | <i>Transformation de Landau</i>  | 207        |
| 4.1.2.            | <i>Résolution d'un problème exact</i>  | 208        |
| 4.2.              | Méthode du gradient conjugué   | 217        |
| 4.2.1.            | <i>Formulation dans le cadre du problème exact</i>                                   | 217        |
| 4.3.              | Campagne expérimentale au Four Solaire Principal                                     | 228        |
| 4.4.              | Méthode du gradient conjugué – cas réel  | 229        |
| 4.4.1.            | <i>Résolution du problème direct transformé</i>                                      | 230        |
| 4.4.2.            | <i>Résolution du problème de sensibilité transformé</i>                              | 233        |
| 4.4.3.            | <i>Résolution du problème adjoint</i>  | 234        |
| 4.5.              | Bilan  | 236        |
| 4.6.              | Bibliographie  | 237        |
| <br>              |  |            |
| <b>Conclusion</b> |  | <b>239</b> |

## **Introduction**

Cette thèse est le fruit d'un travail effectué au sein du laboratoire Expertise Hauts Flux de la Délégation Générale pour l'Armement sur le thème des peintures intumescentes. Elle répond à un besoin exprimé par le Ministère de la Défense concernant la problématique de la protection des personnels et du matériel militaire contre les agressions thermiques en conditions de combat. Elle s'est déroulée successivement dans le cadre de deux Plans d'Etude Amont de la DGA :

- le PEA FOV (Fédération des Outils de Vulnérabilité)
- le PEA SM (Sécurisation des Munitions)

L'utilisation des peintures intumescentes est particulièrement répandue dans le secteur civil, notamment dans les dispositifs de protection incendie des bâtiments. Ces peintures, qui ont la propriété de gonfler lorsqu'elles sont exposées à une forte chaleur, présentent en effet l'avantage de fournir une protection thermique efficace aux éléments sur lesquels elles sont appliquées. Elles sont de plus capables, une fois appliquées, de conserver durablement leurs propriétés esthétiques jusqu'à un éventuel incendie.

Les travaux menés lors de ce doctorat ont pour objectifs principaux d'évaluer la pertinence de l'emploi de peintures intumescentes dans un contexte militaire, de développer un modèle de comportement de ces matériaux sous agression thermique et de mettre au point des protocoles permettant d'identifier certaines propriétés thermiques des revêtements intumescents. Ils ont été réalisés en majeure partie grâce aux installations du laboratoire EHF d'Odeillo dans les Pyrénées Orientales. Ce centre, qui dépend du département Lasers Optique et Thermo-optique (LOT) lui-même appartenant au pôle Capteurs, Guidage et Navigation (CGN), dispose d'un moyen d'essai unique : le Four Solaire Principal.



Cette installation fut développée après la seconde guerre mondiale avec la vocation originelle de simuler les effets thermiques d'armes nucléaires et d'étudier le comportement de divers matériaux face à ces agressions. Si la composante nucléaire de l'installation est toujours en activité actuellement, le Four Solaire Principal est également utilisé pour des applications plus variées, principalement en rapport avec le comportement de matériaux soumis à des flux thermiques intenses.

L'étude du comportement des peintures intumescents bénéficie naturellement des capacités expérimentales du Four Solaire Principal, premièrement en tant que moyen de simulation de flux thermiques représentatifs d'une agression typique du champ de bataille (incendie, explosion...), mais également, pour la première fois de son histoire, comme source de signal périodique pour l'identification de paramètres thermiques, notamment grâce au dispositif d'atténuation permettant de moduler le flux radiatif imposé à la cible en fonction du temps. Les travaux présentés dans cette thèse s'organisent selon le plan suivant :

- Le **premier chapitre** « Peintures intumescents et comportement sous haut flux » propose une introduction à la problématique de la protection contre les agressions thermiques et une présentation des revêtements intumescents à

travers leurs caractéristiques, leur mode de fonctionnement et leurs performances dans diverses conditions. Des exemples de leurs différents usages actuels dans les secteurs civil et militaire sont donnés. Les différents types d'agressions étudiées sont présentés (incendies, BLEVE, explosions nucléaires), ainsi que les flux thermiques qui y sont associés. Les caractéristiques techniques du Four Solaire Principal sont détaillées ainsi que le protocole expérimental utilisé pour tester l'effet des agressions thermiques sur des échantillons revêtus de peinture intumescente. Les résultats de ces essais sont présentés, et l'efficacité de la protection fournie par les peintures intumescentes dans les configurations testées est discutée.

- Le **deuxième chapitre** « Modélisation du comportement sous haut flux » présente l'ensemble des démarches entreprises pour mettre au point et valider un modèle mathématique capable de décrire le comportement d'un matériau intumescent soumis à un flux thermique. La mise en équations des phénomènes physico-chimiques intervenant lors du processus d'intumescence est abordée, et l'approche de la modélisation adoptée est comparée aux principaux travaux réalisés précédemment sur cette problématique. Les résultats de simulations numériques sont présentés et discutés, leur comparaison avec les données expérimentales recueillies dans des configurations typiques permet de valider la structure du modèle. Une analyse de sensibilité complète est réalisée, basée sur la méthode des plans d'expériences numériques et complétée par le calcul des fonctions de sensibilité du modèle aux principaux paramètres d'entrée. Les résultats de cette étude de sensibilité permettent de désigner les propriétés thermophysiques de la peinture intumescente (paramètres « clés ») dont les incertitudes influencent particulièrement les résultats du modèle.
- Le **troisième chapitre** « Identification paramétrique par méthodes périodiques » porte sur l'ensemble des protocoles mis en œuvre pour identifier certains paramètres « clés » désignés par l'étude de sensibilité réalisée au chapitre précédent : les diffusivités thermiques de la peinture intumescente vierge et de la couche carbonneuse obtenue en fin de réaction. Différentes techniques

d'identification par méthodes périodiques sont présentées, trois modèles mathématiques décrivant la propagation d'une onde thermique dans un matériau sont détaillés, ainsi que les méthodes employées pour calculer le déphasage théorique entre la sollicitation et la réponse thermique de l'échantillon. Un exemple complet d'identification sur matériau de référence est présenté, puis les dispositifs expérimentaux utilisés pour mesurer les déphasages sur des échantillons de peinture intumescence sont exposés et validés sur des matériaux isolants de référence. Les démarches d'identification des diffusivités thermiques de la peinture vierge et de la couche carbonneuse sont détaillées, et leurs résultats sont mis en rapport avec les valeurs connues d'autres matériaux isolants.

- Le **quatrième et dernier chapitre** « Identification paramétrique par la méthode du gradient conjugué » présente les démarches entreprises pour mettre au point un protocole d'identification de la conductivité thermique non linéaire de la couche réactive de peinture intumescence. La méthode du gradient conjugué employée ici est particulièrement adaptée à l'identification d'un grand nombre de paramètres, ou dans le cas présent à l'identification des nombreuses valeurs prises par un paramètre thermo dépendant lors d'une réaction d'intumescence. Une étude préliminaire, impliquant un modèle simplifié basé sur un système d'équations admettant des solutions exactes, est réalisée afin de démontrer la validité de la démarche. Pour faciliter la mise en œuvre de cette méthode, la transformation de Landau est appliquée au modèle, ce qui permet de s'affranchir des frontières mobiles, dont le déplacement complique considérablement la résolution du problème de sensibilité. Les essais au Four Solaire Principal réalisés pour obtenir les valeurs expérimentales nécessaires à l'application de la méthode du gradient conjugué sont présentés, ainsi que les critères choisis pour déterminer la période d'existence de la couche réactive lors d'une réaction d'intumescence.

Enfin, une conclusion dresse le bilan des travaux réalisés lors de cette thèse et des résultats obtenus. Elle est complétée par un paragraphe présentant les perspectives ouvertes par cette étude.

## Nomenclature

|                               |   |  |
|-------------------------------|---|--|
| $\lambda_i$ :                 | conductivité thermique du matériau $i$              | [W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> ]        |
| $\lambda_j$ :                 | conductivité thermique dans la direction $j$        | [W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> ]        |
| $\vec{\lambda}$ :             | tenseur de conductivités thermiques                 | [W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> ]        |
| $\vec{\lambda}$ :             | vecteur de conductivité thermique thermo dépendante | [W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> ]        |
| $\vec{a}$ :                   | tenseur de diffusivités thermiques                  | [m <sup>2</sup> .s <sup>-1</sup> ]           |
| $\rho_i$ :                    | masse volumique du matériau $i$                     | [kg.m <sup>-3</sup> ]                        |
| $C_i$ :                       | chaleur spécifique du matériau $i$                  | [J.kg <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> ]       |
| $a_j$ :                       | diffusivité thermique dans la direction $j$         | [m <sup>2</sup> .s <sup>-1</sup> ]           |
| $Bi$ :                        | nombre de Biot                                      | Sans unité                                   |
| $\kappa$ :                    | coefficient cinétique                               | [s <sup>-1</sup> ]                           |
| $A$ :                         | facteur pré exponentiel                             | [s <sup>-1</sup> ]                           |
| $E$ :                         | énergie d'activation                                | [J.mol <sup>-1</sup> ]                       |
| $R$ :                         | constante des gaz parfaits                          | [8,32 J.mol <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> ] |
| $\vec{V}_a(t) = \dot{f}(t)$ : | vitesse d'ablation du front de pyrolyse             | [m.s <sup>-1</sup> ]                         |
| $\vec{V}_g(t) = \dot{g}(t)$ : | vitesse de gonflement du front d'intumescence       | [m.s <sup>-1</sup> ]                         |
| $f(t)$ :                      | position du front de pyrolyse                       | [m]  |
| $g(t)$ :                      | position du front d'intumescence                    | [m]  |
| $k_g$ :                       | coefficient de gonflement                           | Sans unité                                   |
| $H_p$ :                       | enthalpie de la réaction de pyrolyse                | [J.kg <sup>-1</sup> ]                        |
| $\theta_v$ :                  | température seuil de la réaction de pyrolyse        | [K]  |
| $\theta_{char}$ :             | température d'apparition de la couche carbonneuse   | [K]  |
| $m$ :                         | masse   | [kg]   |
| $\dot{m}$ :                   | débit massique                                      | [kg.s <sup>-1</sup> ]                        |

|                             |   |   |
|-----------------------------|---|---|
| $\dot{m}''$ :               | débit massique surfacique                     | [kg.m <sup>-2</sup> .s <sup>-1</sup> ]                      |
| $\theta(x, t)$ :            | température au point $x$ à l'instant $t$      | [K]   |
| $\Delta x$ :                | pas d'espace                                  | [m]   |
| $\Delta t$ :                | pas de temps                                  | [s]   |
| $F_i$ :                     | coefficient de Fourier du matériau $i$        | Sans unité  |
| $L$ :                       | demi-longueur de l'échantillon                | [m]   |
| $\varphi_0$ :               | pouvoir émissif de la flamme                  | [W.m <sup>-2</sup> ]  |
| $\varphi_{\max}$ :          | pouvoir émissif maximum de la flamme          | [W.m <sup>-2</sup> ]  |
| $\varphi_{\text{fumées}}$ : | pouvoir émissif des fumées                    | [W.m <sup>-2</sup> ]  |
| $\varphi_{\text{reçu}}$ :   | flux reçu par la cible                        | [W.m <sup>-2</sup> ]  |
| $\eta_r$ :                  | fraction radiative                            | Sans unité  |
| $S_f$ :                     | surface de la flamme                          | [m <sup>2</sup> ]   |
| $\phi_{\text{comb}}$ :      | puissance thermique libérée par la combustion | [W]   |
| $\Delta H_c$ :              | chaleur massique de combustion                | [J.kg <sup>-1</sup> ]                                       |
| $f_{i \rightarrow j}$ :     | facteur de forme                              | Sans unité  |
| $f_{\max}$ :                | facteur de forme maximal                      | Sans unité  |
| $\tau$ :                    | facteur de transmission atmosphérique         | Sans unité  |
| $T_f$ :                     | température de la flamme                      | [K]   |
| $T_a$ :                     | température de l'ambiance                     | [K]   |
| $D$ :                       | diamètre du feu                               | [m]   |
| $\sigma$ :                  | constante de Stefan-Boltzmann                 | [5,67.10 <sup>-8</sup> W.m <sup>-2</sup> .K <sup>-4</sup> ] |
| $\varepsilon$ :             | émissivité                                    | Sans unité  |
| $\alpha$ :                  | absorptivité                                  | Sans unité  |
| $h$ :                       | coefficient d'échange convectif               | [W.m <sup>-2</sup> .K <sup>-1</sup> ]                       |
| $\Phi(x, t)$ :              | flux incident                                 | [W.m <sup>-2</sup> ]  |

|                                 |   |  |
|---------------------------------|---|--|
| $\theta_{ext}$ :                | température extérieure                            | [K]  |
| $\theta_{continue}$ :           | composante continue de la température             | [K]  |
| $\theta_{périodique}$ :         | composante périodique de la température           | [K]  |
| $f$ :                           | fréquence du signal périodique                    | [Hz]   |
| $\omega$ :                      | pulsation du signal périodique                    | [Hz]   |
| $\mu$ :                         | longueur de diffusion                             | [m]  |
| $\varphi$ :                     | déphasage du signal périodique                    | [rad]  |
| $J_0$ :                         | fonction de Bessel d'ordre 0                      | Sans unité   |
| $J_1$ :                         | fonction de Bessel d'ordre 1                      | Sans unité   |
| $\tau(\omega_x, \omega_y, z)$ : | transformée de Fourier de la température complexe | [K.m <sup>2</sup> ]                                |
| $\Phi(\omega_x, \omega_y)$ :    | transformée de Fourier du flux incident           | [W]  |
| $X$ :                           | variable d'espace multidimensionnelle             | [m]  |
| $T$ :                           | domaine temporel                                  | [s]  |
| $t_f$ :                         | temps final                                       | [s]  |
| $s_j$ :                         | fonction chapeau $j$                              | Sans unité   |
| $\hat{\theta}(t)$ :             | température mesurée                               | [K]  |
| $J(\bar{\lambda})$ :            | fonctionnelle de température à minimiser          | [K <sup>2</sup> .s]                                |
| $\gamma_n$ :                    | profondeur de descente                            | Sans unité   |
| $\bar{d}^n$ :                   | direction de descente                             | Sans unité   |
| $\nabla J$ :                    | gradient de la fonctionnelle $J$                  | [K.s]  |
| $\psi(x, t)$ :                  | multiplicateur de Lagrange                        | [K <sup>2</sup> .W <sup>-1</sup> .m <sup>3</sup> ] |
| $Y$ :                           | puissance d'une bombe nucléaire ( <i>Yield</i> ). | [Mt]   |
| $t_{max}$ :                     | instant du pic de flux d'une explosion nucléaire  | [s]  |





# **1. Peintures intumescentes et comportement sous haut flux**

## **1.1. Généralités sur les peintures intumescentes**

Les peintures intumescentes sont des revêtements de protection présentant la propriété de gonfler lorsqu'ils sont soumis à une agression thermique importante [Gillet et al., 2007]. Ce comportement spécifique les destine à des applications diverses, qui vont de la protection incendie (structures métalliques, huisseries, cloisons, armoires électriques, etc.) au secteur militaire, où les performances des peintures intumescentes permettent d'envisager la protection de matériels employés au combat contre des agressions spécifiques. On peut aussi noter diverses applications dans le domaine du textile.

### **1.1.1. Principe de la protection**

La protection des biens et des personnes contre les dangers du feu est une préoccupation cruciale présente dans de nombreux secteurs, tant civils que militaires. Dans le secteur civil, lorsque les mesures de prévention visant à empêcher un accident tel qu'un incendie ou une explosion sont insuffisantes, inefficaces ou mal adaptées et qu'un incident survient, des dispositifs de protection doivent être mis en œuvre pour minimiser les dégâts matériels et les pertes humaines. On différencie en règle générale les mesures de protection actives et passives [Barber, 1996] :

- La protection incendie active consiste à mettre en place des dispositifs qui se déclenchent lorsque la température s'élève ou lorsqu'une fumée est détectée, et contribuent soit à éteindre l'incendie (systèmes d'arrosage automatique [Boulet et al., 2006], extracteurs de fumée, etc.) soit à alerter les personnes présentes (systèmes d'alarme).
- La protection passive consiste à appliquer un revêtement approprié sur les structures à protéger (béton, plâtre, mortier de perlite ou vermiculite, peinture intumescence, etc.), ainsi qu'à adopter des dispositions particulières de construction des locaux : cloisonnement, pressurisation de cages d'ascenseurs, portes coupe-feu, etc.

La combinaison de plusieurs de ces dispositifs permet d'obtenir une sécurité incendie satisfaisante en optimisant les conditions d'évacuation des occupants et l'intervention

des secours et en limitant la propagation du feu. Les méthodes employées dans le cadre militaire [Sorathia et al., 2001], [McGeorge et Høyning, 2002] sont pour la plupart basées sur les mêmes principes, avec toutefois une exigence supplémentaire d'adaptation aux conditions de combat. En effet, l'armée fait appel à des matériels spécifiques (véhicules, armes et munitions, tenues de combat, ...) pouvant être exposés à des agressions non triviales (engins incendiaires, explosions à forts effets thermiques, ...). Dans ce contexte, les peintures intumescentes sont amenées à prendre une part importante dans les mesures de protection passives mises en œuvre sur le champ de bataille. Il est par conséquent nécessaire d'établir si leurs performances sont adaptées aux exigences militaires, ce qui passe dans un premier temps par une étude du mécanisme réactionnel d'intumescence. Ce processus, qui met en jeu des réactions chimiques complexes, dépend très fortement de la composition des peintures, qui varie elle-même d'un fabricant à un autre. Il est cependant reconnu que la composition globale d'une peinture intumescente typique fait intervenir les trois éléments suivants, liés entre eux par une matrice polymère [Duquesne et al., 2004] :

- une source acide, par exemple le polyphosphate d'ammonium,
- une source carbone, par exemple le pentaerythritol,
- un agent de gonflement, par exemple la mélamine.

La réaction d'intumescence est elle-même extrêmement délicate à décrire précisément dans toute sa complexité physico-chimique, on peut cependant considérer le comportement suivant, sous un flux thermique soutenu [Di Blasi et Branca, 2001], [Reshetnikov et al., 1997] :

- La peinture absorbe une part importante de l'énergie qu'elle reçoit, ce qui se traduit par une élévation rapide et importante de sa température.
- Lorsque la partie exposée au flux atteint une température critique, sa pyrolyse commence et entraîne l'ablation du matériau. Cette réaction endothermique consomme une partie de l'énergie fournie par l'agression, ce qui contribue à réduire la quantité de chaleur transférée en direction du substrat. En outre, la réaction produit de la vapeur d'eau, qui refroidit la surface par convection en se dégageant de la zone de pyrolyse, et peut également agir comme écran entre la source du flux radiatif et la surface du revêtement.
- La zone de pyrolyse donne naissance à une couche réactive visqueuse. Les gaz produits par la pyrolyse forment des bulles qui grossissent et migrent vers la

surface exposée du revêtement en raison du gradient de viscosité engendré par son échauffement [Butler et al., 1995]. Le déplacement de ces bulles provoque le gonflement.

- En continuant à s'échauffer, la couche réactive se solidifie progressivement sous la forme d'un matériau charbonneux multicellulaire inerte. Le gonflement s'arrête lorsque la totalité du revêtement est carbonisé. Suivant le type de revêtement employé, la durée et l'intensité de l'agression, l'épaisseur de la couche charbonneuse peut atteindre cent fois celle de la couche de peinture originelle.

Dans la figure 1.1, les étapes principales de la réaction d'intumescence sont représentées schématiquement.

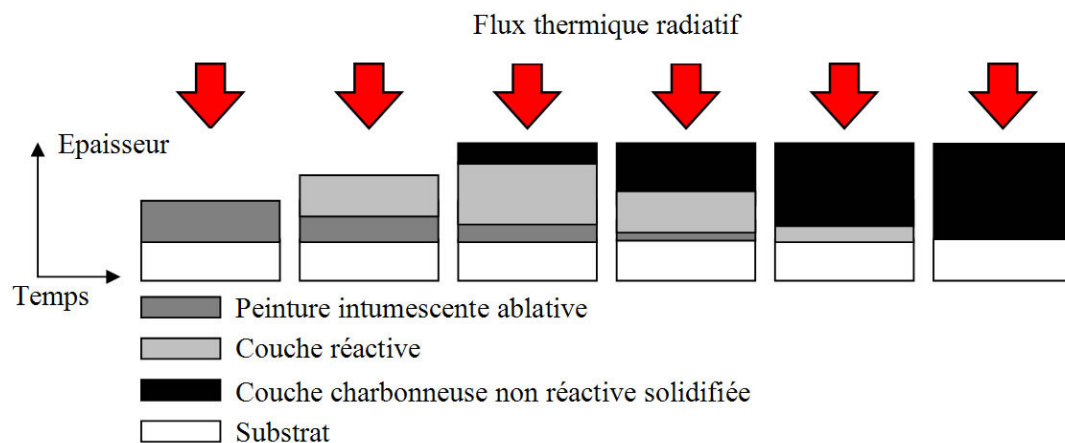
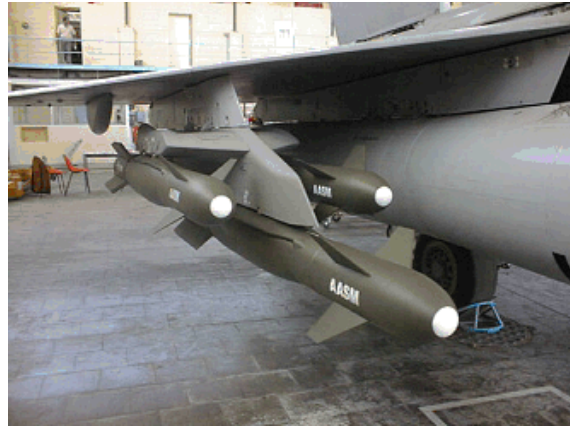


Figure 1.1 : étapes de la réaction d'intumescence

La faible conductivité thermique des revêtements intumescents (et plus particulièrement de l'épaisse couche charbonneuse), ainsi que l'importante quantité d'énergie consommée par les différentes réactions confèrent aux revêtements intumescents des propriétés d'isolation thermique particulièrement intéressantes dans de nombreux secteurs. Une étude de leurs domaines d'application, de leur mise au point et de leur usage général permet de préciser le contexte de mes travaux.

### **1.1.2. Domaines d'application, fabrication, utilisation**

Dans le cadre d'applications civiles, les peintures intumescentes sont essentiellement utilisées dans le secteur du bâtiment. Bien que polyvalentes, et pouvant être adaptées sur de nombreux types de supports (métaux, bois, plastiques, textiles, cartons, etc.), leur utilisation principale est la protection d'éléments de structures en acier [Bailey, 2004], en particulier les poutres qui composent les charpentes métalliques de certains immeubles. Il s'agit dans ce cadre d'améliorer la tenue au feu des éléments à protéger, sachant que la rigidité de l'acier diminue de façon très importante lorsqu'il atteint une température critique généralement estimée à 540°C. Les images de l'effondrement des tours jumelles du World Trade Center de New York, le 11 septembre 2001, constituent un témoignage particulièrement spectaculaire des conséquences que peut avoir un feu de kérosène sur l'architecture métallique d'un bâtiment de grande hauteur. Afin de se prémunir de ce type de menaces, l'utilisation de revêtements intumescents est particulièrement répandue dans les établissements recevant du public, on peut notamment citer des exemples aussi divers que le Théâtre national de Chaillot à Paris, le métro de Montréal, le parc Euro Disneyland, l'hôpital de la Timone à Marseille ou la centrale thermique de Luo Huang en Chine. Notons également l'utilisation de revêtements intumescents pour la protection de réservoirs contenant notamment des produits inflammables ou explosifs, susceptibles de réagir en atteignant une température critique [Shebeko et al., 2000]. Cette problématique rejoint une importante application militaire consistant à protéger des tubes d'armes ou des têtes explosives. La sécurisation des munitions utilisées par les forces armées est en effet une priorité dans le cadre de la prévention des risques liés aux incendies et aux explosions. De nombreux systèmes d'armes font appel à des éléments explosifs ou inflammables, et les conséquences d'un incendie dans un dépôt de munition peuvent être particulièrement dévastatrices. Ce fut notamment le cas en mars 2007 près de Maputo (Mozambique) où l'incendie de l'armurerie nationale a fait 83 morts et plus de 300 blessés parmi les employés du dépôt et les résidents du voisinage. Les principales sources de risques dans ce contexte sont les explosifs employés notamment dans les têtes de missiles, les bombes et les compositions pyrotechniques utilisées dans les propulseurs. L'armée française utilise des revêtements intumescents entre autres pour la protection des opercules de tuyères (figure 1.2a) des missiles AASM (Armement Air / Sol Modulaire, figures 1.2b et 1.3) qui équipent les avions Rafale Air et Marine et les avions Mirage 2000-D.



*Figure 1.2a : opercule de tuyère - AASM    Figure 1.2b : AASM sous l'aile d'un Rafale*



*Figure 1.3 : vue générale d'un missile AASM*

Les bombes CBEMS (Corps de Bombe à Effets Multiples Sécurisé, figure 1.4) qui sont entièrement revêtues de peinture, et les coques de manutention des missiles M51 sont d'autres exemples de l'emploi de revêtements intumescents pour la sécurisation de munitions.



*Figure 1.4 : CBEMS revêtu de peinture intumescente lors d'un essai de tenue au feu*

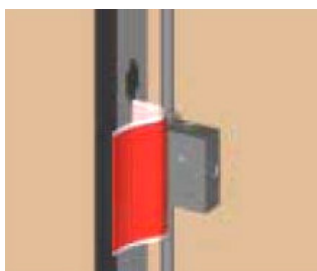
Il est important de préciser qu'une protection par revêtement intumescent est en réalité un système faisant généralement appel à trois éléments :

- un revêtement primaire dit « d'accroche » à appliquer directement sur la surface à protéger,
- une couche de peinture intumescente,
- une couche de finition inerte, dont l'aspect et la couleur peuvent être adaptés.

Ces éléments peuvent varier en fonction du type de matériau à traiter ou des exigences de tenue au feu. Suivant les fabricants et les types de peintures, l'application du revêtement peut se faire avec ou sans dilution préalable, à la brosse ou au pistolet, dans des conditions de température et d'humidité précises. Dans certains cas, des constituants de la peinture peuvent être livrés séparément afin de prolonger leur conservation. L'utilisateur doit alors effectuer le mélange en suivant les préconisations du fabricant avant d'appliquer le revêtement. Quel que soit le type de revêtement utilisé, son application doit être faite en conformité avec les indications présentes dans le procès verbal de tenue au feu ainsi que les documents techniques associés au produit. Précisons enfin que les protections intumescentes existent sous des formes très diverses (voir figure 1.5), telles que des joints à appliquer au pistolet, des colliers ajustables pour les canalisations, des bandes autocollantes (utilisés notamment pour la protection de boîtiers électriques) ou encore sous forme de patch.



*Collier intumescent*



*Patch intumescent*



*Bande autocollante*

*Figure 1.5 : différents conditionnements de revêtements intumescents*

### 1.1.3. Performances

Afin d'évoquer la notion de performance des revêtements intumescents, il est nécessaire de considérer les exigences réglementaires qui régissent le classement des matériaux et des éléments de construction utilisés dans le bâtiment. Il existe en France deux types de réglementations : la tenue au feu (ou encore résistance au feu) pour les éléments de construction et la réaction au feu pour les matériaux.

La résistance au feu des structures est évaluée selon trois critères, désignés d'après les réglementations européennes par un sigle :

- La stabilité au feu (R) : temps durant lequel la résistance mécanique sous charge est assurée.
- Le degré pare flammes (RE ou E) : temps pendant lequel l'étanchéité aux flammes, gaz chauds et toxiques est assurée sous charge.
- Le degré coupe feu (REI ou EI) : temps au bout duquel la surface opposée à l'exposition au feu atteint une température de 140°C en moyenne et 180°C ponctuellement.

Ainsi, suivant le type d'édifice considéré (entrepôt, bâtiments de bureaux, établissements recevant du public, logements, parcs de stationnement, etc.), des exigences réglementaires sont établies pour définir une résistance au feu adaptée. Par exemple, pour un « entrepôt soumis à autorisation » d'une hauteur supérieure à 12,50 m et dont les cellules ont une superficie supérieure à 3000 m<sup>2</sup>, la stabilité au feu exigée par l'arrêté du 5 août 2002 est d'une heure.

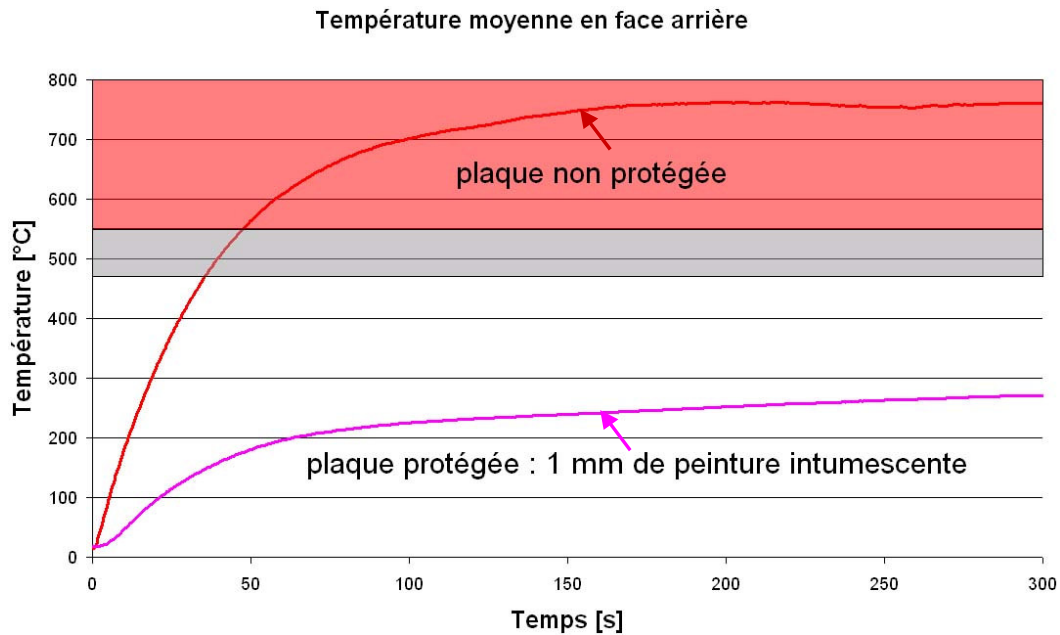
Les matériaux employés pour la construction sont soumis quant à eux à la classification de réaction au feu, qui décrit leur résistance à l'inflammation. On distingue actuellement en France cinq catégories de matériaux classés de M0 à M4, du moins inflammable (pierre, plâtre, béton armé, zinc, ...) au plus facilement inflammable (comme par exemple le bois, le plastique ou encore le carton). Une catégorie supplémentaire désigne les matériaux « incombustibles » dont le pouvoir calorifique est nul, comme l'acier. Cette classification est amenée à évoluer afin de se conformer aux normes européennes (A1, A2, B, C, D, E, F) [Eurocode 3, 2005]. Le classement d'un matériau spécifique dans l'une ou l'autre de ces catégories est déterminé par des essais expérimentaux de résistance à l'inflammation sous flux radiatif ou au brûleur électrique, ainsi que par



l'évaluation de son pouvoir calorifique supérieur (PCS), qui se définit de la façon suivante : « quantité d'énergie dégagée par la combustion complète d'une unité de combustible, la vapeur d'eau étant supposée condensée et la chaleur récupérée ».

Les essais de résistance au feu sont réalisés par des laboratoires agréés par le Ministère de l'Intérieur, dans des fours normalisés. Ces laboratoires délivrent des procès verbaux de caractérisation où figurent des abaques définissant les épaisseurs de produit nécessaires en fonction des durées de stabilité au feu. A ce jour, seuls les produits testés et ayant un procès verbal délivré par ces laboratoires sont utilisables. L'ajout de peinture intumescente sur un matériau peut permettre de modifier son classement en améliorant sa réaction au feu. Des éléments à base de papier ou de carton peuvent ainsi voir leur classement passer de M4 à M1 lorsqu'ils sont munis d'un revêtement approprié. Pour les charpentes en acier, la peinture intumescente permet de garantir des temps de stabilité au feu pouvant atteindre plusieurs heures en fonction de l'épaisseur et du type de revêtement appliqué.

La figure 1.6 présente une comparaison des températures en face arrière de deux plaques d'acier de 2 mm d'épaisseur soumise au même flux thermique de  $170 \text{ kW.m}^{-2}$  pendant une durée de 300 secondes. La courbe bleue présente l'évolution de température d'une plaque protégée par une couche de peinture intumescente d'une épaisseur d'1 mm sur sa face exposée au flux, la courbe rouge correspond à une plaque nue. La région de couleur grise représentée sur ce graphe correspond à la zone de ruine de structures en acier, dont la température de rupture (qui dépend des éléments) est généralement comprise entre  $470^{\circ}\text{C}$  et  $550^{\circ}\text{C}$ . On constate que cette température limite est atteinte par la plaque non protégée au bout d'environ 50 secondes, alors que la plaque munie de peinture garde une température inférieure à  $300^{\circ}\text{C}$  tout au long du test. Notons qu'il s'agit là d'une illustration expérimentale de la performance d'une couche de peinture intumescente sur acier, et pas d'un essai réglementaire effectué dans les conditions normalisées prévues dans le cadre de la caractérisation de la résistance au feu des matériaux. Pour plus d'informations quant aux performances générales des peintures intumescentes, on pourra se référer à [Jimenez et al., 2006] [Bailey, 2004] [Gillet et al., 2007].



*Figure 1.6 : évolution de la température des deux plaques*

L'efficacité des revêtements intumescents dans de nombreuses applications, notamment le bâtiment, permet d'envisager leur utilisation dans les conditions extrêmes propres au contexte militaire. Afin d'évaluer la pertinence de leur emploi dans de telles circonstances, il est nécessaire d'étudier précisément les différents types d'agressions thermiques pouvant être rencontrées sur le champ de bataille.

## **1.2. Agressions radiatives**

Les agressions thermiques rencontrées sur un champ de bataille présentent des particularités inhérentes au contexte militaire. Les phénomènes susceptibles de se traduire par une agression thermique sont multiples, pouvant résulter de l'emploi d'une arme ou avoir des causes accidentelles. Les sources les plus communes d'agressions thermiques dans ce contexte sont les incendies et les explosions, ces dernières combinant des effets mécaniques de souffle et de surpression / dépression aux effets thermiques. Dans le cadre de l'étude de la protection de matériels militaires, on distingue les agressions longues (incendies) des agressions courtes (explosions).

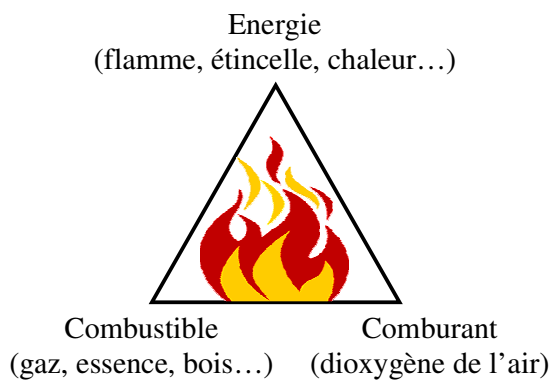
### 1.2.1. Les incendies

Un type d'incendie particulièrement redouté et fréquent dans le contexte militaire est le feu de nappe d'hydrocarbure (figure 1.7).

C'est précisément sur cet exemple que se base l'étude des agressions longues présentée ici. D'une manière générale, les éléments nécessaires à l'apparition de flammes sont schématisés sur la figure 1.8 par le triangle du feu.



*Figure 1.7 : feu de nappe d'hydrocarbure*



*Figure 1.8 : le triangle du feu*

Cette figure permet de représenter les trois éléments nécessaires à la naissance d'un feu : comburant, combustible et énergie d'activation. Dans le cas d'un feu de nappe type (figure 1.9), la nappe d'hydrocarbure émet une certaine quantité de vapeurs à une température donnée.

Cette émission de vapeurs conduit à la formation d'une zone riche en combustible au dessus de la nappe. Au fur et à mesure de son élévation, le combustible entraîne de l'air froid extérieur, le dioxygène qu'il contient jouant le rôle de comburant. Pour qu'une flamme apparaisse, le mélange comburant / combustible doit présenter une certaine concentration en combustible, dont les limites définissent le domaine d'inflammabilité du mélange.

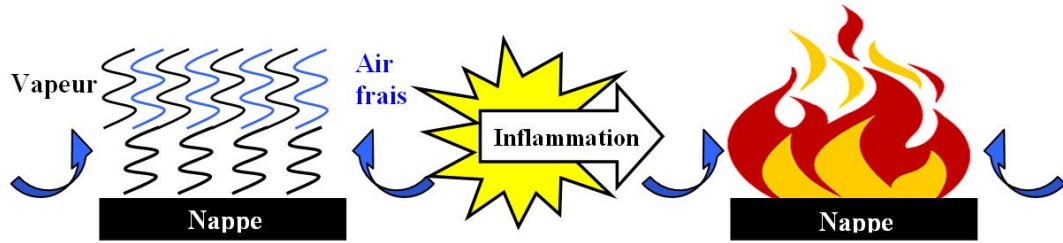


Figure 1.9 : déclenchement d'un feu de nappe

Un mélange se trouve sous sa limite inférieure d'inflammabilité si la concentration volumique de combustible est insuffisante, et à l'inverse il dépasse sa limite supérieure d'inflammabilité si la concentration de combustible est trop élevée et que le comburant en présence ne suffit pas à réaliser la combustion. Ces proportions sont variables selon les espèces chimiques mises en jeu et les conditions de température et de pression. On peut cependant donner l'exemple du mélange gaz naturel / air, à pression et température ambiantes, dont le domaine d'inflammabilité se situe entre 5 % et 15 % de concentration volumique de combustible. L'énergie d'activation peut quant à elle être apportée par une flamme déjà existante, une étincelle, ou simplement une température élevée du mélange comburant / combustible. Lorsque le combustible et l'air sont mélangés dans des proportions correspondant à leur domaine d'inflammabilité et qu'une énergie d'activation suffisante est apportée au mélange, les flammes apparaissent, et les gaz brûlés sont évacués vers le haut tout en continuant à entraîner l'air ambiant. L'essentiel de l'air entraîné (environ 90 %) depuis la base de la flamme jusqu'à son sommet dilue les produits de la combustion tout en les refroidissant. La propension d'un liquide à émettre des vapeurs inflammables peut être reliée à la valeur du point éclair de la substance. Ainsi, certaines substances émettent suffisamment de vapeurs à température ambiante (cas de l'essence), d'autres (gasoil, fuel domestique) doivent être modérément réchauffés ; enfin pour ce qui concerne les fuels plus lourds, l'élévation de température doit généralement être importante. Il est également d'usage de parler de volatilité des substances en vue de caractériser leur propriété à émettre des vapeurs à une température donnée. Parallèlement, la quantité de vapeurs émises par un liquide est notamment fonction de l'élévation de la température à laquelle il est soumis. Pour une description complète des conditions d'inflammation d'un tel système, on peut se référer à [Law, 2006].

De façon quantitative, de tels feux se définissent entre autres par les dimensions et la géométrie de la flamme, ainsi que par son pouvoir émissif. Le pouvoir émissif d'une flamme, correspondant à la quantité de chaleur rayonnée par unité de surface de flamme et de temps, peut être modélisé selon différentes approches.

Ce paramètre peut être estimé par une approche énergétique simple en considérant la puissance surfacique rayonnée par la flamme comme une fraction de la puissance totale libérée par la combustion.

$$\varphi_0 = \frac{\eta_r \phi_{comb}}{S_f} = \frac{\eta_r \dot{m} \Delta H_c}{S_f} \quad [1.1]$$

avec :  $\varphi_0$  : pouvoir émissif de la flamme [ $\text{W.m}^{-2}$ ]  
 $\eta_r$  : fraction radiative  
 $S_f$  : surface de la flamme [ $\text{m}^2$ ]  
 $\phi_{comb}$  : puissance thermique libérée par la combustion [W]  
 $\dot{m}$  : débit massique de combustion [ $\text{kg.s}^{-1}$ ]  
 $\Delta H_c$  : chaleur massique de combustion [ $\text{J.kg}^{-1}$ ]

La fraction radiative  $\eta_r$  traduit la perte d'une partie de la chaleur de la flamme par convection ou conduction. Par ailleurs, ce paramètre prend également en compte l'influence de l'émissivité de la flamme et de l'écran au rayonnement que peuvent constituer les fumées. Il est clair que la fraction radiative est en général difficile à estimer et ce d'autant plus qu'elle varie en fonction du type de combustible et du diamètre de nappe considéré. L'étude de [Koseki, 2000] met en évidence une décroissance de  $\eta_r$  pour des hydrocarbures générant beaucoup de suies (kérosène, heptane, ...) lorsque les dimensions de la nappe augmentent. Cela s'explique par l'effet de blocage du rayonnement dû aux fumées dont la production augmente avec le diamètre du feu. Le pouvoir émissif d'une flamme peut également être évalué à partir de la loi de Stefan-Boltzmann :

$$\varphi_0 = \varepsilon \sigma (T_f^4 - T_a^4) \quad [1.2]$$

avec :  $\varepsilon$  : émissivité de la flamme  
 $\sigma$  : constante de Stefan-Boltzmann ( $5,67.10^{-8} \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-4}$ )  
 $T_f$  : température de la flamme [K]  
 $T_a$  : température de l'ambiance [K]

En pratique, cette formule s'avère souvent difficile à appliquer dans la mesure où :

- La température de la flamme est généralement difficile à déterminer, si ce n'est à l'aide de modèles de combustion complexes dédiés à cette problématique.
- La détermination de l'émissivité suppose de connaître la composition de la flamme (suies, dioxyde de carbone, vapeur d'eau, etc.)
- Les fumées issues de la combustion peuvent jouer un rôle d'écran, absorbant une partie du rayonnement de la flamme vers l'extérieur. A noter que ces fumées peuvent, dans certains cas, recouvrir la quasi-totalité de la flamme.

Une troisième méthode permet d'estimer directement le pouvoir émissif associé à des feux produisant des quantités importantes de suies, la corrélation de [Mudan et Croce, 1986] :

$$\varphi_0 = \varphi_{\max} e^{-SD} + \varphi_{\text{fumées}} (1 - e^{-SD}) \quad [1.3]$$

avec :  $\varphi_{\max}$  : pouvoir émissif maximum des parties lumineuses de la flamme [ $\text{W.m}^{-2}$ ]  
 $\varphi_{\text{fumées}}$  : pouvoir émissif des fumées [ $\text{W.m}^{-2}$ ]  
 $S$  : coefficient expérimental, égal à  $0,12 \text{ m}^{-1}$   
 $D$  : diamètre du feu [m]

On détermine expérimentalement d'après Mudan et Croce que  $\varphi_{\max} = 140 \text{ kW.m}^{-2}$  et  $\varphi_{\text{fumées}} = 20 \text{ kW.m}^{-2}$ . Une telle corrélation présente l'avantage de prendre en compte l'influence du diamètre du feu sur le comportement thermique de la flamme. En effet, pour les feux d'hydrocarbures générant beaucoup de suies, le pouvoir émissif est réduit par l'effet d'écran joué par les fumées. Un observateur est ainsi soumis de manière intermittente au rayonnement des parties lumineuses de la flamme et au rayonnement des fumées. Ainsi le terme  $e^{-SD}$  est représentatif de la fraction surfacique de la flamme

non recouverte de fumées. Cette corrélation, établie notamment à partir de feux de kérosène et de GPL, n'est adaptée qu'à des feux produisant des suies en quantité significative. La détermination du pouvoir émissif d'une flamme est primordiale pour l'évaluation des effets thermiques d'un feu sur une cible. Ce paramètre est cependant délicat à évaluer avec précision. Les différentes méthodes d'estimation évoquées précédemment doivent être considérées parallèlement à des résultats expérimentaux disponibles dans la littérature, on se référera notamment à [Tewarson, 2002], [Minzer et Eyre, 1982], [Koski, 1996].

Dans l'approche de modélisation dite « modèle de la flamme solide », la cible est supposée exposée au rayonnement d'une flamme de géométrie constante et de pouvoir émissif homogène. Le flux qu'elle reçoit est alors déterminé à partir de la formule suivante :

$$\varphi_{reçu} = f_{1 \rightarrow 2} \tau \varphi_0 \quad [1.4]$$

avec :  $\varphi_{reçu}$  : flux reçu par la cible [ $\text{W.m}^{-2}$ ]

$f$  : facteur de forme (voir ci après)

$\tau$  : facteur de transmission atmosphérique

Le facteur de transmission atmosphérique traduit le fait qu'une partie du rayonnement émis par la flamme est absorbée par l'atmosphère présente entre la surface radiante et la cible. Plusieurs corrélations théoriques permettent d'évaluer le paramètre  $\tau$ , en prenant en compte l'absorption du rayonnement infrarouge due au dioxyde de carbone et à la vapeur d'eau contenus dans l'atmosphère, ainsi que la diffraction par les poussières et les suies en suspension. On citera notamment les corrélations de [Lihou et Maund, 1982], [Lannoy, 1984] et [Brzustowski et Sommer, 1973]. Détaillons cette dernière corrélation, qui sera utilisée ultérieurement :

$$\tau = 0,79 \times (100/x)^{1/16} \times (30,5/r)^{1/16} \quad [1.5]$$

avec :  $x$  : distance de la cible à la source [m]

$r$  : humidité relative de l'air [%]

Le facteur de forme entre deux surfaces, également appelé facteur de vue géométrique, traduit la fraction ( $\phi_{i \rightarrow k}$ ) de l'énergie ( $\phi_i$ ) émise par une surface  $S_i$  et interceptée par une surface  $S_k$  :

$$f_{i \rightarrow k} = \frac{\phi_{i \rightarrow k}}{\phi_i} \quad [1.6]$$

Ce facteur purement géométrique ne dépend que de la disposition relative des deux surfaces ainsi que de leurs dimensions respectives. La détermination des  $f_{i \rightarrow k}$  se fait à l'aide des deux relations suivantes :

$$f_{i \rightarrow 1} + f_{i \rightarrow 2} + \dots + f_{i \rightarrow i} + \dots + f_{i \rightarrow k} = 1$$

$$S_i f_{i \rightarrow k} = S_k f_{k \rightarrow i}$$

En fonction des géométries et des dimensions respectives de la flamme et de la cible considérées, plusieurs formules analytiques permettent de calculer la valeur des facteurs de forme. Citons notamment l'approche de [Hamilton et Morgan, 1952] portant sur une flamme de géométrie cylindrique. Cette méthode propose de calculer les facteurs de forme correspondant à une cible élémentaire verticale et horizontale. Pour de faibles dimensions de la cible par rapport aux flammes, et étant donné que le rayonnement de la flamme est indépendant de la direction, il apparaît que le facteur de forme n'est autre que l'angle solide sous lequel la cible voit la flamme.

Considérons la géométrie suivante (figure 1.10) :

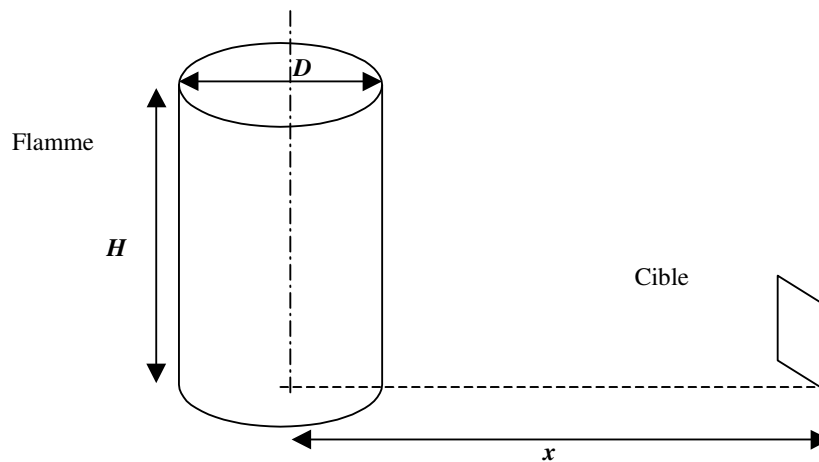


Figure 1.10 : géométrie considérée d'après [Hamilton et Morgan, 1952]



Définissons les grandeurs suivantes :

$$L = 2H / D \quad X = 2x / D$$

$$A = (X + 1)^2 + L^2 \quad B = (X - 1)^2 + L^2$$

Le calcul de  $f_{c \rightarrow v}$  (rapport de forme de la flamme à la cible verticale) conduit à :

$$f_{c \rightarrow v} = \frac{1}{\pi X} \operatorname{Arctan} \left( \frac{L}{\sqrt{X^2 - 1}} \right) + \frac{L}{\pi} \left[ \frac{(A - 2X)}{X \sqrt{AB}} \operatorname{Arctan} \sqrt{\frac{A(X - 1)}{B(X + 1)}} - \frac{1}{X} \operatorname{Arctan} \sqrt{\frac{X - 1}{X + 1}} \right] \quad [1.7]$$

Pour une cible horizontale, le calcul de  $f_{c \rightarrow h}$  conduit à :

$$f_{c \rightarrow h} = \frac{1}{\pi} \left[ \operatorname{Arctan} \left( \sqrt{\frac{X + 1}{X - 1}} \right) - \left( \frac{X^2 - 1 + L^2}{\sqrt{AB}} \right) \operatorname{Arctan} \left( \sqrt{\frac{(X - 1)A}{(X + 1)B}} \right) \right] \quad [1.8]$$

On peut en outre calculer le facteur de forme maximal pour une cible dont plusieurs faces (horizontales et verticales) sont exposées au flux :

$$f_{\max} = \sqrt{f_{c \rightarrow h}^2 + f_{c \rightarrow v}^2} \quad [1.9]$$

Notons également la méthode de [Sparrow et Cess, 1978] qui considèrent une surface rayonnante plane, en prenant en compte la géométrie suivante pour une cible verticale (figure 1.11).

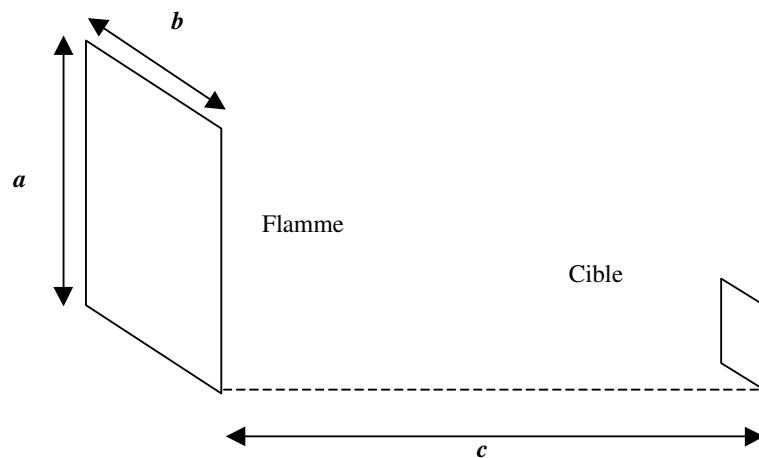


Figure 1.11 : géométrie considérée d'après [Sparrow et Cess, 1978]

On introduit les grandeurs suivantes :  $X = a/c$   $Y = b/c$

Le facteur de forme  $f_{c \rightarrow v}$  pour une cible verticale est alors donné par la formule suivante :

$$f_{c \rightarrow v} = \frac{1}{2\pi} \left[ \frac{X}{\sqrt{1+X^2}} \operatorname{Arctg} \left( \frac{Y}{\sqrt{1+X^2}} \right) + \frac{Y}{\sqrt{1+Y^2}} \operatorname{Arctg} \left( \frac{X}{\sqrt{1+Y^2}} \right) \right] \quad [1.10]$$

Dans le cas d'une cible horizontale, on considère en plus la grandeur :  $A = \frac{1}{\sqrt{X^2 + Y^2}}$

Le calcul du facteur de forme  $f_{c \rightarrow h}$  conduit alors à :

$$f_{c \rightarrow h} = \frac{1}{2\pi} \left[ \operatorname{Arctg} \frac{1}{Y} - A Y \operatorname{Arctg} A \right] \quad [1.11]$$

Le calcul du facteur de forme maximal pour une surface rayonnante plane est identique à ce qui est indiqué dans l'expression [1.9]. Ces facteurs de forme interviennent dans le calcul du flux reçu par une cible située à une distance donnée d'une flamme de géométrie connue, dans le cadre du modèle de la flamme solide [1.4].

Afin d'illustrer la mise en œuvre de cette approche, les calculs présentés par la suite sont basés sur l'utilisation de formules présentées précédemment :

- [1.3] pour le pouvoir émissif de la flamme,
- [1.5] pour le facteur de transmission atmosphérique,
- [1.7], [1.8] et [1.9] pour le facteur de forme, en considérant une flamme cylindrique,
- [1.4] pour le calcul du flux reçu par la cible.

L'étude de ces expressions montre que pour une humidité relative donnée (50 % dans ce cas), le flux reçu par la cible peut être exprimé en fonction de trois paramètres :

- $x$ , distance séparant la cible du centre de la nappe [m],
- $D$ , diamètre de la nappe, assimilé au diamètre de la base du cylindre [m],
- $H$ , hauteur des flammes, assimilée à la hauteur du cylindre [m].

Plusieurs formules permettent de corréler la hauteur des flammes  $H$  au diamètre de la nappe  $D$ , les références des corrélations les plus courantes sont résumées dans le tableau

1.1. Les domaines de validité de ces différentes corrélations varient en fonction de la géométrie et des dimensions de la nappe, ainsi que du type de combustible.

| <b>Validité</b>          |   |                         |                                     |
|--------------------------|---|-------------------------|-------------------------------------|
| <b>Références</b>        | <b>Dimensions<br/>[m]</b>   | <b>Combustible</b>      | <b>Remarques</b>                    |
| [Thomas, 1965]           | $3 < H/D < 10$  | Bois                    | Valide pour feux<br>d'hydrocarbures |
| [Moorhouse, 1982]        | $1 < H/D < 3$   | Gaz naturel<br>liquéfié | Nappes de grandes<br>dimensions     |
| [Zukoski, 1986]          | $0,1 < D < 0,5$   | Gaz naturel             |                                     |
| [Cox et Chitty,<br>1985] | $0,45 < D < 0,6$  | Gaz naturel             |                                     |
| [Heskestad, 1984]        | Large domaine de validité en termes de combustibles et de<br>dimensions |                         |                                     |

*Tableau 1.1 : corrélations usuelles pour le calcul du rapport  $H/D$*

Dans un souci de clarté, les résultats présentés par la suite illustrent deux cas précis :  $H = D$  et  $H = 1,7 D$  ; ce dernier cas correspondant à une valeur limite démontrée par [Hofmann, 1982], vers laquelle tendent les feux de nappes de kérosène, d'essence et de gazole de grandes dimensions.

Les valeurs de flux utilisées pour calculer le pouvoir émissif de la flamme selon l'équation [1.3] sont :  $\varphi_{\max} = 140 \text{ kW.m}^{-2}$  et  $\varphi_{\text{fumées}} = 20 \text{ kW.m}^{-2}$ .

La figure 1.12 présente le flux reçu par une cible en fonction de sa distance et du diamètre de la nappe pour le cas où  $D = H$  :

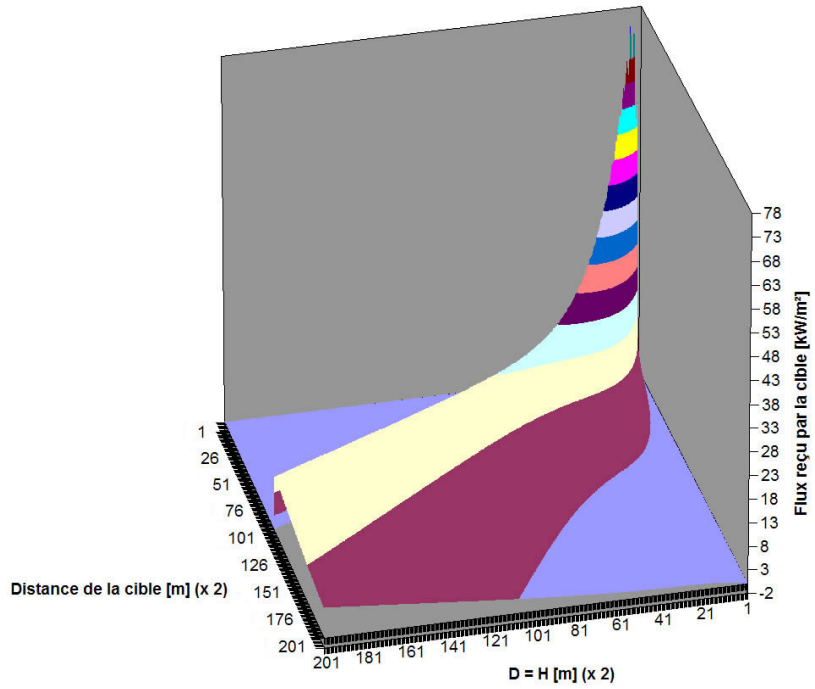


Figure 1.12 : flux reçu pour  $D = H$

La figure 1.13 présente les résultats obtenus pour un rapport  $H/D$  égal à 1,7 :

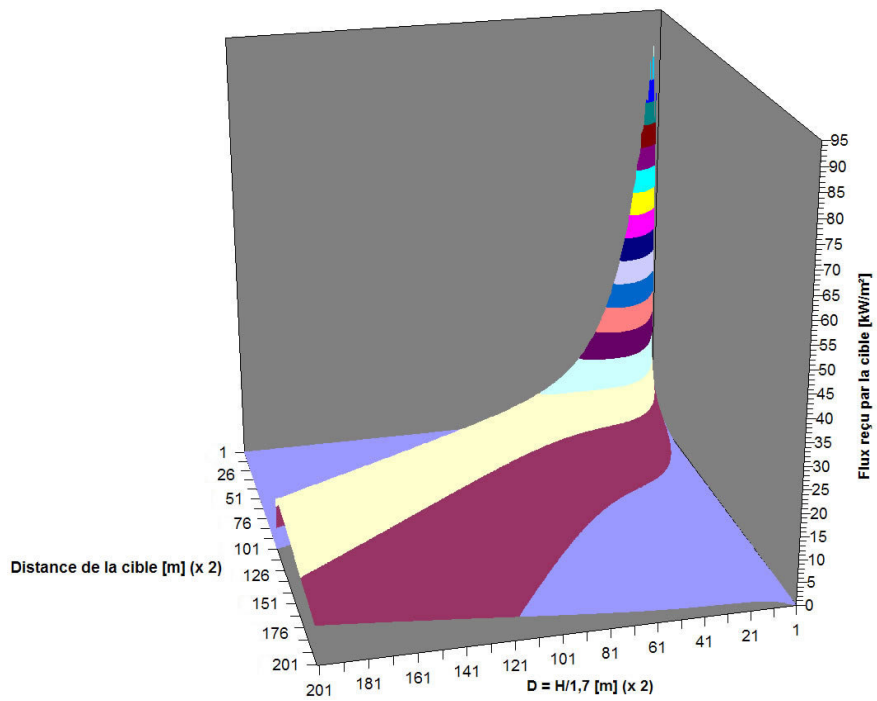


Figure 1.13 : flux reçu pour  $H = 1,7D$

Les dimensions considérées pour le diamètre de la nappe ainsi que pour la distance entre son centre et la cible sont de 0,5 à 100 mètres. Ainsi, la partie inférieure droite des figures 1.14 et 1.15 (respectivement pour  $H = D$  et  $H = 1,7 D$ ), qui correspond aux cas où la cible serait à l'intérieur des flammes (la distance étant inférieure au rayon de la nappe) ne représente aucune donnée de flux. Notons en outre que l'humidité relative considérée pour le calcul du facteur de transmission atmosphérique, grâce à la corrélation de [Brzustowski et Sommer, 1973], est de 50 %.

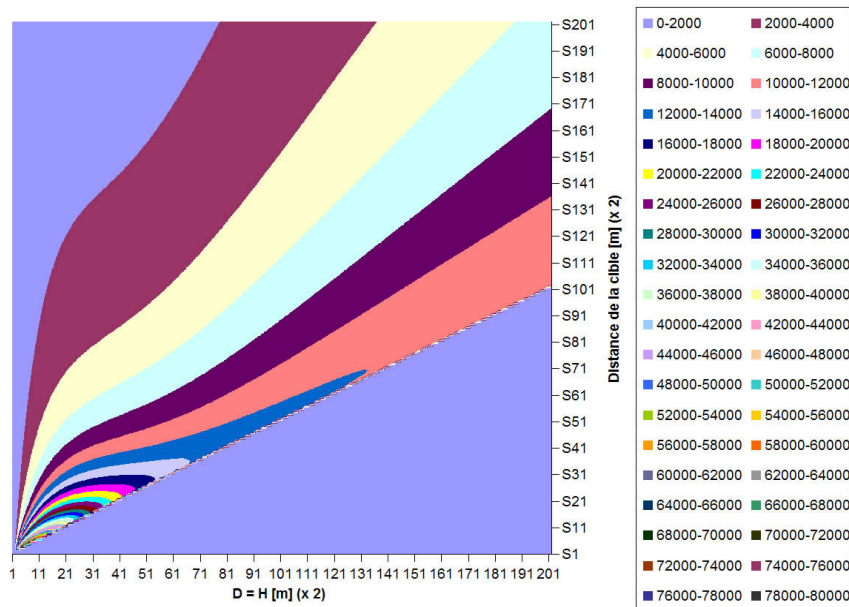


Figure 1.14 : flux reçu pour  $D = H$

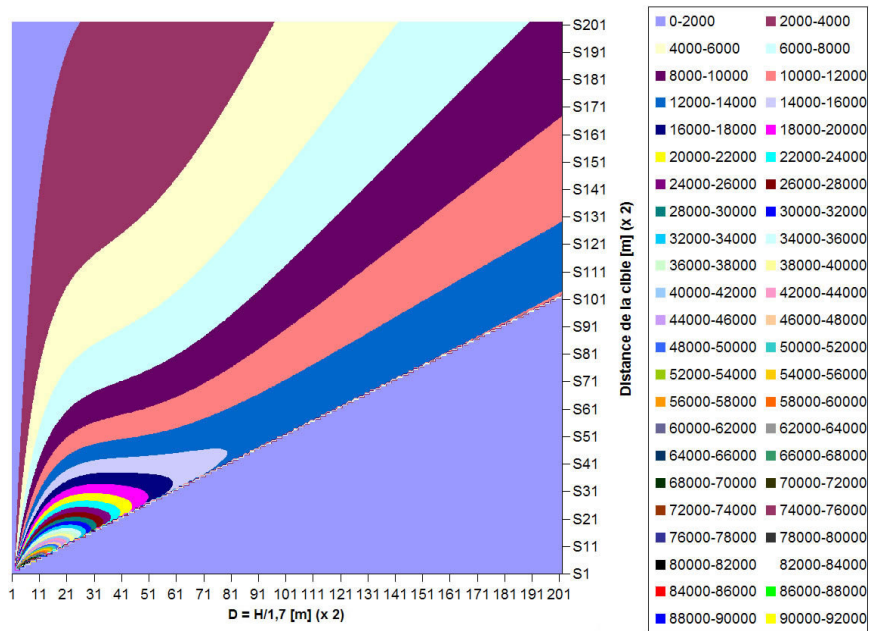


Figure 1.15 : flux reçu pour  $H = 1,7D$

Ces résultats montrent que dans le cas des feux de nappes, le flux subi par une cible décroît très rapidement lorsque celle-ci s'éloigne des flammes. On constate en outre que le flux maximal atteint dans les circonstances modélisées reste inférieur à  $100 \text{ kW.m}^{-2}$ . Notons toutefois pour relativiser cette valeur que les flammes issues d'un feu de nappe ne sont pas parmi les plus émissives, en raison de la forte quantité de fumées et de suies qu'elles contiennent, cet aspect étant pris en compte dans le modèle de la flamme solide (cf. équation [1.3] d'après [Mudan et Croce, 1990]).

En règle générale, quel que soit le type de feu considéré, l'évolution d'un incendie au cours du temps, entre son inflammation et son extinction, reste délicate à prévoir avec précision. Dans le cas d'un incendie de local, on peut cependant distinguer quatre phases :

- 1<sup>ère</sup> phase : le démarrage. Cette phase dépend fortement du type de combustible mis en jeu, de sa disposition géométrique, de la ventilation du lieu et du type de source d'allumage. Durant la phase de feu couvant, l'élévation de température est localisée au point d'ignition. Les premiers gaz et les fumées apparaissent.
- 2<sup>ème</sup> phase : le déclenchement. Au cours de cette phase, où le foyer est vif mais encore localisé, le rayonnement ou le contact des flammes atteint des matières proches, les gaz chauds se dégagent et emplissent le volume.

- 3<sup>ème</sup> phase : l'embrassement généralisé, ou *flash over*. Les gaz chauds accumulés portent les combustibles présents à leur température d'inflammation, et l'ensemble du volume s'embrase brutalement. Le flux rayonné par les flammes atteint sa valeur maximale. La présence de gaz inflammables peut également provoquer des déflagrations plus ou moins violentes.
- 4<sup>ème</sup> phase : la retombée du feu. Quand le combustible est consommé à 70 %, la température des gaz baisse. La violence de l'incendie décroît alors jusqu'à l'extinction des flammes.

La variation de température avec le temps lors d'un incendie est modélisée dans les exigences réglementaires actuelles par la courbe [Norme ISO 834, 1999], dite « d'incendie conventionnel ». Dans le cadre d'une procédure normalisée, cette courbe logarithmique sert de référence pour les essais de tenue au feu. La figure 1.16 présente un exemple de courbe ISO 834 :

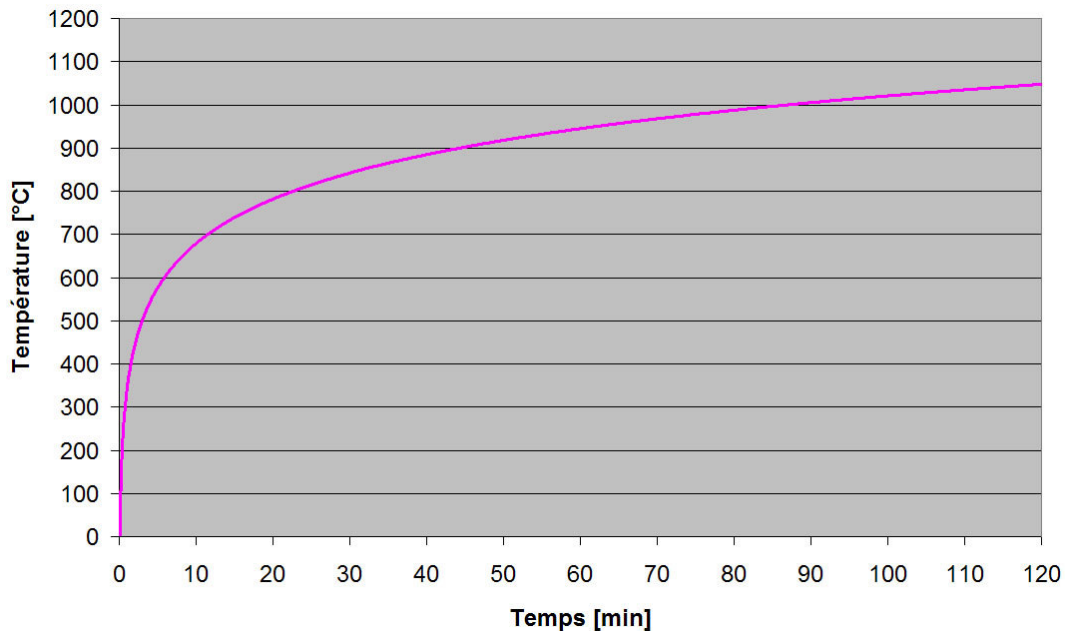


Figure 1.16 : exemple de courbe ISO 834

Cette courbe normalisée représente la température des gaz chauds produits par l'incendie pour un débit de combustible donné, et non pas la température de la flamme. Ainsi, lors d'un essai réalisé en laboratoire, l'élément testé doit se trouver en contact

avec un milieu gazeux dont la température suit l'évolution indiquée par la courbe. On constate que l'évolution de la courbe est perpétuellement croissante, ce qui n'est bien entendu pas représentatif d'un incendie réel, et conduit à surestimer l'intensité du feu simulé. Précisons que ce type d'essai, dont le but est d'estimer la stabilité au feu ou le degré coupe feu de certains produits ou éléments de construction, est réservé à quelques laboratoires agréés et soumis à un protocole spécifique qui n'a pas été rappelé ici.

| <b>Flux thermique</b>  | <b>Effets sur les structures</b>   | <b>Effets sur l'homme</b>   |
|------------------------|--|---|
| 3 kW.m <sup>-2</sup>   | Faible   | Seuil des effets irréversibles correspondant à la zone des dangers significatifs pour la vie humaine      |
| 5 kW.m <sup>-2</sup>   | Seuil de destruction significative de vitres   | Seuil des premiers effets létaux correspondant à la zone des dangers graves pour la vie humaine           |
| 8 kW.m <sup>-2</sup>   | Seuil des effets domino et correspondant au seuil des dégâts graves sur les structures   | Seuil des effets létaux significatifs correspondant à la zone des dangers très graves pour la vie humaine |
| 16 kW.m <sup>-2</sup>  | Seuil d'exposition prolongée des structures et correspondant au seuil des dégâts très graves sur les structures, hors structures béton |   |
| 20 kW.m <sup>-2</sup>  | Seuil de tenue du béton pendant plusieurs heures et correspondant au seuil des dégâts très graves sur les structures béton             |   |
| 200 kW.m <sup>-2</sup> | Seuil de ruine du béton en quelques dizaines de minutes  |   |

*Tableau 1.2 : seuils d'effets des flux thermiques générés par un incendie*



Afin de quantifier le potentiel de destruction d'un incendie, il est d'usage de considérer les distances d'effets, c'est-à-dire les distances auxquelles une cible exposée aux flammes reçoit un flux donné. Les valeurs significatives de flux retenues dans la plupart des cas correspondent aux valeurs de référence pour des seuils définis par l'arrêté ministériel du 22 octobre 2004 [Ministère de l'écologie et du développement durable, 2004] (tableau 1.2).

Le seuil de  $5 \text{ kW.m}^{-2}$ , désigné comme « seuil des premiers effets létaux », correspond à une probabilité de décès de 1 % pour un sujet exposé pendant une minute [Baker et al., 1983].

Il existe de nombreux codes de calcul permettant d'étudier les effets d'un feu sur une cible (ou un ensemble de cibles) à une distance donnée. Certains outils, développés spécifiquement pour modéliser les feux de forêts, prennent en compte des paramètres tels que les accidents du terrain, la vitesse du vent ou encore les éventuels obstacles [Karafyllidis et Thanailakis, 1997] [Zekri et al., 2005] [Porterie et al., 2005].

D'autres codes dédiés à la modélisation d'incendie dans des locaux, prennent en compte l'architecture des bâtiments, le type de matériaux utilisés ou encore les charges mécaniques subies par les structures. Le code FDS (Fire Dynamics Simulator) [McGrattan et al., 2000], polyvalent, peut notamment traiter les effets de flammes extérieures sur des bâtiments. Il fut utilisé pour modéliser les incendies des tours du World Trade Center de New York le 11 septembre 2001 [Rehm et al., 2002].

En ce qui concerne les feux de nappes, on peut citer le code FNAP (pour « Feux de Nappes ») développé par l'INERIS [Bernuchon, 2002]. Des démarches de validation, consistant dans la plupart des cas à comparer leurs résultats à des mesures expérimentales réalisées dans les conditions représentatives des calculs, ont été entreprises. Pour le code FNAP précédemment cité, la validation a été effectuée par comparaison des résultats à une série de mesures expérimentales [Cwiklinski, 1994] réalisées dans le cadre de tests d'extinction de feux de nappes. Lors de ces essais, un dispositif métrologique composé de fluxmètres et de thermocouples a permis d'établir les valeurs de flux reçu à différentes distances d'un feu d'éthanol. Les fluxmètres disposés tous les 5 mètres de part et d'autre du bidon contenant le combustible ont notamment fourni les mesures suivantes :

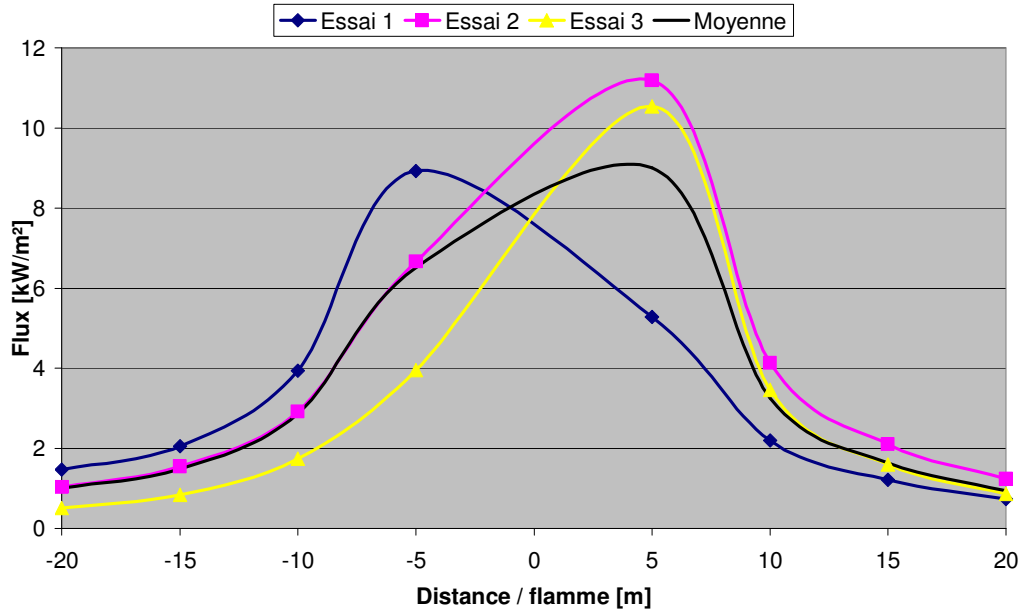


Figure 1.17 : flux thermique généré par un feu de nappe

L'importante dispersion des mesures entre les 3 essais est principalement due aux variations des conditions météorologiques dans lesquelles ils se sont déroulés. Un profil moyen est calculé pour les distances comprises entre 0 et 20 mètres en considérant la symétrie de la distribution. Il est alors possible de calculer à l'aide du code FNAP des profils théoriques afin de les comparer aux données expérimentales. Cette démarche permet en outre de mettre en évidence l'influence spécifique d'un paramètre de modélisation, dans ce cas précis l'humidité de l'air, qui intervient dans le calcul du facteur de transmission atmosphérique  $\tau$  (voir par exemple équation [1.5]). La figure 1.18 présente la comparaison entre les résultats expérimentaux et deux profils calculés, l'un en négligeant l'atténuation atmosphérique ( $\tau=1$ ), l'autre avec une humidité relative de  $r = 70 \%$ .

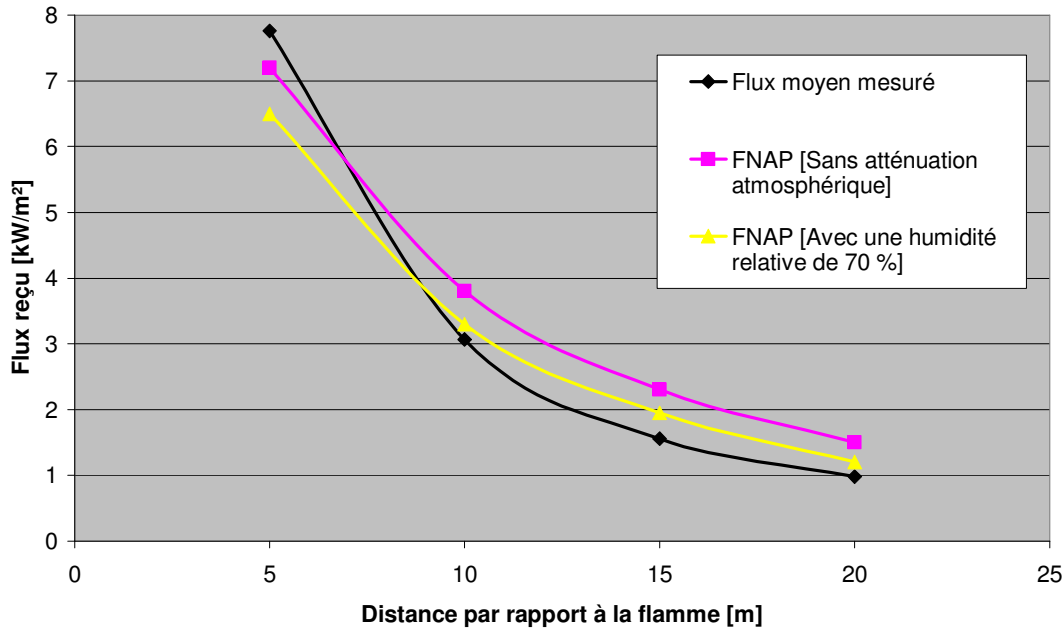


Figure 1.18 : flux calculés comparés aux flux mesurés

Cette figure permet de constater la pertinence des résultats obtenus par le code FNAP, leur ordre de grandeur étant comparable aux valeurs expérimentales. On remarque également la tendance majorante des résultats obtenus par FNAP, à l'exception d'un point en champ proche.

Une démarche similaire a notamment été mise en œuvre par [Muzy, 2004] pour valider un outil prédictif modélisant la propagation des feux de forêts. En ce qui concerne les feux de locaux, on peut citer les travaux de [Ayme et Joyeux, 2005], portant sur la modélisation d'incendie d'entrepôts couverts soumis à autorisation ou encore ceux de [Gautier et al., 1999] concernant la sécurité incendie de centrales nucléaires. Pour une vaste documentation au sujet des codes modélisant différents types d'incendies, on peut se référer à [Olenick et Carpenter, 2003], qui répertorie 168 modèles informatiques d'origines diverses.

Dans un souci d'exactitude, il convient de préciser que les effets non thermiques d'un incendie ne sont pas à négliger en matière de protection des biens et des personnes. La majorité des pertes humaines déplorées suite à des incendies est en effet due à l'inhalation par les victimes de produits toxiques contenus dans les fumées, notamment

lors de la combustion de matières plastiques. L'appauvrissement de l'atmosphère en oxygène, consommé par la réaction de combustion, peut causer l'asphyxie, et conduit également au phénomène de combustion incomplète et à l'apparition de monoxyde de carbone. La toxicité de ce gaz est telle qu'une concentration de 1 % dans l'atmosphère provoque la mort en une minute. Pour une documentation plus complète quant à l'apparition de gaz toxiques lors d'un incendie, on se référera à [Gann et al., 1994].

De même, si les incendies ou les agressions radiatives de durée relativement longue représentent une part importante des menaces présentes sur un champ de bataille, les agressions courtes telles que les explosions ne sont pas à négliger, et peuvent générer d'importants dégâts.

### **1.2.2. Les BLEVE**

Dans le cadre de l'étude d'agressions thermiques de courte durée, l'exemple du BLEVE (Boiling Liquid Expanding Vapour Explosion) est particulièrement représentatif. Il s'agit de l'explosion d'un réservoir pressurisé contenant un liquide dont la température est supérieure à sa température d'ébullition à pression ambiante. La perte de confinement du réservoir, provoquant la dépressurisation de son contenu, peut être occasionnée par un impact de balle, l'exposition à un incendie, l'usure du matériau ou la corrosion. Si le contenu du réservoir est un produit non inflammable, comme du dioxyde de carbone ou de l'oxygène liquide, le BLEVE se traduira par l'explosion du réservoir suivie d'une onde de choc. Cependant, pour des produits inflammables comme le butane ou le propane, l'explosion peut également donner naissance à une boule de feu. Un exemple typique de BLEVE est l'explosion du réservoir de GPL d'un véhicule, dont les conséquences sont potentiellement désastreuses.

Le phénomène de BLEVE a été étudié par Johnson & Pritchard [Johnson et Pritchard, 1990] puis Shield [Shield, 1993], qui propose de décomposer le processus en cinq étapes :

- Etape 1 (figure 1.19). C'est l'explosion du réservoir, étape lors de laquelle des fragments sont projetés. Une onde de surpression est générée par la

dépressurisation de la phase gazeuse du produit contenu dans le réservoir. Cette onde est suivie par une onde de dépression.

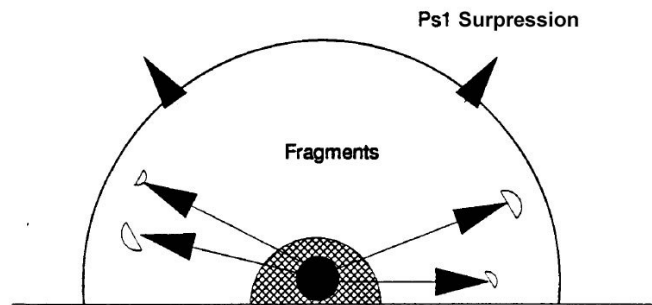


Figure 1.19 : première étape du phénomène de BLEVE

- Etape 2 (figure 1.20). Un nuage de gouttelettes est éjecté et s'étend en se mélangeant peu à l'air ambiant. La vaporisation se poursuit jusqu'à ce que la pression du nuage soit égale à la pression ambiante. Si la vitesse radiale d'expansion du nuage excède la vitesse locale du son dans la zone de dépression suivant l'onde de surpression engendrée par l'expansion de la phase vapeur (étape 1), une onde de choc due à l'évaporation instantanée du liquide peut se former et engendrer un état turbulent au sein du nuage.

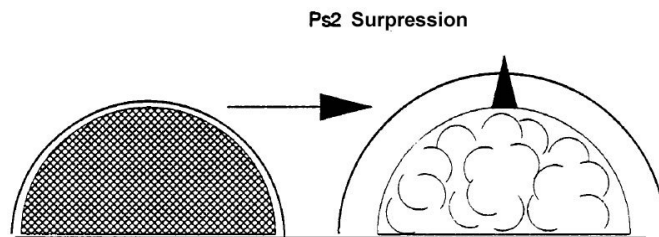
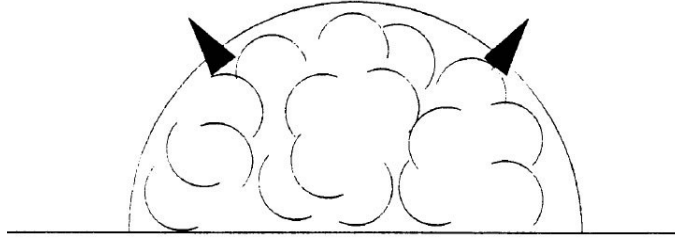


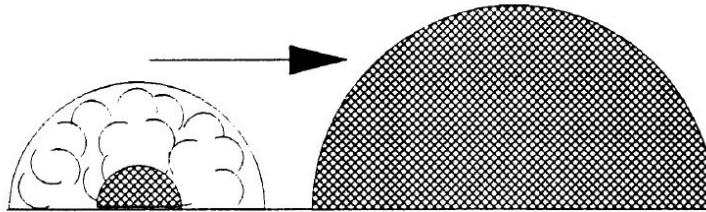
Figure 1.20 : deuxième étape du phénomène de BLEVE

- Etape 3 (figure 1.21). Les deux ondes de surpression successives ont quitté le nuage. Ce dernier continue de s'étendre du fait de sa quantité de mouvement radial, mais à une vitesse qui diminue alors que le mélange turbulent entraîne de plus en plus d'air.



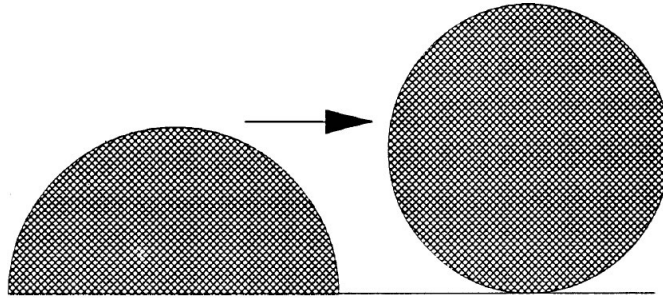
*Figure 1.21 : troisième étape du phénomène de BLEVE*

- Etape 4 (figure 1.22). L'inflammation se produit à proximité du centre du nuage, et une boule de feu se développe. L'expansion de la boule de feu s'arrête lorsque tout le nuage est enflammé. L'expansion du nuage en boule de feu engendre une onde de surpression, suivie d'une onde de dépression due à l'arrêt brutal de cette expansion. La vitesse d'expansion de la boule de feu est égale à la vitesse de propagation de la flamme dans le nuage turbulent. Dans la réalité, le nuage de vapeur peut s'enflammer durant chacune des quatre étapes précédentes, mais puisque de l'air doit être mélangé au nuage, il est probable que la combustion se produise principalement dans la périphérie du nuage, et les mécanismes d'expansion sont ainsi similaires, même si certaines étapes peuvent se chevaucher.



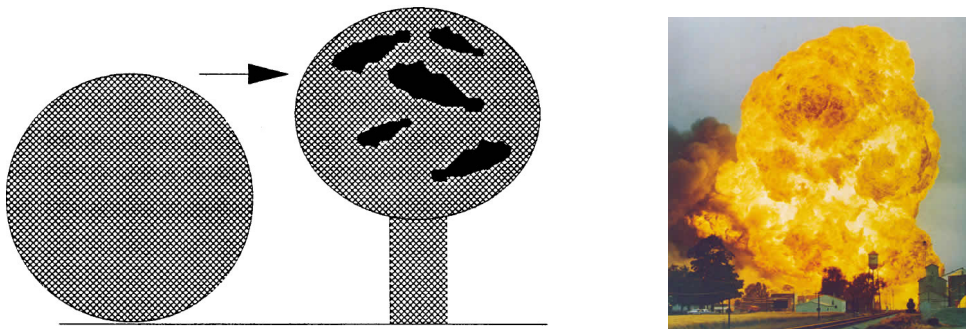
*Figure 1.22 : quatrième étape du phénomène de BLEVE*

- Etape 5 (figure 1.23). La boule de feu hémisphérique s'élève pour prendre la forme d'une sphère. Sa combustion continue mais la boule de feu ne s'étend plus, ce qui traduit le fait que l'air requis pour la combustion est déjà présent dans le nuage.



*Figure 1.23 : cinquième étape du phénomène de BLEVE*

Le combustible est alors pourvu par les gouttelettes de liquide. La boule de feu s'élève alors approximativement à vitesse et volume constants pour prendre une forme caractéristique de champignon (figure 1.24). Ensuite, du fait de l'apparition de poches de produits de combustion, l'aire de la flamme visible diminue. Le flux thermique rayonné décroît alors sans cesse.



*Figure 1.24 : forme caractéristique du phénomène de BLEVE*

Le flux thermique rayonné par la boule de feu est potentiellement l'effet le plus dangereux du BLEVE, provoquant plus de dégâts que l'onde de choc ou les fragments projetés. En témoignent de nombreux rapports d'accidents, l'un des plus significatifs étant relatif à une série de BLEVE sur une installation de stockage de GPL à San Juan Ixhuatpec au Mexique le 19 novembre 1984. La série d'explosions fut initialement causée par la rupture d'une canalisation lors d'une phase de remplissage. Le nuage de gaz s'en échappant s'enflamma sur une torchère située à environ 150 mètres du lieu du rejet. Quelques minutes plus tard, deux sphères de stockage de 1600 m<sup>3</sup> donnent lieu à des BLEVE engendrant une boule de feu d'un diamètre évalué à 350 ou 400 mètres. Les effets thermiques de la boule de feu ainsi que l'éjection de fragments entraînent, par

effet domino, d'autres BLEVE. Dans un rayon de 300 m autour du BLEVE initial, toutes les personnes furent tuées ou blessées. L'accident causa au total plus de 500 morts, 7000 blessés, et 39000 personnes furent évacuées. Des fragments de sphères de stockage furent retrouvés à plus de 600 mètres et 12 parties de réservoirs cylindriques horizontaux furent projetés par « effet fusée » à des distances pouvant atteindre 1200 mètres. Il est clair que les dimensions spectaculaires des boules de feu impliquées dans cet accident peuvent être directement reliées à l'ampleur du bilan humain. Ceci permet de souligner l'importance des effets thermiques d'un BLEVE de produits inflammables. Dans l'optique de la simulation expérimentale et de la modélisation de ces effets, plusieurs approches descriptives du phénomène peuvent être considérées.

La caractérisation de la boule de feu est primordiale dans la démarche de modélisation des effets thermiques du BLEVE. Trois approches distinctes sont généralement considérées pour modéliser des BLEVE d'hydrocarbures, développées par les groupes suivants :

- CCPS (Center for Chemical Process Safety)
- TNO (The Netherlands Organization of Applied Scientific Research)
- TRC (Thornton Research Center, Shell)

Les dimensions de la boule de feu sont généralement évaluées grâce à des formules empiriques basées sur le retour d'expérience. La modélisation des effets thermiques fait quant à elle généralement appel au modèle de la flamme solide, notamment pour les approches CCPS et TNO, qui sont parmi les plus utilisées. Le modèle TRC présente pour sa part l'avantage de représenter l'évolution de la boule de feu, à la différence des autres qui considèrent un état stationnaire.

- Modèle du CCPS [CCPS, 1994] :

Ce modèle propose de calculer les dimensions de la boule de feu ainsi que sa durée de vie grâce à des corrélations empiriques faisant intervenir la masse d'hydrocarbure contenue dans la boule de feu. Le calcul du flux reçu par une cible se fait au moyen d'une formule basée sur l'émissivité de la boule de feu (supposée constante), un facteur de forme ainsi que le facteur de transmission de l'atmosphère. Notons que cette approche considère que la boule de feu ne s'élève pas du sol, la hauteur de son centre est par conséquent égale à son rayon.



- Modèle du TNO [TNO, 1997] :

Le modèle considéré ici est basé sur une version datée de 1992, puis actualisée en 1997. Il permet, de la même façon que le modèle CCPS, d'évaluer les dimensions et la durée de vie de la boule de feu grâce à des formules empiriques prenant en compte la masse d'hydrocarbure impliquée. La version de 1992 ne prenait pas en compte l'élévation de la boule de feu, approche modifiée dans la version de 1997 qui considère que la boule de feu s'élève de telle sorte que la hauteur de son centre soit égale au double de son rayon. Le calcul du flux reçu se fait également par le modèle de la flamme solide (cf. paragraphe 1.2.1), la transmission atmosphérique étant déterminée par une corrélation différente de celle utilisée dans le modèle CCPS. L'émissivité de la boule de feu est quant à elle calculée différemment selon que l'on considère la version de 1992 ou celle de 1997. Dans la première citée, l'émissivité est considérée comme ne dépendant que de la nature de l'hydrocarbure (on a ainsi des valeurs respectives pour le propane, le butane et le propylène de  $196 \text{ kW.m}^{-2}$ ,  $172 \text{ kW.m}^{-2}$  et  $184 \text{ kW.m}^{-2}$ ). La version de 1997 du modèle propose une estimation de l'émissivité, en fonction :

- des propriétés thermodynamiques de l'hydrocarbure,
- de la fraction d'énergie rayonnée par la boule de feu,
- de la masse d'hydrocarbure contenue dans la boule de feu,
- de la surface de la boule de feu.

- Modèle du TRC [Shield, 1995] :

Contrairement aux approches du CCPS et du TNO citées précédemment, qui sont basées sur l'emploi de formules empiriques, le modèle du TRC décrit les effets thermiques du BLEVE grâce à une méthode phénoménologique développée notamment à partir des essais de British Gas [Johnston et Pritchard, 1990]. Cette méthode consiste à décrire l'évolution de la boule de feu au cours du phénomène, en identifiant trois étapes principales :

- *La phase d'inflammation du nuage*, ou phase d'expansion, où la boule de feu se développe jusqu'à atteindre son diamètre maximal. Ses dimensions et son émittance sont supposées croître linéairement jusqu'à leurs valeurs maximales. C'est à la fin de cette phase que la température maximale du mélange est atteinte.

- *La phase de combustion de la boule de feu.* La durée de vie de la boule de feu, entre son inflammation et le début de son extinction, est supposée égale à la durée de combustion des gouttelettes générées lors de l'expulsion du produit dans l'atmosphère. Au cours de cette phase, on considère que la température de la boule de feu décroît linéairement de sa valeur maximale à sa valeur de début d'extinction. Cette température de début d'extinction est calculée en appliquant le principe de conservation de l'énergie, en supposant que la combustion des gouttelettes est complète (ce qui suppose une quantité d'air suffisante à l'intérieur du nuage). Des résultats expérimentaux montrent que l'on peut considérer que la température finale est égale au minimum à 88 % de la température maximale. Au cours de cette phase, la vitesse d'élévation de la boule de feu est constante. L'absence d'accélération verticale est due au fait que l'air entraîné par la boule de feu se refroidit à mesure qu'il s'élève. Les dimensions de la boule de feu sont par ailleurs supposées constantes au cours de cette étape.
- *La phase d'extinction.* Le modèle TRC considère que l'extinction de la boule de feu est achevée lorsque les dernières gouttelettes enflammées à la fin de la phase d'expansion (lorsque le mélange est à sa température maximale), sont consommées. Durant cette dernière phase, le diamètre de la boule de feu est supposé diminuer linéairement alors que son émittance est considérée constante. En pratique, il est connu que celle-ci décroît mais de manière délicate à estimer. La plupart des auteurs, par soucis de précaution, surestiment les flux prédits par ce modèle en estimant cette valeur constante.

La prise en compte de l'évolution de la boule de feu est la principale originalité de ce modèle. Cette approche permet, pour un BLEVE donné, de calculer la quantité de flux reçue par une cible se trouvant à une certaine distance de la boule de feu en fonction du temps. Les caractéristiques de la boule de feu (durée de vie, hauteur maximale, diamètre maximal, pouvoir émissif) dépendent principalement de la géométrie du réservoir, de son taux de remplissage, de la quantité et du type d'hydrocarbure contenu au moment de la détonation. L'analyse des essais de British Gas permet de dégager l'allure

typique de l'évolution du pouvoir émissif de la boule de feu, de son rayon et de la hauteur de son centre, qui sont présentés sur les figures suivantes :

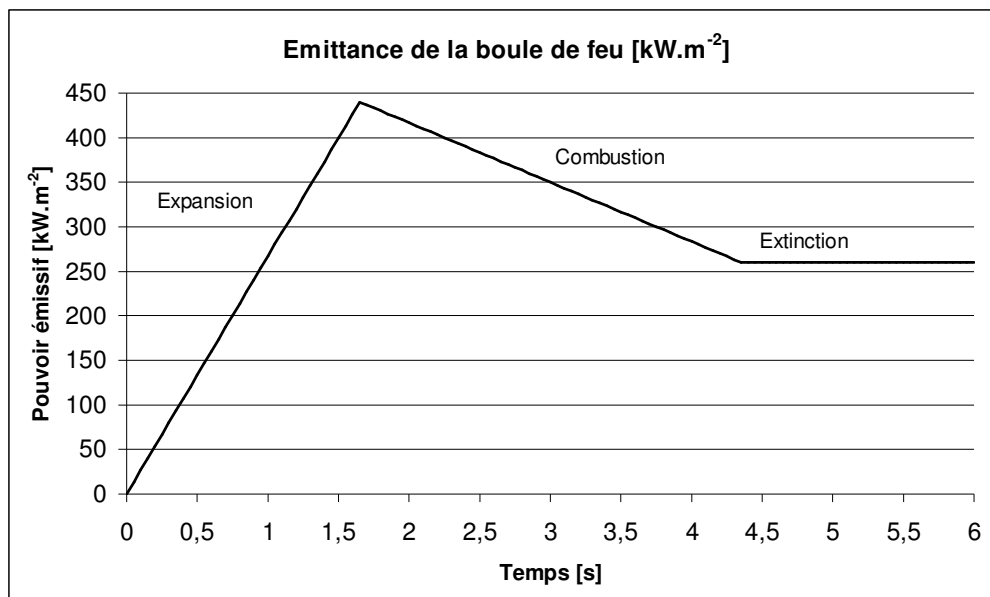


Figure 1.25 : exemple d'émittance d'une boule de feu générée par un BLEVE

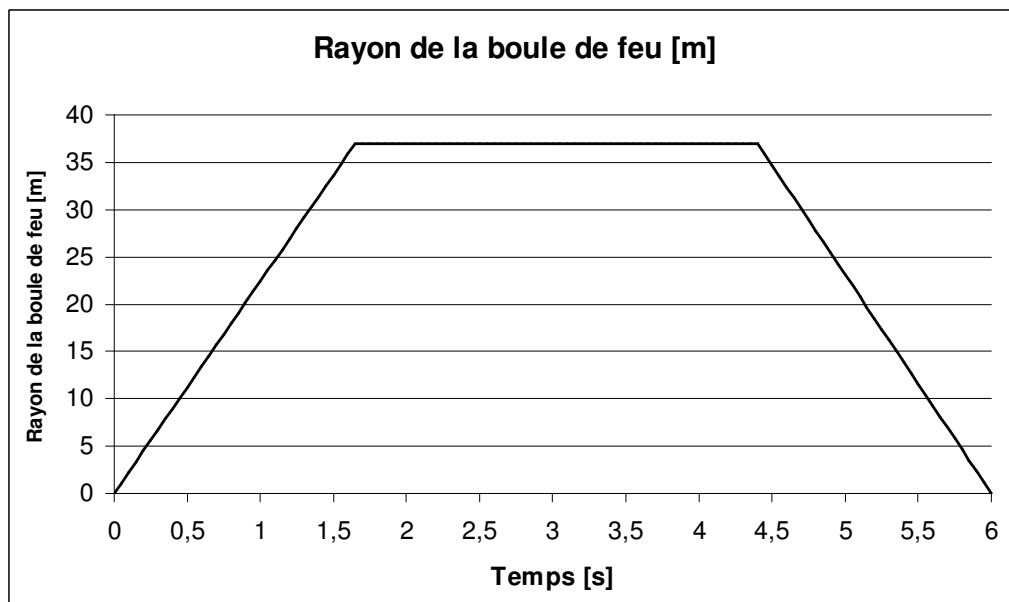


Figure 1.26 : exemple de rayon d'une boule de feu générée par un BLEVE

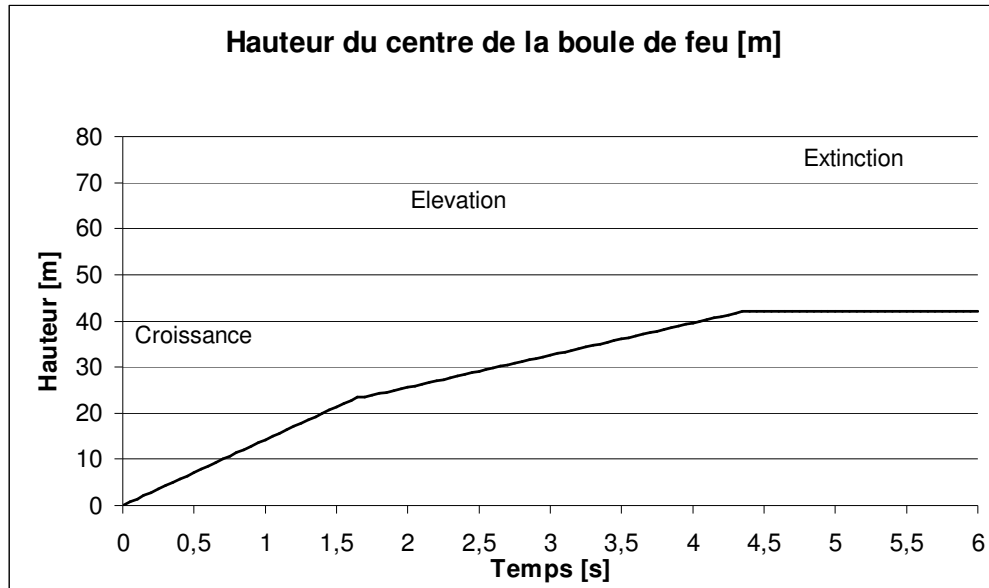


Figure 1.27 : exemple de hauteur d'une boule de feu générée par un BLEVE

La prise en compte de ces paramètres permet de calculer un facteur de forme relatif à la disposition de la cible par rapport à la boule de feu et à ses dimensions. Il est ensuite possible, en appliquant la formule [1.4] de déterminer la densité de flux reçue par la cible. Dans tous les cas, on considèrera que les dimensions de la cible sont petites par rapport à celles de la boule de feu, que l'on supposera sphérique. Considérons dans un premier temps le cas d'une cible plane faisant face à la boule de feu, la normale du plan passant par le centre de la sphère :

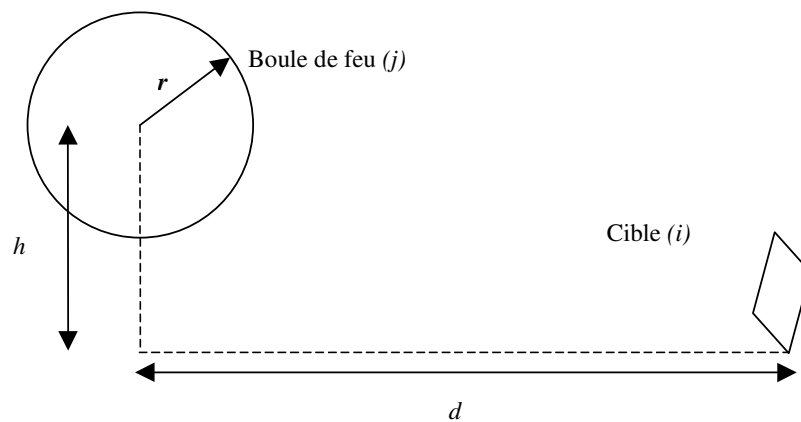


Figure 1.28 : géométrie considérée pour le calcul du facteur de forme (cible verticale)

Le facteur de forme  $f_{j \rightarrow i}^1$  est alors calculé de la façon suivante :

$$f_{j \rightarrow i}^1 = \frac{r^2}{d^2 + h^2} \quad [1.12]$$

Dans le cas d'une cible plane représenté dans la configuration ci dessous :

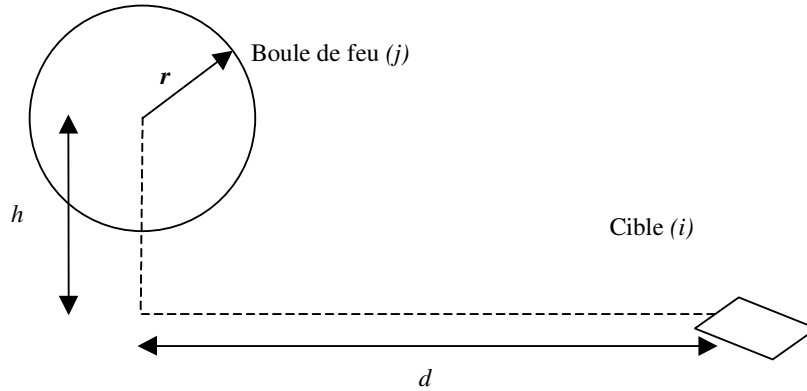


Figure 1.29 : géométrie pour le calcul du facteur de forme (cible horizontale)

Le facteur de forme  $f_{j \rightarrow i}^2$  est alors calculé de la façon suivante :

$$f_{j \rightarrow i}^2 = \frac{1}{\pi} \left[ \tan^{-1} \frac{1}{\sqrt{H^2 - 1}} - \frac{\sqrt{H^2 - 1}}{H^2} \right] \quad [1.13]$$

Avec le paramètre  $H$  tel que :

$$H = \frac{\sqrt{d^2 + h^2}}{r} \quad [1.14]$$

Si la cible est un polyèdre, on peut reprendre l'expression [1.9] pour calculer un facteur de forme maximal :

$$f_{j \rightarrow i}^{\max} = \sqrt{(f_{j \rightarrow i}^1)^2 + (f_{j \rightarrow i}^2)^2} \quad [1.15]$$

Dans le cas d'une cible ponctuelle enfin :

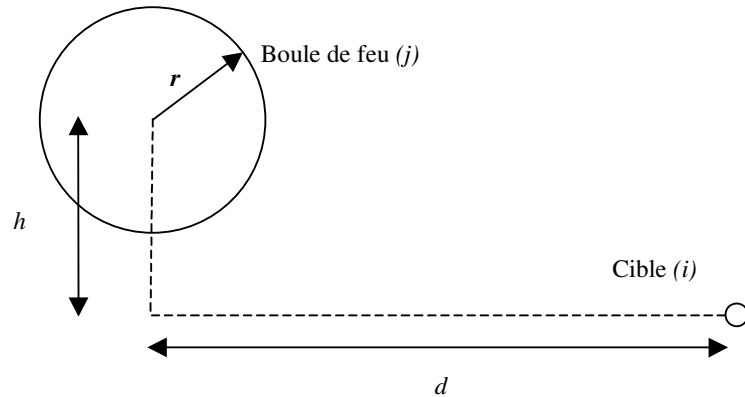


Figure 1.30 : géométrie considérée pour le calcul du facteur de forme (cible ponctuelle)

Le facteur de forme  $f_{j \rightarrow i}^3$  est alors calculé de la façon suivante :

$$f_{j \rightarrow i}^3 = \frac{1}{2} \left[ 1 - \sqrt{1 - R^2} \right] \quad [1.16]$$

Avec le paramètre  $R$  tel que :

$$R = \frac{r}{\sqrt{d^2 + h^2}} \quad [1.17]$$

En évaluant le facteur de transmission atmosphérique par [1.5], on peut calculer la densité de flux thermique reçue par une cible selon [1.4], pour une boule de feu de pouvoir émissif  $\varphi_0$ . La figure 1.31 présente un exemple d'agression subie par une cible exposée à la boule de feu d'un BLEVE.

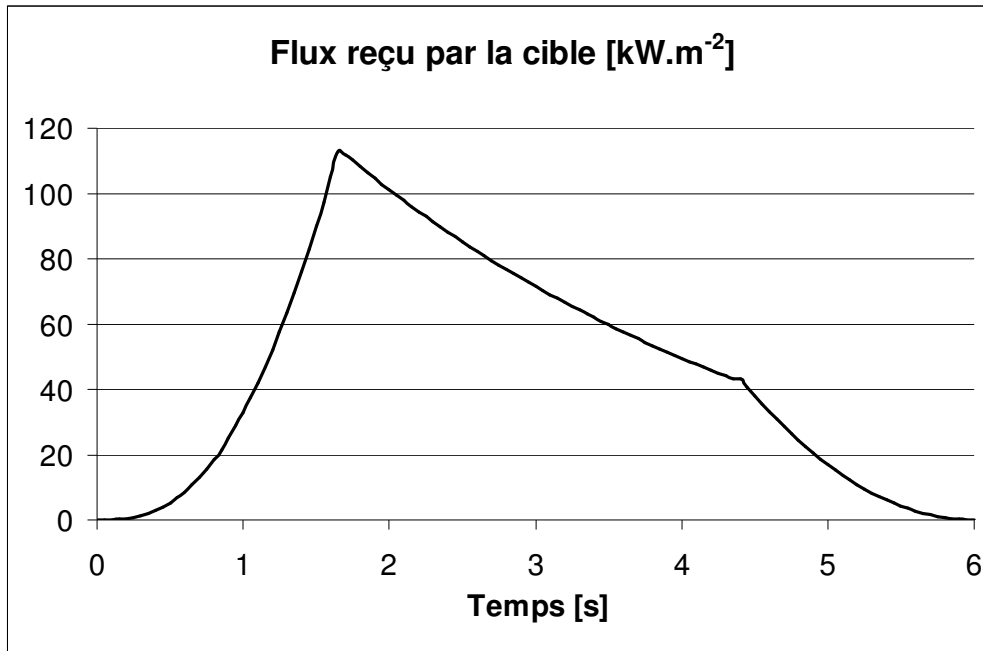


Figure 1.31 : exemple de flux reçu par une cible exposée à une boule de feu (BLEVE)

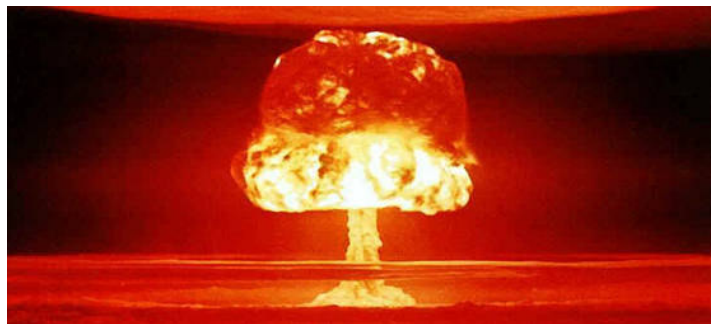
Notons que la courbe de flux présentée ici correspond à un BLEVE obtenu avec un réservoir de butane de 10,796 m<sup>3</sup> rempli à 40 %. La masse de produit rejeté est de 2 tonnes et la pression de rupture est de 15 bars. La cible considérée se trouve à 50 mètres de l'emplacement initial du réservoir.

La description de la dynamique (expansion, combustion, extinction) de la boule de feu proposée par l'approche de modélisation du TRC représente un atout par rapport aux modèles du CCPS et du TNO. Elle est de plus compatible avec les possibilités de notre moyen d'essai en terme de résolution temporelle et de pilotage. Les simulations expérimentales ainsi que les modélisations numériques de BLEVE évoquées par la suite sont donc basées sur le modèle TRC.

Si les effets thermiques du BLEVE peuvent provoquer des dégâts catastrophiques, les explosions nucléaires demeurent les plus redoutées dans le contexte militaire et les plus dévastatrices. Afin d'évaluer le comportement des peintures intumescents en terme de protection thermique face à de tels phénomènes, il est indispensable d'étudier leur déroulement et leurs conséquences.

### 1.2.3. Les explosions nucléaires

Les premiers essais d'armes nucléaires, leur production et leur utilisation sont indissociables du contexte politique et historique du vingtième siècle. Leur développement a commencé au cours de la seconde guerre mondiale, et les deux seuls exemples d'utilisation en conflit de ces armes à ce jour sont les bombes atomiques lancées par les Etats-Unis sur les villes japonaises d'Hiroshima (le 6 août 1945) et Nagasaki (le 9 août 1945). La période de prolifération, amenée par la guerre froide qui a suivi la seconde guerre mondiale, a provoqué une très forte croissance de la production d'armes nucléaires. Lorsque le Traité de Non Prolifération est entré en vigueur en mars 1970, on estime que les stocks mondiaux atteignaient les 40 000 têtes. Malgré ce traité, les stocks ont continué à augmenter pour atteindre les 55 000 têtes au moment de la chute du mur de Berlin en 1989. En 2005, la situation des arsenaux nucléaires était estimée sans certitude à plus 30 000 armes, détenues à environ 62 % par la Russie et 35 % par les Etats-Unis, le reste étant partagé (par ordre décroissant des stocks) par la Chine, la France, Israël, la Grande Bretagne, le Pakistan, l'Inde et la Corée du Nord. A l'heure actuelle, la détention d'armes nucléaires par les pays « autorisés » est justifiée par le principe de dissuasion, qui consiste à s'équiper de ces armes précisément pour ne pas avoir à les utiliser. Le contexte géopolitique et l'existence probable de nombreuses armes non recensées (notamment d'origine russe) interdisent cependant d'ignorer la menace nucléaire ou de la considérer comme dépassée.



*Figure 1.32 : « champignon atomique » caractéristique de l'explosion d'une arme nucléaire*

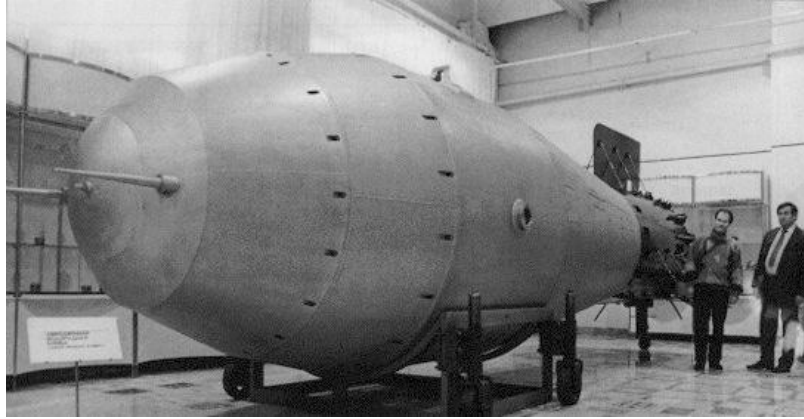
L'examen des dégâts provoqués par les bombes d'Hiroshima et Nagasaki permet d'évaluer l'ampleur de la menace représentée par l'explosion d'une arme nucléaire



(figure 1.32). La bombe d'Hiroshima tua immédiatement 70 000 personnes, et autant succombèrent des suites de leurs blessures avant la fin de l'année 1945. A Nagasaki, 40 000 personnes furent tuées immédiatement, et 30 000 moururent avant la fin de l'année. La bombe d'Hiroshima explosa à environ 300 mètres du sol, ce qui lui permit d'atteindre son potentiel de destruction maximal, et dévasta la ville à 90 %. Dans un rayon de 750 mètres, tous les édifices furent complètement détruits et tous les êtres vivants directement tués. Dans un rayon de 4 km, les bâtiments subirent des dégâts considérables, et des personnes furent brûlées au 2<sup>nd</sup> et 3<sup>ème</sup> degré.

La puissance d'une bombe nucléaire s'exprime en kilotonnes ou en mégatonnes d'équivalent TNT, c'est-à-dire la masse de TNT nécessaire pour produire une explosion de puissance similaire. Les bombes d'Hiroshima et Nagasaki avaient respectivement une puissance de 15 kt et 22 kt. Notons que la bombe nucléaire la plus puissante jamais essayée fut la « Tsar Bomba » soviétique (*reine des bombes*, figure 1.33) [Sakharov, 1990], larguée le 30 octobre 1961 sur une zone de test de l'île de Novaya Zemlya, et dont la puissance fut évaluée à 50 Mt (plus de 3 000 fois Hiroshima). On estime que cette bombe, qui ne fût pas développée comme une arme réellement utilisable en conditions de combat mais plutôt pour donner lieu à une démonstration de force, avait la capacité d'emporter suffisamment de matériau nucléaire pour atteindre une puissance de 100 Mt.

Le principe de fonctionnement d'une arme nucléaire et la base de son immense potentiel de destruction résident dans l'énergie dégagée par une réaction nucléaire en chaîne [Bohr et Wheeler, 1939]. Pour les « bombes A », il s'agit de la fission de noyaux d'atomes lourds tels que l'uranium 235 ou le plutonium 239, une réaction qui, quand elle est maîtrisée, est également utilisée pour produire de l'électricité dans les centrales nucléaires civiles.



*Figure 1.33 : réplique de la « Tsar Bomba » soviétique*

Cette réaction peut être initiée naturellement en réunissant une masse suffisante de matériau radioactif (appelée masse critique), pour laquelle le rayonnement de neutrons impactant les noyaux atomiques voisins déclenche la réaction en chaîne et la libération de l'énergie.

Pour les bombes thermonucléaires, ou « bombes H » la réaction utilisée est la fusion de noyaux d'isotopes d'hydrogène comme le deutérium ou le tritium. Cette réaction, qui nécessite un apport d'énergie très important sur un temps très bref pour se déclencher, est amorcée par une bombe A [Rhodes, 1995]. Dans les deux cas, les effets de l'explosion d'une arme nucléaire sont de quatre ordres :

- effets mécaniques : destruction par l'onde de choc,
- effets thermiques : brûlures et incendies,
- effets électromagnétiques : l'impulsion due au courant généré par le déplacement des électrons provoque des dégâts sur les appareils électroniques,
- effets radioactifs : radiations immédiates et dissémination dans l'atmosphère de poussières radioactives. Les poussières radioactives projetées lors de l'explosion d'une arme nucléaire peuvent retomber à plusieurs centaines voire plusieurs milliers de kilomètres du lieu de l'explosion [Everett III et Pugh, 1959]. Ces éléments peuvent causer d'importants dommages aux cellules du corps humain, et provoquer notamment des cancers, des cataractes, ou des malformations fœtales. La contamination des récoltes, des rivières et des pâturages peut également avoir de très graves conséquences génétiques sur les populations à long terme.

Les effets radioactifs distinguent les armes nucléaires des bombes « conventionnelles » dont l'efficacité repose uniquement sur les effets mécaniques et / ou thermiques, mais l'intense chaleur de la boule de feu et le flux thermique qu'elle rayonne sont en grande partie responsables des dégâts provoqués par les armes atomiques.

Les procédures utilisées pour simuler les effets thermiques d'armes nucléaires obéissent à des normes classifiées. Cependant, pour comparer ces effets à ceux des agressions thermiques déjà évoquées, des approximations disponibles dans la littérature ouverte peuvent être employées. La densité surfacique d'énergie reçue par une cible peut être approchée par l'expression suivante, d'après [Glasstone, 1957] :

$$Q = 4,184 \cdot 10^{15} \frac{F\tau Y}{4\pi d^2} \quad [1.18]$$

avec :  $Q$  : densité surfacique d'énergie reçue par la cible [ $\text{J}\cdot\text{m}^{-2}$ ]  
 $Y$  : puissance de la bombe en mégatonnes [Mt]  
 $d$  : distance entre la cible et la boule de feu [m]  
 $F$  : proportion d'énergie thermique générée par l'explosion  
 $\tau$  : facteur de transmission atmosphérique

La mégatonne d'équivalent TNT utilisée habituellement pour exprimer l'énergie dégagée par une explosion nucléaire est conventionnellement considérée égale à une pétacalorie, soit  $10^{15}$  calories, ou encore  $4,184 \cdot 10^{15}$  Joules. Le coefficient  $F$  représentant la proportion d'énergie thermique effective dégagée par l'explosion a été déterminé expérimentalement à  $1/3$ . Le facteur de transmission atmosphérique peut à nouveau être déterminé par l'expression [1.5].

L'intensité maximale du flux reçu par une cible peut être calculée grâce à l'expression suivante :

$$\varphi_{\max} = 4,227 \cdot 10^{13} \frac{\sqrt{Y}}{d^2} \quad [1.19]$$

L'instant auquel survient ce pic de flux est donné par :

$$t_{\max} = 1,012\sqrt{Y} \quad [1.20]$$

Des données temporelles de flux impactant une cible ont été approchées par l'expression suivante [Olmstead et al., 1963], dans le cas d'une atténuation atmosphérique nulle ( $\tau = 1$ ) :

$$\begin{aligned} \varphi(t) = \varphi_{\max} [ & 0,574e^{-0,35t/t_{\max}} + 0,09e^{-1,4t/t_{\max}} + 39,181e^{-2,45t/t_{\max}} - 146,052e^{-3,5t/t_{\max}} \\ & + 176,776e^{-4,55t/t_{\max}} - 70,568e^{-5,60t/t_{\max}} ] \end{aligned} \quad [1.21]$$

Ainsi, pour une cible située à 2 km d'une explosion de 100 kt, le flux thermique sera de la forme suivante :

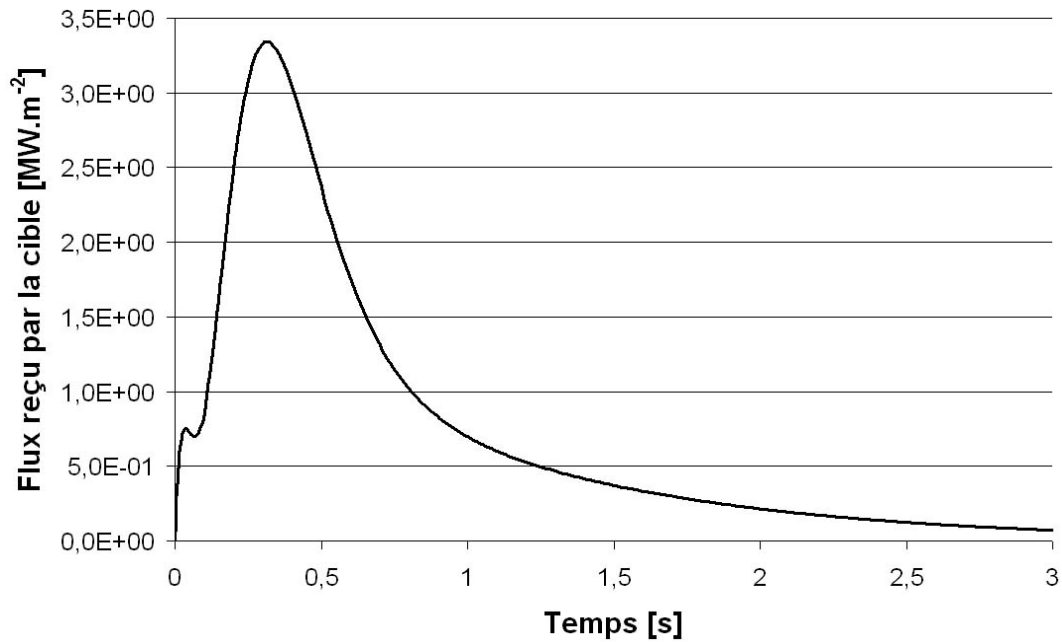


Figure 1.34 : flux reçu par une cible exposée à une explosion nucléaire de 100 kilotonnes

Le décrochage observé aux alentours de 0,1 seconde correspond à un premier pic d'énergie qui suit immédiatement l'explosion. On constate que les niveaux de flux atteints pour une telle explosion sont nettement plus élevés que ceux observés dans le cas d'un BLEVE, dont le pic est d'environ 110 kW.m<sup>-2</sup> pour l'explosion présentée sur la figure 1.31, avec une cible à 50 m. Le flux maximal observé sur le profil de la figure

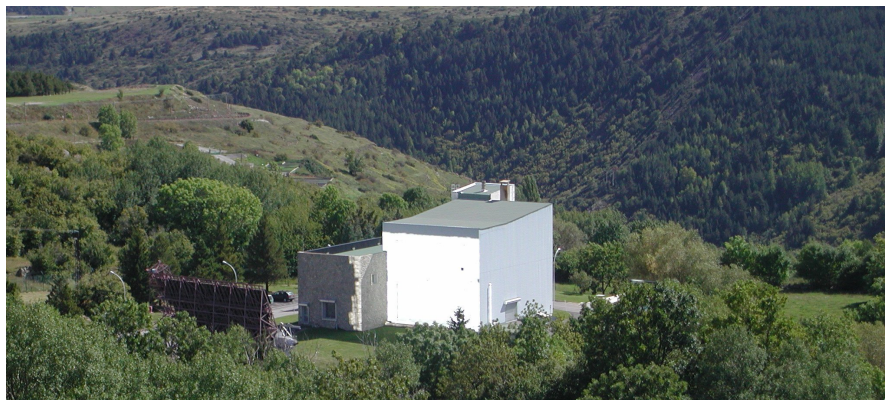
1.34 est environ 30 fois plus important ( $3,3 \text{ MW.m}^{-2}$ ), alors que la cible est située à 2000 m.

L'étude expérimentale du comportement de revêtements intumescents soumis à une agression représentative des effets thermiques d'un incendie, d'un BLEVE ou d'une arme nucléaire, nécessite la capacité de reproduire ces effets. Compte tenu de la dynamique et des niveaux de flux considérés, cela implique la mise en œuvre d'un moyen d'essai spécifique, permettant d'atteindre des hauts flux et de réaliser des agressions paramétrables dans le temps. Le Four Solaire Principal du laboratoire Expertise Hauts Flux (EHF), dont les capacités répondent à ces besoins, est présenté par la suite.

### **1.3. Expertise sous haut flux**

#### **1.3.1. Le Four Solaire Principal**

Le Four Solaire Principal (FSP) (figure 1.35) du laboratoire Expertise Hauts Flux (EHF) de la Délégation Générale pour l'Armement (DGA) représente l'aboutissement d'une démarche initiée en 1953, consistant à utiliser le soleil comme source d'énergie pour reproduire les effets thermiques d'armes nucléaires [Autrique et al., 2006].



*Figure 1.35 : vue globale du site*

Le moyen d'essai principal du laboratoire EHF est un four solaire à double réflexion de 45 kW à flux paramétrable (figure 1.36). Il est principalement utilisé pour étudier le

comportement de matériaux sous conditions thermiques extrêmes [Douale, 1999], pour valider des modèles mathématiques [Gillet et. al, 2006] et pour déterminer des propriétés optiques et thermiques d'échantillons dans différentes configurations et à différentes échelles [Perez et al., 2007].

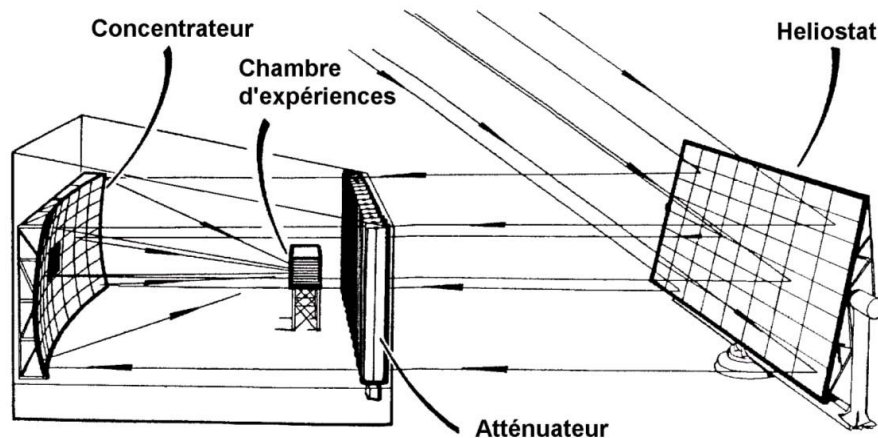


Figure 1.36 : schéma de principe du four solaire principal

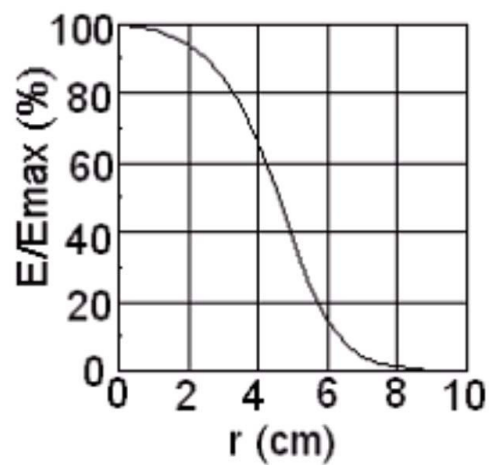
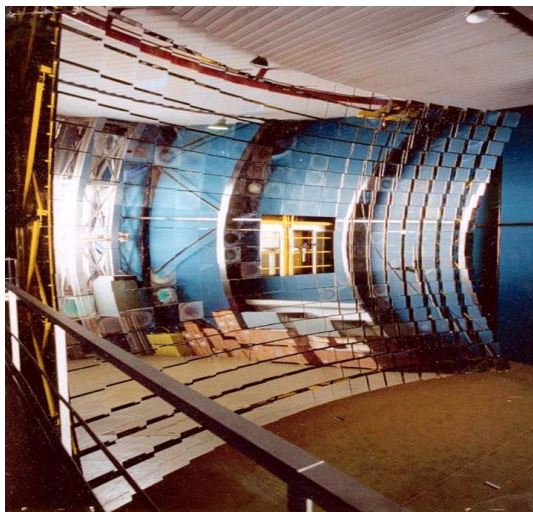
Le dispositif comprend quatre éléments principaux :

- Un héliostat plan mobile sur deux axes (figure 1.37a), de 230 m<sup>2</sup> (17,4 m de large par 13,2 m de haut), composé de 638 miroirs réfléchissants carrés de 60 cm de côté. Sa rotation et son inclinaison suivent automatiquement la course du soleil, ce qui lui permet de réfléchir le rayonnement solaire dans une direction Nord – Sud, à travers l'atténuateur et vers le concentrateur.
- Un atténuateur de rayonnement solaire, principalement basé sur un modulateur de flux (figure 1.37b) composé de vingt volets verticaux mobiles autour de leur axe, avec un temps minimal d'ouverture ou de fermeture de 100 ms. Leur orientation, pilotée par ordinateur, détermine la proportion du rayonnement réfléchi par l'héliostat qui atteint le concentrateur, ce qui permet de contrôler l'intensité du flux solaire concentré impactant la cible située dans la chambre d'expériences.



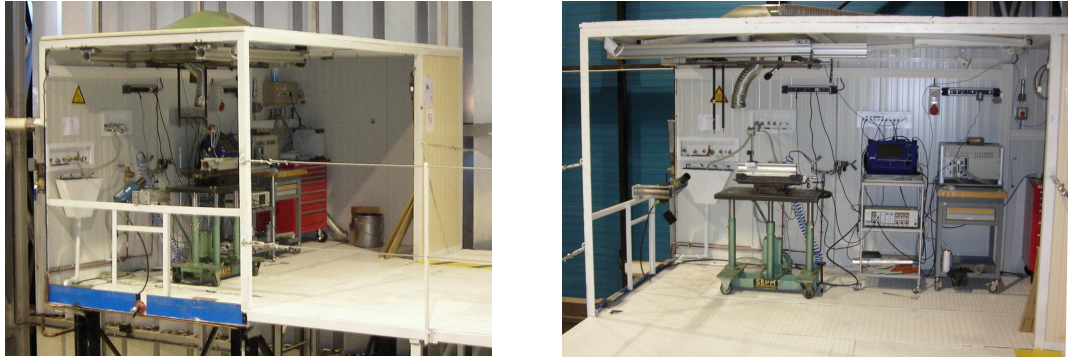
Figure 1.37a et 1.37b : héliostat et atténuateur

- Un concentrateur de  $100 \text{ m}^2$  (figure 1.38a), composé de 384 facettes sphériques disposées à la Davies – Cotton [Davies et Cotton, 1957], avec une distance focale de  $10,75 \text{ m}$ . La distribution spatiale de l'énergie qu'il concentre dans le plan focal est circulaire, avec une intensité quasiment constante sur un diamètre de  $50 \text{ mm}$  (figure 1.38b), soit la moitié du diamètre total de la zone irradiée. La densité de flux maximale permise par l'installation est d'environ  $7 \text{ MW.m}^{-2}$ , avec la possibilité d'atteindre approximativement  $12 \text{ MW.m}^{-2}$  sur une zone plus restreinte en ajoutant un second étage de concentration.



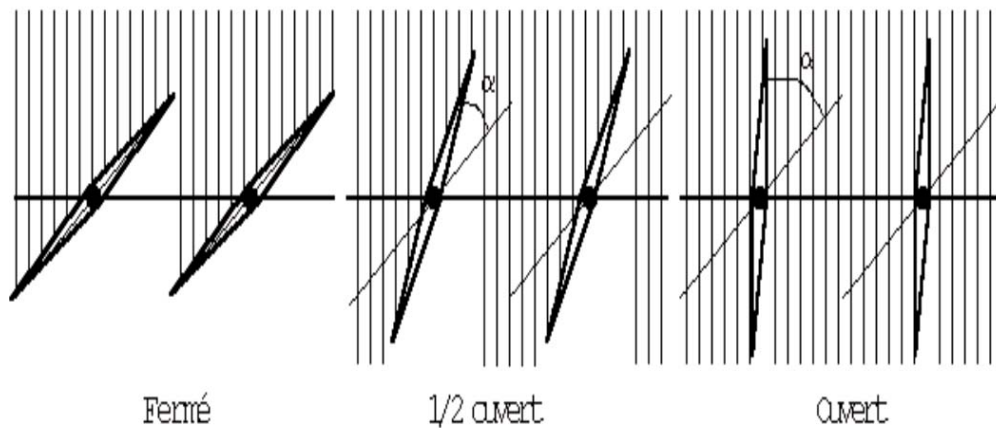
Figures 1.38a et 1.38b : concentrateur et distribution spatiale du flux concentré

- La chambre d'expérience (figures 1.39a et 1.39b), dans laquelle des échantillons de formes et de dimensions variables sont placés, dans le plan focal du concentrateur. La précision de leur disposition est assurée par l'association de deux lasers dont les faisceaux convergent au point focal.



*Figures 1.39a et 1.39b : chambre d'expériences*

La principale originalité de cette installation réside dans sa capacité à générer des formes d'ondes entièrement paramétrables, grâce à l'association de l'atténuateur à pales verticales et d'un système de paupières composé de rideaux horizontaux. L'orientation des volets de l'atténuateur (figure 1.40) permet de définir un taux d'ouverture afin de doser avec précision la quantité de flux solaire réfléchi qui atteint le concentrateur, et de piloter l'évolution du flux concentré subi par les échantillons ou l'évolution de leur température.



*Figure 1.40 : exemples d'ouverture des pales de l'atténuateur*



La puissance du flux peut également être adaptée aux circonstances du test grâce aux paupières horizontales situées devant l'atténuateur. Ces rideaux peuvent être placés dans quatre configurations différentes (figure 1.41) afin de n'utiliser, le cas échéant, qu'une partie du concentrateur.

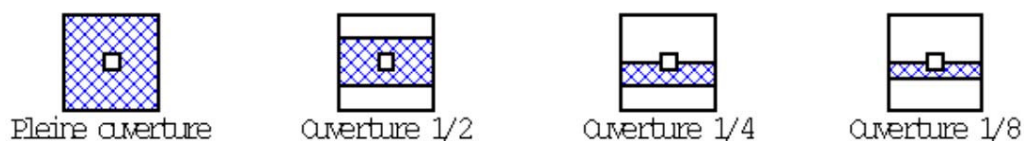


Figure 1.41 : configurations possibles des rideaux

Grâce à la combinaison des paupières et de l'atténuateur, le FSP est capable de générer une vaste gamme de flux selon les besoins. La figure 1.42 présente les niveaux de flux atteints en fonction de la qualité de l'ensoleillement direct et de l'ouverture des rideaux.

Notons que des kaléidoscopes de dimensions diverses peuvent être utilisés pour simuler des agressions d'intensité relativement faible telles que les incendies présentés par la suite, ce qui permet d'obtenir une distribution spatiale uniforme sur la surface désirée avec une densité de flux appropriée ( $170 \text{ kW.m}^{-2}$  dans le cas d'un incendie par exemple).

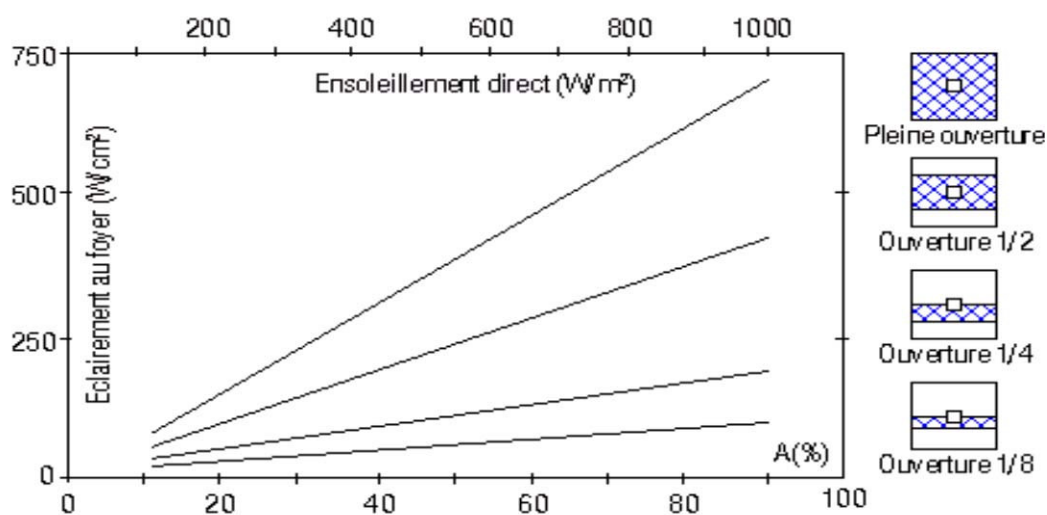


Figure 1.42 : niveaux de flux concentré possibles

Le dispositif métrologique mis en œuvre dans le cadre des essais réalisés au FSP comprend plusieurs appareils de thermométrie, de radiométrie et d'imagerie, ainsi qu'une balance électronique permettant de suivre les éventuelles pertes de masse subies par les échantillons testés. Lors de l'ensemble des campagnes expérimentales réalisées, les mesures suivantes étaient effectuées :

- mesure de la température de la face arrière de l'échantillon par thermocouples soudés,
- mesure approchée de la température de la face avant par pyrométrie,
- mesure en continu de la perte de masse grâce à la balance électronique,
- enregistrement vidéo des essais face et profil.

Les forts dégagements de fumée observés lors de la plupart des essais empêchent toute mesure précise de la température de la face avant des échantillons par radiométrie. Les données mesurées par le pyromètre visant la face irradiée seront donc considérées comme des indications approximatives de cette température.

### **1.3.2. Résultats en simulation incendie**

Les résultats des tests réalisés dans le cadre de l'étude du comportement des peintures intumescentes face aux agressions thermiques longues de type incendie (cf. 1.2.1) sont présentés dans ce paragraphe. Les échantillons sont des plaques d'acier XC90 carrées de 100 mm de côté et de 2 mm d'épaisseur, décapées puis revêtues d'une protection intumescente composée d'une couche primaire d'accroche et d'une couche de peinture intumescente dont l'épaisseur est contrôlée.

Afin d'homogénéiser la distribution du flux sur la surface des échantillons (avec une intensité correspondante à celle d'un incendie violent ( $170 \text{ kW.m}^{-2}$ )), les plaques sont disposées verticalement en sortie d'un kaléidoscope composé de plaques métalliques. La configuration du four solaire est alors calibrée de façon à ce que le flux en sortie du kaléidoscope atteigne la valeur souhaitée. A l'issue d'un essai de 300 secondes, on peut donc tracer le graphe suivant (figure 1.43) :

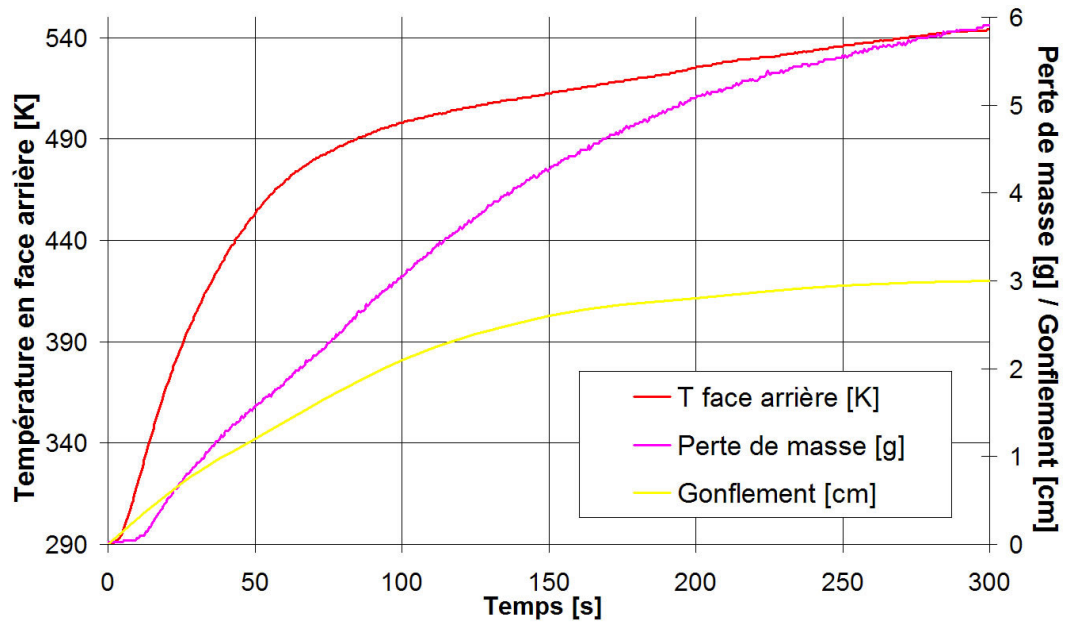


Figure 1.43 : résultats d'essais incendie

Les résultats présentés ici ont été obtenus avec une couche de protection intumescente d'un millimètre d'épaisseur. On peut constater l'importance du gonflement observé lors de ce test, avec une épaisseur finale de revêtement atteignant 3 centimètres, soit 30 fois l'épaisseur initiale (figure 1.44). En ce qui concerne la perte de masse mesurée au cours du test, elle équivaut après 5 minutes à environ 6 grammes, soit approximativement 30 % de la masse initiale de peinture appliquée.



Figure 1.44 : vue en coupe du revêtement après l'essai

Afin d'étudier l'influence d'une distribution spatiale de flux graduelle dans le plan de la plaque, des essais ont été réalisés avec des échantillons inclinés de  $45^\circ$  par rapport à l'axe du kaléidoscope (figure 1.45).

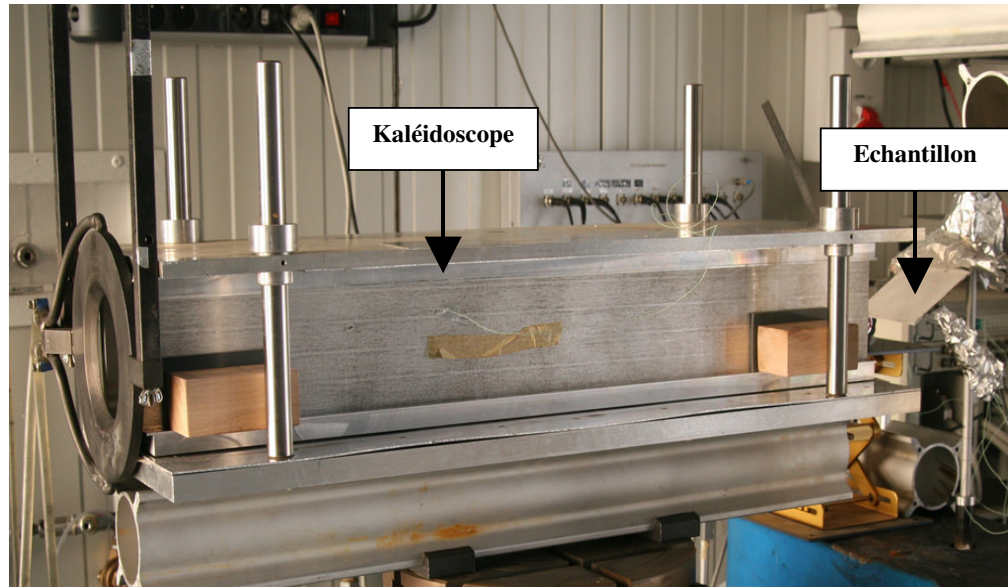
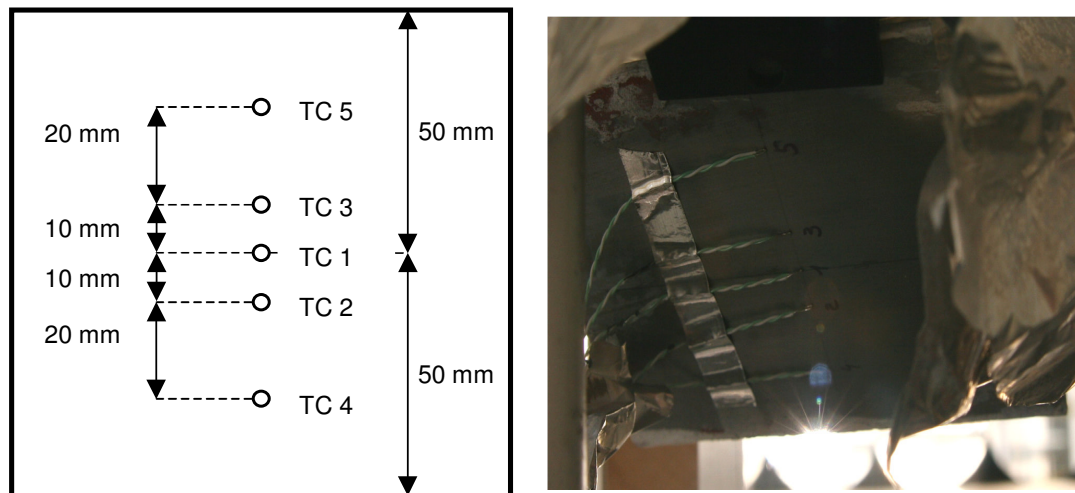


Figure 1.45 : montage pour les échantillons inclinés

Dans les figures 1.46a et 1.46b, l'instrumentation de la plaque (notamment la disposition des 5 thermocouples soudés à sa face arrière) est représentée.



Figures 1.46a et 1.46b : instrumentation de la face arrière de la plaque

Les mesures de température et de perte de masse réalisées sur un échantillon placé dans cette configuration sont tracées sur la figure 1.47.

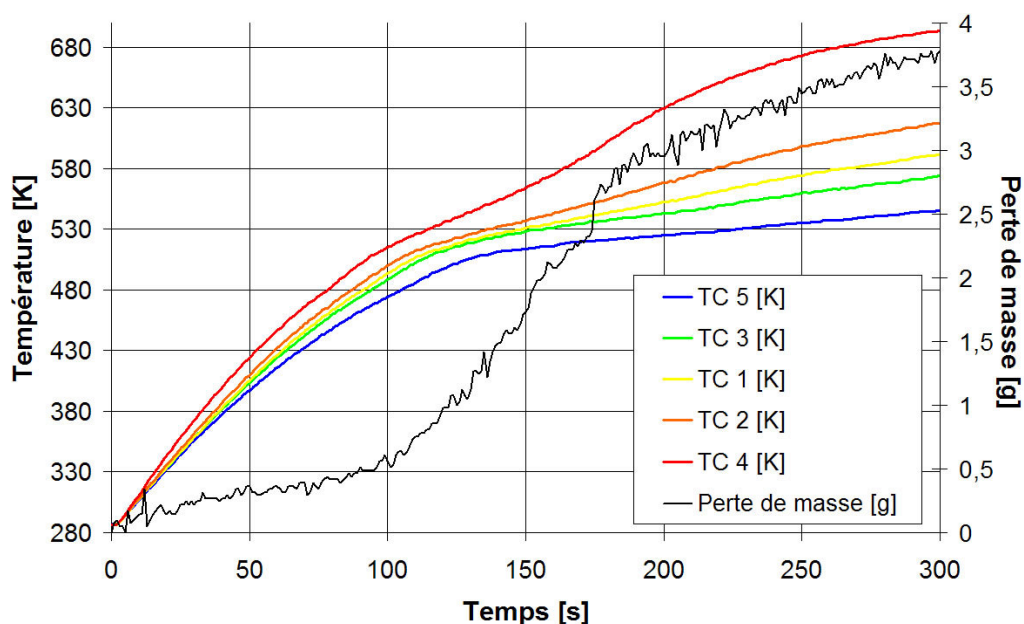
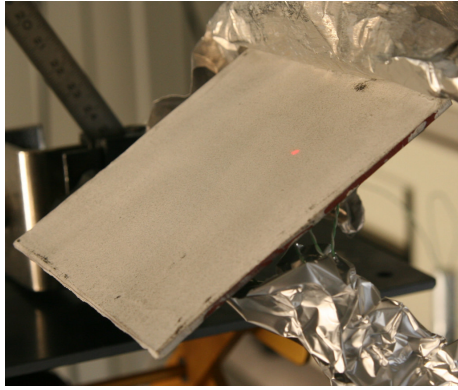


Figure 1.47 : résultats d'essais incendie pour un échantillon incliné

La partie inférieure de la plaque étant la plus proche de la sortie du kaléidoscope, le thermocouple n°4 mesure l'élévation de température la plus importante. On constate notamment que l'échauffement maximal après 5 minutes est supérieur à celui observé lors du test dont les résultats sont présentés sur la figure 1.43. Cela s'explique par l'épaisseur initiale de revêtement qui n'est que de 0,5 mm pour l'essai sur la plaque inclinée, soit 2 fois moins que pour le test précédent. Un gradient de gonflement est également observé lors de ce test, comme le montre la comparaison des photos de l'échantillon prises avant et après l'essai (figures 1.48a et 1.48b).



*Figures 1.48a et 1.48b : photographies de l'échantillon avant et après l'essai*

On constate notamment sur ces photos que le gonflement et l'état de surface du revêtement sont liés à la distribution spatiale du flux sur l'échantillon. L'épaisseur maximale après le test est de 16 mm (soit 32 fois l'épaisseur initiale). La perte de masse relative mesurée après 5 minutes lors du test sur plaque inclinée est d'environ 38 %, ce qui est légèrement supérieur à la valeur estimée pour la plaque verticale (30 %). Cet écart est vraisemblablement lié aux niveaux de température plus élevés observés dans le second cas en raison d'une épaisseur de protection moindre.

### **1.3.3. Résultats en simulation BLEVE**

Les échantillons utilisés pour les essais représentatifs des effets thermiques de BLEVE sont identiques à ceux présentés dans la partie précédente. Compte tenu des niveaux de flux à atteindre, le kaléidoscope n'est pas utilisé pour ces tests. Afin d'étudier des agressions illustrant des situations diverses (caractéristiques de la boule de feu et éloignement de la cible notamment), 6 types de flux sont considérés (figure 1.49), avec des pics compris entre  $300 \text{ kW.m}^{-2}$  et  $1000 \text{ kW.m}^{-2}$ . De plus, dans un souci de réalisme, différents scénarios ont été testés : explosion seule, explosions successives, et explosion ayant lieu dans un incendie. Pour le cas des explosions seules, le tableau 1.3 résume les principaux résultats obtenus sur plusieurs échantillons.

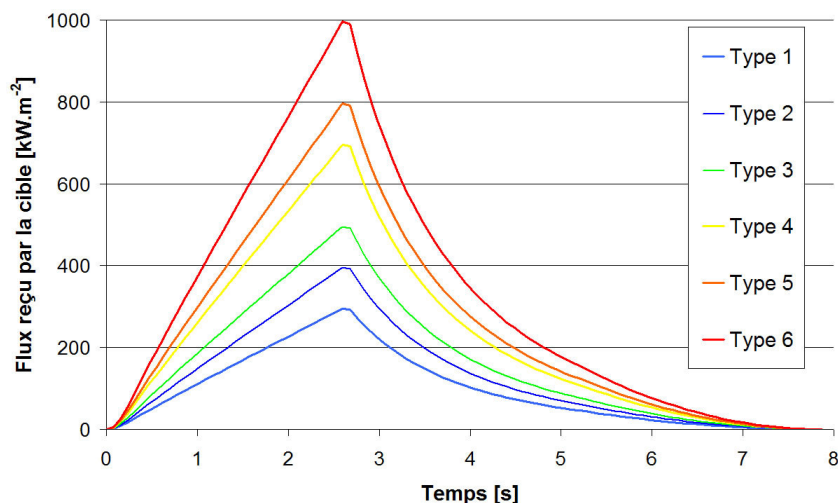
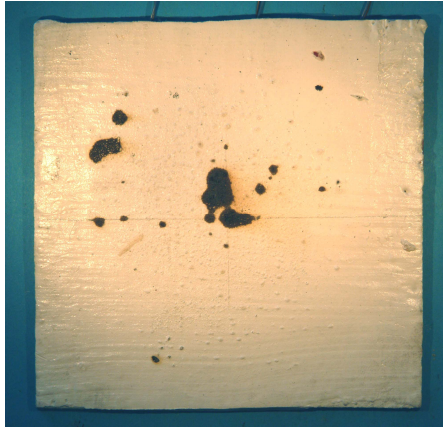


Figure 1.49 : formes des flux simulés pour les essais BLEVE

Ces résultats indiquent que l'on peut faire une distinction entre les explosions de type 1 à 3 et les explosions de puissance supérieure (type 4 à 6). En effet, aucune flamme n'est observée à la surface de la peinture pour les BLEVE de type 1 à 3, ce qui semble montrer que la réaction de pyrolyse qui correspond au début du procédé d'intumescence n'est pas déclenchée. Lorsqu'il est soumis à des agressions dont l'intensité se situe dans cette gamme, le revêtement intumescent se comporte comme un matériau de protection classique, en isolant le substrat et en émettant de la fumée. Comme on le voit sur la figure 1.50a, un BLEVE de type 3 provoque l'apparition de légères boursouflures à la surface du revêtement, et peut donc à ce titre être considéré comme une agression « limite » : la peinture commence à réagir en relâchant des gaz, toutefois aucun gonflement n'est observé. Pour les agressions d'intensité supérieure, un fort dégagement de fumée est observé au niveau de la zone impactée, ainsi que la présence de flammes.



Figures 1.50a et 1.50b : photographies des échantillons après les tests n°2 et n°4

| Test | Type de flux | Epaisseur initiale [mm] | Température [K] |       | Emission de fumée [s] | Observations |                 | Temp. max. pour une plaque nue [K] |
|------|--------------|-------------------------|-----------------|-------|-----------------------|--------------|-----------------|------------------------------------|
|      |              |                         | Max [K]         | t = 0 |                       | Flammes [s]  | Gonflement [mm] |                                    |
|      |              |                         | / temps [s]     |       |                       |              |                 |                                    |
| n°1  | 1            | 1,2                     | 311 / 12        | 295   | De 1,1 à 4,6          | Aucune       | Aucun           | 418                                |
| n°2  | 3            | 1,2                     | 328 / 15        | 296   | De 1,6 à 5,3          | Aucune       | Aucun           | 456                                |
| n°3  | 4            | 1,1                     | 330,5/20        | 297   | De 1,3 à 7,8          | De 3,5 à 7   | Aucun           | 494                                |
| n°4  | 5            | 1,2                     | 325 / 17        | 299   | De 1,6 à 6,8          | De 3,3 à 4,5 | 0,3 mm          | 570                                |
| n°5  | 5            | 1,7                     | 321 / 27        | 294   | De 1,2 à 7,5          | De 4 à 6,5   | 0,4 mm          | 570                                |
| n°6  | 6            | 2                       | 325 / 35        | 296   | De 2 à 7,4            | De 3 à 7     | 0,3 mm          | 681                                |

Tableau 1.3 : résultats obtenus pour les essais en BLEVE seul

On peut remarquer dans le tableau 1.3 qu'aucun gonflement n'a été observé lors de l'essai n°3, l'énergie apportée par l'agression n'étant pas suffisante pour déclencher complètement la réaction d'intumescence. La figure 1.50b montre la face avant de



l'échantillon utilisé pour l'essai n°4, qui présente un léger gonflement (0,3 mm). Ces essais montrent que face à des BLEVE correspondants aux flux de type 1 à 3, une couche de revêtement de 1 mm est suffisante pour maintenir une température faible sur la face arrière des échantillons. Cependant, la comparaison des tests 4 et 5 montre que pour des agressions plus puissantes, une épaisseur plus importante permet de retarder l'apparition de la température maximale.

Pour tester le cas d'agressions correspondant à une succession de BLEVE d'intensités croissantes, deux séquences distinctes ont été considérées. Le premier test présenté est une succession de trois BLEVE : type 1, type 2 puis type 3. Après chaque explosion, la face arrière de la plaque est ramenée à température ambiante par convection naturelle avant le déclenchement de l'explosion suivante. Les principaux résultats correspondant à cette séquence sur une plaque revêtue d'une couche de peinture d'1,2 mm sont présentés dans le tableau 1.4.

| Test | Type de flux | Epaisseur initiale [mm] | Température [K]     |         | Observations          |         |            |
|------|--------------|-------------------------|---------------------|---------|-----------------------|---------|------------|
|      |              |                         | Max [K] / temps [s] | $t = 0$ | Emission de fumée [s] | Flammes | Gonflement |
| n°7  | 1            | 1,2                     | 311 / 12            | 295     | De 1,1 à 4,6          | Aucune  | Aucun      |
| n°8  | 2            | 1,2                     | 313 / 12            | 296     | De 1,1 à 4,9          | Aucune  | Aucun      |
| n°9  | 3            | 1,2                     | 329 / 13            | 298     | De 1,2 à 6,9          | Aucune  | Aucun      |

Tableau 1.4 : résultats obtenus pour la séquence BLEVE 1 – 2 – 3.

Ces résultats permettent de constater qu'après avoir subi les deux premières explosions, les performances du revêtement en terme de protection sont conservées. Le comportement observé et les températures mesurées lors du test n°9 sont en effet très proches des résultats obtenus lors du test n°2, effectué sur un échantillon intact, et présenté dans le tableau 1.3. La seconde séquence testée est une explosion de type 3

suivie d'une explosion de type 5 après que la température de la plaque ait été préalablement ramenée à l'ambiante par convection naturelle (tableau 1.5).

| Test | Type de flux | Epaisseur initiale [mm] | Température [K]     |         | Emission de fumée [s] | Observations |            |
|------|--------------|-------------------------|---------------------|---------|-----------------------|--------------|------------|
|      |              |                         | Max [K] / temps [s] | $t = 0$ |                       | Flammes [s]  | Gonflement |
| n°10 | 3            | 1,2                     | 322 / 16            | 297     | De 1,6 à 5,3          | Aucune       | Aucun      |
| n°11 | 5            | 1,2                     | 349 / 17            | 299     | De 1,2 à 7,2          | De 3 à 6,3   | Aucun      |

Tableau 1.5 : résultats obtenus pour la séquence BLEVE 3 – 5.

Contrairement à ce qui a été observé dans les résultats de la première séquence testée, on constate qu'après avoir subi une explosion de type 3, le revêtement intumescent ne procure pas une aussi bonne protection que lorsqu'il est intact. L'élévation de température mesurée lors du test n°11 est en effet de 50 K, alors qu'elle n'est que de 26 K pour un échantillon intact soumis au même flux (test n°4, tableau 1.3). L'échantillon utilisé pour la séquence 3 – 5 est présenté par la figure 1.51.



Figure 1.51 : échantillon après les essais n°10 et n°11

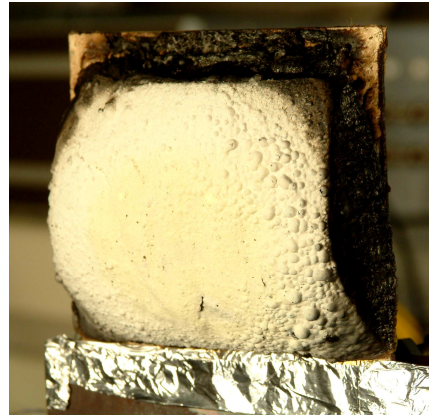
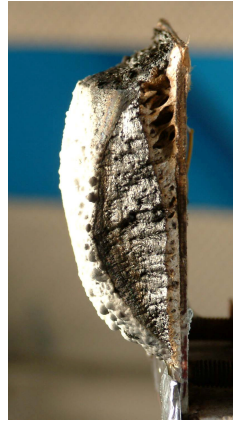
Afin d'illustrer un scénario d'accident impliquant à la fois un incendie et un phénomène de BLEVE, des essais ont été réalisés en combinant les deux types d'agressions. Ces essais consistent à imposer initialement un flux constant de  $170 \text{ kW.m}^{-2}$  à l'échantillon afin de représenter l'incendie, puis de le soumettre à un flux de BLEVE à des instants précis. Des explosions de type 1 et 5 ont ainsi été simulées individuellement après 30 s, 60 s, 120 s, 300 s ou 600 s. Chaque essai étant réalisé sur un nouvel échantillon intact, cette démarche permet d'observer l'influence des explosions sur le déroulement du procédé d'intumescence provoqué par l'incendie. Les premiers résultats présentés dans le tableau 1.6 sont issus d'essais réalisés avec un BLEVE de type 1 survenant après 60 s, 120 s ou 300 s.

Notons qu'en raison des conditions d'ensoleillement, le test n°12 fut interrompu après 250 secondes. L'importante élévation de température observée pour cet essai est principalement due à une épaisseur de protection plus faible que pour les tests 13 et 14.

| Test | BLEVE<br>[s] | Epaisseur<br>initiale /<br>finale [mm] | Température [K] de la |      |          |          |          |  | Observations |
|------|--------------|--|-----------------------|------|----------|----------|----------|--|--------------|
|      |              |  | face arrière à t =    |      |          |          |          |  |              |
|      |              |  | 30 s                  | 60 s | 120<br>s | 300<br>s | 400<br>s |  |              |
| n°12 | 60           | 1 / 23                                 | 351                   | 412  | 475      | 500      | -        | L'essai n'a duré que 250 s. Fort dégagement de fumée, intumescence normale.  |              |
| n°13 | 120          | 1,2 / 31                               | 352                   | 399  | 430      | 451      | 458      | Fort dégagement de fumée, intumescence normale.                              |              |
| n°14 | 300          | 1,2 / 33                               | 352                   | 397  | 437      | 451      | 453      | Aucun dégagement de fumée. Le revêtement n'est pas endommagé par l'explosion |              |

Tableau 1.6 : résultats obtenus pour un BLEVE de type 1 dans un incendie

On constate globalement que les effets thermiques d'un BLEVE de type 1 sont insuffisants pour perturber le phénomène d'intumescence et nuire à l'intégrité de la couche isolante formée par le revêtement, quelque soit l'instant de l'explosion. Les figures 1.52a et 1.52b montrent l'échantillon utilisé pour l'essai n°13.



*Figures 1.52a et 1.52b : photographies de l'échantillon après le test n°13*

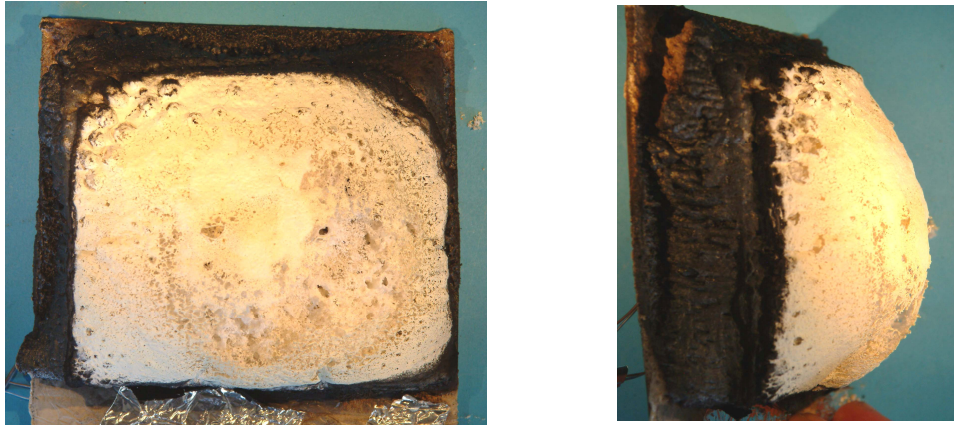
Les résultats présentés dans le tableau 1.7 concernent des essais réalisés avec un BLEVE de type 5 survenant après 30 s, 120 s, 300 s ou 600 s.

La réaction d'intumescence est affectée par les BLEVE de type 5 parce que l'explosion détruit en partie la couche charbonneuse, ce qui perturbe le gonflement de la couche réactive en favorisant l'éclatement des bulles. Cependant, si l'explosion a lieu avant la fin du processus d'intumescence, la partie du revêtement n'ayant pas fini de réagir peut poursuivre le gonflement et régénérer la couche charbonneuse. Cela a tendance à réduire la durée et l'amplitude de la réaction d'intumescence par rapport à une agression « simple » de type incendie, étant donné que le revêtement subit des dégâts supplémentaires lorsque la couche solidifiée ne s'est pas encore reformée.

| Test | BLEVE<br>[s] | Ep.<br>initiale /<br>finale<br>[mm] | Température [K] de la<br>face arrière à t = |     |     |     |                       | Observations   |
|------|--------------|-------------------------------------|---|-----|-----|-----|-----------------------|--|
|      |              |                                     | 30  | 60  | 120 | 300 | 400                   |  |
|      |              |                                     | s   | s   | s   | s   | s                     |  |
| n°15 | 30           | 1,2 / 40                            | 362   | 435 | 490 | 534 | 539                   | Inflammation rapide de la surface, expliquant l'important échauffement après 30 s.<br>Intumescence normale.<br>L'explosion détruit partiellement la couche |
| n°16 | 120          | 1,1 / 35                            | 381   | 459 | 503 | 571 | 601                   | charbonneuse et la couche réactive. L'intumescence s'arrête après environ 400 secondes.<br>L'explosion détruit partiellement la couche                     |
| n°17 | 300          | 1,2 / 33                            | 360   | 435 | 495 | 527 | 566                   | charbonneuse et la couche réactive. L'intumescence s'arrête juste après l'explosion à 300 s.<br>L'explosion détruit partiellement la couche                |
| n°18 | 600          | 1,2 /<br>détruit                    | 361   | 417 | 474 | 505 | 600<br>s:<br>542<br>K | charbonneuse et la couche réactive. L'explosion ayant lieu après la fin du gonflement, la couche isolante ne se reforme pas.                               |

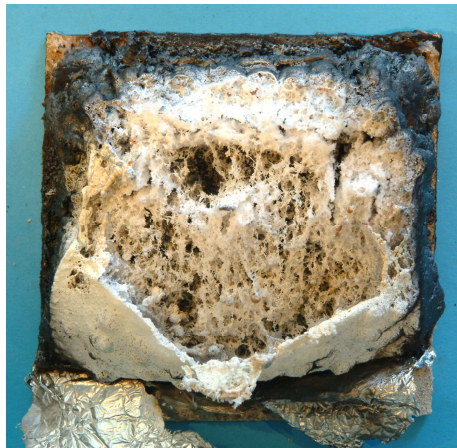
Tableau 1.7 : résultats obtenus pour un BLEVE de type 5 dans un incendie

Les figures 1.53a et 1.53b montrent la capacité de régénération du revêtement après que l'explosion ait détruit la couche charbonneuse sur plus d'1 centimètre.



*Figures 1.53a et 1.53b : photographies de l'échantillon après le test n°16*

En revanche, si l'explosion survient à la fin de la réaction d'intumescence, et qu'il ne reste plus suffisamment de matériau vierge pour poursuivre la réaction, le revêtement ne se régénère pas. La figure 1.54 montre l'échantillon utilisé pour l'essai n°18, qui présente une couche charbonneuse irrémédiablement détruite sur une épaisseur d'environ 2 centimètres.



*Figure 1.54 : échantillon après l'essai n°18*

#### **1.3.4. Résultats en simulation nucléaire**

Différentes campagnes expérimentales ont été réalisées afin d'évaluer le potentiel de protection offert par des peintures intumescentes pour des matériels subissant une onde thermique générée par une explosion nucléaire (voir paragraphe 1.2.3). Ces essais, dont les résultats ne sont pas présentés ici pour des raisons de confidentialité défense, ont permis de démontrer l'efficacité des protections intumescentes dans un tel contexte.

## 1.4. Bilan

La problématique des revêtements intumescents est abordée dans ce premier chapitre à travers trois axes principaux : la présentation des peintures intumescentes, des agressions thermiques potentielles, et enfin des essais réalisés.

Les principes généraux de la protection de structures par revêtements intumescents sont évoqués dans un premier temps, ainsi que les domaines d'application les plus fréquents. La composition chimique précise d'une peinture intumescente étant soumise au secret de fabrication, seuls les éléments constitutifs principaux sont connus, ce qui permet néanmoins d'établir une description réaliste de la réaction d'intumescence. La notion de performance en matière de résistance au feu est définie à travers l'examen des réglementations en vigueur dans ce domaine, ce qui permet de souligner l'efficacité de la protection passive par peinture intumescente. Ces performances permettent notamment d'envisager l'emploi de revêtements intumescents dans le cadre militaire.

Pour préciser le contexte particulier de la protection face aux agressions thermiques sur le champ de bataille, différents types de menaces potentielles sont présentées, ainsi que les flux thermiques spécifiques que l'on peut leur associer. Une importante distinction est notamment faite entre les agressions « longues » telles que les incendies et les agressions « courtes » comme les explosions. Les incendies, tels qu'ils sont étudiés ici, se caractérisent par un flux thermique rayonné dont l'intensité varie peu au cours du temps. En pratique, ils comptent parmi les causes les plus fréquentes de pertes matérielles et humaines, tant dans le secteur civil que dans un contexte militaire. En ce qui concerne les explosions, le cas particulier du BLEVE (explosion d'un réservoir pressurisé) est étudié. Ses effets thermiques potentiels sont très importants, avec un flux rayonné violent durant un temps relativement bref. L'étude expérimentale de tels phénomènes exige la mise en œuvre de moyens spécifiques permettant de reproduire les flux thermiques évoqués, tant dans leur intensité que dans leur dynamique.

La partie finale de ce chapitre s'articule autour de la présentation du Four Solaire Principal du laboratoire EHF, ainsi que des différents essais expérimentaux réalisés pour tester le comportement de la peinture intumescente face aux agressions thermiques définies dans la partie précédente. Le fonctionnement du four solaire ainsi que les différents éléments qui le constituent sont détaillés, puis les résultats des essais sous hauts flux sont présentés et analysés.



## 1.5. Bibliographie

- Autrique, L., Gillet, M. et Perez, L. « Le four solaire principal : un démonstrateur pour l'expertise ». *Journées Démonstrateurs en Automatique, JESA Angers*, 28-29 mars 2006.
- Ayme, N. et Joyeux, D. « Méthode de vérification du comportement au feu d'entrepôts en acier ». *Constr. mét.*, vol. 42, n°1, pp. 3-13, 2005.
- Bailey, C. "Indicative fire tests to investigate the behaviour of cellular beams protected with intumescent coatings". *Fire Safety Journal*, n°39, pp. 689-709, 2004.
- Baker, W.E., Cox, P.A., Westin, P.S., Kulesz, J.J. et Strehlow, R.A. "Explosion hazards and evaluation". *Fundamental studies in engineering n°5; Elsevier; ISBN 0-444-42094-0*, vol. 5, 1983.
- Barber, D.J. « HERA Fire protection manuals » Sections 7 et 8 : Passive / Active fire protections of steel, HERA, Manukau City, HERA Report R4-89, 1996.
- Bernuchon, E. « Feux de nappes » Méthode pour l'évaluation et la prévention des risques accidentels, DRA-006, rapport Oméga-2, version 2, 29 octobre 2002.
- Bohr, N. et Wheeler J. A. "The Mechanism of Nuclear Fission." *Physical Review* 56(5): 426, 1939.
- Boulet, P., Collin, A. et Parent, G. "Heat transfer through a water spray curtain under the effect of a strong radiative source". *Fire Safety Journal*, vol. 41, pp. 15-30, 2006.
- Brzustowski, T.A. et Sommer Jr, E.C. "Predicting Radiant Heating from Flares". Proceedings - Division of Refining, *American Petroleum Institute*, vol. 53, API Washington D.C., pp. 865-893, 1973.
- Butler, K.M., Baum, H.R. et Kashiwagi, T. "Heat transfer in an intumescent material using a three-dimensional lagrangian model "Proceedings of the International Conference on Fire Research and Engineering, Orlando, FL, 10-15 septembre 1995.
- CCPS, Center of Chemical Process Safety "Guidelines for evaluating the characteristics of vapour cloud explosions, flash fires and BLEVE". *AICHE*, ISBN: 978-0-8169-0474-7, Décembre 1994.

- Cox, G. et Chitty, R. "Some Source-dependent effects of unbounded fires". *Comb. Flame* 60, pp. 219-232, 1985.
- Cwiklinski, C. « Distilleries et chais de Cognac – Sécurité incendie – explosion » *Rapport référencé EXI-CCw/Ile 31AZI5*, 5 septembre 1994.
- Davies, J.M. et Cotton, E.S. "Design of the quartermaster solar furnace". *Solar Energy Journal*, 1:2-3, pp. 16-22, 01 avril 1957.
- Di Blasi, C. et Branca, C. "Mathematical model for the nonsteady decomposition of intumescent coatings". *AIChE Journal*, vol 47, n°10, pp. 2359-2370, 2001.
- Douale P. « Etude expérimentale et modélisation thermomécanique du comportement de revêtements en choc thermique intenses et cycliques ». *Thèse de doctorat*, Ecole des mines de Paris, 1999.
- Duquesne, S., Magnet, S. Jama, C. et Delobel, R. « Intumescent paints: fire protective coatings for metallic substrates ». *Surface and Coatings Technology*, n° 180-181, pp. 302-307, 2004.
- Eurocode 3 Novembre 2005 (NF EN 1993-1-2) - Calcul des structures en acier - Partie 1-2 : règles générales - Calcul du comportement au feu. *Indice de classement : P22-312-1*
- Everett III, H. et Pugh, G.E. "The distribution and effects of fallout in large nuclear weapon campaigns". *Operations research*, vol. 7, n°2, pp. 226-248, mars - avril 1959.
- Gann, R.G., Babrauskas, V., Peacock, R.D. et Hall Jr, J.R. "Fire conditions for smoke toxicity measurement" *Fire and materials*, vol. 18, n°3, pp. 193-199, 1994.
- Gautier, B., Pages, O. et Thibert, E. "MAGIC: Global Modelling of Fire Into Compartments". *Proceedings of the 8th Interflam Conference*, vol. 2, Edinburgh, Scotland, 1999.
- Gillet, M., Autrique, L., Perez, L. et Serra, J.J. « Validation d'un modèle prédictif pour le comportement de matériels militaires soumis à de hauts flux thermiques » Société Française de Thermique, *SFT 2006, Ile de Ré, France*, 16-19 mai 2006.

- Gillet, M., Autrique, L. et Perez, L. « Mathematical model for intumescent coatings growth: application to fire retardant systems evaluation ». *Journal of Physics D : Applied Physics*. vol 40, pp. 883-899, 2007.
- Glasstone, S (ed.), “The effects of nuclear weapons”, *U.S. Dept. of Defence*, U.S. Gov't Printing Office, Washington D.C., Juin 1957.
- Hamilton, D.C. et Morgan, W.R. « Radiant interchange configuration factors », *NACA TN-2836*, 1952.
- Heskestad, G. “Engineering relations for fire plumes”. *Fire Safety Journal*, vol. 7, n°1, pp. 25-32, 1984.
- Hofmann, J. “Modeling of fire for risk assessment in petrochemical industries”, *Heavy gas and risk assessment symposium, Francfort*, 25-26 mai 1982.
- Jimenez, M., Duquesne, S. et Bourbigot, S. « Characterization of the performance of an intumescent fire protective coating » *Surface and Coatings Technology*, n° 201, pp. 979-987, 2006.
- Johnson, D.M. et Pritchard, M.J. “Large-scale experimental study of boiling liquid expanding vapor explosions (BLEVE)”, Commission of the European Communities Report EV4T.0014.UK (H), 1990.
- Karafyllidis, I. et Thanailakis, A. “A model for predicting forest fire spreading using cellular automata”. *Ecological Modelling*, vol. 99, Issue 1, pp. 87-97, 16 juin 1997.
- Koseki, H., Iwata, Y., Natsume, Y., Takahashi, T. et Hirano, T. “Tomakomai large scale crude oil fire experiments”, *Fire Technol.*, vol. 36, n°1, pp. 24-38, 2000.
- Koski, J.A., Gritzo, L.A., Kent, L.A. et Wix, S.D. “Actively cooled calorimeter measurements and environment characterization in a large pool fire”. *Fire and Materials*, vol. 20, pp. 69-78, 1996.
- Lannoy, A. « Analyse des explosions air - hydrocarbure en milieu libre. Etudes déterministe et probabiliste du scénario d'accident. Prévission des effets de surpression ». *Bulletin n°4 de la Direction des Etudes et Recherches, Série A*, octobre 1984.
- Law, C.K. « Combustion Physics » *Cambridge University Press*, 2006.

- Lihou, D.A. et Maund, J.K. "Thermal radiation hazards from fireballs", *The Assessment of Major Hazards, Rugby: Inst. Chem. Eng*, 1982.
- McGeorge, D. et Høyning, B. "Fire safety of naval vessels made of composite materials: fire safety philosophies, ongoing research and state-of-the-art passive fire protection". *RTO-MP-103, RTO AVT Specialist's meeting on "Fire safety and survivability"*, Aalborg, Danemark, 23-26 septembre 2002.
- McGrattan, K.B., Baum, H.R., Rehm, R.G., Hamins, A. et Forney, G.P. "Fire Dynamics Simulator, Technical Reference Guide". *Technical Report NISTIR 6467, National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, Maryland*, janvier 2000.
- Ministère de l'écologie et du développement durable. «Arrêté ministériel du 22 octobre 2004 relatif aux valeurs de référence de seuils d'effets des phénomènes accidentels des installations classées ».
- Minzer, G.A. et Eyre, J.A. "Large scale LNG and LPG pool fire", *Int. Chem. Eng. Symp. Series, n°71*, pp. 147-163, 1982.
- Moorhouse, J., "Scaling Criteria for Pool Fires Derived from Large-Scale Experiments." *The Assessment of Major Hazards, Symposium Series n°71*, The Institution of Chemical Engineers, Pergamon Press Ltd., Oxford, United Kingdom, pp. 165-179, 1982.
- Mudan, K.S. et Croce, P.A. "Fire hazards calculations for large open hydrocarbon pool fires". *The SFPE Handbook of fire protection engineering, First Edition*, National Fire Protection Association, Quincy, MA, 1990.
- Muzy, A. "Elaboration de modèles déterministes pour la simulation de systèmes spatiaux complexes : application à la propagation des feux de forêt ». *Thèse de l'Université de Corse Pasquale Paoli, laboratoire SPE, UMR CNRS n°6134*, 2004.
- Norme ISO 834-1:1999 "Essai de résistance au feu – Eléments de construction – Partie 1 : Exigences générales » *TC92/SC2, ICS : 13.220.50*, 1999.
- Olenick, S.M. et Carpenter, D.J. "An updated international survey of computer models for fire and smoke". *Journal of Fire Protection Engineering, vol. 13, n°2*, pp. 87-110, mai 2003.

- Olmstead, W.E. et Peralta, L.A. et Raynor, S. "Transient radiation heating of a rotating cylindrical shell". *AIAA Journal*, 1:2166-2168, 1963.
- Perez, L., Gillet, M. et Autrique, L. « Parametric identification of a multi-layered intumescent system ». *5<sup>th</sup> International Conference Inverse Problems: Identification, Design and Control*, Moscou, Russie, 10-17 mai 2007.
- Porterie, B. Zekri, N. Clerc, J.P. et Loraud, J.C. « Influence des brandons sur la propagation d'un feu de forêt ». *C. R. Physique* 6, pp. 1153-1160, 2005.
- Rehm, R.G., Pitts, W.M., Baum, H.R., Evans, D.D., Prasad, K., McGrattan, K.B. et Forney, G.P. "Initial model for fires in the world trade center towers". *NIST Interim report 6879* (Mai 2002). Présenté au *7<sup>th</sup> International Symposium on Fire Safety Science*, Worcester Polytechnic Institute, Worcester, MA, 17 juin 2002.
- Reshetnikov, I.S., Antonov, A.V. et Khalturinskii, N.A. "Mathematical description of combustion of intumescent polymer system". *Combustion, Explosion, and Shock Waves*, vol. 33, n°6, pp. 669-684, 1997.
- Rhodes, R. "Dark sun: The making of the hydrogen bomb". New York: Simon and Schuster, 1995.
- Sakharov, A. "Memoirs", *New York: Alfred A. Knopf*, pp. 215-225, ISBN 0-679-73595-X, 1990.
- Shebeko, Yu., N., Bolodian, I.A., Filippov, V.N., Navzenya, V.Yu., Kostyuhin, A.K., Tokarev, P.M. et Zamishevski, E.D. "A study of the behaviour of a protected vessel containing LPG during pool fire engulfment", *Journal of Hazardous Materials*, A77, pp. 43-56, 2000.
- Shield, S.R. "A model to Predict Radiant Heat and Blast Hazards from LPG BLEVE". *AIChE Symposium, Series Heat Transfer*, 1993.
- Shield, S.R. "The Modeling of BLEVE Fireball Transients, major Hazards onshore and offshore II". *IchemE Symposium. Series 139*, 1995.
- Sorathia, U., Long, G., Blum, M., Ness, J. et Gracik, T. "Performance requirements for fire safety of materials in U.S. Navy ships and submarines". *Society for the Advancement of Materials and Processes Engineering, A Materials and Processes Odyssey; Book 2 of 2 Books*, pp. 1683-1694, 2001.

- Sparrow, E.M. et Cess, R.D. “Radiation Heat Transfer – augmented edition”, *McGraw-Hill, New-York*, 1978.
- T.N.O. “Methods for the calculation of the physical effects of the escape of dangerous material (Yellow Book)”, *Report of the committee for the prevention of disasters*, 1997.
- Thomas, P. H. “Fire Research Note 600”, *Fire Research Station, Borehamwood, England* (1965).
- Tewarson, A. “Generation of heat and chemical compounds in fire”, *The SFPE Handbook of fire protection engineering, Third Edition. Section 3, chap. 4*. National Fire Protection Association, Quincy, MA., 2002.
- Zekri, N. Porterie, B. Clerc, J.P. et Loraud, J.C. « Propagation in a two-dimensional weighted local small-world network ». *Physical Review E 71, 046121*, 2005.
- Zukoski, E. E. “*Fire Safety Science*” – Proc. First Int. Sym., p 7, 1986.



## 2. Modélisation du comportement sous haut flux

L'étude des peintures intumescentes et l'optimisation de leur utilisation impliquent la mise au point de modèles mathématiques prédictifs capables de décrire leur comportement sous haut flux. Le développement de tels modèles nécessite une connaissance précise des phénomènes physiques mis en œuvre durant la réaction d'intumescence, les principaux étant la perte de masse du revêtement, le déplacement de ses frontières mobiles et les transferts thermiques dans les différentes couches. Une première étape consiste à établir un modèle capable de simuler des situations académiques pour lesquelles la géométrie du matériau ainsi que la distribution du flux permettent de considérer une configuration monodimensionnelle. A la fin du chapitre, la mise au point d'un modèle 2D (permettant de prendre en compte des géométries plus complexes et de traiter des cas plus divers) est évoquée. A terme, il serait nécessaire de développer et de valider une modélisation traitant les aspects 3D.

### 2.1. Modèle 1D

La modélisation en 1D des phénomènes étudiés est une étape préliminaire nécessaire à la mise au point de modèles plus complexes. Il s'agit de ne représenter qu'une dimension de l'objet réel et tridimensionnel qu'est un échantillon. Dans la configuration étudiée (plaque plane recouverte de peinture), les phénomènes seront étudiés dans l'épaisseur. Les différentes couches à représenter dans cette dimension (voir figure 1.1, § 1.1.1) lors de la réaction d'intumescence sont rappelées sur la figure 2.1.

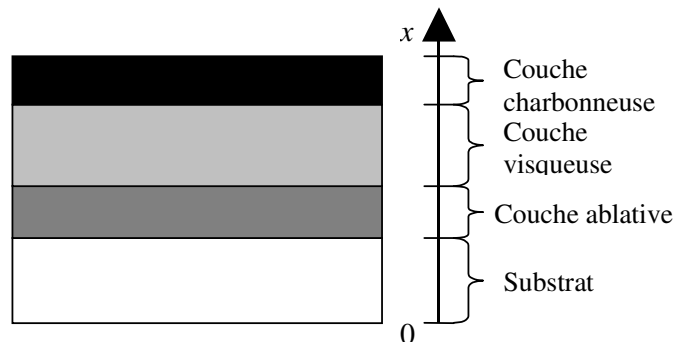


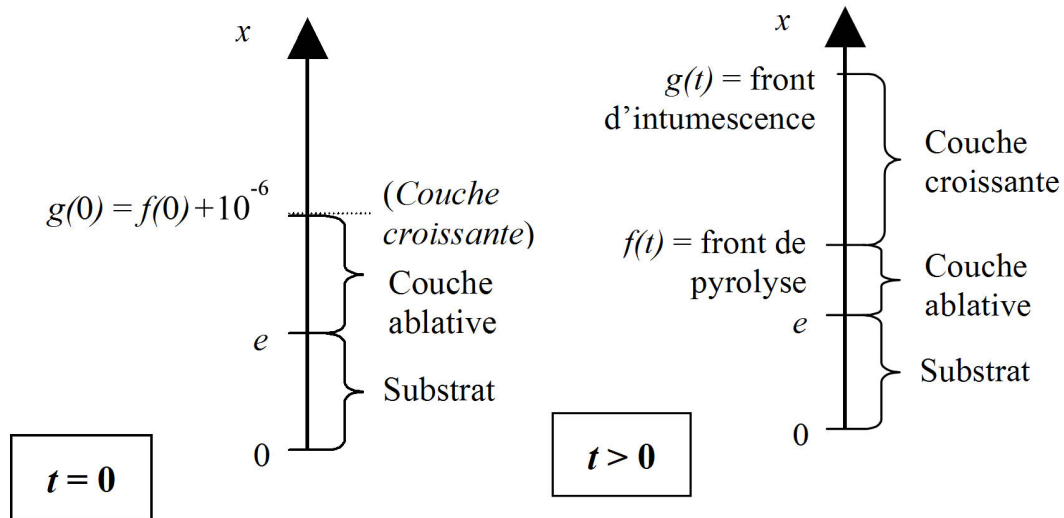
Figure 2.1 : structure de l'objet à modéliser



On peut considérer que le domaine se compose d'un maximum de quatre couches superposées : le substrat, la peinture ablative, la couche visqueuse et enfin la couche charbonneuse. En pratique, il a été montré précédemment que si le substrat ne subit pas de modification de sa structure lors des essais, la composition du revêtement varie de une à trois couches, avec l'apparition de la couche visqueuse puis de la couche charbonneuse. Si la réaction se poursuit, on observe ensuite la disparition de la couche ablative puis de la couche visqueuse, le revêtement étant alors intégralement charbonneux. Une approche de modélisation peut consister à affecter un sous domaine à chacune des couches, ce qui entraîne l'apparition et la disparition de sous domaines en cours de calcul. Cependant, afin de simplifier la démarche de modélisation, les compromis suivants sont réalisés :

- Le modèle ne comporte que trois sous domaines : le substrat, une couche ablative et une couche « croissante » comprenant la couche visqueuse et la couche charbonneuse.
- Le sous domaine correspondant à la couche « croissante » a une épaisseur *quasi nulle* à l'instant initial (pour éviter tout problème numérique, on considère en pratique une épaisseur initiale de  $10^{-6}$  m).
- L'apparition de la couche charbonneuse est représentée par la modification des propriétés thermiques du matériau réactif qui compose la couche croissante lors de sa carbonisation.

Ces hypothèses conduisent à considérer le domaine de modélisation suivant à l'instant initial (figure 2.2a) et aux instants  $t > 0$  (figure 2.2b) :



Figures 2.2a et 2.2b : structure du domaine de modélisation 1D

Si l'on définit  $e_p$  comme étant l'épaisseur initiale de peinture, on peut dresser un tableau récapitulant les positions des frontières définissant chaque sous domaine, ainsi que leur épaisseur initiale (tableau 2.1) :

| Sous domaine      | Frontière 1 | Frontière 2 | Epaisseur initiale  |
|-------------------|-------------|-------------|---------------------|
| Substrat          | 0           | $e$         | $e$                 |
| Couche ablative   | $e$         | $f(t)$      | $e_p = f(0) - e$    |
| Couche croissante | $f(t)$      | $g(t)$      | $10^{-6} \text{ m}$ |

Tableau 2.1 : sous domaines du modèle 1D

### 2.1.1. Modélisation des pertes de masse

Lors de la réaction d'intumescence, le gonflement du revêtement s'accompagne d'une perte de masse pouvant être importante, généralement supérieure à 30 %. Les phénomènes de pyrolyse [Albright et al., 1983] et d'ablation [Fristrom et al., 1976], [Mahan et al., 1988], [Leung et al., 1997] qui marquent le déclenchement de la réaction d'intumescence sont les causes principales de cette perte de masse, il est donc indispensable de connaître leurs mécanismes.

Lorsque la peinture subit une agression thermique, le flux incident est absorbé par le revêtement initial de peinture vierge de faible conductivité. L'élévation rapide de la

température de surface de la peinture provoque le début de sa dégradation thermique et la pyrolyse des composants organiques produit de nombreuses espèces gazeuses. Ces gaz sont éjectés dans la couche limite, réduisant ainsi la quantité d'énergie transmise par convection à la surface du matériau. La dégradation thermique du revêtement produit une couche réactive visqueuse, qui se développe au dessus de la zone primaire de pyrolyse de la peinture. Plusieurs méthodes théoriques (voir par exemple [Moghtaderi et al., 1997]) permettent de décrire la pyrolyse en se basant généralement sur une approche cinétique. La quantification de ce phénomène fait intervenir le calcul de la perte de masse subie par le matériau soumis à la dégradation thermique, dont la formulation générale est de la forme :

$$\frac{dm}{dt} = \dot{m} = \kappa m \quad [2.1]$$

Dans cette expression,  $m$  est la masse de matériau affecté par la réaction de pyrolyse et  $\kappa$  est un coefficient cinétique représentant le mécanisme de dégradation. Ce coefficient peut être défini par l'expression de type Arrhénius suivante ([Di Blasi, 2004], [Bourbigot et al., 2006], [Staggs, 2000]) :

$$\kappa(\theta(x,t)) = A \exp\left(-\frac{E}{R\theta(x,t)}\right) \quad [2.2]$$

|                 |  |                            |
|-----------------|--|----------------------------|
| avec : $A$ :    | facteur pré exponentiel                  | $[s^{-1}]$                 |
| $E$ :           | énergie d'activation                     | $[J.mol^{-1}]$             |
| $R$ :           | constante des gaz parfaits               | $[8,32 J.mol^{-1}.K^{-1}]$ |
| $\theta(x,t)$ : | température au point $x$ à l'instant $t$ | $[K]$                      |

L'épaisseur de matériau subissant la dégradation thermique est appelée « zone de pyrolyse ». Si l'on considère que cette réaction survient à partir d'une température seuil  $\theta_v$  [Laraqi, 1987], on peut définir la zone de pyrolyse en géométrie 1D comme étant comprise entre deux bornes, indiquées sur la figure 2.3 :

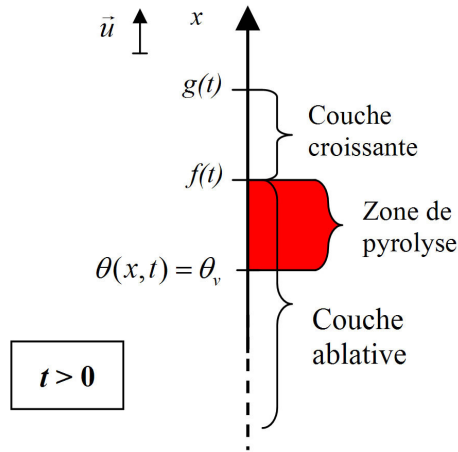


Figure 2.3 : définition de la zone de pyrolyse

La zone de pyrolyse correspond à l'épaisseur de matériau ablatif dont la température est supérieure à la température seuil  $\theta_v$ . Elle est donc comprise entre l'isotherme  $\theta_v$  et le front de pyrolyse  $f(t)$ . Dans ces conditions, le calcul du coefficient cinétique devient :

$$\kappa(\theta(x,t)) = \begin{cases} A \exp\left(-\frac{E}{R\theta(x,t)}\right) & \text{si } \theta(x,t) \geq \theta_v \text{ et } x \leq f(t) \\ 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad [2.3]$$

Par conséquent, le débit de masse surfacique subi par le revêtement est :

$$\dot{m}''(\theta(x,t)) = \int_e^{f(t)} \rho_{abla} \kappa(\theta(x,t)) dx \quad [2.4]$$

avec :  $\dot{m}''(t)$  : débit de masse surfacique  $[\text{kg} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}]$

$\rho_{abla}$  : masse volumique du matériau ablatif  $[\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}]$

La dégradation thermique du matériau et la perte de masse qu'elle entraîne sont à l'origine de l'ablation de la couche de peinture vierge qui, tout en régressant vers le substrat, donne naissance à la couche croissante. La modélisation du déplacement des frontières mobiles du domaine (front de pyrolyse et front d'intumescence) fait donc

également intervenir les calculs présentés précédemment pour décrire la cinétique de la réaction de pyrolyse.

### 2.1.2. Modélisation des frontières mobiles

Parmi les phénomènes physiques qui caractérisent la réaction d'intumescence, le gonflement du revêtement est le plus flagrant. Ce gonflement fait suite à l'ablation de la peinture vierge, qui est elle-même provoquée par la réaction de pyrolyse décrite précédemment. Afin de modéliser ce gonflement, il s'agit donc de représenter le déplacement de deux frontières mobiles : le front de pyrolyse qui marque la frontière entre la couche ablative et la couche réactive, et le front d'intumescence qui correspond à la face supérieure de la couche croissante. Des modèles décrivant le gonflement de matériaux intumescents ont notamment été développés par [Duquesne et al., 1999], [Cagliostro et al., 1975], [Anderson et Nachman, 1986], [Butler et al., 1997], [Anderson et al., 1983] et [Di Blasi, 2004].

Dans un souci de simplification visant à optimiser la mise en œuvre du modèle ainsi que le temps de calcul, l'approche présentée ici s'affranchit des considérations chimiques utilisées par certains auteurs comme [Di Blasi et Branca, 2001]. La modélisation des frontières mobiles présentée par la suite fait intervenir comme paramètre principal le facteur cinétique  $\kappa$  dont le calcul est détaillé dans l'équation [2.3]. Considérons dans un premier temps le calcul de la vitesse d'ablation du front de pyrolyse :

$$\vec{V}_a(t) = -\frac{df(t)}{dt} \vec{u} = -\dot{f}(t) \vec{u} = -\frac{\dot{m}''(t)}{\rho_{abla}} \vec{u} \quad [2.5]$$

|                    |                                     |  |
|--------------------|-------------------------------------|--|
| avec : $\vec{u}$ : | vecteur unitaire (voir figure 2.3)  | [sans unité]                           |
| $\dot{m}''(t)$ :   | débit de masse surfacique           | [kg.m <sup>-2</sup> .s <sup>-1</sup> ] |
| $\rho_{abla}$ :    | masse volumique du matériau ablatif | [kg.m <sup>-3</sup> ]                  |

Cette expression traduit l'approximation considérant que le débit de matériau dégradé est proportionnel à la vitesse de régression du front de pyrolyse.

Si l'on se réfère à l'équation [2.4], le calcul de la vitesse d'ablation peut également s'écrire de la façon suivante :

$$\vec{V}_a(t) = -\frac{df(t)}{dt} \vec{u} = -\dot{f}(t) \vec{u} = -\int_e^{f(t)} \kappa(\theta(x,t)) dx \vec{u} \quad [2.6]$$

Si l'on considère par la suite, dans une première approche, que la vitesse d'expansion de la couche croissante est proportionnelle à la vitesse d'ablation, on peut écrire la relation suivante :

$$\vec{V}_g(t) = k_g \vec{V}_a(t) \quad [2.7]$$

avec :  $\vec{V}_g(t)$  : vitesse d'expansion de la couche croissante [m.s<sup>-1</sup>]

$k_g$  : facteur de proportionnalité [sans unité, < -1]

Le facteur  $k_g$  prend une valeur négative afin de représenter le déplacement de  $g(t)$  dans la direction opposée à celui de  $f(t)$ . De plus, le volume des gaz de pyrolyse qui provoquent l'expansion étant nécessairement supérieur au volume de matériau dégradé, la vitesse de gonflement est supérieure à la vitesse d'ablation, le coefficient  $k_g$  est donc supérieur à 1 en valeur absolue. La vitesse de déplacement du front de pyrolyse peut alors être définie comme la somme de la vitesse d'ablation et de la vitesse d'expansion de la couche croissante :

$$\frac{dg(t)}{dt} \vec{u} = \dot{g}(t) \vec{u} = \vec{V}_a(t) + \vec{V}_g(t) = (1 + k_g) \vec{V}_a(t) \quad [2.8]$$

Ainsi, le modèle est à même de décrire le phénomène d'ablation de la couche de peinture vierge ainsi que le gonflement de la couche croissante. La description des transferts de chaleur au sein de chaque sous domaine est présentée dans ce qui suit.

### 2.1.3. Modélisation des transferts thermiques

L'objectif principal de l'approche de modélisation présentée ici consiste à prédire le comportement général d'un système intumescent face à une agression thermique spécifique. Il s'agit donc notamment de décrire l'évolution de la température générale du système modélisé, et en particulier celle du substrat. Dans le cadre d'une application militaire de sécurisation de munitions, par exemple, il est nécessaire de connaître la température maximale atteinte par les surfaces à protéger lors de leur exposition à un incendie. Ceci peut permettre d'envisager des mesures préventives ou d'optimiser des stratégies d'intervention. Dans le sous domaine n°1, correspondant au substrat, les transferts de chaleur sont régis par l'équation suivante :

$$\rho_1 C_1 \frac{\partial \theta(x,t)}{\partial t} - \lambda_1 \Delta \theta(x,t) = 0 \quad \text{pour } 0 < x < e \quad [2.9]$$

|                   |                                    |  |
|-------------------|------------------------------------|--|
| avec : $\rho_1$ : | masse volumique du matériau        | [kg.m <sup>-3</sup> ]                  |
| $C_1$ :           | chaleur spécifique du matériau     | [J.kg <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> ] |
| $\lambda_1$ :     | conductivité thermique du matériau | [W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> ]  |
| $e$ :             | épaisseur du substrat              | [m]                                    |

Dans le sous domaine n°2, correspondant à la peinture ablative vierge, il convient de prendre en compte l'endothermie de la réaction de pyrolyse, ce qui se traduit par l'équation suivante :

$$\rho_2 C_2 \frac{\partial \theta(x,t)}{\partial t} - \lambda_2 \Delta \theta(x,t) = -\rho_2 \kappa(\theta(x,t)) H_p \quad \text{pour } e < x < f(t) \quad [2.10]$$

|                   |                                       |  |
|-------------------|---------------------------------------|--|
| avec : $\rho_2$ : | masse volumique de la peinture        | [kg.m <sup>-3</sup> ]                  |
| $C_2$ :           | chaleur spécifique de la peinture     | [J.kg <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> ] |
| $\lambda_2$ :     | conductivité thermique de la peinture | [W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> ]  |
| $\kappa$ :        | coefficient cinétique                 | [s <sup>-1</sup> ]                     |
| $H_p$ :           | enthalpie de la réaction de pyrolyse  | [J.kg <sup>-1</sup> ]                  |
| $e$ :             | épaisseur du substrat                 | [m]                                    |
| $f(t)$ :          | abscisse du front de pyrolyse         | [m]                                    |

Dans le sous domaine n°3, correspondant à la couche croissante  $f(t) < x < g(t)$ , la réaction de pyrolyse n'a pas lieu.

$$\rho_3 C_3 \frac{\partial \theta(x,t)}{\partial t} - \lambda_3 \Delta \theta(x,t) = 0 \quad \text{pour } f(t) < x < g(t) \quad [2.11]$$

avec :  $\rho_3$  : masse volumique de la couche croissante [kg.m<sup>-3</sup>]  
 $C_3$  : chaleur spécifique de la couche croissante [J.kg<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>]  
 $\lambda_3$  : conductivité thermique de la couche croissante [W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>]  
 $f(t)$  : abscisse du front de pyrolyse [m]  
 $g(t)$  : abscisse du front d'intumescence [m]

Il est nécessaire de tenir compte de l'apparition de la couche carbonneuse en modifiant les propriétés thermiques de la couche visqueuse à partir d'une température seuil. On considérera donc les relations suivantes :

$$\begin{cases} \rho_3 \\ C_3 \\ \lambda_3 \end{cases} = \begin{cases} \rho_{visq} \\ C_{visq} \\ \lambda_{visq} \end{cases} \quad \text{pour } \theta(x,t) < \theta_{char} \quad ; \quad \begin{cases} \rho_3 \\ C_3 \\ \lambda_3 \end{cases} = \begin{cases} \rho_{char} \\ C_{char} \\ \lambda_{char} \end{cases} \quad \text{pour } \theta(x,t) \geq \theta_{char} \quad [2.12]$$

avec :  $\rho_{visq}, C_{visq}, \lambda_{visq}$  : propriétés de la couche visqueuse  
 [kg.m<sup>-3</sup>], [J.kg<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>], [W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>]  
 $\rho_{char}, C_{char}, \lambda_{char}$  : propriétés de la couche carbonneuse  
 [kg.m<sup>-3</sup>], [J.kg<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>], [W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>]

Les conditions aux limites du modèle s'appliquent sur les frontières telles qu'elles sont représentées sur les figures 2.2a et 2.2b.

Sur la face supérieure du revêtement ( $x = g(t)$ ), on considère la condition limite suivante :

$$-\lambda_3 \frac{\partial \theta(g(t),t)}{\partial x} = h(\theta(g(t),t) - \theta_{ext}) + \varepsilon_3 \sigma (\theta(g(t),t)^4 - \theta_{ext}^4) - \alpha_3 \Phi(t) \quad [2.13]$$



|                   |   |   |
|-------------------|---|---|
| avec : $h$ :      | coefficient d'échange convectif             | $[\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}]$               |
| $\theta_{ext}$ :  | température extérieure                      | $[\text{K}]$                                    |
| $\varepsilon_3$ : | émissivité de la face supérieure            | [sans unité]                                    |
| $\sigma$ :        | constante de Stefan-Boltzmann               | $[5,67.10^{-8} \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-4}]$ |
| $\alpha_3$ :      | absorptivité de la face supérieure          | [sans unité]                                    |
| $\Phi(t)$ :       | flux radiatif issu de l'agression thermique | $[\text{W.m}^{-2}]$                             |

L'expérience montre que les valeurs des paramètres  $h$ ,  $\varepsilon_3$  et  $\alpha_3$  subissent des modifications durant la réaction d'un revêtement intumescent sous haut flux. L'aspect de la surface, notamment sa couleur, peut varier de façon importante. Des flammes ont été observées lors de certains essais, et un important dégagement de fumée est constaté dans la plupart des cas pendant la phase d'ablation et de gonflement, ce qui affecte de façon non négligeable la proportion du flux de l'agression absorbée par l'échantillon (on peut se référer dans ce domaine aux travaux de [Widmann et al., 2005] portant sur la mesure du coefficient d'extinction optique de fumées). Cependant, en l'absence de données précises permettant de quantifier ces variations (notamment en raison de la méconnaissance de la composition chimique des fumées), des valeurs fixes arbitraires sont affectées à ces paramètres.

A l'interface entre la couche croissante et le matériau vierge ( $x = f(t)$ ), l'approximation du contact parfait se traduit par une continuité des flux et des températures :

$$\lambda_3 \frac{\partial \theta(f_{inf}(t), t)}{\partial x} = \lambda_2 \frac{\partial \theta(f_{sup}(t), t)}{\partial x} \quad [2.14]$$

$$\theta(f_{inf}(t), t) = \theta(f_{sup}(t), t) \quad [2.15]$$

La même condition s'applique à l'interface entre le matériau vierge et le substrat ( $x = e$ ) :

$$\lambda_2 \frac{\partial \theta(e_{inf}, t)}{\partial x} = \lambda_1 \frac{\partial \theta(e_{sup}, t)}{\partial x} \quad [2.16]$$

$$\theta(e_{\text{inf}}, t) = \theta(e_{\text{sup}}, t) \quad [2.17]$$

Au niveau de la face arrière (non irradiée) ( $x = 0$ ) :

$$\lambda_1 \frac{\partial \theta(0, t)}{\partial x} = h(\theta(0, t) - \theta_{\text{ext}}) + \varepsilon_1 \sigma (\theta(0, t)^4 - \theta_{\text{ext}}^4) \quad [2.18]$$

avec :  $\varepsilon_1$  : émissivité de la face arrière [sans unité]

Condition initiale, à  $t = 0$  :

$$\theta(x, 0) = \theta_{\text{ext}} \quad \text{pour } 0 \leq x \leq e + e_p \quad [2.19]$$

L'ensemble de ces équations permet au modèle de décrire l'évolution du champ de température en tout point du domaine à tout instant de la réaction. Le flux incident peut être paramétré de façon à représenter des types d'agressions multiples correspondant par exemple à des incendies d'intensités diverses (cf. § 1.2.1.) ou à des explosions générant des flux thermiques élevés (cf. § 1.2.2.).

#### 2.1.4. Exemples de simulations

Les équations présentées dans la partie précédente sont résolues numériquement par la méthode des différences finies [Milne Thomson, 1981]. Pour cela, il est nécessaire de discrétiser le domaine géométrique sur lequel ces équations sont considérées. Le domaine discrétisé est présenté par la figure 2.4.

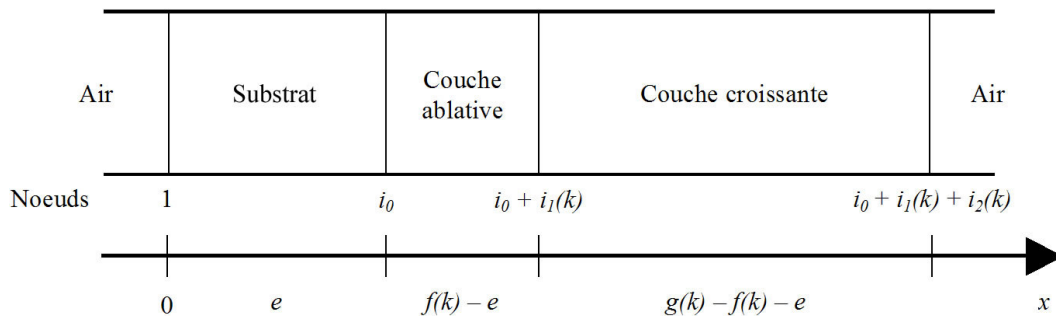


Figure 2.4 : domaine de modélisation discrétisé

Le pas d'espace est  $\Delta x$ , le pas de temps est  $\Delta t$ . Dans l'espace discrétisé, l'indice  $k$  représente la variable de temps. Les équations décrivant les transferts thermiques dans le domaine sont également discrétisées afin de pouvoir s'appliquer dans chacun des sous domaines. Afin de simplifier l'écriture des équations dans chacun des trois sous domaines, on introduit les coefficients de Fourier tels que :

$$F_i = \frac{\lambda_i \Delta t}{\rho_i C_i \Delta x^2} \quad i \in \{1, 2, 3\} \quad [2.20]$$

La figure 2.5 présente une partie du sous domaine discrétisé n°1 correspondant au substrat (plaque d'acier) :

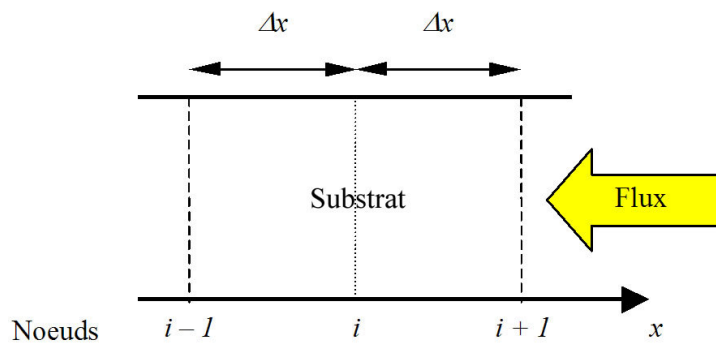


Figure 2.5 : discrétisation d'une partie du sous domaine n°1

Sur ce sous domaine, l'équation de la chaleur peut s'écrire sous la forme suivante et permet le calcul de la température au nœud  $i$  à l'instant  $k$ :

$$T_i^k = -F_1 T_{i-1}^{k+1} + (2F_1 + 1) T_i^{k+1} - F_1 T_{i+1}^{k+1} \quad [2.21]$$

De la même façon, l'évolution de température dans les sous domaines n°2 et 3 est respectivement décrite par les équations suivantes :

$$T_i^k - H_p \rho_1 A \exp\left(-\frac{E}{RT_i^k}\right) = -F_2 T_{i-1}^{k+1} + (2F_2 + 1) T_i^{k+1} - F_2 T_{i+1}^{k+1} \quad [2.22]$$

$$T_i^k = -F_3 T_{i-1}^{k+1} + (2F_3 + 1) T_i^{k+1} - F_3 T_{i+1}^{k+1} \quad [2.23]$$

La condition limite sur la face non irradiée de l'échantillon (nœud 1) à l'instant  $k+1$ , s'écrit de la façon suivante :

$$\frac{\lambda_1}{2\Delta x} (T_0^{k+1} - T_2^{k+1}) = -h(T_1^{k+1} - T_{ext}) - \varepsilon_1 \sigma \left( (T_1^{k+1})^4 - T_{ext}^4 \right) \quad [2.24]$$

Sur la face subissant l'agression (nœud  $n$ ), la condition limite est :

$$\frac{\lambda_3}{2\Delta x} (T_{n+1}^{k+1} - T_{n-1}^{k+1}) = -h(T_n^{k+1} - T_{ext}) - \varepsilon_3 \sigma \left( (T_n^{k+1})^4 - T_{ext}^4 \right) + \alpha_3 \varphi(k+1) \quad [2.25]$$

A l'interface entre le substrat et la couche de peinture vierge (nœud  $i$ ), on considère une condition de contact parfait, ce qui se traduit par la continuité des flux et des températures :

$$\lambda_1 \left. \frac{\partial T}{\partial x} \right|_i^- = \lambda_2 \left. \frac{\partial T}{\partial x} \right|_i^+ \quad [2.26]$$

Le bilan d'énergie permet alors d'établir la relation suivante :

$$T_i^k = -F_1 R_1 T_{i-1}^{k+1} + (F_1 R_1 + F_2 R_2 + 1) T_i^{k+1} - F_2 R_2 T_{i+1}^{k+1} \quad [2.27]$$

En considérant les paramètres suivants :

$$F_i = \frac{\lambda_i \Delta t}{\rho_1 C_1 \Delta x^2} \quad [2.28]$$

$$R_1 = \frac{1}{1 + \frac{\rho_2 C_2}{\rho_1 C_1}} \quad [2.29]$$

$$R_2 = \frac{1}{1 + \frac{\rho_1 C_1}{\rho_2 C_2}} \quad [2.30]$$

La même condition s'applique à l'interface entre la couche ablative et la couche croissante. Il est possible de résoudre le système d'équations discrétisées numériquement par la méthode des différences finies, par exemple en utilisant le logiciel Matlab<sup>®</sup>. Le tableau 2.2 présente l'ensemble des 26 paramètres d'entrée du modèle ainsi que leurs valeurs représentatives.

| Paramètre        | Valeur      | Unité                            | Référence   |
|------------------|-------------|----------------------------------|---|
| $\lambda_1$      | 44,5        | $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  |   |
| $\lambda_2$      | 0,6         | $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  | [Di Blasi, 2004], [Bourbigot et al., 2006], [Staggs, 2000]                                  |
| $\lambda_{visq}$ | 0,7         | $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  | [Sato et al., 2004]   |
| $\lambda_{char}$ | 0,08        | $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  | [Di Blasi, 2004], [Staggs, 2000], [Duquesne et al., 1999]                                   |
| $\rho_1$         | 7850        | $\text{kg.m}^{-3}$               |   |
| $\rho_2$         | 1270        | $\text{kg.m}^{-3}$               | [Di Blasi, 2004], [Bourbigot et al., 2006], [Staggs, 2000]                                  |
| $\rho_{visq}$    | 1100        | $\text{kg.m}^{-3}$               |   |
| $\rho_{char}$    | 50          | $\text{kg.m}^{-3}$               | [Staggs, 2000], [Duquesne et al., 1999]   |
| $C_1$            | 475         | $\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ |   |
| $C_2$            | 2000        | $\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ | [Di Blasi, 2004], [Bourbigot et al., 2006], [Staggs, 2000]                                  |
| $C_{visq}$       | 1800        | $\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ |   |
| $C_{char}$       | 1200        | $\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ | [Di Blasi, 2004], [Staggs, 2000]  |
| $\theta_{ext}$   | 290         | K                                |   |
| $\theta_v$       | 450         | K                                | [Anderson et al., 1983], [Kandare et al., 2007]   |
| $\theta_{char}$  | 600         | K                                | [Kandare et al., 2007]  |
| $\varepsilon_1$  | 0,1         | -                                |   |
| $\varepsilon_3$  | 0,9         | -                                | [Bourbigot et al., 2006], [Staggs, 2000]  |
| $\alpha_3$       | 0,7         | -                                |   |
| $A$              | $1.10^7$    | $\text{s}^{-1}$                  | [Di Blasi, 2004], [Bourbigot et al., 2006], [Kandare et al., 2007], [Duquesne et al., 1999] |
| $E$              | $1,5.10^5$  | $\text{J.mol}^{-1}$              | [Di Blasi, 2004], [Bourbigot et al., 2006], [Kandare et al., 2007], [Duquesne et al., 1999] |
| $H_p$            | $10^6$      | $\text{J.kg}^{-1}$               | [Di Blasi, 2004], [Bourbigot et al., 2006]  |
| $e$              | $2.10^{-3}$ | m                                |   |
| $e_p$            | $1.10^{-3}$ | m                                | [Di Blasi, 2004]  |
| $k_g$            | 35          | -                                |   |
| $h$              | 10          | $\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$  | [Di Blasi, 2004], [Bourbigot et al., 2006]  |
| $\varphi(t)$     | variable    | $\text{W.m}^{-2}$                |   |

Tableau 2.2 : paramètres d'entrée du modèle 1D

- Les travaux de [Sato et al., 2004] portant sur le comportement des polymères en fusion montrent que la conductivité thermique du polyéthylène et du polystyrène augmente lors de leur fusion (à des températures comprises entre 180°C et 250°C). En l'absence de références bibliographiques spécifiquement dédiées aux propriétés de peintures intumescents, le paramètre  $\lambda_{visq}$  a donc été fixé à une valeur supérieure de 10 % à celle de  $\lambda_2$ .
- En considérant l'expansion que subit le matériau lors du passage à l'état réactif, la masse volumique de la couche visqueuse  $\rho_{visq}$  a été fixée arbitrairement à une valeur inférieure à celle de  $\rho_2$  d'environ 15 %.
- En supposant que les variations de la chaleur spécifique du matériau sont monotones lors de la réaction, le paramètre  $C_{visq}$  a été fixé à 1800 J.kg<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>, ce qui représente une valeur légèrement inférieure à celle de l'état initial de la peinture tout en restant nettement supérieure à celle de la couche carbonneuse.
- En ce qui concerne les paramètres  $A$ ,  $E$  et  $H_p$ , la plupart des études portant sur la cinétique de la réaction d'intumescence (notamment [Di Blasi, 2004] et [Kandare et al., 2007]) mentionnent différents régimes réactifs successifs. D'après ces auteurs, la cinétique de chacun des régimes peut être représentée par une expression de type Arrhénius (cf. équation [2.2]) faisant intervenir des paramètres différents. Le modèle présenté ici est basé sur une approche simplifiée qui implique un coefficient cinétique unique  $\kappa$  pour décrire l'évolution de la réaction, il ne prend donc en compte qu'une seule valeur pour chacun des paramètres  $A$ ,  $E$  et  $H_p$ . Cette simplification devra être considérée avant toute comparaison entre les valeurs mentionnées dans le tableau 2.2 et celles qui sont présentes dans les publications citées comme références.
- En toute rigueur, l'émissivité  $\varepsilon_3$  et l'absorptivité  $\alpha_3$  de la face peinte de l'échantillon (exposée à l'agression) subissent des variations lors d'un essai sous haut flux en raison de la modification de l'aspect du revêtement. La valeur initiale de  $\alpha_3$  est faible compte tenu de la couleur blanche de la peinture, mais le noircissement occasionné par la dégradation thermique fait augmenter cette valeur de façon importante, quoique difficilement quantifiable (notamment en raison du fort dégagement de fumées qui accompagne cette transformation). Ces fumées ont en outre la propriété d'absorber une partie du flux dirigé vers la surface de l'échantillon, réduisant ainsi le flux radiatif atteignant le revêtement.

La combinaison de ces mécanismes produit des variations délicates à modéliser, une valeur fixe  $\alpha_3 = 0,7$  a donc été jugée globalement représentative de l'absorptivité moyenne du revêtement.

- L'émissivité  $\varepsilon_l$  de la face arrière de l'échantillon (non exposée au flux), dépourvue de revêtement, est supposée faible et fixée à 0,1.
- La valeur du flux radiatif  $\varphi(t)$  est spécifiée par l'utilisateur. Ce flux peut avoir différentes évolutions temporelles selon le type d'agression que l'on souhaite modéliser.

Les résultats les plus pertinents fournis par le modèle sont l'évolution de la température de la face arrière (non irradiée) de l'échantillon, la perte de masse subie ainsi que le gonflement du revêtement. La comparaison de ces résultats numériques avec les valeurs mesurées lors des essais permet d'évaluer la pertinence du modèle. Les figures 2.6 à 2.8 présentent ainsi les résultats obtenus pour le cas d'une plaque recouverte d'1 mm de peinture intumescente et soumise à un flux de  $170 \text{ kW.m}^{-2}$  pendant 300 secondes.

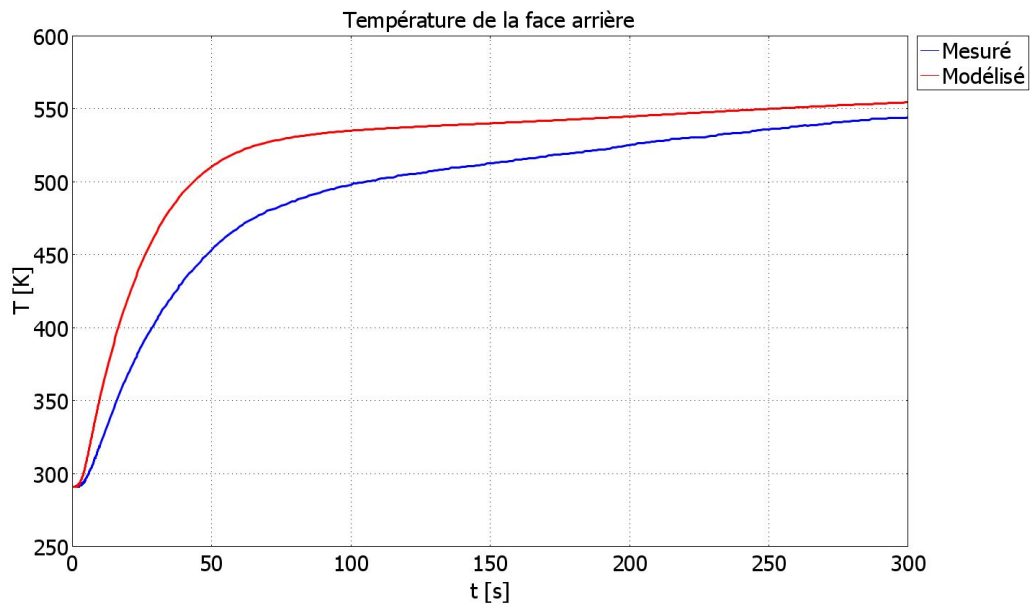


Figure 2.6 : températures modélisées et mesurées en face arrière

Les valeurs expérimentales tracées sur cette figure sont issues d'un essai réalisé dans des conditions similaires (cf. § 1.3.2., figure 1.43). La figure 2.6 présente l'évolution de la température de la face arrière de la plaque, les figures 2.7 et 2.8 représentent



respectivement le tracé de la position du front d'intumescence  $g(t)$  et l'évolution de la perte de masse subie par le revêtement :



Figure 2.7 : gonflement modélisé et mesuré

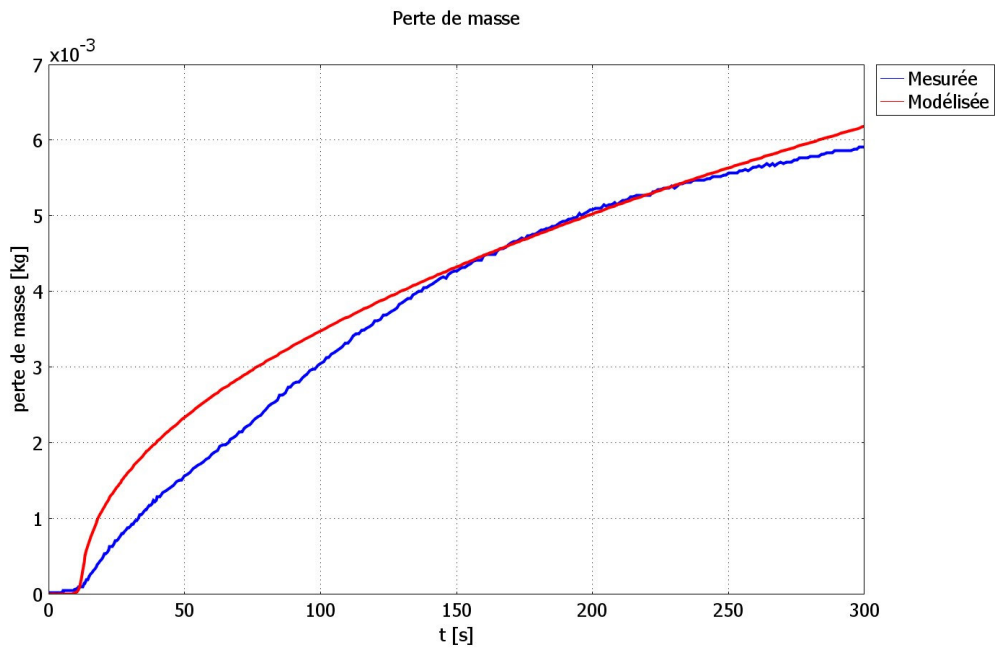


Figure 2.8 : perte de masse modélisée et mesurée

Ces premiers résultats permettent de constater que le modèle fournit des résultats cohérents en terme de température, de gonflement et de perte de masse. Cependant, certaines lacunes sont également mises en évidence, notamment au niveau de la dynamique des phénomènes représentés. Si la structure du modèle est satisfaisante dans la mesure où aucune aberration majeure n'est constatée dans les résultats obtenus, il est vraisemblable qu'une connaissance plus précise de certaines grandeurs physiques permette d'améliorer son efficacité. Parmi les multiples paramètres d'entrée du modèle, certains ne peuvent être ni mesurés directement ni déterminés à l'aide de la littérature. Par exemple, contrairement aux propriétés thermophysiques d'un substrat tel qu'une plaque d'acier, celles de la peinture intumescente ne sont pas connues avec précision. En effet, la composition d'un revêtement intumescent dépend de son fabricant et est soumise dans la plupart des cas au secret de fabrication. La majorité des caractéristiques d'une peinture intumescente spécifique ne sont donc pas accessibles directement, et la méconnaissance de certains de ces paramètres est une source d'erreur potentielle pour le modèle. Afin de déterminer l'ensemble des paramètres dont les variations (ou la méconnaissance) ont une influence majeure sur les résultats du modèle, une analyse de sensibilité est réalisée et présentée par la suite.

## **2.2. Analyse de sensibilité du modèle 1D**

Le modèle mathématique présenté précédemment fait intervenir un ensemble de paramètres d'entrée tels que, par exemple, certaines propriétés thermiques de la peinture intumescente. Lorsque certains paramètres sont mal connus, l'erreur engendrée sur les résultats du modèle peut être importante et devenir rédhibitoire quant à l'utilisation du modèle à des fins prédictives et/ou pour l'optimisation du système. Il est donc nécessaire de quantifier les effets de ces incertitudes pour déterminer à quelles incertitudes (paramètres « clés »), le modèle est sensible. La méthode des plans d'expériences numériques présentée ci-après permet dans un premier temps d'étudier l'influence des variations de l'ensemble des paramètres sur les sorties du modèle. Suite à cette analyse sommaire (*screening*), le calcul des fonctions de sensibilité est ensuite réalisé pour mieux appréhender cette influence.

### 2.2.1. Méthode des plans d'expériences

La méthode des plans d'expériences est une méthode structurée et organisée permettant de déterminer l'influence de certaines variations des paramètres  $X_i$  d'un procédé sur les sorties  $Y$  de ce procédé. Cette méthode fut mise au point et développée dans les années 20 et 30 par le mathématicien Ronald A. Fisher [Fisher, 1947]. Un plan d'expériences permet de définir un nombre fini d'essais lors desquels tous les paramètres d'intérêt sont affectés de variations systématiques. L'analyse des résultats de ces expériences peut fournir des informations sur les conditions optimales, les paramètres qui influencent (ou non) les résultats, ainsi que sur l'existence éventuelle d'interactions et de synergies entre certains paramètres. Si le procédé étudié est un modèle mathématique, l'étude des effets des variations des paramètres  $X_i$  sur les sorties  $Y$  fait intervenir des plans d'expériences numériques (PEN) ou plans numériques (PN) [Schimmerling, 1987 et 1989]. Il s'agit alors de mettre au point un ensemble de simulations lors desquelles certains paramètres ou groupes de paramètres subiront des variations définies par le plan d'expérience numérique. Cette démarche permet notamment de gagner du temps par rapport à une analyse de sensibilité classique. En effet, pour un nombre de paramètres élevé, une analyse complète de la sensibilité du modèle à chacun des facteurs et à toutes leurs interactions peut s'avérer extrêmement coûteuse en temps de calcul et rendre le traitement des résultats particulièrement délicat. Si l'étude du modèle obéit à une organisation définie par un plan d'expériences numérique, il devient possible de réduire le nombre de simulations à réaliser sans que l'utilité des résultats obtenus ni la pertinence de la démarche n'en pâtissent. Toutefois, cette approche préliminaire, qui peut conduire à un premier tri des paramètres influents, gagne en général à être complétée par une analyse basée sur le calcul des fonctions de sensibilité classiques. Dans ce paragraphe, la méthode des plans d'expériences numériques est présentée, ainsi que son application à l'étude du modèle mathématique décrivant le comportement de revêtements intumescents sous agression radiative.

Appliquée à un modèle mathématique, la méthode des plans d'expériences numériques présente les intérêts suivants :

- Quantifier l'influence de l'incertitude de chacun des paramètres d'entrée et désigner parmi eux, ceux dont l'incertitude a un effet majeur sur les sorties choisies
- Quantifier les niveaux d'interaction entre les paramètres

- Déterminer les conditions optimales de fonctionnement du modèle

Les plans utilisés pour cette étude appartiennent à la catégorie des plans factoriels à deux niveaux. Il s'agit de la méthode la plus répandue, notamment dans le cadre de l'étude de systèmes présentant un nombre élevé de paramètres. Cette approche consiste à porter son attention sur une ou plusieurs grandeurs d'intérêt (appelées « réponses ») calculées par le modèle lors de chaque essai (« simulation »). Les réponses obtenues varient en fonction des valeurs des paramètres d'entrée (« facteurs »), qui varient elles-mêmes en fonction de leurs incertitudes. Lors d'une simulation, chaque facteur se voit attribuer une valeur (un « niveau »). Dans le cas des plans factoriels à deux niveaux, les facteurs peuvent prendre un niveau haut ou un niveau bas, correspondant chacun à la borne haute ou basse de la valeur du paramètre affectée de son incertitude.

Le niveau haut est conventionnellement noté (+1) et le niveau bas (-1). L'effet d'un facteur A sur la réponse Y est calculé en comparant les valeurs de Y obtenues alternativement avec les niveaux (+1) et (-1) du facteur A. Ainsi, afin de déterminer les effets de chaque facteur sur les réponses, il est nécessaire de tester toutes les combinaisons de facteurs et de niveaux, ce qui revient, pour un nombre de facteurs égal à  $n$ , à réaliser  $2^n$  simulations. Les dispositions à prendre pour exécuter ces simulations sont alors résumées dans une matrice des essais, telle que celle qui est présentée par le tableau 2.3. Cette matrice décrit les 4 lignes d'essais à effectuer pour l'étude de 2 facteurs A et B par un plan factoriel de niveau 2.

| Matrice des essais |           |           | Réponses $Y_i$ |
|--------------------|-----------|-----------|----------------|
| Essai n°           | Facteur A | Facteur B |                |
| 1                  | -1        | -1        | $Y_1$          |
| 2                  | +1        | -1        | $Y_2$          |
| 3                  | -1        | +1        | $Y_3$          |
| 4                  | +1        | +1        | $Y_4$          |

Tableau 2.3. : matrice des essais et réponses d'un plan complet  $2^2$

L'effet d'un facteur sur la réponse Y se calcule en multipliant chaque réponse  $Y_i$  par le niveau affecté au facteur lors de l'essai correspondant, puis en ajoutant les résultats obtenus. Pour l'effet du facteur A, on a donc :  $-Y_1 + Y_2 - Y_3 + Y_4$ .

L'effet moyen d'un facteur sur la réponse  $Y$  s'obtient en divisant son effet total par le nombre d'essais réalisé, soit pour le facteur A :  $\frac{-Y_1 + Y_2 - Y_3 + Y_4}{4}$ .

Un tel plan  $2^2$  permet d'obtenir 4 renseignements sur la sensibilité du modèle aux facteurs : l'effet individuel de chacun des deux facteurs, la réponse moyenne du système, ainsi que l'éventuelle interaction entre les paramètres. Il y a interaction entre les facteurs A et B si l'effet de A dépend du niveau de B et inversement. La matrice des effets présentée par le tableau 2.4 répertorie l'ensemble des informations fournies par le plan :

| Matrice des effets |           |           |                 |           | Réponses |
|--------------------|-----------|-----------|-----------------|-----------|----------|
| Essai n°           | Facteur A | Facteur B | Interaction A.B | Moyenne I | $Y_i$    |
| 1                  | -1        | -1        | +1              | +1        | $Y_1$    |
| 2                  | +1        | -1        | -1              | +1        | $Y_2$    |
| 3                  | -1        | +1        | -1              | +1        | $Y_3$    |
| 4                  | +1        | +1        | +1              | +1        | $Y_4$    |

Tableau 2.4 : matrice des effets et réponses d'un plan complet  $2^2$

La colonne **A.B** est obtenue en multipliant les deux colonnes **A** et **B**.

La colonne **I** est remplie de +1.

Les interactions entre les facteurs sont calculées en multipliant les niveaux des facteurs entre eux pour chaque essai. L'interaction moyenne des facteurs suit le même mécanisme que pour les effets moyens, et donne dans ce cas :  $\frac{+Y_1 - Y_2 - Y_3 + Y_4}{4}$ .

La réponse moyenne s'obtient en multipliant les valeurs (+1) de la colonne I par les réponses  $Y_i$  ligne par ligne, et en divisant la somme des résultats par le nombre d'essais :  $\frac{+Y_1 + Y_2 + Y_3 + Y_4}{4}$ .

On parle alors d'un plan factoriel complet, car les  $2^n$  combinaisons ont toutes été simulées et ont permis d'obtenir  $2^n$  informations sur la sensibilité du modèle aux  $n$  paramètres. En pratique, il est prouvé que pour qu'un plan d'expériences numériques fournisse en  $N$  simulations des renseignements optimaux présentant une variance minimale (lorsque les mesures  $Y_i$  sont entachées de bruit), la matrice des effets doit

respecter le critère d'Hadamard. Celui-ci est satisfait si la matrice des effets  $X$  vérifie la relation suivante :

$$X^T X = NI_N \quad [2.31]$$

avec :  $X^T$  : matrice transposée des effets

$N$  : nombre de simulations

$I_N$  : matrice identité de dimension  $N$

Dans le cadre de l'étude de  $k$  facteurs, la matrice des effets optimale est une matrice carrée de  $2^k$  lignes et  $2^k$  colonnes. Ce plan fournirait alors des informations sur les effets des  $k$  facteurs ainsi que sur toutes les interactions possibles, d'ordre 1 (entre deux facteurs, par exemple : A.B), d'ordre 2 (entre trois facteurs, A.B.C), etc. L'inconvénient principal de cette démarche réside dans le nombre de simulations à réaliser, qui augmente exponentiellement avec le nombre de facteurs à étudier. Lorsque ce nombre atteint des valeurs élevées, le temps de calcul associé aux simulations prévues par les plans factoriels peut devenir rédhibitoire, il est alors nécessaire d'avoir recours à une méthode différente : celle des plans factoriels fractionnaires ; voir par exemple [Montgomery, 1997].

Cette technique consiste à réduire le nombre de simulations en négligeant certaines interactions dont les effets sont a priori supposés faibles. En effet, dans un système physique, les interactions du second ordre (entre trois facteurs) ou d'ordre supérieur peuvent être considérées comme faibles ou nulles et donc négligeables a priori. La méthode des plans fractionnaires permet alors de tirer profit de la connaissance de la physique du système pour grouper certains facteurs entre eux. Dans ce cas, les paramètres associés sont dits « aliasés » et forment des « contrastes ». Il est dès lors possible d'étudier un nombre  $k$  de facteurs avec les matrices d'effets de plans  $2^{k-1}$  si l'on alias 2 facteurs (considérant un générateur d'alias),  $2^{k-2}$  avec 2 générateurs d'alias,  $2^{k-p}$  pour  $p$  générateurs d'alias. Cela revient à diviser par 2, 4,  $2^p$  etc., le nombre de simulations à réaliser pour déterminer la matrice des effets.

Ainsi, si on souhaite étudier un système faisant intervenir 5 paramètres (A, B, C, D et E) au moyen d'un plan factoriel complet à deux niveaux, il faudrait réaliser  $2^5$ , soit 32 simulations pour obtenir :

- Les 5 effets de chacun des facteurs A, B, C, D et E
- Les 10 interactions de 1<sup>er</sup> ordre (2 facteurs)
- Les 10 interactions de 2<sup>ème</sup> ordre (3 facteurs)
- Les 5 interactions de 3<sup>ème</sup> ordre (4 facteurs)
- L'interaction de 4<sup>ème</sup> ordre (5 facteurs)
- La moyenne des 32 essais

Cette démarche, en plus de nécessiter un important temps de calcul et de traitement, conduirait à prendre en compte des résultats dont l'utilité est discutable, notamment en ce qui concerne les 16 interactions d'ordre supérieur à 1. Si l'on néglige ces interactions spécifiques, on peut écrire un plan  $2^{5-1}$  avec 16 simulations qui serait une fraction du plan complet  $2^5$ . Concrètement, cela consiste à se baser sur un plan complet à 4 facteurs  $2^4$  et à aliaser notre 5<sup>ème</sup> facteur E à l'interaction d'ordre 3 ABCD. Cette interaction, compte tenu de son ordre élevé, peut a priori être considérée comme négligeable. A la colonne correspondante, on attribuera donc le facteur E, dont les niveaux suivront le schéma initialement prévu pour A.B.C.D dans le plan complet  $2^4$  (tableau 2.5).

| Essai | A | B | C | D | AB | AC | AD | BC | BD | CD | ABC | ABD | ACD | BCD | ABCD | I |
|-------|---|---|---|---|----|----|----|----|----|----|-----|-----|-----|-----|------|---|
| 1     | - | - | - | - | +  | +  | +  | +  | +  | +  | -   | -   | -   | -   | +    | + |
| 2     | + | - | - | - | -  | -  | -  | +  | +  | +  | +   | +   | +   | -   | -    | + |
| 3     | - | + | - | - | -  | +  | +  | -  | -  | +  | +   | +   | -   | +   | -    | + |
| 4     | + | + | - | - | +  | -  | -  | -  | -  | +  | -   | -   | +   | +   | +    | + |
| 5     | - | - | + | - | +  | -  | +  | -  | +  | -  | +   | -   | +   | +   | -    | + |
| 6     | + | - | + | - | -  | +  | -  | -  | +  | -  | -   | +   | -   | +   | +    | + |
| 7     | - | + | + | - | -  | -  | +  | +  | -  | -  | -   | +   | +   | -   | +    | + |
| 8     | + | + | + | - | +  | +  | -  | +  | -  | -  | +   | -   | -   | -   | -    | + |
| 9     | - | - | - | + | +  | +  | -  | +  | -  | -  | -   | +   | +   | +   | -    | + |
| 10    | + | - | - | + | -  | -  | +  | +  | -  | -  | +   | -   | -   | +   | +    | + |
| 11    | - | + | - | + | -  | +  | -  | -  | +  | -  | +   | -   | +   | -   | +    | + |
| 12    | + | + | - | + | +  | -  | +  | -  | +  | -  | -   | +   | -   | -   | -    | + |
| 13    | - | - | + | + | +  | -  | -  | -  | -  | +  | +   | +   | -   | -   | +    | + |
| 14    | + | - | + | + | -  | +  | +  | -  | -  | +  | -   | -   | +   | -   | -    | + |
| 15    | - | + | + | + | -  | -  | -  | +  | +  | +  | -   | -   | -   | +   | -    | + |
| 16    | + | + | + | + | +  | +  | +  | +  | +  | +  | +   | +   | +   | +   | +    | + |

Tableau 2.5 : plan fractionnel  $2^{5-1}$

Le fait d'aliaser le paramètre E et l'interaction ABCD (E=ABCD) permet d'écrire la relation I=ABCDE (définissant un générateur d'alias), et conduit à attribuer des alias à chaque colonne : AB=CDE, ABD=CE, etc. Chaque colonne contient alors une valeur appelée « contraste » correspondant à l'association de deux effets (dont l'un serait supposé faible). On résout ainsi un système à 32 inconnues à l'aide de 16 conditions expérimentales (donnant 16 équations) en supposant a priori négligeables 16 inconnues.

Pour appliquer cette méthode à l'étude du modèle 1D décrivant le comportement de peinture intumescente sous agression radiative, il s'agit d'identifier les paramètres d'entrée du modèle qui seront utilisés comme facteurs dans les plans d'expériences. La liste complète des paramètres d'entrées du modèle compte 26 paramètres :

- Les propriétés thermophysiques (masse volumique  $\rho$ , chaleur spécifique  $C_p$  et conductivité thermique  $\lambda$ ) de chacun des matériaux impliqués dans le modèle (substrat, peinture ablative, couche visqueuse, couche carbonneuse). Equations [2.4], [2.5], [2.9], [2.10], [2.11], [2.12], [2.13], [2.14], [2.16] et [2.18]
- La température extérieure  $\theta_{ext}$ , équations [2.13], [2.18] et [2.19]
- L'émissivité de la face arrière de l'échantillon  $\epsilon_l$ , équation [2.18]
- Le coefficient d'échange convectif  $h$ , équations [2.13] et [2.18]
- Le coefficient pré exponentiel  $A$  utilisé pour le calcul de  $\kappa$ , équations [2.2] et [2.3]
- L'énergie d'activation de la réaction de pyrolyse  $E$ , équations [2.2] et [2.3]
- L'épaisseur initiale de peinture  $e_p$ , équation [2.19]
- L'épaisseur du substrat  $e$ , équations [2.4], [2.6], [2.10], [2.16], [2.17] et [2.19]
- La température de déclenchement de la réaction d'intumescence  $\theta_v$ , équation [2.3]
- L'enthalpie de la réaction de pyrolyse  $H_p$ , équation [2.10]
- Le coefficient de gonflement  $k_g$ , équations [2.7] et [2.8]
- La température de carbonisation de la couche visqueuse  $\theta_{char}$ , équation [2.12]
- L'émissivité de la face avant  $\epsilon_3$ , équation [2.13]
- L'absorptivité de la face avant  $\alpha_3$ , équation [2.13]
- La valeur du flux incident  $\Phi(t)$ , équation [2.13]



A noter que la qualité de la discrétisation (pas de temps et pas d'espace) n'est pas prise en compte, dans la mesure où la convergence de l'algorithme est établie. Il est irréaliste d'envisager la réalisation d'un plan factoriel complet à deux niveaux pour ces 26 paramètres, qui nécessiterait  $2^{26}$  simulations. Cependant, dans un premier temps, certaines considérations sur la physique du système permettent d'éliminer quelques paramètres :

- On suppose que le matériau composant le substrat a des propriétés thermiques connues avec une précision suffisante pour que leur incertitude soit négligeable, ce qui ôte 3 paramètres.
- La température extérieure peut être mesurée avec précision.
- Le coefficient  $k_g$  est déduit de constatations expérimentales (en particulier le gonflement en régime stationnaire, lorsqu'il ne reste plus que la couche carbonneuse), et peut être considéré comme bien connu.
- Le flux incident  $\Phi(t)$  est spécifié dans le modèle par l'utilisateur.
- On ne peut différencier dans le modèle l'influence de la masse volumique  $\rho$  de celle de la chaleur spécifique  $C_p$ . On considère un seul paramètre pour chacune des trois couches à savoir la chaleur volumique  $\rho C_p$ .
- L'épaisseur du substrat  $e$  peut être déterminée avec précision.
- L'émissivité de la face arrière de l'échantillon  $\varepsilon_l$  peut être contrôlée (maîtrise de ses propriétés optiques) ou mesurée.

On considère donc un ensemble de 15 paramètres, dont l'étude par un plan complet resterait délicate. Un plan fractionnaire préliminaire  $2^{15-11}$  est alors considéré et on considère la matrice d'essais suivante (tableau 2.6) :

| Essai | A<br>$\rho_2 C_2$ | B<br>$\rho_{visq} C_{visq}$ | C<br>$\rho_{char} C_{char}$ | D<br>$\lambda_2$ | E<br>$\lambda_{visq}$ | F<br>$\lambda_{char}$ | G<br>$h$   | H<br>$A$   | J<br>$E$   | K<br>$e_p$ | L<br>$\theta_v$ | M<br>$H_p$ | N<br>$\theta_{char}$ | O<br>$\varepsilon_3$ | P<br>$\alpha_3$ |
|-------|-------------------|-----------------------------|-----------------------------|------------------|-----------------------|-----------------------|------------|------------|------------|------------|-----------------|------------|----------------------|----------------------|-----------------|
| 1     | -                 | -                           | -                           | -                | +                     | +                     | +          | +          | +          | +          | -               | -          | -                    | -                    | +               |
| 2     | +                 | -                           | -                           | -                | -                     | -                     | -          | +          | +          | +          | +               | +          | +                    | -                    | -               |
| 3     | -                 | +                           | -                           | -                | -                     | +                     | +          | -          | -          | +          | +               | +          | -                    | +                    | -               |
| 4     | +                 | +                           | -                           | -                | +                     | -                     | -          | -          | -          | +          | -               | -          | +                    | +                    | +               |
| 5     | -                 | -                           | +                           | -                | +                     | -                     | +          | -          | +          | -          | +               | -          | +                    | +                    | -               |
| 6     | +                 | -                           | +                           | -                | -                     | +                     | -          | -          | +          | -          | -               | +          | -                    | +                    | +               |
| 7     | -                 | +                           | +                           | -                | -                     | -                     | +          | +          | -          | -          | -               | +          | +                    | -                    | +               |
| 8     | +                 | +                           | +                           | -                | +                     | +                     | -          | +          | -          | -          | +               | -          | -                    | -                    | -               |
| 9     | -                 | -                           | -                           | +                | +                     | +                     | -          | +          | -          | -          | -               | +          | +                    | +                    | -               |
| 10    | +                 | -                           | -                           | +                | -                     | -                     | +          | +          | -          | -          | +               | -          | -                    | +                    | +               |
| 11    | -                 | +                           | -                           | +                | -                     | +                     | -          | -          | +          | -          | +               | -          | +                    | -                    | +               |
| 12    | +                 | +                           | -                           | +                | +                     | -                     | +          | -          | +          | -          | -               | +          | -                    | -                    | -               |
| 13    | -                 | -                           | +                           | +                | +                     | -                     | -          | -          | -          | +          | +               | +          | -                    | -                    | +               |
| 14    | +                 | -                           | +                           | +                | -                     | +                     | +          | -          | -          | +          | -               | -          | +                    | -                    | -               |
| 15    | -                 | +                           | +                           | +                | -                     | -                     | -          | +          | +          | +          | -               | -          | -                    | +                    | -               |
| 16    | +                 | +                           | +                           | +                | +                     | +                     | +          | +          | +          | +          | +               | +          | +                    | +                    | +               |
| -/+   | $\pm 20\%$        | $\pm 40\%$                  | $\pm 30\%$                  | $\pm 50\%$       | $\pm 40\%$            | $\pm 30\%$            | $\pm 50\%$ | $\pm 25\%$ | $\pm 25\%$ | $\pm 10\%$ | $\pm 20\%$      | $\pm 40\%$ | $\pm 40\%$           | $\pm 40\%$           | $\pm 40\%$      |

Tableau 2.6 : plan fractionnel  $2^{12-11}$

Ce plan fractionnel est dit « saturé » car chacune des colonnes est occupée par un paramètre et qu'il n'en reste aucune de libre pour les interactions. Considérant la confiance que l'on a dans ces 16 paramètres inconnus (voir par exemple la bibliographie du tableau 2.2), les incertitudes entre les niveaux (-) et (+) ont été définies par rapport à la valeur nominale, donnée dans le tableau 2.2. Les incertitudes considérées sont indiquées dans la dernière ligne du tableau 2.6.

Pour cette étude préliminaire, les sorties suivantes du modèle numérique sont étudiées : température en face arrière, gonflement et perte de masse. Le tableau suivant présente les résultats numériques du modèle à  $t = 300$  s .

| Essai     | $\theta(0,300)$ [en K] | $g(300) - g(0)$ [ $\times 10^{-3}$ m] | $\Delta m$ [en $\times 10^{-3}$ kg] |
|-----------|------------------------|---------------------------------------|-------------------------------------|
| <b>1</b>  | 404,0                  | 39,5                                  | 13,2                                |
| <b>2</b>  | 795,7                  | 9,4                                   | 3,8                                 |
| <b>3</b>  | 493,2                  | 21,3                                  | 7,1                                 |
| <b>4</b>  | 628,7                  | 37,4                                  | 15,5                                |
| <b>5</b>  | 832,5                  | 0,2                                   | 0,1                                 |
| <b>6</b>  | 681,3                  | 13,0                                  | 5,3                                 |
| <b>7</b>  | 504,3                  | 30,6                                  | 10,4                                |
| <b>8</b>  | 514,2                  | 30,6                                  | 12,7                                |
| <b>9</b>  | 535,4                  | 24,6                                  | 8,2                                 |
| <b>10</b> | 502,9                  | 30,6                                  | 12,7                                |
| <b>11</b> | 764,9                  | 30,6                                  | 10,3                                |
| <b>12</b> | 634,2                  | 5,8                                   | 2,4                                 |
| <b>13</b> | 513,1                  | 37,4                                  | 12,7                                |
| <b>14</b> | 503,2                  | 37,4                                  | 15,4                                |
| <b>15</b> | 762,0                  | 0,8                                   | 0,3                                 |
| <b>16</b> | 777,5                  | 14,2                                  | 5,8                                 |

Tableau 2.7 : résultats du plan fractionnel  $2^{15-11}$  à  $t = 300$ s

A partir des données du tableau précédent, on évalue l'effet de l'incertitude de chacun des paramètres. Par exemple, l'effet du facteur G ( $h$ ), c'est à dire l'effet d'une incertitude de  $\pm 50\%$  sur le coefficient d'échange convectif, sur la température en face non irradiée après 300 s est :

$$\frac{1}{16}(404 - 795,7 + 493,2 - 628,7 + 832,5 - 681,3 + 504,3 - 514,2 - 535,4 + 502,9 - 764,9 \dots \dots + 634,2 - 513,1 + 503,2 - 762 + 777,5) = -34 \text{ K}$$

Ainsi, lorsque  $h = 10 \pm 5 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ , c'est à dire lorsque  $h$  varie de 5 à 15  $\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ , alors la température en face non irradiée après 300 s varie de  $\pm 34 \text{ K}$ . Une augmentation des échanges convectifs se traduisant naturellement par une diminution de température, on obtient un effet négatif. Dans le tableau ci après, on indique les effets de toutes les incertitudes à l'issue de simulation de 300 s.

| <b>Facteur</b>                              | $\theta(0,300)$ [en K] | $g(300) - g(0)$ [ $\times 10^{-3}$ m] | $\Delta m$ [en $\times 10^{-3}$ kg] |
|---|------------------------|---------------------------------------|-------------------------------------|
| <b>A : <math>\rho_2 C_2</math></b>          | <b>14,3</b>            | -0,4                                  | <b>0,7</b>                          |
| <b>B: <math>\rho_{visq} C_{visq}</math></b> | <b>19,4</b>            | -1,3                                  | -0,4                                |
| <b>C: <math>\rho_{char} C_{char}</math></b> | <b>20,6</b>            | <b>-2,2</b>                           | <b>-0,7</b>                         |
| <b>D : <math>\lambda_2</math></b>           | 8,7                    | 0,0                                   | 0,0                                 |
| <b>E : <math>\lambda_{visq}</math></b>      | <b>-10,5</b>           | 1,0                                   | 0,3                                 |
| <b>F : <math>\lambda_{char}</math></b>      | <b>-31,2</b>           | 3,7                                   | <b>1,3</b>                          |
| <b>G : <math>h</math></b>                   | <b>-34,0</b>           | -0,3                                  | -0,1                                |
| <b>H : A</b>                                | <b>-16,0</b>           | -0,2                                  | -0,1                                |
| <b>J : E</b>                                | <b>91,1</b>            | <b>-8,5</b>                           | <b>-3,3</b>                         |
| <b>K : <math>e_p</math></b>                 | -5,8                   | <b>2,0</b>                            | <b>0,7</b>                          |
| <b>L : <math>\theta_v</math></b>            | <b>33,8</b>            | -0,9                                  | -0,3                                |
| <b>M : <math>H_p</math></b>                 | 1,4                    | <b>-3,2</b>                           | <b>-1,5</b>                         |
| <b>N : <math>\theta_{char}</math></b>       | <b>52,3</b>            | 0,3                                   | 0,2                                 |
| <b>O : <math>\varepsilon_3</math></b>       | <b>36,2</b>            | <b>-5,0</b>                           | -1,6                                |
| <b>P : <math>\alpha_3</math></b>            | <b>-18,4</b>           | <b>6,5</b>                            | <b>2,2</b>                          |

Tableau 2.8 : effets des incertitudes à  $t = 300$  s

A la lecture de ce tableau, on constate que le paramètre dont l'incertitude a les effets les plus importants est l'énergie d'activation (facteur **J**). Afin d'identifier au mieux ce paramètre, il est nécessaire d'envisager des campagnes expérimentales avec des chimistes. Dans une moindre mesure, il est important aussi de réduire les incertitudes sur la température de vaporisation (**L**), la température de carbonisation (**N**), l'enthalpie de la réaction (**M**) et le facteur pré exponentiel (**H**). Ces différentes mesures sont à réaliser en collaboration avec des laboratoires spécialisés en génie chimique. Différents paramètres présentent une incertitude difficile à prendre en compte : il s'agit des transferts convectifs (**G**), l'émissivité de la face irradiée (**O**) et son absorptivité (**P**). Pour chaque type d'agression et de configuration, ces paramètres peuvent être différents et non mesurables avant l'agression. Enfin, pour les simulations présentées (à  $t = 300$  s), il est nécessaire de mieux connaître la conductivité de la couche carbonneuse (**E**) et dans une moindre mesure de diminuer l'incertitude sur les chaleurs volumiques des couches ablative (**A**), visqueuse (**B**) et carbonneuse (**C**) ainsi que la conductivité de la couche visqueuse (**E**).

Les effets des incertitudes sur les paramètres sont également étudiés pour des simulations plus longues ( $t = 900$  s). Les résultats des simulations numériques sont présentés dans le tableau ci après :

| Essai     | $\theta(0,900)$ [en K] | $g(900) - g(0)$ [ $\times 10^{-3}$ m] | $\Delta m$ [en $\times 10^{-3}$ kg] |
|-----------|------------------------|---------------------------------------|-------------------------------------|
| <b>1</b>  | 435,9                  | 39,5                                  | 13,2                                |
| <b>2</b>  | 733,8                  | 20,4                                  | 8,3                                 |
| <b>3</b>  | 466,7                  | 37,4                                  | 12,6                                |
| <b>4</b>  | 650,8                  | 37,4                                  | 15,5                                |
| <b>5</b>  | 825,4                  | 0,8                                   | 0,3                                 |
| <b>6</b>  | 612,7                  | 25,2                                  | 10,3                                |
| <b>7</b>  | 500,7                  | 30,6                                  | 10,4                                |
| <b>8</b>  | 520,2                  | 30,6                                  | 12,8                                |
| <b>9</b>  | 607,3                  | 30,6                                  | 10,4                                |
| <b>10</b> | 493,9                  | 30,6                                  | 12,8                                |
| <b>11</b> | 746,7                  | 30,6                                  | 10,3                                |
| <b>12</b> | 485,9                  | 14,1                                  | 5,8                                 |
| <b>13</b> | 515,4                  | 37,4                                  | 12,7                                |
| <b>14</b> | 487,2                  | 37,4                                  | 15,4                                |
| <b>15</b> | 705,9                  | 5,1                                   | 1,7                                 |
| <b>16</b> | 719,2                  | 27,5                                  | 11,3                                |

*Tableau 2.9 : résultats du plan fractionnel  $2^{15-11}$  à  $t = 900s$*

Comme précédemment on calcule les effets des incertitudes.

| <b>Facteur</b>                    | $\theta(0,900)$ [en K] | $g(900) - g(0)$ [ $\times 10^{-3}$ m] | $\Delta m$ [en $\times 10^{-3}$ kg] |
|-----------------------------------|------------------------|---------------------------------------|-------------------------------------|
| <b>A</b> : $\rho_2 C_2$           | -6,3                   | 0,7                                   | 1,3                                 |
| <b>B</b> : $\rho_{visq} C_{visq}$ | 5,3                    | -0,5                                  | -0,2                                |
| <b>C</b> : $\rho_{char} C_{char}$ | 16,6                   | -2,9                                  | -0,9                                |
| <b>D</b> : $\lambda_2$            | 1,0                    | -0,5                                  | -0,2                                |
| <b>E</b> : $\lambda_{visq}$       | 0,8                    | 0,0                                   | 0,0                                 |
| <b>F</b> : $\lambda_{char}$       | -19,7                  | 5,2                                   | 1,8                                 |
| <b>G</b> : $h$                    | -42,4                  | 0,0                                   | 0,0                                 |
| <b>H</b> : $A$                    | -4,6                   | -0,3                                  | -0,1                                |
| <b>J</b> : $E$                    | 64,0                   | -6,8                                  | -2,6                                |
| <b>K</b> : $e_p$                  | -4,9                   | 3,1                                   | 1,1                                 |
| <b>L</b> : $\theta_v$             | 33,4                   | -0,3                                  | -0,1                                |
| <b>M</b> : $H_p$                  | -14,0                  | 0,7                                   | 0,0                                 |
| <b>N</b> : $\theta_{char}$        | 64,6                   | -0,3                                  | 0,0                                 |
| <b>O</b> : $\varepsilon_3$        | 41,0                   | -2,9                                  | -0,9                                |
| <b>P</b> : $\alpha_3$             | -9,8                   | 5,2                                   | 1,8                                 |

Tableau 2.10 : effets des incertitudes à  $t = 900$  s

On remarque dans le tableau précédent qu'aux temps longs, les incertitudes des propriétés thermiques des couches ablatives et visqueuses sont moins pénalisantes (ces couches disparaissant au fur et à mesure que la couche carbonneuse se développe). Ainsi, l'identification de ces propriétés devrait permettre d'affiner le comportement transitoire qui n'était pas correctement simulé (voir les courbes 2.6, 2.7 et 2.8).

Afin de préciser les résultats fournis par les plans d'expérience (qui reposent sur des hypothèses assez fortes), l'analyse de sensibilité du modèle est complétée par une étude des fonctions de sensibilité.

### 2.2.2. Fonctions de sensibilité

L'étude des coefficients de sensibilité associée à une approche stochastique a été présentée par [Beck et Arnold, 1977]. Soit un champ de réponses  $\eta(r, t, \alpha, \beta)$  calculé par le modèle direct où  $\alpha = [\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3, \dots, \alpha_q]$  représente le vecteur des paramètres supposé connus,  $\beta = [\beta_1, \beta_2, \beta_3, \dots, \beta_q]$  le vecteur des paramètres inconnus ou mal connus,  $r$  représente la variable d'espace et  $t$  le temps. Le coefficient de sensibilité de  $\eta(r, t, \alpha, \beta)$  par rapport au paramètre  $\beta_j$  au point  $r_i$  à l'instant  $t_n$  est défini tel que :

$$X_j(r_i, t_n, \alpha, \beta) = \left( \frac{\partial \eta(r_i, t_n, \alpha, \beta)}{\partial \beta_j} \right)_{r_i, t_n} = X_j)_{r_i, t_n} \quad [2.32]$$

$X_j)_{r_i, t_n}$  indique quantitativement la variation du modèle au point  $r_i$  à l'instant  $t_n$  lorsque le paramètre  $\beta_j$  varie. L'estimation du paramètre  $\beta_j$  sera d'autant plus facile et précise que le coefficient de sensibilité associé est grand.

Lorsqu'il est connu, le coefficient de sensibilité permet de calculer la variation du champ  $\Delta\eta$  engendrée par une variation  $\Delta\beta_j$  du paramètre  $\beta_j$  telle que :

$$\Delta\eta(r_i, t_n, \alpha, \beta) = X_j)_{r_i, t_n} \Delta\beta_j \quad [2.33]$$

Si, pour une expérience particulière, le coefficient de sensibilité  $X_j)_{r_i, t_n}$  est petit pour tout  $(r, t)$ , on peut dire que ce paramètre influence très peu les sorties  $\eta(r, t, \alpha, \beta)$ . En d'autres termes, cela montre que seule une variation importante de ce paramètre induira un changement significatif du modèle, il sera donc difficile d'identifier précisément ce paramètre. Si le coefficient de sensibilité  $X_j)_{r_i, t_n}$  se révélait nul, outre le fait que l'estimation du paramètre  $\beta_j$  serait impossible, la structure même du modèle deviendrait contestable dans la mesure où elle ferait intervenir un paramètre dont les variations n'ont aucune influence sur les sorties et pourrait, de ce fait, être réduite.



Les coefficients de sensibilité définis par l'équation [2.32] représentent des variations absolues du champ engendrées par des variations absolues des paramètres considérés. Lorsque plusieurs paramètres interviennent, il est utile de connaître les différents coefficients de sensibilité associés et de pouvoir les comparer entre eux. Cela s'avère délicat lorsque les paramètres (et donc les coefficients associés) ont des unités différentes. Il devient alors intéressant de considérer les coefficients de sensibilité dits réduits définis par :

$$\bar{X}_j(r_i, t_n, \alpha, \beta) = \left( \frac{\partial \eta(r_i, t_n, \alpha, \beta)}{\partial \beta_j / \beta_j} \right)_{r_i, t_n} = \beta_j X_j \Big|_{r_i, t_n} = \bar{X}_j \Big|_{r_i, t_n} \quad [2.34]$$

Les unités de ces coefficients sont identiques à celles du champ considéré. Ce coefficient de sensibilité réduit indique, la variation absolue du champ engendrée par une variation relative du paramètre. Idéalement, l'expérience doit être conçue de telle sorte que tous les coefficients de sensibilité réduits des paramètres inconnus soient grands et d'un ordre de grandeur supérieur à ceux des paramètres supposés connus.

En pratique, le calcul des coefficients de sensibilité associé aux paramètres d'un modèle donné peut se faire analytiquement ou numériquement. Lorsque la solution du modèle est donnée par une solution analytique, il est généralement aisé de calculer la dérivée de cette solution pour déterminer le coefficient de sensibilité. Par contre, lorsque la solution du modèle est obtenue par l'intermédiaire d'une méthode numérique, il est préférable, lorsque cela est possible, de calculer le coefficient de sensibilité par la résolution du système de sensibilité.

Ce système de sensibilité est le système obtenu à partir de la différentiation par rapport au paramètre recherché du système d'équations qui permet de calculer la sortie du modèle  $\eta(r, t, \alpha, \beta)$  dans le domaine où  $r, t, \alpha, \beta$  varient.

Ainsi, une méthode numérique permettant de résoudre le système direct d'équations menant à  $\eta(r, t, \alpha, \beta)$  peut souvent être étendue pour résoudre le système de sensibilité. Cela permet alors de connaître la sensibilité du paramètre recherché dans tout le

domaine considéré et à chaque instant à partir d'une méthode numérique dont on connaît le degré de précision.

Lorsque le système de sensibilité n'a pu être exprimé où s'avère difficile à résoudre, la méthode la plus usitée consiste alors à déterminer les coefficients de sensibilité avec les approximations usuelles utilisées pour les dérivées premières. Compte tenu de l'objectif recherché dans le cadre de la conception optimale d'expériences, la précision obtenue ainsi est bien souvent suffisante.

$X_j)_i^k$  le coefficient de sensibilité de la  $k^{\text{ième}}$  mesure du  $i^{\text{ième}}$  capteur par rapport au  $j^{\text{ième}}$  paramètre sera calculé à partir d'une approximation centrée pour une précision accrue :

$$X_j)_i^k = \frac{\partial \eta(r_k, t_i, \beta)}{\partial \beta_j} = \frac{\eta(r_k, t_i, \beta_1, \dots, \beta_j + \delta\beta_j, \dots, \beta_n) - \eta(r_k, t_i, \beta_1, \dots, \beta_j - \delta\beta_j, \dots, \beta_n)}{2\delta\beta_j} \quad [2.38]$$

De la même façon, les coefficients de sensibilité réduits centrés sont calculés par l'expression suivante :

$$\bar{X}_j)_i^k = \frac{\partial \eta(r_k, t_i, \beta)}{\partial \beta_j / \beta_j} = \frac{\eta(r_k, t_i, \beta_1, \dots, \beta_j + \delta\beta_j, \dots, \beta_n) - \eta(r_k, t_i, \beta_1, \dots, \beta_j - \delta\beta_j, \dots, \beta_n)}{2\delta\beta_j / \beta_j} \quad [2.39]$$

avec par exemple  $\delta\beta_j = 10^{-1} \beta_j$ . Cette méthode consiste donc à réaliser deux exécutions de la résolution du problème direct :

- la première en considérant que le paramètre  $\beta_j$  est varié de  $+\delta\beta_j$
- la seconde en considérant que le paramètre  $\beta_j$  est varié de  $-\delta\beta_j$ .

Dans le cadre de l'analyse de sensibilité du modèle 1D présenté précédemment, les sorties étudiées sont le gonflement de la peinture, la perte de masse subie par le revêtement ainsi que la température en face arrière lors d'une simulation sous un flux de

170 kW.m<sup>-2</sup> durant 300 secondes. Le vecteur des paramètres mal connus, défini en accord avec les résultats des plans d'expériences, est  $\beta_i \in \beta = [A, E, \alpha, \lambda_{visq}, \rho_{visq} C_{visq}, e_p]$ . Les figures 2.9 à 2.11 présentent le tracé en fonction du temps des fonctions de sensibilité réduites calculées numériquement, en se basant sur la légende suivante :

| Symbole | Fonction de sensibilité         | Paramètre                                     |
|---------|---------------------------------|---|
| -       | $F_{\eta,A}$                    | Facteur pré-exponentiel                       |
| -       | $F_{\eta,E}$                    | Energie d'activation                          |
| *       | $F_{\eta,\alpha}$               | Absorptivité de la face avant                 |
| *       | $F_{\eta,\lambda_{visq}}$       | Conductivité thermique de la couche visqueuse |
| +       | $F_{\eta,\rho_{visq} C_{visq}}$ | Chaleur volumique de la couche visqueuse      |
| -       | $F_{\eta,e_p}$                  | Epaisseur initiale de peinture                |

Tableau 2.11 : légende des figures 2.9 à 2.11

Les valeurs nominales des paramètres correspondent à celles mentionnées dans le tableau 2.2, et les variations affectées aux paramètres étudiées sont de +/- 10 %. Les figures 2.9 et 2.10 présentent respectivement le tracé des fonctions de sensibilité réduites du gonflement et de la perte de masse du revêtement en fonction du temps. Conformément aux résultats des plans d'expérience, le paramètre  $\rho_{visq} C_{visq}$ , peu influent sur ces sorties, n'a pas été pris en compte :

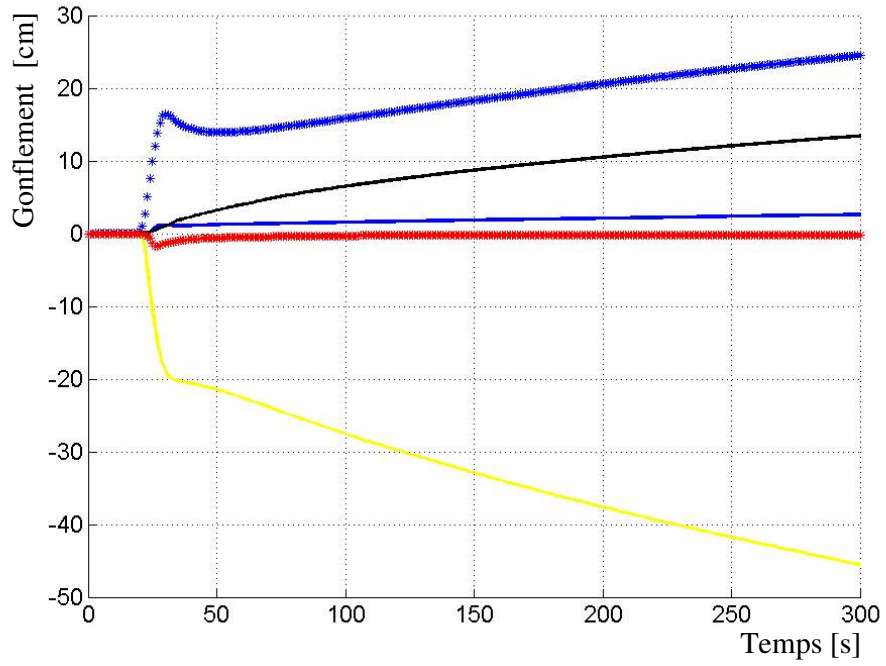


Figure 2.9 : fonctions de sensibilité réduites du gonflement du revêtement

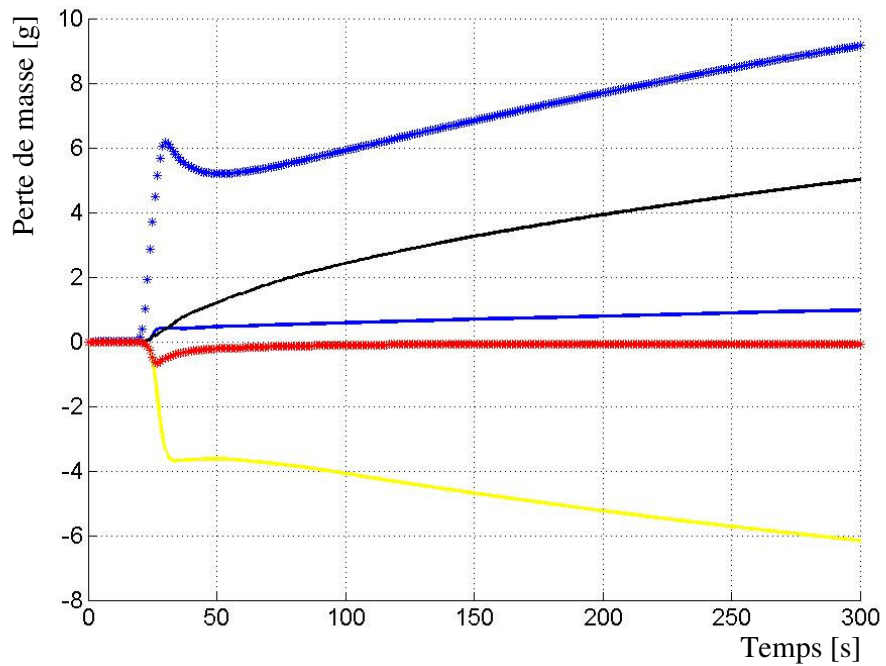


Figure 2.10 : fonctions de sensibilité réduites de la perte de masse du revêtement

L'examen de ces figures révèle le comportement similaire des sorties étudiées vis-à-vis des paramètres représentés, ce qui est cohérent compte tenu de la structure du modèle. Ces deux grandeurs sont en effet calculées à partir du même paramètre  $\kappa(\theta(x,t))$  (défini par l'équation [2.3]), et sont donc corrélées. On remarque en outre sur les deux figures que les tracés sont tous nuls pendant les 20 premières secondes, temps durant lequel la température du revêtement n'est pas suffisante pour déclencher la réaction d'intumescence. L'analyse spécifique des fonctions de sensibilités réduites permet de constater sur ces deux figures que :

- Le gonflement et la perte de masse présentent tous deux une sensibilité forte et globalement croissante en valeur absolue aux paramètres  $\alpha$  et  $E$ . Les variations de ces deux paramètres ont cependant une influence opposée sur la réaction d'intumescence : une absorptivité élevée accroît la quantité d'énergie disponible pour la réaction, et accélère donc le gonflement et la perte de masse. Au contraire, l'augmentation de l'énergie d'activation de la réaction a tendance à ralentir ces phénomènes.
- La sensibilité du gonflement et de la perte de masse à l'épaisseur initiale de peinture est également significative et croissante avec le temps. Il est en effet cohérent de considérer qu'une couche de peinture plus épaisse absorbe davantage d'énergie, ce qui favorise les phénomènes associés à l'intumescence. De plus, il semble naturel que la durée et l'importance de la réaction soient amplifiées par une plus grande quantité de matériau disponible.
- La sensibilité à  $A$  et  $\lambda_{visq}$  est globalement faible relativement aux autres paramètres. L'équation [2.3] montre que dans le calcul de  $\kappa(\theta(x,t))$ , contrairement aux termes  $E$  et  $\theta(x,t)$ , le terme  $A$  intervient en dehors de l'exponentielle, ce qui explique que l'influence de ses variations soit moindre.

La figure 2.11 présente le tracé en fonction du temps des fonctions de sensibilité réduites de la température en face arrière aux paramètres

$$\beta_i \in \beta = [A, E, \alpha, \lambda_{visq}, \rho_{visq}, C_{visq}, e_p] :$$

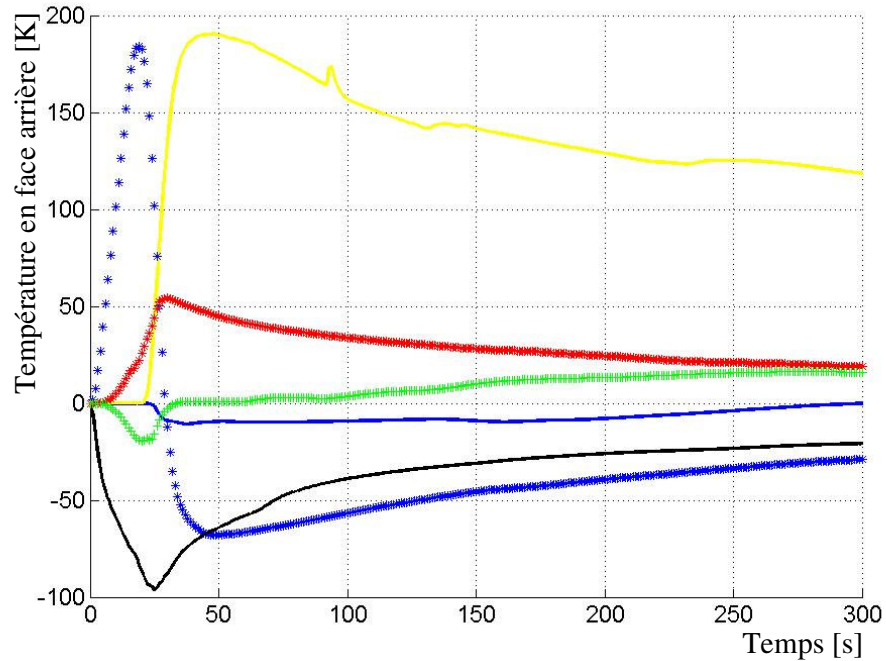


Figure 2.11 : fonctions de sensibilité réduites de la température en face arrière

On remarque que les paramètres dont les variations sont les plus influentes sont l'énergie d'activation  $E$ , l'absorptivité  $\alpha$  et l'épaisseur initiale de peinture  $e_p$ . Dans une moindre mesure, les variations des propriétés thermiques de la couche visqueuse  $\lambda_{visq}$  et  $\rho_{visq} C_{visq}$  jouent également. La sensibilité de la température au facteur pré-exponentiel  $A$  n'est pas nulle, elle reste cependant faible relativement aux autres paramètres considérés.

- La sensibilité au paramètre  $E$  devient rapidement très importante dès le début de la réaction d'intumescence. En effet, l'augmentation de ce paramètre a pour effet de pénaliser la croissance du coefficient cinétique  $\kappa(\theta(x,t))$  et de retarder les phénomènes de dégradation thermique et de gonflement. La pyrolyse de la couche ablative étant une réaction endothermique, elle a pour effet de réduire la quantité d'énergie transmise vers la face arrière du substrat. Quant au gonflement, il se traduit par l'apparition d'une couche carbonneuse isolante. Tout ralentissement de ces phénomènes a donc pour conséquence directe une augmentation de l'échauffement subi par la plaque.

- Le tracé de la fonction de sensibilité réduite de la température associée au paramètre  $\alpha$  fait apparaître un comportement particulier : la courbe augmente rapidement pendant environ quinze secondes avant de chuter tout aussi rapidement pour devenir négative. Après environ 50 secondes, elle se stabilise et diminue en valeur absolue de façon lente et régulière. Cela s'explique par le fait qu'en début d'agression, la réaction d'intumescence n'ayant pas commencé, le système se comporte comme une plaque inerte soumise à un flux : l'augmentation de l'absorptivité se traduit naturellement par un échauffement plus rapide. Néanmoins, plus la température du revêtement augmente vite, plus la réaction d'intumescence se déclenche tôt et violemment. Or, l'ensemble des phénomènes associés à cette réaction (endothermie, gonflement, etc.) tend précisément à ralentir l'échauffement de la plaque. C'est la raison pour laquelle le tracé devient négatif immédiatement après le début de la réaction d'intumescence, que l'on peut approximativement situer à  $t = 20$  secondes sur cette figure.
- La courbe correspondant à la fonction de sensibilité associée à l'épaisseur initiale de peinture  $e_p$  est quant à elle négative tout au long du tracé, ce qui traduit le fait qu'une couche de peinture initiale plus épaisse fournit une meilleure protection et ralentit l'échauffement de la face arrière.
- L'influence des variations de  $\lambda_{visq}$  met en évidence l'approximation consistant à affecter au revêtement les propriétés de la couche visqueuse à partir d'une température seuil. En effet, l'influence de  $\lambda_{visq}$  commence à augmenter après moins de 10 secondes, ce qui signifie que la température du revêtement a dépassé à cet instant le seuil  $\theta_v$ . Cependant, comme le montrent les figures 2.9 et 2.10 ainsi que les tracés des fonctions  $\bar{F}_{\theta(0,t),A}$  et  $\bar{F}_{\theta(0,t),E}$ , les phénomènes associés à la réaction d'intumescence ne deviennent visibles qu'après environ 20 secondes. Cela signifie qu'approximativement entre  $t = 10$  s et  $t = 20$  s, bien que la température du revêtement soit supérieure à  $\theta_v$ , l'énergie accumulée n'est pas suffisante pour que le coefficient cinétique  $\kappa(\theta(x,t))$  atteigne des proportions permettant aux phénomènes physico-chimiques de se manifester de façon significative. Plus spécifiquement, on constate que l'influence de  $\lambda_{visq}$  est maximale lors du déclenchement de la

réaction d'intumescence. La courbe reste positive tout au long de la réaction, ce qui traduit le fait qu'une plus grande quantité de chaleur est transmise vers le substrat lorsque  $\lambda_{visq}$  est augmenté. On peut aussi noter une certaine corrélation entre la sensibilité associée à  $\lambda_{visq}$  et celle associée à  $e_p$ . En effet, l'augmentation de l'épaisseur de la couche de peinture tend à augmenter l'influence de ses caractéristiques intrinsèques.

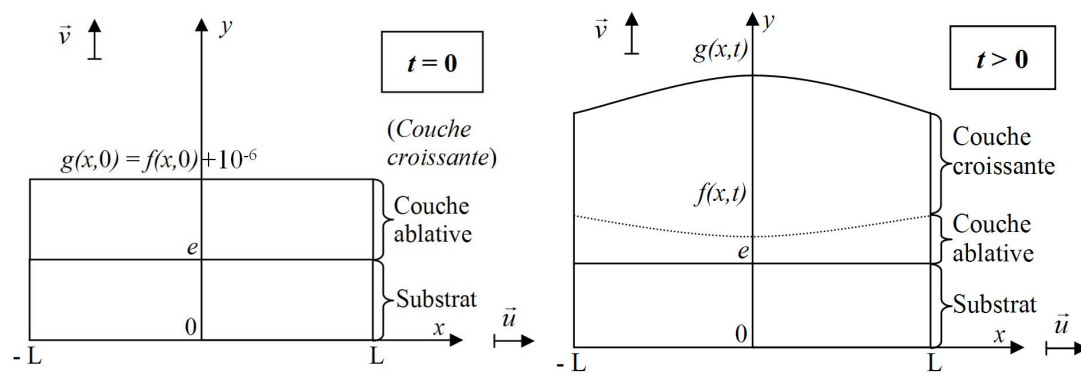
- En ce qui concerne la fonction de sensibilité associée à la chaleur volumique  $\rho_{visq} C_{visq}$ , on remarque qu'elle est inférieure à celle associée à  $\lambda_{visq}$ . Le fait qu'elle ne tende pas vers zéro montre en outre que la durée du test (300 s) est loin d'être suffisante pour atteindre le régime établi. Comme dans le cas précédent, et pour les mêmes raisons, le tracé montre une corrélation entre les fonctions de sensibilité associées aux paramètres  $\lambda_{visq}$ ,  $\rho_{visq} C_{visq}$  et  $e_p$ .

Afin d'étendre le domaine de validité des travaux de modélisation présentés précédemment, il est intéressant de mettre au point un modèle représentant le comportement d'une couche de peinture intumescence sur un substrat pour une géométrie bidimensionnelle.



### 2.3. Modèle 2D

La mise en place d'une géométrie 2D autorise la prise en compte de distributions spatiales non uniformes du flux excitateur sur la face supérieure de l'échantillon. Cette démarche peut permettre également de décrire l'échauffement de l'échantillon et le gonflement de façon plus réaliste, notamment en prenant en compte les effets de bords. Les équations appliquées au maillage 2D sont présentées ainsi que la méthode des éléments finis utilisée pour les résoudre grâce au logiciel COMSOL Multiphysics®. La géométrie du domaine 2D est présentée sur les figures 2.12a et 2.12b :



Figures 2.12a et 2.12b : géométrie étudiée (modélisation 2D)

Par rapport au schéma présenté au paragraphe 2.1, une nouvelle simplification est réalisée afin de ne compter que deux sous domaines, c'est la raison pour laquelle la frontière  $f(x,t)$  apparaît en pointillés sur la figure 2.12b :

- Le modèle ne comporte que deux sous domaines, le premier correspondant au substrat et le second à la couche de revêtement intumescent dans sa globalité, tout au long de la réaction et ce quel que soit son état.
- La régression du front de pyrolyse est représentée d'une part par l'adaptation des propriétés thermiques du sous domaine à partir de la température seuil, et d'autre part par le calcul du paramètre  $f(x,t)$ .

Les hypothèses présentées précédemment (§ 2.1) concernant la couche carbonneuse et l'épaisseur initiale quasi-nulle de la couche croissante sont toujours valides pour l'approche 2D.

### 2.3.1. Equations du modèle

La modélisation de la perte de masse fait appel aux mêmes mécanismes que pour le cas d'une modélisation 1D. La présence d'une nouvelle dimension spatiale conduit cependant à réécrire les équations [2.2], [2.3] et [2.4] de la façon suivante :

$$\kappa(\theta(x, y, t)) = \begin{cases} A \exp\left(-\frac{E}{R\theta(x, y, t)}\right) & \text{si } \theta(x, y, t) \geq \theta_v \text{ et } y \leq f(x, t) \\ 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad [2.40]$$

$$\dot{m}''(\theta(x, y, t)) = \int_e^{f(t)} \rho_{abla} \kappa(\theta(x, y, t)) dy \quad [2.41]$$

On remarquera notamment que la direction dans laquelle a lieu le gonflement est orthogonale à la surface initiale irradiée (axe  $Oy$ ). Pour les configurations réalistes considérées par la suite, cette hypothèse ne semble pas trop restrictive. Les équations décrivant le déplacement des frontières mobiles ([2.5] à [2.8]) subissent également des modifications :

$$\vec{V}_a(\theta(x, y, t)) = -\frac{df(x, t)}{dt} \vec{v} = -\dot{f}(x, t) \vec{v} = -\frac{\dot{m}''(\theta(x, y, t))}{\rho_{abla}} \vec{v} \quad [2.42]$$

$$\vec{V}_a(\theta(x, y, t)) = -\frac{df(x, t)}{dt} \vec{v} = -\dot{f}(x, t) \vec{v} = -\int_e^{f(x, t)} \kappa(\theta(x, y, t)) dy \vec{v} \quad [2.43]$$

$$\vec{V}_g(\theta(x, y, t)) = k_g \vec{V}_a(\theta(x, y, t)) \quad [2.44]$$

$$\frac{dg(x, t)}{dt} \vec{v} = \dot{g}(x, t) \vec{v} = \vec{V}_a(\theta(x, y, t)) + \vec{V}_g(\theta(x, y, t)) = (1 + k_g) \vec{V}_a(\theta(x, y, t)) \quad [2.45]$$

Le vecteur unitaire  $\vec{u}$  restant associé à l'axe  $Ox$ , les vitesses sont exprimées dans la direction du vecteur  $\vec{v}$  associé à l'axe  $Oy$ . La modélisation du déplacement des frontières mobiles en 2D permet notamment de calculer une distribution de vitesses non

uniforme le long de l'axe  $Ox$ , ce qui se traduit par un gonflement plus représentatif de la réalité. Les équations décrivant les transferts de chaleur au sein des différentes couches de l'échantillon ([2.9] à [2.12]) sont modifiées de la façon suivante :

$$\rho_1 C_1 \frac{\partial \theta(x, y, t)}{\partial t} - \lambda_1 \Delta \theta(x, y, t) = 0 \quad \forall x \text{ et pour } 0 < y < e \quad [2.46]$$

$$\rho_2 C_2 \frac{\partial \theta(x, y, t)}{\partial t} - \lambda_2 \Delta \theta(x, y, t) = -\rho_2 \kappa(\theta(x, y, t)) H_p \quad \forall x \text{ et pour } e < y < f(x, t) \quad [2.47]$$

$$\rho_3 C_3 \frac{\partial \theta(x, y, t)}{\partial t} - \lambda_3 \Delta \theta(x, y, t) = 0 \quad \forall x \text{ et pour } f(x, t) < y < g(x, t) \quad [2.48]$$

$$\left\{ \begin{array}{l} \rho_3 \\ C_3 \\ \lambda_3 \end{array} \right\} = \left\{ \begin{array}{l} \rho_{visq} \\ C_{visq} \\ \lambda_{visq} \end{array} \right\} \quad \text{pour } \theta(x, y, t) < \theta_{char} ; \text{ et } \left\{ \begin{array}{l} \rho_3 \\ C_3 \\ \lambda_3 \end{array} \right\} = \left\{ \begin{array}{l} \rho_{char} \\ C_{char} \\ \lambda_{char} \end{array} \right\} \quad \text{pour } \theta(x, y, t) \geq \theta_{char} \quad [2.49]$$

Les équations [2.13] à [2.18], portant sur les conditions aux limites, sont réécrites de façon à traduire les modifications réalisées au niveau de l'orientation des axes et l'apparition de la seconde dimension spatiale :

$$-\lambda_3 \frac{\partial \theta(x, g(x, t))}{\partial \bar{n}} = h(\theta(x, g(x, t), t) - \theta_{ext}) + \varepsilon_3 \sigma (\theta(x, g(x, t), t)^4 - \theta_{ext}^4) - \alpha_3 \Phi(x, g(x, t), t) \quad [2.50]$$

$$\lambda_3 \frac{\partial \theta(x, f^+(x, t), t)}{\partial \bar{n}} = \lambda_2 \frac{\partial \theta(x, f^-(x, t), t)}{\partial \bar{n}} \quad [2.51]$$

$$\theta(x, f^+(x, t), t) = \theta(x, f^-(x, t), t) \quad [2.52]$$

$$\lambda_2 \frac{\partial \theta(x, e^+, t)}{\partial y} = \lambda_1 \frac{\partial \theta(x, e^-, t)}{\partial y} \quad [2.53]$$

$$\theta(x, e^+, t) = \theta(x, e^-, t) \quad [2.54]$$

$$-\lambda_1 \frac{\partial \theta(x, 0, t)}{\partial y} = h(\theta(x, 0, t) - \theta_{ext}) + \varepsilon_1 \sigma (\theta(x, 0, t)^4 - \theta_{ext}^4) \quad [2.55]$$

où  $\vec{n}$  est le vecteur normal extérieur à la frontière considérée.

Le passage à une géométrie 2D a pour effet de créer de nouvelles frontières au domaine de modélisation. Les faces latérales du domaine, situées en  $x = -L$  et en  $x = L$ , subissent des pertes thermiques convectives et radiatives telles que :

$$\begin{aligned} \lambda_1 \frac{\partial \theta(-L, y, t)}{\partial x} &= h(\theta(-L, y, t) - \theta_{ext}) + \varepsilon_1 \sigma (\theta(-L, y, t)^4 - \theta_{ext}^4) \\ -\lambda_1 \frac{\partial \theta(L, y, t)}{\partial x} &= h(\theta(L, y, t) - \theta_{ext}) + \varepsilon_1 \sigma (\theta(L, y, t)^4 - \theta_{ext}^4) \end{aligned} \quad \text{pour } 0 < y \leq e \quad [2.56]$$

$$\begin{aligned} \lambda_2 \frac{\partial \theta(-L, y, t)}{\partial x} &= h(\theta(-L, y, t) - \theta_{ext}) + \varepsilon_2 \sigma (\theta(-L, y, t)^4 - \theta_{ext}^4) \quad \text{pour } e < y \leq f(-L, t) \\ -\lambda_2 \frac{\partial \theta(L, y, t)}{\partial x} &= h(\theta(L, y, t) - \theta_{ext}) + \varepsilon_2 \sigma (\theta(L, y, t)^4 - \theta_{ext}^4) \quad \text{pour } e < y \leq f(L, t) \end{aligned} \quad [2.57]$$

$$\begin{aligned} \lambda_3 \frac{\partial \theta(-L, y, t)}{\partial x} &= h(\theta(-L, y, t) - \theta_{ext}) + \varepsilon_3 \sigma (\theta(-L, y, t)^4 - \theta_{ext}^4) \quad \text{pour } f(-L, t) < y \leq g(-L, t) \\ -\lambda_3 \frac{\partial \theta(L, y, t)}{\partial x} &= h(\theta(L, y, t) - \theta_{ext}) + \varepsilon_3 \sigma (\theta(L, y, t)^4 - \theta_{ext}^4) \quad \text{pour } f(L, t) < y \leq g(L, t) \end{aligned} \quad [2.58]$$

Enfin, la condition initiale devient, pour  $t = 0$  :

$$\theta(x, y, 0) = \theta_{ext} \quad [2.59]$$

Contrairement au modèle 1D présenté précédemment (§ 2.1), le modèle 2D basé sur ces équations est simulé grâce au logiciel de calcul par éléments finis COMSOL Multiphysics<sup>®</sup>. Ce logiciel permet de définir simplement la géométrie et le maillage du domaine que l'on souhaite modéliser, les équations à résoudre dans les sous domaines ainsi que les conditions aux limites. Le paragraphe suivant propose une brève présentation de la méthode des éléments finis et de son application à la modélisation des phénomènes étudiés.

### 2.3.2. Résolution par la méthode des éléments finis

La méthode de calcul par éléments finis, initialement mise au point pour résoudre des problèmes de mécanique (voir par exemple [Courant, 1943], [Argyris et Kelsey, 1960]), trouve des applications dans une multitude de secteurs. Sa description détaillée faisant l'objet de nombreux ouvrages ([Oden et Reddy, 1976] ou [Belytschko et al., 2000]), elle ne sera pas traitée ici. Son principe de base consiste à représenter un objet réel (éventuellement en considérant des simplifications géométriques), et à subdiviser le domaine obtenu en un maillage composé d'éléments de dimensions finies. Les équations décrivant les phénomènes physiques ayant lieu sur ce domaine (transferts thermiques, transformations mécaniques, etc.) sont alors définies et résolues pour chaque élément, ce qui permet d'obtenir une représentation approximative des champs des grandeurs considérées (température, pression, contraintes mécaniques, etc.) sur tout le domaine. La précision des résultats obtenus dépend notamment du type d'éléments utilisés, de la finesse du maillage, et donc de la dimension (idéalement minimale) des éléments qui le composent. Le coût de calcul (en termes de temps et de puissance informatique requise) augmentant à mesure que l'on raffine le maillage, il s'agit de trouver un compromis satisfaisant afin d'obtenir des résultats suffisamment précis en un temps raisonnable.

De manière générale, pour résoudre un problème par la méthode des éléments finis, on procède donc par étapes successives :

- On pose un problème physique sous la forme d'une équation différentielle ou aux dérivées partielles à satisfaire en tout point d'un domaine  $\Omega$ , avec des conditions aux limites sur la frontière  $\delta\Omega$  et des conditions initiales (si le problème n'est pas stationnaire).
- On construit une formulation intégrale du système différentiel à résoudre et de ses conditions aux limites : c'est la formulation variationnelle du problème.
- On divise le domaine  $\Omega$  en un certain nombre de mailles de dimensions finies.

- On choisit la famille de champs locaux, c'est-à-dire à la fois la position des nœuds dans les sous domaines et les polynômes (ou autres fonctions) qui définissent le champ local en fonction des valeurs aux nœuds (et éventuellement des dérivées). La maille complétée par ces informations est alors appelée « élément ».
- On ramène le problème à un problème discret. Toute solution approchée étant complètement déterminée par les valeurs aux nœuds des éléments, il suffit de trouver les valeurs à attribuer aux nœuds pour décrire une solution approchée. Le problème fondamental de la méthode des éléments finis peut alors se résumer en deux questions :
  - Comment choisir le problème discret dont la solution est « proche » de la solution exacte ?
  - Quelle signification donner au mot « proche » ?
- On résout le problème.
- On peut alors construire la solution approchée à partir des valeurs trouvées aux nœuds et en déduire d'autres grandeurs (par exemple, on peut déduire le flux de chaleur conduit dans un matériau à partir du champ de température).
- On visualise et on exploite la solution pour juger de sa qualité numérique et déterminer si elle satisfait les critères que l'on s'est fixé.

En pratique, la réalisation de la plupart de ces étapes est assistée par le logiciel de calcul utilisé. Certains codes de calcul nécessitent l'emploi de « pré-processeurs » spécifiques pour définir la géométrie du domaine étudié ainsi que son maillage, d'autres intègrent la totalité du processus (c'est notamment le cas du logiciel utilisé ici). Le choix du nombre de dimensions du domaine à représenter est un point particulièrement important lorsque l'on envisage de résoudre un problème par la méthode des éléments finis. En effet, un objet « réel » quelconque a en toute rigueur une géométrie tridimensionnelle. Lorsque l'on souhaite représenter un tel objet pour modéliser des phénomènes physiques, il est cependant possible sous certaines conditions d'avoir recours à un domaine de dimension inférieure, ce qui peut permettre de réduire considérablement le coût de calcul. Par exemple, pour une plaque ou une poutre dont le rapport longueur / largeur est suffisamment grand pour qu'elle soit considérée comme infinie, il est possible de ne représenter que la section plane. En ce qui concerne les échantillons modélisés ici

(plaques d'acier peintes), leur épaisseur étant faible en regard des autres dimensions, une telle simplification est possible. La modélisation en 2D d'une « tranche » permet en effet, sans engendrer d'approximation rédhibitoire, de prendre en compte les conditions aux limites latérales des échantillons et de représenter des distributions spatiales de flux non uniformes sur la surface exposée du revêtement. Un détail du domaine 2D maillé est présenté sur la figure 2.13, pour une plaque de 2 mm recouverte d'une couche de peinture intumescente de 1 mm :

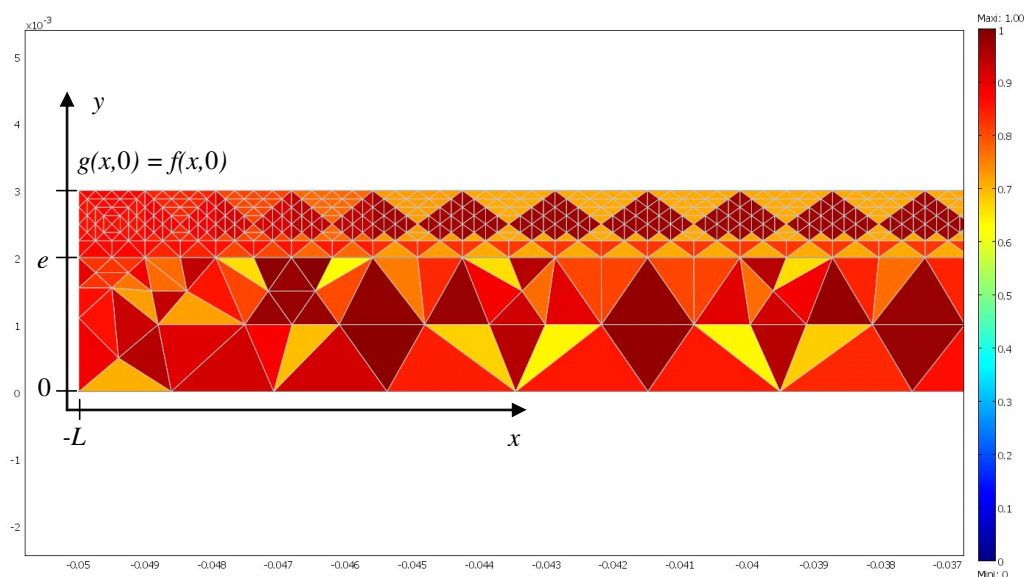


Figure 2.13 : détail du domaine maillé en deux dimensions

L'échelle de couleurs représente la qualité des éléments, qui est évaluée (entre 0 et 1) selon l'équilibre proportionnel entre les trois arêtes de chaque maille. Des exemples de simulations et de résultats sont fournis dans le paragraphe suivant.

## 2.4. Exemples préliminaires d'application du modèle 2D

Ce paragraphe présente des exemples de résultats préliminaires obtenus avec des modèles 2D. Il est important de noter que les données présentées ici n'ont qu'une valeur purement indicative. En effet, les moyens informatiques utilisés pour effectuer les calculs ne permettent pas de traiter la partie thermique et la partie mécanique du modèle de façon couplée en 2D. Un modèle simplifié, basé sur une résolution séparée des

équations thermiques et des frontières mobiles a donc été mis au point, afin d'illustrer le comportement de revêtements intumescents dans différentes configurations. Ces résultats sont complétés par des photographies réalisées lors d'essais expérimentaux sur différents échantillons dont la géométrie pourrait être décrite par un modèle 2D.

#### 2.4.1. Plaque plane exposée à une distribution de flux gaussienne

Le comportement typique d'une plaque plane revêtue de peinture intumescence exposée à une distribution de flux gaussienne est illustré par la figure 2.14 ci-dessous, qui présente la photographie du profil d'un échantillon après un essai réalisé au Four Solaire Principal :



Figure 2.14 : gonflement observé suite à l'exposition à un flux Gaussien

L'épaisseur initiale de peinture était ici de 0,6 mm, et la couche carbonneuse atteint environ 3 cm d'épaisseur au point le plus gonflé après une exposition de 100 secondes. Le modèle 2D permet de décrire, dans des conditions similaires, le gonflement suivant :

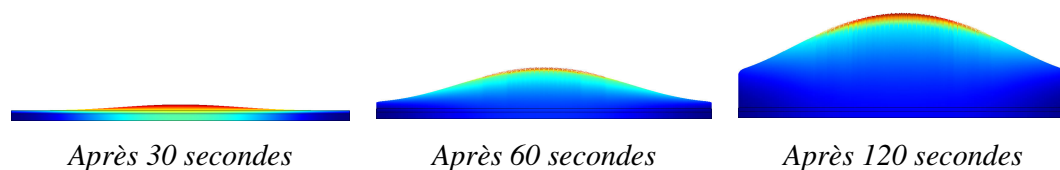


Figure 2.15 : gonflement modélisé en 2D



Ces images (sur lesquelles l'échelle de couleurs représente les températures calculées sur tout le domaine) montrent qu'il est possible de décrire le gonflement d'une couche de peinture soumise à une distribution Gaussienne de flux de façon réaliste. Notons que l'épaisseur initiale de peinture pour ce modèle est de 2 mm, ce qui explique que le gonflement observé soit sensiblement plus important que sur la figure 2.14.

La figure 2.16 ci-dessous présente le tracé de l'évolution de température de la face arrière de la plaque calculé par le modèle pour le point  $x = -L$  (coin gauche) et  $x = 0$  (centre de la plaque). Il est important de rappeler qu'il s'agit là de résultats préliminaires obtenus avec un modèle dont le développement est toujours en cours.

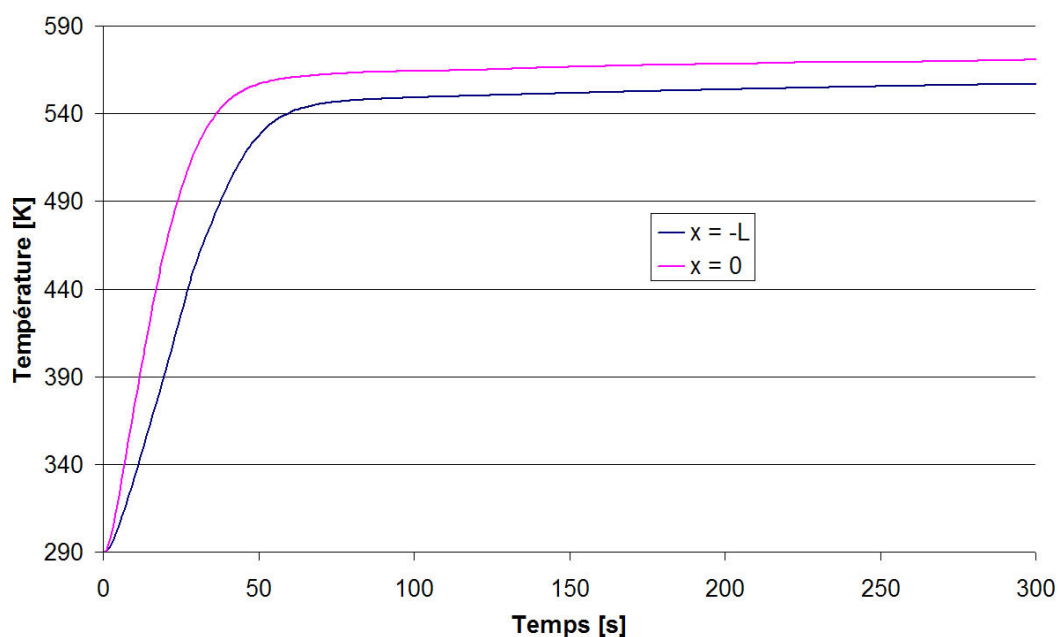


Figure 2.16 : température en deux points de la face arrière

Les courbes de température présentées ici ne sont pas comparables aux valeurs mesurées expérimentalement dans une configuration correspondante (en particulier, le modèle surestime les niveaux de température et la dynamique est incorrecte). Elles permettent néanmoins de constater que le modèle est capable de décrire les différences de température entre le point central de la plaque et un point situé sur sa périphérie, dont l'échauffement est moindre en raison de la distribution de flux inhomogène sur la face avant d'une part, et d'autre part à cause des phénomènes de convection ayant lieu sur les bords de la plaque.

Le paragraphe suivant traite le cas d'une plaque plane inclinée, dont les aspects expérimentaux sont présentés au chapitre précédent, § 1.3.2.

#### 2.4.2. Plaque plane inclinée

La configuration étudiée ici porte sur une plaque plane revêtue de 2 mm de peinture intumescente et exposée à une distribution de flux linéairement décroissante de façon à simuler l'inclinaison de l'échantillon par rapport à l'axe du flux. La figure 2.17 ci-dessous montre le gonflement prédit par le modèle 2D pour une plaque soumise à un flux maximal de  $170 \text{ kW.m}^{-2}$  (au niveau du bord gauche) décroissant linéairement jusqu'à  $85 \text{ kW.m}^{-2}$  au niveau du bord droit.

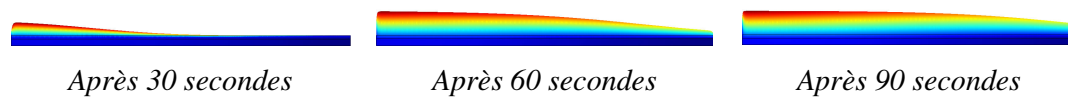


Figure 2.17 : gonflement modélisé en 2D

Ces images peuvent être comparées aux photographies présentées au chapitre 1 sur les figures 1.48a et 1.48b, prises dans le cadre d'un essai sur une plaque inclinée à  $45^\circ$ . On y remarque que le gonflement de la peinture est proportionnel au flux ayant impacté la face avant de l'échantillon, comportement qui est également décrit par le modèle. Les thermogrammes obtenus après cette simulation numérique sont présentés sur la figure 2.18 ci-après :

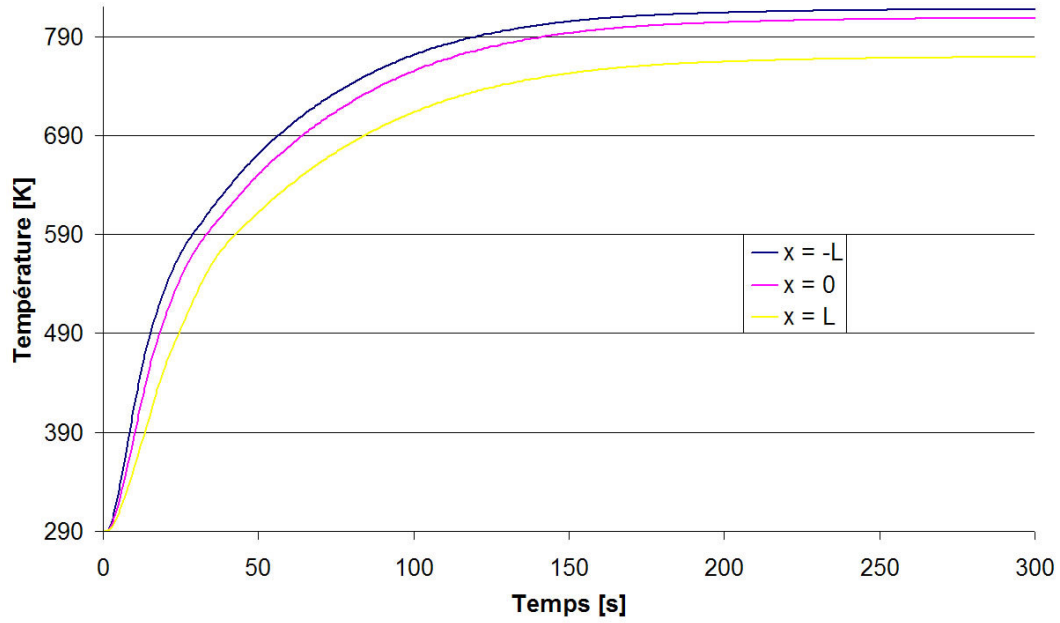


Figure 2.18 : température en deux points de la face arrière

Ces courbes (qui peuvent être mises en rapport avec les mesures présentées sur la figure 1.47) permettent de constater que le modèle décrit de façon pertinente une différence d'échauffement entre les points  $x = -L$  (sur le bord gauche de la plaque)  $x = 0$  (au centre) et  $x = L$  (sur le bord droit).

## 2.5. Bilan

La modélisation du comportement de peintures intumescents soumises à des agressions thermiques est traitée dans ce chapitre, et un premier modèle mathématique complet est présenté, ainsi que son analyse de sensibilité et ses résultats. Ce premier modèle repose sur une représentation 1D des phénomènes physiques qui accompagnent la réaction d'une peinture intumescence appliquée sur un substrat : échauffement du revêtement, transfert de chaleur vers la plaque, pyrolyse de la peinture et gonflement. L'ensemble de ces phénomènes est décrit par un système d'équations aux dérivées partielles non linéaires, qui sont résolues numériquement par la méthode des différences finies sur le domaine 1D (système peinture / substrat). Les résultats obtenus pour la température en face arrière de la plaque, le gonflement et la perte de masse du revêtement sont présentés et comparés à des données expérimentales obtenues dans des conditions correspondantes. L'examen de ces comparaisons montre que les évolutions prédites par le modèle sont cohérentes, mais que les résultats souffrent d'imprécisions et décrivent de manière erronée la dynamique des phénomènes.

Afin de désigner les paramètres influents sur les sorties pertinentes du modèle, une analyse de sensibilité basée sur la méthode des plans d'expérience numériques et sur le calcul de fonctions de sensibilité est réalisée. Le principe de la méthode des plans d'expériences est présenté ainsi que son application à l'étude du modèle 1D. Les fonctions de sensibilité du modèle sont également calculées et leurs résultats sont analysés. Ces résultats confirment l'importance d'une bonne connaissance des différents paramètres thermiques et cinétiques intervenant dans le modèle (en particulier la conductivité thermique des différentes couches de peinture et l'énergie d'activation de la réaction d'intumescence). En effet, les variations de ces paramètres ont une forte influence sur les sorties du modèle étudiées ici : température en face arrière de la plaque, gonflement et perte de masse.

Un second modèle, toujours en cours de développement, est présenté dans une configuration bidimensionnelle. Les équations gouvernant les phénomènes physiques sont réécrites pour être applicables au domaine 2D. La méthode des éléments finis est présentée brièvement ainsi que son application à la résolution des équations spécifiées. Plusieurs cas de modélisation 2D sont présentés à titre préliminaire avec leurs résultats, permettant notamment de constater que le modèle fournit des données cohérentes sur la forme et la dynamique du gonflement de la peinture.

## 2.6. Bibliographie

- Albright, L.F., Crynes, B.L. et Corcoran, W.H. "Pyrolysis, theory and industrial practice", *Academic Press, New-York, NY, USA*, 1983.
- Anderson, C. et Nachman, A. "A model for intumescent paints", *Int. J. Eng. Sci.* 24 263–76, 1986.
- Anderson, E., Wauters, K. et Pulley, F. "Thermodynamic heat transfer model for intumescent coatings" *JANNAF Propulsion Systems Hazards Subcommittee Meeting (Monterey, CA, 1983)* pp 231–40, 1983.
- Argyris, J. et Kelsey, S. «Energy theorems and structural analysis», *Butterworth Scientific Publications, London*, 1960.
- Beck, J.V. et Arnold, K.J. "Parameter estimation in engineering and science", *New-York, Editions Wiley*, 1977.
- Belytschko, T. Liu, W.K. et Moran, B. "Nonlinear finite elements for continua and structures", *Chichester ; New York ; Weinheim : J. Wiley & sons*, 2000.
- Bourbigot, S. Jimenez, M. and Duquesne, S. "Modeling Heat Barrier Efficiency of Flame Retarded Materials", *Proceedings of the COMSOL Users Conference*, Paris, 2006.
- Butler, L., Baum, H.R. et Kashiwagi, T. "Three-dimensional modeling of intumescent behaviour in fires *Fire Safety Science – Proc. 5th Int. Symp. (Melbourne, 1997)* ed Y Hasemi (Boston, MA: International Association for Fire Safety Science) pp 523–34, 1997.
- Cagliostro, D.E., Riccitiello, S.R., Clark, K.J. et Shimizu, A.B. "Intumescent coating modelling" *J. Fire Flammability* 6 205–21, 1975.
- Courant, R. "Variational methods for the solution of problems of equilibrium and vibration", *Bull. Ann. Math. Soc.*, 49, pp. 1-43, 1943.
- Di Blasi, C. "Modeling the effects of high radiative fluxes on intumescent material decomposition" *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 8 721–37, 2004.
- Di Blasi, C. et Branca, C. "Mathematical model for the nonsteady decomposition of intumescent coatings" *AICHE J.* 47 2359–70, 2001.

- Duquesne, S., Bourbigot, S. et Leroy, J.M. “Modelling of heat transfer in intumescent material during combustion”, *ECCE2 – 2nd European Cong. of Chemical Engineering (Montpellier)*, 1999.
- Fisher, R. A. “Design of experiments”, *Oliver and Boyd*, London, 1947.
- Fristrom, R.M., Grunfelder, C. et Hunter, L.W. “Exploratory studies in polymer ablation, ignition and extinction by the moving wire technique”, *Combustion and Flame. Vol. 27, pp. 33-49*, 1976.
- Kandare, E., Kandola, B.K. et Staggs, J.E.J. “Global kinetics of thermal degradation of flame-retarded epoxy resin formulations”, *Polymer degradation and Stability, vol. 92, pp. 1778-1787*, 2007.
- Laraqi, N. « Etude du comportement thermique d'un polymère en cours de dégradation », *Thèse de l'Université Paris VI*, 1987.
- Leung, C.H., Staggs, J.E.J., Brindley, J. et McIntosh, A.C. “Modelling of polymer ablation including a substrate base”, *Combustion Science and Technology, Vol. 126, 1-6, pp. 53-70*, 1997.
- Mahan, G.D., Cole, H.S., Liu, Y.S., et Philipp, H.R. “Theory of polymer ablation”, *Appl. Phys. Lett. 53, 2377*, 1988.
- Milne Thomson, L.M. “The calculus of finite differences”, *Chelsea publications, New-York, NY, USA*, 1981.
- Moghtaderi, B., Novozhilov, V., Fletcher, D. et Kent, J. H. “An Integral Model for the Transient Pyrolysis of Solid Materials”, *Fire And Materials, vol. 21, pp. 7-16*, 1997.
- Montgomery, D.C. “Design and analysis of experiments”, *Editions Wiley, New-York, NY, USA*, 1997.
- Oden, J.T. et Reddy, J.N. “An introduction to the mathematical theory of finite elements”, *New York : Wiley*, 1976.
- Sato, S. Oka, K et Murakami, A. “Heat transfer behavior of melting polymers in laminar flow field”, *Polymer Engineering and Science, vol. 44, n°3, pp. 423-432*, 2004.
- Schimmerling, P. “Fiabilité prévisionnelle en fatigue et plans d'expériences numériques”, *Revue de la SIA-Société des Ingénieurs en Automobile, vol. 2, pp. 88-93*, 1987.

- Schimmerling, P. “ Comment accroître la durée de vie des soufflets de transmission avec les plans d’expériences numériques et la méthodologie Taguchi”, *Revue de la SIA-Société des Ingénieurs en Automobile*, pp. 67-73, 1989.
- Staggs, J. E.J. “Approximate solutions for the pyrolysis of char forming polymers and filled polymers under thermally thick conditions”, *Fire and Materials. vol. 24*, pp. 305–308, 2000.
- Widmann, J.F. Duchez, J. Yang, J.C. Conny, J.M. et Mulholland, G.W. “Measurement of the optical extinction coefficient of combustion generated aerosol”, *Aerosol Science 36*, pp. 283–289, 2005.

### 3. Identification paramétrique par méthodes périodiques

Comme l'ont démontré les différentes analyses de sensibilités réduites présentées dans le chapitre précédent, les incertitudes qui affectent certains paramètres ont une influence potentiellement rédhitoire sur les résultats fournis par les modèles. Ces résultats peuvent donc être améliorés si l'on est capable de définir avec une meilleure précision les paramètres clés que sont notamment les diffusivités thermiques de chacune des trois couches de peinture intumescence (ablative, réactive et carbonneuse). Ces données ne sont généralement pas fournies par les fabricants de peinture pour des raisons de secret industriel ou par manque d'études, et les rares valeurs présentes dans la littérature souffrent d'importantes disparités [§2, Tableau 2.2]. Dès lors, la mise en œuvre de protocoles d'identification paramétrique spécifiques s'impose afin d'obtenir des données pertinentes sur les paramètres d'intérêt.

Le terme « méthode périodique » désigne de manière générale une technique consistant à utiliser une source d'énergie périodique pour chauffer un échantillon et à étudier le comportement du matériau face à cette sollicitation. La réponse de l'échantillon est évaluée en mesurant l'amplitude de ses variations de température (module) et leur déphasage par rapport à l'excitation. Les fréquences d'excitation utilisées ainsi que les modes d'analyse peuvent varier selon le type du matériau (isolant, conducteur, isotrope, orthotrope, semi transparent, etc.), sa géométrie (fin, épais, multicouche, etc.), ou encore certaines contraintes (température critique avant détérioration, etc.). On peut se référer par exemple aux travaux de [Rosencwaig, 1979] [Jackson et Amer, 1980] [Hirschi et al., 1997] [Badoz et al., 1985] [Lepoutre et al., 1995] [Lan et Walther, 1996] [Gervaise et al., 1997] [Gagliano, 2002], [Guitoni et al., 1994], [Autrique et al., 2009], [Museux et al., 2008] et [Gillet et al., 2007] qui illustrent une variété de techniques périodiques. Par ailleurs, les protocoles d'identification présentés par la suite font intervenir une méthode inverse, qui consiste à modéliser mathématiquement le comportement de l'échantillon soumis à une excitation périodique ; puis à comparer les déphasages simulés aux valeurs expérimentales obtenues à l'aide d'un amplificateur ou d'un algorithme à détection synchrone. La convergence de l'algorithme de minimisation choisi permet alors d'identifier la diffusivité thermique du matériau étudié. Les modèles utilisés pour l'identification ainsi que leurs analyses de sensibilités réduites sont présentés pour chacune des couches de peinture étudiées. Les différents dispositifs



expérimentaux permettant le calcul des déphasages ainsi que les protocoles d'essais mis en œuvre sont détaillés.

### **3.1.Principe et mise en œuvre des méthodes**

Les méthodes périodiques peuvent être appliquées suivant différents modes d'analyse, en fonction de la nature du matériau que l'on étudie, de la propriété que l'on souhaite identifier ou de contraintes techniques expérimentales. Dans le cas courant où l'échantillon à analyser présente une géométrie plane (plaque, disque, etc.), on distingue deux modes :

- L'analyse par réflexion : l'excitation et l'observation des variations du système sont réalisées sur la même face.
- L'analyse par transmission : l'observation des variations est effectuée sur la face opposée à l'excitation.

A ces deux modes, on ajoute les deux protocoles suivants :

- Le balayage spatial : la fréquence de l'excitation périodique est fixée, et les observations (modules et déphasages) sont réalisées en différents points de l'échantillon. Cette technique est notamment utilisée dans le cas de matériaux anisotropes pour étudier une propriété qui varie selon une ou plusieurs directions de l'espace [Gillet et al., 2006].
- Le balayage en fréquence, ou vobulation : le matériau est excité par une gamme de signaux périodiques dont la fréquence varie, et les variations du système sont observées en un point fixe [Perez et al., 2006]. Cette méthode peut par exemple être employée en complément d'un balayage spatial pour identifier une propriété du matériau dans sa profondeur.

La démarche d'identification de la diffusivité thermique d'une couche de peinture intumescence présentée ici est basée sur une méthode par transmission en vobulation. Il a en effet été observé à l'aide d'images infrarouges que la peinture ablative de même que la couche carbonneuse pouvaient être considérées isotropes. Ainsi, l'identification de la diffusivité thermique dans la profondeur du matériau est pertinente.

### 3.1.1. Modélisation des transferts en régime périodique

Afin d'illustrer le principe de la méthode périodique utilisée ici, on se propose d'étudier le cas d'un matériau tel que celui qui est représenté sur la figure 3.1 :

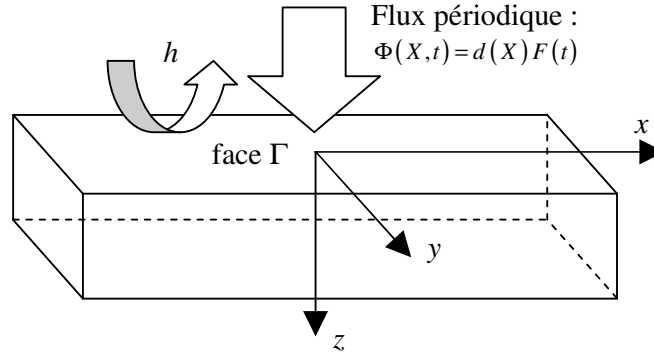


Figure 3.1 : géométrie du problème étudié

On se place dans le cadre habituel et généraliste d'une géométrie tridimensionnelle. La variable d'espace est notée  $X = (x, y, z) \in \Omega = \cup \Omega_i \subset \mathbb{R}^3$ , la frontière de  $\Omega$  est notée  $\partial\Omega$ . La variable de temps est notée  $t \in T = [0, t_f]$ . Sur une portion de la surface de  $\Omega$ , notée  $\Gamma$ , on considère un flux de chaleur surfacique et périodique :  $\Phi(X, t) = d(X)F(t)$  où  $d(X)$  est la distribution spatiale de  $\Phi(X, t)$  sur  $\Gamma$ . L'état du système est la température  $\theta_0(X, t)$  dans  $\Omega$  à chaque instant  $t$  alors que l'entrée du système est  $F(t)$ . L'évolution de la température à partir d'un état initial où l'ensemble du matériau serait à température ambiante, satisfait les équations suivantes :

$$\forall (X, t) \in \Omega \times T \quad \rho C \frac{\partial \theta_0(X, t)}{\partial t} - \lambda \Delta \theta_0(X, t) = 0 \quad [3.1]$$

$$\forall (X, t) \in \partial\Omega \times T \quad -\lambda \frac{\partial \theta_0(X, t)}{\partial \vec{n}} = h\theta_0(X, t) - d(X)F(t) \quad [3.2]$$

$$\forall x \in \Omega \quad \theta_0(X, 0) = 0 \quad [3.3]$$

avec :  $\rho$  : masse volumique du matériau [kg.m<sup>-3</sup>]  
 $C$  : chaleur spécifique du matériau [J.kg<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>]  
 $\lambda$  : conductivité thermique du matériau [W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>]

Il est évident que le système d'équations ci-dessus (équations [3.1] à [3.3]) est linéaire par rapport aux entrées. On suppose que la fonction  $F(t)$  est périodique, de fréquence  $f$  et de pulsation  $\omega$ . Cette fonction  $F$  est formulée comme une série de Fourier :

$$F(t) = a_0 + \sum_{n=1}^{\infty} c_n \cos(n\omega t - d_n) \quad [3.4]$$

La température  $\theta_0(X, t)$  est alors solution du système suivant :

$$\forall (X, t) \in \Omega \times T \quad \rho C \frac{\partial \theta_0(X, t)}{\partial t} - \lambda \Delta \theta_0(X, t) = 0 \quad [3.5]$$

$$\forall (X, t) \in \partial\Omega \times T \quad -\lambda \frac{\partial \theta_0(X, t)}{\partial \vec{n}} = h\theta_0(X, t) - d(X) \left( a_0 + \sum_{n=1}^{\infty} c_n \cos(n\omega t - d_n) \right) \quad [3.6]$$

$$\forall x \in \Omega \quad \theta_0(X, 0) = 0 \quad [3.7]$$

Afin de s'affranchir de la dépendance temporelle, le système d'équations [3.5] à [3.7] est complété de manière à introduire une température complexe dont le module et le déphasage ne dépendent pas du temps. Pour ce faire, parallèlement au système décrivant la propagation d'une onde de chaleur dans le matériau, on considère une seconde famille d'entrées introduisant une condition limite périodique. Le nouveau système permet de décrire l'évolution de la partie imaginaire de la température complexe.

$$F_i(t) = a_0 + \sum_{n=1}^{\infty} c_n \sin(n\omega t - d_n) \quad [3.8]$$

Et recherchons désormais  $\tilde{\theta}_0(X, t)$  solution de :

$$\forall (X, t) \in \Omega \times T \quad \rho C \frac{\partial \tilde{\theta}_0(X, t)}{\partial t} - \lambda \Delta \tilde{\theta}_0(X, t) = 0 \quad [3.9]$$

$$\forall (X, t) \in \partial\Omega \times T \quad -\lambda \frac{\partial \tilde{\theta}_0(X, t)}{\partial \vec{n}} = h\tilde{\theta}_0(X, t) - d(X) \left( a_0 + \sum_{n=1}^{\infty} c_n \sin(n\omega t - d_n) \right) \quad [3.10]$$

$$\forall x \in \Omega \quad \tilde{\theta}_0(X, 0) = 0 \quad [3.11]$$

On écrit alors le système satisfait par la température complexe  $\theta = \theta_0 + j\tilde{\theta}_0$ .

$$\forall (X, t) \in \Omega \times T \quad \rho C \frac{\partial \theta(X, t)}{\partial t} - \lambda \Delta \theta(X, t) = 0 \quad [3.12]$$

$$\forall (X, t) \in \partial \Omega \times T \quad -\lambda \frac{\partial \theta(X, t)}{\partial \bar{n}} = h\theta(X, t) - d(X) \left( a_0(1+j) + \sum_{n=1}^{\infty} c_n e^{j(n\alpha - d_n)} \right) \quad [3.13]$$

$$\forall x \in \Omega \quad \theta(X, 0) = 0 \quad [3.14]$$

On définit les entrées complexes :

$$\tilde{F}(t) = a_0(1+j) + \sum_{n=1}^{\infty} c_n e^{j(n\alpha - d_n)} = \sum_{n=0}^{\infty} \tilde{F}_n(t) = \sum_{n=0}^{\infty} f_n e^{jn\alpha}$$

En régime établi, les solutions des équations [3.12] à [3.14] sont périodiques de même période que l'excitation mais présentent un déphasage qui dépend de  $X$ . Ces solutions sont la somme des solutions obtenues pour chaque  $\tilde{F}_n(t)$ . On peut donc chercher pour chaque harmonique de rang  $n$  la température complexe  $\theta_n(X, t)$  qui résulte de l'entrée  $\tilde{F}_n(t)$ .

La forme générale de  $\theta_n(X, t)$  s'écrit de la façon suivante :

$$\theta_n(X, t) = M(X) e^{j(n\alpha + \varphi(X))} = M(X) e^{j\varphi(X)} e^{jn\alpha} = \tilde{\theta}_n(X) e^{jn\alpha}$$

Le nombre complexe  $\tilde{\theta}_n(X)$  contient les informations sur le module  $|\tilde{\theta}_n(X)|$  et le déphasage  $\varphi(X) = \text{Arg}(\tilde{\theta}_n(X))$  des oscillations de température (au point  $X$ ) résultantes de l'harmonique de rang  $n$ .

Le système d'équations [3.12] à [3.14], écrit pour l'harmonique de rang  $n$ , devient :

$$\forall (X, t) \in \Omega \times T \quad \rho C \tilde{\theta}_n(X) jn\omega e^{jn\alpha} - \lambda e^{jn\alpha} \Delta \tilde{\theta}_n(X) = 0 \quad [3.15]$$

$$\forall (X, t) \in \partial \Omega \times T \quad -\lambda e^{jn\alpha} \frac{\partial \tilde{\theta}_n(X)}{\partial \bar{n}} = h \tilde{\theta}_n(X) e^{jn\alpha} - d(X) f_n e^{jn\alpha} \quad [3.16]$$

$$\forall x \in \Omega \quad , \quad t = 0 \quad , \quad \tilde{\theta}_n(X) e^{jn\alpha} = 0 \quad [3.17]$$

Ce qui revient à résoudre un problème qui ne dépend plus du temps :

$$\forall X \in \Omega \quad -\Delta \tilde{\theta}_n(X) = -\frac{jn\omega}{a} \tilde{\theta}_n(X) \quad [3.18]$$

$$\forall X \in \partial\Omega \quad -\frac{\partial \tilde{\theta}_n(X)}{\partial \bar{n}} = \frac{1}{\lambda} (h \tilde{\theta}_n(X) - d(X) f_n) \quad [3.19]$$

Où  $a = \frac{\lambda}{\rho C}$  [m<sup>2</sup>.s<sup>-1</sup>] est la diffusivité thermique du matériau.

En général, on se place à l'harmonique fondamentale ( $n=1$ ) car c'est à cet harmonique qu'on a le plus de module et par conséquent le plus de signal potentiellement exploitable. Par abus de notation on considère  $\tilde{\theta}(X)$  la distribution résultante de l'harmonique fondamental.

La fréquence du signal excitateur est un paramètre à choisir soigneusement afin d'obtenir des données pertinentes sur le matériau que l'on souhaite caractériser. La notion de distance de propagation d'une onde thermique doit par conséquent être prise en compte. La longueur de diffusion  $\mu$  d'une onde thermique de fréquence  $f$  dans un matériau de diffusivité thermique  $a$  s'exprime de la façon suivante :

$$\mu = \sqrt{\frac{a}{\pi f}} \quad [3.20]$$

avec :  $\mu$  : profondeur de pénétration de l'onde [m]  
 $a$  : diffusivité thermique du matériau [m<sup>2</sup>.s<sup>-1</sup>]  
 $f$  : fréquence de l'onde excitatrice [Hz]

On considère généralement que l'onde thermique est atténuée à 95 % lorsqu'elle s'est propagée dans le matériau sur une distance de  $3\mu$ . Si l'on étudie par transmission un matériau dont l'épaisseur est supérieure à  $3\mu$ , l'amplitude du signal mesurable en sortie sur la face opposée à l'excitation risque d'être insuffisante, et le rapport signal / bruit trop faible pour que les mesures soient exploitables. Inversement, si l'on utilise un matériau trop fin, les variations de déphasages seront minimales et risquent d'être

difficilement mesurables. La fréquence du signal d'excitation et l'épaisseur  $e$  des échantillons à tester doivent donc être soigneusement adaptées. Pour certaines configurations, une étude détaillée est présentée dans [Autrique et. al, 2009]. En pratique, face à un échantillon inconnu, il convient de réaliser une première série d'essais visant à déterminer préalablement si le matériau est isolant ou conducteur, en le soumettant à une série d'excitations réparties sur une large gamme de fréquences. Cette démarche peut être abrégée voire négligée si l'on sait a priori à quelle classe de matériau l'échantillon appartient. Le tableau 3.1 ci-dessous donne des exemples de classes de matériaux auxquelles on peut se référer, ainsi que les gammes de fréquences associées en fonction de leur épaisseur :

|   | $e$ [m]   | Fréquence $f$ [Hz]    | $\mu$ [m]                           |
|---|-----------|-----------------------|-------------------------------------|
| Très conducteur : <i>Argent</i><br>$a \approx 171.10^{-6} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$      | $10^{-3}$ | $2 < f < 500$         | $3,3.10^{-4} < \mu < 5,22.10^{-3}$  |
|   | $10^{-2}$ | $2 < f < 500$         | $3,3.10^{-3} < \mu < 5,22.10^{-2}$  |
| Moyennement conducteur : <i>Titane</i><br>$a \approx 9.10^{-6} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$ | $10^{-3}$ | $0,1 < f < 25$        | $3,39.10^{-4} < \mu < 5,35.10^{-3}$ |
|   | $10^{-2}$ | $0,001 < f < 0,25$    | $3,39.10^{-3} < \mu < 5,35.10^{-2}$ |
| Isolant : <i>Verre</i><br>$a \approx 0,58.10^{-6} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$              | $10^{-3}$ | $0,007 < f < 1,5$     | $3,51.10^{-4} < \mu < 5,14.10^{-3}$ |
|   | $10^{-2}$ | $0,00007 < f < 0,015$ | $3,51.10^{-3} < \mu < 5,14.10^{-2}$ |

Tableau 3.1 : gammes de fréquence pour l'identification de  $a$

La mise en œuvre des méthodes évoquées ci-dessus nécessite de traiter des signaux périodiques, et notamment de déterminer le déphasage entre un signal excitateur et un signal de sortie. Pour ce faire, un algorithme à détection synchrone (présenté par la suite) est utilisé.

### 3.1.2. Algorithme à détection synchrone

Dans le cadre d'un protocole d'identification basé sur une méthode inverse, les valeurs théoriques calculées par le modèle sont à comparer aux valeurs expérimentales de déphasages mesurés lors d'essais réels. Un échantillon est soumis à un flux de chaleur périodique connu sur l'une de ses faces, et des mesures de température sont réalisées sur la face opposée. Le déphasage entre le flux initial et les variations de températures observées sur la face opposée peut alors être obtenu en utilisant un algorithme à détection synchrone (ADS), dont le fonctionnement est notamment décrit par [Serra et al., 2005]. Lorsqu'il n'est pas possible techniquement d'incorporer un tel appareil dans la chaîne de mesure, il faut extraire les déphasages à partir des thermogrammes obtenus d'après les mesures de température. Il est alors utile d'avoir recours à un algorithme à détection synchrone. Si l'on dispose de  $N$  mesures de température, chacune notée  $T(ndt)$  avec  $n \in \{0, \dots, N-1\}$  et  $dt$  l'intervalle de temps entre deux mesures consécutives, la mise en œuvre de l'algorithme à détection synchrone se fait en trois étapes :

1. Calcul de  $X(ndt)$  et  $Y(ndt)$  pour une fréquence d'excitation connue  $f_r$  :

$$X(ndt) = T(ndt) \cos(2\pi f_r ndt) \quad [3.21]$$

$$Y(ndt) = T(ndt) \sin(2\pi f_r ndt) \quad [3.22]$$

2. Calcul de  $XXX$  et  $YYY$  :

$$XXX = \frac{1}{N} \sum_{k=0}^{N-1} X(k) \quad [3.23]$$

$$YYY = \frac{1}{N} \sum_{k=0}^{N-1} Y(k) \quad [3.24]$$

3. Calcul du module ( $M$ ) et de la phase ( $\varphi$ ) du signal :

$$M = \sqrt{XXX^2 + YYY^2} \quad [3.25]$$

$$\varphi = -\tan^{-1}\left(\frac{YYY}{XXX}\right) \quad [3.26]$$

Cette méthode est valable si le nombre total de mesures de température  $N$  décrit un nombre entier de périodes du signal exciteur. Suivant le type d'analyse pratiquée, il sera dès lors possible de tracer l'évolution des déphasages expérimentaux en fonction de la fréquence d'excitation ou de l'emplacement visé sur le matériau par exemple.

La mise en œuvre de l'ADS permet de déterminer le déphasage expérimental pour une configuration donnée. Afin de mener à bien la démarche d'identification, il faut également calculer le déphasage théorique associé. Les méthodes de modélisation employées pour ce calcul sont présentées dans le paragraphe qui suit.

### **3.2.Exemple de calcul du déphasage théorique**

Le domaine considéré pour le calcul des déphasages théoriques doit être adapté aux paramètres expérimentaux, notamment à la structure de l'échantillon testé ainsi qu'à la distribution spatiale du flux de chaleur utilisé pour l'excitation périodique. Trois approches distinctes, permettant de traiter l'ensemble des configurations rencontrées dans cette étude, sont présentées par la suite.

#### **3.2.1. Modélisation 1D**

Dans le cas d'un échantillon isotrope plan soumis à une distribution spatiale homogène de flux, si les dimensions du matériau permettent de négliger les pertes thermiques latérales (figure 3.2), il est possible de décrire les transferts de chaleur avec un modèle 1D.



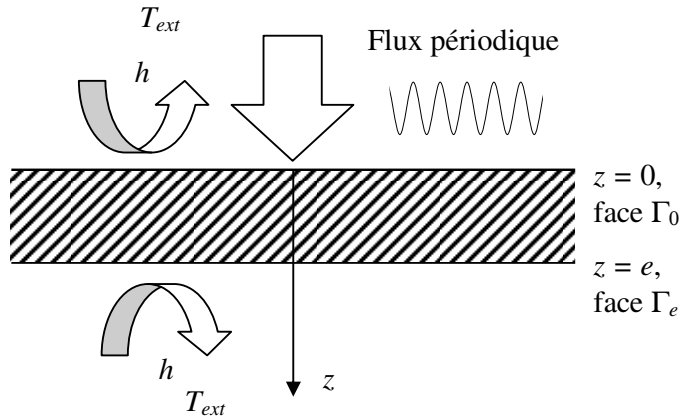


Figure 3.2 : géométrie 1D du problème direct

On considère la température suivante :  $\theta(z, t) = T(z, t) - T_{ext}$

Dans un cas correspondant à la géométrie présentée sur la figure 3.2, on peut exprimer la température en régime établi comme la somme d'une composante continue et d'une composante périodique :

$$\theta(z, t) = \theta_{continue}(z) + \theta_{périodique}(z, t) \quad [3.27]$$

La composante continue correspond à la valeur moyenne de température autour de laquelle les oscillations ont lieu. La composante périodique contient les informations sur l'amplitude, la fréquence et la phase des oscillations. Si l'excitation que subit le matériau est de la forme :

$$\phi(t) = \phi_0 \cos(\omega t) \quad [3.28]$$

La composante périodique de la température peut s'écrire de la façon suivante :

$$\theta_{périodique}(z, t) = A(z) \cos(\omega t + \varphi(z)) \quad [3.29]$$

avec :  $A(z)$  : amplitude des oscillations [K]

$\varphi(z)$  : phase des oscillations [rad]

On peut dès lors avoir recours à la méthode des températures complexes présentée précédemment, en écrivant :

$$\theta^+(z, t) = A(z) e^{j\varphi(z)} e^{j\omega t} = \tilde{\theta}(z, \omega) e^{j\omega t} \quad [3.30]$$

Où  $\tilde{\theta}(z, \omega)$  est la température complexe et  $\text{Re}(\theta^+(z, t)) = \theta_{\text{périodique}}(z, t)$ . En considérant cette température complexe, l'équation de la chaleur régissant les transferts thermiques au sein du matériau est donc écrite de la façon suivante :

$$j\omega\rho C\tilde{\theta}(z, \omega) - \lambda \frac{\partial^2 \tilde{\theta}(z, \omega)}{\partial z^2} = 0 \quad \forall z \quad [3.31]$$

Soit en introduisant la diffusivité thermique  $a = \frac{\lambda}{\rho C}$  :

$$\frac{j\omega}{a} \tilde{\theta}(z, \omega) - \frac{\partial^2 \tilde{\theta}(z, \omega)}{\partial z^2} = 0 \quad \forall z \quad [3.32]$$

La condition limite sur la face exposée au flux ( $z = 0$ ) s'écrit :

$$-\lambda \frac{\partial \tilde{\theta}(0, \omega)}{\partial z} = \phi_0 - h\tilde{\theta}(0, \omega) \quad [3.33]$$

Et sur la face opposée ( $z = e$ ) :

$$\lambda \frac{\partial \tilde{\theta}(e, \omega)}{\partial z} = h\tilde{\theta}(e, \omega) \quad [3.34]$$

En posant  $m = \sqrt{\frac{j\omega}{a}}$ , la résolution analytique du système d'équations [3.27] à [3.34] permet d'écrire l'expression :

$$\tilde{\theta}(z, \omega) = \phi_0 \frac{(\lambda m - h)e^{m(z-2e)} + (\lambda m + h)e^{-mz}}{(\lambda m + h)^2 - (\lambda m - h)^2 e^{-2em}} \quad [3.35]$$

Le déphasage de l'onde thermique peut alors être calculé :

$$\varphi = \text{Arg}(\tilde{\theta}(z, \omega)) \quad [3.36]$$

Dans le cas où la distribution spatiale du flux n'est pas uniforme sur toute la surface de l'échantillon mais symétrique autour de l'axe  $z$ , les transferts thermiques dans le matériau, supposé homogène isotrope, sont axisymétriques. Cet exemple, traité par [Gervaise, 1999], est présenté par la suite à titre didactique.

### 3.2.2. Modélisation 2D axisymétrique

On considère dans ce cas deux variables d'espace en coordonnées cylindriques. On suppose toujours que les dimensions latérales du matériau sont suffisamment grandes pour négliger les effets de bords :

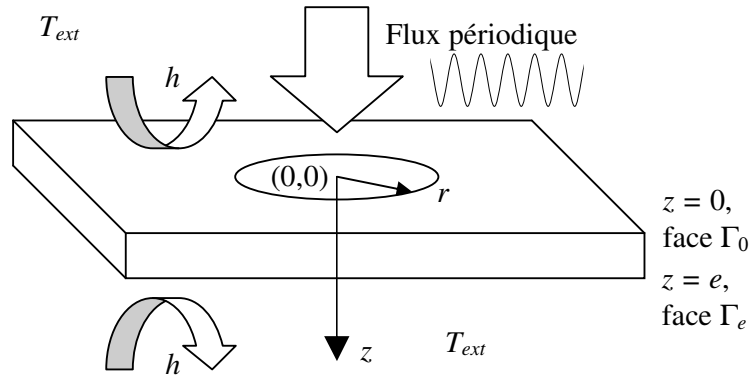


Figure 3.3 : géométrie 2D axisymétrique du problème direct

La distribution spatiale du flux est axisymétrique, et on suppose que l'excitation périodique subie par le matériau sur la face  $\Gamma_0$  est donc :

$$\phi(r, t) = \phi(r) \cos(\omega t) \quad [3.37]$$

Dans ce nouveau système de coordonnées, l'équation de la chaleur régissant les transferts thermiques au sein du matériau s'écrit en température complexe de la façon suivante :

$$\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial \tilde{\theta}(r, z)}{\partial r} \right) + \frac{\partial^2 \tilde{\theta}(r, z)}{\partial z^2} - \frac{j\omega}{a} \tilde{\theta}(r, z) = 0 \quad [3.38]$$

La condition limite sur la face soumise au flux ( $z = 0$ ) s'écrit :

$$-\lambda \frac{\partial \tilde{\theta}(r, 0)}{\partial z} = \phi(r) - h\tilde{\theta}(r, 0) \quad [3.39]$$

La condition limite sur la face opposée ( $z = e$ ) devient :

$$\lambda \frac{\partial \tilde{\theta}(r, e)}{\partial z} = h\tilde{\theta}(r, e) \quad [3.40]$$

Afin de simplifier la résolution de ce système d'équations, on utilise la transformation de Hankel, qui associe à la fonction  $f(r)$  la transformée  $Hf(\rho)$  telle que :

$$\begin{array}{ccc} f : \mathbb{R} & \rightarrow & \mathbb{C} \\ (r) & \rightarrow & f(r) \end{array} \xrightarrow{H} \begin{array}{ccc} Hf : \mathbb{R} & \rightarrow & \mathbb{C} \\ (\rho) & \rightarrow & Hf(\rho) \end{array} \quad [3.41]$$

La fonction transformée  $Hf(\rho)$  étant définie par la relation suivante :

$$Hf(\rho) = \int_0^{+\infty} f(r) J_0(\rho r) r dr \quad [3.42]$$

avec :  $J_0$  : Fonction de Bessel d'ordre 0 [Schwartz, 1987]

Cette transformation permet de diagonaliser l'opérateur  $\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial \bullet}{\partial r} \right)$  (voir une application dans [Gervaise, 1999]).

L'équation [3.38] ainsi transformée devient :

$$\frac{\partial^2 H\tilde{\theta}(\rho, z)}{\partial z^2} - \left( \rho^2 + \frac{j\omega}{a} \right) H\tilde{\theta}(\rho, z) = 0 \quad [3.43]$$

La condition limite [3.39] sur la face irradiée ( $z = 0$ ) :

$$-\lambda \frac{\partial H\tilde{\theta}(\rho, 0)}{\partial z} = H\phi(\rho) - hH\tilde{\theta}(\rho, 0) \quad [3.44]$$

Et la condition [3.40] sur la face opposée au flux ( $z = e$ ) :

$$-\lambda \frac{\partial H\tilde{\theta}(\rho, 0)}{\partial z} = hH\tilde{\theta}(\rho, 0) \quad [3.45]$$

La transformation du système d'équations original permet de se ramener à des équations différentielles par rapport à la dimension  $z$  uniquement. Le système est donc résolu dans l'espace de Hankel de la même façon que les équations [3.27] à [3.34] utilisées pour décrire les transferts thermiques en géométrie 1D. Toutefois, le paramètre  $m$  défini par  $m = \sqrt{\frac{j\omega}{a}}$  devient dans l'espace de Hankel  $m = \sqrt{\rho^2 + \frac{j\omega}{a}}$ . Le terme décrivant l'excitation du matériau, défini par l'équation [3.37], subit également une transformation. Dans le cas où l'on considère une distribution de flux uniforme sur une surface circulaire de rayon  $r_c$ , le flux est défini par :

$$\begin{aligned} \phi(r) = \phi_0 \quad \text{si } r < r_c &\Rightarrow H\phi(\rho) = \phi_0 \frac{J_1(\rho r_c)}{\rho r_c} \\ \phi(r) = 0 \quad \text{sinon} & \end{aligned} \quad [3.46]$$

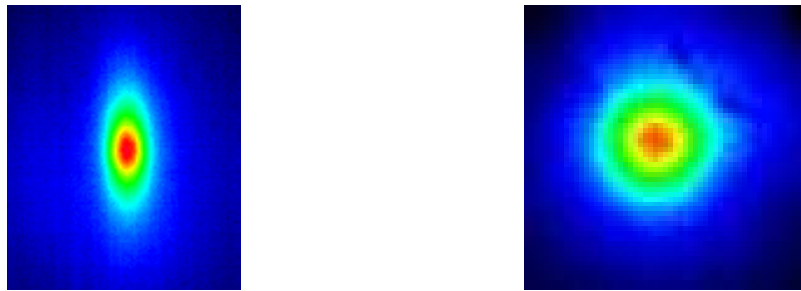
Pour une distribution Gaussienne de rayon  $r_c$  :

$$\phi(r) = \phi_0 e^{-r^2/r_c^2} \Rightarrow H\phi(\rho) = \phi_0 e^{-\frac{1}{4}\rho^2 r_c^2} \quad [3.47]$$

En appliquant une transformée inverse numérique à la solution calculée dans l'espace de Hankel, on obtient l'expression de la température complexe, ce qui permet de déterminer le déphasage théorique de l'onde thermique.

### 3.2.3. Modélisation 3D

Si le matériau étudié ne présente pas une structure géométrique homogène, ses propriétés thermiques peuvent présenter des anisotropies. Certains matériaux composites dits orthotropes présentent des propriétés différentes dans les 3 directions privilégiées de l'espace qui sont décrites par une matrice diagonale, il n'est alors pas possible d'avoir recours à une approche simplifiée en 1D ou 2D axisymétrique pour modéliser la propagation de l'onde thermique. Expérimentalement, le diagnostic de l'anisotropie d'un matériau peut être réalisé simplement à l'aide d'une caméra infrarouge en observant par exemple la face opposée à l'excitation. En effet, l'image thermique permet d'évaluer la forme des lignes isothermes. Ainsi, pour une tache de chauffe circulaire, des cartes de température montrant un schéma elliptique sur la face opposée sont caractéristiques d'un matériau orthotrope, alors qu'une image circulaire correspond à un matériau isotrope dans le plan (figures 3.4a et 3.4b).



*Figures 3.4a et 3.4b : cartographies de température d'un matériau orthotrope (a) et isotrope (b)*

Pour un matériau orthotrope, la conductivité thermique dans chacune des trois

directions de l'espace est décrite par le tenseur  $\vec{\lambda} = \begin{bmatrix} \lambda_x & 0 & 0 \\ 0 & \lambda_y & 0 \\ 0 & 0 & \lambda_z \end{bmatrix}$ , et le tenseur des

diffusivités thermiques associées est  $\vec{a} = \begin{bmatrix} a_x & 0 & 0 \\ 0 & a_y & 0 \\ 0 & 0 & a_z \end{bmatrix}$ . On s'intéresse à la

modélisation en 3D des transferts thermiques [Perez et Autrique, 2009] :

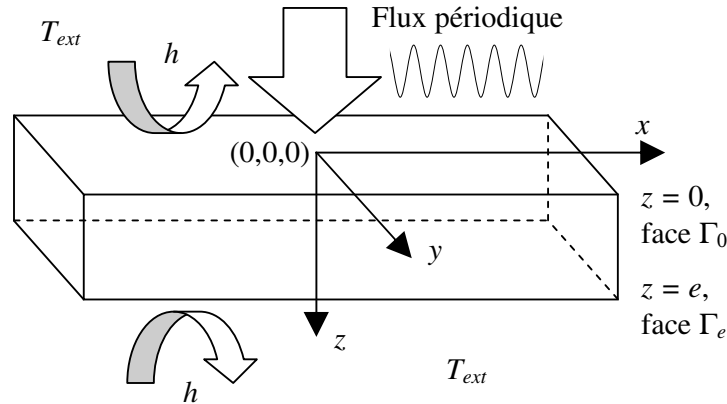


Figure 3.5 : géométrie 3D du problème direct

Si l'on regroupe les trois variables d'espace  $X = (x, y, z)$ , l'équation décrivant les transferts thermiques dans le matériau s'écrit donc :

$$\rho C \frac{\partial \theta(X, t)}{\partial t} - \text{div} \left( \vec{\lambda} \overrightarrow{\text{grad}} \theta(X, t) \right) = 0 \quad [3.48]$$

La condition limite sur la face exposée au flux ( $z = 0$ ) est :

$$\lambda_z \frac{\partial \theta(X, t)}{\partial z} = h \theta(X, t) - \phi(x, y) \cos(\omega t) \quad \forall (X, t) \in \Gamma_0 \quad [3.49]$$

Si l'on considère une distribution spatiale de flux homogène sur une surface circulaire de rayon  $R$ , le terme  $\phi$  s'écrit en coordonnées cartésiennes :

$$\phi(x, y) = \begin{cases} \phi_0 & \text{si } r = \sqrt{x^2 + y^2} \leq R \\ 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad [3.50]$$

Sur la face opposée au flux ( $z = e$ ) :

$$-\lambda_z \frac{\partial \theta(X, t)}{\partial z} = h\theta(X, t) \quad \forall (X, t) \in \Gamma_e \quad [3.51]$$

Le matériau est supposé isotherme à température ambiante à l'instant initial, ce qui se traduit par la condition suivante :

$$\theta(X, 0) = 0 \quad \forall (X) \quad [3.52]$$

Comme pour les deux cas précédents, la méthode des températures complexes est utilisée pour réécrire le système. L'équation [3.48] devient donc :

$$j\omega\rho C\tilde{\theta}(X) - \operatorname{div}\left(\vec{\lambda} \overrightarrow{\operatorname{grad}}\tilde{\theta}(X)\right) = 0 \quad [3.53]$$

La condition limite en face irradiée [3.49] devient :

$$\lambda_z \frac{\partial \tilde{\theta}(X)}{\partial z} = h\tilde{\theta}(X) - \phi(x, y) \quad \forall X \in \Gamma_0 \quad [3.54]$$

Et la condition limite sur la face opposée au flux périodique [3.51] :

$$-\lambda_z \frac{\partial \tilde{\theta}(X)}{\partial z} = h\tilde{\theta}(X) \quad \forall X \in \Gamma_e \quad [3.55]$$

La simplification de ce système d'équations est réalisée à l'aide de la transformation de Fourier, appliquée ici aux variables d'espace  $x$  et  $y$ .

Cette transformation associe à une fonction  $f(x, y)$  la fonction  $Ff(\omega_x, \omega_y)$  telle que :

$$\begin{array}{l} f : \mathbb{R}^2 \rightarrow \mathbb{C} \\ (x, y) \rightarrow f(x, y) \end{array} \xrightarrow{TF} \begin{array}{l} Ff : \mathbb{R}^2 \rightarrow \mathbb{C} \\ (\omega_x, \omega_y) \rightarrow Ff(\omega_x, \omega_y) \end{array} \quad [3.56]$$



La fonction transformée  $Ff(\omega_x, \omega_y)$  étant définie par la relation suivante :

$$Ff(\omega_x, \omega_y) = \iint_{\mathbb{R}^2} f(x, y) e^{-j\omega_x x} e^{-j\omega_y y} dx dy \quad [3.57]$$

Cette transformation permet de diagonaliser l'opérateur  $\lambda_x \frac{\partial^2 \bullet}{\partial x^2} + \lambda_y \frac{\partial^2 \bullet}{\partial y^2}$ .

La transformée de Fourier de la température complexe s'écrit :

$$\tau(\omega_x, \omega_y, z) = \iint_{\mathbb{R}^2} \tilde{\theta}(x, y, z) e^{-j\omega_x x} e^{-j\omega_y y} dx dy \quad [3.58]$$

Les équations [3.53] à [3.55] sont donc réécrites, pour les transferts thermiques dans le matériau dans un premier temps :

$$a_z \frac{\partial^2 \tau(\omega_x, \omega_y, z)}{\partial z^2} - (a_x \omega_x^2 + a_y \omega_y^2 + j\omega) \tau(\omega_x, \omega_y, z) = 0 \quad [3.59]$$

La condition limite sur la face irradiée :

$$-\lambda_z \frac{\partial \tau(\omega_x, \omega_y, 0)}{\partial z} = \Phi(\omega_x, \omega_y) - h\tau(\omega_x, \omega_y, 0) \quad [3.60]$$

Où  $\Phi(\omega_x, \omega_y)$  est la transformée de Fourier de l'expression du flux [3.50], qui s'écrit :

$$\Phi(\omega_x, \omega_y) = \iint_{\mathbb{R}^2} \phi(x, y) e^{-j\omega_x x} e^{-j\omega_y y} dx dy = \frac{\phi_0 2\pi R J_1 \left( R \sqrt{\omega_x^2 + \omega_y^2} \right)}{\sqrt{\omega_x^2 + \omega_y^2}} \quad [3.61]$$

avec :  $J_1$  : Fonction de Bessel du 1<sup>er</sup> ordre

Et finalement la condition limite sur la face opposée au flux :

$$-\lambda_z \frac{\partial \tau(\omega_x, \omega_y, e)}{\partial z} = h\tau(\omega_x, \omega_y, e) \quad [3.62]$$

La solution de ce système d'équations dans l'espace de Fourier est :

$$\tau(\omega_x, \omega_y, z) = \frac{2\Phi e^2 r \exp(-er)}{\lambda_z \left[ (er + \text{Bi})^2 - (er - \text{Bi})^2 \exp(-2er) \right]} \quad [3.63]$$

Où le nombre de Biot est défini de la façon suivante :

$$\text{Bi} = \frac{he}{\lambda_z} \quad [3.64]$$

En appliquant numériquement une transformée de Fourier inverse à la solution [3.63], on retrouve l'expression de la température complexe, ce qui permet d'obtenir le déphasage de l'onde. Pour des cas plus complexes (par exemple de matériaux dont la structure ne permet pas de qualifier simplement l'anisotropie de leurs propriétés thermiques), les méthodes analytiques et semi analytiques présentées précédemment ne sont pas applicables. Il devient dès lors nécessaire d'avoir recours à une méthode numérique pour résoudre les équations décrivant le comportement du matériau, comme par exemple la méthode des éléments finis. La mise en œuvre d'un code de calcul tel que COMSOL Multiphysics<sup>®</sup> permet alors de calculer directement le déphasage de l'onde thermique en tout point du matériau étudié et à chaque instant. Cette méthode peut également être utilisée dans des cas plus simples tels que les géométries 1D ou 2D axisymétriques, il convient cependant de garder à l'esprit que les solutions obtenues grâce à un code aux éléments finis sont des approximations de la solution réelle, et qu'une résolution analytique ou semi analytique est souvent préférable (et toujours plus élégante) lorsqu'il est possible de la mettre en œuvre.

Le paragraphe suivant présente un exemple détaillé de la démarche d'identification de la diffusivité thermique basée sur le modèle prenant en compte les tenseurs de conductivité et de diffusivité.

### 3.3. Illustration de la démarche d'identification

On considère l'approche décrite dans le paragraphe précédent. Afin d'illustrer la mise en œuvre de ce modèle mathématique, des calculs de déphasage sont réalisés pour un échantillon de titane isotrope, avec les paramètres suivants :

| Paramètre | Définition                      | Valeur      | Unité                           |
|-----------|---------------------------------|-------------|---------------------------------|
| $h$       | Coefficient d'échange convectif | 20          | $\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ |
| $a$       | Diffusivité thermique isotrope  | $9.10^{-6}$ | $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$      |
| $e$       | Epaisseur du matériau           | $1.10^{-3}$ | m                               |
| $\rho C$  | Chaleur volumique               | $2,4.10^6$  | $\text{J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ |
| $R$       | Rayon de la tache de chauffe    | $3.10^{-3}$ | m                               |

Tableau 3.2 : paramètres d'entrée du modèle direct

Le modèle direct calcule les déphasages à partir de ces données, ce qui permet de tracer les figures 3.6 et 3.7, respectivement en vobulation et en balayage spatial :

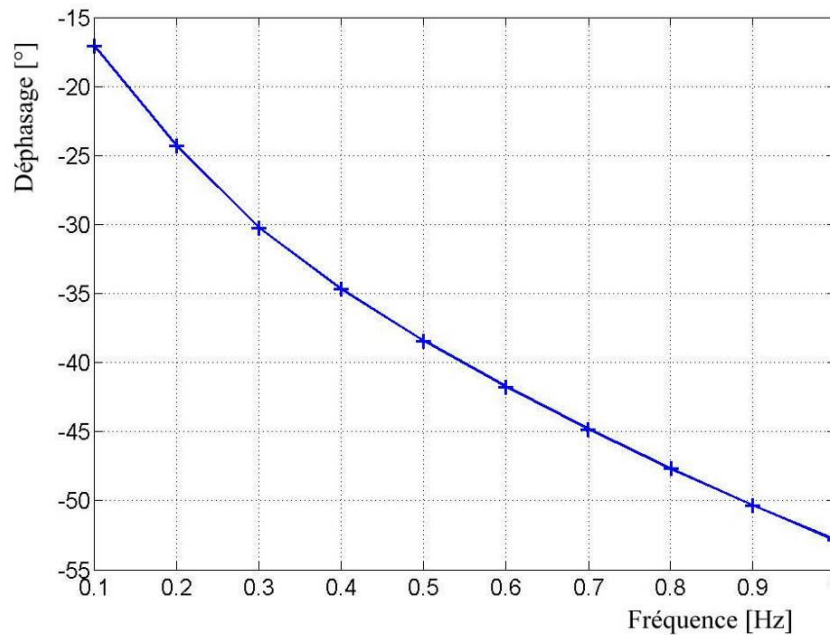


Figure 3.6 : déphasages simulés pour un échantillon de titane (vobulation)

La figure 3.6 permet de constater que le déphasage en fonction de la fréquence d'excitation est négatif et croissant en valeur absolue, ce qui signifie que plus la fréquence de la sollicitation augmente, plus la réponse thermique du matériau est « en retard » sur l'excitation. C'est une illustration du comportement typique attendu pour cette configuration.

Pour la simulation de déphasages en balayage spatial selon l'axe  $Ox$ , la fréquence du signal d'excitation est fixée à 0,4 Hz :

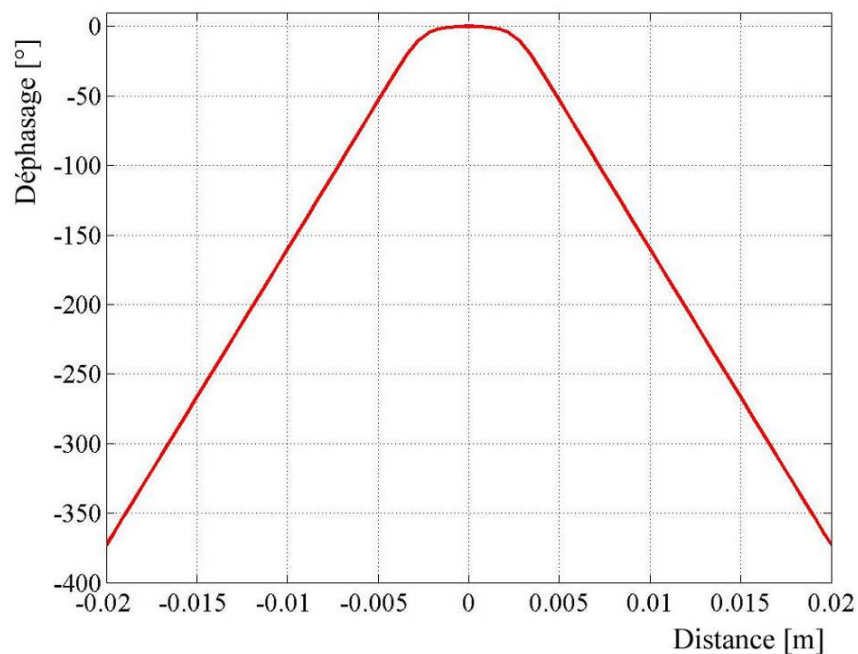


Figure 3.7 : déphasages simulés pour un échantillon de titane (balayage spatial)

Cette figure montre que le déphasage de l'onde thermique dans la direction  $Ox$  augmente en valeur absolue lorsque l'on s'éloigne du centre de chauffe. On constate également que la courbe présente une forme symétrique, due au fait que la diffusivité thermique du matériau est uniforme dans la direction considérée.

Les figures présentées ci-dessus montrent les possibilités du modèle mathématique en termes de simulation de déphasages théoriques dans des configurations variées. L'exemple du matériau isotrope choisi pour cette illustration reste un cas particulier,

mais il n'est pas limitatif : le modèle est en effet également adapté au calcul de déphasages dans un matériau orthotrope. L'analyse de sensibilité, présentée par la suite, se base sur ce cas plus général.

### 3.3.1. Analyse de sensibilité du modèle

Afin d'évaluer si les incertitudes des paramètres d'entrée supposés bien connus du modèle mathématique n'affectent pas de manière rédhibitoire les déphasages calculés, une étude de sensibilité a été réalisée. Elle a aussi pour objectif de s'assurer de la pertinence des choix technologiques et de disposer préalablement d'informations sur le protocole opératoire. Les observables disponibles pour réaliser cette étude sont le module  $M$  et le déphasage  $\varphi$ . L'analyse est basée sur le calcul et le tracé de fonctions de sensibilité réduites de ces observables. Soit une observable  $Z \in \{M, \varphi\}$  et un paramètre d'entrée  $\beta_i \in \beta = \{a_x, a_y, a_z, \lambda_z, Bi, R, \omega, e, \phi\}$  ; la fonction de sensibilité réduite de  $Z$  par rapport à  $\beta_i$  est définie dans le chapitre précédent (§ 2.2.2., équation 2.39).

Les fonctions de sensibilité réduites sont calculées et tracées pour les deux types d'études pratiquées ici : le balayage spatial et la vobulation. Dans le premier cas, les fonctions  $F_{Z,a}$ ,  $F_{Z,\lambda_z}$ ,  $F_{Z,Bi}$ ,  $F_{Z,\omega}$ ,  $F_{Z,R}$ ,  $F_{Z,e}$  et  $F_{Z,\phi}$  sont tracées en fonction de  $r = \sqrt{x^2 + y^2}$  afin de définir l'intervalle spatial optimal pour l'observation du module et du déphasage. En vobulation, les fonctions de sensibilité  $F_{Z,a}$ ,  $F_{Z,\lambda_z}$ ,  $F_{Z,Bi}$ ,  $F_{Z,R}$ ,  $F_{Z,e}$  et  $F_{Z,\phi}$  sont tracées en fonction de la fréquence afin de définir quelle est la plage optimale de fréquence d'excitation. L'analyse des fonctions de sensibilité permet également de déterminer si l'une des deux observables disponibles permet une meilleure identification du paramètre inconnu. Le tableau 3.3 ci-après récapitule les valeurs des paramètres d'entrée utilisés pour obtenir les résultats présentés par la suite.

| Paramètre | Définition                      | Valeur        | Unité             |
|-----------|---------------------------------|---------------|-------------------|
| $h$       | Coefficient d'échange convectif | 20            | $W.m^{-2}.K^{-1}$ |
| $a_x$     | Diffusivité thermique selon $x$ | $2,5.10^{-6}$ | $m^2.s^{-1}$      |
| $a_y$     | Diffusivité thermique selon $y$ | $4.10^{-5}$   | $m^2.s^{-1}$      |
| $a_z$     | Diffusivité thermique selon $z$ | $1.10^{-5}$   | $m^2.s^{-1}$      |
| $e$       | Epaisseur du matériau           | $1.10^{-3}$   | m                 |
| $Bi$      | Nombre de Biot                  | $1.10^{-3}$   | -                 |
| $\rho C$  | Chaleur volumique               | $2.10^6$      | $J.m^{-3}.K^{-1}$ |
| $R$       | Rayon de la tache de chauffe    | $3.10^{-3}$   | m                 |

Tableau 3.3 : paramètres d'entrée du modèle direct

Le tableau 3.4 ci-dessous présente une légende commune aux figures 3.8 à 3.11 :

| Symbole | Fonction de sensibilité | Paramètre                        |
|---------|-------------------------|----------------------------------|
| -       | $F_{Z,R}$               | Rayon de la tache de chauffe     |
| +       | $F_{Z,e}$               | Epaisseur de l'échantillon       |
| *       | $F_{Z,\lambda_z}$       | Conductivité thermique selon $z$ |
| -       | $F_{Z,a_x}$             | Diffusivité thermique selon $x$  |
| +       | $F_{Z,a_y}$             | Diffusivité thermique selon $y$  |
| *       | $F_{Z,a_z}$             | Diffusivité thermique selon $z$  |
| +       | $F_{Z,Bi}$              | Nombre de Biot                   |
| *       | $F_{Z,\omega}$          | Pulsation du signal              |
| +       | $F_{Z,\phi}$            | Flux incident                    |

Tableau 3.4 : légende des figures 3.8 à 3.11

Les figures 3.8 et 3.9 présentent respectivement les fonctions de sensibilité du module et du déphasage aux paramètres cités précédemment, calculées pour le cas d'un balayage spatial selon l'axe  $Ox$  avec une fréquence d'excitation fixe de 0,05 Hz.

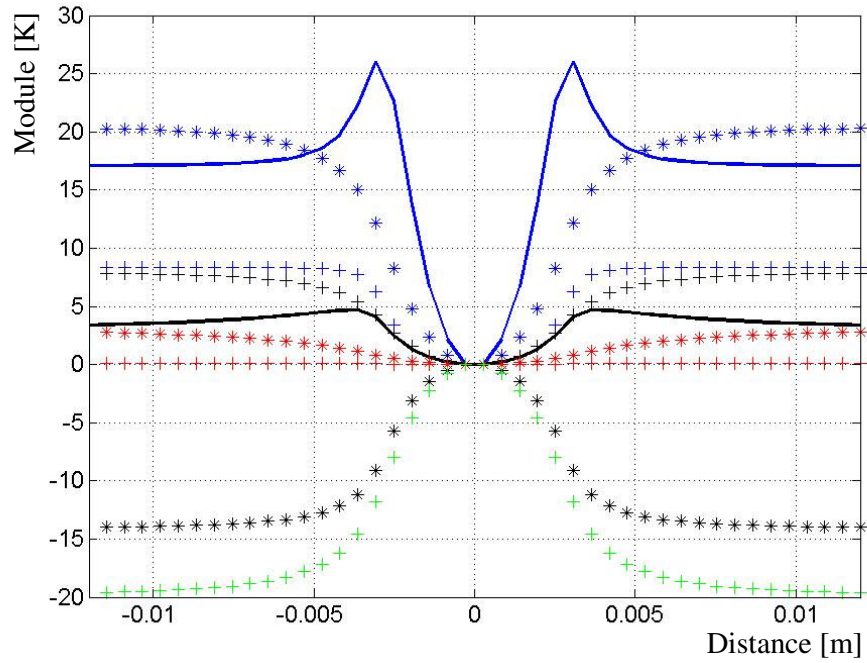


Figure 3.8 : courbes de sensibilités réduites du module (balayage spatial)

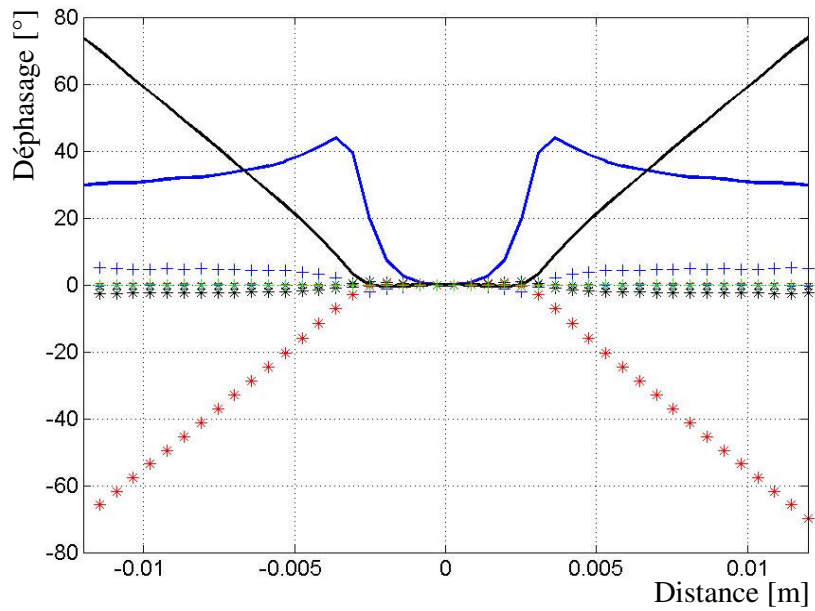


Figure 3.9 : courbes de sensibilités réduites du déphasage (balayage spatial)

Le balayage spatial selon l'axe  $Ox$  est utilisé pour identifier la diffusivité longitudinale  $a_x$  de matériaux orthotropes. Il convient donc de choisir une observable présentant une bonne sensibilité à ce paramètre, afin que ses variations soient suffisamment importantes pour être mesurées avec précision. Il s'agit également d'éviter une observable trop sensible à d'autres paramètres potentiellement mal maîtrisés (appelés « paramètres de nuisance »), tels que le flux incident ou le nombre de Biot. L'examen de la figure 3.8 permet de constater que le module est nettement moins sensible à  $a_x$  qu'à de nombreux autres paramètres, en particulier le flux. Au contraire, la figure 3.9 montre que le déphasage n'est sensible qu'à trois paramètres : la diffusivité  $a_x$  que l'on souhaite identifier, la pulsation du signal  $\omega$  qui est spécifiée lors du test (et donc bien maîtrisée) et le rayon de la tache de chauffe  $R$ , qui peut être mesuré avec précision.

L'observation du déphasage est donc préférable à celle du module. D'après la figure 3.9, on remarque en outre que la sensibilité des déphasages observés près de l'axe de la tache de chauffe est faible pour tous les paramètres. Les mesures devront donc s'effectuer à distance suffisante de cet axe pour pouvoir observer des variations de déphasage. On constate également que la sensibilité des déphasages au paramètre  $e$  (l'épaisseur de l'échantillon) est faible tout au long de l'axe  $Ox$ . Cela signifie que l'on pourra accepter un niveau d'incertitude relativement important sur l'épaisseur sans que cela n'affecte les déphasages calculés par le modèle de façon rédhibitoire. La sensibilité du module (figure 3.10) et du déphasage (figure 3.11) aux paramètres expérimentaux a également été étudiée dans le cas d'une analyse en vibration pour l'identification de la diffusivité thermique dans l'épaisseur  $\alpha_z$  :



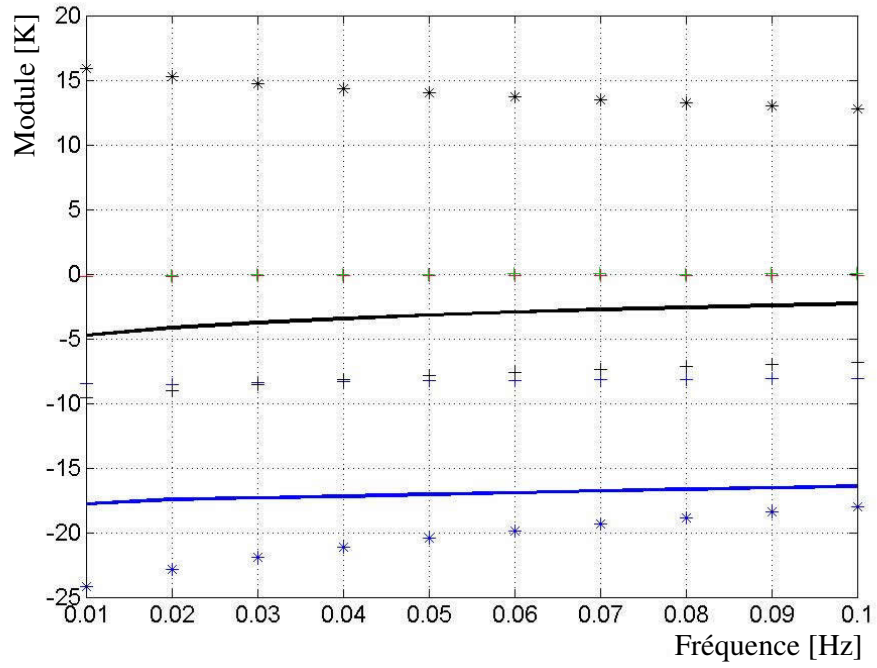


Figure 3.10 : courbes de sensibilité réduite du module (vobulation)

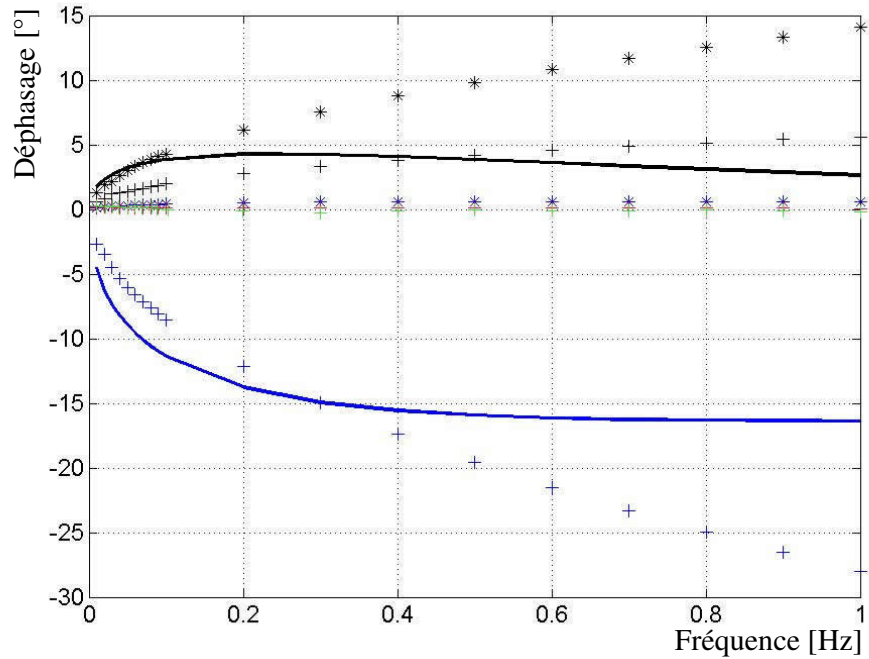


Figure 3.11 : courbes de sensibilité réduite du déphasage (vobulation)

On constate là encore que le module est plus sensible que le déphasage à des paramètres non maîtrisés tels que la conductivité thermique transversale  $\lambda_z$ . Il apparaît de plus que lorsque la fréquence augmente, la sensibilité du module au paramètre visé  $a_z$  décroît de la même façon que celle des autres paramètres. En revanche, la figure 3.11 montre que les paramètres auxquels le déphasage est le plus sensible sont l'épaisseur de l'échantillon, le rayon de la tâche de chauffe (tous deux mesurables avec une bonne précision) et la diffusivité  $a_z$  que l'on souhaite identifier. On remarque en outre que la sensibilité du déphasage à ces paramètres est importante pour les fréquences élevées. Il s'agira donc de travailler à haute fréquence en connaissant bien les paramètres  $e$  et  $R$ . Cette analyse permet de définir une configuration expérimentale optimale attestant que l'identification paramétrique pourra être menée dans de bonnes conditions. En récapitulant, il s'agira donc de vérifier les conditions suivantes :

- Observer de préférence le déphasage, moins sensible que le module aux paramètres de nuisance.
- Pour un balayage spatial : bien connaître la fréquence d'excitation et le rayon de la tâche de chauffe, et effectuer les mesures de température loin de l'axe du matériau
- Pour l'analyse en vibration : bien connaître l'épaisseur de l'échantillon et le rayon de la tâche de chauffe, et adapter la fréquence à l'épaisseur de l'échantillon (voir paragraphe 3.1.1).

### 3.3.2. Description du banc de mesure

Un dispositif expérimental a été développé afin d'identifier la diffusivité thermique de matériau en réalisant des observations non destructives. Le montage est composé de trois éléments distincts (figure 3.12) :

- L'échantillon plan (1) est placé dans le plan focal d'un dispositif optique de Köhler.
- L'excitation (2) est réalisée par une ampoule halogène (36 V - 400 W) placée sous l'assemblage et pilotée par un générateur de fonctions permettant de réaliser une chauffe périodique en face arrière de l'échantillon.
- Les observations sont effectuées en face supérieure (3) à l'aide d'une caméra IR.

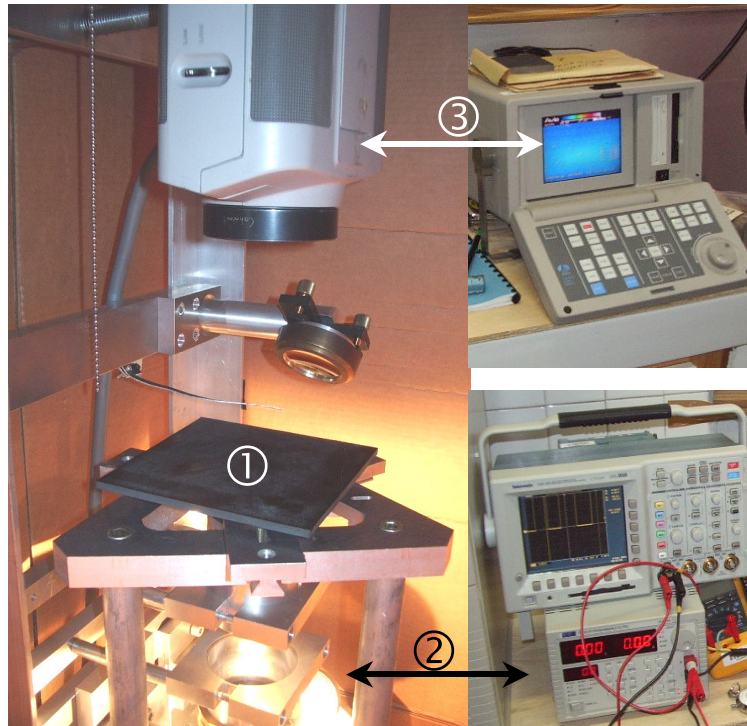


Figure 3.12 : dispositif expérimental

La distribution spatiale du champ de températures sur l'échantillon est représentative de la nature du matériau (distribution circulaire pour matériau isotrope, distribution en ellipse pour matériau orthotrope). Le traitement des 512 images enregistrées pendant environ 10 périodes par la caméra IR permet d'extraire l'amplitude et le déphasage des oscillations même si le niveau du signal est faible. L'analyse des distributions spatiales de température permet de définir le mode opératoire pour un échantillon inconnu (puissance de la chauffe afin de ne pas dépasser la température altérant les propriétés du matériau et fréquence d'excitation pour s'affranchir des effets de bords). De plus, l'analyse du module permet de déterminer à partir de quelle puissance de chauffe en face avant le signal sera trop atténué pour une exploitation en face arrière. Toutefois, comme relevé précédemment, le module de l'atténuation étant sensible à des paramètres de nuisances (échanges convectifs, puissance de la chauffe), l'identification se fait à partir de l'observation du déphasage.

Un algorithme numérique basé sur une procédure classique de type Levenberg – Marquardt [Marquardt, 1963] a été mis en œuvre pour l'identification du tenseur  $\vec{a}$  à

partir de données d'entrées connues  $[Bi, R, \omega, e]$  en minimisant l'écart quadratique entre déphasage mesuré et déphasage calculé. Ces déphasages sont comparés lors d'un processus itératif, et l'algorithme de minimisation recalcule la diffusivité thermique du matériau à chaque itération, jusqu'à ce que l'écart entre les déphasages calculés et mesurés atteigne une valeur suffisamment faible appelée critère de convergence. On dit alors que l'algorithme a convergé, et la diffusivité thermique utilisée pour obtenir cette convergence est la valeur identifiée. Le choix du critère de convergence peut s'avérer délicat : pour une bibliographie non exhaustive relative aux différents aspects de l'identification paramétrique, on peut se référer à [Alifanov, 1994], [Beck et Arnold, 1977], [Isakov, 1998], [Salazar et Sanchez-Lavega, 1994], [Salazar et al., 1996], [Salazar et al., 1998], [Walter et Pronzato, 1997].

### 3.3.3. Validation sur matériau de référence

La validité de l'algorithme de minimisation est préalablement testée pour un matériau de référence isotrope : une plaque de verre recouverte d'une fine couche de peinture noire au comportement optique bien connu (de manière obtenir une chauffe périodique surfacique). Les paramètres expérimentaux ainsi que les propriétés de l'échantillon sont résumés dans le tableau 3.5.

| Paramètre | Définition                      | Valeur         | Unité             |
|-----------|---------------------------------|----------------|-------------------|
| $h$       | Coefficient d'échange convectif | 20             | $W.m^{-2}.K^{-1}$ |
| $a$       | Diffusivité thermique           | $6.10^{-7}$    | $m^2.s^{-1}$      |
| $e$       | Epaisseur du matériau           | $3,85.10^{-3}$ | m                 |
| $\rho C$  | Chaleur volumique               | $2.10^6$       | $J.m^{-3}.K^{-1}$ |
| $R$       | Rayon de la tache de chauffe    | $3.10^{-3}$    | m                 |

Tableau 3.5 : paramètres d'entrée pour la validation sur verre

Une analyse en vobulation est réalisée afin d'identifier la diffusivité thermique du matériau dans l'épaisseur (selon l'axe  $Oz$ ) à partir du déphasage.

| Fréquence d'excitation | Déphasage mesuré | Déphasage après minimisation |
|------------------------|------------------|------------------------------|
| 0,07 Hz                | 149°             | 150,8°                       |
| 0,08 Hz                | 158°             | 161,3°                       |
| 0,09 Hz                | 172°             | 171,1°                       |
| 0,1 Hz                 | 184°             | 180,4°                       |

Tableau 3.6 : déphasages mesurés et calculés après minimisation

Les conditions expérimentales de l'essai réalisé n'ont malheureusement pas permis d'obtenir une puissance de signal suffisante pour étudier une gamme de fréquences plus importante. Le tracé de ces points est néanmoins présenté sur la figure 3.13 :

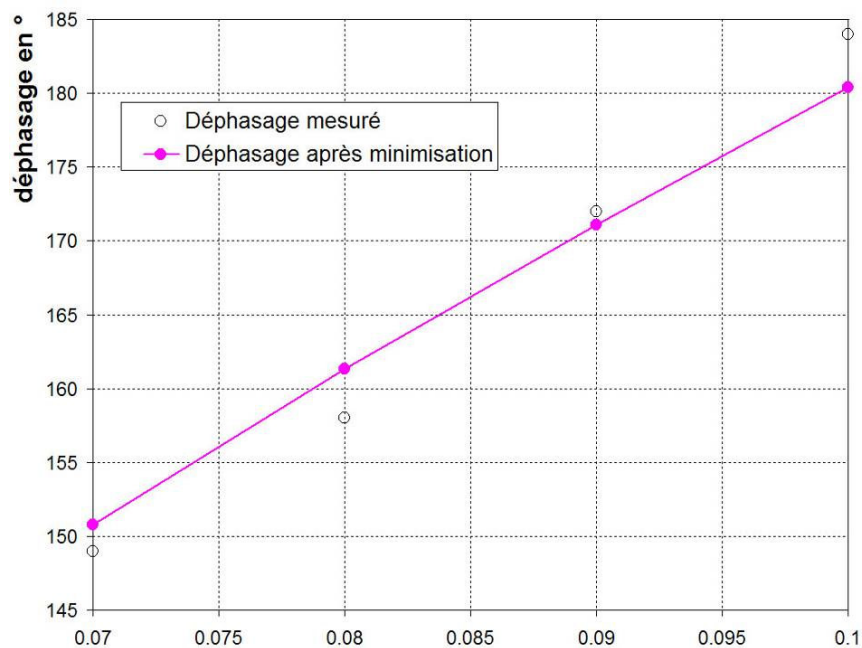


Figure 3.13 : résultats en vobulation sur une plaque de verre

La valeur de diffusivité thermique identifiée à l'issue du processus itératif de minimisation est de  $a = 5,99.10^{-7} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$  pour une valeur initiale de l'algorithme de minimisation de  $a_0 = 2.10^{-6} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$  et une valeur donnée par la littérature de  $a = 5,8.10^{-7} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$  soit un écart de 3,2%.

Afin d'étudier la validité de cette démarche pour l'identification de la diffusivité thermique de matériaux plus conducteurs que le verre, des essais ont également été effectués avec une plaque de titane d'épaisseur 1 mm. La méthode employée est celle du balayage spatial avec une fréquence fixée à 0,1 Hz. En dehors de l'épaisseur de l'échantillon et de la chaleur volumique du titane ( $\rho C = 2,4 \cdot 10^6 \text{ J} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{K}^{-1}$ ), les paramètres expérimentaux sont identiques à ceux mentionnés dans le tableau 3.5. Les résultats sont présentés sur la figure 3.14.

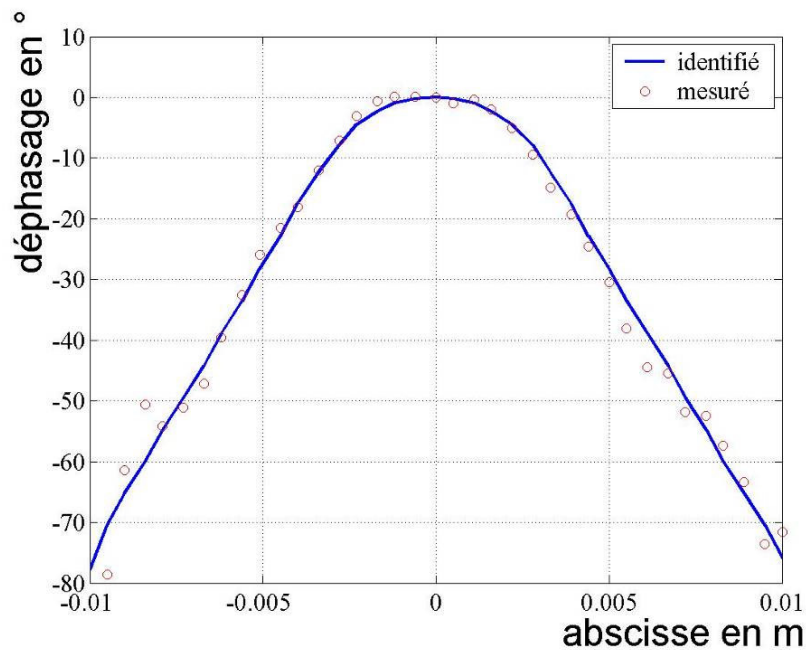


Figure 3.14 : comparaison des déphasages mesurés aux déphasages simulés

La valeur identifiée pour le titane est de  $a = 9,63 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  alors que l'initialisation de l'algorithme était de  $a_0 = 1 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  et que la valeur théorique du titane est de  $a = 9 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ . L'erreur relative est de 7 %, ce qui reste acceptable compte tenu de la pureté de 99,99 % de l'échantillon de référence testé, du bruit de mesure de la caméra et des paramètres d'ambiance qui fluctuent légèrement pendant l'expérimentation.

### 3.3.4. Exemple d'essai sur matériau orthotrope

On a établi précédemment qu'en effectuant un balayage spatial suivant deux axes orthogonaux, il est possible d'identifier la diffusivité thermique dans chaque direction

du plan d'un échantillon orthotrope. L'exemple d'une plaque de composite fibreux présenté par la suite illustre cette démarche. Les figures 3.15 et 3.16 sont des vues en 3D représentant respectivement les distributions du module et du déphasage mesurés sur l'échantillon orthotrope en régime établi  $f = 11$  mHz :

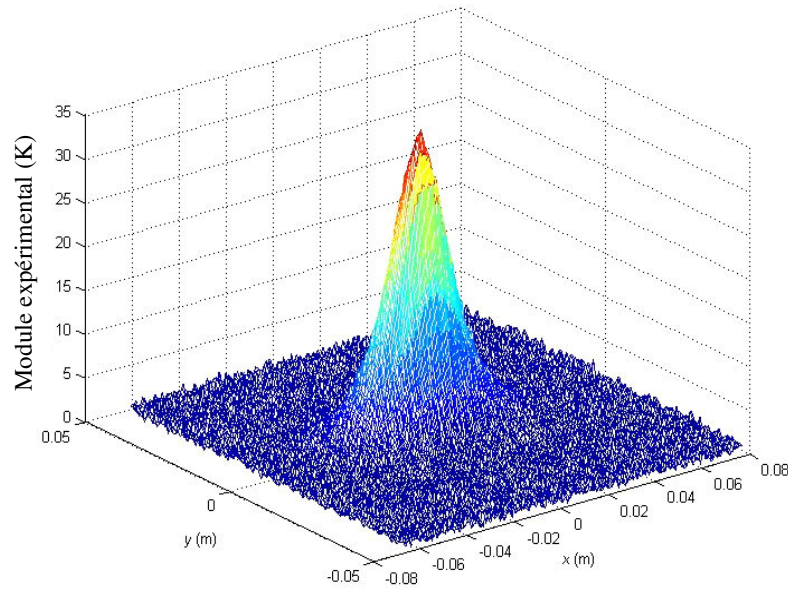


Figure 3.15 : exemple de cartographie 3D du module pour un matériau orthotrope

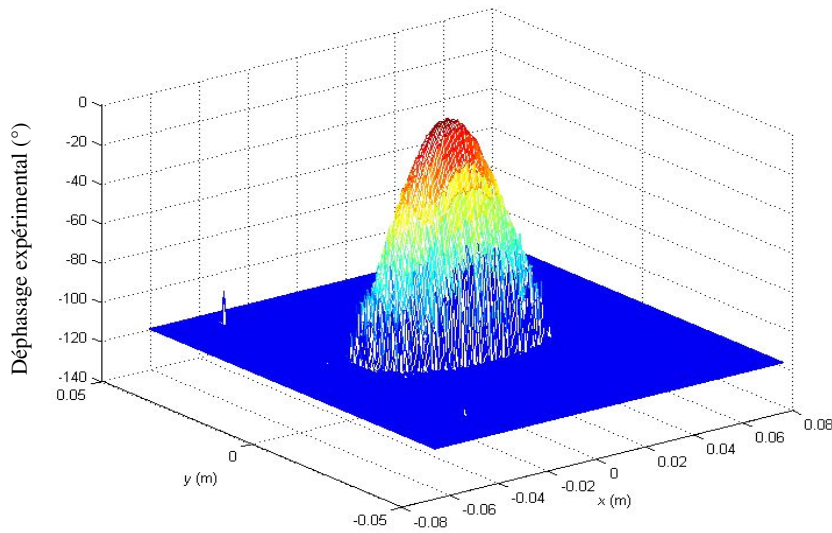


Figure 3.16 : exemple de cartographie 3D du déphasage pour un matériau orthotrope

Ces figures sont caractéristiques d'un matériau orthotrope ( $a_x \neq a_y$ ). Pour ces essais, la puissance de la source chauffante est adaptée pour éviter les effets de bords étant donné que la résolution du problème direct suppose un matériau plan infini d'épaisseur donnée. L'analyse des cartographies en module permet aussi de déterminer la zone correspondant à un niveau du signal trop faible sur laquelle il est inutile de chercher à obtenir des informations à partir du déphasage. On peut alors considérer les cartographies de déphasages afin de réaliser l'identification selon les axes  $Ox$  et  $Oy$ . Il est important de noter que la résolution spatiale de la caméra infrarouge utilisée n'est pas la même selon les axes  $Ox$  et  $Oy$ . Compte tenu de la configuration expérimentale, les dimensions d'un pixel rectangulaire sont  $\Delta x \approx 0.56 \cdot 10^{-3}$  m et  $\Delta y \approx 0.96 \cdot 10^{-3}$  m. Compte tenu de la meilleure résolution selon l'axe  $Ox$ , il est souhaitable de positionner l'échantillon en utilisant éventuellement les cartographies de module.

L'identification a été réalisée en considérant les déphasages selon les axes  $Ox$  et  $Oy$  issus de la figure 3.16. Les résultats obtenus montrent le rapport suivant :  $a_x \approx 10a_y \approx 10a_z$  qui est caractéristique d'un empilement de fibres dans une matrice composite. La figure 3.17 présente les déphasages simulés et mesurés dans les directions  $Ox$  et  $Oy$  :



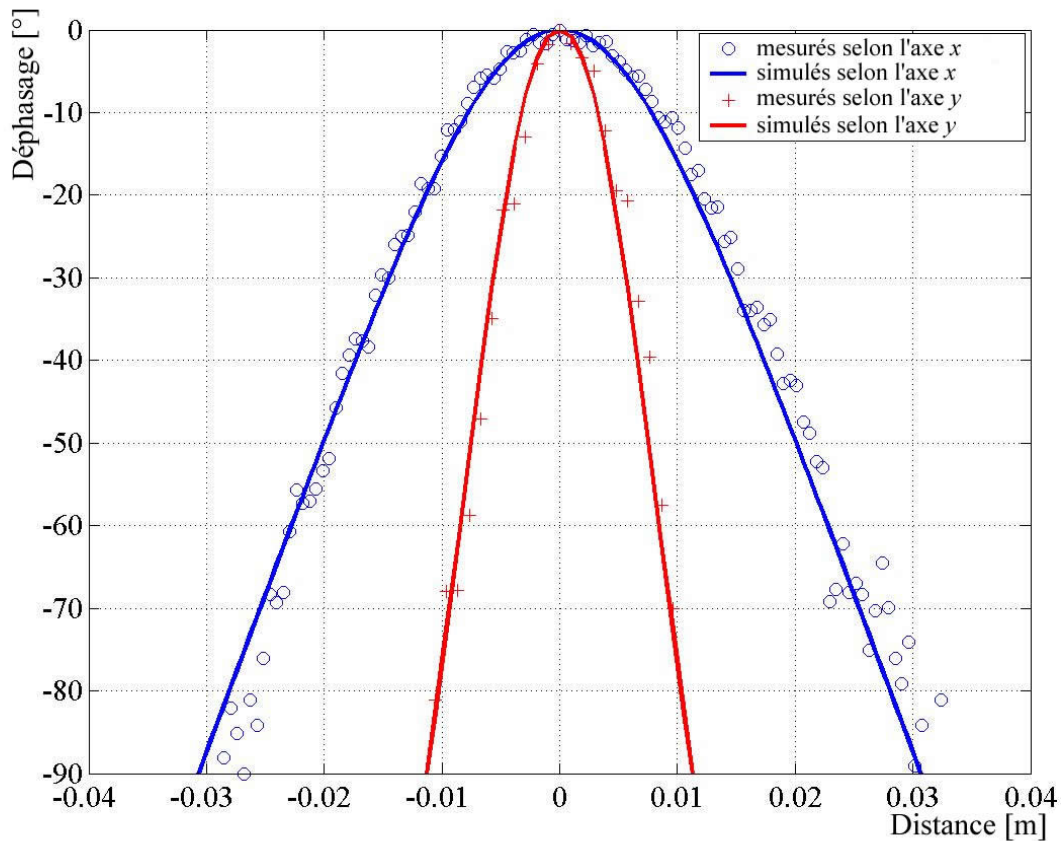


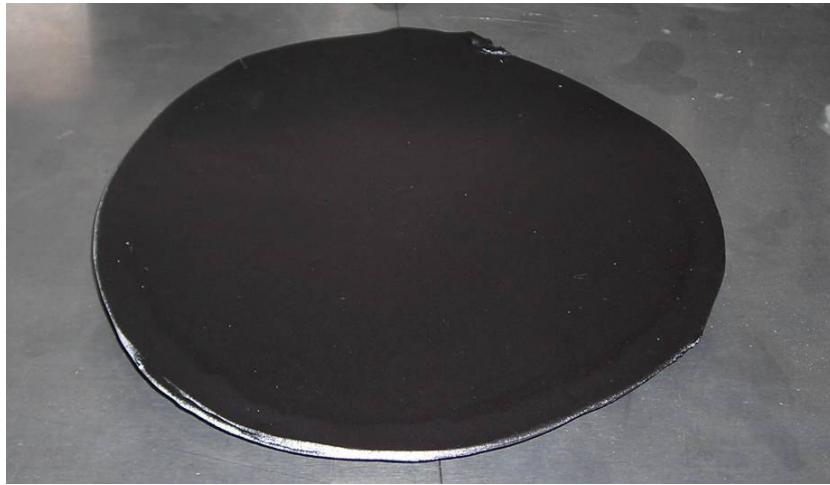
Figure 3.17 : déphasages mesurés et simulés selon les deux axes

La démarche d'identification de paramètres mise en œuvre pour les différentes couches de peinture intumescente fait intervenir les techniques de modélisation et de mesure de déphasage présentées ici. Le paragraphe suivant présente le détail des résultats de cette démarche d'identification pour la diffusivité de la couche ablative.

### 3.4. Identification de la diffusivité thermique de la peinture vierge

Afin d'appliquer la démarche présentée précédemment à l'identification de la diffusivité thermique d'un revêtement intumescent dans son état initial (couche ablative), un échantillon approprié doit être réalisé. Pour obéir aux contraintes dictées par le modèle, cet échantillon doit se présenter sous la forme d'une plaque dont l'épaisseur est faible en regard de ses autres dimensions. Une « plaque » de revêtement intumescent approximativement circulaire (d'un diamètre d'environ 12 cm et d'une épaisseur de 3

mm) a donc été réalisée, puis revêtue d'une fine couche de peinture noire d'émissivité connue (figure 3.18).



*Figure 3.18 : échantillon de peinture vierge utilisé pour l'identification*

### **3.4.1. Résultats expérimentaux**

Le dispositif utilisé pour mesurer les déphasages de l'onde thermique entre le signal exciteur et la réponse en face opposée est le banc expérimental présenté sur la figure 3.12. Notons que lors des essais, la puissance du signal exciteur est constamment limitée afin d'éviter le déclenchement de la réaction d'intumescence. Les déphasages simulés sont obtenus grâce au modèle basé sur les équations [3.54] à [3.70]. Les deux méthodes présentées précédemment (vibulation et balayage spatial) ont été utilisées, les conditions expérimentales étant choisies dans les deux cas en accord avec les résultats des analyses de sensibilités des modèles (figures 3.8 à 3.11).

Dans un premier temps, les figures 3.19 et 3.20 présentent la cartographie 3D du module et du déphasage mesurés sur l'échantillon de peinture intumescence pour un signal exciteur d'une fréquence de 0,02 Hz :

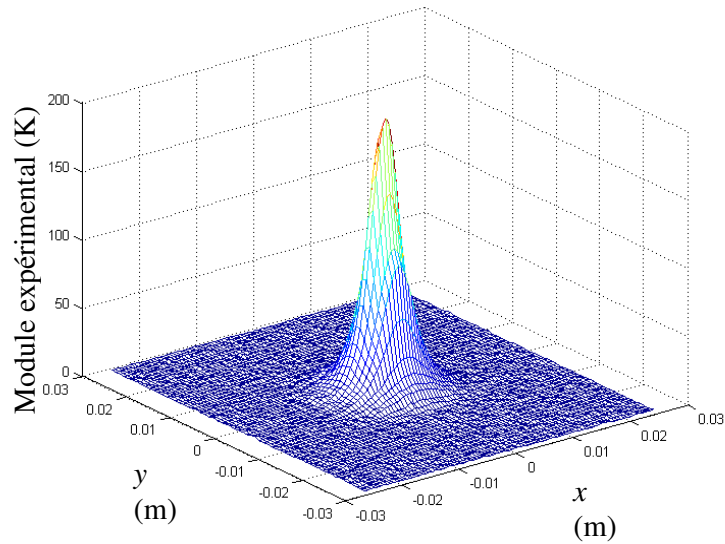


Figure 3.19 : cartographie 3D du module pour l'échantillon de peinture intumescence

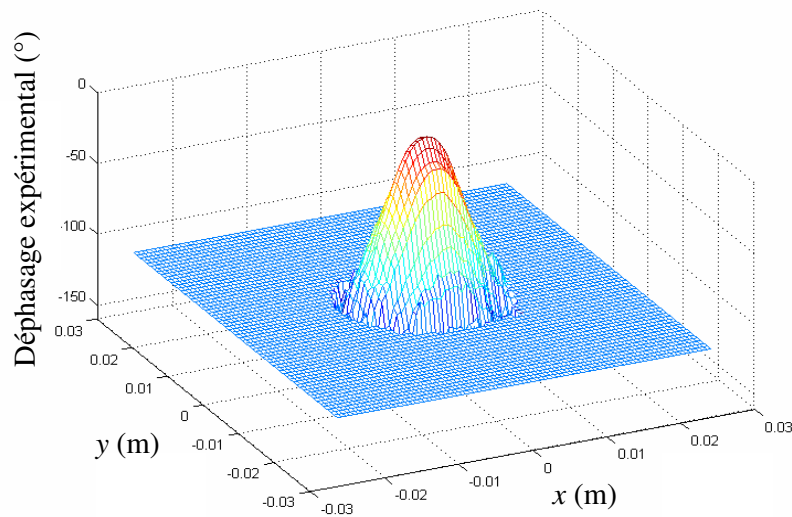


Figure 3.20 : cartographie 3D du déphasage pour l'échantillon de peinture intumescence

L'examen de ces figures a permis de constater que les projections dans le plan des graphes 3D sont circulaires, contrairement aux schémas elliptiques observés sur les figures 3.15 et 3.16. La peinture intumescence est donc isotrope dans le plan  $Oxy$ , il est par conséquent possible de n'effectuer le balayage spatial que dans une seule direction puisque  $a_x = a_y$ . Afin d'illustrer l'homogénéité de la diffusivité du matériau dans la

direction considérée, il est ensuite possible d'obtenir une courbe symétrique (semblable à celle calculée par le modèle et présentée figure 3.7).

La figure 3.21 présente les déphasages mesurés en fonction de la position sur l'axe ainsi que les valeurs simulées après minimisation pour une fréquence d'excitation de 0,02 Hz.

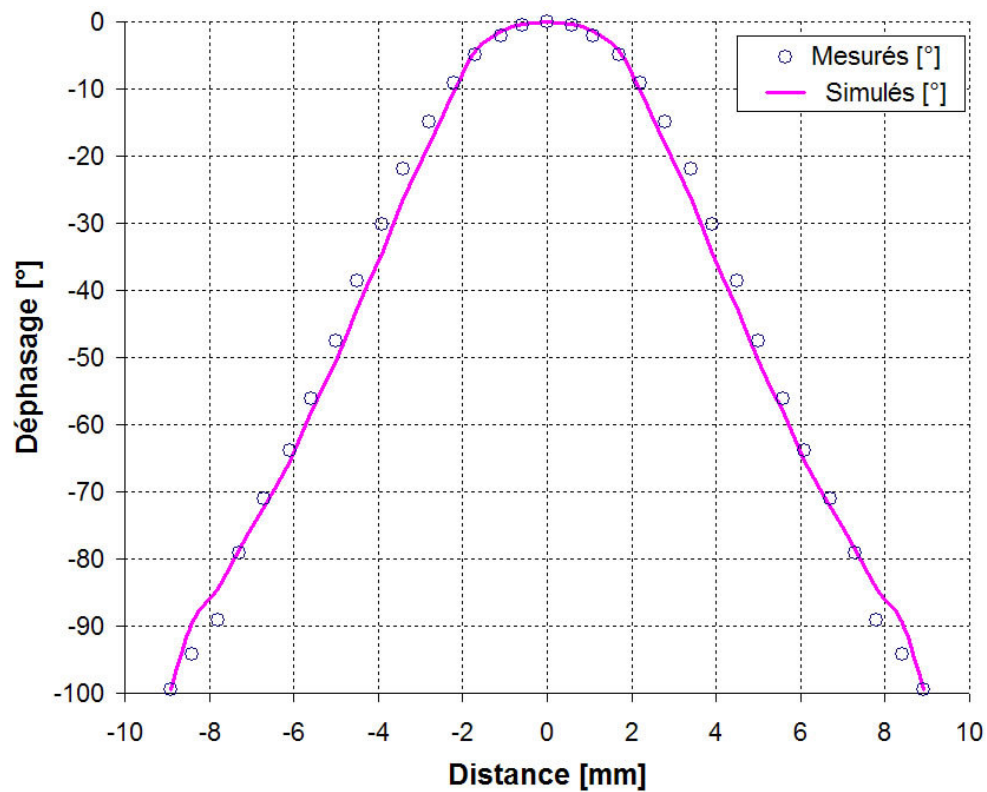


Figure 3.21 : déphasages mesurés et simulés après minimisation

Les écarts entre les valeurs mesurées et calculées à l'issue du processus de minimisation sont appelés « résidus d'estimation ». La figure 3.22 présente le tracé de ces résidus en fonction de la distance par rapport au centre :

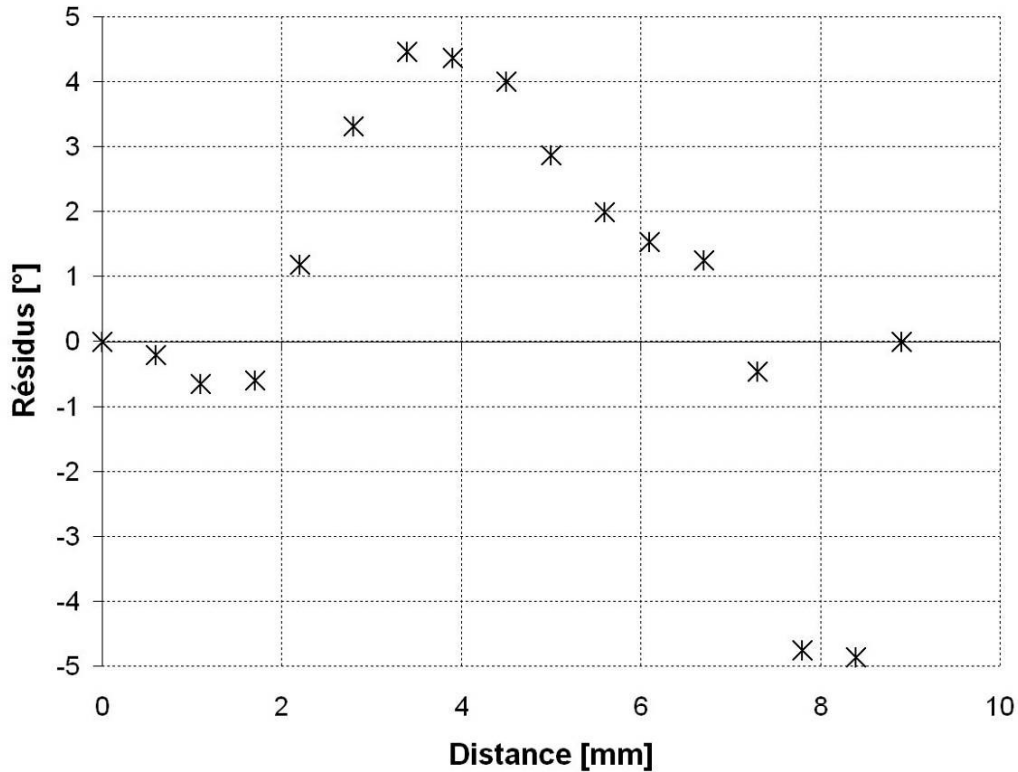


Figure 3.22 : résidus d'estimation

Cette figure permet de constater que l'écart maximal observé entre les déphasages mesurés et simulés à l'issue du processus de minimisation est d'environ 5°. On constate également que le bruit est gaussien et à moyenne nulle (bruit blanc). L'ensemble des résultats présentés ici permet d'affirmer que le processus d'identification donne satisfaction.

### 3.4.2. Résultats de la démarche d'identification

La diffusivité thermique du matériau ablatif identifiée à l'issue du processus itératif de minimisation est  $a_x = a_y = 5.10^{-7} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$ . Le bon déroulement de la démarche d'identification prouve la validité des choix opérés *a priori* en termes de fréquence d'excitation et de longueur de diffusion. Cette valeur, qui confirme les propriétés isolantes de la peinture intumescente vierge, est conforme au comportement observé en conditions expérimentales : la peinture s'échauffe rapidement lorsqu'elle est soumise à un flux thermique, tout en retardant la diffusion de ce flux vers le substrat. Afin d'approfondir cette étude, la diffusivité thermique de la peinture ablative a également

été identifiée en vobulation, pour une gamme de fréquences allant de 0,02 Hz à 0,09 Hz. Les résultats obtenus pour l'échantillon de peinture sont présentés sur la figure 3.23, encadrés par les déphasages théoriques correspondant à un échantillon de verre et un échantillon de bois, qui sont deux isolants de référence.

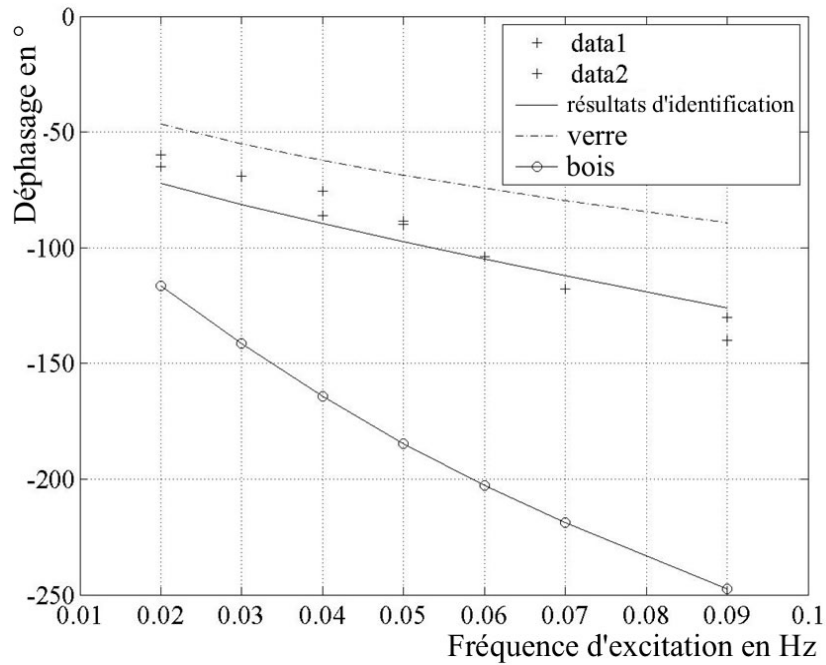


Figure 3.23 : résultats après minimisation en vobulation

Cette figure présente deux séries de déphasages mesurés (data1 et data2), obtenues dans des conditions similaires, qui permettent d'emblée de constater que les résultats obtenus pour l'échantillon de peinture sont encadrés par ceux du bois ( $a_{bois} = 7.10^{-8} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ ) et du verre ( $a_{verre} = 6.10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ ). L'identification de la diffusivité thermique confirme cette première impression, avec une valeur de  $a_z = 2,6.10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ , ce qui correspond à l'ordre de grandeur de la diffusivité identifiée par balayage spatial. L'écart entre les deux valeurs identifiées peut s'expliquer par la plus grande sensibilité de la méthode de vobulation à l'épaisseur du matériau, paramètre difficile à évaluer avec une précision suffisante. De plus, il n'a pas été possible de réaliser la vobulation sur une décade et on peut supposer que les observations n'ont pas été suffisamment nombreuses. Il conviendra donc de considérer que la valeur de  $5.10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  identifiée par la méthode du balayage spatial est plus proche de la diffusivité réelle du matériau.

Une démarche similaire a été mise en œuvre afin d'identifier la diffusivité thermique du revêtement intumescent dans son état final (couche carbonneuse). Les échantillons, le modèle mathématique et les dispositifs expérimentaux utilisés sont présentés dans la section suivante, ainsi que les résultats obtenus.

### **3.5. Identification de la diffusivité thermique de la couche carbonneuse**

#### **3.5.1. Réalisation de l'échantillon**

L'application d'une méthode d'identification périodique pour la diffusivité de la couche carbonneuse de la peinture intumescence soulève certaines difficultés, principalement en raison de la nature du matériau. Rappelons que la forme de l'échantillon testé doit obéir à certaines contraintes pour que le modèle mathématique soit applicable. L'échantillon idéal est en effet une plaque parfaitement plane, d'épaisseur faible en regard de ses autres dimensions. Or, la géométrie générale d'une couche carbonneuse complètement développée peut présenter certaines irrégularités (voir § 1, figures 1.52a à 1.53b). De plus, une vue en coupe du matériau carbonneux (voir § 1, figure 1.44) laisse apparaître l'importante hétérogénéité de sa structure interne. Dans ces conditions, il paraît difficile d'obtenir « naturellement » un échantillon parfaitement adapté à la démarche d'identification exposée précédemment. Compte tenu de la friabilité du matériau, il est en outre inenvisageable de réaliser un échantillon de couche carbonneuse seule, détachée de son support. Deux méthodes sont alors possibles pour la mise au point et l'étude d'un échantillon :

- Exposer une plaque peinte au FSP à un flux donné pendant un temps suffisant pour achever la réaction d'intumescence et obtenir une couche carbonneuse pleinement développée (figure 3.24). Garder cet échantillon en place pour le soumettre à une excitation périodique et mesurer les déphasages sur sa face arrière, en considérant que les approximations engendrées par son aspect géométrique ne sont pas rédhibitoires.



*Figure 3.24 : couche charbonneuse obtenue au FSP (vue de dessus)*

- Faire gonfler la couche charbonneuse dans un four électrique afin de limiter les hétérogénéités de sa structure interne. Découper la partie supérieure du bloc charbonneux ainsi obtenu afin d'avoir une couche d'épaisseur maîtrisée et régulière.

Plusieurs tentatives ont été effectuées suivant ces deux méthodes, et il s'est avéré en pratique que le gonflement de peinture intumescente dans un four électrique donnait naissance à un matériau charbonneux particulièrement friable, et dont la structure interne présentait des cavités de grandes dimensions (cheminées résultantes d'un échappement préférentiel des bulles en phase visqueuse). La découpe d'un tel échantillon ne permet pas d'obtenir une surface « plane » compte tenu de ces hétérogénéités, comme le montre l'exemple présenté par la figure 3.25.





*Figure 3.25 : couche charbonneuse obtenue au four électrique puis découpée*

Pour la démarche d'identification au four solaire principal présentée par la suite, il a été jugé préférable de n'utiliser que des échantillons réalisés par la première méthode. En effet, d'un point de vue optique et thermique, la relative irrégularité de leur état de surface semble présenter moins d'inconvénients que les nombreuses cavités observées sur les échantillons réalisés au four électrique.

Le modèle mathématique simulant le déphasage de l'onde thermique est réécrit pour prendre en compte le caractère bicouche des échantillons (plaque d'acier / couche charbonneuse). Du point de vue expérimental, la lampe servant de source périodique sur le banc utilisé précédemment a une puissance insuffisante pour étudier en transmission un matériau aussi isolant. Un nouveau dispositif expérimental d'identification utilisant le four solaire principal comme source d'énergie est donc présenté, ainsi que les résultats obtenus en vibration. Un montage alternatif, basé sur un four à image utilisant une lampe électrique, est également présenté.

### 3.5.2. Modélisation de la propagation d'une onde thermique dans un bicouche

La géométrie considérée pour la modélisation des transferts thermiques dans les échantillons « plaque / couche carbonneuse » est la suivante (figure 3.26) :

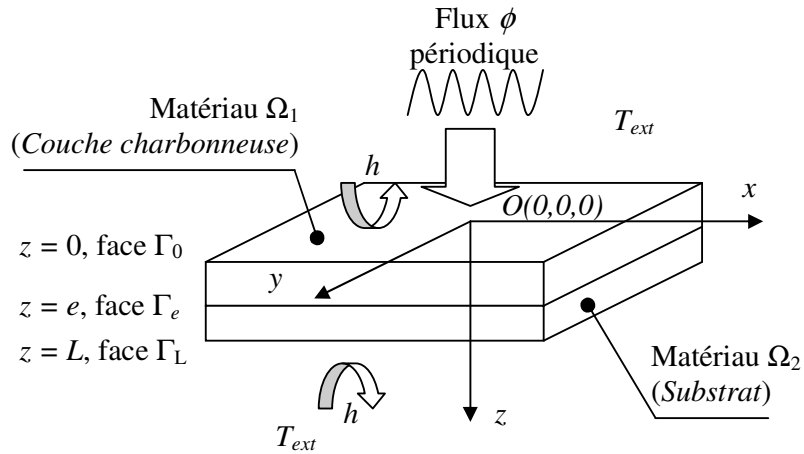


Figure 3.26 : géométrie du problème direct pour un échantillon bicouche

Considérons la couche carbonneuse représentée par le matériau  $\Omega_1$  plan d'épaisseur  $e$  dont une face ( $\Gamma_0 = \{X = (x, y, 0) \in \Omega_1 \subset \mathbb{R}^3\}$ ) est soumise à un flux de chaleur sinusoïdal de période  $\omega$  uniformément distribué sur sa surface, l'interface ( $\Gamma_e = \{X = (x, y, e) \in \Omega_1 \cap \Omega_2\}$ ) est supposée en contact parfait avec le matériau  $\Omega_2$ , dont la face arrière ( $\Gamma_L = \{X = (x, y, L) \in \Omega_2\}$ ) subit des pertes d'origine convective. D'autre part, compte tenu de la structure interne poreuse et inhomogène du matériau carbonneux, les propriétés thermiques équivalentes sont supposées isotropes [Kaviany, 1995].

Les transferts thermiques au sein du matériau carbonneux sont décrits par l'équation de la chaleur 1D transitoire et de ses conditions aux limites associées suivantes :

$$\rho_{char} C_{char} \frac{\partial \theta(X, t)}{\partial t} - \text{div}(\lambda_{char} \overline{\text{grad}} \theta(X, t)) = 0 \quad \forall (X, t) \in \Omega_1 \times T \quad [3.65]$$

Dans le cas présent, le substrat est une plaque d'acier, l'équation suivante s'applique donc au matériau  $\Omega_2$  :

$$\rho_{acier} C_{acier} \frac{\partial \theta(X,t)}{\partial t} - \text{div}(\lambda_{acier} \overrightarrow{\text{grad}} \theta(X,t)) = 0 \quad \forall (X,t) \in \Omega_2 \times T \quad [3.66]$$

Notons que le modèle direct présenté pour l'identification de la diffusivité thermique de la peinture ablative considère une zone de chauffe circulaire sur la surface exposée (équation [3.56]). Le flux périodique est ici uniformément réparti sur la surface de l'échantillon, la condition limite sur la face exposée s'écrit donc :

$$\lambda_{char} \frac{\partial \theta(X,t)}{\partial z} = h\theta(X,t) - \phi_0 \cos(\omega t) \quad \forall (X,t) \in \Gamma_0 \times T \quad [3.67]$$

A l'interface entre  $\Omega_1$  et  $\Omega_2$ , le contact est supposé parfait. Le flux thermique ainsi que les températures de part et d'autre de la frontière s'écrivent donc de la façon suivante :

$$\lambda_{char} \frac{\partial \theta(X^-,t)}{\partial z} = \lambda_{acier} \frac{\partial \theta(X^+,t)}{\partial z} \quad \forall (X,t) \in \Gamma_e \times T \quad [3.68]$$

$$\theta(X^+,t) = \theta(X^-,t) \quad \forall (X,t) \in \Gamma_e \times T \quad [3.69]$$

La condition limite sur la face opposée :

$$-\lambda_{acier} \frac{\partial \theta(X,t)}{\partial z} = h\theta(X,t) \quad \forall (X,t) \in \Gamma_L \times T \quad [3.70]$$

Et la condition initiale :

$$\theta(X,0) = 0 \quad \forall X \in \Omega \quad [3.71]$$

On peut dès lors avoir recours à la méthode des températures complexes présentée précédemment en considérant les transferts comme unidirectionnels suivant  $z$ . Ainsi, la

température recherchée est solution de l'équation et de ses conditions aux limites associées suivantes :

$$\frac{j\omega}{a}\tilde{\theta}(z,\omega) - \frac{\partial^2\tilde{\theta}(z,\omega)}{\partial z^2} = 0 \quad [3.72]$$

La condition limite sur la face exposée au flux ( $z = 0$ ) s'écrit :

$$-\lambda_{char} \frac{\partial\tilde{\theta}(z,\omega)}{\partial z} = \phi_0 - h\tilde{\theta}(z,\omega) \quad \forall z \in \Gamma_0 \quad [3.73]$$

Et sur la face opposée ( $z = L$ ) :

$$-\lambda_{acier} \frac{\partial\tilde{\theta}(z,\omega)}{\partial z} = h\tilde{\theta}(z,\omega) \quad \forall z \in \Gamma_L \quad [3.74]$$

A l'interface entre  $\Omega_1$  et  $\Omega_2$  ( $z = e$ ), le contact est supposé parfait, il vient :

$$\lambda_{char} \frac{\partial\tilde{\theta}(z^-, \omega)}{\partial z} = \lambda_{acier} \frac{\partial\tilde{\theta}(z^+, \omega)}{\partial z} \quad \forall z \in \Gamma_e \quad [3.75]$$

et

$$\tilde{\theta}(z^+, \omega) = \tilde{\theta}(z^-, \omega) \quad \forall z \in \Gamma_e \quad [3.76]$$

La modélisation de ce problème multicouche peut être obtenue grâce à l'utilisation de la méthode des quadripôles thermiques [Maillet et. al, 2000], associés à chaque couche en géométrie cartésienne. En effet, cette méthode permet d'établir une relation matricielle linéaire entre les vecteurs température-flux à la profondeur ( $z = Z$ ) et ( $z = Z + e$ ) d'une couche d'épaisseur  $e$  telle que :

$$\begin{bmatrix} \tilde{\theta}(z,\omega) \\ \phi(z,\omega) \end{bmatrix}_{z=Z} = M \begin{bmatrix} \tilde{\theta}(z,\omega) \\ \phi(z,\omega) \end{bmatrix}_{z=Z+e} = \begin{bmatrix} A & B \\ C & D \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \tilde{\theta}(z,\omega) \\ \phi(z,\omega) \end{bmatrix}_{z=Z+e} \quad [3.77]$$

où les coefficients  $A, B, C, D$  sont calculés à partir de l'équation [3.72] et des conditions aux limites :

$$\left. \begin{array}{l} A = ch(me) \\ B = \frac{1}{\lambda m} sh(me) \\ C = \lambda msh(me) \\ D = ch(me) \end{array} \right\} \text{avec } m = \sqrt{\frac{j\omega}{a}} \quad [3.78]$$

Ainsi, chacune des 2 couches considérées – couche carbonneuse (matériau  $\Omega_1$ ) et substrat (matériau  $\Omega_2$ ) - peut être décrite par sa propre matrice en considérant les propriétés thermophysiques associées. Il est alors possible d'écrire :

$$\begin{bmatrix} \tilde{\theta}(z, \omega) \\ \phi_0 \end{bmatrix}_{z=0} = \begin{bmatrix} A_{char} & B_{char} \\ C_{char} & D_{char} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} A_{acier} & B_{acier} \\ C_{acier} & D_{acier} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \tilde{\theta}(z, \omega) \\ h\tilde{\theta}(z, \omega) \end{bmatrix}_{z=L} \quad [3.79]$$

La température recherchée en ( $z = L$ ) peut alors s'écrire :

$$\begin{aligned} \tilde{\theta}(L, \omega) &= \frac{\tilde{\theta}(0, \omega)}{(A_{char}A_{acier} + B_{char}C_{acier}) + (A_{char}B_{acier} + B_{char}D_{acier})h} \\ &= \frac{\phi_0}{(C_{char}A_{acier} + D_{char}C_{acier}) + (C_{char}B_{acier} + D_{char}D_{acier})h} \end{aligned} \quad [3.80]$$

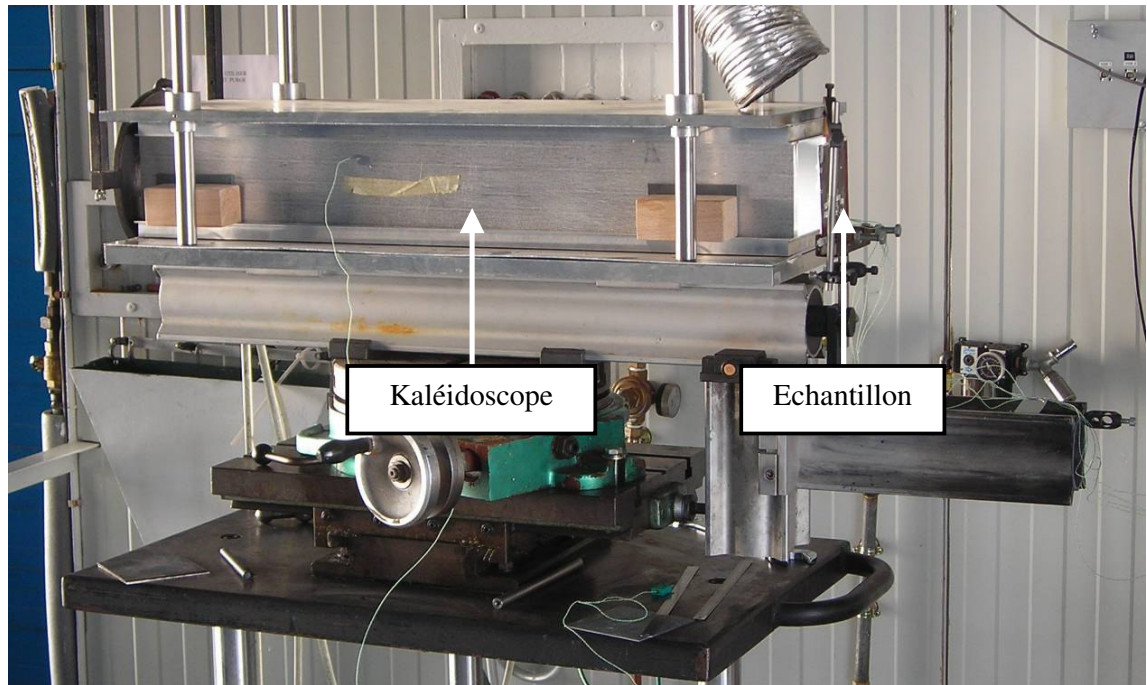
Le déphasage de l'onde thermique peut alors être calculé :

$$\varphi = \text{Arg}(\tilde{\theta}(L, \omega)) \quad [3.81]$$

Les déphasages théoriques ainsi obtenus doivent ensuite être comparés à des valeurs mesurées sur un matériau réel. Il s'agit dès lors de mettre en œuvre un dispositif expérimental permettant de générer une excitation périodique appropriée et de réaliser les mesures.

### 3.5.3. Dispositifs expérimentaux utilisés

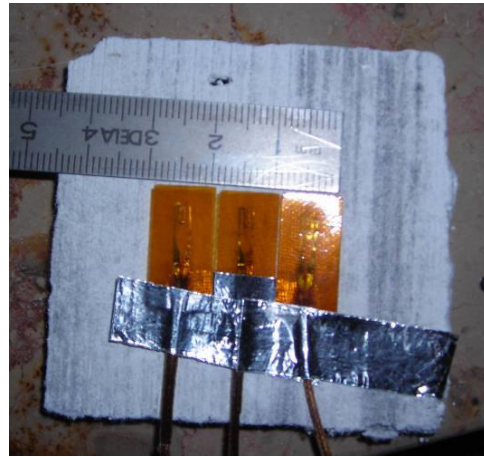
Le premier dispositif utilisé pour générer une excitation périodique sur les échantillons de matériau carbonneux est le four solaire principal (voir § 1.3.1.). La figure 3.27 présente une vue générale du montage expérimental, sur laquelle on distingue notamment le kaléidoscope utilisé pour homogénéiser la distribution spatiale du flux sur la surface de l'échantillon.



*Figure 3.27 : montage utilisé pour identifier la diffusivité thermique de la couche carbonneuse*

### 3.5.4. Validation de la démarche au Four Solaire Principal sur matériau de référence

Afin de démontrer la validité de la démarche expérimentale, des essais ont été effectués sur un matériau isolant de référence (isosilicate, voir [Deer et. al, 2004]). Les figures 3.28a et 3.28b présentent l'échantillon utilisé. Comme le montrent ces photos, la face avant de l'échantillon (d'une épaisseur de 6 mm et de 6 cm de côté) est munie d'une peinture noire à base de graphite permettant d'atteindre une absorptivité en surface proche de 1. Trois thermocouples sont collés sur la face arrière afin de suivre l'évolution de la température et de calculer les déphasages.



*Figures 3.28a et 3.28b : face avant et face arrière instrumentée de l'échantillon de référence*

Le signal d'entrée est recueilli à partir de la position des volets de l'atténuateur (cf. § 1.3.1). Cette position est représentée par un signal électrique périodique sinusoïdal correspondant à la modulation du flux appliqué sur la face avant de l'échantillon.

Considérant l'épaisseur de l'échantillon de référence (6 mm) et sa diffusivité thermique connue ( $3,83 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ ), une analyse en vobulation est réalisée avec une excitation sinusoïdale pour des fréquences comprises en 0,004 Hz et 0,04 Hz. La figure 3.29 présente une comparaison entre les déphasages mesurés lors des essais expérimentaux au four solaire et les déphasages théoriques calculés par le modèle pour une plaque dont les propriétés et les dimensions correspondent à celles de l'échantillon d'isosilicate. Cette figure montre une adéquation satisfaisante entre les déphasages expérimentaux et les valeurs théoriques, avec un écart relatif moyen de 1,47 %. Ce résultat traduit la fiabilité de la démarche d'identification consistant à employer le four solaire principal comme source d'énergie périodique et ce pour de faibles fréquences.

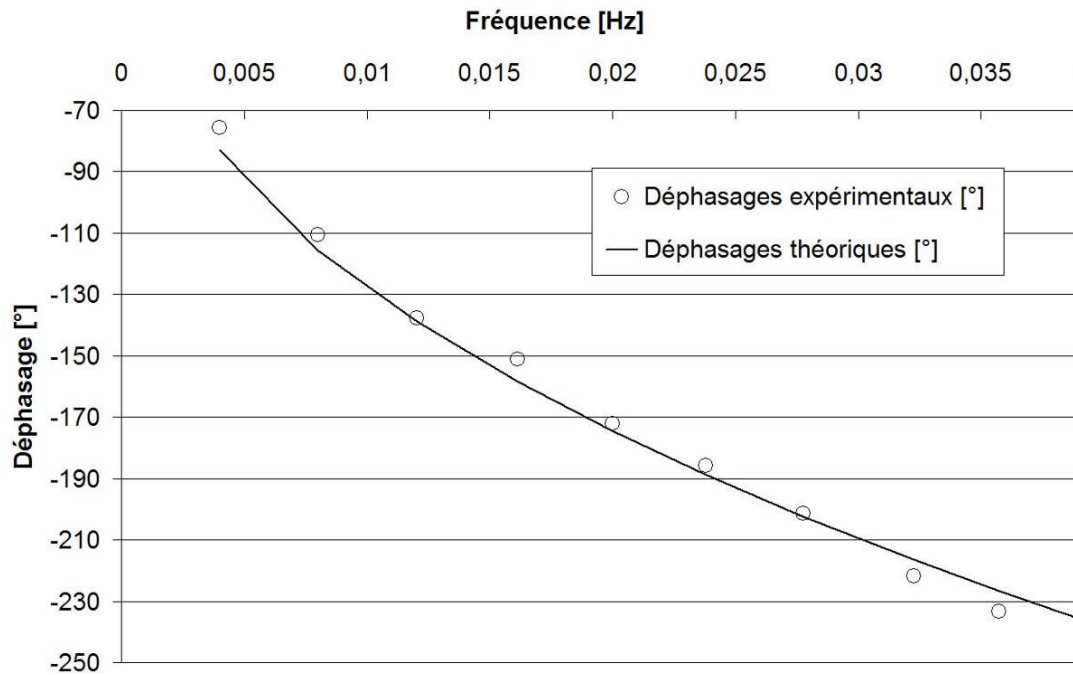
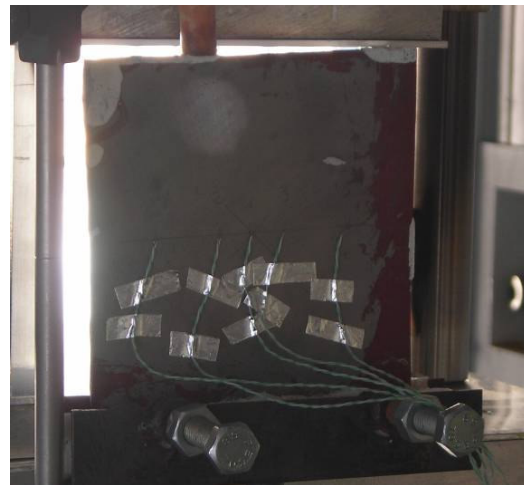
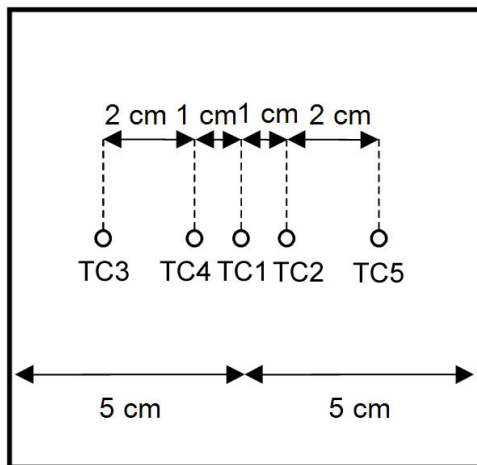


Figure 3.29 : déphasages simulés et mesurés en vobulation sur l'échantillon d'isosilicate

Pour l'identification de la diffusivité thermique de la couche carbonneuse de peinture, le montage utilisé est identique à celui présenté sur la figure 3.27. L'échantillon utilisé est quant à lui conforme aux indications données en commentaire de la figure 3.24. Un ensemble de 5 thermocouples soudés permet de suivre l'évolution de la température moyenne de la face arrière (figures 3.30a et 3.30b). Les données mesurées sont enregistrées par une centrale d'acquisition puis traitées par ordinateur pour extraire les déphasages grâce à un algorithme à détection synchrone.

Compte tenu de l'épaisseur de couche carbonneuse obtenue après la phase initiale de gonflement (20 mm), la gamme de fréquences sur laquelle les mesures de déphasage sont effectuées (en accord avec les premières estimations de la diffusivité du matériau) va de 0,003 Hz à 0,25 Hz.





Figures 3.30a et 3.30b : instrumentation de la face arrière de la plaque

La figure 3.31 ci-après présente le tracé de l'ouverture des volets de l'atténuateur (correspondant au signal d'entrée) ainsi que la réponse thermique en face arrière enregistrée par les thermocouples (dont le nombre a été réduit à trois pour des raisons de lisibilité). La fréquence d'excitation pour cet exemple est de 0,003 Hz.

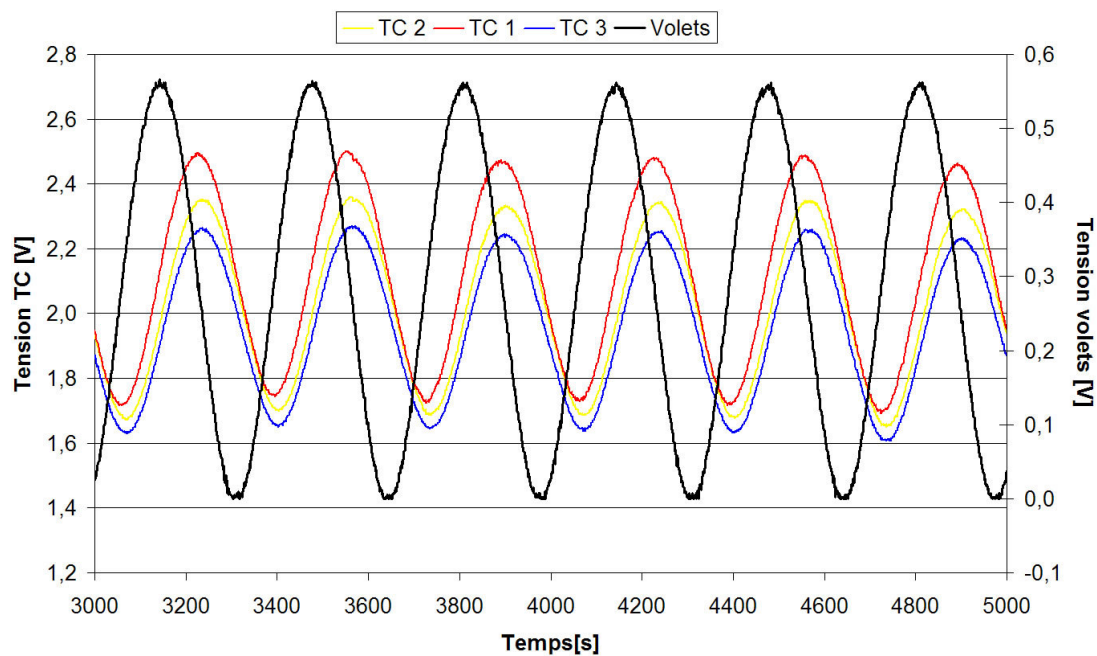


Figure 3.31 : exemple de thermogrammes

On constate sur cette figure que les signaux délivrés par les thermocouples ont des amplitudes légèrement différentes, ce qui s'explique d'une part par la relative inhomogénéité de la couche carbonneuse sur la surface de la plaque et d'autre part par la position des thermocouples. Le signal du *TC1*, situé au centre de la plaque, est en effet celui qui présente la plus forte amplitude.

Les résultats de l'identification sont présentés sur la figure 3.32.

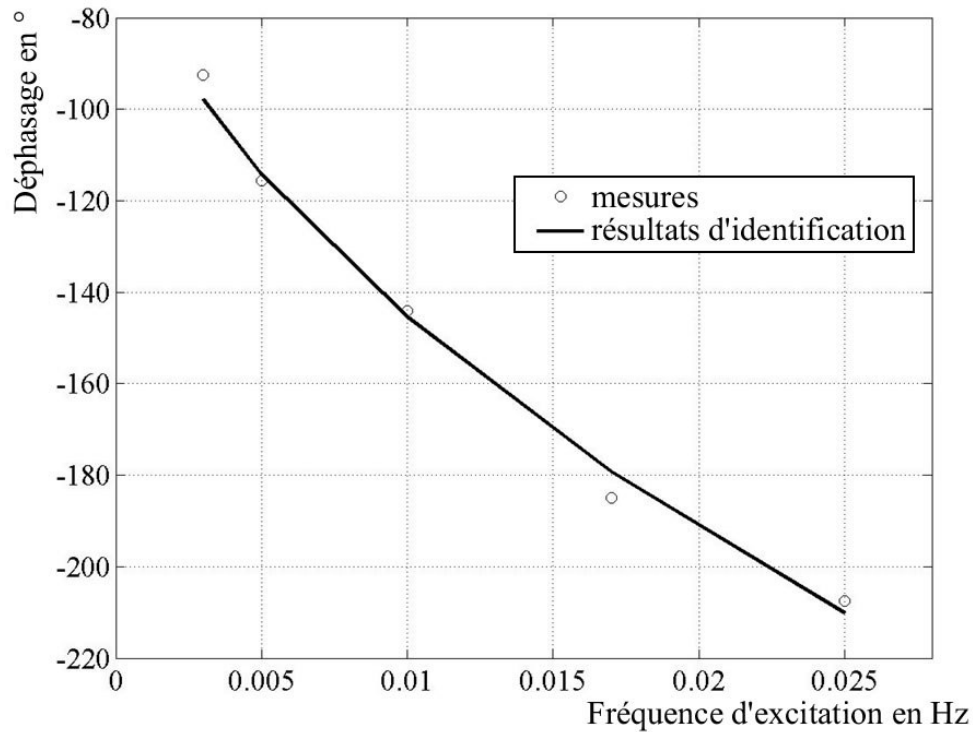


Figure 3.32 : résultats d'identification sur matériau carbonneux

La valeur de diffusivité thermique identifiée après convergence de l'algorithme de minimisation est  $a_{char} = 3,9 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ . Ce résultat est conforme à ce que l'on pouvait attendre, connaissant la structure du matériau testé, qui se comporte comme une mousse isolante. On peut remarquer que cette valeur est toutefois relativement élevée (notamment comparée à la valeur de diffusivité thermique identifiée pour la peinture vierge  $a_{abla} = 5 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ ). C'est une conséquence de la porosité de la couche carbonneuse, dont les cavités sont remplies d'air ( $a_{air} = 2 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  à 300 K).

Il est toutefois nécessaire de garder à l'esprit que les gammes de fréquences utilisées pour les matériaux isolants de forte épaisseur conduisent à réaliser des essais de longue durée, plusieurs heures étant parfois nécessaires pour atteindre le régime établi aux fréquences les plus basses. Un ensoleillement parfait ne pouvant pas être garanti pendant ces longues périodes, l'utilisation du seul four solaire peut s'avérer délicate dans la mesure où le contrôle du flux appliqué sur la cible est un élément primordial de cette démarche. Afin de permettre l'étude de matériaux isolants en s'affranchissant des aléas météorologiques, un banc expérimental secondaire, basé sur un four à images, est mis au point et testé.

La figure 3.33 présente le schéma de principe de l'installation.

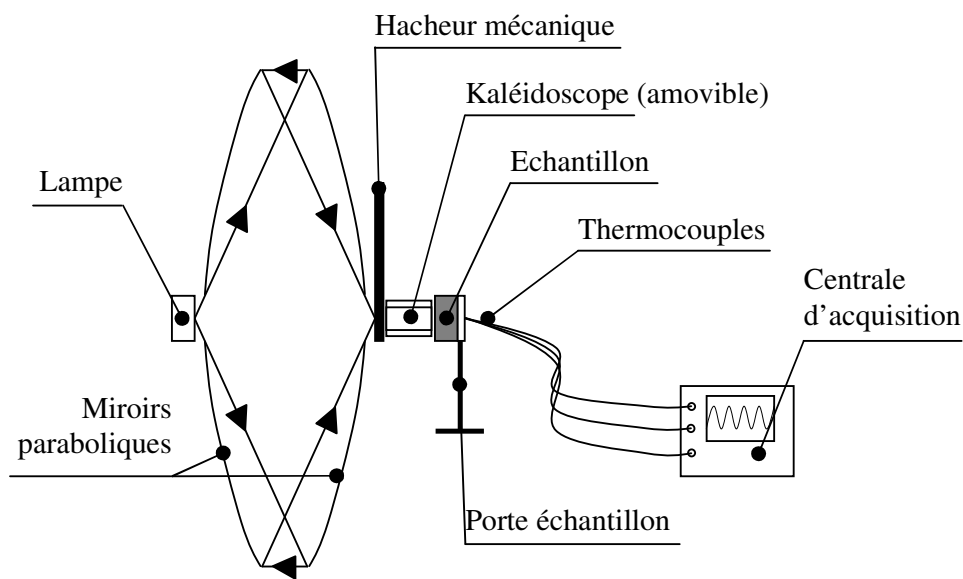


Figure 3.33 : schéma de principe du four à image de lampe

Le four à image utilise comme source d'énergie une lampe électrique de marque USHIO d'une puissance de 2 kW, dont le rayonnement est concentré par les deux miroirs paraboliques d'un diamètre de 130 cm et d'une distance focale de 65 cm. L'image de la lampe est recueillie au foyer du four, où l'éclairement maximal disponible est de  $200 \text{ kW.m}^{-2}$ . Certains échantillons (comme la plaque de verre présentée par la suite), sont placés à 2 mm de la sortie d'un kaléidoscope afin d'obtenir une tache de chauffe homogène carrée en surface de dimensions 20 x 20 mm. Ce kaléidoscope permet en outre d'éviter un échauffement trop important de l'échantillon. En effet, la lampe utilisée comme source ne délivre un signal stable qu'au dessus d'une

certaines tensions d'alimentation, générant ainsi un flux dont la puissance risque d'endommager l'échantillon. Les pertes thermiques dues au kaléidoscope permettent de réduire l'échauffement et de conserver l'intégrité de la plaque de verre. Une photographie de face de l'ensemble du dispositif est présentée sur la figure 3.34 :

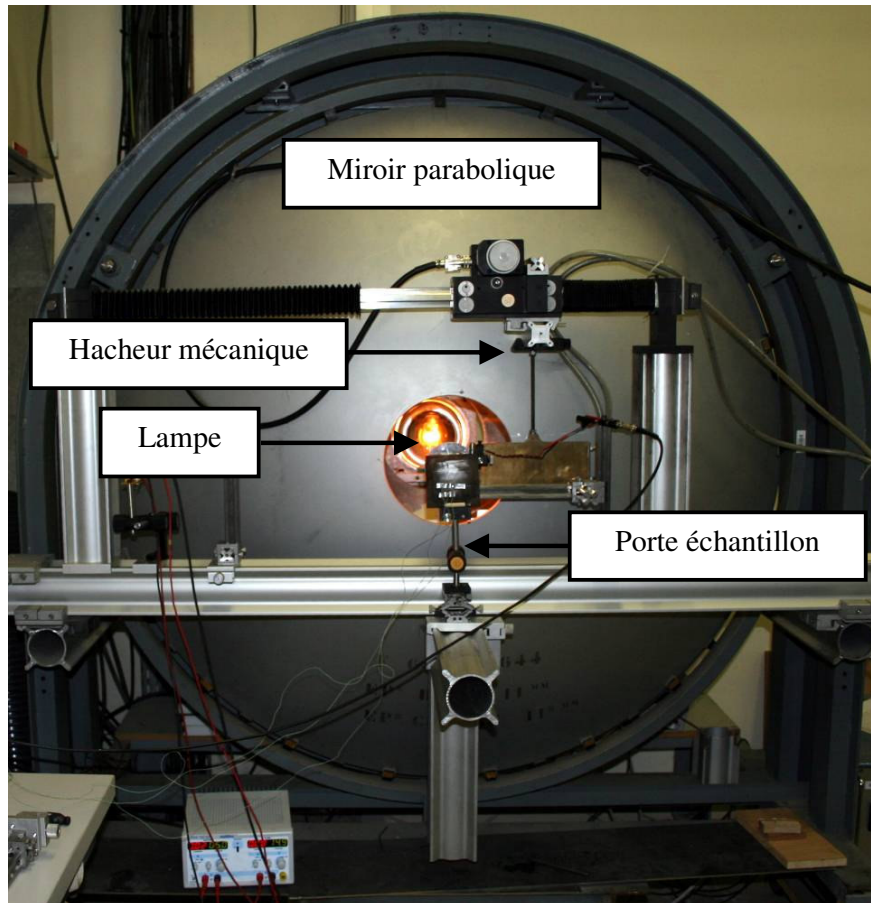


Figure 3.34 : dispositif expérimental alternatif d'identification

La périodicité du flux est contrôlée par un hacheur mécanique piloté par ordinateur, permettant d'obtenir un signal excitateur de forme trapézoïdale s'approchant d'un créneau.

Ce dispositif ainsi que la démarche d'identification qui y est associée ont été validés lors d'essais réalisés sur deux types de matériaux isolants de référence :

- Une plaque de verre ( $a_{\text{verre}} = 5,8 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ , épaisseur = 5,2 mm)
- Un échantillon d'isosilicate ( $a_{\text{isosilicate}} = 3,83 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ , épaisseur = 6 mm)

### 3.5.5. Validation de la démarche au four à lampe sur matériaux de référence

La figure 3.35 ci-dessous présente une vue du dispositif expérimental dans la configuration utilisée pour la validation de la démarche sur une plaque de verre.

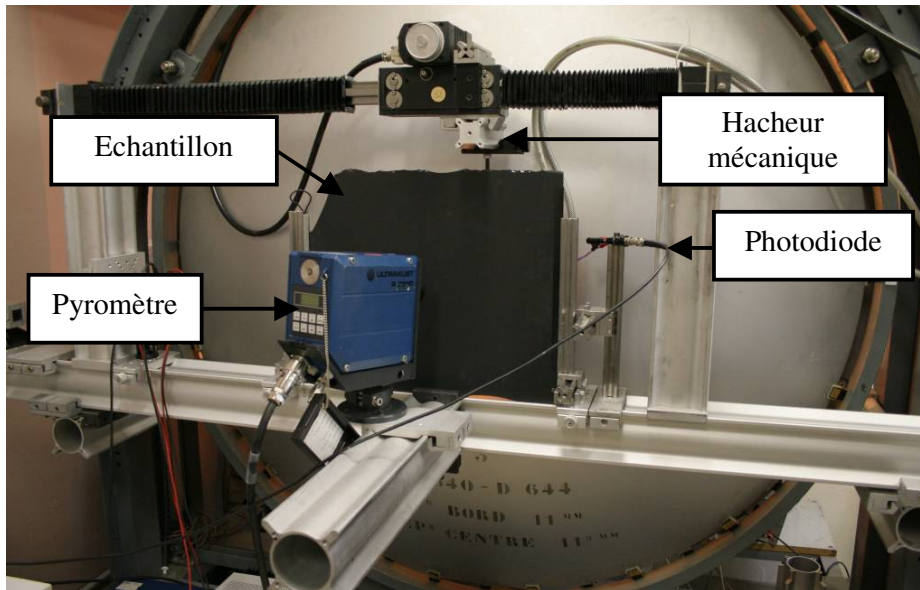


Figure 3.35 : validation de la démarche sur une plaque de verre

L'échantillon est une plaque de verre d'une épaisseur de 5,2 mm et de dimensions approximatives 400 x 400 mm. Les grandes dimensions de l'échantillon ainsi que celles de la tâche de chauffe, permettent de considérer que le transfert de chaleur à l'intérieur de la plaque est unidirectionnel. L'échantillon est entièrement revêtu de peinture noire d'émissivité égale à 0,96. La diffusivité thermique du verre est connue, et égale à  $5,8 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ .

Compte tenu de l'impossibilité de souder des thermocouples au dos de l'échantillon, les mesures de température sont réalisées à l'aide d'un pyromètre optique (Ultrakust, bande 8 – 12  $\mu\text{m}$ ) relié à une centrale d'acquisition numérique. Les mouvements d'ouverture et de fermeture du hacheur mécanique sont captés par un détecteur de type photodiode également branché à la centrale d'acquisition. Les déphasages entre le signal excitateur et la réponse thermique en face arrière de l'échantillon sont mesurés en régime établi sur la gamme de fréquences de 0,005 Hz à 0,05 Hz. La figure 3.36 présente le tracé des

déphasages mesurés comparé aux déphasages théoriques obtenus par le modèle à l'issue du processus itératif de minimisation.

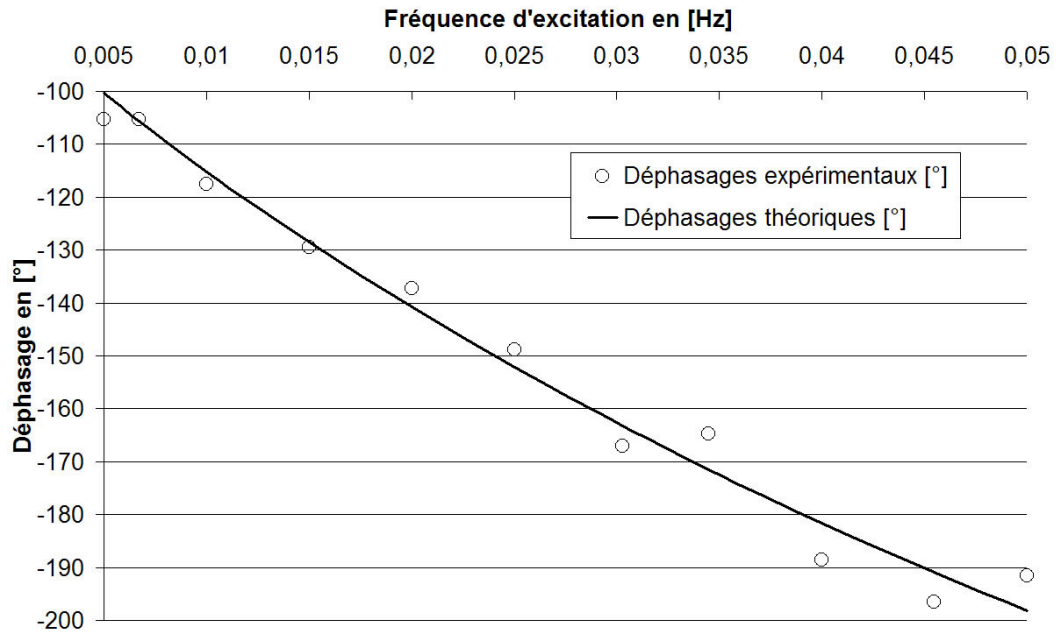


Figure 3.36 : résultats d'identification sur la plaque de verre

Ces résultats montrent une correspondance satisfaisante entre les déphasages mesurés et les valeurs théoriques obtenues grâce au modèle, la valeur de diffusivité identifiée par ce procédé pour l'échantillon de verre est de  $5,86.10^{-7} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$ , ce qui représente une erreur d'environ 1 % par rapport à la valeur communément admise pour la diffusivité thermique du verre.

La figure 3.37 ci-après présente une vue rapprochée du dispositif expérimental dans la configuration utilisée pour la validation de la démarche sur un bloc d'isosilicate. Pour ces essais, nécessitant une puissance plus importante, le kaléidoscope utilisé jusqu'à présent a été remplacé par un diaphragme réfrigéré permettant d'obtenir une distribution du flux sur un disque de diamètre 50 mm.

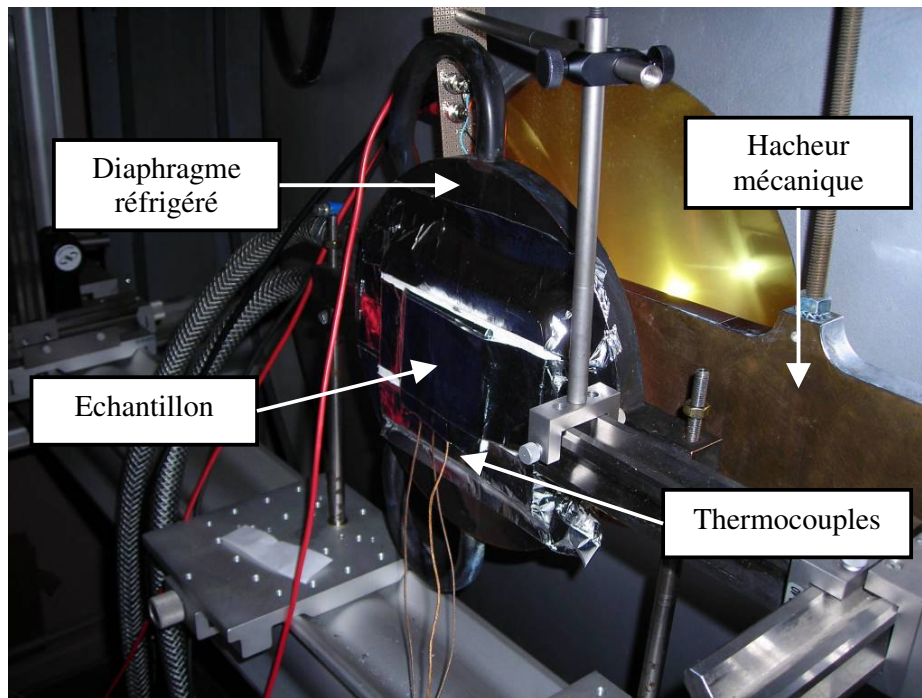


Figure 3.37 : validation de la démarche sur un bloc d'isosilicate

L'échantillon d'isosilicate utilisé est identique à celui présenté sur les figures 3.28a et 3.28b (épaisseur = 6 mm). Il est également muni de trois thermocouples collés sur sa face arrière, ce qui permet de suivre l'évolution de température consécutive au chauffage périodique et ainsi de mesurer le déphasage de l'onde thermique en fonction de la fréquence d'excitation. Compte tenu de la diffusivité thermique du matériau et de l'épaisseur de l'échantillon, la gamme de fréquence étudiée va de 0,008 Hz à 0,04 Hz. La figure 3.38 ci-contre présente une comparaison entre les déphasages simulés numériquement et les déphasages mesurés dans la configuration exposée :

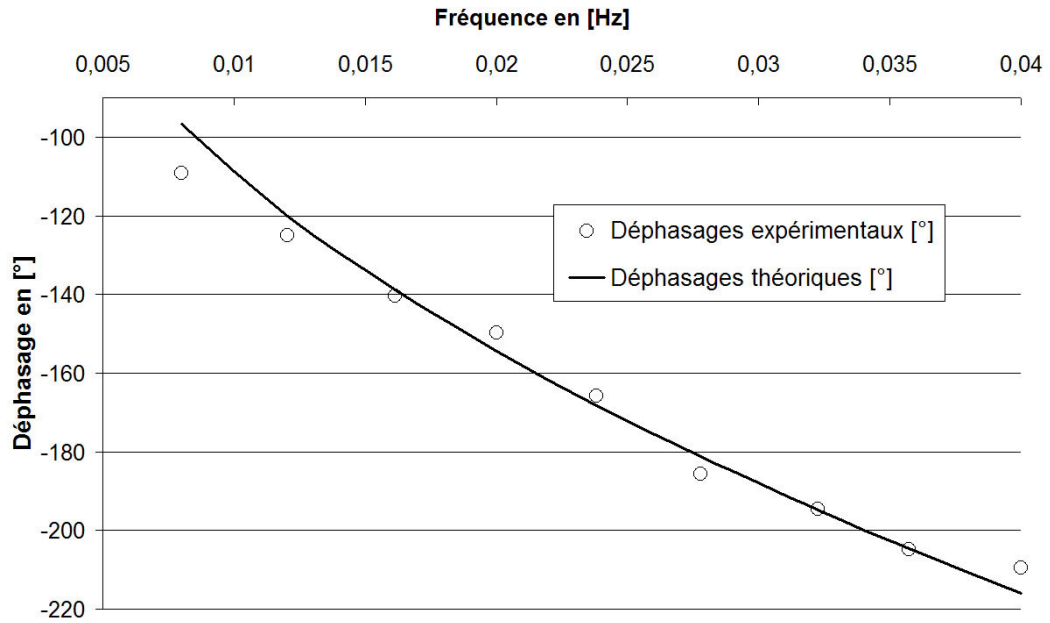


Figure 3.38 : résultats d'identification sur l'échantillon d'isosilicate

Comme pour le cas de la plaque de verre, ces résultats montrent une bonne adéquation entre les valeurs expérimentales et les déphasages théoriques après convergence de l'algorithme de minimisation. La valeur identifiée pour la diffusivité thermique de l'isosilicate après cette démarche est de  $4.10^{-7} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$ , ce qui représente une erreur d'environ 4 % par rapport à la valeur connue de la diffusivité thermique de l'isosilicate testé.



### 3.6. Bilan

Ce chapitre propose dans un premier temps une présentation générale de différentes méthodes périodiques pour l'identification de paramètres thermiques de matériaux. Les modes d'analyse en réflexion et en transmission sont évoqués, ainsi que les méthodes du balayage spatial et du balayage fréquentiel (vobulation). Le principe de la modélisation mathématique de la propagation d'une onde thermique basée sur l'utilisation des températures complexes est détaillé et illustré par un exemple, et le fonctionnement d'un algorithme à détection synchrone est présenté.

Trois modèles mathématiques distincts sont ensuite présentés. Chacun d'entre eux permet de calculer le déphasage entre une onde excitatrice et la réponse thermique du matériau, respectivement en 1D (dans le cas de matériaux isotropes soumis à une sollicitation distribuée de façon homogène), 2D axisymétrique (pour les configurations où la distribution de flux et / ou le matériau étudié présentent une symétrie de révolution) et 3D (notamment utile pour l'identification des propriétés thermiques de matériaux orthotropes).

Un exemple d'identification complet est ensuite présenté afin d'illustrer la démarche. Les déphasages simulés sont présentés en vobulation et en balayage spatial et l'analyse de sensibilité du modèle 3D est détaillée. Les résultats de cette analyse permettent de déterminer les paramètres expérimentaux à maîtriser pour mener à bien l'identification de la diffusivité thermique dans des conditions optimales. Le banc de mesure utilisé pour obtenir les valeurs expérimentales de déphasage est ensuite décrit, et l'ensemble de la démarche est validé sur deux matériaux de référence, le verre et le titane. Un exemple d'identification des diffusivités thermiques d'un matériau composite orthotrope est également donné.

Les techniques présentées précédemment sont finalement mises en œuvre pour l'identification de la diffusivité thermique d'une couche de peinture intumescence vierge. Les résultats montrent un comportement isotrope avec une diffusivité thermique estimée à  $5.10^{-7} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$ , valeur cohérente compte tenu du caractère isolant du matériau. Une modification du modèle mathématique ainsi que deux nouveaux bancs de mesure (au Four Solaire Principal et au Four à Image de Lampe) sont présentés pour l'identification de la diffusivité thermique de la couche carbonneuse. Les deux bancs sont validés sur des matériaux de référence, et la diffusivité thermique de la couche carbonneuse est identifiée à  $3.9.10^{-6} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$ .

### 3.7. Bibliographie

- Alifanov, O.M. "Inverse Heat Transfer Problems", *Springer-Verlag*, pp. 348, 1994.
- Abou Kachfe, R. "Résolution numérique de problèmes inverses 2D non linéaires de conduction de la chaleur par la méthode des éléments finis et l'algorithme du gradient conjugué – Validation expérimentale", *Thèse de doctorat Université de Nantes*, 234 pages, juin 2000.
- Autrique L., Perez L. et Scheer E. "On the use of periodic photothermal methods for materials diagnosis", *sensors and actuators B*, Vol. 135, n°2, pp.478-487, 2009.
- Badoz, J. Fournier, D. et Bocarra, A.C. « L'imagerie photoacoustique ou photothermique et ses possibilités d'application au contrôle non destructif », *Science et Technique de L'armement*, vol. 59(1), pp. 87-101, 1985.
- Beck, J.V. et Arnold, K.J. "Parameter estimation in engineering and science", *New-York, Editions Wiley*, 1977.
- Deer, W.A. Howie, R.A. Wise, W.S. et Zussman, J. "Rock-forming minerals - Volume 4B. Framework silicates: silica minerals. Feldspathoids and the zeolites", (2nd edition ed.). *London: Geological Society of London*. p. 982 pp, 2004.
- Gagliano, O. « Etude multi-échelle des transferts de chaleur dans les revêtements métalliques réfractaires », *Thèse de Doctorat Université D'Aix-Marseille*, 211 pages, novembre 2002.
- Gervaise, C. Nouals, C. Czerniak, M. Calderan, C. Benet, S. et Serra J.J. « Propriétés thermiques des matériaux hétérogènes à l'échelle mésoscopique », *Congrès de la Société Française de Thermique SFT'97*, pp. 149-154, Vittel, France, 3-6 Juin 1997.
- Gervaise, C. « Caractérisation thermique multi-échelles de revêtements réfractaires. Comportement sous excitation périodique et identification par méthodes inverses », *Thèse de Doctorat Université Paul Sabatier*, 201 pages, octobre 1999.
- Gillet M., Autrique L. et Perez L., « Modélisation expérimentale de revêtements intumescents et identification de propriétés thermiques », *Journées Identification et Modélisation Expérimentale, JIME'06, Poitiers*, novembre 2006.

- Gillet M., Autrique L., Perez L. et Serra J.J. “Parametric identification using photothermal data inversion: application to a nonlinear thermal system”, *American Control Conference, IFAC ACC’07, New-York, USA, 2007*.
- Guitony, J. Bozoky, Z. Mansanares, A. Le Liboux, M. Fournier, D. et Boccara, A. “Infrared differential imaging of vertical and slanted cracks: modelisation and experiments”, *Journal de physique I*, pp. C7 607-610, 1994.
- Gurevich, Y.G. Logvinov, G.N. De la Cruz, G.G. et Lopez, G.E. “Physics of thermal waves in homogeneous and inhomogeneous (two-layer) samples”, *International Journal of Thermal Sciences*, vol. 42, pp. 63-69, 2003.
- Hirschi, S. Boccara, A. Lepoutre, F. et Bozoki, Z. “Interferometric polarization microscope for thermoelastic imaging of polycrystalline materials: experiments and model”, *Journal of Optics*, pp. 142-150, 1997.
- Isakov, V. “Inverse Problems for Partial Differential Equations”, pp. 284, *Springer-Verlag*, 1998.
- Jackson, W. et Amer, N. “Piezoelectric photoacoustic detection: Theory and experiment”, *Journal of Applied Physics*, vol. 51(6), pp. 3343-3353, 1980.
- Kaviany, M. “Principles of heat transfer in porous media”, second edition. Mechanical engineering series, *Springer - Verlag. ISBN 0-387-94550-4*. 1995.
- Lan, T. et Walther, G. “Photothermal depth profiling using only phase data base”, *Journal of Applied Physics*, vol. 80(9), pp. 5289-5291, 1996.
- Lepoutre, F. Balageas, D. Forge, P. Hirschi, S. et Joulaud, J. “Micron scale thermal characterisations of interfaces parallel or perpendicular to the surface”, *Journal of Applied Physics*, vol. 78(6), pp. 2208-2233, 1995.
- Maillet, D. André, S. Batsale, J.C. Degiovanni, A. et Moyne, C. « Thermal Quadrupoles – Solving the heat equation through integral transforms », *Ed. Wiley & sons - Chichester. ISBN 0-471-98320-9*, 2000.
- Marquardt, D. “An Algorithm for Least-Squares Estimation of Nonlinear Parameters”. *SIAM J. Appl. Math.* 11, 431-441, 1963.

- Muscio, A. Bison, P.G. Marinetti, S. et Grinzato, E. “Thermal diffusivity measurement in slabs using harmonic and one-dimensional propagation of thermal waves”, *International Journal of Thermal Sciences*, vol. 43, pp. 453-463, 2004.
- Museux N., Lormel C, Perez L. et Autrique L., “Thermal diffusivity identification in a multilayered biological material”, *18th European Conference on Thermophysical Properties, Pau, France*, 31 Aug-4 Sep 2008.
- Perez, L. Autrique, L. « Robust determination of thermal diffusivity values from periodic heating data », *Inverse Problems IOP journal* 25, 2009. (doi:10.1088/0266-5611/25/4/045011)
- Perez, L. Autrique, L. et Lormel C. « Identification de paramètres thermiques dans le domaine des fréquences », *CIFA 2006, Bordeaux, France*, 2006.
- Rosencwaig, A. “Photoacoustic theory made easy”, *Topical meeting on Photoacoustic Spectroscopy*, 1979.
- Salazar, A. et Sanchez-Lavega A. “Thermal diffusivity measurements using linear relations from photothermal wave experiments”, *Rev. Sci. Instrumen.*, **5 (9)**, 2896-2900, 1994.
- Salazar, A. Sanchez-Lavega, A. Ocariz, A. Guitonny, J. Pandey, C. Fournier, D. et Boccara, A.C. “Thermal diffusivity of anisotropic materials by photothermal methods”, *J. Appl. Phys.*, **79 (8)**, 3984-3993, 1996.
- Salazar, A. Sanchez-Lavega, A. et Terron, J.M. “Effective thermal diffusivity of layered materials measured by modulated photothermal techniques”, *J. Appl. Phys.*, **84 (6)**, 3031-3041, 1998.
- Schwartz, L. « Méthodes mathématiques pour les scientifiques », ed. Hermann, Paris, pp. 392, 1987.
- Serra, J.J. Autrique, L. Lormel, C. Rodier, S. et Scheer, E. « Periodic heating methods for materials thermal characterization », *Eurotherm Winter School, Workshop, METTI 2005, Aussois, January 16-21*, 2005.
- Walter, E. et Pronzato, L. “Identification of parametric models from experimental data”, *Springer-Verlag, Berlin, Germany*, 1997.



## 4. Identification paramétrique par la méthode du gradient conjugué

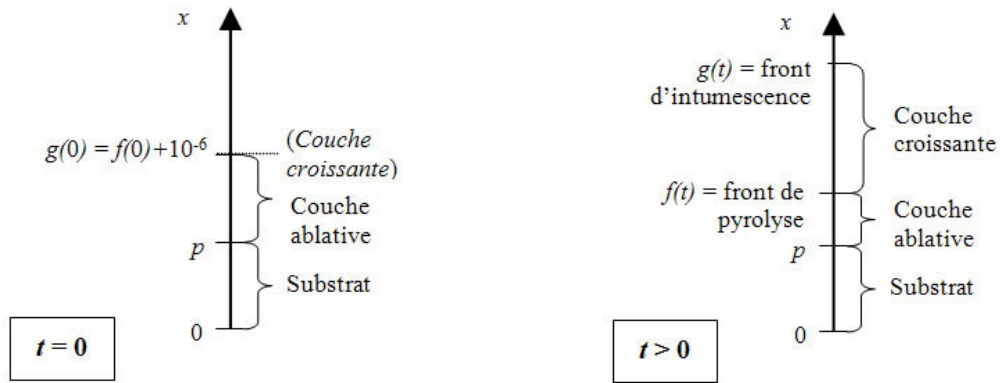
Lors des démarches d'identification présentées précédemment, les diffusivités thermiques de la couche ablative vierge et de la couche carbonneuse étaient supposées constantes et ne dépendant pas de la température. Aussi, considérant soit la peinture vierge (ne s'ablatant pas), soit la couche carbonneuse (ne gonflant pas), il était possible de mettre en oeuvre une méthode d'identification basée sur l'observation de la réponse à une sollicitation périodique dans un domaine statique. Une telle approche ne peut être mise en oeuvre pour l'expertise de la couche visqueuse car il n'est pas possible de maintenir (en régime permanent) un domaine de dimensions fixées. En effet, lorsque le matériau se trouve dans cet état par nature transitoire, il subit des transformations physico chimiques telles que sa structure et ses propriétés thermiques sont modifiées de façon très importante. Il devient indispensable de considérer l'évolution de ces paramètres avec la température. Devant tenir compte de la thermo dépendance des paramètres (discrétisés par un vecteur inconnu de grande taille), des frontières mobiles et du fait que la sollicitation n'a pas une forme définie *a priori*, la méthode itérative du gradient conjugué a été mise en oeuvre pour traiter cette situation [Alifanov, 1994] ; [Alifanov et. al, 1995].

Cette méthode d'optimisation qui a déjà fait ses preuves en identification paramétrique pour des systèmes d'équations aux dérivées partielles non linéaires (voir par exemple [Abou Kachfe, 2000] ; [Abou Kachfe et Jarny, 2001] ; [Autrique et. al, 2002], [Ucinski, 2005] et [Rouquette et. al, 2007]) nécessite la résolution itérative de trois problèmes bien posés. Une difficulté réside en ce que les maillages sont mobiles et qu'en particulier la résolution du problème adjoint rétrograde est extrêmement délicate (des soucis de convergence pouvant survenir). C'est pourquoi, dans le paragraphe suivant, une transformation de Landau est proposée afin de s'affranchir numériquement des maillages mobiles [Landau, 1951] ; [Staggs, 2003].

## 4.1. Modification du modèle 1D

### 4.1.1. Transformation de Landau

On considère un modèle direct reposant sur un système d'équations appliquées sur le domaine géométrique suivant, semblable à celui présenté sur les figures 2.2a et 2.2b du § 2.1. :



Figures 4.1a et 4.1b : domaine géométrique pour le problème direct.

On remarque toutefois sur cette figure que certaines notations sont différentes de celles utilisées au chapitre 2 :  $p$  désigne l'épaisseur du substrat et par la suite l'épaisseur initiale de l'ensemble substrat + peinture est appelée  $e$ . On considèrera en outre les valeurs suivantes :

- $p = 10^{-3}$  m
- $e = f(0) = 2.10^{-3}$  m

Pour notre étude, l'objectif de la transformation de Landau est de considérer les transferts thermiques dans un multicouche dont les frontières sont fixes. On considère le changement de variable suivant dans les sous domaines concernés :

$$\left\{ \begin{array}{lll} \text{si } x \in [0, p] & y \in [0, p] & y = x \\ \text{si } x \in [p, f(t)] & y \in [p, e] & y = \frac{p(f(t) - x) + e(x - p)}{f(t) - p} \\ \text{si } x \in [f(t), g(t)] & y \in [e, 2e] & y = 2e + \frac{e(x - g(t))}{g(t) - f(t)} \end{array} \right. \quad \begin{array}{l} x = y \\ x = \frac{p(e - y) + f(t)(y - p)}{e - p} \\ x = g(t) + \frac{(y - 2e)(g(t) - f(t))}{e} \end{array} \quad [4.1]$$

La géométrie du domaine ainsi modifié devient :

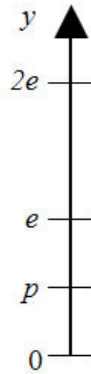


Figure 4.2 : domaine géométrique à frontières fixes pour le système transformé

On constate ici que l'épaisseur du substrat  $p$  reste inchangée, et que l'épaisseur initiale de peinture  $e$  représente désormais une frontière permanente. La couche  $y \in ]p, e[$  correspond au matériau ablatif et ce sont ses propriétés intrinsèques qui vont être modifiées afin de prendre en compte son ablation  $x \in ]p, f(t)[$ . A noter que la transformation de Landau ajoute aussi un terme de diffusion.

On remarque également que le domaine a une épaisseur totale de  $2e$ . Afin de valider la méthode consistant à réaliser le changement de variable évoqué précédemment, on se propose de résoudre un système d'équations de forme similaire à celui du modèle direct décrivant le comportement des peintures intumescents (voir chapitre 2, §2.1). Pour ce système, une solution exacte est connue.

#### 4.1.2. Résolution d'un problème exact

On choisit un système d'équations admettant des solutions exactes. La démarche de validation consiste dans un premier temps à résoudre ce problème « académique » à l'aide du logiciel COMSOL Multiphysics<sup>®</sup>, et à comparer les résultats des calculs numériques aux solutions exactes. Dans un second temps, le changement de variable (transformation de Landau) explicité au paragraphe précédent est appliqué au système d'équations, dont les résultats numériques sont à nouveau comparés aux solutions exactes. Enfin, une comparaison synthétique des résultats des deux modèles avec les solutions exactes permet de discuter la validité de la démarche. Le système d'équations suivant (non transformé, et donc basé sur le domaine présenté sur les figures 4.1a et



4.1b) ne reproduit pas le comportement thermocinétique propre à la réaction d'intumescence, et ne décrit notamment aucune perte de masse. Le déplacement des frontières mobiles  $f(t)$  et  $g(t)$  est cependant pris en compte, et obéit aux équations suivantes, où  $t$  est le temps en secondes  $t \in [0; 300]$ :

$$\dot{f} = \frac{df(t)}{dt} = -\frac{2t}{300^2} (e - p - 10^{-6}) \quad [4.2]$$

$$\dot{g} = -30 \dot{f} \quad [4.3]$$

Ces équations ont été définies de façon à admettre une solution analytique exacte tout en fournissant une description réaliste des phénomènes d'ablation et de gonflement. Les équations décrivant les transferts thermiques au sein des trois couches de matériau font intervenir une conductivité thermique qui varie avec la température  $\lambda(\theta)$ . On considèrera en outre que les autres propriétés thermiques  $\rho$  et  $C$  sont identiques d'une couche à l'autre, ce qui permet d'écrire pour les trois domaines  $\forall (x, t) \in ]0, p[ \cup ]p, f(t)[ \cup ]f(t), g(t)[ \times T$  l'équation suivante:

$$\rho C \frac{\partial \theta(x, t)}{\partial t} - \frac{\partial}{\partial x} \left( \lambda(\theta) \frac{\partial \theta(x, t)}{\partial x} \right) = 10^6 (2 - [6.10^6] x^2 - 2t) \quad [4.4]$$

On considère sur la frontière  $g(t)$  une condition limite de première espèce en imposant la température suivante :

$$\theta(g(t), t) = 10^6 g(t)^2 + t \quad [4.5]$$

Sur la frontière opposée,  $x = 0$ , la condition limite est de type Neumann homogène, avec un flux thermique nul :

$$\lambda(\theta) \frac{\partial \theta(x, t)}{\partial x} = 0 \quad [4.6]$$

Aux interfaces entre les couches ( $x = p$  et  $x = f(t)$ ), on considère une condition de continuité des flux et des températures :

$$\begin{aligned}\lambda(\theta) \frac{\partial \theta(p_{\text{inf}}, t)}{\partial x} &= \lambda(\theta) \frac{\partial \theta(p_{\text{sup}}, t)}{\partial x} \\ \lambda(\theta) \frac{\partial \theta(f_{\text{inf}}(t), t)}{\partial x} &= \lambda(\theta) \frac{\partial \theta(f_{\text{sup}}(t), t)}{\partial x}\end{aligned}\quad [4.7]$$

$$\begin{aligned}\theta(p_{\text{inf}}, t) &= \theta(p_{\text{sup}}, t) \\ \theta(f_{\text{inf}}(t), t) &= \theta(f_{\text{sup}}(t), t)\end{aligned}\quad [4.8]$$

Enfin, la condition initiale pour la température dans tout le domaine  $x \in [0; g(0)]$  et la position des frontières mobiles sont :

$$\theta(x, 0) = 10^6 x^2 \quad f(0) = e \quad g(0) = e + 10^{-6} \quad [4.9]$$

Si l'on attribue les valeurs suivantes aux paramètres thermiques :

$$\rho C = 2 \cdot 10^6 \text{ et } \lambda(\theta) = \theta \quad [4.10]$$

La température  $\theta_{\text{exa}}(x, t)$ , solution exacte du système, s'écrit :

$$\theta_{\text{exa}}(x, t) = 10^6 x^2 + t \quad [4.11]$$

Le déplacement des frontières mobiles est décrit par les expressions suivantes :

$$f_{\text{exa}}(t) = e - \frac{t^2}{300^2} (e - p - 10^{-6}) \quad [4.12]$$

$$g_{\text{exa}}(t) = \frac{30t^2}{300^2} (e - p - 10^{-6}) + e + 10^{-6} \quad [4.13]$$

La figure 4.3 ci-après présente l'écart relatif  $\frac{\theta(x,t) - \theta_{\text{exa}}(x,t)}{\theta(x,t)}$ , où  $\theta(x,t)$  est la solution numérique calculée par le programme (logiciel Comsol®). Cet écart est tracé en fonction du temps pour trois points :  $x = 0$  ;  $x = p$  ;  $x = g(t)$ . Cette figure présente plusieurs artefacts numériques dus aux divers pas de discrétisation. Elle permet néanmoins de constater que l'écart relatif entre les températures calculées et les températures exactes reste inférieur à 0,15 % tout au long de la simulation. Ces écarts proviennent des approximations inhérentes à la méthode de calcul par éléments finis, notamment en raison d'un pas de temps élargi pour réduire la durée des calculs.

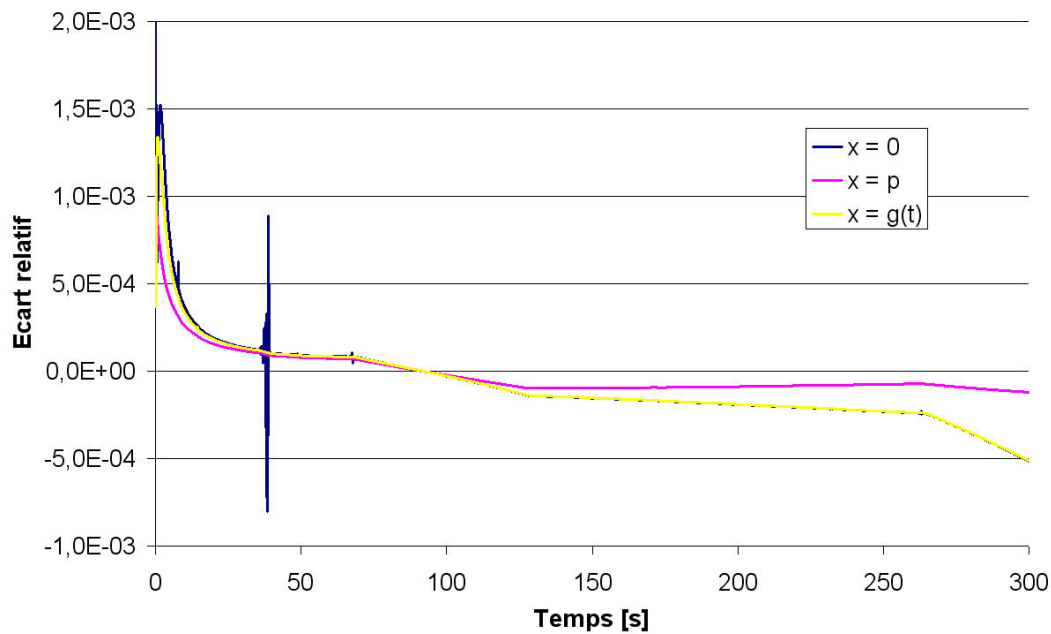


Figure 4.3 : écarts relatifs entre températures exactes et solutions numériques

Les figures 4.4 et 4.5 ci-après présentent respectivement le tracé des écarts relatifs

$$\frac{f(t) - f_{\text{exa}}(t)}{f(t)} \text{ et de } \frac{g(t) - g_{\text{exa}}(t)}{g(t)} \text{ pendant les 300 secondes de simulation.}$$

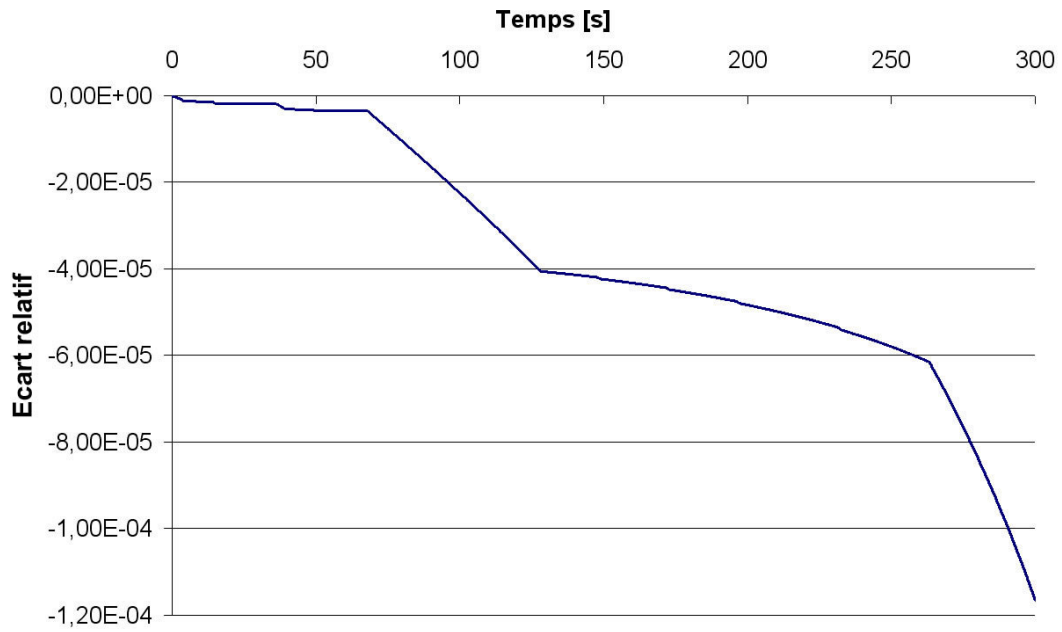


Figure 4.4 : écarts relatifs entre valeurs simulées et exactes de la position de  $f(t)$

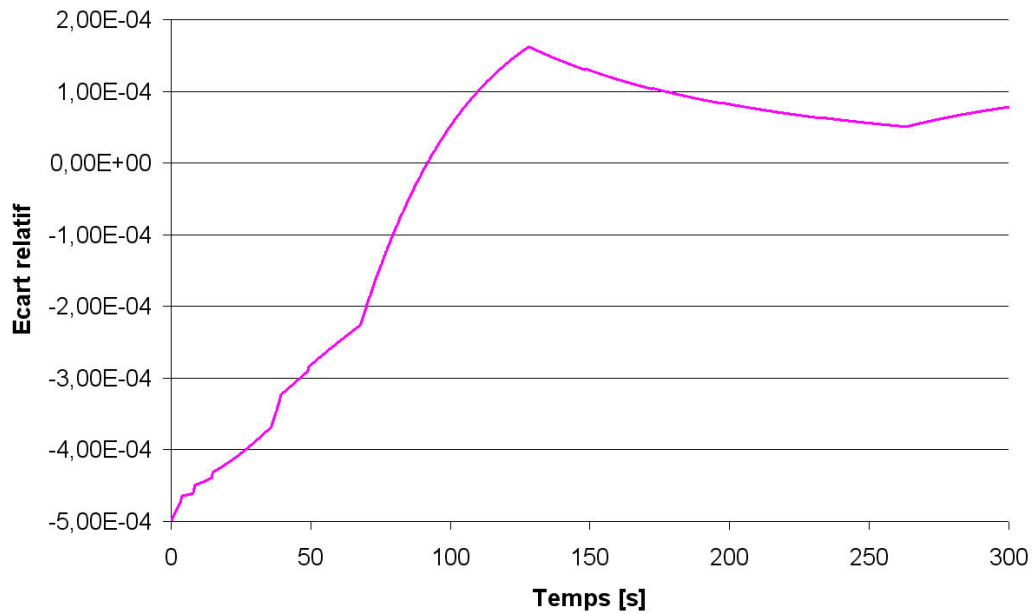


Figure 4.5 : écarts relatifs entre valeurs simulées et exactes de la position de  $g(t)$

L'observation des figures 4.4 et 4.5 montre que l'écart maximal entre les solutions exactes des positions des fronts et leurs valeurs calculées par le modèle est de 0,05 %. Ce très faible écart traduit une nouvelle fois la validité du modèle développé. Des

comparaisons similaires sont réalisées ci-après avec les résultats d'un modèle reposant sur le système d'équations [4.2] à [4.8] transformé par le changement de variable (transformation de Landau [Landau, 1951] ; [Staggs, 2003]) décrit par l'équation [4.1]. Ce changement de variable, entraîne des modifications des dérivées spatiales :

$$\left\{ \begin{array}{l} \text{si } x \in [0, p] \\ \text{si } x \in [p, f(t)] \\ \text{si } x \in [f(t), g(t)] \end{array} \right. \quad \begin{array}{l} \frac{\partial \theta(x, t)}{\partial x} \rightarrow \frac{\partial \theta(y, t)}{\partial y} \\ \frac{\partial \theta(x, t)}{\partial x} \rightarrow \frac{e-p}{f(t)-p} \frac{\partial \theta(y, t)}{\partial y} = K_1(t)(e-p) \frac{\partial \theta(y, t)}{\partial y} \\ \frac{\partial \theta(x, t)}{\partial x} \rightarrow \frac{e}{g(t)-f(t)} \frac{\partial \theta(y, t)}{\partial y} = K_2(t)e \frac{\partial \theta(y, t)}{\partial y} \end{array} \quad [4.14]$$

$$\text{avec } K_1(t) = \frac{1}{f(t)-p} \text{ et } K_2(t) = \frac{1}{g(t)-f(t)}.$$

Les dérivées temporelles sont également modifiées :

$$\begin{array}{l} \text{si } x \in [0, p] \\ \text{si } x \in [p, f(t)] \\ \text{si } x \in [f(t), g(t)] \end{array} \quad \begin{array}{l} \frac{\partial \theta(x, t)}{\partial t} \rightarrow \frac{\partial \theta(y, t)}{\partial t} \\ \frac{\partial \theta(x, t)}{\partial t} \rightarrow \frac{\partial \theta(y, t)}{\partial t} - K_1(t)^2 (e-p)(x-p) \dot{f}(t) \frac{\partial \theta(y, t)}{\partial y} \\ \quad = \frac{\partial \theta(y, t)}{\partial t} - K_1(t)(y-p) \dot{f}(t) \frac{\partial \theta(y, t)}{\partial y} \\ \frac{\partial \theta(x, t)}{\partial t} \rightarrow \frac{\partial \theta(y, t)}{\partial t} - \\ \quad K_2(t)^2 e((x-f(t))\dot{g}(t) + (g(t)-x)\dot{f}(t)) \frac{\partial \theta(y, t)}{\partial y} \end{array} \quad [4.15]$$

Les vitesses de déplacement des fronts de pyrolyse  $f(t)$  et d'intumescence  $g(t)$  interviennent dans le calcul de certaines des dérivées temporelles écrites ci-dessus, il convient donc de conserver les équations [4.2] et [4.3] (qui ne subissent pas de modification) dans le système transformé. Les transferts de chaleur au sein des couches de matériau sont entièrement décrits par la seule équation [4.4] dans le système initial. Le changement de variable implique des modifications différentes dans chacune de ces

couches, il est donc nécessaire de recourir à une équation pour chaque sous domaine.

Dans la couche correspondant au substrat  $\forall (y,t) \in ]0, p[ \times T$  :

$$\rho C \frac{\partial \theta(y,t)}{\partial t} - \lambda(\theta) \frac{\partial^2 \theta(y,t)}{\partial y^2} = 10^6 (2 - (6.10^6) y^2 - 2t) \quad [4.16]$$

Dans la seconde couche de matériau,  $\forall (y,t) \in ]p, e[ \times T$  :

$$\begin{aligned} \frac{\rho C}{K_1(t)(e-p)} \frac{\partial \theta(y,t)}{\partial t} - \lambda(\theta) K_1(t)(e-p) \frac{\partial^2 \theta(y,t)}{\partial y^2} = \\ \frac{10^6}{K_1(t)(e-p)} [2 - (6.10^6) X_1^2 - 2t] + \rho C \frac{y-p}{e-p} \dot{f}(t) \frac{\partial \theta(y,t)}{\partial y} \end{aligned} \quad [4.17]$$

$$\text{avec } X_1 = \frac{p(e-y) + f(t)(y-p)}{e-p}.$$

Dans la troisième couche de matériau,  $\forall (y,t) \in ]e, 2e[ \times T$  :

$$\begin{aligned} \frac{\rho C}{K_2(t)e} \frac{\partial \theta(y,t)}{\partial t} - \lambda(\theta) K_2(t)e \frac{\partial^2 \theta(y,t)}{\partial y^2} = \\ \frac{10^6 [2 - (6.10^6) X_2^2 - 2t]}{K_2(t)e} + \rho C K_2(t) [(X_2 - f(t)) \dot{g}(t) + (g(t) - X_2) \dot{f}(t)] \frac{\partial \theta(y,t)}{\partial y} \end{aligned} \quad [4.18]$$

$$\text{avec } X_2 = g(t) + \frac{(y-2e)(g(t) - f(t))}{e}.$$

L'équation [4.5] décrivant la condition limite sur la face exposée au flux s'écrit désormais en  $y = 2e, \forall t \in T$  :

$$\theta(2e, t) = 10^6 g(t)^2 + t \quad [4.19]$$

La condition limite de flux nul imposé en  $y = 0, \forall t \in T$  s'écrit de la même façon que dans le système non transformé :

$$\lambda(\theta) \frac{\partial \theta(0,t)}{\partial y} = 0 \quad [4.20]$$

La condition initiale pour la température et les frontières mobiles s'écrit,  $\forall y \in [0, 2e], t = 0$  :

$$\theta(y,0) = \theta_{\text{exa}}(y,0) \quad f(0) = e \quad g(0) = e + 10^6 \quad [4.21]$$

En raison du changement de variable, la température  $\theta_{\text{exa}}(x,t)$ , solution exacte du système, s'exprime dans chaque couche avec une équation différente. Dans la couche correspondant au substrat  $\forall (y,t) \in ]0, p[ \times T$ , aucune modification n'est apportée :

$$\theta_{\text{exa}}(y,t) = 10^6 y^2 + t \quad [4.22]$$

Dans la couche intermédiaire  $\forall (y,t) \in ]p, e[ \times T$ , la température exacte devient :

$$\theta_{\text{exa}}(y,t) = 10^6 \times \left( \frac{p(e-y) + f(t)(y-p)}{e-p} \right)^2 + t \quad [4.23]$$

Dans la couche supérieure enfin,  $\forall (y,t) \in ]e, 2e[ \times T$  la température exacte s'écrit :

$$\theta_{\text{exa}}(y,t) = 10^6 \times \left( g(t) + \frac{(y-2e)(g(t)-f(t))}{e} \right)^2 + t \quad [4.24]$$

La figure 4.6 ci-dessous présente l'écart relatif  $\frac{\theta(y,t) - \theta_{\text{exa}}(y,t)}{\theta(y,t)}$ , où  $\theta(x,t)$  est la solution numérique calculée par le programme basé sur la transformation de Landau (notée TL). Cet écart est tracé en fonction du temps pour quatre points :  $y = 0$  ;  $y = p$  ;  $y = e$  et  $y = 2e$ .

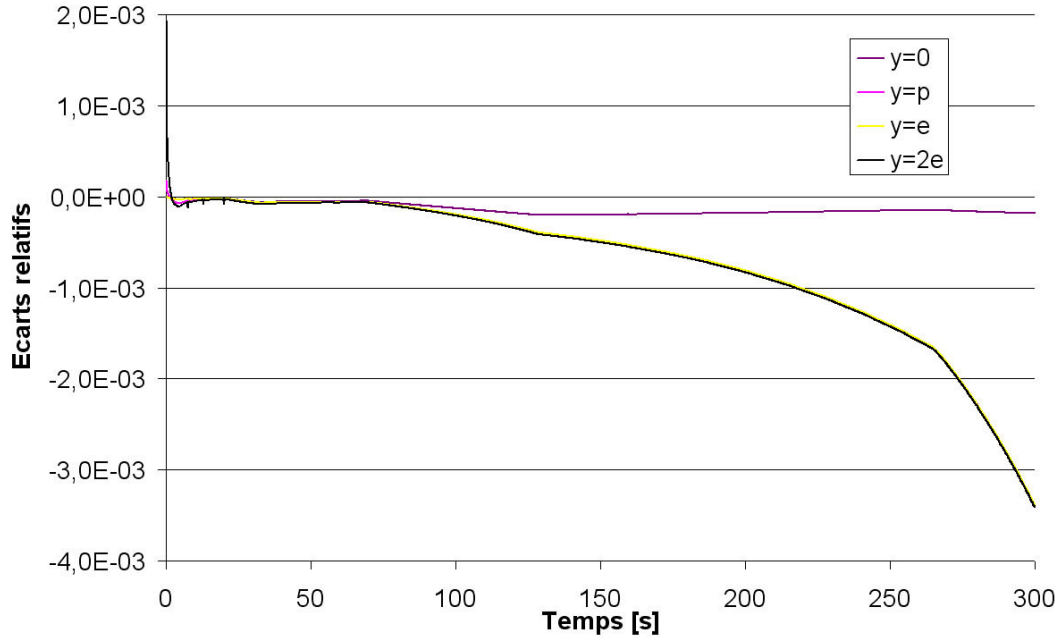


Figure 4.6 : écarts relatifs entre températures exactes et solutions numériques (TL)

Cette figure permet de constater que les écarts obtenus avec le modèle modifié par la transformation de Landau sont similaires à ceux observés sur la figure 4.3 (avec une valeur maximale après 300 secondes d'environ 0,35 %), ce qui démontre la validité de l'approche pour le calcul des températures. Les figures 4.7 et 4.8 présentent respectivement une comparaison entre les écarts relatifs  $\frac{f(t) - f_{exa}(t)}{f(t)}$  et  $\frac{g(t) - g_{exa}(t)}{g(t)}$  obtenus avec le modèle initial et le modèle modifié par la transformation de Landau.



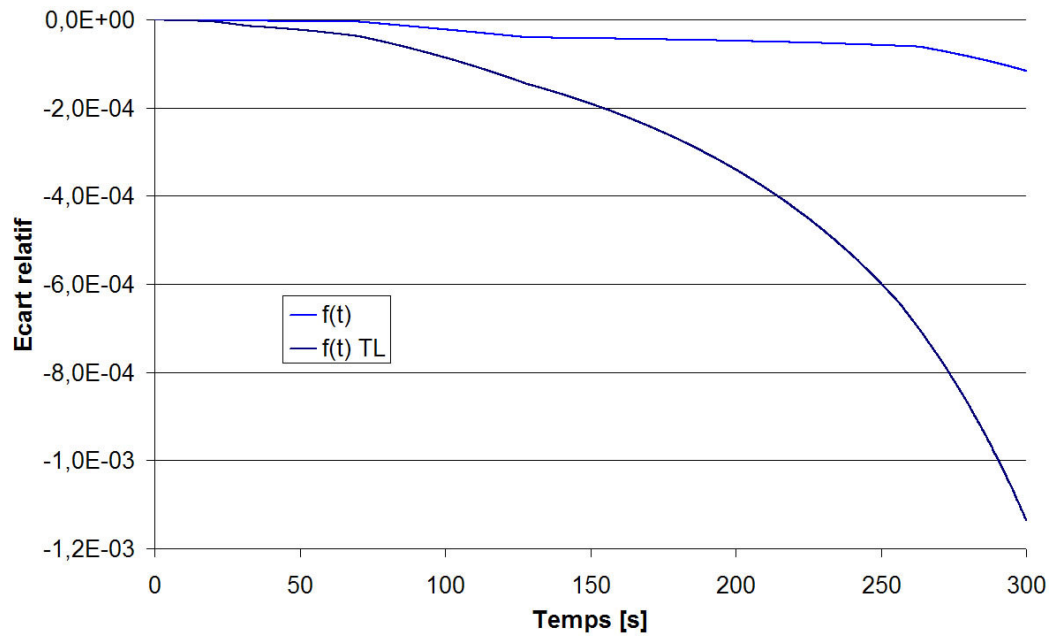


Figure 4.7 : écarts relatifs entre valeurs simulées et exactes de la position de  $f(t)$

On constate sur les figures 4.7 et 4.8 que les écarts obtenus avec le modèle transformé sont supérieurs à ceux observés précédemment avec le modèle initial. Leurs valeurs maximales restent toutefois très faibles, de l'ordre de 0,12 % pour  $f(t)$  et 0,11 % pour  $g(t)$ .

L'ensemble des figures présentées montre une correspondance satisfaisante entre les résultats des deux modèles (basés respectivement sur le système d'équation initial et sur le système modifié par la transformation de Landau) et les solutions exactes. Ces bons résultats permettent d'envisager l'application de la méthode des gradients conjugués au modèle transformé à frontières fixes pour l'identification de la conductivité thermique de la couche intermédiaire.

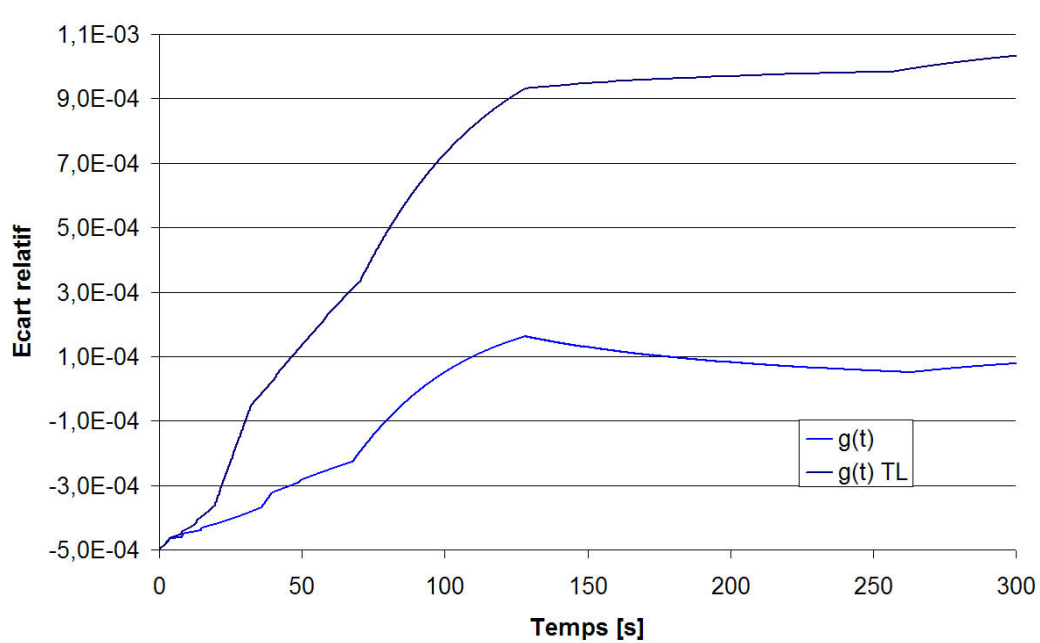


Figure 4.8 : écarts relatifs entre valeurs simulées et exactes de la position de  $g(t)$

## 4.2.Méthode du gradient conjugué

La méthode du gradient conjugué ([Minoux, 1983]) utilisée ici est particulièrement adaptée aux cas présentant un grand nombre de paramètres à identifier. Dans la situation présente, on considère la conductivité thermique de la couche intermédiaire définie dans la partie ablative (c'est à dire  $y \in [p, e]$ ). Cette conductivité est désignée par la suite par le terme  $\lambda_m(\theta)$ .

### 4.2.1. Formulation dans le cadre du problème exact

Pour cette situation décrite au paragraphe 4.1.2, la conductivité thermo dépendante est définie par :  $\lambda(\theta) = \theta \quad \forall y \in [0, p] \cup [e, 2e]$ . En pratique, on cherche à identifier le paramètre inconnu  $\lambda_m(\theta) \quad \forall y \in [p, e]$  comme une fonction continue linéaire par morceaux, sur une plage de températures fixée telle que, par exemple :  $\theta \in [-500, 2000]$ . Sur une telle plage, si on cherche à obtenir des segments sur des intervalles de longueur 100 K, alors on écrira :

$$\lambda_m(\theta) = \sum_{j=1}^{26} \lambda_j s_j(\theta) \quad [4.25]$$

où  $s_j(\cdot)$  pour  $j=1, \dots, 26$  forment la base des fonctions chapeaux (voir la figure ci dessous) :

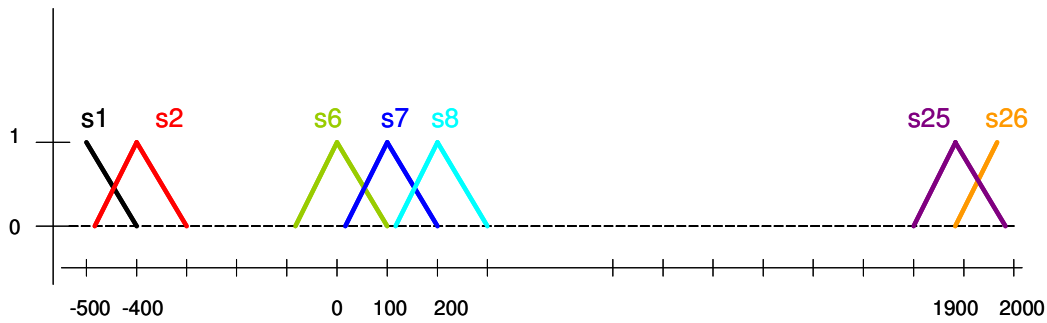


Figure 4.9 : la base des fonctions chapeaux  $s_j(\cdot)$  pour  $j=1, \dots, 26$  et  $\theta \in [-500, 2000]$

L'objectif est alors de déterminer les 26  $\lambda_j$  définissant les 25 segments de manière à reconstruire le lambda inconnu  $\lambda_m(\theta)$  comme une fonction continue linéaire par morceaux. Cette fonction est représentée par le vecteur suivant :

$$\vec{\lambda} = (\lambda_j)_{j=1, \dots, 26} \quad [4.26]$$

Cette formulation est très générale car elle ne paramétrise pas a priori la forme de la fonction  $\lambda_m(\theta)$ . Il est toujours possible de raffiner la discrétisation en augmentant la taille du vecteur  $\vec{\lambda}$  pour décrire des thermo dépendances plus fines (tous les 10 K par exemple).

Dans la situation présentée, il s'agit d'identifier l'ensemble des composantes du vecteur  $\vec{\lambda}$ . Pour ce faire, la méthode des gradients conjugués est mise en œuvre afin de minimiser l'écart quadratique entre des valeurs de température exactes (données par les solutions [4.22] à [4.24]) et des valeurs simulées (calculées à l'aide du modèle

numérique présenté au paragraphe précédent dans les équations [4.16] à [4.21]). Cet écart est représenté par la fonctionnelle suivante :

$$J(\bar{\lambda}) = \frac{1}{2} \int_T (\theta(0; t; \bar{\lambda}) - \hat{\theta}(t))^2 dt \quad [4.27]$$

avec :  $\theta(0; t; \bar{\lambda})$  : Température calculée par le modèle en face arrière ( $x = 0$ )

$\hat{\theta}(t)$  : Température exacte en ( $x = 0$ ) (voir équation [4.22])

$T$  : Intervalle de temps correspondant à l'existence de la phase visqueuse

Pour présenter la méthode des gradients conjugués, les notions de dérivée directionnelle et de gradient doivent être considérées (voir une présentation détaillée dans un cadre thermique dans [Abou Kachfe, 2000]). Dans ce qui suit le paramètre inconnu (la conductivité de la couche intermédiaire  $\lambda_m$ ) est noté  $Z$ . Dans le cas qui nous intéresse, où  $Z$  dépend de la température, on a en fait un vecteur de  $\mathbb{R}^{26}$  :  $Z = (z_i)_{i=1, \dots, 26}$ . Considérons  $\delta Z = (\delta z_i)_{i=1, \dots, 26}$ . Si l'on suppose que  $J$  est différentiable au sens de Gâteaux (ou G-différentiable) en  $Z$  [Gâteaux, 1919]), alors :

$$\begin{aligned} \delta J(Z, \delta Z) &= \lim_{\varepsilon \rightarrow 0} \left( \frac{J(z_1 + \varepsilon \delta z_1, \dots) - J(z_1, \dots)}{\varepsilon} + \frac{J(z_1, z_2 + \varepsilon \delta z_2, \dots) - J(z_1, z_2, \dots)}{\varepsilon} + \dots \right) \\ &= \sum_{i=1}^{26} (\delta J(Z, \delta z_i)) \end{aligned} \quad [4.28]$$

Puisque  $J : \mathbb{R}^{26} \rightarrow \mathbb{R}$  alors  $J'(Z) : \mathbb{R}^{26} \rightarrow \mathbb{R}^{26}$  et  $J'(Z) = \left( \frac{\partial J}{\partial z_1}, \dots, \frac{\partial J}{\partial z_{26}} \right)$

$$\text{On a aussi : } \langle J'(Z), \delta Z \rangle = \left\langle \begin{pmatrix} \frac{\partial J}{\partial z_1} \\ \vdots \\ \frac{\partial J}{\partial z_{26}} \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} \delta z_1 \\ \vdots \\ \delta z_{26} \end{pmatrix} \right\rangle = \sum_{i=1}^{26} \left\langle \frac{\partial J}{\partial z_i} \delta z_i \right\rangle$$

Où  $\langle u, v \rangle$  est le produit scalaire dans l'espace fonctionnel adéquat.

$$\text{or, } \frac{\partial J}{\partial z_i} = \lim_{\varepsilon \rightarrow 0} \frac{J(\dots, z_i + \varepsilon \delta z_i, \dots) - J(\dots, z_i, \dots)}{\varepsilon \delta z_i} \text{ donc}$$

$$\frac{\partial J}{\partial z_i} \delta z_i = \lim_{\varepsilon \rightarrow 0} \frac{J(\dots, z_i + \varepsilon \delta z_i, \dots) - J(\dots, z_i, \dots)}{\varepsilon} = \delta J(Z, \delta z_i)$$

ainsi :

$$\langle J'(Z), \delta Z \rangle = \sum_{i=1}^{26} (\delta J(Z, \delta z_i)) = \delta J(Z, \delta Z) \quad [4.29]$$

La minimisation de la fonctionnelle  $J(Z)$  par la méthode des gradients conjugués ([Minoux, 1983]) consiste à calculer itérativement l'argument  $Z^{n+1} \in \mathbb{R}^{26}$  tel que :

$$Z^{n+1} = Z^n - \gamma_n \vec{d}^n \quad [4.30]$$

avec :  $\gamma_n \in \mathbb{R}$  : profondeur de descente

$\vec{d}^n \in \mathbb{R}^{26}$  : direction de descente

Ainsi, la minimisation de la fonctionnelle  $J$  par la méthode des gradients conjugués repose sur les déterminations itératives de ces deux grandeurs. Un algorithme général permettant de réaliser cette minimisation est proposé dans [Minoux, 1983] et la forme suivante s'inspire de [Abou Kachfe, 2000].

1. Initialisation,  $n=0$  : la valeur initiale de  $\vec{\lambda}$  est choisie intuitivement (connaissance *a priori*) et appelée  $\vec{\lambda}^0$ . La direction de descente initiale est quant à elle définie par le gradient de la fonctionnelle  $J$  en  $\vec{\lambda}^0$ :

$$\vec{d}^0 = -\nabla J(\vec{\lambda}^0) = -\left( \left( \frac{\partial J}{\partial \lambda} \right)_{i=1, \dots, 26} \right) (\vec{\lambda}^0) \quad [4.31]$$

2. Itération  $n \leftarrow n+1$  : la valeur de  $\bar{\lambda}$  à l'itération  $n$  est appelée  $\bar{\lambda}^n$ , et définie par :

$$\bar{\lambda}^{n+1} = \bar{\lambda}^n + \gamma_n \bar{d}^n \quad [4.32]$$

Avec la profondeur de descente  $\gamma_n$  telle que :

$$\gamma_n = \arg \min_{\gamma \in \mathbb{R}} \left( J \left( \bar{\lambda}^n + \gamma \bar{d}^n \right) \right) \quad [4.33]$$

La direction de descente suivante  $\bar{d}^{n+1}$  est définie par :

$$\bar{d}^{n+1} = -\nabla J \left( \bar{\lambda}^{n+1} \right) + \beta_n \bar{d}^n \quad [4.34]$$

$$\text{Avec } \beta_n = \frac{\left\| \nabla J \left( \bar{\lambda}^{n+1} \right) \right\|^2}{\left\| \nabla J \left( \bar{\lambda}^n \right) \right\|^2}$$

3. Arrêt des itérations si  $J \left( \bar{\lambda}^{n+1} \right) \leq J_{adm}$ , et étape 2

Avec  $J_{adm}$  : seuil de tolérance pour la minimisation de la fonctionnelle quadratique  $J \left( \bar{\lambda} \right)$ . Différentes stratégies peuvent être suivies pour le choix de ce test d'arrêt, on peut se référer à [Hanke, 1995] par exemple.

La mise en oeuvre de cet algorithme nécessite donc deux étapes essentielles à chaque itération : la résolution de l'équation [4.33] pour déterminer la profondeur de descente et le calcul du gradient pour la définition de la prochaine direction de descente (équation [4.34]).

Pour l'équation [4.33], il est justifié dans [Abou Kachfe, 2000] et [Abou Kachfe et Jarny, 2001] de choisir à chaque itération :

$$\gamma_n = \frac{\int_T \left( \delta\theta(0;t;\bar{\lambda}^n) \left( \theta(0;t;\bar{\lambda}^n) - \hat{\theta}(t) \right) \right) dt}{\int_T \left( \delta\theta(0;t;\bar{\lambda}^n) \right)^2 dt} \quad [4.35]$$

Où  $\delta\theta(0;t;\bar{\lambda}^n)$  est la fonction de sensibilité définie par :

$$\delta\theta(0;t;\bar{\lambda}^n) = \lim_{\varepsilon \rightarrow 0} \frac{\theta(0;t;\bar{\lambda}^n + \varepsilon \bar{d}^n) - \theta(0;t;\bar{\lambda}^n)}{\varepsilon} \quad [4.36]$$

Ci-dessus,  $\delta\theta_{\varepsilon \bar{d}^n}$  est la variation de température provoquée par la variation  $\varepsilon \bar{d}^n$ . Compte tenu du fait que pour la situation étudiée un seul capteur est considéré (à la position  $y=0$ ), il convient de résoudre numériquement un problème varié plutôt que d'exprimer le problème de sensibilité (comme dans [Rouquette et. al, 2007], par exemple).

Le calcul du gradient de la fonctionnelle  $J$  est effectué en introduisant un problème adjoint basé sur une formulation Lagrangienne du problème de minimisation (avec contrainte sur l'état). On considère le problème direct (équations [4.2] à [4.9]) formulé en  $x \in [0; g(t)]$  avant transformation de Landau. On introduit alors l'équation de Lagrange suivante :

$$\ell(\theta, \lambda_m, \psi) = \frac{1}{2} \int_T \int_0^{g(t)} \left( \theta(x,t) - \hat{\theta}(t) \right)^2 \delta_0(x) dt dx + \int_T \int_0^{g(t)} \left( \rho C \frac{\partial \theta}{\partial t} - \text{div}(\lambda(\theta) \overline{\text{grad}} \theta) + B(x,t) \right) \psi dt dx \quad [4.37]$$

où :  $\psi(x,t)$  est le multiplicateur de Lagrange

$\delta_0(x)$  la distribution de Dirac au point  $x=0$

$$B(x,t) = -10^6 \left( 2 - [6.10^6] x^2 - 2t \right).$$

De plus  $\lambda(\theta) = \theta \quad \forall x \in ]0, p[ \cup ]f(t), g(t)[$  et  $\lambda(\theta) = \lambda_m(\theta) \quad \forall x \in ]p, f(t)[$ .

D'autre part, on a :

$$\delta\ell(\theta, \lambda_m, \psi) = \lim_{\varepsilon \rightarrow 0} \left( \frac{\ell(\theta + \varepsilon\delta\theta, \lambda_m, \psi) - \ell(\theta, \lambda_m, \psi)}{\varepsilon} + \frac{\ell(\theta, \lambda_m + \varepsilon\delta\lambda_m, \psi) - \ell(\theta, \lambda_m, \psi)}{\varepsilon} + \dots \right) \quad [4.38]$$

$$= \frac{\partial\ell}{\partial\theta}\delta\theta + \frac{\partial\ell}{\partial\lambda_m}\delta\lambda_m + \frac{\partial\ell}{\partial\psi}\delta\psi$$

Quand  $\psi(x, t)$  est fixé,  $\delta\psi(x, t) = 0$ , alors :  $\delta\ell = \frac{\partial\ell}{\partial\theta}\delta\theta + \frac{\partial\ell}{\partial\lambda_m}\delta\lambda_m$ .

d'où :

$$\delta\ell(\theta, \lambda_m, \psi) = \int_T \int_0^{g(t)} (\theta(x, t) - \hat{\theta}(t)) \delta_0(x) \delta\theta dt dx + \int_T \int_0^{g(t)} \left( \rho C \frac{\partial\delta\theta}{\partial t} - \Delta(\lambda(\theta)\delta\theta) \right) \psi dt dx + \dots \quad [4.39]$$

$$\dots \int_T \int_0^{g(t)} (-\text{div}(\delta\lambda \overline{\text{grad}}\theta)) \psi dt dx$$

Considérons le second terme :

- une première intégration par parties par rapport au temps donne :

$$\int_T \rho C \frac{\partial\delta\theta}{\partial t} \psi dt = [\rho C \delta\theta \psi]_{t=0}^{t=T_f} - \int_T \rho C \delta\theta \frac{\partial\psi}{\partial t} dt$$

- une première intégration par parties par rapport à  $x$  donne :

$$\int_0^{g(t)} (-\Delta(\lambda(\theta)\delta\theta)) \psi dx = \left[ -\frac{\partial(\lambda(\theta)\delta\theta)}{\partial x} \psi \right]_0^{g(t)} + \int_0^{g(t)} \frac{\partial(\lambda(\theta)\delta\theta)}{\partial x} \frac{\partial\psi}{\partial x} dx$$

- une seconde intégration par parties par rapport à  $x$  donne :

$$\int_0^{g(t)} (-\Delta(\lambda(\theta)\delta\theta)) \psi dx = \left[ -\frac{\partial(\lambda(\theta)\delta\theta)}{\partial x} \psi \right]_0^{g(t)} + \left[ \lambda(\theta)\delta\theta \frac{\partial\psi}{\partial x} \right]_0^{g(t)} - \int_0^{g(t)} \lambda(\theta)\delta\theta \Delta\psi dx$$

Ces équations sont simplifiées en considérant les conditions aux limites du problème de sensibilité :

- initialement :  $\delta\theta(x, t = 0) = 0$



- conditions aux limites  $\left. \frac{\partial(\lambda(\theta)\delta\theta)}{\partial x} \right|_{x=0} = 0$  ;  $\delta\theta|_{x=g(t)} = 0$

Ainsi,

$$\begin{aligned} \delta\ell(\theta, \lambda_m, \psi) &= \int_T^{g(t)} \int_0^{\theta(x,t) - \hat{\theta}(t)} \delta_0(x) \delta\theta dt dx + \int_0^{g(t)} \rho C \delta\theta(x, T_f) \psi(x, T_f) dt - \int_0^{g(t)} \int_T \rho C \delta\theta \frac{\partial\psi}{\partial t} dt dx \\ &+ \int_T \left\{ -\frac{\partial(\lambda(\theta)\delta\theta)}{\partial x} \psi(g(t), t) \right\} dt - \int_T \lambda(\theta(0, t)) \delta\theta(0, t) \frac{\partial\psi(0, t)}{\partial x} dt \\ &- \int_T \int_0^{g(t)} \{ \lambda(\theta) \delta\theta \Delta \psi \} dx dt + \int_T \int_0^{g(t)} \left( -\text{div}(\delta\lambda \overline{\text{grad}}\theta) \right) \psi dx dt \end{aligned}$$

En considérant maintenant le dernier terme et que :

$$\frac{\partial}{\partial x} \left( \delta\lambda \frac{\partial\theta}{\partial x} \right) \psi = \frac{\partial}{\partial x} \left( \delta\lambda \frac{\partial\theta}{\partial x} \psi \right) - \delta\lambda \frac{\partial\theta}{\partial x} \frac{\partial\psi}{\partial x} \text{ il vient :}$$

$$\begin{aligned} \int_T \int_0^{g(t)} \left( -\text{div}(\delta\lambda \overline{\text{grad}}\theta) \right) \psi dx dt &= \int_T \int_0^{g(t)} \left\{ -\frac{\partial}{\partial x} \left( \delta\lambda \frac{\partial\theta}{\partial x} \psi \right) + \delta\lambda \frac{\partial\theta}{\partial x} \frac{\partial\psi}{\partial x} \right\} dx dt \\ &= \int_T \left[ -\delta\lambda \frac{\partial\theta}{\partial x} \psi \right]_0^{g(t)} dt + \int_T \int_0^{g(t)} \delta\lambda \frac{\partial\theta}{\partial x} \frac{\partial\psi}{\partial x} dx dt \end{aligned}$$

D'où finalement :

$$\begin{aligned} \delta\ell(\theta, \lambda_m, \psi) &= \int_T \int_0^{\theta(x,t) - \hat{\theta}(t)} \delta_0(x) \delta\theta dt dx + \int_0^{g(t)} \rho C \delta\theta(x, t_f) \psi(x, t_f) dt - \int_0^{g(t)} \int_T \rho C \delta\theta \frac{\partial\psi}{\partial t} dt dx \\ &+ \int_T \left\{ -\frac{\partial(\lambda(\theta)\delta\theta)}{\partial x} \psi(g(t), t) \right\} dt - \int_T \lambda(\theta(0, t)) \delta\theta(0, t) \frac{\partial\psi(0, t)}{\partial x} dt \\ &- \int_T \int_0^{g(t)} \{ \lambda(\theta) \delta\theta \Delta \psi \} dx dt + \int_T \left[ -\delta\lambda \frac{\partial\theta}{\partial x} \psi \right]_0^{g(t)} dt + \int_T \int_0^{g(t)} \delta\lambda \frac{\partial\theta}{\partial x} \frac{\partial\psi}{\partial x} dx dt \end{aligned}$$

De plus, le multiplicateur de Lagrange  $\psi$  est fixé de telle sorte que :

$$\frac{\partial\ell}{\partial\theta} \delta\theta = 0 \quad , \quad \forall \delta\theta$$

On cherche donc à avoir :

$$\forall x \in [0, g(t_f)] \quad \psi(x, t_f) = 0 \quad [4.40]$$

Il s'agit ici d'une condition "initiale" : on a un problème rétrograde en temps.

Le système précédent devient alors :

$$\begin{aligned} \delta \ell(\theta, \lambda, \psi) = & \int_T \int_0^{g(t)} (\theta(x, t) - \hat{\theta}(t)) \delta_0(x) \delta \theta dt dx - \int_0^{g(t)} \int_T \rho C \delta \theta \frac{\partial \psi}{\partial t} dt dx \\ & + \int_T \left\{ -\frac{\partial(\lambda(\theta) \delta \theta)}{\partial x} \psi(g(t), t) \right\} dt - \int_T \lambda(\theta(0, t)) \delta \theta(0, t) \frac{\partial \psi(0, t)}{\partial x} dt \\ & - \int_T \int_0^{g(t)} \{ \lambda(\theta) \delta \theta \Delta \psi \} dx dt + \int_T \left[ -\delta \lambda \frac{\partial \theta}{\partial x} \psi \right]_0^{g(t)} dt + \int_T \int_0^{g(t)} \delta \lambda \frac{\partial \theta}{\partial x} \frac{\partial \psi}{\partial x} dt dx \end{aligned}$$

Toujours pour satisfaire  $\frac{\partial \ell}{\partial \theta} \delta \theta = 0$  ,  $\forall \delta \theta$  , on considère les doubles intégrales et  $\psi$  doit vérifier  $\forall (x, t) \in [0, g(t)] \times [0, T_f]$  :

$$(\theta(x, t) - \hat{\theta}(t)) \delta_0(x) - \left( \rho C \frac{\partial \psi}{\partial t} + \lambda(\theta) \Delta \psi \right) = 0$$

C'est à dire  $\forall (x, t) \in [0, g(t)] \times [0, T_f]$  :

$$\rho C \frac{\partial \psi}{\partial t} + \lambda(\theta) \Delta \psi = (\theta(x, t) - \hat{\theta}(t)) \delta_0(x) \quad [4.41]$$

C'est l'équation d'état (non physique à cause du signe des opérateurs différentiels).

Le système précédent devient alors :

$$\begin{aligned} \delta \ell(\theta, \lambda, \psi) = & \int_T \left\{ -\frac{\partial(\lambda(\theta) \delta \theta)}{\partial x} \psi(g(t), t) \right\} dt - \int_T \lambda(\theta(0, t)) \delta \theta(0, t) \frac{\partial \psi(0, t)}{\partial x} dt \\ & + \int_T \left[ -\delta \lambda \frac{\partial \theta}{\partial x} \psi \right]_0^{g(t)} dt + \int_T \int_0^{g(t)} \delta \lambda \frac{\partial \theta}{\partial x} \frac{\partial \psi}{\partial x} dt dx \end{aligned}$$

Toujours pour annuler  $\frac{\partial \ell}{\partial \theta} \delta \theta = 0$  ,  $\forall \delta \theta$  , on considère maintenant les conditions aux limites :

- On pose en  $x = 0$  (position du capteur)

$$\forall t \in [0, T_f] \quad \frac{\partial \psi(0, t)}{\partial x} = 0 \quad [4.42]$$

- en  $x = g(t)$  :

$$\forall t \in [0, T_f] \quad \psi(g(t), t) = 0 \quad [4.43]$$

Ainsi si  $\psi(x, t)$  est fixé de manière à satisfaire les équations ([4.40] à [4.43]) alors

$$\forall \delta \theta \quad \frac{\partial \ell}{\partial \theta} \delta \theta = 0.$$

$$\text{Ainsi, } \delta \ell(\theta, \lambda, \psi) = \frac{\partial \ell}{\partial \lambda} \delta \lambda$$

$$\text{On obtient : } \delta \ell(\theta, \lambda, \psi) = \int_T \left[ -\delta \lambda \frac{\partial \theta}{\partial x} \psi \right]_0^{g(t)} dt + \int_T \int_0^{g(t)} \delta \lambda \frac{\partial \theta}{\partial x} \frac{\partial \psi}{\partial x} dt dx$$

Considérant que  $\psi(g(t), t) = 0$  (d'après [4.43]) et que  $\frac{\partial \theta}{\partial x} \Big|_{x=0} = 0$  (d'après [4.6]) il vient

$$: \delta \ell(\theta, \lambda, \psi) = \int_T \int_0^{g(t)} \delta \lambda \frac{\partial \theta}{\partial x} \frac{\partial \psi}{\partial x} dt dx$$

Comme  $\langle J'(\lambda), \delta\lambda \rangle = \delta J(\lambda, \delta\lambda)$  et que  $\delta J = \delta\ell$  (car  $\theta$  étant solution du problème direct alors  $\ell = J$ ).

On en conclut que le gradient du critère est  $J'(\lambda) = \int_T \int_0^{g(t)} \frac{\partial\theta}{\partial x} \frac{\partial\psi}{\partial x} dt dx$ .

Comme  $\delta\lambda$  n'a de sens que dans la couche visqueuse on écrira :

$J'(\lambda) = \int_T \int_p^{f(t)} \frac{\partial\theta}{\partial x} \frac{\partial\psi}{\partial x} dt dx$ . En pratique  $\lambda_m(\theta)$  est parfaitement défini par un vecteur

(paramétrant une fonction continue et linéaire par morceaux).  $\lambda_m(\theta) = \sum_{i=1}^{26} \lambda_i s_i(\theta)$  où

$s_i(\theta)$  est la base des fonctions chapeaux. Le vecteur de paramètres recherchés est donc

$\vec{\lambda} = (\lambda_i)_{i=1, \dots, 26} \in \mathbb{R}^{26}$  et  $\delta\lambda_m = \sum_{i=1}^{26} s_i(\theta) \delta\lambda_i$ . En fait :

$$\delta J = \delta\ell = \langle J'(\lambda), \delta\lambda \rangle = \sum_{i=1}^n \langle J'(\lambda) s_i(\theta), \delta\lambda_i \rangle.$$

Ainsi la  $i^{\text{ème}}$  composante du vecteur gradient est :

$$J'_i = \int_T \int_p^{f(t)} \frac{\partial\theta}{\partial x} \frac{\partial\psi}{\partial x} s_i(\theta(x,t)) dt dx \quad [4.44]$$

La résolution du problème adjoint (équations [4.40] à [4.43]) permet donc le calcul du gradient à chaque itération et donc celui de la direction de descente [4.34]. En pratique, la transformation de Landau est mise en oeuvre autant pour le problème direct (équations [4.2] à [4.9]) que pour le problème adjoint (équations [4.40] à [4.43]). Ce changement de variable ayant déjà été explicité et validé au paragraphe 4.1.2, il n'est pas développé ci-après.

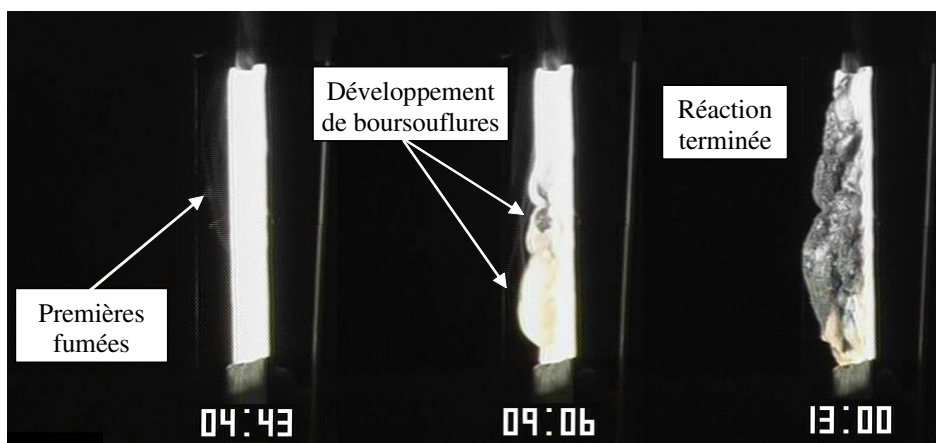
Dans le paragraphe suivant, la campagne expérimentale menée au Four Solaire Principal est présentée. Elle a permis de mesurer les températures en face arrière de l'échantillon exposé à un flux thermique provoquant l'apparition de la couche visqueuse.

### 4.3. Campagne expérimentale au Four Solaire Principal

Les valeurs expérimentales de température nécessaires à la démarche d'identification exposée au paragraphe précédent sont mesurées lors d'un essai au four solaire principal impliquant un montage similaire à celui qui est présenté sur la figure 3.27. L'échantillon est une plaque d'acier carrée de 10 cm de côté et d'une épaisseur de 2 mm, recouverte d'une couche d'accroche et d'une couche de peinture intumescente. Le protocole expérimental consiste à soumettre l'échantillon à un flux thermique constant calibré de manière à ce que la réaction d'intumescence ait lieu à vitesse modérée. Le dispositif métrologique associé se compose de :

- 5 thermocouples soudés en face arrière de la plaque d'acier pour les mesures de température. Leur emplacement est identique à ce qui est indiqué sur la figure 3.30a.
- 1 caméra vidéo qui filme le profil de l'échantillon.

L'objectif de l'essai est d'obtenir l'évolution de température de la face arrière de l'échantillon en fonction du temps  $\hat{\theta}(t)$  pendant la période d'existence de la couche visqueuse. La durée totale du test recouvre l'ensemble de la réaction, jusqu'à ce que la peinture soit entièrement carbonneuse, mais seules les températures mesurées entre le début de la réaction de pyrolyse et la fin de la carbonisation de la phase visqueuse sont exploitées. Cette période est déterminée par l'observation des images prises par la caméra vidéo qui filme l'échantillon. Les figures 4.10a, 4.10b et 4.10c illustrent les différentes étapes de la réaction telles qu'elles peuvent être identifiées d'après les images vidéo.



Figures 4.10a à 4.10c : identification des étapes de la réaction d'après les images vidéo

Le début de la réaction de pyrolyse, qui marque la naissance de la couche visqueuse, est caractérisé par un important dégagement de fumée et l'apparition progressive de boursouffures sur la surface de la peinture (figure 4.10a). Ce gonflement accompagné de fumée se poursuit tout au long de la réaction (figure 4.10b), jusqu'à la disparition totale de la couche visqueuse (figure 4.10c). L'examen de la vidéo a permis de déterminer que les bornes temporelles de la réaction se situent entre 283 et 780 secondes, comme indiqué sur les thermogrammes suivants (figure 4.11) :

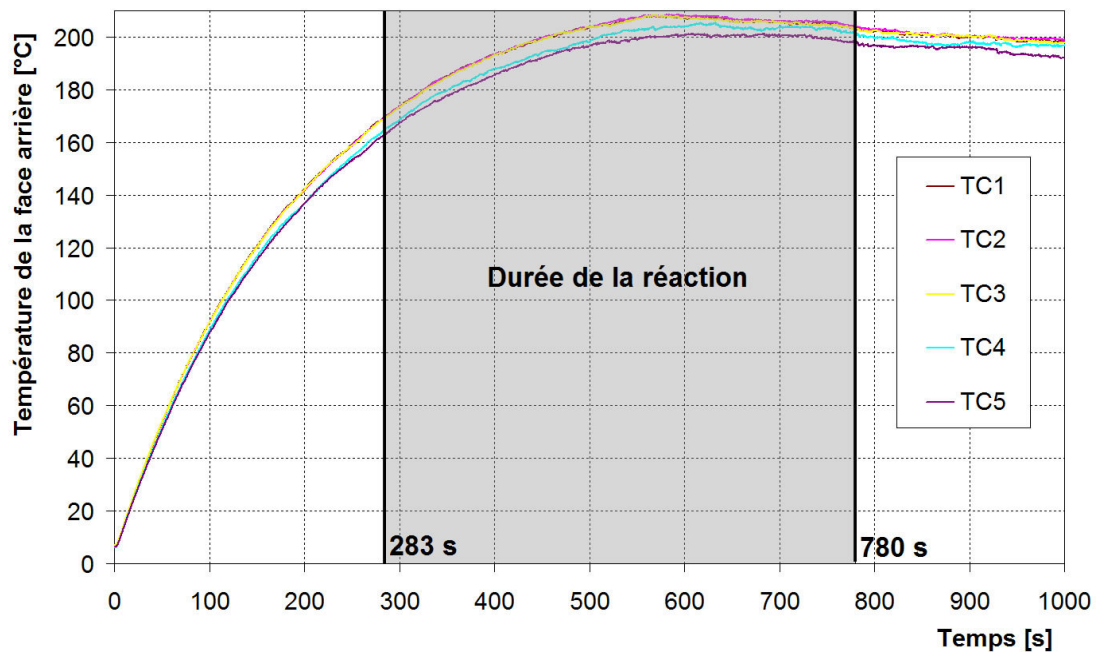


Figure 4.11 : évolution de la température de la face arrière de l'échantillon

La moyenne des températures fournies par les 5 thermocouples est ainsi calculée, et son évolution entre  $t = 283 \text{ s}$  et  $t = 780 \text{ s}$  est égale à  $\hat{\theta}(t)$ . L'identification du vecteur de conductivités thermiques  $\vec{\lambda}$  peut donc être réalisée en résolvant le problème inverse.

#### 4.4.Méthode du gradient conjugué - cas réel

Dans cette partie, nous nous proposons de formuler les équations nécessaires à l'identification du vecteur conductivité thermique  $\vec{\lambda}$  dans la couche visqueuse à partir de la méthode du gradient conjugué. Rappelons que lorsque le matériau se trouve dans cet état, il est indispensable de considérer la thermo dépendance de sa conductivité

thermique. Les expérimentations menées à partir du four solaire principal (cf. paragraphe 4.3) nous ont permis de déterminer la plage temporelle sur laquelle il est nécessaire de considérer les températures expérimentales  $\hat{\theta}(t)$  afin d'identifier ces paramètres, à savoir  $t \in [283; 780]$  secondes. Dans ce qui suit, les équations du problème direct, du problème de sensibilité ainsi que du problème adjoint transformés afin de s'affranchir des frontières libres seront détaillées.

#### 4.4.1. Résolution du problème direct transformé

On considère le modèle direct reposant sur le système d'équations transformé par [4.1], [4.14] et [4.15] appliqué sur le domaine géométrique de la figure 4.2. De la même manière que précédemment, la couche  $y \in ]p, e[$  correspond au matériau ablatif et ce sont ses propriétés intrinsèques qui vont être modifiées afin de prendre en compte son ablation  $x \in ]p, f(t)[$ .

Le système d'équations suivant reproduit dorénavant le comportement thermocinétique propre à la réaction d'intumescence, et décrit la perte de masse dans un tri-couche dont les frontières sont fixes :

$$\kappa(y, t) = \begin{cases} A \exp\left(-\frac{E}{R\theta(y, t)}\right) & \text{si } \theta(y, t) \geq \theta_v \text{ et } y \in [p, e] \\ 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad [4.45]$$

$$\dot{m}''(t) = \int_p^e \rho_2 \kappa(y, t) dy \quad [4.46]$$

$$\vec{V}_a(t) = -\frac{df(t)}{dt} \vec{u} = -f'(t) \vec{u} = -\frac{1}{(e-p)K_1(t)} \int_p^e \kappa(y, t) dy \vec{u} \quad [4.47]$$

avec :  $K_1(t) = \frac{1}{f(t) - e}$

$$\vec{V}_g(t) = k_g \vec{V}_a(t) \quad [4.48]$$

$$\frac{dg(t)}{dt} \bar{u} = g'(t) \bar{u} = \bar{V}_a(t) + \bar{V}_g(t) = (1+k_g) \bar{V}_a(t) \quad [4.49]$$

Pour la gestion des transferts de chaleur au sein du sous domaine n°1 correspondant au substrat  $\forall (y,t) \in ]0, p[ \times T$  :

$$\rho_1 C_1 \frac{\partial \theta(y,t)}{\partial t} - \frac{\partial}{\partial y} \left( \lambda_1(\theta) \frac{\partial \theta(y,t)}{\partial y} \right) = 0 \quad [4.50]$$

En considérant que la conductivité thermique de l'acier a une dépendance (bien que faible) à la température.

Les transferts de chaleur au sein du sous domaine n°2, correspondant à la couche de peinture ablative  $\forall (y,t) \in ]p, e[ \times T$  :

$$\begin{aligned} \rho_2 C_2 (1 - K_1(t)(y-p)f'(t)) \frac{\partial \theta(y,t)}{\partial t} - K_1^2(t)(p-e)^2 \frac{\partial}{\partial y} \left( \lambda_2(\theta) \frac{\partial \theta(y,t)}{\partial y} \right) \\ = -\rho_2 \kappa(y,t) H_p \end{aligned} \quad [4.51]$$

Dans le sous domaine n°3, correspondant à la couche croissante  $\forall (y,t) \in ]e, 2e[ \times T$  :

$$\begin{aligned} \rho_3 C_3 (1 - K_2(t)((y-e)g'(t) - (y-2e)f'(t))) \frac{\partial \theta(y,t)}{\partial t} \\ - K_2^2(t)e^2 \frac{\partial}{\partial y} \left( \lambda_3(\theta) \frac{\partial \theta(y,t)}{\partial y} \right) = 0 \end{aligned} \quad [4.52]$$

$$\text{avec } K_2(t) = \frac{1}{g(t) - f(t)}$$

L'adaptation des propriétés thermiques de la couche croissante en fonction de sa température :

$$\begin{cases} \rho_3 \\ C_3 \\ \lambda_3 \end{cases} = \begin{cases} \rho_{visq} \\ C_{visq} \\ \lambda_{visq} \end{cases} \quad \text{pour } \theta(y,t) < \theta_{char} ; \quad \begin{cases} \rho_3 \\ C_3 \\ \lambda_3 \end{cases} = \begin{cases} \rho_{char} \\ C_{char} \\ \lambda_{char} \end{cases} \quad \text{pour } \theta(y,t) \geq \theta_{char} \quad [4.53]$$



La condition limite sur la face supérieure, en  $y = 2e \quad \forall t \in T$  s'écrit :

$$-\lambda_3(\theta) e K_2(t) \frac{\partial \theta(y, t)}{\partial y} = h(\theta)(\theta(y, t) - \theta_{ext}) - \alpha_3 \Phi(t) \quad [4.54]$$

Notons que cette équation est écrite dans le cas général où le coefficient d'échange convectif peut être lui aussi thermo dépendant.

Les contacts aux interfaces sont toujours considérés parfaits, les conditions aux limites  $y = e$  et  $y = p$  impliquent donc la continuité des flux et des températures :

$$\lambda_3 \frac{\partial \theta(e_{inf}, t)}{\partial y} = \lambda_2 \frac{\partial \theta(e_{sup}, t)}{\partial y} \quad [4.55]$$

$$\theta(e_{inf}, t) = \theta(e_{sup}, t) \quad [4.56]$$

En  $y = p$  :

$$\lambda_2 \frac{\partial \theta(p_{inf}, t)}{\partial y} = \lambda_1 \frac{\partial \theta(p_{sup}, t)}{\partial y} \quad [4.57]$$

$$\theta(p_{inf}, t) = \theta(p_{sup}, t) \quad [4.58]$$

La condition limite sur la face arrière de l'échantillon  $y = 0 \quad \forall t \in T$  :

$$\lambda_1(\theta) \frac{\partial \theta(y, t)}{\partial y} = h(\theta)(\theta(y, t) - \theta_{ext}) \quad [4.59]$$

Les conditions initiales de température et de position des frontières s'écrivent quant à elles  $\forall y \in [0, 2e], \quad t = 0$  :

$$\theta(y, 0) = \theta_{ext} \quad f(0) = g(0) = e \quad [4.60]$$

En considérant ce nouveau système d'équations pour le problème direct, le problème de sensibilité transformé peut être écrit en tenant compte du changement de variables exprimé par l'équation [4.1].

#### 4.4.2. Résolution du problème de sensibilité transformé

L'algorithme de minimisation du gradient conjugué présenté précédemment nécessite la détermination des paramètres  $\gamma_n$  et  $\vec{d}^n$ , respectivement profondeur de descente et direction de descente. Le premier d'entre eux est défini pour chaque itération  $n$  de l'algorithme par la relation suivante :

$$\gamma_n = \arg \min_{\gamma \in \mathbb{R}} \left( \frac{1}{2} \int_T \left( \theta(0;t; \vec{\lambda}^n + \gamma \vec{d}^n) - \hat{\theta}(t) \right)^2 dt \right) \quad [4.61]$$

La solution de cette équation est donnée par :

$$\gamma_n = \frac{\int_T \left( \delta\theta(0;t; \vec{\lambda}^n) \left( \theta(0;t; \vec{\lambda}^n) - \hat{\theta}(t) \right) \right) dt}{\int_T \left( \delta\theta(0;t; \vec{\lambda}^n) \right)^2 dt} \quad [4.62]$$

où  $\delta\theta(0;t; \vec{\lambda}^n)$  est la fonction de sensibilité définie par :

$$\delta\theta(0;t; \vec{\lambda}^n) = \lim_{\varepsilon \rightarrow 0} \frac{\delta\theta_{\varepsilon \vec{d}^n}}{\varepsilon} = \lim_{\varepsilon \rightarrow 0} \frac{\theta(0;t; \vec{\lambda}^n + \varepsilon \vec{d}^n) - \theta(0;t; \vec{\lambda}^n)}{\varepsilon} \quad [4.63]$$

$\delta\theta_{\varepsilon \vec{d}^n}$  est la variation de température provoquée par la variation  $\varepsilon \vec{d}^n$ . Le terme  $\theta^+ = \theta(0;t; \vec{\lambda}^n + \varepsilon \vec{d}^n)$  est la solution du problème de sensibilité transformé associé au problème direct transformé.

### 4.4.3. Résolution du problème adjoint

La direction de descente est obtenue en résolvant le problème adjoint basé sur l'équation de Lagrange associée à la fonction de minimisation suivante :

$$\begin{aligned} \ell(\theta, \lambda_m, \psi) = & \frac{1}{2} \int_T \int_0^{g(t)} (\theta(y,t) - \hat{\theta}(t))^2 \delta_0(y) dt dy \\ & + \int_T \int_0^{2e} \left( \rho C \frac{\partial \theta}{\partial t} - \text{div}(\lambda(\theta) \overrightarrow{\text{grad}} \theta) + B(\theta) \right) \psi dt dy \end{aligned} \quad [4.64]$$

En suivant le même cheminement que dans le paragraphe 4.2.1, le problème adjoint rétrograde en temps peut s'écrire :

$$\forall (y,t) \in ]0, p[ \times T \quad \frac{\partial \psi(y,t)}{\partial t} + \lambda_1(\theta) \frac{\partial^2 \psi(y,t)}{\partial y^2} = (\theta - \hat{\theta}) \delta_0(y) \quad [4.65]$$

$$\forall (y,t) \in ]p, e[ \times T$$

$$-\rho_2 C_2 (1 - K_1(t)(y-p) f'(t)) \frac{\partial \psi}{\partial t} - \lambda_2(\theta) K_1^2(t) (e-p)^2 \frac{\partial^2 \psi(y,t)}{\partial y^2} + \psi \frac{\partial B(\theta)}{\partial \theta} = 0 \quad [4.66]$$

$$\forall (y,t) \in ]e, 2e[ \times T$$

$$-\rho_3 C_3 (1 - K_2(t)((y-e)g' + (y-2e)f')) \frac{\partial \psi}{\partial t} - \lambda_3(\theta) K_2^2(t) e^2 \frac{\partial^2 \psi(y,t)}{\partial y^2} = 0 \quad [4.67]$$

$$y = \{0, 2e\}, \quad \forall t \in T$$

$$\psi(0,t) = \frac{\partial \psi(0,t)}{\partial y} = 0 \quad ; \quad \psi(2e,t) = \frac{\partial \psi(2e,t)}{\partial y} = 0 \quad [4.68]$$

$$\forall y \in [0, 2e] \quad \psi(y, t_f) = 0 \quad [4.69]$$

Une fois  $\theta(y,t)$  calculé, on peut en déduire  $\theta(x,t)$  et, comme précédemment le gradient du critère peut s'écrire à la  $i^{\text{ème}}$  composante :

$$J'_i = \int_T \int_p^{f(t)} \frac{\partial \theta}{\partial y} \frac{\partial \psi}{\partial y} s_i(\theta(y,t)) dt dy \quad [4.70]$$

En considérant que  $\lambda$  est une fonction continue et linéaire par morceaux telle que définie équation [4.25].

La résolution itérative du problème direct (évaluant le critère), du problème adjoint (pour le calcul du gradient du critère et donc de la prochaine direction de descente) et du problème de sensibilité dans la direction de descente (pour estimer la profondeur de descente), permettra d'identifier la conductivité thermique de la couche visqueuse.

## 4.5. Bilan

Ce chapitre présente les premières étapes du développement d'une démarche spécifiquement dédiée à l'identification de la conductivité thermique non linéaire de la couche réactive de peinture intumescence.

Les protocoles mis en œuvre au chapitre précédent pour identifier la diffusivité thermique des couches vierge et charbonneuse de peinture ne sont pas adaptés à l'étude d'un matériau dont la géométrie évolue avec le temps et les propriétés avec la température. Une démarche originale, basée sur la méthode du gradient conjugué, est donc proposée pour identifier la conductivité thermique de la couche réactive.

Cette méthode a été développée dans un premier temps pour une situation académique, basée sur un système d'équations semblable à celui du problème réel mais admettant des solutions exactes. Ce modèle simplifié décrit l'élévation de température et le déplacement des frontières mobiles d'un matériau multicouches soumis à une température imposée en face avant et à une condition de flux nul en face arrière. Afin de s'affranchir du déplacement des frontières libres du domaine géométrique (ce qui complique la résolution du problème de sensibilité associé à ce problème direct), un changement de variable (transformation de Landau) est introduit. Le domaine résultant présente une géométrie comptant trois couches distinctes dont les frontières sont immobiles, et dont la partie intermédiaire correspond à la couche réactive. La validité de ce changement de variable est évaluée en comparant les résultats obtenus par chacun des modèles (transformé et non transformé) aux solutions exactes de température et de position des frontières libres, et les écarts relatifs observés, tous inférieurs à 0,5 %, permettent d'envisager le recours à cette méthode pour l'identification de la conductivité thermique de la couche intermédiaire.

Dans un second temps, une démarche expérimentale utilisant le Four Solaire Principal est mise en œuvre pour mesurer la température en face arrière d'une plaque revêtue de peinture intumescence et soumise à un flux thermique permettant le développement de la couche réactive.

Considérant ces mesures, la procédure d'identification est explicitée pour les équations décrivant le phénomène d'intumescence.

## 4.6. Bibliographie

- Abou Kachfe, R. “Résolution numérique de problèmes inverses 2D non linéaires de conduction de la chaleur par la méthode des éléments finis et l’algorithme du gradient conjugué – Validation expérimentale”, *Thèse de doctorat Université de Nantes*, 234 pages, juin 2000.
- Abou Khachfe, R. et Jarny, Y. “Determination of heat sources and heat transfer coefficient for two dimensional heat flow – numerical and experimental study”, *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 44, pp. 1309-1322, 2001.
- Alifanov, O.M. “Inverse Heat Transfer Problems”, *Springer-Verlag*, pp. 348, 1994.
- Alifanov, O.M. Artyukhin, E.A. et Rumyantsev, S.V. “Extreme Methods for Solving Ill-Posed Problems with Applications to Inverse Heat Transfer Problems”, *New-York, Begell house Inc*, 1995.
- Autrique, L. Leyris, J.P. et Ramdani, N. “Optimal sensor location: an experimental process for the identification of moving heat sources”, *15th World Congress IFAC, Barcelone, Espagne*, 2002.
- Gâteaux, R. « Fonctions d'une infinité de variables indépendantes », *Bulletin de la Société Mathématique de France*, N° 47, 70-96, 1919.
- Hanke, M. “Conjugate Gradient Type Methods for Ill-Posed Problems”, *ed. Chapman & Hall*, 144 pages, 1995.
- Landau, H.G. “Heat conduction in a melting solid”, *Quarterly of Applied Mathematics* 8 (1), pp. 81–95, 1951.
- Minoux, M. « Programmation mathématique : Théorie et algorithmes », *ed. Dunod, Vol. 1 et 2*, 1983.
- Rouquette, S. Autrique, L. Chaussavoine, C. et Thomas, L. “Identification of influence factors in a thermal model a plasma assisted chemical vapour deposition process”, *Inverse Problems in Science and Engineering*, Vol. 15, n° 5, pp. 489-515, mars 2007.
- Staggs, J.E.J. “Heat and mass transport in developing chars”, *Polymer Degradation and Stability* 82, 297–307, 2003.

Ucinski, D. “Optimal measurement methods for distributed parameter system identification”, *CRC Press*, pp. 371, 2005.

## **Conclusion et perspectives**

Les trois thèmes principaux abordés dans cette thèse sont l'étude expérimentale des peintures intumescentes, la modélisation de leur comportement et l'identification de certaines de leurs propriétés thermiques.

Le premier chapitre, entièrement consacré au premier de ces sujets, est fortement influencé par la problématique militaire de l'étude : il repose en effet sur une analyse complète du comportement des peintures intumescentes face à des sollicitations correspondant à des agressions thermiques fréquemment rencontrées sur le champ de bataille. La présentation du fonctionnement des peintures intumescentes et de leurs performances dans le secteur civil est complétée par plusieurs campagnes expérimentales d'essais impliquant le Four Solaire Principal comme source de flux pour la simulation d'agressions « longues » (incendies) et « courtes » (BLEVE et explosions nucléaires). Ces tests ont notamment démontré la bonne adaptation de l'ensemble des moyens expérimentaux mis en œuvre à l'étude des performances des peintures intumescentes sur différents types d'échantillons, permettant ainsi d'envisager la conduite de campagnes d'essais futures au Four Solaire Principal. Les performances des peintures intumescentes observées dans ce contexte (efficacité contre les hauts flux thermiques, capacité de régénération dans certaines conditions, etc.) permettent notamment d'affirmer qu'elles constituent une option valide pour la protection de matériel militaire en conditions de combat.

La modélisation du comportement des revêtements intumescents sous hauts flux fait l'objet du deuxième chapitre. Les résultats qui y sont présentés montrent qu'en dépit d'une relative simplicité, le modèle mathématique développé lors de cette étude permet de décrire de façon réaliste la réaction d'intumescence ainsi que les transferts de chaleur au sein d'un système composé d'un substrat revêtu d'une couche de revêtement. Contrairement à l'approche adoptée par certains auteurs, le modèle présenté ici ne décrit pas les phénomènes chimiques complexes intervenant lors de la réaction d'intumescence, et se base sur une description cinétique simplifiée. Les analyses de sensibilité réalisées sur le modèle ont démontré que les propriétés telles que la



diffusivité thermique des différentes couches de peinture étaient des paramètres « clés » à bien connaître pour améliorer la précision des résultats.

En considérant ces résultats d'étude de sensibilité, des démarches d'identification paramétrique sont mises en place, et décrites dans les deux derniers chapitres de cette thèse. Dans un premier temps, les protocoles d'identification de la diffusivité thermique de la couche de peinture vierge et de la couche charbonneuse par méthodes périodiques sont présentés. Ces études ont nécessité le développement de modèles mathématiques indépendants pour calculer les déphasages théoriques entre une sollicitation périodique et la réponse des échantillons testés. Plusieurs moyens d'essais expérimentaux ont également été utilisés pour les mesures de déphasages, on peut notamment retenir deux aspects originaux :

- La mise en œuvre du Four Solaire Principal en tant que source de sollicitation périodique, qui a permis d'identifier la diffusivité thermique de la couche charbonneuse de matériau intumescent.
- L'utilisation du Four à Image de Lampe dans une configuration similaire, validée sur un matériau isolant de référence. Le recours à ce dispositif expérimental peut notamment être envisagé à titre de « solution de secours » lorsque l'ensoleillement ne permet pas de réaliser d'essais de longue durée au FSP.

En complément de ces protocoles d'identification par méthodes périodiques, la technique des gradients conjugués a été appliquée dans le cadre d'une démarche visant à identifier la conductivité thermique non linéaire de la couche réactive de peinture intumescente. Ces travaux, qui font l'objet du dernier chapitre, ont nécessité le développement d'un modèle mathématique simplifié permettant de valider l'ensemble de la démarche, ainsi que l'utilisation de la Transformation de Landau permettant de s'affranchir des frontières mobiles du domaine géométrique.

Les perspectives ouvertes par cette étude sont nombreuses, et portent sur l'ensemble des thèmes abordés.

Les tests de performance des peintures intumescentes au FSP sont poursuivis dans le cadre d'une collaboration du groupe EHF avec le CAEPE (Centre d'Achèvement et d'Essais des Propulseurs et Engins). Ils impliquent plusieurs campagnes de tests prévues pour la fin de l'année 2009, portant principalement sur la protection de matériaux composites intervenant notamment dans la fabrication de tubes de missiles.

En termes de modélisation, plusieurs évolutions sont à envisager. Dans un premier temps, une étude plus fine des phénomènes physico-chimiques intervenant lors de la réaction d'intumescence permettrait de mettre au point un modèle plus complexe, basé sur une structure autorisant une description plus réaliste de la cinétique de la réaction. D'autre part, le développement de modèles 2D (abordé à la fin du chapitre 2) voire 3D donnerait la possibilité de traiter des situations plus diverses, notamment en prenant en compte des géométries complexes de pièces d'architecture telles que des poutres IPE et IPN par exemple. L'introduction de ce type d'éléments permettra à terme de décrire les phénomènes de « gonflement concurrentiel ». Ils surviennent lorsque deux éléments revêtus de peinture intumescente sont exposés à un flux thermique élevé, et que les surfaces de leurs revêtements respectifs entrent en contact du fait de leur gonflement. Les photographies ci-dessous présentent un exemple de situation typique pouvant donner lieu à ces phénomènes :



L'identification des propriétés thermiques de la peinture intumescente est un point crucial de cette étude. Les résultats obtenus sur les couches vierge et charbonneuse de peinture (présentés au chapitre 3) permettent en particulier d'améliorer la précision des différents modèles de comportements développés ou en cours de développement. Cependant, les analyses de sensibilité ont démontré que d'autres entrées avaient une grande influence sur les résultats, notamment les paramètres thermocinétiques A (facteur pré-exponentiel) et E (énergie d'activation de la réaction). En complément d'une analyse plus fine du comportement physico-chimique des peintures, une étude thermodynamique (pouvant notamment impliquer des mesures en calorimétrie différentielle) est à envisager afin de déterminer précisément les valeurs de ces paramètres.