

# Modélisation expérimentale de revêtements intumescents et identification de propriétés thermiques

Mathieu GILLET, Laurent AUTRIQUE, Laetitia PEREZ

Délégation Générale pour l'Armement, groupe Expertise Hauts Flux  
BP59, 66121 Font-Romeu cedex, France

[Gillet.ghf@wanadoo.fr](mailto:Gillet.ghf@wanadoo.fr), [Autrique@univ-perp.fr](mailto:Autrique@univ-perp.fr), [Laetitia.perez@univ-perp.fr](mailto:Laetitia.perez@univ-perp.fr)

**Résumé** - Les matériels militaires utilisés sur le champ de bataille peuvent être exposés à des agressions thermiques violentes, telles que des incendies ou des explosions. Protéger les personnes et améliorer la durée de vie des matériels engagés en combat est une priorité et implique la mise en œuvre de dispositifs de protection optimisés. Les peintures intumescentes possèdent la propriété de gonfler lorsqu'elles sont chauffées, formant un épais système multicouche permettant d'assurer l'isolation thermique du matériau qu'elles recouvrent (appelé substrat). Afin de caractériser l'efficacité de tels revêtements dans le contexte militaire et d'identifier leurs propriétés physiques, une campagne d'essais expérimentaux est menée au Four Solaire Principal de la DGA. Un modèle mathématique décrivant le comportement des peintures intumescentes a été mis au point et validé par des expérimentations dans le cadre d'agressions de longues durées. Il a été démontré que l'approche utilisée demeure pertinente dans le cas d'explosions brèves et violentes. Toutefois, la connaissance des paramètres d'entrées pertinents du modèle nécessite des procédures d'identification de ces paramètres. Une démarche complète (modélisation, analyse de sensibilité, expérimentation, minimisation par erreur de sortie) est présentée. Celle-ci est basée sur l'analyse dans l'espace des fréquences des ondes de températures résultantes d'une excitation surfacique modulée.

**Mots-clés** - Peintures intumescentes – Modélisation numérique – Identification paramétrique –

## I. INTRODUCTION

Dans le but de prolonger la durée de vie de matériels militaires pouvant être exposés à des agressions thermiques potentiellement violentes (incendies, explosions, lasers, etc.), la protection active par revêtement intumescent représente une solution efficace et avantageuse à plus d'un titre. Le recours à ce type de protection peut en effet être envisagé pour une vaste gamme de matériels, allant du véhicule de transport à la munition autopropulsée. Les revêtements intumescents réagissent lorsqu'ils sont soumis à une agression thermique en formant progressivement un système multicouche dont la composition varie suivant les étapes du processus réactif entre une et trois couches stratifiées : une couche neutre de peinture vierge, une couche réactive visqueuse, et une couche charbonneuse solidifiée. Cet ensemble assure l'isolation thermique du substrat durant la phase réactive ainsi qu'en fin de réaction, notamment grâce au caractère poreux de la couche carbonisée, qui lui confère

une résistance thermique importante. La composition chimique et le processus réactif sont exposés dans [4], [5], et l'évolution du système est schématisé dans la figure 1.

## II. MODELISATION MONODIMENSIONNELLE

La modélisation de ces phénomènes a déjà été entreprise dans le cadre d'incendies [11], [3] (i.e. agression correspondant à un flux thermique stationnaire), mais il est intéressant d'étudier la réponse d'un revêtement intumescent à une agression de type explosion BLEVE, afin d'étendre le domaine de validité du modèle.

### A. Définition d'une BLEVE

Ce type d'explosion correspond à la ruine complète d'un réservoir pressurisé contenant un liquide dont la température est très supérieure à sa température d'ébullition à pression atmosphérique. La cause de la ruine est la perte de confinement amenant à la dépressurisation du contenu du réservoir (suite à l'impact d'un projectile par exemple). Un cas typique de BLEVE est l'explosion du réservoir de GPL d'un véhicule, qui peut donner naissance à une boule de feu et avoir des conséquences meurtrières. Le déroulement d'une explosion de type BLEVE est décomposé en 3 étapes selon le modèle TRC [13], [14]. Ce modèle permet de calculer le flux reçu par une cible exposée à une BLEVE en fonction des dimensions de la boule de feu et de sa distance à la cible.

### B. Considérations préliminaires

On note  $\theta(x,t)$  la température à la profondeur  $x$  à l'instant  $t \in T$ . On considère, pour la modélisation de l'évolution de  $\theta(x,t)$ , les transferts thermiques au sein du substrat (plaque d'acier  $x \in ]0, e[$ ).

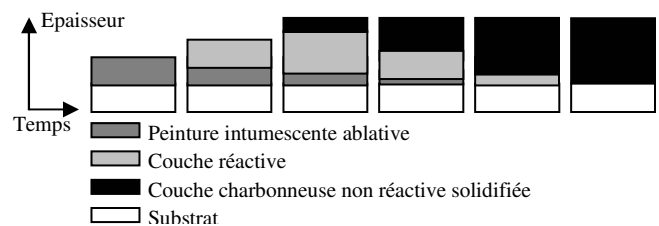


Fig. 1. Evolution de la structure du système lors d'une agression

Le revêtement actif est un système multicouche, composé d'une couche en régression (correspondant à la peinture ablative  $x \in ]e, f(t)[$ ) et d'une couche en expansion (comprenant la couche réactive gonflante et la couche carbonneuse  $x \in ]f(t), g(t)[$ ) superposées. Le choix d'une approximation monodimensionnelle a été validé dans la configuration étudiée. La simulation des phénomènes repose sur la résolution numérique (par la méthode des différences finies) des systèmes d'équations aux dérivées partielles présentés dans ce qui suit.

### C. Modélisation de la couche ablative

Des études expérimentales ont montré que la température de l'échantillon sous un flux de chaleur tendait en face irradiée vers une valeur limite  $\theta$ , assimilée à une température de vaporisation [7]. Des lois expérimentales de type Arrhenius, décrivant le comportement de la couche qui s'ablate et la perte d'énergie due aux fumées, ont été établies. Les pertes locales  $\mathfrak{M}(\theta(x,t))$  [ $kg.m^{-3}.s^{-1}$ ], s'expriment :

$$\mathfrak{M}(\theta(x,t)) = \begin{cases} 0 & \text{si } \theta(x,t) < \theta_v \\ -\rho_{abla} k_f \exp\left(\frac{-E}{R\theta(x,t)}\right) & \text{si } \theta(x,t) \geq \theta_v \end{cases} \quad (1)$$

$$\forall (x,t) \in ]e, f(t)[ \times T$$

où  $\rho_{abla}$  [ $kg.m^{-3}$ ] est la masse volumique de la peinture ablative,  $k_f$  [ $s^{-1}$ ] est le facteur pré exponentiel,  $E$  [ $J.mol^{-1}$ ] est l'énergie d'activation de la réaction de pyrolyse,  $R$  [ $J.mol^{-1}.K^{-1}$ ] est la constante des gaz parfaits. Les réactions chimiques qui se produisent en profondeur dans la couche qui s'ablate nécessitent un apport d'énergie (enthalpie  $L_v$ ). Le débit de pyrolyse est obtenu en sommant, dans la couche en cours d'ablation  $x \in ]e, f(t)[$ , l'ensemble des pertes locales. La vitesse du front de pyrolyse se déduit de la même manière :

$$\dot{f} = \frac{df(t)}{dt} = - \int_e^f \frac{\mathfrak{M}(\theta(x,t))}{\rho_{abla}} dx \quad ; \quad \forall t \in T \quad (2)$$

où  $\dot{f}$  [ $m.s^{-1}$ ] est la vitesse de régression de la limite supérieure de la couche ablative.

### D. Modélisation de la couche qui gonfle

On considère que l'expansion de la couche carbonneuse est causée par la pression des gaz expulsés lors de l'ablation du revêtement intumescent initial. Ainsi, on considère que :

$$\dot{g} = - \frac{\chi}{\mu} \frac{dP}{dx} \quad (3)$$

$\dot{g}$  [ $m.s^{-1}$ ] est le vecteur vitesse de la couche en expansion,  $P$  [ $Pa$ ] la pression des gaz,  $\chi$  [ $m^2$ ] la perméabilité du matériau, et  $\mu$  [ $Pa.s$ ] la viscosité du fluide. La pression du gaz  $P$  peut se calculer de la façon suivante :

$$P = \frac{\rho_g R \theta(x,t)}{M \Theta} \quad (4)$$

avec  $\rho_g$  [ $kg.m^{-3}$ ] la masse volumique du gaz expulsé,  $R$  [ $J.mol^{-1}.K^{-1}$ ] la constante des gaz parfaits,  $M$  [ $kg.mol^{-1}$ ] la masse molaire du gaz expulsé et  $\Theta$  la porosité de la couche. La nature fortement poreuse de la couche réactive et de la couche carbonneuse confère d'importantes propriétés isolantes au système multicouche et assure la protection du substrat. La conductivité équivalente des couches isolantes est déterminée en calculant la résistance thermique de chacune des deux couches (supposées planes) :

$$\frac{1}{\lambda_{eq}} = \frac{f_g}{\lambda_g} + \frac{f_m}{\lambda_m} \quad \text{avec } f_g + f_m = 1 \quad (5)$$

où  $f_g$  et  $f_m$  sont respectivement les fractions massiques de gaz et de matériau dans chacune des deux couches concernées.  $\lambda_g$  [ $W.m^{-1}.K^{-1}$ ] et  $\lambda_m$  [ $W.m^{-1}.K^{-1}$ ] sont les conductivités thermiques associées pour le gaz et le matériau. La transition entre la couche réactive et la couche carbonneuse est déterminée par la température de carbonisation du matériau, au-delà de laquelle la substance réactive devient le matériau carbonisé. Ainsi, au dessus d'un certain seuil, les propriétés thermiques de la couche réactive (en cours de gonflement) sont modifiées de manière irréversible.

### E. Modèle global

Le système d'équations suivant est considéré :

- Transferts thermiques au sein des matériaux (acier, couche ablative, couche en expansion) :

$$\rho_{acier} C_{acier} \frac{\partial \theta(x,t)}{\partial t} - \lambda_{acier} \Delta \theta(x,t) = 0 \quad \forall (x,t) \in ]0, e[ \times T \quad (6)$$

$$(\rho_{abla} C_{abla} + \rho_g C_g) \frac{\partial \theta(x,t)}{\partial t} - (\lambda_{abla} + \lambda_g) \Delta \theta(x,t) = -L_v \mathfrak{M}(\theta(x,t)) \quad \forall (x,t) \in ]e, f(t)[ \times T \quad (7)$$

$$(\rho_{gonfl} C_{gonfl} + \rho_g C_g) \frac{\partial \theta(x,t)}{\partial t} - (\lambda_{gonfl} + \lambda_g) \Delta \theta(x,t) = 0 \quad \forall (x,t) \in ]f(t), g(t)[ \times T \quad (8)$$

Ci-dessus sont désignées  $C_i$ ,  $\rho_i$  et  $\lambda_i$  respectivement la chaleur spécifique [ $J.kg^{-1}.K^{-1}$ ], la masse volumique [ $kg.m^{-3}$ ] et la conductivité thermique [ $W.m^{-1}.K^{-1}$ ] de chaque couche et du gaz.

- Condition limite en face irradiée :

$$-\lambda_{\text{surf}} \frac{\partial \theta(x,t)}{\partial x} = h(\theta(x,t) - \theta_{\text{ext}}) + \varepsilon_{\text{surf}} \sigma (\theta^4(x,t) - \theta_{\text{ext}}^4) - \alpha_{\text{surf}} \Phi(t) \quad (9)$$

pour  $x = g(t), \forall t \in T$

où  $h [W.m^{-2}.K^{-1}]$  est le coefficient d'échange convectif,  $\theta_{\text{ext}} [K]$  est la température ambiante,  $\varepsilon_{\text{surf}}$  est l'émissivité de la face avant,  $\sigma [W.m^{-2}.K^{-4}]$  est la constante de Stefan Boltzmann,  $\alpha_{\text{surf}}$  est l'absorptivité de la face avant et  $\Phi(t) [W.m^{-2}]$  est le flux incident non stationnaire.

- Condition limite en face arrière (convection naturelle et échange radiatif) :

$$\lambda_{\text{acier}} \frac{\partial \theta(0,t)}{\partial x} = h(\theta(0,t) - \theta_{\text{ext}}) + \varepsilon_{\text{acier}} \sigma (\theta^4(0,t) - \theta_{\text{ext}}^4) \quad \text{Pour} \quad (10)$$

$x = 0, \forall t \in T$

- Condition initiale :

$$\begin{aligned} \theta(x,0) &= \theta_{\text{ext}} \\ f(0) &= e \\ g(0) &= e \\ \forall x \in [0,e], t &= 0 \end{aligned} \quad (11)$$

- Conditions aux interfaces (entre chaque couche) : le contact étant supposé idéal, l'hypothèse de continuité des gradients et des températures est retenue.

### III. ETUDE EXPERIMENTALE

Une campagne d'essais expérimentaux a été menée au four solaire du groupe EHF (Expertise Hauts Flux) de la DGA (Délégation Générale pour l'Armement) situé à Odeillo [2], [11], afin de caractériser l'efficacité de revêtements intumescents appliqués sur des plaques d'acier, puis soumis à des flux thermiques correspondant à une explosion de type BLEVE [8] (Boiling Liquid Expanding Vapor Explosion).

#### A. Déroulement des essais

L'objectif principal des essais est de tester différentes configurations pour obtenir une température en face non irradiée du substrat inférieure à 260°C (température usuellement considérée et correspondant à la température de réaction des propergols). Les éprouvettes utilisées sont des plaques d'acier XC90 carrées de 10 cm de côté et d'épaisseur 2 mm. Plusieurs épaisseurs de couches de peinture intumescente ont été étudiées, entre 1,1 et 2 mm. Afin de tester l'exposition des plaques à une BLEVE, nous les avons soumises à des flux pilotés au four solaire principal (DGA / EHF) de manière à simuler 6 intensités d'explosion différentes (figure 2). Les intensités maximales subies par les plaques varient entre 300 kW.m<sup>-2</sup> et 1000 kW.m<sup>-2</sup>. A titre indicatif, un incendie violent correspond à un flux de 170 kW.m<sup>-2</sup>. La température de la face exposée

au flux est évaluée grâce à un pyromètre IR, qui ne donne cependant qu'une information indicative car la présence de flammes dans la zone de mesure lors de certains essais modifie l'émissivité de la surface visée. La température en face non exposée est mesurée grâce à un ensemble de thermocouples.

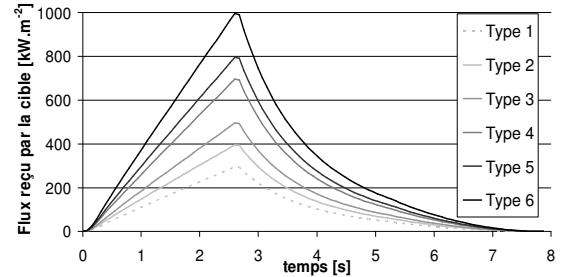


Fig. 2. Profils de flux des explosions simulées

L'évolution structurelle du système revêtement / plaque est suivie grâce à deux caméras numériques, l'une placée en regard de la face irradiée et l'autre placée de profil. Celles-ci permettent notamment d'observer le dégagement de fumées et le gonflement du revêtement (figure 3). Plusieurs scénarios ont été étudiés. Dans un premier temps, nous avons simulé l'exposition de plaques à une seule explosion, puis à une série de 3 explosions entre lesquelles l'état thermique de la plaque revenait naturellement à son état initial. Enfin, nous avons étudié le comportement du système subissant une explosion intervenant dans le cadre d'un incendie.



Fig. 3. Système intumescent multicouche après réaction face à un flux radiatif

#### B. Résultats et validation

Les essais ont permis de constater que le procédé d'intumescence lors d'une explosion était identique à celui qu'on observe dans un incendie. Les effets mécaniques d'une explosion (souffle, surpression, dépression) ne sont pas pris en compte par notre étude. Ceci se justifie par le fait que dans de nombreux cas les dégâts majeurs sont principalement causés par l'onde thermique. La confrontation entre les températures mesurées en face arrière et les résultats du modèle révèle que ce dernier fournit des

valeurs très satisfaisantes, avec dans le pire des cas une surestimation d'environ 3 K. Nous pouvons donc valider le caractère prédictif de ce modèle numérique. La figure 4 présente les évolutions mesurée et modélisée de la température de la face non irradiée d'un échantillon soumis à deux explosions successives de type 3 et 5.

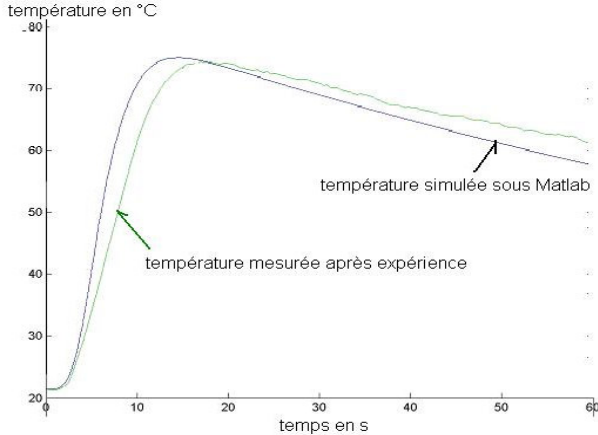


Fig. 4. Température en face non irradiée après une explosion de type 5, consécutive à une explosion de type 3 et une phase de refroidissement.

#### IV. IDENTIFICATION PARAMETRIQUE

Le modèle numérique présenté dans le second paragraphe utilise comme paramètres d'entrée les propriétés thermo physiques de chacune des couches composant le système modélisé (substrat métallique, couche de peinture ablative, couche réactive gonflante et couche carbonneuse solidifiée). Si les propriétés de l'acier XC90 sont bien connues, celles des autres couches doivent en revanche être considérées avec circonspection, en raison du manque de précision affectant les valeurs relevées dans la littérature. Une campagne expérimentale basée sur les méthodes périodiques visant à identifier la diffusivité thermique  $a = \frac{\lambda}{\rho c}$  en  $[m^2.s^{-1}]$  de chacune des couches composant le système intumescent a donc été mise en place.

##### A. Les méthodes périodiques

Le principe des méthodes périodiques est schématisé sur la figure 5. Alors qu'une des faces du matériau est sollicitée par un flux de chaleur périodique, des observations de l'évolution de l'état du système sont réalisées sur la face opposée. Considérant le régime établi, l'état du matériau ( $\Omega \subset \mathbb{R}^3$ ) en chaque point  $X = (x, y, z) \in \Omega$  à l'instant  $t \in T$  est la somme d'une composante continue et d'une composante périodique de même période que celle de l'excitation :

$$\theta(X;t) = \theta_{continue}(X) + \tilde{\theta}(X;t) \quad (12)$$

Avec  $\tilde{\theta}(X;t)$  une fonction périodique s'écrivant :

$$\tilde{\theta}(X;t) = M(X) e^{i\omega t} e^{j\varphi} \quad (13)$$

où  $M$  [K] est le module (amplitude des oscillations),

$\varphi$  [rad] le déphasage et  $f = \frac{\omega}{2\pi}$  [Hz] la fréquence de la

sollicitation. L'atténuation des ondes thermiques ainsi que le déphasage sont intimement liés aux propriétés thermiques du matériau. Aussi, en considérant  $\rho$  sa masse volumique  $[kg.m^{-3}]$ ,  $c$  sa chaleur spécifique à pression

constante  $[J.kg^{-1}.K^{-1}]$ , et  $\vec{\lambda} = \begin{bmatrix} \lambda_x & 0 & 0 \\ 0 & \lambda_y & 0 \\ 0 & 0 & \lambda_z \end{bmatrix}$  le tenseur des

conductivités thermiques  $[W.m^{-1}.K^{-1}]$ , on introduit le

tenseur des diffusivités thermiques  $\vec{a} = \begin{bmatrix} a_x & 0 & 0 \\ 0 & a_y & 0 \\ 0 & 0 & a_z \end{bmatrix}$ . On

appelle *longueur de diffusion* la quantité  $\mu = \sqrt{\frac{\max a}{\pi f}}$  [m].

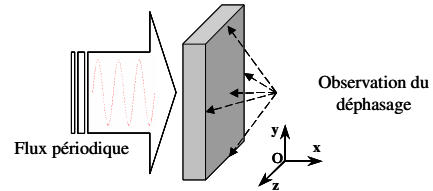


Fig. 5. Schéma de principe

Il est d'usage de considérer qu'à une distance supérieure à  $3\mu$ , au moins 95% de l'onde thermique est atténuée. De même, il est bien connu que le déphasage dépend principalement de la diffusivité du matériau. On se propose d'identifier :

- soit la diffusivité thermique de matériaux isotropes  $a = a_x = a_y = a_z$  à partir de l'observation du déphasage de l'onde thermique en n'importe quel point,
- soit le tenseur de diffusivités  $\vec{a}$ , pour des matériaux orthotropes  $a_x \neq a_y \neq a_z$ , en observant le déphasage selon l'axe  $Oz$  (resp.  $Ox$  et  $Oy$ ) pour identifier  $a_z$  (resp.  $a_x$  et  $a_y$ ).

Afin d'identifier la diffusivité thermique dans l'épaisseur  $a_x$ , le déphasage entre le flux incident au centre de la face chauffée et la réponse thermique du centre de la face non chauffée est mesuré. Ainsi, si la classe du matériau est à peu près connue, la fréquence d'excitation peut être déterminée de manière à éviter que la longueur de diffusion ne soit trop petite devant l'épaisseur  $e$  (l'amplitude du signal étant alors trop faible). De même, une épaisseur  $e$  petite devant la longueur de diffusion ne serait d'aucune utilité, le déphasage étant alors très faible. La fréquence doit alors être adaptée afin d'avoir  $e/3 < \mu < 5e$ . Afin de disposer du maximum d'informations sur le déphasage au centre de la face observée, un balayage en fréquence est réalisé (vibration).

Il sera nécessaire pour cette vobulation de prendre en compte une plage de fréquences adaptée à la classe du matériau (voir tableau 1).

	$e$ [m]	Fréquence $f$ [Hz]
Très conducteur : Argent $a \approx 171.10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$	$10^{-3}$	$2 < f < 500$
	$10^{-2}$	$0,02 < f < 5$
Moyennement conducteur : Titane $a \approx 9.10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$	$10^{-3}$	$0,1 < f < 25$
	$10^{-2}$	$0,001 < f < 0,25$
Isolant : Verre $a \approx 0,58.10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$	$10^{-3}$	$0,007 < f < 1,5$
	$10^{-2}$	$0,00007 < f < 0,015$

Tableau 1. Vobulation pour l'identification de  $a_x$

Pour identifier  $a_y$  (resp.  $a_z$ ), des mesures de déphasage sont réalisées selon l'axe  $Oy$  (resp.  $Oz$ ). Ce balayage spatial est effectué à fréquence fixée. De même que pour la vobulation, la fréquence doit être adaptée à l'intervalle spatial considéré. Ainsi, selon la géométrie et la nature du matériau, la fréquence des excitations pour identifier  $a_x$  peut être différente de celles utilisées pour identifier  $a_y$  et  $a_z$ .

### B. Modélisation des transferts thermiques induits par une sollicitation modulée

L'identification du tenseur de diffusivités thermiques nécessite le développement d'un modèle mathématique visant à décrire les transferts thermiques dans l'échantillon étudié. Pour ce faire, un modèle mathématique est proposé en vue de l'identification de la diffusivité thermique dans l'épaisseur (selon  $x$ ) ainsi que pour les conductivités dans le plan (selon  $y$  et  $z$ ).

#### B.1 Equations d'état du système

Considérons un matériau  $\Omega$  plan d'épaisseur  $e$  dont une face ( $\Gamma_0 = \{X = (0, y, z) \in \Omega \subset \mathbb{R}^3\}$ ) est soumise à un flux de chaleur sinusoïdal de période  $\omega$  centré en  $O = (0, 0, 0)$ , la face opposée ( $\Gamma_e = \{X = (e, y, z) \in \Omega\}$ ) subissant des pertes d'origine convective (voir figure 6). Les dimensions du domaine d'étude sont choisies de manière à négliger les pertes latérales. Les transferts thermiques sont décrits par le système suivant :

$$\begin{cases} \rho c \frac{\partial \theta(X, t)}{\partial t} - \text{div} \left( -\vec{\lambda} \text{grad} \theta(X, t) \right) = 0 & \forall (X, t) \in \Omega \times T \\ \lambda_x \frac{\partial \theta(X, t)}{\partial x} = h \theta(X, t) - \phi \cos(\omega t) & \forall (X, t) \in \Gamma_0 \times T \\ -\lambda_x \frac{\partial \theta(X, t)}{\partial x} = h \theta(X, t) & \forall (X, t) \in \Gamma_e \times T \\ \theta(X, 0) = 0 & \forall X \in \Omega \end{cases} \quad (14)$$

où  $\theta(X, t)$  la température au point  $X \in \Omega$  à l'instant  $t \in T$ ,

le flux  $\phi = \begin{cases} \phi_0 & \text{si } r = \sqrt{y^2 + z^2} \leq R \\ 0 & \text{sinon} \end{cases}$  est en  $[\text{W} \cdot \text{m}^{-2}]$ ,  $R$  le

rayon de la tache de chauffe en [m] et le coefficient d'échange convectif  $h$  est en  $[\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}]$ .

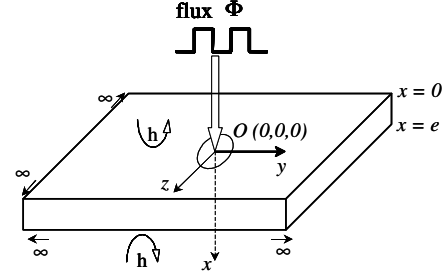


Fig. 6. Géométrie du problème direct

#### B.2. Résolution du système

Le système précédent pourrait être résolu numériquement en mettant en œuvre un classique code aux éléments finis qui permettrait de déterminer la température en chaque point à chaque instant. Toutefois, l'information pertinente permettant d'identifier le tenseur de diffusivités est le déphasage de l'onde thermique.

Ainsi, seul le régime établi est considéré et on cherche à calculer la quantité  $\tilde{\theta}(X; \varphi) = M(X) e^{j\varphi}$ , appelée température complexe, qui contient l'information sur le module et le déphasage des oscillations de température (induit par une excitation périodique). On montre facilement (cf [9]) que le système satisfait par  $\tilde{\theta}$  est :

$$\begin{cases} j\omega \rho c \tilde{\theta} - \text{div} \left( -\vec{\lambda} \text{grad} \tilde{\theta} \right) = 0 & \forall X \in \Omega \\ \lambda_x \frac{\partial \tilde{\theta}}{\partial x} = h \tilde{\theta} - \phi & \forall X \in \Gamma_0 \\ -\lambda_x \frac{\partial \tilde{\theta}}{\partial x} = h \tilde{\theta} & \forall X \in \Gamma_e \end{cases} \quad (15)$$

En considérant la transformée de Fourier de  $\tilde{\theta}$  selon les axes  $Oy$  et  $Oz$  :

$$\tau(\omega_y, \omega_z, x) = \iint_{\mathbb{R}^2} \tilde{\theta}(x, y, z) e^{-j\omega_y y} e^{-j\omega_z z} dy dz \quad (16)$$

et la transformée de Fourier de  $\phi$  :

$$\Phi(\omega_y, \omega_z) = \iint_{\mathbb{R}^2} \phi e^{-j\omega_y y} e^{-j\omega_z z} dy dz = \phi_0 \frac{J_1 \left( R \sqrt{\omega_y^2 + \omega_z^2} \right)}{R \sqrt{\omega_y^2 + \omega_z^2}} \quad (17)$$

Où  $J_1$  est la fonction de Bessel du premier ordre (cf. [12]), le système précédent devient :

$$\begin{cases} (-\omega_y^2 a_y - \omega_z^2 a_z - j\omega)\tau(\cdot) + a_x \frac{\partial^2 \tau(\cdot)}{\partial x^2} = 0 & \forall x \in ]0, e[ \\ \lambda_x \frac{\partial \tau(\cdot)}{\partial x} = h\tau(\cdot) - \Phi(\cdot) & x = 0 \\ -\lambda_x \frac{\partial \tau(\cdot)}{\partial x} = h\tau(\cdot) & x = e \end{cases} \quad (18)$$

Ainsi  $\tau$  ne dépend plus du temps et la solution du système en  $x = e$  est :

$$\tau(\cdot) = \frac{2\tilde{\phi}e^2 r \exp(-er)}{\lambda_x [(er + Bi)^2 - (er - Bi)^2 \exp(-2er)]} \quad (19)$$

En introduisant  $Bi = \frac{he}{\lambda_x}$ , le nombre de Biot. Pour un

ensemble de paramètres d'entrées connus  $\left[ a, Bi, R, \omega, e \right]$ ,

la transformée de Fourier complexe de la température peut ainsi être obtenue et par une transformée inverse, on détermine la composante périodique. On démontre aisément que l'argument  $\varphi$  ne dépend pas de la puissance du flux  $\phi$  (contrairement au module).

### C. Etude de sensibilité

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 préalablement 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. L'observable est le déphasage  $\varphi$  soit lors d'un balayage fréquentiel (pour identifier  $a_x$ ) soit lors d'un balayage spatial (pour identifier  $a_y$  et  $a_z$ ). Soit un paramètre d'entrée  $\beta_i \in \beta = [a_x, a_y, a_z, Bi, R, \omega, e]$ ; la fonction de sensibilité réduite de  $\varphi$  par rapport à  $\beta_i$  est :

$$F_{\beta_i} = \beta_i \frac{\partial \varphi(\beta)}{\partial \beta_i}. \text{ Un exemple de représentation graphique}$$

de ces fonctions est donné figure 7.

D'après ces courbes, on remarque que les déphasages observés en regard de la tache de chauffe (rayon  $R$ ) ne peuvent être considérés pour l'identification (sensibilité trop faible au paramètre à identifier). Pour un matériau orthotrope, on pourra identifier  $a_z$  (la diffusivité selon  $Oz$ ) sans être sensible ni au Biot, ni à  $a_x$ , ni à  $a_y$ . Un intérêt principal de ce dispositif réside en ce que l'épaisseur  $e$  est un paramètre qu'il n'est pas nécessaire de connaître avec une grande précision. Toutefois, une imprécision sur la fréquence fixée lors d'un balayage spatial est pénalisante. Cette analyse de sensibilité a été réalisée pour différentes classes de matériaux, en volution et en balayage spatial

selon chacun des axes. Elle permet de se placer dans une configuration expérimentale attestant que l'identification paramétrique pourra être menée dans de bonnes conditions. Dans ce qui suit, le banc expérimental est brièvement présenté ainsi que les résultats de l'identification de la diffusivité de la peinture vierge (couche ablative) par minimisation de l'erreur de sortie.

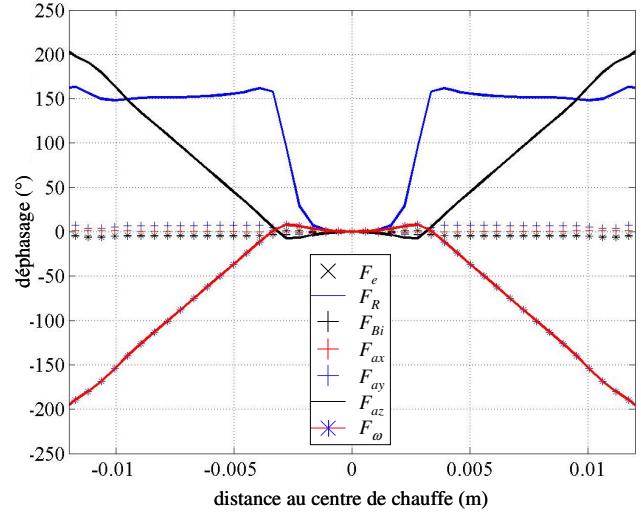


Fig. 7. Courbes de sensibilités réduites du déphasage aux différents paramètres lors d'un balayage spatial selon l'axe  $Oz$  (pour une fréquence fixée)

### D. Résultats de l'identification

Un algorithme numérique basé sur une procédure classique de type Levenberg-Marquardt a été mis en œuvre pour l'identification du tenseur  $\hat{\alpha}$  à partir de données d'entrées connues  $[Bi, R, \omega, e]$  et en minimisant l'écart quadratique entre déphasage mesuré et déphasage calculé. Pour une bibliographie relative aux différents aspects de l'identification paramétrique, on peut se référer à [1], [6] et [15].

#### D.1. Présentation du banc de mesure

Un dispositif expérimental a été développé afin d'identifier la diffusivité thermique de matériau en réalisant des observations non destructives. L'observation des déphasages est effectuée à l'aide d'une caméra infra rouge; une solution plus économique consisterait à utiliser un pyromètre à balayage. Le montage est composé de trois éléments distincts (figure 8) :

1. L'échantillon plan est placé dans le plan focal d'un dispositif optique de Köhler.
2. L'excitation 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.
3. Les observations sont effectuées en face supérieure à l'aide d'une caméra IR.

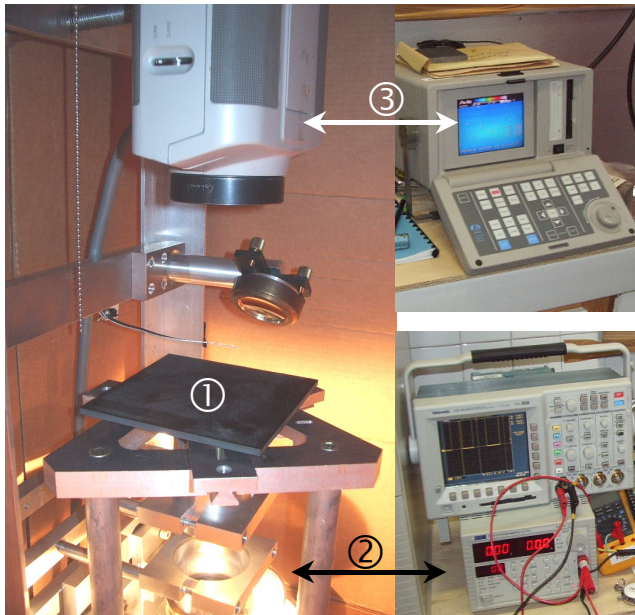


Fig. 8. Dispositif expérimental

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 par la caméra IR nous permet d'extraire l'amplitude et le déphasage des oscillations même si le niveau du signal est faible. Pour ce faire, un algorithme basé sur le principe d'un amplificateur à détection synchrone est mis en œuvre. L'analyse des distributions spatiales du module et du déphasage 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, 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. Ce banc a été validé pour des matériaux de référence : isolant (verre) et métalliques (titane, acier et argent) afin de couvrir une gamme de diffusivité thermique allant de  $a_{\text{verre}} \approx 6 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  à  $a_{\text{argent}} \approx 1,7 \cdot 10^{-4} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ . Les erreurs relatives sont toutes inférieures à 10% ce qui reste acceptable compte tenu de la relative pureté des échantillons de référence testés (cf. [10]).

D.2. Résultat sur un échantillon de peinture vierge (couche ablativ)

On considère une fréquence d'excitation de 0,01 Hz appliquée sur un échantillon de peinture vierge de 1,85 mm d'épaisseur. A l'aide de la caméra infrarouge on enregistre 512 images comme celle présentée figure 9. La distribution

circulaire de température confirme l'isotropie du matériau dans le plan ( $Oyz$ ).

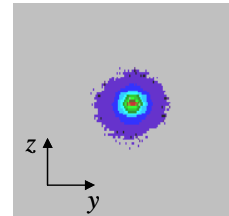


Fig. 9. Une cartographie de température

Ces 512 images (décrivant 10 périodes) sont traitées par un algorithme de détection synchrone pour obtenir les distributions spatiales de module (figure 10) et de déphasage (figure 11) sur la face non excitée de l'échantillon.

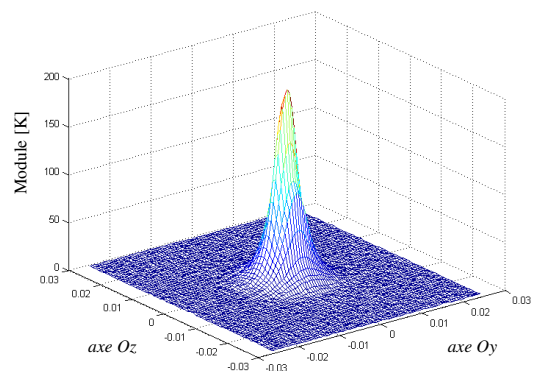


Fig. 10. Distribution du module

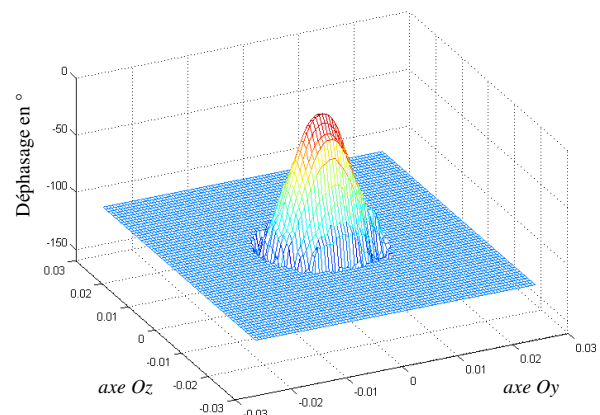


Fig. 11. Distribution du déphasage

En comparant les déphasages prédits par le modèle semi analytique (transformée de Fourier inverse) aux mesures de déphasage selon un des axes ( $Oy$  par exemple), la diffusivité thermique de la peinture intumescente vierge (couche ablativ) est identifiée. Celle-ci est estimée à

$$a_{\text{abla}} = \frac{\lambda_{\text{abla}}}{\rho_{\text{abla}} C_{\text{abla}}} \approx 5 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$$

Les déphasages mesurés et calculés après convergence de l'algorithme de minimisation sont montrés figure 12.

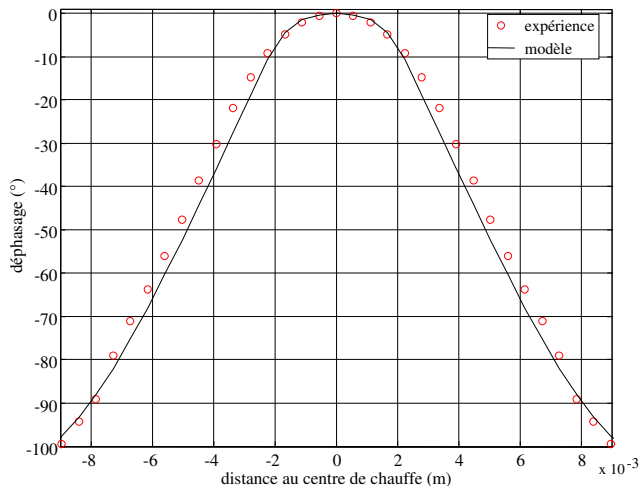


Fig. 12. Résultats entre déphasages expérimentaux et calculés

#### V. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Dans cette communication, la modélisation expérimentale du comportement d'un système intumescent a été abordée. La problématique sous-jacente est relative à la protection des personnes et matériels exposés à une agression thermique induite par un incendie ou une explosion. Un modèle mathématique décrivant l'évolution thermique de la structure étudiée est proposé. Il est basé sur un système d'équations aux dérivées partielles non linéaires couplé à un ensemble d'équations aux dérivées ordinaires décrivant l'avancement de la réaction chimique. Les résultats numériques sont comparés à ceux obtenus lors de campagnes d'essais réalisées à l'aide d'un moyen d'essai original (le Four Solaire Principal) afin de simuler expérimentalement des agressions radiatives.

Afin d'enrichir la connaissance des propriétés thermo physiques des revêtements intumescents, une méthode non intrusive a été développée. Basée sur le principe de l'analyse, dans l'espace des fréquences, de la propagation des ondes thermiques générées par une excitation modulée, elle a permis d'identifier la diffusivité thermique de la peinture vierge. L'ensemble de l'approche a été présenté (principe, modèle direct, analyse de sensibilité, dispositif expérimental, traitement des données, minimisation par erreur de sortie). Différentes pistes de recherche sont encore à explorer. On peut citer par exemple :

- Modélisation expérimentale : la modélisation dans des géométries 3D permettant de prédire l'efficacité de la protection pour des géométries plus complexes (poutrelles, profilés, cylindres...)
- Identification des propriétés thermo physiques de la couche visqueuse ainsi que de la couche poreuse. Celles-ci apparaissant à des températures élevées, le Four Solaire Principal sera utilisé comme source d'excitation modulée pour solliciter le système multicouche. En effet, sa technologie permet des fréquences allant jusqu'à 1 Hz. Ces excitations pouvant de plus être associées à différents paliers de puissance où à des rampes.

#### REFERENCES

- [1] Alifanov O.M., *Inverse Heat Transfer Problems*, pp. 348, Springer-Verlag, 1994.
- [2] L. Autrique, M. Gillet, L. Perez, Le four solaire principal : un démonstrateur pour l'expertise. *Journées démonstrateurs en Automatique, JESA Angers*, 28 - 29 mars 2006.
- [3] C. Di Blasi, C. Branca, Mathematical model for the nonsteady decomposition of intumescent coatings, *AIChE Journal*, Vol 47, n°10, (2001), 2359-2370.
- [4] S. Duquesne, S. Magnet, C. Jama, R. Delobel, Intumescent paints: fire protective coatings for metallic substrates, *Surface and Coatings Technology*, 180-181 (2004) 302-307.
- [5] S. Duquesne, S. Bourbigot, J.M. Leroy, Modeling of heat transfer in intumescent material during combustion, *ECCE2 – Second European Congress of Chemical Engineering*, Montpellier, (1999).
- [6] Isakov V., *Inverse Problems for Partial Differential Equations*, pp. 284, Springer-Verlag, 1998.
- [7] N. Laraqi, Etude du comportement thermique d'un polymère en cours de dégradation, *Thèse de doctorat de l'Université Pierre et Marie Curie, Paris VI*, (Septembre 1987).
- [8] E. Leprette, Le BLEVE, Phénoménologie et modélisation des effets thermiques, méthode pour l'évaluation et la prévention des risques accidentels (*DRA-006*), *INERIS*, (2002) 56-71.
- [9] Martinet J., "Elements de thermocinétique", ed. Lavoisier Tec&Doc, pp. 306, 1989.
- [10] L. Perez, L. Autrique, C. Lormel, Identification de paramètres thermiques dans le domaine des fréquences. *Proceedings in CD-ROM, CIFA Bordeaux 12/2005*
- [11] S. Rodier, L. Autrique, L. Perez, N. Ramdani, J.J. Serra, Fire protective coatings evaluation : test and modeling based on a nonlinear PDE system, *Proceedings in CD-ROM, 17<sup>th</sup> World Congress IMACS (Scientific Computation Applied Mathematics and Simulation)*, (2005)
- [12] Schwartz L. (1987), *Méthodes mathématiques pour les scientifiques*, ed. Hermann, Paris, pp. 392.
- [13] S.R. Shield, The Modeling of BLEVE Fireball Transients, major Hazards onshore and offshore II, *Icheme Symposium*. Series 139, (1995).
- [14] S.R. Shield, A model to Predict Radiant Heat and Blast Hazards from LPG BLEVE, *AIChE Symposium*, Series Heat Transfer, (1993).
- [15] Walter E., Pronzato L. (1997), *Identification of parametric models from experimental data*, Springer-Verlag, Berlin, Germany.