

N° d'ordre : 98-35

Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers
Centre de Bordeaux

THESE

présentée pour obtenir le grade de

DOCTEUR

de

L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE D'ARTS ET METIERS

SPECIALITE : MECANIQUE

Par

Bruno LADEVIE

**MISE AU POINT DE DISPOSITIFS DE CARACTERISATION
THERMOPHYSIQUE DE MATERIAUX ISOLANTS SOLIDES
OU PATEUX.**

EXTENSION AUX FLUIDES CISAILLES

SOUTENUE le 20 novembre 1998

JURY :

Monsieur BATSALE J.-C.....Directeur
Monsieur FUDYM O.....Co-directeur
Monsieur DEGIOVANNI A.Rapporteur
Monsieur DORKEL J.M.....Rapporteur
Mademoiselle GOBBE C.....Examinatrice
Monsieur ACHARD P.Examineur
Monsieur CASAMASSIMA MExamineur
Monsieur LACHI M.....Examineur
Monsieur LECOMTE D.....Examineur
Monsieur SALLEE H.Examineur

Avant propos

Ce travail a été réalisé conjointement au Laboratoire Energétique et Phénomène de Transfert de l'Ecole Nationale Supérieure des Arts et Métiers à Bordeaux (ENSAM) et au Centre Energétique et Environnement de l'Ecole des Mines D'Albi-Carmaux (EMAC).

En premier lieu, je tiens à remercier Monsieur Jean Christophe Batsale, Professeur à l'ENSAM et Monsieur Olivier Fudym, Maître Assistant à l'EMAC, pour avoir encadré ce travail mais aussi et surtout pour leurs qualités humaines et la confiance qu'ils m'ont accordée. Qu'ils trouvent ici l'expression de toute ma reconnaissance et de mon amitié.

Je remercie vivement tous les membres du jury d'avoir accepté de juger ce travail et en particulier les Professeurs Degiovanni et Dorkel d'en avoir été les rapporteurs.

Merci à Mademoiselle Claire Gobbé, Maître de Conférence à l'Université Bordeaux I, qui a encouragé mon inscription tardive au DEA de mécanique et pour avoir « bouclé la boucle » en participant au jury.

Je remercie Monsieur Patrick Achard, Chargé de Recherche à l'Ecole des Mines de Paris, Monsieur Marc Casamassima, Ingénieur ADEME, Monsieur Hebert Sallée, Ingénieur CSTB et Monsieur Arnaud Rigacci, Elève Chercheur, pour leur collaboration, leur disponibilité et leur accueil toujours chaleureux.

Alfredo et Marie, Amaury, Bernard, Cathy, Cendrine, Christophe et Vero, Christine et Mathias, Christelle, Denis, Delphine et Jean Luc, Didier, Emmanuel, Flo, François, Fred, Isabelle, Jean Claude, Jean Henry, Jean Jacques, Jean Louis, Laurent et Sandra, Lionel, Mouna, Nathalie, Olivier, Olivier, Patricia, Philippe, Raymond et Christelle, Richard, Sandrine, Sylvain, Serge, un grand merci à vous tous pour avoir partagé travail, loisirs, détente, joies et déboires pendant trois ans.

Christine et Laurent un simple merci serait trop désuet ...

Et quant à vous papa et maman ...

Table des matières

| | |
|---|-----------|
| INTRODUCTION GENERALE | 1 |
| | |
| CHAPITRE 1 : MESURE DE PROPRIÉTÉS THERMOPHYSIQUES EN RÉGIME INSTATIONNAIRE | 5 |
| | |
| 1.1. Introduction | 5 |
| | |
| 1.2. Classification des méthodes de mesure | 7 |
| 1.2.1. L'excitation | 7 |
| 1.2.1.1. Les méthodes photothermiques ([2]-[14]) | 7 |
| 1.2.1.2. Les méthodes électrothermiques ([15]-[43]) | 9 |
| 1.2.2. Régimes temporels | 9 |
| 1.2.2.1. Les méthodes stationnaires ([15]-[18]) | 9 |
| 1.2.2.2. Les méthodes instationnaires ([20]-[43]) | 10 |
| 1.2.3. Choix d'une classe de mesure | 10 |
| 1.2.3.1. La méthode de la barre ([20]-[22]) | 11 |
| 1.2.3.2. Les méthodes du plan chaud et du fil chaud | 12 |
| | |
| 1.3. Les sondes | 13 |
| 1.3.1. Le plan chaud ([23]-[28]) | 13 |
| 1.3.2. Le fil chaud ([29]-[43]) | 15 |
| | |
| 1.4. Conclusion du chapitre 1 | 19 |
| | |
| | |
| CHAPITRE 2 : OUTILS ET MÉTHODOLOGIE | 21 |
| | |
| 2.1. Introduction | 21 |
| | |
| 2.2. La méthode des quadripôles thermiques | 23 |
| 2.2.1. Introduction | 23 |
| 2.2.2. Quadripôle thermique associé à une couche passive | 23 |
| 2.2.3. Quadripôle associé à un milieu semi-infini | 26 |

| | | |
|---|---|-----------|
| 2.2.4. | Quadripôle associé à un système multicouche | 27 |
| 2.2.5. | Quadripôle associé à une couche en présence de sources internes | 27 |
| 2.3. | Extension du formalisme des quadripôles à l'aide de transformations intégrales | 29 |
| 2.3.1. | Expression du quadripôle associé à un mur passif en géométrie cartésienne | 29 |
| 2.3.2. | Expression du quadripôle associé à un mur passif en géométrie cylindrique | 32 |
| 2.4. | Estimation de paramètres | 35 |
| 2.4.1. | Etude de sensibilité | 36 |
| 2.4.1.1. | Définition | 36 |
| 2.4.1.2. | Identifiabilité | 37 |
| 2.4.1.3. | Conclusion | 37 |
| 2.4.2. | Les méthodes d'estimation de paramètre | 38 |
| 2.4.2.1. | La méthode des moindres carrés linéaires | 38 |
| 2.4.2.2. | La méthode des moindres carrés non linéaires : méthode de Gauss | 40 |
| 2.4.3. | Résidu d'estimation | 42 |
| 2.5. | Conclusion du chapitre 2 | 44 |
| CHAPITRE 3 : CARACTÉRISATION THERMIQUE DE MATÉRIAUX ISOLANTS SOLIDES OU PÂTEUX | | 45 |
| 3.1. | Introduction | 45 |
| 3.2. | Méthode du plan chaud | 46 |
| 3.2.1. | Présentation du dispositif expérimental | 46 |
| 3.2.2. | Modélisation de l'expérience | 47 |
| 3.2.2.1. | Modèle complet | 48 |
| 3.2.2.2. | Modèle sans résistance de contact | 50 |
| 3.2.2.3. | modèle sonde parfaite | 51 |
| 3.2.2.4. | modèle puits de chaleur | 52 |
| 3.2.3. | Comparaison des divers modèles | 52 |
| 3.2.3.1. | Influence des pertes convectives sur la paroi de l'échantillon | 53 |
| 3.2.3.2. | Influence de la résistance de contact | 53 |
| 3.2.3.3. | Influence de la capacité thermique de la sonde | 54 |
| 3.2.3.4. | Influence de la conductivité thermique du bloc métallique | 55 |

| | | |
|-------------|--|-----------|
| 3.2.3.5. | En résumé | 56 |
| 3.2.4. | Approche simplifiée | 57 |
| 3.2.4.1. | Le modèle simplifié | 57 |
| 3.2.4.2. | Comportement aux temps longs | 59 |
| 3.2.5. | Sensibilité du modèle complet aux paramètres | 61 |
| 3.2.6. | Conclusion | 63 |
| 3.3. | Méthode du ruban chaud | 65 |
| 3.3.1. | Présentation du dispositif expérimental | 65 |
| 3.3.2. | Modélisation de l'expérience | 67 |
| 3.3.2.1. | Modèle complet | 67 |
| 3.3.2.2. | modèle sonde parfaite | 71 |
| 3.3.2.3. | modèle puits de chaleur | 72 |
| 3.3.3. | Comparaison entre les divers modèles | 73 |
| 3.3.4. | Approche simplifiée | 75 |
| 3.3.4.1. | modèle simplifié | 75 |
| 3.3.4.2. | Extrapolation du modèle complet aux temps longs | 77 |
| 3.3.5. | Etude de sensibilité | 79 |
| 3.3.5.1. | Sensibilité du modèle complet aux paramètres | 79 |
| 3.3.5.2. | Domaine de validité ou d'identifiabilité | 81 |
| 3.3.6. | Conclusion | 83 |
| 3.4. | Méthode de la pastille chaude | 85 |
| 3.4.1. | Présentation du dispositif expérimental | 85 |
| 3.4.2. | Modélisation de l'expérience | 86 |
| 3.4.3. | Approche simplifiée | 89 |
| 3.4.3.1. | modèle simplifié | 89 |
| 3.4.3.2. | Extrapolation du modèle complet aux temps longs | 90 |
| 3.4.4. | Conclusion | 91 |
| 3.5. | Caractérisation de milieux orthotropes | 92 |
| 3.5.1. | Extension de la méthode des quadripôles thermiques aux milieux orthotropes | 92 |
| 3.5.2. | Expression des résistances de constrictions | 95 |
| 3.6. | Conclusion du chapitre 3 | 97 |

| | |
|---|------------|
| CHAPITRE 4 : MÉTHODE D'ESTIMATION ET RÉSULTATS | 99 |
| EXPÉRIMENTAUX | |
| 4.1. Introduction | 99 |
| 4.2. Méthode d'estimation | 100 |
| 4.3. Validation expérimentale | 103 |
| 4.3.1. Données expérimentales | 103 |
| 4.1.2. Estimation aux temps longs | 104 |
| 4.1.3. Estimation sur tous les temps de mesure | 108 |
| 4.1.1.1. Influence du bruit de mesure | 108 |
| 4.1.1.2. Influence du nombre de points utilisés pour l'identification | 111 |
| 4.1.1.3. Influence du flux de chaleur | 112 |
| 4.1.1.4. Influence des caractéristiques de la sonde | 114 |
| 4.1.1.5. Influence des dimensions de l'échantillon | 115 |
| 4.4. Caractérisation thermique de matériaux isolants solides ou pâteux | 116 |
| 4.4.1. Dispositifs expérimentaux | 116 |
| 4.1.1.1. Dispositifs à pression ambiante | 116 |
| 4.1.1.1.1. Méthode flash | 116 |
| 4.1.1.1.2. CTmètre | 118 |
| 4.1.1.1.3. Hot disk | 119 |
| 4.1.1.2. Dispositif de mise sous vide | 120 |
| 4.1.2. Caractérisation des aérogels de silice monolithique | 121 |
| 4.1.2.1. Présentation | 121 |
| 4.1.2.2. Résultats | 122 |
| 4.1.1.1.1. Mesure à pression ambiante | 122 |
| 4.1.1.1.2. Mesures sous vide | 124 |
| 4.1.3. Diverses caractérisations | 126 |
| 4.5. Conclusion du chapitre 4 | 127 |

| | |
|--|----------------|
| CHAPITRE 5 : CARACTÉRISATION THERMIQUE DE FLUIDES CISAILLÉS | 129 |
| 5.1. Introduction | 129 |
| 5.2. Description du dispositif expérimental et modélisation | 133 |
| 5.2.1. Outils de modélisation | 134 |
| 5.2.1.1. Transfert de chaleur dans le fluide en écoulement piston | 134 |
| 5.2.1.2. Transfert de chaleur dans le fluide en écoulement cisailé | 138 |
| 5.2.1.3. Prise en compte des effets de dissipation visqueuse au sein du fluide | 140 |
| 5.2.2. Modèle complet | 142 |
| 5.2.2.1. Le modèle | 142 |
| 5.2.2.2. Convergence du modèle complet | 144 |
| 5.2.2.3. Evolution bidimensionnelle du modèle complet | 146 |
| 5.2.3. Etude de sensibilité. | 149 |
| 5.2.3.1. Sensibilité aux paramètres en fonction de V_{max} | 149 |
| 5.2.3.2. Méthode d'estimation | 151 |
| 5.2.3.3. Domaine d'identifiabilité | 152 |
| 5.2.3.4. Conclusion | 155 |
| 5.3. Résultats expérimentaux | 156 |
| 5.3.1. Fluide non visqueux | 156 |
| 5.3.2. Fluide visqueux | 159 |
| 5.3.3. Conclusion | 162 |
| 5.4. Conclusion | 164 |
| CONCLUSION GENERALE | 165 |
| REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES | |
| ANNEXES | |

Nomenclature

Nomenclature

| | | |
|--------------|----------------------------|-------------------------------|
| A, B, C, D | Termes des Quadripôles | |
| Q | Densité de flux de chaleur | Wm^{-2} |
| R_c | Résistance thermique | Km^2W^{-1} |
| T | Température | K |
| a | Diffusivité thermique | m^2s^{-1} |
| x, y, z | Coordonnées spatiales | |
| p | Variable de Laplace | |
| P | Périmètre | m |
| t | Temps | s |
| E | Effusivité thermique | |
| b, l, R | Dimensions latérales | m |
| S | Surface | m^2 |
| $S(\beta)$ | Sensibilité | |
| r | Résidu | |
| V | Vitesse | ms^{-1} |
| W | Matrice de poids | |
| X | Matrice de sensibilité | |
| e | Epaisseur | m |
| h | Coefficient d'échange | $\text{Wm}^{-2}\text{K}^{-1}$ |

Nomenclature

Lettres

grecques

| | | |
|------------------|--|-------------------------------|
| β | Vecteur paramètre | |
| λ | Conductivité thermique | $\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ |
| φ | Transformée de Laplace Fourier du flux | |
| τ | Transformée de Laplace Fourier de la température | |
| κ | Transformée de Laplace Hankel du flux | |
| ψ | Transformée de Laplace Hankel de la température | |
| ϕ | Transformée de Laplace du flux | |
| θ | Transformée de Laplace de la température | |
| ρc_p | Chaleur volumique | $\text{Jm}^{-3}\text{K}^{-1}$ |
| σ | Ecart type | |
| α, ω | Paramètre de Fourier | |
| γ | Paramètre de Hankel | |

Indices

| | |
|----------|-------------------|
| s | Elément chauffant |
| m | Mesuré |
| max | Maximum |
| 0 | Valeur initiale |
| 2 | Bloc métallique |
| 3 | Chemise polyamide |
| \wedge | Estimé |

Introduction générale

Introduction générale

Ce travail s'inscrit dans le cadre de la création d'un laboratoire de métrologie thermique au sein du centre Energétique Environnement, nouvellement créé, de l'école des Mines d'Albi Carmaux.

Pour le Centre Energétique Environnement, la connaissance des propriétés thermophysiques est indispensable du fait de la recherche de lois de comportement des solides complexes dans les procédés de traitement thermique. La modélisation des transferts est un préalable à l'estimation fine des chaleurs de réaction, et à leur couplage aux cinétiques de transformation.

Pour les autres centres de recherche de l'école le développement d'un tel laboratoire revêt une importance particulière pour la caractérisation de nouveaux matériaux ou la mesure de flux transitoire au cours de l'élaboration de nouveaux matériaux.

La conductivité thermique est le principal paramètre utilisé pour caractériser les matériaux d'isolation thermique. Le manque de données thermophysiques sur les matériaux est souvent constaté lorsque l'on souhaite étudier les procédés de transformation de la matière. La bibliographie fournit des valeurs souvent incomplètes, imprécises, parfois erronées. Ceci est particulièrement vrai pour les matériaux dont les propriétés dépendent fortement du procédé de fabrication ou d'élaboration. Par ailleurs, les techniques de mesure de propriétés thermophysiques fournissent dans de nombreuses applications des moyens non-destructifs pour mesurer indirectement d'autres caractéristiques des matériaux : teneur en sucre, teneur en eau d'un produit pulvérulent, délaminage d'un composite...

Dans ce contexte, la création d'une activité de métrologie imposait quelques contraintes :

- Mise au point de méthodes simples et robustes permettant de mesurer la conductivité thermique de matériaux isolants ou même super-isolants. L'intérêt de ces méthodes est de ne pas nécessiter de préparation d'échantillon, d'être opérationnelle avec des produits de faible épaisseur ainsi que des produits pulvérulents ou pâteux.
- Les montages doivent se rapprocher de l'esprit du capteur ou sonde pour être adaptables à un grand nombre de matériaux et de situations.
- Mise en œuvre de méthodes et d'équipements pour l'estimation de paramètres, l'acquisition et le traitement de données.

Ce travail fait largement appel aux outils de modélisation analytique de type quadripôles thermiques ([45]-[48]), tant pour modéliser les transferts que pour mettre au point des méthodes d'estimation.

Le plan se décompose ainsi :

- Le chapitre 1 a pour but de faire une rapide synthèse des méthodes de caractérisation thermiques. Après avoir proposé une classification des techniques existantes, nous nous attarderons plus particulièrement sur les méthodes instationnaires électrothermiques.
- Le chapitre 2 présente les outils de modélisation et d'estimation que nous utiliserons pour développer nos méthodes de caractérisation thermiques.
- Le chapitre 3 est consacré à la mise au point de méthodes de caractérisation thermique de matériaux isolants solides ou pâteux. On montrera que l'adjonction d'un milieu fortement conducteur à l'échantillon permet de fixer les conditions aux limites de celui-ci et d'éviter les forts gradients de température au sein du milieu.

- Le chapitre 4 présente la méthodologie que nous utiliserons pour résoudre le problème de l'estimation des paramètres et de la validation des méthodes.
- Le chapitre 5 présente une extension de nos méthodes à la caractérisation de fluides en écoulement de Couette. On proposera, notamment une modélisation analytique du transfert thermique bidimensionnelle et transitoire au sein du fluide.

Chapitre 1

Mesure de propriétés thermophysiques en régime instationnaire

Chapitre 1 : Mesure de propriétés thermophysiques en régime instationnaire

1.1. Introduction

Ce chapitre a pour but de faire une rapide synthèse des principales méthodes de caractérisation thermique.

Deux propriétés gouvernent le transfert de chaleur conductif :

- la conductivité thermique, qui lie le gradient de température au flux de chaleur
- la chaleur volumique, qui traduit le pouvoir du matériau à stocker l'énergie

Deux autres paramètres sont déduits des grandeurs précédentes : la diffusivité thermique et l'effusivité thermique.

Toutes les méthodes de caractérisation thermique consistent à estimer une ou plusieurs de ces grandeurs. Pour cela, ces techniques font intervenir un modèle plus ou moins élaboré. La description du transfert de chaleur prend obligatoirement en compte :

- la géométrie du système
- les conditions aux limites
- les conditions initiales pour des transferts différents du régime établi ou permanent

De plus, diverses hypothèses sont formulées pour aboutir à l'expression finale du modèle. Ces hypothèses simplificatrices ne peuvent rendre compte parfaitement de l'expérience pour deux raisons principales :

- la difficulté d'imposer des conditions aux limites parfaitement définies (condition d'adiabaticité, milieu semi-infini, ...)
- la mise en place de capteurs de température dans le système perturbe les transferts
- ces capteurs ne peuvent être positionnés avec précision.

L'intérêt que nous portons aux méthodes simples, fiables, et peu onéreuses, nous conduira à dégager deux méthodes de caractérisation qui seront la base du travail mené dans ce mémoire. L'idée principale de ce travail est centrée sur l'idée de capteur unique, c'est à dire sur la mise au point de dispositif où la mesure se fait simultanément et en un même lieu que l'excitation.

Après avoir proposé une classification des méthodes existantes basées sur le type d'excitation et sur la durée de l'expérience (régime permanent ou transitoire), nous expliciterons plus précisément la méthode du fil chaud et celle du plan chaud.

1.2. Classification des méthodes de mesure

Différents critères sont envisageables pour classer des techniques de mesure [1]. Nous pouvons dégager deux critères importants : le mode d'excitation et le régime temporel (transitoire ou permanent).

1.2.1. L'excitation

En envisageant une telle classification on distingue deux types de mesure :

1.2.1.1. Les méthodes photothermiques ([2]-[14])

L'échantillon est sollicité thermiquement par l'absorption de photons ou plus rarement d'électrons. L'application la plus remarquable de ces techniques est la méthode flash mise au point dans les années 60 [2].

Il s'agit de soumettre la face avant d'un échantillon cylindrique, initialement à l'équilibre thermique, à une impulsion photothermique, à l'aide d'un tube à éclat ou d'un laser, et d'enregistrer la réponse en température sur la face avant ou arrière du matériau étudié (figure 1.2.1). Le dépouillement de ce thermogramme permet d'estimer la diffusivité thermique.

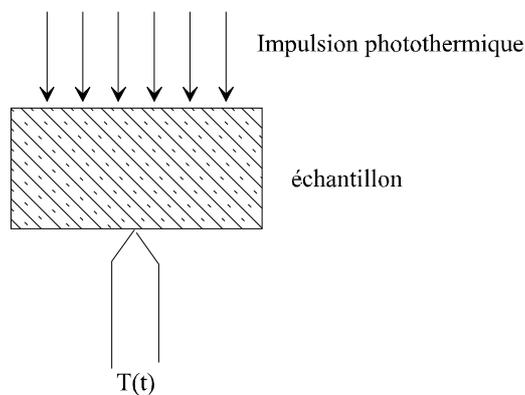


Figure 1.2.1 : schéma de principe de la méthode flash

A partir du thermogramme expérimental enregistré sur la face arrière de l'échantillon, et notamment du temps de demi-montée $t_{1/2}$ (le temps pour lequel $T=T_{max}/2$), en supposant le milieu adiabatique, on peut montrer que la diffusivité thermique s'exprime par :

$$a = \frac{1.38e^2}{\pi^2 t_{1/2}} \quad \text{Eq 1.2.1}$$

La condition d'adiabaticité pour que cette relation soit valable est difficilement réalisable. Les premières améliorations ont donc porté sur la prise en compte des échanges convectifs et radiatifs entre l'échantillon et son environnement. Les principales modifications ont porté sur la technologie et sur la méthode d'identification, notamment sur la mise en évidence de temps caractéristiques, tels $t_{1/3}$, et $t_{2/3}$, qui permettent d'estimer la diffusivité thermique sans émettre d'hypothèse sur les échanges thermiques.

Le champ d'application d'une telle méthode est vaste. Dans les applications récentes on peut noter :

- la caractérisation de fluide avec une modélisation basée sur les moments temporels [9].
- la caractérisation de polymères fondus entre 20 et 300 °C [13], technique pouvant être étendue à d'autres applications [18].
- la caractérisation de matériaux composite ([11], [12])

La méthode flash est très utilisée dans le monde industriel, et fait l'objet de travaux importants. Pour autant, elle ne sera pas une méthode de base du travail présenté dans ce mémoire. En effet sa mise en place expérimentale est relativement lourde, et sa conception nous éloigne de l'idée de sonde unique.

1.2.1.2. Les méthodes électrothermiques ([15]-[43])

Une résistance chauffante est utilisée pour créer un déséquilibre thermique au sein du matériau étudié. La précision obtenue, notamment en régime instationnaire, est excellente. La simplicité de ces méthodes et l'utilisation de matériels peu onéreux, font qu'aujourd'hui, elles sont très utilisées. La méthode du fil chaud en régime instationnaire, s'est ainsi imposée pour la mesure de la conductivité thermique de gaz, liquides et solides. De plus les systèmes d'acquisition modernes permettent l'enregistrement précis de signaux sur des temps très courts.

1.2.2. Régimes temporels

1.2.2.1. Les méthodes stationnaires ([15]-[18])

Après avoir instauré un gradient de température stationnaire au sein d'un matériau, il est aisé de trouver sa conductivité thermique. En effet, il suffit alors de mesurer la température sur les faces de l'échantillon et le flux qui le traverse. Une simple application de la loi de Fourier permet alors de trouver la grandeur thermique recherchée.

Cependant plusieurs difficultés sont à noter :

- Le temps d'établissement du régime permanent est toujours très long, particulièrement pour les matériaux isolants.
- Les mesures sur des gaz ou des liquides entraînent l'apparition de mouvement de convection naturelle.
- Dans les milieux poreux, le régime permanent provoque une migration du fluide interstitiel.

- Ce type de méthode ne permet de déterminer que la conductivité thermique, puisqu'elle ne fait pas intervenir les effets capacitifs du matériau.

1.2.2.2. Les méthodes instationnaires ([20]-[43])

Ce constat a conduit au développement de méthodes instationnaires. En effet, le régime instationnaire permet un gain de temps pour l'expérience. En travaillant sur des temps suffisamment courts, on peut éviter les problèmes liés à l'étude des fluides et des milieux poreux. De plus, outre la conductivité thermique, les méthodes instationnaires font intervenir le terme capacitif.

Une méthodologie générale peut être dégagée pour la mise en œuvre de telles méthodes. Après la mise au point d'un outil expérimental, il s'agit de modéliser le transfert thermique au sein du système. Ce modèle, appelé modèle direct, est le plus souvent analytique, ce qui permet une bonne compréhension de l'influence des paramètres sur le système. La détermination des grandeurs thermophysiques se fait alors par identification, soit par lecture de points particuliers directement sur le thermogramme, soit en tenant compte de l'ensemble de la mesure et en utilisant les techniques classiques de l'optimisation.

1.2.3. Choix d'une classe de mesure

Nos préoccupations sont de développer une nouvelle méthode de caractérisation thermique de matériaux isolants adaptée à un environnement industriel. Notre technique se voudra rapide, facile à mettre en œuvre, fiable, précise, et peu onéreuse. Notre intérêt se portera alors tout naturellement vers des méthodes instationnaires pour un gain de temps appréciable et une information du signal plus riche, et vers des méthodes électrothermiques pour leur simplicité expérimentale et leur faible coût de revient.

Dans la classe des méthodes électrothermiques instationnaires, on trouve trois types de techniques : la méthode par chauffage périodique, la méthode du plan chaud (ou film chauffant) et la méthode du fil chaud (ou sonde à choc thermique).

1.2.3.1. La méthode de la barre ([20]-[22])

Il s'agit de perturber thermiquement un échantillon sous forme d'une barre mince à l'une de ses extrémités par une source de chaleur périodique (figure 1.2.2). La technique consiste à relever l'évolution de la température en deux points distincts au cours du temps. Le traitement de ces deux signaux et la résolution de l'équation de la chaleur unidirectionnelle conduisent à identifier la diffusivité thermique et le coefficient d'échange à la surface de la barre.

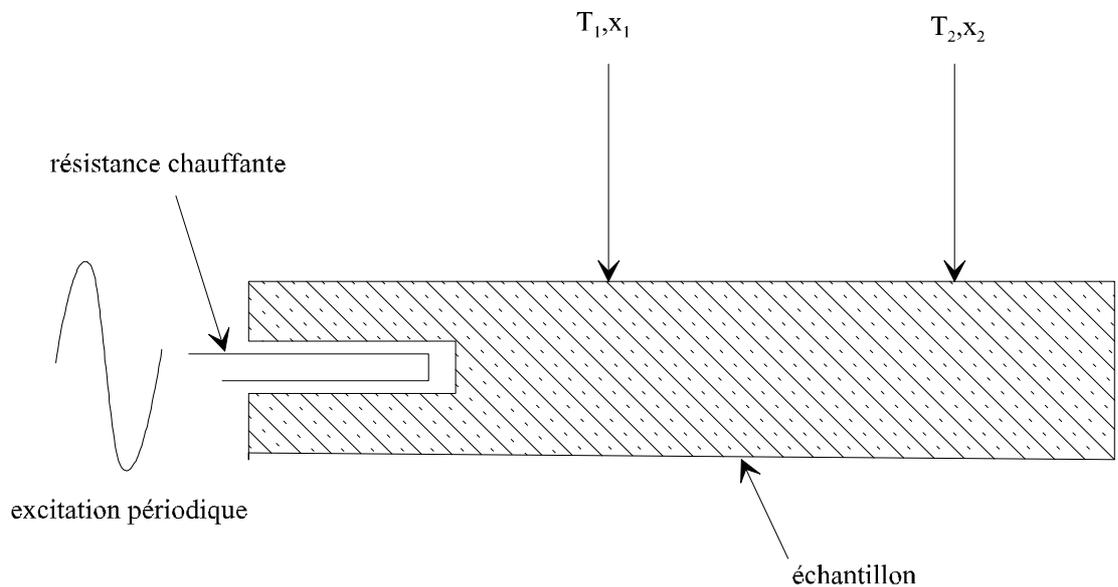


Figure 1.2.2 : schéma de principe des méthodes par chauffage périodique

Dans le cas d'une perturbation sinusoïdale de pulsation ω , l'expression de la diffusivité thermique est de la forme :

$$a = \frac{(x_2 - x_1)^2 \omega}{2(\ln T_2 - \ln T_1)^2} \quad \text{Eq 1.2.2}$$

Diverses améliorations de ce procédé ont été proposées, notamment par l'utilisation d'une excitation sinusoïdale aux deux extrémités ou par variation de la fréquence d'excitation.

Ces techniques sont particulièrement bien adaptées à la détermination de propriétés thermophysiques de matériaux conducteurs.

Outre le fait que nous nous intéressons à la caractérisation de matériaux isolants, cette méthode nécessite une expérimentation relativement complexe et nous éloigne de l'idée de capteur unique (mesure et excitation sur la même sonde).

1.2.3.2. Les méthodes du plan chaud et du fil chaud

Les méthodes du plan chaud et du fil chaud, sont très similaires. Elles se distinguent par la géométrie de la résistance chauffante. Pour le plan chaud, la résistance est plane, de section égale à celle de l'échantillon. Pour le fil chaud, la sonde est un fil, et le transfert de chaleur suit une symétrie de révolution cylindrique.

Il s'agit dans les deux cas d'exciter thermiquement l'échantillon à l'aide d'une résistance chauffante, et de relever l'élévation de température de la sonde. Le dépouillement se fait par une régression linéaire sur les «temps longs».

Ces deux méthodes correspondent à nos attentes en terme de méthodologie de mesure. On trouve ici l'idée de capteur, la mesure et l'excitation ont lieu au même endroit, et le dispositif expérimental est simple.

Ces deux techniques seront à la base du travail développé dans ce mémoire. Nous consacrerons le paragraphe suivant à une étude plus détaillée de ces deux méthodes de base.

1.3. Les sondes

1.3.1. Le plan chaud ([23]-[28])

La méthode consiste à insérer entre deux parallélépipèdes du matériau à étudier une résistance chauffante de même section (figure 1.3.1). L'élément chauffant envoie au travers du système initialement à l'équilibre thermique, un échelon de flux de densité Q . L'élévation de température de la face chauffée permet, après analyse, de remonter à l'effusivité thermique de l'échantillon.

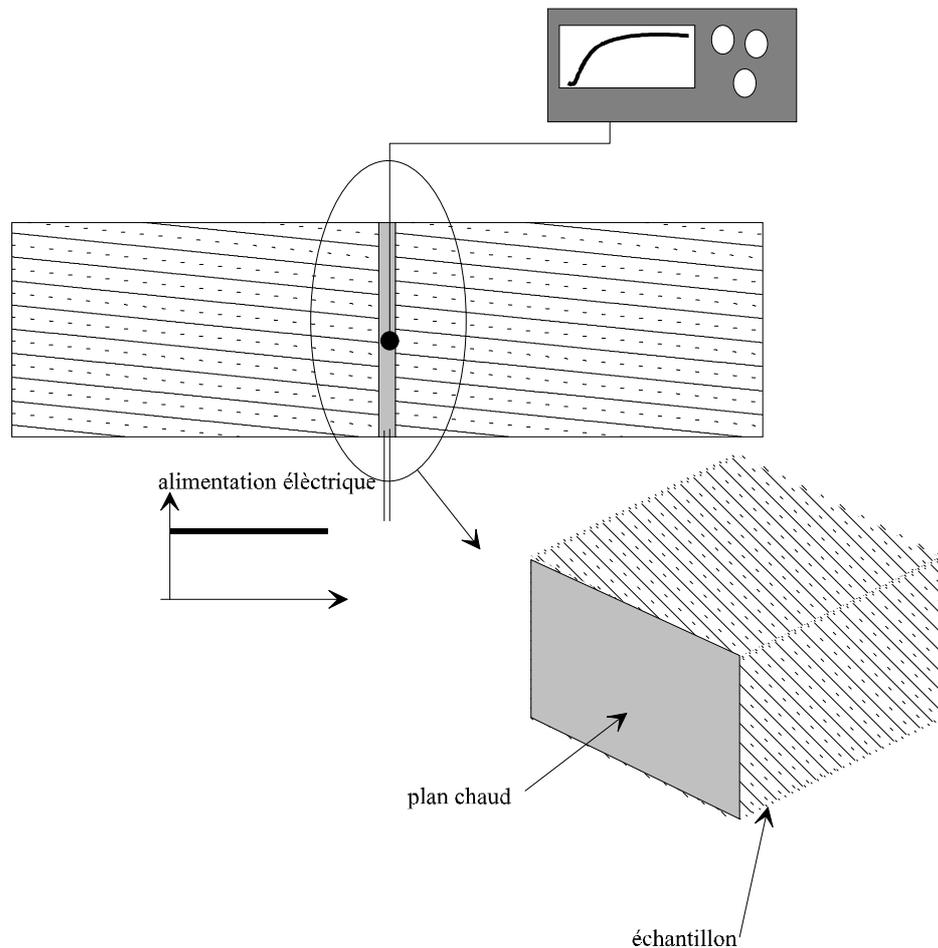


Figure 1.3.1 : dispositif plan chaud

Si on suppose négligeable la capacité thermique de la résistance chauffante et si cette résistance délivre à l'échantillon une densité de flux constante Q , l'équation de la chaleur unidimensionnelle s'écrit alors :

$$\frac{\partial^2 T(x,t)}{\partial x^2} = \frac{1}{a} \frac{\partial T(x,t)}{\partial t} \quad \text{Eq 1.3.1}$$

En supposant que l'échantillon est un milieu semi-infini, les conditions aux limites s'écrivent alors :

$$- \quad x=0 \quad -\lambda \frac{\partial T(x,t)}{\partial x} = Q$$

$$- \quad x \rightarrow \infty \quad T=T_0$$

Condition initiale :

$$- \quad t=0 \quad T(r,0)=T_0$$

Il vient la solution aux temps longs :

$$T(0,t) - T_0 = \frac{2Q}{\sqrt{\pi} \sqrt{\lambda \rho c}} \sqrt{t} \quad \text{Eq 1.3.2}$$

Une simple régression linéaire aux temps longs permet, si on connaît la densité de flux, de déterminer l'effusivité thermique du matériau étudié.

Cette méthode rencontre deux limitations, la première étant dimensionnelle. En effet la méthode du plan chaud fait l'hypothèse du milieu semi-infini, ce qui limite considérablement son champ d'application. La seconde est l'influence des pertes latérales sur les parois de l'échantillon. L'effet convectif affecte très fortement la précision obtenue sur la valeur de l'effusivité. Des perfectionnements dans ce domaine ont été apportés par adjonction de systèmes d'isolation performants. Ces limitations en font une méthode plus adaptée à la caractérisation de matériaux isolants en effet :

- le système satisfait alors mieux à la condition de milieu semi-infini pour des dimensions raisonnables de l'échantillon
- pour une élévation de la température pas trop forte, les effets convectifs sont moindres.

Des travaux récents ([25], [27]) ont mis en évidence les conditions pour obtenir des résultats satisfaisants, notamment la nécessité d'une modélisation complète du système tenant compte des propriétés thermophysiques de la sonde et de la résistance de contact entre l'élément chauffant et l'échantillon.

1.3.2. *Le fil chaud ([29]-[43])*

Sa rapidité, sa facilité de mise en œuvre, et son coût peu élevé, en font la méthode de caractérisation la plus connue et la plus utilisée par le monde industriel.

A l'origine, cette méthode fut développée pour l'étude de la conductivité thermique de liquide. Elle fut étendue par la suite à la caractérisation de milieux solides et aux milieux poreux [31].

Le principe expérimental est particulièrement simple : on place un fil métallique entre deux blocs du matériau à étudier pour les matériaux solides et dans une enceinte fermée pour les gaz et les liquides. Le fil est relié à une alimentation électrique qui lui fournit un échelon de puissance. La mesure consiste à relever au cours du temps soit l'élévation de température soit la variation de résistance électrique, du fil (figure 1.3.2).

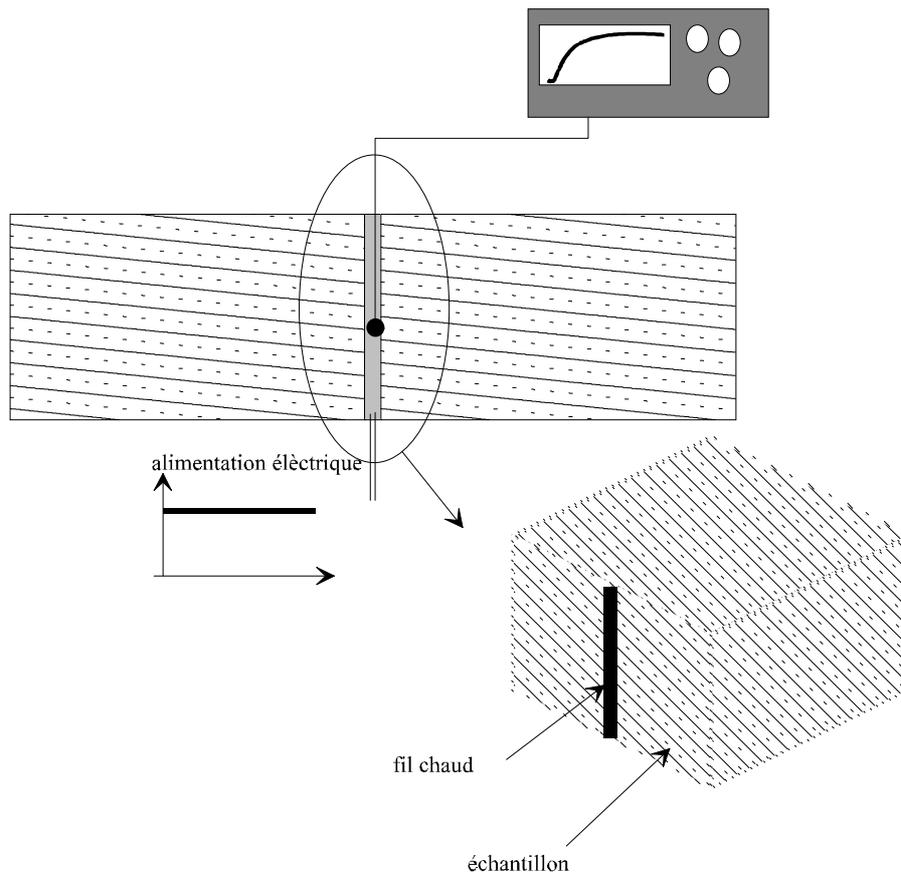


Figure 1.3.2 : dispositif fil chaud

Dans le cadre d'une modélisation simple du phénomène, on considère un fil infiniment long produisant une densité source de chaleur radiale, appliquée à l'instant initial. On suppose que l'énergie est dissipée uniquement par conduction. L'échantillon est de dimensions infinies et ses propriétés thermophysiques sont constantes. L'équation de la chaleur en coordonnées cylindriques s'écrit :

$$\left(\frac{\partial^2 T(r,t)}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T(r,t)}{\partial r} \right) = \frac{1}{a} \frac{\partial T(r,t)}{\partial t} \quad \text{Eq 1.3. 3}$$

Conditions aux limites :

$$- \quad r=0 \quad -\lambda \frac{\partial T(r,t)}{\partial r} = Q$$

- $r \rightarrow \infty \quad T(r,t) = T_o$

Condition initiale :

- $t=0 \quad T(r,0) = T_o$

Il vient la solution :

$$T(r,t) - T_o = \frac{Q}{4\pi\lambda} E_1\left(\frac{r^2}{4at}\right) \quad \text{Eq 1.3.4}$$

où E_1 est la fonction exponentielle intégrale.

Pour des petites valeurs de $\frac{r^2}{4at}$, le développement de E_1 au voisinage r_o donne :

$$T(r,t) - T_o = \frac{Q}{4\pi\lambda} \left[\ln\left(\frac{4at}{r_o^2}\right) + \frac{r_o^2}{4at} + \dots \right] \quad \text{Eq 1.3.5}$$

Aux temps longs il vient :

$$T(r,t) - T_o = \frac{Q}{4\pi\lambda} \ln(t) + \frac{Q}{4\pi\lambda} \ln\left(\frac{4a}{r_o^2 C}\right) \quad \text{Eq 1.3.6}$$

Le thermogramme, aux temps longs, est une droite en fonction du logarithme du temps, dont la pente est inversement proportionnelle à la conductivité thermique. Cette dernière est ainsi estimée grâce à une simple régression linéaire.

Si la simplicité de la méthode est à souligner, quelques difficultés apparaissent pour améliorer le traitement de la mesure. L'inertie du fil et la résistance de contact entre l'échantillon et la sonde peuvent engendrer des erreurs significatives. Une modélisation complète du système a été proposée et elle montre qu'au premier ordre seul les effets conductifs interviennent, mais qu'au second et troisième ordre interviennent également la résistance de contact et l'inertie de la sonde [25].

Pour tenir compte du transfert thermique au sein du fil, il est nécessaire de maîtriser la géométrie de la sonde. En général ceci est difficilement réalisable si l'on veut concilier finesse, cylindricité du fil et réalisation technologique.

Pour l'étude de matériaux particulièrement isolants, de forts gradients de température peuvent influencer sur la linéarité de la mesure.

Un facteur limitant de cette méthode est l'hypothèse de milieu semi-infini faite sur l'échantillon. En effet, même si de faibles épaisseurs suffisent pour des milieux isolants, on peut difficilement être en deçà de l'échelle centimétrique, ce qui limite considérablement le champ d'application.

Pour la caractérisation de fluide liquide ou gazeux, divers travaux ont été menés pour améliorer cette méthode en apportant des corrections prenant en compte des effets convectifs, radiatifs, les propriétés thermophysiques et géométriques du fil.

Diverses extensions de cette méthode sont apparues, notamment les dispositifs de sonde à choc pour la caractérisation de matériaux solides. Ces derniers sont basés sur le même principe de mesure, mais la forme du fil change, il s'agit d'un cylindre chauffant particulièrement adapté à la mesure in situ, par exemple pour l'étude des sols [31]. L'influence du comportement thermique de la sonde est difficilement négligeable, et des méthodes similaires utilisant des sondes à faible inertie thermique, ont été développées.

Pour palier aux effets importants de la résistance de contact entre la sonde à choc et le matériau étudié, une solution avec deux tiges a été proposée [32]. Il s'agit de perturber l'échantillon de la même manière que précédemment. La différence se situe au niveau de la mesure en température qui se fait sur une deuxième tige située à une distance connue du système chauffant.

1.4. Conclusion du chapitre 1

Suite à la synthèse et à la classification des méthodes de mesure de la conductivité thermique, notre intérêt s'est porté plus particulièrement sur les méthodes instationnaires électrothermiques.

Deux techniques, la méthode du plan chaud et celle du fil chaud, nous ont semblé particulièrement intéressantes, notamment en terme de méthodologie. Elles sont basées sur une expérimentation simple, où la source de chaleur et la mesure sont placées au sein d'une même sonde, et sur le traitement du signal obtenu. Dans les deux cas, la précision des résultats tient à l'expérience, mais aussi à la qualité de la modélisation.

Les principales limitations sont les suivantes :

- hypothèse de milieu semi-infini (contraintes géométriques)
- difficulté de maîtriser la géométrie des sondes, notamment pour le fil chaud
- pour des matériaux très isolants, des forts gradients de température peuvent apparaître au sein du matériau, et remettre en cause la linéarité du champ des températures

Le travail présenté dans la suite de ce mémoire, permettra de proposer des méthodes conservant la philosophie de ces techniques existantes, tout en corrigeant leurs principaux inconvénients, et valables pour des matériaux isolants solides ou pâteux.

Chapitre 2

Outils et méthodologie

Chapitre 2 : Outils et méthodologie

2.1. Introduction

Les différentes méthodes de caractérisation thermique présentées dans ce rapport sont basées sur la perturbation de l'équilibre thermique d'un échantillon. Afin d'estimer les paramètres thermiques recherchés, il est nécessaire d'écrire au préalable un modèle direct dont on compare les résultats aux mesures expérimentales.

Le modèle direct est obtenu par résolution de l'équation de la chaleur. Compte tenu des objectifs que nous nous sommes fixés, notamment en terme de simplicité de mise en œuvre des méthodes proposées, nous préférons utiliser des méthodes de résolution analytiques. Le formalisme des «quadripôles thermiques», s'est révélé le mieux adapté. Il présente, en effet, l'avantage de donner une représentation physique simple et parlante (analogie électrique) du système étudié. De plus il s'adapte particulièrement bien aux milieux multicouches, et permet de décrire simplement les imperfections du système (résistance de contact, milieu semi-infini, élément chauffant ...).

Dans un premier temps, nous expliciterons les principes de base du formalisme des quadripôles thermiques, en traitant le cas classique de la modélisation du transfert de chaleur instationnaire unidirectionnel au travers d'un mur passif homogène et isotrope. Nous développerons ensuite une extension au cas du transfert de chaleur bidimensionnel dans un mur passif, de géométrie plane puis cylindrique, à l'aide de transformations intégrales. Nous donnerons en annexe les différents quadripôles en géométrie cartésienne, cylindrique, et sphérique, pour différents problèmes : avec terme source, pour un milieu semi-infini, avec une résistance de contact, etc...

Nous terminerons ce chapitre par la description des méthodes d'estimation de paramètres utilisées dans la suite. Nous nous limiterons aux méthodes d'optimisation basées sur la minimisation d'un critère.

2.2. La méthode des quadripôles thermiques

2.2.1. Introduction

L'objet de ce paragraphe est d'exposer le formalisme des quadripôles thermiques. La technique décrite ici est l'outil de base utilisé dans la suite pour le développement des modèles. Nous présenterons succinctement la méthode des quadripôles thermiques ([45] à [48]). Nous ne développerons que le cas du transfert de chaleur unidimensionnel dans un système multicouche en régime transitoire sans terme source, pour une géométrie cartésienne.

Le transfert de chaleur dans un solide opaque, homogène et isotrope se traduit mathématiquement par l'équation de la chaleur :

$$\frac{1}{a} \frac{\partial T}{\partial t} = \nabla^2 T \quad \text{Eq 2.2.1}$$

Où le paramètre a est la diffusivité thermique, qui s'exprime en fonction de λ et ρc_p . Il est donc indispensable de connaître deux de ces trois grandeurs thermophysiques pour comprendre ou prédire le comportement thermique du milieu étudié.

Nous supposons dans la suite que le transfert est unidimensionnel, le milieu homogène, et les propriétés thermiques constantes.

2.2.2. Quadripôle thermique associé à une couche passive

Nous considérons le transfert de chaleur dans un mur de géométrie plane d'épaisseur e , initialement à l'équilibre thermique, sans source interne, en régime transitoire.

L'équation de la chaleur s'écrit :

$$\frac{1}{a} \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \quad \text{avec } T(x) = 0 \quad \text{à } t = 0 \quad \text{Eq 2.2.2}$$

Pour résoudre cette équation, appliquons la transformée de Laplace sur le temps :

$$\theta(x, p) = \int_0^{\infty} T(x, t) e^{-pt} dt \quad \text{Eq 2.2.3}$$

L'équation de la chaleur devient :

$$\frac{p}{a} \theta = \frac{d^2 \theta}{dx^2} \quad \text{Eq 2.2.4}$$

Cette équation homogène admet pour solution générale:

$$\theta(x, p) = G_1 ch(Kx) + G_2 sh(Kx) \quad \text{avec } K = \sqrt{\frac{p}{a}} \quad \text{Eq 2.2.5}$$

La solution de l'équation 2.2.4 est déterminée par la connaissance de deux conditions aux limites.

Soient θ_e et θ_s , les transformées de Laplace des températures respectivement en $x=0$ et en $x=e$, Φ_e et Φ_s les transformées de Laplace des densités de flux respectivement en $x=0$ et en $x=e$. Il existe une relation linéaire liant les grandeurs d'entrée θ_e et Φ_e aux grandeurs de sortie θ_s et Φ_s . Il est alors aisé maintenant de représenter en terme de quadripôle thermique le transfert de chaleur dans la couche passive :

$$\begin{bmatrix} \theta_e \\ \phi_e \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} A & B \\ C & D \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \theta_s \\ \phi_s \end{bmatrix} \quad \text{Eq 2.2.6}$$

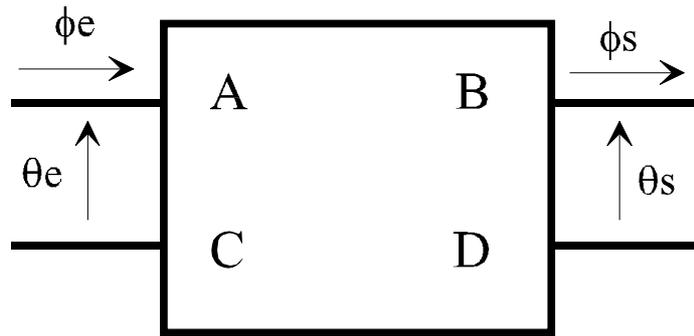


Figure 2.2.1 : schéma du quadripôle associé

Où A, B, C, D sont les termes du quadripôle :

$$\left. \begin{aligned} A &= D = ch(Ke) \\ B &= \frac{sh(Ke)}{\lambda K} \\ C &= \lambda K sh(Ke) \end{aligned} \right\} \text{ avec } K = \sqrt{\frac{p}{a}} \quad \text{Eq 2.2.7}$$

Le quadripôle étant passif, c'est à dire sans source interne, on peut vérifier que les quatre termes A, B, C et D ne sont pas indépendants mais liés par la relation :

$$AD - CB = 1$$

On peut également trouver le schéma électrique équivalent constitué de trois impédances (figure 2.2.2).

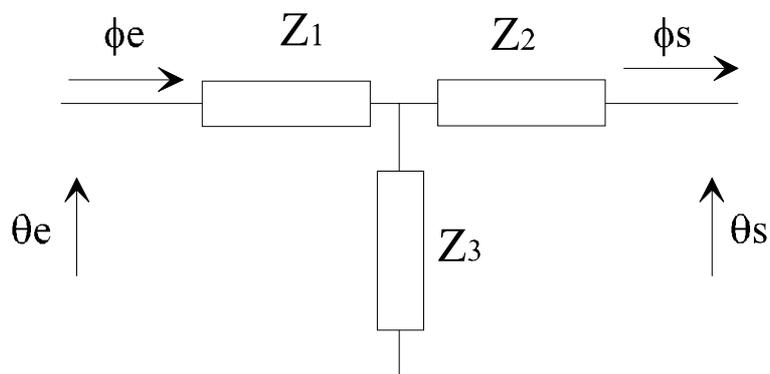


Figure 2.2.2 : Schéma électrique équivalent

Par analogie, on obtient :

$$Z_1 = \frac{A-1}{C} \quad Z_2 = \frac{D-1}{C} \quad Z_3 = \frac{1}{C} \quad \text{Eq 2.2.8}$$

Si nous nous intéressons au comportement de ces impédances «aux temps longs », c'est à dire pour $\frac{at}{e^2} \gg 1$, on peut montrer que Z_1+Z_2 représente la résistance thermique du matériau, et Z_3 l'inertie thermique. En effet :

$$\begin{cases} Z_1 = Z_2 = \frac{e}{2\lambda} \\ Z_3 = \frac{1}{\rho c_p e p} \end{cases} \quad \text{Eq 2.2.9}$$

2.2.3. Quadripôle associé à un milieu semi-infini

On considère un mur passif, homogène et isotrope d'extension infinie. La température sur sa face arrière est alors fixée à la température $T_0=0$. Sous forme quadripolaire le problème s'écrit alors :

$$\begin{bmatrix} \theta_e \\ \phi_e \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} AB \\ CD \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 0 \\ \phi_s \end{bmatrix} \quad \text{Eq 2.2.10}$$

On obtient l'expression du quadripôle associé à un mur infini en faisant tendre l'épaisseur e vers l'infini :

$$\begin{bmatrix} \theta_e \\ \phi_e \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \theta_e \\ \lambda \sqrt{\frac{p}{a}} \theta_e \end{bmatrix} \quad \text{Eq 2.2.11}$$

2.2.4. Quadripôle associé à un système multicouche

On s'intéresse au transfert de chaleur en régime transitoire dans un empilement de murs homogènes successifs, sans terme source, en contact parfait. Chaque couche i est définie par son propre quadripôle thermique, et on a la relation entre deux couches successives :

$$\begin{bmatrix} \theta_{ei} \\ \phi_{ei} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} A_i & B_i \\ C_i & D_i \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \theta_{si} \\ \phi_{si} \end{bmatrix} \quad \text{Eq 2.2.12}$$

On obtient pour n couches successives :

$$\begin{bmatrix} \theta_e \\ \phi_e \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} AB \\ CD \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \theta_s \\ \phi_s \end{bmatrix} \text{ avec } \begin{bmatrix} AB \\ CD \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} A_1 & B_1 \\ C_1 & D_1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} A_2 & B_2 \\ C_2 & D_2 \end{bmatrix} \cdots \begin{bmatrix} A_n & B_n \\ C_n & D_n \end{bmatrix} \quad \text{Eq 2.2.13}$$

L'intérêt principal du formalisme des quadripôles thermiques est mis en évidence ici : un système multicouche se traite par simple multiplication des matrices associées.

2.2.5. Quadripôle associé à une couche en présence de sources internes

Considérons le transfert de chaleur par conduction dans un mur, d'épaisseur e , en régime transitoire, présentant des sources internes caractérisées par une puissance volumique fonction du temps et de l'espace $f(x,t)$ initialement à l'équilibre thermique.

$$\frac{\partial^2 T(x,t)}{\partial x^2} + \frac{1}{\lambda} f(t) = \frac{1}{a} \frac{\partial T(x,t)}{\partial t} \quad \text{Eq 2.2.14}$$

On effectue une transformée de Laplace de la variable temporelle. L'équation 2.2.14 s'écrit :

$$\frac{\partial^2 \theta(x, p)}{\partial x^2} + \frac{1}{\lambda} F(x, p) = \frac{p}{a} \theta(x, p) \quad \text{Eq 2.2.15}$$

La solution de l'équation 2.2.15 peut alors s'écrire sous forme de quadripôles ([45]):

$$\begin{bmatrix} \theta_e \\ \phi_e \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} A & B \\ C & D \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \theta_s \\ \phi_s \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} X \\ Y \end{bmatrix} \quad \text{Eq 2.2.16}$$

X et Y représentent les termes sources. Dans le cas de la métrologie thermique le cas le plus intéressant est $f(x, t) = f(t)$:

$$X = (1 - A) \frac{F(p)}{\rho c p} \text{ et } Y = -C \frac{F(p)}{\rho c p}$$

2.3. Extension du formalisme des quadripôles à l'aide de transformations intégrales

2.3.1. Expression du quadripôle associé à un mur passif en géométrie cartésienne

Nous traitons ici le cas du transfert conductif dans un mur passif, c'est à dire sans source de chaleur interne, dont les propriétés thermophysiques sont constantes, de dimensions latérales $l \times 2L$ et d'épaisseur e , soumis à un flux de chaleur quelconque s'appliquant sur une surface de dimensions $2b \times l$ (figure 2.3.1).

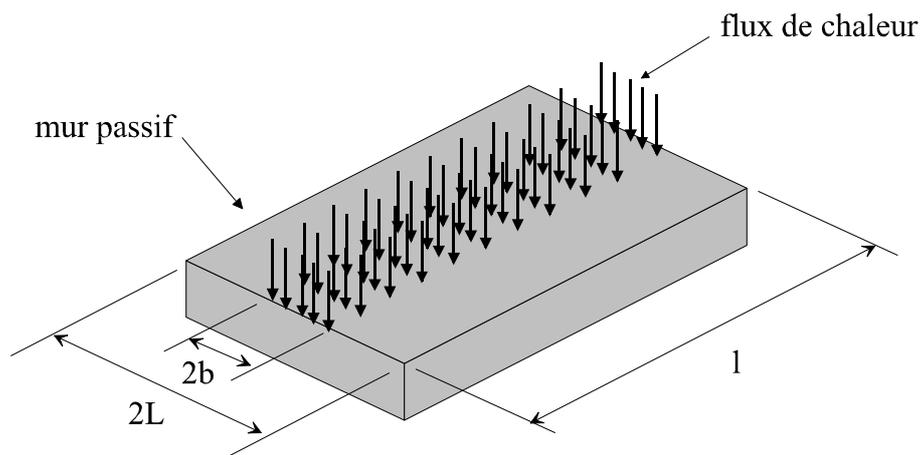


Figure 2.3.1 : présentation du problème en géométrie plane

Compte tenu des symétries du problème, nous ne considérons qu'un quart de la géométrie (figure 2.3.2):

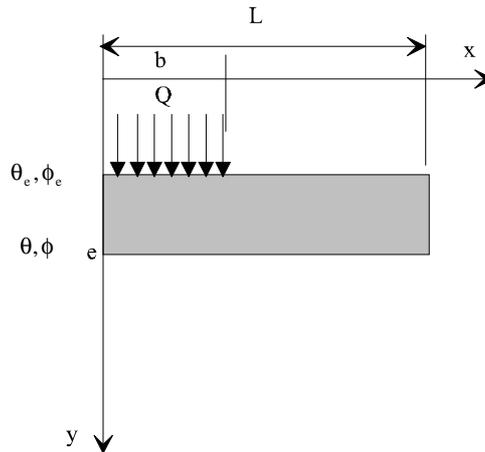


Figure 2.3.2 : schéma du problème en géométrie plane

Pour traiter ce problème bidimensionnel par la méthode des quadripôles, nous utilisons une extension de la méthode des quadripôles à l'aide de transformation intégrale : après avoir appliqué la transformation de Laplace de l'équation de la chaleur, nous appliquons une transformée de Fourier sur la variable d'espace x [46].

L'équation de la chaleur s'écrit :

$$\left(\frac{\partial^2 T(x, y, t)}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T(x, y, t)}{\partial y^2} \right) = \frac{1}{a} \frac{\partial T(x, y, t)}{\partial t} \quad \text{Eq 2.3.1}$$

Conditions aux limites :

$$y=0 \quad -\lambda \frac{\partial T(x, 0, t)}{\partial y} = Q \quad \text{si } 0 < x < b \quad \text{sinon } 0$$

$y=e$ continuité du flux

$$x=0 \quad \frac{\partial T(0, y, t)}{\partial x} = 0$$

$$x=L \quad \frac{\partial T(x, L, t)}{\partial x} = 0$$

Condition initiale :

$$\text{à } t=0 \ T(x,y,0)=0$$

Appliquons la transformée de Laplace sur la variable temporelle et une transformée de Fourier en cosinus sur la variable d'espace x . Le choix de la transformée de Fourier est imposé par les conditions aux limites du problème. Dans notre cas et compte tenu des symétries du problème, une transformée en cosinus s'impose. Il vient :

$$\tau(\alpha_n, y, p) = \int_0^L \int_0^\infty T(x, y, t) e^{-pt} \cos(\alpha_n x) dt dx \text{ avec } \alpha_n^2 = \frac{n\pi}{L} \quad \text{Eq 2.3.2}$$

L'équation de la chaleur devient :

$$\frac{d^2 \tau(\alpha_n, y, p)}{dy^2} = \left(\frac{p}{a} + \alpha_n^2 \right) \tau(\alpha_n, y, p) \quad \text{Eq 2.3.3}$$

La solution générale de cette équation différentielle est de la forme :

$$\tau(\alpha_n, y, p) = Ech(K_n y) + Fsh(K_n y) \text{ avec } K_n = \sqrt{\frac{p}{a} + \alpha_n^2} \quad \text{Eq 2.3.4}$$

Nous nous ramenons à une expression similaire au cas du problème unidimensionnel, seul le coefficient K a changé. On retrouve alors l'expression précédente pour le quadripôle thermique associé :

$$\left. \begin{array}{l} A_n = D_n = ch(K_n e) \\ B_n = \frac{sh(K_n e)}{\lambda K_n} \\ C_n = \lambda K_n sh(K_n e) \end{array} \right\} \text{ avec } K_n = \sqrt{\frac{p}{a} + \alpha_n^2} \quad \text{Eq 2.3. 5}$$

2.3.2. Expression du quadripôle associé à un mur passif en géométrie cylindrique

Nous traitons ici le même cas que précédemment mais en géométrie cylindrique, c'est à dire pour un mur passif, dont les propriétés thermophysiques sont constantes, de rayon R et d'épaisseur e , soumis à un flux de chaleur quelconque s'appliquant sur une surface de rayon b (figure 2.3.3).

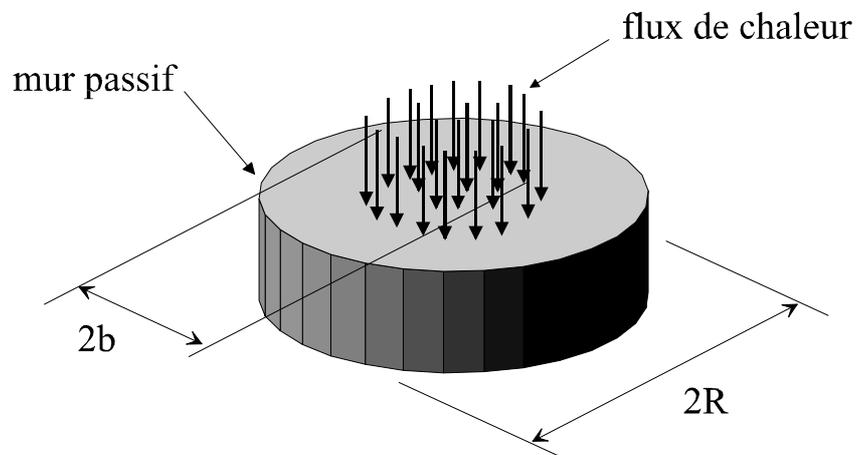


Figure 2.3.3 : présentation du problème en géométrie cylindrique

La symétrie de révolution du problème nous conduit à ne traiter le problème que suivant r et z (figure 2.3.4).

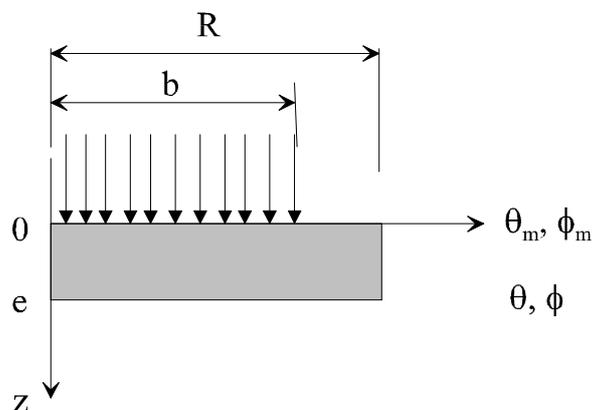


Figure 2.3.4 : schéma du problème en géométrie cylindrique

Pour traiter ce problème bidimensionnel, nous utilisons la même démarche que précédemment, à la différence près que, suite à la transformation de Laplace de l'équation de la chaleur, nous appliquons, non plus une transformation de Fourier, mais une transformée de Hankel sur la variable d'espace r .

Dans l'espace réel, l'équation de la chaleur s'écrit :

$$\left(\frac{\partial^2 T(r, z, t)}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T(r, z, t)}{\partial r} \right) + \frac{\partial^2 T(r, z, t)}{\partial z^2} = \frac{1}{a} \frac{\partial T(r, z, t)}{\partial t} \quad \text{Eq 2.3.6}$$

Conditions limites :

$$z=0 \quad -\lambda \frac{\partial T(r, 0, t)}{\partial z} = Q \quad \text{si } 0 < r < b \quad \text{sinon } 0$$

$z=e$ continuité du flux

$$r=0 \quad \frac{\partial T(0, z, t)}{\partial r} = 0$$

$$r=R \quad \frac{\partial T(R, z, t)}{\partial r} = 0$$

Condition initiale :

$$\text{à } t=0 \quad T(r, z, 0) = 0$$

Appliquons la transformée de Laplace sur la variable temporelle et une transformée de Hankel sur la variable d'espace r . Il vient :

$$\kappa(\gamma_n, z, p) = \int_0^R \int_0^\infty T(r, z, t) e^{-pt} J_0(\gamma_n r) r dt dr \quad \text{Eq 2.3.7}$$

où J_0 est la fonction de Bessel de première espèce d'ordre 0.

L'équation 2.3.6 devient :

$$\frac{d^2 \kappa(\gamma_n, z, p)}{dz^2} = \left(\frac{p}{a} + \gamma_n^2 \right) \kappa(\gamma_n, z, p) \quad \text{Eq 2.3.8}$$

Nous retrouvons une équation du même type que dans le cas du mur passif en géométrie plane, seule l'expression de K_n change, avec γ_n solution de $J_1(\gamma_n R) = 0$.

Nous utiliserons l'approximation numérique de γ_n [47] :

$$\gamma_0 = 0 \text{ et } \gamma_n R = n\pi + \frac{\pi}{4} - \frac{3}{(8n\pi + \frac{\pi}{4})}$$

Tous les résultats obtenus précédemment restent donc valables en géométrie cylindrique, pourvu que l'on redéfinisse K_n .

2.4. Estimation de paramètres ([49] - [55])

Les méthodes d'estimation de paramètres permettent d'utiliser au mieux la connaissance des valeurs de mesure d'un phénomène physique sur un système pour trouver certaines grandeurs du modèle décrivant ce phénomène. Dans le cadre de la métrologie thermique cela consiste, après avoir relevé un champ de température expérimental, à déterminer les paramètres thermophysiques caractérisant le milieu. Ces grandeurs peuvent être des propriétés du matériau ou des paramètres de transfert.

Le principe général des méthodes que nous allons utiliser est de solliciter thermiquement un échantillon initialement à l'équilibre. Pour cela on perturbe le matériau en lui imposant un échelon de puissance $Q(t)$ à l'aide d'une résistance chauffante. On relève l'élévation de température de cette résistance avec un thermocouple. Le thermogramme ainsi obtenu dépend bien évidemment de la puissance dissipée, mais aussi des propriétés thermophysiques caractérisant le matériau, par exemple λ et ρc_p . Cet ensemble constitue le vecteur paramètre noté $\beta = (\beta_1, \beta_2, \dots, \beta_n)$, où n est le nombre de paramètres estimés.

Dans ces conditions le champ de température peut s'écrire comme une fonction f dépendant du vecteur paramètre β , du temps t et de la puissance dissipée $Q(t)$.

$$T = f(t, \beta, Q)$$

Pour connaître la fonction f , il faut résoudre le problème direct. C'est typiquement l'objet du paragraphe précédent.

A partir du thermogramme expérimental, il s'agit de réussir à retrouver le vecteur paramètre β , pour lequel la température calculée à partir du modèle direct coïncide au mieux avec les mesures expérimentales.

Dans un premier temps nous considérons le problème direct, c'est à dire que l'on écrit le modèle représentant le phénomène physique étudié. Dans notre cas, ce modèle

sera analytique. Le problème d'estimation consiste alors à comparer le champ de température mesuré avec le champ de température par le modèle direct, afin de retrouver les propriétés thermophysiques de l'échantillon.

2.4.1. Etude de sensibilité

L'étude de sensibilité est une étape importante de la méthodologie. Il s'agit de déterminer le domaine temporel ou spatial pour lequel une variation de chacun des paramètres indépendamment les uns des autres entraînera une réponse significative du système. Dans ce cas les paramètres sont identifiables. Dans le cas contraire, il est nécessaire de modifier l'expérience ou le modèle.

2.4.1.1. Définition

Dans le cadre de l'estimation de paramètres, le coefficient de sensibilité du signal à un paramètre joue un rôle important. Considérons une variation de température en fonction du temps, $T=T(t, \beta)$. Le coefficient de sensibilité X_j de $T=T(t, \beta)$ au paramètre β_j est défini par la dérivée partielle de la fonction $T=T(t, \beta)$ par rapport à β_j .

$$X_j(t, \beta) = \frac{\partial T(t, \beta)}{\partial \beta_j} \quad \text{Eq 2.4.1}$$

Pour des mesures de température discrètes dans le temps, on définit le coefficient de sensibilité au paramètre β_j à l'instant t_i par X_{ij}

$$X_{ij} = \frac{\partial T(t_i, \beta)}{\partial \beta_j} \quad \text{Eq 2.4.2}$$

Le problème d'estimation est linéaire si les coefficients de sensibilité ne dépendent pas des paramètres.

Pour calculer ces coefficients, nous avons choisi la méthode de perturbation. A partir du modèle direct, nous calculons le champ de température pour un jeu de paramètres, et nous recalculons T après avoir perturbé le paramètre que l'on étudie.

$$X_{ij} = \frac{T(t, \beta_i + \delta\beta_i) - T(t, \beta_i - \delta\beta_i)}{2\delta\beta_i} \quad \text{Eq 2.4.3}$$

Pour comparer les différents coefficients de sensibilité entre eux, on définit une sensibilité réduite. Cette forme permet d'avoir tous les coefficients homogènes à des températures.

$$X_{ij}^* = \beta_j \left(\frac{\partial T(t_i, \beta)}{\partial \beta_j} \right) \quad \text{Eq 2.4.4}$$

2.4.1.2. Identifiabilité

Les coefficients de sensibilité X_{ij} doivent être **linéairement indépendants** [49], pour pouvoir estimer correctement tous les paramètres.

On dit que les paramètres sont linéairement indépendants au sens strict s'il n'existe pas n constantes C_i non nulles telles que :

$$\sum_{i=1}^n C_i \frac{\partial T(t_j, \beta)}{\partial \beta_i} = 0$$

En pratique, on ne recherche pas les coefficients C_i , on trace l'évolution des coefficients de sensibilités en fonction du temps pour chaque paramètre avant d'effectuer l'estimation.

2.4.1.3. Conclusion

Outre le fait de rendre compte de l'identifiabilité d'un problème, l'étude de sensibilité renseigne sur l'effet des paramètres sur le modèle étudié. Nous connaissons

ainsi la variation de la température induite par la variation d'une grandeur d'influence, mais aussi son signe. Par cette étude, on peut dégager les paramètres dont l'influence est prépondérante et définir une stratégie de recherche du minimum.

2.4.2. Les méthodes d'estimation de paramètre

Nous allons maintenant présenter succinctement les méthodes d'estimation de paramètres. Nous bornerons notre présentation aux méthodes qui seront utilisées tout au long de ce travail. Entre autre nous n'aborderons pas les problèmes liés à la régularisation des matrices de sensibilité en vue de leur inversion.

2.4.2.1. La méthode des moindres carrés linéaires

Le thermogramme mesuré est entaché d'un bruit de mesure $e_T(t)$. Cette erreur de mesure est supposée additive. On suppose qu'il s'agit d'une variable aléatoire, dont la loi de probabilité est indépendante du temps, et que le bruit est non corrélé, c'est à dire qu'il n'y a aucune dépendance du bruit à deux instants différents.

La température mesurée peut alors s'écrire :

$$T_m(t_i) = T(t_i) + e_T(t_i) \quad \text{Eq 2.4.5}$$

De plus, nous supposerons d'une part que ce bruit est d'écart type constant et d'autre part que chaque réalisation de l'observable $T(t_i)$ à l'instant t_i est indépendante de $T(t_k)$ si t_i est différent de t_k :

$$\text{cov}([e_T]) = \sigma^2 [I] \quad \text{Eq 2.4.6}$$

La méthode la plus utilisée pour estimer le vecteur paramètre, est la méthode des moindres carrés linéaires [49]. Il s'agit de trouver le vecteur paramètre β qui minimise une norme $s(\beta)$ appelée écart quadratique moyen, faisant intervenir le carré de l'écart entre le signal expérimental et le signal théorique.

$$s(\beta) = \sum_{i=1}^N \{T_m(t_i) - T(t_i, \beta)\}^2 \quad \text{Eq 2.4.7}$$

ou sous forme matricielle :

$$s(\beta) = ([T_m] - [T(\beta)])^T ([T_m] - [T(\beta)]) \quad \text{Eq 2.4.8}$$

Le vecteur β qui minimise cette norme est appelé estimateur optimal. On peut montrer qu'il est à variance minimale.

L'existence du bruit de mesure sur la température ne permet pas d'estimer exactement le vecteur paramètre β . L'erreur de mesure $e_T(t)$ entraîne une erreur d'estimation $e_\beta(t)$. Le vecteur paramètre estimé s'écrit alors :

$$\hat{\beta}(t) = \beta(t) + e_\beta(t) \quad \text{Eq 2.4.9}$$

Il est intéressant de pouvoir exprimer l'erreur sur le vecteur paramètre estimé en fonction du bruit de mesure sur le champ de température expérimental. Pour cela on fait un développement au premier ordre au voisinage de β :

$$T(t, \hat{\beta}) = T(t, \beta) + \sum_{j=1}^n \left(\frac{\partial T(t, \beta)}{\partial \beta_j} \right)_{t, \beta_j} e_{\beta_j} \quad \text{Eq 2.4.10}$$

Il vient alors, écrit sous forme matricielle :

$$[e_T(t_i)] = \left[\left(\frac{\partial T(t, \beta)}{\partial \beta_j} \right)_{t, \beta_j} \right] [e_{\beta_j}] = X [e_{\beta_j}] \quad \text{Eq 2.4.11}$$

Dans le cas d'un problème linéaire au sens de l'estimation des paramètres, X ne dépend ni des n coefficients, ni de T , et la température peut se mettre sous la forme :

$$T(t, \beta) = \sum_{j=1}^n \beta_j \frac{\partial T(t, \beta_j)}{\partial \beta_j} \quad \text{Eq 2.4.12}$$

Il existe alors une solution **unique** minimisant l'écart :

$$s(\beta) = ([T_m] - [X][\beta])^T ([T_m] - [X][\beta]) \quad \text{Eq 2.4.13}$$

Cette solution est le vecteur paramètre estimé optimal $\hat{\beta}$ tel que :

$$\frac{\partial s(\hat{\beta})}{\partial \hat{\beta}} = 0 \quad \text{Eq 2.4.14}$$

il vient l'expression de $\hat{\beta}$:

$$\left[\hat{\beta} \right] = ([X]^T [X])^{-1} [X]^T [T_m] \quad \text{Eq 2.4.15}$$

La matrice de covariance de l'erreur d'estimation du vecteur optimal à variance minimale est :

$$\text{cov}[e_{\beta}(t)] = ([X]^T [X])^{-1} \sigma^2 \quad \text{Eq 2.4.16}$$

On est alors capable d'estimer $\hat{\beta}$, mais aussi d'évaluer l'erreur d'estimation.

2.4.2.2. La méthode des moindres carrés non linéaires : méthode de Gauss

Si le problème considéré n'est plus linéaire au sens des paramètres, il faut envisager des méthodes spécifiques car les matrices de sensibilité sont alors fonction de β et une solution exacte n'est plus calculable.

Il existe plusieurs méthodes efficaces de minimisation de fonction non linéaire. Nous présenterons succinctement la méthode de Gauss ou méthode de Gauss Newton [82], car elle est à la base de toutes les méthodes d'estimation de paramètres.

Comme précédemment (Equation 2.4.8), il s'agit de trouver le vecteur paramètre β qui minimise la «distance» faisant intervenir le carré de l'écart entre le signal expérimental et le signal théorique. Une façon d'évaluer cette distance est de construire la somme de fonctions carrées $s(\beta)$ tel que :

$$s(\beta) = ([T_m] - [T(\beta)])^T W ([T_m] - [T(\beta)]) \quad \text{Eq 2.4.17}$$

où W est une matrice de poids, proportionnelle à la matrice de covariance de l'aléas «erreur de mesure» si celle-ci n'est pas diagonale et à diagonale constante.

La base de cette méthode est que le meilleur estimateur $\hat{\beta}$ sera celui qui vérifie le critère d'optimisation suivant :

$$\nabla_{\beta} s(\hat{\beta}) = 0 \quad \text{Eq 2.4.18}$$

Compte tenu de la définition de la matrice de sensibilité, la condition de minimisation s'écrit :

$$[X(\hat{\beta})]^T W ([T_m] - [T(\hat{\beta})]) = 0 \quad \text{Eq 2.4.19}$$

Si le problème d'estimation est non linéaire alors cette équation est non linéaire par rapport à $\hat{\beta}$. Pour résoudre cette équation, on utilise alors un développement au premier ordre en série de Taylor de $T(\hat{\beta})$ au voisinage de $\hat{\beta} = b$ (b étant une valeur approchée de $\hat{\beta}$). Il vient :

$$T(\hat{\beta}) = T(b) + [\nabla_{\beta} T(b)]^T \delta b + O(\|\delta b\|) = T(b) + X(b) \delta b + O(\|\delta b\|) \quad \text{Eq 2.4.20}$$

avec $\delta b = \hat{\beta} - b$.

D'où en approchant $X(\hat{\beta})$ par $X(b)$ dans l'équation 2.4.19 :

$$[X(\hat{\beta})]^T W ([T_m] - [T(b)] - X(b)(\hat{\beta} - b)) = 0 \quad \text{Eq 2.4.21}$$

En posant

$$b^{(k)} = b$$

$$b^{(k+1)} = \hat{\beta}$$

$$T^{(k)} = T(b)$$

$$X^{(k)} = X(b)$$

Il vient la méthode itérative où k est l'indice d'itération. L'équation 2.4.21 s'écrit alors :

$$b^{(k+1)} = b^{(k)} + (X^{T(k)}WX^{(k)})^{-1}(X^{T(k)}W(T_m - T^{(k)})) \quad \text{Eq 2.4.22}$$

La principale difficulté des méthodes itératives est leur convergence. Les caractéristiques de l'étude de la convergence sont données par l'étude de sensibilités. Il convient toutefois d'évaluer de manière approchée les valeurs nominales des paramètres du problème. Il n'y a pas pour cela de méthode générale. Les développements asymptotiques obtenus, si le modèle direct est analytique, permettent de s'affranchir du problème. C'est une des caractéristiques de notre étude d'utiliser avantageusement les solutions analytiques

2.4.3. Résidu d'estimation

Après avoir déterminé le vecteur $\hat{\beta}$, nous pouvons définir le résidu temporel d'estimation :

$$r(t) = T_m(t) - T(t, \hat{\beta}) \quad \text{Eq 2.4.23}$$

Compte tenu des définitions données précédemment :

$$r(t) = e_T(t) - e_{T_{\hat{\beta}}}(t, \hat{\beta}) \text{ avec } e_{T_{\hat{\beta}}} = T(t, \hat{\beta}) - T(t, \beta) \quad \text{Eq 2.4.24}$$

e_{T_β} représente l'erreur d'estimation sur la température induite par l'erreur d'estimation sur β .

Le résidu d'estimation est donc défini comme la superposition du bruit de mesure et de e_{T_β} .

Nous avons supposé le bruit de mesure comme étant une variable aléatoire, dont la loi de probabilité est indépendante du temps, ayant un écart type constant σ , et non corrélé. On peut dans ces conditions montrer que l'espérance mathématique du résidu est nulle. Ce qui signifie que le résidu après estimation a une moyenne nulle.

Le tracé des résidus nous renseigne sur la qualité de l'estimation. En effet dans le cas d'une estimation parfaite : $\beta = \hat{\beta}$. Le résidu est alors égal au bruit de mesure, et nous devons retrouver un signal non corrélé, et aléatoirement centré autour de zéro. Dans la pratique nous n'avons pas d'estimation parfaite, mais dans bien des cas e_{T_β} est faible, et l'examen du résidu renseigne sur la justesse des hypothèses faite sur le bruit de mesure et sur la validité du modèle.

2.5. Conclusion du chapitre 2

Etant donné que les problèmes que nous envisageons dans ce travail se ramènent à la modélisation de systèmes multicouches, le formalisme des quadripôles thermiques est parfaitement adapté. En particulier, pour de tels systèmes, une simple multiplication de matrices dans l'espace de Laplace peut nous donner la solution.

La difficulté réside dans la transformation inverse de Laplace, pour cela nous utilisons l'algorithme de Gavert-Stehfest et Woo donné en annexe ([57], [58]).

Les techniques d'estimation de paramètres sont un outil mathématique très efficace pour trouver le vecteur paramètres minimisant un critère quadratique entre les données expérimentales et théoriques. C'est aussi un outil permettant de prédire théoriquement la viabilité d'une méthode de métrologie thermique et d'optimiser une expérience. Dans ce but, nous ferons systématiquement une étude de sensibilité à tous les paramètres en fonction de la variable explicative.

Chapitre 3

Caractérisation thermique de
matériaux isolants solides ou pâteux

Chapitre 3 : Caractérisation thermique de matériaux isolants solides ou pâteux

3.1. Introduction

Ce chapitre est consacré à la mise au point de méthodes de caractérisation thermique de matériaux isolants. On s'attachera ici à développer des techniques de mise en œuvre simple, rapides, et fiables.

Dans un premier temps, l'étude de la méthode du plan chaud adaptée au problème des matériaux isolants ou même super isolants, de faible épaisseur, permettra de mettre en évidence les grandeurs négligeables pour ce type de géométrie et les problèmes liés aux pertes convectives par les parois latérales.

Les difficultés rencontrées pour cette technique, permettront d'aboutir à la mise au point de deux nouvelles méthodes de caractérisation thermique : la méthode du ruban chaud et la méthode de la pastille chaude. Ces deux techniques, fortement similaires, permettent d'estimer la conductivité thermique et la chaleur volumique des échantillons étudiés.

Après avoir décrit les modèles directs de ces deux expériences, puis les études de sensibilité, nous donnerons des critères d'identifiabilité et définirons les domaines de validité des deux méthodes.

La combinaison de ces deux techniques aboutira, dans une dernière partie, au développement d'une méthode de mesure de conductivités thermiques orthotropes.

3.2. Méthode du plan chaud

La méthode du plan chaud classique ou appelée film chauffant ([23]-[28]), est ici adaptée aux matériaux isolants. Plusieurs modèles de niveaux de complexité différents sont développés, à l'aide du formalisme des quadripôles thermiques. La comparaison de ces modèles permet de mettre en évidence le rôle des divers paramètres. L'étude de sensibilité permet de connaître les grandeurs identifiables par cette méthode, et de construire une méthode d'estimation.

3.2.1. Présentation du dispositif expérimental

Le dispositif expérimental est représenté sur la figure 3.2.1. L'idée est de reprendre le montage du plan chaud classique et de l'adapter aux matériaux isolants. Un bloc métallique très bon conducteur thermique est associé à l'échantillon, afin de créer un puits de chaleur, de fixer la température, et d'améliorer le transfert thermique en face arrière de l'échantillon.

Le montage réalisé est symétrique, la sonde étant insérée entre deux échantillons identiques, afin d'éviter de devoir isoler une face de la sonde.

La sonde est elle-même parfaitement symétrique. Elle est constituée de deux résistances chauffantes accolées l'une à l'autre, entre lesquelles un thermocouple mesure les variations de températures au centre de la sonde. Le signal est enregistré sur un oscilloscope numérique à mémoire après avoir été amplifié.

Une alimentation stabilisée permet de fournir un échelon de puissance aux bornes de la sonde.

L'avantage de ce type de montage est sa simplicité et sa facilité de mise en œuvre.

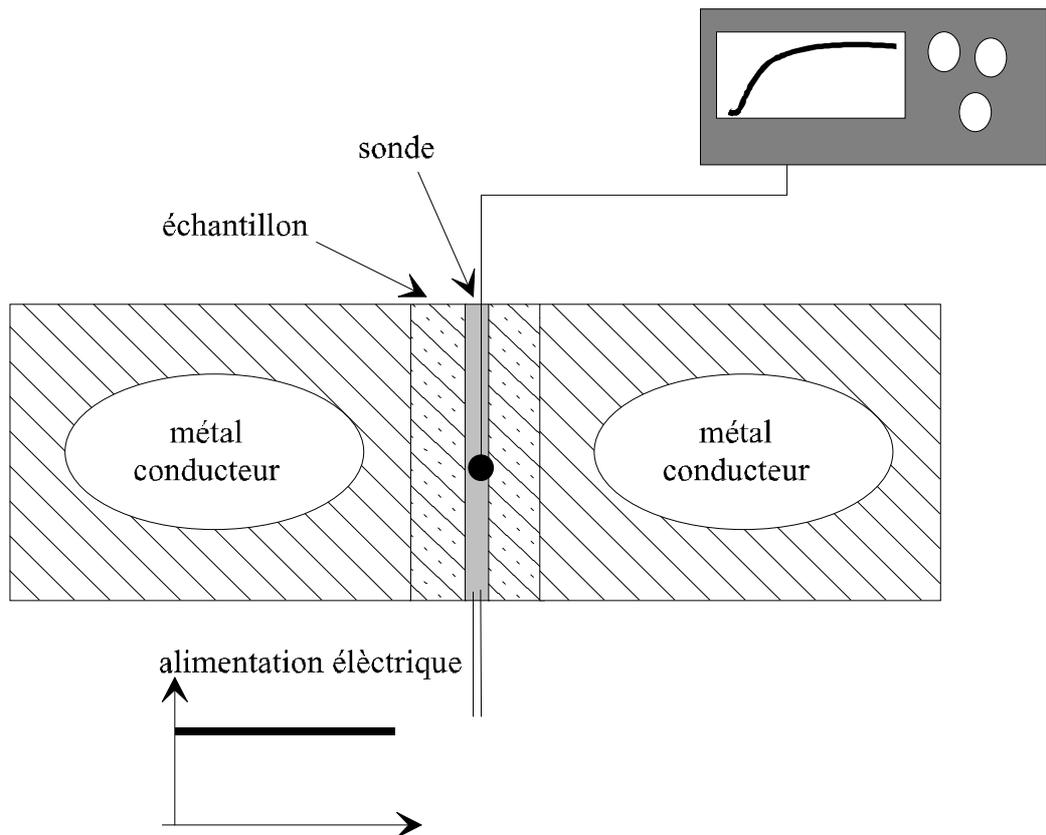


Figure 3.2.1 : Schéma du dispositif expérimental

3.2.2. Modélisation de l'expérience

La modélisation de cette expérience est faite à l'aide de la méthode des quadripôles thermiques (chapitre 2). Compte tenu de la géométrie du système, nous supposons que le transfert de chaleur est unidimensionnel.

Nous allons construire 4 modèles de niveaux de complexité décroissants : le modèle « complet », le modèle « puits de chaleur », le modèle sans résistance de contact, et le modèle sonde parfaite, pour aboutir à un modèle simplifié.

3.2.2.1. Modèle complet

Le modèle complet prend en compte l'ensemble des éléments du système étudié : la sonde, la résistance de contact à l'interface sonde/échantillon, l'échantillon, et le bloc métallique représenté par un milieu semi-infini (figure 3.2.2).

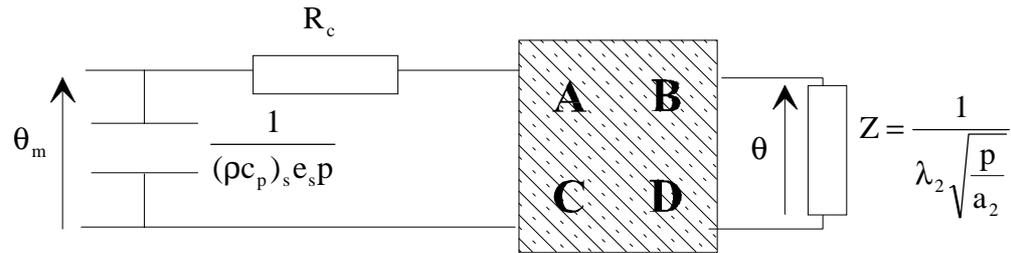


Figure 3.2.2 : représentation schématique du modèle complet

La relation matricielle liant les grandeurs d'entrées et de sorties s'écrit alors :

$$\begin{bmatrix} \theta_m \\ \phi_m \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ (\rho c_p)_s e_s p & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 & R_c \\ 0 & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} A & B \\ C & D \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \theta \\ \phi = \lambda_2 \sqrt{\frac{p}{a_2}} \theta \end{bmatrix} \quad \text{Eq.3.2.1}$$

Compte tenu de la géométrie unidirectionnelle de notre problème, il est difficilement envisageable de ne pas tenir compte des pertes latérales sur les surfaces de l'échantillon et du bloc métallique (modèle de l'ailette).

La théorie des quadripôles thermiques permet très facilement d'introduire ces pertes convectives par un double changement de variable de la forme [25] :

$$\frac{p}{a} \rightarrow \frac{p}{a} + \frac{2hP}{\lambda S} \quad \text{avec } h \text{ coefficient d'échange des pertes convectives des pertes latérales, } S \text{ surface et } P \text{ périmètre.}$$

En éliminant θ entre θ_m et ϕ_m , on peut exprimer, dans l'espace de Laplace, l'élévation de température de la sonde en fonction de la puissance dissipée :

$$\theta_m = \frac{\left\{ A + CR_c + (B + DR_c)\lambda_2 \sqrt{\frac{p}{a_2} + \frac{2h_2P}{\lambda_2 S}} \right\} \phi_m}{(\rho c_p)_s e_s p A + \left\{ R_c (\rho c_p)_s e_s p + 1 \right\} C + \lambda_2 \sqrt{\frac{p}{a_2} + \frac{2h_2P}{\lambda_2 S}} \left[(\rho c_p)_s e_s p B + \left\{ R_c (\rho c_p)_s e_s p + 1 \right\} D \right]}$$

Eq.3.2.2

$$\text{avec : } \phi_m = \frac{Q}{p}$$

$$A = D = ch \left(\sqrt{\left(\frac{p}{a} + \frac{2hP}{\lambda S} \right)} e \right)$$

$$B = \frac{l}{\lambda \sqrt{\left(\frac{p}{a} + \frac{2hP}{\lambda S} \right)}} sh \left(\sqrt{\left(\frac{p}{a} + \frac{2hP}{\lambda S} \right)} e \right)$$

$$C = \lambda \sqrt{\left(\frac{p}{a} + \frac{2hP}{\lambda S} \right)} sh \left(\sqrt{\left(\frac{p}{a} + \frac{2hP}{\lambda S} \right)} e \right)$$

Le milieu conducteur semi-infini permet de fixer la température en face arrière de l'échantillon. Une première vérification de cette hypothèse serait que l'effet des pertes convectives sur les surfaces latérales du bloc métallique peuvent être négligées. Pour cela nous traçons l'évolution du modèle complet en fonction de h_2 coefficient d'échange sur les faces latérales du bloc métallique.

Données numériques :

| sonde | Echantillon | bloc métallique |
|--|--|--|
| $Q=20 \text{ Wm}^{-2}$ | $\lambda=0.015 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ | $\lambda_2=400 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ |
| $(\rho c_p)_s=1.2 \cdot 10^5 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ | $\rho c_p=8.4 \cdot 10^4 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ | $(\rho c_p)_2=3.6 \cdot 10^6 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ |
| $e_s=5 \cdot 10^{-4} \text{ m}$ | $e=5 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ | |
| | $L=35 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ | |
| | $R=5 \cdot 10^{-5} \text{ K.W}^{-1}.\text{m}^2$ | |
| | $h=10 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ | |

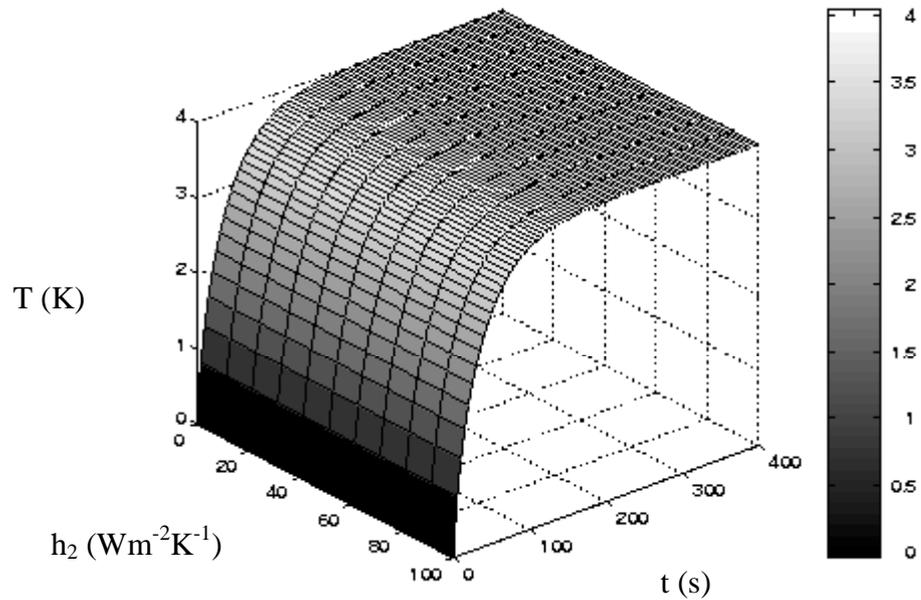


Figure 3.2. 3 : Evolution du thermogramme en fonction du terme de perte h_2

Les variations du coefficient d'échange aux parois du bloc métallique n'ont pas d'influence sur l'élévation de température de la sonde. Voilà un premier argument pour étayer notre hypothèse selon laquelle la température est fixée en face arrière de l'échantillon. Pour la suite des calculs, on prendra $h_2=0$.

3.2.2.2. Modèle sans résistance de contact

Notre étude se limite à des matériaux isolants, voire super isolants, nous pouvons donc considérer que la résistance de contact est négligeable par rapport à la résistance thermique e/λ du matériau.

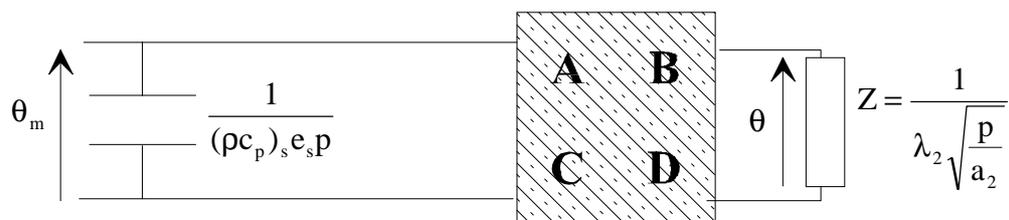


Figure 3.2. 4 : schéma du quadripôle associé

La relation matricielle liant les grandeurs d'entrée s'écrit alors :

$$\begin{bmatrix} \theta_m \\ \phi_m \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ (\rho c_p)_s e_s p & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} A & B \\ C & D \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \theta \\ \phi = \lambda_2 \sqrt{\frac{p}{a_2}} \theta \end{bmatrix} \quad \text{Eq.3.2.3}$$

$$\theta_m = \frac{\left\{ A + B \lambda_2 \sqrt{\frac{p}{a_2}} \right\} \phi_m}{(\rho c_p)_s e_s p A + C + \lambda_2 \sqrt{\frac{p}{a_2}} [(\rho c_p)_s e_s p B + D]} \quad \text{Eq.3.2.4}$$

3.2.2.3. modèle sonde parfaite

Il peut être intéressant d'envisager le cas où la chaleur volumique de la sonde peut être négligée.

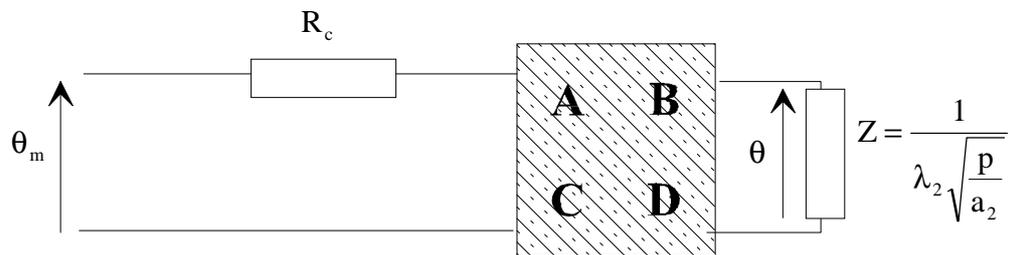


Figure 3.2. 5 : schéma du quadripôle associé

La relation matricielle liant les grandeurs d'entrée s'écrit alors :

$$\begin{bmatrix} \theta_m \\ \phi_m \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & R_c \\ 0 & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} A & B \\ C & D \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \theta \\ \phi = \lambda_2 \sqrt{\frac{p}{a_2}} \theta \end{bmatrix} \quad \text{Eq.3.2.5}$$

Tout calcul fait nous obtenons :

$$\theta_m = \frac{\left\{ A + CR_c + \lambda_2 \sqrt{\frac{p}{a_2}} (B + DR_c) \right\} \phi_m}{C + \lambda_2 \sqrt{\frac{p}{a_2}} D} \quad \text{Eq.3.2.6}$$

3.2.2.4. modèle puits de chaleur

On suppose ici la conductivité thermique du bloc métallique infinie

Tout calcul fait nous obtenons :

$$\theta_m = \frac{\{B + DR_c\} \phi_m}{(\rho c_p)_s e_s p B + \{R_c (\rho c_p)_s e_s p + I\} D} \quad \text{Eq.3.2.7}$$

3.2.3. Comparaison des divers modèles

Au paragraphe 3.2.2, nous avons obtenu plusieurs modèles de niveaux de complexité différents. Afin d'essayer de comprendre le rôle de chacun des paramètres thermophysiques et de simplifier au maximum notre problème, nous allons étudier l'influence des principaux paramètres sur l'évolution du modèle complet.

Dans la suite du paragraphe, les différentes courbes seront obtenues avec les données numériques suivantes :

| Sonde | échantillon | Bloc métallique |
|--|--|--|
| $Q=20 \text{ W.m}^{-2}$ | $\lambda=0.015 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ | $\lambda_2=400 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ |
| $(\rho c_p)_s=1.2 \cdot 10^5 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ | $\rho c_p=8.4 \cdot 10^4 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ | $(\rho c_p)_2=3.6 \cdot 10^6 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ |
| $e_s=5 \cdot 10^{-4} \text{ m}$ | $e=5 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ | $h_2=0 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ |
| | $L=35 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ | |
| | $R=5 \cdot 10^{-5} \text{ K.W}^{-1}.\text{m}^2$ | |
| | $h=10 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ | |

3.2.3.1. Influence des pertes convectives sur la paroi de l'échantillon

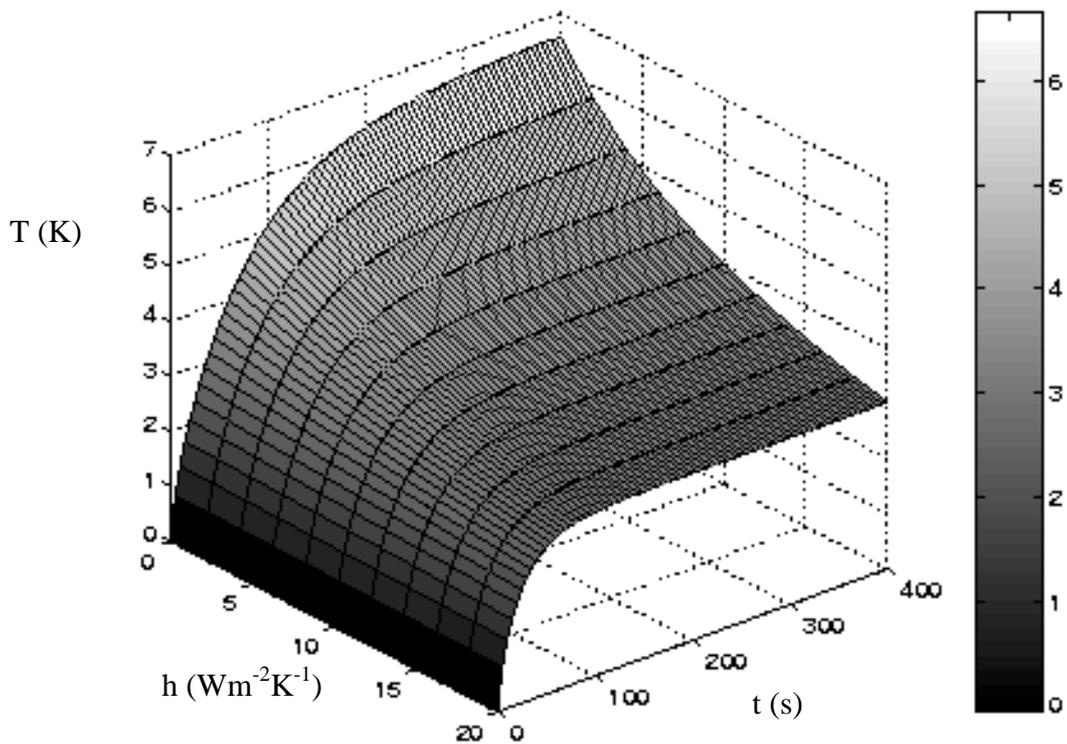


Figure 3.2. 6 : Evolution du thermogramme en fonction du terme de perte h

Comme nous pouvions nous y attendre, aux temps longs l'effet des pertes latérales est important. De plus aux temps courts la chaleur n'a pas suffisamment diffusé au sein du matériau pour atteindre les bords, leur influence est moindre.

3.2.3.2. Influence de la résistance de contact

Nous étudions ici l'influence de la résistance de contact sur le modèle complet.

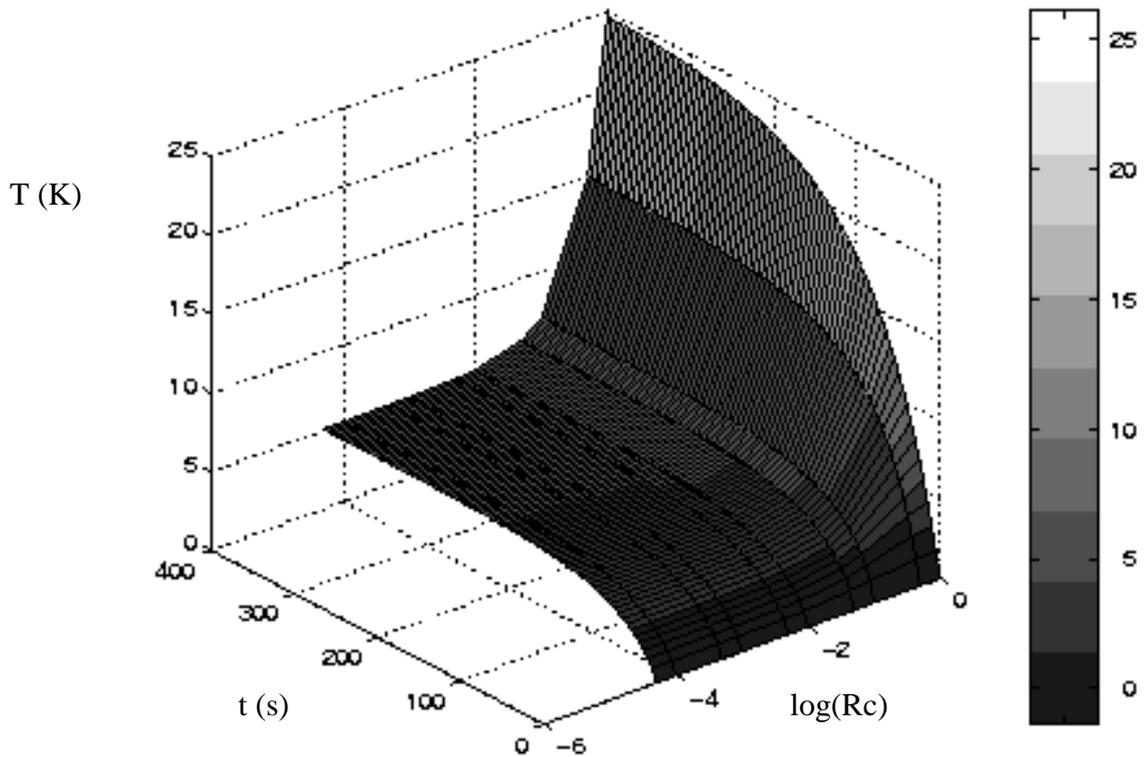


Figure 3.2. 7 : Evolution du thermogramme en fonction de la résistance de contact

La température de la sonde augmente avec la valeur de la résistance de contact. Pour des valeurs de $\log(Rc)$ inférieures à -1 , c'est à dire si Rc inférieure à $0.1 \text{ WK}^{-1}\text{m}^{-2}$, la résistance de contact peut être négligée aussi bien aux temps courts qu'aux temps longs. Pour l'exemple présenté, la résistance thermique de l'échantillon e/λ est de $0.33 \text{ KW}^{-1}\text{m}^2$. Compte tenu du caractère fortement isolant des matériaux étudiés, la résistance de contact pourra être négligée si $Rc \ll e/\lambda$.

3.2.3.3. Influence de la capacité thermique de la sonde

La température de la sonde est une fonction décroissante de $(\rho c_p)_s$. Aux temps suffisamment longs, l'inertie thermique de la sonde devient négligeable. Pour autant il paraît difficile de s'abstenir de tenir compte de cette grandeur thermique. Nous

pourrons, à l'aide d'un échantillon connu étalonner la sonde et ainsi déterminer sa chaleur volumique.

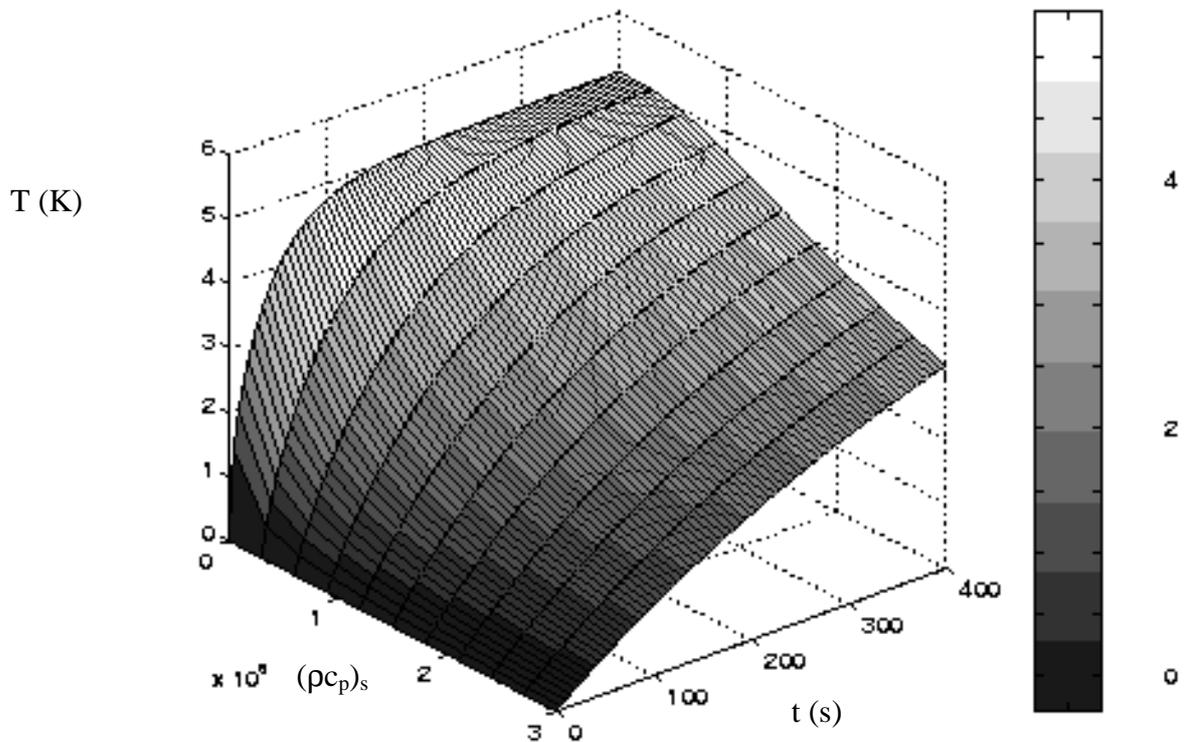


Figure 3.2. 8 : Influence de la chaleur volumique de la sonde

3.2.3.4. Influence de la conductivité thermique du bloc métallique

Il est important ici de rappeler les raisons de la présence du bloc métallique :

- créer un puits de chaleur, destiné à absorber l'énergie dissipée par la sonde et ainsi amoindrir le gradient de température au sein de l'échantillon.
- uniformiser et contrôler la température en face arrière de l'échantillon

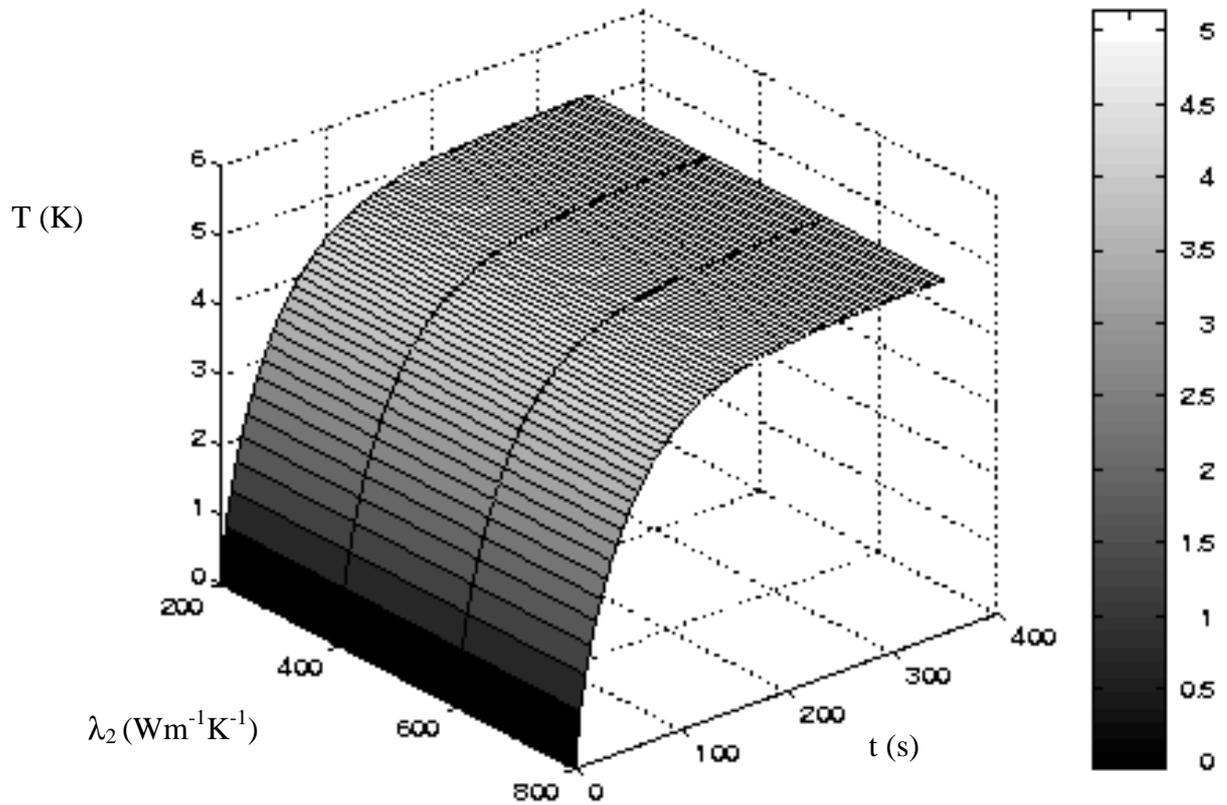


Figure 3.2. 9 : Evolution du thermogramme en fonction de la conductivité thermique du bloc métallique

Quelle que soit la valeur de la conductivité thermique du métal les courbes sont confondues. L'hypothèse du modèle puits de chaleur se révèle être une très bonne approximation si $\lambda_2 \gg \lambda$. On montre ainsi un des avantages de cette méthode et de l'utilisation du bloc métallique. En effet la température en face arrière de l'échantillon est fixée, on s'assure ainsi facilement d'une condition aux limites stable.

3.2.3.5. En résumé

L'étude précédente sur l'influence des paramètres thermophysiques peut se résumer dans notre cas sous la forme du tableau suivant :

| | grandeurs négligeables | grandeurs non négligeables |
|------------------|-------------------------------------|----------------------------|
| aux temps courts | h, h_2, R_c, λ_2 | $(\rho c_p)_s$ |
| aux temps longs | $h_2, (\rho c_p)_s, R_c, \lambda_2$ | h |

3.2.4. Approche simplifiée

3.2.4.1. Le modèle simplifié

A la vue du modèle complet (équation 3.2.2), notre problème n'est pas linéaire au sens des paramètres. Nous utiliserons donc une méthode itérative pour l'estimation des paramètres. Il est alors utile de disposer d'une première estimation de la valeur des paramètres pour lancer les calculs. Pour cela nous allons écrire une approche simplifiée du problème.

Il ressort de l'étude précédente que nous pouvons simplifier le modèle complet en faisant les hypothèses suivantes :

- la résistance de contact peut être négligée si $R_c \ll e/\lambda$
- l'hypothèse du puits de chaleur est vérifiée $\lambda_2 \gg \lambda$
- Les pertes latérales aux parois du bloc métallique sont négligeables

Nous considérons donc maintenant le modèle simplifié suivant :

$$\theta_m = \frac{B\phi_m}{(\rho c_p)_s e_s p B + D} \quad \text{Eq.3.2.8}$$

Il vient :

$$\theta_m = \frac{\phi_m}{(\rho c_p)_s e_s p + \frac{\lambda \sqrt{\frac{p}{a} + \frac{2hP}{\lambda S}}}{th \left(\sqrt{\frac{p}{a} + \frac{2hP}{\lambda S}} e \right)}} \quad \text{Eq.3.2.9}$$

Avec les mêmes données numériques que précédemment, comparons le modèle complet avec le modèle simplifié.

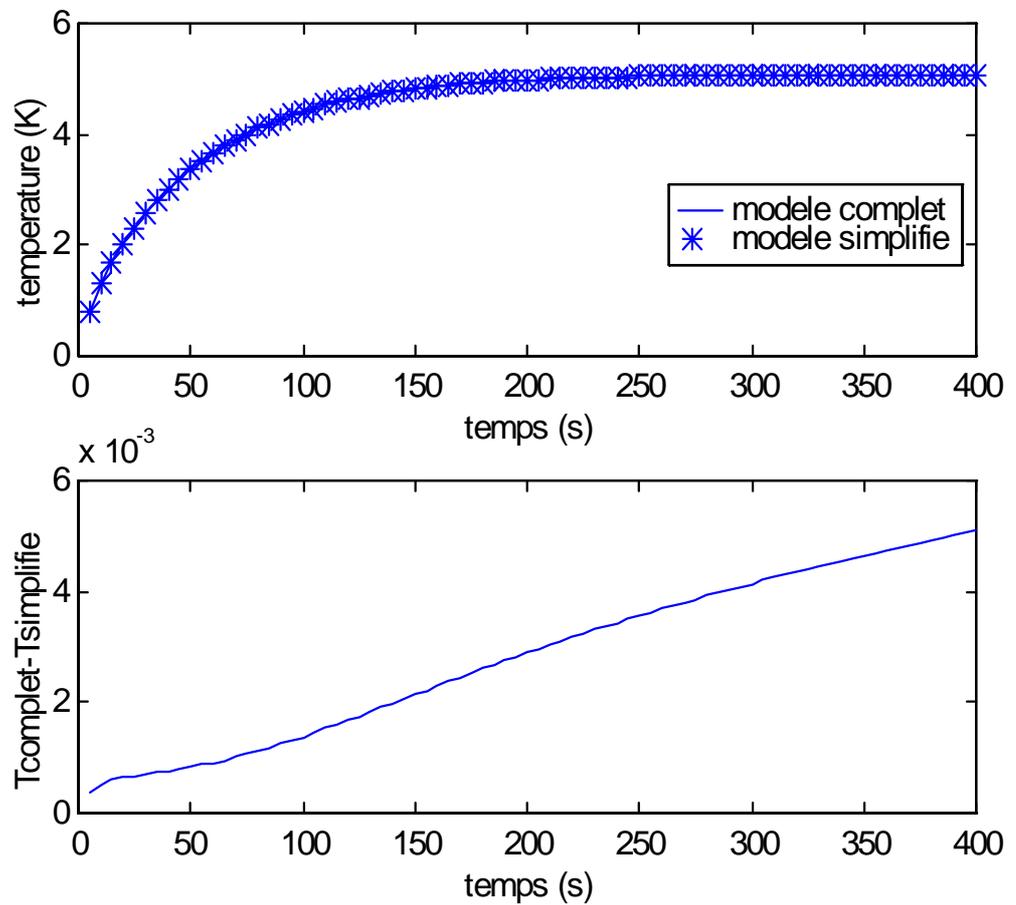


Figure 3.2. 10 : Comparaison entre le modèle simplifié et le modèle complet

Les deux courbes sont confondues. L'écart entre les deux modèles augmente légèrement avec le temps. L'hypothèse du puits chaleur n'est plus acceptable aux temps longs. Toutefois l'écart reste minimale à l'échelle de la durée de l'expérience.

3.2.4.2. Comportement aux temps longs

Nous avons vu précédemment qu'aux temps longs nous pouvons négliger l'inertie de la sonde ($\rho c_p)_s = 0$). Les grandes valeurs du temps se traduisent dans l'espace de Laplace par des petites valeurs de p :

$$\theta_m = \frac{th \left(\sqrt{\frac{2h}{\lambda r}} e \right)}{\lambda \sqrt{\frac{2h}{\lambda r}}} \phi_m \quad \Rightarrow \quad T(t) = \frac{th \left(\sqrt{\frac{2h}{\lambda r}} e \right)}{\lambda \sqrt{\frac{2h}{\lambda r}}} Q \quad \text{Eq.3.2.10}$$

En négligeant les pertes, il vient :

$$\theta_m = \frac{e}{\lambda} \phi_m \quad \Rightarrow \quad T(t) = \frac{e}{\lambda} Q \quad \text{Eq.3.2.11}$$

Aux temps longs nous retrouvons le fait que la température est directement liée à la résistance thermique du matériau et à la puissance injectée. Cette notion sera très utilisée dans la suite de ce mémoire. En effet le fait de fixer la température en face arrière de l'échantillon conduit à exprimer, aux temps longs, la température mesurée comme le produit d'une résistance thermique par le flux injecté dans le système. Cela veut dire que par une simple mesure de l'élévation maximale de la température, nous avons une première estimation de la conductivité thermique du matériau étudié grâce au calcul de la résistance thermique.

Données numériques :

| Sonde | Echantillon | bloc métallique |
|--|--|--|
| $Q=20 \text{ W.m}^{-2}$ | $\lambda=0.015 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ | $\lambda_2=400 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ |
| $(\rho c_p)_s=1.2 \cdot 10^5 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ | $\rho c_p=8.4 \cdot 10^4 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ | $(\rho c_p)_2=3.6 \cdot 10^6 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ |
| $e_s=5 \cdot 10^{-4} \text{ m}$ | $e=5 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ | |
| | $L=35 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ | |
| | $R=5 \cdot 10^{-5} \text{ K.W}^{-1}.\text{m}^{-2}$ | |
| | $h=10 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ | |

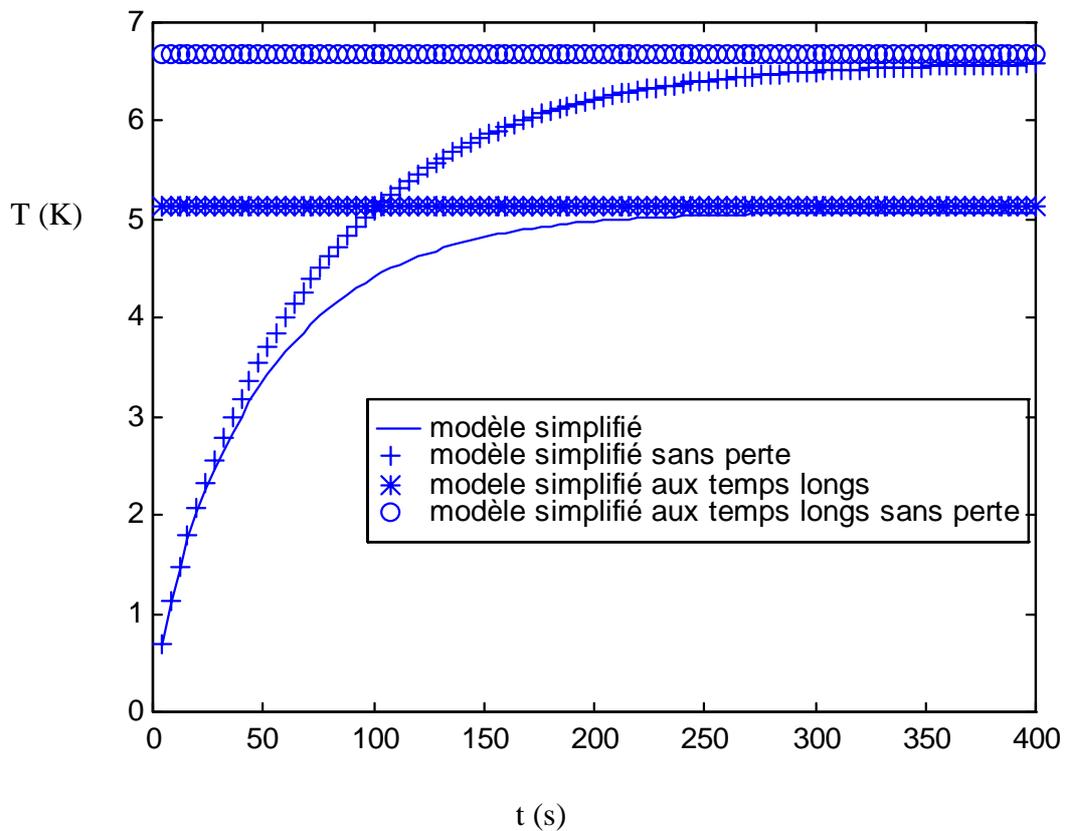


Figure 3.2. 11 : évolution aux temps longs

Les deux modèles aux temps longs représentent la température maximale de la sonde.

3.2.5. Sensibilité du modèle complet aux paramètres

Pour connaître l'identifiabilité des paramètres sur un seul thermogramme, on calcule les différents coefficients de sensibilité en fonction de la variable explicative. Pour pouvoir les comparer, nous utilisons les coefficients réduits (chapitre 2) :

$$X_{ij}^* = \beta_j \left(\frac{\partial T(t_i, \beta)}{\partial \beta_j} \right)$$

Le modèle complet comprend à priori six paramètres à identifier qui sont la conductivité thermique du matériau, la conductivité thermique du métal, la résistance de contact sonde/échantillon, la chaleur volumique du matériau, la capacité thermique de la sonde, et le coefficient d'échange convectif.

Données numériques :

| Sonde | Echantillon | bloc métallique |
|--|--|---|
| $Q=20 \text{ W.m}^{-2}$ | $\lambda=0.015 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ | $\lambda_2=400 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ |
| $(\rho c_p)_s=1.2 \cdot 10^5 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ | $\rho c_p=8.4 \cdot 10^4 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ | $(\rho c_p)_2 =3.6 \cdot 10^6 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ |
| $e_s=5 \cdot 10^{-4} \text{ m}$ | $e=5 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ | |
| | $L=35 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ | |
| | $R=5 \cdot 10^{-5} \text{ K.W}^{-1}.\text{m}^{-2}$ | |
| | $h=10 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ | |

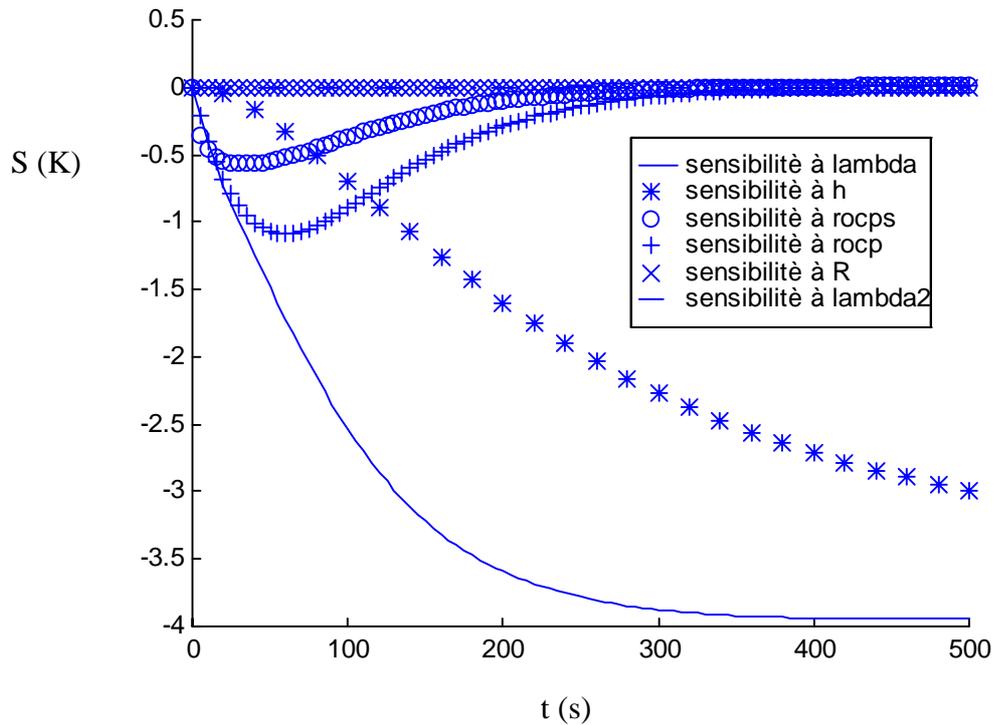


Figure 3.2. 12 : Sensibilités du modèle aux paramètres

Nous retrouvons les résultats de l'étude précédente. L'élévation de température de la sonde est peu sensible aux paramètres qui étaient apparus négligeables. Les sensibilités du modèle à la conductivité thermique du métal et à la résistance de contact, sont très faibles. Nous pourrions fixer arbitrairement ces deux paramètres à des valeurs proches de la réalité.

Le modèle est sensible aux temps courts à l'inertie de la sonde et à la capacité thermique du matériau. Aux temps longs ces deux paramètres n'influent plus sur le modèle.

Le modèle est très sensible à l'effet de la conductivité thermique de l'échantillon, ce qui est fondamental, puisque l'expérience a été conçue pour déterminer ce paramètre.

Aux temps longs, les pertes sur les parois de l'échantillon semblent être corrélées avec la conductivité thermique de l'échantillon. La corrélation apparaît dans l'équation 3.2.10. Aux temps longs la réponse du système est directement liée au terme λ/h .

On ne peut donc pas identifier séparément ces deux paramètres. Par ailleurs, compte tenu de l'effet important des pertes sur le thermogramme, on ne peut pas estimer correctement la conductivité thermique sans tenir compte des pertes latérales. La méthode du plan chaud choisie, et avec la modélisation choisie, paraît déboucher sur une impasse. D'autant plus que l'on ne peut isoler facilement l'échantillon lorsque l'on s'intéresse à des matériaux super-isolants

3.2.6. Conclusion

Après avoir écrit un modèle détaillé, nous avons étudié l'influence des paramètres thermophysiques sur l'élévation de température de la sonde. Il est apparu que certains d'entre eux jouaient un rôle facilement négligeable. C'est le cas pour la résistance de contact qui est négligeable devant la résistance thermique du matériau étudié. Nous avons montré qu'il en était de même pour la conductivité thermique du bloc métallique. Ceci constitue une remarque importante. En effet, le fait d'accoler une masse fortement conductrice à l'échantillon fixe la température sur une des faces. On s'assure ainsi d'une condition aux limites précise et fiable.

Pour le modèle tel que nous l'avons écrit, l'étude de sensibilité a montré que la conductivité thermique de l'échantillon et les pertes latérales sont corrélées, et qu'il est impossible d'identifier correctement les propriétés thermophysiques du matériau. La méthode du plan chaud telle que nous l'avons écrite n'apparaît donc pas adaptée à notre problème.

Pour améliorer cette méthode et donner suite à ce travail, nous pourrions envisager des systèmes d'isolation thermique particulièrement performants pour diminuer l'influence des pertes sur les faces latérales de l'échantillon. Mais voulant

garder une expérimentation très simple, notre intérêt s'est plutôt porté sur une modification de la géométrie du dispositif.

3.3. Méthode du ruban chaud

Dans le paragraphe précédent, nous avons vu que la méthode du plan chaud n'était pas adaptée à notre problème car le terme de pertes est corrélé à la conductivité thermique de l'échantillon. En réduisant la largeur de la sonde, on peut espérer minimiser les pertes latérales. Une autre méthode classique de mesure de propriétés thermophysiques est la méthode du fil chaud ([29]-[43]), qui a l'avantage de ne pas faire intervenir de terme de perte puisque toute la puissance dissipée est reprise par le matériau, celui-ci étant considéré semi-infini. Nous nous sommes inspirés de cette méthode pour mettre au point la méthode du ruban chaud présenté dans ce chapitre.

Les inconvénients de la méthode du fil chaud sont :

- considérer que l'échantillon est semi-infini,
- forts gradients de température dans le cas des matériaux super isolants, mettant en cause la validité d'un modèle linéaire. Il faut alors considérer que les propriétés thermophysiques varient en fonction de la température,
- difficultés de concevoir un fil de géométrie parfaitement cylindrique.

Nous avons donc imaginé de créer une excitation thermique non plus avec un fil mais avec un ruban dont la largeur est du même ordre que l'épaisseur de l'échantillon.

3.3.1. *Présentation du dispositif expérimental*

Pour adapter cette méthode aux super isolants, nous avons gardé la particularité de la méthode précédente c'est à dire qu'une masse métallique très fortement conductrice est associée au matériau afin de favoriser le transfert de chaleur au sein de l'isolant, et éviter ainsi les trop forts gradients de température au sein de l'échantillon. De plus la réalisation technologique de telles sondes est plus aisée, et nous pouvons alors nous assurer des limites géométriques du problème.

Le dispositif expérimental est représenté sur la figure 3.3.1. L'idée est de reprendre le montage classique du fil chaud et de l'adapter à nos besoins.

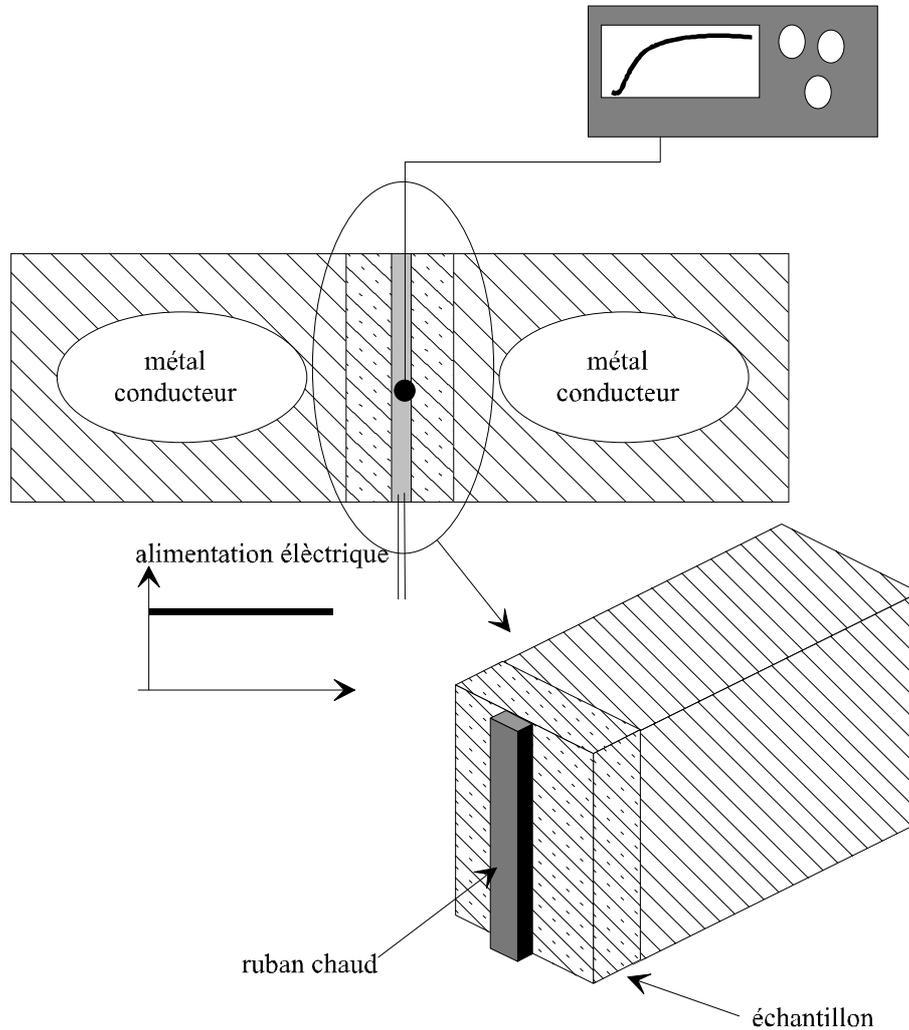


Figure 3.3.1 : schéma du dispositif ruban chaud

Pour éviter des problèmes d'isolation, le montage est symétrique.

La sonde, parfaitement symétrique, est constituée de deux résistances chauffantes rectangulaires accolées l'une à l'autre, entre lesquelles un thermocouple de type K mesure les variations de température.

Une alimentation stabilisée permet de fournir un échelon de tension aux bornes de l'élément chauffant. Nous mesurons l'élévation de température entre les deux

résistances chauffantes, à l'aide d'un thermocouple à contact séparé. Ce signal est enregistré sur un oscilloscope à mémoire après avoir été amplifié.

3.3.2. Modélisation de l'expérience

La modélisation de cette expérience est faite à l'aide de la méthode des quadripôles thermiques. Ce choix aboutira à une expression analytique de la température dans l'espace de Laplace.

Compte tenu des conclusions de la modélisation du plan chaud, nous négligerons dès maintenant la résistance contact à l'interface sonde échantillon devant la résistance de l'isolant.

Nous élaborerons un modèle bidimensionnel pour tenir compte des effets de diffusion latérale de l'échantillon.

Pour aboutir à un modèle simplifié, nous allons construire 3 modèles de complexité variable : le modèle «complet », le modèle «puits de chaleur », et le modèle «sonde parfaite »,.

3.3.2.1. Modèle complet

Pour le modèle complet nous considérons le système dans son ensemble c'est à dire : la résistance chauffante, l'échantillon, et le bloc métallique.

Compte tenu des symétries du problème, nous ne traitons que d'un quart de la géométrie :

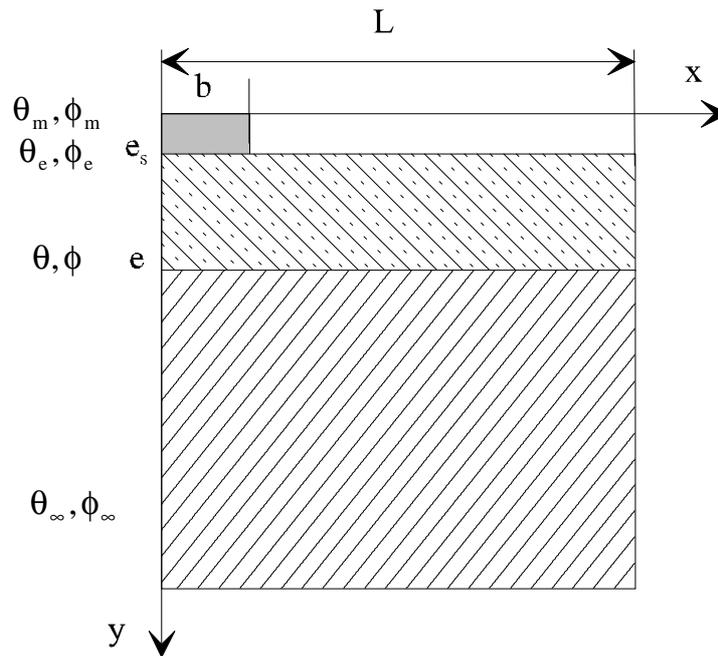


Figure 3.3.2 : schéma du problème

Pour traiter ce problème bidimensionnel par la méthode des quadripôles, nous utilisons une extension à la méthode des quadripôles à l'aide de transformation intégrale, vue au chapitre 2, paragraphe 2.3 : suite à la transformation de Laplace de l'équation de la chaleur, nous appliquons une transformée de Fourier sur la variable d'espace x .

D'après l'analogie électrique il vient le schéma du quadripôle associé au modèle complet (figure 3.3.3).

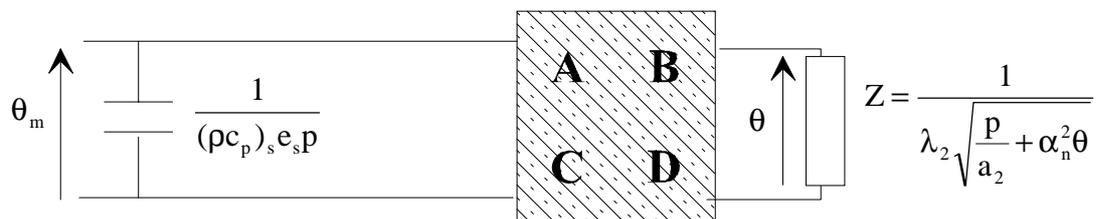


Figure 3.3.3 : schéma du quadripôle associé au modèle complet

Nous pouvons écrire la relation matricielle qui lie les grandeurs d'entrée et de sortie :

$$\begin{bmatrix} \tau_m(\alpha_n, 0, p) \\ \varphi_m(\alpha_n, 0, p) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ (\rho c_p)_s e_s p & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} A_n & B_n \\ C_n & D_n \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \tau(\alpha_n, e_s + e, p) \\ \varphi(\alpha_n, e_s + e, p) = \lambda_2 \sqrt{\frac{p}{a_2} + \alpha_n^2} \tau(\alpha_n, e_s + e, p) \end{bmatrix}$$

Eq.3.3.1

Tout calcul fait nous obtenons le modèle complet

$$\tau_m(\alpha_n, 0, p) = \frac{\left\{ A_n + B_n \lambda_2 \sqrt{\frac{p}{a_2} + \alpha_n^2} \right\} \varphi_m(\alpha_n, 0, p)}{C_n + A_n (\rho c_p)_s e_s p + \lambda_2 L \sqrt{\frac{p}{a_2} + \alpha_n^2} \{ B_n (\rho c_p)_s e_s p + D_n \}}$$

Eq.3.3.2

$$\text{avec : } \varphi_m(\alpha_n, 0, p) = \frac{Q \sin(\alpha_n b)}{p \alpha_n}$$

$$A_n = D_n = ch \left(\sqrt{\left(\frac{p}{a} + \alpha_n^2 \right)} e \right)$$

$$B_n = \frac{1}{\lambda \sqrt{\left(\frac{p}{a} + \alpha_n^2 \right)}} sh \left(\sqrt{\left(\frac{p}{a} + \alpha_n^2 \right)} e \right)$$

$$C_n = \lambda \sqrt{\left(\frac{p}{a} + \alpha_n^2 \right)} sh \left(\sqrt{\left(\frac{p}{a} + \alpha_n^2 \right)} e \right)$$

Nous pouvons effectuer la transformée inverse de Fourier :

$$\theta_m(x, 0, p) = \frac{1}{L} \tau_{m0}(0, 0, p) + \frac{2}{L} \sum_{n=1}^{\infty} \tau_m(\alpha_n, 0, p) \cos(\alpha_n x)$$

Eq.3.3.3

On retrouve à l'aide de l'équation 3.3.3 l'expression correspondant au plan chaud en faisant tendre b vers L .

Nous pouvons tracer le profil de température en $y=0$ (figure 3.3.4).

Données numériques :

| Sonde | Echantillon | bloc métallique |
|--|--|--|
| $Q=20 \text{ W.m}^{-2}$ | $\lambda=0.015 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ | $\lambda_2=400 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ |
| $(\rho c_p)_s=1.2 \cdot 10^5 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ | $\rho c_p=8.4 \cdot 10^4 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ | $(\rho c_p)_2=3.6 \cdot 10^6 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ |
| $e_s=5 \cdot 10^{-4} \text{ m}$ | $e=5 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ | |
| $b=2,5 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ | $L=30 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ | |

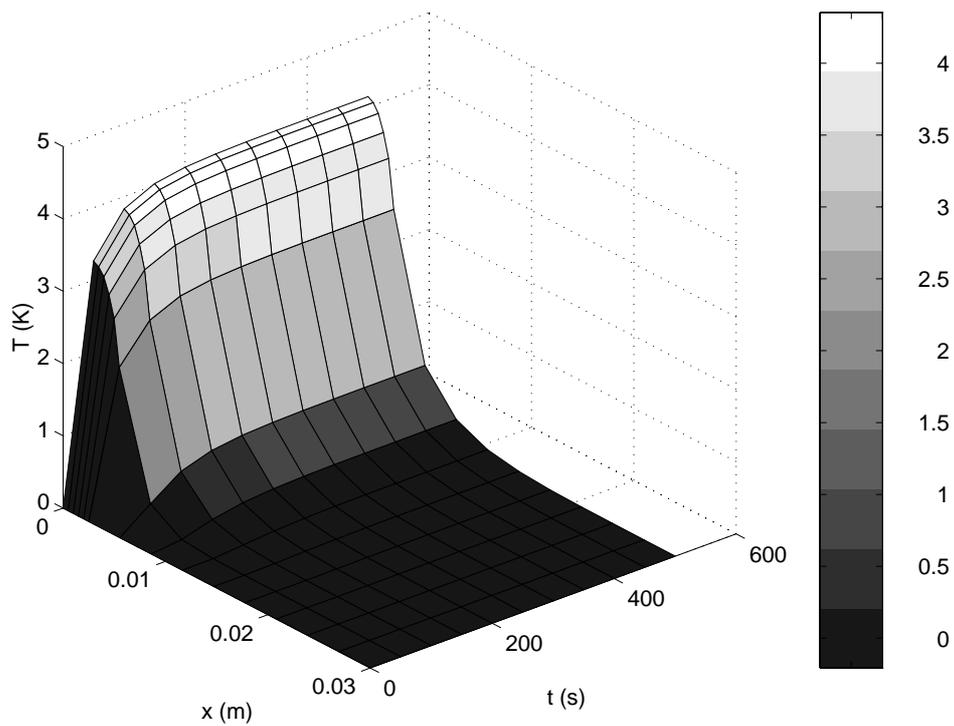


Figure 3.3.4 : modèle complet en fonction de x et de t

La température qui nous intéresse tout particulièrement est prise en $x=0$ et $y=0$

$$\theta_m(0,0,p) = \frac{1}{L} \tau_{m0}(0,0,p) + \frac{2}{L} \sum_{n=1}^{\infty} \tau_m(\alpha_n,0,p) \quad \text{Eq.3.3.4}$$

On trouve un autre avantage au fait de travailler avec un ruban chaud au lieu d'un fil chaud : la transformée inverse de Fourier du modèle converge plus vite pour un rapport b/L proche de l'unité. Dans le cas traité en exemple le modèle converge pour 128 termes à la série. Si on réduit dans un rapport de 100 la largeur du fil, la série converge pour 5000 termes. Nous gagnons du temps de calcul avec cette méthode.

Si on se place dans une configuration se rapprochant d'une géométrie cylindrique, c'est à dire en diminuant la largeur du ruban ou en augmentant la largeur de l'échantillon on retrouve les résultats obtenus avec la méthode du fil chaud appliquée à un milieu semi-infini. En géométrie cylindrique, aux temps longs, le champ de température s'exprime par (chapitre 1) :

$$T(t) = \frac{Q}{4\pi\lambda} \ln(t) + C^{ste} \quad \text{Eq.3.3.5}$$

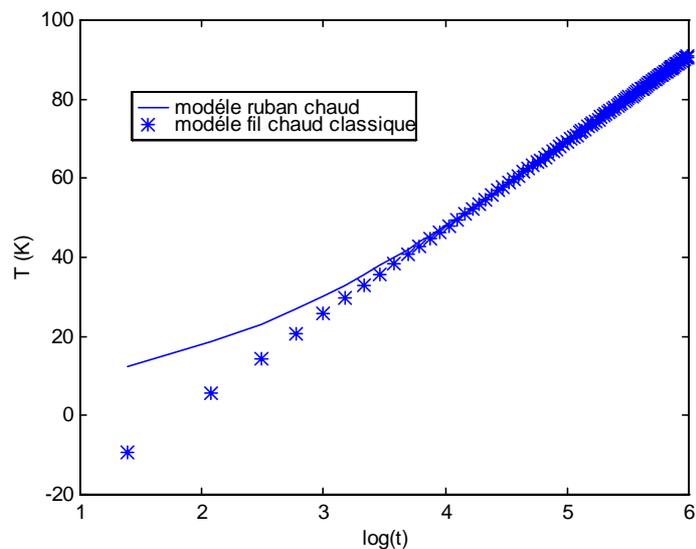


Figure 3.3.5 : exemple de comparaison entre le fil chaud et le ruban chaud

3.3.2.2. modèle sonde parfaite

Nous nous intéressons au cas où la chaleur volumique de la sonde peut être négligée.

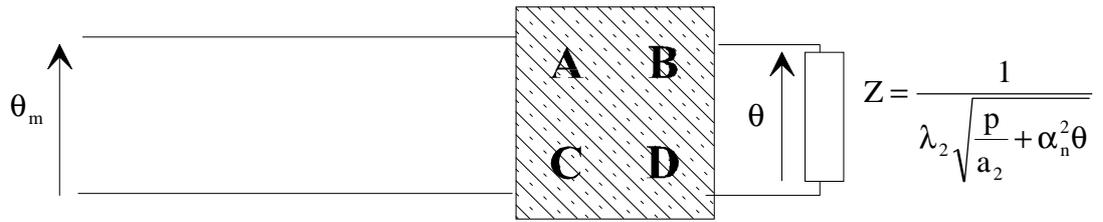


Figure 3.3.6 : schéma du quadripôle associé

La relation matricielle liant les grandeurs d'entrée s'écrit alors :

$$\begin{bmatrix} \tau_m(\alpha_n, 0, p) \\ \varphi_m(\alpha_n, 0, p) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} A_n & B_n \\ C_n & D_n \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \tau(\alpha_n, e, p) \\ \varphi(\alpha_n, e, p) = \lambda_2 \sqrt{\frac{p}{a_2} + \alpha_n^2} \tau(\alpha_n, e, p) \end{bmatrix} \quad \text{Eq.3.3.6}$$

Tout calcul fait nous obtenons :

$$\tau_m(\alpha_n, 0, p) = \frac{\left\{ A_n + \lambda_2 B_n \sqrt{\frac{p}{a_2} + \alpha_n^2} \right\} \varphi_m(\alpha_n, 0, p)}{C_n + \lambda_2 D_n \sqrt{\frac{p}{a_2} + \alpha_n^2}} \quad \text{Eq.3.3.7}$$

3.3.2.3. modèle puits de chaleur

Nous nous intéressons au cas où la conductivité thermique du bloc métallique est considérée comme infinie.

Tout calcul fait nous obtenons :

$$\tau_m(\alpha_n, 0, p) = \frac{B_n \varphi_m(\alpha_n, 0, p)}{(\rho c_p)_s e_s p B_n + D_n} \quad \text{Eq.3.3.8}$$

3.3.3. Comparaison entre les divers modèles

Données numériques :

| Sonde | Echantillon | bloc métallique |
|--|--|--|
| $Q=20 \text{ W.m}^{-2}$ | $\lambda=0.015 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ | $\lambda_2=400 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ |
| $(\rho c_p)_s=1.2 \cdot 10^5 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ | $\rho c_p=8.4 \cdot 10^4 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ | $(\rho c_p)_2=3.6 \cdot 10^6 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ |
| $e_s=5 \cdot 10^{-4} \text{ m}$ | $e=5 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ | |
| $b=2,5 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ | $L=30 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ | |

Sur les figures 3.3.7 et 3.3.8, nous retrouvons les résultats obtenus pour le plan chaud : la capacité thermique de la sonde influe aux temps court sur le modèle complet, et nous confirmons ici le rôle de la masse métallique qui fixe la température en face arrière et évite les trop forts gradients de température au sein de l'échantillon.

L'évolution de la géométrie du système pour passer du plan au ruban chaud n'influe pas sur les variations du modèle complet en fonction de la capacité thermique de la sonde (figure 3.3.7) et en fonction de la conductivité thermique du bloc métallique (figure 3.3.8).

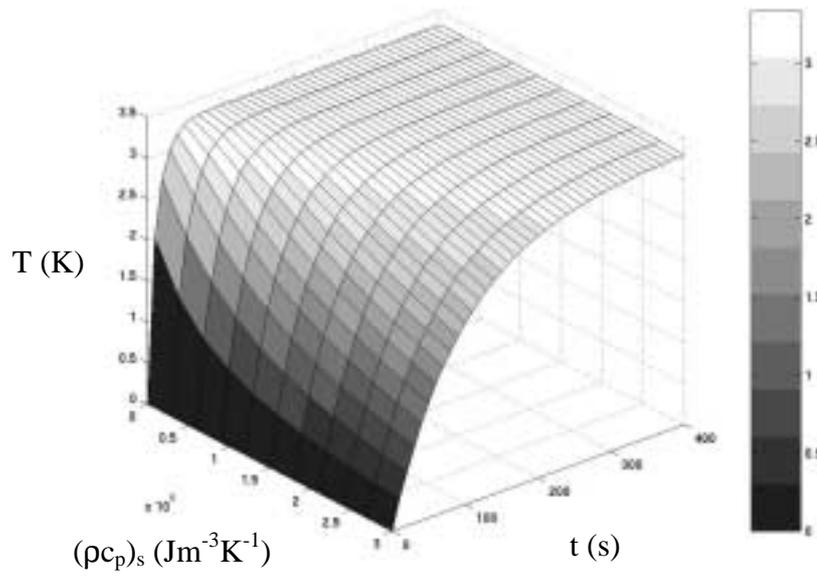


Figure 3.3.7 : évolution du modèle complet en fonction de t et de $(\rho c_p)_s$

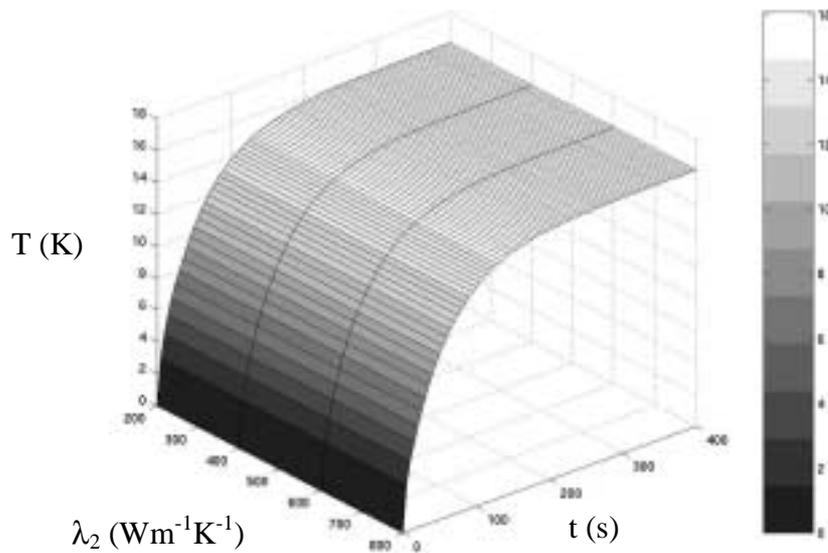


Figure 3.3.8 : évolution du modèle complet en fonction de t et de λ_2

Il est possible de résumer l'influence des paramètres thermophysiques sur le modèle complet sous la forme du tableau suivant :

| | Grandeurs négligeables | Grandeurs non négligeables |
|------------------|---------------------------|----------------------------|
| aux temps courts | λ_2 | $(\rho c_p)_s$ |
| aux temps longs | $(\rho c_p)_s, \lambda_2$ | |

3.3.4. Approche simplifiée

3.3.4.1. modèle simplifié

Pour les mêmes raisons que dans le paragraphe précédent nous allons nous intéresser à une approche simplifiée.

Nous venons de voir qu'il était possible de simplifier lorsque : $\lambda_2 \gg \lambda$

Nous considérons donc maintenant le modèle simplifié :

$$\tau_m(\alpha_n, 0, p) = \frac{B_n \varphi_m(\alpha_n, 0, p)}{(\rho c_p)_s e_s p B_n + D_n} \quad \text{Eq.3.3.9}$$

Il vient :

$$\tau_m(\alpha_n, 0, p) = \frac{\frac{Q \sin(\alpha_n b)}{p \alpha_n}}{(\rho c_p)_s e_s p + \frac{\lambda \sqrt{\frac{p}{a} + \alpha_n^2}}{\text{th}\left(\sqrt{\frac{p}{a} + \alpha_n^2} e\right)}} \quad \text{Eq.3.3.10}$$

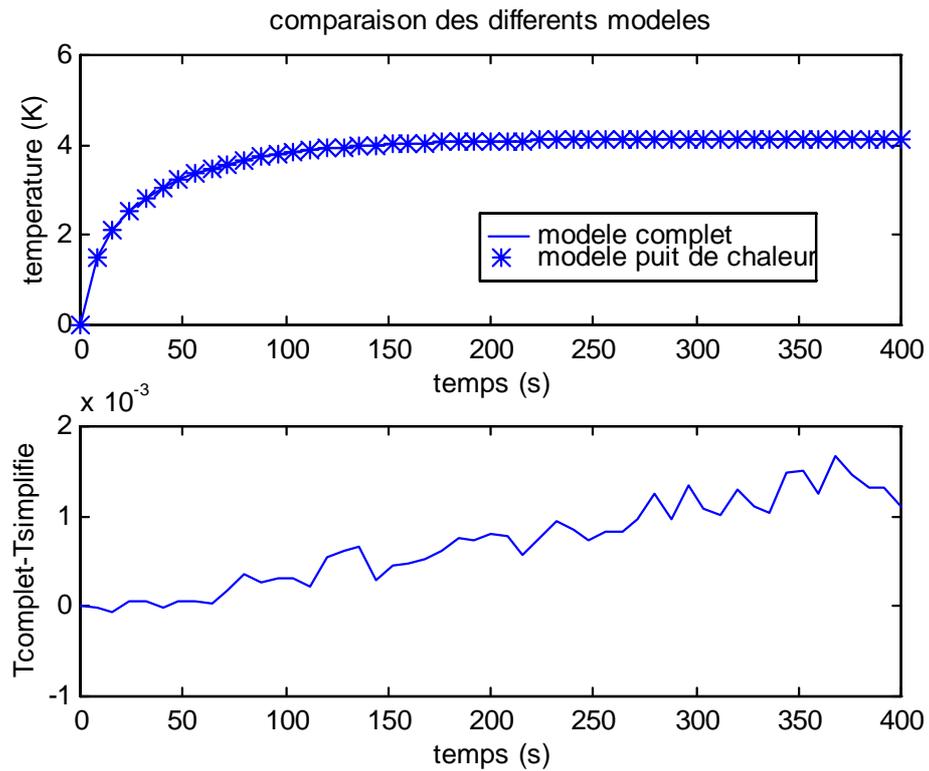


Figure 3.3.9 : comparaison entre le modèle complet
et le modèle simplifié

La comparaison avec le modèle complet est satisfaisante. Les deux courbes sont confondues. Cette hypothèse est donc excellente, l'écart reste inférieur à $2 \cdot 10^{-3}$ à l'échelle de l'expérience. Dans la suite de ce paragraphe nous considérerons le modèle simplifié.

Nous avons vu précédemment qu'aux temps longs nous pouvons considérer la sonde comme parfaite ($(\rho c_p)_s = 0$). Les grandes valeurs du temps se traduisent dans l'espace de Laplace par des petites valeurs de p :

$$\tau_m(\alpha_n, 0, p) = \frac{ih(\alpha_n e) Qb \sin(\alpha_n b)}{\lambda \alpha_n p \alpha_n} \quad \text{Eq.3.3.11}$$

En effectuant les transformées inverses de Laplace Fourier il vient :

$$T(0,0,t) = \frac{eQb}{\lambda L} + \frac{2Q}{\lambda L} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{th(\alpha_n e)}{\alpha_n} \frac{\sin(\alpha_n b)}{\alpha_n} \quad Eq.3.3.12$$

Aux temps longs nous retrouvons le fait que la température est directement liée à la résistance de constriction au sein du matériau et à la puissance injectée.

Nous pouvons exprimer la résistance de constriction R_c :

$$R_c = \frac{e}{\lambda} + \frac{2}{\lambda b} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{th(\alpha_n e)}{\alpha_n} \frac{\sin(\alpha_n b)}{\alpha_n} \quad Eq.3.3.13$$

3.3.4.2. Extrapolation du modèle complet aux temps longs

Nous supposons, dans ce paragraphe, que la capacité thermique de la sonde et celle de l'échantillon sont négligeables.

Il vient :

$$\tau_m(\alpha_n, 0, p) = \frac{I}{\sqrt{\lambda_2(\rho c_p)_2} \sqrt{p}} \frac{Qb \sin(\alpha_n b)}{p \alpha_n} + \frac{th(\alpha_n e) Qb \sin(\alpha_n b)}{\lambda \alpha_n p \alpha_n} \quad Eq.3.3.14$$

En effectuant les transformées inverses de Laplace et Fourier, il vient :

$$T(0,0,t) = \frac{Qb}{L \sqrt{\pi} \sqrt{\lambda_2(\rho c_p)_2}} \sqrt{t} + R_c \frac{Qb}{L} \quad Eq.3.3.15$$

Cette expression permet de mieux comprendre le comportement thermique de la sonde en $x=0$ et $y=0$.

En effet, nous obtenons, aux temps longs, une droite (équation 3.3.15) en fonction de la racine du temps. Le premier terme ne dépend que des propriétés thermophysiques du bloc métallique. Le second terme ne dépend que de la conductivité thermique et des propriétés géométriques de l'échantillon.

R_c étant obtenu par régression linéaire aux temps longs (équation 3.3.15), nous avons directement une première valeur estimée de la conductivité thermique :

$$\lambda = \frac{e}{R_c} + \frac{2}{R_c b} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{th(\alpha_n e)}{\alpha_n} \frac{\sin(\alpha_n b)}{\alpha_n} \quad Eq.3.3.16$$

L'équation 3.3.15, nous ramène au problème du plan chaud classique. En effet si l'on considère que le matériau étudié est maintenant le bloc métallique, alors l'échantillon se comporte comme une résistance de contact. Et nous retrouvons la solution en racine du temps typique de la méthode du plan chaud classique [25].

En mesurant la résistance électrique de la sonde et la tension délivrée par l'alimentation stabilisée, nous connaissons avec précision la densité de flux dissipé par effet joule dans la résistance chauffante. Nous pouvons alors nous assurer de la conservation du flux de chaleur dans le système en estimant l'effusivité thermique du bloc métallique par une régression linéaire de la droite (équation 3.3.15). De plus l'ordonnée à l'origine nous donne une première estimation de la conductivité thermique de l'échantillon (figure 3.3.11).

Données numériques :

| Sonde | Echantillon | Bloc métallique |
|--|--|--|
| $Q=400 \text{ W.m}^{-2}$ | $\lambda=0.08 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ | $\lambda_2=400 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ |
| $(\rho c_p)_s=1.2 \cdot 10^5 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ | $\rho c_p=8.4 \cdot 10^4 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ | $(\rho c_p)_2=3.6 \cdot 10^6 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ |
| $e_s=5 \cdot 10^{-4} \text{ m}$ | $e=5 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ | |
| $b=2,5 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ | $L=30 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ | |

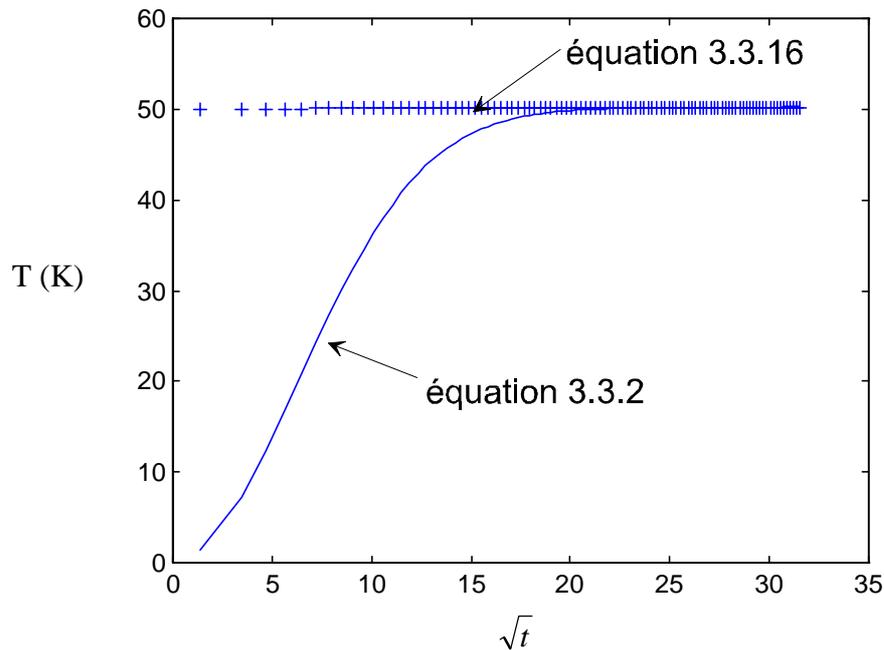


Figure 3.3.10 : comparaison entre le modèle complet et son extrapolation aux temps longs

3.3.5. Etude de sensibilité

3.3.5.1. Sensibilité du modèle complet aux paramètres

Le modèle complet comprend à priori quatre paramètres à identifier qui sont la conductivité thermique du matériau, la conductivité thermique du métal, la chaleur volumique de l'échantillon, et celle de la sonde.

Sur la figure 3.3.11, nous retrouvons les résultats de l'étude précédente (paragraphe 3.2.6) :

- le modèle n'est pas sensible à la conductivité de la masse métallique. Ce paramètre ne peut pas être estimé mais est aisément déterminé lors du choix du matériau métallique.

- la chaleur volumique de la sonde et de l'échantillon sont à priori corrélées. Nous déterminerons à partir de matériaux de référence la chaleur volumique de la sonde, ce qui nous permettra d'enlever un paramètre de notre estimation.
- Le modèle est très sensible à l'effet de la conductivité thermique du matériau.

Données numériques :

| Sonde | Echantillon | Bloc métallique |
|--|--|--|
| $Q=100 \text{ W.m}^{-2}$ | $\lambda=0.08 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ | $\lambda_2=400 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ |
| $(\rho c_p)_s=1.2 \cdot 10^5 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ | $\rho c_p=8.4 \cdot 10^4 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ | $(\rho c_p)_2=3.6 \cdot 10^6 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ |
| $e_s=5 \cdot 10^{-4} \text{ m}$ | $E=5 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ | |
| $b=2,5 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ | $L=30 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ | |

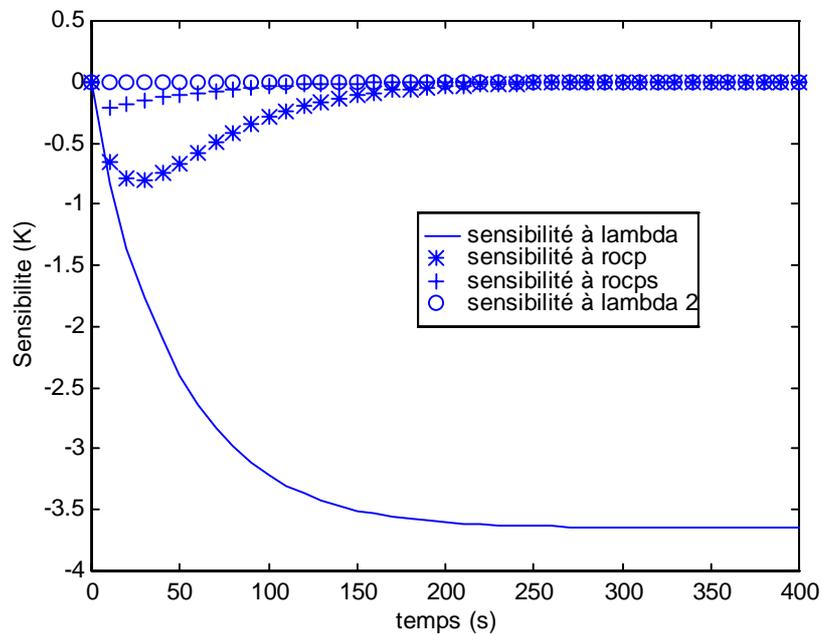


Figure 3.3.11 : sensibilités réduites du modèle complet aux différents paramètres

L'évolution de la géométrie de la sonde entre la méthode du plan chaud et celle du ruban chaud n'a pas d'influence sur la sensibilité des grandeurs étudiées ; seul le terme de pertes latérales a disparu.

Les paramètres importants, que sont la conductivité thermique de l'échantillon et la chaleur volumique de l'échantillon ne sont pas corrélés entre eux. Nous pouvons donc identifier sur un seul thermogramme les deux paramètres à la fois.

3.3.5.2. Domaine de validité ou d'identifiabilité

Par définition, l'étude de sensibilité permet de déterminer si, mathématiquement, un jeu de paramètres est identifiable (chapitre 2). Il est important de savoir pour quelle plage de valeurs des paramètres, la sensibilité est suffisante pour les identifier correctement.

Pour cela nous allons tracer l'évolution de la sensibilité réduite du paramètre β_i en fonction des autres paramètres. C'est-à-dire dans notre cas l'évolution de la sensibilité à λ en fonction de λ et l'évolution de la sensibilité à ρc_p en fonction de ρc_p . Nous reprendrons les mêmes données numériques que pour l'étude de sensibilité.

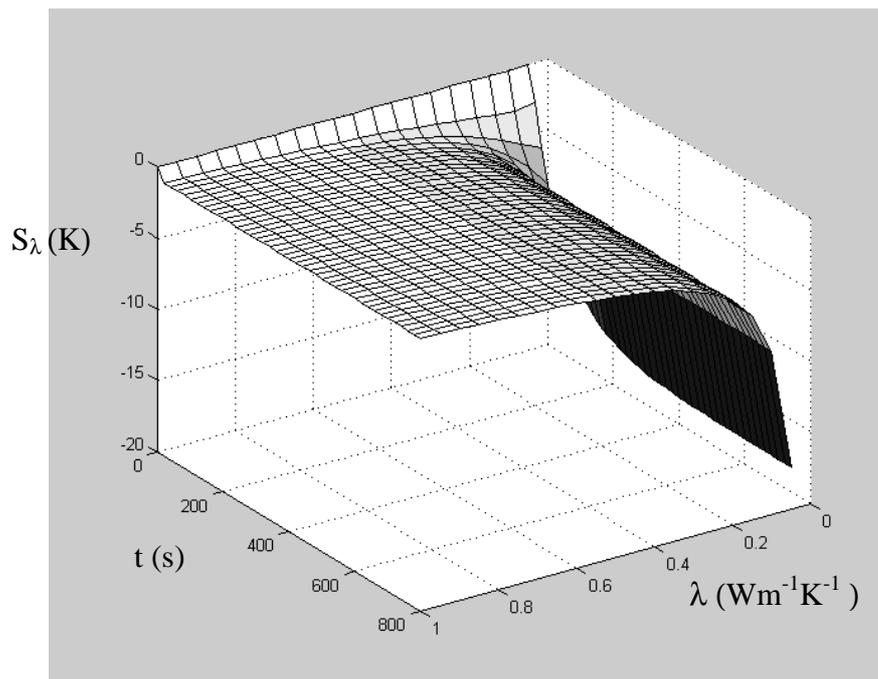


Figure 3.3.12 : Evolution de la sensibilité à λ en fonction de λ

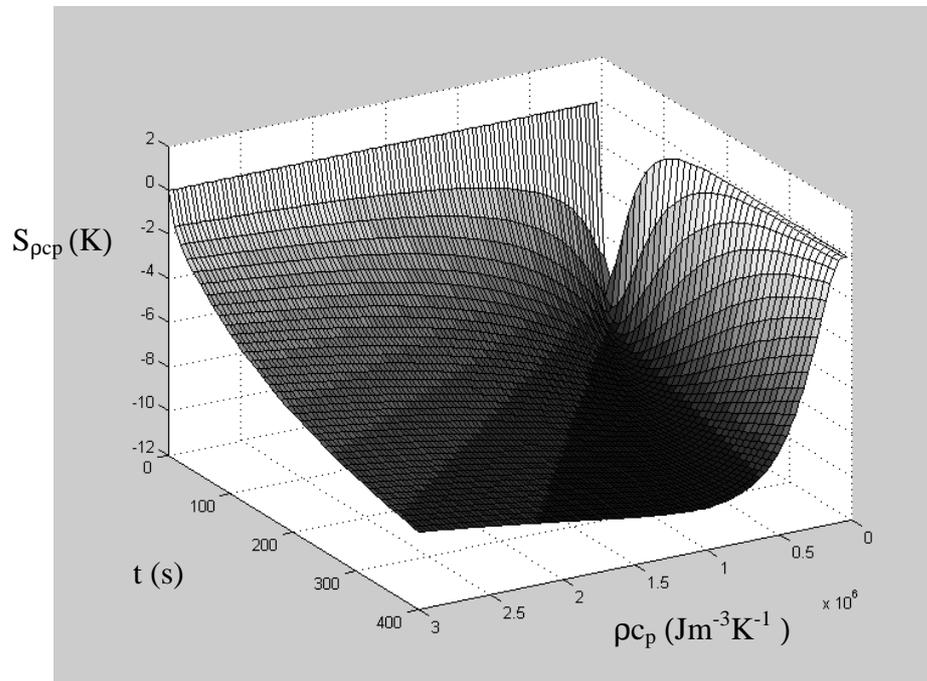


Figure 3.3.13 : Evolution de la sensibilité à ρc_p en fonction ρc_p

La figure 3.3.12 montre que la sensibilité réduite du modèle complet à la conductivité thermique reste importante pour $\lambda < 0.5 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$.

Pour des valeurs de $\rho c_p < 5 \cdot 10^4 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ (figure 3.3.13), nous avons une sensibilité parfaitement décorrélée avec la sensibilité à la conductivité thermique, mais le domaine d'identifiabilité est restreint en fonction du temps. Pour $\rho c_p > 10^6 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$, la sensibilité tend à être corrélée avec la conductivité thermique.

En conclusion, cette méthode permet de caractériser des matériaux ayant une conductivité thermique λ inférieure à $0.5 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ et une capacité thermique volumique ρc_p comprise entre $5 \cdot 10^4 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ et $10^6 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$. Ce qui représente une gamme de matériaux isolants très intéressante.

3.3.6. Conclusion

Après avoir écrit un modèle détaillé, nous avons étudié l'influence des paramètres thermophysiques sur l'élévation de température de la sonde. Il est apparu que l'effet de la conductivité thermique de la masse métallique était négligeable. On retrouve donc que le fait d'accoler une masse fortement conductrice à l'échantillon fixe la température sur une des faces. On s'assure ainsi de conditions aux limites fiables.

L'étude du modèle aux temps longs montre que l'élévation de température de la sonde s'exprime comme une droite dont l'ordonnée à l'origine donne la résistance de constriction au sein de l'échantillon, et la pente permet de retrouver l'effusivité thermique du bloc métallique. Nous trouvons ainsi rapidement une première valeur de la conductivité thermique pour lancer l'estimation numérique et un moyen simple de valider la mesure (conservation du flux, pas de pertes latérales).

L'étude de sensibilité montre que les paramètres ne sont pas corrélés sur le domaine d'étude. Il est donc possible d'identifier les propriétés thermophysiques de l'échantillon. De plus cette même étude nous a permis d'établir un domaine de validité de la méthode.

La méthode du ruban chaud, comprenant à la fois l'expérience et le modèle développé dans ce chapitre, semble pouvoir donner des résultats intéressants pour la caractérisation thermique des matériaux isolants.

3.4. Méthode de la pastille chaude

La méthode du ruban chaud a été élaborée à partir des conclusions de la méthode du plan chaud et à partir de la méthode classique du fil chaud. Pour développer ce principe de mesure, nous avons écrit un modèle bidimensionnel dans lequel le terme de perte latérale n'intervenait pas. Nous supprimons ainsi le problème de la corrélation entre les paramètres. De plus, nous avons pu établir un critère aux temps longs qui permet de s'assurer que tout le flux de chaleur a été effectivement absorbé par l'échantillon, mettant ainsi en avant l'importance du rôle du bloc métallique.

Toutefois l'hypothèse selon laquelle les pertes convectives latérales sont négligeables n'est pas tout à fait exacte. En effet si les deux faces latérales parallèles au ruban n'échangent pas avec le milieu extérieur, il n'en est pas de même pour les faces transversales.

3.4.1. *Présentation du dispositif expérimental*

Cette constatation, nous a amené à réduire encore les dimensions de la sonde et, à développer ainsi la méthode de la pastille chaude. Nous gardons les principes des méthodes précédentes, seule la forme de la résistance chauffante change (figure 3.4.1). Nous utiliserons une résistance de géométrie circulaire, dont le rayon est inférieur aux dimensions de l'échantillon.

En s'appuyant sur les résultats du paragraphe précédent, la modification de la géométrie de la sonde n'influence pas l'évolution du modèle complet en fonction des paramètres thermophysiques de l'échantillon. L'intérêt de ce paragraphe ne sera donc que de présenter une nouvelle technique expérimentale et une nouvelle modélisation en géométrie cylindrique. L'étude de sensibilité et le domaine d'application de cette méthode sont les mêmes que la méthode du ruban chaud, et nous aboutissons ici à une simple extension de cette méthode.

Le montage est identique à celui du ruban chaud (figure 3.3.1) ; seule la forme de la sonde est changée (figure 3.4.1).

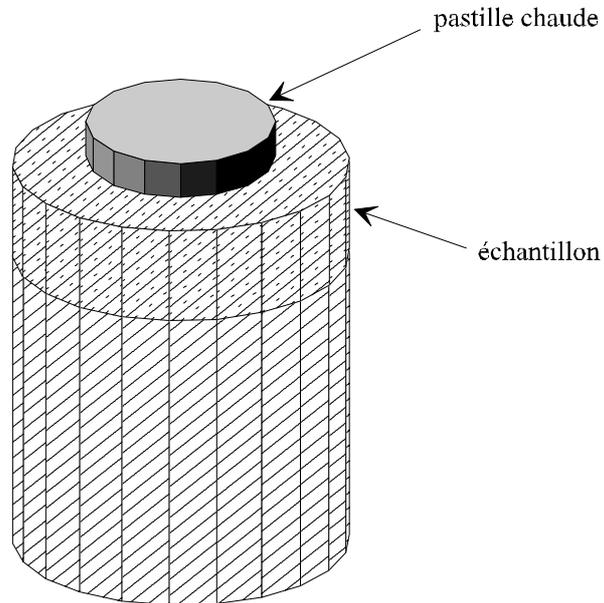


Figure 3.4.1: schéma du dispositif pastille chaude

3.4.2. Modélisation de l'expérience

La modélisation et les hypothèses sont identiques au cas du ruban chaud ; seule la géométrie est modifiée.

La symétrie de révolution du problème nous conduit à traiter le problème suivant r et z (figure 3.4.2).

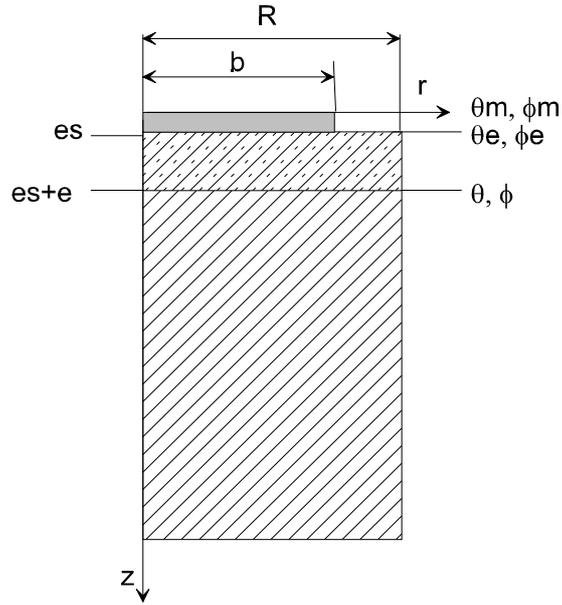


Figure 3.4. 2: schéma du problème

Pour traiter ce problème bidimensionnel, nous utilisons une extension à la méthode des quadripôles à l'aide de transformation intégrale (voir paragraphe 2.4). La transformation de Fourier est remplacée par une transformée de Hankel sur la variable d'espace r (équation 2.4.2).

Nous pouvons écrire la relation matricielle liant les grandeurs d'entrées et de sorties :

$$\begin{bmatrix} \kappa_m(\gamma_n, 0, p) \\ \psi_m(\gamma_n, 0, p) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ (\rho c_p)_s e_s p & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} A_n & B_n \\ C_n & D_n \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \kappa(\gamma_n, e_s + e, p) \\ \psi(\gamma_n, e_s + e, p) = \lambda_2 \sqrt{\frac{p}{a_2} + \gamma_n^2} \kappa(\gamma_n, p, e_s + e) \end{bmatrix} \quad \text{Eq 3.4.1}$$

Tout calcul fait nous obtenons le modèle complet

$$\kappa_m(\gamma_n, 0, p) = \frac{\left\{ A_n + B_n \lambda_2 \sqrt{\frac{p}{a_2} + \gamma_n^2} \right\} \psi_m(\gamma_n, 0, p)}{C_n + A_n (\rho c_p)_s e_s p + \lambda_2 L \sqrt{\frac{p}{a_2} + \gamma_n^2} \left\{ B_n (\rho c_p)_s e_s p + D_n \right\}} \quad \text{Eq 3.4.2}$$

$$\begin{aligned} \text{avec : } \psi_m(\gamma_n, 0, p)_n &= \frac{Qb}{p} \frac{J_1(\gamma_n b)}{\gamma_n} \\ A_n = D_n &= ch \left(\sqrt{\left(\frac{p}{a} + \gamma_n^2 \right)} e \right) \\ B_n &= \frac{1}{\lambda \sqrt{\left(\frac{p}{a} + \gamma_n^2 \right)}} sh \left(\sqrt{\left(\frac{p}{a} + \gamma_n^2 \right)} e \right) \\ C_n &= \lambda \sqrt{\left(\frac{p}{a} + \gamma_n^2 \right)} sh \left(\sqrt{\left(\frac{p}{a} + \gamma_n^2 \right)} e \right) \end{aligned}$$

Nous pouvons effectuer la transformée inverse de Hankel :

$$\theta_m(r, 0, p) = \frac{1}{R^2} \kappa_{m0}(0, 0, p) + \frac{2}{R^2} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{\kappa(\gamma_n, 0, p) J_0(\gamma_n r)}{J_0^2(\gamma_n R)} \quad \text{Eq 3.4.3}$$

On remarque que le modèle du plan chaud est un cas particulier du modèle pastille chaude. En effet, il suffit d'écrire $r=R$, pour retrouver exactement le modèle du plan chaud.

La température qui nous intéresse tout particulièrement est prise en $x=0$ et $y=0$

$$\theta_m(0, 0, p) = \frac{1}{R^2} \kappa_{m0}(0, 0, p) + \frac{2}{R^2} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{\kappa_m(\gamma_n, 0, p)}{J_0^2(\gamma_n R)} \quad \text{Eq 3.4.4}$$

A la différence près de la transformation intégrale utilisée, et du système de coordonnées choisi, nous obtenons une équation en tout point similaire à l'expression de la modélisation du ruban chaud (équations 3.3.2 et 3.3.4). En ayant le souci d'alléger ce document, nous ne développerons pas les différentes simplifications du modèle. Pour autant, celles ci existent et aboutissent à une expression du modèle complet aux temps longs semblable aux résultats précédents.

3.4.3. Approche simplifiée

3.4.3.1. modèle simplifié

En suivant un cheminement identique à la simplification du modèle du ruban chaud, c'est à dire en supposant que $\lambda_2 \gg \lambda$, on trouve le modèle simplifié :

$$\kappa_m(\gamma_n, 0, p) = \frac{B_n \psi_m(\gamma_n, 0, p)}{(\rho c_p)_s e_s p B_n + D_n} \quad \text{Eq 3.4.5}$$

ou encore :

$$\kappa_m(\gamma_n, 0, p) = \frac{\frac{Qb J_1(\gamma_n b)}{p \gamma_n}}{(\rho c_p)_s e_s p + \frac{\lambda \sqrt{\frac{p}{a} + \gamma_n^2}}{th\left(\sqrt{\frac{p}{a} + \gamma_n^2} e\right)}} \quad \text{Eq 3.4.6}$$

Nous avons vu précédemment qu'aux temps longs nous pouvons considérer la sonde comme parfaite ($(\rho c_p)_s = 0$). D'où il vient le modèle aux temps longs :

$$\kappa_m(\gamma_n, 0, p) = \frac{th(\gamma_n e) Qb J_1(\gamma_n b)}{\lambda \gamma_n p \gamma_n} \quad \text{Eq 3.4.7}$$

En effectuant les transformées inverses de Laplace Hankel il vient :

$$T(0,0) = \frac{e Q b^2}{\lambda R^2} + \frac{2 Q b}{\lambda R^2} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{th(\gamma_n e) J_1(\gamma_n b)}{\gamma_n^2 J_0^2(\gamma_n R)} \quad \text{Eq 3.4.8}$$

Aux temps longs nous retrouvons le fait que la température est directement liée à la résistance de constriction au sein du matériau et à la puissance injectée.

Nous pouvons exprimer la résistance de constriction R_c :

$$R_c = \frac{e}{\lambda} + \frac{2}{\lambda b} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{th(\gamma_n e)}{\gamma_n^2} \frac{J_1(\gamma_n b)}{J_0^2(\gamma_n R)} \quad Eq 3.4. 9$$

3.4.3.2. Extrapolation du modèle complet aux temps longs

Nous supposons, dans ce paragraphe, que la chaleur volumique de la sonde et de l'échantillon sont négligeables.

Il vient :

$$\kappa_m(\gamma_n, 0, p) = \frac{1}{\sqrt{\lambda_2(\rho c_p)_2} \sqrt{p}} \frac{QbJ_1(\gamma_n b)}{p\gamma_n} + \frac{th(\gamma_n e)}{\lambda\gamma_n} \frac{QbJ_1(\gamma_n b)}{p\gamma_n} \quad Eq 3.4. 10$$

En effectuant les transformées inverses de Laplace et Hankel, et en tenant compte de l'équation 3.4.9, il vient :

$$T(0,0) = \frac{Qb^2}{R^2 \sqrt{\pi} \sqrt{\lambda_2(\rho c_p)_2}} \sqrt{t} + Rc \frac{Qb^2}{R^2} \quad Eq 3.4. 11$$

Cette expression permet de mieux comprendre le comportement thermique de la sonde en $x=0$ et $y=0$.

Comme pour la méthode du ruban chaud, nous retrouvons aux temps longs l'expression du plan chaud pour un milieu semi-infini : la pente de la droite (équation 3.4.11) est inversement proportionnelle à l'effusivité thermique du bloc métallique et ne dépend que des paramètres thermophysiques de ce dernier, et l'ordonnée à l'origine est liée à la résistance de constriction au sein de l'échantillon.

Rc est déterminée par régression linéaire de l'équation 3.4.11 et nous avons alors directement une première valeur approchée de la conductivité thermique :

$$\lambda = \frac{e}{R_c} + \frac{2}{R_c b} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{th(\gamma_n e)}{\gamma_n^2} \frac{J_1(\gamma_n b)}{J_0^2(\gamma_n R)} \quad Eq 3.4. 12$$

De façon similaire au ruban chaud, la régression linéaire de la droite (équation 3.4.11) permet de calculer l'effusivité thermique du bloc métallique et une première valeur de la conductivité thermique de l'échantillon.

L'effusivité thermique du bloc métallique étant connu, la pente de la droite permet de vérifier la conservation du flux de chaleur dans le système.

3.4.4. Conclusion

Nous avons développé une nouvelle méthode de mesure de la conductivité thermique pour les matériaux isolants, méthode qui se présente comme une extension de la méthode du ruban chaud.

En simplifiant le modèle complet aux temps longs, nous avons pu exprimer, comme pour la méthode du ruban chaud, la résistance de constriction au sein de l'échantillon. De plus avec les mêmes simplifications, nous pouvons, pour chaque mesure, valider les résultats en retrouvant les propriétés thermophysiques du bloc métallique utilisé.

La méthode de la pastille chaude permet de caractériser thermiquement la même gamme de matériaux que le ruban chaud, c'est à dire des matériaux ayant une conductivité thermique λ inférieure à $0.5 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ et une chaleur volumique ρc_p comprise entre $5 \cdot 10^4 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ et $10^6 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$.

3.5. Caractérisation de milieux orthotropes

Nous disposons maintenant de deux méthodes de mesure de conductivité thermique, nous permettant de déterminer de manière rapide la résistance de constriction au sein de l'échantillon. Il semble alors possible, par deux mesures sur un même échantillon avec des sondes de forme différentes (ruban et pastille) de mettre au point un système de mesure de conductivité thermique orthotrope, pour des milieux isotropes transverses.

Dans un premier temps, nous regardons les modifications apportées par l'hypothèse d'orthotropie sur l'expression quadripolaire du problème. Puis en reprenant rapidement les modèles du ruban et de la pastille, nous exprimons les nouvelles résistances de constriction pour les deux méthodes, afin de mettre le problème sous la forme d'un système de deux équations à deux inconnues.

3.5.1. *Extension de la méthode des quadripôles thermiques aux milieux orthotropes*

A ce stade, il nous faut revenir sur les résultats obtenus au chapitre 2, quant à l'utilisation du formalisme des quadripôles thermiques pour résoudre le problème du transfert thermique dans un mur passif, orthotrope en géométrie plane ou cylindrique.

Nous reprenons les problèmes traités aux paragraphes 2.3 et 2.4 du chapitre 2, en ajoutant l'hypothèse d'orthotropie. Soient λ_a et λ_r , les conductivités thermiques respectivement dans le sens axial et radial (figure 3.5.1 a et b) :

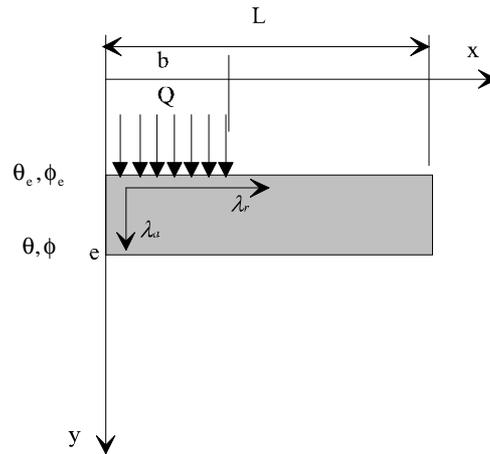


Figure 3.5.1 a : schéma du problème en géométrie cartésienne

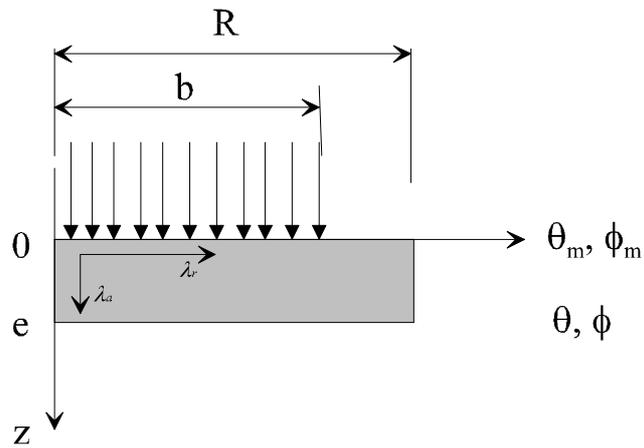


Figure 3.5.1 b : schéma du problème en géométrie cylindrique

Ecrivons le problème dans l'espace réel pour un milieu orthotrope, en géométrie cartésienne puis cylindrique :

- En géométrie cartésienne :

$$\left(\lambda_r \frac{\partial^2 T(x, y, t)}{\partial x^2} + \lambda_a \frac{\partial^2 T(x, y, t)}{\partial y^2} \right) = \rho c_p \frac{\partial T(x, y, t)}{\partial t} \quad \text{Eq 3.5.1}$$

Conditions aux limites :

$$y=0 - \lambda_a \frac{\partial T(x,0,t)}{\partial y} = Q \text{ si } 0 < x < b \text{ sinon } 0$$

$y=e$ continuité du flux

$$x=0 \frac{\partial T(0,y,t)}{\partial x} = 0$$

$$x=L \frac{\partial T(L,y,t)}{\partial x} = 0$$

Condition initiale :

$$\text{à } t=0 \ T(x,y,0)=0$$

- En géométrie cylindrique :

$$\lambda_r \left(\frac{\partial^2 T(r,z,t)}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T(r,z,t)}{\partial r} \right) + \lambda_a \frac{\partial^2 T(r,z,t)}{\partial z^2} = \rho c_p \frac{\partial T(r,z,t)}{\partial t} \quad \text{Eq 3.5. 2}$$

Conditions aux limites :

$$z=0 - \lambda_a \frac{\partial T(r,0,t)}{\partial z} = Q \text{ si } 0 < r < b \text{ sinon } 0$$

$z=e$ continuité du flux

$$r=0 \frac{\partial T(0,z,t)}{\partial r} = 0$$

$$r=R \frac{\partial T(R,z,t)}{\partial r} = 0$$

Condition initiale :

$$\text{à } t=0 \ T(r,z,0)=0$$

En géométrie cartésienne, nous appliquons la transformée de Laplace sur la variable temporelle et une transformée de Fourier en cosinus sur la variable d'espace x . l'équation 3.5.1 devient :

$$\frac{d^2\tau(\alpha_n, y, p)}{dy^2} = \left(\frac{p}{a_a} + \frac{\lambda_r}{\lambda_a} \alpha_n^2 \right) \tau(\alpha_n, y, p) \text{ avec } a_a = \frac{\rho c_p}{\lambda_a} \text{ et } \alpha_n^2 = \frac{n\pi}{L} \quad \text{Eq 3.5.3}$$

En géométrie cylindrique, nous appliquons la transformée de Laplace sur la variable temporelle et une transformée de Hankel sur la variable d'espace r . l'équation 3.5.2 devient :

$$\frac{d^2\kappa(\gamma_n, z, p)}{dz^2} = \left(\frac{p}{a_a} + \frac{\lambda_r}{\lambda_a} \gamma_n^2 \right) \kappa(\gamma_n, z, p) \quad \text{Eq 3.5.4}$$

avec :

$$\gamma_0 = 0 \text{ et } \gamma_n R = n\pi + \frac{\pi}{4} - \frac{3}{(8n\pi + \frac{\pi}{4})}$$

Les équations différentielles 3.5.3 et 3.5.4 sont de la même forme que celles obtenues aux paragraphes 2.4 et 2.5 pour des milieux isotropes. Le formalisme des quadripôles thermiques, est donc tout à fait applicable dans ce cas, et nous obtenons les mêmes expressions des termes A_n , B_n , C_n , et D_n à la seule différence du coefficient K_n .

3.5.2. Expression des résistances de constrictions

En reprenant les modélisations de la méthode du ruban chaud et celle de la pastille chaude développées respectivement aux paragraphes 3.3 et 3.4, il est aisé de montrer que l'expression de l'élévation de température de la sonde, dans les deux cas, est une droite dont l'ordonnée à l'origine est donnée par le produit $R_c Q$.

Pour un échantillon orthotrope, seules les expressions des résistances de constrictions sont changées :

- pour la méthode du ruban chaud :

$$R_c = \frac{e}{\lambda_a} + \frac{2}{\lambda_a b} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{th\left(\sqrt{\frac{\lambda_r}{\lambda_a}} \alpha_n e\right) \sin(\alpha_n b)}{\sqrt{\frac{\lambda_r}{\lambda_a}} \alpha_n}$$

- pour la méthode de la pastille chaude :

$$R_c = \frac{e}{\lambda_a} + \frac{2}{\lambda_a b} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{th\left(\sqrt{\frac{\lambda_r}{\lambda_a}} \gamma_n e\right) J_1(\gamma_n b)}{\sqrt{\frac{\lambda_r}{\lambda_a}} \gamma_n^2 J_0^2(\gamma_n R)}$$

En appliquant sur un même échantillon les deux méthodes, le problème est ramené à un système à deux équations et deux inconnues : λ_a et λ_r .

3.6. Conclusion du chapitre 3

L'étude détaillée d'une adaptation de la méthode du plan chaud classique, a permis de mettre en évidence, pour ce type géométrie, les paramètres d'influence négligeable et ceux a priori identifiables. De plus elle a aussi souligné le rôle important du bloc métallique, qui fixe la température en face arrière de l'échantillon et favorise un faible gradient de température au sein du matériau. Nous avons ainsi un moyen simple de s'assurer des conditions aux limites.

Au sens de l'estimation des paramètres, la corrélation existant entre le coefficient d'échange h et la conductivité thermique λ de l'échantillon rend l'estimation paramétrique impossible. Une solution aurait été de prévoir sur le dispositif expérimental un système d'isolation performant, compliquant ainsi sérieusement la méthode et s'avérant délicat pour les matériaux super isolants.

Nous avons préféré modifier la géométrie de la sonde, pour s'affranchir des problèmes liés aux pertes thermiques sur les faces latérales de l'échantillon. Ceci a permis de mettre au point deux nouveaux dispositifs de mesure de la conductivité thermique de matériaux isolants solides ou pâteux. L'étude de sensibilité a montré qu'il était possible d'identifier la conductivité thermique et la chaleur volumique pour des matériaux compris dans un domaine de λ inférieur à $0.5 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ et de ρc_p compris entre $5 \cdot 10^4 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ et $10^6 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$.

Enfin, dans la dernière partie, une extension de ces deux méthodes à la caractérisation de matériaux orthotropes a été proposée.

Chapitre 4

Méthode d'estimation et résultats
expérimentaux

Chapitre 4 : Méthode d'estimation et résultats expérimentaux

4.1. Introduction

Le but de ce chapitre est de présenter la méthodologie que nous avons utilisée pour résoudre le problème de l'estimation des paramètres et valider les méthodes. Quelques exemples d'application sont proposés.

Dans un premier temps, à partir des conclusions des chapitres 2 et 3, nous proposons une méthode d'estimation valable pour la pastille et le ruban.

Une validation expérimentale des deux techniques est ensuite présentée. Cette validation est faite sur un matériau isolant connu. On essaiera de mettre en évidence les grandeurs d'influence : bruit de mesure, propriétés géométriques et thermophysiques de la sonde...

Enfin, une application de la méthode du ruban chaud à la caractérisation thermique des aérogels de silice est présentée. Elle permet de valider nos mesures par comparaison avec les méthodes flash et fil chaud, et de montrer la facilité d'adaptation de nos techniques à des mesures sous vide, et plus généralement à des ambiances contrôlées.

4.2. Méthode d'estimation

Nous avons montré au chapitre 3 que les méthodes du ruban chaud et de la pastille chaude devaient permettre d'identifier deux paramètres :

- la conductivité thermique de l'échantillon (λ)
- la chaleur volumique de l'échantillon (ρc_p)

De plus, l'extrapolation du modèle complet aux temps longs permet d'exprimer la température de la sonde sous forme linéaire en fonction de la racine du temps (équations 3.3.15 et 3.4.11). Cette droite peut s'écrire sous la forme générique suivante :

$$T(0,0,t) = \frac{Qf(\text{géométrie})}{\sqrt{\pi} \sqrt{\lambda_2(\rho c_p)_2}} \sqrt{t} + RcQ \quad \text{Eq 4.2.1}$$

où $f(\text{géométrie})$ est une fonction des paramètres géométriques de la sonde (ruban ou pastille). La résistance de constriction Rc est donnée par :

- ruban chaud :

$$R_c = \frac{e}{\lambda} + \frac{2}{\lambda b} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{th(\alpha_n e)}{\alpha_n} \frac{\sin(\alpha_n b)}{\alpha_n} \quad \text{Eq 4.2.2}$$

- pastille chaude :

$$R_c = \frac{e}{\lambda} + \frac{2}{\lambda b} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{th(\gamma_n e)}{\gamma_n^2} \frac{J_1(\gamma_n b)}{J_0^2(\gamma_n R)} \quad \text{Eq 4.2.3}$$

Sur le thermogramme expérimental, l'ordonnée à l'origine de la droite (équation 4.2.1) permet d'obtenir directement une valeur approchée de la conductivité thermique de l'échantillon, et la pente permet de vérifier que le flux dissipé dans le système est conservé. Ces constatations seront le point de départ de la méthode d'estimation (figure 4.2.1) :

- estimation de l'effusivité thermique (équation 4.2.1) du bloc de cuivre pour vérifier que la puissance dissipée dans la résistance chauffante a bien été conservée par le système. Ceci permet de valider la mesure en considérant que le modèle direct prend alors en compte les bonnes hypothèses et les bonnes conditions aux limites (pas de pertes latérales).

Le problème d'estimation considéré n'est pas linéaire, et il est nécessaire d'utiliser une méthode de calcul itérative. Il faut dans ce cas choisir une valeur initiale des paramètres assez proche du minimum de la fonctionnelle :

- Estimation de la résistance de constriction au sein de l'échantillon (équation 4.2.1), pour déterminer une première valeur approchée de la conductivité thermique. Cette valeur servira de point de départ à la minimisation.
- La première valeur de la capacité thermique de l'échantillon sera prise égale à la valeur de la capacité thermique de la sonde. En effet l'extrapolation du modèle complet aux temps courts ne permet pas de trouver rapidement une valeur approchée de ce paramètre.
- Minimisation du critère quadratique. Pour cela nous utilisons l'algorithme de minimisation «fmins » de MATLAB, basé sur un algorithme de Nelder-Mead ([73], [74]).
- Calcul des sensibilités pour le vecteur paramètre optimal, puis calcul de l'erreur d'estimation.

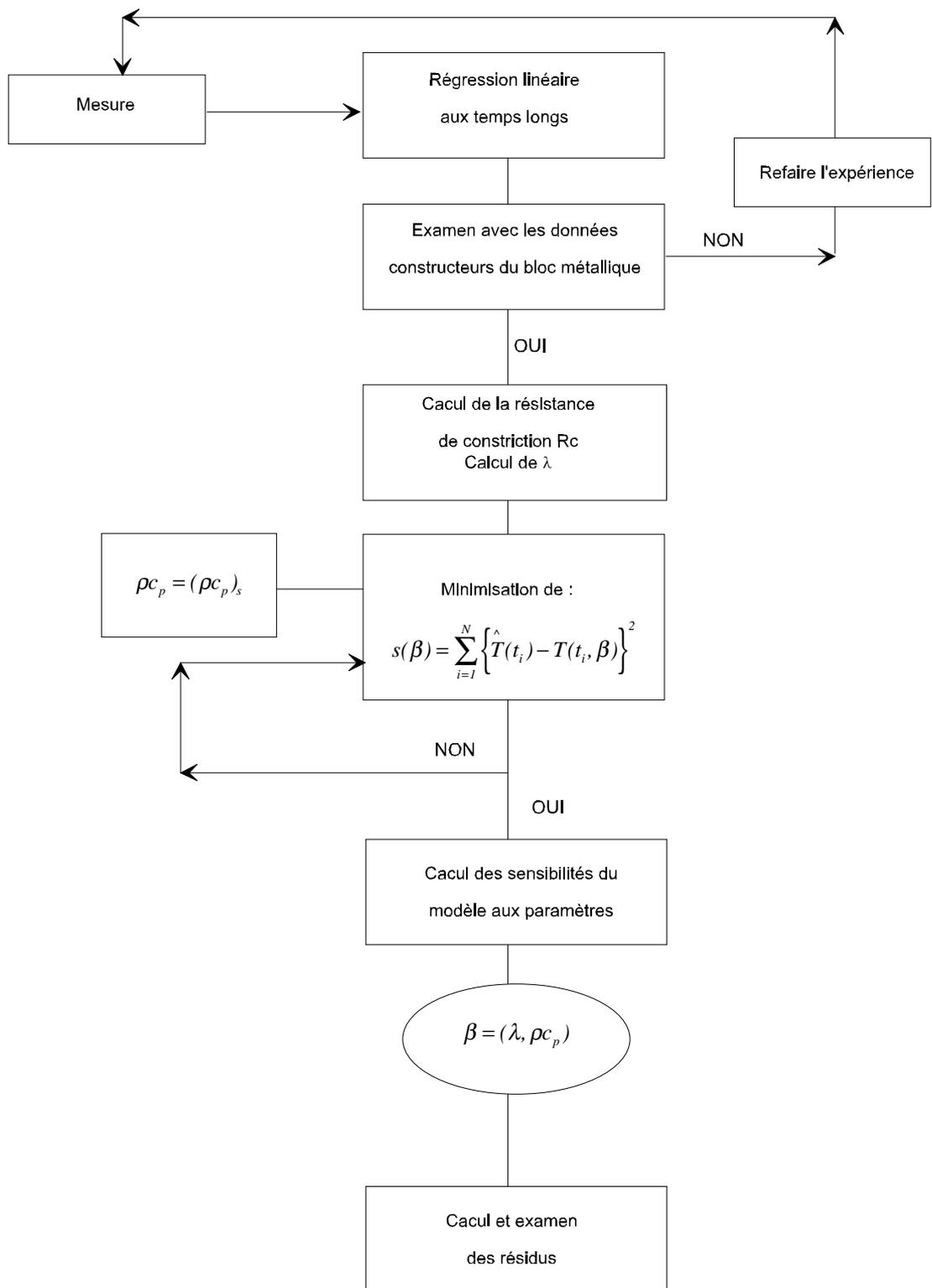


Figure 4.2.1 : méthode d'estimation de paramètres

4.3. Validation expérimentale

Pour valider nos méthodes, les premières mesures sont faites sur des matériaux de propriétés thermophysiques connues à température, et humidité ambiante. Dans ce paragraphe, nous citerons toujours en exemple la démarche suivie pour la méthode du ruban chaud. La démarche est strictement identique pour la méthode de la pastille chaude [68].

4.3.1. Données expérimentales

Le matériau utilisé dans ce paragraphe pour la validation des nos méthodes est de l'isosilikat (ou Calsil). Les données constructeurs sont à 20° C :

- $\lambda=0.088 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$
- $\rho c_p=2.33 \cdot 10^5 \text{ Jm}^{-3}\text{K}^{-1}$

L'échantillon utilisé est de dimensions :

- largeur 45 mm
- longueur 100 mm
- épaisseur 6.2 mm

L'élément chauffant pour la méthode du ruban chaud est de dimensions :

- largeur 3.2 mm
- longueur 80 mm

L'élément chauffant pour la méthode de la pastille chaude est une résistance Minco de type F [71], de diamètre 38 mm.

Sur la figure 4.3.1 nous présentons un thermogramme obtenu par la méthode du ruban chaud pour une densité de puissance de chauffe de 450.02 Wm^{-2} . Celui ci sera le relevé de base pour toute la suite de la validation.

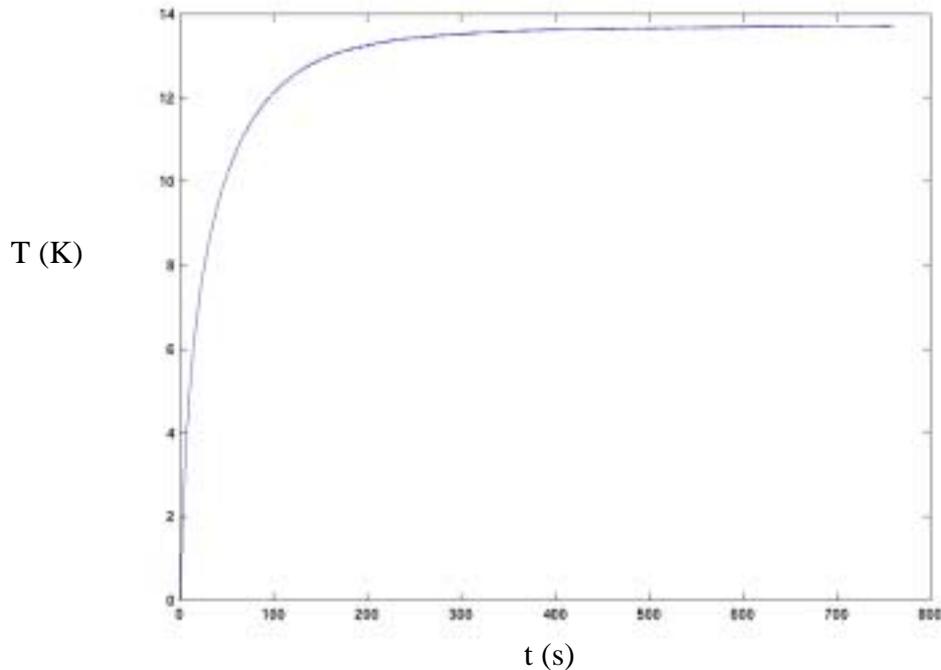


Figure 4.3.1 : Thermogramme expérimental obtenu par méthode du ruban chaud avec de l'isosilikat

4.3.2. Estimation aux temps longs

L'équation 4.2.2 permet de déterminer aux temps longs une première valeur de la conductivité thermique.

Pour cela, on trace le thermogramme en fonction de la racine du temps. En reprenant l'expression générique 4.2.1, et après régression linéaire, on obtient la valeur de la pente et de l'ordonnée à l'origine (figure 4.3.2).

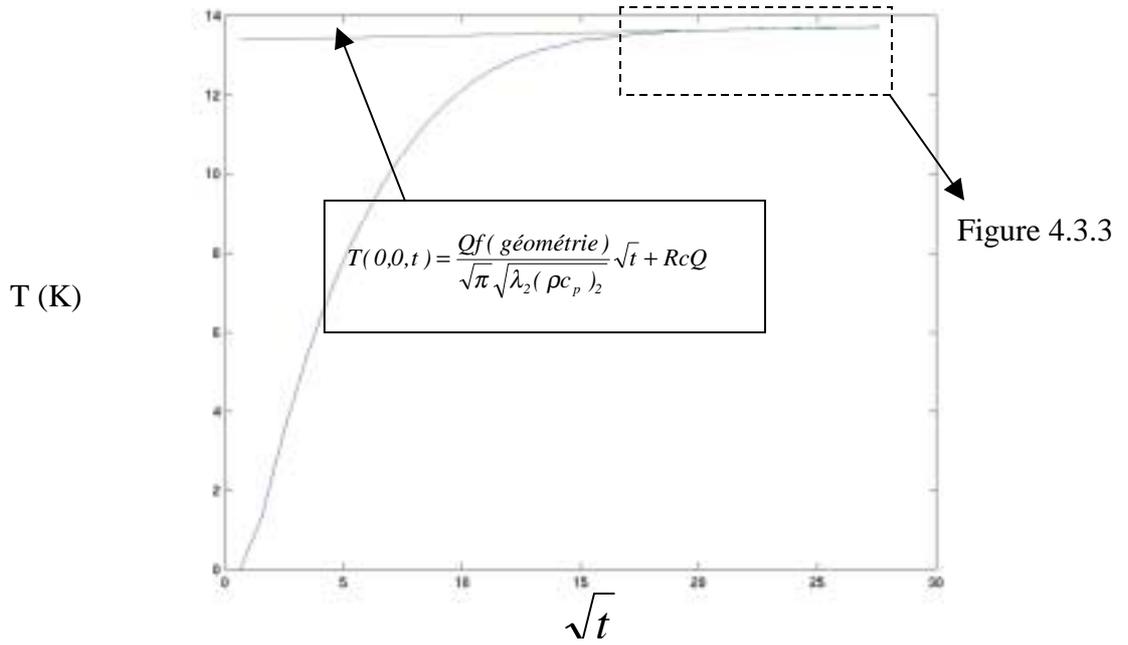


Figure 4.3.2 : Thermogramme en fonction de la racine du temps

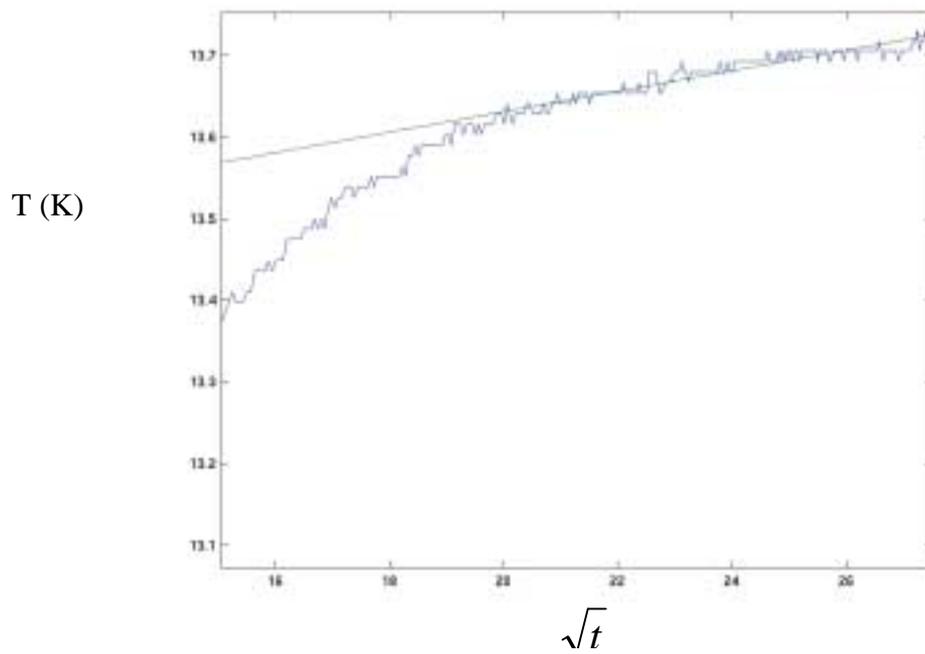


Figure 4.3.3 : régression linéaire aux temps longs

Deux problèmes se posent quant à la fiabilité de la régression linéaire. Le premier a trait à la notion de temps longs, et le deuxième est dû au bruit de mesure (figure 4.3.3).

La droite estimée est de la forme :

$$\hat{T}(t) = \hat{\beta}_1 \sqrt{t} + \hat{\beta}_2 \quad \text{Eq 4.3.1}$$

Où les β_1 et β_2 sont les paramètres à identifier ; β_1 est fonction des paramètres thermophysiques du bloc métallique et β_2 est fonction de la conductivité thermique du matériau étudié.

Pour le ruban :

$$\beta_1 = \frac{Qb}{L\sqrt{\pi} \sqrt{\lambda_2(\rho c_p)_2}}$$

$$\beta_2 = Rc \frac{Qb}{L}$$

Sous forme matricielle le problème s'écrit :

$$\begin{bmatrix} \hat{T}_1 \\ \cdot \\ \cdot \\ \cdot \\ \hat{T}_n \end{bmatrix} = [X] \begin{bmatrix} \hat{\beta}_1 \\ \hat{\beta}_2 \end{bmatrix} \quad \text{Eq 4.3.2}$$

où $[X]$ est la matrice de sensibilité :

$$[X] = \begin{bmatrix} \sqrt{t_1} & 1 \\ \cdot & \cdot \\ \cdot & \cdot \\ \cdot & \cdot \\ \sqrt{t_n} & 1 \end{bmatrix} \quad \text{Eq 4.3.3}$$

Le jeu de paramètres optimal et l'erreur d'estimation sont donnés par :

$$\begin{bmatrix} \hat{\beta} \end{bmatrix} = \left([X]^T [X] \right)^{-1} [X]^T \begin{bmatrix} \hat{T} \end{bmatrix} \quad Eq\ 4.3.4$$

$$cov[e_{\beta}(t)] = \left([X]^T [X] \right)^{-1} \sigma^2 \quad Eq\ 4.3.5$$

Dans le tableau suivant, nous avons reporté les valeurs de conductivité thermique calculées à partir de β_2 , et les valeurs de β_1 , qui font intervenir le rapport de la densité de flux sur l'effusivité thermique du bloc métallique. Ces calculs ont été effectués pour différentes plages de temps pour essayer de quantifier la notion de temps longs. Ces valeurs sont à comparer aux valeurs données par les constructeurs : $\lambda=0.088$ W/mK et $\beta_1=0.0109$.

tmax=760 s

| Début des temps longs | σ | β_1 | e_{β_1} | β_2 | e_{β_2} | λ |
|-----------------------|--------------|---------------|-----------------------------|--------------|---------------------------|---------------|
| 2*tmax/10 | 0.536 | 0.0354 | 5.72 10 ⁻⁶ | 12.83 | 2.6 10 ⁻³ | 0.0929 |
| 4*tmax/10 | 0.534 | 0.0159 | 1.6 10 ⁻⁵ | 13.29 | 8.9 10 ⁻³ | 0.0897 |
| 5*tmax/10 | 0.534 | 0.0125 | 3.13 10 ⁻⁵ | 13.38 | 13.1 10 ⁻³ | 0.0891 |
| 6*tmax/10 | 0.539 | 0.0108 | 6.58 10⁻⁵ | 13.42 | 40 10⁻³ | 0.0889 |
| 8*tmax/10 | 0.559 | 0.0062 | 5.94 10 ⁻⁴ | 13.54 | 41 10 ⁻³ | 0.0885 |

L'estimation du paramètre β_2 est toujours convenable, quelle que soit la valeur initiale choisie pour la régression linéaire aux temps longs ; elle permet d'évaluer convenablement la conductivité thermique de l'échantillon.

L'estimation de β_1 , quant à elle varie beaucoup avec le temps initial de calcul, et nous avons une bonne adéquation entre les valeurs connues et estimées pour $6 \cdot t_{\max}/10$. Ceci permet d'établir un critère pour initialiser le calcul aux temps longs. Dans ce cas nous avons une très bonne estimation des deux paramètres, ce qui permet :

- d'accéder très rapidement et très simplement à une valeur approchée fiable de la conductivité thermique de l'échantillon
- de valider les hypothèses du modèle. En effet le paramètre β_1 fait intervenir le terme $Q/(\rho c_p)^{1/2}$, ce qui nous assure de la bonne conservation du flux dans le système.

L'erreur d'estimation sur les deux paramètres reste convenable pour tous les temps considérés, bien qu'elle augmente avec ceux-ci. En effet plus le temps initial augmente, plus le nombre de points considérés pour la régression linéaire diminue, ce qui explique l'évolution des erreurs.

Dans l'optique de concevoir un appareillage de mesure très simple, nous trouvons ici une méthode appropriée :

- recherche du temps d'initialisation et validation de la mesure en estimant β_1
- mesure de la conductivité avec β_2

4.3.3. Estimation sur tous les temps de mesure

Après l'approche aux temps longs, nous allons maintenant estimer les paramètres thermophysiques sur tous les temps de mesure. Nous évaluons maintenant l'impact des diverses grandeurs d'influence sur l'estimation.

4.3.3.1. Influence du bruit de mesure

Le signal enregistré par le thermocouple est amplifié par un amplificateur Vishay 2200. Cet appareillage permet d'imposer différents filtres sur le signal. Nous avons effectué plusieurs relevés de température avec différents filtres et dans les mêmes conditions opératoires que précédemment, afin d'évaluer l'influence du bruit de mesure. Sur la figure 4.3.4, sont représentés l'enregistrement des bruits de mesure pour différents filtres. Le bruit de mesure est supposé non corrélé, d'écart type constant, sans biais, et additif.

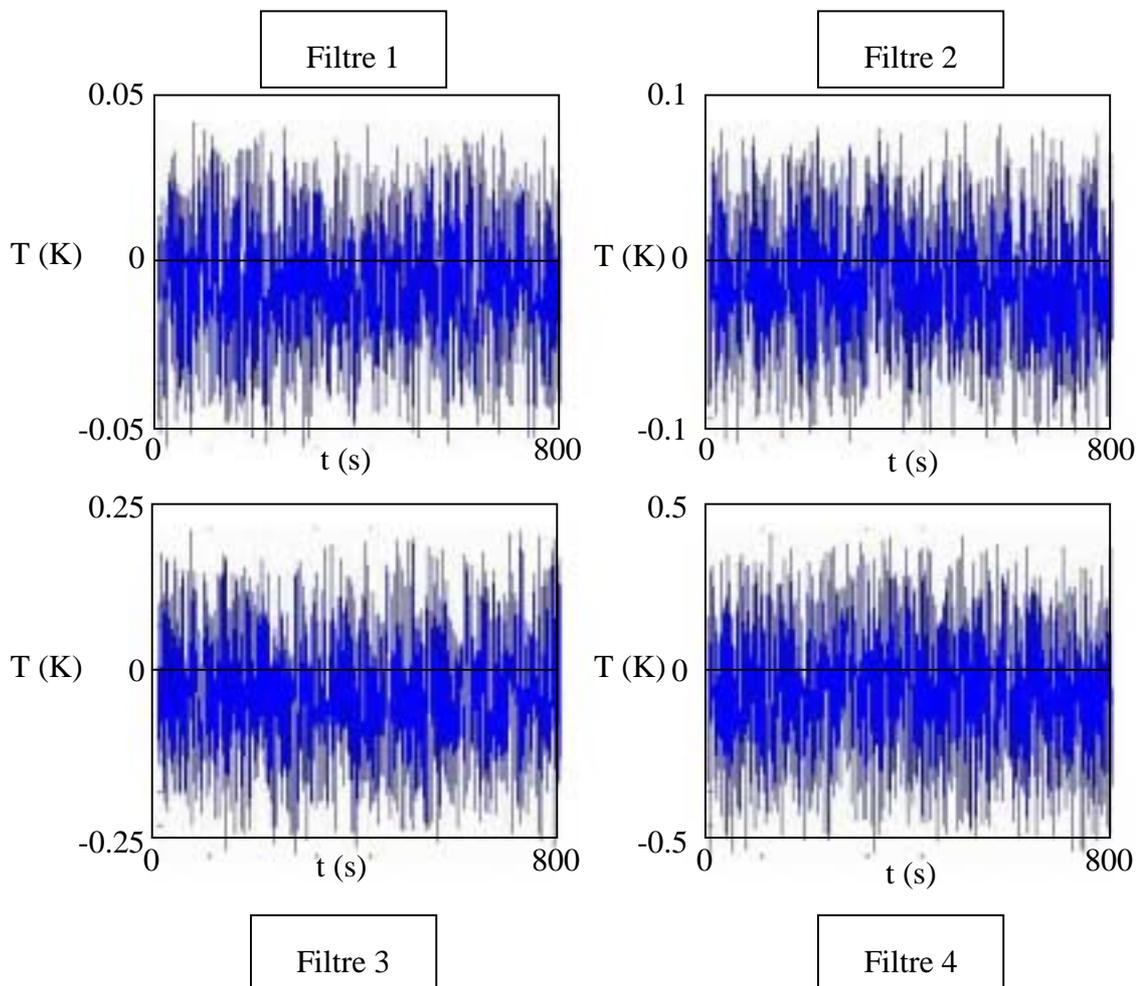


Figure 4.3.4 : relevés du bruit de mesure pour différents filtres

Dans le tableau suivant, on reporte les résultats obtenus, après estimation numérique, pour les différents filtres. Les écarts à la référence sont calculés par rapport aux données constructeurs.

| | $\lambda (Wm^{-1}K^{-1})$ | $\Delta\lambda(\%)$ | $\rho c_p (Jkg^{-1}K^{-1})$ | $\Delta\rho c_p (\%)$ |
|----------|---------------------------|---------------------|-----------------------------|-----------------------|
| Filtre 1 | 0.0884 | 0.45 | $2.43 \cdot 10^5$ | 4.2 |
| Filtre 2 | 0.0881 | 0.12 | $2.42 \cdot 10^5$ | 3.8 |
| Filtre 3 | 0.0881 | 0.12 | $2.39 \cdot 10^5$ | 2.5 |
| Filtre 4 | 0.0879 | 0.12 | $2.44 \cdot 10^5$ | 4.7 |

Le bruit de mesure influe surtout sur les résidus d'estimation (figure 4.3.5). En effet, un signal trop filtré entraîne l'apparition d'un biais, et augmente ainsi les erreurs d'estimation.

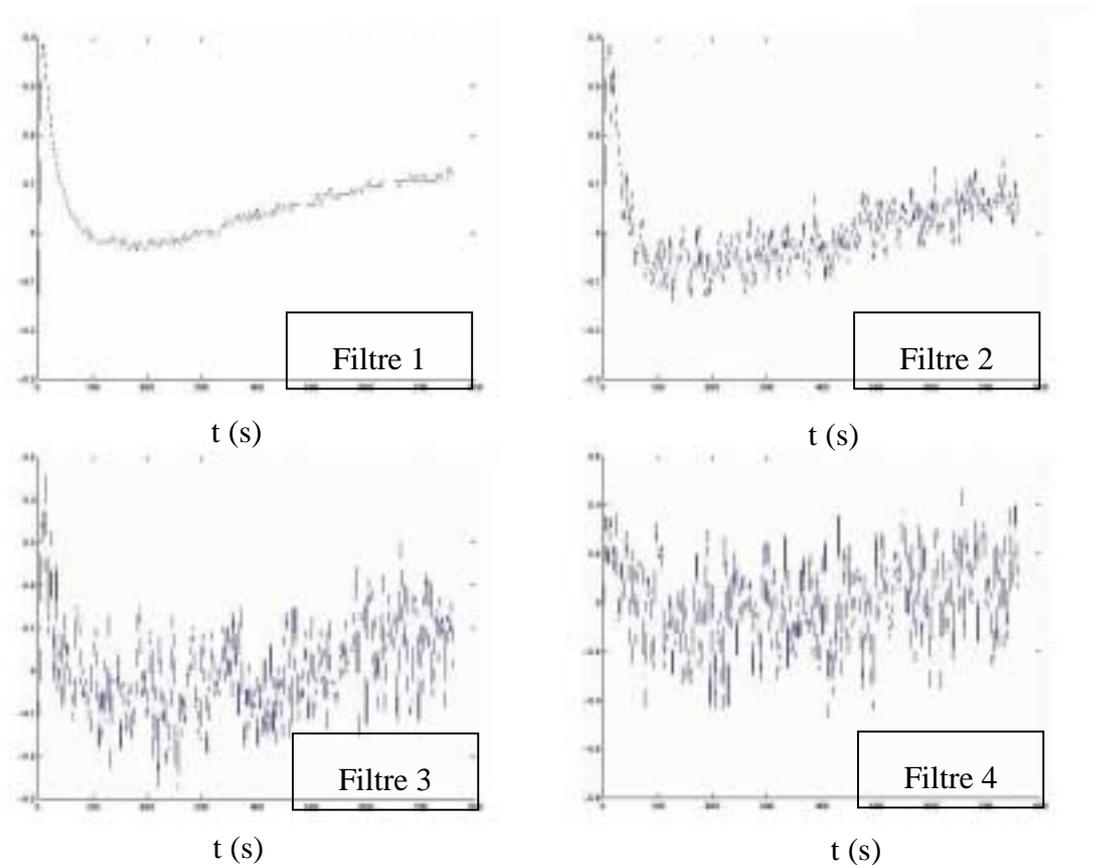


Figure 4.3.5 : résidus d'estimation pour différents filtres

Les résidus mettent en évidence aux temps courts les imperfections du modèle :

- la sonde est supposée purement capacitive
- dans notre cas, le retour numérique de Laplace aux temps courts perd de sa précision. En effet, pour des petites valeurs du temps la variable de Laplace tend vers l'infini. Ceci crée des problèmes de convergence numérique pour le calcul des termes A , B , C et D des différents quadripôles.

4.3.3.2. Influence du nombre de points utilisés pour l'identification

Le signal est enregistré sur un oscilloscope à mémoire qui permet de stocker 4000 points de mesure. Afin de réduire les temps de calculs, il est intéressant de ne pas

prendre en compte tous les points de mesure pour l'estimation. Il s'agit ici, de faire varier l'intervalle de temps entre deux points considérés, pour diminuer le nombre de points pris en compte.

Le tableau suivant fait apparaître l'influence du nombre de point pour l'identification.

| <i>Nombre de point</i> | $\lambda (Wm^{-1}K^{-1})$ | $\rho c_p (Jkg^{-1}K^{-1})$ |
|------------------------|---------------------------|-----------------------------|
| 760 | 0.0881 | $2.39 \cdot 10^5$ |
| 508 | 0.0881 | $2.39 \cdot 10^5$ |
| 254 | 0.0881 | $2.39 \cdot 10^5$ |
| 127 | 0.0881 | $2.41 \cdot 10^5$ |
| 76 | 0.0882 | $2.44 \cdot 10^5$ |

La méthode donne de très bons résultats pour le calcul de la conductivité thermique, même pour un faible nombre de points. Par contre, on constate une légère fluctuation de la valeur de la chaleur volumique. En effet, le modèle n'est sensible à ce paramètre que sur les temps courts, et si le nombre de points considérés devient trop faible, on ne peut plus obtenir une estimation correcte. Le choix retenu est un compromis, et on se fixera sur une sélection d'environ 300 points.

4.3.3.3. Influence du flux de chaleur

L'équation 4.2.2 lie directement aux temps longs, la valeur de la conductivité thermique à la valeur du flux. L'erreur faite sur la détermination du flux se répercute

donc directement sur λ . Il est plus difficile d'appréhender l'influence d'une telle erreur sur la chaleur volumique.

Pour cela, on impose une variation de 5 et 10 %, sur la détermination de notre flux, et on estime à nouveau les paramètres thermophysiques.

| Q | ΔQ | $\lambda (Wm^{-1}K^{-1})$ | $\Delta\lambda$ | $\rho c_p (Jkg^{-1}K^{-1})$ | $\Delta\rho c_p$ |
|---------|------------|---------------------------|-----------------|-----------------------------|------------------|
| 450.02 | * | 0.0881 | * | $2.39 \cdot 10^5$ | * |
| 472.521 | 5 % | 0.0924 | 4.88 % | $2.80 \cdot 10^5$ | 17,15 % |
| 495.022 | 10 % | 0.0968 | 9.87 % | $3.10 \cdot 10^5$ | 29,7 % |

Les erreurs sur la détermination de la puissance injectée dans la sonde, ont une répercussion directe sur les résultats de l'estimation. Il est donc nécessaire de connaître au mieux le flux de chaleur. Nous mesurons en continu la tension et l'intensité dans le circuit électrique. De plus un étalonnage est fait sur des matériaux de propriétés thermophysiques connues. La régression linéaire aux temps longs, nous permet de contrôler ce paramètre.

Par ailleurs, si l'on connaît parfaitement l'effusivité thermique du bloc métallique, on peut directement estimer le flux au moyen du paramètre β_I , obtenu par régression linéaire aux temps longs.

Le temps de réponse de l'alimentation stabilisée, ne permet pas de délivrer à la sonde un échelon parfait (figure 4.3.6). Néanmoins, compte tenu de son temps de réponse et nos temps de mesure, on considère cette imperfection comme négligeable. Nous avons vu que l'on pouvait valider notre mesure grâce à l'équation 4.2.2 pour des temps supérieurs à $6 \cdot t_{max}/10$ soit 456 secondes. Cette durée de la mesure est à comparer au temps de réponse de l'alimentation qui est d'environ de 0.3 seconde.

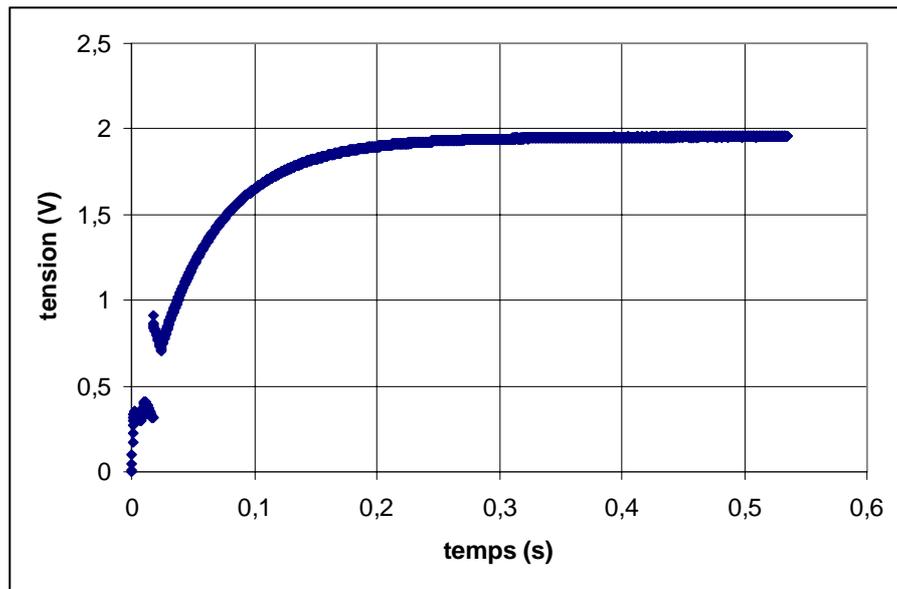


Figure 4.3.6 : Enregistrement de la tension délivrée par l'alimentation stabilisée

4.3.3.4. Influence des caractéristiques de la sonde

Les propriétés thermiques et les dimensions de la sonde peuvent influencer sur l'estimation. Nous avons fait varier ces données, puis nous avons de nouveau estimé les propriétés thermophysiques de l'échantillon.

Suivant la chaleur volumique :

| $(\rho c_p)_s (J m kg^{-1} K^{-1})$ | $\Delta(\rho c_p)_s$ | $\lambda (W m^{-1} K^{-1})$ | $\Delta\lambda$ | $\rho c_p (J kg^{-1} K^{-1})$ | $\Delta\rho c_p$ |
|-------------------------------------|----------------------|-----------------------------|-----------------|-------------------------------|------------------|
| 591 | * | 0.0881 | * | $2.39 \cdot 10^5$ | * |
| 602.82 | 2 % | 0.0881 | ≈ 0 | $2.41 \cdot 10^5$ | 0.8 % |
| 620.55 | 5 % | 0.0881 | ≈ 0 | $2.49 \cdot 10^5$ | 4.1 % |

Une erreur sur la chaleur volumique de la sonde se répercute directement sur le calcul de la chaleur volumique de l'échantillon mais n'a pas d'influence sur l'estimation

de la conductivité thermique. On retrouve, ici la corrélation aux temps courts entre les chaleurs volumiques de la sonde et de l'échantillon.

Il est donc nécessaire d'étalonner la sonde pour obtenir une précision satisfaisante sur ρc_p . Pour autant, toute erreur d'étalonnage n'a pas de répercussion sur le calcul de λ .

Suivant l'épaisseur :

| b (m) | Δb | λ ($Wm^{-1}K^{-1}$) | $\Delta\lambda$ | ρc_p ($Jkg^{-1}K^{-1}$) | $\Delta\rho c_p$ |
|----------------------|------------|-------------------------------|-----------------|---------------------------------|------------------|
| $1.6 \cdot 10^{-3}$ | * | 0.0881 | * | $2.39 \cdot 10^5$ | * |
| $1.68 \cdot 10^{-3}$ | 5 % | 0.0907 | 2.9 % | $2.54 \cdot 10^5$ | 6.2 % |
| $1.76 \cdot 10^{-3}$ | 10 % | 0.0933 | 5.9 % | $2.62 \cdot 10^5$ | 9.6 % |

Les dimensions de la sonde ont donc besoin d'être connues avec précision. Ceci est facilité par la forme géométrique de nos sondes.

4.3.3.5. Influence des dimensions de l'échantillon

Suivant l'épaisseur :

| e (m) | Δe | λ ($Wm^{-1}K^{-1}$) | $\Delta\lambda$ | ρc_p ($Jkg^{-1}K^{-1}$) | $\Delta\rho c_p$ |
|-----------------------|------------|-------------------------------|-----------------|---------------------------------|------------------|
| $6.2 \cdot 10^{-3}$ | * | 0.0881 | * | $2.39 \cdot 10^5$ | * |
| $6.324 \cdot 10^{-3}$ | 2 % | 0.0887 | 0.7 % | $2.41 \cdot 10^5$ | 0.8 % |
| $6.51 \cdot 10^{-3}$ | 5 % | 0.0896 | 1.7% | $2.28 \cdot 10^5$ | 4.6% |

La détermination de l'épaisseur des échantillons est importante à une bonne précision de nos mesures. En effet de faibles erreurs sur la mesure de l'épaisseur ont une influence directe sur l'estimation des paramètres thermophysiques.

Suivant la largeur :

| $L (m)$ | ΔL | $\lambda (Wm^{-1}K^{-1})$ | $\Delta\lambda$ | $\rho c_p (Jkg^{-1}K^{-1})$ | $\Delta\rho c_p$ |
|------------------------|------------|---------------------------|-----------------|-----------------------------|------------------|
| $22.5 \cdot 10^{-3}$ | * | 0.0881 | * | $2.39 \cdot 10^5$ | * |
| $23.625 \cdot 10^{-3}$ | 5 % | 0.088 | 0.1 % | $2.42 \cdot 10^5$ | 1.54 % |
| $24.75 \cdot 10^{-3}$ | 10 % | 0.0879 | 0.2 % | $2.47 \cdot 10^5$ | 3.34 % |

La largeur de l'échantillon n'a qu'une moindre importance sur l'estimation des paramètres, surtout en ce qui concerne la détermination de la conductivité thermique, puisqu'une erreur de 10% sur L , n'entraîne que 0.2 % sur λ .

4.4. Caractérisation thermique de matériaux isolants solides ou pâteux

4.4.1. Dispositifs expérimentaux

4.1.1.1. Dispositifs à pression ambiante

A pression ambiante, nos méthodes sont comparées à trois autres techniques de mesures: la méthode flash, la méthode du fil chaud, et la méthode de la sonde plane (Hot disk).

4.4.1.1.1. Méthode flash

Nous utiliserons un appareillage mis au point par le LEPT - ENSAM à Talence (33) [10].

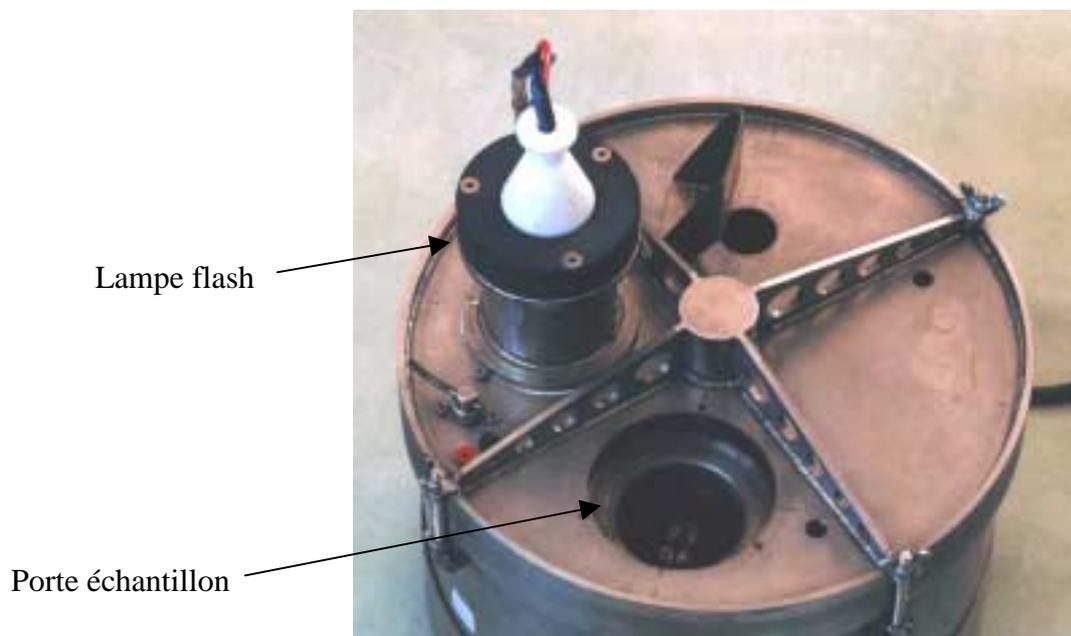


Figure 4.4.1 : Méthode flash

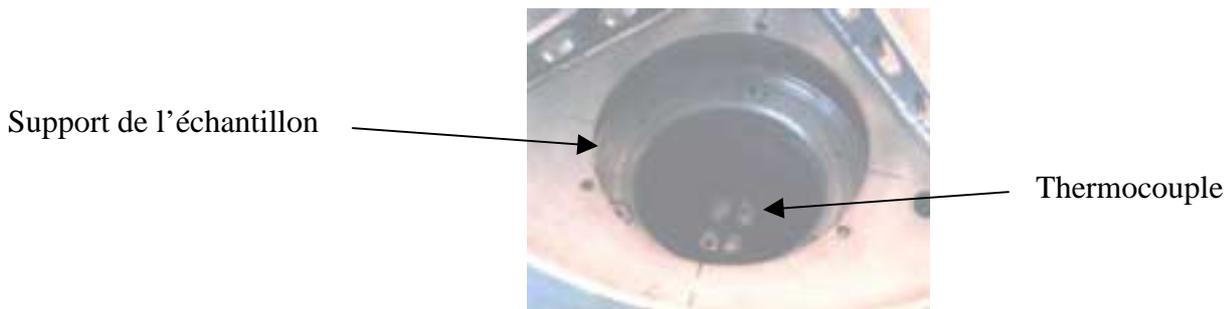


Figure 4.4.2 : Détail du porte échantillon

Une batterie de condensateur permet d'alimenter une lampe flash. La durée de l'impulsion est de l'ordre de la milliseconde.

L'application du flash sur un échantillon très isolant peut détruire la face avant de celui-ci. Cela nous a amené à insérer l'échantillon entre deux pastilles de métal très conducteur, ceci pour créer un système «condensateur - échantillon - condensateur» ([18], [67]). En d'autres termes, l'énergie du flash s'accumule dans la première couche de métal ce qui permet d'éviter la détérioration de l'échantillon. La deuxième couche de métal facilite le transfert de chaleur au sein de l'échantillon.

La face avant de la première couche métallique est peinte en noir afin d'absorber le maximum d'énergie. Les faces internes des couches métalliques sont polies pour que les faces en regard de l'échantillon aient une émissivité la plus faible possible.

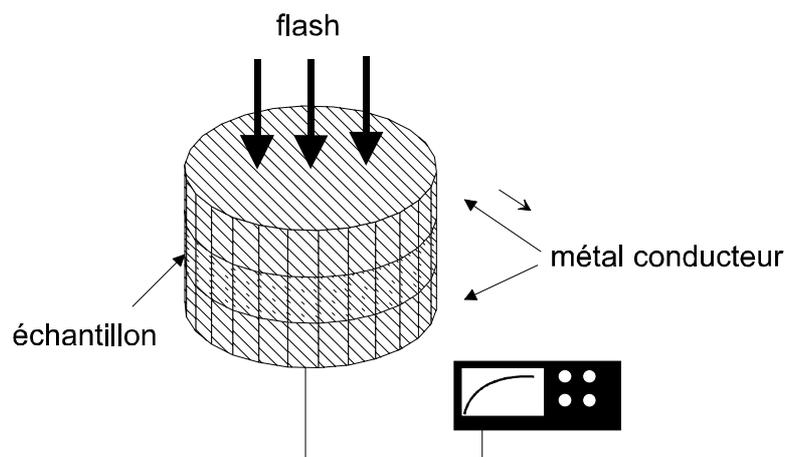


Figure 4.4.3 : extension de la méthode flash aux matériaux très isolants

Nous mesurons l'élévation de température sur le face arrière de la deuxième couche métallique, à l'aide d'un thermocouple à contact séparé. Ce signal est enregistré sur un oscilloscope à mémoire après avoir été amplifié.

4.4.1.1.2. CTmètre

Le CTmètre est un appareillage qui a été conçu au CSTB Grenoble et commercialisé par la société TELEPH [32]. Ce système utilise la méthode du fil chaud décrite au chapitre 1.

Diverses validations de cet appareillage ont été réalisées, on peut citer notamment une comparaison de cette technique instationnaire avec la méthode en régime permanent de la plaque chaude gardée [64] sur des mortiers aérés autoclavés en fonction de la masse volumique.

| ρ (kgm^{-3}) | λ ($Wm^{-1}K^{-1}$) plaque chaude | λ ($Wm^{-1}K^{-1}$) CTmètre |
|-----------------------|---|---------------------------------------|
| 309 | 0.09 | 0.092 |
| 372 | 0.104 | 0.105 |
| 424 | 0.112 | 0.114 |
| 609 | 0.164 | 0.167 |

Un des paramètres pouvant influencer sur la mesure de conductivité thermique par la technique du fil chaud est le caractère semi-infini des échantillons. Une récente étude à montré que cette condition était respectée pour des aérogels d'épaisseur de l'ordre du centimètre et des temps de chauffe de 120 secondes [65].

4.4.1.1.3. Hot disk

Cette méthode a été mise au point à l'université de Gothenburg ([75],[76]). Elle s'inspire de la méthode du plan chaud (chapitre 1).

La sonde est insérée entre deux blocs du matériau à caractériser (figure 4.4.4), et elle fournit à l'échantillon un échelon de flux. La mesure consiste à relever les variations de résistance électrique de la sonde au cours du temps

Des corrélations entre l'élévation moyenne de température de la sonde et les variations de résistance électriques ont été établies. Elles permettent d'estimer la conductivité thermique et la diffusivité thermique de l'échantillon.

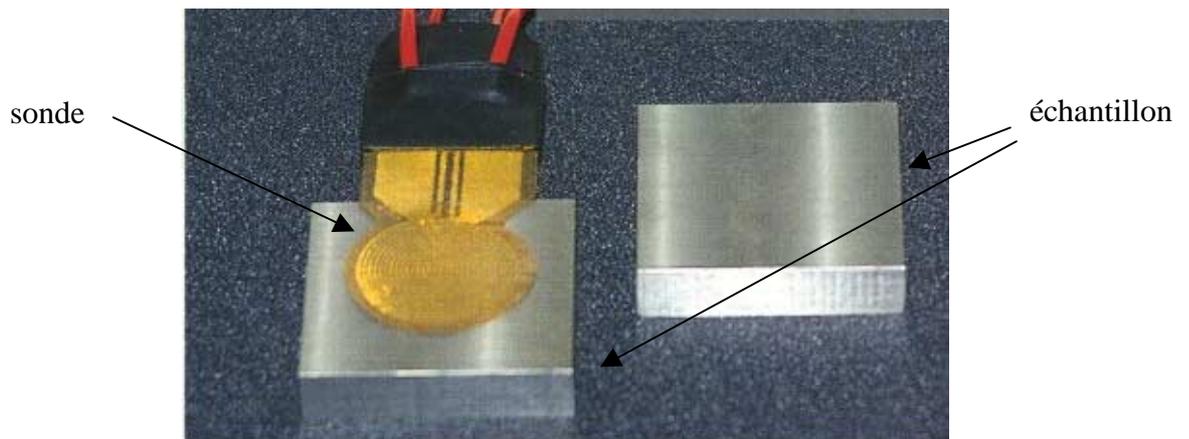


Figure 4.4.4 : Dispositif Hot Disk

Les mesures de conductivité thermique sur des matériaux standards allant du polystyrène à l'aluminium, montrent que la précision sur l'ensemble de la gamme est meilleure que $\pm 5\%$.

4.4.1.2. Dispositif de mise sous vide

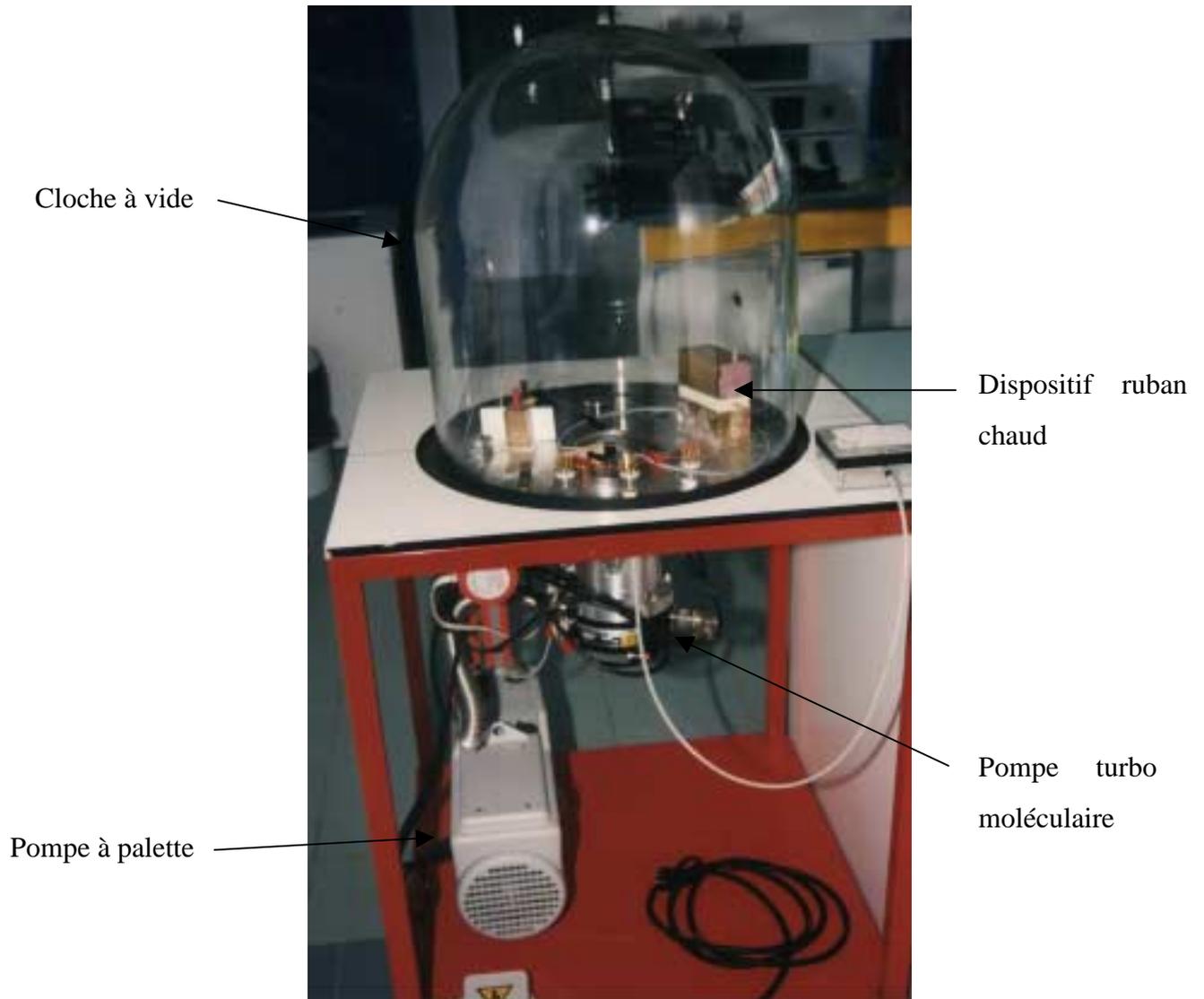


Figure 4.4.4 : Dispositif de mesure sous vide

Le dispositif de mesure du ruban chaud de part sa simplicité a pu, très aisément, être inséré dans une cloche à vide. Le groupe de pompage est constitué d'une pompe à palette primaire montée en série avec une pompe turbomoléculaire.

Les mesures sont effectuées en remontant par des paliers de pression de plusieurs heures, des plus basses pressions à la pression ambiante.

4.4.2. Caractérisation des aérogels de silice monolithique

4.4.2.1. Présentation

Ce paragraphe est consacré à la caractérisation thermique des aérogels de silice. Ces matériaux sont des super isolants thermiques. Cette application permet de montrer la facilité de mise en œuvre de nos méthodes. En effet, elles sont très rapidement adaptables à des atmosphères contrôlées. Pour les travaux présentés ici, il s'agit d'utiliser une cloche à vide et ainsi de contrôler la pression. L'utilisation d'une enceinte climatique, permet tout aussi aisément de faire des mesures en humidité et température contrôlée.

Les aérogels de silice sous forme monolithique allient de grandes qualités d'isolation thermique à une bonne transparence dans le domaine visible. Ce sont des matériaux solides, très légers, très poreux et de grande surface spécifique. La porosité est entièrement ouverte, et la taille caractéristique de l'ordre du nanomètre.

Classiquement le mode d'élaboration des aérogels de silice se décompose en deux étapes :

- La première étape consiste à préparer par voie sol-gel, un gel de silice monolithique ou alcogel. Le gel est le fruit de réactions simultanées d'hydrolyse et de polycondensation entre molécules de précurseurs de silice dispersées dans un solvant organique classique [69].
- Au cours de la seconde étape, le gel, s'apparentant à un réseau de silice tridimensionnel piégeant dans ses pores le liquide réactionnel (solvant), doit être séché. Plusieurs voies de séchage sont généralement employées ; par évaporation du solvant à l'air libre (Xérogel) ou séchage en conditions super critiques (Aérogel).

Les aérogels considérés dans ce chapitre sont obtenus par séchage sous CO₂ super critique [70].

4.4.2.2. Résultats

Nous présentons ici les résultats obtenus pour des échantillons élaborés au LACE à Lyon (532,534,535,536,537,538,539) et au CENERG (Ya 4, 11.02, 13.01) à Sophia Antipolis. La mesure de conductivité thermique par la méthode du ruban chaud nécessite deux échantillons, nous avons donc utilisé les échantillons d'une même extraction, en supposant qu'ils ont les mêmes caractéristiques thermophysiques.

4.1.1.1.1. Mesure à pression ambiante

Tableau récapitulatif de la mesure de conductivité thermique des aérogels

| <i>Référence</i> | <i>Type</i> | <i>Epaisseur Mm</i> | <i>Temp. Ambiant e</i> | <i>Pression mbar</i> | λ <i>mWm⁻¹K⁻¹</i> | ρc <i>Jm⁻³K⁻¹</i> | λ <i>Ctmetre</i> <i>mWm⁻¹K⁻¹</i> |
|------------------|-------------|-------------------------|--------------------------------|--------------------------|--|--|---|
| 534-536 | P900 50% | 4.8 | 20,6 | 10 ³ | 30.8 | 3,76 10 ⁵ | |
| 534-537 | P900 50% | 4.8 | 21.2 | 10 ³ | 30.8 | 3,72 10 ⁵ | |
| 538-539 | P900 50% | 7.5 | 20,7 | 10 ³ | 21.8 | 1,44 10 ⁵ | 22.1 |
| 538-539 | P900 50% | 7.5 | 21,1 | 10 ³ | 26.3 | 3,15 10 ⁵ | 26.7 |

Nous obtenons des valeurs conformes aux valeurs que nous avons pu trouver dans la littérature ([60] à [63]).

Quand nous l'avons pu, nous avons comparé les valeurs obtenues avec celles obtenues au CTmètre. Pour les échantillons 538 et 539, nous obtenons une très bonne concordance entre ces valeurs (écart relatif de 1.5 %). Pour ces deux références nous remarquons une discordance sur deux mesures de conductivité à pression ambiante (cf. tableau). Ceci est probablement dû à une évolution des échantillons, et certainement en

raison de la présence de solvant résiduel dans les pores de l'aérogels suite au séchage super critique. En effet, entre les deux mesures, la première à 26,3 mW/m/K et la deuxième à 21,8 mW/m/K (écart relatif de 17 %), nous avons testé la conductivité en fonction de la pression. L'échantillon a donc dégazé et le résidu de solvant a été extrait des pores. Ceci peut expliquer la valeur plus faible de la conductivité thermique lors de la deuxième mesure. De plus, suite au passage dans la cloche à vide, nous avons remarqué la présence de micro fissures au sein des échantillons ce qui laisse supposer qu'ils ont souffert mécaniquement.

Nous présentons, maintenant, un tableau récapitulatif des valeurs de la diffusivité thermique obtenues pour les différents échantillons à pression ambiante par la méthode flash.

Tableau récapitulatif de la mesure de diffusivité thermique des aérogels

| <i>Référence</i> | <i>Type</i> | <i>Epaisseur mm</i> | <i>Température. Ambiante</i> | <i>a ms⁻²</i> |
|------------------|-------------|-------------------------|----------------------------------|-----------------------------|
| 532 | P900 50% | 6.6 | 21.5 | 4.69 10⁻⁷ |
| 534 | P900 50% | 4.8 | 21.2 | 8.4210⁻⁸ |
| 535 | P900 50% | 4.7 | 21.6 | 8.33 10⁻⁸ |
| 536 | P900 50% | 4.8 | 21.1 | 8.3810⁻⁸ |
| 537 | P900 50% | 5.06 | 22.5 | 8.43 10⁻⁸ |
| Ya4 | P900 50% | 7.7 | 20.6 | 1.61 10⁻⁷ |
| 11.02 | P750 35% | 7.3 | 21.2 | 6.71 10⁻⁷ |
| 13.01 | P900 35% | 7.05 | 21.6 | 3.91 10⁻⁷ |

Nous constatons une différence très nette de gamme de diffusivité thermique entre les échantillons qui proviennent du LACE et ceux qui proviennent du CENERG. Il semblerait que les échantillons 534, 535, 536, et 537 qui proviennent d'une même

extraction, évolueraient en fonction du temps. Ceci expliquerait cette différence de diffusivité thermique avec des échantillons plus vieux donc plus stables dans le temps (Ya4, 11.02, 13.01). Nous sommes confortés dans cette idée par la valeur obtenue pour le 532, qui provient du LACE mais dont l'extraction est antérieure aux autres échantillons.

Nous pouvons maintenant comparer les résultats obtenus avec la méthode du ruban chaud et les résultats de la méthode flash. En effet, avec le ruban nous connaissons la chaleur volumique et la conductivité thermique, et pouvons donc en déduire la diffusivité thermique. Les comparaisons sont présentées dans le tableau suivant :

Comparatif entre méthode flash et ruban chaud

| <i>Référence</i> | <i>Type</i> | <i>a flash</i> <i>ms⁻²</i> | <i>a ruban</i> <i>ms⁻²</i> |
|------------------|-------------|--|--|
| 534 | P900 50% | 8.4210⁻⁸ | 8.1910⁻⁸ |
| 536 | P900 50% | 8.3810⁻⁸ | 8.1910⁻⁸ |
| 537 | P900 50% | 8.43 10⁻⁸ | 8.28 10⁻⁸ |

Nous obtenons, sur les quelques échantillons testés une bonne cohérence entre les résultats obtenus par les deux méthodes.

4.1.1.1.2. Mesures sous vide

Le tableau suivant récapitule les résultats obtenus pour les échantillons 538 et 539 lorsque la pression varie. Aux pressions très basses les valeurs de la chaleur volumique marquées de *, ne sont pas reportées car elles sont en dehors du domaine d'identifiabilité défini au chapitre 3.

Tableau récapitulatif de la mesure de conductivité thermique des aérogels

| <i>Référence</i> | <i>Type</i> | <i>Epaisseur mm</i> | <i>Temp. Ambiant e</i> | <i>Pression mbar</i> | λ <i>mWm⁻¹K⁻¹</i> | ρc <i>Jm⁻³K⁻¹</i> |
|------------------|-------------|-------------------------|--------------------------------|--------------------------|--|--|
| 538-539 | P900 50% | 7.5 | 20,6 | 2,50 10 ⁻³ | 9.3 | * |
| 538-539 | P900 50% | 7.5 | 21,1 | 3,60 10 ⁻³ | 9.2 | * |
| 538-539 | P900 50% | 7.5 | 20,1 | 4,50 10 ⁻³ | 9.2 | * |
| 538-539 | P900 50% | 7.5 | 20,3 | 1,20 10 ⁻² | 9.2 | * |
| 538-539 | P900 50% | 7.5 | 20,9 | 2,40 10 ⁻² | 9.2 | * |
| 538-539 | P900 50% | 7.5 | 20,9 | 5,00 10 ⁻² | 11.7 | * |
| 538-539 | P900 50% | 7.5 | 18,6 | 1,50 10 ⁻¹ | 13.5 | * |
| 538-539 | P900 50% | 7.5 | 19,3 | 5,00 10 ⁻¹ | 15.9 | 8,68 10 ⁴ |
| 538-539 | P900 50% | 7.5 | 19,3 | 1,00 | 16.8 | 1,05 10 ⁵ |
| 538-539 | P900 50% | 7.5 | 20,7 | 2,60 | 18 | 1,42 10 ⁵ |
| 538-539 | P900 50% | 7.5 | 19,4 | 5,00 | 19.2 | 1,41 10 ⁵ |
| 538-539 | P900 50% | 7.5 | 19,5 | 1,00 10 ¹ | 20.1 | 1,53 10 ⁵ |
| 538-539 | P900 50% | 7.5 | 20,5 | 4,40 10 ¹ | 21.6 | 1,52 10 ⁵ |
| 538-539 | P900 50% | 7.5 | 20,6 | 1,30 10 ² | 21.7 | 1,48 10 ⁵ |
| 538-539 | P900 50% | 7.5 | 20,5 | 5,00 10 ² | 21.8 | 1,53 10 ⁵ |
| 538-539 | P900 50% | 7.5 | 20,7 | 10 ³ | 21.8 | 1,44 10 ⁵ |

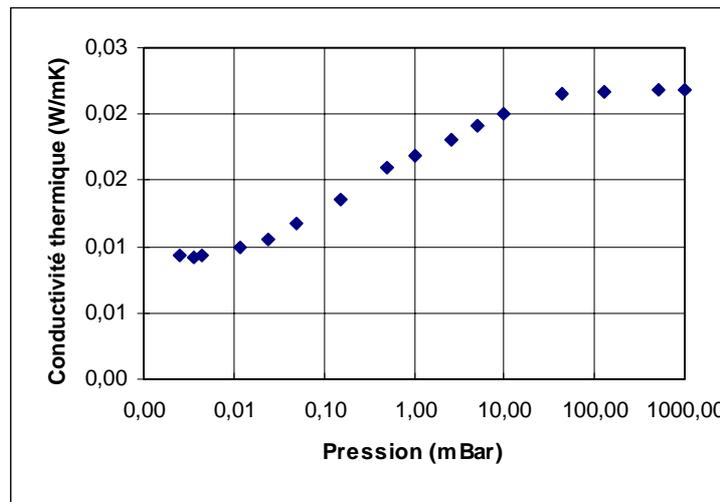


Figure 4.4.5 : Conductivité thermique d'aérogel en fonction de la pression

Nous observons deux paliers, le premier entre 0.001 et 0.01 mbar qui correspond à la conductivité thermique de la matrice solide, et le second entre 50 et 1000 mbar qui correspond au comportement de l'aérogel dans l'atmosphère ambiante. Nous confirmons ainsi un résultat déjà obtenu dans la littérature [60].

4.1.2. Diverses caractérisations

Nous avons eu la possibilité de caractériser plusieurs matériaux avec la technique du Hot disk. Ces mesures ont été effectuées à la société Hot Disk AB en Suède. Nous reportons dans le tableau suivant les résultats obtenus :

| Matériau | λ $mWm^{-1}K^{-1}$ | λ hot disk $mWm^{-1}K^{-1}$ | $\Delta\lambda$ | ρc $Jm^{-3}K^{-1}$ | ρc hot disk $Jm^{-3}K^{-1}$ | $\Delta\rho c$ |
|---------------------|-------------------------------|--|-----------------|-----------------------------|--------------------------------------|----------------|
| Polystyrène extrudé | 33.8 | 33.84 | 0.1 % | $5.03 \cdot 10^4$ | $4.99 \cdot 10^4$ | 0.7 % |
| Polycarbonate | 24.9 | 24.7 | 0.8 % | $1.44 \cdot 10^6$ | $1.45 \cdot 10^6$ | 0.6 % |
| G5b | 45 | 44 | 2 % | * | $1.01 \cdot 10^5$ | |

Nous avons une très bonne concordance entre les deux méthodes. L'écart relatif est toujours inférieur à 2 % pour les différents matériaux testés.

4.2. Conclusion du chapitre 4

Ce chapitre a permis de proposer une méthode d'estimation numérique de la conductivité thermique et de la chaleur volumique par les méthodes du ruban chaud et de la pastille chaude.

Le modèle simplifié aux temps longs, décrit au chapitre 3 permet d'écrire l'élévation de température de la sonde sous la forme d'une droite fonction de la racine du temps. L'ordonnée à l'origine de cette droite dépend de la conductivité thermique de l'échantillon, et sa pente est fonction du flux de chaleur injecté dans la sonde et de l'effusivité thermique du bloc métallique. A partir de ces résultats nous avons montré qu'il était possible de :

- accéder très rapidement et très simplement à une valeur approchée fiable de la conductivité thermique de l'échantillon
- vérifier les hypothèses de modélisation en s'assurant de la conservation du flux dans le système.
- obtenir un critère quantifiant la notion de temps longs

Ces méthodes sont ensuite validées sur un matériau communément employé pour l'isolation de four (Isosilikat). Cette validation a mis en évidence le rôle non négligeable de certaines grandeurs d'influence (bruits de mesure, sonde, géométrie, temps d'estimation, ...) sur la précision des mesures.

Au travers d'une application de la méthode du ruban chaud à la caractérisation thermique des aérogels de silice, nous avons pu proposer une validation supplémentaire par comparaison avec les méthodes flash, fil chaud, et plan chaud. De plus, nous avons

mis en évidence la facilité d'adaptation de nos techniques à des mesures en ambiance contrôlée.

Chapitre 5

Caractérisation thermique de fluide cisailé

Chapitre 5 :Caractérisation thermique de fluides cisailés

5.1. Introduction

La conductivité thermique apparente de fluides chargés de particules (boues chargées de déchets métalliques, lits fluidisés, fluides agroalimentaires) peut dépendre de la nature des chocs entre particules et donc du taux de cisaillement du fluide. Il est important d'étudier ce paramètre pour la modélisation de nombreux processus industriels.

Les dispositifs mis au point pour caractériser thermiquement les fluides cisailés sont en général, destinés à caractériser l'écoulement, notamment si le fluide est newtonien et les propriétés thermiques connues ([77], [78]).

La principale difficulté expérimentale est de maîtriser l'écoulement de fluide autour du capteur, si l'on ne connaît pas ses propriétés thermophysiques. L'écoulement de Couette nous paraît être le plus simplement réalisable. Cependant, celui-ci nécessite de mesurer le flux de chaleur à la fois sur les parties fixes et tournantes, si on désire maîtriser parfaitement les conditions aux limites.

La principale difficulté théorique est le calcul des solutions du transfert transitoire dans des écoulements de type laminaire en conduite. C'est une préoccupation ancienne, motivée surtout par les problèmes d'optimisation et de régulation d'échangeurs en régime transitoire. Pour obtenir des solutions économes en temps de calcul, différents auteurs ont cherché à calculer analytiquement des fonctions de transferts ou des réponses à des sollicitations périodiques ([77], [78], [79]).

En général, les solutions analytiques de base utilisent les transformations intégrales pour linéariser différents termes de dérivées partielles de l'équation de l'énergie.

Kakac [80] et Kakac et al [81] traitent ainsi analytiquement des cas d'écoulements turbulents, en supposant que le front de vitesse est uniforme.

David et al [77] et Soliman et al [78], traitent le cas du transfert transitoire dans un écoulement cisailé de profil de vitesse linéaire à l'aide de transformées intégrales et des fonctions d'Airy.

Enfin Kim et Ozisik [82], et de façon générale Murray et Ozisik [83] traitent analytiquement du transfert transitoire dans un fluide cisailé à l'aide de transformations intégrales.

L'équation générale s'écrit de façon adimensionnelle :

$$\frac{\partial T(x, y, t)}{\partial t} + u(y) \frac{\partial T(x, y, t)}{\partial x} = \lambda \frac{\partial^2 T(x, y, t)}{\partial y^2} \quad Eq 5.1.1$$

Grâce à une transformée de Fourier en t et à une transformation intégrale sur la variable y du type :

$$\bar{\theta}(x, \alpha_k, j\omega) = \int_0^e \omega(y) \psi(\alpha_k, y) \bar{\theta}(x, y, j\omega) dy \quad Eq 5.1.2$$

où

- $\bar{\theta}$ est la transformée de Fourier temporelle de $T(x, y, t)$
- α_k est la valeur propre du problème aux valeurs propres
- ψ est la fonction propre

Kim et Ozisik [82] obtiennent une expression matricielle traduisant la transformation de l'équation 5.1.1 de la forme :

$$\frac{d}{dy}[\bar{\theta}] + [A][\bar{\theta}] = 0 \quad \text{Eq 5.1.3}$$

Dans le cas général, la matrice $[A]$ est non diagonale. La solution du système précédent peut s'écrire de façon formelle :

$$\bar{\theta} = e^{Ay} \bar{\theta}(y=0) \quad \text{Eq 5.1.4}$$

Le calcul de l'exponentielle de matrice est effectué de manière analytique par Kim et Osizik [82] en décomposant A dans son espace propre.

On peut aussi effectuer un calcul numérique de cette exponentielle grâce aux routines développées par Golub et Van Loan [84].

Quoique donnant de bons résultats cette méthode impose de connaître parfaitement les conditions aux limites en $x=0$ et $x=e$. Ceci ne permet donc pas de traiter simultanément des cas de transfert dans les parois. La difficulté est encore accrue si les parois sont multicouches.

Aussi, de façon à pouvoir décrire les transferts dans des parois multicouches et le fluide, nous proposons d'appliquer une transformation intégrale sur la variable d'espace parallèle au sens d'écoulement. Ceci offre une application supplémentaire de la méthode des quadripôles thermiques utilisée précédemment.

Comme nous l'avons vu précédemment pour la méthode de la pastille chaude ou du ruban chaud (chapitre 3), on peut montrer que le rôle du bloc métallique est de contrôler de manière stable et fiable la température en face arrière de l'échantillon. Il s'agit d'un moyen simple de s'assurer des conditions aux limites. Cette idée ouvre des perspectives intéressantes, notamment pour l'étude des propriétés thermophysiques des fluides cisailés (écoulement de Couette). En effet, le contrôle de la température sur des systèmes tournants est souvent difficile à réaliser, car cela nécessite des dispositifs complexes de régulation et de circulation de fluide calorigène.

On s'intéresse maintenant à un échantillon fluide cisailé par un bloc de laiton cylindrique en rotation. L'intérêt, sur le plan expérimental, est de ne pas avoir à instrumenter les parties en mouvement (figure 5.2.1).

La modélisation du problème commencera par l'étude du transfert de chaleur dans une couche fluide en écoulement piston, pour aboutir à une extension de la méthode des quadripôles thermiques aux milieux fluides en écoulement de Couette. Cette modélisation fera apparaître un maillage original du problème.

Dans une deuxième partie, l'étude de sensibilité et une validation expérimentale seront proposées.

5.2. Description du dispositif expérimental et modélisation

Le schéma du dispositif expérimental est représenté sur la figure 5.2.1. Le fluide, inséré entre une chemise fixe en polyamide et un bloc métallique en laiton, est entraîné en rotation par ce dernier. Un potentiomètre permet de faire varier la vitesse du cylindre de 0 à 0.31 ms^{-1} . Des contraintes technologiques fortes ont été imposées sur le cylindre et la chemise : concentricité, parallélisme des faces, roulements à billes, accouplement élastique, état de surface... pour s'assurer que le fluide est bien en écoulement cisailé et éviter les phénomènes de pompage. Le dispositif est conçu pour étudier plusieurs épaisseurs de fluide (de 1 à 3 mm).

Une alimentation stabilisée permet de fournir un échelon de tension aux bornes de la sonde. Nous mesurons l'élévation de température entre la résistance chauffante et la chemise en polyamide, à l'aide d'un thermocouple à contact séparé. Ce signal est enregistré sur un oscilloscope à mémoire après avoir été amplifié.

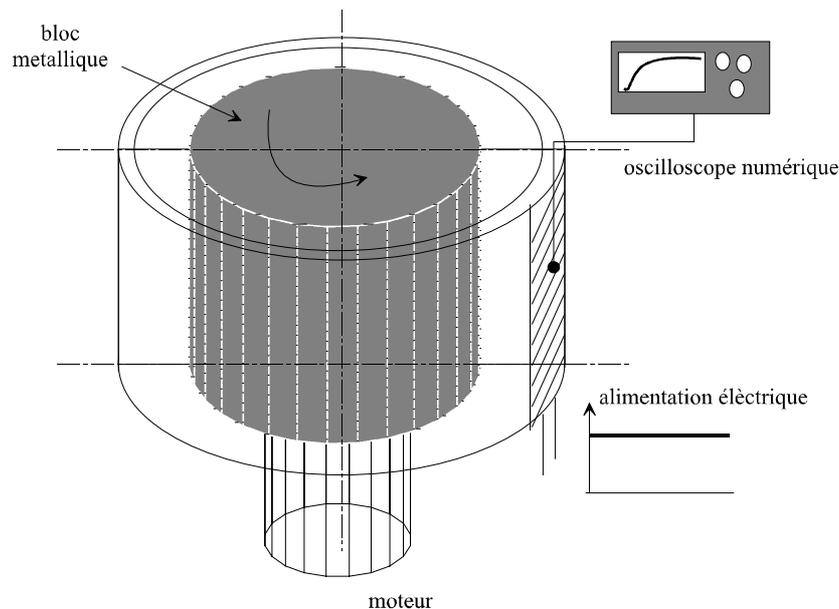


Figure 5.2.1 : Schéma de l'expérience

5.2.1. Outils de modélisation

La modélisation proposée dans ce chapitre est l'ébauche d'un travail qui a pour but de développer une méthode de caractérisation très similaire à celle de la pastille chaude. Nous considérons dans un premier temps le cas d'un fluide en écoulement piston en régime instationnaire, puis, dans un deuxième temps, l'étude du fluide en écoulement cisailé.

5.2.1.1. Transfert de chaleur dans le fluide en écoulement piston

Nous considérons un fluide newtonien en écoulement piston, entraîné sur l'une de ses faces à la vitesse V par un bloc métallique et sollicité thermiquement sur l'autre face par une résistance chauffante (figure 5.2.2).

Nous supposons que le cylindre métallique, entraînant le fluide en rotation, fixe la température en $y=e$.

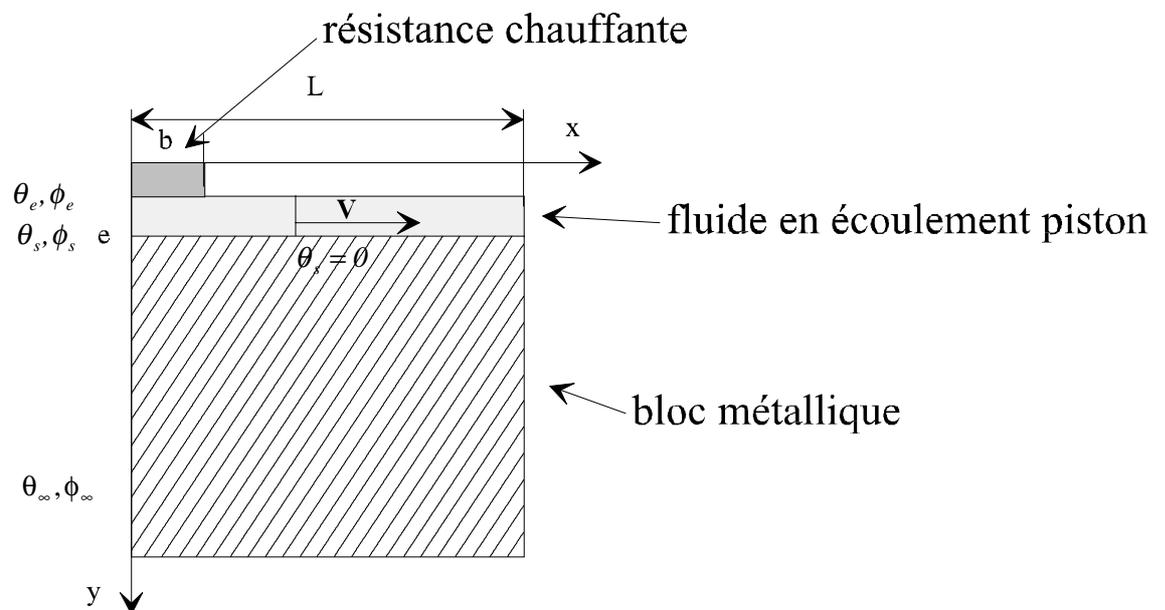


Figure 5.2.2 : Paramètres géométriques pour un fluide en écoulement piston

Compte tenu des dimensions géométriques ($L \gg e$), nous pouvons considérer que le problème est plan, il vient alors en coordonnées cartésiennes :

$$\frac{\partial^2 T^*}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T^*}{\partial x^2} + \frac{V}{a} \frac{\partial T^*}{\partial x} = \frac{1}{a} \frac{\partial T^*}{\partial t} \quad \text{Eq 5.2.1}$$

avec la continuité du flux et de la température à l'entrée et à la sortie de la couche fluide.

A l'instant initial le système est supposé isotherme, nous pouvons effectuer le changement de variable suivant : $T = T^* - T_0$.

Les conditions limites sont :

- conditions de périodicité en flux et températures en $x=0$ et $x=L$

$$-\lambda \left. \frac{\partial T}{\partial y} \right|_{y=0} = \begin{cases} Q & \text{si } 0 < x < b \\ 0 & \text{si } b < x < L \end{cases}$$

- $T(e)=0$

Pour résoudre le système, nous appliquons la transformée de Fourier complexe sur la variable x et la transformée de Laplace sur la variable t :

$$\tau(\alpha_n, y) = \int_0^L T(x, y) e^{-pt} e^{-j\omega_n x} dx \quad \text{Eq 5.2.2}$$

L'équation 5.2.1 devient :

$$\frac{d^2 \tau}{dy^2} = \left(\frac{p}{a} + \omega_n^2 + \frac{j\omega_n V}{a} \right) \tau \quad \text{Eq 5.2.3}$$

$$\omega_n L = 2n\pi$$

et le flux de chaleur s'écrit alors :

$$\varphi(p, \omega_n, y) = -\lambda \frac{d\tau(p, \omega_n, y)}{dy} \quad \text{Eq 5.2.4}$$

Nous avons alors une relation simple entre les vecteurs flux - température aux limites de chaque couche en utilisant le formalisme des quadripôles thermiques:

$$\begin{bmatrix} \tau(p, \omega_n, y=0) \\ \varphi(p, \omega_n, y=0) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} A_n & B_n \\ C_n & D_n \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \tau(p, \omega_n, y=e) \\ \varphi(p, \omega_n, y=e) \end{bmatrix} \quad \text{Eq 5.2.5}$$

avec

$$\begin{aligned} A_n &= D_n = \cosh(K_n e) & B_n &= \frac{\sinh(K_n e)}{\lambda K_n} \\ C_n &= \lambda K_n \sinh(K_n e) & \text{et } K_n &= \sqrt{\frac{p}{a} + \omega_n^2 + \frac{j\omega_n V}{a}} \end{aligned}$$

le flux d'entrée s'écrit dans l'espace transformé:

$$\varphi(p, \omega_n, y=0) = \left(\frac{1 - e^{-j\omega_n b}}{j\omega_n} \right) \frac{Q}{p} \quad \text{Eq 5.2.6}$$

Nous avons l'expression de la température en $x=y=0$:

$$\tau(p, \omega_n, 0) = \frac{B_n \varphi(p, \omega_n, 0)}{D_n} \quad \text{Eq 5.2.7}$$

L'équation 5.2.7, permet de trouver l'élévation de température de la résistance chauffante pour un fluide en écoulement piston. Ce résultat sera la base de la modélisation suivante.

Aux temps longs, il est possible d'inverser l'équation 5.2.7 dans l'espace réel et il vient :

$$T(x,0) = \frac{eQb}{\lambda L} + \frac{Q}{\lambda L} \sum_{\substack{n=-\infty \\ n \neq 0}}^{+\infty} \frac{\tanh\left(\sqrt{\omega_n^2 + \frac{j\omega_n V}{a}} e\right)}{\sqrt{\omega_n^2 + \frac{j\omega_n V}{a}}} \left(\frac{1 - e^{-j\omega_n b}}{j\omega_n}\right) e^{j\omega_n x} \quad \text{Eq 5.2.8}$$

Il vient alors l'expression de la résistance de constriction au sein du fluide en écoulement piston, en $x=0$:

$$Rc = \frac{e}{\lambda} + \frac{I}{\lambda b} \sum_{\substack{n=-\infty \\ n \neq 0}}^{+\infty} \frac{\tanh\left(\sqrt{\omega_n^2 + \frac{j\omega_n V}{a}} e\right)}{\sqrt{\omega_n^2 + \frac{j\omega_n V}{a}}} \left(\frac{1 - e^{-j\omega_n b}}{j\omega_n}\right) \quad \text{Eq 5.2.9}$$

En $x=0$ et pour une vitesse nulle, l'expression 5.2.9 est équivalente à l'expression de la résistance de constriction trouvée pour le ruban (équation 3.3.13).

Il est intéressant de représenter l'évolution de Rc en fonction de la vitesse.

Données numériques :

| | | | | |
|--------------------|---|---|-------------------------------|-------------------|
| Echantillon | $\lambda=0.16 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ | $\rho_{c_p}=1.46 \cdot 10^6 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ | $e=1 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ | $L=0,3 \text{ m}$ |
| | 1 | | | |

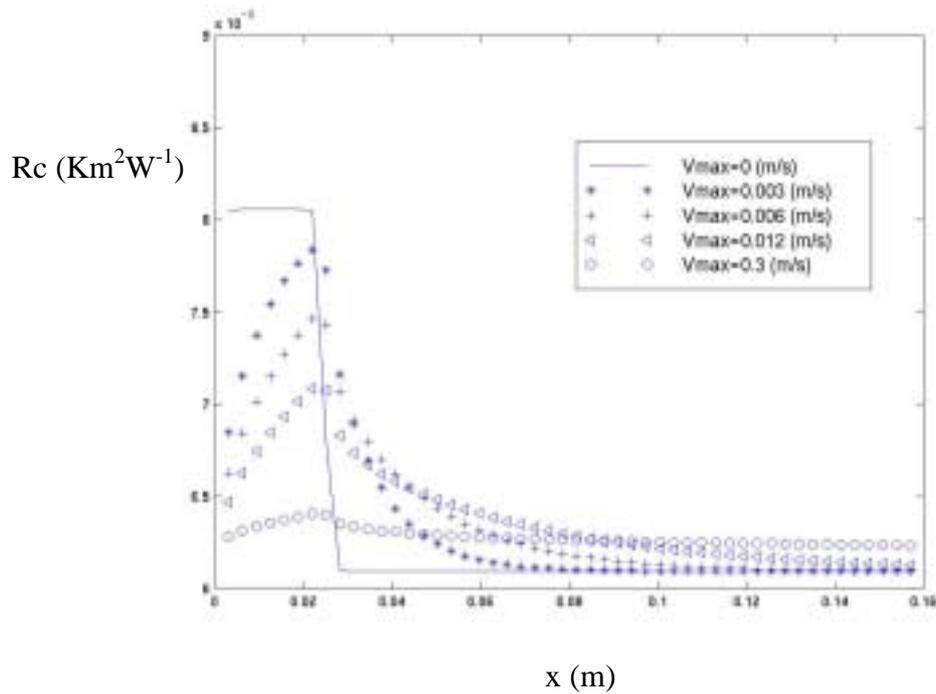


Figure 5.2.3 : Evolution de la résistance de constriction en fonction de la vitesse

L'influence de la vitesse de l'écoulement sur la résistance de constriction est très nette. R_c est particulièrement sensible au terme de vitesse, en effet, et pour des vitesses très faibles, on constate une déformation des courbes et une diminution du maximum de température. Ceci est dû à l'influence croissante du transport convectif sur la conduction.

Pour les fortes vitesses, les courbes se stabilisent autour d'une valeur quelle que soit l'abscisse considérée. Si, dans l'expression 5.2.9, la vitesse tend vers l'infini, il vient l'expression :

$$R_c = \frac{e}{\lambda} \quad \text{Eq 5.2.10-a}$$

Dans ce cas, nous avons un milieu, où le transport dans le sens de l'écoulement est infini. Ainsi le flux de chaleur s'étale sur tout le périmètre du cylindre et, on obtient une résistance thermique équivalente au plan chaud.

Le deuxième cas limite est obtenu en faisant tendre l'épaisseur du fluide vers zéro dans l'équation 5.2.9. Il vient l'expression :

$$Rc = \frac{eL}{\lambda b} \quad \text{Eq 5.2.10-b}$$

Dans ce cas, nous obtenons à nouveau un transfert unidimensionnel, mais uniquement sur la largeur de la source de chaleur.

5.2.1.2. Transfert de chaleur dans le fluide en écoulement cisailé

Intéressons nous maintenant au cas d'un fluide non plus en écoulement piston, mais en écoulement cisailé (figure 5.2.4).

Soit un fluide d'épaisseur e , cisailé à la vitesse V . Nous supposons que le cylindre métallique, entraînant le fluide en rotation, fixe la température en $y=e$.

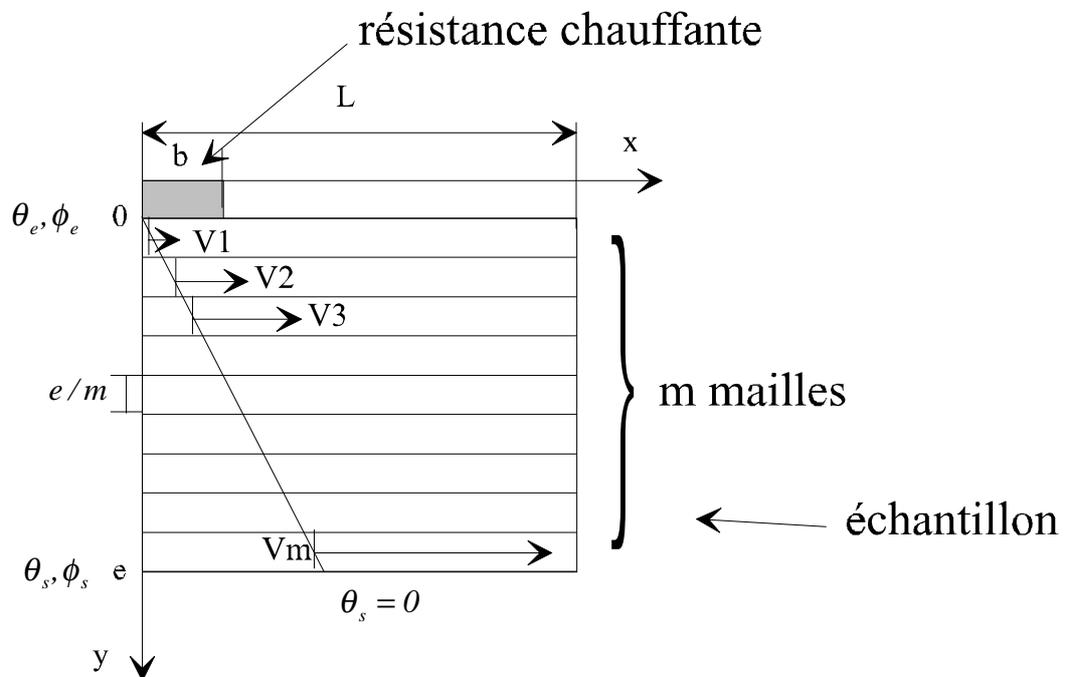


Figure 5.2.4 : Paramètres géométriques pour un fluide en écoulement cisailé

Compte tenu des dimensions géométriques ($L \gg e$), nous pouvons considérer que le problème est plan, l'équation de la chaleur au sein du fluide s'écrit alors :

$$\frac{\partial^2 T^*(x, y, t)}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T^*(x, y, t)}{\partial x^2} + \frac{V(y)}{a} \frac{\partial T^*(x, y, t)}{\partial x} = \frac{1}{a} \frac{\partial T^*(x, y, t)}{\partial t} \quad \text{Eq 5.2.11}$$

avec $V(y) = \frac{V(y=e)}{e} y$

avec la continuité du flux et de la température à l'entrée et à la sortie de la couche fluide.

A l'instant initial le système est supposé isotherme, nous pouvons effectuer le changement de variable suivant : $T = T^* - T_0$.

Les conditions limites sont :

- conditions de périodicités en flux et Températures en $x=0$ et $x=L$

$$-\lambda \left. \frac{\partial T}{\partial y} \right|_{y=0} = \begin{cases} Q \text{ si } 0 < x < b \\ 0 \text{ si } b < x < L \end{cases}$$

- $T(e) = 0$

Pour résoudre le système, nous maillons la couche fluide suivant y (figure 5.2.4), en supposant que dans chaque maille élémentaire, l'écoulement du fluide est un écoulement piston. Le problème se ramène ainsi au cas précédent (voir figure 5.2.2). Si nous écrivons la continuité des flux et des températures entre chaque maille, il vient pour m mailles :

$$\begin{bmatrix} \tau(\omega_n, y=0) \\ \varphi(\omega_n, y=0) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} A_1 & B_1 \\ C_1 & D_1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} A_2 & B_2 \\ C_2 & D_2 \end{bmatrix} \dots \begin{bmatrix} A_m & B_m \\ C_m & D_m \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \tau(\omega_n, y=e) \\ \varphi(\omega_n, y=e) \end{bmatrix} \quad \text{Eq 5.2.12}$$

avec

$$\begin{aligned}
 A_i = D_i &= \cosh\left(K_i \frac{e}{m}\right) & B_i &= \frac{\sinh\left(K_i \frac{e}{m}\right)}{\lambda K_i} \\
 C_i &= \lambda K_i \sinh\left(K_i \frac{e}{m}\right) & \text{et } K_i &= \sqrt{\frac{p}{a} + \omega_n^2 + \frac{j\omega_n V_i}{a}} \\
 V_i &= \frac{V(e_{i+1}) + V(e_i)}{2} & V_i(e_i) &= \frac{i}{m} V_{max}
 \end{aligned}$$

le flux d'entrée s'écrit dans l'espace transformé:

$$\varphi(\omega_n, y=0) = \left(\frac{1 - e^{-j\omega_n b}}{j\omega_n} \right) \frac{Q}{p}$$

5.2.1.3. Prise en compte des effets de dissipation visqueuse au sein du fluide

Les effets de dissipation visqueuse au sein du fluide peuvent, dans certains cas, avoir une influence non négligeable sur le comportement thermique du système.

Nous considérons le même problème que précédemment (figure 5.2.4), mais en tenant compte de la viscosité ν du fluide. L'équation de la chaleur devient alors [79] :

$$\frac{\partial^2 T(x, y, t)}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T(x, y, t)}{\partial x^2} + \frac{V(y)}{a} \frac{\partial T(x, y, t)}{\partial x} + \frac{\nu}{\lambda} \left(\frac{\partial V(y)}{\partial y} \right)^2 = \frac{1}{a} \frac{\partial T(x, y, t)}{\partial t}$$

avec $V(y) = \frac{V(y=e)}{e} y$

Eq 5.2.13

La température peut s'écrire comme la somme d'une température T_{cond} due à un transfert convecto-diffusif et de T_{visc} due aux effets de la viscosité au sein du fluide, il vient :

$$T(x, y, t) = T_{visc}(x, y, t) + T_{cond}(x, y, t) \quad \text{Eq 5.2.14}$$

L'équation 5.2.13 s'écrit alors sous la forme de deux équations de transfert :

$$\frac{\partial^2 T_{cond}(x, y, t)}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T_{cond}(x, y, t)}{\partial x^2} + \frac{V(y)}{a} \frac{\partial T_{cond}(x, y, t)}{\partial x} = \frac{1}{a} \frac{\partial T_{cond}(x, y, t)}{\partial t}$$

Eq 5.2.15

$$\frac{\partial^2 T_{visc}(x, y, t)}{\partial y^2} + \frac{v}{\lambda} \left(\frac{\partial V(y)}{\partial y} \right)^2 = \frac{1}{a} \frac{\partial T_{visc}(x, y, t)}{\partial t}$$

Eq 5.2.16

$$\text{avec } V(y) = \frac{V(y=e)}{e} y = \frac{V_{max}}{e} y$$

L'équation 5.2.15 a été résolue au paragraphe précédent, il ne reste donc plus que l'équation 5.2.16 à résoudre, à l'aide du formalisme des quadripôles thermiques. Pour cela on effectue une transformée de Laplace de la variable temporelle. L'équation 5.2.16 s'écrit :

$$\frac{\partial^2 \theta_{visc}(y, p)}{\partial y^2} + \frac{v}{\lambda} \left(\frac{V_{max}}{e} \right)^2 \frac{1}{p} = \frac{p}{a} \theta_{visc}(y, p)$$

Eq 5.2.17

La solution de l'équation 5.2.17 peut alors s'écrire sous forme de quadripôles ([45]):

$$\begin{bmatrix} \theta_e^{visc} \\ \phi_e^{visc} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} A_{visc} & B_{visc} \\ C_{visc} & D_{visc} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \theta_s^{visc} \\ \phi_s^{visc} \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} X_{visc} \\ Y_{visc} \end{bmatrix}$$

Eq 5.2.18

avec

$$A_{visc} = D_{visc} = \cosh(K_{visc} e) \quad B_{visc} = \frac{\sinh(K_{visc} e)}{\lambda K_{visc}}$$

$$C_{visc} = \lambda K_{visc} \sinh(K_{visc} e) \quad \text{et } K_{visc} = \sqrt{\frac{p}{a}}$$

X_{visc} et Y_{visc} représentent les termes sources dus à la dissipation visqueuse au sein du fluide, ils s'expriment par :

$$X_{visc} = (1 - A_{visc}) \left(\frac{V_{max}}{e} \right)^2 \frac{v}{p^2} \text{ et } Y_{visc} = -C_{visc} \left(\frac{V_{max}}{e} \right)^2 \frac{v}{p^2}$$

Nous avons maintenant tous les outils pour modéliser complètement notre système.

5.2.2. Modèle complet

5.2.2.1. Le modèle

Nous considérons maintenant le système dans son ensemble (figure 5.2.1), c'est à dire que nous traitons du problème d'un fluide en écoulement de Couette, entraîné en rotation par un bloc métallique, et soumis à une excitation thermique de type échelon de flux. Dans un premier temps, la dissipation visqueuse au sein du fluide est négligée.

Pour écrire le modèle complet nous tenons compte du transfert au sein de la couche en polyamide, au sein du fluide et au sein du bloc métallique considéré comme semi-infini. Nous négligeons l'effet capacitif de la sonde en regard de tous les autres éléments du système.

D'après le formalisme des quadripôles thermiques (chapitre 2) et les résultats du paragraphe précédent (équation 5.2.12), l'élévation de température de la sonde s'écrit sous forme quadripolaire dans l'espace transformée de Laplace Fourier :

$$\begin{bmatrix} \tau_{cond}^m(\omega_n, \theta, p) \\ \varphi_{cond}^m(\omega_n, \theta, p) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} A_3 & B_3 \\ C_3 & D_3 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} A_n & B_n \\ C_n & D_n \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \tau(\omega_n, e_s + e, p) \\ \varphi(\omega_n, e_s + e, p) = \lambda_2 \sqrt{\frac{p}{a_2} + \alpha_n^2} \tau(\omega_n, e_s + e, p) \end{bmatrix}$$

Eq 5.2.19

où A_3, B_3, C_3 et D_3 , sont les termes du quadripôle représentant la couche de polyamide, et avec A_n, B_n, C_n et D_n les termes associés au milieu fluide maillé en m mailles suivant y :

$$\begin{bmatrix} A_n & B_n \\ C_n & D_n \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} A_1 & B_1 \\ C_1 & D_1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} A_2 & B_2 \\ C_2 & D_2 \end{bmatrix} \cdots \begin{bmatrix} A_m & B_m \\ C_m & D_m \end{bmatrix}$$

Il est alors possible d'effectuer le retour de Fourier :

$$\theta_{cond}^m(x, 0, p) = \frac{1}{L} \tau_{cond}^{m0}(0, 0, p) + \frac{1}{L} \sum_{\substack{n=-\infty \\ n \neq 0}}^{+\infty} \tau_{cond}^m(\alpha_n, 0, p) e^{(j\omega_n x)} \quad Eq 5.2.20$$

L'effet de la dissipation visqueuse est pris en compte en suivant le même cheminement que précédemment, et en y rajoutant les différents éléments du système complet. Il vient dans l'espace de Laplace :

$$\begin{bmatrix} \theta_{visc}^m \\ \phi_{visc}^m \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} A_3 & B_3 \\ C_3 & D_3 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} A_{visc} & B_{visc} \\ C_{visc} & D_{visc} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \theta(e_3 + e, p) \\ \lambda_2 \sqrt{\frac{p}{a_2}} \theta(e_3 + e, p) \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} A_3 & B_3 \\ C_3 & D_3 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} X_{visc} \\ Y_{visc} \end{bmatrix} \quad Eq 5.2.21$$

Le modèle complet tenant compte à la fois du transfert conductif et des effets de la dissipation visqueuse dans le système s'écrit de la manière suivante dans l'espace de Laplace :

$$\theta_m(x, 0, p) = \theta_{visc}^m(x, 0, p) + \theta_{cond}^m(x, 0, p) \quad Eq 5.2.22$$

Comme précédemment le retour de Laplace sera effectué numériquement à l'aide de l'algorithme de Gavert Stephest, donné en annexe.

5.2.2.2. Convergence du modèle complet

Le modèle complet fait intervenir un nombre m de quadripôles ou de mailles au sein du fluide. Afin d'étudier la convergence du modèle et pour un jeu de paramètres

choisi, on peut tracer l'évolution du modèle complet au cours du temps pour différentes valeurs de m .

La figure 5.2.5 représente cette évolution. Pour le cas traité, le programme converge pour 75 mailles. Pour autant, nous avons un résultat très approché pour 4 mailles, ce qui permet un gain de temps de calcul non négligeable.

Pour une maille, c'est à dire pour un écoulement piston avec une vitesse égale à la moitié de la vitesse de rotation du cylindre, on obtient déjà une très bonne approximation du champ de température. Cette approximation permet de pouvoir estimer rapidement une première valeur de la conductivité thermique du fluide par le calcul de la résistance de constriction (équation 5.2.9) et permet un éclairage utile sur la physique du problème.

Données numériques :

| Sonde | chemise | échantillon | bloc métallique |
|--|--|---|--|
| $Q=800 \text{ W.m}^{-2}$ | $\lambda_3=0.3 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ | $\lambda=0.16 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ | $\lambda_2=150 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ |
| $(\rho c_p)_s=1.2 \cdot 10^5 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ | $(\rho c_p)_3=2.5 \cdot 10^6 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ | $\rho c_p=1.46 \cdot 10^6 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ | $(\rho c_p)_2=3.6 \cdot 10^6 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ |
| $e_s=5 \cdot 10^{-4} \text{ m}$ | $e_3=3 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ | $e=1 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ | |
| $b=25 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ | | $L=0,3 \text{ m}$ | |
| | | $V_{max}=0.1 \text{ ms}^{-1}$ | |
| | | $\nu=30 \text{ Pa.s}$ | |

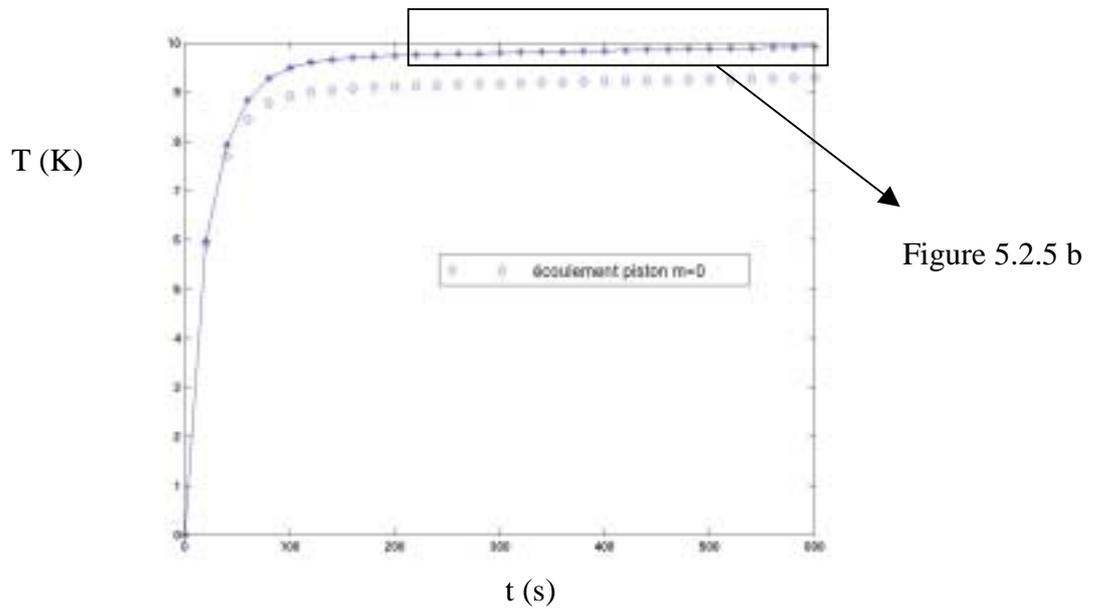


Figure 5.2.5 a : Evolution du modèle complet en fonction du nombre de m maille

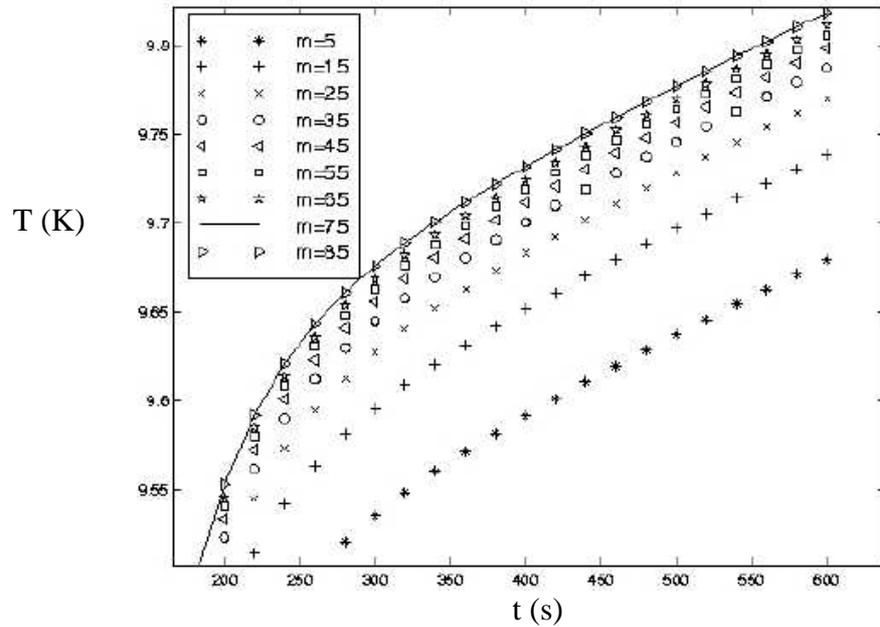


Figure 5.2.5 b : Evolution du modèle complet en fonction du nombre de m maille

5.2.2.3. Evolution bidimensionnelle du modèle complet

Il s'agit ici, de mettre en avant un des intérêts d'une modélisation analytique par le formalisme de quadripôles thermiques. Le milieu fluide est, dans le cas de notre modélisation, «découpé » en m mailles suivant l'épaisseur de la couche fluide (figure 5.2.4), et chacune d'elles est représentée par un quadripôle. Cela veut donc dire que par un simple calcul matriciel, on est capable de calculer à chaque interface, d'ordonnée y , entre deux mailles le flux et la température. La transformée de Fourier en espace (équation 5.2.2) sur la variable x revient à discrétiser le problème suivant l'axe des abscisses. La température suivant x et y peut s'écrire :

$$\theta_m(x, y, p) = \theta_{visc}^m(x, y, p) + \theta_{cond}^m(x, y, p) \quad \text{Eq 5.2.23}$$

$$\theta_{cond}^m(x, y, p) = \frac{1}{L} \tau_{cond}^{m0}(0, y, p) + \frac{1}{L} \sum_{\substack{n=-\infty \\ n \neq 0}}^{+\infty} \tau_{cond}^m(\alpha_n, y, p) e^{(j\omega_n x)} \quad \text{Eq 5.2.24}$$

Pour un fluide donné, en l'occurrence de l'eau, nous avons représenté sur la figure 5.2.6, l'évolution bidimensionnelle au cours du temps de la température au sein du milieu.

En $y=0$ se trouve l'interface fluide-chemise et en $y=0.001$ le cylindre métallique qui tourne à la vitesse V_{max} . Le système est sollicité par une résistance chauffante de 0.025 m de largeur.

Pour une vitesse nulle nous avons une augmentation de la température en fonction du temps au voisinage de la source de chaleur. On remarque la dispersion latérale de la température dans le milieu, qui est due à l'étalement du flux de chaleur causé par la résistance de constriction (remarque identique au problème du ruban chaud).

Pour une vitesse non nulle, le transport d'énergie dû à la vitesse donne des maximums de température inférieurs au cas précédent. La dispersion au sein du fluide suit le profil de vitesse, et elle est plus importante que pour une vitesse nulle.

Dans les deux cas on remarque le rôle essentiel du bloc métallique qui fixe la température en face arrière du système.

Données numériques :

| Sonde | chemise | échantillon | bloc métallique |
|--|--|---|--|
| $Q=800 \text{ W.m}^{-2}$ | $\lambda_3=0.3 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ | $\lambda=0.6 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ | $\lambda_2=150 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ |
| $(\rho c_p)_s=1.2 \cdot 10^5 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ | $(\rho c_p)_3=2.5 \cdot 10^6 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ | $\rho c_p=4.18 \cdot 10^6 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ | $(\rho c_p)_2=3.6 \cdot 10^6 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ |
| $e_s=5 \cdot 10^{-4} \text{ m}$ | $e_3=3 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ | $e=1 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ | |
| $b=25 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ | | $L=0,3 \text{ m}$ | |
| | | $v=0.001 \text{ P}_a\text{s}$ | |

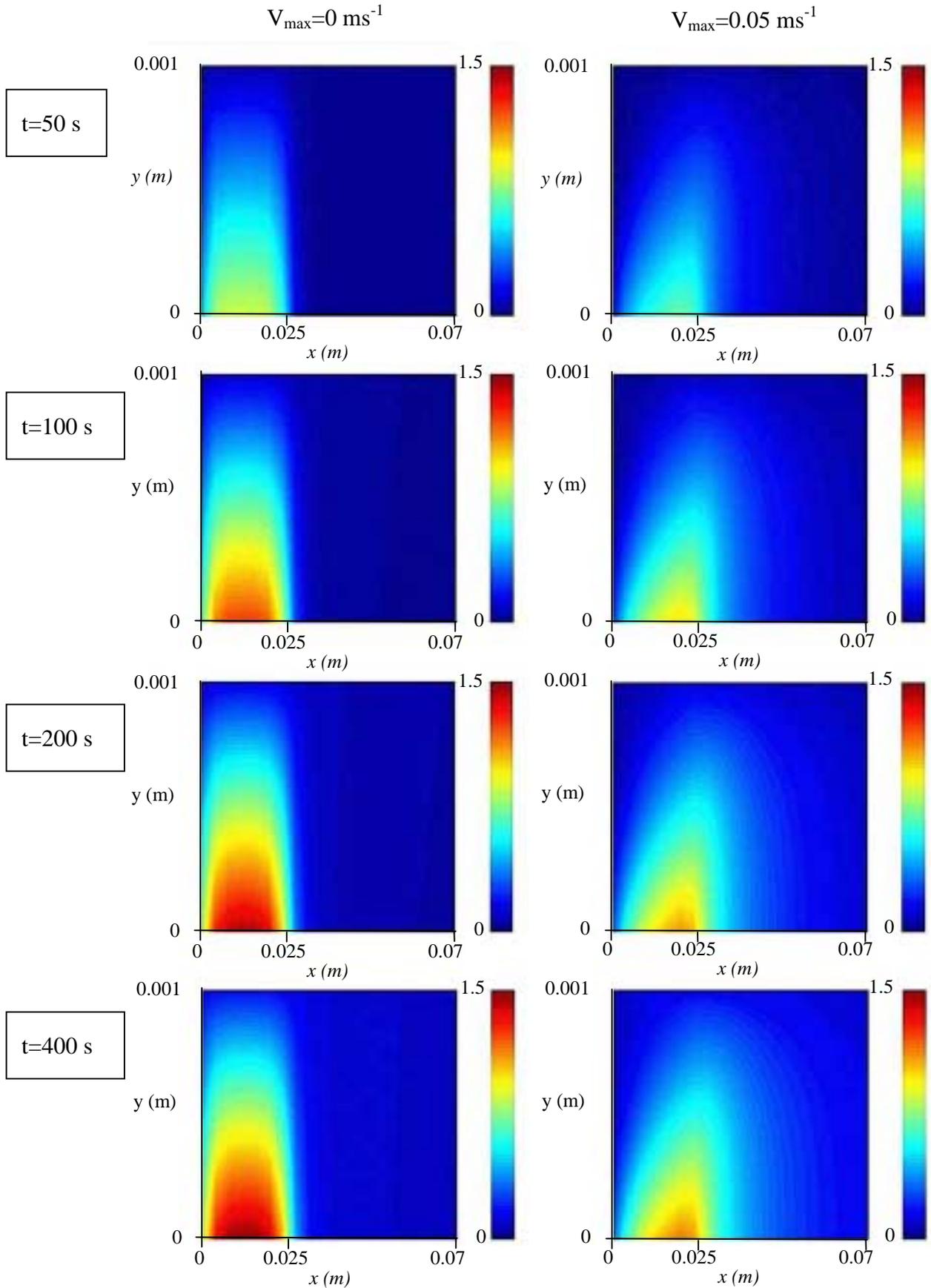


Figure 5.2.6 : Evolution de la température au sein du fluide

5.2.3. Etude de sensibilité.

Notre système comprend à priori 3 paramètres inconnus : la conductivité thermique, la chaleur volumique et la viscosité du fluide étudié. L'étude de sensibilité se bornera à l'étude de ces trois grandeurs pour aboutir à une stratégie d'estimation.

5.2.3.1. Sensibilité aux paramètres en fonction de V_{max}

L'évolution des sensibilités aux paramètres λ , ρc_p et ν est représentée en fonction de la vitesse du cylindre métallique pour les valeurs numériques suivantes :

| Sonde | Chemise | échantillon | bloc métallique |
|--|--|---|--|
| $Q=800 \text{ W.m}^{-2}$ | $\lambda_3=0.3 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ | $\lambda=0.16 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ | $\lambda_2=150 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ |
| $(\rho c_p)_s=1.2 \cdot 10^5 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ | $(\rho c_p)_3=2.5 \cdot 10^6 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ | $\rho c_p=1.46 \cdot 10^6 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ | $(\rho c_p)_2=3.6 \cdot 10^6 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ |
| $e_s=5 \cdot 10^{-4} \text{ m}$ | $e_3=3 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ | $e=1 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ | |
| $b=25 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ | | $L=0,3 \text{ m}$ | |
| | | $\nu=30 \text{ Pa.s}$ | |

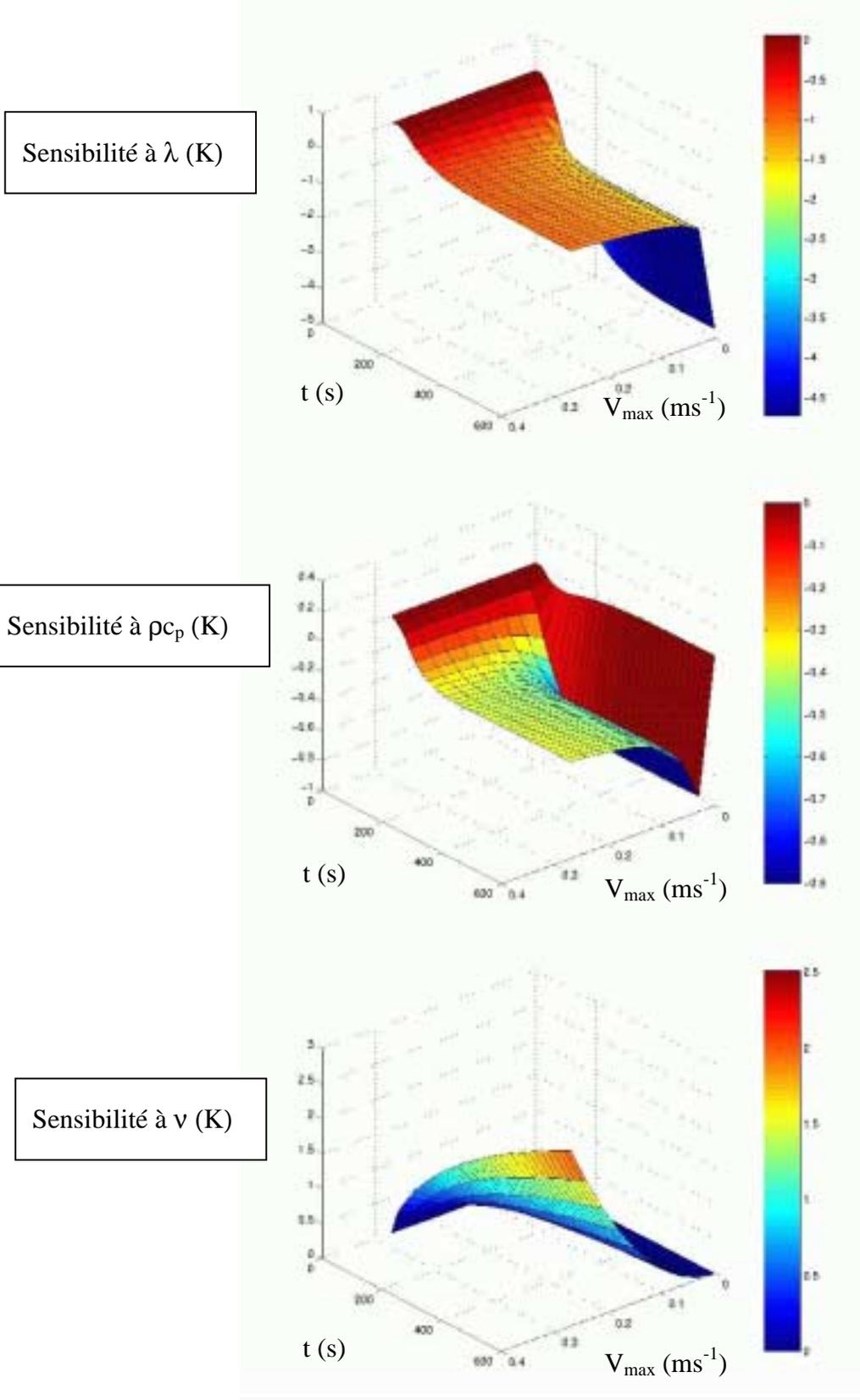


Figure 5.2.7 : Evolution des sensibilités en fonction de V_{max}

Tout d'abord, il est intéressant de remarquer que pour une vitesse nulle, nous retrouvons les sensibilités obtenues pour le ruban ou la pastille chaude au chapitre précédent. De plus et toujours pour une vitesse nulle, nous avons bien une sensibilité à la viscosité nulle.

Pour une vitesse non nulle, l'allure générale de la sensibilité à la conductivité thermique est inchangée et diminue pour des grandes vitesses. Pour des vitesses élevées les effets de diffusion sont faibles devant le transport convectif.

La sensibilité à ρc_p évolue différemment lorsque le fluide est en rotation. Cette modification des sensibilités vient du terme de transport convectif dans l'équation de la chaleur 5.2.11. Dans ce terme, la capacité thermique est liée à la vitesse au sein du fluide. Cette modification entraîne une corrélation entre la conductivité thermique et la capacité thermique du fluide étudié. Il est alors impossible d'identifier correctement ces deux paramètres simultanément. Les sensibilités que nous avons représentées, sont normées et nous pouvons alors remarquer qu'en amplitude la sensibilité à ρc_p reste très faible par rapport à la sensibilité à λ .

La sensibilité à la viscosité est, comme nous pouvions nous y attendre, une fonction croissante de la vitesse. Elle est corrélée aux deux paramètres précédents. Elle ne peut donc être identifiée simultanément avec les deux autres grandeurs.

5.2.3.2. Méthode d'estimation

D'après les conclusions précédentes, il paraît donc impossible d'estimer simultanément les trois paramètres étudiés.

Pour autant, la méthode est intéressante pour caractériser thermiquement des liquides au repos. En effet, pour des liquides et sans cisaillement, notre méthode est équivalente à la méthode du ruban chaud, vue au chapitre 3 et 4.

Compte tenu de la corrélation entre les trois paramètres, nous sommes obligés d'imposer des hypothèses supplémentaires pour résoudre notre système. Nous avons vu que la sensibilité à ρc_p restait faible en amplitude, et nous supposons alors que pour nos conditions opératoires, ρc_p n'évolue pas en fonction de la vitesse de cisaillement. Ceci permettra de fixer, ce terme à la valeur obtenue pour une vitesse nulle.

Le terme source due à la dissipation visqueuse au sein du fluide est un phénomène additif au transfert purement convecto-diffusif. On peut alors par deux mesures obtenues pour une même vitesse dissocier ces deux phénomènes. Une première mesure consiste, sans solliciter thermiquement le système, à relever l'élévation de température due uniquement à la viscosité. On fait ensuite une expérience complète, obtenue en sollicitant thermiquement le fluide. En retranchant les deux thermogrammes, on peut estimer la conductivité thermique en considérant le modèle convecto-diffusif. On estime ensuite la viscosité sur le modèle purement visqueux.

En résumé, on peut proposer la méthode suivante :

- mesure à vitesse de rotation nulle permettant d'estimer ρc_p et λ
- mesure à vitesse non nulle mais sans sollicitation thermique permettant de mettre en évidence les effets de viscosité
- mesure complète permettant, avec l'étape 2 d'estimer la conductivité thermique et la viscosité (si nécessaire)

La minimisation numérique sera faite, comme précédemment dans le chapitre 3, sous MATLAB en utilisant un algorithme de Nelder-Mead.

5.2.3.3. Domaine d'identifiabilité

Ce paragraphe traitera du domaine d'identifiabilité sur des thermogrammes obtenus avec une vitesse non nulle. Pour la première étape qui consiste à identifier ρc_p et λ , nous reprenons les résultats du chapitre 3.

Il nous reste donc maintenant deux paramètres à identifier en fonction du taux de cisaillement : la conductivité thermique et la viscosité. Sur les figures 5.2.8 et 5.2.9, est présentée l'évolution des sensibilités en fonction des paramètres étudiés. Nous avons vu précédemment que la vitesse jouait un rôle non négligeable sur les sensibilités. Nous tracerons alors les sensibilités pour deux gammes de vitesse différentes.

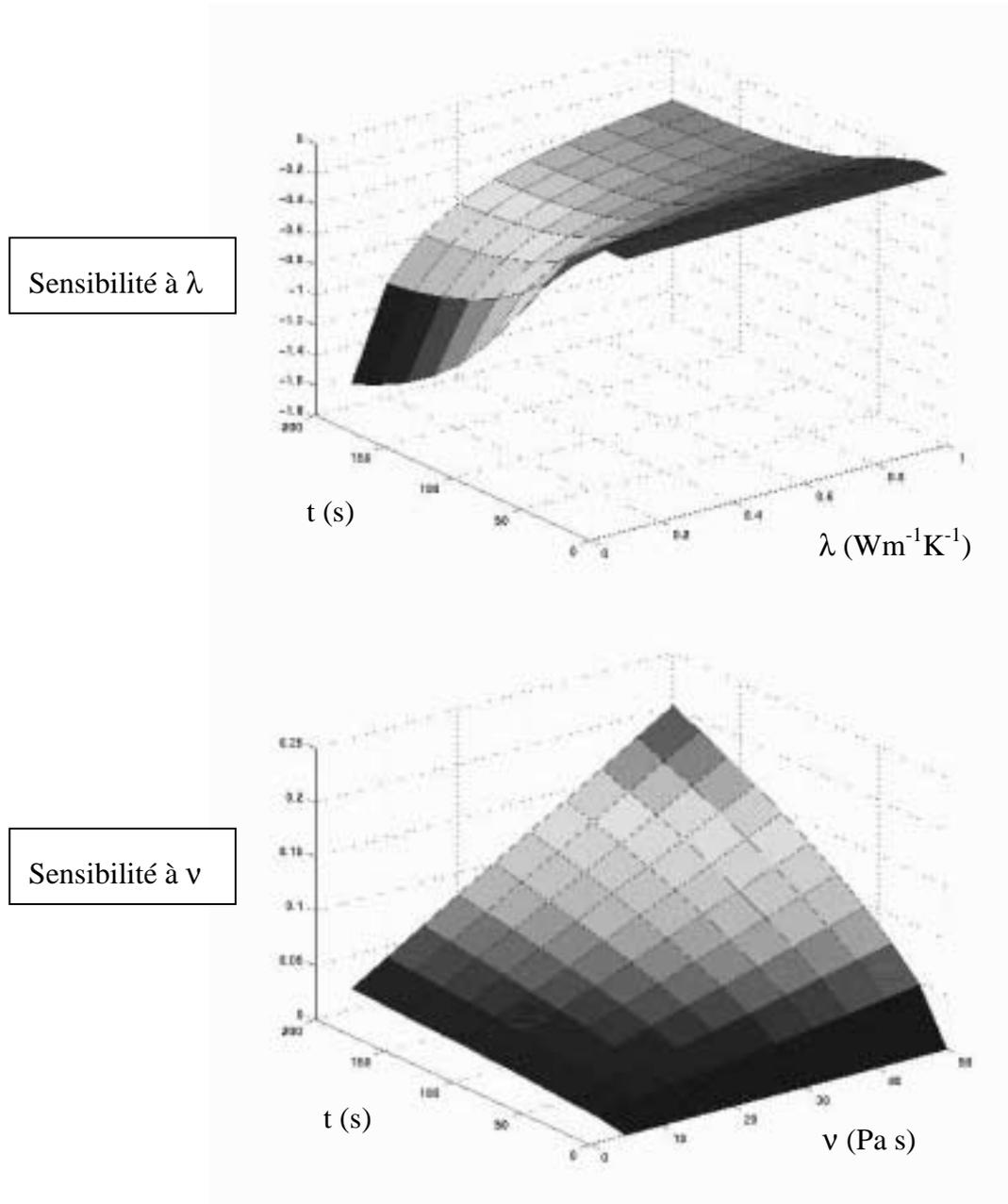


Figure 5.2.8 : Etude du domaine d'identifiabilité à $V_{\max}=0.1 \text{ ms}^{-1}$

A faible vitesse, les effets de la viscosité sont difficilement identifiables. Par contre, la sensibilité à la conductivité thermique a une amplitude correcte pour des valeurs inférieures à $0,5 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$.

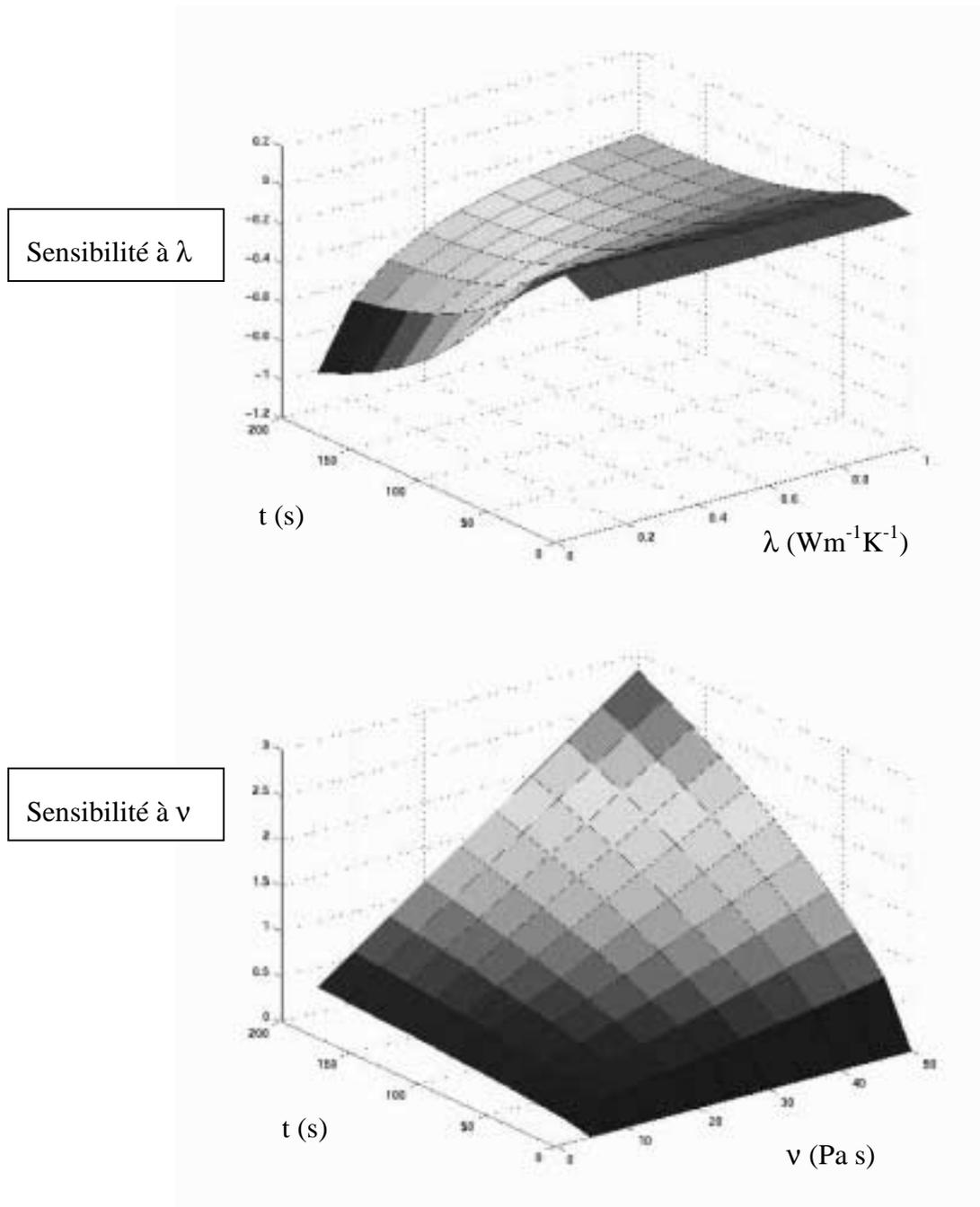


Figure 5.2.9 : Etude du domaine d'identifiabilité à $V_{\max}=0.3 \text{ ms}^{-1}$

Pour une vitesse du bloc métallique de $0,3 \text{ ms}^{-1}$ à la paroi, les effets de viscosité peuvent être identifiés sur une plage de viscosité très intéressante : $\nu > 5 \text{ Pas}$. La sensibilité à la conductivité thermique reste correcte pour des fluides très isolant : $\lambda < 0.2 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$.

5.2.3.4. Conclusion

Pour les gammes de vitesses étudiées, il est difficile de déterminer précisément un domaine pour lequel la viscosité ou les propriétés thermophysiques sont identifiables. Il s'agira plutôt de le faire au cas par cas. Il n'en reste pas moins que nous ne pourrions obtenir des résultats que sur des fluides ayant une conductivité thermique faible. Différentes expériences réalisées pour différentes vitesses pourraient permettre de remonter à des mesures de viscosité.

5.3. Résultats expérimentaux

Dans un premier temps nous présenterons des résultats obtenus avec un fluide non visqueux, en l'occurrence de l'eau, puis avec une huile silicone (rodhorsil).

5.3.1. *Fluide non visqueux*

Dans cette première partie expérimentale, le fluide étudié est de l'eau ($\lambda=0.598 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ et $\rho c_p=4.18 \cdot 10^6 \text{ Jm}^{-3}\text{K}^{-1}$). D'après l'étude de sensibilité précédente, l'eau a des propriétés thermophysiques à la limite de notre domaine d'identifiabilité, mais c'est un fluide simple, très bien connu qui nous permettra d'obtenir des résultats intéressants pour valider la méthode.

Nous avons relevé, pour une puissance de chauffe donnée (740 Wm^{-2}) et pour différentes valeurs de la vitesse, les différents thermogrammes expérimentaux (figure 5.2.9).

Données expérimentales :

| Bloc métallique | Fluide | Chemise |
|--|-------------------------------|--|
| $(\rho c_p)_2 = 3.6 \cdot 10^6 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ | $e=1 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ | $(\rho c_p)_3 = 1.5 \cdot 10^6 \text{ Jm}^{-3}\text{K}^{-1}$ |
| $\lambda_2 = 150 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ | | $\lambda_3 = 0.23 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ |
| $L=0,314 \text{ m}$ | | $e_3 = 3 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ |
| $b=0.025 \text{ m}$ | | |

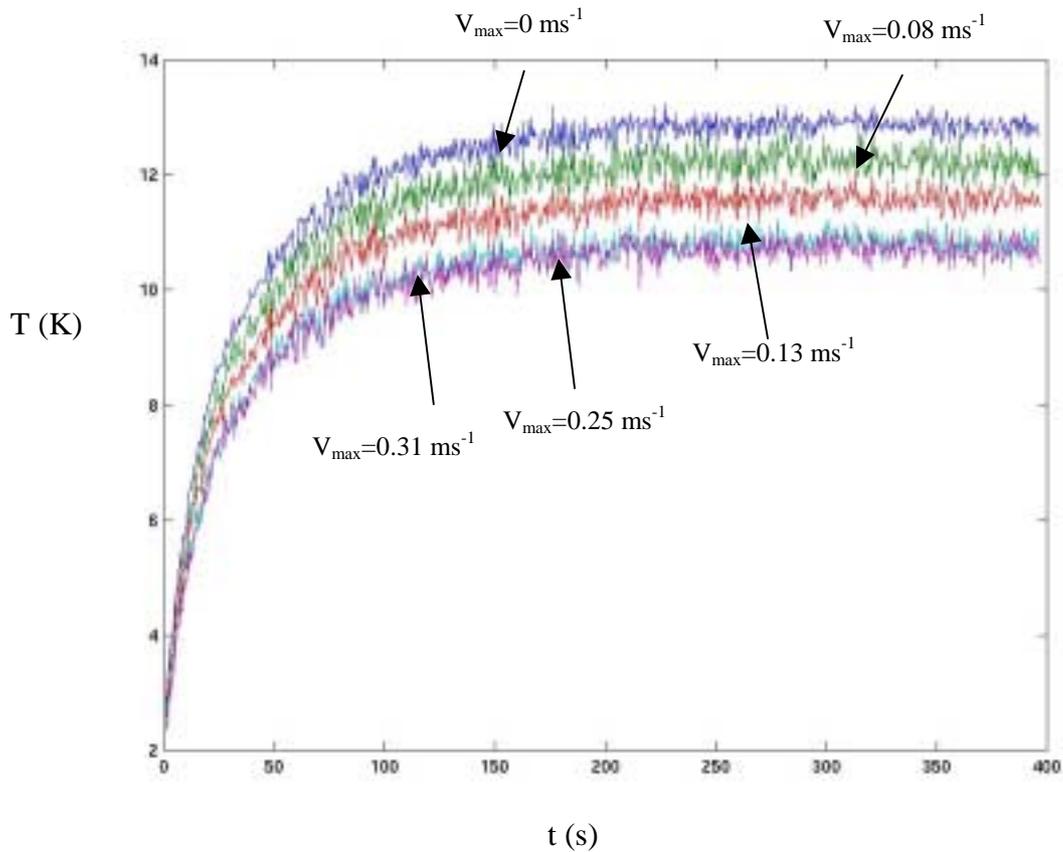


Figure 5.2.9 : Evolution de la température expérimentale en fonction de la vitesse de rotation du cylindre

Pour des effets de viscosité négligeables, on retrouve expérimentalement les effets de la vitesse sur le transfert thermique au sein du système. De plus, on remarque que pour des vitesses supérieures à environ 0.2 ms^{-1} , les thermogrammes tendent à être confondus. On retrouve ici les effets, déjà vus, dans l'étude de sensibilité, de la vitesse sur le système.

Sur les figures 5.2.10 et 5.2.11, sont reportés les résultats obtenus pour deux types de résistances différentes : la sonde 1 de largeur 25 mm et la sonde 2 de largeur 42 mm. Nous avons imposé dans les deux cas trois puissances de chauffe de 420, 740 et 1230 W/m^2 , et nous avons fait varier la vitesse.

La capacité thermique volumique de l'eau sortant de notre domaine d'identifiabilité (chapitre 3), nous avons supposé cette grandeur connue ($\rho c_p=4.18 \text{ Jm}^{-3}\text{K}^{-1}$) et n'avons identifié que la conductivité thermique.

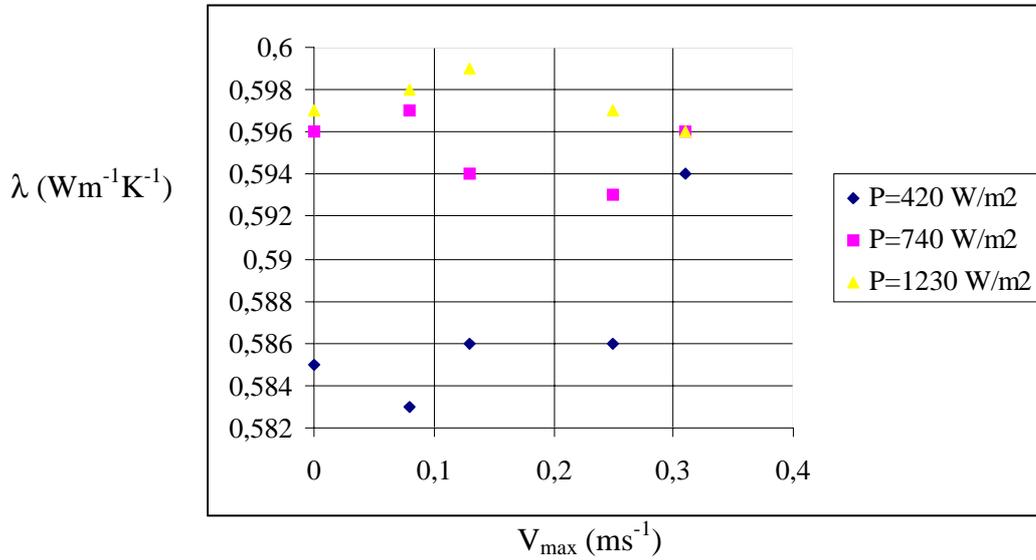


Figure 5.2.10 : Valeurs de conductivité thermique de l'eau obtenues pour la sonde 1

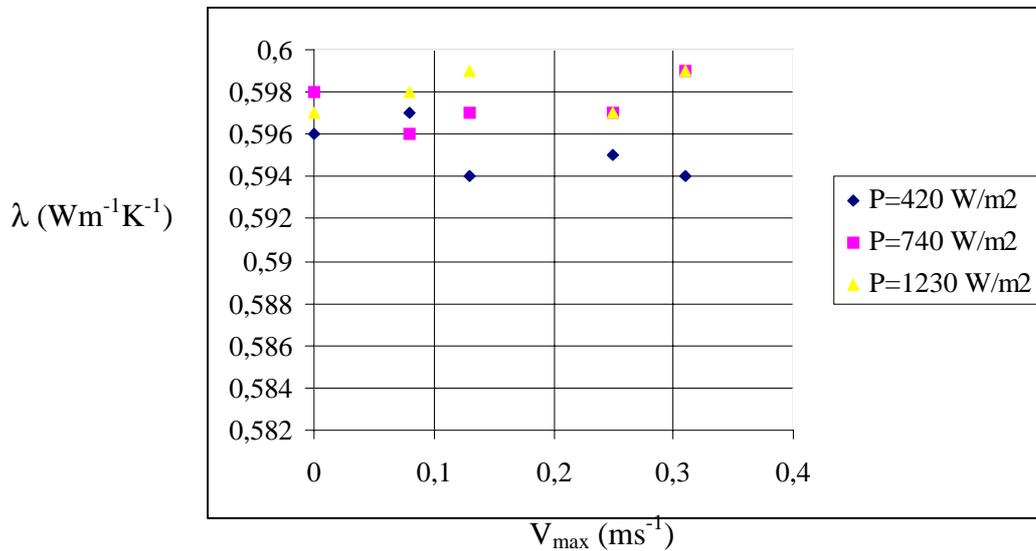


Figure 5.2.10 : Valeurs de conductivité thermique de l'eau obtenues pour la sonde 2

Pour les deux sondes, nous obtenons une bonne concordance des résultats avec les données de la littérature. Ces très bons résultats ne sont pas révélateurs de la véritable erreur de la méthode, car nous avons utilisé le même fluide pour l'étalonner. Pour la sonde 1, et pour une faible valeur de la puissance de chauffe, nous remarquons des plus faibles valeurs de la conductivité thermique. Dans ce cas le signal en température est trop faible pour obtenir une bonne identification. Cette remarque n'est plus valable pour la sonde 2, qui offre, pour une même densité de flux, une surface de chauffe plus grande. Le signal reste alors suffisant pour l'estimation.

Ces mesures, sur un fluide tel que l'eau, nous ont permis dans une première approche de valider notre technique de mesure, aussi bien au niveau expérimental qu'au niveau théorique.

5.3.2. *Fluide visqueux*

Le fluide utilisé est de l'huile rodhorsil ref 47V30000 ($\lambda=0.16 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$, $\nu=30 \text{ Pa.s}$ et $\rho c_p=1.46 \cdot 10^6 \text{ Jm}^{-3}\text{K}^{-1}$ (données constructeurs)). Suite au paragraphe précédent les résultats suivants sont obtenus avec la sonde 2 et pour une puissance de chauffe de 740 Wm^{-2} .

La mesure s'effectue en trois temps :

- Mesure de λ et ρc_p à vitesse nulle.
- Mesure de λ en fonction de la vitesse
- Mesure de ν

A vitesse nulle, nous obtenons après estimation :

$\lambda=0.158 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ et $\rho c_p=1.38 \cdot 10^6 \text{ Jm}^{-3}\text{K}^{-1}$ avec une erreur d'estimation relative sur la conductivité thermique de 3 % et sur la capacité thermique de 10.2 %. De la même manière que pour une mesure au ruban chaud (chapitre 3 et 4), l'erreur sur ρc_p est

plus importante cela s'explique par la faible sensibilité de la température à ρc_p par rapport à celle de λ . Sur la figure 5.2.11 sont reportées les sensibilités après identification.

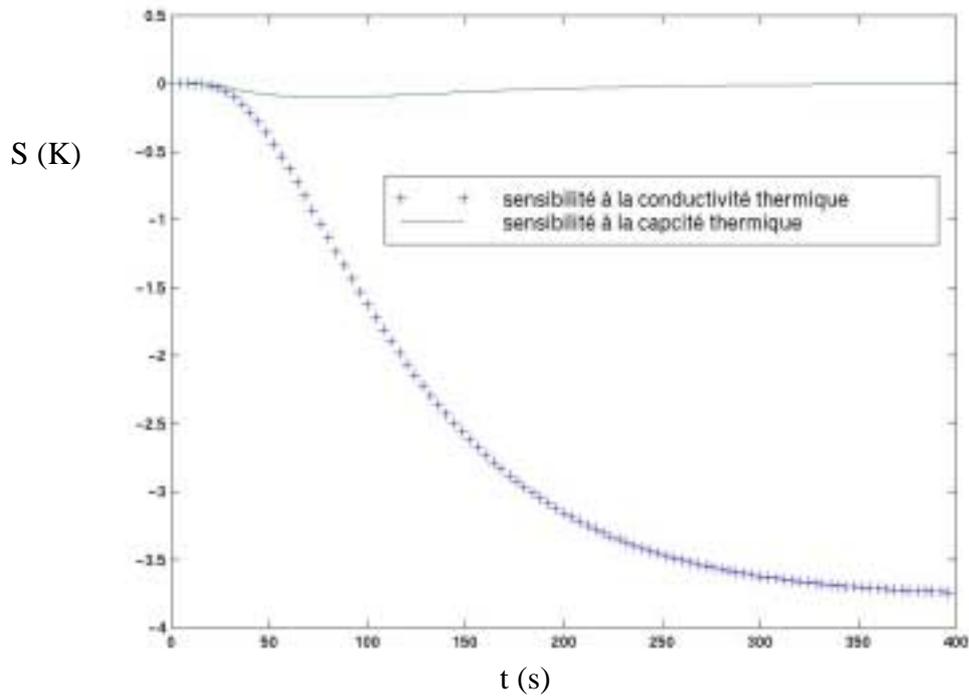


Figure 5.2.11 : sensibilité après identification à vitesse nulle

Nous mesurons les effets de la dissipation visqueuse sur le système. Pour cela, sans chauffer, nous enregistrons l'élévation de température (figure 5.2.12) relevée pour une forte vitesse de rotation du cylindre ($V_{max}=0.31 \text{ ms}^{-1}$).

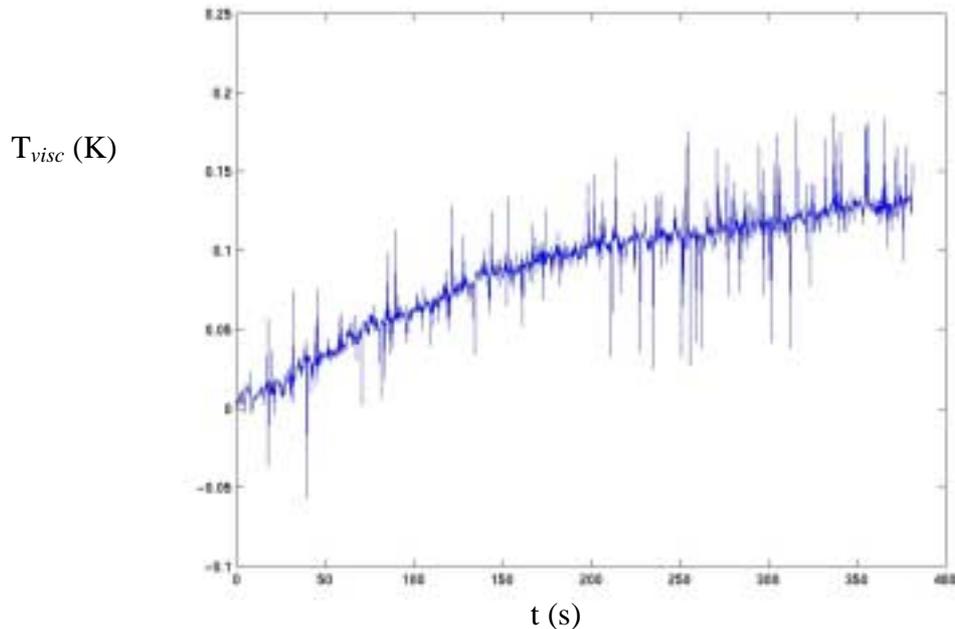


Figure 5.2.12 : mesure expérimentale de T_{visc}

Il faut maintenant soustraire ce signal, du signal enregistré pour la même vitesse mais avec une puissance de chauffe. Sur ce signal corrigé nous estimons la conductivité thermique. Puis en reprenant cette valeur de conductivité thermique, on identifie la viscosité sur le signal de la figure 5.2.12.

Après identification numérique nous obtenons pour une vitesse de 0.312 ms^{-1} :

$$\lambda = 0.142 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1} \text{ avec un écart relatif de } 15 \%$$

Au regard de l'erreur d'estimation, les résultats obtenus sont cohérents avec les données constructeur. Pour autant on remarque une forte augmentation de l'erreur sur la conductivité thermique par rapport aux résultats trouvés avec une vitesse nulle.

Compte tenu de la forte erreur obtenue à une telle vitesse, nous choisissons de conserver la valeur de la conductivité thermique trouvée pour une vitesse nulle, et nous estimons la viscosité à partir du thermogramme 5.2.12.

$$\nu = 31.1 \text{ Pa s avec un écart relatif de } 4 \%$$

L'erreur sur la viscosité est tout à fait convenable et la valeur trouvée est en accord avec les données fournies par le constructeur.

Sur le tableau suivant, nous avons reporté, toujours pour le même fluide et dans les mêmes conditions, les valeurs estimées de la conductivité thermique et de la viscosité pour différentes vitesses.

| Vmax | λ (Wm⁻¹K⁻¹) | Erreur λ (%) | ν (Pa s) | Erreur ν (%) |
|-------------|---|--|--------------------------------|------------------------------------|
| 0 | 0.158 | 3 | | |
| 0.08 | 0.161 | 3 | 10.5 | 60 |
| 0.13 | 0.163 | 4 | 25.2 | 25 |
| 0.2 | 0.15 | 10 | 31.9 | 10 |
| 0.25 | 0.165 | 12 | 29.8 | 6 |
| 0.31 | 0.138 | 15 | 31.1 | 4 |

Sur ce tableau, on visualise bien l'influence de la vitesse sur l'erreur d'estimation. Pour des vitesses inférieures à 0.13 ms⁻¹, l'estimation sur la conductivité thermique est bonne, au-delà l'erreur est trop importante. L'influence de la vitesse est exactement inverse pour la viscosité. Nous retrouvons ici les conclusions de l'étude de sensibilité sur l'influence de la vitesse sur le système.

5.3.3. Conclusion

Notre méthode a pu être validée, entre autre grâce à l'étude d'une l'huile rodhorsyl. Nous avons montré que par un choix de vitesses adaptées, nous pouvions avec plusieurs thermogrammes remonter à la conductivité thermique, la capacité thermique et la viscosité du fluide.

L'étude expérimentale et les estimations ont montré la forte influence de la vitesse sur le système, et surtout, sur la qualité de l'estimation. En effet, l'erreur sur les grandeurs identifiées dépend fortement de la vitesse choisie.

5.4. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons proposé une nouvelle technique simple, facile à mettre en œuvre et peu onéreuse de caractérisation de fluide newtonien en écoulement cisailé.

Une première modélisation sur un écoulement piston, nous a permis par la suite de proposer une extension de la méthode des quadripôles thermiques au transfert de chaleur au sein d'un fluide cisailé en tenant compte des effets de la viscosité. Ce type d'approche analytique aboutit à une résolution et une visualisation bidimensionnelle du problème par de simples produits matriciels.

La modélisation et l'étude de sensibilité ont montré la forte dépendance du transfert thermique et des coefficients de sensibilité en fonction de la vitesse. Les trois paramètres recherchés, la conductivité thermique, la capacité thermique et la viscosité, sont corrélés mathématiquement, il est donc impossible de les identifier correctement à partir d'une seule mesure.

A partir de plusieurs mesures obtenues à vitesse nulle et non nulle, avec ou sans sollicitation thermique, sur des fluides tel que ceux étudiés, nous avons montré qu'il était possible, avec des erreurs acceptables de trouver les trois paramètres déjà cités.

L'extension d'une technique telle que celle du ruban chaud à la caractérisation de fluides en écoulement cisailé donne des résultats encourageants.

Conclusion générale

Conclusion générale

Dans le domaine de la caractérisation thermique de matériaux isolants solides ou pâteux, ce travail a abouti à deux nouvelles méthodes d'estimation de paramètres thermophysiques : le ruban chaud et la pastille chaude.

Ces techniques reprennent les principes de base des méthodes instationnaires électrothermiques classiques (fil chaud, plan chaud).

Les dispositifs de mesure sont simples, fiables, de mise en œuvre aisée et peu onéreux.

- La mesure et l'excitation thermique se font au sein d'un seul et même capteur.
- La mesure en régime transitoire permet d'accéder en peu de temps à une grande quantité d'information et d'obtenir un résultat rapide.

Les évolutions proposées consistent à associer à l'échantillon un milieu très fortement conducteur pour s'assurer simplement des conditions aux limites, et à modifier la géométrie de la sonde pour éviter les problèmes liés aux pertes thermiques sur les faces latérales de l'échantillon.

Le formalisme des quadripôles thermiques a permis d'obtenir une modélisation analytique de la température de la sonde. Le développement asymptotique aux temps longs d'un tel modèle a montré que le calcul de la résistance de constriction au sein de l'échantillon permet d'obtenir très rapidement et simplement une valeur approchée fiable de la conductivité thermique et de valider les hypothèses du modèle en s'assurant de la bonne conservation du flux dans le système.

L'étude de sensibilité a permis de définir un domaine de validité de ces méthodes, couvrant la gamme des matériaux isolants

Par ailleurs, si l'application d'un échelon de flux a été choisie pour sa grande simplicité de montage, le modèle permet quant à lui de traiter n'importe quelle forme de signal d'excitation. Il serait donc intéressant d'étudier l'impact de différents types de flux pour élargir le domaine de validité des méthodes.

Une extension de ces deux méthodes à la caractérisation de matériaux orthotropes a été proposée, applicable à des milieux isotropes transverses. Mais les applications n'ont pas pu être menées jusqu'à leur terme. Ceci s'inscrit donc dans les perspectives de ce travail.

Ces méthodes ont été étendues à la caractérisation de fluide newtonien en écoulement cisailé.

Un dispositif expérimental a été mis au point, dans lequel le fluide est cisailé par un cylindre métallique très fortement conducteur. Ce cylindre permet de contrôler la température sur la face arrière du fluide en écoulement. L'intérêt, sur le plan expérimental, est de ne pas avoir à instrumenter les parties en mouvement.

L'utilisation du formalisme des quadripôles thermiques pour modéliser le transfert au sein d'un fluide en écoulement piston, a été étendu au transfert de chaleur instationnaire au sein d'un fluide cisailé en tenant compte des effets de la viscosité. Ce type d'approche a abouti à une résolution bidimensionnelle du problème par de simples produits matriciels. Les fonctions de transfert qui ont été ainsi calculées peuvent, notamment dans le cas des fluides cisailés, être utilisées pour des applications au contrôle de température dans les écoulements en conduite (optimisation d'échangeur).

La forte dépendance du transfert thermique et des coefficients de sensibilité à la vitesse interdit d'estimer simultanément à partir d'une seule mesure, la conductivité thermique, la chaleur volumique et la viscosité. Pour autant sur des fluides newtoniens,

nous avons montré qu'il était possible de trouver ces trois grandeurs à partir de plusieurs mesures à vitesse nulle ou non avec ou sans sollicitation thermique.

Le laboratoire est donc maintenant doté d'un outil pour les études systématiques du transfert thermique dans les fluides cisailés de différentes natures. Il sera notamment intéressant d'étudier l'influence du cisaillement sur la conductivité thermique d'un fluide chargé de particules (boues chargées de déchets, lits fluidisés, fluides agroalimentaires), en vue d'optimiser les procédés industriels.

Ce travail a permis de mettre en place au sein du laboratoire de métrologie thermique un ensemble d'outils expérimentaux et mathématiques, pour la caractérisation thermophysique des matériaux, mais aussi pour l'estimation de flux pariétaux par méthodes inverses.

Références bibliographiques

- 1 **J.HLADIK**, Métrologie des propriétés thermophysiques des matériaux, éditions Masson, 1990
 - 2 **PARKER WJ, JENKINS W, ABOTTJ.**, Flash method of determining thermal diffusivity , Heat capacity and thermal conductivity, J.Appl. Phys., vol 32, No 9, Sept, pp1679-1684, 1961
 - 3 **D.L.BALAGEAS**, Détermination par la méthode flash des propriétés thermiques de constituants d'un composite à renforcement orienté , High Temperatures- High Pressures,16 pp 199-208,1984.
 - 4 **D.L.BALAGEAS**, Mesure de la diffusivité thermique par la méthode flash, Technique de l'ingénieur,R 2955, pp 1-11, 1986
 - 5 **D.L.BALAGEAS**, Détermination de la diffusivité thermique équivalente à un composite à renforcement orienté, C.R.ACAD.Sci, Paris, II-229, pp 143-148, 1984.
 - 6 **D.L.BALAGEAS**, Thermal diffusivity measurement by pulsed method, high temperatures- High pressures,21 pp 84-85,1984
 - 7 **J.C BATSALE, A DEGIOVANNI**, Extension de la méthode flash à deux cas particuliers : les matériaux anisotropes et les liquides, Journées SFT, mai 1988
 - 8 **A DEGIOVANNI.**, Diffusivité et méthode flash, Rev Gen de Therm. , No 185, pp 417-442, 1977
 - 9 **A DEGIOVANNI., M.LAURENT**, Une nouvelle technique d'identification de la diffusivité thermique par méthode flash, Rev Phys Appl. , No 21, pp 229-237, 1986
-

- 10 **C GOBBE, M BAZIN, J GOUNOT, G DEHAY.**, An apparatus for measuring polymer thermal conductivities at high pressure and temperature, *J. Polym. Sci.*, No 26, pp 857-864, 1988
 - 11 **M.LACHI**, Détermination des diffusivité thermiques des matériaux composites par méthode flash bidimensionnelle, Thèse de doctorat de l'INPL, Nancy (1991)
 - 12 **M.AMAZZOUZ, C.MOYNE, A.DEGIOVANNI**, Measurement of the thermal diffusivity of anisotropic materials, *High Temperatures- High Pressures*, 19 pp 37-41, 1987.
 - 13 **C GOBBE, M BAZIN, J GOUNOT**, Mise en oeuvre de la méthode flash pour la mesure de diffusivité thermique sur des matériaux liquides ou fondus en fonction de la température. Application aux polymères, *Rev. Phys. Appl.*, No 24, pp 1119-1128, 1989
 - 14 **A.B.DONALSON, R.E TAYLOR**, Thermal diffusivity measurement by radial heat flow method, *J Appl Phys.*, 46, pp4584-4589.
 - 15 **MUMAW J.R.**, Heat Transmission Measurements in thermal insulations, *ASTM STP 544*, American Society for Testing and Materials, pp 193-211, 1973.
 - 16 **F.DEPONTE, P.PHILLIPO**, Design criteria for hot plate apparatus, heat transmission measurement in thermal insulations, *ASTM STP 544*, American Society for testing and materials, pp 97-117, 1974.
 - 17 **S.KLARSFELD**, Guarded plate method for thermal conductivity measurements, *Compendium of Thermophysical Property Measurement Methods*, Vol 1, pp 169-230, 1984.
 - 18 **B.MARTIN, J.F DURASTANTI, B.PEUREUX**, Méthode d'identification de la conductivité thermique des matériaux isolants , *Entropie*. Vol 147, pp 47-52, 1994
-

- 20 **H.S.CARSLAW, J.C JAEGER.**, Conduction of heat in solids, 2nd edition, Oxford University Press, 1959
 - 21 **A.J ANGSTROM**, Phil.Mag., 25 p 130, 26 p 161, 1863
 - 22 **G.C DANIELSON, R.H SIDLES**, Thermal conductivity, academic press, Vol 2, pp149-209, 1969.
 - 23 **P.VERMOTTE**, C.R.Acd, Paris, 563, 1937.
 - 24 **L.N CLARKE, R.S.T KINGSTON**, Austr.J.Appl.Sci, Vol 1, pp 172.
 - 25 **X.ZHANG**, Métrologie par méthode quasi - instationnaire : modélisation, identification, et application à la caractérisation de solides, Thèse de doctorat INPL, 1993
 - 26 **P.R.A LYONS, S.L GAI**, A method for the accurate determination of the thermal product $(pck)^{1/2}$ for thin film heat transfert or surface thermocouple gauges, J.Phys.E : Sci Instrum, Vol 21, pp 445 - 448, 1988
 - 27 **X. ZHANG, A.DEGIOVANNI**, Mesure de l'effusivité thermique de matériaux solides et homogènes par une méthode de sonde plane, J. Phys. III
 - 28 **P.R PRADHAN, K SACHDEV, K BALA, N.S SAXENA, M.P SAKSENA**, Temperature dependence of thermal conductivity and thermal diffusivity of some composite using the transient plane source technique , Int. J. of Energy Reseache, Vol 15, pp 49 - 56, 1991
 - 29 **D A DE VRIES, A.J PECK**, On cylindrical probe method of measuring thermal conductivity with special reference to soils, Aust.J.Phys, No 11. pp 225 - 271, 1958
-

- 30 **J.C JAEGER**, The use of complete temperature time curves for determination of thermal conductivity with particular reference to rocks, *Aust.J.Phys*, No 12. pp 203 - 217, 1959
- 31 **J.P LAURENT**, Evaluation des paramètres thermiques d'un milieu poreux : optimisation d'outils de mesure « in situ », *Int.J.Heat.Mass.Transfer*. Vol 32, pp 1247 - 1259, 1989
- 32 **D QUENARD, H SALLEE**, Détermination rapide des paramètres thermiques des matériaux par sonde à choc et thermofluxmetres, *Cahier du CSTB*, No 2295. Vol 32, 1988
- 33 **M FEKUDA**, Measurements of thermal conductivity of frozen soils by the thermal probe method, *Low Temp. Sci*, A34, pp 249 - 252, 1976
- 34 **T.PHAN, S.DILHAIRE, V.QUINTARD, D.LEWIS, W.CLAEYS, J.C BATSALÉ**, Modeling and measurement of micrometric interconnect's transient temperature. Application to thermal conductivity identification, *International Workshop on thermal investigations of integrated circuits and microstructures*, 25-27 sept. 1996, Budapest.
- 35 **J.P CULL**, Thermal conductivity probes for rapid measurement in rock. *J.Phys.E : Sci. Instrum.*, Vol 7, pp771-774, 1974.
- 36 **P ANDERSON**, Thermal conductivity of some rubbers under pressure by the transient hot wire method, *J.Appl.Phys*. 47, pp 2424-2426
- 37 **G BACKSTROM**, Determination of thermal physical properties using a shielded thermocouple, *J.Phys.E*, 15, pp1049-1053.
- 38 **J.H.BLACKWELL**, Radial axial heat flow in regions bounded unternally by circular cylinders, *Canadian Journal of Phys*, Vol 31,pp 472, 1953.
-

- 39 **J.H.BLACKWELL**, The axial flow error in the thermal conductivity probe, Canadian Journal of Phys, Vol 34,pp 412, 1956.
- 40 **J.H.BLACKWELL**, A transient flow method for determination of thermal constant of insulating materials in bulk, J.App.Phys, Vol 25,pp 137, 1954.
- 41 **W.R. DAVIS**, Hot wire method for measurement of the thermal conductivity of refractory materials, Compendium of Thermophysical Property Measurement Methods, Vol 1, pp 231-254, 1984.
- 42 **W.K.P VAN LOON, I.A VAN HANEGHEM, J SCHENK**, A new model for the non steady state probe methode to measure thermal properties of porous media, Int. Heat. Mass. Transfer, Vol 32, pp 1473-1481, 1989
- 43 **G.GRAZZINI, C.BALLOCO, U.LUCIA**, Measuring thermal properties with the parallel wire method : a comparison of mathematical models, Int. Heat. Mass. Transfer, Vol 39, pp 2009-2013, 1996
- 45 **A.DEGIOVANNI**, Conduction dans un «mur» multicouche avec sources : extension de la notion de quadripôle, Int.J.Heat.Mass.Transfer. Vol 3, pp 553 - 557, 1988
- 46 **J.C.BATSALE, D.MAILLET, A.DEGIOVANNI**, Extension de la notion de quadripôle thermique à l'aide de transformations intégrales : calcul du transfert thermique au travers d'un défaut plan bidimensionnel, Int.J.Heat.Mass.Transfer. Vol 37, pp 111 - 127, 1993
- 47 **A.DEGIOVANNI, J.C BATSALE**, Technical note, A propos des conditions aux limites de 4ème et 5ème espèce, Int.J.Heat Mass Transfer. Vol 5, pp 877-881, 1994.
-

- 48 PH.LETURCQ, J.M.DORKEL, F.E.RATOLOJANAHARY, S.TOUNSI**, A two-port network formalism for 3D heat conduction analysis in multilayered media, *Int.J.Heat Mass Transfer*. Vol 36,No 9, pp 2317-2326, 1993
- 49 J.V BECK, K.J ARNOLD**, Parameters estimation in engineering science, John Wiley & Sons. New York, 1977
- 50 J.V BECK**, Inverse problems in heat transfer, *Rencontre 90*. Nantes, pp 47, 1990
- 51 J.V BECK**, Sequential estimation of thermal parameters, *Journal of.Heat.Transfer*. Vol 99, pp 314, 1977
- 52 J.H BLAKWELL**, A transient flow method for determination of thermal constants of insulating materials in bulk, *Can.J.Phys*, No 25. pp 137 - 144, 1953
- 53 M.RAYNAUD, J.V.BECK, R.SHOEMAKER, R.TAYLOR**, Sequential estimation of thermal diffusivity for flash test, *Thermal conductivity 20*, Plenum publishing corperation, 1989.
- 54 Wh.PRESS, Sa.TEUKOLSKY, Wt.VETTERLING, Bp.FLANNERY**, Numerical recipies, Cambridge university press, 1986
- 55 E.HENSEL**, Inverse theory and Applications for Engineers, Prentice Hall, Englewood Cliffs, New Jersey 07632, 1991
- 56 MATLAB user's guide** : The Math Works, Inc.-21 Eliot Street - South Natick, MA 01760 - MOLER C.B and VAN LOAN C.F.: Nineteen Dubious Ways to compute the exponential of matrix, *SIAM Review* 20, pp. 801-836,1979
- 57 H.STEFEST**, Remark on algorithm 368. Numerical inversion of Laplace transform, *A.C.M*. Vol 53, No 10, pp 624, 1970
- 58 K.C.WOO**, Inverts Laplace transform for time domain analysis, *Electronics*. Vol 53, No 9, pp 178 - 179, 1980
-

- 59 **J.DAVIES, B.MARTIN**, Numerical inversion of Laplace transform : a survey and comparaison methods, *J.Comp.Phys.* Vol 33, No 9, pp 1 - 32, 1979
- 60 **S MELKA, H SALLEE, A RIGACCI, B CHEVALIER, P ACHARD**, Les aérogels isolants transparents - super isolants, Journées SFT, 1995
- 61 **P SCHEUERPFUG, M HAUCK, J FRICKE**, Thermal properties of silica aerogels beetween 1.4 and 330 K, *J. of non Christalline Solids*, Vol 145, pp 196-201, 1992
- 62 **J FRICKE, E HUMMER, H.J MORPER, P SCHEUERPFUG** Thermal properties of silica aerogels, Colloque C4, No 4, Vol 24, pp 87-97, 1989
- 63 **J FRICKE, E HUMMER, H.J MORPER, P SCHEUERPFUG** Thermal properties of silica aerogels, Colloque C4, No 4, Vol 24, pp 113-118, 1989
- 64 **B. CHEVALIER, J.L CHEVALIER** Développement d'un procédé industriel de fabrication d'aérogel monolithique au sein d'un double vitrage, Convention ADEME n°3.04.0120, Rapport final du CSTB.
- 65 **A. RIGACCI**, Elaboration d'aérogels de silice monolithiques et étude des relations entre leur structure et leur conductivité thermique équivalente, Thèse de doctorat EMP, 1998
- 67 **B. LADEVIE, O FUDYM, J.C BATSALE**, Etude de la métrologie thermique appliqués aux aérogels, Convention ADEME n°96.04.034, Rapport final de l'école des mines d'Albi Carmaux, 1997.
- 68 **B. LADEVIE, J.C BATSALE, O FUDYM**, A new simple device to estimate thermophysical properties of super insulating materials, *Int.J.Heat Mass Transfer.* , 1998 (soumis).
- 69 **G.M. PAJONK, E. ELALOUI, P. ACHARD, B. CHEVALIER, M. DURAND**,
-

- Physical properties of silica gels and prepared with a new polymeric precursor, Journal of non crystalline solids, 186, 1995
- 70 G.M. PAJONK, E. ELALOUI, R. BEGAG, M. DURAND, B. CHEVALIER, J.L CHEVALIER, P. ACHARD,** Procédé pour la fabrication d'aérogels de silice monolithiques et aérogels de silice ainsi obtenus, Brevet n°9508973, 1995
- 71 MINCO FRANCE,** Z.I 09310 Aston France
- 72 K.F GAUSS,** Theory of the motion of the heavenly Bodies Moving about the Sun in Conic Sections (1809), reprinted by dover Publications Inc, New York (1963)
- 73 J. A. NELDER, R. MEAD,** A Simplex Method for Function Minimization, Computer Journal, Vol. 7, p. 308-313.
- 74 J.E.Jr. DENNIS, D. J. WOODS,** New Computing Environments: Microcomputers in Large-Scale Computing," edited by A. Wouk, SIAM, pp. 116-122, 1987
- 75 S.E.GUSTAFSSON ,** Transient plane source techniques for thermal conductivity and thermal diffusivity measurements of solid materials, Rev. Sci. Instrum. Vol 62, pp797-804, 1991
- 76 M.GUSTAVSON, E.KARAWACKI, S.E.GUSTAFSSON,** Thermal conductivity, thermal diffusivity, and specific heat of thin samples from transient measurements with hot disk sensors, Rev. Sci. Instrum. Vol 65, pp3856-3859, 1994
- 77 K.DAVID, LAMBERT,** Mass flow sensing with heat waves : effects of gaz pressure, Int. J. Heat Mass Transfer, Vol 36, n°10, pp 2623-2634, 1993
- 78 M.SOLIMAN, P.L. CHAMBRE,** On the time dependent leveque problem, Int. J. Heat Mass Transfer, Vol 10, pp 169-180, 1967
- 79 M.N. OZISIK,** Heat Transfer a basic approach, Mcgraw Hill International edition
-

- 80 S.KAKAC**, A general analytical solution to the equation of transient forced convection with fully developed flow, *Int. J. Heat Mass Transfer*, Vol 18, pp 1449-1453, 1975
- 81 S.KAKAC, Y.YENER**, Exact solution of the transient forced convection energy equation for timewise variation of inlet temperature, *Int. J. Heat Mass Transfer*, Vol 16, pp 2205-2214, 1973
- 82 W.S.KIM, M.N.OZISIK**, Turbulent forced convection inside a parallel plate channel with periodic variation of inlet temperature, *Journal of Heat Transfer*, Vol 111, pp 882-888, 1989
- 83 R.L.MURRAY, M.N.OZISIK**, On the solution of linear diffusion problems with variable boundary conditions parameters, *Journal of Heat Transfer*, pp 48-51, 1974
- 84 G. H. GOLUB, C. F. VAN LOAN**, *Matrix Computation*, p. 384, Johns Hopkins University Press, 1983.
- 85 J.C.BATSALE, D.MAILLET, A.DEGIOVANNI**, Integral transform for analytical solution of diffusion problems-Application to modelling of diamond heat spreaders in electronics, *Eurotherm Seminar Poitiers 36*, pp 97 - 103, 1994
-

Annexes

**CONDITIONS DE VALIDITE DE L'HYPOTHESE
DE TRANSFERT 1D DANS LA SONDE**

1. Présentation du problème

Dans ce rapport, nous avons toujours supposé le transfert monodimensionnel au sein de la sonde. Pour étayer cette hypothèse nous proposons de résoudre le problème bidimensionnel suivant et de le comparer à la solution unidimensionnelle [85].

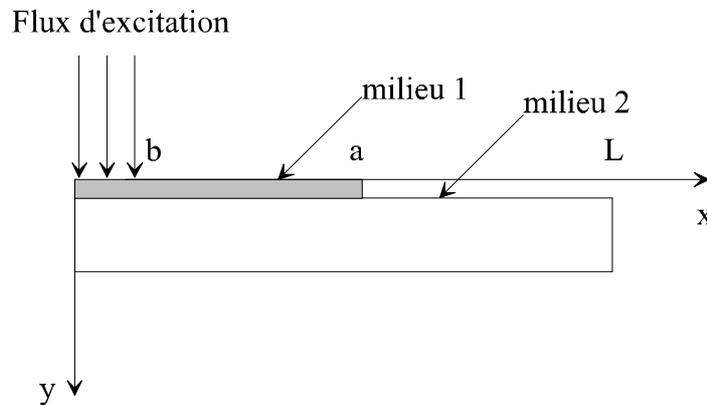


Fig. 1: Schéma du système

Un milieu 1 de largeur a est accolé à un milieu 2 de largeur L , et on applique un flux de largeur b à la surface du milieu 1. On obtient :

$$\frac{\partial^2 T_1}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T_1}{\partial y^2} = \frac{\rho c_1}{\lambda_1} \frac{\partial T_1}{\partial t} \text{ si } 0 < x < a \text{ et } -e_1 < y < 0$$

$$\frac{\partial^2 T_2}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T_2}{\partial y^2} = \frac{\rho c_2}{\lambda_2} \frac{\partial T_2}{\partial t} \text{ si } 0 < x < L \text{ et } 0 < y < e_2$$

$$\frac{\partial T_1}{\partial x} = 0 \text{ en } x=a \text{ et } x=0$$

$$\frac{\partial T_2}{\partial x} = 0 \text{ en } x=L, x=0 \quad (1)$$

$$-\lambda_1 \frac{\partial T_1}{\partial y} = q_0 f(t)(H(x)-H(x-b)) \text{ en } 0 < x < a \text{ et } y = -e_1$$

$$T_2 = 0 \text{ en } 0 < x < L \text{ et } y = e_2$$

$$T_1 = T_2 \text{ et } \lambda_1 \frac{\partial T_1}{\partial y} = \lambda_2 \frac{\partial T_2}{\partial y} \text{ en } y = 0 \text{ si } 0 < x < a$$

$$\frac{\partial T_2}{\partial y} = 0 \text{ si } 0 < x < a \text{ et } y = 0$$

$$T=0 \text{ à } t=0$$

Afin d'obtenir une solution plus générale au problème, nous choisissons d'effectuer les changements de variable suivant :

$$T \rightarrow (\lambda_2/q_0 e_2) T$$

$$t \rightarrow (a_2/e_2^2) t$$

$$y \rightarrow y/e_2$$

$$x \rightarrow x/e_2$$

Il vient la définition de termes réduits suivante :

$$e^* = e_1/e_2$$

$$\lambda^* = \lambda_1/\lambda_2$$

$$\rho c^* = \rho c_1/\rho c_2$$

$$b^* = b/e_2$$

$$a^* = a/e_2$$

$$L^* = L/e_2.$$

Le système (1) s'écrit alors:

$$\frac{\partial^2 T_1}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T_2}{\partial y^2} = \frac{\rho c^*}{\lambda^*} \frac{\partial T_1}{\partial t} \quad \text{si } 0 < x < a^*$$

$$\frac{\partial^2 T_2}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T_2}{\partial y^2} = \frac{\rho c^*}{\lambda^*} \frac{\partial T_2}{\partial t} \quad \text{si } 0 < x < L^*$$

$$\frac{\partial T_1}{\partial x} = 0 \quad \text{en } x = b^* \text{ et } x = 0$$

$$\frac{\partial T_2}{\partial x} = 0 \quad \text{en } x = L^*, x = 0$$

$$-\frac{\partial T_1}{\partial y} = f(t)(H(x) - H(x-b)) \quad \text{en } y = -e^* \text{ et } 0 < x < a^*$$

$$T_2 = 0 \quad \text{en } y = l$$

$$T_1 = T_2 \quad \text{et} \quad \lambda^* \frac{\partial T_1}{\partial y} = \frac{\partial T_2}{\partial y} \quad \text{en } y = 0$$

$$\frac{\partial T_2}{\partial y} = 0 \quad \text{en } y = 0, a^* < x < L^*$$

$$T = 0 \quad \text{à } t = 0$$

2. Résolution du problème

2.1 transformée de Laplace

On applique la transformée de Laplace sur le temps dans le système (2):

$$\theta(x, y, p) = \int_0^{\infty} T(x, y, t) \exp(-pt) dt \quad (3)$$

2.2 Résolution dans le milieu 1

En suivant un schéma de différences finies classique, on discrétise les températures seulement suivant l'axe x . Il vient pour le nœud k :

$$\frac{d^2 \theta_l^k}{dy^2} + \frac{\theta_l^{k-1} - 2\theta_l^k + \theta_l^{k+1}}{\Delta x^2} = \frac{\rho c^*}{\lambda^*} p \theta_l^k$$

$$\phi_l^k = -\Delta x \lambda^* \frac{d\theta_l^k}{dy} \quad (4)$$

Le système à $2(N+1)$ équations différentielles peut se réécrire sous la forme :

$$\frac{d}{dy} \begin{bmatrix} \theta_l(y) \\ \phi_l(y) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \mathbf{0} & \frac{-1}{\Delta x \lambda^*} \mathbf{I} \\ \frac{-\lambda^*}{\Delta x} \mathbf{M} - \rho c^* \Delta x p \mathbf{I} & \mathbf{0} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \theta_l(y) \\ \phi_l(y) \end{bmatrix} \quad (5)$$

avec: τ_l and ϕ_l des vecteurs de tailles $N+1$; \mathbf{I} la matrice identité; $\mathbf{0}$ la matrice nulle et \mathbf{M} la matrice telle que:

$$\mathbf{M} = \begin{bmatrix} 1 & -1 & 0 & . & 0 \\ -1 & 2 & -1 & . & . \\ . & -1 & . & . & . \\ . & . & . & 2 & -1 \\ 0 & . & . & -1 & 1 \end{bmatrix} \quad (6)$$

Il vient :

$$\begin{bmatrix} \theta_l(-e^*) \\ \phi_l(-e^*) \end{bmatrix} = \exp \begin{bmatrix} \mathbf{0} & \frac{e^*}{\Delta x \lambda^*} \mathbf{I} \\ \frac{e^* \lambda^*}{\Delta x} \mathbf{M} + e^* \rho c^* \Delta x p \mathbf{I} & \mathbf{0} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \theta_l(0) \\ \phi_l(0) \end{bmatrix} \quad (7)$$

Pour l'étude du comportement thermique de la sonde, on suppose que $e^* \ll 1$, de plus on se place dans le cas du régime permanent ($p=0$). Le développement asymptotique de l'exponentielle de matrice donne l'approximation :

$$\exp \begin{bmatrix} \mathbf{0} & \mathbf{0} \\ \frac{e^* \lambda^*}{\Delta x} \mathbf{M} + e^* \rho c^* \Delta x p \mathbf{I} & \mathbf{0} \end{bmatrix} \cong \begin{bmatrix} \mathbf{I} & \mathbf{0} \\ \frac{e^* \lambda^*}{\Delta x} \mathbf{M} & \mathbf{I} \end{bmatrix} \quad (8)$$

2.3 Résolution dans le milieu 2

Pour résoudre le transfert thermique dans le milieu 2, on utilise la même technique de modélisation (chapitre 2), basée sur une extension de la méthode des quadripôles thermiques à l'aide des transformées intégrales. Dans le cas traité, on applique une transformée de Fourier en cosinus sur la variable x , il vient :

$$\tau_2(\alpha_j, y, p) = \int_0^L \theta_2 \cos(\alpha_j x) dx \quad \text{avec } \alpha_j = j\pi/L^* \quad (9)$$

τ_2 and φ_2 : sont des vecteurs de tailles $(J+1)$; \mathbf{I} la matrice identité de taille $(J+1)^2$; $\mathbf{0}$ la matrice nulle de taille $(J+1)^2$ et α^2 une matrice diagonale composée des termes α_j^2 .

Il vient alors l'expression suivante en régime permanent:

$$\begin{bmatrix} \tau_2(0) \\ \varphi_2(0) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cosh(\alpha y) & \frac{\sinh(\alpha y)}{\alpha y} \\ \alpha y \sinh(\alpha y) & \cosh(\alpha y) \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \tau_2(y) \\ \varphi_2(y) \end{bmatrix} \quad (10)$$

La condition limite $\theta_2(\alpha_j, L, p) = 0$ écrite dans le système (2) donne:

$$\tau_2(\alpha_j, 0, p) = \frac{\tanh(\alpha_j)}{\alpha_j} \varphi_2(\alpha_j, 0, p) \quad (11)$$

2.4 Raccordement des solutions

Il est nécessaire d'adapter la taille $N+1$ du vecteur relatif au milieu 1, à la taille $K+1$ du vecteur à l'interface entre les milieux 1 et 2. On doit alors ajouter à la matrice

\mathbf{M} de taille $N+1$ une matrice nulle de taille $K+1$ ($\mathbf{M}=\mathbf{M}+\mathbf{0}$) et la taille de la matrice \mathbf{I} doit passer de la taille $N+1$ à $K+1$.

L'approximation entre les vecteurs $\begin{bmatrix} \tau_2(0) \\ \phi_2(0) \end{bmatrix}$ et $\begin{bmatrix} \theta_2(0) \\ \phi_2(0) \end{bmatrix}$ peut s'écrire sous

forme matricielle. Cela vient de la décomposition de Fourier :

$$\tau_2(x_k,0) = \frac{1}{L^*} \theta_2(0,0) + \frac{2}{L^*} \sum_{j=1}^J \theta_2(\alpha_j,0) \cos(\alpha_j x_k) \quad (12-a)$$

et :

$$\theta_2(\alpha_j,0) = \frac{\Delta x}{2} \tau_2(0,0) + \Delta x \sum_{k=1}^{K-1} \tau_2(x_k,0) \cos(\alpha_j x_k) + \frac{\Delta x}{2} \tau_1((L^*,0) \cos(\alpha_j L^*)) \quad (12-b)$$

Il vient sous forme matricielle:

$$\begin{bmatrix} \tau_2(0) \\ \phi_2(0) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \mathbf{TFC} & \mathbf{0} \\ \mathbf{0} & \mathbf{TFC} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \theta_2(0) \\ \phi_2(0) \end{bmatrix} \text{ et } \begin{bmatrix} \theta_2(0) \\ \phi_2(0) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \mathbf{TFCI} & \mathbf{0} \\ \mathbf{0} & \mathbf{TFCI} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \tau_2(0) \\ \phi_2(0) \end{bmatrix} \quad (13)$$

Le système complet peut alors s'écrire :

$$\begin{bmatrix} \theta_1(-e^*) \\ \phi_1(-e^*) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \mathbf{I} & \frac{e^*}{\Delta x \lambda^*} \mathbf{I} \\ \frac{e^* \lambda^*}{\Delta x} \mathbf{M} & \mathbf{I} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \mathbf{TFCI} & \mathbf{0} \\ \mathbf{0} & \mathbf{TFCI} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \mathbf{A}(1) & \mathbf{B}(1) \\ \mathbf{C}(1) & \mathbf{D}(1) \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \tau_2(1) \\ \phi_2(1) \end{bmatrix} \quad (14)$$

En tenant compte de l'hypothèse faite précédemment (11), il vient la solution :

$$\theta_1(-e^*) = (\mathbf{TFCI} \mathbf{B} \mathbf{x} \mathbf{D}^{-1} \mathbf{x} \mathbf{TFC} \mathbf{x} (\frac{e^* \lambda^*}{\Delta x} \mathbf{M} * \mathbf{x} \mathbf{TFCI} \mathbf{B} \mathbf{x} \mathbf{D}^{-1} \mathbf{x} \mathbf{TFC} + \mathbf{I})^{-1}) \phi_1(-e^*) \quad (15)$$

2.5 Conclusion

La solution (15) est à comparer à la solution obtenue en considérant le transfert unidirectionnel dans le milieu 1 et bidimensionnelle dans le milieu 2, tel que nous l'avons supposé pour les diverses modélisations présentées dans ce texte :

$$\begin{bmatrix} \theta_1^{1D}(-e^*) \\ \phi_1^{1D}(-e^*) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \mathbf{I} & 0 \\ \rho c^* e^* p \mathbf{I} & \mathbf{I} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \theta_2^{1D}(0) \\ \frac{\sqrt{p \mathbf{I} + \alpha^2}}{\tanh(\sqrt{p \mathbf{I} + \alpha^2})} \theta_2^{1D}(0) \end{bmatrix} \quad (16)$$

ou encore :

$$\theta_1^{1D}(-e^*) = \frac{\phi_1^{1D}(-e^*)}{\rho c^* e^* p \mathbf{I} + \frac{\sqrt{p \mathbf{I} + \alpha^2}}{\tanh(\sqrt{p \mathbf{I} + \alpha^2})}} \quad (17)$$

Il vient en régime permanent :

$$\theta_1^{1D}(-e^*) = \frac{\tanh(\alpha) \phi_1^{1D}(-e^*)}{\alpha} \quad (18)$$

Sur les figures 2-a et 2-b sont représentées les évolutions des deux températures, en régime permanent, en fonction de l'abscisse x.

Sur la figure 2-a, nous avons représenté l'évolution des températures ((15) et (18)), pour un jeu de paramètres conformes à nos données expérimentales et notamment pour une conductivité thermique réduite égale à 1. Dans ce cas, et pour une fine épaisseur de la couche 1, il ressort que l'hypothèse, selon laquelle le transfert dans la couche 1 est unidirectionnel, est valable. Pour une conductivité thermique réduite égale à 10000 (figure 2-b) et au-delà, c'est à dire si la couche 1 est beaucoup plus conductrice que la couche 2, il apparaît alors des phénomènes de dispersion latérale, et notre hypothèse n'est alors plus valable.

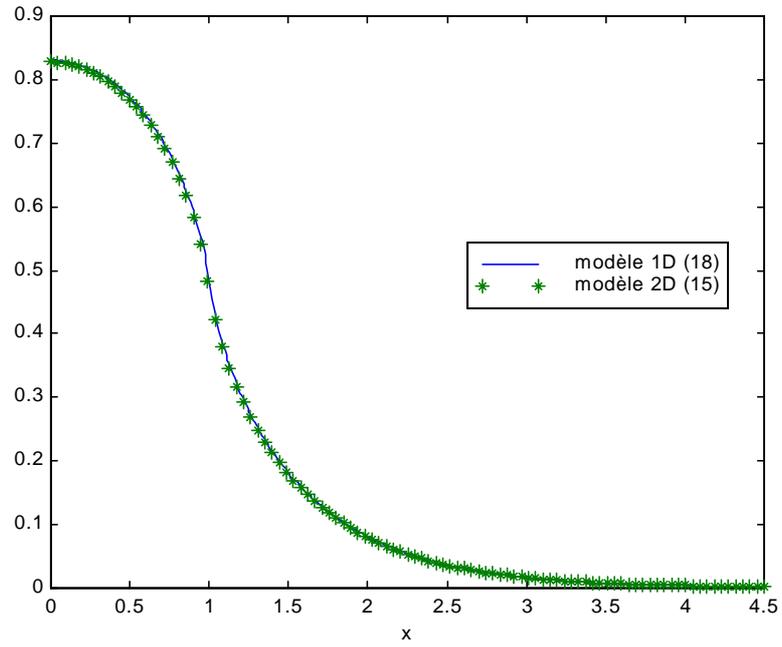


Figure 2-a

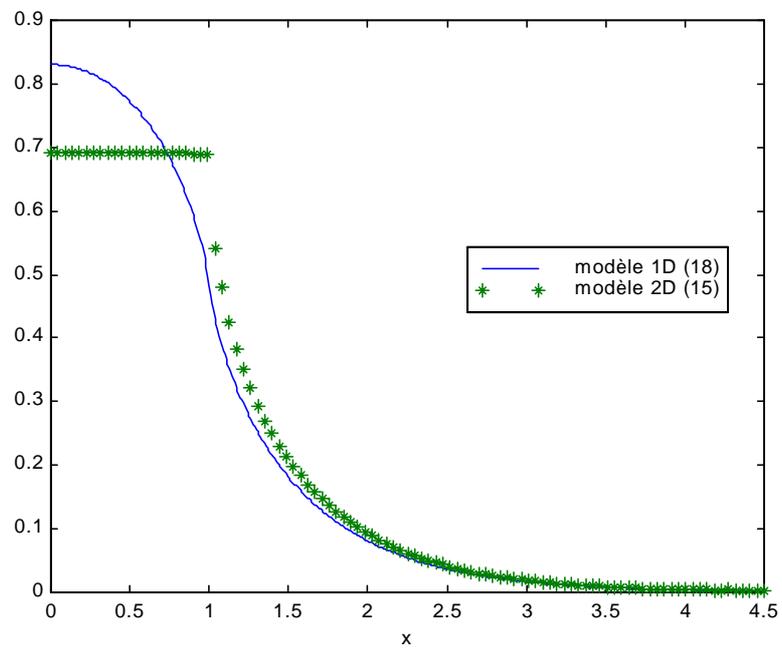


Figure 2-b

$$L^*=4.5 ; e^*=0.025 ; b^*=a^*=1$$

Le paramètre réduit permettant ou non de prendre en compte l'hypothèse de conduction longitudinale est le produit $e^*\lambda^*$.

La figure 3 permet en fonction des valeurs nominales de $e^*\lambda^*$ de vérifier si on est dans les conditions d'application de l'hypothèse de transfert 1D dans la sonde

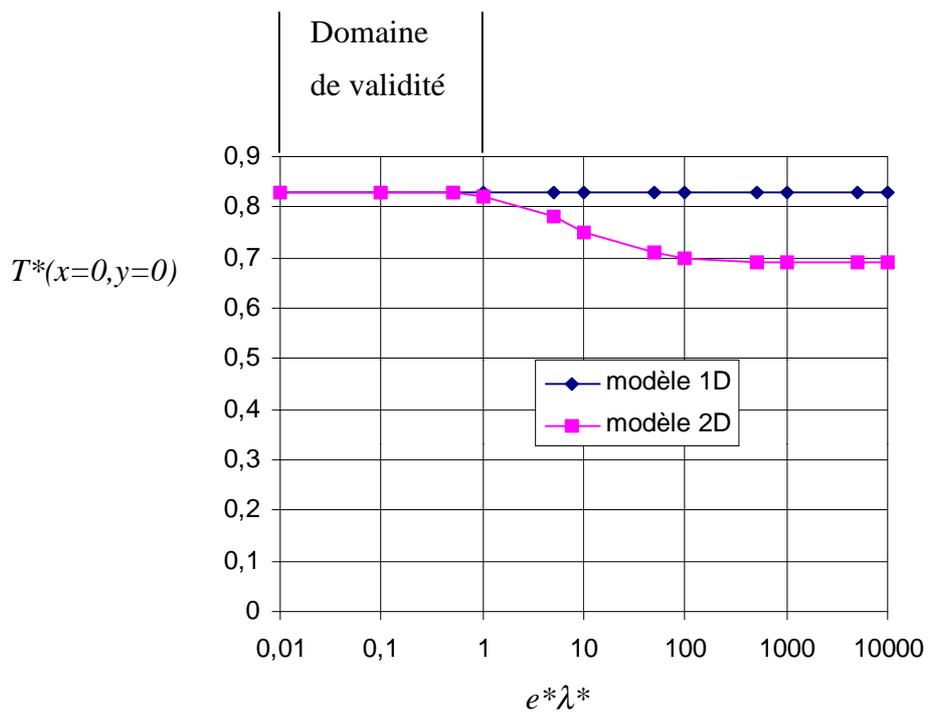


Figure 3

Mise au point de dispositifs de caractérisation thermophysique de matériaux isolants solides ou pâteux – Extensions aux fluides cisailés.

Nous développons, à partir de méthodes existantes (fil chaud, plan chaud, ...), des nouvelles techniques de mesure de propriétés thermophysiques adaptées aux matériaux super isolants. Il s'agit de déterminer la conductivité thermique et la chaleur volumique de l'échantillon. La sonde à choc thermique offre tous les avantages d'un capteur. En un dispositif compact, on réalise un instrument peu intrusif, qui peut, par étalonnage, permettre de remonter à de nombreuses propriétés d'un matériau (humidité, densité etc...). Nous associons une couche très isolante à une couche conductrice semi-infinie afin de concevoir un instrument de mesure de conductivité thermique de super-isolant d'épaisseur finie. La couche conductrice est alors un moyen technologique simple pour imposer des conditions limites. L'excitation thermique est appliquée avec un ruban ou une pastille chauffante. Un développement de ce type de dispositif est envisagé pour la caractérisation d'une couche fluide cisailée (en écoulement de Couette) par un bloc de laiton cylindrique en rotation. L'intérêt, sur le plan expérimental, est ici de ne pas avoir à instrumenter les parties en mouvement. La modélisation, développée à l'aide d'une extension du formalisme des quadripôles thermiques, tient compte du transfert conductif bidimensionnel dans l'échantillon, et le milieu semi-infini. La comparaison des modèles plus ou moins simplifiés, ainsi que l'étude de sensibilité permettent de choisir le jeu de 3 paramètres pertinents identifiables : l'inertie de la sonde (estimée sur un matériau de référence), la chaleur volumique de l'échantillon, et la conductivité thermique de l'échantillon. Une étude expérimentale sur des matériaux de référence permet de valider nos méthodes et quelques exemples d'applications sont présentés.

A new simple device to estimate thermophysical properties of super insulating materials – Thermal characterization of fluid layer shared

We develop a new simple device based on existing methods to estimate thermophysical properties of insulating materials. We determine the thermal conductivity and the volumic heat of a sample. The classical probe offers all the advantages of a sensor. In a compact device, we have a no intrusive instrument, which can by calibration determine many properties of a material (moisture, density, etc). The new device proposed here tries to combine all the advantages of the previous methods. The main idea is to control the heat flux diffusion inside the insulating sample by addition of a highly conductive metal support. The conducting layer is then a simple technological means to impose boundary conditions. No regulated heat sink and flux meter is then needed. The thermal excitation is applied with a heating disc or ribbon. A development of this kind of device is considered for the thermal characterization of a fluid layer sheared (in Couette flow) by a brass cylindrical block in rotation. It is not necessary to instrument the moving parts on the experimental device. The modeling developed using an extension of the quadripole formalism, takes account of the two-dimensional conductive transfer in the sample, and the semi-infinite medium. The comparison of the more or less simplified models, and the study of sensitivity, proves it is possible to estimate 3 parameters : the inertia of the probe (estimated on a material of reference), the volumic heat of the sample, and the thermal conductivity of the sample. An experimental study on materials of reference validate our methods and some examples of applications are presented.