



Mémoire de fin cycle Master d'Ingénierie

Option : Energie

MESURE DES PROPRIETES THERMOPHYSIQUES DES
MATERIAUX REFRACTAIRES PAR VOIE SOLAIRE



Présenté et soutenu publiquement le 27/06/2011 par :

Sévérin Tchini TANO

Travaux dirigés par : **Pr Xavier PY**

Antoine MEFFRE, Doctorant

Jury:

Président : **Pr Yézouma COULIBALY**

Membres et correcteurs : **Dr Yao AZOUMAH**

M. Daniel YAMEGUEU

M. Henri KOTTIN

Promotion 2010/2011

A

Mon défunt Père KOUAME Tanoh

Ma défunte Mère AKE Ossouko Yolande

Mes Frères et Sœurs

La grande famille Maternelle et Paternelle

Mes amies et amis

Tous ceux qui m'apportent soutien moral, spirituel et financier

Je dédie ce modeste travail.

REMERCIEMENTS

Je voudrais tout d'abord remercier le Professeur Xavier PY et le Docteur Yao AZOUMAH, pour avoir facilité ma participation à la bourse de mobilité de l'AUF.

Je remercie le Bureau AFRIQUE de l'Ouest de l'Agence Universitaire de la Francophonie (AUF) qui m'a accordé cette Bourse de mobilité Master.

Je remercie Régis OLIVES, Maître de conférences, Antoine MEFFRE, Amélie KERE, l'ensemble des doctorants et stagiaires de l'équipe SHPE.

Mes remerciements s'adressent aux personnels administratifs et scientifiques du laboratoire PROMES.

Je remercie le Professeur Bernard FOURCHER pour sa parfaite collaboration.

Je voudrais remercier tout le personnel de l'institut International de l'ingénierie de l'Eau et de l'Environnement (2IE).

Mes remerciements vont à l'endroit du chef d'UTER Génie Energétique et son personnel.

Grand merci à mes collègues de classe pour leur franchise dans la collaboration

Je voudrais remercier de tout cœur mes Parents qui m'ont accompagné tout au long de ma formation au 2iE.

Sommaire

Résumé.....	4
I. INTRODUCTION GENERALE.....	6
a. Objectif du travail	7
b. Cadre d'étude.....	7
II. Etude Bibliographique	8
Introduction	8
✓ Définition des notions de base	8
- La conductivité thermique.....	8
- La diffusivité thermique.....	8
1. Les méthodes en régime permanent ou stationnaire	9
1. a-La méthode de la plaque chaude gardée (ISO 8302) [9]	9
1. b- La méthode des boîtes [12,13]	10
1. c-La méthode de la barre divisée [18,20]	11
2. Les méthodes en régime transitoire	12
2. a- La méthode du fil chaud (ISO 8894) [9]	12
2. b-La méthode flash	13
2. c-Méthodes utilisant les oscillations de température	14
- La barre métallique mince.....	15
- Le disque isolant [7]	15
- Méthode avec excitation sinusoïdale [7]	15
Conclusion.....	16
III. Présentation de la nouvelle méthode.....	17
IV. Modèles Mathématiques	18
a. 1 ^{ère} Approche : cas d'un mur semi-infini.....	18
b. 2 ^{ème} approche : cas d'un mur fini.....	19
c. 3 ^{ème} approche : cas d'un cylindre semi- infini.....	22
✓ Etude de l'influence du nombre de Biot Radial Bi	26
✓ L'influence position radiale sur le rapport d'amplitude	27
Conclusion.....	28
V. Modèle numérique.....	29

1. Les équations.....	29
2. Présentation du modèle.....	29
3. Résultat Modèle :.....	30
VI. Expérimentation	32
✓ Protocole expérimental	33
✓ Résultats expérimentaux.....	36
✓ Analyses et Interprétations des résultats.....	38
VII. CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES	40
Références bibliographiques	42
ANNEXES	44

LISTE DES FIGURES

Figure 1: Schéma de principe plaque chaude gardée	10
Figure 2: schéma de principe méthode des boîtes	10
Figure 3: Schéma de principe méthode de la barre divisée	12
Figure 4: principe de la méthode du fil chaud.....	13
Figure 5: Schéma de principe la méthode flash	14
Figure 6: Schéma de principe de la barre mince	15
Figure 7: Four solaire d'Odeillo et principe de fonctionnement.....	17
Figure 8: photo et coupe du réacteur	17
Figure 9: Courbe théorique du logarithme du rapport d'amplitude en fonction de la variable réduite x^*	26
Figure 10: Courbe théorique du déphasage en fonction de la variable réduite	27
Figure 11: courbe théorique du rapport d'amplitude en fonction de la position radiale.....	27
Figure 12: position du thermocouple dans le sens radial	28
Figure 13: Profil de température modèle COMSOL	30
Figure 14: droite du Logarithme du rapport des amplitudes en fonction.....	31
Figure 15: Droite du déphasage en fonction de la variable réduite (Modèle COMSOL)	31
Figure 16: schéma de principe de l'outil de mesure de la diffusivité thermique	32
Figure 17: Profil de température (Vitesse: 2500°C/min)	34
Figure 18: Profil de température (Vitesse: 100°C/min)	34
Figure 19: Profil de Température avec le nouveau protocole	36
Figure 20: Procédure de mesure de l'amplitude et du déphasage.....	37
Figure 21: logarithme du rapport d'amplitude en fonction de la profondeur réduite	37
Figure 22 : déphasage en fonction de la profondeur réduit.....	38

Résumé

Un nouvel outil de caractérisation des matériaux réfractaires est en cours de développement au laboratoire PROMES-CNRS. Un dispositif permet de concentrer les rayons solaires au foyer focal d'une parabole. A partir d'un système de régulation, une température pseudo-sinusoidale est imposée à la surface du matériau à caractériser. L'amplitude de l'oscillation décroît exponentiellement le long du matériau avec un déphasage.

La mesure du changement d'amplitude et du déphasage de la propagation des ondes de température permettent de remonter à la diffusivité thermique du matériau. Les modèles mathématiques développés ont permis de voir l'influence des paramètres thermiques et géométriques sur la mesure de la diffusivité thermique.

Mots clés : matériaux de stockage thermique, Diffusivité thermique, propriétés thermophysiques, chauffage périodique, oscillation de température.

Abstract

A new instrument of characterization of the refractory materials is in progress of development in the laboratory PROMES-CNRS. A device allows to concentrate the solar rays with the focal hearth of a parabola. Starting from a system of regulation, a pseudo-sinusoidal temperature is imposed on the surface of material to be characterized. The amplitude of the oscillation decreases exponentially along the length of the rod with a phase shift.

The measure of these two properties (amplitude and phase shift) of wave propagation can give the estimation of thermal diffusivity of the materials.

The developed mathematical models made it possible to see the influence of the thermal and geometrical parameters to the measure of thermal diffusivity.

Keywords: thermal storage materials, thermal diffusivity, thermophysical properties, periodic heating, temperature oscillation

NOMMENCLATURE

a : la diffusivité thermique du matériau (m²/s)

λ : la conductivité thermique (W/mK)

ρ : la masse volumique (kg/m³)

C_p : est la chaleur spécifique

T : la température (K)

α: la pente de la droite ln(T(x)/T₀) ou Φ(x)

τ : la période (s)

Φ(x) : le déphasage

β : nombre adimensionnel $\beta = L \sqrt{\frac{\pi}{a \tau}}$

β' : nombre adimensionnel $\beta' = \beta \frac{R}{L}$

i : nombre complexe (i²=-1)

Bi : le nombre de Biot radial $Bi = \frac{hR}{\lambda}$

h : le coefficient d'échange global (rayonnement et convection)

ABREVIATIONS

ANR : Agence Nationale de la Recherche

AUF : Agence Universitaire de la Francophonie

CNRS : Centre National de Recherche Scientifique

PROMES : Laboratoire PROcédés, Matériaux et Energie Solaire

I. INTRODUCTION GENERALE

Les problématiques de raréfaction des énergies fossiles et de réchauffement climatique liées aux gaz à effet de serre (GES) incitent à diminuer les dépenses énergétiques et à valoriser les rejets thermiques des procédés existants.

Le développement des énergies renouvelables est fortement inhibé par le caractère intermittent et imprévisible de leurs sources ainsi que le décalage entre leurs productions et la demande du marché correspondant. Leur intégration aux réseaux de distributions existant est ainsi plus souvent ressentie comme une contrainte plutôt qu'une opportunité.

Parmi les principaux outils envisagés pour répondre à ces problématiques, le stockage de l'énergie thermique est souvent mentionné. Le laboratoire PROMES en collaboration avec plusieurs partenaires industriels travaille à identifier les matériaux pour le stockage thermique et leur intégration dans les différents procédés d'application potentiels.

Une première étude développée dans le cadre d'un projet ANR (ANR MatePro Solstock 2007-2010 PROMES-CEMHTI-CRISTOPIA) consacré au stockage thermique pour centrales électrosolaires thermodynamiques a permis d'identifier un certain nombre de candidats à forts potentiels : céramique issue de la vitrification de déchets amiantés, céramique issue de la vitrification de cendres volantes, laitiers de la métallurgie, mâchefers issus de l'incinération des ordures ménagères, céramiques issues du recyclage des tubes cathodiques, sous produits du recyclage des piles électriques, Ces matériaux nouveaux présentent des propriétés thermophysiques qui ne se retrouvent pas dans les tables habituelles. Hétérogènes en grande partie, les outils de caractérisation disponibles ne sont pas adaptés. Or l'utilisation d'un matériau pour le stockage thermique nécessite une maîtrise parfaite de ces propriétés thermophysiques (de la résistance aux chocs thermiques, la résistance à la fatigue, diffusivité thermique). La valorisation de ces matériaux passe par la mise en place de moyens adaptés pour leur caractérisation jusqu'à 1000°C.

L'équipe SHPE acteur majeur dans le domaine du stockage thermique se trouve aujourd'hui confronter à cette problématique. A cet effet un montage expérimental disponible au laboratoire servant à l'étude des chocs thermiques ainsi que à l'étude du vieillissement des matériaux a été adapté pour les mesures de diffusivité thermique.

D'où cette étude « **mesure des propriétés thermophysiques des matériaux réfractaires par voie solaire** », permettra d'aborder la question de mesure de diffusivité thermique des matériaux réfractaires.

a. Objectif du travail

L'objectif de ce travail est de mesurer la diffusivité thermique des matériaux par voie solaire en régime périodique établi.

Pour ce faire dans un premier temps, il a fallu faire une étude bibliographique sur les méthodes de mesure suivi d'une définition de modèles mathématiques et des paramètres à prendre en compte dans la détermination de la diffusivité thermique. Dans un second temps les transferts thermiques ont été modélisés avec le logiciel d'éléments finis : COMSOL® et enfin ce modèle a été validé par des expériences.

b. Cadre d'étude

Le stage s'est déroulé au laboratoire PROMES (PROcédés, Matériaux et Energie Solaire). Ce laboratoire est une unité propre de recherche du CNRS, il est dirigé par Gilles Flamant, et est localisé sur deux sites : à Odeillo-Font Romeu, site du Four Solaire Félix Trombe et à Perpignan, site de Tecnosud.

Globalement, la recherche est structurée en deux axes repartis en équipe:

Axe 1 :	Axe 2 :
- Equipe Matériaux Hautes Températures pour l'Espace et l'Energie (MHTE2) - Equipe Traitements de Surface et Matériaux pour applications thermomécaniques et photovoltaïques (TSM)	- Equipe Vecteurs Energétiques Durables (VED) - Equipe Thermodynamique, Energétique et Systèmes réactifs (TES) - Equipe Stockage pour Hélioprocédés Photochimiques et Energétiques (SHPE)

C'est précisément dans l'équipe Stockage pour hélioprocédés photochimiques et énergétiques (SHPE) dirigé par Vincent Goetz, chargé de recherches que ce travail a été effectué.

II. Etude Bibliographique

Introduction

Les Scientifiques et Ingénieurs ont attachés une grande importance à la détermination des propriétés thermophysiques des matériaux depuis plusieurs centaines d'années. L'étude des propriétés thermophysiques s'est accentuée ces dernières années avec le vaste développement des nouveaux matériaux et l'avènement des nouvelles technologies de mesure. Ces propriétés thermophysiques sont particulièrement la conductivité et la diffusivité thermique.

Les méthodes développées pour les mesurer sont principalement classés en deux catégories :

- Les méthodes en régime permanent (stationnaire) pour la mesure de conductivité thermique
- Les méthodes en régime transitoire ou dynamique (instationnaire) pour la mesure de diffusivité thermique.

✓ Définition des notions de base

- La conductivité thermique

La conductivité thermique est l'une des propriétés thermophysiques recherchées pour les matériaux de stockage. Elle mesure la capacité d'un matériau à conduire de la chaleur. Elle dépend de la nature du matériau et de la température.

En régime permanent, dans le cas le plus simple de l'écoulement unidimensionnel de chaleur à travers un mur homogène d'épaisseur e et de températures uniformes T_1 et T_2 , ce flux de chaleur Φ (W) s'exprime sous la forme :

$$\Phi = \frac{\lambda}{e} * (T_1 - T_2) * S \quad (1)$$

- La diffusivité thermique

La propriété qui régit le flux de chaleur en régime transitoire est la diffusivité thermique. La diffusivité thermique traduit l'aptitude du matériau à diffuser la chaleur. Elle est liée en régime stationnaire à la conductivité thermique suivant la relation :

$$a = \frac{\lambda}{\rho c p} \quad (2)$$

La diffusivité thermique mesure la rapidité avec laquelle un corps peut changer de température. Elle augmente avec la capacité d'un corps à conduire de la chaleur à travers la conductivité thermique et diminue avec la quantité de chaleur nécessaire pour changer la température d'un corps. Ainsi la diffusivité est fonction de la température.

1. Les méthodes en régime permanent ou stationnaire

Ces méthodes ne s'occupent que de la mesure de la conductivité thermique des matériaux. Elles reposent sur un principe qui consiste à instaurer un gradient de température stationnaire et monodimensionnel au sein du matériau et à déterminer ensuite la conductivité thermique à l'aide de la loi de Fourier.

Si on considère un échantillon d'épaisseur e on peut déduire la conductivité en utilisant l'expression suivante :

$$\lambda = \frac{S \cdot \Phi}{e \cdot (T_1 - T_2)} \quad (3)$$

Avec :

S : la surface traversée par le flux (m^2) $T_1 - T_2$ la différence de température (K)

e : épaisseur du matériau (m)

1. a-La méthode de la plaque chaude gardée (ISO 8302) [9]

Le principe du montage expérimental consiste à maintenir une différence de température ΔT entre deux plaques, A et B, planes, parallèles et portées respectivement aux températures constantes T_A et T_B . Un échantillon du matériau à étudier, solide faiblement conducteur, est placé entre les deux plaques (figure 1). La méthode de la plaque chaude gardée a été développée pour la mesure des faibles conducteurs thermiques (Gustafon et al 1981 ; Pradhan et al 1991).

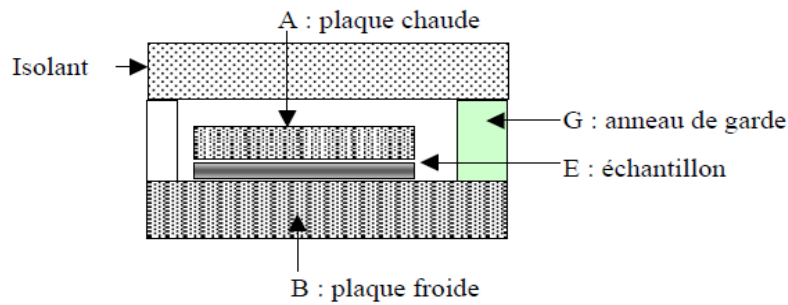


Figure 1: Schéma de principe plaque chaude gardée

Soit e l'épaisseur de l'échantillon et le flux thermique en régime stationnaire par unité de surface, transféré d'une plaque à l'autre. La conductivité thermique λ du matériau est donnée par :

$$\lambda = \frac{e \cdot \Phi}{\Delta T} \quad (4)$$

Avec $\Delta T = T_A - T_B$

Afin d'éviter les phénomènes de bord, la plaque A est entourée d'un anneau portée à la même température T_A . L'intervalle qui sépare l'anneau de garde de la plaque A est suffisamment petit pour éviter une perturbation trop importante du flux thermique sur les bords de la plaque. La précision de la mesure dépendra de celles des quantités figurants dans l'équation.

1. b- La méthode des boîtes [12,13]

Le principe de cette méthode, mise au point par le Laboratoire d'Etudes Thermique et Solaires de l'université Claude Bernard de Lyon, est schématisé sur la figure 2.

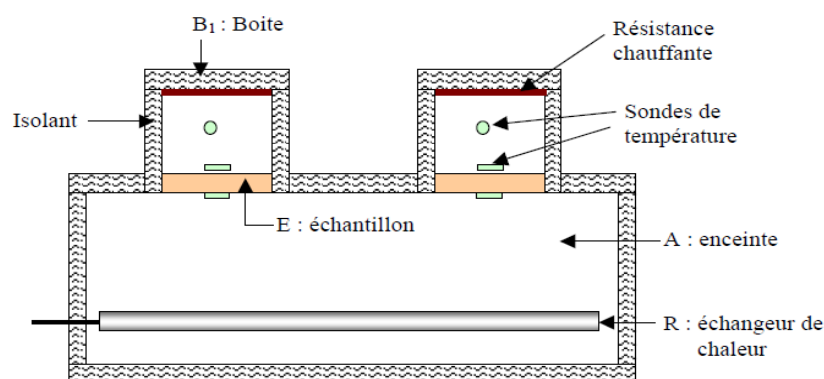


Figure 2: schéma de principe méthode des boîtes

C'est une méthode qui permet de déterminer la conductivité thermique par un bilan énergétique :

- l'effet Joule produit par l'élément chauffant C :

$$\Phi_j = \frac{V_I}{R} \quad (5)$$

- les déperditions thermiques à travers la boîte B :

$$\Phi_d = C_1 \cdot (T_B - T_{am}) \quad (6)$$

- le flux conductif à travers l'échantillon :

$$\Phi_c = \frac{\lambda s}{e} (T_c - T_f) \quad (7)$$

On sait que : $\Phi_j = \Phi_d + \Phi_c$

Donc on déduit que :

$$\lambda = \frac{e}{s(T_c - T_f)} \left(\frac{V^2}{R} - C_1 \cdot (T_B - T_A) \right) \quad (8)$$

Cette méthode a été utilisée pour déterminer la conductivité thermique de la terre stabilisée au ciment, utilisée dans la construction au nord Maroc [13], du liège granulaire et compact [14] et du mortier à base du ciment et de sable [15]. Un étalonnage réalisé sur le polystyrène expansé donne des résultats satisfaisants [15].

$\lambda_{\text{littérature}} \text{ (W/m.K)}$	λ_{exp}
0.043	0.04357

1. c-La méthode de la barre divisée [18,20]

Un montage existant au laboratoire PROMES, permet de caractériser les matériaux au départ à la température ambiante. Dans un appareil à barre divisée, l'échantillon est inséré dans une pile expérimentale entre deux blocs conducteurs. Un flux de chaleur q est apporté sur une des extrémités de la pile expérimentale, tandis qu'un flux de chaleur est prélevé sur l'autre extrémité.

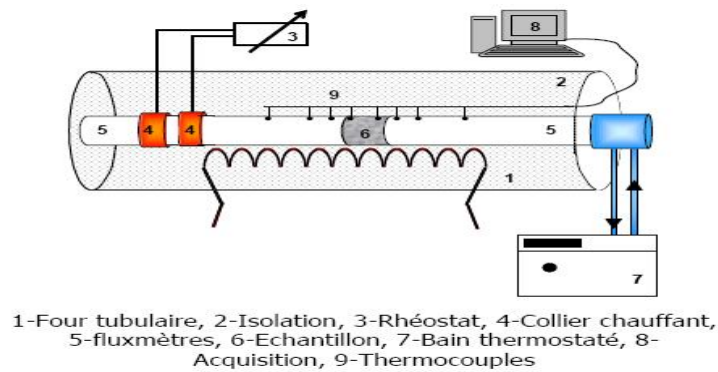


Figure 3: Schéma de principe méthode de la barre divisée

De manière générale, les problèmes des méthodes en régime permanent sont d'ordres expérimentaux :

- Le temps d'atteinte du régime permanent très long,
- L'obtention d'un flux unidirectionnel dans l'échantillon,
- La mesure de ce flux et les températures avec précision,
- Le maintien constant dans le temps et homogènes dans l'échantillon certains paramètres tel que le coefficient de convection h .
- Les méthodes utilisant l'eau présente l'inconvénient d'une migration de l'humidité en raison de la longue durée de l'expérience. Cette migration pourrait modifier la composition de l'échantillon.

2. Les méthodes en régime transitoire

2. a- La méthode du fil chaud (ISO 8894) [9]

Elle est adaptée pour la mesure de la conductivité thermique des liquides et des solides, y compris à haute température (études des céramiques). Elle consiste à placer à l'intérieur du matériau un fil chauffant parcouru par un courant électrique et à relever la température.

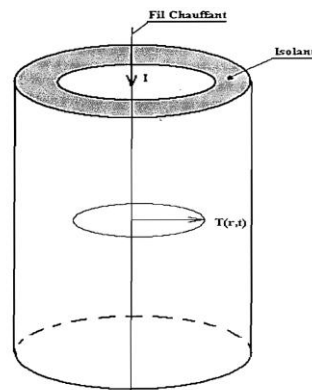


Figure 4: principe de la méthode du fil chaud

La conductivité thermique est donnée par la relation :

$$\lambda = \frac{\Phi}{4\pi * l * \tan \alpha} \quad (9)$$

Avec :

l la longueur du fil (m)

Φ le flux linéaire traversant le fil (w/m)

α l'angle déterminé à partir du thermogramme de monté en température.

Domaine d'application : isolants lourds dans la gamme de température de 20 à 1500°C [9] et matériaux céramiques à conductivité thermique élevée.

2. b-La méthode flash

Cette technique de chauffage impulsionnel permet la détermination de la diffusivité thermique des matériaux. Le principe de cette méthode est de produire une impulsion thermique de courte durée sur une face de l'échantillon parfaitement isolée de la périphérie et d'observer l'évolution temporelle de la température en un ou plusieurs points de la face non irradiée.

Elle peut être face avant, on parlera de méthode flash avant ou face arrière, méthode flash arrière [9]. Toutefois le principe reste le même.

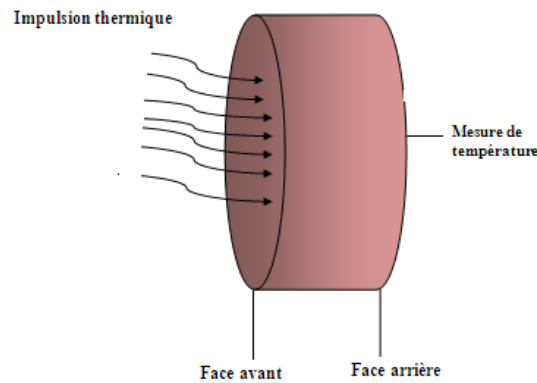


Figure 5: Schéma de principe la méthode flash

La méthode flash arrière est l'une des techniques expérimentales la plus utilisée dans les laboratoires et industries. Son application aux matériaux solides est bien documentée. Elle est acceptée comme méthode standard (BNM) [19], pour la détermination de la diffusivité thermique.

Plusieurs auteurs ont travaillé sur l'amélioration de la méthode et proposent des modèles, on parlera de deux modèles permettant de calculer la diffusivité thermique (voir annexe).

Domaine d'application :

La méthode flash est appliquée à plusieurs domaines

- Pour tout matériau homogène dans la gamme de température de -190 à 2000° C [9],
- L'appareil LFA 427 développé par la société Netzsch est adapté pour la température de -70 à 2000°C et a été testé sur plusieurs matériaux (POCO graphite, Bio-Al₂O₃, alliage d'Aluminium...) (www.netzsch-thermique.com).
- matériaux homogènes isotropes, composites, polymères, verres, métaux, matériaux réfractaire, isolants solides et les revêtements [11]

2. c-Méthodes utilisant les oscillations de température

Avec ces méthodes : une source de chaleur périodique est appliquée sur l'une des faces du matériau. Il en résulte une oscillation de la température avec la même fréquence sur toute la longueur. La mesure du changement d'amplitude et de phase de propagation des ondes de température permettent d'estimer la diffusivité thermique du matériau. Retenons quelques techniques :

- **La barre métallique mince**

La technique probablement la plus connue et la plus ancienne pour la mesure de la diffusivité thermique fut établie par Angström [19], en 1861 quand il essaya de déterminer la conductivité du cuivre et du fer. Dans son étude, il chauffa et refroidit consécutivement le centre d'une longue barre de métal, en utilisant un récipient à travers lequel de la vapeur et de l'eau passaient périodiquement. Il utilisa des thermomètres simples, placés dans des cavités à l'intérieur du métal. Après l'obtention d'un régime thermique établi, la diffusivité thermique de la barre a pu être calculée à partir de la formule suivante :

$$\alpha = \frac{\pi * L^2}{\tau * \Phi * \text{Log} A} \quad (10)$$

Où L est la distance entre les deux points de mesure, τ la période du signal thermique, Φ la différence des phases des températures aux deux points de mesure et A le rapport de leurs amplitudes en ces points.

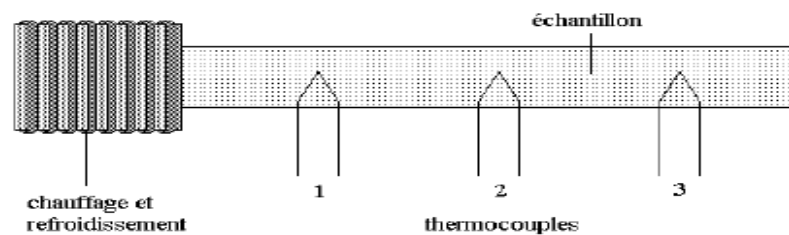


Figure 6: Schéma de principe de la barre mince

- **Le disque isolant [7]**

Les disques du matériau étudié, d'une épaisseur de 5 à 10 mm, sont placés dans une enceinte constituée par deux flasques identiques comportant une gorge périphérique dans laquelle est bobinée une résistance électrique. Le chauffage périodique se fait aux deux extrémités du matériau étudié. Les thermocouples placés au centre des faces au contact des échantillons permettent de relever les températures. Le traitement théorique du système expérimental est assez analogue au précédent.

- **Méthode avec excitation sinusoïdale [7]**

En utilisation un système de chauffage à très faible inertie, on peut réaliser une perturbation thermique dont la variation dans le temps est rigoureusement sinusoïdale (H. Kleimann et Al

1969). Dans ce cas la solution de l'équation de chaleur lorsqu'on suppose que le milieu est semi- infini et que la température est uniforme dans le matériau est :

$$T(x, t) = T_o e^{\left(-x \sqrt{\frac{\omega}{2\alpha}}\right)} * \sin\left(\omega t - x \sqrt{\frac{\omega}{2\alpha}}\right) \quad (11)$$

La mesure des variations de température T_1 et T_2 respectivement en deux points x_1 et x_2 permet de calculer la valeur de la diffusivité thermique.

$$\alpha = \frac{(x_2 - x_1)^2}{2 * (\ln T_2 - \ln T_1)^2} * \omega \quad (12)$$

Conclusion

Au terme notre étude bibliographique, il faut retenir qu'il n'y a pas de méthode universelle de mesure des propriétés thermophysiques des matériaux.

Les méthodes se sont développées au fil des années pour suivre le développement des nouveaux matériaux. Ainsi plusieurs critères sont retenus pour le choix d'une méthode :

- La nature du matériau
- La précision et la fiabilité des données expérimentales
- Le temps de mesure
- Les équipements,
- La source et le mode de chauffage (impulsionnel, périodique)

Les matériaux utilisés par le laboratoire PROMES sont hétérogènes. Leur caractérisation nécessite un échantillon de grande épaisseur. Pour répondre à cette exigence une nouvelle approche de mesure en dynamique est mise en place. Elle est fondée sur la méthode d'oscillation de la température en utilisant comme source de chaleur les rayons solaires.

Dans la suite du document, la méthode est présentée.

III. Présentation de la nouvelle méthode

Le four solaire d'Odeillo [figure] appartenant au laboratoire PROMES-CNRS est équipé sur la face sud du bâtiment, de paraboles à axe vertical. Les héliostats suivent le soleil, réfléchissent leur rayonnement vers la parabole qui les concentre au foyer.



Figure 7: Four solaire d'Odeillo et principe de fonctionnement

Le réacteur composé du matériau à tester, d'un isolant (La brique refractaire) et d'une enveloppe en acier [figure 8] est placé au foyer focal. Trois thermocouples placés à différentes positions (T1(10mm), T2(25 mm) et T3(40 mm)) permettent de relever les profils de température à ces différents points [Figure 8].

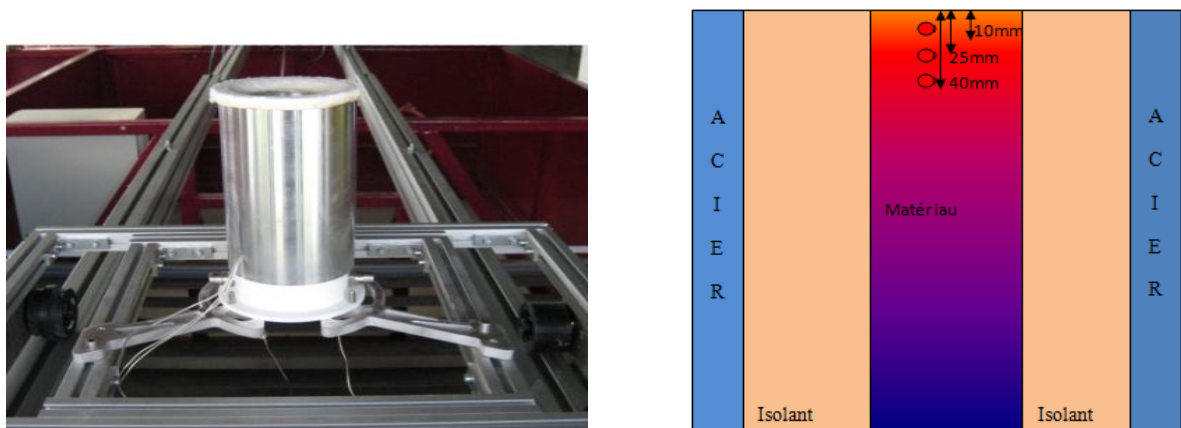


Figure 8: photo et coupe du réacteur

Un signal (température) sinusoïdal avec une amplitude et une fréquence est imposée sur la face supérieure du matériau en contact avec le foyer focal. La régulation de la température est

assurée par un programmeur relié à un pyromètre situé au dessus de l'échantillon, au centre de la parabole. Celui-ci contrôle un obturateur qui règle l'ouverture des pales carbone en fonction de la température de consigne.

L'onde se propage le long du matériau avec la même fréquence. Une atténuation de l'amplitude et un déphasage sont enregistrés à chaque position des thermocouples.

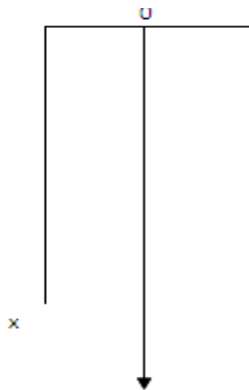
On peut mesurer la diffusivité thermique avec l'amplitude et le déphasage lorsque le milieu est considéré comme « un mur semi- infini ».

IV. Modèles Mathématiques

L'objectif dans cette partie est de déterminer les critères (paramètres expérimentaux) qui permettront de se placer dans les conditions expérimentales optimales.

a. 1^{ère} Approche : cas d'un mur semi-infini

Considérons dans un premier temps le cas d'un mur semi-infini, soumis en $x=0$, à une température sinusoïdale.



L'équation de la chaleur s'écrit:

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = \frac{1}{a} \frac{\partial T}{\partial t} \quad (13)$$

Les conditions initiales et aux limites :

$$\left\{ \begin{array}{ll} x = 0 & T = T_0 \cos \omega t \end{array} \right. \quad (14)$$

$$x \rightarrow \infty \quad T \rightarrow 0 \quad (15)$$

On cherche une solution de la forme (régime périodique établi)

$$T(x, t) = A(x) \cos(\omega t + \Phi(x)) \quad (15)$$

Par la méthode des nombres complexes on obtient :

$$T(x, t) = T_0 e^{-\alpha x} \cos(\omega t - \alpha x) = \mathcal{R}(\bar{T}(x)e^{i\omega t}) \quad (16)$$

Avec $\bar{T}(x) = A(x)e^{i\Phi(x)}$

La diffusivité thermique est déterminée à partir de la pente de la droite du logarithme du rapport des amplitudes.

$$\ln \left| \frac{\bar{T}(x)}{T_0} \right| = -\alpha x \quad (17)$$

$$\text{Avec } \alpha : \text{ la pente de la droite } \quad \alpha = \sqrt{\frac{\omega}{2a}} = \sqrt{\frac{\pi}{a\tau}} \quad (18)$$

De même on peut utiliser la pente de la droite de phase. $\Phi(x) = -\alpha x$, avec la phase $\Phi(x)$ exprimée en radians.

Avec le mur semi- infini les deux pentes sont égales.

- 1- Cette méthode est robuste
- 2- Elle est relativement insensible à une dérive du signal due par exemple à un régime non établi.
- 3- Contrôles possibles de la cohérence des résultats, en particulier en vérifiant la qualité de la droite αx (amplitude et phase) et aussi en effectuant une étude avec 2 ou 3 périodes.

b. 2^{ème} approche : cas d'un mur fini

En réalité le mur est de longueur finie. Il s'agit de déterminer l'influence de la condition limite en $x=L$ et de déterminer un critère pour s'en affranchir.

Nous considérons le cas d'un mur d'épaisseur finie L . Sur l'extrémité $x= L$, on impose une température constante (prise comme référence égale à zéro)



L'équation de la chaleur s'écrit :

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = \frac{1}{a} \frac{\partial T}{\partial t} \quad (19)$$

Les conditions initiales et aux limites

$$\begin{cases} x = 0 & T = T_0 \cos \omega t \\ x = L & T = 0 \end{cases} \quad (20)$$

$$(21)$$

La solution devient :

$$\bar{T}(x) = C \operatorname{sh}(\bar{k}(L-x)) + D \operatorname{ch}(\bar{k}(L-x)) \quad (22)$$

En utilisant les conditions aux limites on obtient :

$$\bar{T}(x) = T_0 \frac{\operatorname{sh}(\bar{k}(L-x))}{\operatorname{sh} \bar{k}l} \quad (23)$$

Avec $\bar{k} = (1+i)\alpha$ $\alpha = \sqrt{\frac{\pi}{a\tau}}$

Soit les nombres adimensionnels suivants :

$$x^+ = \frac{x}{L} \quad y^+ = \frac{L-x}{L} \quad \beta = L \sqrt{\frac{\pi}{a\tau}}$$

Ce qui donne :

$$\bar{T}(x) = T_0 \frac{\operatorname{sh}[\beta(1+i)y^+]}{\operatorname{sh}[\beta(1+i)]} \quad (24)$$

$$\left| \frac{\bar{T}_2}{T_0} \right| = \left\{ \frac{(sh\beta y^+)^2 + (sin\beta y^+)^2}{(sh\beta)^2 + (sin\beta)^2} \right\}^{\left(\frac{1}{2}\right)} \quad (25)$$

$$Arg(\bar{T}_2(x)) = \varphi_1 - \varphi_2 \quad (26)$$

Avec $tg\varphi_1 = \frac{tg\beta y^+}{th\beta y^+}$ et $tg\varphi_2 = \frac{tg\beta}{th\beta}$

Pour comparer la solution de la deuxième approche à celle de la première approche (considérer comme la référence), on définit un rapport $\bar{k}$

$$\bar{k} = \frac{\bar{T}_2(x)}{\bar{T}_1(x)} = \frac{1 - e^{-2\beta(1+i)y^+}}{1 - e^{-2\beta(1+i)}} \quad (27)$$

Avec $\bar{T}_1$ et $\bar{T}_2$ les solutions respectives des cas 1 et 2.

On constate que le rapport d'amplitude et le déphasage (entre les deux problèmes) ne dépendent que de β pour y^+ fixé.

Par exemple pour $0 \leq x^+ \leq \frac{1}{2}$ on obtient $0,998 \leq |\bar{k}| \leq 1$

En ce qui concerne l'écart de phase on obtient en $x=0,5$ $Arg(\bar{k}(x)) = 0,00645$ *Radians* soit $2,58.10^{-3}$ en relatif

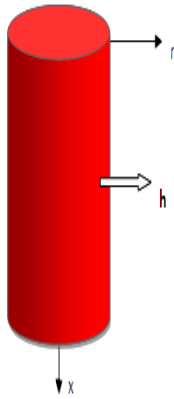
Remarque : si l'on prend le cas flux nul en $x=L$, on obtient un rapport d'amplitude en $x^+ = \frac{1}{2}$ qui devient 1, 002 pour $\beta=5$ et un écart relatif sur la phase $2,57.10^{-3}$

c. 3^{ème} approche : cas d'un cylindre semi- infini

Cette fois, il s'agit d'estimer l'influence des fuites radiales.

Considérons un cylindre semi infini avec un coefficient d'échange thermique h, à la frontière r=R.

Le système à résoudre est le suivant :



$$\frac{\partial^2 T}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T}{\partial r} + \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = \frac{1}{a} \frac{\partial T}{\partial t} \quad (28)$$

$$(I) \quad \left\{ \begin{array}{l} r = R \quad -\lambda \frac{\partial T}{\partial r} = hT \\ x = 0 \quad T = T_0 \cos \omega t \end{array} \right. \quad (29)$$

$$x \rightarrow \infty \quad T \rightarrow 0 \quad (30)$$

$$x \rightarrow \infty \quad T \rightarrow 0 \quad (31)$$

Le coefficient de transfert h tient compte globalement de la convection et du rayonnement.

Nous cherchons une solution périodique établie

$$T(x, r, t) = A_0(x, r) \cos(\omega t + \Phi_0(x, r)) \quad (32)$$

Sa forme complexe est:

$$\bar{T}(x, r) e^{i\omega t} \quad (33)$$

Où $A_0(x, r) = |\bar{T}(x, r)|$ et $\Phi_0(x, r) = \text{Arg}(\bar{T}(x, r))$

En introduisant cette écriture dans le système(I) on obtient le système II suivant :

$$(II) \quad \left\{ \begin{array}{l} \frac{\partial^2 \bar{T}}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial \bar{T}}{\partial r} + \frac{\partial^2 \bar{T}}{\partial x^2} = \frac{i\omega}{a} \bar{T} \\ \text{en } r = R; \quad -\lambda \frac{\partial \bar{T}}{\partial r} = h \bar{T} \\ \text{en } x = 0 \quad \bar{T} = T_0 \\ x \rightarrow \infty \quad \bar{T} \rightarrow 0 \end{array} \right. \quad (34)$$

$$\text{en } r = R; \quad -\lambda \frac{\partial \bar{T}}{\partial r} = h \bar{T} \quad (35)$$

$$\text{en } x = 0 \quad \bar{T} = T_0 \quad (36)$$

$$x \rightarrow \infty \quad \bar{T} \rightarrow 0 \quad (37)$$

On cherche une solution sous la forme :

$$\bar{T}(x, r) = f(r)g(x) \quad (38)$$

(Méthode de séparation des variables). Si on injecte dans (II-34) et on le divise par fg, on obtient :

$$\frac{f''}{f} + \frac{1}{r} \frac{f'}{f} + \frac{g''}{g} = \frac{i\omega}{a} \quad (39)$$

$$\text{Où } F(r) = \frac{f''}{f} + \frac{1}{r} \frac{f'}{f} \text{ et } G(x) = \frac{g''}{g}$$

L'équation (39) n'a de sens que si $F(r) = \text{constante}$ et $G(x) = \text{Constante}$.

Posons donc :

$$F(r) = -\gamma^2$$

$$\text{D'où } G(x) = \frac{i\omega}{a} + \gamma^2 \quad (40)$$

Ce qui nous donne deux équations différentielles :

$$\begin{cases} f''(r) + \frac{1}{r} f'(r) + \gamma^2 f(r) = 0 \\ g''(x) - (\frac{i\omega}{a} + \gamma^2) g(x) = 0 \end{cases} \quad (41)$$

$$(42)$$

L'équation (42) conduit à la solution

$$g(x) = e^{-\bar{\delta}x} \text{ Avec } \bar{\delta}^2 = \frac{i\omega}{a} + \gamma^2$$

L'équation (41) est l'une des formes des équations de Bessel

Soit $f(r) = AJ_0(\gamma r)$ solution de l'équation (41) où J_0 est la fonction de Bessel de 1^{ère} espèce d'ordre 0.

Ainsi $Ae^{-\bar{\delta}x}J_0(\gamma r)$ est une solution de l'équation aux dérivées partielles (II-34)

On doit vérifier les conditions limites (II-35, 36,37), a priori vrai pour (37)

Vérifions pour (II-35)

$$-\lambda \frac{d[J_0(\gamma r)]_R}{dr} = hJ_0(\gamma R) \quad (43)$$

On sait que :
$$\frac{d[J_0(\gamma r)]_R}{dr} = -\gamma J_1(\gamma R) \quad (44)$$

D'où
$$(\gamma R)J_0(\gamma R) = \frac{hR}{\lambda} J_0(\gamma R) \quad (45)$$

On pose $B_i = \frac{hR}{\lambda}$; c'est le nombre de Biot radial, caractérisant les fuites thermiques

La constante de séparation γ doit vérifier l'équation transcendante

$$\alpha J_1(\alpha) - B_i J_0(\alpha) = 0 \quad (46)$$

L'équation (46) possède une infinité de racines.

Ainsi toute fonction de la forme $\bar{T}_n(x, r) = A_n e^{-\bar{\delta}x} J_0(\gamma_n r)$ vérifie dans le système (II) les équations.

Le système étant linéaire, on pourra retenir la solution générale sous forme :

$$\bar{T}(x, r) = \sum_{n=1}^{\infty} A_n e^{-\bar{\delta}x} J_0(\gamma_n r) \quad (47)$$

Il reste à déterminer les coefficients A_n pour satisfaire la condition en $x=0$.

C'est-à-dire $T_0 = \sum_{n=1}^{\infty} A_n J_0(\gamma_n r)$

C'est un développement classique sur la base orthogonale des fonctions de Bessel J_0

Soit $x^* = \frac{x}{R}$ et $r^* = \frac{r}{R}$ les nombres adimensionnels

On peut écrire :

$$\bar{T}(x, r) = \sum_{n=1}^{\infty} A_n e^{-(\bar{\delta}R)x^*} J_0(\alpha_n r^*) \quad (48)$$

Les A_n doivent être tels que :

$$T_0 = \sum_{n=1}^{\infty} A_n J_0(\alpha_n r^*) \quad (49)$$

La relation d'orthogonalité nous donne :

$$\int_0^R r J_0(\alpha_n r) * J_0(\alpha_m r) dr = 0 \quad \text{Si } n \neq m \quad (50)$$

On montre :

$$\int_0^R r J_0(\gamma_n r) dr = \frac{B_i}{\gamma_n^2} J_0(\gamma_n R) \quad (51)$$

Ainsi $A_n = 2 * B_i T_0 \frac{1}{(\alpha_n^2 + B_i^2) J_0(\alpha_n)}$

Ce qui nous conduit à la solution générale suivante :

$$\bar{T}(x, r) = 2T_0 B_i \sum_{n=1}^{\infty} \frac{e^{-(\bar{\delta}R)\frac{x}{R}} J_0(\alpha_n r^*)}{(\alpha_n^2 + B_i^2) J_0(\alpha_n)} \quad (52)$$

Avec $(\bar{\delta}_n R)^2 = (\alpha_n)^2 + (\frac{i\omega}{a})R^2 \quad (53)$

Et $B_i = \frac{hR}{\lambda}$

Sur l'axe du cylindre, on $r^*=0$ on sait que $J_0(0)=1$, (52) devient :

$$\bar{T}(x, r) = 2T_0 B_i \sum_{n=1}^{\infty} \frac{e^{-(\bar{\delta}R)\frac{x}{R}}}{(\alpha_n^2 + B_i^2) J_0(\alpha_n)} \quad (54)$$

On pose $\bar{\delta}_n R = a_n + ib_n$

En comparant l'écriture (53) on obtient :

$$a_n^2 = \frac{\alpha_n^2 + \sqrt{\alpha_n^4 + 4\beta'^4}}{2} \quad (55)$$

$$b_n = \frac{\beta'^2}{a_n} \quad \text{Et} \quad \beta' = \beta \left(\frac{R}{L} \right)$$

$$B_n = \frac{1}{(\alpha_n^2 + B_i^2) J_0(\alpha_n)} \quad (56)$$

Nous retiendrons quatre paramètres :

- Le nombre de Biot radial qui fixe le passage du cylindre au mur

$$B_i = \frac{hR}{\lambda}$$

- β paramètre important pour dire si le milieu est semi- infini.

$\beta = L \sqrt{\frac{\pi}{a\tau}}$ Avec τ : la période (s), L la longueur du cylindre (m) et a la diffusivité thermique (m^2/s)

- $R^* = \frac{R}{L}$ qui fixe l'aspect géométrique du cylindre
- $r^* = \frac{r}{R}$ qui représente la position du thermocouple dans le sens radial. Il s'agira de savoir si le positionnement précis du thermocouple dans le sens est important ou pas

Quelques exemples

A l'aide du logiciel Mathcad, nous montrons l'impact de ces paramètres sur la mesure de diffusivité thermique.

On prendra : $R = 12.5 \text{ mm}$ et $L = 200 \text{ mm}$ et x^* est la variable réduite axiale, $r=0$ (cas de figure envisagé au laboratoire PROMES)

✓ Etude de l'influence du nombre de Biot Radial Bi

Avec le rapport d'amplitude (sur l'axe $r^*=0$)

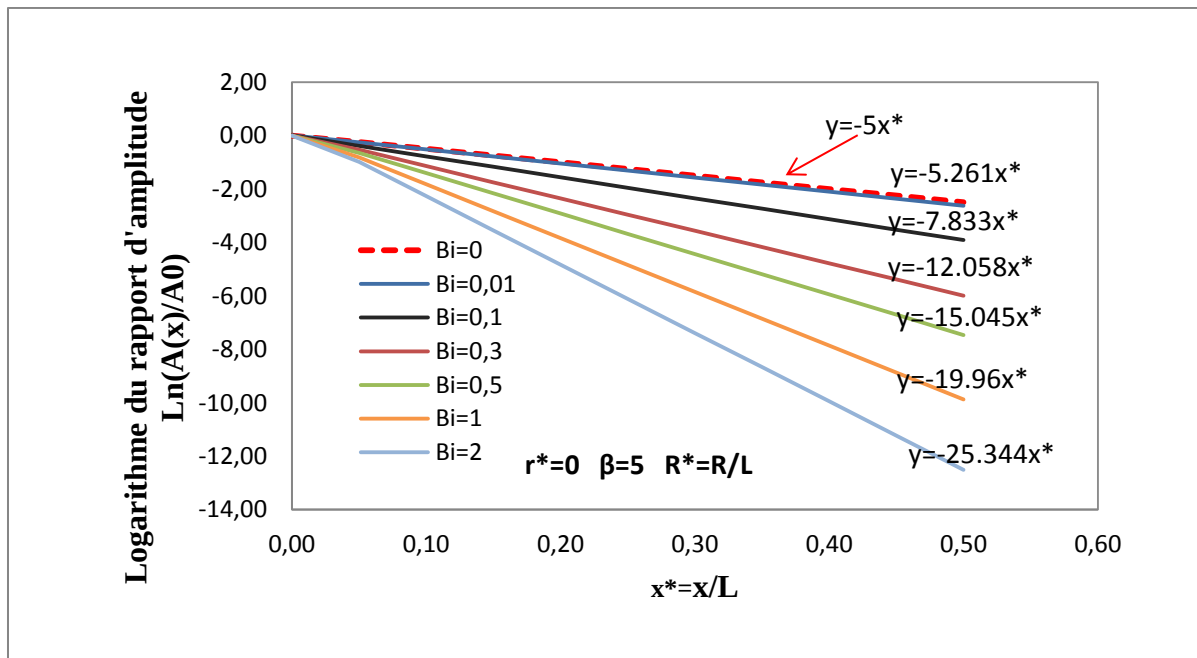


Figure 9: Courbe théorique du logarithme du rapport d'amplitude en fonction de la variable réduite x^*

Nous avons tracé la droite de référence du mur semi infini (correspond à $Bi=0$).

On observe que la distribution reste linéaire pour toutes les valeurs de Biot considérées. Par contre les pentes obtenues sont très sensibles à l'influence des fuites radiales.

Pour les matériaux bons conducteurs ($\lambda > 40 \text{ W/m.K}$) l'influence des pertes radiales est limitée.

Avec le déphasage

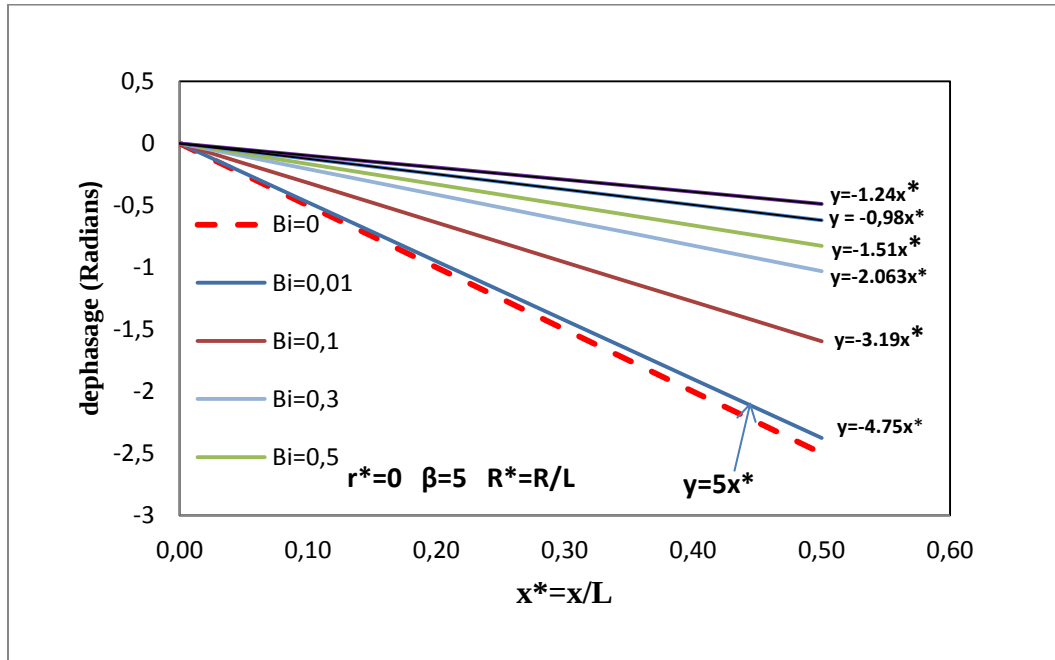


Figure 10: Courbe théorique du déphasage en fonction de la variable réduite

Nous avons tracé la droite de référence du mur semi infini (correspond à $Bi=0$).

On observe que la distribution reste linéaire pour toutes les valeurs de Biot considérées. Par contre les pentes diminuent lorsque les fuites radiales augmentent.

✓ L'influence position radiale sur le rapport d'amplitude

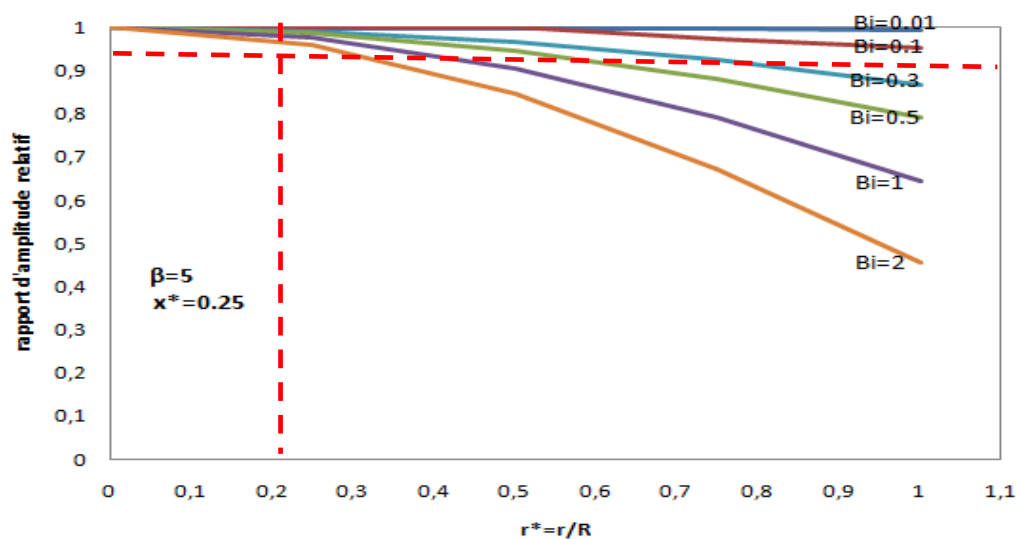


Figure 11: courbe théorique du rapport d'amplitude en fonction de la position radiale

On entend par amplitude relatif, le rapport d'amplitude à une position quelconque r par rapport à l'amplitude en $r=0$ (sur l'axe du cylindre à x^* fixé).

Pour être certain que l'erreur ne dépasse pas 5% sur la mesure du rapport d'amplitude, il faut que les thermocouples soient placés à 25% du rayon dans la gamme de Biot considérée.

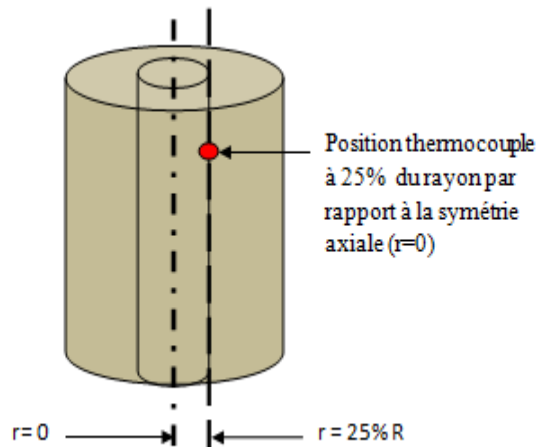


Figure 12: position du thermocouple dans le sens radial

Conclusion

L'approche du mur semi infini permet d'obtenir facilement :

Diffusivité thermique avec la pente de la droite $\ln \frac{A(x)}{A_0} = \alpha x$ et $\phi(x) = \alpha x$ avec $\alpha = \sqrt{\frac{\pi}{a\tau}}$
ou $a = \frac{\pi}{\alpha^2 \tau}$

L'auto- contrôle de la qualité de la mesure réside dans la qualité de linéarité à la fois sur l'amplitude et la phase.

Les deux autres approches ont mis en évidence les paramètres permettant de se rapprocher du mur infini et de leur influence sur la mesure de diffusivité thermique.

Il faut donc trouver un compromis entre ces différents paramètres pour se rapprocher au mieux du milieu semi-infini.

Pour compléter l'étude théorique, il serait intéressant de détailler le comportement de la solution analytique au voisinage de $x=0$, où plusieurs termes seraient nécessaires.

V. Modèle numérique

COMSOL 3.5© est un logiciel utilisant la méthode des éléments finis afin de résoudre les équations différentielles de plusieurs phénomènes physiques pouvant être couplés et non linéaire. Il met en œuvre la méthode des éléments finis et fonctionne dans l'environnement MATLAB. Il inclut un environnement de CAO, un mailleur, la définition libre des équations ou de la physique, une gamme de solveurs adaptés, ainsi que des outils de post-traitement.

1. Les équations

L'équation différentielle résolue par le logiciel est **l'équation générale de la chaleur**, dont la forme est la suivante :

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} + \nabla \cdot (-k \nabla T) = Q + q_s T \quad (57)$$

ρ = masse volumique (kg/m^3) C_p = chaleur spécifique ($\text{J}/(\text{kg.K})$)

k = conductivité thermique ($\text{W}/(\text{m.K})$) Q = source de chaleur (W/m^3)

q_s = coefficient de production/absorption ($\text{W}/(\text{m}^3.\text{K})$)

Les deux premiers termes de l'équation aux dérivées partielles représentent la diffusion de la chaleur. Pour le modèle, on prendra les paramètres Q et q_s nuls et on obtiendra alors :

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} + \nabla \cdot (-k \nabla T) = 0 \quad (58)$$

2. Présentation du modèle

Le but de la simulation est de vérifier les résultats du modèle mathématique du cylindre infini (le cas $Bi=0.1$ et $\beta=5$).

Tableau récapitulatif

Hypothèses	Conditions limites	Conditions initiales
Milieu semi-infini	$\lim_{x \rightarrow \infty} T(x, t) = T_I$	$T_{\text{ini}} = 20^\circ\text{C}$
Matériau homogène	$T(x, 0)$ $= T_{\text{moy}} + T_0 \cos \frac{2\pi}{\tau} t$ La période $\tau = 3600$ s Amplitude $T_0 = 50^\circ\text{C}$ $T_{\text{moy}} = 100^\circ\text{C}$	cylindre
Propriétés physiques constantes	Les pertes par convection	$L = 200$ mm $R = 12.5$ mm
$Bi = 0.1$	Les pertes radiatives	

3. Résultat Modèle :

$L = 200$ mm et $R = 12.5$ mm

Matériau de conductivité $\lambda = 3.68$ et $Bi = 0.1$

Après simule sur COMSOL.

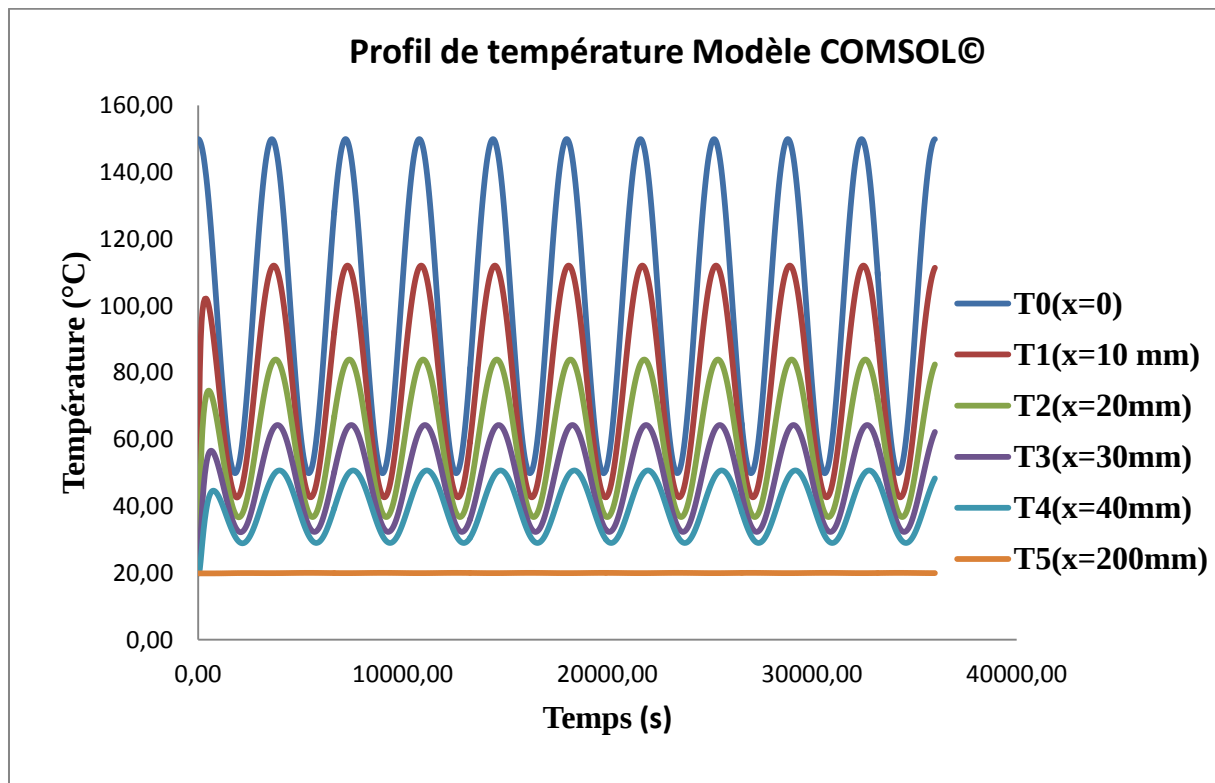


Figure 13: Profil de température modèle COMSOL

La condition du cylindre infini est vérifiée. Le thermocouple T_5 montre que la température imposée à la surface supérieure n'a pas d'influence à l'extrémité.

Les différentes droites obtenues:

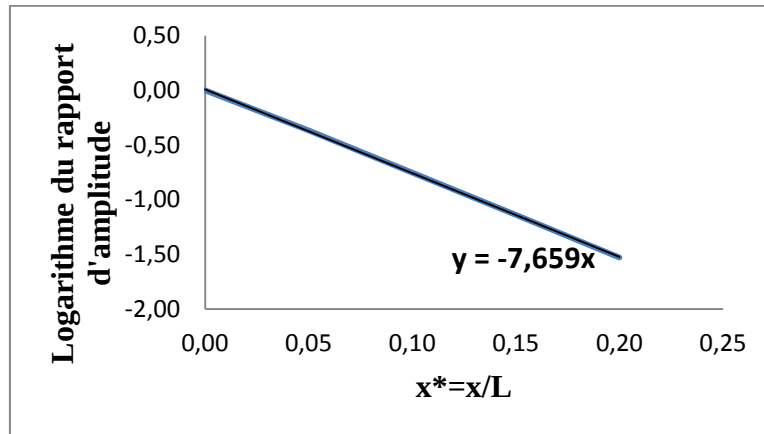


Figure 14: droite du Logarithme du rapport des amplitudes en fonction
de la variable réduite

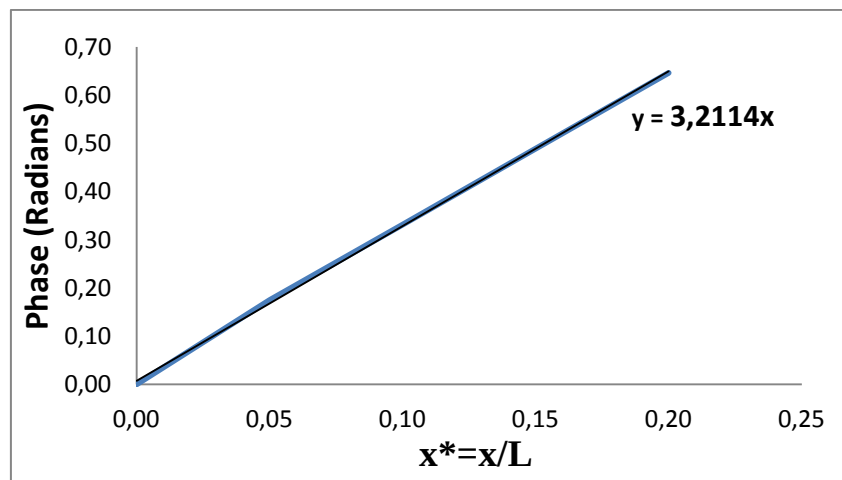


Figure 15: Droite du déphasage en fonction de la variable réduite (Modèle COMSOL)

Tableau récapitulatif

	Pente Modèle analytique	Pente Modèle numérique (Comsol®)
Logarithme du rapport d'amplitude	7.833	7.659
la phase	3.19	3.211

Le modèle numérique donne des résultats sensiblement proches du modèle théorique. Les informations du modèle mathématique sont donc vérifiées. Les abaques sont construits et mis à la disposition du laboratoire.

VI. Expérimentation

Les mesures ont été réalisées au laboratoire du CNRS-PROMES à Odeillo. Le dispositif expérimental utilisé est présenté ci-dessous. Celui-ci permet de faire varier la température de surface d'un échantillon. Pouvant atteindre des vitesses de l'ordre de $2500^{\circ}\text{C}/\text{min}$, il est possible de soumettre les matériaux de stockage à d'important flux thermique. En appliquant à la surface des échantillons des signaux périodiques, l'étude de la résistance aux chocs et du vieillissement est alors envisageable. C'est pour cela que les premières expériences ont été menées sur un barreau de COFALIT afin de vérifier ses propriétés de matériaux réfractaires. Dans un second temps, il a été décidé d'utiliser ce dispositif afin d'effectuer des mesures de diffusivité thermique. Pour cela certains paramètres expérimentaux devaient être définis ce qui a été fait dans la partie précédente.

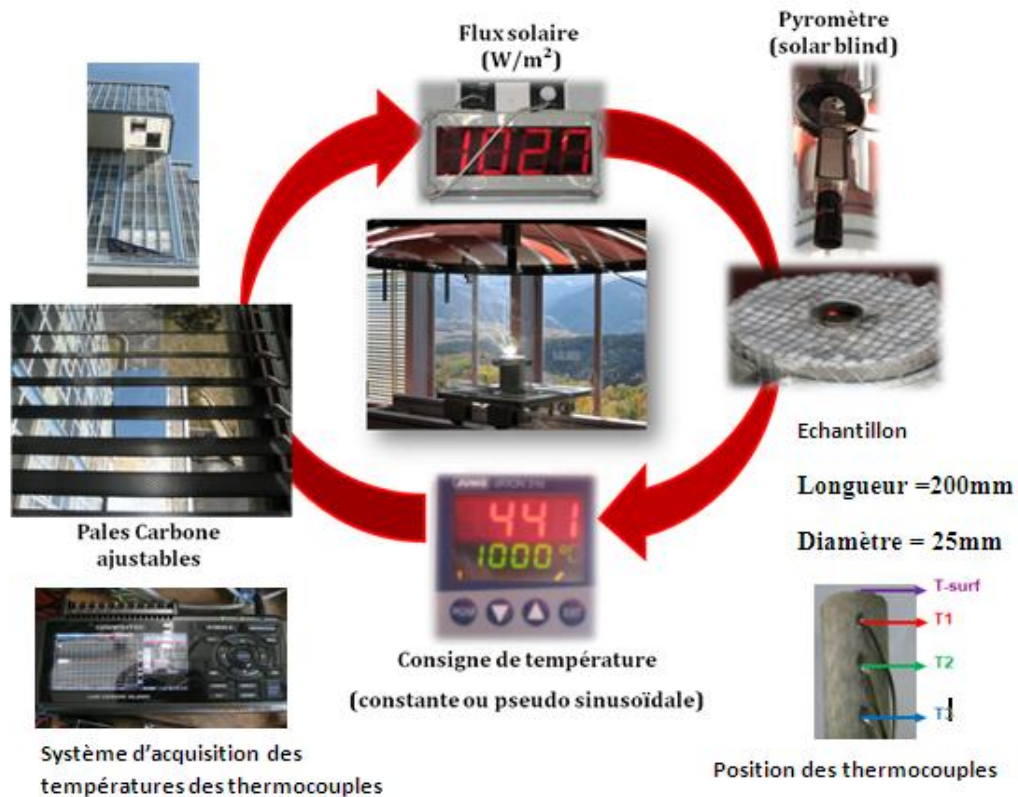


Figure 16: schéma de principe de l'outil de mesure de la diffusivité thermique

Le schéma [figure 16] représente l'ensemble du dispositif expérimental. Le réacteur est fixé sur un chariot mobile de sorte que la surface supérieure de l'échantillon soit située au point focal de la parabole. Des lasers permettent de localiser ce point focal et d'ajuster les réglages. Une température pseudo-sinusoïdale ou constante est imposée à la surface du matériau. La régulation de la température à la surface du matériau est assurée par le PID qui compare la température de consigne et celle du pyromètre qui mesure la température à la surface du matériau. Cette comparaison entraîne l'ouverture ou la fermeture des pales carbone. Enfin, la propagation de l'onde le long du barreau est enregistrée par les thermocouples et affichée sur le **GRAPHTEC**.

✓ Protocole expérimental

Le protocole expérimental peut se résumer en ces points suivants :

1. Allumer l'ordinateur permettant l'asservissement de l'héliostat puis ouvrir légèrement la trappe (nord-ouest) pour permettre à la caméra de le localiser d'ajuster plus précisément le tracking.
2. Mettre le chariot au point focal, le foyer se trouve à l'intersection des deux lasers de visée.



Le réacteur + le chariot

3. Ajuster le pyromètre grâce à son pointeur laser clignotant
4. Allumer le boîtier de régulation en mode automatique
5. Programmer le signal d'entrée sur le boîtier de régulation. NB : Seuls les signaux triangulaires peuvent être programmés
6. Mettre les lunettes munies de filtre infra rouge afin de visualiser la surface du matériau sans risque pour les yeux.

7. Lancer le programme de régulation et le GRAPHTEC pour l'acquisition des profils de température enregistrés par les différents thermocouples.

NB : Le pyromètre est calibré entre 250°C et 1650°C pour un signal entre 0 et 10V

Les premiers résultats présentés ci-dessous ont été effectués afin d'étudier la résistance aux chocs thermiques surfaciques sous air. Pour cela un signal périodique modulé en amplitude et en fréquence a été appliqué à la surface d'un échantillon. Sur les courbes [figure. 17 et 18] sont représentés les profils de température en fonction du temps à la surface de l'échantillon ainsi qu'à différentes profondeurs.

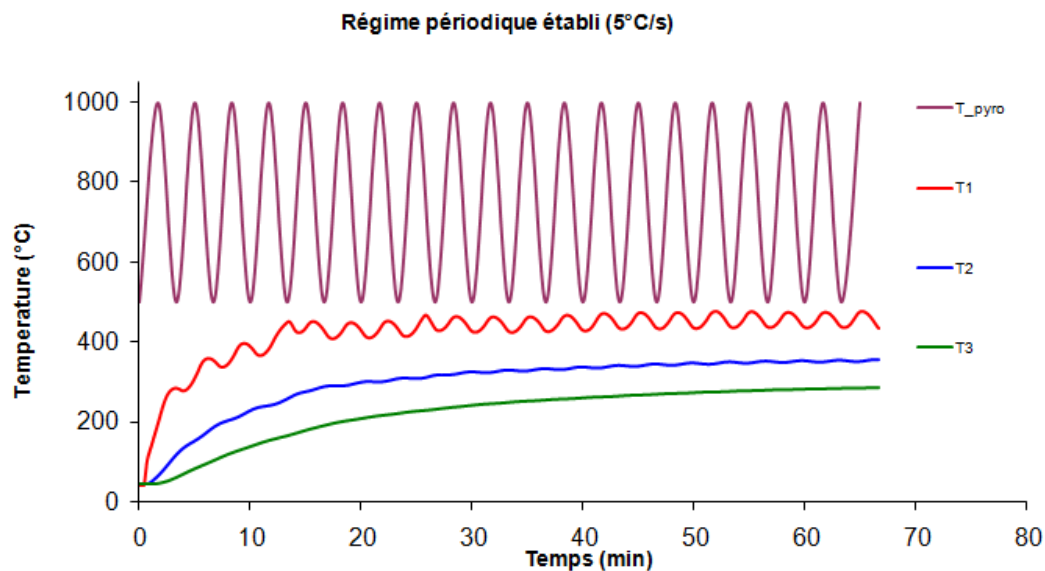


Figure 17: Profil de température (Vitesse: 2500°C/min)

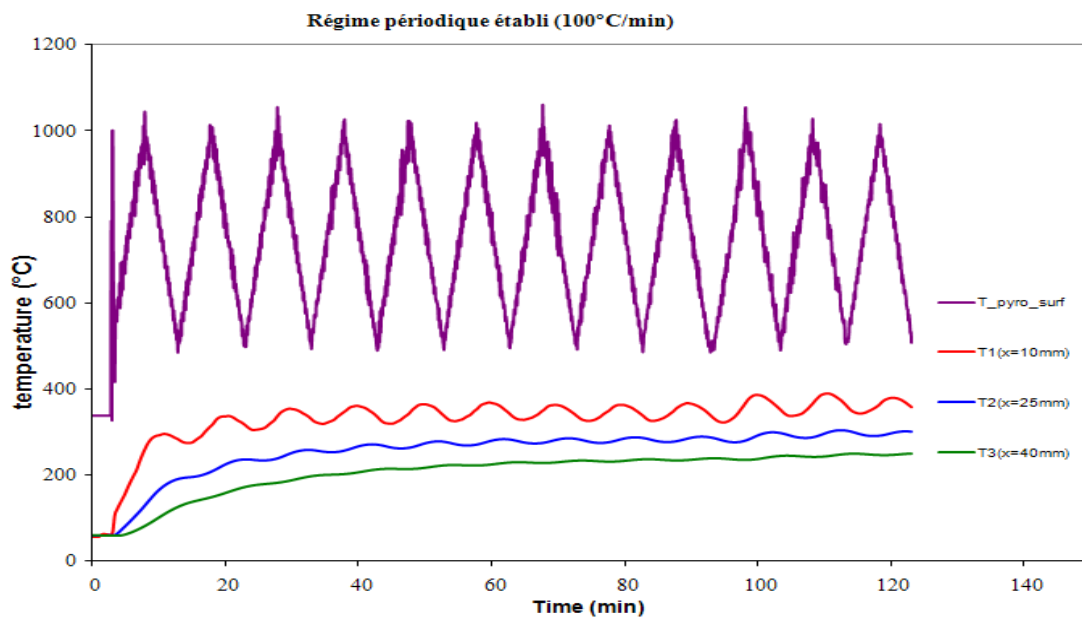


Figure 18: Profil de température (Vitesse: 100°C/min)

Tout d'abord, il faut savoir que l'échantillon de COFALIT a conservé son intégrité et son aspect macroscopique. Cela confirme sa propriété de matériau réfractaire et le bon fonctionnement du dispositif expérimental.

Cependant ces courbes ne permettent pas de se placer dans le cas du mur semi infini et donc de réaliser des mesures de diffusivité et ce pour plusieurs raisons.

La première cause est la température moyenne trop élevée ce qui entraine des pertes thermiques par rayonnement trop importantes pour être négligées.

En suite, l'amplitude du signal imposé (250°C) à la surface du matériau est trop élevée pour respecter le critère de la linéarité. D'autre part, il est intéressant de remarquer que plus la fréquence de la température imposée augmente, plus le signal est amorti à l'intérieur du barreau. Enfin le signal de la consigne est un signal triangulaire et non sinusoïdal.

Pour améliorer les conditions expérimentales et se rapprocher du « mur semi-infini », il a tout d'abord été décidé de diminuer la température moyenne et l'amplitude de la consigne.

$T_{\text{moyen}} = 350^{\circ}\text{C}$

Amplitude initial $A_0 = 100^{\circ}\text{C}$.

Ensuite en utilisant la valeur de diffusivité de **NETZSCH** à 350°C ($\alpha_{\text{NETZSCH}} = 5.1 * 10^{-7} \text{m}^2/\text{s}$) il a été possible de fixer la période à 20 minutes afin de se placer en milieu semi infini ($\beta > 5$).

$$\text{Soit } \beta = L \sqrt{\frac{\pi}{\alpha \tau}} = 14.33$$

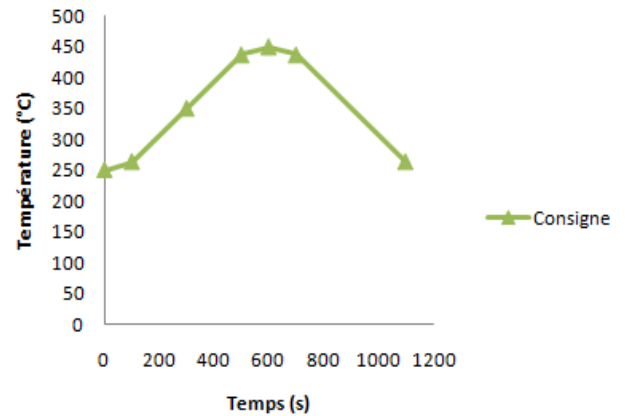
Or plus la fréquence diminue plus l'influence du signal triangulaire se fera importante. Ce qui est défavorable à la mesure de diffusivité thermique. Pour éviter ce problème il a fallu approximé un signal pseudo sinusoïdale à l'aide d'un ordinateur relié au PID. Seulement huit points peuvent être définis pour cela.

Exemple : pour une période 20 min et une amplitude 100°C et une température moyenne de 350°C. On complète le tableau suivant :

Tableau des différentes valeurs de la consigne

Le tableau et la figure ci-dessous montre clairement le résultat obtenu.

points	Température (°C)	Temps entre 2 points (mm:ss)
1	250	01:40
2	263	03:20
3	350	03:20
4	437	01:40
5	450	01:40
6	437	06:40
7	263	01:40
8	250	00:00



Sur la figure ci-dessus, on constate que la période du signal est suffisamment proche d'une sinusoïde parfaite.

Ayant modifié les paramètres expérimentaux afin d'atteindre le cas semi infini, une première mesure a été effectuée.

✓ **Résultats expérimentaux**

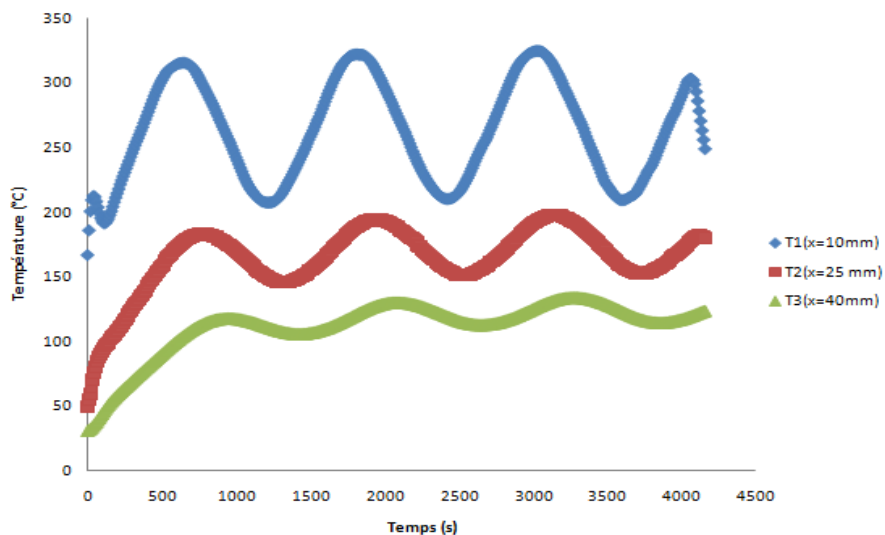


Figure 19: Profil de Température avec le nouveau protocole

On constate [Figure 19] que les signaux sont moins amortis que précédemment. Cela implique une diminution de l'incertitude de mesure sur l'amplitude et le déphasage. Ci-dessous sont présentés les amplitudes et les déphasages à mesurer. Cependant la procédure est plus précise lorsqu'on utilise le tableau de valeur.

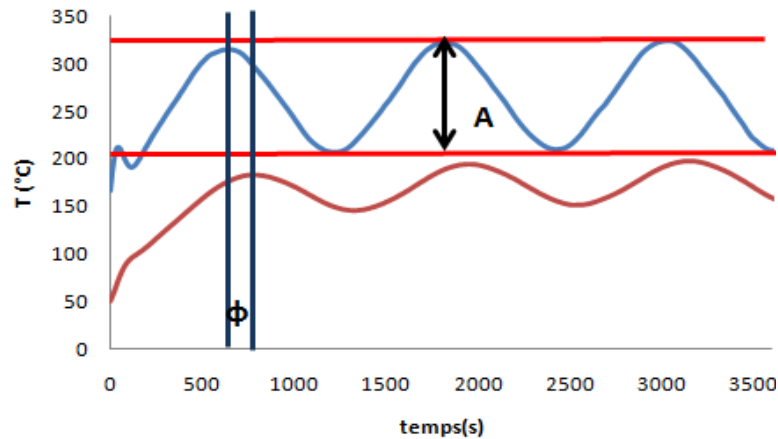


Figure 20: Procédure de mesure de l'amplitude et du déphasage

Une fois les amplitudes et déphasage sont déterminés, on trace les droites suivantes :

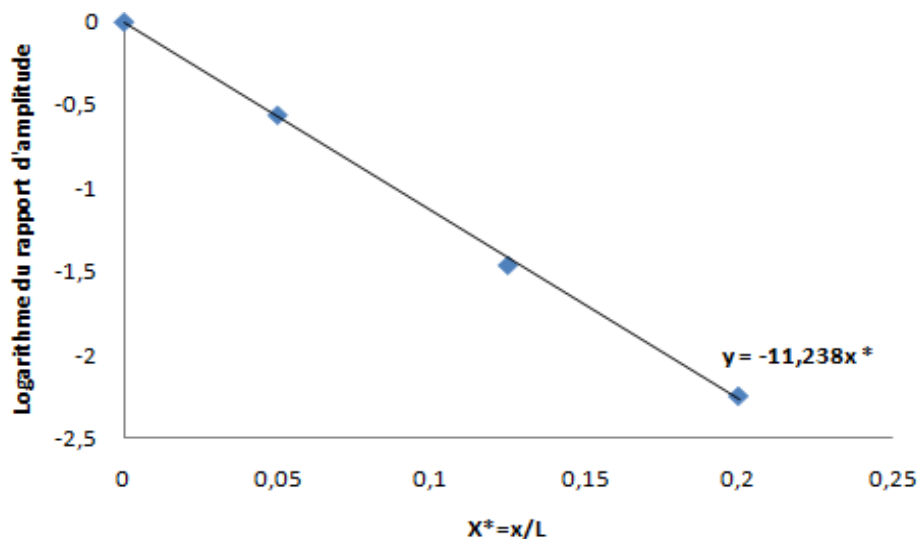


Figure 21: logarithme du rapport d'amplitude en fonction de la profondeur réduite

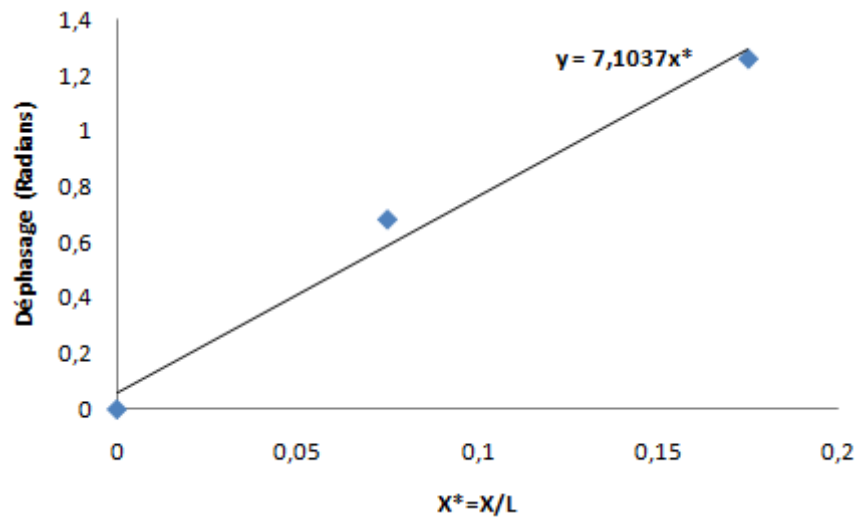


Figure 22 : déphasage en fonction de la profondeur réduit

✓ Analyses et Interprétations des résultats

La linéarité est presque observée dans les deux cas [Figure 21 et 22].

Le Coefficient directeur « β » des droites expérimentales $\ln\left(\frac{T(x^*)}{T_0}\right) = \beta x^*$ et $\varphi(x) = \beta x^*$ sont différents et loin de la valeur théorique surtout avec la droite $\varphi(x) = \beta x^*$.

	référence	Amplitude (expérimental)	Phase (expérimental)
β	14.33	11,238	7.1037

Malgré cet écart la diffusivité a été calculée et présentée dans le tableau ci dessous

	Amplitude	Phase
$a (m^2 S^{-1}) = \frac{\pi L^2}{\tau * \beta^2}$	$8.291 * 10^{-7}$	$20,75 * 10^{-7}$

Ces valeurs sont loin de celle **NETSCHZ**

Ceci pourrait s'expliquer par :

- Le fait que le régime périodique établi n'est pas parfaitement atteint, l'expérience n'a pas duré longtemps par manque de soleil

- Les pertes par transferts thermiques avec le milieu extérieur ne sont pas maîtrisées. En effet la faible conductivité thermique du matériau COFALIT ($\lambda = 1.5 \text{ W/mK}$) rend le nombre de Biot radial fortement dépendant du coefficient d'échange global (h) qui englobe les pertes par convection et rayonnement.
- Dans la partie précédente, une zone radiale sur laquelle l'influence des pertes était négligeable a été définie. Or il se pourrait que l'endroit exact où s'effectue la mesure des thermocouples soit en dehors de cette zone.
- De plus cette faible conductivité implique un important gradient de température dans l'axe du barreau. Il est probable que les mesures soient en partie faussées par une détermination pas assez précise de l'endroit exact où s'effectuent les mesures des différents thermocouples.

Pour améliorer la précision des mesures et valider les modèles mathématique et numérique avec l'expérience, le réacteur va être amélioré. Tout d'abord un échantillon de référence, homogène va être équipé de 10 thermocouples (0,5 mm de diamètre) placés de la façon la plus précise possible. De plus l'expérience se fera sous vide pour limiter les transferts par convection et l'échantillon sera placé au centre d'un cylindre aux parois réfléchissant qui minimiseront les pertes par rayonnement.

VII. CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

L'étude consistait dans un premier temps à passer en revue les méthodes de mesure des propriétés thermophysiques aussi bien en régime permanent que dynamique. Ensuite construire des modèles théoriques définissant les critères permettant des conditions expérimentales optimales. Enfin les valider par le modèle numérique et les expériences.

L'étude a montré :

- La possibilité de mesurer la diffusivité thermique avec la pente des deux droites : celle du logarithme du rapport des amplitudes $\ln \frac{T(x)}{T_0}$ et le déphasage $\Phi(x)$.
- L'influence des pertes radiales (Bi), la position axiale (x^*) et radiale (r) des thermocouples et β dans la mesure de la diffusivité thermique.

Il ne suffit pas seulement d'avoir une droite $\ln \frac{T(x)}{T_0}$ ou $\Phi(x)$ pour confirmer la qualité de la mesure. Il faut que les pentes des deux droites soient égales.

Bien vrai que le nombre de Biot influence grandement les pentes des droites, l'extension de la méthodes vers les hautes températures ne peut être exclu. Tout dépendra de la précision souhaitée et des conditions expérimentales (une bonne isolation latérale bien meilleure c'est - à - dire un super isolant ou un dispositif expérimental placé dans le vide).

La nouvelle technique de programmation du régulateur de température permet d'obtenir des signaux sinusoïdaux de bonne qualité.

Les conditions météorologiques n'étant pas favorable sur le site d'Odeillo, toutes les expériences n'ont pas pu être réalisées.

Au début cette étude, l'outil de caractérisation (choc thermique, vieillissement) existait déjà. Aujourd'hui les modèles mathématiques et numériques développés, ont permis de définir des critères théoriques rigoureux pour un dispositif expérimental satisfaisant.

Aujourd'hui, elle existe mais Il y a encore beaucoup à faire pour que notre étude soit complète. Pour le cas du cylindre infini, à la frontière $x=0$, le seul terme fondamental est insuffisant lorsque le nombre de Biot est supérieure à 0.5 . Une étude doit être réaliser pour différentes valeurs de Biot jusqu'à l'infini.

De plus il est necessaire de traiter le cas du cylindre fini pour prendre en compte l'influence des pertes axiales et identifier la temperature limite de mesure avec cette methode

Références bibliographiques

- [1] Ahmed Ben Bella BAH « *caractérisation de matériaux par phénomènes thermiques transitoires : application à une dalle en béton récupératrice d'énergie solaire.* » Thèse de doctoral 3^{ème} cycle, 1996, Université Cheikh Anta Diop- Dakar (SENEGAL).
- [2] Bruno HAY, Jean-Rémy FILTZ, Jean- Christophe « *Mesure de la diffusivité thermique par la méthode flash* », Technique de l'ingénieur, traité mesures et contrôle, R2955, p1-12.
- [3] Cheikh Tidiane SARR « *Détermination des paramètres thermo physiques des isolants thermiques cylindriques par phénomènes transitoire application au Kapok* » Thèse de 3^{ème} cycle, 2008, Université Cheikh Anta Diop- Dakar (SENEGAL)
- [4] Yves JANNOT « *Théorie et pratique de la métrologie thermique* », séminaire de formation à la Métrologie thermique, Dakar (Sénégal), 12-18 Novembre 2008
- [5] Wilson Nunes dos Santos, “*Thermal diffusivity of polymers by modified angstrom method*”, September 2009, polymer testing, p.107-112.
- [6] Suzanne Degallaix et Bernhard IIschner, « *Caractérisation expérimentales des matériaux* », propriétés physiques, thermiques et mécaniques Presses polytechniques et universitaires romandes, P109-121
- [7] J. HLADIK, « *Métrologie des propriétés thermo physiques des matériaux* », Edition MASSON, P107-117
- [8] Wilson Nunes dos Santos « *Advances on the hot wire technique.* », Journal of European Ceramic Society, 20 Avril 2007, P 15-20
- [9] Alain DEGIOVANNI « *conductivité et diffusivité thermique des solides* » Techniques de l'Ingénieur, traité Mesures et Contrôle R 2850 (1994)
- [10] Aurélie MICHOT « *caractéristiques thermophysiques de matériaux à base d'argile : évolution avec des traitements thermiques jusqu'à 1400°C* »
- [11] SEWAN DAS PATLE “*Analysis and measurement of thermophysical properties by temperature oscillation*”. Doctor of philosophy in mechanical Engineering 2006, National Institute of Technology, ROURKELA, INDIA
- [12] Pierre MEUKAM, « *Valorisation des briques de terre stabilisée en vue de l'isolation thermique de bâtiments* », Doctorat 3^{ème} cycle cotutelle entre l'université de Cergy-Pontoise et l'université de Yaoundé I (Cameroun), 2004.

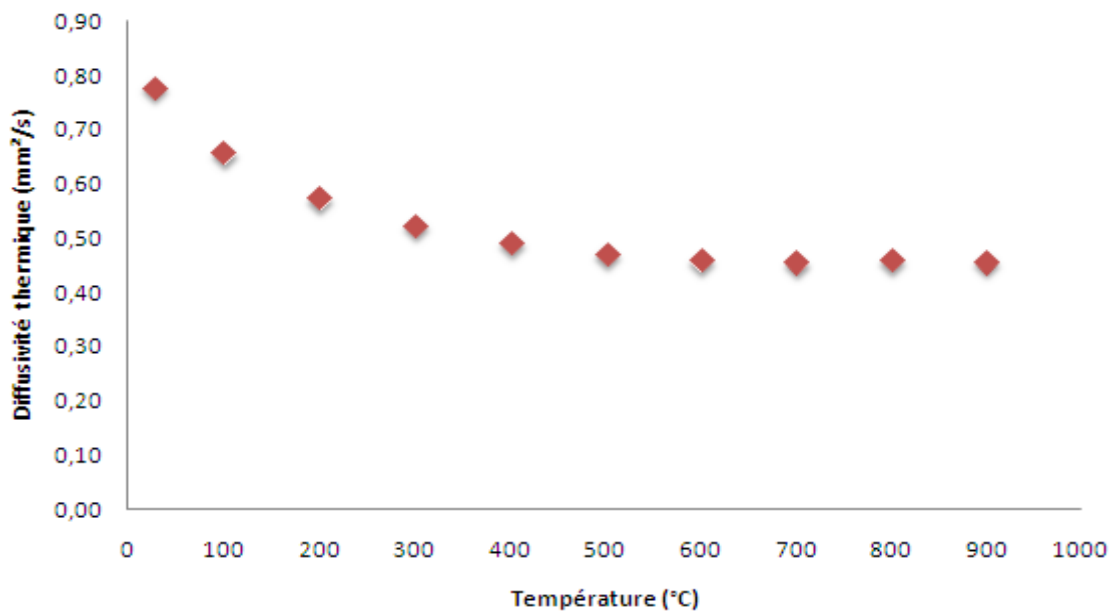
- [13] H. Ezbakhe, S. Bousad, A. El Bakkour, T. Ajzoul et Al Bouardi « *Etude thermique stabilisée au ciment utilisée en construction au Nord du Maroc* » Revue. Energie. Renouvelable, Journées de Thermique (2001), P69-72
- [14] N. Kellati, A.El Bouardi, T. Ajzoul « *Etude des propriétés thermophysiques et acoustique du liège compact et granulaire* », Revue des Energies Renouvelables CER'07 Oujda (2007), P241-244
- [15] L. Boukhattem, « *caractérisation thermo physique du mortier à base du ciment et de sable* » revue internationale d'héliotechnique énergie - environnement - n° 36 (2007) P 03-12
- [16] Ngohe-Ekam, Meukam, “*Thermophysical characterisation of tropical wood used as building materials: with respect to the basal density*”, construction and building materials, vol 20, (2006)
- [17] Sandrine PINCEMIN, Xavier PY, Régis OLIVES « *Evolution de la conductivité thermique de composites PCM/ graphite en fonction de la température* ».
- [18] Antoine MEFFRE, « *Caractérisation du COFALIT brut pour le stockage thermique par chaleur sensible* », rapport de stage Ingénieur 2009
- [19] Nenad MILOSEVIC « *Mesure de la diffusivité thermique et la résistance de contact thermique des couches minces sur des substrats par la méthode impulsionnelle* », Thèse de Doctorat 3^{ème} cycle, Juin 2008.
- [20] Michel DANIS, Claire GOBBE, Jean-Jacques ROYER, « *Procédures d'utilisation d'un conductivimètre à barre divisée pour des échantillons grenus : application au cas des granites* », juin 1995
- [21] William M. Chidron, Wilkins Aquino, Kenneth C. Hover “*A method for measuring transient thermal diffusivity in hydrating Portland cement mortars using an oscillating boundary temperature*”. Cement and Concrete Research 37 (2007) 680–690, January 2007
- [22] M. TYOURI, A. EL BOUARDI, H.EZBAKHE « *Caractérisation physique d'un béton actif par la méthode des quadripôles* ». 12^{ème} Journées Internationales de Thermiques, 15-17 Novembre 2005 (Maroc)

www.techniques-ingenieur.fr

ANNEXES

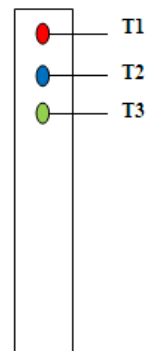
Annexe 1 : mesure diffusivité du cofalit par la méthode Flash

La mesure de la diffusivité thermique du COFALIT a été réalisée par la méthode Flash.



Etude avec les courbes expérimentales issue de l'expérience Choc thermique :

	Tmoy	Formule de Wilson Nunes dos Santos [5] a (m²/s)	1 ^{ère} formule de William Chidron [21]a(m²/s)	2ème formule de William Chidron[21] a(m²/s)
T1 et T2	326	4,64E-07	7,32E-07	2,95E-07
	324	5,86E-07	8,60E-07	4,00E-07
	326	7,07E-07	8,60E-07	5,81E-07
	329	6,60E-07	7,50E-07	5,81E-07
T1 et T3	300	6,61E-07	6,13E-07	1,78E-07
	300	1,37E-06	6,59E-07	7,10E-07
	302	1,37E-06	6,59E-07	7,10E-07
	304	1,34E-06	7,80E-07	5,77E-07



MESURE DES PROPRIETES THERMOPHYSIQUES DES MATERIAUX REFRACTAIRE PAR VOIE SOLAIRE

T2 et T3	258	5,50E-07	5,20E-07	5,81E-07
	260	9,12E-07	5,20E-07	1,60E-06
	264	6,80E-07	5,20E-07	8,88E-07
	265	5,70E-07	8,12E-07	4,00E-07

Annexe 2: les six premières racines de l'équation transcendante

Les six premières racines x de $xJ_1(x) - C J_0(x) = 0$

C	x_1	x_2	x_3	x_4	x_5	x_6
0.00	0.0000	3.8317	7.0156	10.1735	13.3237	16.4706
0.01	0.1412	3.8343	7.0170	10.1745	13.3244	16.4712
0.02	0.1995	3.8369	7.0184	10.1754	13.3252	16.4718
0.04	0.2814	3.8421	7.0213	10.1774	13.3267	16.4731
0.06	0.3438	3.8473	7.0241	10.1794	13.3282	16.4743
0.08	0.3960	3.8525	7.0270	10.1813	13.3297	16.4775
0.10	0.4471	3.8577	7.0298	10.1833	13.3312	16.4767
0.15	0.5376	3.8706	7.0369	10.1882	13.3349	16.4797
0.20	0.6170	3.8835	7.0440	10.1931	13.3387	16.4828
0.3	0.7465	3.9091	7.0582	10.2029	13.3462	16.4888
0.4	0.8516	3.9344	7.0723	10.2127	13.3537	16.4949
0.5	0.9408	3.9594	7.0864	10.2225	13.3611	16.5010
0.6	0.0184	3.9841	7.1004	10.2322	13.3686	16.5070
0.7	1.0873	4.0085	7.1143	10.2419	13.3761	16.5131
0.8	1.1490	4.0325	7.1282	10.2516	13.3835	16.5191
0.9	1.2048	4.0562	7.1421	10.2613	13.3910	16.5251
1.0	1.2558	4.0795	7.1558	10.2710	13.3984	16.5312
1.5	1.4569	4.1902	7.2233	10.3188	13.4353	16.5612
2.0	1.5994	4.2910	7.2884	10.3658	13.4719	16.5910
3.0	1.7887	4.4634	7.4103	10.4566	13.5434	16.6499
4.0	1.9081	4.6018	7.5201	10.5423	13.6125	16.7073
5.0	1.9898	4.7131	7.6177	10.6223	13.6786	16.7630
6.0	2.0490	4.8033	7.7039	10.6964	13.7414	16.8168
7.0	2.0937	4.8772	7.7797	10.7646	13.8008	16.8684
8.0	2.1286	4.9384	7.8464	10.8271	13.8566	16.9179
9.0	2.1566	4.9897	7.9051	10.8842	13.9090	16.9650
10.0	2.1795	5.0332	7.9569	10.9363	13.9580	17.0099
15.0	2.2509	5.1773	8.1422	11.1367	14.1576	17.2008
20.0	2.2880	5.2568	8.2534	11.2677	14.2983	17.3442
30.0	2.3261	5.3410	8.3771	11.4221	14.4748	17.5348
40.0	2.3455	5.3846	8.4432	11.5081	14.5774	17.6508
50.0	2.3572	5.4112	8.4840	11.5621	14.6433	17.7272
60.0	2.3651	5.4291	8.5116	11.5990	14.6889	17.7807
80.0	2.3750	5.4516	8.5466	11.6461	14.7475	17.8502
100.0	2.3809	5.4652	8.5678	11.6747	14.7834	17.8931
infini	2.4048	5.5201	8.6537	11.7915	14.9309	18.0711

Annexe 4: les fonctions de Bessel

Fonctions de Bessel $J_0(x)$, $J_1(x)$, $Y_0(x)$, $Y_1(x)$				
x	$J_0(x)$	$J_1(x)$	$Y_0(x)$	$Y_1(x)$
0.0	1.00000	0.00000		
0.2	0.99002	0.09950		
0.4	0.96040	0.19603	-1.08111	-3.32382
0.6	0.91200	0.28670	-0.60602	-1.78087
0.8	0.84629	0.36884	-0.30851	-1.26039
1.0	0.76520	0.44005	-0.08680	-0.97814
1.2	0.67113	0.49829	0.08826	-0.78121
1.4	0.56686	0.54195	0.22808	-0.62114
1.6	0.45540	0.56990	0.33790	-0.47915
1.8	0.33999	0.58152	0.42043	-0.34758
2.0			0.47743	-0.22366
2.2	0.22389	0.57672	0.51038	-0.10703
2.4	0.11036	0.55596	0.52078	0.00149
2.6	0.00251	0.52019	0.51041	0.10049
2.8	-0.09680	0.47082	0.48133	0.18836
3.0	-0.18504	0.40971	0.43592	0.26355
3.2	-0.26005	0.33906	0.37685	0.32467
3.4	-0.32019	0.26134	0.30705	0.37071
3.6	-0.36430	0.17923	0.22962	0.40102
3.8	-0.39177	0.09547	0.14771	0.41539
4.0	-0.40256	0.01282	0.06450	0.41411
4.2	-0.39715	-0.06604	-0.01694	0.39793
4.4	-0.37656	-0.13865	-0.09375	0.36801
4.6	-0.34226	-0.20278	-0.16334	0.32597
4.8	-0.29614	-0.25655	-0.22346	0.27375
5.0	-0.24043	-0.29850	-0.27230	0.21357
5.2	-0.17760	-0.32758	-0.30852	0.14786
5.4	-0.11029	-0.34322	-0.33125	0.07919
5.6	-0.04121	-0.34534	-0.34017	0.01013
5.8	0.02697	-0.33433	-0.33544	-0.05681
6.0	0.09170	-0.31103	-0.31775	-0.11923
6.2	0.15065	-0.27668	-0.28819	-0.17501
6.4	0.20175	-0.23292	-0.24831	-0.22228
6.6	0.24331	-0.18164	-0.19995	-0.25956
6.8	0.27404	-0.12498	-0.14523	-0.28575
7.0	0.29310	-0.06522	-0.08643	-0.30019
7.2	0.30008	-0.00468	-0.02595	-0.30267
7.4	0.29507	0.05433	0.03385	-0.29342
7.6	0.27860	0.10963	0.09068	-0.27311
7.8	0.25160	0.15921	0.14243	-0.24280
	0.21541	0.20136	0.18723	-0.20389