



AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE
LABORATOIRE D'ENERGETIQUE ET DE MECANIQUE THEORIQUE ET APPLIQUEE

[M] 1992 ANDRE, S.

THESE

présentée à

L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

pour obtenir le grade de

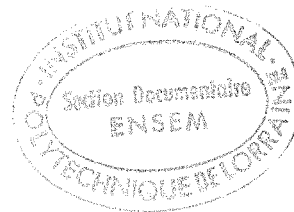
DOCTEUR DE L'INPL

Spécialité : MECANIQUE ET ENERGETIQUE

par

Stéphane ANDRE

Ingénieur E.N.I.M



IDENTIFICATION DE LA DIFFUSIVITE PHONIQUE DU VERRE
PAR METHODE FLASH DE 20°C A 500°C

soutenue publiquement le 16 Octobre 1992 à 14H30, devant la Commission d'Examen

JURY:

| | | |
|---------------|----------------------|-----------------------------------|
| Rapporteurs : | M. LALLEMAND | Directeur de Recherches CNRS |
| | J.F. SACADURA | Professeur INSA Lyon |
| Examineurs : | D. BILLEREY | Professeur INPL |
| | A. DEGIOVANNI | Professeur INPL |
| | S. KLARSFELD | Ingénieur St GOBAIN Recherche |
| | H. MEUNIER | Professeur Université de Mons |
| | F. PAPINI | Professeur Université de Provence |

Remerciements

Quel moment privilégié que de se remémorer un peu le temps passé, à l'occasion de l'écriture de cette traditionnelle page de remerciements! Comment pourrait t-il en être autrement d'ailleurs, tant ces ultimes années d'étudiant compteront parmi mes meilleurs souvenirs.

Tout particulièrement grâce à Monsieur Alain Degiovanni, professeur à l'INPL, qui a dirigé ce travail de recherche. Je tiens à le remercier pour la confiance qu'il m'a accordée. Sa passion pour les problèmes de thermique, faite d'amusement et de rigueur scientifique, le rend toujours disponible auprès des membres de son équipe et sera pour moi une référence constante.

Mes plus vifs remerciements s'adressent à Monsieur Sorin Klarsfeld, Ingénieur à St-Gobain Recherche, pour l'intérêt constant qu'il a porté à cette étude et pour s'être acquitté de l'ultime tâche de juger ce travail. Je remercie, par son intermédiaire, St Gobain Recherche pour le financement de cette étude.

Je remercie Monsieur Michel Lallemand, directeur de recherche au CNRS, pour avoir accepté de participer au jury de thèse et d'en avoir été le rapporteur zélé.

Toute ma reconnaissance s'adresse également à Monsieur Jean-François Sacadura, professeur à l'INSA de Lyon, pour l'honneur qu'il m'a fait en acceptant de participer au jury, et de surcroît d'être rapporteur.

Je remercie vivement Messieurs

Daniel Billerey, professeur à l'INPL,

Hector Meunier, professeur à l'université de Mons,

François Papini, professeur à l'université de Provence,

pour l'intérêt qu'ils ont porté à mon travail et pour m'avoir fait l'honneur de participer au jury.

Qu'il me soit également permis d'exprimer ma gratitude envers Monsieur Pierre Jullien, professeur à l'ENIM. Il y a huit ans déjà, il me donnait le goût de la thermique. Le hasard a voulu que l'on travaille ensemble durant cette thèse, dans le cadre du Monitorat d'Initiation à l'Enseignement Supérieur. Je le remercie pour son soutien et ses conseils en matière d'enseignement. Nos discussions sur la thermique et les sciences physiques en général ont toujours été très enrichissantes.

Mes remerciements s'adressent également à:

- Bernard Antoine, responsable informatique du LEMTA, pour son extrême serviabilité;
- les techniciens du LEMTA et de l'ENSEM, en particulier Jean-Claude Woimbee, et Paul Gaillard, qui sont intervenus dans l'élaboration du dispositif expérimental;
- Gérard Jeandel, maître de Conférences à l'université de NANCY I, qui m'a permis d'effectuer des mesures au laboratoire d'Infrarouge Lointain.

Enfin, je ne saurais oublier tous mes collègues du LEMTA avec qui travailler a toujours rimé avec amitié: Ali, Anne-Sophie, Catherine, Christian, Denis, Didier, Djadmiko, Edith, Hakim, Hélène, Hélio, Isabelle, Jean-Christophe, Michel, Mohamed, Mortimer, Patrick, Philippe, Sophie, Sylvianne, Thiéry, Valérie, Xinxin, Xiaojing, Yannick et tous ceux qui, de près ou de loin, m'ont aidé pendant trois ans.

AVANT-PROPOS :

Avant que le lecteur n'aborde ce manuscrit, nous souhaitons préciser l'esprit dans lequel il a été rédigé et quels ont été les choix qui règlent sa présentation.

Il est composé de huit chapitres pouvant être lus de manière quasi-indépendante l'un de l'autre. C'est le sujet, la longueur, l'agencement des différents chapitres qui ont servi à en composer un texte de lecture aussi digeste que possible. Une introduction classique a été évitée afin de différer l'apparition du texte scientifique. Toujours lourd du fait des notations, et de style forcément très standard et normatif, nous avons souhaité le faire précéder d'un texte plus vivant et qui donnait surtout plus de plaisir à la rédaction. Les quatre premiers chapitres, qui présentent chacun des aspects bibliographiques divers, sont destinés ainsi à élargir le champ d'idées lié à l'objet de notre étude pour y mieux inscrire nos préoccupations scientifiques. Ils introduisent progressivement au corps de la thèse.

Ensuite et selon une logique très commune en métrologie thermique, nous aborderons successivement:

- au chapitre 5, une introduction à la méthode flash, suivie d'une description de l'appareillage développé pour opérer jusqu'à des températures de 500°C;
- au chapitre 6, la modélisation associée aux mécanismes physiques qui interviennent dans un échantillon de Milieu Semi Transparent (M-S-T) dans les conditions expérimentales créées par notre système métrologique;
- au chapitre 7, une confrontation des résultats expérimentaux et théoriques qui nous permettra de commenter les problèmes liés à l'identification de la diffusivité phonique des verres.

Toujours dans un souci de légèreté du texte principal, la plupart des calculs ayant permis de faire progresser cette étude ont été consignés en annexe.

Enfin, le chapitre 8 répond au souci pratique de présenter en un même endroit du texte et de manière claire, les données numériques relatives au verre étudié.

TABLE DES MATIERES

| | | |
|--------------------|--|----|
| <u>Chapitre 1:</u> | Le verre | 1 |
| <u>Chapitre 2:</u> | Le transfert de chaleur dans le verre solide | 9 |
| <u>Chapitre 3:</u> | Le rayonnement thermique | 17 |
| | 3.1 Son rôle dans l'histoire des sciences | 18 |
| | 3.2 Description du transfert radiatif | 23 |
| <u>Chapitre 4:</u> | Le contexte de cette recherche | 31 |
| <u>Chapitre 5:</u> | Système métrologique | |
| | 5.1 La méthode flash | |
| | 5.1.1 Rappel des principes | 45 |
| | 5.1.2 Les progrès | 48 |
| | 5.2 Le Diffusivimètre Moyenne Température | |
| | 5.2.1 Les éléments fonctionnels | 52 |
| | 5.2.2 L'échantillon | 55 |
| | 5.2.3 Utilisation pratique | 58 |
| | 5.2.4 Justesse et reproductibilité | 60 |
| <u>Chapitre 6:</u> | Modèle théorique associé au système métrologique | |
| | Introduction | 67 |
| | 6.1 Modèle physique | 68 |
| | 6.2 Bilan radiatif | 68 |
| | 6.3 Formulation du problème thermique | 70 |
| | 6.4 Résolution | |
| | 6.4.1 Calcul du flux radiatif | 77 |
| | 6.4.2 Schéma de maillage | 77 |
| | 6.4.3 Résolution numérique | 78 |
| | 6.5 Vérification du programme | 79 |

Chapitre 7: Simulations et expériences

| | |
|---|-----|
| 7.1 Analyse qualitative | |
| 7.1.1 Allure générale des thermogrammes | 86 |
| 7.1.2 Premières conclusions | 95 |
| 7.2 Diffusivité phonique et diffusivité apparente | |
| 7.2.1 Influence de l'épaisseur sur les thermogrammes | 97 |
| 7.2.2 Problèmes d'identification | 103 |
| 7.2.3 Influence de l'épaisseur sur la diffusivité identifiée .. | 104 |
| 7.2.4 Résultats expérimentaux de mesure de diffusivité thermique | |
| a) Analyse des mesures à température ambiante | 109 |
| b) Evolution de la diffusivité avec la température | |
| Influence des conditions aux limites | 111 |
| Influence de l'épaisseur | 113 |
| Influence de la teneur en Fe_2O_3 | 116 |
| 7.2.5 Résultats expérimentaux de conductivité phonique | 118 |
| 7.3 Milieu non gris | |
| 7.3.1 Coefficients moyens d'absorption | 122 |
| 7.3.2 Modèles spectraux des verres float | 124 |
| 7.3.3 Résultats de simulation | 127 |
| 7.4 Conclusion | 132 |

Chapitre 8: Données récapitulatives sur les verres float 137 |

Conclusion Générale 145 |

Annexes:

| | |
|---|-----|
| <u>Annexe 1:</u> Influence de la non-linéarité due à une conductivité radiative de Rosseland sur la mesure de la diffusivité | 149 |
| <u>Annexe 2:</u> Spectre d'émission des tubes à éclats | 153 |
| <u>Annexe 3:</u> Diffusivité par la méthode des temps partiels | 155 |
| <u>Annexe 4:</u> Technique de résolution numérique appliquée à l'équation discrétisée de l'énergie | 157 |
| <u>Annexe 5:</u> Solution analytique de l'équation de la chaleur avec source linéaire | 165 |
| <u>Annexe 6:</u> Modèles de conductivité radiative | 167 |

NOMENCLATURE

| | |
|-----------------------------|---|
| a | : Diffusivité thermique ($m^2.s^{-1}$). |
| c_0 | : Célérité de la lumière dans le vide ($m.s^{-1}$). |
| C_p | : Chaleur massique ($J.kg^{-1}.K^{-1}$). |
| e | : Epaisseur d'échantillon (m). |
| $F_{\lambda_i - \lambda_j}$ | : Fraction d'énergie émise par le corps noir dans l'intervalle de longueur d'onde $\lambda_i - \lambda_j$. |
| h | : Coefficient d'échange ($W.m^{-2}.K^{-1}$) ou constante de Planck. |
| H | : Nombre de Biot ($= he/\lambda$) |
| k | : Constante de Boltzmann ($J.K^{-1}$). |
| L | : Luminance ($W.m^{-2}.str^{-1}$). |
| $L^0(T)$ | : Luminance du corps noir dans le vide à la température T. |
| $M^0(T)$ | : Emission totale hémisphérique du corps noir dans le vide. |
| M_i | : Moment d'ordre i. |
| n | : Indice de réfraction. |
| N | : Paramètre d'interaction Conduction/Rayonnement. |
| P | : Fonction de phase. |
| q_c | : Densité de flux conductif ($W.m^{-2}$). |
| q_r | : Densité de flux radiatif ($W.m^{-2}$). |
| Q | : Energie surfacique déposée sur l'échantillon ($J.m^{-2}$). |
| s | : Abscisse curviligne. |
| t | : Temps (s). |
| T | : Température (K). |
| T_0 | : Température de référence à l'équilibre thermique (K). |
| z | : Variable d'espace dans la direction d'étude (m). |

Lettres Grecques:

| | |
|-----------------|---|
| β | : Coefficient d'extinction (m^{-1}). |
| χ | : Coefficient d'absorption (m^{-1}). |
| $\delta(t)$ | : Fonction de Dirac. |
| Δz | : Epaisseur d'une tranche de la discrétisation spatiale du M-S-T . |
| ε_i | : Emissivité de la paroi i. |
| ϕ | : Flux thermique (W). |
| λ | : Conductivité thermique ($W.m^{-1}.K^{-1}$). |
| μ | : Cosinus directeur de l'angle $\theta = (L,z)$. |
| ρ | : Densité ($kg.m^{-3}$). |
| ρ_i | : Réflectivité de la paroi i. |
| σ | : Constante de Stefan-Boltzmann ($W.m^{-2}.K^{-4}$). |
| σ_d | : Coefficient de diffusion (m^{-1}). |
| τ_0 | : Epaisseur optique. |
| Ω | : Angle solide (str). |

Indices inférieurs

| | |
|-----------|-------------------------------|
| app | : grandeur "apparente". |
| eq | : grandeur équivalente. |
| m | : désigne une bande spectrale |
| max | : maximum. |
| ph | : phonique. |
| r | : radiatif. |
| λ | : grandeur monochromatique. |
| w | : fil chaud (wire). |

Indices supérieurs

- m** : numéro d'itération
***** : sans dimension.
^ : désigne un estimateur en notation statistique.
+ ou - : composante avant (positive) ou arrière (négative) de la luminance.

Variables adimensionnelles de base

- t*** : Nombre de Fourier ($= at/e^2$).
z* : Variable d'espace adimensionnelle ($= z/e$).
H* : Nombre de Biot ($= he/\lambda(T_0)$).
 λ^* : Conductivité ($= \lambda/\lambda_{ph}$).
 $\theta^* = T^* - T_0^*$: Température adimensionnelle $\left(= \frac{T - T_0}{Q/\rho C_p e} \right)$

Abbréviations

- c.m.a** : Coefficient (d'absorption) moyen arithmétique
c.m.p : Coefficient (d'absorption) moyen de Planck
c.m.r : Coefficient (d'absorption) moyen de Rosseland
m-s-t : Milieu semi-transparent
NDB : Nombre de bandes spectrales

CHAPITRE 1 :

LE VERRE

CHAPITRE 1 :

LE VERRE

Tout au long de son histoire, le verre a sans cesse modifié le regard ou l'intérêt, que les hommes lui ont porté.

La première période que l'on considère aller généralement, des Pharaons à la 1^{ère} guerre mondiale, est marquée par le colossal patrimoine artistique et culturel lié à ce matériau. Les chefs-d'oeuvre d'artistes de tous pays, que renferment nos musées, témoignent de l'intense activité de création faite autour de ce matériau (cristal, pâtes de verre...) et de son travail (formes, couleurs, fabrication...). Bien sûr, on travaillait alors sans souci du rendement et les procédés de fabrication ont peu évolué. D'un point de vue pratique, les applications de base de la verrerie étaient déjà là : fenêtres, lunettes, lentilles, récipients (chimie), ampoules...

Les processus de fabrication alliaient habileté, patience, imagination ; c'était le règne du tour de main et, à ce titre, cette première période est avant tout artistique.

Depuis près d'un siècle, le machinisme l'a emporté sur le tour de main. Le verre est désormais enfermé dans la dialectique production/consommation et c'est plus la fonction du matériau qui est retenue. Les applications anciennes du verre ont été domestiquées et étendues chaque jour pour les besoins de la science et de notre société.

Après un bref retour historique sur la première période, nous essaierons de cerner les raisons sociologiques qui ont motivé l'essor formidable de ce matériau au cours des dernières décennies, et, par là même, le souci constant que lui portent désormais industriels et chercheurs.

Historique

L'industrie du verre semble remonter au moins à 5000 ans av. J.C. : origine lointaine, qui fait mystère des circonstances ayant présidé à sa découverte. Aussi préfère t-on généralement l'aventure, racontée par Pline le Jeune dans son "Histoire naturelle", qui arriva à des marchands phéniciens de

Chapitre 1

natron (carbonate de sodium déshydraté) lors d'une halte sur les rives du Bellus, quelque 400 ans av. J.C. On raconte que les blocs de calcaire dont ils se servirent pour aménager un foyer où poser leurs marmites, fondirent sous l'action du feu et se mélangèrent au sable du rivage. Après refroidissement, un verre transparent avait été formé.

Comme dans beaucoup d'autres cas de ce genre, cette version apparaît délicate à justifier aujourd'hui d'un point de vue strictement scientifique. Elle renvoie néanmoins à la question intéressante du rôle du hasard dans la découverte, par les hommes, des phénomènes physiques qui font notre monde.

Quoi qu'il en soit, le succès de ce "produit de la nature" fut dès lors fondé sur son pouvoir de séduction: cristaux magiques, jouant avec la lumière pour fabriquer des couleurs éclatantes, ou plus tard miroirs confrontant l'homme avec la réalité de sa propre existence.

La maîtrise technologique de ce matériau à des fins d'abord esthétiques est à mettre à l'actif des Egyptiens: colliers en pâtes de verre, fresques de Benni-Hassah près de Thèbes figurant des scènes relatant les différentes phases du soufflage, bijoux de verre réclamés par César comme tribut de guerre.

C'est vers l'an 31 av. J.C, que semble avoir débuté la fabrication du verre coulé à Rome. Les ruines de Pompéi ont révélé son application au bâtiment, dans la fabrication de verre enchassé dans des fenêtres. Avec la chute de l'empire de Rome, Constantin transporta l'art de la verrerie à Byzance.

L'histoire du verre marque ici le pas jusqu'à la fondation de Venise et la prise de Byzance au XV^{ème} siècle. Le monopole de fabrication de la soude indispensable passa aux mains des Vénitiens qui s'attachèrent également des artistes verriers. La fabrication des premières glaces polies, destinées à la confection des miroirs notamment, leur est due. La technique de polissage des glaces obtenues par soufflage à la bouche, était fastidieuse et réservée à des spécialistes. Sa maîtrise permit par ailleurs la mise au point de lentilles de qualité optique supérieure. Cela se traduisit par l'invention de la lunette optique qui fascina Galilée par le pouvoir d'observation du ciel et des astres qu'elle autorisait. On sait aujourd'hui que les conclusions qui s'imposèrent alors à lui le conduisirent à défendre le système de Copernic et à proposer sa propre version de la mécanique céleste, révolutionnant l'histoire des sciences et introduisant une rupture radicale dans les modes de pensée d'alors.

En France, c'est sous l'impulsion de Colbert que l'industrie du verre pu se développer véritablement. En 1665, une manufacture de verre blanc dirigée par Richard Lucas, sieur de Nehou, fonctionnait avec, comme employés, de jeunes gens ayant surpris à Venise les tours de main des miroitiers. C'est en 1695 que De

Nehou alla s'installer au château de Saint-Gobain où il mit au point, trois ans plus tard, le coulage des glaces pour remplacer le soufflage.

La maîtrise technologique liée à la fabrication du verre ira ensuite croissant, pour atteindre son degré de perfection dans une méthode permettant d'obtenir directement la qualité glace sans avoir besoin au préalable de l'adoucir ni de la polir. C'est le procédé "Float glass", imaginé et développé dans les années 50 en Angleterre et répandu dans tous les pays industrialisés. Par la diversité des produits qu'il propose, il s'est imposé dans nos sociétés modernes comme objet de consommation incontournable.

Aspects sociologiques du verre

Portons nous donc maintenant sur la perception sociologique qui fonde aujourd'hui le verre comme valeur d'ambiance.

Jean Baudrillard distingue d'abord dans le verre, à la fois "la symbolique d'un état second et celle d'un degré zéro du matériau". Symbolique de la congélation ("miracle" du fluide fixe) donc de l'abstraction. Cette abstraction introduit à celle du monde intérieur: sphère de cristal de la folie; à celle de l'avenir: boule de cristal de la voyance; à celle du monde de la nature: par le microscope et le télescope, l'oeil accède aux mondes différents. Par ailleurs indestructible, imputrescible, inodore, ... (c'est le récipient moderne idéal: "il ne prend pas le goût", n'évolue pas avec le temps en fonction du contenu, ne fait pas mystère de ce contenu), il est bien une espèce de degré zéro de la matière: ce que le vide est à l'air, le verre l'est à la matière.

Cette double symbolique atteste déjà selon Baudrillard, de la valeur du matériau dans le système d'ambiance que notre société a développé.

Mais surtout, le verre "matérialise au plus haut point l'ambiguïté fondamentale de l'ambiance: celle d'être à la fois proximité et distance, intimité et refus de l'intimité, communication et non-communication".

Stratégie de la publicité, le verre emballage, fenêtre, paroi fonde une transparence sans transition: on voit, mais on ne peut toucher. Une vitrine c'est féerie et frustration.

Ajoutons lui une vertu morale entre toutes: sa pureté, son objectivité, son immense connotation hygiénique et prophylactique.

C'est à ce double titre qu'on le retrouve d'ailleurs à la consommation et au conditionnement: "il défend le produit contre la contagion, ne laisse passer que

Chapitre 1

le regard. Prêt à tous les moulages, le verre donne des chances illimitées à l'esthétique". Invisible et partout présent, il répondra à la définition d'une vie plus belle et plus claire. De plus, quel que soit son destin, il ne peut jamais être un détrit, puisqu'il n'a pas d'odeur. Il est néanmoins consommé, et à un rythme effréné, son sublime (transparence, pureté) jouant comme motivation d'achat.

Enfin, le verre offre des possibilités de communication accélérée entre l'intérieur et l'extérieur, mais qu'on ne s'y trompe pas, il institue du même coup une césure invisible et matérielle qui empêche que cette communication devienne une ouverture réelle sur le monde.

Les "maisons de verre" modernes, "buildings miroirs", ne sont pas ouverts sur l'extérieur: c'est le monde extérieur, la nature, le paysage qui viennent au contraire, grâce au verre, transparaître dans l'intimité, dans le domaine privé et y "jouer librement" à titre d'élément d'ambiance.

Le verre, réintégration du monde entier comme spectacle dans l'univers domestique.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

DUVAL , 1964

Le Verre.

PARIS Presses Universitaires de France.

BAUDRILLARD J., 1968

Le Système des Objets.

GALLIMARD Tel.

HAMON M., 1988

Du Soleil à la Terre. Une Histoire de Saint-Gobain.

Ed. Lattès, Paris.

LEVI-STRAUSS C., 1952

Race et Histoire.

Ed. DENOEL.

CHAPITRE 2 :

LE TRANSFERT DE CHALEUR DANS LE VERRE

CHAPITRE 2 :

LE TRANSFERT DE CHALEUR DANS LE VERRE SOLIDE

Le concept physique qui préside au passage d'un flux de chaleur de la partie chaude d'un corps à une partie plus froide repose, dans le cas du verre solide, sur la seule description d'un transfert d'énergie par quanta. L'énergie est pensée de manière discrète. Les agents "porteurs" d'une quantité d'énergie définie, sont appelés photons ou phonons suivant le phénomène vibratoire auxquels ils sont associés.

Dans le cas des premiers, on s'accorde à dire depuis la reconnaissance dans les années vingt de la validité des propositions heuristiques d'Einstein (1905), qu'ils représentent l'énergie associée à la lumière et au rayonnement thermique en particulier.

Le verre étant semi-transparent*, il est le siège, à des degrés divers, de mécanismes physiques (émission, absorption) faisant intervenir le rayonnement thermique comme mode de transfert d'énergie.

Le chapitre suivant dédié à l'histoire du rayonnement thermique, ainsi que l'ensemble de ce travail permettront de revenir largement sur les aspects physiques liés au transfert d'énergie par rayonnement.

Aussi préférons-nous nous intéresser ici aux seconds, qui interviennent dans le transfert couplé de chaleur dans le verre par le mécanisme de la conduction thermique. Nous allons tenter de rappeler les éléments qui permettent de l'interpréter, comme le rayonnement, en termes de quanta d'énergie: les phonons.

* Afin d'éviter toute confusion, précisons que la notion de semi-transparence du verre évoquée ici, s'oppose à la qualité remarquable de transparence qu'on lui a attribuée au chapitre précédent et qui ne concerne que son interaction avec la partie visible (sensible au regard) du rayonnement. Pour le thermicien, le verre est semi-transparent en ce sens qu'il a un rôle actif sur les conditions de progression d'un flux de chaleur. Faisant appel à des connaissances scientifiques relativement récentes en regard de l'histoire du verre, cette notion reste encore méconnue des verriers eux-mêmes. Elle est pourtant responsable d'une qualité supplémentaire de ce matériau, qui les justifie: sa merveilleuse ouvrabilité.

généralement considérées), qu'est-ce qui rend un solide isolant moins efficace pour la diffusion de la chaleur?

Précisons peut-être avant tout un point de langage: un phonon est tout autant quantum de son que quantum de chaleur; il n'est pas davantage limité au domaine audible qu'un photon ne l'est à la lumière visible. (C'est pour cette raison que les spécialistes préfèrent manipuler généralement le concept de quantum d'action, plus global). Un flux de chaleur va être constitué principalement de phonons haute fréquence qui interagiront, non seulement entre eux mais avec leur environnement. Ils seront absorbés ou diffusés par des impuretés (atomes d'une autre espèce), par des défauts cristallins (joints de grain, hétérogénéités de liaisons...) avant de se propager très loin. Ce n'est seulement que dans un cristal parfait et à température absolue nulle qu'un phonon, une fois créé, se propage en principe à la vitesse du son. Le trajet rectiligne que peut effectuer un phonon avant qu'il ne subisse une collision est donc très réduit. Contrairement au domaine audible (basses températures) où les longueurs d'onde sont si grandes que la structure paraît uniforme.

La conduction de la chaleur est donc "lente" parce que les phonons thermiques subissent un nombre énorme de collisions avant de traverser une pièce solide de taille raisonnable.

Et le verre?

Le cas des verres est particulier en ceci que leur structure est caractérisée par un désordre important à l'échelle microscopique: sur l'élaboration de la théorie du réseau aléatoire des verres, on pourra se reporter aux articles fondateurs de ZACHARIASEN et WARREN. Cela en fait des milieux inhomogènes en densité, de module d'élasticité variable, qui constituent des systèmes préférentiellement diffusants pour les ondes sonores. Le libre parcours moyen des phonons dépend alors fortement de l'échelle des irrégularités. Dans le quartz vitreux et à température ambiante, il est d'environ 7 \AA , ce qui correspond aux dimensions d'un tétraèdre de SiO_4 . Leur conductivité thermique est ainsi rendue plus faible. Par ailleurs, et depuis les travaux de KITTEL, on sait que ce libre parcours moyen évolue très peu avec la température. L'augmentation de conductivité quand la température augmente peut être attribuée à une augmentation de la chaleur spécifique (plus un cristal est chaud, plus la densité de phonons est élevée).

En conclusion, le verre solide étudié ici dans la gamme de températures 300K-800K va donner lieu à une "compétition" entre un transfert de chaleur par diffusion des phonons dans un quasi-réseau (globalement peu efficace), et du fait de sa semi-transparence, un transfert de chaleur par rayonnement, d'autant plus fort que la température d'étude s'élèvera.

Si notre approche restera essentiellement macroscopique (description par la Mécanique des Milieux Continus), nous avons voulu par ce bref chapitre, **montrer** que le transfert couplé de chaleur dans le verre n'est finalement qu'une histoire de quantum de vibration en interaction avec le matériau.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

ZACHARIASEN W.H., 1932

The Atomic Arrangement in Glass.

J. Am. Chem. Soc., vol.54, pp 3841-3851.

WARREN B.E., 1942

J. Appl. Phys., vol.13, p 602

KITTEL C., 1949

Interpretation of the Thermal Conductivity of Glasses.

Physical Review, vol.75, n°6, pp972-974.

LALLEMAND M., KUNC T., 1985

Transferts Thermiques dans les Verres à Haute Température (2ème partie).

Glastechnische Berichte, vol.58, n°9, pp 259-271.

GOODSTEIN D. L. and *al.* , 1985.

Experiments on Quantum and Thermal Desorption from ⁴He Films.

Physical Review Letters, vol.54, n°18, pp 2034-2037.

CHAPITRE 3 :

LE RAYONNEMENT THERMIQUE

CHAPITRE 3 :

LE RAYONNEMENT THERMIQUE

C'est au tournant de chacun des XIX^{ème} et XX^{ème} siècles, que le rayonnement thermique marqua l'histoire des sciences.

La découverte de la région infrarouge en 1800 donna lieu à 100 ans de recherches sur les propriétés de la "lumière visible et invisible":

Expérimentales avant tout, avec les premières ébauches de ce qui devait devenir la courbe du corps noir, les premières considérations sur le caractère de l'interaction rayonnement/matière, le développement des premières techniques de détection d'énergie radiante; théoriques également, puisqu'elles furent emportées, avec les Sciences de l'optique, par l' "onde déferlante" de la théorie de l'électromagnétisme, qui marqua le couronnement de la Physique classique et que De Broglie qualifia de "plus belle synthèse dont l'histoire de la physique nous ait offert l'exemple". Un couronnement majestueux, qui ne fut pourtant pas suivi d'un long règne puisque les années 1900 marquèrent les limites des conceptions classiques. La raison, on le sait, est à chercher du côté du rayonnement thermique. Rebelle aux questions liées au transport d'énergie, il fut à l'origine d'un bouleversement sans précédent des concepts sur lesquels reposaient les sciences physiques.

Mais il conviendra de situer à sa juste place le rôle de l'astrophysique dans cette évolution. Dès le XX^{ème} siècle, c'est elle qui élaborera une approche macroscopique du transfert par rayonnement et apporta les approximations simplificatrices majeures. Elle permit ainsi aux sciences de l'ingénieur d'investir le domaine des transferts thermiques dans leur plus vaste généralité:

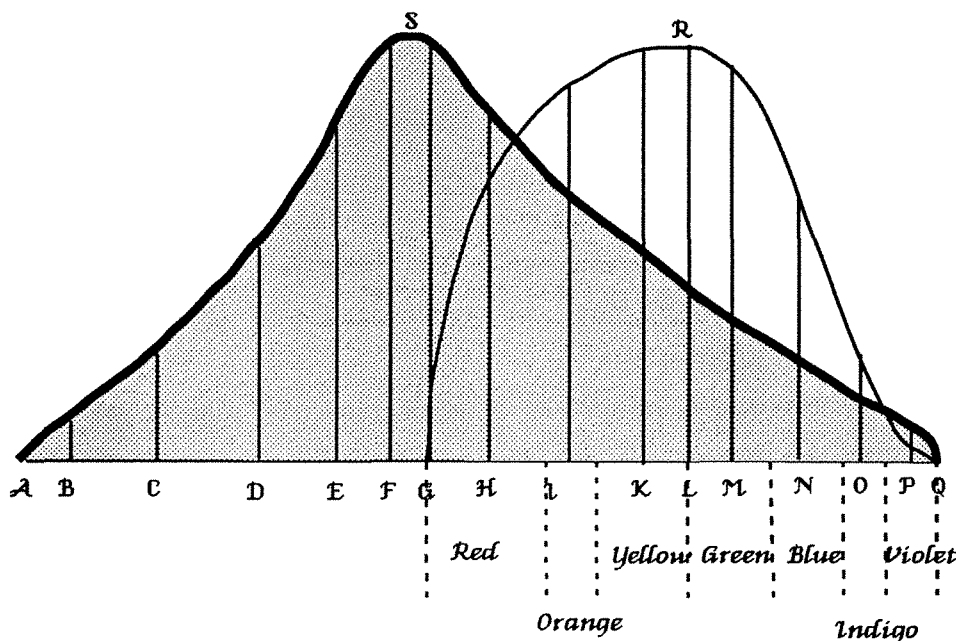
- au début, en constatant que la part de transfert de chaleur par absorption et émission de rayonnement thermique pouvait devenir très grande à haute température ;

- ensuite, et principalement à partir des années 60, en étudiant plus amplement le couplage conduction/rayonnement dans un milieu semi-transparent en augmentant, à chaque étape franchie, le niveau de complexité dans les problèmes abordés.

3.1 Son rôle dans l'Histoire des Sciences

Le rayonnement thermique: Découverte et premières questions

C'est le passage d'un thermomètre au travers du spectre solaire, qui semble avoir révélé à LANDRIANI vers 1777, l'existence d'un domaine spectral caractérisé par un apport de chaleur. Mais l'histoire retint plutôt les travaux significatifs de Sir F.W.HERSCHELL, astronome anglais d'origine allemande, comme marquant la découverte de cette région. Dans sa première publication (1800), il décrit un dispositif expérimental analogue à celui utilisé par LANDRIANI, qui le conduit à cette hypothèse: " *La chaleur radiante doit, sinon principalement du moins partiellement, consister (...) en lumière invisible*". Ses mesures sont résumées dans la courbe ci-dessous, extraite des "Philosophical Transactions of the Royal Society of London" (1800). Ayant divisé le spectre



visible suivant les domaines proposés par NEWTON, il reporta en ordonnée ses impressions de relative luminosité (brillance) obtenant ainsi la courbe qui présente un maximum dans le jaune-vert. La courbe en gras donne les élévations relatives de son thermomètre. Dans son allure générale, elle constitue une remarquable première esquisse de la fameuse courbe de répartition d'énergie spectrale obéissant à la loi de Planck. Pourtant les

conclusions qu'HERSCHELL tira de l'analyse de ses deux courbes l'ennuyait. Convaincu initialement que rayonnement invisible et lumière visible étaient de même nature - il avait déjà montré qu'ils suivaient les mêmes lois de réfraction et réflexion - il fut déçu d'avoir à admettre que si les courbes ne coïncidaient pas (dans leur maximum et réfrangibilité moyenne), c'est que le prisme dispersait très différemment les rayons responsables du transfert de chaleur et les rayons générant la lumière.

La découverte en 1803 par J.W.RITTER de l'existence d'un rayonnement au delà du violet et qui se distinguait par des effets chimiques, ne fit qu'accroître la confusion qui régnait déjà parmi la communauté des scientifiques. On considérait alors l'existence de trois types de rayonnement: "actinique", "lumineux" et "calorifique".

T.J. SEEBECK dissipa quelque peu la confusion autour de la question en montrant en 1825 que le lieu du maximum thermique variait suivant le matériau constituant le prisme.

Mais ce qui mit véritablement fin à un quart de siècle de débats animés sur la véritable existence de rayonnement invisible, fut un bond en avant technologique, apportant les premiers instruments de détection.

Développement d'instruments de mesure.

A partir de la découverte de la thermoélectricité par T.J. SEEBECK, L.NOBILI et M.MELLONI mirent au point le premier instrument de détection de chaleur radiante. Il était constitué d'un empilement de 25 à 30 petits barreaux de bismuth et d'antimoine, connectés de sorte que les jonctions chaudes forment une face d'un cube, et les jonctions froides l'autre face. La sortie de cette thermopile alimentait un multiplicateur à deux aiguilles. Cet appareil, qui évitait les deux défauts majeurs des thermomètres, temps de réponse longs et effet de masque du bulbe en verre, pouvait détecter la chaleur émise par une personne à 8 ou 9 mètres. MELLONI put ainsi lever une foule de mystères concernant le rayonnement thermique. On lui reconnaît entre autre, avoir attribué à la variation d'absorption de l'atmosphère terrestre, le fait que la position du pic de rayonnement solaire pouvait varier d'un jour à l'autre. L'essentiel de son travail, décrit dans son ouvrage La Thermochrôse ou la Coloration Calorifique est exemplaire de la curiosité scientifique et de la justesse dans l'interprétation des observations, dont a fait preuve cet homme de science injustement méconnu. Concernant la véritable nature du rayonnement infrarouge, il exprimait ainsi son idée en 1843: "*La lumière est simplement une*

série d'indications calorifiques sensibles à l'oeil humain, ou vice versa, les rayonnements de la chaleur obscure sont de véritables 'RAYONNEMENTS INVISIBLES' de la lumière".

Là encore, il ne se trompait pas, puisque des travaux contemporains fournirent des preuves scientifiques confirmant la similitude des propriétés du rayonnement thermique et de la chaleur.

Les plus nombreuses sont à mettre à l'actif de FORBES, qui réussit notamment à montrer que le rayonnement infrarouge pouvait être polarisé (1835). Citons également L.FIZEAU et J.B.L.FOUCAULT, assistants d'ARAGO, qui en 1847 apportèrent le dernier test fondamental en observant des franges d'interférence avec de la lumière infrarouge.

De découvertes en découvertes.

A partir de ces connaissances élémentaires et de ce merveilleux détecteur, un champ totalement nouveau de recherche s'ouvrait aux physiciens de l'époque, qui avaient cette chance de pouvoir explorer des domaines d'application variés, dont l'astronomie.

En 1859, J.TYNDALL fut le premier à étudier l'absorption des gaz. J.W.DRAPER, tenu pour le père de la photographie infrarouge, est connu pour ces travaux concernant l'émission thermique de différentes surfaces et pour avoir montré la supériorité du réseau sur le prisme, en ce qu'il permet la description du spectre de rayonnement en terme de longueur d'onde. S.P.LANGLEY suivit le conseil et, en utilisant un réseau faiblement concave et à forte résolution (140 traits/mm), comme élément dispersant de son spectromètre, put établir le premier spectre solaire précis, jusqu'à 2,8 μm .

De 1880 à 1890 apparurent de nouveaux appareils de détection beaucoup plus sensibles, dont le bolomètre de LANGLEY reposant sur la variation de résistance d'étroites bandes de platine, ou autres radiomètres conçus par des astrophysiciens (LEWISS, NICHOLS). Ce sont les thermopiles qui furent néanmoins les plus utilisées, tant les améliorations en vitesse de réponse et sensibilité furent grandes. Ces progrès rendaient impératif du même coup, une amélioration des composants et matériaux optiques. On préféra alors au sel gemme utilisé depuis la découverte de ses propriétés de relative transparence par MELLONI, la "fluorine" (transparente aux IR courts et moyens) puis le bromure d'argent (transparent aux IR lointains). Ces matériaux ne furent supplantés qu'un demi-siècle plus tard par des cristaux artificiels, d'élaboration rendue possible grâce à la maîtrise de nouvelles technologies.

Le développement des réseaux de transmission par P.DESSAINS et P.CURIE notamment (1880), permit d'éliminer les incertitudes liées aux valeurs de longueur d'onde du rayonnement thermique. Dans les recherches précédant le XX^{ème} siècle, il nous faut encore mentionner K.J.ANGSTRÖM, qui attribua l'absorption des infrarouges aux molécules et non aux atomes. On remarqua alors que les mêmes groupements moléculaires, par exemple CH₃, présents dans différents gaz, donnaient lieu à une même ligne d'absorption.

Le tournant du siècle.

Toutes ces recherches, évoquées ici succinctement mais pour donner une idée de l'activité scientifique énorme menée autour du sujet, furent merveilleusement consommées par l'avènement de la théorie électromagnétique. L'idée, qui conduisit MAXWELL à voir dans ses équations générales des phénomènes électriques, la possibilité de considérer la lumière comme une perturbation électromagnétique, et par là, de fondre toute la science de l'optique dans cette nouvelle théorie, fut un événement unique dans l'histoire de la physique macroscopique. Pourtant, si d'un côté elle créait l'optique et l'électricité modernes, bousculant la doctrine gênante et compliquée de l'éther, elle ne pouvait néanmoins lever un ultime mystère, évoqué par LANGLEY en ces termes: "*Juste devant nous il y a un énorme problème attendant une solution, la relation entre température et rayonnement*" (1889).

A cette époque, les lois utilisées pour caractériser le rayonnement du corps noir reposaient sur une loi établie par KIRCHHOFF (1860) et sur la relation empirique de STEFAN, validée théoriquement par BOLTZMANN.

WIEN, RAYLEIGH, JEANS apportèrent également leur contribution à une meilleure connaissance de la distribution spectrale d'énergie. Mais les relations qu'ils proposaient ne permettaient pas de décrire correctement la répartition en fréquence de l'énergie émise par le corps noir. La loi de WIEN, en particulier, était invalide aux hautes températures et/ou grandes longueurs d'onde (Catastrophe Ultraviolette). Elle reposait sur une analogie fragile avec la loi de BOLTZMANN des distributions de vitesse dans un gaz, et fut contredite par les nouvelles mesures de PRINGSHEIM et LUMMER en 1900.

A la fin de cette même année, PLANCK proposa une loi spectrale en très bon accord avec leurs données expérimentales. Mais les hypothèses faites pour établir cette loi attribuaient à l'énergie la propriété d'exister de manière discrète!

L'origine de la physique moderne.

Nous n'allons pas ici retracer un historique des événements ayant mené aux mécaniques nouvelles, qui sortirait du cadre fixé à nos objectifs, mais il s'agit plutôt d'appréhender comment cette impulsion issue de questions que posait le rayonnement thermique, a enclenché un processus ayant conduit à révolutionner l'histoire des sciences.

A partir de l'idée originale de PLANCK, EINSTEIN donna une démonstration de sa formule mais uniquement avec des considérations de thermodynamique statistique et surtout en élevant au rang d'hypothèse le fait que le rayonnement lui-même soit constitué de quanta d'énergie. PLANCK avait quantifié en fait l'énergie de la matière responsable de la thermalisation du corps noir, et EINSTEIN montra que sa formule ne pouvait être obtenue par la stricte application de la thermodynamique statistique à l'électromagnétisme classique des sources de rayonnement: on aboutit alors à la formule de RAYLEIGH-JEANS. Ceci conduisit EINSTEIN à penser que les équations de MAXWELL devaient perdre leur validité au niveau atomique. Bien sûr, il n'était pas question alors d'accepter une telle remise en cause et ce ne sont pas les succès d'EINSTEIN à expliquer ou prédire tel ou tel phénomène par l'hypothèse des quanta (effet photoélectrique, ionisation des gaz par lumière ultraviolette, chaleurs spécifiques...) qui pouvaient détourner de la confiance dont jouissait la théorie électromagnétique. Il faut reconnaître également que le grand obstacle sur lequel butait cette théorie naissante des quanta - l'explication des phénomènes optiques d'interférence, de diffraction ou de diffusion - disparaissait avec élégance par application de la théorie de MAXWELL. Le concept même de fréquence, indispensable pourtant à la théorie quantique, ne pouvait être qu'ondulatoire.

Et de fait, bien des problèmes restaient à élucider. En 1911, au premier Congrès Solvay, EINSTEIN posait le problème en ces termes: *"Nous arrivons maintenant à cette question d'importance capitale, mais malheureusement non résolue encore dans ses points essentiels: comment doit-on modifier la mécanique pour la mettre d'accord avec la loi du rayonnement et les propriétés thermiques de la matière?"*

Pourtant en 1913, l'hypothèse des quanta se révéla fructueuse. N.BOHR, en élaborant son modèle de l'atome d'hydrogène, consacra du même coup l'usage de la discontinuité quantique. Ce pas franchi, permit enfin à EINSTEIN de donner une représentation quantique des échanges d'énergie entre matière et rayonnement. Dans son article de 1917, "Théorie Quantique du Rayonnement", il

redonne une démonstration de la formule de PLANCK, mais cette fois, fondée sur un véritable bilan quantique des échanges d'énergie atomes/rayonnement et sur l'hypothèse du caractère dirigé de l'émission de rayonnement.

Ces succès croissants, obtenus à partir de l'hypothèse des quanta et les efforts consacrés à explorer la "structure" du rayonnement, obligèrent de manière de plus en plus contraignante, à admettre que le rayonnement, en sus des propriétés ondulatoires bien connues, présentait des aspects corpusculaires. On entra alors dans le 'Grand Débat de la Théorie Quantique', et pour que le lecteur puisse mesurer l'ampleur du séisme intellectuel qu'il engendra, il suffit d'évoquer entre autres questions capitales pour l'épistémologie, celle levée par SCHOTTKY: "Doit-on ou non révoquer le principe de causalité en physique?".

3.2 Description du Transfert Radiatif

Bien évidemment, le thermicien ne fait pas appel au formalisme de la mécanique quantique* pour aborder le transfert de chaleur dans le verre. La Mécanique des Milieux Continus permet d'en rendre compte à l'échelle macroscopique. La description mathématique du transfert radiatif est due aux astrophysiciens. Si la Théorie de la Relativité régla les problèmes liés à la dynamique des corps célestes, notamment par la reconsidération des notions d'espace et de temps liées aux systèmes de référence, il restait aux astrophysiciens à mieux définir ces corps: composition chimique, distribution de densité des différents constituants, variations thermiques par rapport aux états d'équilibre...

La seule information disponible pour cela, a toujours été jusqu'à présent, le rayonnement capté à la surface de la terre et émis initialement par les étoiles. Par exemple, les astronomes représentent l'évolution d'une étoile en reliant sa température effective à l'énergie totale qu'elle rayonne. L'obtention de spectres thermiques précis nécessita alors que l'on comprenne mieux tous les mécanismes physiques liés aux interactions entre le rayonnement et son environnement (absorption, diffusion, émission au sein de l'atmosphère), d'une manière propre à pouvoir corriger ces spectres mesurés et les comparer plus fructueusement avec ceux prédits par les modèles théoriques de structure d'étoiles.

* Bien que l'Equation de Transfert Radiatif introduite plus loin puisse être retrouvée sur des bases microscopiques.

L'émission du corps noir est parfaitement décrite par la formule de PLANCK. La loi de KIRCHHOFF d'équilibre thermodynamique local, traduisant que pour maintenir un équilibre local, un volume élémentaire dV doit émettre une énergie égale en quantité à celle absorbée, nous permet d'écrire la puissance émise dans le vide comme $\chi_\lambda \cdot L_\lambda^\circ(T)$ (χ_λ : coefficient d'absorption monochromatique; $L_\lambda^\circ(T)$ énergie monochromatique émise par le corps noir).

L'atténuation d'énergie résultant du passage d'un rayonnement spectral au travers d'un matériau donné est donnée par la loi de BOUGUER. On introduit un coefficient d'extinction β_λ comme somme d'un coefficient d'absorption χ_λ et de diffusion σ_λ .

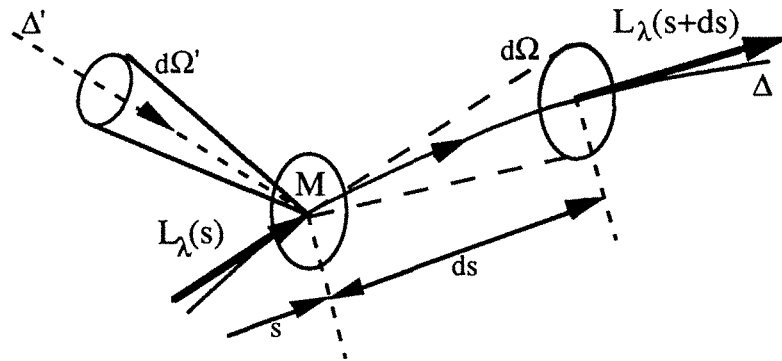
En ce qui concerne le comportement de diffusion, si la théorie électromagnétique permet en principe de le décrire en s'intéressant au champ de luminance pour le système milieu/particule, cela conduit dans la plupart des cas, même géométriquement simples, à des relations d'une extrême complexité. Des propositions intéressantes pour décrire le transfert radiatif avec diffusion permettent d'aborder le problème d'une manière plus globale. Ces méthodes concernent la discrétisation spatiale (angulaire) des luminances et sont dues pour beaucoup d'entre elles à des astrophysiciens.

Equation de Transfert Radiatif (E-T-R)

La connaissance de ces phénomènes permet alors d'introduire la notion de bilan portant sur les luminances ou intensités surfaciques de rayonnement. La luminance est une quantité commode pour les problèmes de transfert radiatif en raison de certaines propriétés d'invariance*. Elle figure le transport d'énergie le long d'un chemin dans une unique direction et sa variation traduit alors l'effet des mécanismes de transfert évoqués plus haut (figure ci-dessous).

* 1) Pour le corps noir, la luminance est indépendante de la direction (angle) d'émission: elle permet ainsi la caractérisation des émissivités directionnelles de surface.

2) Dans un milieu non absorbant, non diffusant, qui n'émet pas, la luminance est indépendante de la position le long d'une direction donnée: elle permet alors de considérer l'atténuation d'énergie le long de cette direction.



Dans sa plus grande généralité, ce bilan s'écrit:

$$\frac{dL_\lambda}{ds} = - \underbrace{(\chi_\lambda + \sigma_\lambda) \cdot L_\lambda(s)}_{(a)} + \underbrace{n_\lambda^2 \cdot \chi_\lambda \cdot L_\lambda^\circ(T)}_{(b)} + \underbrace{\frac{\sigma_\lambda}{4\pi} \int_{\Omega} L'_\lambda(s, \Delta') \cdot P_\lambda(\Delta, \Delta') \cdot d\Omega}_{(c)}$$

La variation de luminance le long du chemin ds résulte donc:

- d'une perte par atténuation (a), liée à une absorption et une diffusion par le milieu;
- d'un gain lié à l'émission par le milieu du fait de sa température (b) et à la redistribution d'énergie par diffusion de luminance incidente (direction Δ') dans la direction étudiée Δ (c). La fonction $P_\lambda(\Delta, \Delta')$ appelée fonction angulaire

de diffusion représente une probabilité et donc $\frac{1}{4\pi} \int_{4\pi} P_\lambda(\Delta, \Delta') d\Omega = 1$.

C'est l'expression de la luminance aux limites du système qui fournit le moyen de déterminer les constantes d'intégration de cette équation intégrale-différentielle. L'E-T-R ne peut se résoudre analytiquement et des approximations sont nécessaires pour en obtenir des solutions. Le couplage avec la température du milieu se fait par le terme d'émission (b).

Deux approches de résolution.

Les astrophysiciens sont intéressés par les valeurs locales de luminance dans le milieu. Leurs contributions ont concerné essentiellement les milieux dispersants. Elles se limitent également à la géométrie mono-dimensionnelle,

l'atmosphère de la terre et les enveloppes externes du soleil pouvant être approximées par des couches planes.

Dès les années vingt, l'aspect "transfert de chaleur" du rayonnement, commença à intéresser les ingénieurs pour les problèmes liés aux fours industriels. A partir du bilan radiatif, l'ingénieur, plus préoccupé par les flux d'énergie et les températures, intègre les luminances pour toute direction de l'espace et exprime ainsi une énergie traversant une surface. L'énergie

incidente $q_r = \int_0^{\infty} \int_{\Omega=4\pi} L_{\lambda} . d\Omega . d\lambda$ peut intervenir alors dans l'équation de

conservation de l'énergie. Mais ce n'était pas la seule difficulté supplémentaire. On ne s'intéresse plus seulement aux gaz mais aussi aux milieux denses. La géométrie n'est plus limitée aux cas mono-dimensionnel et semi-infini. Le transfert radiatif dans des enceintes nécessite de considérer les deux autres dimensions. Les conditions aux limites typiques ne sont plus une simple condition de luminance mais des conditions de température et de nature des parois. Un couplage avec d'autres modes de transfert (conduction/convection) rend le problème global plus complexe et a bien sûr des répercussions sur la façon de traiter le transfert radiatif.

En relation avec les problèmes particuliers qu'ils devaient surmonter, astrophysiciens et "thermophysiciens" ont donc développé des méthodes très ingénieuses, qui nous dotent aujourd'hui de tout un arsenal de techniques performantes. S'il est vrai que l'extrême diversité des problèmes rencontrés en Sciences de l'Ingénieur engendre aujourd'hui une plus grande production de connaissances scientifiques de la part des thermiciens, des soucis communs révélés par certains problèmes occasionnent toujours un développement complice et contigu de recherches. On peut en voir une belle illustration dans ces deux exemples.

Le premier concerne l'inversion de l'E-T-R. La méthode de relaxation de CHAHINE (1970) originellement destinée à la détermination des profils de température dans les atmosphères planétaires se révéla très intéressante pour le thermicien: couplée à une technique de sondage à distance, elle lui permet par exemple de remonter au champ de température établi dans un milieu semi-transparent (M-S-T) à partir de la mesure des flux émis par celui-ci.

Le second fait intervenir les recherches du thermicien sur les transferts de **chaleur** au sein des gaz de propulsion des engins spatiaux, par exemple, ainsi que sur leur protection thermique. Elles vont fournir aux astrophysiciens leurs plus puissants instruments de recherche.

BIBLIOGRAPHIE SELECTIVE

BARR E.S., 1960

Historical Survey of the Early Development of the Infrared Spectral Region.
American J. Phys., Vol.28, N°1 pp42-54

HOWELL J.R., 1988

Thermal Radiation in Participating Media: The Past, the Present, and Some
Possible Futures.
J. Heat Transfer, Vol.110, pp1220-1229

EINSTEIN A, 1989

QUANTA, Oeuvres choisies, vol 1.
Editions du SEUIL/CNRS

SELLERI F, 1986

Le Grand Débat de la Théorie Quantique.
Flammarion, Nlle Bibliothèque Scientifique.

SIEGEL R., HOWELL J.R., 1972

Thermal Radiation Heat Transfer.
Int. Student Ed., McGraw-Hill KOGAKUSHA.

CHANDRASEKHAR S., 1960

Radiative Transfer.
Dover Publications Inc. New-York.

DE BROGLIE L., 1937

La Physique Nouvelle et les Quanta.
Champs Flammarion.

CHAPITRE 4 :

LE CONTEXTE DE CETTE RECHERCHE

CHAPITRE 4 :

LE CONTEXTE DE CETTE RECHERCHE

Ce chapitre va s'attacher à décrire le contexte scientifique et technique dans lequel s'inscrit cette recherche. Après un rapide survol des travaux essentiels et majoritairement théoriques, consacrés à l'interaction conduction/rayonnement dans les milieux denses (verres), nous indiquerons les besoins spécifiques liés à une meilleure connaissance de la conductivité phonique des verres. Finalement, nous présenterons deux méthodes expérimentales, qui comme la nôtre, permettent d'accéder à ce paramètre tout en soulignant, par ailleurs, leurs différences.

Quelques aspects de la recherche scientifique à propos du transfert couplé dans les verres (M.S.T)

A partir du formalisme mathématique développé par les astrophysiciens dans la première moitié du siècle, les premiers travaux de chercheurs concernant le transfert de chaleur dans le verre visaient essentiellement à montrer, que la part de transfert incombant au rayonnement pouvait être prépondérante, surtout à haute température, vis-à-vis de la contribution purement conductive. Si les verriers avaient déjà établi ce fait empiriquement, les premiers traitements mathématiques et expérimentaux ne l'établirent vraiment que dans les années 50. Les travaux de GROOVE et JELLYMAN [1], NEUROTH [2], et KELLET[3] sont à ce titre initiateurs. KELLET montra en particulier, qu'à 1200°C et pour un verre à vitre ordinaire, le flux de chaleur d'origine radiative pouvait être 50 fois supérieur au flux conductif seul.

L'approche de ces problèmes, rendue difficile par une description mathématique complexe, fit largement appel aux simplifications et approximations introduites par les astrophysiciens. CZERNY et GENZEL [4] appliquèrent le modèle de Rosseland en décrivant le transfert dans les verres industriels à partir d'une conductivité radiative. KELLET mit en oeuvre l'approximation à deux flux de Schuster et Schwarzschild. Ces premières

approches furent ainsi validées et leurs conditions d'application clairement définies.

Un premier bilan des connaissances sur la question est dressé par GARDON [5] en 1961, et force est de reconnaître que les principales caractéristiques inhérentes au transfert combiné de chaleur sont mises en évidence (influence de l'épaisseur, des limites radiatives, de la dépendance spectrale et du rôle qu'y joue la température).

Depuis, les connaissances sur le sujet n'ont cessé de s'étendre. En 1962, les travaux de VISKANTA et GROSH [6] traitent le transfert stationnaire mono-dimensionnel du mur gris, semi-transparent, entre deux surfaces noires. En 1992, on peut faire ce constat que, si tous les aspects théoriques possibles de l'interaction conduction-rayonnement dans les M-S-T denses ont été traités, ou du moins abordés:

- régime stationnaire/transitoire,
- géométrie mono-dimensionnelle (cartésienne, cylindrique, sphérique) et étendue aux autres dimensions,
- milieux diffusants/non-diffusants (isotropes ou non),
- limites opaques (émission et réflexion diffuses/spéculaires, grises/non-grises) ou semi-transparentes,
- milieux non-gris,
- gamme de température étendue,
- transferts couplés convectif, électrique,

rare encore sont les travaux qui les intègrent dans leur pluralité [7].

Les études actuelles intègrent de plus en plus, des conditions complexes, plus conformes aux réalités industrielles, mais nécessitent souvent beaucoup de patience et d'effort de la part des scientifiques, pour n'apporter parfois que quelques éléments d'information très ponctuels.

Ces progrès, on les doit à la fois au formidable essor des méthodes et techniques diverses de résolution (numérique) des problèmes, et au spectaculaire développement des puissances de calcul des ordinateurs, qui permettent de les mettre en oeuvre.

A propos du premier point, que nous ne souhaitons pas développer ici - d'autant que d'excellents articles de synthèses [8, 9, 10] sont disponibles - nous dirons seulement que les trésors d'imagination déployés ces trente dernières années, nous dotent aujourd'hui de techniques de résolution ou d'approche des problèmes, adaptées à la grande majorité des cas rencontrés. Il semble même, d'après les conclusions tirées par le Comité Scientifique du 21^{ème} Séminaire

EUROTHERM consacré au transfert de chaleur dans les M-S-T (Villeurbanne 1992), que leur degré de précision est maintenant suffisant, et qu'il est moins nécessaire de chercher à les développer plus avant.

On peut regretter cependant, que le contrecoup de ces efforts se traduise aujourd'hui par une réelle pauvreté des investigations expérimentales*. Car si l'excellence des principes et des méthodes sur lesquels reposent les approches théoriques n'est plus à prouver, et donc justifie qu'on s'y intéresse pour accroître nos connaissances, il est vrai également que les modèles développés, pour acquérir une validité prédictive quantitative, doivent s'appuyer sur des données fiables et nombreuses.

Sachant l'extrême versatilité des paramètres physiques nécessaires fonctions de la température, de la longueur d'onde et de la cascade d'implications** qui en résulte, on comprendra que les préoccupations industrielles actuelles s'organisent autour de la constitution de banques de données [11]. En ce qui concerne la détermination expérimentale des propriétés thermo-optiques des verres, nous préférons renvoyer le lecteur à des articles de synthèse [12, 13, 14]. Pour ce qui est des propriétés thermiques, diffusivité et conductivité, nous allons voir que les données expérimentales sont là aussi parcellaires.

Besoins liés à une meilleure caractérisation thermique des M-S-T.

La métrologie des M-S-T condensés présente deux intérêts*** : d'abord, de participer à une meilleure compréhension de la physique des milieux désordonnés; d'autre part, de contribuer, en ingénierie, à un meilleur contrôle des processus impliquant les transferts couplés de chaleur. C'est bien sûr ce deuxième aspect qui motive la plus grande part des activités de recherche expérimentale.

* Soulignons néanmoins l'effort fait par St-Gobain Recherche dans cette direction et concrétisé par un large projet de recherche sur 5 ans (4 thèses).

** Des études aux températures élevées (1400°C) posent des problèmes particuliers d'expérimentation par exemple liés à l'absence de tenue mécanique, au caractère corrosif, bullant du verre. Par la variété des phénomènes qui interviennent, elles diversifient les centres d'intérêt (on s'intéressera à l'influence de l'oxydation sur l'absorption du verre, ou de l'opacification par cristallisation, ...) et rendent ainsi colossal le travail expérimental à mener pour caractériser correctement ne serait-ce qu'un seul type de verre.

*** On pourrait ajouter qu'ils permettent des approches expérimentales plus confortables des transferts couplés que les milieux non condensés (gaz). La variation en fonction de la longueur d'onde de leur coefficient d'absorption ne présente pas le comportement complexe des raies d'absorption. Sa haute viscosité permet des mesures à des températures relativement hautes sans que la convection naturelle ne vienne trop perturber le système.

Ces problèmes interviennent inévitablement dans l'élaboration des verres industriels (fours) et leur transformation en produits dérivés (bouteilles, pare-brise, fibres de verre, etc). On cherche à maîtriser les bilans d'énergie ainsi que la distribution des températures dans les fontes, afin d'optimiser le produit final. Ce fut le premier terrain d'application plaidant en faveur de connaissances expérimentales accrues. L'apparition de nouvelles technologies a rendu ce besoin pressant: - en génie nucléaire, pour les choix de matrices de vitrification destinées à enrober les déchets nucléaires, - en aéronautique spatiale, pour améliorer les boucliers thermiques des navettes spatiales lors de la rentrée dans l'atmosphère, ou les pare-brise et hublots des futurs engins de transport hypersoniques, ... D'autre part, la simulation de problèmes théoriques couplés de plus en plus complexes (fours industriels, réacteurs nucléaires, ...), exigent, pour des raisons de réalisme, que les paramètres d'entrée des logiciels soient les plus justes possibles.

Détermination expérimentale de la conductivité (diffusivité) phonique.

L'approche expérimentale de la conductivité phonique s'est faite progressivement.

Elle passait déjà par des expériences devant valider les modèles théoriques développés pour décrire l'interaction conduction/rayonnement. Les premiers travaux s'attachèrent à établir une correspondance théorique/expérimental au niveau de profils de température et de valeurs de flux [15, 16]. On considérait généralement un M-S-T en géométrie plane, et on vérifiait à chaque fois l'influence de tel paramètre: épaisseur optique, émissivités des surfaces, dépendance spectrale du coefficient d'absorption,

Les premières bases d'investigations expérimentales plus poussées étaient jetées et permirent rapidement les premières estimations de la conductivité phonique. Men et coll.[17] fournirent les premières données sur le verre de silice jusqu'à 1200°C. Une analyse théorique fine de leur système expérimental leur donna les moyens d'évaluer ce paramètre. Cette procédure, assez classique en métrologie thermique a le mérite d'être implacable même si elle peut parfois être lourde à mettre en oeuvre (identification, problèmes inverses, ...). C'est cette démarche que nous avons adoptée.

Une autre méthodologie consiste en l'évaluation d'un coefficient apparent (effectif) et de lui retrancher le part due au transfert radiatif par des

approximations de conductivité radiative (Rosseland, Poltz/Jugel, Arpaci/Larsen, ...). C'est ainsi que Hayes et coll.[18] déterminent la conductivité phonique de chalcogénures entre 175K et 475K en utilisant une correction établie par Poltz[19] dans le cadre de mesures de conductivité des liquides par une méthode de type "fil chaud". Cette méthode, limitative en raison des domaines de validité de ces approximations, permet de fournir plus efficacement des données expérimentales. Aujourd'hui, elle se heurte à une trop grande approximation, qui pour être améliorée, devrait sacrifier à la simplicité du principe de séparation des effets.

Récemment, ARAKI et coll.[20] ont appliqué la méthode flash par laser pour déterminer la diffusivité des verres. La sollicitation thermique est un créneau. Leurs conditions expérimentales aboutissent à des valeurs de diffusivité sensibles à l'épaisseur de l'échantillon. L'application d'une correction de la part radiative permet d'approcher la diffusivité phonique. Ces travaux seront bien sûr commentés lorsque nous analyserons nos propres résultats.

Complétons enfin notre brève description du contexte lié à notre propre travail de recherche, en évoquant deux des principales méthodes qui permettent comme la nôtre d'estimer la conductivité vraie des verres: la méthode "thermo-conductimètre et interférométrie" et la méthode du fil chaud.

Une méthode en régime permanent:

Nous nous appuyerons essentiellement sur une description du dispositif expérimental développé par KUNC et coll.[21] et sur la procédure permettant d'identifier la conductivité phonique de verres de borosilicate et silice fondue.

L'échantillon plan est déposé sur un fluxmètre et une différence de température généralement faible est maintenue aux parois. L'accès au champ de température dans l'échantillon est assuré par interférométrie. C'est une méthode qui s'appuie sur la semi-transparence du matériau en expérience et offre une faible sensibilité aux effets de rayonnement perturbateur.

Par un modèle du transfert couplé rayonnement/conduction, l'identification de la conductivité thermique λ_{ph} , peut se faire en comparant flux de chaleur mesuré et calculé. Un choix initial de λ_{ph} amorce un processus d'identification établi d'après la théorie du transfert combiné.

L'inconvénient majeur de cette technique est la nécessité de connaître un certain nombre de paramètres qui interviennent à deux niveaux:

- à la fois dans l'identification du paramètre; le modèle nécessite la connaissance des caractéristiques optiques du matériau semi-transparent (coefficient d'absorption, indice de réfraction) et des parois (émissivités),
- mais également au niveau métrologique; la méthode interférométrique nécessite de connaître la variation de l'indice de réfraction avec la température et le coefficient de dilatation thermique α pour donner des renseignements sur des écarts relatifs de température. L'ajustement en absolu est fait d'après la mesure des températures de surface par thermocouples, qui reste délicate. Cette méthode est par ailleurs limitée à des températures d'étude inférieures à la température de transition.

Une analyse très poussée sur le plan théorique (influence du caractère non-gris, modèles spectraux élaborés, influence des émissivités, ...) et sur le plan expérimental (analyse et prise en compte des imprécisions de mesure, ...), [22] a fourni des résultats sur les deux types de verre. L'incertitude relative est évaluée entre 6 et 11% suivant le verre et la température d'étude. Retenons enfin qu'il est plus avantageux, afin de limiter l'influence perturbatrice du rayonnement, de se placer dans des conditions de faible épaisseur d'échantillon et faibles émissivités de surface, remarque que nous réitérerons ultérieurement.

Une méthode en régime transitoire:

La méthode du fil chaud repose sur la mesure de l'augmentation temporelle de la température d'un fil fin (ΔT_w), inséré dans un fluide, gaz ou solide et résultant d'un flux de chaleur initial émis par lui en échelon (effet Joule). Cette augmentation dépend bien sûr de la façon dont "réagit" le milieu environnant au passage du flux et permet ainsi de le caractériser. WRAY et CONNOLLY [23] dès 1959 obtinrent des résultats expérimentaux au delà de 1000 K pour du verre de silice, montrant clairement une tendance de la méthode à minimiser la contribution radiative, tendance confirmée par les travaux théoriques de MENASHE et WAKEHAM [24]. Elle ne peut pourtant être négligée. Des données précises sur les propriétés du milieu sont alors requises pour garantir des estimations fiables de la correction d'origine radiative à apporter à la conductivité apparente identifiée. Cette correction, pour permettre une identification raisonnable nécessite des modèles forcément simplifiés du transfert radiatif reposant parfois sur des hypothèses parfois incorrectes sinon incertaines sur le plan expérimental (cas du milieu semi-infini).

Un autre aspect de cette méthode est d'ordre métrologique. Des études théoriques et expérimentales menées au LEMTA [25] montrent clairement les problèmes de mesure liés à cette méthode dans le cas de milieux opaques. La modélisation fait intervenir 3 paramètres dont la conductivité effective qui intervient au 1^{er} ordre. Toutefois, les problèmes de sensibilité de mesure de la variation de température du fil conditionnent fortement l'identification des paramètres et peuvent se poser en ces termes: comment mesurer précisément la température d'un fil très fin sachant qu'à faible ΔT_w la sensibilité des paramètres sera faible, entachant l'identification d'erreurs, et que la réalisation de forts ΔT_w fait sortir cette méthode des conditions "d'idéalité" dans laquelle il est préférable de la mettre en oeuvre; le fil doit être plus gros, mais alors la non-linéarité due à la variation des propriétés thermophysiques des matériaux (fil+milieu) devient non négligeable.

Un avantage de cette méthode est qu'elle peut s'appliquer à toute température moyennant quelques aménagements pratiques. Ainsi elle peut permettre de s'appliquer au verre solide et liquide. Des mesures précises à haute température restent pourtant difficiles à obtenir. Si l'état fluide permet de s'affranchir de la résistance thermique de contact fil/milieu, l'accroissement parallèle de la température rend la contribution radiative plus importante et reporte donc le problème sur le degré de précision de son évaluation. Cette méthode, simple dans sa mise en oeuvre, permet d'obtenir rapidement un grand nombre de données. La société St GOBAIN Recherche a mené un grand nombre de travaux expérimentaux [26, 27] autour de cette technique. Les données recueillies sur des échantillons de verre float à différents teneurs en Fe_2O_3 constitueront des éléments de comparaison de cette méthode avec la méthode flash, la société St GOBAIN Recherche nous ayant fourni des échantillons de référence.

Conclusion

Les deux méthodes présentées ici, sont représentatives des grandes classes de techniques, utilisées pour identifier la conductivité phonique des verres. Très différentes dans leur principe (régime stationnaire/transitoire, géométrie mono-dimensionnelle plane/cylindrique, métrologie thermique différente: mesures optiques/variation de résistance d'un fil), elles ont ceci de commun qu'elles nécessitent toutes deux de connaître les caractéristiques thermo-optiques du milieu étudié afin de pouvoir corriger de la part radiative, la valeur de conductivité globale à laquelle elles permettent accéder. Le problème de mesure de conductivité renvoie donc à la connaissance d'autres

Chapitre 4

paramètres plus ou moins nombreux. Une méthode évitant cela serait souhaitable.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] GROOVE F.J., JELLYMAN P.E., 1955
The Infrared Transmission of Glass in the Range Room Temperature to 1400°C.
J.Soc. Glass. Tech., vol.39, pp3-15
- [2] NEUROTH N., 1953
Der Einfluss der Temperatur auf die Spektrale Absorption von Gläsern in
Ultraroten II.
Glastech. Ber., vol.26, pp66-69
- [3] KELLET S., 1952
The Steady Flow of Heat through Hot Glass.
J. Opt. Soc. Am., Vol.42, pp339-343
- [4] CZERNY M., GENZEL L., 1952
Energiefluss und Temperaturverlauf im Glasbad von Schmelzwannen als Folge
von Wärmeleitung und Wärmestrahlung.
Glastech. Ber., Vol.25, pp387-392
- [5] GARDON R., 1961
Review of Radiant Heat Transfer in Glass.
J. Am. Cer. Soc., Vol.44, pp305-312
- [6] VISKANTA R., GROSH R., 1962
Heat Transfer by Simultaneous Conduction and Radiation in an Absorbing
Medium.
J. Heat Transfer, Vol.84, pp63-72
- [7] SUN G.C., SAULNIER J.B., HUCLIN J.C., 1992
Modelization of electrical and thermoconvective coupled transfers in a 3D
cavity with a semi-transparent material.
Proc. of the 21th Eurotherm Seminar, Villeurbanne (F), pp197-206.

- [8] VISKANTA R., 1982
Radiation Heat Transfer: Interaction with Conduction and Convection and Approximate Methods in Radiation.
Proc. of the Seventh Int. Heat Transfer Conf., München (RFA)
Heat Transfer, Vol.1, pp103-121
- [9] SACADURA J.F., 1987
Transfert Radiatif et Couplage Conduction-Rayonnement dans les Milieux Semi-transparents: Problèmes Direct et Inverse.
Rencontre SFT, Châtenay-Malabry
- [10] HOWELL J.R., 1988
Thermal Radiation in Participating Media: The Past, the Present, and Some Possible Futures.
J. Heat Transfer, Vol.110, pp1220-1229
- [11] ANTERION F., 1992
Industrial Needs for Heat Transfer Research in Semi-transparent Media.
Proc. of the 21th EUROTHERM Seminar, Lyon (F), pp 231-247
- [12] LALLEMAND M., 1983
Variation des Constantes Thermophysiques des Matériaux Semi-transparents avec la Température. Application à la Thermique.
Rev. Gén. Therm., France, Vol.264, pp901-908
- [13] BLAZEK A., Von ENDRYS J., KADA J., STANEK J., 1976
Strahlungswärmeleitfähigkeit von Glas.
Glastechn. Ber., Vol.49, pp75-81
- [14] LALLEMAND M., 1992
Experimental Techniques for Semi-Transparent Media.
Proc. of the 21th EUROTHERM Seminar, Villeurbanne (F), pp 3-27
- [15] NISHIMURA M., HASATAMI M., SUGIYAMA S., 1968
Simultaneous Heat Transfer by Radiation and Conduction. High Temperature One-dimensional Heat Transfer in Molten Glass.
Int. Chem. Engr. Vol.8, pp739-745

- [16] ERYOU N.D., GLICKSMAN L., 1972
An Experimental and Analytical Study of Radiative and Conductive Heat Transfer in Molten Glass.
J. of Heat Transfer, Vol.94, pp224-230
- [17] MEN A.A., CHECHEL'NITSKY A.Z., 1973
Thermal Conductivity of Fused Quartz.
Teplofis. Vys. Temp., Vol.11, pp1309-1312
- [18] HAYES D.I., REA S.N., HILTON A.R., 1975
Thermal Conductivity of Infrared Transparent Chalcogenide Glasses.
J. Am. Cer. Soc., Vol.58, pp135-137
- [19] POLTZ H., JUGEL R., 1967
The Thermal Conductivity of Liquids IV/ : Temperature Dependence of Thermal Conductivity.
Int. J. Heat Mass Transfer, Vol.10, pp1075-1088
- [20] ARAKI N., KUBO N., SASAHARA Y., 1988
Effect of Radiation Heat Transfer on Thermal Diffusivity Measurements.
Proc. of the 11th E.T.P.C, Umea.
- [21] KUNC T., LALLEMAND M., SAULNIER J.B., 1984
Some New Developments on Coupled Radiative-Conductive Heat Transfer in Glasses - Experiments and Modelling.
Int. J. Heat Mass Transfer, Vol.27, n°12, pp2307-2319.
- [22] KUNC T., 1984
Etude du Transfert Couplé Conduction-Rayonnement. Application à la Détermination de la Conductivité Phonique des Verres à Haute Température par Identification Paramétrique.
Thèse de 3^{ème} cycle, Université de Poitiers.
- [23] WRAY H.L., CONNOLY T.J., 1959
Thermal Conductivity of Clear Fused Silica at High Temperatures.
J. Applied Physics, Vol.10, pp1702-1705

Chapitre 4

- [24] MENASHE J., WAKEHAM W.A., 1982
Effect of Absorption of Radiation on Thermal Conductivity Measurements by the Transient Hot-Wire Technique.
Int. J. Heat Mass Transfer, Vol.25, pp661-673
- [25] ZHANG X., à paraître
Métrologie Thermique par Méthode Quasi-stationnaire: Modélisation, identification et application à la caractérisation de solides.
Thèse de Doctorat de l'INPL, Nancy
- [26] CHAMPONNIER F., GUILLEMET C., 1976
Mesures de la Conductivité et de la Diffusivité Thermique d'un Verre Float entre 0°C et 550°C environ.
Rapport interne St Gobain Recherche.
- [27] HENRIQUES J.C., 1989
Etude de la Méthode du Fil Chaud. Modélisation des Transferts de Chaleur à l'aide du Quadripôle Thermique et Application de la Méthode d'Identification des Paramètres.
Rapport interne St Gobain Recherche.

CHAPITRE 5 :

SYSTEME METROLOGIQUE

CHAPITRE 5 :

SYSTEME METROLOGIQUE

5.1 La Méthode flash

L'accès direct à la connaissance de la diffusivité thermique des matériaux est essentiellement lié à la proposition faite en 1961 par PARKER et al. [1], d'une méthode de mesure dite "flash". La simplicité de sa mise en oeuvre expérimentale, combinée à l'extension sans cesse croissante de son domaine d'application, l'ont imposée rapidement comme la technique de mesure parfaitement adaptée au problème de caractérisation des matériaux opaques. Quelque trente années après sa première mise en oeuvre, la voici qui sort des laboratoires de recherche pour être commercialisée dans deux versions: - l'une fonctionnant dans la gamme de température (70K - 370K) et s'appuyant sur une détection de température par contact et un apport d'énergie par tubes à éclats, - l'autre dans la gamme de température (300K-2300K) et s'appuyant sur une détection de température optique et un apport d'énergie par laser. Au cours de cette thèse, nous avons étendu la première version à la gamme de températures 300K-800K.

Après un bref rappel des principes sur lesquels repose cette méthode, nous recenserons l'ensemble des situations auxquelles elle s'est adaptée, pour s'arrêter enfin à la description de son dernier développement: le diffusivimètre moyenne température.

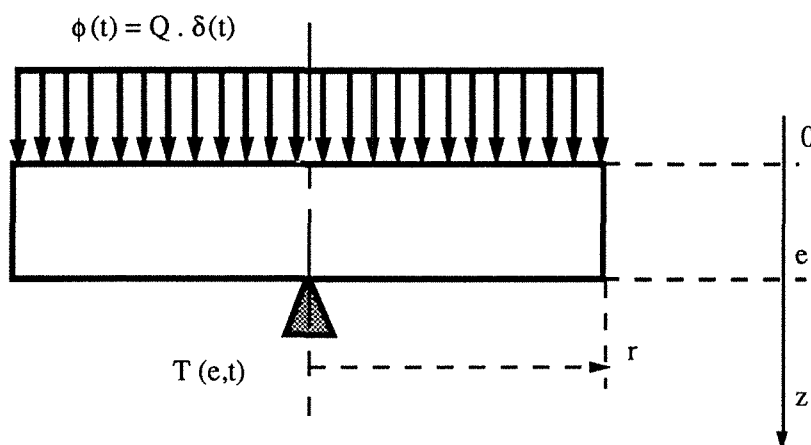
5.1.1 Rappel des principes

Cette méthode appartient à la classe des techniques dites impulsionnelles. Son principe consiste à perturber thermiquement une région d'un système initialement à l'équilibre, pour relever ailleurs les évolutions de température en fonction du temps (thermogrammes). L'analyse de l'information contenue

dans cette mesure permet de déterminer une ou plusieurs caractéristiques du système.

Dans la configuration la plus classique, l'échantillon considéré est plan, en général cylindrique, et de faibles dimensions ($10 \text{ mm} < \phi < 40 \text{ mm}$; $1 \text{ mm} < e < 20 \text{ mm}$). Il est soumis sur une de ses faces, dénommée face avant eu égard à la direction de propagation du flux de chaleur, à une impulsion thermique brève.

On analyse l'évolution temporelle d'une température mesurée soit en une zone de la face irradiée (technique face avant), soit en une zone de la face opposée à la perturbation (technique face arrière).



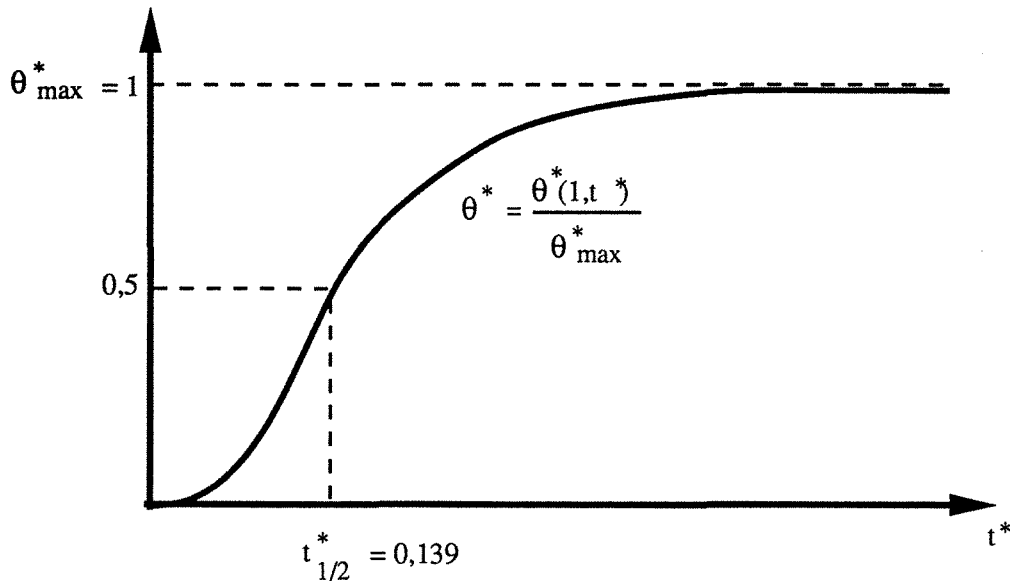
Principe de la méthode flash

La première étude théorique complète fut faite en considérant un cas d'expérience idéale menée sur un échantillon idéal. L'expérience idéale considère un échantillon parfaitement isolé, excepté de l'impulsion, supposée infiniment brève - décrite mathématiquement par une distribution de dirac - et uniformément répartie sur la face irradiée.

L'échantillon idéal est un solide, homogène, isotrope et opaque, de caractéristiques thermophysiques invariantes avec la température.

Dans ces conditions, une modélisation théorique du problème conduit aisément à l'expression analytique régissant l'évolution de la température en fonction du temps et de la position axiale du point de mesure: le transfert de chaleur étant ici unidirectionnel.

Ce premier pas a permis d'obtenir théoriquement la réponse impulsionnelle à un processus physique linéaire de transfert: un thermogramme en face arrière typique est représenté ci-dessous.



Thermogramme théorique réduit (sans pertes)

Le nombre de Fourier $t^* = (at/e^2)$ apparaît mathématiquement comme la seule variable dont dépende la courbe théorique $\theta^*(z^*=1, t^*)$. Cette variable sans dimension opère une réduction de paramètres par le groupement des variables temps, épaisseur, et diffusivité thermique. Elle présente ainsi l'avantage de donner une même représentation de la thermocinétique du problème quelque soit le matériau et l'épaisseur considérée.

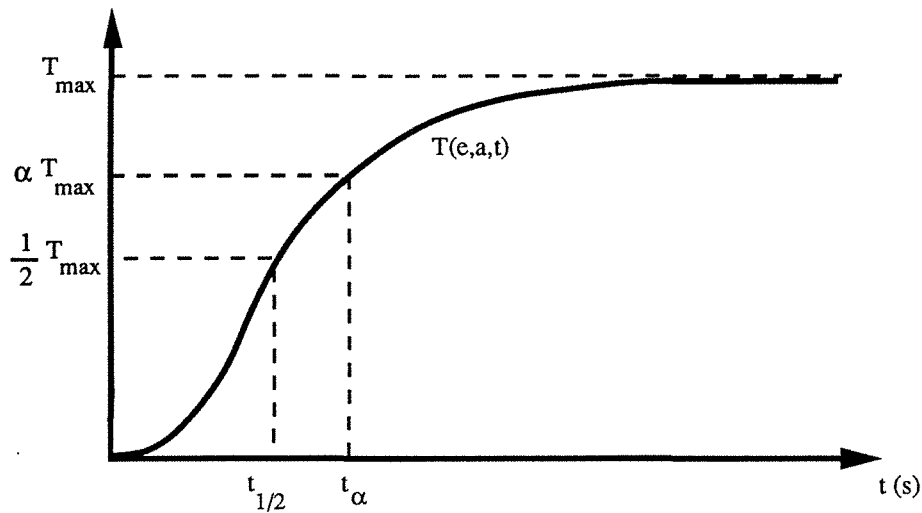
La diffusivité thermique est obtenue par :

$$a = e^2 t_{\alpha}^* / t_{\alpha}$$

où t_{α} est le temps correspondant à la température αT_{\max} mesurée expérimentalement,

et t_{α}^* , le temps réduit calculé à partir du modèle théorique.

Dans le cas où $\alpha = 0,5$, on obtient la formule proposée par Parker $a = 0,139 e^2 / t_{1/2}$. La simple mesure d'un temps (temps de demi-montée du thermogramme) permet d'évaluer la diffusivité du matériau constitutif de l'échantillon.



Thermogramme expérimental (pertes négligeables)

5.1.2 Les progrès

Bien sûr, un modèle aussi simple néglige plusieurs aspects de la réalité. Les prendre en compte fut la première des conditions, indispensables pour écarter les erreurs systématiques de la méthode.

Ce travail assez fastidieux, auquel a largement contribué A.DEGIOVANNI [2 à 6] a permis d'apporter des réponses à tout une série de situations non idéales. Parmi celles-ci, citons:

- la forme et durée de l'impulsion, qui joue un rôle surtout pour des échantillons fins et bons conducteurs, mais pour lesquels une correction astucieuse peut être appliquée [3] ;

- la distribution non uniforme de l'impulsion, pour laquelle le meilleur remède est à chercher dans les adaptations du dispositif expérimental (dimensions, nature de la source) ;

- la variation des propriétés thermophysiques avec la température, qui confère alors un caractère non linéaire au transfert mais pour lequel il a été montré [4] que la technique flash, dans nos conditions d'utilisation du moins, conduit à la diffusivité thermique à la température maximale atteinte par la face arrière. Pour notre part, un calcul a été mené dans ce sens en considérant une conductivité radiative, qui varie suivant la température élevée au cube. Notre analyse est reportée en annexe 1.

- la perturbation résultant du caractère intrusif de la mesure de température en face arrière par thermocouples de surface. Une analyse métrologique fine des effets résistifs et capacitifs liés aux détecteurs utilisés a montré que là aussi les erreurs étaient négligeables [5] ;

- les pertes thermiques entre l'échantillon et son environnement [6]. Cette difficulté fut levée par le développement de modèles théoriques plus complets, doublé de techniques d'identification plus performantes. Retenons que dans le cas général où des pertes sont considérées, la réponse thermique en face arrière peut s'exprimer en fonction de deux paramètres seulement, le nombre de Fourier t^* déjà évoqué, et un nombre de Biot H caractérisant les échanges de façon globale ($H=he/\lambda$ où h est un coefficient d'échange moyen).

Nous attirons ici l'attention du lecteur sur l'intérêt que représente une formalisation du problème physique sous forme adimensionnelle. En réduisant le nombre des paramètres physiques du phénomène étudié, il renforce par ailleurs la sensibilité de mesure des groupements sans dimension ainsi formés.

La méthode d'identification

Parmi les techniques proposées [6 à 8], nous ne citerons que la méthode des moments temporels partiels [8], systématiquement utilisée dans l'exploitation de nos résultats expérimentaux.

Cette méthode est très bien adaptée à ce type de problème d'identification où l'un des paramètres (a/e^2) intervient en constante de temps et l'autre (H) dans les coefficients d'amplitude. L'expression analytique de la réponse thermique au dirac est à cet égard explicite:

$$T(e,t) = \sum A_n(H) \exp \left(-\gamma_n \frac{a}{e^2} t \right)$$

Les moments temporels partiels d'ordre 0 et -1 sont définis par

$$M_0 = \int_{t_\alpha}^{t_\beta} \frac{X}{X_{\max}} dt \quad \text{et} \quad M_{-1} = \int_{t_\alpha}^{t_\beta} \frac{X}{X_{\max}} \frac{dt}{t}$$

t_α et t_β temps correspondant à $\frac{X}{X_{\max}}(t) = \alpha$ et $\frac{X}{X_{\max}}(t) = \beta$ ont été choisis de manière à minimiser l'incertitude relative sur la diffusivité pour une erreur absolue constante sur la température, dénommée X ici pour désigner aussi bien

une température expérimentale ou théorique adimensionnelle. Comme recommandé dans la littérature [8], nous avons adopté $\alpha = 0,1$ et $\beta = 0,8$.

Le calcul de ces moments d'après la mesure expérimentale de $\frac{T}{T_{\max}}(t)$ permet

d'obtenir la diffusivité par

$$a = \frac{e^2 F(M_{-1})}{M_0} \quad \text{où}$$

F est la fonction d'identification mise en évidence par l'étude théorique et qui relie M_0^* (H) à M_{-1}^* (H) (M^* désigne le moment théorique réduit c'est-à-dire calculé d'après la solution du problème adimensionnel).

Cette méthode présente l'avantage d'être peu sensible au bruit de mesure, "filtré" par le calcul d'intégrales, et surtout d'utiliser toute la partie sensible du thermogramme. Un logiciel permet de traiter automatiquement les thermogrammes numérisés, améliorant encore la souplesse de mise en oeuvre d'expérimentations par technique impulsionnelle.

L'extension aux matériaux non idéaux

Si le développement d'une méthode d'identification si séduisante et adaptée à la prise en compte de conditions d'expérience non idéales constitue déjà un progrès considérable, son intérêt se trouverait limité par un champ d'application de la méthode flash restreint à la caractérisation thermique des seuls matériaux opaques, homogènes et isotropes. La formidable révolution technique de notre époque, qui voit chaque jour la naissance de matériaux de plus en plus élaborés n'a pas pour autant remis en cause les perspectives très prometteuses de cette technique.

Que l'on considère des matériaux non homogènes et/ou anisotropes, et/ou poreux, et/ou semi-transparents, des extensions au cas idéal considéré ont pu être proposées. Chaque cas devient alors particulier et il est indispensable de reprendre une modélisation théorique qui conduira, soit à définir une nouvelle technique d'identification, soit à préciser dans quelles limites et conditions d'emploi de la méthode on peut utiliser la technique d'identification développée pour un échantillon idéal.

Quelques exemples significatifs puisés dans l'histoire de notre laboratoire illustrent les démarches suivies pour étendre la méthode flash en observation face arrière.

a) Milieux homogènes anisotropes: Si les axes principaux d'anisotropie sont connus, il est possible de déterminer les diffusivités suivant chacun de ces axes. La méthode consiste à perturber la face avant sur une région circulaire de rayon inférieur au rayon de l'échantillon. Les thermogrammes relevés en face arrière aux cotes $r=0$ et $r=r_m$ (rayon de mesure) permettent par une adaptation de la méthode des moments temporels partiels de déterminer les diffusivités radiales et axiales [9,10,11] .

b) Multicouches: La méthode flash permet ici, soit de caractériser une des couches connaissant les autres, soit de caractériser l'interface (résistance thermique de contact) connaissant l'ensemble des milieux. Elle est utilisée notamment pour caractériser des dépôts sur un substrat. Etendue aux études bidimensionnelles qu'autorise l'utilisation de la thermographie Infra-Rouge en détection de température face arrière, elle permet la caractérisation de défauts et, grâce aux efforts de recherche menés ces dix dernières années, place désormais la thermographie IR au même rang que les meilleures techniques industrielles de Contrôle Non Destructif.

c) Milieux composites: Ils sont l'illustration d'une adaptation qui se fait au prix d'une limitation de la méthode. Pour ces matériaux non homogènes, la diffusivité n'est plus une grandeur intrinsèque au matériau. C'est une étude théorique mettant en oeuvre des techniques d'homogénéisation, qui permet de préciser à partir de quel nombre de fibres par exemple, le matériau peut être considéré homogénéisable et une diffusivité équivalente peut lui être affectée.

d) Milieux poreux humides: il est également possible d'utiliser la méthode flash pour déterminer une diffusivité apparente dans les milieux poreux humides [12]. C'est un modèle couplé de transfert chaleur-masse qui permet de préciser dans quelles conditions la diffusivité apparente identifiée représente la somme d'une diffusivité vraie - au sens de Fourier - et d'une diffusivité due au phénomène de diffusion de vapeur dans la phase gazeuse.

e) Milieux semi-transparents: C'est l'objet de ce travail de montrer que sous certaines précautions expérimentales révélées par une étude théorique du couplage conduction-rayonnement, la méthode flash permet d'accéder directement à la connaissance de la conductivité phonique d'un MST. Des travaux inauguraux peuvent être consultés en [13,14] .

Nous présentons maintenant l'appareillage mis au point pour étendre la mesure de diffusivité thermique dans la gamme de températures (300K-800K).

5.2 Le Diffusivimètre moyenne température

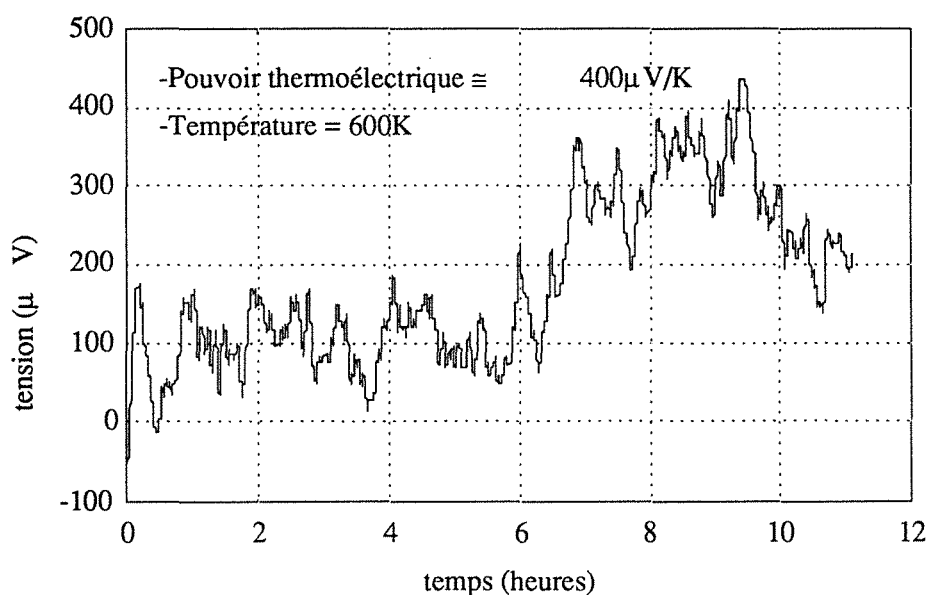
5.2.1 Les éléments fonctionnels

L'appareillage, qui retient les aspects majeurs du dispositif original conçu par A.DEGIOVANNI [2] est composé de différents éléments assurant les fonctions suivantes:

Le chauffage:

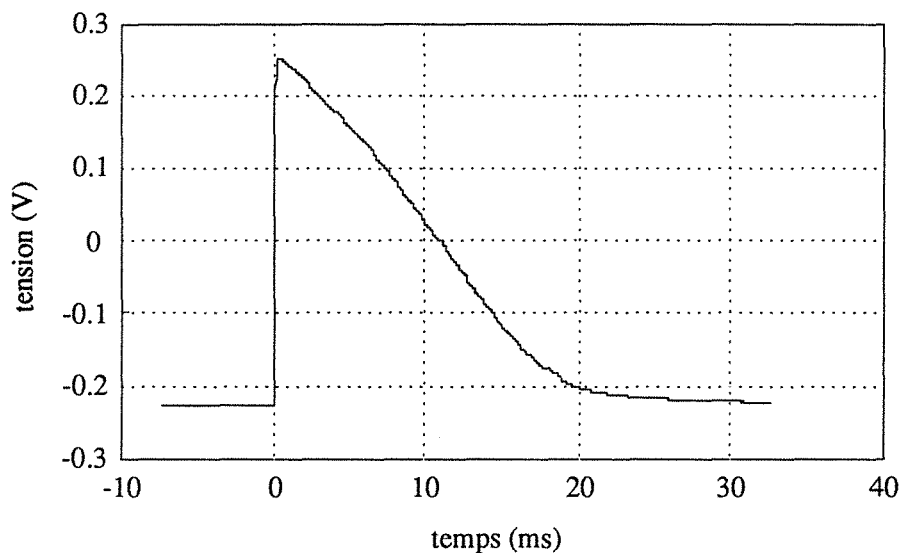
Il contribue à l'originalité de ce dispositif car il conditionne sérieusement la géométrie finale de l'appareil. L'emploi de gros échantillons dans ce genre d'expérimentation permet de s'affranchir généralement du caractère non-homogène de certains matériaux et constitue à ce titre un avantage certain de la technique. Conserver cette caractéristique excluait l'emploi d'un four mais limitait l'exploitation de l'appareillage à une gamme de températures plus modestes. Il évitait du même coup l'utilisation de l'indispensable laser pour générer l'impulsion thermique sur un échantillon éloigné, réduisant le coût global de l'installation.

La solution consiste en une circulation d'air chaud autour de l'échantillon. La qualité de son maintien en température au cours du temps peut être jugée sur la figure ci-dessous.



Variation du signal du thermocouple à l'équilibre

L'impulsion thermique est réalisée classiquement par la décharge de condensateurs dans des tubes à éclats (Verre et Quartz, référence VQ 10 Q 150). L'énergie maximum ainsi dispensée par éclairnement est de l'ordre de 1500 Joules et provoque des échauffements en face arrière de l'ordre du degré. La forme de l'impulsion est triangulaire et dure environ 20ms, soit $1/400^{\text{ème}}$ du temps caractéristique d'un échantillon de verre (diffusivité $\# 5.10^{-7}$) d'épaisseur 2mm.



Forme de l'impulsion du flash enregistrée par cellule photovoltaïque

La mesure de température est assurée par un thermocouple de surface à contacts séparés. Pour des raisons de tenue en température, nous utilisons ici des semi-conducteurs de $FeSi_2$ assurant un pouvoir thermoélectrique élevé (300 à 500 $\mu V/K$) et un très faible temps de réponse ($< 100 \mu s$).

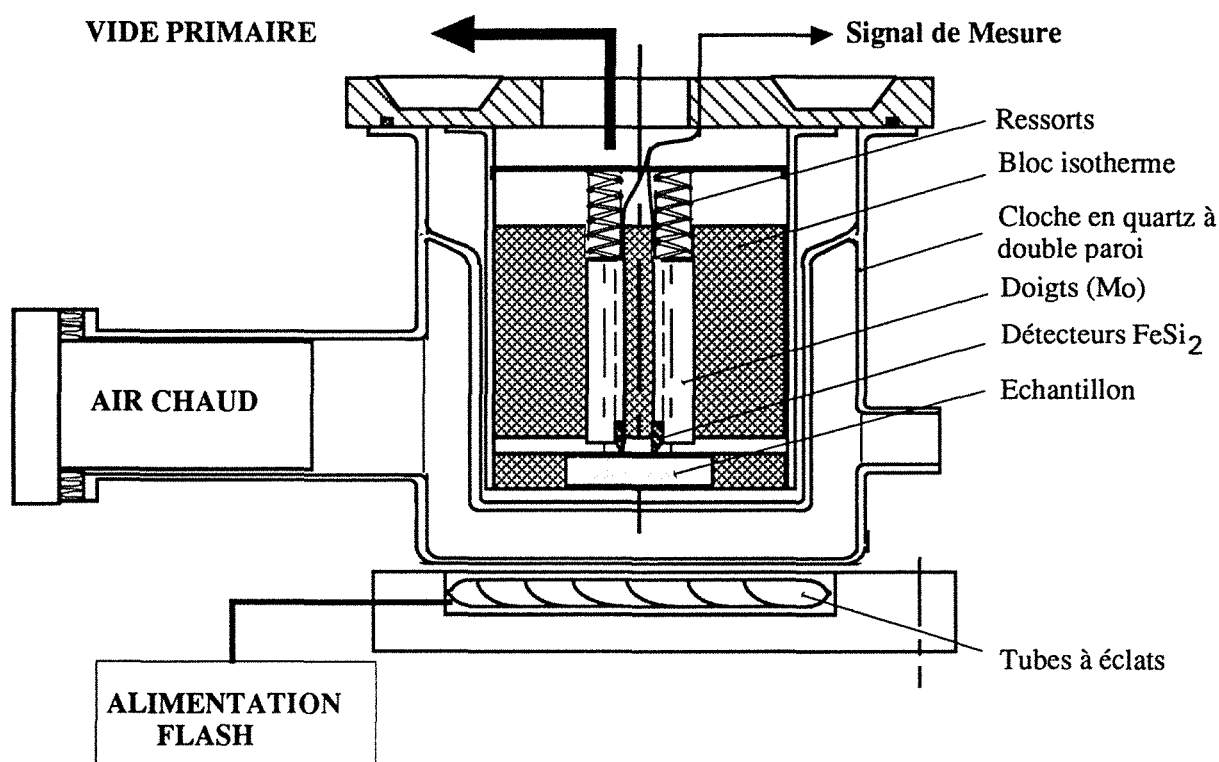
L'enceinte de mesure est constituée d'une cloche à double paroi en quartz qui permet: - d'être transparente au rayonnement lié au spectre d'émission des tubes à éclat (Annexe 2),

- la circulation de l'air chaud dans l'espace enveloppant la chambre intérieure,

- de maintenir un vide primaire (10^{-2} mbar) dans cette cellule - qui contient l'ensemble échantillon / porte-échantillon - afin d'éviter l'oxydation des matériaux présents et de réduire les pertes thermiques d'origine convective.

L'agencement des différents composants du dispositif est représenté ci-dessous.

**Diffusivimètre moyenne température :
Dessin d'ensemble**



Deux jeux d'écrans métalliques sont disposés autour de la cloche et permettent d'éviter des pertes trop importantes par rayonnement. L'étanchéité au vide est assurée par un joint viton, préservé de températures excessives par un refroidissement par circulation d'eau froide.

Le traitement du signal de mesure:

La tension issue du thermocouple est amplifiée (gain réglé à 3000) et un jeu de filtres "passe-bas" permet d'éviter toute coupure en fréquence du signal de réponse (de fréquence caractéristique $\frac{a}{e^2}$). En pratique, nous le réglerons à 100Hz ou même 1KHz pour les échantillons fins ($e = 2\text{mm}$).

Le signal analogique amplifié est numérisé sur 4000 points par un oscilloscope numérique 12 bits à mémoire (Nicolet 310) . La résolution est de $1\mu\text{V}/\text{point}$ à une vitesse d'acquisition maxi de $1\mu\text{s}/\text{point}$. Dans ces conditions d'utilisation (filtrage à 100Hz), le bruit de mesure est couramment de l'ordre du microvolt. La "carte d'identité" du bruit sur le signal de mesure non filtré est représentée par

les trois graphiques de la figure 1. L'enregistrement du signal avant l'excitation flash, correspondant à des instants où échantillon et bloc détecteur sont en équilibre thermique, permet d'accéder aux caractéristiques statistiques du bruit de mesure $\varepsilon(t)$ (fig. 1-a). L'histogramme qui en résulte (fig. 1-b) montre une distribution gaussienne du bruit. L'écart-type calculé sur les n temps de mesure par la formule $\hat{\sigma} = \sqrt{\sum_{i=1}^n \varepsilon_i^2 / n}$ permet d'évaluer le rapport signal/bruit à 200. La

construction du corrélogramme $\rho(d)$ (fig. 1-c) avec $\rho(d) = \frac{1}{n-d} \sum_{i=1}^{n-d} \varepsilon_{i+d} \cdot \varepsilon_i / \hat{\sigma}^2$

montre qu'en opérant un filtrage du signal, on corréle le bruit de mesure. L'allure périodique de ρ représentée ici sur 50 points de mesure et pour un filtrage à 100 Hz est explicite à cet égard.

5.2.2 L'échantillon :

Le matériau:

Les échantillons ont été fournis par la société St-Gobain Recherche. Ce sont des verres FLOAT (4 variétés), dont la composition chimique, donnée au chapitre 8, ne varie que par une teneur différente en oxyde ferrique Fe_2O_3 , responsable de la coloration des verres. Le tableau ci-dessous donne la notation, adoptée par la suite, de chaque type de verre en fonction de sa teneur en Fe_2O_3 .

| Type de verre | teneur en Fe_2O_3 (%) |
|---------------|---------------------------------------|
| FC1 | 0,09 |
| FC3 | 0,56 |
| FC4 | 0,57 |
| FC5 | 2,35 |
| FC6 | 3,5 |

Pour chaque verre, nous disposons d'échantillons d'épaisseur 2,4 et 8 mm \pm 0,05.

Préparation des échantillons:

Afin de se placer dans des conditions expérimentales maîtrisées et conformes aux hypothèses faites pour développer la modélisation théorique choisie, les parois des échantillons doivent être rendues opaques. Deux types de conditions aux limites radiatives seront étudiées: parois noires (émissivité ≈ 1) et

fig. 1-a: Bruit sur le Signal de Mesure Non Filtré

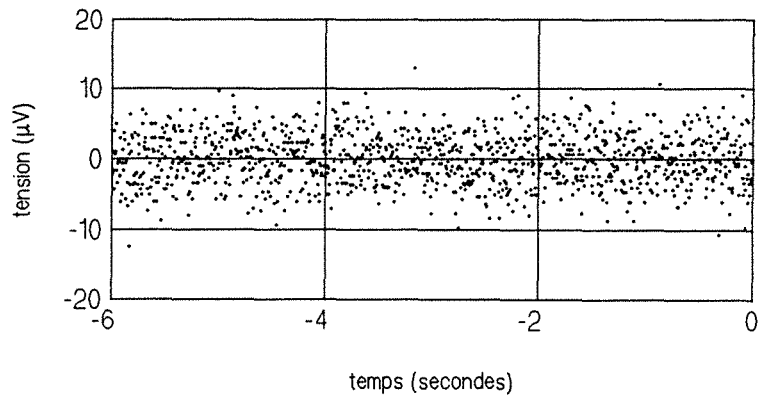


fig. 1-b: Histogramme du Bruit de Mesure

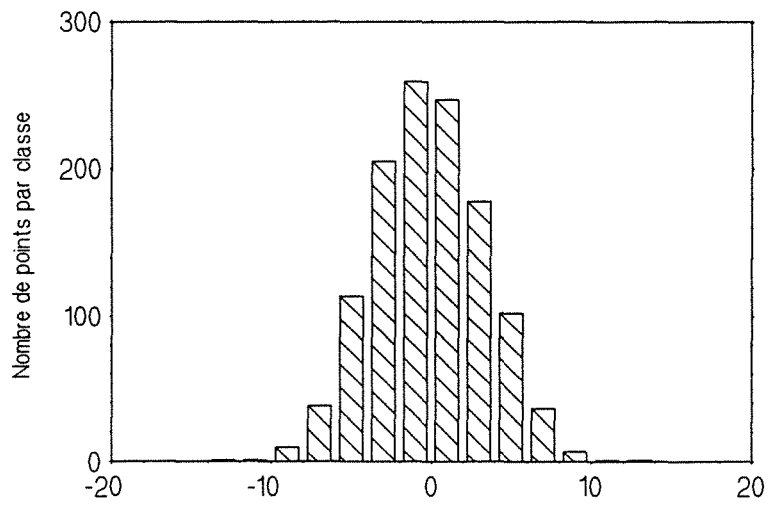
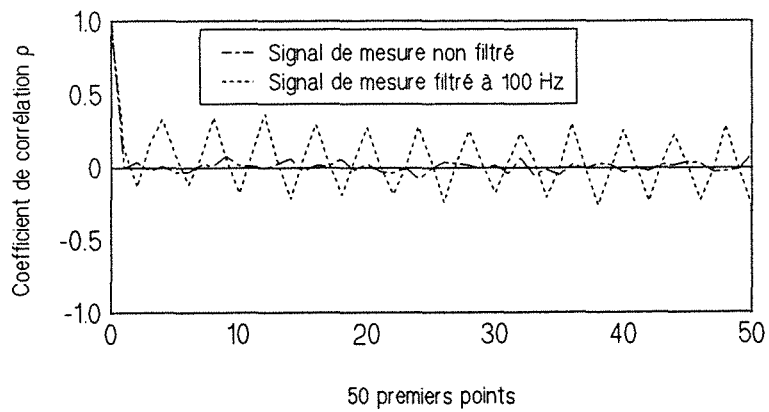


fig. 1-c: Corrélogramme sur le Bruit de Mesure



parois réfléchissantes (émissivité \approx 0). La réalisation pratique de l'une ou l'autre de ces conditions réalisera également l'opacité de la frontière. Pour obtenir des parois noires, nous projetons une peinture au carbone (Denplex) résistante jusqu'à 1200°C. Le fabricant indique une émissivité de surface grise et égale à 0,93. Les parois réfléchissantes sont obtenues par condensation sous vide d'un mince film d'or (300 à 500 μ m). Les surfaces des échantillons sont légèrement dépolies, et pour le verre FC1, nous disposons d'un jeu supplémentaire d'échantillons ayant été préalablement polis avec la qualité optique. Ceci nous permettra de voir si notre dispositif est sensible à une légère variation d'émissivité. Nous n'avons pas effectué de mesures de réflectivité de l'interface verre/or, qui varie en fonction de la longueur d'onde et de la température. Dans une étude complémentaire, il serait souhaitable de pallier à ce manque, d'autant que ces données sont difficiles à trouver dans la littérature. Il nous semble néanmoins raisonnable de considérer que dans notre cas, les interfaces verre/or assurent une réflectivité totale au moins égale à 90%.

L'épaisseur des dépôts (or ou peinture) doit être suffisante pour assurer une opacité totale de la paroi pour toutes les longueurs d'onde. A l'aide d'un spectrophotomètre Perkin-Elmer, nous avons pu contrôler, par la mesure du coefficient de transmission d'un échantillon très transparent de verre de 2mm d'épaisseur, dont une des faces était recouverte d'or ou de peinture, que cette condition était vérifiée, au moins à température ambiante.

La face avant est, dans tous les cas, recouverte de peinture noire afin d'absorber une plus grande quantité d'énergie.

Un autre impératif concernant la préparation des surfaces, est lié à la technique utilisée pour la détection de variation de température de la face arrière de l'échantillon. Le verre étant isolant électrique, le circuit de mesure est ouvert au niveau des deux aiguilles - dopées P et N - de FeSi_2 en contact séparé sur l'échantillon. (fig 2-a ,2-b). Un revêtement métallique est nécessaire sur une petite zone centrale de l'échantillon pour fermer le circuit. Dans le cas de parois recouvertes d'or, ce dépôt est également indispensable, mais pour une autre raison: suite à des anomalies observées dans ce cas de manipulation (perte de contact électrique aux environs de 370°C) , et après consultation d'un diagramme binaire Si-Au , il apparaît qu'un point eutectique intervient à $363^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$.

La solution la plus simple s'est avérée être finalement, d'employer de la laque d'argent (Demetron n°200) déposée au pinceau. Jusqu'à 530°C, température

maximale à laquelle nous avons pu opérer, aucun problème de tenue de cette laque ne s'est posé, de même que pour le dépôt d'or.

Les figures ci-dessous (2-a et 2-b) montrent les deux situations expérimentales considérées:

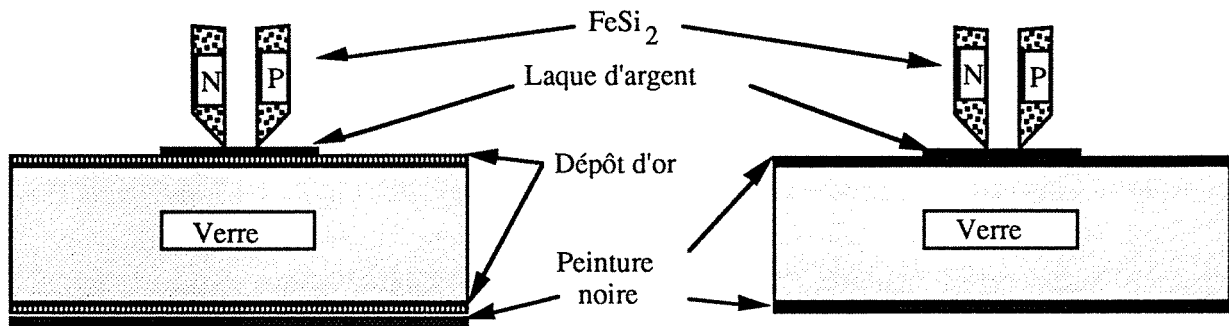


fig.2-a: Parois réfléchissantes

fig.2-b: Parois noires

5.2.3 Utilisation pratique :

Une expérimentation complète sur un échantillon de la température ambiante à 520°C par paliers de 50°C nécessite 15 jours pleins (environ 3 semaines) à raison de 4 à 5 expériences par niveau de température. Cette température de référence de l'échantillon est donnée par la résistance d'une sonde de Platine (Pt100) logée dans le bloc isotherme. Elle est réglée à l'aide d'un potentiomètre faisant varier la puissance dissipée par effet Joule dans une résistance de 4KW traversée par le courant d'air.

A énergie d'excitation sensiblement constante, les temps de stabilisation entre chaque expérience varient avec les pertes et donc avec la température. A 25°C, 30 minutes peuvent s'avérer nécessaires pour obtenir une stabilisation à la température d'équilibre alors que 10 minutes suffisent à 500°C.

Précautions d'utilisation:

Il est très difficile de rendre compte ici de trois années de mise au point et d'expérience acquise sur ce dispositif. L'intérêt en est de toute façon limité puisque la plupart des problèmes rencontrés ont déjà reçu une solution mise en pratique sur de nouveaux appareillages.

Il en est un néanmoins qu'il convient de mentionner car il subsistera toujours et il est d'importance pour la mesure effectuée: c'est celui de la propreté de la cloche. A force d'utilisation, les poussières présentes dans l'air ambiant et chauffées au passage dans la résistance "salissent" la cloche et diffusent légèrement dans le quartz de sorte qu'elle peut devenir semi-transparente vis à vis du spectre d'émission des tubes à éclats. Outre le fait que l'énergie arrivant sur l'échantillon est réduite, cela modifie la nature de l'excitation thermique. Les mécanismes d'absorption puis de réémission de rayonnement par les parois en quartz ne permettent plus de garantir un dirac de flux. On obtient alors des thermogrammes en face arrière qui présentent des temps de maximum beaucoup plus longs. Nous procédons à un filtrage de l'air à l'aspiration du ventilateur et un nettoyage de la cloche à l'acide est effectué après chaque série d'expériences. Notons que lorsque nous avons détecté ce problème, une comparaison des valeurs de diffusivité obtenues sur un même échantillon avant et après nettoyage de la cloche, a révélé un écart moyen de plus de 10%.

Nous mentionnerons également un problème, d'origine électrique cette fois, qui est parfois gênant car il rend toute identification aléatoire.

Dans le cas d'un échantillon assez épais avec des parois or, et à des températures supérieures à l'ambiante, nous obtenons des "sauts" de tension sur le signal juste après le flash. Ils ne sont pas toujours très marqués et n'autorisent pas une exploitation du thermogramme par la simple prise en compte d'un décalage initial. L'existence de ces "sauts" et leur sens ont un caractère aléatoire. Ils se produisent en tout cas dans une situation qui fait systématiquement apparaître une différence de température ΔT entre le bloc isotherme et la face arrière de l'échantillon. L'origine vient probablement du fait que notre échantillon constitue une capacité électrique (diélectrique entre deux surfaces métalliques). Aux températures supérieures à l'ambiante et avec l'existence d'un ΔT , une différence de potentiel existe au niveau de la face arrière entre les deux aiguilles de semi-conducteur. Conjuguée à la perturbation électromagnétique résultant de la décharge électrique dans les tubes à éclats, elle nous paraît être responsable de ce phénomène.

La solution est sans nul doute d'améliorer le dispositif expérimental en régulant notamment le débit d'air chaud, afin d'annuler le $\Delta T_{\text{bloc/échantillon}}$ en toute circonstance. A température ambiante, en effet ($\Delta T=0$), ce problème n'a jamais été rencontré.

5.2.4 Justesse et reproductibilité :

Reproductibilité et intervalle de confiance:

Une analyse statistique a été menée sur 50 mesures faites à température ambiante sur un échantillon de verre de 2mm d'épaisseur (verre FC3, parois or). Elle est rapprochée d'une étude théorique portant sur les erreurs d'identification relatives à deux méthodes d'estimation de paramètres: temps partiels (Annexe 3) et moments partiels. L'étude complète et des conclusions détaillées sont présentées dans la référence [15] et nous ne mentionnerons ici que les résultats principaux.

A partir des caractéristiques du bruit enregistré, une analyse théorique permet de chiffrer l'écart-type sur les estimateurs de la diffusivité par l'une ou l'autre des méthodes. La supériorité de la méthode des moments temporels partiels est ainsi mise en évidence (Gain d'un facteur 1 à 9 suivant les cas sur la méthode utilisant un temps partiel), et confirmée expérimentalement comme l'atteste le tableau ci-dessous.

**Comparaison théorie/expérience
pour les intervalles de confiance sur la diffusivité
identifiée par deux méthodes différentes [15].**

| | (a) | (b) |
|---|-------|-------|
| Rapport Signal/Bruit | 200 | |
| \hat{a} (10^{-7} m ² /s) | 5,173 | 5,228 |
| $\frac{\sigma_{\hat{a}}}{\hat{a}}$ (10^{-3}) Expérimental | 7,33 | 9,3 |
| $\frac{\sigma_a}{a}$ (10^{-3}) Théorique | 8,86 | 18,3 |

On y donne pour chacune des techniques d'identification (Moments partiels (a) ou méthode utilisant le temps partiel $t_{1/3}$ (b)) la valeur de l'estimateur de la diffusivité \hat{a} et les incertitudes relatives $\frac{\sigma_{\hat{a}}}{\hat{a}}$ expérimentales et théoriques. On peut ainsi noter des valeurs plus fortes de $\frac{\sigma_{\hat{a}}}{\hat{a}}$ dans le cas de l'utilisation du temps partiel $t_{1/3}$ pour estimer la diffusivité (mais ceci est vrai

avec n'importe quel autre temps partiel). On remarquera par ailleurs le bon accord qu'établit la méthode des moments partiels sur les intervalles de confiance déterminés expérimentalement et théoriquement.

En tout état de cause, les dispersions observées sur la diffusivité identifiée sont inférieures au pourcent.

La comparaison sur la figure 3 entre thermogramme expérimental normalisé et thermogramme théorique recalculé à l'aide des paramètres identifiés (a et H) par la méthode des moments, ainsi que le tracé des résidus permet de conclure à la pertinence du modèle et de la technique d'identification.

Justesse: La justesse de la mesure par ce dispositif a été établie en pratiquant des mesures de diffusivité sur du fer armco et de l'acier inoxydable. Le nombre d'expériences effectuées est relativement faible mais nos valeurs, reportées dans le tableau ci-dessous montrent néanmoins un bon accord avec les données trouvées dans la littérature.

| Température (K) | Diffusivité ($10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) | Diffusivité expérimentale |
|--------------------------|---|---------------------------|
| Acier inox 21% Cr, 9% Ni | | Acier inox 18% Cr, 8% Ni |
| 300 | 3,75* | 3,8 |
| 600 | 3,98** | 4,1 |
| 720 | 4,2** | 4,2 |
| Fer ARMCO 99,65 % Fe | | Fer ARMCO |
| 300 | 19,6*** | 19,8 |
| 410 | 15,5*** | 15,1 |

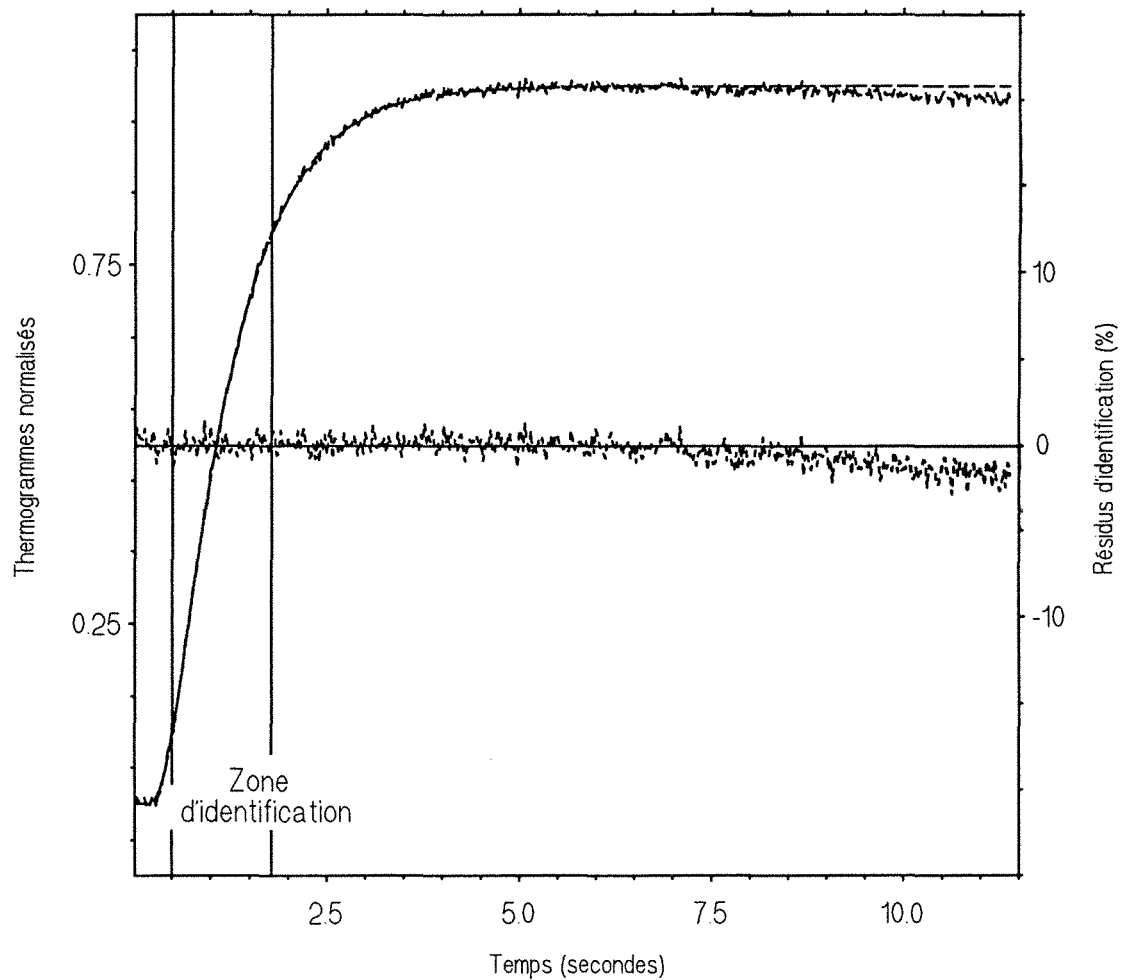
De par notre expérience sur ce dispositif métrologique précis, nous estimons que le justesse de nos mesures est garantie à 5% près.

* Heat Conduction, Grigull & Sandner, Int Series in Heat & Mass transfer

** HANDBOOK, Thermophysical properties of metals, Vol 2, HF Grade Alloy

*** DEGIOVANNI A., Thèse d'Etat, 1975, INSA Lyon

fig. 3: Comparaison entre thermogramme expérimental
et thermogramme théorique
recalculé avec les valeurs de a et H identifiées.



REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] PARKER W.J., JENKINS R.J., BUTLER C.P., ABBOT G.L., 1961
Flash Method for Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity and Thermal Conductivity.
J. Appl. Phys., Vol.32, pp1679-1684
- [2] DEGIOVANNI A., 1977
Diffusivité et Méthode Flash.
Rev. Gén. Therm., Vol.185, pp420-442
- [3] DEGIOVANNI A., 1987
Correction de la Longueur d'Impulsion pour la Mesure de la Diffusivité Thermique par Méthode Flash.
Int. J. Heat Mass Transfer, Vol.30, pp2199-2200
- [4] SOIHILI Z., DEGIOVANNI A., 1983
Influence de la Non-Linéarité dans la Mesure de la Diffusivité Thermique par la Méthode Flash.
Rev. Gén. Therm., Vol.pp649-661
- [5] LACHI M., DEGIOVANNI A., à paraître
Influence de l'Erreur de Mesure de Température de Surface par Thermocouple de Contact sur la Détermination de la Diffusivité Thermique par Méthode Flash.
J.Phys. III, Fr.
- [6] DEGIOVANNI A., 1975
Contribution à l'Etude de la Diffusivité Thermique.
Thèse de Doctorat d'Etat n°75-19, Lyon
- [7] BALAGEAS D., 1982
Nouvelle Méthode d'Interprétation des Thermogrammes pour la Détermination de la Diffusivité Thermique par la Méthode Impulsionnelle.
Rev. Phys. Appl., Vol.17, pp227-237

Chapitre 5

- [8] DEGIOVANNI A., LAURENT M., 1986
Une Nouvelle Technique d'Identification de la Diffusivité Thermique pour la
Méthode Flash.
Rev. Phys. Appl., Vol.21, pp229-237
- [9] CHU F.I., TAYLOR R.E., DONALDSON A.B., 1980
Thermal Diffusivity Measurements at High Temperatures by the Radial Flash
Method.
J. Appl. Phys., Vol.51, pp336-341
- [10] AMAZOUZ M., MOYNE C., DEGIOVANNI A., 1987
Measurement of the Thermal Diffusivity of Anisotropic Materials.
High Temp.-High Pres., Vol.19, pp37-41
- [11] LACHI M., 1991
Détermination des Diffusivités Thermiques des Matériaux Composites par
Méthode Flash Bidirectionnelle.
Thèse de 3^{ème} cycle de l'INPL, Nancy
- [12] AZIZI S., MOYNE C., DEGIOVANNI A., 1988
Approche Expérimentale et Théorique de la Conductivité Thermique des
Milieux Poreux Humides - I. Expérimentation.
Int. J. heat Mass Transfer, Vol.31, pp2305,2317
- [13] TAN H.P., MAESTRE B., LALLEMAND M., 1991
Transient and Steady-State Combined Heat Transfer in Semi-transparent
Materials Subjected to a Pulse or a Step Irradiation.
J. Heat Transfer, Vol.113, pp166-173
- [14] ARAKI N., KUBO N., SASAHARA Y., 1988
Effect of Radiation Heat Transfer on Thermal Diffusivity Measurements.
Proc. of the 11th E.T.P.C, Umea
- [15] MAILLET D., ANDRE S., DEGIOVANNI A., à paraître.
Les Erreurs sur la Diffusivité Thermique Mesurée par Méthode Flash:
Confrontation Théorie-Expérience.
J. Phys. III, Fr

CHAPITRE 6 :

**MODELE THEORIQUE ASSOCIE AU SYSTEME
METROLOGIQUE**

CHAPITRE 6

MODELE THEORIQUE ASSOCIE AU SYSTEME METROLOGIQUE

Introduction

La difficulté d'une approche théorique du transfert couplé Conduction/Rayonnement ne dépend que du degré de finesse avec lequel on envisage une description du transfert radiatif.

Ce type de préoccupation étant neuf au laboratoire, notre démarche fut progressive. Nous sommes partis de l'approximation la plus grossière, consistant en une modélisation du transfert par rayonnement, en définissant une conductivité radiative (modèle de Rosseland). Nous avons introduit ensuite une approche plus large du transfert radiatif en exprimant le flux radiatif calculé analytiquement à partir de l'équation de la luminance. Cette approche, si elle permettait de mieux rendre compte des mécanismes d'absorption et d'émission du milieu, réalisait surtout le couplage avec les conditions aux limites radiatives. Elle reposait néanmoins sur une approximation classique: le milieu est gris, c'est-à-dire que ses propriétés thermo-optiques restent constantes quelque soit la longueur d'onde associée au rayonnement thermique.

Nous présentons ici le dernier développement qui fut mis en oeuvre pour modéliser le problème. Il retient la dépendance spectrale des coefficients thermo-optiques (coefficient d'absorption, indice de réfraction) et nous permettra, par comparaison avec l'approche précédente, de juger de son influence sur le transfert radiatif.

Formellement, il faut alors écrire l'équation du bilan radiatif pour une valeur de longueur d'onde et l'intégrer sur tout le domaine qui concerne le transfert radiatif c'est-à-dire principalement entre 0,8 et 5 μm . On obtient alors l'équation intégral-différentielle classique en transfert radiatif.

On choisit, pour éviter une résolution numérique en parallèle de chaque équation (E-T-R + conservation de l'énergie), de "découper" le domaine spectral en un nombre déterminé de bandes pour lesquelles on considèrera constantes les caractéristiques thermo-optiques du matériau.

Cela revient à approximer les spectres respectifs de ces coefficients par un certain nombre de rectangles. On peut alors exprimer le flux radiatif global en un point de manière analytique, comme étant la somme discrète des flux calculés sur chacune des bandes. Le calcul de sa divergence interviendra alors comme terme source dans l'équation de l'énergie.

6.1 Modèle Physique

On considère un mur plan, à faces parallèles, d'un milieu semi-transparent qui absorbe et émet - mais ne diffuse pas - le rayonnement thermique (cas du verre en masse en première approximation).

Au temps $t_0 = 0$, l'échantillon subit une impulsion thermique brève et homogène sur la face avant. Les équations gouvernant le transfert couplé peuvent être écrites en une dimension si on suppose par ailleurs que le rayonnement en interaction avec la matière, présente une symétrie azimutale. Si l'on considère un milieu homogène et isotrope, la réponse transitoire des températures dans l'échantillon peut être déterminée si l'on résout l'équation de conservation de l'énergie

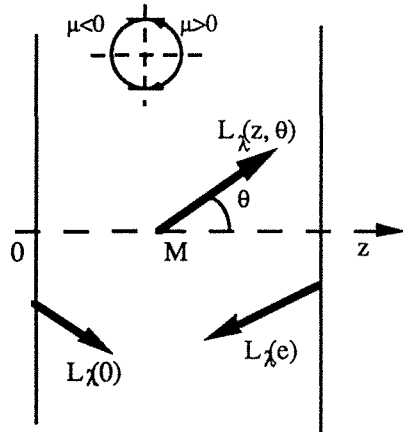
$$\rho C_p \frac{\partial T(z,t)}{\partial t} = -\frac{\partial q_c}{\partial z} - \frac{\partial q_r}{\partial z} \quad 0 < z < e; t > 0 \quad (6.1)$$

où q_c figure le flux purement conductif $-\lambda_{ph} \frac{\partial T(z,t)}{\partial z}$ et q_r , le flux radiatif réalisant le couplage en température.

Les conditions aux limites, de type Fourier, seront exprimées à l'aide d'un coefficient d'échange h global (convection+rayonnement). La condition initiale de dirac de flux sera traduite par un saut de température sur une épaisseur très fine de la face avant (méthode impulsionnelle).

6.2 Bilan radiatif

Compte tenu de la dépendance spectrale, le bilan radiatif s'effectue sur les luminances monochromatiques dans une direction d'espace (figure ci-dessous) et le terme d'émission fait intervenir alors la fonction de Planck soit:



$$\frac{\mu}{\chi_\lambda} \frac{\partial L_\lambda}{\partial z} + L_\lambda = n_\lambda^2 L_\lambda^\circ(T) \quad (6.2)$$

$$\text{avec } L_\lambda^\circ(T) = \frac{2C_1}{\lambda^5 \left(\exp\left(\frac{C_2}{\lambda T}\right) - 1 \right)}$$

où $C_1 = hc_0^2 = 0,59544 \cdot 10^{-16} \text{W.m}^2$ et $C_2 = \frac{hc_0}{k} = 1,4388 \cdot 10^{-2} \text{ m K}$

Parce que l'équation différentielle (6.2) devient singulière aux limites du milieu (assymétrie polaire des luminances incidentes), nous dissociérons l'E-T-R en deux équations correspondant à $\mu > 0$ et $\mu < 0$:

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{\mu}{\chi_\lambda} \frac{\partial L_\lambda^+}{\partial z} + L_\lambda^+(z, \mu) = n_\lambda^2 L_\lambda^\circ(T(z)) \quad 0 < \mu < 1 \\ \frac{\mu}{\chi_\lambda} \frac{\partial L_\lambda^-}{\partial z} + L_\lambda^-(z, \mu) = n_\lambda^2 L_\lambda^\circ(T(z)) \quad -1 < \mu < 0 \end{array} \right. \quad (6.3)$$

$$(6.4)$$

Les conditions aux limites radiatives: frontières opaques à émission et réflexion diffuse, grises par bandes conduisent à

$$L_\lambda^+(0, \mu) = \epsilon_{1\lambda} n_\lambda^2 L_\lambda^\circ(T(0)) + 2 \rho_{1\lambda} \int_0^1 L_\lambda^-(0, -\mu') \mu' d\mu' \quad \mu > 0 \quad (6.5)$$

$$L_\lambda^-(e, \mu) = \epsilon_{2\lambda} n_\lambda^2 L_\lambda^\circ(T(e)) + 2 \rho_{2\lambda} \int_0^1 L_\lambda^+(e, -\mu') \mu' d\mu' \quad \mu < 0 \quad (6.6)$$

Si m désigne une bande spectrale (λ_1, λ_2) , le flux radiatif s'exprime par:

$$q_r(z) = \int_0^{\infty} q_{r_\lambda}(z) d\lambda = \int_0^{\infty} \left(2\pi \int_0^1 L_\lambda^+(z, \mu) \mu d\mu - 2\pi \int_0^1 L_\lambda^-(z, \mu) \mu d\mu \right) d\lambda = \sum_{m=1}^{NDB} q_{r_m}(z)$$

où q_{r_m} représente toute l'énergie incidente correspondant au "groupe" des longueurs d'onde comprises entre λ_1 et λ_2 .

6.3 Formulation du problème thermique

On introduit les variables sans dimension suivantes:

$$z^* = \text{distance} = z/e ; \lambda^* = \text{conductivité} = \lambda_{app}/\lambda_{ph}$$

$$t^* = \text{nombre de Fourier} = \frac{a_{ph} t}{e^2} ; H^* = \text{nombre de Biot} = \frac{h e}{\lambda_{ph}(T_0)}$$

$$\theta^* = \text{température adimensionnelle} = T^* - T_0^* = \frac{T - T_0}{\left(\frac{Q}{\rho C_p e} \right)}$$

$$N_m = \text{paramètre d'interaction entre conduction et rayonnement} = \frac{\lambda_{ph} \chi_m}{n_m^2 \sigma T_0^3}$$

$$\tau_{0m} = \text{épaisseur optique du milieu} = \chi_m \cdot e$$

$$q_{r_m}^* = \text{flux radiatif} = \frac{q_{r_m}}{4n_m^2 \sigma T_0^4} ; L_m^* = \text{luminance} = \frac{\pi L_m}{4n_m^2 \sigma T_0^4}$$

où l'indice m définit la variable ou le paramètre physique sur une bande spectrale m .

Dans le cas des paramètres physiques, il s'agit de valeurs moyennes, définies par bande (cf. ch. 7.3).

En ce qui concerne la luminance, L_m se définit comme $\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} L_\lambda(z) d\lambda$. (Notons que si $\lambda_1=0$ et $\lambda_2 \rightarrow \infty$, on obtient la luminance totale). Physiquement, L_m peut être interprétée, non pas comme une luminance moyenne, mais - si l'on reprend l'expression donnée par PATCH [1] -, comme une luminance de "groupe". La luminance intégrée L correspond alors à $\sum_{m=1}^{NDB} L_m$. Cette méthode a déjà été mise en oeuvre par ailleurs [2].

Le système d'équations du problème thermique s'écrit:

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{\partial \theta^*}{\partial t^*} = \frac{\partial}{\partial z^*} \left[\lambda^*(\theta^*) \frac{\partial \theta^*}{\partial z^*} \right] - \frac{\partial}{\partial z^*} \left[\sum_{m=1}^N \frac{\tau_{0m} T_0^*}{N_m} q_{r_m}^* (z^*) \right] \quad 0 < z^* < 1, t^* > 0 \quad (6.7) \end{array} \right.$$

$$\left\{ \begin{array}{l} \lambda^*(\theta^*) \frac{\partial \theta^*}{\partial z^*} = H_1^* \theta^* + \sum_{m=1}^N \frac{\tau_{0m} T_0^*}{N_m} q_{r_m}^* (z^*) \quad z^* = 0 \quad (6.8) \end{array} \right.$$

$$\left\{ \begin{array}{l} \lambda^*(\theta^*) \frac{\partial \theta^*}{\partial z^*} = - H_2^* \theta^* + \sum_{m=1}^N \frac{\tau_{0m} T_0^*}{N_m} q_{r_m}^* (z^*) \quad z^* = 1 \quad (6.9) \end{array} \right.$$

$$\left\{ \begin{array}{l} \theta^*(0,0) = 1/\varepsilon^* \quad 0 < z^* < \varepsilon^* \\ \theta^*(0,0) = 0 \quad \varepsilon^* < z^* < 1 \end{array} \right. \quad t^* = 0 \quad (6.10)$$

Ici, la condition initiale temporelle du dirac de flux $\Phi^*(t^*=0)$ est déjà traduite en condition de type température imposée: on considère que toute l'énergie dissipée à $t^*=0$ sert instantanément à élever la température d'une petite couche ε^* de matière, très proche de la paroi. ε^* sera lié à notre pas de discrétisation en espace dans la résolution numérique.

Le système d'équations (6.3) - (6.4) du bilan radiatif devient:

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{dL_m^{*+}(z^*, \mu)}{dz^*} + \frac{\tau_{0m}}{\mu} L_m^{*+}(z^*, \mu) = \frac{\tau_{0m}}{4\mu} \frac{1}{\sigma T_0^4} \int_{\lambda_1}^{\lambda_2} \frac{2\pi C_1}{\lambda^5 \left(\exp\left(\frac{C_2}{\lambda T}\right) - 1 \right)} d\lambda \quad (6.11) \\ \frac{dL_m^{*-}(z^*, \mu)}{dz^*} + \frac{\tau_{0m}}{\mu} L_m^{*-}(z^*, \mu) = \frac{\tau_{0m}}{4\mu} \frac{1}{\sigma T_0^4} \int_{\lambda_1}^{\lambda_2} \frac{2\pi C_1}{\lambda^5 \left(\exp\left(\frac{C_2}{\lambda T}\right) - 1 \right)} d\lambda \quad (6.12) \end{array} \right.$$

Pour le calcul du second membre des équations (6.11 - 6.12), on écrit l'intégrale de la fonction de Planck sur le domaine $[\lambda_1 - \lambda_2]$ comme le produit de l'émittance totale - donnée par la loi de Stefan-Boltzmann

$$M^\circ(T) = \int_0^\infty \pi \cdot L_\lambda^\circ(T, \lambda) d\lambda = \sigma T^4 \quad - \text{ par la fraction de l'émittance du corps noir dans la bande } [\lambda_1 - \lambda_2].$$

Cette fraction est désignée par $F_{\lambda_1 - \lambda_2}$ et est définie par le rapport

$$F_{\lambda_1 - \lambda_2} = \frac{1}{\sigma T^4} \int_{\lambda_1}^{\lambda_2} M_\lambda^\circ(\lambda) d\lambda \quad (6.13)$$

En adoptant le changement de variable $u = \lambda T$, on peut aussi écrire (6.13) sous la forme

$$F_{\lambda_1 - \lambda_2} = F_{\lambda_1 T - \lambda_2 T} = \frac{1}{\sigma} \int_{\lambda_1 T}^{\lambda_2 T} \frac{2\pi C_1}{u^5 \left(\exp\left(\frac{C_2}{u}\right) - 1 \right)} du \quad (6.14)$$

Dans ces conditions, le terme de droite des équations (6.11)-(6.12) s'écrit

$$\begin{aligned} \frac{\tau_{0m}}{4\mu} \frac{1}{\sigma T_0^4} \int_{\lambda_1}^{\lambda_2} \frac{2\pi C_1}{\lambda^5 \left(\exp\left(\frac{C_2}{\lambda T}\right) - 1 \right)} d\lambda &= \frac{\tau_{0m}}{4\mu} \frac{\sigma T^4(z)}{\sigma T_0^4} F_{\lambda_1-\lambda_2} \\ &= \frac{\tau_{0m}}{4\mu} \left(\frac{\theta^*}{T_0^*} + 1 \right)^4 F_{\lambda_{1T}-\lambda_{2T}} \end{aligned}$$

Le terme $F_{\lambda_{1T}-\lambda_{2T}}$ est exprimé par deux intégrales pour lesquelles la borne inférieure est nulle.

$$F_{\lambda_{1T}-\lambda_{2T}} = \frac{1}{\sigma} \int_0^{\lambda_2 T} \frac{2\pi C_1}{u^5 \left(\exp\left(\frac{C_2}{u}\right) - 1 \right)} du - \frac{1}{\sigma} \int_0^{\lambda_1 T} \frac{2\pi C_1}{u^5 \left(\exp\left(\frac{C_2}{u}\right) - 1 \right)} du = F_{0-\lambda_{2T}} - F_{0-\lambda_{1T}}$$

La fonction $F_{0-\lambda T}$ est figurée sur la courbe (fig. 1).

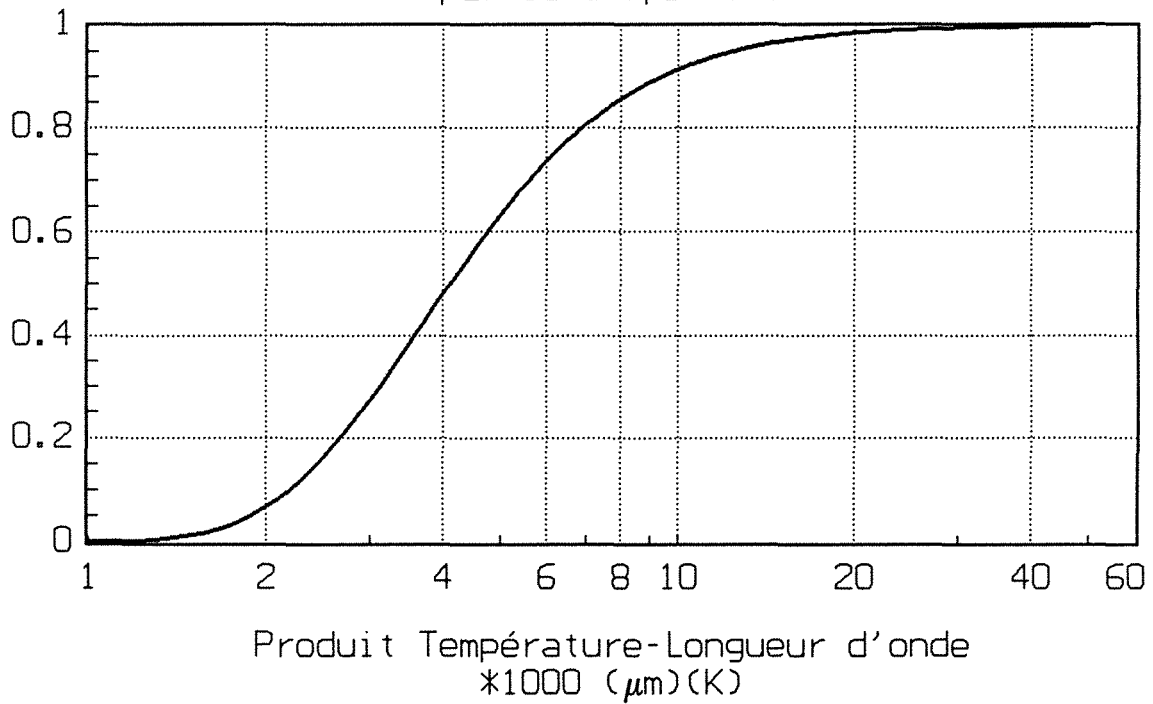
Les tables de Pivovonsky et Nagel [1] donnent une tabulation de cette fonction pour chaque intervalle $\lambda T = 10 \mu m.K$. On choisit d'utiliser des approximations polynômiales de $F_{0-\lambda T}$ données dans la littérature [2].

$$F_{0-\lambda T} = \frac{15}{\pi^4} \sum_{m=1,2,\dots} \frac{e^{-mv}}{m^4} \left[[(mv+3)mv+6]mv+6 \right] \quad v \geq 2$$

$$F_{0-\lambda T} = 1 - \frac{15}{\pi^4} v^3 \left(\frac{1}{3} - \frac{v}{8} + \frac{v^2}{60} - \frac{v^4}{5040} + \frac{v^6}{272160} - \frac{v^8}{13305600} \right) \quad v < 2$$

$$\text{où } v = \frac{C_2}{\lambda T}$$

fig. 1: Puissance Fractionnelle Emise
par le Corps Noir



Les équations (6.11)-(6.12) s'écrivent maintenant:

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{dL_m^{*+}(z^*, \mu)}{dz^*} + \frac{\tau_{0m}}{\mu} L_m^{*+}(z^*, \mu) = \frac{\tau_{0m}}{4\mu} \left(\frac{\theta^*(z^*, t^*)}{T_0^*} + 1 \right)^4 F_{\lambda_1 T(z^*) - \lambda_2 T(z^*)} \\ \frac{dL_m^{*-}(z^*, \mu)}{dz^*} + \frac{\tau_{0m}}{\mu} L_m^{*-}(z^*, \mu) = \frac{\tau_{0m}}{4\mu} \left(\frac{\theta^*(z^*, t^*)}{T_0^*} + 1 \right)^4 F_{\lambda_1 T(z^*) - \lambda_2 T(z^*)} \end{array} \right.$$

et admettent comme solutions

$$L_m^{*+}(z^*, \mu) = L_m^{*+}(0, \mu) \exp\left(-\frac{\tau_{0m}}{\mu} z^*\right) + \int_0^{z^*} \frac{\tau_{0m}}{4\mu} \left(\frac{\theta^*(z'^*)}{T_0^*} + 1 \right)^4 F_{\lambda 1 T(z'^*) - \lambda 2 T(z'^*)} \exp\left(-\frac{\tau_{0m}}{\mu}(z^* - z'^*)\right) dz'^* \quad \text{pour } \mu > 0$$

$$L_m^{*-}(z^*, \mu) = L_m^{*+}(1, \mu) \exp\left(-\frac{\tau_{0m}}{\mu} (1 - z^*)\right) + \int_{z^*}^1 \frac{\tau_{0m}}{4\mu} \left(\frac{\theta^*(z'^*)}{T_0^*} + 1 \right)^4 F_{\lambda 1 T(z'^*) - \lambda 2 T(z'^*)} \exp\left(-\frac{\tau_{0m}}{\mu}(z^* - z'^*)\right) dz'^* \quad \text{pour } \mu < 0$$

Compte tenu de la formulation adoptée, les équations aux limites (6.5)-(6.6) sont réécrites et conduisent par un principe de calcul classique [5] à:

$$L_m^{*+}(0) = \frac{a_{1m}^* + b_{1m}^* a_{2m}^*}{1 - b_{1m}^* b_{2m}^*} \quad (6.15)$$

$$L_m^{*-}(1) = \frac{a_{2m}^* + b_{2m}^* a_{1m}^*}{1 - b_{1m}^* b_{2m}^*} \quad (6.16)$$

$$a_{1m}^* = \frac{\varepsilon_{1m}}{4} \left(\frac{\theta^*(0)}{T_0^*} + 1 \right)^4 F_{\lambda 1T(0)-\lambda 2T(0)} + 2\rho_{1m} \int_0^1 \frac{\tau_{0m}}{4} \left(\frac{\theta^*(z^*)}{T_0^*} + 1 \right)^4 F_{\lambda 1T(z^*)-\lambda 2T(z^*)} E_2(\tau_{0m} z^*) dz^*$$

$$a_{2m}^* = \frac{\varepsilon_{2m}}{4} \left(\frac{\theta^*(1)}{T_0^*} + 1 \right)^4 F_{\lambda 1T(1)-\lambda 2T(1)} + 2\rho_{2m} \int_0^1 \frac{\tau_{0m}}{4} \left(\frac{\theta^*(z^*)}{T_0^*} + 1 \right)^4 F_{\lambda 1T(z^*)-\lambda 2T(z^*)} E_2(\tau_{0m}(1-z^*)) dz^*$$

$$b_{im}^* = 2\rho_{im} E_3(\tau_{0m}) \quad \text{pour } i=1, 2$$

Finalement, le flux radiatif s'obtient par:

$$q_{r_m}^*(z^*) = 2L_m^{*+}(0) E_3(\tau_{0m} z^*) - 2L_m^{*-}(1) E_3(\tau_{0m}(z^*-z'^*))$$

$$+ \frac{\tau_{0m}}{2} \left[\int_0^{z^*} \left(\frac{\theta^*(z'^*)}{T_0^*} + 1 \right)^4 F_{\lambda 1T(z'^*)-\lambda 2T(z'^*)} E_2(\tau_{0m}(z^*-z'^*)) dz'^* \right.$$

$$\left. - \int_{z^*}^1 \left(\frac{\theta^*(z'^*)}{T_0^*} + 1 \right)^4 F_{\lambda 1T(z'^*)-\lambda 2T(z'^*)} E_2(\tau_{0m}(z^*-z'^*)) dz'^* \right] \quad (6.17)$$

où $L_m^{*+}(0), L_m^{*-}(1)$ sont données par les formules (6.15)-(6.16) et où E_2 et E_3 désignent les fonctions intégréo-exponentielles d'ordre 2 et 3.

6.4 Résolution

6.4.1 Calcul du flux radiatif

- Les fonctions intégréo-exponentielles sont calculées par des relations de récurrence à partir des approximations de $E_1(x)$ par une fraction rationnelle [6].

- Les intégrales sont calculées numériquement par la méthode des quadratures de Gauss décrite en [7].

Linéarisation des termes d'émission

En raison des problèmes de convergence rencontrés dans la résolution numérique, particulièrement aux temps courts, nous avons été amenés à linéariser les termes radiatifs liés à l'émission dans l'expression du flux (6.17).

La puissance 4 des termes de type $\left(\frac{\theta^*}{T_0} + 1\right)$ est responsable de la forte non-

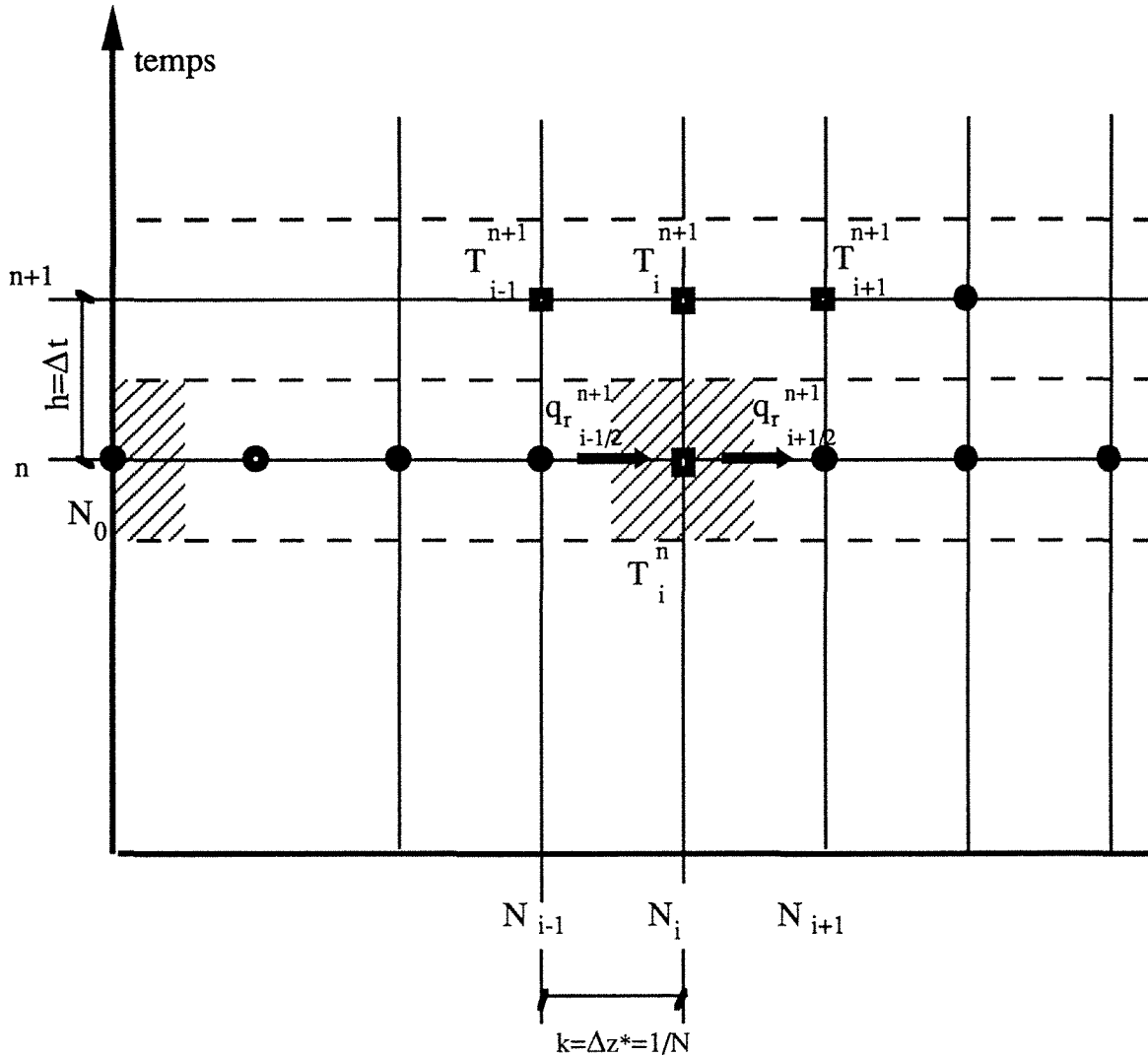
linéarité du terme source. On se propose donc, comme suggéré par Shen et al. [8] de linéariser ce terme en employant les valeurs de température de l'itération précédente, soit:

$$\begin{aligned} \left(\theta^{n+1,m} + 1\right)^4 &= \left(\theta^{n+1,m-1} + 1\right)^4 + 4\left(\theta^{n+1,m-1} + 1\right)^3 \left(\theta^{n+1,m} - \theta^{n+1,m-1}\right) \\ &= \theta^{n+1,m} \left(\theta^{n+1,m-1^3} + 4\theta^{n+1,m-1^2} + 6\theta^{n+1,m-1} + 4\right) + 1 \end{aligned} \quad (6.18)$$

6.4.2 Schéma de maillage:

On pratique sur l'espace un maillage de type Volumes Finis (fig. ci-dessous). Le problème étudié étant monodimensionnel, nous parlerons de tranches pour caractériser ces éléments finis. Chaque tranche intérieure adapte son niveau de température en accord avec le bilan de conservation d'énergie régi par l'équation (6.7). Dans le souci pratique évident d'obtention des valeurs de température sur chaque face de l'échantillon, ce schéma fait classiquement apparaître deux demi-tranches aux extrémités de l'échantillon.

On y applique pareillement l'équation de conservation de l'énergie en introduisant les conditions aux limites.



6.4.3 Résolution numérique:

On utilise une méthode aux différences finies s'appuyant globalement sur un calcul des valeurs de température au temps n avec celles estimées au temps n+1 (Schéma implicite). L'équation de l'énergie et ses conditions aux limites sont discrétisées suivant le principe détaillé en annexe 4.

- Pour la condition aux limites temporelle, le dirac de flux se traduit par le saut de température $\theta^*(0,0) = 1/\epsilon^*$ et s'applique à une demi-tranche. Par conséquent, $\epsilon^* = \Delta z^*/2$ et comme $\Delta z^* = 1/N$ (N nombre de tranches), on a donc toujours:

$$\theta^*(0,0) = T^* - T_0^* = 2N$$

et dans toutes les autres tranches, les températures sont initialisées à 0. Les thermogrammes en face arrière issus du programme seront donc toujours normalisés à 1, si le système est parfaitement isolé. Lorsque le régime permanent est atteint, toutes les tranches ont un niveau de température $\theta^* = 1$.

- La divergence du flux radiatif en un noeud du réseau est approximée par le "taux de variation" du flux entre les deux frontières de chaque tranche. On évite son calcul pour des flux inférieurs à 10^{-8} afin d'éviter le calcul - sans réalité physique - de la "divergence des résidus numériques".

L'algorithme de résolution est basé sur une méthode détaillée par PATANKAR [9]. Les temps de calcul obtenus sur différents calculateurs sont donnés pour un cas typique: La discrétisation spatiale est de 20 volumes; le pas de temps est de 10^{-4} ; le modèle spectral est à 5 bandes rectangulaires, les parois sont réfléchissantes. le programme s'arrête dès que le champ de température devient uniforme et égal à 1 à 10^{-2} près.

| Calculateur | Temps de calcul (heure CPU) |
|---------------|-----------------------------|
| SUN SparcII | 72 h |
| IBM Risc 6000 | 34 h |
| HP 9000/735 | 28h30mn |

Dans le cas gris, la durée moyenne de calcul est de 80 mn CPU sur SUN.

6.5 Vérification du programme

Le bon fonctionnement de l'algorithme de calcul a été vérifié par différents tests, et notamment en vérifiant que l'introduction d'une source de chaleur linéaire en température donnait une solution en accord avec la solution analytique.

Le thermogramme en face arrière, pour une source qui s'écrit $S = S_c + S_p T$, peut en effet être calculé par l'expression (voir Annexe 5):

$$T(1,t^*) = \exp(S_p t^*) \left[1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp(-\beta_n^2 t^*) + \frac{S_c}{S_p} (1 - \exp(-S_p t^*)) \right]$$

Dans le tableau ci-dessous sont reportés les résultats du calcul analytique en regard de ceux obtenus numériquement. L'accord est manifeste.

Pour la vérification du calcul du flux radiatif, il a été vérifié, entre autres, que pour un champ de température uniforme, les valeurs de flux restaient nulles (au 9ème chiffre décimal près).

| t^* | (1) | (2) |
|-------|---------|---------|
| 0,01 | 0,01025 | 0,01025 |
| 0,02 | 0,021 | 0,02112 |
| 0,04 | 0,0575 | 0,0590 |
| 0,06 | 0,1664 | 0,1683 |
| 0,08 | 0,359 | 0,3608 |
| 0,10 | 0,6126 | 0,6123 |
| 0,12 | 0,903 | 0,9023 |
| 0,14 | 1,221 | 1,2193 |
| 0,16 | 1,561 | 1,559 |
| 0,21 | 2,5113 | 2,509 |
| 0,25 | 3,3967 | 3,3951 |
| 0,35 | 6,3417 | 6,3421 |
| 0,55 | 18,433 | 18,445 |
| 1,00 | 177,88 | 178,10 |

(1) Calcul série analytique (20 termes) Pas de temps = 0,0005

(2) Calcul numérique Pas de temps = 0,0001

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] PATCH R. W., 1967
Effective Absorption Coefficients for Radiant Energy Transport in Nongrey, Nonscattering Gases.
J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transfer. Vol.7, pp611-635.

- [2] GRANT I. P., 1965
On the Representation of Frequency Dependence in Non-grey Radiative Transfer.
J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transfer. Vol.5, pp227-243.

- [3] PIVOVONSKY M., NAGEL M. R.
Tables of Blackbody Radiation Functions.
The Macmillan Compagny, New-york, 1961

- [4] WIEBELT J. A.
Engineering Radiation Heat Transfer
Holt, Rinehart and Winston Inc., New-York, 1966

- [5] ÖZISIK M.N., 1973
Radiative Transfer and Interaction with Conduction and Convection.
Wiley-Interscience Publication, New-York.

- [6] ABRAMOWITZ M.A., STEGUN I.A.
Handbook of Mathematical Functions.

- [7] PRESS W.H., FLANNERY B.P., TEUKOLSKY S.A., VETTERLING W.T.
Numerical Recipes, The Art of Scientific Computation
Cambridge University Press

[8] SHEN Z. F., SMITH T.F., HU Penelop, 1983

Linearization of the radiations terms for improved convergence by use of the zone method.

Num. Heat Transfer, Vol.6, pp377-382

[9] PATANKAR S.V.

Numerical Heat Transfer and Fluid Flow

Hemisphere Publishing corp., New York

CHAPITRE 7 :

SIMULATIONS ET EXPERIENCES

CHAPITRE 7 :

SIMULATIONS ET EXPERIENCES

Ce chapitre rassemble nos résultats, théoriques et expérimentaux. Notre travail théorique a consisté à simuler numériquement, suivant le modèle présenté au chapitre précédent, un certain nombre "d'expériences" flash, en s'intéressant à l'influence de certains paramètres (épaisseur, émissivité des surfaces, coefficient d'absorption). Nous analysons essentiellement les thermogrammes face arrière, desquels on "extraie" une valeur de diffusivité. L'analyse des champs de température et répartition du flux à un instant donné sera utilisée pour illustrer notre description des mécanismes physiques qui interviennent.

L'étude expérimentale des verres, réalisée grâce au dispositif décrit au chapitre 5 a permis la mesure de diffusivité thermique apparente des échantillons considérés entre 300K et 800K. L'influence des émissivités (surfaces noires ou réfléchissantes) et de l'épaisseur, sur la diffusivité mesurée, a également pu être établie.

Notre discussion s'articulera donc logiquement sur une confrontation théorie/expérience:

- qualitative d'abord, par l'analyse des thermogrammes obtenus. Cela nous permettra de dégager certaines caractéristiques du transfert transitoire couplé conduction-rayonnement et de préciser dans quels cas l'identification d'une diffusivité est possible.
- concluante ensuite, car elle nous permettra de définir dans quelles conditions on peut être assuré de mesurer une diffusivité phonique ou globale.

Mais l'ensemble des simulations numériques ayant été réalisé dans la situation d'un milieu gris, et ce pour des raisons de réduction des temps de calcul, nos conclusions ne sauraient être définitives sans une analyse complémentaire incluant la variation spectrale des coefficients thermo-optiques.

Ce sera l'objet de la troisième partie. Des comparaisons de résultats de simulation obtenus dans le cas non-gris (modèle à 5 bandes rectangulaires) et dans le cas

gris équivalent (utilisation de coefficients moyens d'absorption) montreront que les enseignements précédents restent valables.

7.1 Analyse qualitative

Remarques préliminaires:

Nous souhaitons donner quelques indications au lecteur sur la façon dont sont présentés les thermogrammes. Ceux obtenus expérimentalement donnent la variation en tension du signal en fonction du temps en secondes. En les normant par rapport à la tension correspondant au maximum du thermogramme, le passage à l'évaluation en température est direct.

Les thermogrammes obtenus par le modèle théorique sont présentés sous la forme: température adimensionnelle normalisée en fonction d'un temps adimensionnel t^* . Cette représentation, du fait de la définition de $t^* = \frac{a}{2} \frac{p h}{e} t$ ne

rendra visible que les effets liés à la variation des paramètres influant sur le transfert par rayonnement (température, coefficient d'absorption, indice de réfraction), puisque la valeur de a_{ph} introduite dans les simulations est toujours identique et égale à $5.10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$.

7.1.1 Allure générale des thermogrammes

Thermogrammes expérimentaux: Les courbes décrivant l'évolution temporelle de la température en face arrière d'un échantillon de M.S.T soumis à un dirac de flux sont très variables. Les différences de forme sont dues à des perturbations des thermogrammes aux premiers instants. Elles dépendent fortement, en premier lieu, des conditions aux limites radiatives du milieu. Mais si on se limite à deux types de frontières différentes (noires ou parfaitement réfléchissantes), on n'obtient pas pour autant deux types de réponses différentes. D'autres paramètres interviennent tels l'épaisseur optique du milieu (produit de l'épaisseur de l'échantillon par son coefficient moyen d'absorption) et la température, qui contribuent à accroître ou diminuer ces caractéristiques de l'évolution de la température face arrière aux temps courts. Les thermogrammes présentés ci-contre (figs. 1-4) montrent les trois principales formes d'évolution de température obtenues expérimentalement.

fig. 1: THERMOGRAMMES EXPERIMENTAUX en FACE ARRIERE

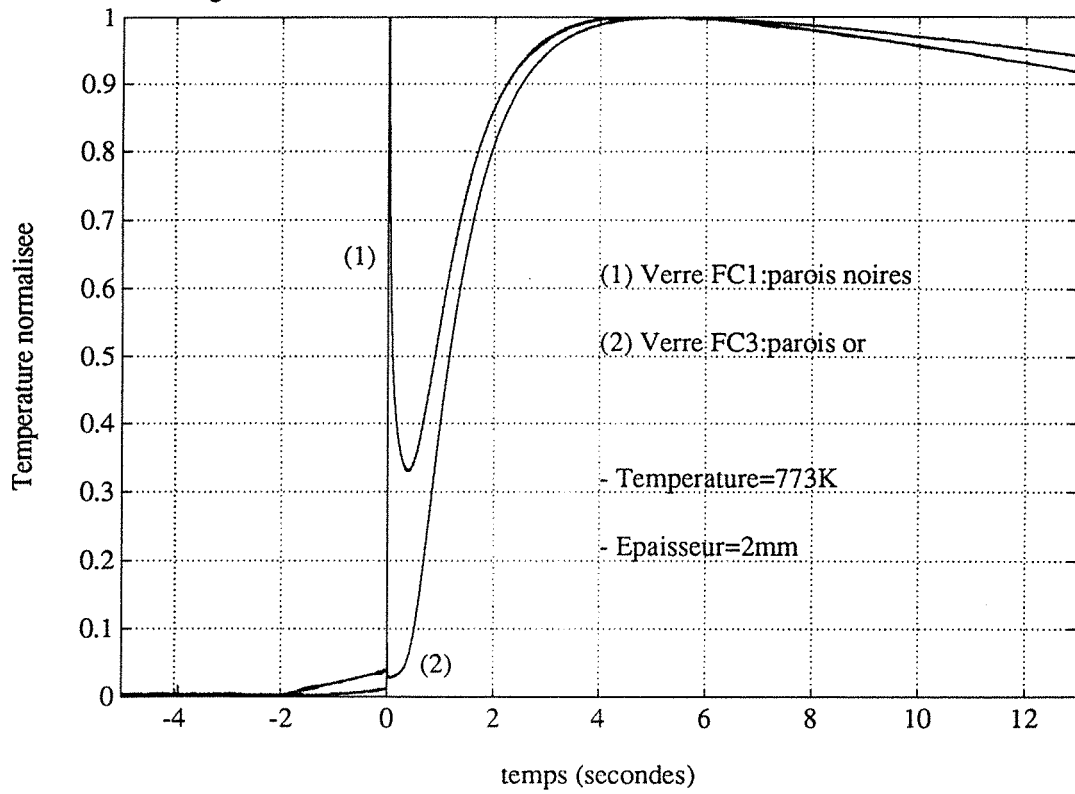


fig. 2: THERMOGRAMMES EXPERIMENTAUX en FACE ARRIERE

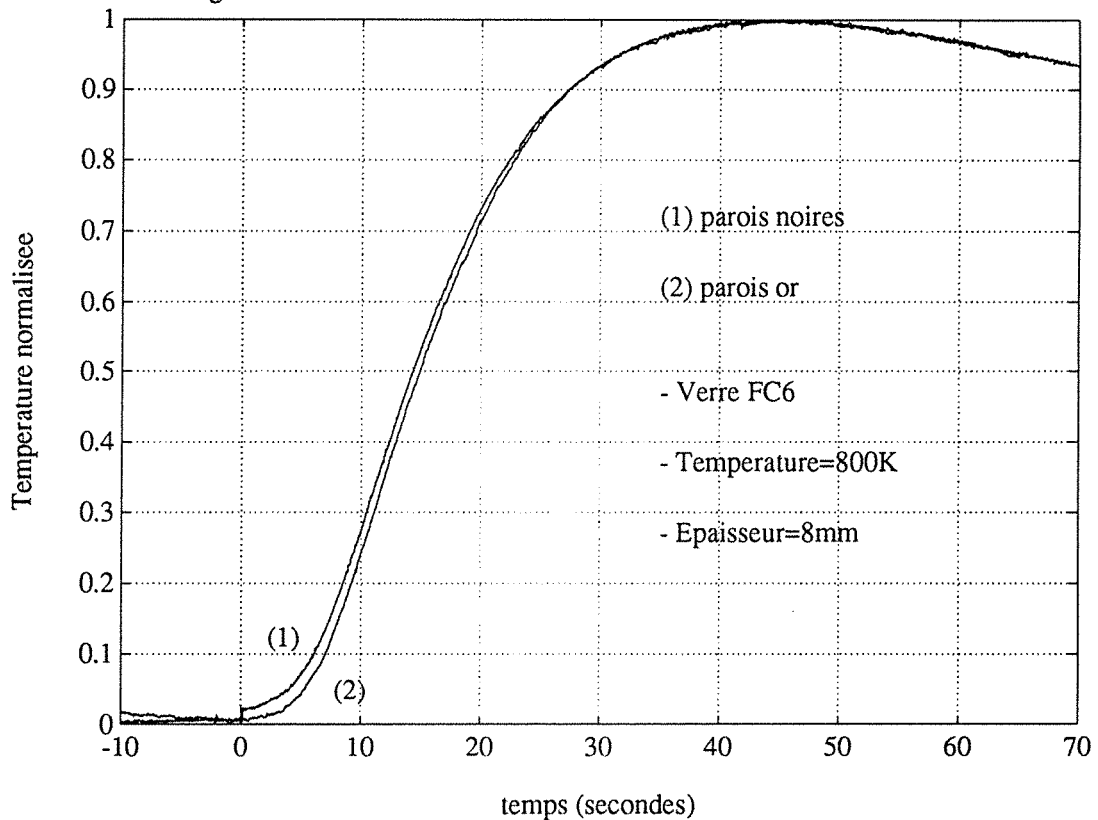


fig. 3: THERMOGRAMME EXPERIMENTAL en FACE ARRIERE

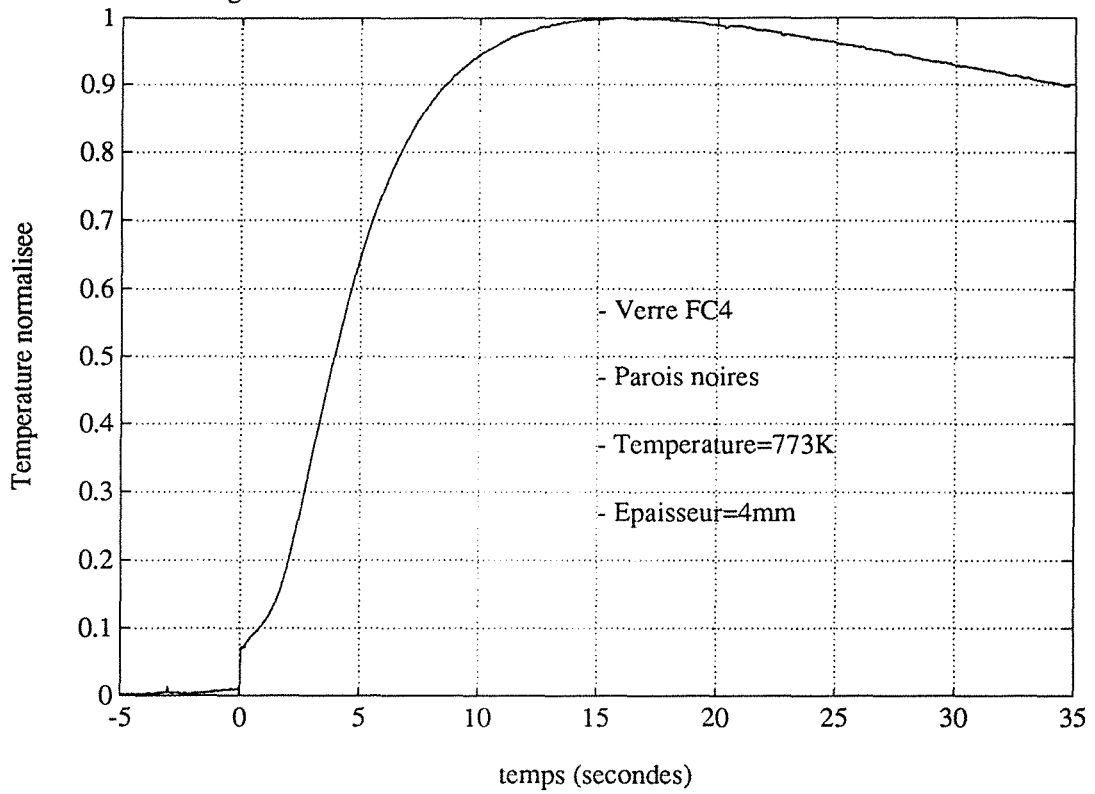
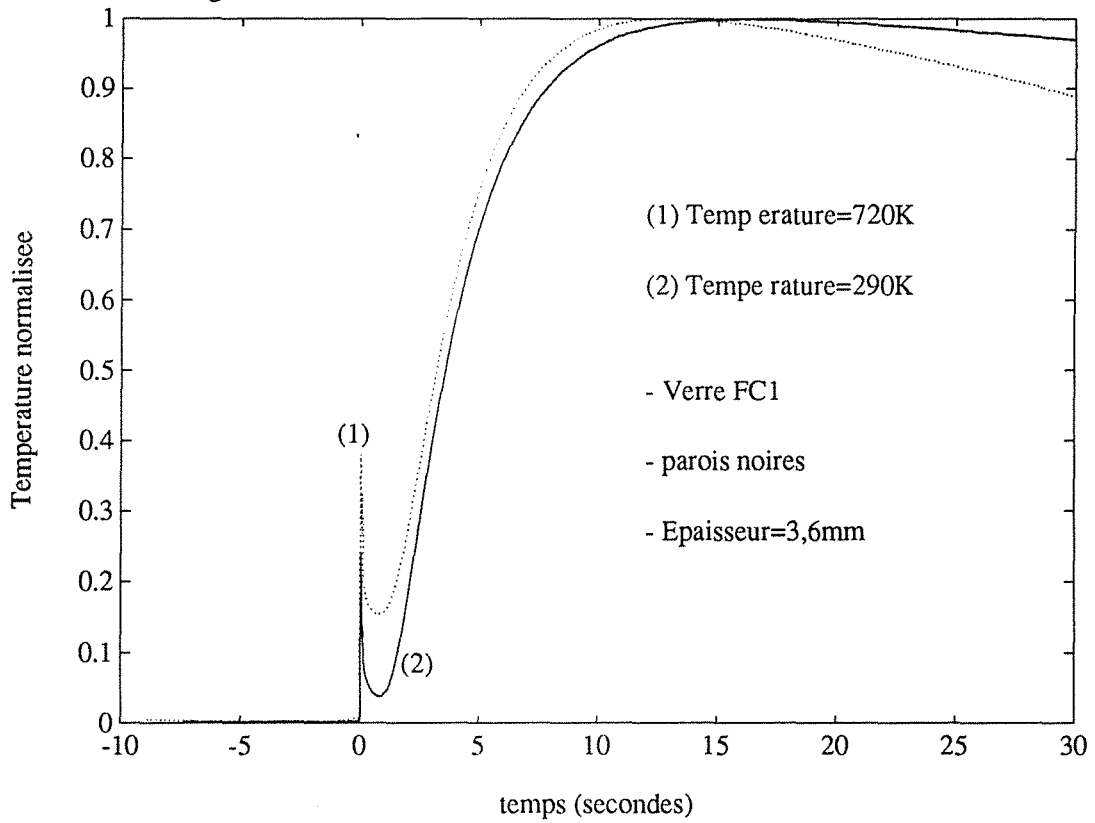


fig. 4: THERMOGRAMMES EXPERIMENTAUX en FACE ARRIERE



La figure 1 montre en particulier les deux différences extrêmes obtenues pour les verres minces dans les deux cas de parois noires et réfléchissantes. Nous avons retenu les courbes obtenues à une température avoisinant les 500°C afin d'amplifier les effets liés au transfert par rayonnement. Le caractère de semi-transparence du milieu est perceptible dans le cas de parois noires. On peut noter que le thermogramme présente un pic aux temps très courts (<10 ms), suivi d'un second maximum qui apparaît plus tardivement. Nous reviendrons à l'explication de cette caractéristique lors de la comparaison avec les thermogrammes théoriques.

Lorsque les parois sont réfléchissantes, on obtient un thermogramme classique, de croissance continuellement monotone et à un point d'inflexion jusqu'à $T_{\max}=1$.

Par contre, l'influence des frontières n'est presque plus visible même à 520°C (fig.2) si l'on teste un échantillon épais (8mm) de verre foncé (FC6).

La figure 3 montre une autre variété de départ des thermogrammes: un brusque saut de température de la face arrière, suivi d'une montée linéaire de la température qui rejoint ensuite l'évolution classique. Ce thermogramme a été obtenu pour un verre plus foncé (FC4) de 4 mm d'épaisseur et pour des parois noires.

La figure 4 donne l'influence de la température sur les réponses mesurées dans le cas du verre le plus clair (FC1) d'épaisseur 3,6mm et pour des parois noires. L'intensité du pic observé aux temps courts est directement reliée à la température (même échantillon, mêmes conditions aux limites). L'augmentation de température décale le maximum d'émission du corps noir vers les courtes longueurs d'onde, le situant ainsi dans une zone où la transparence du verre est plus forte (cf. spectres d'absorption du verre Float au chapitre 8).

Thermogrammes théoriques: Nous présentons maintenant des thermogrammes théoriques obtenus pour différentes épaisseurs optiques dans le cas de parois noires (fig. 5) et réfléchissantes (fig. 6). Une simple comparaison visuelle de ces figures avec les précédentes permet de vérifier la bonne concordance théorie/expérience et atteste ainsi de la validité de notre modèle.

Ces thermogrammes ont été simulés à une température de 800K et pour un échantillon d'épaisseur constante et égale à 4 mm. Le coefficient d'absorption varie de 25 m^{-1} ($\tau_0 = 0.1$) à 25000 m^{-1} ($\tau_0 = 100$).

a) Dans le cas de parois noires (fig.5), une opacité croissante réduit les effets perturbateurs dus au rayonnement.

- Pour $\tau_0 = 0.1$, on retrouve une allure similaire à celle obtenue expérimentalement pour des verres clairs (figs. 1 et 4). La température de la face arrière passe successivement par deux maximums: l'un intervenant aux temps très brefs, le second pour des temps caractéristiques voisins de ceux qu'on obtiendrait pour le milieu purement conducteur ou pour le même échantillon dans le cas de parois réfléchissantes et on peut se risquer ici à donner une explication globale des raisons de cette caractéristique. Le premier pic s'explique par le fait que l'énergie déposée en face avant, du fait de la forte émissivité de cette limite, va se dissiper immédiatement dans le milieu par propagation du rayonnement électromagnétique et, si le milieu est très peu absorbant (libre parcours moyen des photons très grand devant l'épaisseur du milieu), contribuer à augmenter instantanément la température en face arrière. Un équilibre dans l'échange radiatif entre les deux surfaces est donc établi très tôt et la contribution émissive de la face arrière s'en trouvera ainsi augmentée. Elle perdra alors de l'énergie jusqu'à ce qu'elle se trouve soumise à l'arrivée progressive d'un flux de chaleur, lié cette fois-ci, au mécanisme couplé de transfert, et non plus radiatif seul.

Dans le cas d'un milieu très transparent, on peut obtenir cet effet même à température ambiante (fig.4). D'autres travaux expérimentaux menés au laboratoire ont également montré cette caractéristique pour des structures composites en "nids d'abeille". Une matrice métallique définit des cellules alvéolaires remplies d'air et fermées par deux semelles opaques et noires. Par application d'un flash en face avant et détection optique en face arrière, des thermogrammes similaires ont été obtenus. L'énergie déposée en face avant est dissipée avant tout par échange direct d'une semelle à l'autre au travers de l'air: la matrice métallique ne compte pas vis à vis du transfert thermique aux premiers instants.

Sur le plan théorique, à notre connaissance, ce trait caractéristique n'a été obtenu, pour des hypothèses identiques, que par TAN HEPING et col. [1], pour des impulsions durant une seconde et des flux d'irradiation de 50 KW/m^2 . L'auteur utilisait une résolution numérique basée sur la méthode des zones de HOTTEL généralisée par une technique de "suivi de rayon".

fig.5: Thermogrammes Théoriques
Influence de l'Épaisseur Optique (τ_0)
($T_0=800K$, Parois noires)

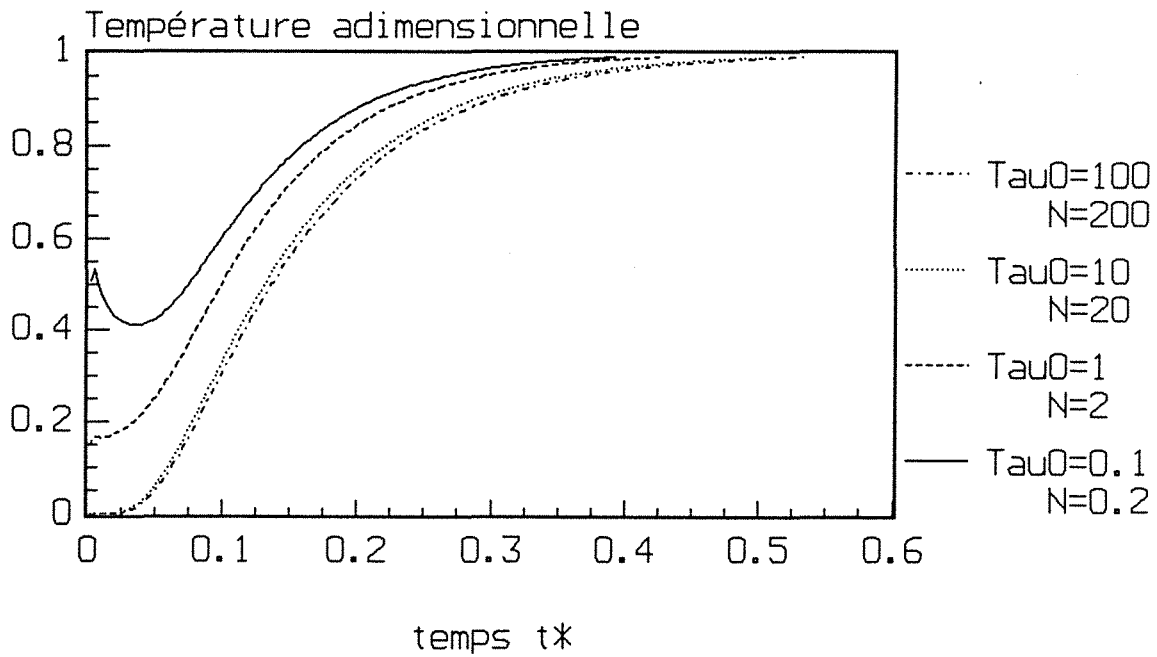
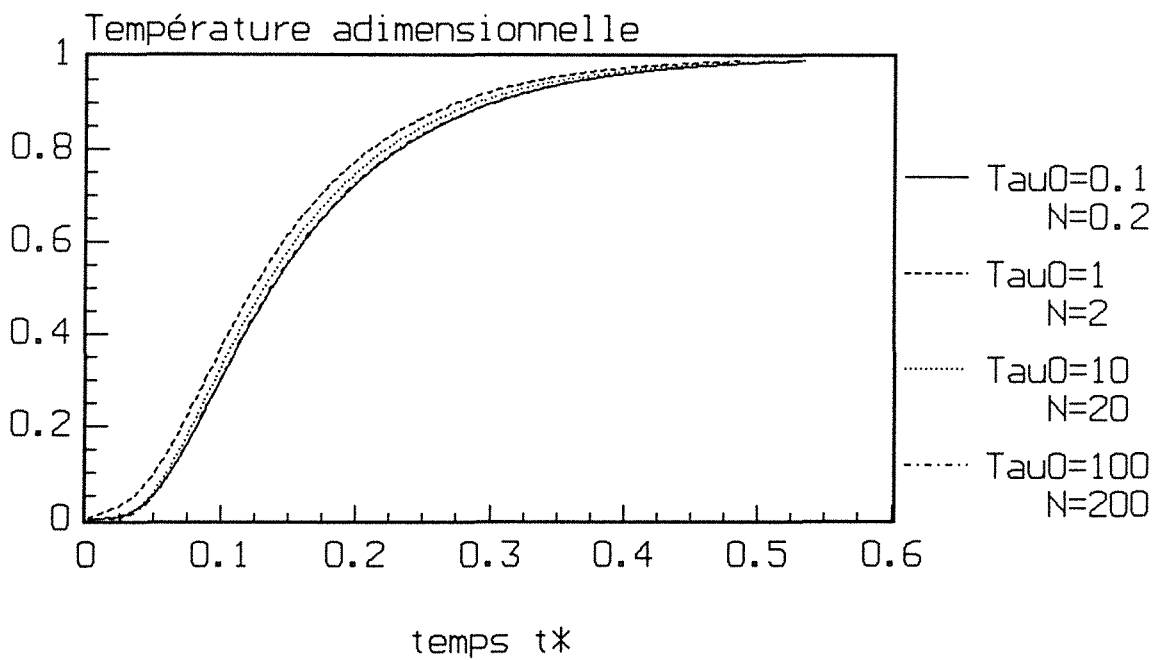


fig.6: Thermogrammes Théoriques
Influence de l'Épaisseur Optique (τ_0)
($T_0=800K$, Parois réfléchissantes)



Plus l'épaisseur optique du milieu grandit, plus l'intensité du premier pic diminue, pour finalement disparaître. Au passage, on passe par une courbe du type de la figure 3.

- Pour $\tau_0 = 10$ et $\tau_0 = 100$, les courbes sont quasiment confondues et correspondent à celles du milieu opaque, confirmant ainsi la valeur $\tau_0 = 10$ typiquement retenue comme épaisseur optique critique: au-delà, le milieu est considéré opaque. Pour $\tau_0 = 100$, le thermogramme simulé se superpose exactement à celui obtenu dans les mêmes conditions (température, épaisseur, coefficient d'absorption) par le modèle de Rosseland, dont la validité est précisément les épaisseurs optiques fortes. Cela offre une garantie supplémentaire du bon fonctionnement, sur le plan qualitatif, de la simulation numérique dans le cas gris.

b) Dans le cas de parois réfléchissantes (fig.6), on observe que si le milieu est à épaisseur optique faible (≤ 0.1) ou très forte (>10), il se comporte de la même manière vis à vis du transfert de chaleur. Ceci s'explique si l'on considère le libre parcours moyen des photons. Lorsque le milieu est très transparent, les photons émis par les premières couches du matériau sont réfléchis en face arrière, reviennent sur la face avant, "rebondissent" et ainsi de suite, un très grand nombre de fois. L'absorption étant très faible, ils ne déposent pas d'énergie dans le milieu et la chaleur ne progresse finalement que par la diffusion due à la conductivité phonique. De même, quand le milieu est très absorbant, les flux de rayonnement n'interviennent qu'au niveau local et tout se passe comme si le transfert dans le milieu ne dépendait que du gradient local de température. A ces niveaux d'énergie, relativement faibles (pas de non linéarité), on retrouve également la conductivité phonique du milieu.

Ceci peut être reformulé à partir de l'analyse des répartitions spatiales du flux radiatif données (fig.7) pour des parois réfléchissantes et aux instants $t^*=0.005$ et $t^*=0.02$.

. Pour des épaisseurs optiques faibles (courbe (a)), on constate une répartition de flux assez uniforme sur tout le milieu. On peut s'attendre à ce que la chaleur ne diffuse que par transfert conductif. Ceci se déduit d'ailleurs assez facilement de l'analyse de l'équation de la chaleur (6.7). Le transfert par rayonnement intervient au travers du terme source

$$S(\theta^*) = - \left(\frac{\tau_0 T_0^*}{N} \right) \frac{\partial}{\partial z^*} q_r^* (z^*)$$

Les simulations ont été faites à épaisseur constante si bien que lorsque τ_0 varie, N varie d'un même rapport. Le terme $\frac{\tau_0 T_0^*}{N}$ reste donc constant et pour que ce terme source soit négligeable devant le terme diffusif (cas du milieu transparent), il faut que la divergence du flux radiatif $\frac{\partial}{\partial z^*} q_r^*$ (z^*) soit elle-même faible (distribution uniforme d'énergie dans le milieu).

. Dans la zone de semi-transparence du milieu $\tau_0=1$ (Courbe (b)), les mécanismes de redistribution d'énergie deviennent plus importants et affectent tout le milieu.

. Aux fortes épaisseurs optiques (courbe (c)) et fortes valeurs de N , on s'aperçoit que si les flux restent importants aux premiers instants, ils le sont dans une zone beaucoup plus étroite, témoignant du caractère plus local du transfert. Le maximum de flux radiatif intervient plus près de la face avant pour (c), et à $t^*=0.005$, seule la première moitié du milieu est concernée par les flux radiatifs. En ce point maximum, la température dépend beaucoup moins du passage du flux radiatif (la répartition y est pratiquement symétrique), que du flux conducteur.

Au temps $t^*=0.02$, les flux diminuent globalement du fait de l'inertie thermique du milieu mais non identiquement. Pour $\tau_0=0.1$ et $\tau_0=1$, la répartition de flux est presque inchangée (le maximum se décale normalement vers l'intérieur du milieu). Par contre, pour $\tau_0=100$, les flux ont fortement diminué. La courbe (c) est plus proche de (a) que de (b) et explique qu'en face arrière les réponses en température soient identiques, dans les deux cas d'épaisseur optique forte ou faible.

A titre de comparaison avec ces cas de simulation, nous avons représenté, sur la figure 8, l'évolution du flux radiatif pendant toute la durée de la simulation pour un verre type float, d'épaisseur optique équivalente faible ($< 0,1$). Le rôle très important des caractéristiques d'émissivité (ou réflectivité) des surfaces est ici flagrant. Dans le cas de parois noires, les phénomènes d'absorption et réémission affectent tout le milieu instantanément et d'une manière assez homogène. Dans le cas de parois réfléchissantes, sont privilégiés les seuls phénomènes liés au caractère de semi-transparence du volume de verre. Ils se traduisent par un "pic" de flux radiatif, qui s'atténue avec le temps, tout en progressant vers la face arrière.

fig. 7: REPARTITION SPATIALE du FLUX RADIATIF aux TEMPS $t^*=0.005$ et $t^*=0.02$

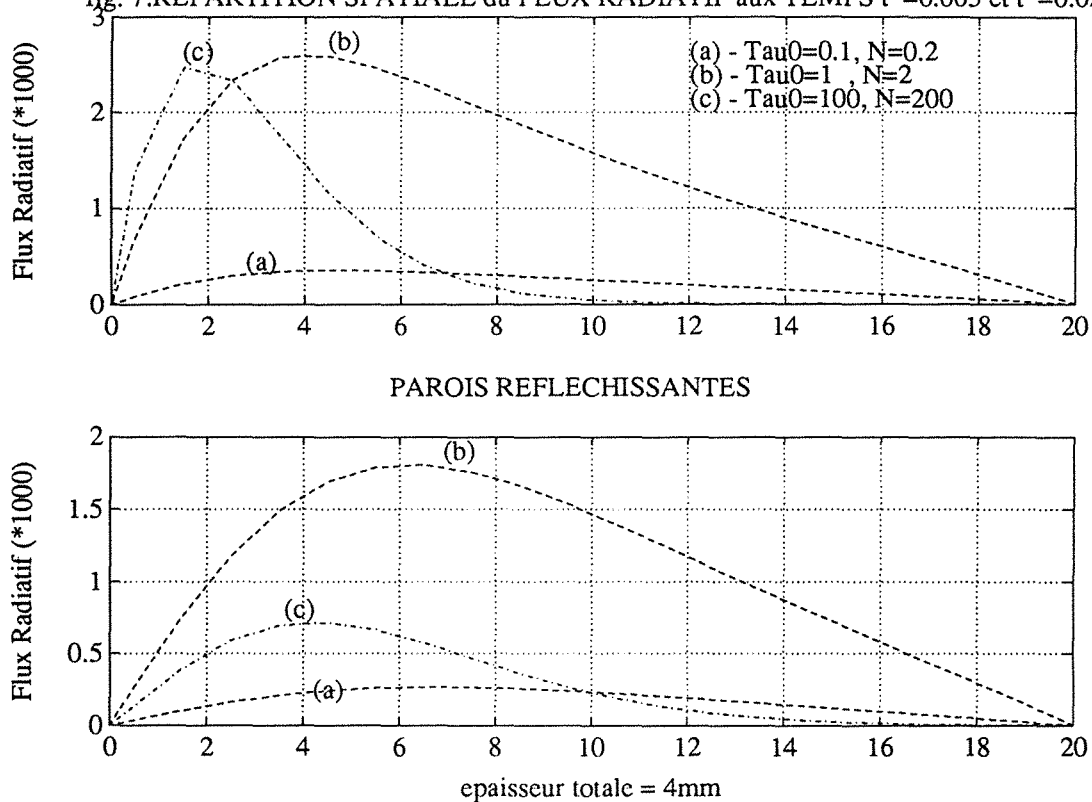
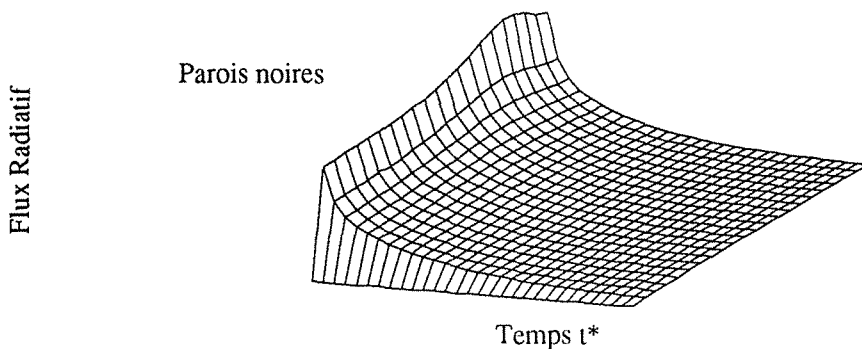
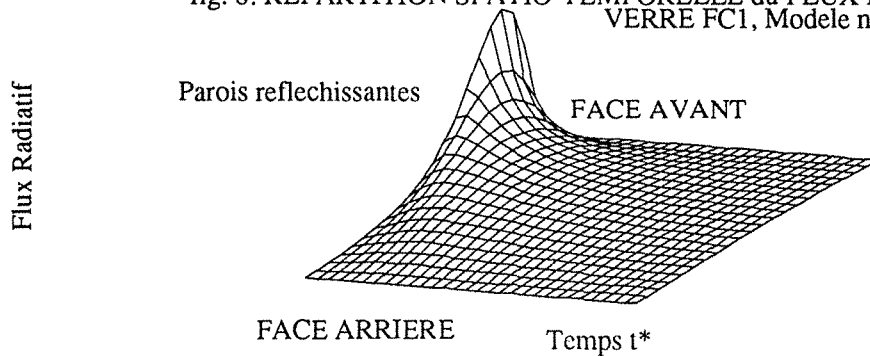


fig. 8: REPARTITION SPATIO-TEMPORELLE du FLUX RADIATIF
 VERRE FC1, Modele non-gris, $T=800K$



Une autre façon de présenter les résultats établis aux points a) et b) est de les traduire en terme de diffusivité thermique. On confirme alors les conclusions obtenues par ARAKI [2] pour une sollicitation de type échelon. La diffusivité apparente décroît continuellement des épaisseurs optiques faibles aux épaisseurs optiques fortes ($\tau_0 \geq 10$) pour des parois noires (fig.9). Dans le cas de parois réfléchissantes, elle croît, passe par un maximum puis décroît lentement: le maximum se situe dans son cas autour de $\tau_0 = 2$ (fig.10).

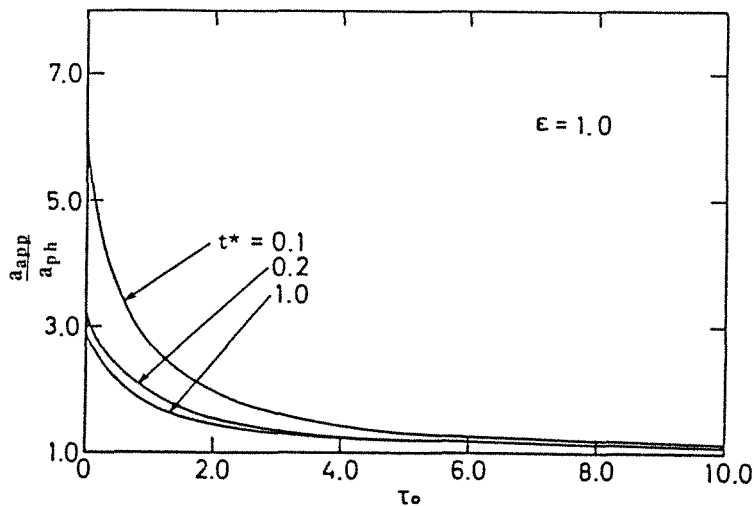
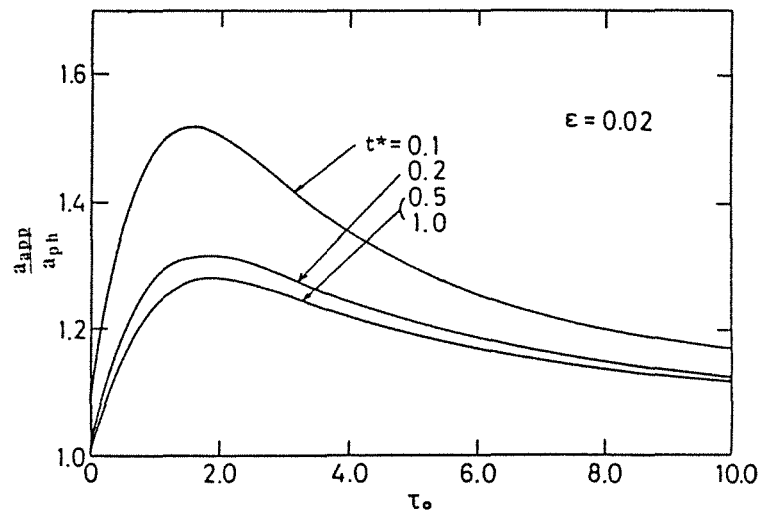


fig.9:
Parois noires

fig.10:
Parois réfléchissantes



7.12 Premières conclusions

Compte tenu des remarques effectuées jusqu'à présent en discutant sur les résultats obtenus expérimentalement et théoriquement, quelques conclusions peuvent déjà être formulées.

A épaisseur optique constante, il apparaît que des parois réfléchissantes réduisent considérablement l'influence du transfert d'origine radiative. Cela n'est pas nouveau et d'autres travaux expérimentaux menés en régime stationnaire [3,4] ont mis en évidence les effets liés à l'influence des émissivités de surface pour leurs dispositifs métrologiques. Cette influence s'annule, même pour des milieux très transparents, ou très opaques.

Cependant et comme le rappelle le tableau 7.1, le fait de faire varier χ change également la valeur du paramètre N qui établit l'efficacité d'un mode de transfert par rapport à l'autre. Les remarques précédentes restent justes mais masquent le fait qu'en augmentant χ , le transfert conductif se trouvait simultanément "favorisé".

Si l'on est donc amené à penser qu'il peut être possible de rendre la part de transfert radiatif faible devant le conductif pur, il convient maintenant d'effectuer des simulations pour des caractéristiques optiques du M-S-T invariantes, et où seule l'épaisseur du milieu change. En identifiant une diffusivité à partir des thermogrammes simulés, on pourra vérifier dans quelle mesure la diffusivité obtenue est bien une grandeur intrinsèque au matériau.

| Paramètres physiques | | Paramètres adimensionnés | |
|---|---|--|---|
| Energie Q | ⊗ | Impulsion de température $\theta^* = (T^* - T_0^*) = 2N$ | ⊗ |
| Température de référence T_0 | ⊗ | | |
| épaisseur e | ⊗ | "Niveau thermique" $T_0^* = \frac{T_0}{Q/\rho C e}$ | ⊗ |
| Coefficient d'absorption χ | ↗ | Paramètre d'interaction conduction/rayonnement $N = \frac{\lambda \cdot \chi}{n^2 \cdot \sigma \cdot T_0^3}$ | ↗ |
| Emissivités des surfaces ϵ_i | ⊗ | Epaisseur optique $\tau_0 = \chi \cdot e$ | ↗ |
| Indice de réfraction n | | | |
| Paramètres thermophysiques $\lambda, \rho C$ | | | |

Tableau 7.1

7.2 Diffusivité phonique et diffusivité apparente

7.21 Influence de l'épaisseur sur les thermogrammes

Un grand nombre de simulations ont été effectuées afin de mieux comprendre l'influence des différents paramètres sur le transfert transitoire couplé. Nous supposons ici que l'on peut affecter à un verre un coefficient d'absorption équivalent (dont la détermination sera évoquée ultérieurement), et nous retenons les deux cas où $\chi=15\text{m}^{-1}$ ($N=0,5$) et $\chi=250\text{m}^{-1}$ ($N=8$). Différentes épaisseurs sont considérées et nous étudions systématiquement les deux conditions aux limites de parois noires et réfléchissantes. Le tableau ci-dessous rappelle quels sont les paramètres qui dans le programme, restent fixes et quels sont ceux qui varient.

| Paramètres physiques | | Paramètres adimensionnés | |
|---|------|--|------|
| Energie Q | STOP | Impulsion de température $\theta^* = (T^* - T_0^*) = 2N$ | STOP |
| Température de référence T_0 | STOP | | |
| épaisseur e | ↗ | "Niveau thermique" $T_0^* = \frac{T_0}{Q/\rho C e}$ | ↗ |
| Coefficient d'absorption χ | STOP | Paramètre d'interaction conduction/rayonnement $N = \frac{\lambda \cdot \chi}{n^2 \cdot \sigma \cdot T_0^3}$ | STOP |
| Emissivités des surfaces ϵ_i | STOP | Epaisseur optique $\tau_0 = \chi \cdot e$ | ↗ |
| Indice de réfraction n | | | |
| Paramètres thermophysiques $\lambda, \rho C$ | | | |

Tableau 7.2

a) - Dans le cas de parois noires et pour des faibles valeurs de N (fig.11), l'augmentation de l'épaisseur de l'échantillon accentue les effets de semi-transparence aux temps courts, et "accélère" le transfert de chaleur. Ceci

semble à première vue être en contradiction avec le résultat de la figure 5. Mais la variation de τ_0 de 0,015 à 0,12 (1mm à 8mm) et le fait que N reste constant, expliquent que l'on n'observe pas encore d'évolution dans le sens de la figure 5. Ce phénomène est lié à la forte transparence du milieu. Le seul moyen de faire alors interagir la matière avec le rayonnement est d'augmenter l'épaisseur. L'échange direct de surface à surface ne perdra pas vraiment en efficacité mais permettra alors que la "réaction" du milieu (inhomogénéité dans la répartition des flux) renforce les gradients thermiques et par suite favorise le transfert global de chaleur.

Rappelons qu'en raison de la représentation adimensionnelle de nos courbes, seuls les effets radiatifs sont visibles et nos conclusions ne s'entendent que par rapport au transfert radiatif seul. A titre d'exemple, nous donnons une représentation de la figure 11 en divisant les courbes par l'épaisseur, responsable de la normalisation de θ^* . A un facteur près ($Q/\rho C_p$), on obtient alors les évolutions de température réelle en fonction de t^* . On les représente dans un système de coordonnées semi-logarithmique (fig. 12), afin de pouvoir rendre compte des fortes variations de ces courbes. L'effet d'accentuation du pic de semi-transparence avec l'épaisseur est encore sensible: l'écart entre les deux maximums de chaque courbe se réduit avec une augmentation de l'épaisseur. On arrive même à ce que le pic soit supérieur au niveau atteint pour le régime permanent, et qui correspond à la température limite adiabatique (T_{lim}). Le thermogramme face arrière ressemblerait presque à un thermogramme de face avant sans ce passage obligé par des températures inférieures à T_{lim} . Pour le transfert couplé conduction/rayonnement, l'augmentation de l'épaisseur se traduit normalement par une baisse de T_{lim} . Le radiatif est très efficace pour transférer la chaleur dans ces conditions de parois noires et faibles coefficients d'absorption. Pour une épaisseur de 50 cm ($\tau_0=7.5$), on retrouve un thermogramme classique. On atteint alors la zone d'opacité pour notre échantillon. Si l'on avait pu simuler des cas à épaisseur supérieure, de sorte que $10 < \tau_0 < 100$, nous aurions pu vérifier alors qu'on retrouve un thermogramme correspondant à celui qu'aurait donné notre programme de simulation avec conductivité radiative de Rosseland.

On peut remarquer également (fig.11) que l'intensité du pic n'est pas directement proportionnelle à l'épaisseur. Le fait de changer l'épaisseur (et donc l'épaisseur optique), fait varier également T_0^* (Tableau 7.2) et explique bien sûr cette non-linéarité de l'intensité du pic en fonction de l'épaisseur. Mais l'écart n'est pas si grand (facteur 1,7 lorsque l'on

fig. 11: THERMOGRAMMES FACE ARRIERE

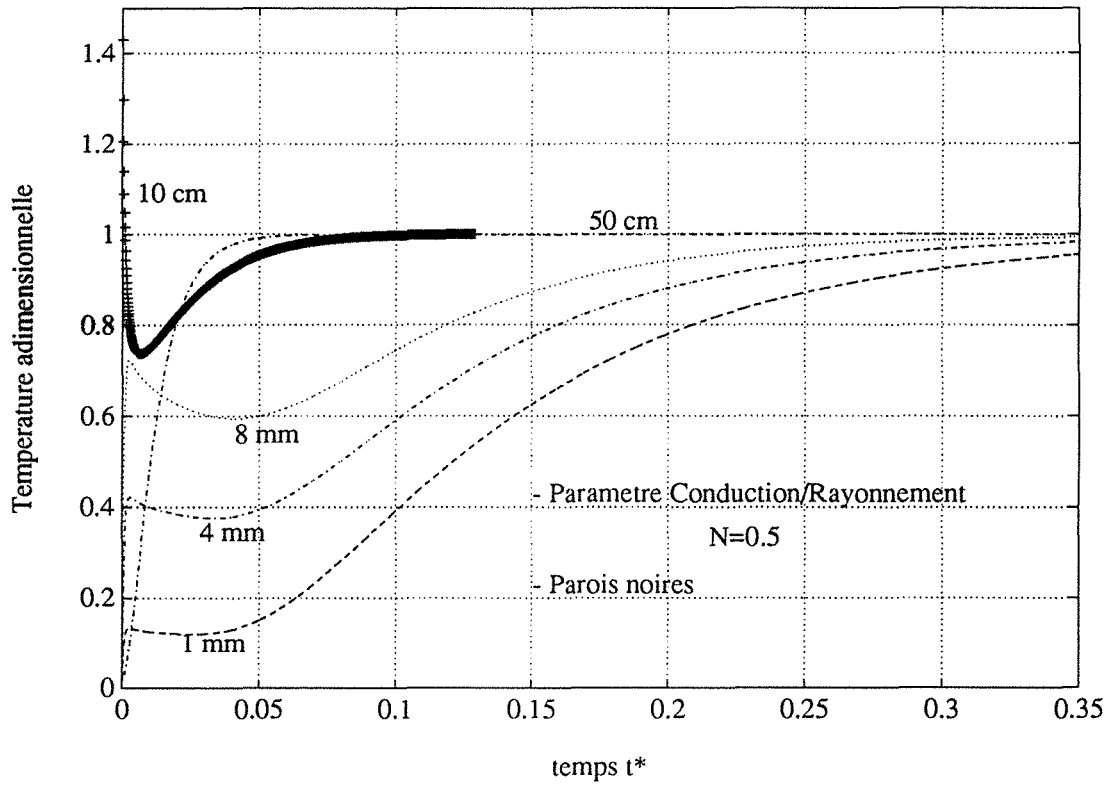


fig. 12: THERMOGRAMMES FACE ARRIERE

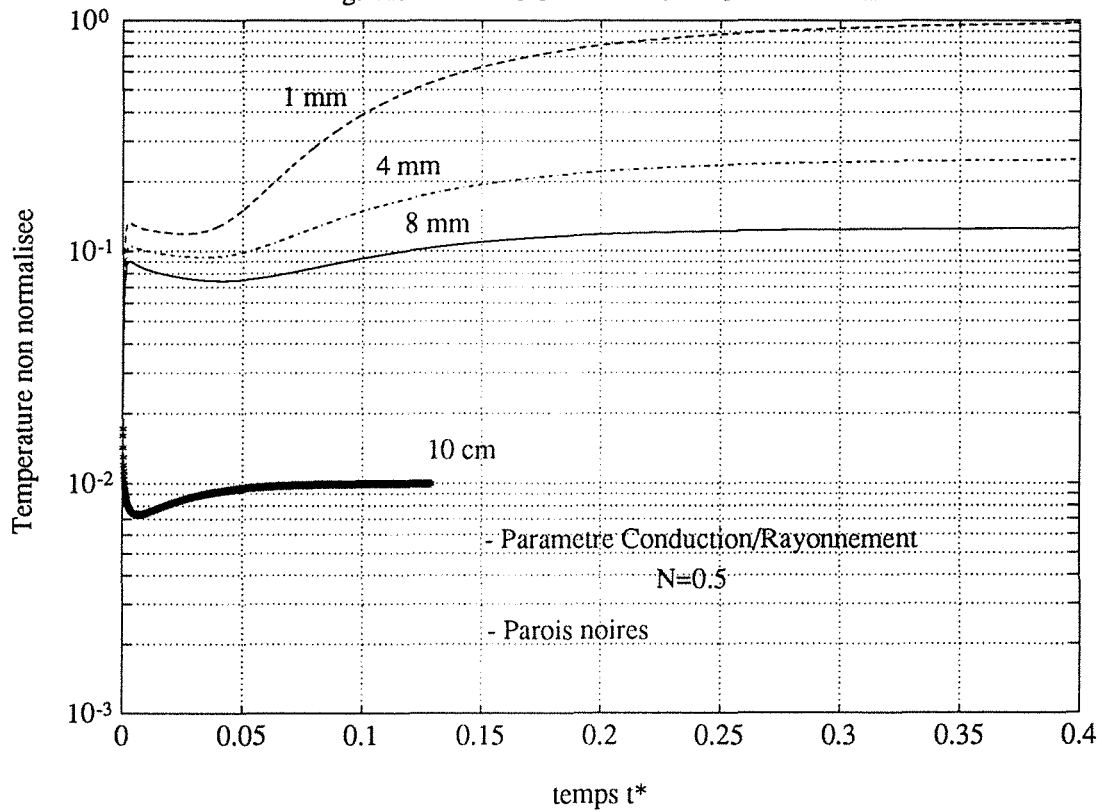


fig. 13: THERMOGRAMMES FACE ARRIERE

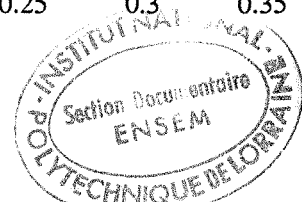
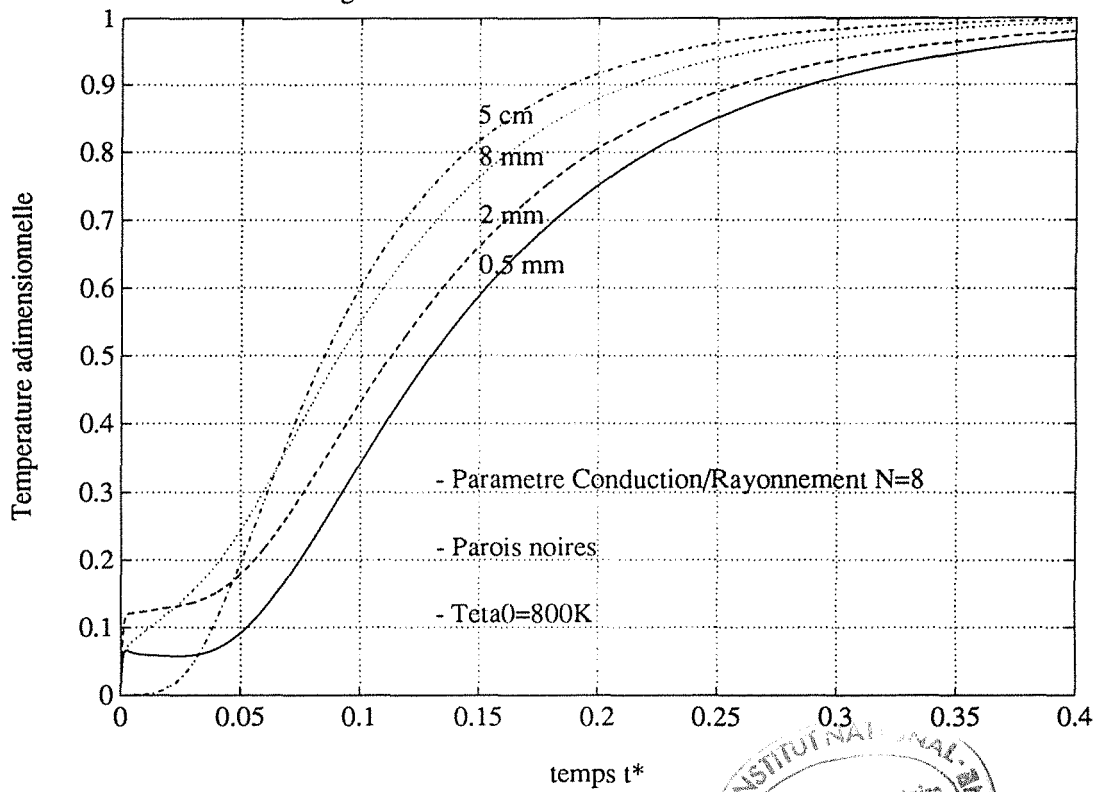
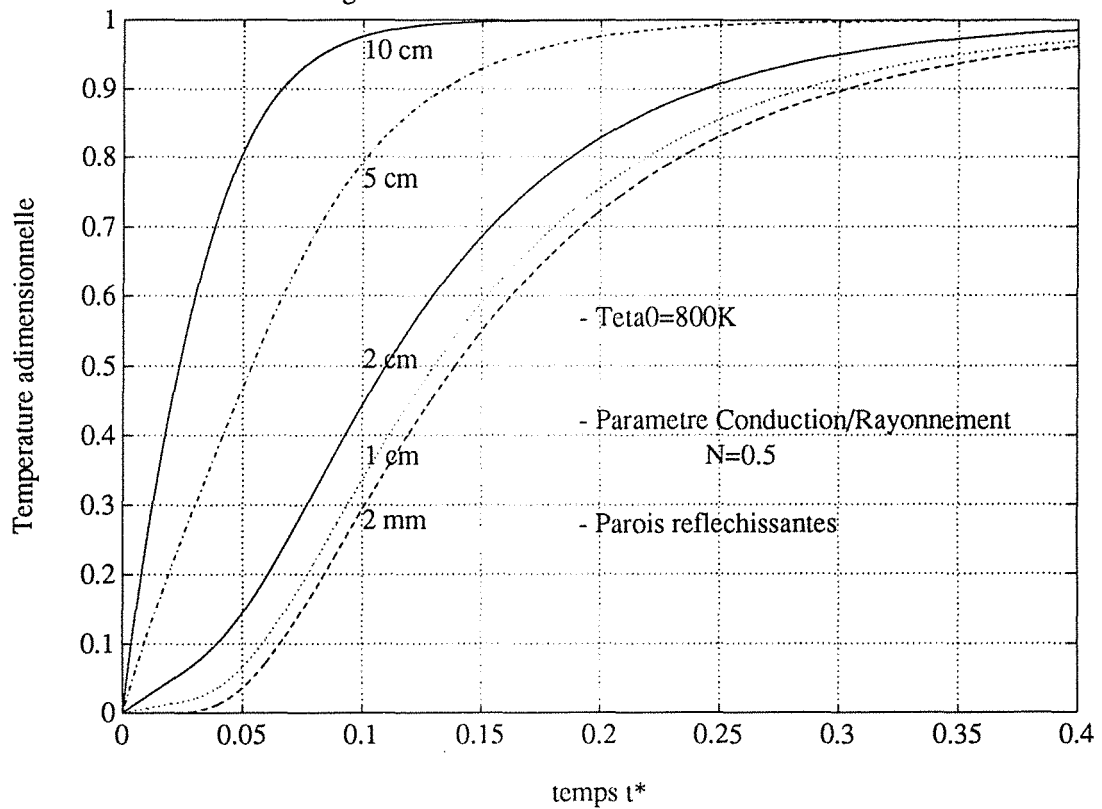


fig. 14: THERMOGRAMMES FACE ARRIERE



passé de l'épaisseur 4mm à 8mm) et tend à montrer que l'influence de T_0^* sur le transfert n'est pas décisive. Ceci peut être pressenti d'après les thermogrammes expérimentaux de la figure 4, où, bien qu'il s'agisse d'un échantillon d'épaisseur constante égale à 3,6mm, le fait de changer T_0 d'un facteur 2,5 ne change l'intensité du pic que d'un facteur 1,5.

- Pour les grandes valeurs de N ($N=8$), les effets d'émission dus aux parois noires sont moins sensibles. Seul un effet de "saut" de température de la face arrière traduit l'effet couplé des conditions aux limites et d'un milieu d'épaisseur optique intermédiaire. Des épaisseurs moins fortes que précédemment sont nécessaires pour se retrouver dans des situations de milieu optiquement épais pour lesquels la réponse thermique est tout à fait semblable à celle qu'on obtiendrait sur un corps opaque (A l'épaisseur 5 cm correspond une épaisseur optique de 12,5). Notons également que les réponses thermiques, obtenues dans les deux cas $N=0,5$ et $N=8$, sont identiques pour une épaisseur inférieure à 1mm, bien que les coefficients varient d'un rapport 1 à 16 (figs. 11 et 13); Comme si l'importance relative d'un mode de transfert par rapport à l'autre était sans effet ici.

b) - Dans le cas de parois réfléchissantes (figs. 14-15), aucun saut de température n'est observé aux temps courts. On considérera maintenant comme acquis, qu'à des conditions de parfaite réflectivité des parois correspondent toujours des thermogrammes d'allure "classique". La température face arrière n'augmente que par des effets de conduction liés aux points voisins. Les différences d'épaisseur et de coefficient d'absorption conduisent à différentes évolutions de température aux temps courts. On peut remarquer notamment des montées linéaires qui interviennent pour des épaisseurs optiques de l'ordre de 1 et qui ont également été mises en évidence expérimentalement

Pour ne pas alourdir un texte déjà dense en commentaires, nous ne détaillerons pas ces courbes plus avant; tout comme la figure 16, donnée ici à titre indicatif, et qui représente les champs de température au temps $t^*=0,05$ pour une épaisseur de 8mm. Par l'analyse de cette courbe, le lecteur pourra aisément traduire l'effet des parois et du coefficient d'absorption sur les champs de température, à partir des caractéristiques du transfert couplé, largement détaillées jusqu'à présent.

fig. 15: THERMOGRAMMES FACE ARRIERE

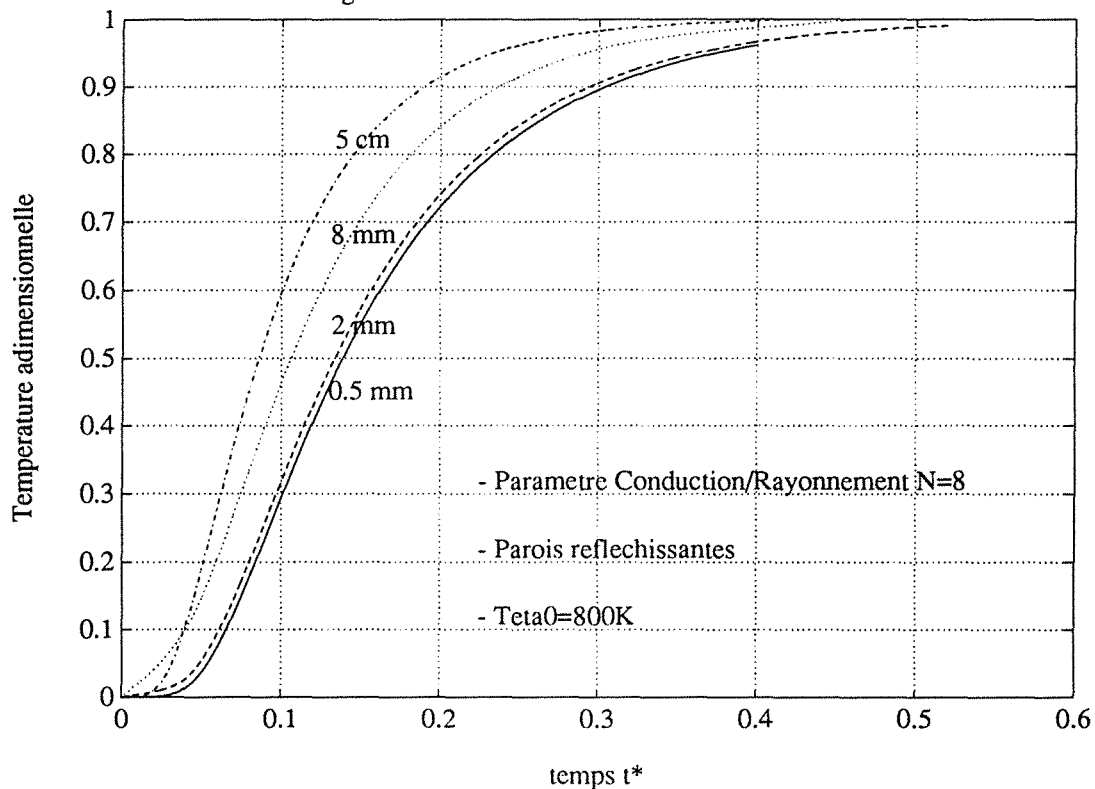
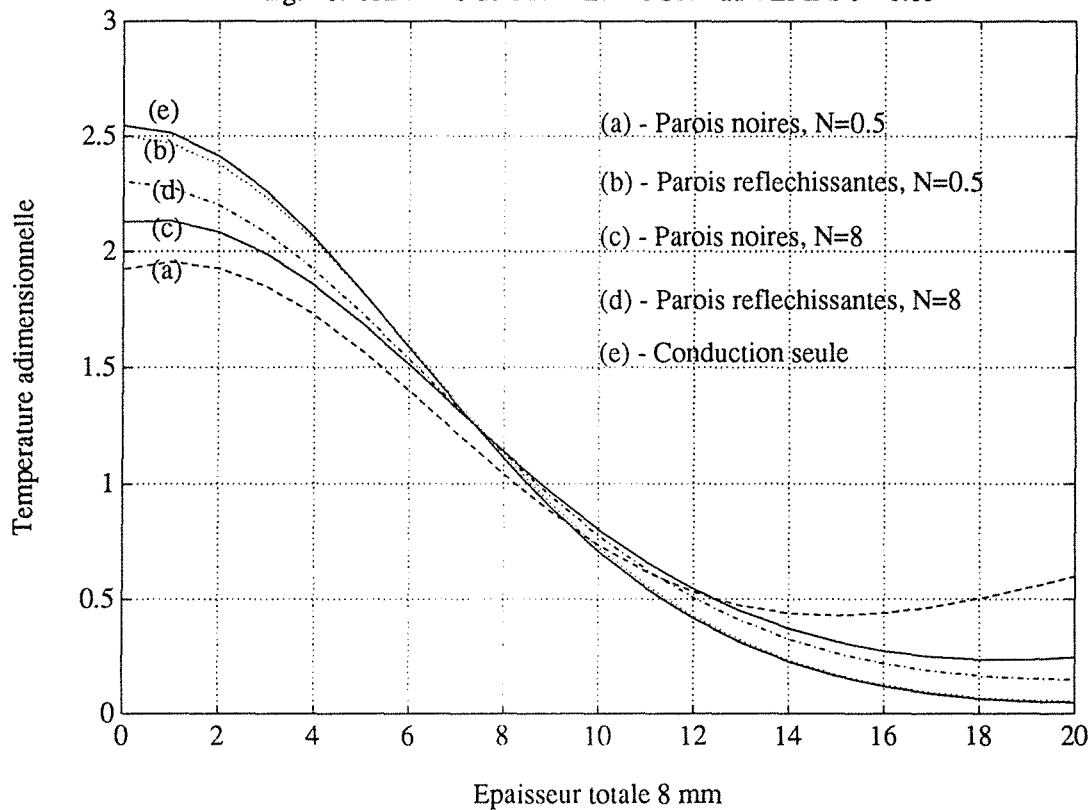


fig. 16: CHAMPS de TEMPERATURE au TEMPS $t^*=0.05$



7.2.2 Problèmes d'identification

Les thermogrammes expérimentaux et théoriques présentés précédemment, mettent en évidence les difficultés liées à la définition d'"une" diffusivité et à ce qu'elle représente. La difficulté majeure est ici de savoir comment identifier une valeur de diffusivité thermique à partir des thermogrammes expérimentaux et théoriques. Les techniques d'identification évoquées au chapitre 5 ne sont applicables aux thermogrammes face arrière que dans un cas bien précis: le transfert de chaleur résulte de la progression d'un flux par un mécanisme physique linéaire. Pratiquement, on considèrera que l'on peut identifier une diffusivité par la méthode des moments temporels partiels que sur les thermogrammes d'allure "classique": Elévation progressive de la température à partir du niveau de référence, qui s'infléchit ensuite vers la valeur maximale. Ce sera systématiquement le cas pour les thermogrammes obtenus pour les verres dans les conditions de parois réfléchissantes. Ce sera également le cas pour ceux obtenus dans le cas de parois noires avec des verres très absorbants (fig.2).

Pour les thermogrammes qui présentent une perturbation due aux effets de limites et de semi-transparence, nous ne disposons pas de technique d'identification. Le seule façon de remonter à une "indication" de diffusivité est d'utiliser un temps partiel dans une formule de type relation de PARKER: $a_{1/2} = 0,139 \frac{e^2}{t_{1/2}}$. Elle sera utilisée pour les thermogrammes expérimentaux ou les phénomènes perturbateurs aux premiers instants ne sont pas de taille à empêcher la détermination du point situé à $(t_{1/2}, \frac{T_{max}}{2})$ dans la partie ascendante du thermogramme.

Pour les thermogrammes théoriques, simulés dans des conditions d'échanges avec l'extérieur nuls, nous pouvons nous permettre de prendre un point plus éloigné de la perturbation radiative. On utilisera le temps correspondant à 5/6 de la température maximale dans la formule $a_{5/6} = 0,252 \frac{e^2}{t_{5/6}}$.

Dans le prochain chapitre, nous verrons qu'il n'est pas sans intérêt de connaître, même approximativement, les diffusivités apparentes correspondant à des réponses impulsionnelles dans le cas de surfaces noires.

7.2.3 Influence de l'épaisseur sur la diffusivité identifiée

A partir des thermogrammes simulés numériquement, nous identifions une diffusivité comme indiqué précédemment. Compte tenu de l'écriture du problème théorique sous forme adimensionnelle, la relation précédente s'écrira en fait $a^* = \frac{0,252}{t^{*5/6}} \cdot 1$ (1 représente ici l'épaisseur adimensionnelle).

D'autre part, $a^* = \frac{\lambda^*}{\rho C^*} = \frac{\lambda_{app}/\lambda_{ph}}{1} = \frac{\lambda_{app}}{\lambda_{ph}}$. Dans nos cas de simulation, $\rho C^* = 1$ et la

valeur de λ_{ph} est toujours maintenue constante et égale à 1.

Dans ces conditions, la valeur identifiée représentera directement la valeur d'une conductivité apparente due uniquement à l'effet du transfert radiatif. Cela nous permettra une comparaison immédiate avec des modèles de conductivité radiative basés sur deux approches différentes du transfert radiatif: l'une reposant sur l'hypothèse du milieu optiquement épais (Modèle de Poltz et Jugel), l'autre établie en supposant l'équilibre radiatif. Les expressions correspondantes de conductivité radiative sont détaillées en annexe 6.

Les figures 17 et 18 montrent l'influence de l'épaisseur sur l'efficacité du transfert de chaleur pour deux valeurs du paramètre d'interaction N. Les courbes continues sont issues des deux modèles évoqués précédemment et pour les deux cas de parois noires et réfléchissantes. Elles sont encadrées par les valeurs limites de conductivité - indépendante de l'épaisseur - que sont:

- .pour la borne supérieure, la conductivité donnée par le modèle de ROSSELAND;
- .pour la borne inférieure, la conductivité phonique (=1) ou encore celle obtenue dans le cas de l'équilibre radiatif et pour des parois réfléchissantes.

Nos résultats sont reportés sur les mêmes figures. Précisons encore une fois que tous ces résultats sont obtenus dans le cas d'un modèle gris.

La première observation consistera à relever que notre modèle, pourtant moins restrictif dans ses hypothèses, donne exactement les mêmes tendances d'évolution de la conductivité en fonction de l'épaisseur. Pour les fortes épaisseurs cependant, l'accord est moins bon. La raison en est, outre les problèmes d'identification déjà discutés, qu'on doit alors discrétiser le milieu avec un nombre plus important de tranches. L'effet cumulatif des résidus de calcul rend alors nos résultats moins précis. Quand le milieu est fortement opaque (grandes épaisseurs), les valeurs identifiées dépassent la conductivité limite de ROSSELAND. Cette remarque pourrait nous permettre d'optimiser le

programme en réglant la valeur limite à partir de laquelle on empêche le calcul des flux radiatifs (On rappelle que le calcul du terme source est évité pour des flux réduits inférieurs à 10^{-8}).

La conclusion principale, tirée de l'analyse de ces courbes, est que la méthode flash autorise l'accès direct à la valeur de la diffusivité phonique:

. Soit directement, si l'épaisseur de l'échantillon et les conditions aux limites sont choisies de manière appropriée. On peut remarquer que des parois réfléchissantes permettent de "différer" l'influence de l'épaisseur sur la conductivité apparente mesurée.

. Soit en corrigeant la valeur de conductivité mesurée à l'aide du modèle de POLTZ/JUGEL qui semble performant*. Etant par ailleurs très facile à mettre en oeuvre, on pourrait imaginer la construction d'abaques permettant de tracer ces courbes pour toute une série de valeurs de coefficients moyens d'absorption. Il serait alors possible - pour autant que l'on sache affecter à un verre un coefficient moyen d'absorption - de déterminer l'épaisseur maximum que doit avoir un échantillon pour qu'une expérience flash puisse permettre de mesurer sa diffusivité phonique.

La figure 18 montre par exemple que si l'on veut identifier la conductivité phonique d'un verre dont le coefficient moyen d'absorption est d'environ 15 m^{-1} , il faut considérer une épaisseur ("critique") d'échantillon inférieure à 1cm. Pour être plus général, nous pouvons retenir le critère suivant:

"A un échantillon d'épaisseur optique équivalente inférieure ou égale à 0,1 et testé par méthode flash, correspondra, si ses surfaces sont très réfléchissantes, la mesure de sa diffusivité phonique".

Il est également possible, en se plaçant dans les conditions de transfert couplé effectif, ou la part de transfert de chaleur due au radiatif est maximale (préférentiellement parois noires et fortes épaisseurs) d'obtenir une conductivité apparente globale. En lui retranchant une conductivité calculée par le simple modèle de ROSSELAND, on doit retrouver également une valeur de diffusivité phonique.

* Notons que ce modèle a déjà été utilisé par HAYES et col. [4] pour la détermination expérimentale de la conductivité phonique de verres de chalcogénures entre 175K et 475K. Leurs résultats ont permis de retrouver que la conductivité thermique est proportionnelle à la chaleur spécifique comme le prédit la théorie de DEBYE.

fig. 17: Transfert de chaleur dans un M.S.T
Influence de l'épaisseur

$T=800\text{K}$, $N=8$, $\chi = 250 \text{ m}^{-1}$

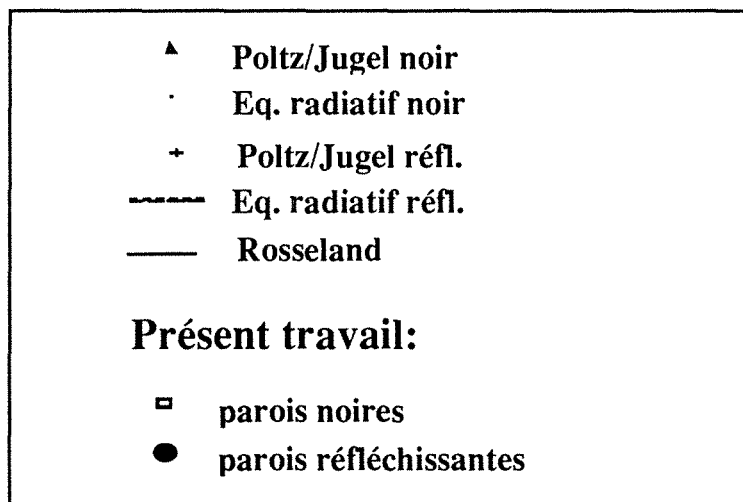
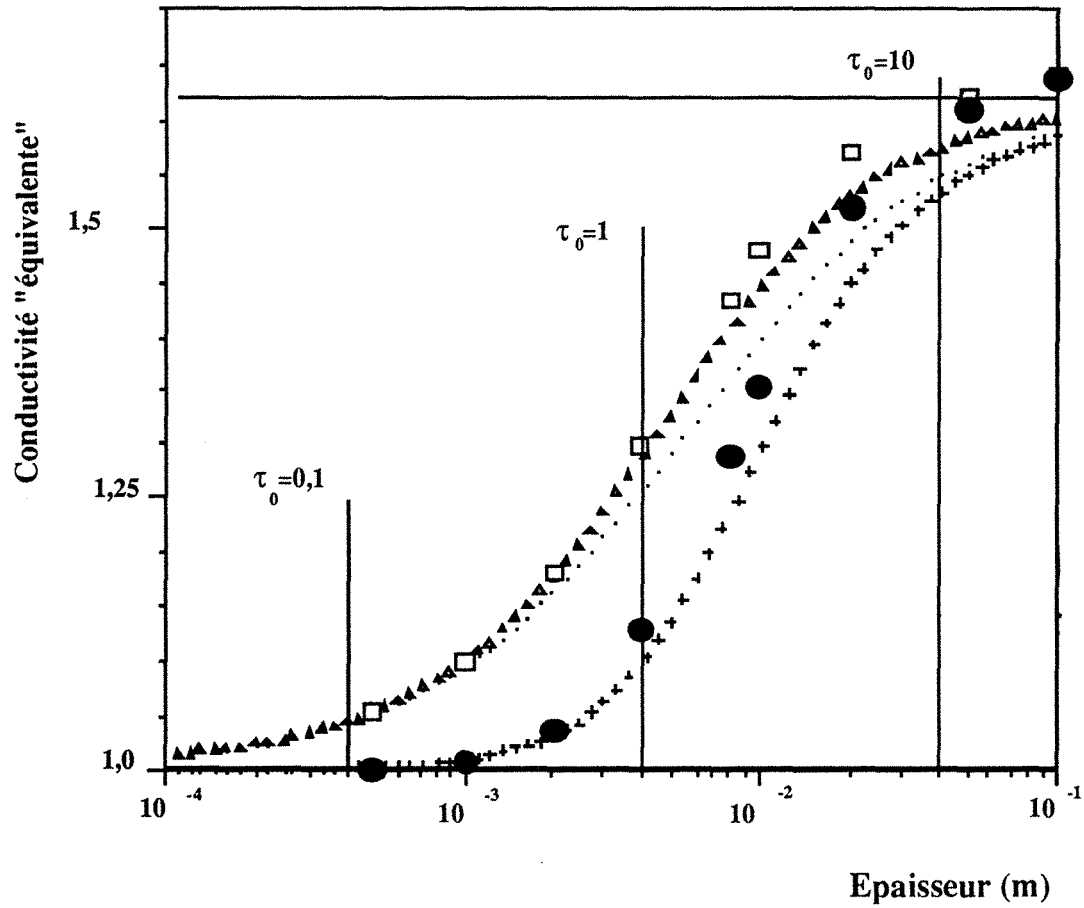
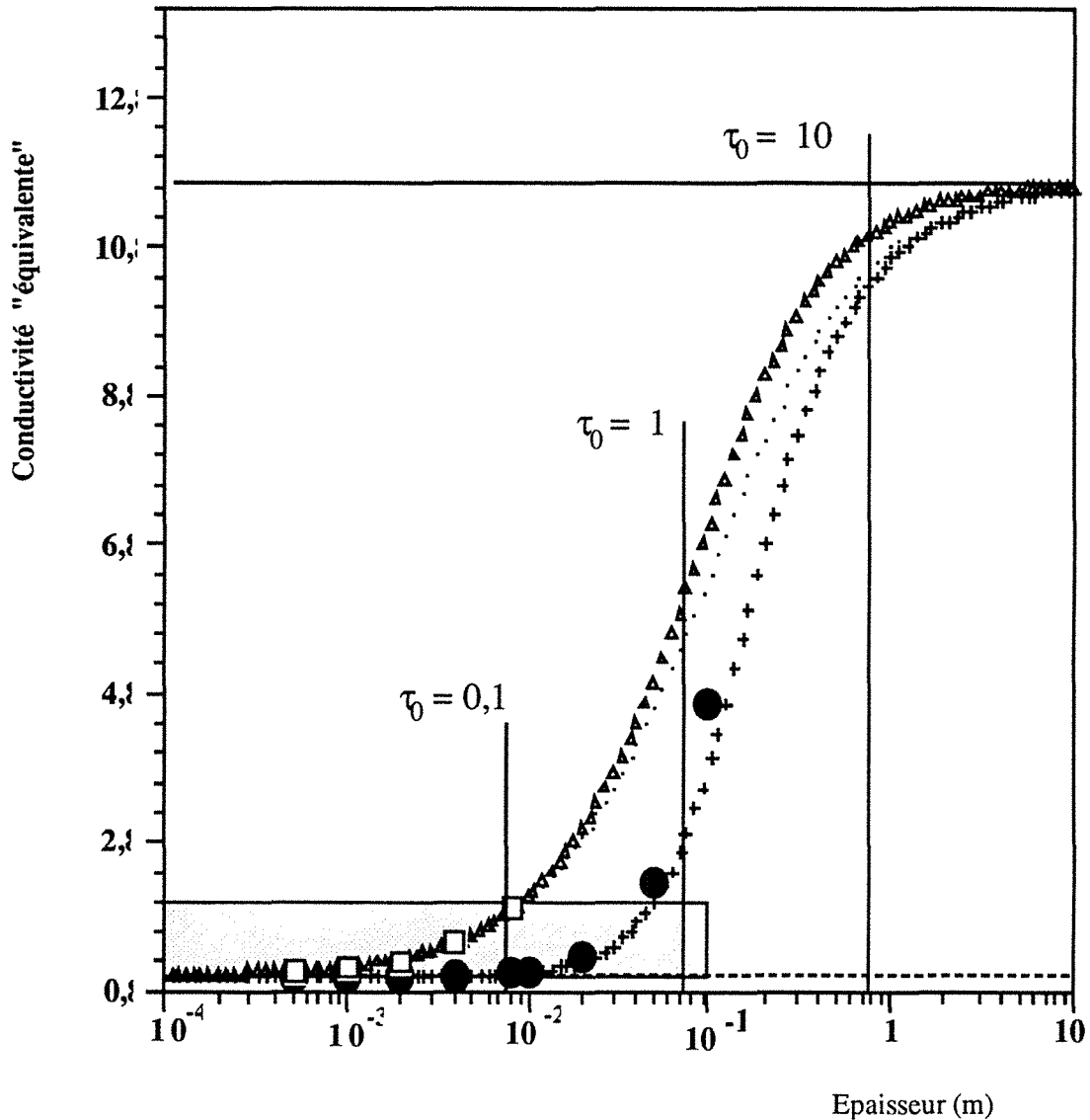


fig. 18: Transfert de chaleur dans un M.S.T
Influence de l'épaisseur

$T=800\text{K}$, $N=0,5$, $\chi = 15 \text{ m}^{-1}$



Le dernier point de commentaire concerne l'amplitude de variation entre la valeur de conductivité phonique et la valeur de conductivité apparente. Plus le transfert radiatif est privilégié (N faible), plus cet écart est important. On peut s'en rendre compte sur la figure 18, où le rectangle grisé symbolise le cadre de la figure 17. On peut aussi remarquer que, plus le milieu est transparent (N faible), plus il sera facile de respecter le critère sur l'épaisseur d'échantillon. Mais attention, le moindre dépassement de cette épaisseur

conduirait l'expérimentateur à faire une erreur très importante en confondant **diffusivité** mesurée et diffusivité phonique.

N étant inversement proportionnel à la température de référence élevée au cube, il est inutile de donner par ailleurs, une représentation de simulations à température inférieure. Elles confirmeraient bien sûr que l'écart $\lambda_{\text{phonique}}/\lambda_{\text{apparent}}$ se réduit lorsque le niveau de température diminue.

7.2.4 Résultats expérimentaux d'identification de diffusivité thermique

Nous présentons maintenant l'ensemble des mesures de diffusivité faites à différentes températures pour nos échantillons de verre float.

a) - Analyse des mesures à température ambiante.

Il est intéressant d'examiner les valeurs de diffusivité mesurée à ce niveau de température où les effets radiatifs sont négligeables.

Une première analyse sur les valeurs mesurées, et présentées ici (tableau 7.3) par ordre chronologique d'échantillon testé, toutes épaisseurs, natures des parois et variétés de verre confondues, montre un écart relatif de 9%.

**Valeurs de diffusivité mesurée à température ambiante
(environ 20°C)**

| Verre | Epaisseur (mm) | Conditions sur les parois | Diffusivité mesurée a_{ph} (mm ² /s) Moyenne sur Nr mesures | Nr |
|--|----------------|---------------------------|---|----|
| FC4 | 4 | or | 0,515 | 2 |
| FC1 | 2 | or | 0,478 | 3 |
| FC1 | 8 | or + polies | 0,491 | 5 |
| Problèmes liés à l'état de propreté de la cloche | | | | |
| FC6 | 2 | or | 0,522 | 3 |
| FC5 | 2 | or | 0,497 | 4 |
| FC3 | 2 | or | 0,517 | 17 |
| FC6 | 8 | or | 0,504 | 7 |
| FC6 | 8 | noires | 0,513 | 8 |

Tableau 7.3

Cette valeur est relativement faible compte tenu du fait qu'elle intègre à la fois les problèmes liés au transfert couplé, qui existe même s'il est faible, mais également les problèmes expérimentaux rencontrés. On pense en effet que les valeurs reportées en 2ème et 3ème ligne sont minimisées du fait de l'état de saleté de la cloche en quartz, problème évoqué au chapitre 5. En faisant abstraction de ces deux valeurs, l'écart entre valeurs extrêmes se réduit

pratiquement de moitié (< 5%) - la cloche étant nettoyée régulièrement par la suite. Par rapport à la justesse de nos mesures , on peut déjà conclure à l'absence d'effets radiatifs à l'ambiante dans la mesure par flash des verres float.

Notons également que la diffusivité identifiée sur deux échantillons différents d'un même verre (FC4 et FC3), conduit à la même valeur de diffusivité.

Si l'on compare ces valeurs par type de verre avec celles obtenues par la méthode du fil chaud [5] , on remarque (tableau 7.4) que nos mesures sont globalement plus faibles, ce qui tendrait à prouver que la méthode flash peut réduire encore les effets radiatifs même à ces niveaux de température. Il est intéressant de noter par ailleurs que les deux techniques donnent une sensibilité identique de la diffusivité suivant le verre étudié. C'est pour le verre à teneur en Fe₂O₃ intermédiaire (FC3) que la conductivité est la plus élevée à température ambiante. Le verre le plus clair (FC1) pour une faible épaisseur et des parois réfléchissantes, donne la conductivité la plus faible, ce qui est en accord avec nos conclusions théoriques. Cela est toutefois moins évident à comprendre dans le cas du fil chaud.

**Comparaison "fil chaud"/"flash"
sur les conductivités mesurées à température ambiante**

| type de verre | Diffusivité flash (mm ² /s) (Nr mesures) | Nr | Conductivité flash (W/m.K) | Conductivité fil chaud (W/m.K) |
|---------------|---|----|----------------------------------|--------------------------------------|
| FC1 | 0,491 | 5 | 0,983 | 1,12 |
| FC3 | 0,517 | 17 | 1,035 | 1,17 |
| FC5 | 0,497 | 4 | 0,995 | 1,13 |
| FC6 | 0,509 | 10 | 1,018 | 1,13 |

Tableau 7.4

b) - Evolution de la diffusivité avec la température

Dans tous les cas de figure, les courbes décrivant l'évolution de la diffusivité avec la température sont concaves, avec un minimum de la valeur de diffusivité thermique atteint autour de 220°C. Suivant la nature des propriétés radiatives aux frontières, nous allons voir comment se modifient ces courbes en relation avec le niveau de température auquel est effectuée la mesure.

Influence des conditions aux limites

Les figures 19 et 20 donnent l'évolution de la diffusivité en fonction des conditions aux parois (noires ou réfléchissantes) sur la plage 25°C - 525°C. Les résultats de conductivité thermique mesurée par fil chaud à St GOBAIN Recherche sur les mêmes verres (échantillons du même lot) sont également reportés.

La première remarque concernant ces résultats est que les valeurs trouvées dans le cas de parois or sont toujours moindres que celles trouvées dans le cas de parois noires. L'écart est d'autant plus fort que le verre est plus transparent et mince. Pour le verre FC1 (fig. 20), une différence existe même à température ambiante. Par contre, la diffusivité mesurée à 20°C lorsque le verre est optiquement plus épais (fig. 19) n'est plus affectée par la nature des parois: noires ou réfléchissantes.

Avec des parois réfléchissantes, on observe une courbe sensiblement symétrique par rapport au minimum de concavité. A 500°C, on retrouve des valeurs de diffusivité du même ordre de grandeur que celles obtenues à température ambiante. Dans le cas de parois noires, passé le minimum à 200°C, on constate une augmentation plus brutale de la valeur de diffusivité apparente, avec la température.

En ce qui concerne la comparaison méthode flash/fil chaud, il semble que les valeurs mesurées par la seconde technique soient systématiquement surestimées. Dans tous les cas, la méthode du "fil chaud" donne une valeur "apparente" de la conductivité, prenant en compte les effets conductif et radiatif. Pour une comparaison quantitative des deux techniques, il faudrait connaître la dépendance de cette conductivité apparente avec tous les paramètres du problème. Pour cela, il serait nécessaire de reprendre la modélisation complète de cette technique en analysant les transferts couplés dans le cas de la géométrie cylindrique pour un milieu semi-infini. Ce travail sort du cadre de cette thèse.

fig. 19: Diffusivité du verre float FC4 en fonction de la température par méthode flash (ref 7206, épaisseur=4mm, %Fe2O3=0.57)

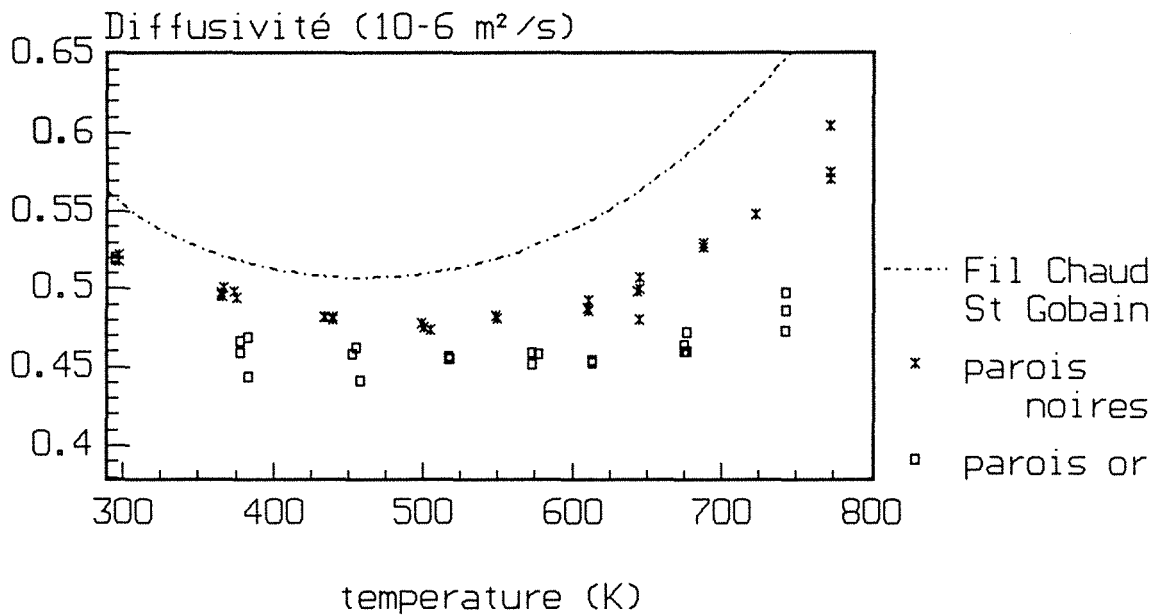
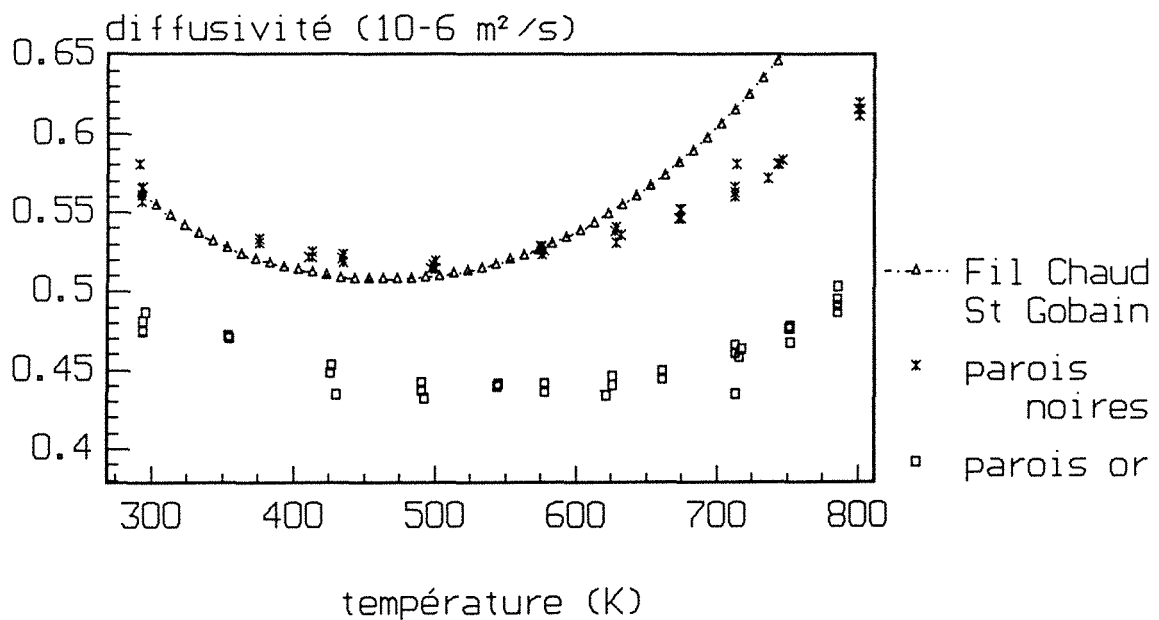


fig. 20: Diffusivité du verre float FC1 en fonction de la température par méthode flash (ref 7011, épaisseur=2mm, %Fe2O3=0.09)



La figure 21 montre que si les surfaces de l'échantillon ont été préalablement polies, les effets radiatifs à haute température sont encore diminués. L'analyse de nos résultats de simulation numérique pour des émissivités de 0, 0.05 et 0.1 (fig. 22) nous font penser qu'il s'agit là de la manifestation du caractère diffus ou spéculaire de la réflexion au niveau des interfaces. Notre programme de simulation n'intégrant pas les conditions aux limites de réflexion spéculaire, il ne nous a pas été permis de le vérifier théoriquement.

Pour terminer sur la question de l'influence des parois, nous montrons (fig. 23) qu'elle devient pratiquement nulle lorsque le matériau est optiquement épais. Ce qui avait été remarqué à température ambiante pour un verre à teneur en Fe_2O_3 plus faible (fig. 19), est ici vérifié sur pratiquement toute la plage de température 20°C-520°C. Cela ne veut pas dire pour autant que dans les deux cas de parois noires ou réfléchissantes, on mesure la diffusivité phonique. On se situe en fait dans les parties hautes des courbes représentées figs. 17 et 18: suivant l'absorption moyenne de ce verre, une erreur est faite sur la mesure de conductivité apparente, qui pourrait être corrigée en chiffrant la conductivité de Rosseland.

La preuve en est (fig.24), que si l'on considère un verre plus clair (FC3) et moins épais, les deux courbes de diffusivité divergent fortement aux hautes températures (à partir de 350°C), signature évidente de l'intervention d'un transfert par rayonnement.

Influence de l'épaisseur

Nous n'avons pas mené d'étude expérimentale précise pour voir l'effet d'une variation de l'épaisseur sur les diffusivités mesurées. Les seuls résultats qui nous permettent de voir l'influence de ce facteur sont soit parcellaires ou ne correspondent pas vraiment à la même condition d'expérience.

La figure 21, déjà présentée pour montrer l'influence de l'état de surface du verre avant métallisation, a été obtenue pour une épaisseur de 2 mm (échantillon dépoli) et 4 mm (échantillon poli). Les conclusions sont délicates: A l'épaisseur la plus faible correspondent globalement les valeurs de diffusivité les plus fortes. C'est très certainement l'influence des conditions aux limites qui est ici mise en évidence.

fig.21: Mesures de diffusivité thermique sur le verre float FC1 Parois or

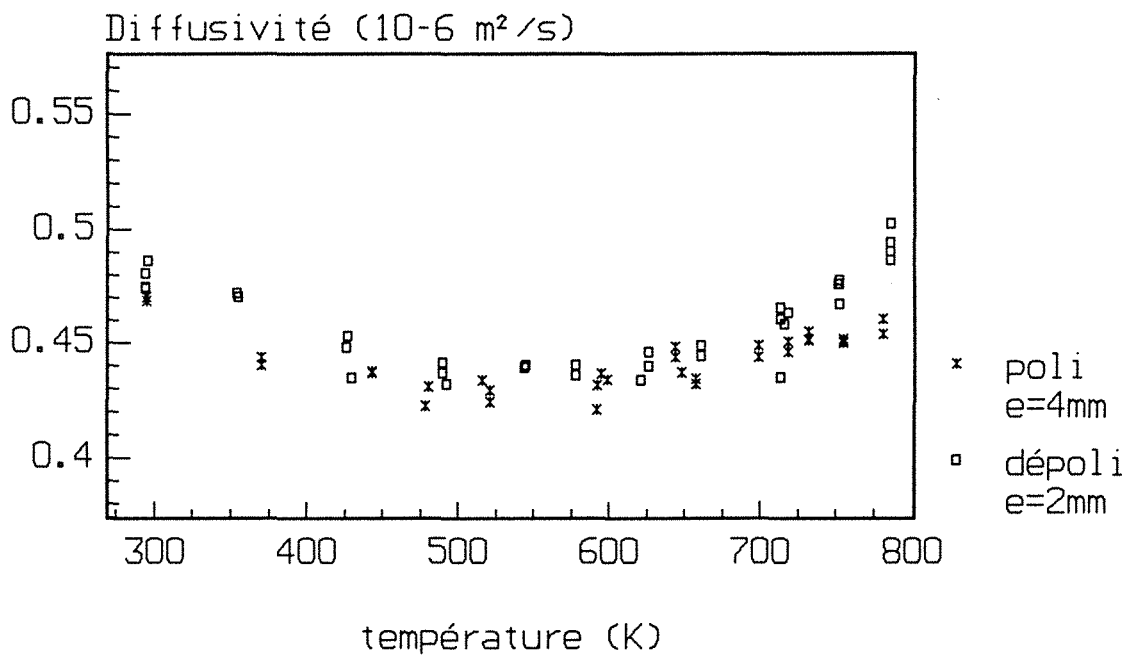


fig. 22: THERMOGRAMMES FACE ARRIERE: Verre FC1

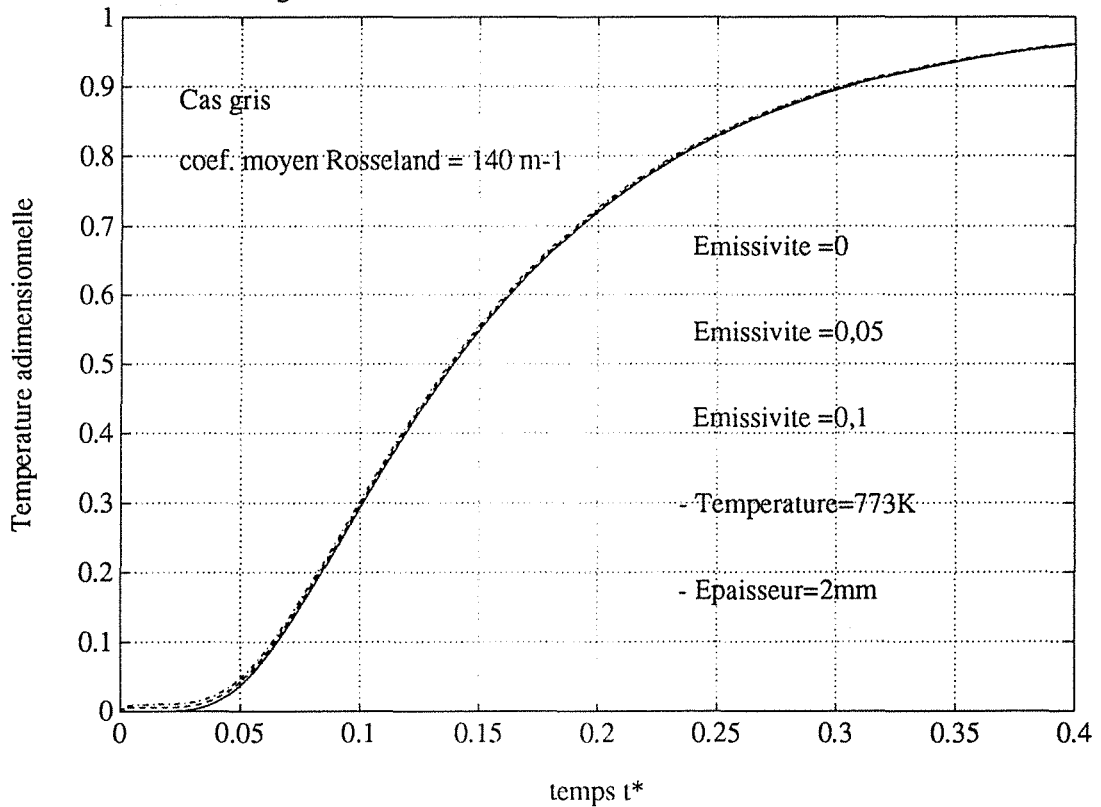


fig.23: Diffusivité du verre float FC6
 (ref 7458, ep = 8mm, %fe203 = 3.5)
 Influence des conditions aux limites
 diffusivité ($10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$)

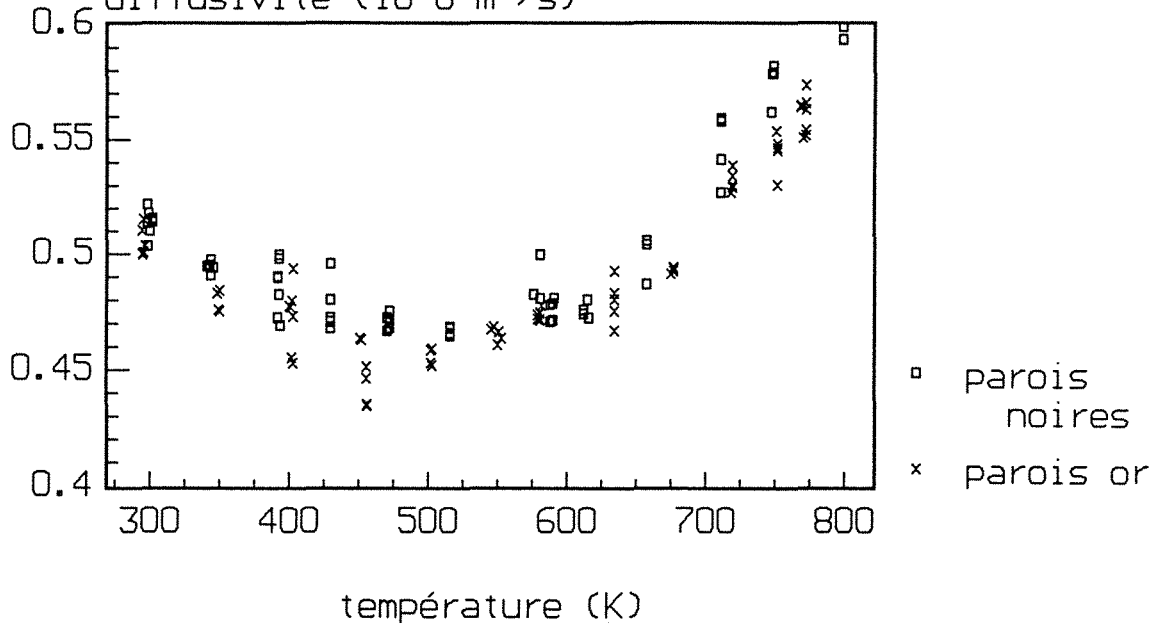
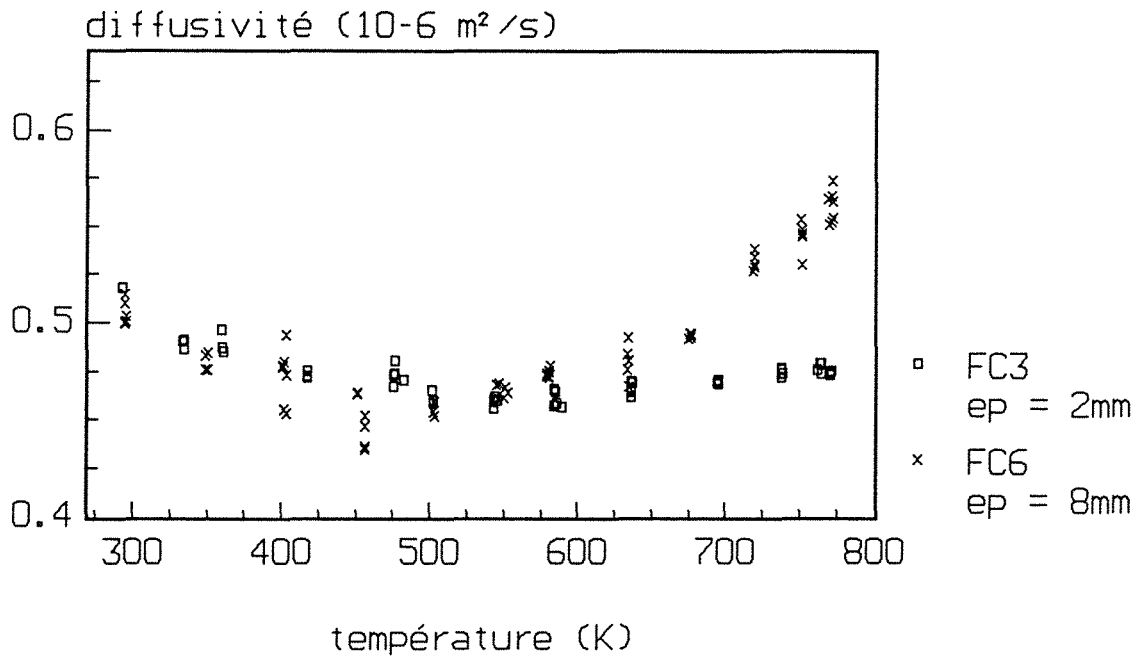


fig.24 : Mesures de diffusivité
 sur les verres float FC3 et FC6
 parois réfléchissantes



La figure 25 montre que pour l'échantillon le plus foncé (FC6), les valeurs de diffusivité obtenues ne rendent pas compte d'une variation d'épaisseur de 2 à 8 mm (du moins jusqu'à 330°C, puisque nous manquons de données pour l'échantillon de 2mm).

En analysant l'ensemble de nos résultats, il semble néanmoins que pour les verres étudiés, les variations de diffusivité, dues à des épaisseurs différentes soient masquées par la dispersion des mesures due à l'imprécision de la mesure de l'épaisseur et à des difficultés d'identification particulières.

Influence de la teneur en Fe_2O_3

La figure 26 présente les résultats obtenus pour chacun des 5 verres pour des épaisseurs d'échantillon de 2mm et des parois or.

Le faible écart entre les mesures, surtout pour les 4 verres à teneur en Fe_2O_3 supérieure à 0,56% montre qu'il doit leur correspondre une conductivité phonique sensiblement identique. Pour le verre nettement plus clair, on constate encore des valeurs légèrement plus faibles. Globalement (les valeurs se tiennent dans un intervalle de 10%), on peut conclure à l'absence d'effets de la "couleur" du verre, paramètre pour lequel la diffusivité globale (apparente) est sensible.

fig.25: Diffusivité du verre float FC6
(ref 7458, %fe203= 3.5)
parois réfléchissantes

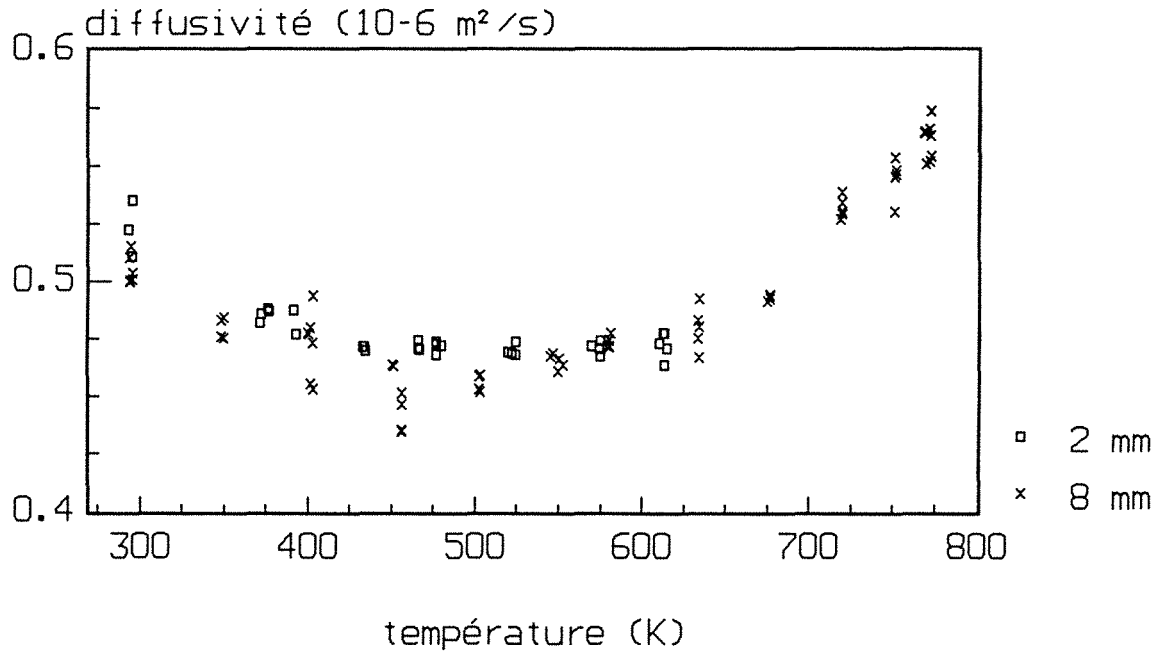
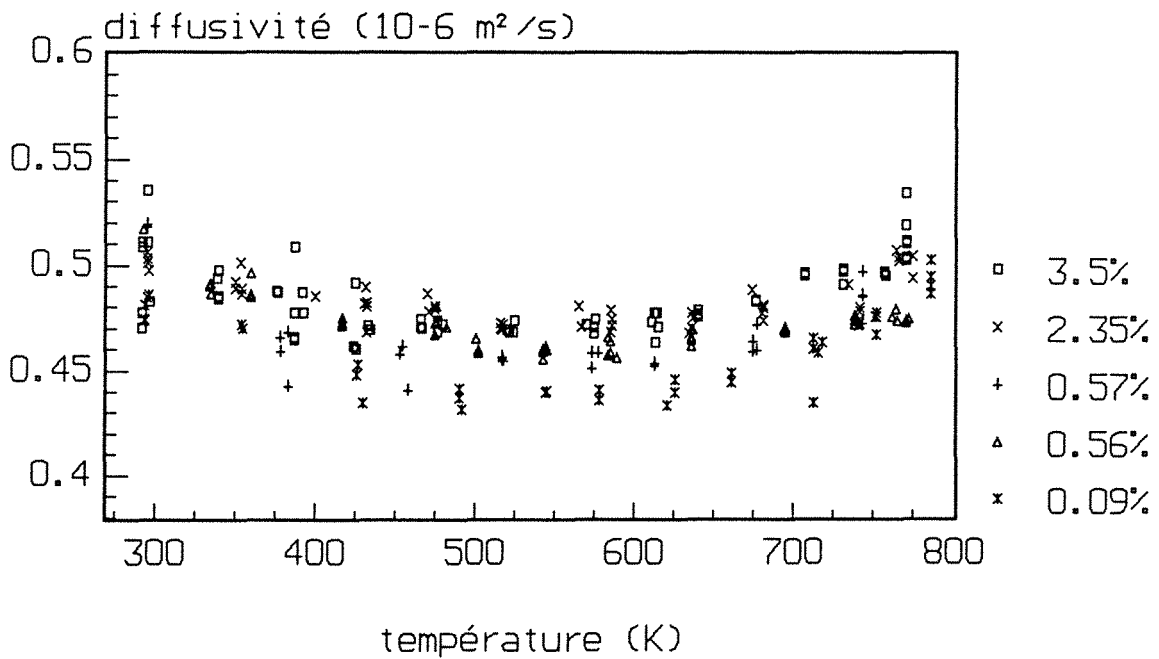


fig.26: Mesures de diffusivité thermique
Verres float à teneur en Fe203 variable
(Parois réfléchissantes, épaisseur=2mm)



7.2.5 Résultats expérimentaux de conductivité phonique

Pour analyser nos résultats en terme de conductivité, nous utiliserons la description de $C_p(T)$ donnée par SCHOLZE [6] (cf. chapitre 8) pour un verre similaire.

En convertissant les résultats bruts de diffusivité des figures 19 et 20 en conductivité thermique (figs. 27 et 28), les remarques faites précédemment se retrouvent:

- minimisation des valeurs lorsque les parois des échantillons sont réfléchissantes,
- analogie qualitative des résultats obtenus dans le cas de parois noires avec ceux obtenus dans le cas de mesures sur un milieu semi-infini par fil chaud. On observe dans les deux cas une évolution linéaire de la conductivité apparente jusque 600K (effets radiatifs faibles). Au-delà, les courbes s'infléchissent vers des valeurs plus fortes de conductivité, signature évidente d'une intervention plus puissante du transfert radiatif. Il est intéressant de noter que cette courbure est plus ou moins prononcée suivant la technique utilisée. Le fil chaud, qui s'applique sur des échantillons de gros volumes, permet au transfert par rayonnement de "s'exprimer" plus largement que la méthode flash, qui emploie des échantillons d'épaisseur limitée. On observe ainsi (fig. 27) une courbure sensiblement identique de λ_{app} pour le verre FC4 (épaisseur optique mise en jeu relativement grande dans les deux cas). Par contre, pour le verre le plus clair FC1, on peut remarquer (fig. 28) que la faible épaisseur optique de l'échantillon testé par flash (2 mm d'épaisseur) ne permet pas que le rayonnement intervienne dans une même proportion que par le fil chaud. A ce propos, on peut remarquer que dans ce cas précis, nos mesures parois noires s'accordent assez bien avec l'évolution de conductivité phonique recommandée par BLAZEK [7] !!!

Conductivité phonique

A partir de mesures de diffusivité, obtenues dans le cas de parois réfléchissantes et retenues sur la base des critères établis par notre étude pour garantir une participation négligeable du radiatif dans le transfert couplé de chaleur, nous avons calculé les valeurs de conductivité correspondantes (en utilisant les expressions de ρ et C_p données au chapitre 8). Par une régression linéaire opérée sur ces points expérimentaux, nous obtenons une nouvelle

fig.27: Conductivité du verre float FC4 en fonction de la température (ref 7206, épaisseur=4mm, %Fe2O3=0.57)

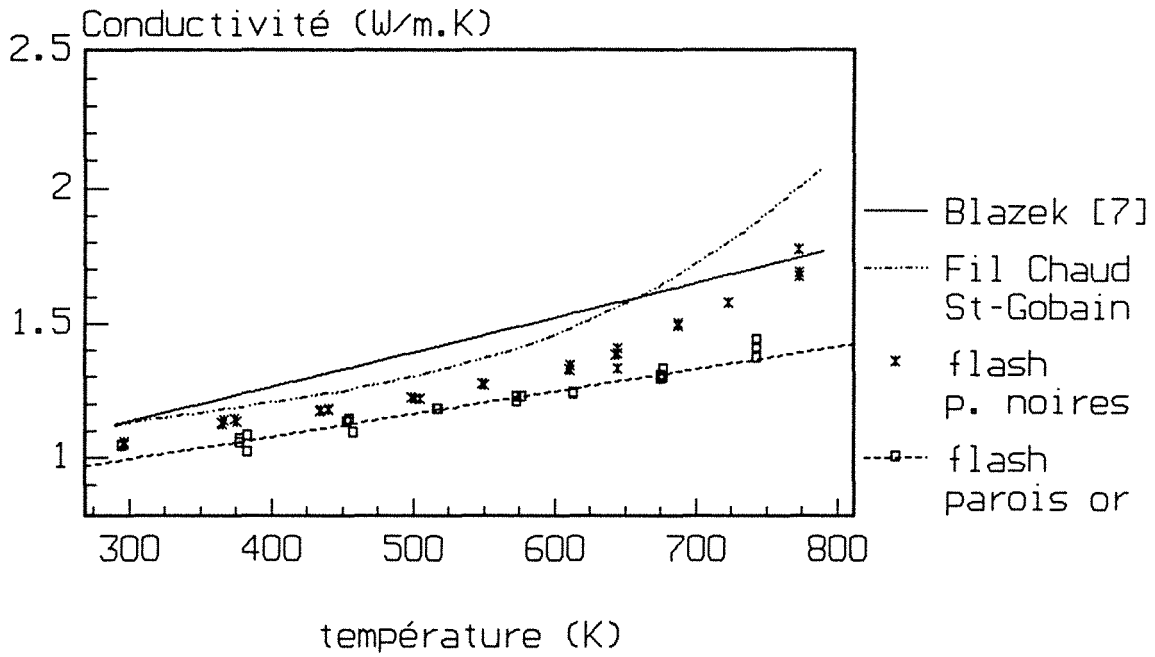
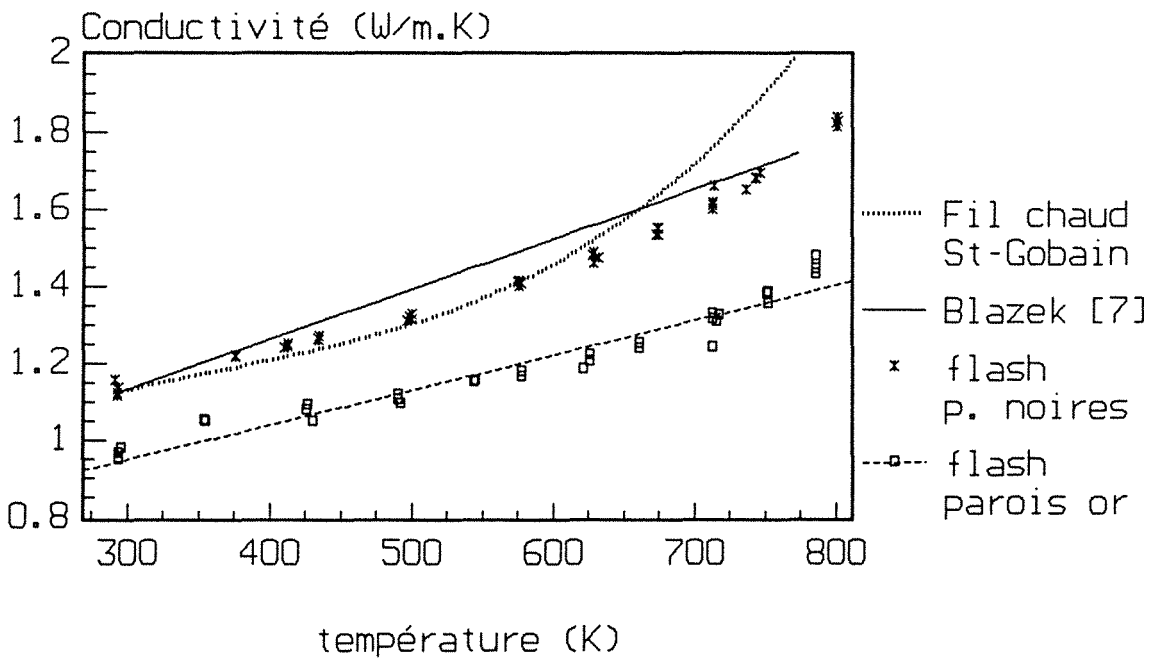


fig.28: Conductivité du verre float FC1 en fonction de la température (ref 7011, épaisseur=2mm, %Fe2O3=0.09)



relation donnant la conductivité phonique du verre float en fonction de la température:

| |
|---|
| $\lambda_{\text{ph}}(\text{Flash}) = 0,975 + 8,58 \cdot 10^{-4} T \quad (T \text{ en } ^\circ\text{C})$ |
| $(\text{W/m.K}) \quad \text{pour la gamme } 20^\circ\text{C}-530^\circ\text{C}$ |

Si l'on compare ce résultat avec les conductivités phoniques mesurées, sur du verre de silice par MEN et coll. [8] et sur du verre au borosilicate par KUNC [9], on remarquera (fig. 29), que si les droites obtenues ne se superposent pas du fait d'une différence de nature du verre (Chaleurs spécifiques différentes), leur dépendance linéaire vis-à-vis de la température est quasi-identique. Ceci est conforme aux modèles de conductivité phonique développés en physique du solide par l'approche microscopique et nous conforte dans l'idée que nous avons bien identifié la conductivité phonique des verres float.

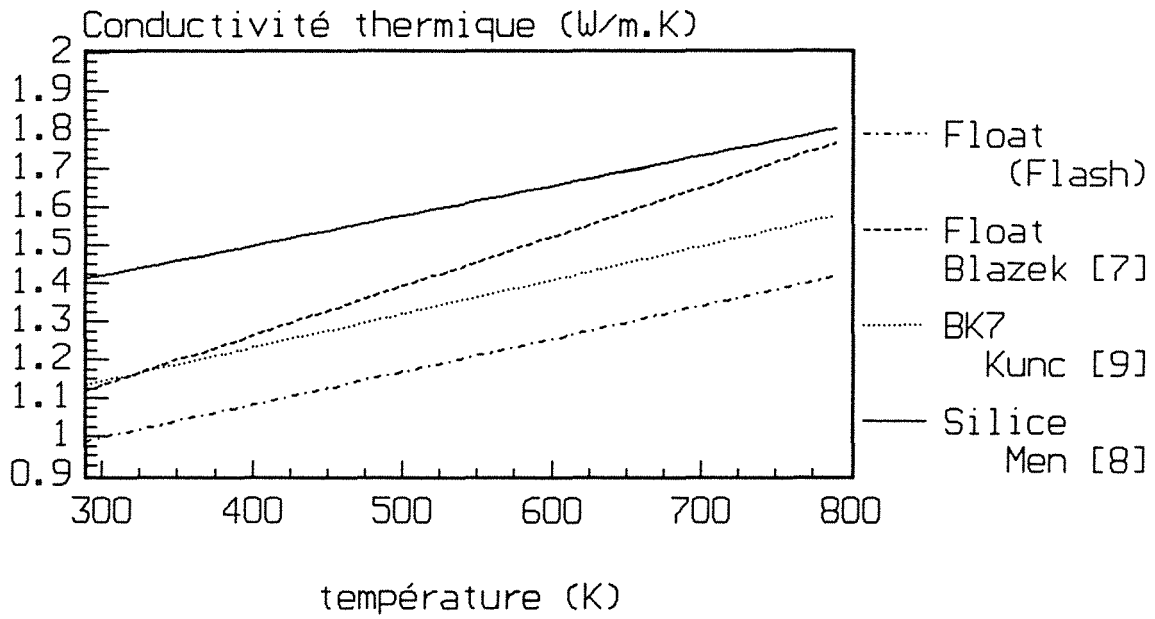
En ce qui concerne ces derniers, il existe peu d'expressions, dans la littérature, donnant la conductivité phonique en fonction de la température. Pour comparer nos résultats, nous avons utilisé la relation donnée par BLAZEK [7] et mesurée pour un verre silicosodocalcique à teneur pondérale en Fe_2O_3 de 8,85%. BLAZEK avait établi sa formule jusqu'à 1300°C en considérant que les effets radiatifs étaient toujours faibles. Nous ne l'appliquerons pour notre part que dans le domaine ($20^\circ\text{C}-500^\circ\text{C}$).

$$\lambda_{\text{ph}}(\text{BLAZEK}) = 1.1 + 1.29 \cdot 10^{-3} T \quad (T \text{ en } ^\circ\text{C})$$

(W/m.K)

L'accord n'est pas très bon en ce qui concerne l'ordonnée à l'origine (conductivité phonique à l'ambiante). Si cet écart peut s'expliquer par les différences, classiques en thermique, sur la justesse d'une mesure, effectuée sur deux dispositifs de principe différent, il est néanmoins évident que les pentes obtenues sont différentes. Ceci tend à montrer que les mesures de BLAZEK étaient vraisemblablement entachées d'une erreur d'origine radiative.

fig.29: Conductivité phonique de différents verres en fonction de la température



7.3 Milieu non gris

Le succès de la confrontation théorie/expérience semble garantir la validité de nos conclusions quant à la possibilité de mesurer une conductivité phonique par méthode flash. Il serait bon toutefois de vérifier que la prise en compte des dépendances spectrales du milieu ne bouleverse pas nos conclusions et apporte le cas échéant des indications sur les imprécisions résultant de l'hypothèse du M-S-T gris. On s'intéresse principalement à la variation du coefficient d'absorption en fonction de la longueur d'onde. L'indice de réfraction est fixé constant dans nos simulations.

7.3.1 Coefficients moyens d'absorption

Puisqu'il s'agit ici d'étude comparative, il est nécessaire tout d'abord de préciser par quel moyen nous allons modéliser le spectre d'absorption et comment il sera décrit dans l'approche grise équivalente.

Dans les deux cas, nous ferons appel à la même notion, celle du coefficient moyen d'absorption. Elle nous servira dans le calcul des niveaux d'absorption correspondant au passage du spectre continu à un spectre décrit par un nombre NDB de bandes rectangulaires pour lesquelles l'absorption est considérée constante. Elle nous permettra également d'associer à un spectre un coefficient moyen équivalent et de tester alors l'écart des réponses impulsionnelles, obtenues pour le milieu non gris (NBD bandes) et pour le milieu gris équivalent.

Les trois types les plus courants de coefficients moyens ont été utilisés:

- le coefficient "arithmétique" moyen (c.m.a), calculé par la simple moyenne de χ_λ sur une bande de largeur $\Delta\lambda = [\lambda_1, \lambda_2]$

$$\chi_{\text{moy}} = \frac{\int_{\lambda_i}^{\lambda_{i+1}} \chi_\lambda d\lambda}{\lambda_{i+1} - \lambda_i}$$

- le coefficient moyen de Planck (c.m.p), moyenne de χ_λ pondérée par l'émission volumique locale du corps noir et défini par:

$$\chi_P = \frac{\int_{\Delta\lambda} \chi_\lambda L_\lambda^\circ(T) d\lambda}{\int_0^\infty L_\lambda^\circ(T) d\lambda}$$

- Le coefficient moyen de Rosseland (c.m.r), moyenne de χ_λ pondérée par le gradient local d'émission du corps noir et défini par:

$$\frac{1}{\chi_R} = \frac{\Delta\lambda}{\int_0^\infty \frac{1}{\chi_\lambda} \frac{dL_\lambda^\circ(T)}{dT} d\lambda}$$

Pour la mise en évidence mathématique des deux derniers coefficients, nous renvoyons le lecteur à la référence [10]. La démarche consiste à écrire la solution au problème mathématique du transfert radiatif (expression du flux), dans le cas général du milieu non gris, et de développer parallèlement les mêmes équations pour le milieu gris de coefficient moyen d'absorption χ_{eq} .

Selon les hypothèses faites sur le transfert radiatif, on peut par identification des expressions de flux dans les deux cas gris/non-gris, mettre en évidence tel ou tel coefficient moyen.

Le coefficient moyen de Planck est défini pour les épaisseurs optiques faibles ($\tau \ll 1$). En permettant d'assimiler les fonctions intégréo-exponentielles à la valeur de leur premier terme, on arrive à une expression exacte de χ_P .

Le coefficient moyen de Rosseland apparaît si l'on suppose respectée la condition $\left| \frac{dL_\lambda^\circ(\tau_\lambda)}{d\tau} \right| \ll L_\lambda^\circ(\tau_\lambda)$, et si l'on considère les fortes épaisseurs optiques

(les fonctions intégréo-exponentielles tendent alors vers 0). Ces conditions se réduisent à la seule hypothèse χ grand (absorptions élevées) si, au lieu de développer la solution de l'E-T-R, on développe directement l'Equation de Transfert Radiatif elle-même.

Les inconvénients liés à ces coefficients reposent sur la définition donnée au coefficient d'absorption lors de l'écriture de l'E-T-R sous la forme de (6.2). Il représente en effet, à la fois l'atténuation pure le long d'un trajet (au sens de la loi de BOUGUER) mais aussi l'émission induite résultant de la présence même d'un champ de luminance, et souvent présentée comme une absorption négative.

Leur utilisation doit donc être considérée comme imparfaite en dehors de leur domaine de validité.

Des tentatives ont été faites [10,11] pour définir des coefficients effectifs moyen dans le domaine des épaisseurs optiques intermédiaires. Ils ne sont pas considérés dans le cadre de notre étude, pas plus que les techniques "mixtes" ou le coefficient moyen de Planck est appliqué uniquement aux termes d'émission et le coefficient moyen de Rosseland aux termes d'absorption.

7.3.2 Modèles spectraux des verres Float

A partir des spectres d'absorption mesurés par BANNER [12] et numérisés sur quelque 2500 points, un logiciel détermine les coefficients moyens globaux (c'est-à-dire calculés sur tout le spectre) de Planck et Rosseland, et les valeurs des coefficients (c.m.p, c.m.r, c.m.a) sur chacune des bandes considérée.

La figure 30 donne, à titre d'exemple le spectre d'absorption du verre FC1 à 773K et les modèles multi-bandes qui seront considérés dans les simulations numériques. Les tableaux (7.5) et (7.6), associés aux deux verres à teneurs en Fe_2O_3 extrêmes, précisent les valeurs numériques retenues pour les coefficients moyens par bande. Les coefficients gris équivalents calculés par χ_P et χ_R sur tout le spectre sont également indiqués. Le choix des limites de chaque bande dépend de la variation de χ_λ pour un pas de discrétisation en longueur d'onde donné, selon le principe posé par MILNE-EDDINGTON. Précisons enfin qu' à 773 K, le maximum d'émission par le corps noir correspond à une longueur d'onde de 3,75 μm .

On peut noter sur la figure 30 que si le coefficient moyen global de Planck est supérieur à celui de Rosseland, il n'en est pas toujours de même au niveau des bandes: en particulier aux faibles valeurs de longueur d'onde (zone de relative transparence du verre) le coefficient de Planck est inférieur à celui de Rosseland. Ces remarques s'expliquent aisément en considérant la façon dont χ_λ intervient dans les expressions de χ_P et χ_R .

SPECTRE du verre FLOAT FC1 à 773K
5 bandes rectangulaires

| $\lambda_k - \lambda_{k+1}$ | χ_R (cm ⁻¹) Rosseland | χ_P (cm ⁻¹) Planck | χ_{moy} (cm ⁻¹) moyenne |
|-----------------------------|---|--|---|
| 0,8 - 1,56 | 43,52 | 0,00078 | 0,391 |
| 1,56 - 2,72 | 1,66 | 0,0267 | 0,301 |
| 2,72 - 4,18 | 14,12 | 1,247 | 5,087 |
| 4,18 - 5,05 | 99,33 | 2,816 | 20,72 |
| 5,05 - 54,94 | 414,42 | 1434,37 | 2665,8 |
| GRIS | 1,415 | -- | 1438,46 |

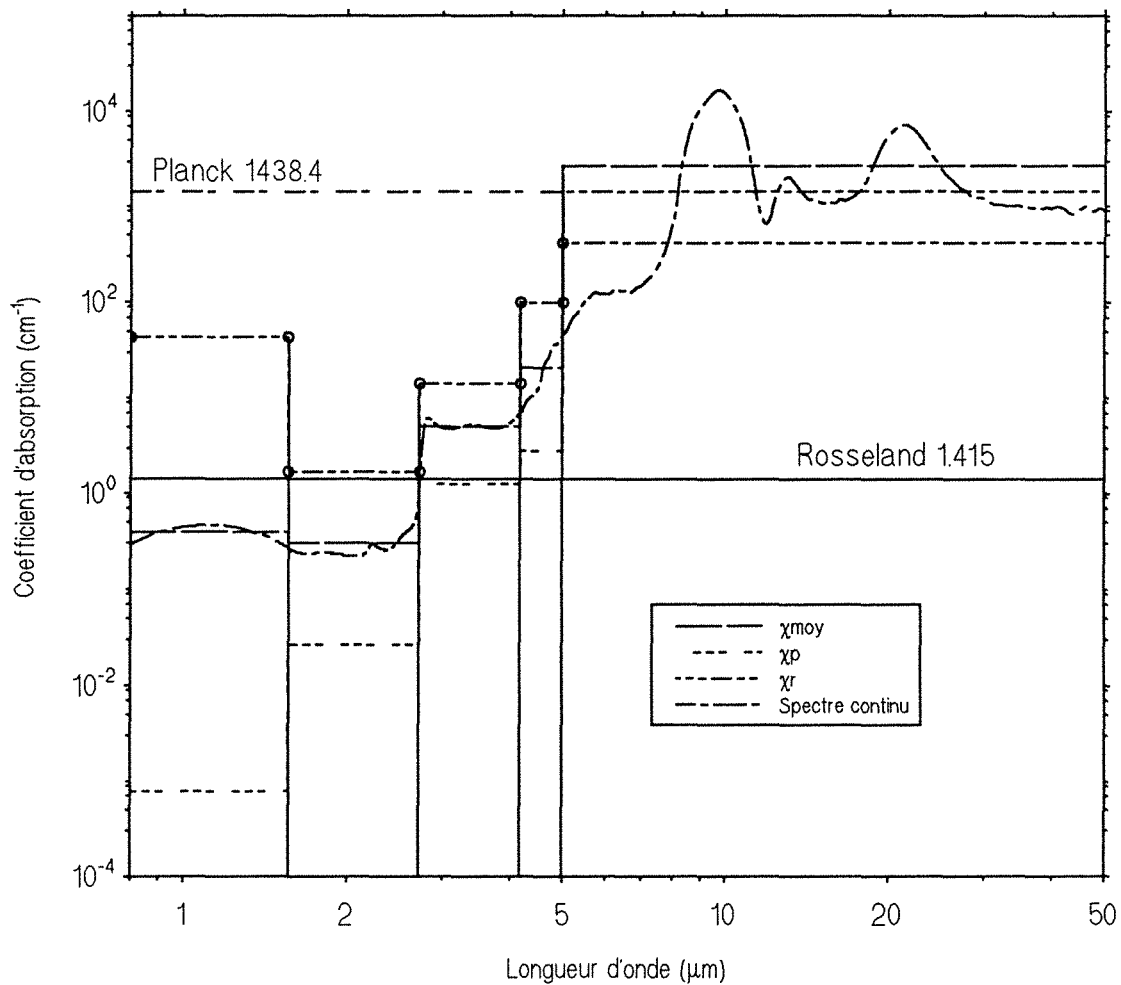
Tableau 7.5

SPECTRE du verre FLOAT FC6 à 773K
5 bandes rectangulaires

| $\lambda_k - \lambda_{k+1}$ | χ_R (cm ⁻¹) Rosseland | χ_P (cm ⁻¹) Planck | χ_{moy} (cm ⁻¹) moyenne |
|-----------------------------|---|--|---|
| 0,8 - 1,44 | 2473,9 | 0,01 | 10,67 |
| 1,44 - 2,76 | 23,5 | 0,387 | 4,38 |
| 2,76 - 4,37 | 18,07 | 1,86 | 7,077 |
| 4,37 - 5,05 | 192,6 | 2,64 | 26,08 |
| 5,05 - 54,94 | 414,42 | 1434,37 | 2665,85 |
| GRIS | 9,44 | -- | 1439,26 |

Tableau 7.6

fig. 30: SPECTRE d'ABSORPTION du VERRE FC1 (0,09% Fe₂O₃)
à la TEMPERATURE T=773K.
COEFFICIENTS GLOBAUX et par BANDES



7.3.3 Résultats de simulation

En raison des temps de calcul importants, nous avons limité le nombre de simulations au seul cas qui nous permette de voir en quoi nos conclusions relatives à la mesure de la diffusivité phonique pourraient être remises en cause.

Nous avons considéré une épaisseur d'échantillon de 2mm, pour le verre le plus clair à 773K. Les deux cas de parois, noires ou réfléchissantes ont été simulés. Nos commentaires concernent l'analyse des thermogrammes face arrière.

. Dans le cas de parois réfléchissantes (fig. 31), on s'aperçoit que le modèle non-gris conduit à des thermogrammes qui ne se différencient pratiquement pas de ceux obtenus avec les coefficients gris équivalents. La description au niveau d'une bande par tel ou tel autre coefficient moyen n'a pas non plus d'influence notable sur la solution obtenue.

En examinant de près les valeurs de $t_{1/2}^*$ dans chaque cas, et en les comparant avec la valeur 0,139 qu'on obtiendrait dans le cas de la conduction phonique seule, on s'aperçoit (tableau 7.7), que l'erreur due au rayonnement n'excède jamais 3%.

**Erreurs relatives sur les diffusivités
issues de simulation dans les cas gris et non-gris
par rapport au cas de conduction phonique
(Verre FC1, épaisseur= 2mm, parois réfléchissantes)**

| Cas de simulation | temps $t_{1/2}^*$ | Erreur (%) |
|------------------------------|-------------------|------------|
| 5 bandes C.M.Planck | 0,13605 | 2,12 |
| 5 bandes C.M. Arithmétique | 0,1353 | 2,66 |
| 5 bandes C.M.Rosseland | 0,13492 | 2,93 |
| Gris χ_{eq} . Rosseland | 0,13595 | 2,19 |
| Gris χ_{eq} . Planck | 0,13765 | 0,97 |
| Conduction phonique | 0,139 | 0 |

Tableau 7.7

fig. 31: THERMOGRAMMES FACE ARRIERE: Verre FC1

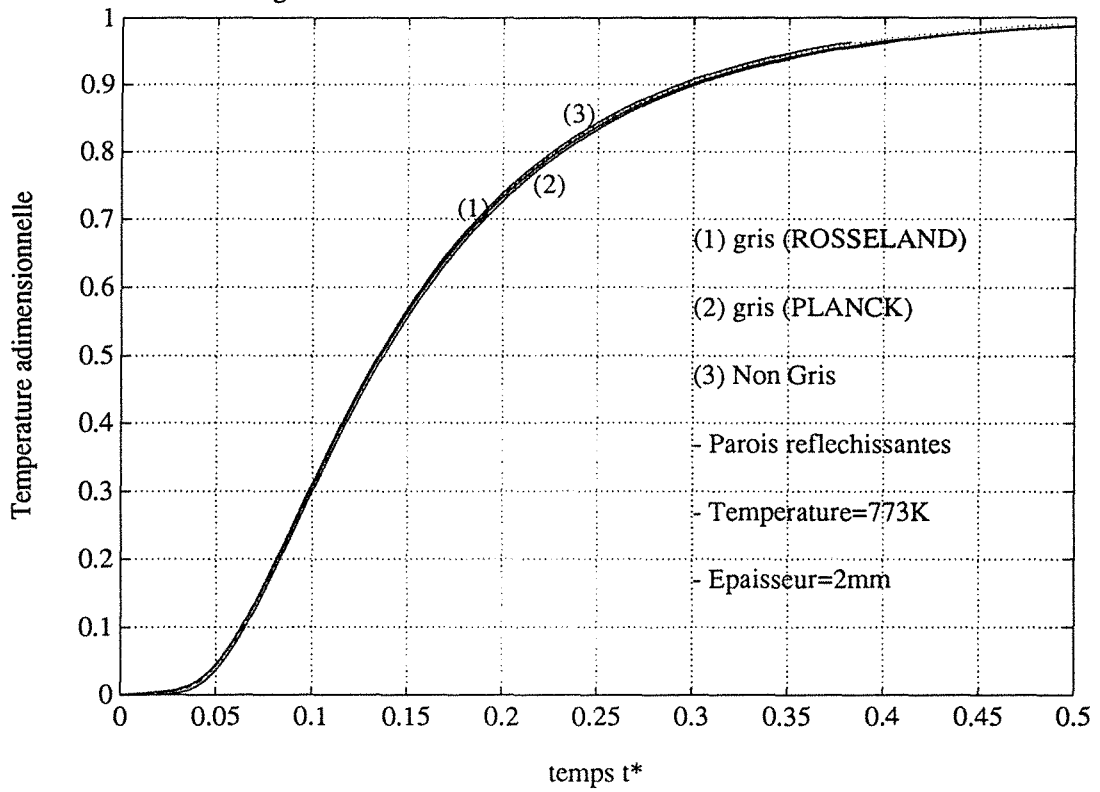
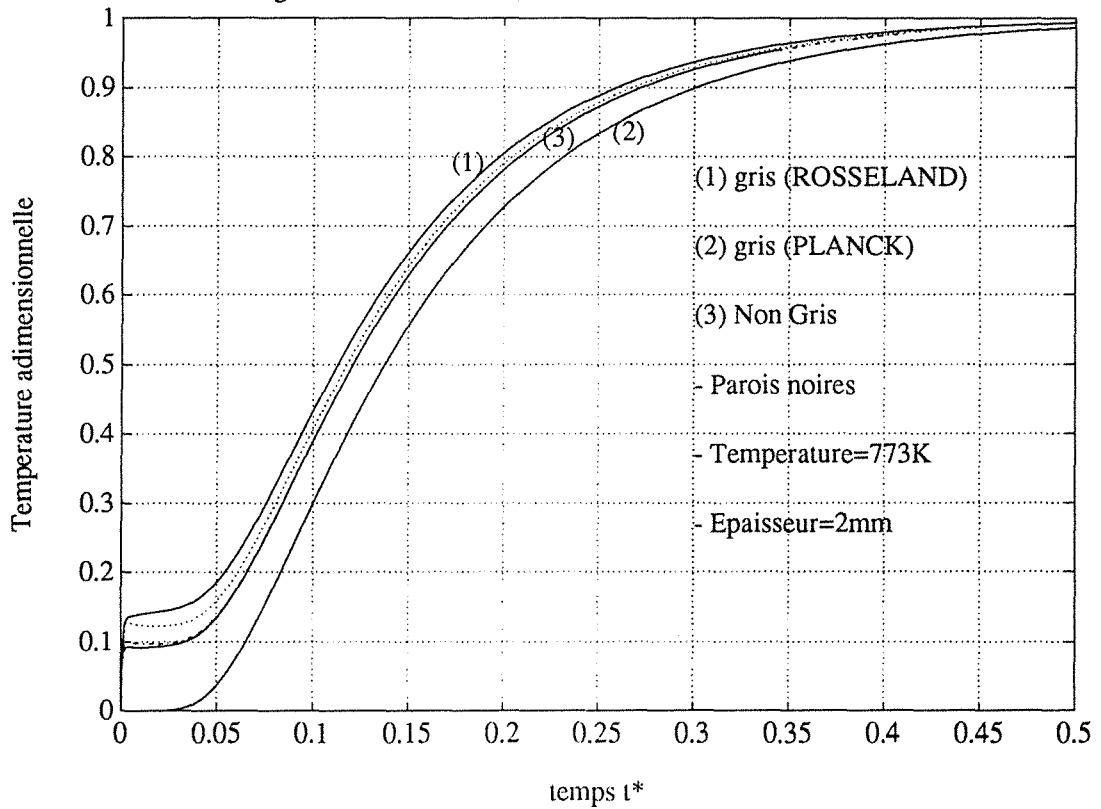


fig. 32: THERMOGRAMMES FACE ARRIERE: Verre FC1



En ce qui concerne les écarts relatifs milieu gris équivalent/milieu gris par bandes, le tableau 7.8 montre que les écarts sont très modérés et particulièrement faibles (<1%) lorsque l'on représente le spectre par un coefficient équivalent de Rosseland. On peut noter également qu'avec χ_{eq} Rosseland, on s'ajuste mieux sur la description multibandes utilisant la même définition de coefficient moyen (écart relatif de 0,75%) que ne le fait χ_{eq} Planck (écart relatif de 1,16%).

On conseillera donc d'utiliser préférentiellement un coefficient gris équivalent calculé par Rosseland pour déterminer quelle épaisseur limite d'échantillon il nous faut considérer afin d'être sûr d'identifier la diffusivité phonique.

**Ecarts relatifs en % sur les diffusivités
issues de simulation dans les cas gris
par rapport au cas "non-gris"
(Verre FC1, épaisseur= 2mm, parois réfléchissantes)**

| NON-GRIS | GRIS | |
|------------------|----------|----------|
| | χ_R | χ_P |
| C.M.Rosseland | 0,75 | 1,98 |
| C.M.Arithmétique | 0,5 | -1,7 |
| C.M.Planck | -0,07 | 1,16 |

Tableau 7.8

Notons au passage que $\chi_R = 141,5 \text{ m}^{-1}$ pour le verre FC1 et pour une épaisseur de 2mm, cela conduit à une épaisseur optique de 0,28. Par un rapide retour sur les figs. 17 et 18, on voit que l'on se situe dans un cas intermédiaire de coefficient d'absorption et que vraisemblablement sur un tel échantillon, on est bien assuré de mesurer une conductivité équivalente non entachée "d'erreur radiative".

. Dans le cas de parois noires, on peut s'attendre à ce que les effets évoqués plus haut soient amplifiés, et affectent plus largement les réponses thermiques impulsionnelles aux temps courts. On peut remarquer (fig.32) que dans ce cas, l'usage de l'un ou l'autre des coefficients moyens dans le modèle multi-bandes, a

son importance: le c.m.a χ_{moy} conduit à une réponse thermique qui se positionne entre celle obtenue par χ_{P} , plus rapide (courbe en pointillés), et celle obtenue par χ_{R} , plus lente. Les courbes simulées avec un coefficient gris équivalent peuvent être très différentes suivant que l'on considère χ_{P} ou χ_{R} . Au vu de nos résultats expérimentaux (fig.1), on peut affirmer que l'utilisation de χ_{P} , dans le modèle multi-bandes, ou de χ_{R} , dans le cas gris équivalent, est plus conforme à la réalité. Des simulations effectuées en considérant dix bandes spectrales (par le c.m.a) montre qu'effectivement, dans le cas de parois noires (fig.33), l'effet perturbateur au temps court est amplifié par rapport au cas à 5 bandes. La réponse obtenue pour le cas gris équivalent avec χ_{R} s'en rapproche sensiblement (Dans le cas de parois réfléchissantes (fig. 34), le passage d'un modèle à 5 bandes à un modèle à 10 bandes n'apporte pas de variation significative).

Cet exemple montre que la connaissance précise du spectre d'absorption est nécessaire pour espérer, à partir d'une mesure globale, retrouver la conductivité phonique. C'est probablement ce type de comportement qui doit exister dans le cas de la méthode du fil chaud.

fig. 33: THERMOGRAMMES FACE ARRIERE: Verre FC1

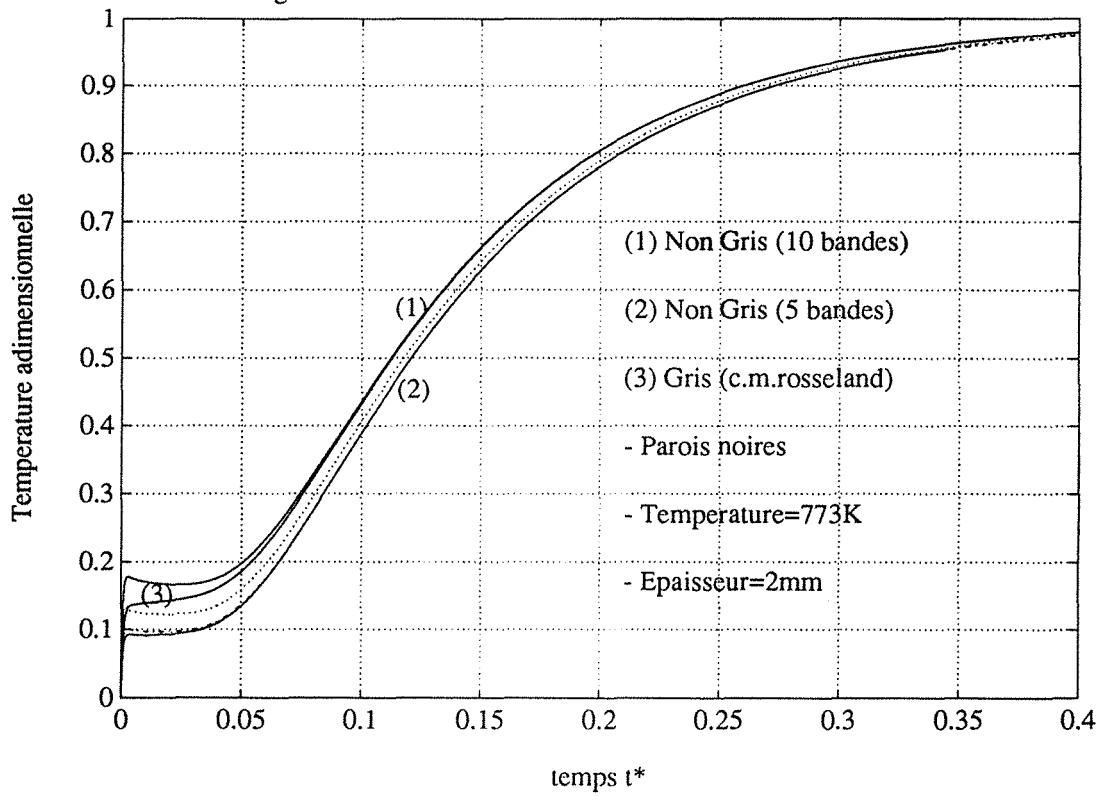
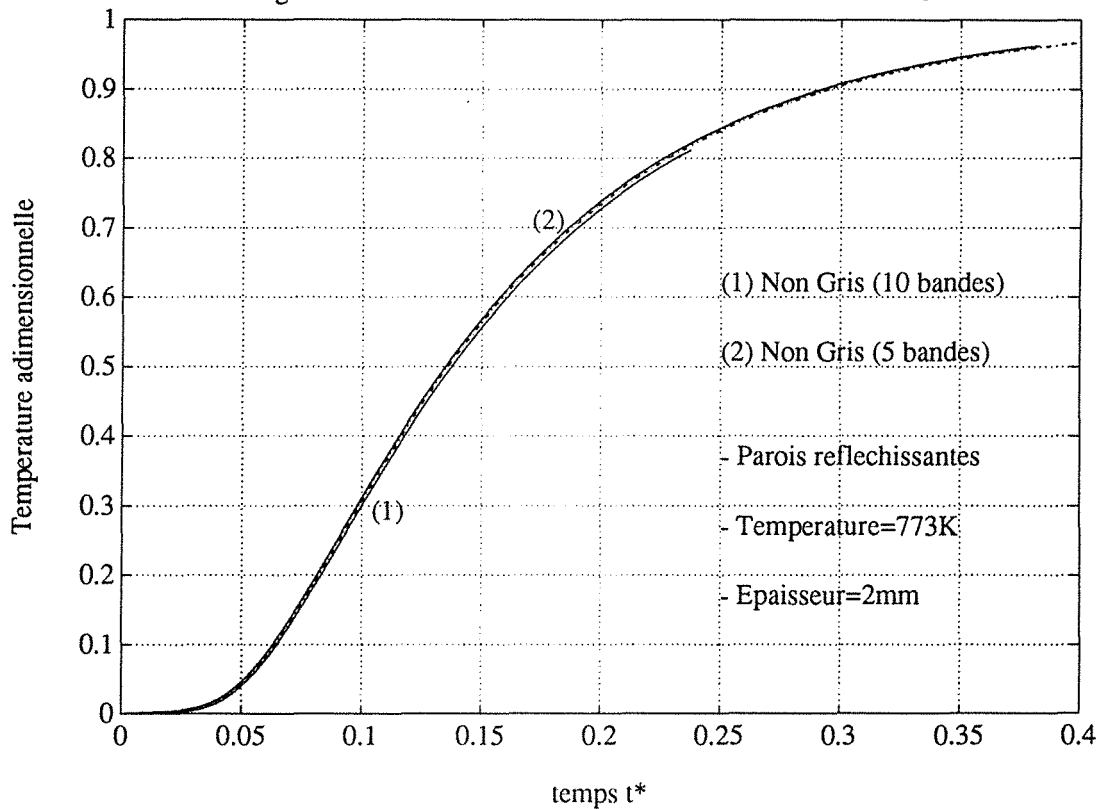


fig. 34: THERMOGRAMMES FACE ARRIERE: Verre FC1



7.4 Conclusion

Dans une première partie, nous avons mis en évidence certaines caractéristiques du transfert couplé Conduction/Rayonnement qui intervient dans un échantillon de verre soumis à une expérience flash. La comparaison des thermogrammes expérimentaux et issus de simulations numériques nous a permis de valider notre modèle théorique. Nous avons montré essentiellement que des conditions de parois réfléchissantes aux limites de l'échantillon nous affranchissent d'une participation radiative des parois.

Nous avons procédé à une étude théorique de la diffusivité en fonction de l'épaisseur de l'échantillon pour différents verres. Nous montrons que dans la mesure où il est possible d'affecter à un M.S.T un coefficient moyen d'absorption, des conditions de faibles absorptions et faibles épaisseurs ou fortes absorptions, fortes épaisseurs permettent d'identifier la diffusivité phonique du matériau. La troisième partie se charge de vérifier qu'une prise en compte des dépendances spectrales du verre (milieu non-gris) ne modifie pas ce constat dans l'intervalle de température considéré. Pour le verre le plus clair, des simulations à 500°C montrent que l'erreur due au rayonnement n'excède pas 3%. Elle nous permet également de recommander l'utilisation du coefficient gris équivalent de Rosseland, qui, associé au modèle de conductivité radiative de Poltz/Jugel permet de déterminer l'épaisseur optimum des échantillons.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] TAN H.P., MAESTRE B., LALLEMAND M., 1991
Transient and Steady-State Combined Heat Transfer in Semi-transparent Materials Subjected to a Pulse or a Step Irradiation.
J. Heat Transfer, Vol.113, pp166-173
- [2] ARAKI N., KUBO N., SASAHARA Y., 1988
Effect of Radiation Heat Transfer on Thermal Diffusivity Measurements.
Proc. of the 11th E.T.P.C, Umea
- [3] KUNC T., 1984
Etude du Transfert Couplé Conduction-Rayonnement. Application à la Détermination de la Conductivité Phonique des Verres à Haute Température par Identification Paramétrique.
Thèse de 3^{ème} cycle, Université de Poitiers.
- [4] HAYES D.I., REA S.N., HILTON A.R., 1975
Thermal Conductivity of Infrared Transparent Chalcogenide Glasses.
J. Am. Cer. Soc., Vol.58, pp135-137
- [5] HENRIQUES J.C., 1989
Etude de la Méthode du Fil Chaud. Modélisation des Transferts de Chaleur à l'aide du Quadripôle Thermique et Application de la Méthode d'Identification des Paramètres.
Rapport Interne St Gobain Recherche.
- [6] SCHOLZE H., 1980
Le Verre.
2^{ème} éd. Institut du Verre, Paris.

Chapitre 7

- [7] BLAZEK A., 1983
Review of Thermal Conductivity Data of Glass, compiled by Technical Committees of the International Commission on Glass.
Institut National du Verre, Charleroi, Belgique.
- [8] MEN A.A., CHECHEL'NITSKY A.Z., 1973
Thermal Conductivity of Fused Quartz.
Teplofis. Vys. Temp., Vol.11, pp1309-1312
- [9] KUNC T., 1984.
Etude du Transfert Couplé Conduction-Rayonnement. Application à la Détermination de la Conductivité Phonique des Verres à Haute Température par Identification Paramétrique.
Thèse de 3^{ème} cycle, Université de Poitiers.
- [10] DOUGLAS H. S., 1965
Choice of an Appropriate Mean Absorption Coefficient for Use in the General Grey Gas Equations.
J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transfer. Vol.?,pp211-225
- [11] PATCH R. W., 1967
Effective Absorption Coefficients for Radiant Energy Transport in Nongrey, Nonscattering Gases.
J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transfer. Vol.7,pp611-635
- [12] BANNER D., 1991
Propriétés Radiatives des Verres et des Fontes de Silicates en Fonction de la température. Modélisation des Transferts Thermiques.
Thèse de Doctorat de l'Ecole Centrale de Paris.

CHAPITRE 8 :

**RECAPITULATIF DES DONNEES RELATIVES
AU VERRE FLOAT**

CHAPITRE 8 :
RECAPITULATIF DES DONNEES RELATIVES
AU VERRE FLOAT

Nous avons voulu par ce chapitre, rassembler en un même endroit du texte, les données physiques caractérisant les verres float étudiés au cours de ce travail. Cela sera pour nous l'occasion de proposer une nouvelle relation donnant l'évolution de la conductivité en fonction de la température.

Composition chimique:

Les verres flottés appartiennent à la famille des silicosocalciques. Industriellement, ils fournissent principalement le vitrage et le verre d'emballage. Leur composition n'est pas figée pour permettre de répondre aux exigences des consommateurs (couleur, viscosité, durabilité chimique, ...). Aussi est-il important de bien connaître l'identité des verres (quatre au total) sur lesquels ont porté nos mesures. Leur composition chimique (tableau 8.1) ne varie essentiellement que par la teneur en Fe_2O_3 , ce qui nous a permis de voir l'influence, dans le transfert couplé, du coefficient d'absorption χ .

| Appellation du verre flotté | FC1 | FC3 = FC4 | | FC5 | FC6 |
|--------------------------------|-------|-----------|-------|-------|-------|
| SiO_2 | 71,05 | 71,30 | 71,30 | 68,80 | 67,65 |
| CaO | 9,90 | 9,60 | 9,60 | 9,90 | 9,90 |
| Na_2O | 13,60 | 13,90 | 13,90 | 13,65 | 13,65 |
| MgO | 4,00 | 4,05 | 4,05 | 4,00 | 4,00 |
| Fe_2O_3 | 0,09 | 0,56 | 0,57 | 2,35 | 3,5 |
| Autres oxydes | 1,35 | 0,57 | 0,58 | 1,30 | 1,35 |

Tableau 8.1

Densité

$$\rho = 2500 \text{ kg/m}^3$$

Cette valeur est classiquement préconisée par la littérature et a été vérifiée par mesure fine de la masse et du volume d'un de nos échantillons.

Chaleur spécifique

Nous avons systématiquement utilisé dans notre travail, la description de $C_p(T)$ recommandée par SCHOLZE (ch7 [6]) pour les verres flottés:

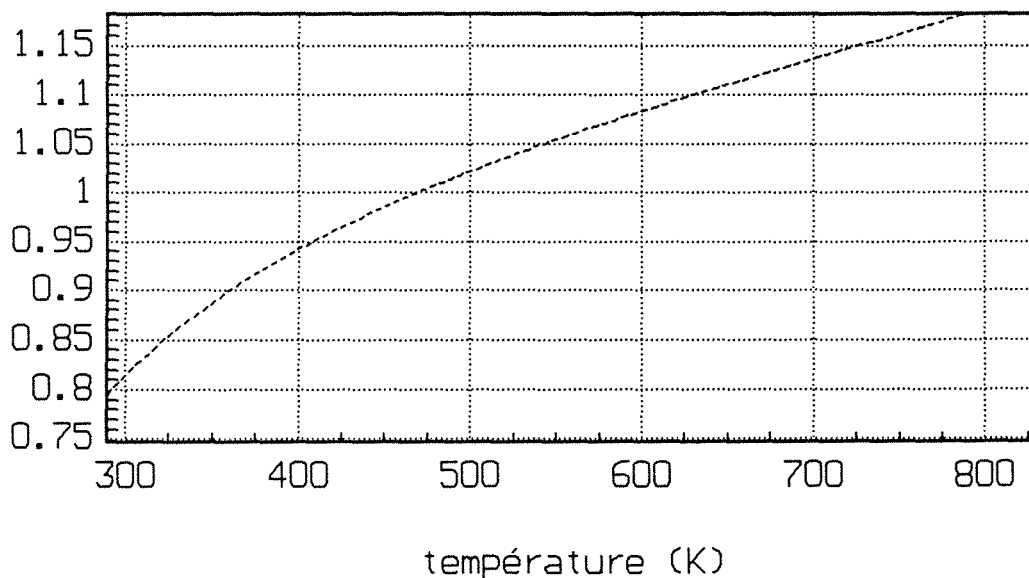
$$C_p(T) = 0,893 + 0,4 \cdot 10^{-3} \cdot T - 0,18 \cdot 10^5 / T^2 \quad (T \text{ en K})$$

(J/g.K)

Cette fonction est représentée graphiquement sur la figure ci-dessous

Dans ces conditions, la valeur de ρC_p (T=20°C) est de $2,001325 \cdot 10^6$ (J/m³.K)

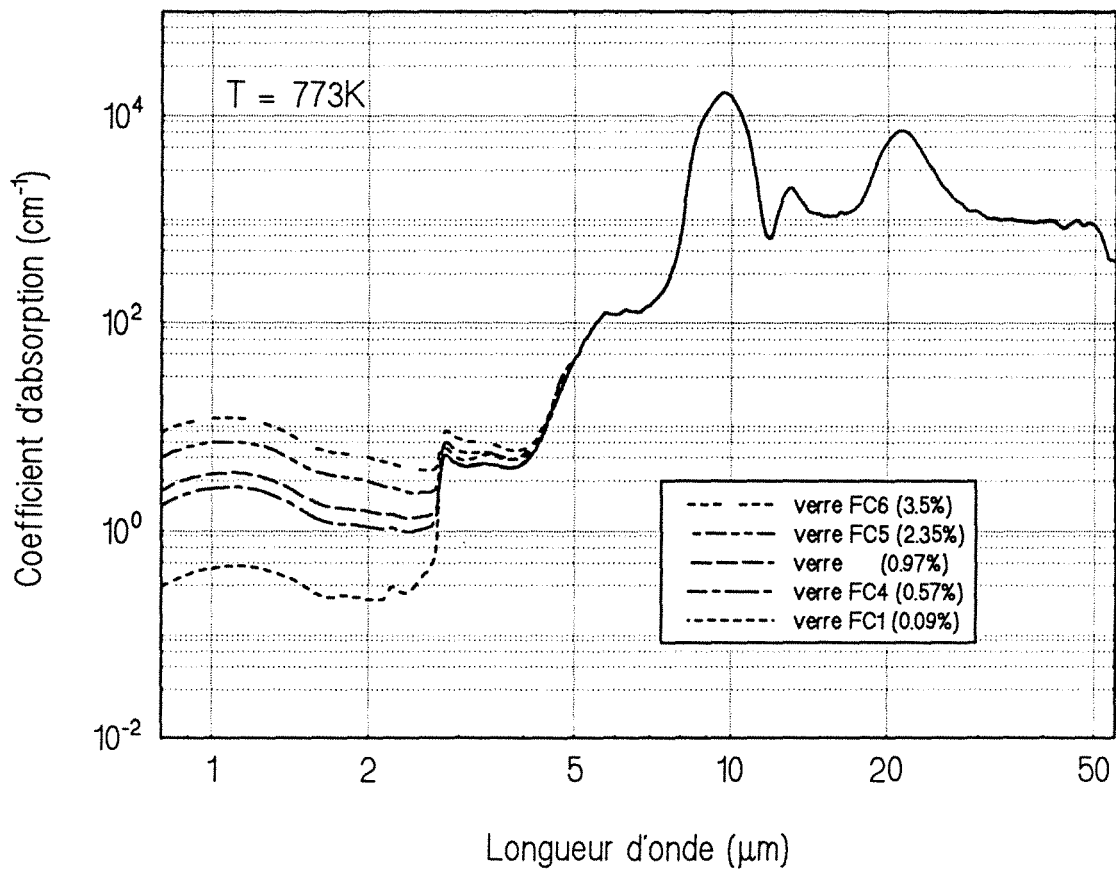
Cp Scholze (J/g.K)
en fonction de la température



Spectres d'absorption

Nous présentons ici les spectres d'absorption des cinq verres float à 773K. Mesurés par BANNER (ch7 [12]), ils nous ont permis de définir nos modèles multi-bandes. On remarquera le pic d'absorption centrée sur 1,2 μm et dû à l'oxyde Fe_2O_3 .

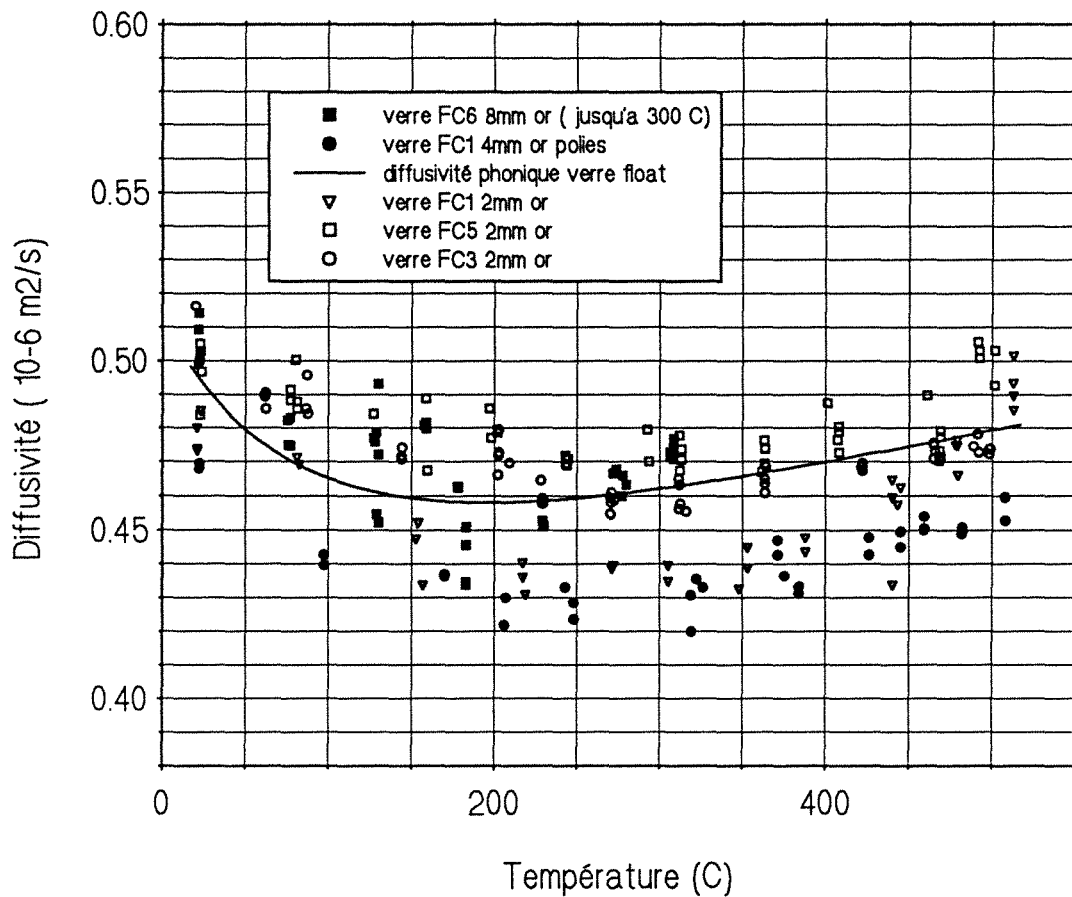
SPECTRES d'ABSORPTION des VERRES FLOTTES
sur le DOMAINE INFRAROUGE (0,8 μm ,50 μm)



Diffusivité phonique

Nous avons reproduit ici la courbe donnant l'évolution de la diffusivité phonique en fonction de la température. Elle a été obtenue par calcul, en faisant intervenir l'expression de $\lambda(T)$ établie au paragraphe 7.2.5 et la formule de Scholze pour $C_p(T)$. Elle est associée aux valeurs brutes des mesures qui ont permis d'obtenir la relation linéaire de $\lambda_{ph}(T)$.

Diffusivité phonique mesurée par méthode flash



Conductivité phonique des verres float

| | |
|--|--------------------------|
| $\lambda_{\text{ph}}(\text{Flash}) = 0,975 + 8,58 \cdot 10^{-4} T$ | (T en °C) |
| (W/m.K) | pour la gamme 20°C-530°C |

Nous avons vu (cf. ch7.2.4) , que les variations de composition dues à un changement de la teneur en Fe_2O_3 n'induisent pas de modifications sensibles de la conductivité et nous considérerons que cette relation décrit tous les verres float étudiés dans une plage d'erreur de $\pm 5\%$.

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE :

C'est sur ces données récapitulatives que nous choisissons de conclure ce travail de thèse sur l'identification de la diffusivité phonique du verre.

Nous avons d'abord présenté le dispositif expérimental et les principes sur lesquels il fonctionnait. La description du Diffusivimètre Moyenne Température nous permet de mentionner les problèmes rencontrés et les solutions retenues. En y associant quelques conseils d'utilisation que notre expérience recommande, nous espérons en avoir fait une sorte de guide pratique pour les utilisateurs futurs.

Une modélisation théorique complète du système métrologique a été présentée au chapitre suivant. La démarche mise en oeuvre et les difficultés rencontrées pour la résolution numérique y ont été exposées. Retenons que les calculs sur le rayonnement sont dominés par une approche semi-analytique.

Ce travail, qui fait part égale à l'expérimental et au théorique, tend à mettre en évidence les conditions dans lesquelles une expérience flash conduit directement à la mesure de la diffusivité phonique. L'erreur de mesure a deux origines:

- l'une inhérente à la qualité du système métrologique lui-même et à la technique d'identification utilisée; une analyse statistique doublée de résultats théoriques permet de circonscrire l'intervalle de confiance sur l'estimateur de la diffusivité (inférieur à 1%).

- l'autre liée à la part irréductible de transfert radiatif dans le mécanisme global de transfert de chaleur. L'appréhender le mieux possible constituait notre préoccupation majeure. L'essentiel de notre étude se trouve donc concentré dans la présentation conjointe de nos résultats expérimentaux et théoriques, issus de simulations dans le cas du milieu gris. Notre campagne de mesures par flash porte sur un seul type de verre dont une seule composante chimique varie (celle qui influence χ et donc le transfert par rayonnement), dans des conditions d'épaisseur et de conditions aux limites radiatives variées. Elle totalise quelque 800 expériences.

Elle nous permet de montrer que, pour un verre donné, on peut accéder directement à la diffusivité phonique du verre, si l'on se place dans des

Conclusion

conditions de forte réflectivité des parois et d'épaisseur d'échantillon suffisamment faible. Ce "suffisamment" tient lieu ici de raccourci pour exprimer qu'il s'y cache encore (théoriquement) des difficultés. Celles-ci disparaissent si l'on utilise l'outil très simple et correct, que constitue le modèle de conductivité radiative de Poltz/Jugel, pour calculer la limite haute de cette épaisseur critique.

Cette conclusion n'est pas remise en cause par les résultats de simulations effectuées dans le cas du milieu non-gris (gris par bandes). En règle générale, on s'aperçoit que si l'on réussit à s'affranchir du radiatif (parois réfléchissantes, faibles épaisseurs optiques équivalentes), les variations spectrales des paramètres thermo-optiques ne sont alors plus sensibles, même à haute température.

Le dernier chapitre recense, pour le verre flotté, toutes les données physiques utilisées et celles apportées par notre étude.

Il ouvre bien sûr ce travail sur une utilisation concrète de nos valeurs de diffusivité/conductivité du verre. Pour des modélisations plus fines du comportement thermo-mécanique du verre employé dans les processus industriels, et faisant intervenir un transfert couplé de chaleur, il est en effet indispensable d'introduire des données plus précises sur certains paramètres incontournables. La conductivité phonique et sa dépendance en température en est un. Ce travail répond essentiellement à cette préoccupation majeure.

Soulignons enfin que le dispositif développé au cours de cette thèse constitue un instrument de qualité, répondant aux exigences des industriels en matière de coût, de souplesse d'utilisation... Appliqué aux M-S-T ou milieux hétérogènes quelconques, il devrait beaucoup aider à une meilleure caractérisation thermique des matériaux dans la gamme de températures 20°C-500°C.

ANNEXES

Annexe 1:
Influence de la Non linéarité
due à une conductivité radiative de Rosseland
sur la mesure de diffusivité

Dans le cas où le rayonnement est traité sous la forme d'une conductivité radiative, l'équation de la chaleur s'écrit alors pour le problème 1-D transitoire:

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial z} \left[\lambda(T) \frac{\partial T}{\partial z} \right] \quad (\text{A.1.1})$$

où $\lambda(T) = \lambda_{ph} + \lambda_{rad}(T)$ avec $\lambda_{rad}(T) = \frac{16 \sigma n^2 T^3}{3 \chi}$ dans le cas où le M-S-T est gris, et λ_{ph} considérée indépendante de la température: le cas d'une dépendance linéaire en T de λ est détaillé en [4] (ch.5).

L'introduction de variables adimensionnelles classiques (cf. nomenclature) dans l'équation (A.1.1) conduit à

$$\frac{\partial T^*}{\partial t^*} = \frac{\partial}{\partial z^*} \left[\lambda^*(T^*) \frac{\partial T^*}{\partial z^*} \right] \quad (\text{A.1.2})$$

avec

$$\lambda^*(T^*) = \frac{\lambda(T^*)}{\lambda(T^*=0)} = \frac{\lambda_{ph} + B \left(\frac{T^* Q}{\rho C_{pe}} + T_0 \right)^3}{\lambda_{ph} + B T_0^3} \quad (\text{A.1.3})$$

$$B = \frac{16 \sigma n^2}{3 \chi}, \quad T_0 \quad \text{température initiale d'équilibre}$$

L'équation (A.1.2) est une équation parabolique dont le coefficient de diffusion non linéaire est $\lambda^*(T^*)$. Le problème thermique associé à la méthode

flash est traité numériquement par une méthode aux différences finies avec introduction de conditions aux limites spatiales (coefficient d'échange) et temporelles (dirac de flux à l'instant initial).

On entreprend alors de chiffrer la non linéarité due à la conductivité apparente du matériau.

La fonction $\lambda^*(T^*)$ est développée en série de Taylor, ce qui donne:

$$\lambda^*(T^*) = 1 + \frac{Q.T^*}{\rho C_p e \lambda_0} \left(\frac{d\lambda^*}{dT^*} \right)_{T_0} + \frac{1}{2} \left(\frac{Q.T^*}{\rho C_p e \lambda_0} \right)^2 \left(\frac{d^2\lambda^*}{dT^{*2}} \right)_{T_0} + \dots \quad (A.1.4)$$

L'équation (A.1.2) devient alors

$$\frac{\partial T^*}{\partial t^*} = \frac{\partial}{\partial z^*} \left[\left(1 + \frac{Q.T^*}{\rho C_p e \lambda_0} \left(\frac{d\lambda^*}{dT^*} \right)_{T_0} + \dots \right) \frac{\partial T^*}{\partial z^*} \right] \quad (A.1.5)$$

en se limitant au 1^{er} ordre, et , en posant

$$A_\lambda = \frac{Q}{\rho C_p e \lambda_0} \left(\frac{d\lambda^*}{dT^*} \right)_{T_0} \quad (A.1.6)$$

on peut écrire

$$\frac{\partial T^*}{\partial t^*} = \frac{\partial^2 T^*}{\partial z^{*2}} + A_\lambda \left[T^* \frac{\partial^2 T^*}{\partial z^{*2}} + \left(\frac{\partial T^*}{\partial z^*} \right)^2 \right] \quad (A.1.7)$$

Compte tenu de l'expression (A.1.3) de λ^* , A_λ s'écrit:

$$A_\lambda = \left(\frac{Q}{\rho C_p e} \right) \frac{3.B.T_0^2}{\left(\lambda_{ph} + B T_0^3 \right)} \quad (A.1.8)$$

Pour évaluer les conséquences sur la mesure de diffusivité thermique, on utilisera le programme de simulation numérique afin d'obtenir le thermogramme en face arrière de l'échantillon, lequel sera utilisé pour identifier, par la méthode des temps partiels (Annexe 2), une diffusivité a^* .

On comparera alors a^* avec la valeur de diffusivité $a_M^* = \frac{\lambda^*}{\rho C_p^*}$ calculée (formule

A.1.3) pour $\lambda^* = \lambda^*(T^*=1)$ c'est-à-dire pour la température maximale atteinte par la face arrière (ici $\rho C_p^* = 1$). Nos résultats sont condensés dans le tableau ci-dessous. L'expression de A_λ montre que ce coefficient varie en fonction de $Q/\rho C_{pe}$, B, et T_0 . A des fins pratiques, on a choisi de fixer B et T_0 et de faire varier $Q/\rho C_{pe}$ de façon à fixer les valeurs de A_λ (0.1, 0.3, 0.5, 1.).

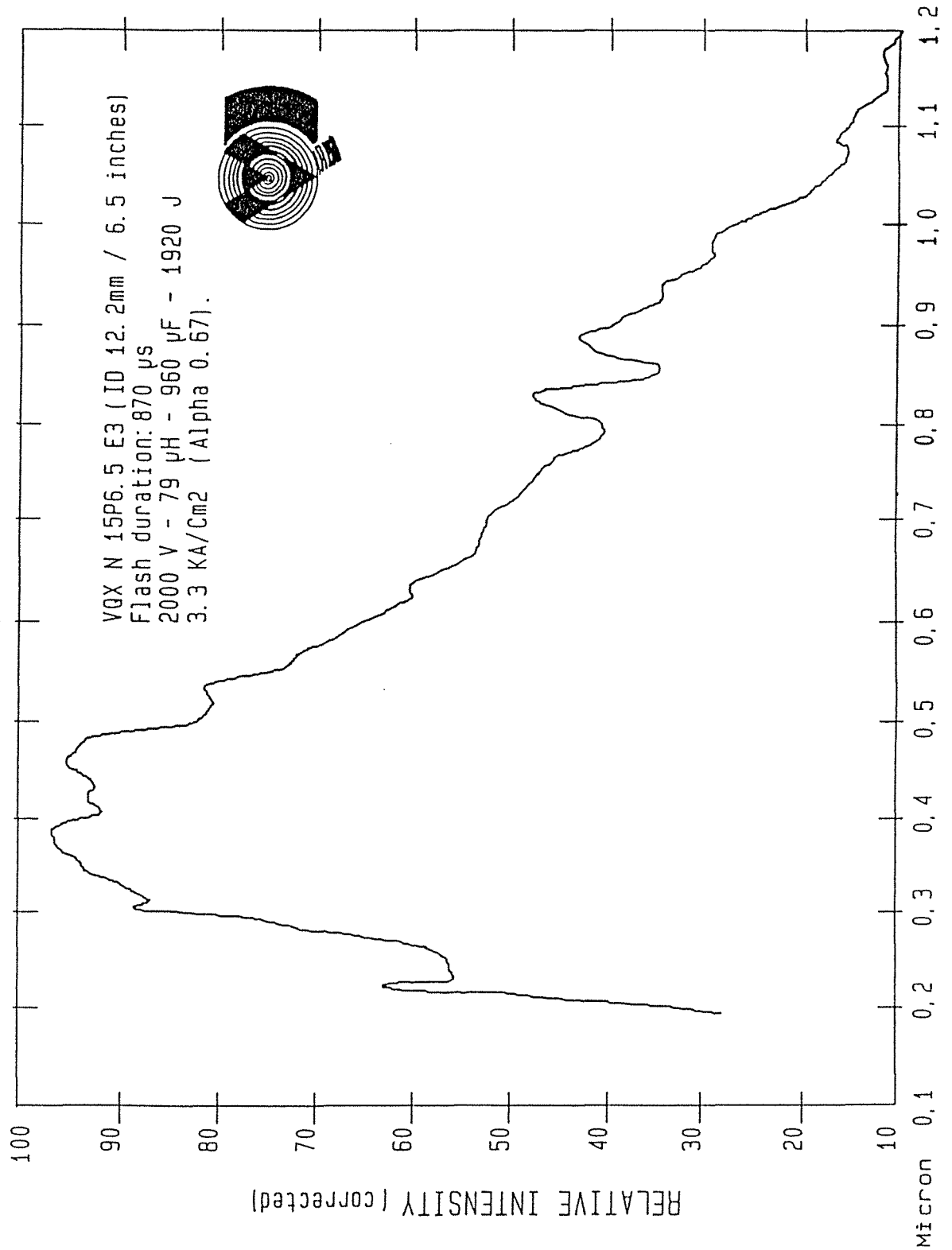
On constate que même pour un coefficient $A_\lambda = 1$, obtenu avec une variation de température de la face arrière de l'ordre de $\frac{Q}{\rho C_{pe}} = 300K$! l'assimilation de la diffusivité obtenue à celle, réelle correspondant à T_{max} , température maximale atteinte par la face arrière, n'engendre qu'une erreur de 4%.

| A_λ | 10^{-6} | 0,1 | 0,3 | 0,5 | 1 |
|-------------------------|-----------|-------|-------|---------|--------|
| $\frac{Q}{\rho C_{pe}}$ | 10^{-6} | 30,82 | 92,47 | 154,115 | 308,23 |
| a^* | 0,999 | 1,114 | 1,346 | 1,582 | 2,29 |
| a_M^* | 1,00 | 1,103 | 1,332 | 1,59 | 2,38 |

(B = $5 \cdot 10^{-8}$; $T_0 = 900K$)

Dans nos situations expérimentales où l'augmentation de la température en face arrière n'excède pas le degré ($10^{-6} < A_\lambda < 0,1$), on confondra toujours la diffusivité mesurée à celle correspondant à la température initiale d'équilibre (avant flash).

Annexe 2:
Spectre d'émission des tubes à éclats.



Annexe 3:
Diffusivité par la méthode des temps partiels

On pose $x = \frac{t_\alpha}{t_\beta}$ avec $\beta=5/6$

Les fonctions d'identification de la méthode des temps partiels sont données ci-dessous pour trois temps partiels t_α .

- Si $\alpha=1/3$ $f_{\alpha\beta}(x) = 1,0315.x^2 - 1,8451.x + 0.8498$

-Si $\alpha=1/2$ $f_{\alpha\beta}(x) = 0,6148.x^2 - 1,6382.x + 0.968$

-Si $\alpha=2/3$ $f_{\alpha\beta}(x) = -1,222.x + 1,131$

La diffusivité identifiée en considérant le temps partiel t_α est donnée par:

$$a_\alpha = e^{2 \cdot \frac{f_{\alpha\beta}(x)}{t_{5/6}}}$$

Annexe 4:
**Technique de résolution numérique appliquée
à l'équation discrétisée de l'énergie.**

L'équation de conservation de l'énergie (6.7) s'écrit de manière générale:

$$\partial_t(T(z,t)) = \partial_z (p(T) \partial_z T) - s(z,t,T) \quad (\text{A.4.1})$$

p figure ici le coefficient de diffusion (λ) et s , le terme source exprimé dans (6.7).

Appelons k le pas d'espace et h le pas de temps.

On écrit alors d'une manière implicite:

$$\frac{T_i^{n+1} - T_i^n}{h} = D_- \left(p_{i+\frac{1}{2}}^{n+1} D_+ T_i^{n+1} \right) - s_i^{n+1,n}$$

avec: D_+ , l'opération de différence à droite $(D_+ f)_i = \frac{f_{i+1} - f_i}{k}$

D_- , l'opération de différence à gauche $(D_- f)_i = \frac{f_i - f_{i-1}}{k}$

$s_i^{n+1,n} = s\left(ik, (n+1)h, T_i^n\right)$ terme source calculé au point i , pour le temps $n+1$, en utilisant les valeurs de la variable calculées au temps n .

La résolution numérique suivant cette procédure donne un résidu de calcul de $O(h)+O(k^2)$. Elle fut initialement mise en oeuvre et vérifiée en imposant au terme source d'être linéaire en T (cf ch 6.5.). Toutefois, dès l'introduction du vrai terme source radiatif, l'algorithme de résolution ne permettait plus de converger vers une solution du fait du caractère fortement non linéaire de ce terme associé à des contraintes dures aux premiers instants. L'introduction d'un pas de temps variable et d'une relaxation du champ de température n'ont pas permis de lever la difficulté.

Finalement, nous avons opté pour une méthode de type Crank-Nicholson [1] , qui améliore en outre la précision du calcul. On évalue les coefficients aux points $(ik, (n+1/2)h)$ et on moyenne les valeurs de T à nh et $(n+1)h$.

Ceci conduit à:

$$\frac{T_i^{n+1} - T_i^n}{h} = D_- \left(p_{i+\frac{1}{2}}^{n+\frac{1}{2}} D_+ \left(\frac{T_i^{n+1} + T_i^n}{2} \right) \right) - s_i^{n+\frac{1}{2}, n+\frac{1}{2}} \quad (A.4.2)$$

avec:

$$s_i^{n+\frac{1}{2}, n+\frac{1}{2}} = s \left(ik, (n+\frac{1}{2})h, T_i^{n+\frac{1}{2}} \right)$$

Au lieu de calculer $T_i^{n+\frac{1}{2}}$, on développe le terme source s en série de Taylor au point $\left(ik, (n+\frac{1}{2})h, T_i^{n+\frac{1}{2}} \right)$ pour aboutir à:

$$\frac{T_i^{n+1} - T_i^n}{h} = D_- \left(p_{i+\frac{1}{2}}^{n+\frac{1}{2}} D_+ \left(\frac{T_i^{n+1} + T_i^n}{2} \right) \right) - \frac{1}{2} \left(s_i^{n+\frac{1}{2}, n+1} + s_i^{n+\frac{1}{2}, n} \right) \quad (A.4.3)$$

pour laquelle la solution est consistante et précise à $0(k^2) + 0(h^2)$ près.

Cette équation non linéaire doit être résolue par un processus itératif.

Si $T_i^{n+1,0} = T_i^n$ et si l'itération $T_i^{n+1,m-1}$ (m désignera le niveau d'itération) est connue, alors l'équation (A.4.3) devient :

$$\frac{T_i^{n+1,m} - T_i^n}{h} = D_- \left(p_{i+\frac{1}{2}}^{n+\frac{1}{2}} D_+ \left(\frac{T_i^{n+1,m} + T_i^n}{2} \right) \right) - \frac{1}{2} \left(s_i^{n+\frac{1}{2}, n+1, m-1} + s_i^{n+\frac{1}{2}, n} \right) \quad (A.4.4)$$

avec:

$$s_i^{n+\frac{1}{2}, n+1, m-1} = s \left(ik, (n+\frac{1}{2})h, T_i^{n+1, m-1} \right)$$

$$p_{i+\frac{1}{2}}^{n+\frac{1}{2}} = \frac{1}{2} \left(p_{i+1}^{n+\frac{1}{2}} + p_i^{n+\frac{1}{2}} \right)$$

On aboutit à un système d'équations linéaires puisque les coefficients sont évalués à l'itération précédente avec les valeurs de $T_i^{n+1, m-1}$.

Le processus itératif est poursuivi jusqu'à ce que:

$$\mathcal{M}_{\max i} \left| \frac{T_i^{n+1, m} - T_i^{n+1, m-1}}{T_i^{n+1, m-1}} \right| < \varepsilon$$

Douglas [2] a donné un théorème prouvant la convergence vers la bonne solution sur un espace de norme l_2 avec la restriction $\frac{h}{k} = \text{constante}$, qui nous contraint, avec un maillage spatial fixe, à un pas de calcul en temps constant.

En posant $r = \frac{h}{2k}$, on obtient pour $i=1$ à $i=N-1$

$$\begin{aligned} -\frac{r}{2} p_{i-\frac{1}{2}}^{n+\frac{1}{2}} T_{i-1}^{n+1, m} + \left(1 + \frac{r}{2} \left(p_{i-\frac{1}{2}}^{n+\frac{1}{2}} + p_{i+\frac{1}{2}}^{n+\frac{1}{2}} \right) \right) T_i^{n+1, m} - \frac{r}{2} p_{i+\frac{1}{2}}^{n+\frac{1}{2}} T_{i+1}^{n+1, m} = \\ -\frac{r}{2} p_{i-\frac{1}{2}}^{n+\frac{1}{2}} T_{i-1}^n + \left(1 - \frac{r}{2} \left(p_{i-\frac{1}{2}}^{n+\frac{1}{2}} + p_{i+\frac{1}{2}}^{n+\frac{1}{2}} \right) \right) T_i^n + \frac{r}{2} p_{i+\frac{1}{2}}^{n+\frac{1}{2}} T_{i+1}^n \end{aligned} \quad (\text{A.4.5})$$

$$- \frac{h}{2} \left(s_i^{n+\frac{1}{2}, n+1, m-1} + s_i^{n+\frac{1}{2}, n} \right)$$

où

$$s_i^{n+\frac{1}{2}, n} = - \frac{\tau_0 T_0^*}{N} \left(\frac{q_{r, i+\frac{1}{2}}^{*n+\frac{1}{2}, n} - q_{r, i-\frac{1}{2}}^{*n+\frac{1}{2}, n}}{k} \right)$$

est l'expression de la divergence du flux radiatif;

En $i=1$, on impose la condition au limite de 3^{ème} espèce en introduisant un coefficient de pertes global H_1 .

L'équation (A.4.5) devient alors :

$$\left(1 + r p_{\frac{1}{2}}^{n+\frac{1}{2}} + \frac{h}{k} H_1 \right) T_0^{n+1, m} - r p_{\frac{1}{2}}^{n+\frac{1}{2}} T_1^{n+1, m} = \left(1 - r p_{\frac{1}{2}}^{n+\frac{1}{2}} - \frac{h}{k} H_1 \right) T_0^n + r p_{\frac{1}{2}}^{n+\frac{1}{2}} T_1^n - \frac{h}{k} \left(- \frac{\tau_0 T_0^*}{N} \right) \left(q_{r, \frac{1}{2}}^{*n+\frac{1}{2}, n+1, m-1} + q_{r, \frac{1}{2}}^{*n+\frac{1}{2}, n} \right) \quad (A.4.6)$$

En $i=N$, on obtient par une démarche similaire :

$$\left(1 + r p_{N-\frac{1}{2}}^{n+\frac{1}{2}} + \frac{h}{k} H_2 \right) T_N^{n+1, m} - r p_{N-\frac{1}{2}}^{n+\frac{1}{2}} T_{N-1}^{n+1, m} = \left(1 - r p_{N-\frac{1}{2}}^{n+\frac{1}{2}} - \frac{h}{k} H_2 \right) T_N^n + r p_{N-\frac{1}{2}}^{n+\frac{1}{2}} T_{N-1}^n - \frac{h}{k} \left(\frac{\tau_0 T_0^*}{N} \right) \left(q_{r, N-\frac{1}{2}}^{*n+\frac{1}{2}, n+1, m-1} + q_{r, N-\frac{1}{2}}^{*n+\frac{1}{2}, n} \right) \quad (A.4.7)$$

En regroupant (A.4.5) - (A.4.7), on peut écrire un système tridiagonal d'équations de la forme :

$$A \cdot T^{n+1,m} = \tilde{T}^n + S^{n+1,m-1}$$

où : $T^{n+1,m} = \left(T_0^{n+1,m}, \dots, T_N^{n+1,m} \right)^T$

$$S^{n+1,m-1} = \left[-\frac{h}{k} \left(-\frac{\tau_0 T_0^*}{N} \right) \left(q_{r \frac{1}{2}}^{* n+\frac{1}{2}, n+1, m-1} + q_{r \frac{1}{2}}^{* n+\frac{1}{2}, n} \right), \dots, \dots, -\frac{h}{2} \left(s_i^{n+\frac{1}{2}, n+1, m-1} + s_i^{n+\frac{1}{2}, n} \right), \dots, -\frac{h}{k} \left(-\frac{\tau_0 T_0^*}{N} \right) \left(q_{r N-\frac{1}{2}}^{* n+\frac{1}{2}, n+1, m-1} + q_{r N-\frac{1}{2}}^{* n+\frac{1}{2}, n} \right) \right]^T$$

\tilde{T}^n contient le membre de droite de chaque équation (A.4.5), à l'exclusion du terme source, et :

$$A = \left| \begin{array}{cccc} a_0 & -c_0 & & \\ -b_1 & a_1 & -c_1 & 0 \\ & & & \\ & & -b_i & a_i & -c_i \\ & & & & \\ & & & & \\ & & 0 & & -b_{N-1} & a_{N-1} & -c_{N-1} \\ & & & & & -b_N & a_N \end{array} \right|$$

$$a_i = 1 + \frac{r}{2} \left(p_{i-\frac{1}{2}}^{n+\frac{1}{2}} + p_{i+\frac{1}{2}}^{n+\frac{1}{2}} \right)$$

avec :

$$b_i = \frac{r}{2} p_{i-\frac{1}{2}}^{n+\frac{1}{2}}$$

$$c_i = \frac{r}{2} p_{i+\frac{1}{2}}^{n+\frac{1}{2}} \quad \text{de } i=1, N-1$$

et :

$$a_0 = 1 + r p_{\frac{1}{2}}^{n+\frac{1}{2}} + \frac{h}{k} H_1$$

$$a_N = 1 + r p_{N-\frac{1}{2}}^{n+\frac{1}{2}} + \frac{h}{k} H_2$$

$$c_0 = r p_{\frac{1}{2}}^{n+\frac{1}{2}}$$

$$b_0 = r p_{N-\frac{1}{2}}^{n+\frac{1}{2}}$$

La résolution numérique revient sous cette forme à une décomposition de type LU de la matrice tridiagonale. Nous utilisons l'algorithme de THOMSON (T.D.M.A) pour la réaliser.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] SOD G.A.
Numerical Methods in Fluid Dynamics.
Cambridge University Press, p116-142
- [2] DOUGLAS, 1958
The Application of stability analysis in the numerical solution of quasi-linear
parabolic differential equations.
Trans. Am. Math. Soc., Vol.89, p484

Annexe 5:
**Solution analytique de l'équation de la chaleur
avec une source linéaire**

L'équation de la chaleur avec source linéaire s'écrit:

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} + (S_c + S_p T)$$

On effectue le changement de variable $T(z,t) = W(z,t) \cdot \exp(S_p \cdot t)$

Il faut résoudre alors:

$$(I) \left\{ \begin{array}{l} \frac{\partial W}{\partial t} = \frac{\partial^2 W}{\partial z^2} + S_c \cdot \exp(-S_p \cdot t) \quad 0 < z < 1 \quad t > 0 \\ \frac{\partial W}{\partial z} = 0 \quad z=0 \text{ et } z=1 \\ \left[\begin{array}{l} W(z,0) = C \quad 0 < z < \varepsilon' \\ W(z,0) = 0 \quad \varepsilon' < z < 1 \end{array} \right] \quad t=0 \end{array} \right.$$

Pour résoudre ce système, on fait intervenir la fonction de Green qui est obtenue par la résolution du système homogène associé II :

$$(II) \left\{ \begin{array}{l} \frac{\partial W}{\partial t} = \frac{\partial^2 W}{\partial z^2} \quad 0 < z < 1 \quad t > 0 \\ \frac{\partial W}{\partial z} = 0 \quad \text{en } z=0 \text{ et } z=1 \\ \left[\begin{array}{l} W(z,0) = C \quad 0 < z < \varepsilon' \\ W(z,0) = 0 \quad \varepsilon' < z < 1 \end{array} \right] \quad t=0 \end{array} \right.$$

et l'on cherchera alors à résoudre (I) en parallèle avec (III) :

$$(III) \left\{ \begin{array}{l} \frac{\partial^2 G(z', -\tau | z, -t)}{\partial z'^2} + \delta(z' - z) \cdot \delta(\tau - t) = -\frac{\partial G}{\partial \tau} \\ \frac{\partial G}{\partial z'} = 0 \\ G(z', -\tau | z, -t) = 0 \end{array} \right. \quad \begin{array}{l} \text{pour } z'=0 \text{ et } z'=1 \\ \\ t < \tau \end{array}$$

La solution de II est obtenue par séparation de variables, en posant $W(z,t) = \Gamma(t) \cdot Z(z)$.

On trouve alors:

$$W(z,t) = \int_0^1 G(z,t | z', -\tau) |_{\tau=0} F(z') \cdot dz'$$

où: $G(z,t | z', -\tau) = 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} \exp(-\beta_n^2 \cdot t) \cos \beta_n z \cdot \cos \beta_n z'$ est la fonction de

Green associée

- $F(z') = W(z,0)$

- $\beta_n = n\pi$ solutions de $\sin \beta_n = 0$

La résolution des systèmes I et III, par application du second théorème de Green aboutit à:

$$W(z,t) = \left(1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} \exp(-\beta_n^2 \cdot t) \cos \beta_n z \right) + \frac{S_c}{S_p} (1 - \exp(-S_p t))$$

soit:

$$T(1,t) = \exp(S_p \cdot t) \left[1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp(-\beta_n^2 \cdot t) + \frac{S_c}{S_p} (1 - \exp(-S_p t)) \right]$$

expression de la température exprimée pour la face arrière à l'instant t.

Annexe 6: Modèles de conductivité radiative

Approximation de POLTZ et JUGEL

Parmi les tentatives de séparation des effets, celle de POLTZ et JUGEL consiste à traiter le transfert radiatif comme un processus de diffusion thermique. Ce modèle s'applique aux milieux optiquement épais ($\tau_0 \gg 1$) et d'épaisseur finie. Il suppose également de faibles gradients de température au sein du milieu.

La fonction de PLANCK locale est développée en série de TAYLOR à l'ordre 1. Afin de rendre le flux proportionnel au gradient de température, l'expression formelle du flux radiatif est moyennée sur l'épaisseur optique du milieu.

On aboutit à:

$$\lambda_r(c, \epsilon_i) = \frac{4\pi}{3} \sum_{i=1}^{\text{NDB}} n_i^2 \int_{\nu_i}^{\nu_{i+1}} \frac{\partial L_\nu}{\partial T} \cdot Y(\epsilon_{1i}, \epsilon_{2i}; \tau_{0i}) d\nu$$

où

$$Y(\epsilon_{1i}, \epsilon_{2i}; \tau_{0i}) = 1 - \frac{3}{4\tau_{0i}} (1 - 4E_5(\tau_{0i})) - \frac{2}{3\tau_{0i}} \frac{1 - (\epsilon_{1i} + \epsilon_{2i})/2 - 2\rho_{1i} \cdot \rho_{2i} \cdot E_3(\tau_{0i})}{1 - 4\rho_{1i} \cdot \rho_{2i} \cdot E_3^2(\tau_{0i})} (1 - 3E_4(\tau_{0i}))^2$$

Hypothèse de l'équilibre radiatif

L'équilibre radiatif est un état caractérisant le transfert radiatif, qui suppose que les mécanismes de transfert d'énergie par conduction sont négligeables devant le rayonnement et que les gradients thermiques sont faibles. On peut alors considérer que l'énergie totale émise en un point du milieu est égale à celle absorbée, soit:

$$\int_0^{\infty} 4\pi\chi_v \cdot n_v^2 L_v^{\circ}(T) \cdot dv = \int_0^{\infty} \int_{4\pi} \chi_v \cdot L(\vec{\Delta}) \cdot d\Omega \cdot dv \quad (\text{A.6.1})$$

ce qui se traduit, en terme de divergence du vecteur flux radiatif par:

$$\nabla \vec{q}_r = 0 \quad (\text{A.6.2})$$

Dans le cas du milieu gris χ_v et n_v sont indépendants de v et l'équation (A.6.1) s'écrit:

$$4\pi n^2 \cdot L^{\circ}(T) = \int_{4\pi} L(\vec{\Delta}) \cdot d\Omega. \quad (\text{A.6.2})$$

Le champ de luminance dans le milieu est donc régi par le champ de rayonnement noir. Si la diffusion dans le milieu est isotrope, l'E-T-R (3.1) se met sous la même forme que dans le cas du milieu non diffusant et s'écrit, en géométrie monodimensionnelle à symétrie azimutale:

$$\mu \frac{\partial L}{\partial \tau}(\tau, \mu) + L(\tau, \mu) = n^2 \cdot L^{\circ}(T) \quad (\text{A.6.3})$$

Le champ de température est commandé par l'équation (A.6.2) qui s'écrit:

$$n^2 \sigma T^4(\tau) = \int_0^{\infty} \int_{-1}^1 L(\tau, \mu') \cdot d\mu' \cdot dv \quad (\text{A.6.4})$$

Le champ de luminance apparaissant dans le terme de droite est obtenu par résolution de (A.6.3).

Par introduction des grandeurs réduites,

$$\theta(\tau) = \frac{n^2 \sigma T^4(\tau) - \pi L^{\circ}(\tau_0)}{\pi L^{\circ}(0) - \pi L^{\circ}(\tau_0)} \quad \text{pour la température,}$$

$$Q = \frac{q_r}{\pi L^{\circ}(0) - \pi L^{\circ}(\tau_0)} \quad \text{pour le flux}$$

L' équation (A.6.4), après résolution de (A.6.3) pour les conditions aux limites d'émission et réflexion grises et diffuses, devient

$$\theta(\tau) = \frac{1}{2} \left[E_2(\tau) + \int_0^{\tau_0} \theta(\tau') \cdot E_1(|\tau - \tau'|) d\tau' \right] \quad (\text{A.6.5})$$

C'est l'équation intégrale singulière de Fredholm.

Le flux réduit (calculé en $\tau_0 = 0$ comme Q est constant pour tout τ) s'écrit en fonction de $\theta(\tau)$

$$Q = 1 - 2 \int_0^{\tau_0} \theta(\tau') \cdot E_2(\tau') \cdot d\tau' \quad (\text{A.6.6})$$

Si l'on cherche maintenant à exprimer q_r en fonction de sa grandeur réduite Q connue par les équations (A.6.6) et (A.6.5), on obtient

$$q_r = \frac{n^2 \sigma (T_1^4 - T_2^4) \cdot Q}{1 + \left[\frac{1}{\epsilon_1} + \frac{1}{\epsilon_2} - 2 \right] \cdot Q}$$

Pour T_1 (température paroi 1) \neq T_2 (temp. paroi 2), on peut linéariser l'expression de q_r pour obtenir

$$q_r = \frac{n^2 \sigma T^{-3} Q \Delta T}{1 + \left[\frac{1}{\epsilon_1} + \frac{1}{\epsilon_2} - 2 \right] \cdot Q} \quad (\text{A.6.7})$$

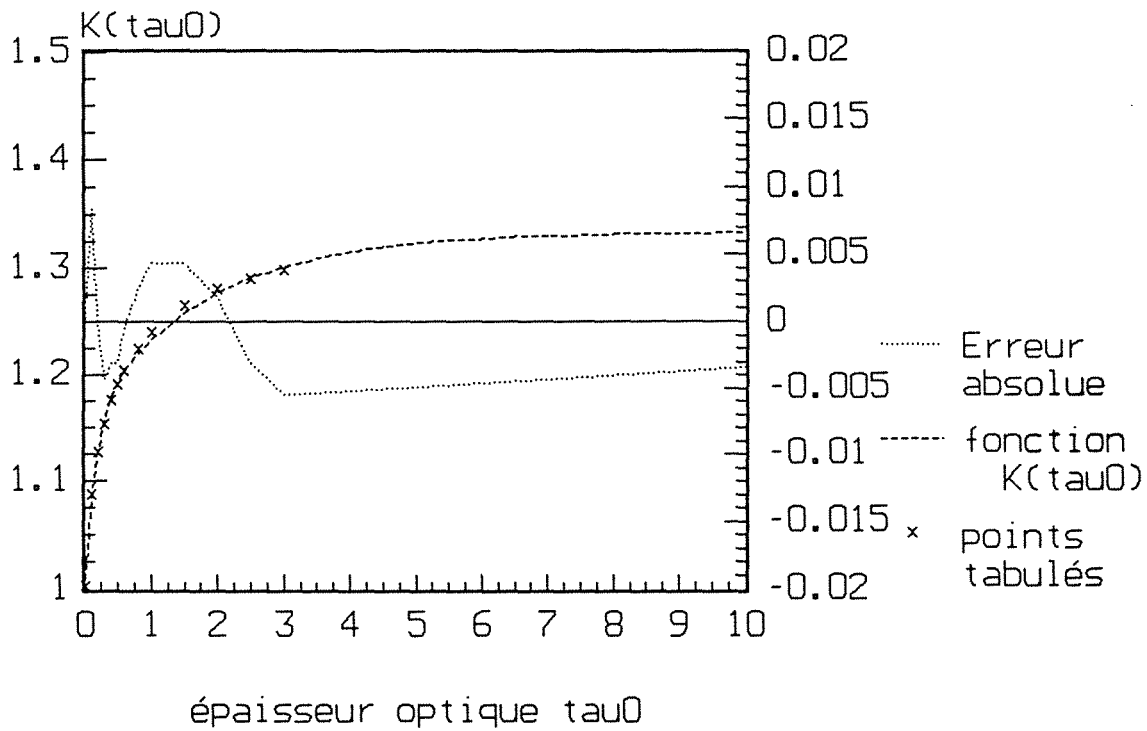
En identifiant les termes de l'équation (A.6.7) avec une expression de type $q_r = \lambda_r \frac{\Delta T}{e}$, on fait apparaître une conductivité radiative

$$\lambda_r = \frac{4n^2 \sigma T^3 e}{\left[\frac{1}{\epsilon_1} + \frac{1}{\epsilon_2} - 1 \right] + \left(\frac{1}{Q} - 1 \right)}$$

Notons que dans le cas de parois réfléchissantes, $\lambda_r = 0$.

En faisant intervenir $K = \frac{\tau_0}{\left(\frac{1}{Q} - 1 \right)}$,

$$\lambda_r = \frac{4n^2 \sigma T^3 e}{\left[\frac{1}{\epsilon_1} + \frac{1}{\epsilon_2} - 1 \right] + K \cdot \tau_0}$$



A partir d'un tableau de 13 valeurs donnant τ_0 en fonction de Q [1], on fait passer par ces points une courbe décrite par l'équation

$$K = \frac{4}{3} - a_1 \exp(-a_2 \cdot \tau_0) - \left(\frac{1}{3} - a_1 \right) \exp(a_3 \cdot \tau_0) \quad (\text{A.6.8})$$

Les trois coefficients a_1, a_2, a_3 sont optimisés par la méthode du simplex. on trouve:

$$a_1 = 0,175$$

$$a_2 = 0,56865$$

$$a_3 = -5,6114$$

Les points tabulés et la courbe $K(\tau_0)$ approximée par (A.6.8) sont représentés sur la figure ci-dessus.

[1] LAURIAT M.G., 1976

Transferts d'Énergie par Rayonnement Thermique.

Ecole d'été GUT, Perpignan, chapitre IV.

Mots clés: Milieu semi-transparent, verre float, diffusivité phonique, méthode "flash", couplage conduction/rayonnement, transfert de chaleur.

Résumé: La méthode flash est étendue à la gamme de températures 20°C-600°C. Appliquée aux milieux semi-transparentes (M.S.T), et couplée à une étude théorique du transfert combiné Conduction/Rayonnement, elle permet d'accéder directement à la mesure de la diffusivité phonique des verres. Pour cela, le rôle des conditions aux limites radiatives (noires ou réfléchissantes), de l'épaisseur de l'échantillon, du degré de semi-transparence du matériau (coefficient d'absorption) a été mis en évidence. Une étude expérimentale portant sur cinq verres à teneur en Fe_2O_3 différente, a confirmé les prédictions théoriques établies dans le cas du milieu gris. La prise en compte de la dépendance spectrale du coefficient d'absorption, par un modèle multi-bandes (milieu "non-gris"), reste sans influence sur la mesure de diffusivité phonique dans les cas indiqués. Nous proposons finalement une nouvelle expression de la conductivité phonique des verres flottés en fonction de la température.

Abstract: The flash method is extended to the 300K to 800K temperature range. Applied to semi-transparent media (S-T-M) and associated to a theoretical study of the coupled Conduction-Radiation 1-D transient heat transfer, it allows the direct measurement of the phonic diffusivity of glass. For this reason, the contribution of either the radiative boundary conditions (black or reflecting), the sample's thickness, or the degree of semi-transparency (absorption coefficient) has been underscored. An experimental study has been carried out on five different glasses of various Fe_2O_3 content and has confirmed the theoretical predictions yielded by simulations made in the case of the gray medium. The spectral dependance of the absorption coefficient ("non-gray" medium) has been taken into account through a multi-band model. It has no influence on the measurement of the phonic diffusivity in the prescribed conditions. Finally, we propose a new expression for the phonic conductivity of float glasses as a function of temperature.