

## Les propriétés thermiques des matériaux et les références métrologiques

### 1. Applications des propriétés thermiques de matériaux

Les applications de la connaissance des propriétés thermiques des matériaux, et donc de leurs mesures, couvrent la quasi-totalité de l'activité industrielle : génie des procédés de matériaux (modification des structures et des formes, production d'énergie électrique (centrales thermiques, combustion des matériaux), sidérurgie, métallurgie, génie climatique et bâtiment (production, stockage et isolation du chaud ou de froid), mécanique (résistance des matériaux soumis à des variations ou gradients de température), aérospatial et aéronautique (protection thermique), électronique (propriétés de conduction, protection des composants, capteurs nano- et microélectronique), agriculture et agroalimentaire (production et conservation des aliments, cuisson), environnement (imagerie thermique des sols et des mers), pharmacie (production et conservation), chimie et biologie (synthèse, réactions), médecine (diagnostic et soins), contrôle non destructif des produits (imagerie infrarouge)...

La connaissance des propriétés thermiques des matériaux permet de modéliser les transferts thermiques dans des systèmes complexes et de prédire leurs comportements thermiques. L'établissement du bilan thermique permet de dimensionner les systèmes d'évacuation de la chaleur (système climatique) ou les dispositifs d'isolation pour limiter les pertes d'énergie, de calculer au plus juste l'énergie à apporter à un système pour la transformation des matériaux, d'améliorer la qualité et la sécurité des produits par la maîtrise des processus de fabrication...

Les équations (expressions mathématiques des grandeurs physiques mises en jeu dans les phénomènes thermiques) reposent principalement sur le principe de la conservation de l'énergie appelée « bilan énergétique ».

Comme dans tous les domaines de la physique, pour résoudre un problème, il est essentiel d'en faire une analyse pratique qui conduira à des équations adaptées. Cette analyse permet aussi de poser des hypothèses simplificatrices afin de dégager des éléments sur l'influence de différents paramètres. Pour les échanges thermiques, il convient de s'interroger sur :

- le type de régimes (permanent ou instationnaire) de température ou de flux thermique ;
- les échanges aux frontières (entre les différents constituants du système étudié) et les équations qui en découlent ;
- les symétries du système.

La qualité de l'analyse pratique dépend souvent de l'expérience et des compétences des thermiciens mais, de plus en plus, les équations sont résolues de manière complètement analytique et la modélisation numérique est utilisée pour mettre en évidence l'influence des différents paramètres.

### 2. Transferts thermiques

La thermique est le domaine de la physique qui traite des échanges thermiques (transferts de quantité de chaleur), dans un système ou entre systèmes, qui entraînent ou non une transformation du matériau et, par ses applications, s'intéresse à la génération de l'énergie thermique (chauffage ou refroidissement), son stockage et sa transmission.

Dans toutes les mesures thermiques, la mesure de la température ( $T$ ) est une mesure de base.

La température est une grandeur d'état intensive et la thermodynamique la définit précisément ; elle traduit l'entropie d'un système. Elle est l'une des grandeurs qui caractérisent l'état d'un corps à l'équilibre thermodynamique et se mesure à l'échelle macroscopique. Dans son sens le plus commun, elle s'exprime en présence d'un grand nombre de particules car elle est générée par l'interaction des particules entre elles : par exemple, vibration des atomes dans les solides et agitation moléculaire dans les liquides et les gaz.

Les propriétés thermiques des matériaux régissent les échanges thermiques (transferts d'énergie thermique) qui se produisent dans un système nécessairement hors équilibre thermodynamique. En effet, ces transferts existent dès lors qu'il y a présence d'un écart de température ( $\Delta T$ ), entre deux zones dans un corps ou entre le corps et son environnement (le milieu ambiant). Cet écart de température génère alors un échange de chaleur afin d'atteindre l'équilibre thermodynamique du système global. Ces échanges thermiques peuvent être ou non accompagnés de transfert de masse ou de changement de phase (solide, liquide, gaz).

Les grandeurs considérées dans ces échanges sont la quantité de chaleur ( $Q$ ), dont la dimension est une énergie et est donc exprimée en joule (J), le flux de chaleur ( $\phi$ ) qui est la quantité de chaleur par unité de temps ( $t$ ) de la dimension d'une puissance et exprimé en watt (W), et la densité de flux de chaleur ( $\varphi$ ) qui est le flux par unité de surface ( $\frac{\phi}{S}$ ) et s'exprime en  $W \cdot m^{-2}$ .

Les types d'échanges thermiques sont classés en trois familles de phénomènes physiques : conduction, convection et rayonnement.

## 2.1. Conduction thermique

En présence d'un gradient de température, la conduction thermique se produit par contact, de proche en proche (d'atome à atome), et se traduit par une élévation de la température jusqu'à l'uniformisation de la température dans le système, sans déplacement de matière. Elle a lieu principalement dans les solides mais existe aussi dans les fluides à une moindre échelle.

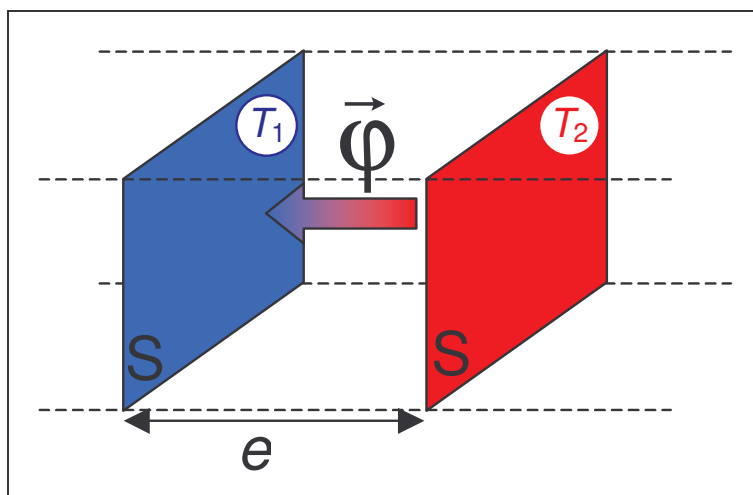
Ce type de transfert est largement dominant à l'intérieur des matériaux solides.

Joseph Fourier a développé une théorie analytique pour décrire la conduction de la chaleur dans les matériaux. On retient surtout la loi de Fourier :

$$\vec{\varphi} = -\lambda \cdot \text{grad} T$$

où  $T$  est la température locale et  $\lambda$  est la conductivité thermique du matériau.

Elle traduit par exemple que le flux de chaleur transféré, au travers d'une surface  $S$ , est proportionnel au gradient de température ( $T_2 > T_1$ ) sur l'épaisseur  $e$  considérée, à la surface et au temps, et que le transfert de chaleur s'effectue de la zone chaude vers la zone froide.



Transfert thermique entre deux surfaces respectivement à la température  $T_1$  et  $T_2$  ( $T_2 > T_1$ ).

Pour décrire de manière analytique les échanges par conduction, les thermiciens utilisent le premier principe de la thermodynamique sur la conservation de l'énergie en tout point qui conduit à l'équation de la chaleur sous sa forme générale :

$$\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} = \text{div}(\lambda \cdot \text{grad} T) + q,$$

où  $c_p$  est la capacité thermique massique à pression constante,  
 $\rho$  est la masse volumique du matériau considéré,  
 $\lambda$  est la conductivité thermique du matériau,  
 $q$  est l'apport de chaleur interne ;

et sous sa forme simplifiée (en l'absence d'apport de chaleur interne ( $q = 0$ ), pour un corps homogène et isotrope et pour un domaine de variation de température où la conductivité thermique reste constante) :

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\lambda}{\rho \cdot c_p} \nabla^2 T$$

## 2.2. Convection thermique

La convection thermique a lieu dans des fluides. En présence d'un gradient de température, dans un champ de pesanteur, la variation locale de la température modifie localement la masse volumique du matériau entraînant ainsi des mouvements du fluide. Cette convection est qualifiée de naturelle. Elle se produit dans les fluides qui ont un nombre de Rayleigh ( $Ra$ ) supérieur à une valeur critique, dépendant de la nature du fluide et des dimensions de l'enceinte contenant le fluide. Elle se produit au voisinage externe des parois solides d'un corps dans un environnement fluide dès lors qu'ils ne sont pas à la même température. Le flux de chaleur transmis entre le corps et son milieu ambiant est alors dépendant de deux grandeurs sans dimension : nombre de Grashof ( $Gr$ ) et nombre de Prandtl ( $Pr$ ). Lorsque  $Pr$  est grand (huiles par exemple), le transfert ne dépend que de  $Ra$  et lorsque  $Pr$  est faible (métaux liquides par exemple), le transfert dépend de  $(Ra \cdot Pr)$ . Si le nombre de Grashof est élevé, il existe une couche limite proche de la paroi dans laquelle les vitesses du fluide et les variations de température sont les plus grandes.

$$Gr \cdot Pr = Ra$$

Si le fluide est entraîné artificiellement, la convection est dite forcée.

Contrairement à la conduction, il y a ici déplacement de matière. Dans les fluides, la conduction et la convection se conjuguent. La convection contribue à augmenter la vitesse de transfert de la chaleur par rapport à la conduction seule. Dans le cas de convection forcée, le transport est d'autant plus rapide que la vitesse du fluide est grande. Pour établir le champ des vitesses du fluide et des températures, il est nécessaire de résoudre des équations qui régissent la mécanique des fluides : conservation de la masse, conservation de la quantité de mouvement (Navier-Stokes) et conservation de l'énergie.

## 2.3. Rayonnement thermique

Le rayonnement thermique est émis par tout corps dans tout milieu transparent au rayonnement émis. Ce type de transfert ne nécessite pas de matière comme support de propagation (il peut avoir lieu dans le vide). Il s'agit en effet d'un rayonnement électromagnétique. Ses caractéristiques dépendent de la température du corps émetteur et des caractéristiques physiques de la surface émettrice du corps. La propriété thermique du matériau qui conditionne l'émission est l'émissivité du matériau. Elle dépend de la nature du matériau, de l'état de la surface et des couches moléculaires proches de la surface. En pratique, elle dépend du traitement chimique et mécanique (usinage) de la surface mais également du traitement thermique subit par le matériau (peut modifier la microstructure de la surface).

Pour qualifier le rayonnement, il faut mesurer sa puissance mais aussi sa composante spectrale. Max Planck a approfondi la connaissance du phénomène du rayonnement (au-delà du seul rayonnement thermique) et a défini le corps noir comme un corps ayant un facteur d'absorption égal à 1 et un facteur de réflexion nul.

La loi de Stephan-Boltzmann décrit la proportionnalité entre la puissance émise par la surface d'un corps noir (luminance totale  $L$ ) et sa température  $T$  :

$$L = \sigma \cdot T^4,$$

où  $\sigma$  est la constante de Stephan-Boltzmann ( $\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-4}$ ).

## 2.4. Échanges entre un solide et le fluide qui l'entoure

Lorsqu'un solide (siège du phénomène de conduction) est en contact avec un fluide (siège du phénomène de convection et de rayonnement) ou le vide (rayonnement), la mise en équation des transferts thermiques est très complexes car tous les types de transfert interviennent et il faut prendre en compte des conditions aux limites (température et flux de chaleur).

Pour simplifier le problème thermique, les thermiciens ont introduit le coefficient d'échange  $h$ , exprimé en  $\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$ , qui traduit les échanges de la chaleur entre le solide et le fluide. La densité de flux de chaleur ( $\varphi_p$ ) à la surface externe du solide (direction normale) s'exprime alors en fonction de  $h$  et de la différence entre la température de la paroi ( $T_p$ , au point considéré de la surface) et la température moyenne du fluide ( $T_f$ ) :

$$\varphi_p = h(T_p - T_f)$$

$h$  est fondamental en thermique : il permet de simplifier les phénomènes extérieurs et de résoudre l'équation de la chaleur uniquement en s'intéressant aux phénomènes à l'intérieur du solide.

Le nombre de Biot ( $Bi$ ) est également défini pour caractériser la résistance au transfert thermique (rapport des résistances à l'intérieur du solide et à sa surface) :

$$Bi = \frac{h \cdot L}{\lambda},$$

où  $L$  est la longueur caractéristique du lieu d'échange (volume divisé par la surface).

$Bi$  est une grandeur sans dimension :

- Si  $Bi$  est supérieur à 1, cela signifie que la conduction à l'intérieur du solide est plus lente qu'à sa surface ;
- Si  $Bi$  est très inférieur à 1 (typiquement 0,1), la résistance interne est négligeable et la température du solide peut être considérée comme uniforme.

## 3. Propriétés thermiques des matériaux

Les propriétés thermiques des matériaux sont des grandeurs qui caractérisent le comportement des matériaux en présence d'un ou plusieurs types d'échange thermique.

Elles expriment le comportement du matériau soumis aux transferts stationnaires : conductivité thermique, résistance thermique, émissivité, ou des transferts dynamiques : diffusivité thermique et effusivité thermique.

Les propriétés régissant les transferts par conduction et convection sont aussi appelées « propriétés de transport » car elles sont liées à l'agitation des atomes et des molécules du milieu qui « transportent » la chaleur.

Les propriétés thermiques se rapportent aussi à la capacité du matériau à absorber de l'énergie thermique. Cette énergie thermique peut être absorbée pour élever la température du matériau ou pour le transformer (changement des propriétés physiques ou d'état du matériau) : capacité thermique, enthalpie de fusion (ou autre transformation), coefficient de dilatation thermique...

Toutes les propriétés thermiques des matériaux sont dépendantes de la nature du corps et de sa température. La mesure de ces propriétés est donc indissociable de la mesure de la température et de la connaissance de la nature du matériau (au moins de la connaissance de son caractère homogène et isotrope). Les valeurs de chaque propriété sont donc affichées en donnant la nature du matériau et la température de mesure ou la relation de la grandeur en fonction de la température.

### 3.1. Conductivité thermique ( $\lambda$ )

La conductivité thermique est le flux de chaleur traversant un matériau d'épaisseur un mètre, pour une différence de température de un kelvin entre les deux faces entrante et sortante. Elle s'exprime en  $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ . Sa valeur permet de quantifier le pouvoir du matériau à conduire la chaleur (en terme d'amplitude). Plus elle est faible, plus le matériau est isolant (conduction faible).

### 3.2. Résistance thermique ( $R$ )

La résistance thermique est utilisée pour quantifier le pouvoir isolant des matériaux pour une épaisseur donnée. Elle s'exprime en  $\text{m}^2\cdot\text{K}\cdot\text{W}^{-1}$ .

$$R = \frac{e}{\lambda} = \frac{\Delta T \cdot S}{\phi}$$

Une paroi est d'autant plus isolante que sa résistance thermique est élevée. Cette grandeur est particulièrement utilisée dans les applications d'isolation thermique.

### 3.3. Diffusivité thermique ( $a$ )

La diffusivité thermique est une propriété dynamique du matériau car elle intervient dans les transferts en régime transitoire de température. Elle caractérise l'aptitude d'un matériau à transmettre la chaleur (en terme de vitesse). Elle s'exprime en  $\text{m}^2\cdot\text{s}^{-1}$ .

Ce paramètre est directement contenu dans l'équation de la chaleur simplifiée, où :

$$a = \frac{\lambda}{\rho \cdot c_p}$$

### 3.4. Effusivité thermique ( $b$ )

L'effusivité thermique est la racine carrée du produit de la conductivité thermique  $\lambda$ , de la masse volumique  $\rho$  et de la capacité thermique massique  $c_p$  :

$$b = \sqrt{\lambda \cdot \rho \cdot c_p}$$

Elle s'exprime en  $\text{J}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{s}^{-1/2}$ . Sa valeur permet de quantifier l'aptitude d'un matériau à changer de température (plus ou moins rapidement) lorsqu'il reçoit un apport d'énergie thermique distribué de manière non uniforme (par exemple pour un cube, contact par une seule de ses faces à un autre corps à une température plus élevée). Deux phénomènes se conjuguent alors simultanément : l'énergie est absorbée localement en fonction de la capacité thermique du matériau et cette énergie est transférée aux régions voisines en fonction de la conductivité thermique du matériau.

Cette grandeur était appelée autrefois coefficient d'arrachement thermique.

La mesure se fait par des méthodes d'apport d'énergie par contact ou sans contact (énergie d'un rayonnement).

Un exemple d'application : la sensation de chaud ou de froid, ressentie lors du toucher d'un matériau, est directement liée à l'effusivité de ce matériau. Cela indique l'importance de cette grandeur pour toutes les applications nécessitant la prise en compte de la perception sensorielle d'un objet par le toucher.

### 3.5. Propriété radiative : l'émissivité ( $\epsilon$ )

L'émissivité d'un matériau (d'une surface) renseigne sur son aptitude à émettre un rayonnement. Elle s'exprime sous la forme du rapport entre la quantité d'énergie émise par la surface (luminance  $L$ ) et l'énergie émise par un corps noir (luminance  $L_0$ ) porté à la même température.

$$\epsilon = \frac{L}{L_0}$$

L'émissivité dépend de la longueur d'onde et de la direction de mesure du rayonnement. Si elle est mesurée pour une longueur d'onde (ou une bande étroite de longueurs d'onde), elle est qualifiée de « spectrale ( $\epsilon_\lambda$ ) » et si elle est mesurée pour une direction d'émission, elle est qualifiée de « directionnelle ( $\epsilon'$ ) ».

La loi de Kirchhoff établit que, si le rayonnement est d'origine purement thermique, l'émissivité est égale au facteur absorption. Cette propriété est utilisée pour les mesures de l'émissivité d'un matériau.

### 3.6. Capacité thermique ( $C$ )

La capacité thermique traduit l'aptitude du matériau à absorber une quantité de chaleur ( $Q$ ) et à s'échauffer (élévation de sa température) de  $\Delta T$  :

$$C = \frac{Q}{\Delta T}$$

Dans la pratique, et pour définir une propriété du matériau indépendante de sa masse ( $m$ ), on utilise la capacité thermique massique  $c$  qui s'exprime en  $J \cdot K^{-1} \cdot kg^{-1}$  :

$$c = \frac{C}{m}$$

Cette grandeur était anciennement appelée chaleur spécifique ou capacité calorifique.

Pour la mesurer, différents processus thermodynamiques peuvent être mis en œuvre ; les plus usuels sont l'échauffement du matériau à pression constante : mesure de  $C_p$  (capacité thermique à pression constante), et l'échauffement à volume constant : mesure de  $C_v$  (capacité thermique à volume constant). Ces deux grandeurs obtenues différemment sont reliées entre elles par le volume molaire  $V$ , le coefficient d'expansion volumique  $\alpha$  et le coefficient de compressibilité isotherme  $\beta$ , pour le matériau considéré à la température  $T$  :

$$C_p - C_v = \frac{\alpha^2 \cdot V \cdot T}{\beta}$$

### 3.7. Propriétés de transformation thermique : variations d'enthalpie

Lorsque l'énergie thermique absorbée sert à transformer le matériau (à température constante), il peut y avoir modification des propriétés mécaniques (en particulier, dilatation du matériau) ou changement d'état du matériau.

L'énergie thermique (quantité de chaleur) nécessaire à la transformation d'une unité de masse du matériau est la variation d'enthalpie ( $\Delta H$ ) du système considéré ( $H = U + P \cdot V$ , avec  $U$  énergie interne du système,  $P$  la pression et  $V$  le volume).

$\Delta H$  est nommée couramment « enthalpie de fusion » lorsque le matériau passe de l'état solide à l'état liquide, « enthalpie de vaporisation » lorsque le matériau passe de l'état liquide à l'état gazeux et « enthalpie de sublimation » lorsque le matériau passe de l'état solide à l'état gazeux. Cette variation d'enthalpie était aussi appelée chaleur latente (de fusion...). Sa dimension est une énergie et son unité est le joule (J).

Cette grandeur mesurée est bien une propriété thermique du matériau car elle est directement fonction de la nature du matériau.



### 3.8. Propriété de combustion : pouvoir calorifique

Le pouvoir calorifique d'une unité de volume ou de masse d'un combustible est la quantité de chaleur dégagée (émise) lors sa combustion complète à température et pression constantes.

En particulier pour les gaz, on définit le pouvoir calorifique supérieur (*PCS*) d'un gaz qui est la quantité de chaleur produite pour une unité de volume (à la pression de  $10^5$  Pa) à une température constante lorsque toute la quantité d'eau formée pendant la combustion est sous forme liquide à la température de mesure. Si l'eau formée est à l'état gazeux, on parle de pouvoir calorifique inférieur (*PCI*). La différence entre le *PCS* et le *PCI* est l'enthalpie de vaporisation du volume d'eau formé pendant la combustion. L'unité du *PCS* et du *PCI* est  $\text{J}\cdot\text{m}^{-3}$  ou  $\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}$ .

Le pouvoir calorifique peut être mesuré de deux façons :

- par méthode directe où l'on mesure la quantité de chaleur fournie par le combustible lors de sa combustion à l'aide d'un calorimètre ;
- par méthode indirecte où l'on mesure une autre propriété physique du combustible et l'on calcule ensuite le pouvoir calorifique. Par exemple pour les gaz, cette méthode consiste à analyser la composition du gaz combustible et à calculer le *PCS* à partir du pouvoir calorifique de chacun des constituants (en se référant à une norme).

La mesure du *PCS* des combustibles (en particulier celui du gaz) est une nécessité économique car les gaz, d'origine fossile ou non, doivent être vendus à un prix fonction de sa valeur calorifique et non fonction du volume. Compte tenu des volumes délivrés, l'incertitude sur la mesure du *PCS* revêt une importance loin d'être négligeable.

## 4. Références métrologiques

D'une manière générale, les références sont les matérialisations des unités de mesure telles que définies dans le Système international d'unités (SI). Les instituts nationaux de métrologie cherchent donc à mettre en place des références qui sont, soit un matériel qui génère une valeur de la grandeur, soit un banc de mesure absolue de cette grandeur. Le métrologue s'attache à toujours associer à la valeur de la grandeur, une incertitude de matérialisation ou de mesure. Dans la pratique, pour certaines grandeurs, il est nécessaire de passer par une échelle de valeurs de la grandeur (cas de la température avec l'Échelle internationale de température de 1990 – EIT-90), de définir des méthodes de mesure de référence (cas de la chimie analytique) et de qualifier des matériaux qui portent intrinsèquement une valeur de la grandeur. Ces références sont ensuite transférées vers les utilisateurs pour assurer une cohérence des mesures partout où elles sont pratiquées et avec n'importe quel type d'instrument de mesure. Ces opérations sont des étalonnages d'instruments de mesures (en général) mais aussi de matériaux de référence (moyen de transfert de la grandeur considérée).

Dans le cas des mesures des propriétés thermiques, la plupart des instruments utilisés couramment (dans l'industrie) n'effectuent que des mesures relatives : ils nécessitent un matériau de référence pour les étalonner ou effectuer une mesure par comparaison. Les laboratoires nationaux de métrologie, qui fournissent ces matériaux de référence, ont du développer des bancs de mesure complexes qui permettent de faire des mesures absolues sur des matériaux choisis pour leur stabilité dans le temps et leurs propriétés thermiques correspondant aux besoins des industriels.

Ces bancs nécessitent un développement rigoureux où chaque élément du banc doit être choisi et qualifié car il est susceptible d'avoir une influence sur la valeur de la mesure (il est pris en compte dans l'incertitude de mesure finale). Les mesures effectuées dans ces laboratoires sont régulièrement comparées entre elles et permettent d'élaborer des stocks de matériaux de référence ou d'établir des tables de valeurs pour certaines grandeurs et matériaux avec mention des conditions de mesure utilisables pour le calcul d'autres grandeurs qui leur sont liées.

## 5. Bancs de mesure de référence au LNE

Dans cette partie, les principaux bancs de mesure de référence du LNE sont décrits en termes de méthodes et principes de mesure utilisés, de domaines de mesures (température et grandeur considérée) et de types de matériau qu'il est possible de caractériser.

### 5.1. Conductivité thermique

La méthode de la plaque chaude gardée est la méthode la plus utilisée pour les faibles conductivités thermiques (inférieures à 1) c'est-à-dire pour les matériaux solides isolants. Les mesures se font dans des conditions stationnaires de température (en régime permanent).

Cette méthode est mise en œuvre pour le banc de mesure de référence du LNE dédié aux mesures sur les isolants du bâtiment (très souvent des matériaux fibreux ou alvéolaires utilisés autour de la température ambiante).

L'échantillon se présente sous forme de deux plaques identiques d'épaisseur  $e$  et de grande surface  $S$  (préalablement déterminées par des mesures dimensionnelles). Un flux de chaleur  $\varphi$  unidirectionnel est généré par effet Joule dans un conducteur électrique inséré dans la plaque chaude placée entre les deux plaques d'échantillon car les plaques échantillons sont encadrées chacune par une plaque froide. Le flux thermique traversant les plaques échantillons est donc divisé en deux parties ( $\varphi/2$ ). Les températures des plaques chaude et froides sont mesurées à l'aide de couples thermoélectriques et permettent de déterminer le gradient de température  $\Delta T$ .

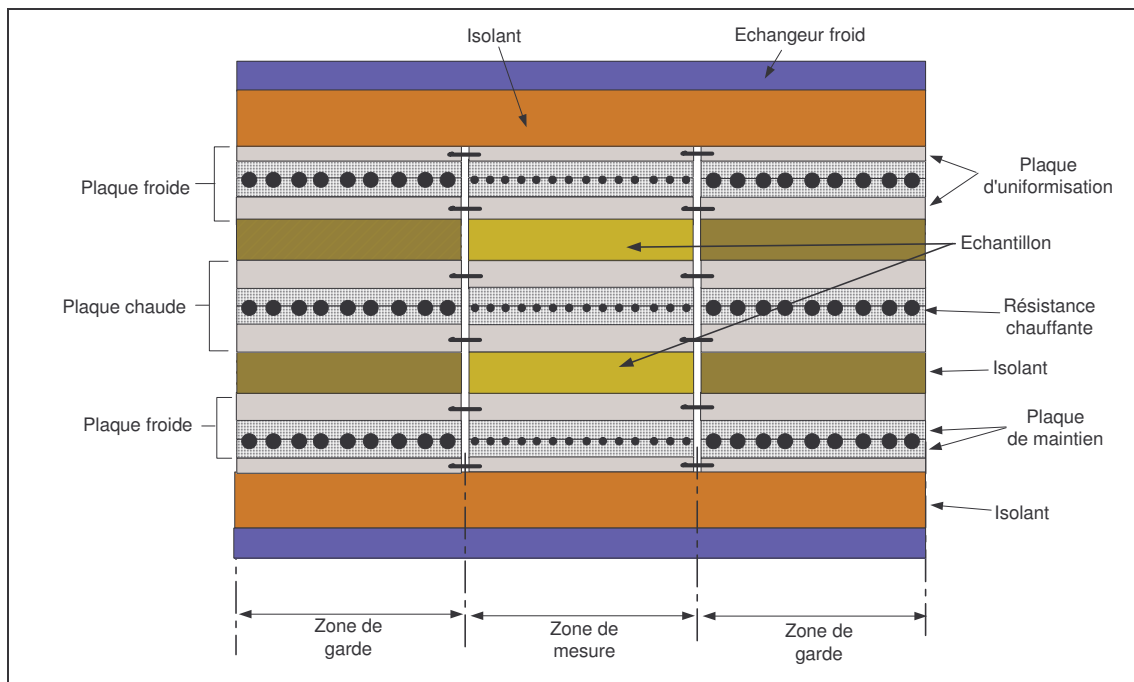
La conductivité thermique est déterminée à partir de la relation :

$$\lambda = \frac{\varphi \cdot e}{2 \cdot S \cdot \Delta T}$$

L'épaisseur  $e$  considérée est la valeur moyenne des deux épaisseurs et la température de mesure de la conductivité thermique est considérée comme étant la valeur moyenne des températures des plaques chaude et froide. Le banc est conçu pour des éprouvettes de surface de l'ordre de 610 mm × 610 mm et d'épaisseur variable entre 20 mm et 160 mm.

Ce banc de mesure est adapté aux matériaux isolants, conductivité thermique située entre  $0,015 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  et  $1,5 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  et permet des mesures de conductivité thermique à des températures situées entre  $-10^\circ\text{C}$  et  $60^\circ\text{C}$ . L'incertitude relative de mesure avec ce banc est comprise entre de 0,5 % à 2 % ( $k=2$ ), dépendant de l'épaisseur de l'éprouvette et de la conductivité thermique du matériau.





*Schéma de l'empilage de type plaque chaude gardée pour la mesure de la conductivité thermique.*

Un autre banc a été réalisé pour élargir la gamme des conductivités thermiques et des températures de mesure. Ce banc, de même type que le premier mais pour des surfaces d'éprouvettes plus petites, doit permettre, dans un premier temps, la mesure de conductivités thermiques moyennes comprises entre  $0,2 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  et  $10 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  (polymères, verres, céramiques), pour des températures comprises entre  $50 \text{ }^\circ\text{C}$  et  $200 \text{ }^\circ\text{C}$ , et jusqu'à  $500 \text{ }^\circ\text{C}$  ensuite. L'incertitude relative espérée sur la mesure de la conductivité thermique est de 1 % à 5 %.

## 5.2. Diffusivité thermique

La mesure s'effectue par une méthode en régime transitoire de température. La méthode est dite « flash » car l'apport d'énergie thermique est effectué par une impulsion optique (laser) sur l'une des faces de l'échantillon. Le flux de chaleur généré se propage dans l'échantillon et l'évolution de la température dans le temps (thermogramme) est mesurée, soit sur la face arrière, soit sur la face avant, à l'aide d'un détecteur de rayonnement (photodiode infrarouge HgCdTe ou InSb). L'échantillon est dans un four à température variable dont la température est maintenue constante pendant toute la durée de la mesure de la diffusivité thermique.

La détermination de la diffusivité thermique est réalisée par identification du thermogramme expérimental à un modèle théorique à deux paramètres : diffusivité thermique et nombre de Biot (représentant les échanges thermiques entre l'éprouvette et son environnement). Ce modèle analytique est obtenu en résolvant l'équation de la chaleur simplifiée pour les matériaux opaques, homogènes et isotropes. La méthode d'identification repose sur la détermination et l'identification des moments temporels partiels d'ordre 0 et  $-1$  des thermogrammes expérimental et théorique.

Actuellement, le banc est équipé de deux fours permettant les mesures de la diffusivité thermique respectivement de  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  à  $800 \text{ }^\circ\text{C}$  et de  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  à  $1400 \text{ }^\circ\text{C}$  et il est déjà envisagé d'étendre les possibilités de mesure jusqu'à  $2000 \text{ }^\circ\text{C}$ .

Les mesures se font sur des éprouvettes cylindriques dont le diamètre est de l'ordre de  $10 \text{ mm}$  et l'épaisseur est située entre  $1 \text{ mm}$  et  $5 \text{ mm}$ .

La méthode en face arrière permet les mesures sur des éprouvettes homogènes tandis que la méthode en face avant permet des mesures sur des échantillons constitués d'un revêtement (fine couche) déposé sur un substrat homogène (couche épaisse).

L'incertitude relative de mesure de la diffusivité thermique avec ce dispositif se situe entre 3 % et 6 % ( $k = 2$ ), en fonction du matériau étudié et de la température de mesure (entre 20 °C et 1 400 °C).

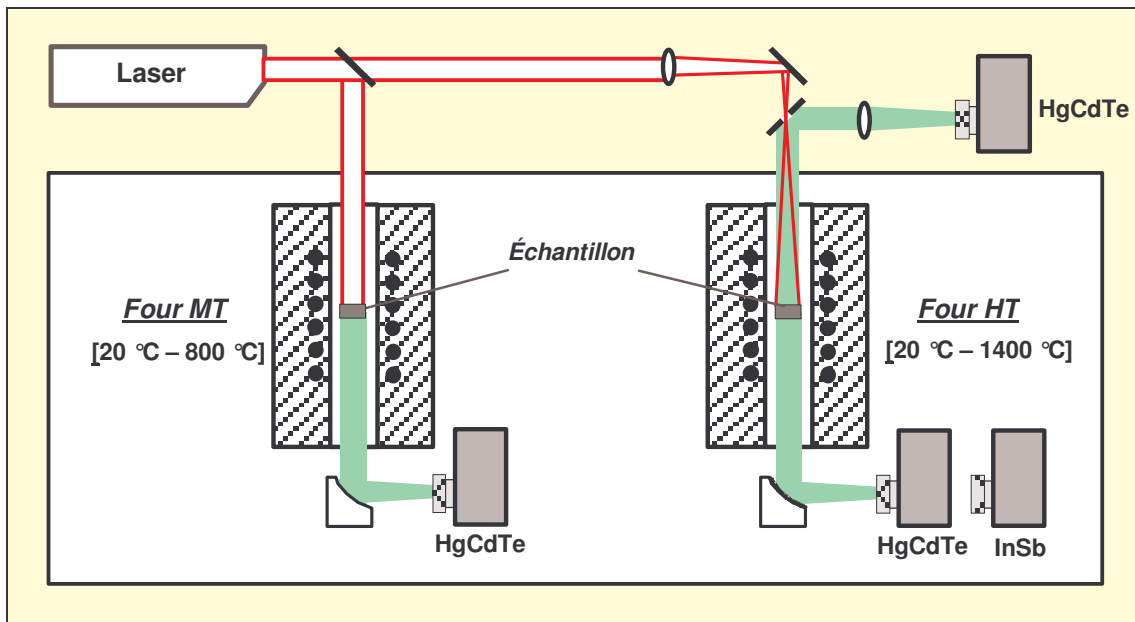
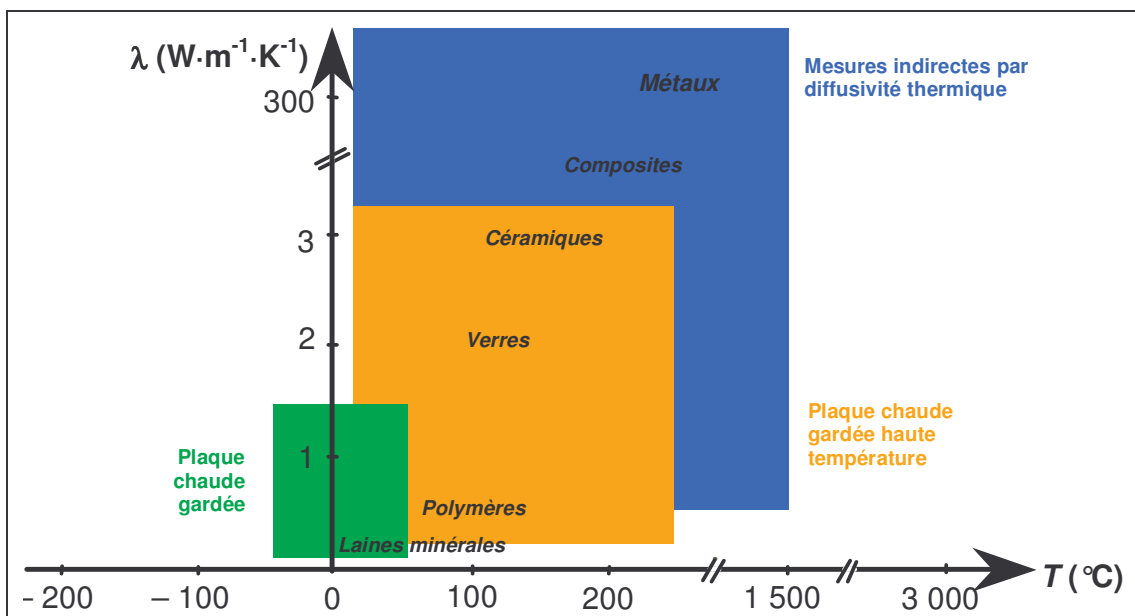


Schéma du banc de mesure de la diffusivité thermique par méthode « flash ».

Les propriétés thermiques étant liées par la relation  $\lambda = \rho \cdot a \cdot c_p$ , il est possible d'accéder indirectement à la conductivité thermique  $\lambda$  à partir de la diffusivité thermique  $a$ . Cela se fait pour les matériaux de conductivité thermique moyenne à haute. Par ailleurs un banc est en cours de développement pour les mesures sur les liquides/gels.

Le schéma ci-dessus résume les possibilités de mesure de la conductivité thermique au LNE. Il présente les différentes méthodes, les températures de mesure et les domaines de conductivité thermique et les types de matériaux.



Différentes possibilités de mesure de la conductivité thermique du LNE.

### 5.3. Dilatation linéique

Le coefficient de dilatation thermique linéique  $\alpha_l$  traduit l'allongement ( $\Delta l$ ) du matériau (dans une dimension) en fonction de la température, par rapport à une longueur de référence  $l_0$  prise à la température de référence (généralement 23 °C). Si l'on considère le volume, on parle de coefficient de dilatation (ou d'expansion) thermique volumique  $\alpha_v$  et, pour un matériau isotrope,  $\alpha_v = 3 \alpha_l$ .

Cette grandeur est prise en compte en particulier dans la détermination de la diffusivité thermique pour déterminer la valeur de l'épaisseur de matériau à la température de mesure (variation due à la dilatation du matériau), car la mesure dimensionnelle de l'éprouvette est faite initialement à température ambiante.

Le LNE dispose de trois bancs de mesure (dilatomètres à poussoir) pour couvrir une large gamme de températures (de -150 °C à 2 000 °C). La mesure s'effectue en comparant l'allongement d'une éprouvette placée dans un four à température variable par rapport à celui d'un matériau de référence (quartz, borosilicate, tungstène) dont le coefficient de dilatation est connu.

### 5.4. Capacité thermique des solides

Le principe du banc de référence du LNE est celui d'un calorimètre à chute. C'est une mesure indirecte de  $c_p$  par la mesure absolue du flux de chaleur fournie ou absorbée par l'échantillon, de masse  $m$ , pour équilibrer sa température avec le milieu ambiant lors d'une variation de température de ce milieu. Cette mesure se fait à l'aide d'un fluxmètre de type « Calvet ».

La température de l'échantillon est initialement à une température stable  $T_0$  inférieure à la température  $T_f$  finale (celle du four dans lequel l'échantillon tombe). Il se produit alors des échanges de chaleur vers l'échantillon pour uniformiser sa température avec celle du four. La mesure du flux est différentielle entre les deux tubes du four (avec et sans l'échantillon). Pour étalonner le fluxmètre, un dispositif électrique de chauffage par effet Joule a été construit et est inséré à la place de l'échantillon. La variation d'enthalpie est l'intégration du signal délivré par le calorimètre sur toute la durée de la variation de température de l'échantillon.  $T_f$  est la température à laquelle la variation d'enthalpie est mesurée.

Chaque mesure fournit donc l'enthalpie d'échauffement ( $\Delta H_{T_0}^{T_f}$ ) du matériau à une température. La mesure est reproduite pour différentes températures afin de déduire la fonction liant la variation de l'enthalpie à la température du matériau étudié. La dérivée de cette fonction donne la capacité thermique massique du matériau en fonction de la température ( $\Delta H_{T_0}^{T_f}(T)$ ) :

$$C_p(T) = \frac{1}{m} \times \left( \frac{\partial \Delta H_{T_0}^{T_f}(T)}{\partial T} \right)$$

Ce dispositif, en cours de caractérisation, permettra les mesures de capacité thermique massique de matériaux solides entre 100 °C et 1 000 °C avec une incertitude relative inférieure à 0,5 % ( $k = 2$ ).

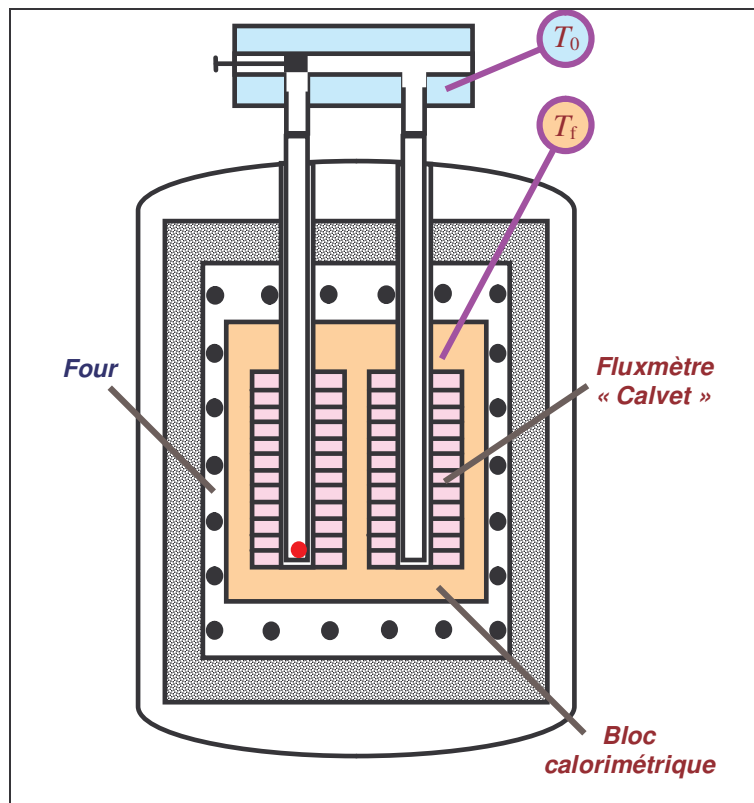


Schéma du calorimètre à chute pour la mesure de la capacité thermique des solides.

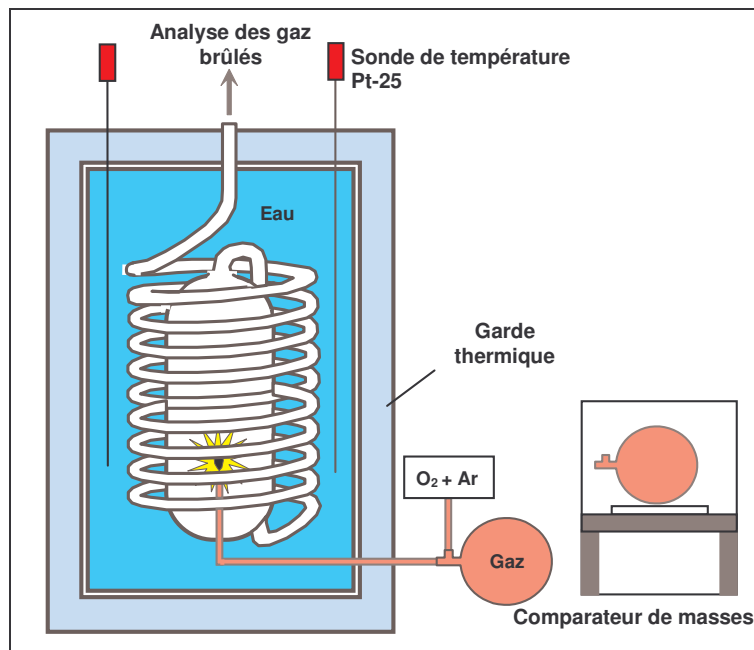
Ce banc permet de déterminer la capacité thermique massique de matériaux solides qui servent ensuite de référence dans les calorimètres différentiels (de type DSC). Le LNE dispose de plusieurs calorimètres DSC qui permettent de mesurer la capacité des matériaux entre  $-100\text{ °C}$  et  $800\text{ °C}$  avec une incertitude relative de  $3\%$  ( $k = 2$ ).

### 5.5. Pouvoir calorifique d'un gaz

Le calorimètre développé par le LNE est un calorimètre isopérobolique : l'enceinte externe est maintenue à température constante ( $25\text{ °C}$ ). La combustion se produit à l'intérieur d'une cellule et la chaleur dégagée lors de la combustion est transférée à de l'eau. La mesure de l'élévation de la température de l'eau permet de calculer le *PCS* du gaz brûlé.

En pratique, le brûleur et l'échangeur de chaleur sont en verre et sont placés dans le bain d'eau. La capacité thermique du calorimètre est mesurée en utilisant une résistance électrique placée autour du brûleur qui produit une chaleur par effet Joule (déterminée par des mesures électriques). Le gaz combustible est placé dans une sphère qui est pesée avant et après la combustion pour déterminer la quantité de gaz soumis à combustion. La température de l'eau est mesurée par une thermistance placée dans le bain ; la thermistance est étalonnée directement *in situ* par comparaison à un thermomètre à résistance de platine étalonné dans l'EIT-90. Les produits de combustion circulent dans un échangeur avant de sortir du calorimètre pour être analysés (en quantité et en nature). Ces produits rejetés sont des gaz imbrûlés et sont pris en compte pour effectuer des corrections au résultat de mesure.

Le banc a été construit pour la mesure du *PCS* du gaz naturel et il a déjà été qualifié pour le méthane pur.



*Schéma du calorimètre isopéribolique pour la mesure du PCS des gaz.*

L'étude se poursuit avec des mesures sur les autres constituants du gaz naturel. Dans un proche avenir, l'équipement va être modifié pour permettre la mesure du pouvoir calorifique des gaz non fossiles (d'origine biologique).

## 5.6. Émissivité

Le LNE dispose de plusieurs bancs de mesure de l'émissivité qui se différencient par la nature du matériau et la taille de l'échantillon, la température de mesure et le principe de mesure qui donne accès directement ou indirectement à la grandeur émissivité.

### 5.6.1. Émissivité directionnelle spectrale à basse température

Le principe est la mesure du facteur de réflexion spectral hémisphérique directionnel  $\rho'_\lambda$  (le rayonnement incident sur l'échantillon est directionnel et monochromatique et la réflexion est mesurée dans le demi-espace avant de l'échantillon).

L'émissivité est l'émissivité directionnelle spectrale ( $\epsilon'_\lambda$ ) et est calculée par la relation :

$$\boxed{\epsilon'_\lambda = 1 - \rho'_\lambda}$$

Le détecteur (pyroélectrique) mesure alternativement le faisceau incident direct dans une direction et la réflexion de l'échantillon dans la demi-sphère avant (renvoyée par un jeu de miroirs en position hémisphérique).

Ce banc permet les mesures sur des solides entre 23 °C et 120 °C pour des rayonnements infrarouge entre 0,8  $\mu\text{m}$  et 14  $\mu\text{m}$  (la source est soit une lampe soit un corps noir) pour 5 directions incidentes entre 10° et 60°. L'échantillon est un disque de diamètre compris entre 15 mm et 20 mm avec une épaisseur inférieure à 10 mm.

Ce banc permet de mesurer le facteur de réflexion directionnel spectral avec une incertitude ( $k = 2$ ) de 0,02 à 0,045 et indirectement l'émissivité directionnelle spectrale avec une incertitude de 0,03 (longueurs d'onde inférieures à 10  $\mu\text{m}$ ) et 0,04 (pour les longueurs d'onde supérieures à 10  $\mu\text{m}$ ).

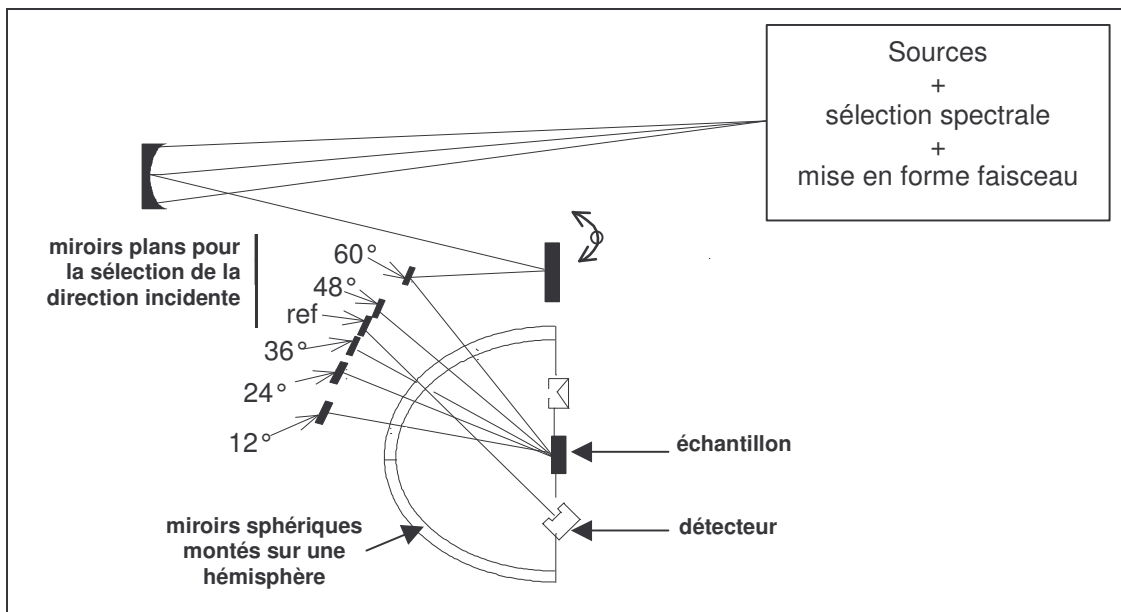


Schéma de principe du banc de mesure de l'émissivité directionnelle spectrale à basse température.

Afin d'étendre les possibilités de mesures aux matériaux liquides, d'augmenter le domaine des longueurs d'onde de mesure et d'effectuer les mesures plus rapidement, un autre banc complémentaire a été développé en utilisant un spectromètre à transformée de Fourier pour la détection. La direction de mesure est, pour l'instant, proche de la normale et le domaine de longueurs d'onde s'étend entre  $2,5\ \mu\text{m}$  et  $17\ \mu\text{m}$ . Ce banc permet d'obtenir une émissivité spectrale avec une résolution spectrale plus fine. En effet certains matériaux ont des fortes variations de leur émissivité dans ce domaine spectral et le premier banc ne permettait pas de les mettre en évidence. Ce banc fonctionne à température ambiante. Les applications sont la détection infrarouge (imagerie) par satellite ou imagerie aérienne des objets ou des sols afin d'en déduire leur nature. La signature spectrale étant essentielle, elle nécessite la connaissance de l'émissivité des matériaux émetteurs avec une bonne résolution spectrale.

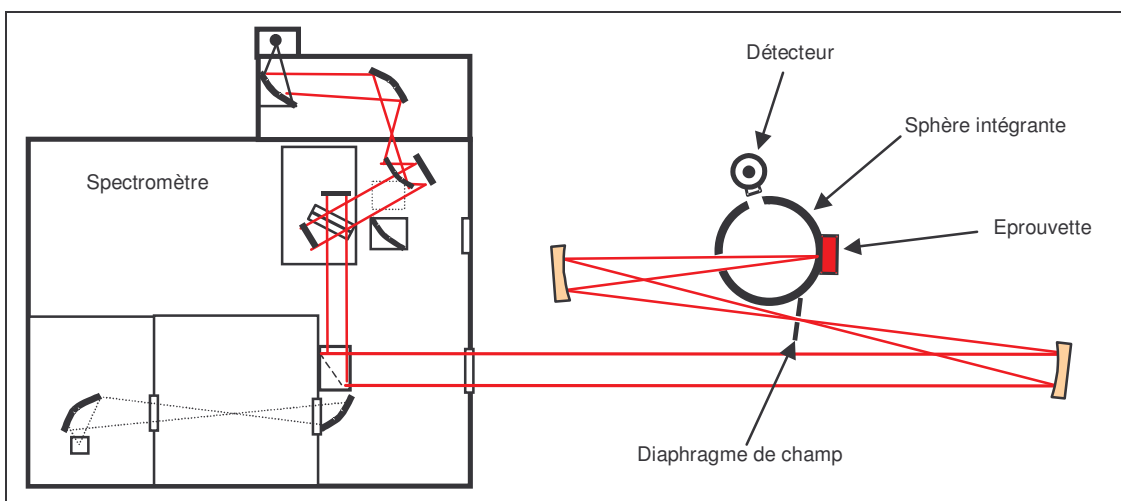


Schéma de principe du banc de mesure de l'émissivité normale spectrale à température ambiante.



### 5.6.2. Émissivité normale spectrale à haute température

Ce banc est basé sur le principe de la définition théorique de l'émissivité : rapport des luminances du corps étudié et d'un corps noir, tous deux étant portés à la même température de mesure.

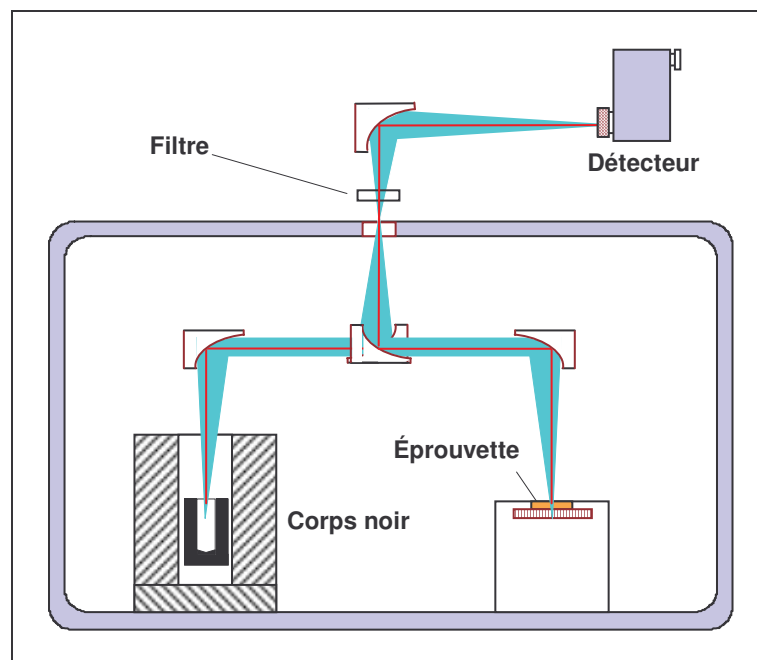
La mesure du rayonnement émis (échantillon et corps noir) se fait dans la direction normale à la surface. Et la détection se fait à l'aide d'un spectroradiomètre qui permet de sélectionner la longueur d'onde de mesure entre 2,5  $\mu\text{m}$  et 13  $\mu\text{m}$ . La grandeur mesurée est donc l'émissivité normale spectrale.

L'échantillon est chauffé par une résistance électrique. Sa géométrie est un disque de diamètre 30 mm et d'épaisseur 10 mm. La température de surface de l'échantillon est calculée par extrapolation de mesures effectuées par des thermocouples insérés à différentes distances de la surface dans l'éprouvette. La gamme des températures de mesure s'étend de 200  $^{\circ}\text{C}$  à 800  $^{\circ}\text{C}$ .

La détection des signaux radiométriques émis respectivement par l'échantillon et le corps noir se fait par un spectroradiomètre qui permet de sélectionner les longueurs d'onde entre 2,5  $\mu\text{m}$  et 13  $\mu\text{m}$ .

Cette méthode ne fonctionne qu'avec des matériaux solides ayant une grande conductivité thermique. Les matériaux émissifs sont placés dans une enceinte étanche qui permet d'effectuer les mesures dans le vide ou sous atmosphère contrôlée.

L'incertitude relative de mesure de l'émissivité obtenue avec ce banc est située entre 1 % et 4 %, pour des émissivités supérieures à 0,7 et des températures supérieures à 250  $^{\circ}\text{C}$ .



*Schéma de principe du banc de mesure de l'émissivité normale spectrale à haute température.*

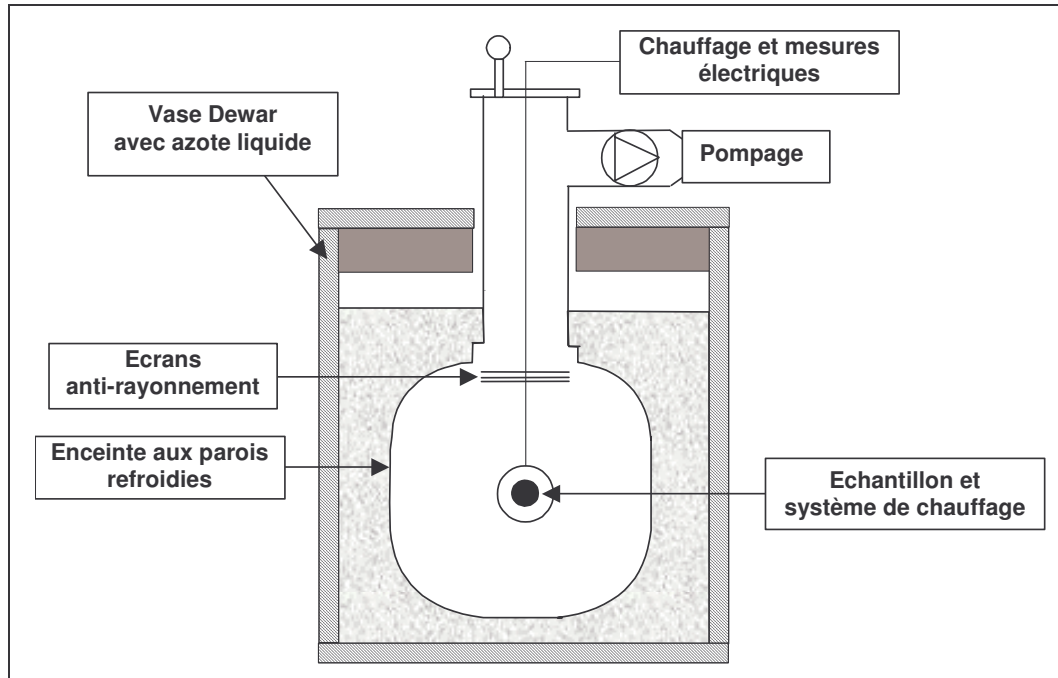
### 5.6.3. Émissivité totale hémisphérique

Ce banc permet la mesure de la densité du flux total émise par la surface d'un élément de matériau (dans toutes les directions et pour toutes les longueurs d'onde). Et l'émissivité totale du matériau est calculée en faisant le rapport de ce flux à celui du corps noir porté à la même température. Or le flux total émis par un corps noir est directement proportionnel à sa température ( $L = \sigma \cdot T^4$ ).

L'échantillon est suspendu dans une enceinte sous vide (environ  $10^{-3}$  Pa) dont les parois sont noires et à une température uniforme basse (température de l'azote liquide). L'échantillon est constitué de deux disques identiques du matériau à étudier placés au centre d'un disque de garde. La température de la surface de l'échantillon est déduite de la mesure par un thermocouple inséré dans les disques. Et le flux nécessaire pour élever la température de la surface est déduit des

mesures de la puissance électrique circulant dans la résistance chauffante de l'échantillon lorsque la température est stable (après environ quatre heures de stabilisation).

L'émissivité peut être mesurée entre  $-20\text{ °C}$  et  $200\text{ °C}$  pour des matériaux ayant une conductivité thermique supérieure à  $0,2\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ . Il faut usiner deux disques identiques de diamètre 62 mm et d'épaisseur 10 mm. L'incertitude relative de mesure de l'émissivité totale avec ce banc varie entre 1 % et 2 % en fonction de la température et de la conductivité thermique du matériau.



*Schéma de principe du banc de mesure de l'émissivité totale à basse température.*

### 5.7. Développements : extension des possibilités de mesure

Le besoin de connaître, avec la plus grande exactitude, les propriétés thermiques des matériaux évolue avec les nouveaux matériaux utilisés dans l'industrie et leurs domaines de température, et avec la nécessité de maîtriser les rendements de production et de réduire les pertes, notamment pour des raisons économiques (économie d'énergie, amélioration du rendement de production des centrales de production d'énergie, réduction des rebus lors de la fabrication des produits, limitation de l'usure des pièces mécaniques en frottement, augmentation de la durée de vie optimisation du fonctionnement des composants électroniques...).

Des progrès technologiques ont été réalisés grâce à la modélisation des échanges thermiques qui permet de prédire et de prendre en compte les phénomènes thermiques dès la conception des machines. Cela nécessite de disposer des valeurs des propriétés thermophysiques des matériaux avec une incertitude de mesure. Les développements en cours et futurs au LNE concernent donc le type de matériau (composites, couches minces, semi-transparentes, liquides, gels), les dimensions des éprouvettes de mesure et la température de mesure qui doit être proche de celle de l'utilisation du matériau et qui s'étend de plus en plus vers les conditions extrêmes (inférieures à  $20\text{ °C}$  et supérieures à  $1\ 000\text{ °C}$  jusqu'à  $2\ 000\text{ °C}$ ).

**décembre 2010,  
Françoise Le Frious,  
LNE/DRST**

## Pour en savoir plus :

### Conductivité thermique et diffusivité thermique

Hay B., Barré S., Filtz J.-R., Jurion M., Rochais D et Sollet P., "New apparatus for thermal diffusivity and specific heat measurements at very high temperature", *Int. J. Thermophysics*, **27**, 6, 2006, 1803-1815.

Hay B., Filtz J.-R. et Batsale J.-Ch., « Mesure de la diffusivité thermique par méthode flash », *Techniques de l'ingénieur*, Mesures et Contrôle, R 2 955, 2004.

Hay B., Filtz J.-R., Hameury J., Davee G., Rongione L. et Enouf O., "Thermal-diffusivity measurement of ceramic coatings at high temperature using "front-face" and "rear-face" laser flash methods", *Int. J. Thermophysics*, **30**, 4, 2009, 1270-1282.

Hay B., Filtz J.-R., Hameury J. et Rongione L., « Estimation de l'incertitude de mesure de la diffusivité thermique par méthode flash - Application à cinq matériaux homogènes », *Revue française de métrologie*, **14**, 2008, 3-11.

Hay B., Rongione L., Filtz J.-R. et Hameury J., "A new reference material for high-temperature thermal transport properties – LNE participation in the certification process of Pyroceram 9606", *High Temp.-High Press.*, **37**, 1, 2008, 13-20.

### Calorimétrie

Legendre B., De Girolamo D., L. Parlouër P. et Hay B., « Détermination des capacités thermiques en fonction de la température par calorimétrie à chute », *Revue française de métrologie*, **5**, 2006, 23-30.

Haloua F., Hay B. et Filtz J.-R., "New French reference calorimeter for gas calorific value measurements", *J. Thermal Analysis and Calorimetry*, **97**, 2, 2009, 673-678.

Villiermaux C., Haloua F., Zarea M., Hay B. et Filtz J.-R., « Modélisation du comportement thermique d'un calorimètre de référence pour la mesure du pouvoir calorifique des gaz », *Revue française de métrologie*, **17**, 2009, 29-34.

### Emissivité

Hameury J., Hay B. et Filtz J.-R., "Measurement of total hemispherical emissivity using a calorimetric technique", *International Journal of Thermophysics*, **28**, 6, 2007, 1607-1620.

### Propriétés thermiques des matériaux

Hay B., Hameury J., Filtz J.-R., Haloua F. et Morice R., "The metrological platform of LNE for measuring thermophysical properties of materials", *H. Temperature.-H. Pressure*, **39**, 2010, 181-208.