



B. HAY

Estimation de l'incertitude de mesure de la diffusivité thermique par méthode flash - Application à cinq matériaux homogènes

Uncertainty assessment of thermal diffusivity measurements by flash method - Application to five homogeneous materials

Bruno HAY, Jean-Rémy FILTZ, Jacques HAMEURY et Lydia RONGIONE

Laboratoire national de métrologie et d'essais (LNE), 29 Avenue Roger Hennequin, 78197 Trappes Cedex, France, bruno.hay@lne.fr.

Résumé

Le LNE dispose d'une installation de référence pour la mesure de la diffusivité thermique basée sur la méthode « flash ». Cette caractéristique est déterminée par identification du thermogramme expérimental à un thermogramme théorique selon la méthode des moments temporels partiels. L'évaluation détaillée des composantes de l'incertitude de mesure de la diffusivité thermique est décrite dans ce document pour quelques matériaux homogènes, isotropes et opaques sur le domaine des températures comprises entre 20 °C et 1 400 °C. Cette étude montre qu'il est difficile d'effectuer des mesures de diffusivité thermique avec une incertitude inférieure à 3 % en utilisant cette méthode. Des mesures réalisées sur cinq matériaux différents illustrent cette démarche.

MOTS CLÉS : DIFFUSIVITÉ THERMIQUE, INCERTITUDE, MÉTHODE FLASH.

Abstract

LNE has developed a reference bench for thermal diffusivity measurement based on the "flash" method. This characteristic is determined by identifying the experimental thermogram to a theoretical one according to the "partial temporal moment method". The detailed evaluation of uncertainty components of thermal diffusivity measurement is described in this document for some homogeneous, isotropic and opaque materials on the temperature range [20 °C – 1400 °C]. This study shows that it is difficult to carry out measurements with an uncertainty lower than 3 % using this method. The measurements carried out on five different materials are used to illustrate this step.

KEY WORDS: THERMAL DIFFUSIVITY, UNCERTAINTY, LASER FLASH METHOD.

1. Introduction

La diffusivité thermique a qui caractérise l'aptitude d'un matériau à diffuser la chaleur est une propriété intervenant dans tous les processus de transfert de chaleur en régime instationnaire, c'est-à-dire pour lesquels la température varie avec le temps. La connaissance de ce paramètre est essentielle pour résoudre de nombreux problèmes de transfert thermique. Elle permet en outre d'accéder indirectement à la conductivité thermique lorsque la capacité thermique massique et la masse volumique sont connues. En pratique, elle est déterminée pour accroître la connaissance des propriétés d'un matériau, dans le but de l'améliorer vis-à-vis d'une application spécifique ou pour pouvoir calculer les champs thermiques dans des systèmes plus ou moins complexes dont il est un des constituants. Par exemple, une augmentation de la diffusivité des couches minces utilisées en électronique de puissance permet de diminuer la surchauffe locale sur le composant générant de la puissance (microprocesseur). De même, une augmentation de la diffusivité thermique des matériaux constituant des disques de frein (composite carbone utilisé dans l'industrie aéronautique) prolonge leur durée de vie grâce à une diminution des échauffements.

Elle est définie par la relation suivante :

$$a = \frac{\lambda}{\rho \cdot c_p}, \quad (1)$$

où a est la diffusivité thermique ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) ;

λ est la conductivité thermique ($\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$) ;

ρ est la masse volumique ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$) ;

c_p est la capacité thermique massique ($\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$).

Le LNE dispose depuis plusieurs années d'une installation de mesure de diffusivité thermique fonctionnant sur la plage [20 °C - 1400 °C], basée sur le principe de la méthode « flash ». Le présent article décrit en détail l'estimation des incertitudes de mesure de la diffusivité thermique déterminée suivant cette méthode. Cette estimation a été réalisée pour cinq matériaux couvrant la plage d'utilisation de l'installation du LNE.

2. Principe de mesure de la méthode flash

Cette méthode impulsionnelle [1] consiste à produire une brève impulsion thermique sur la face avant d'une éprouvette cylindrique et à mesurer l'évolution de la température en fonction du temps (thermogramme) sur la face arrière de cette même éprouvette. L'éprouvette est placée dans un four et est maintenue à température constante sous atmosphère neutre (fig. 1). L'impulsion de flux thermique est générée par un laser impulsionnel dont le diamètre du faisceau est égal à celui de l'éprouvette et dont la durée de l'impulsion ($\delta t < 0,5$ ms) est très faible devant le temps caractéristique de la mesure. Une photodiode permet de déterminer le début et la forme temporelle de l'impulsion. Le thermogramme est mesuré au moyen d'un détecteur quantique de rayonnement.

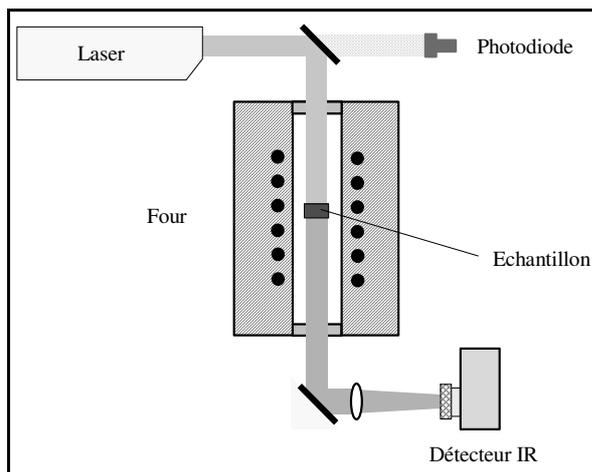


Fig. 1. – Schéma de principe du diffusivimètre du LNE.

La détermination de la diffusivité thermique est réalisée par identification du thermogramme expérimental à un modèle théorique à deux paramètres (diffusivité thermique a et nombre de Biot H représentant les échanges thermiques entre l'éprouvette et son environnement).

Ce modèle théorique est obtenu en résolvant l'équation de la chaleur dans le cas d'une éprouvette opaque, homogène et isotrope, en supposant que :

- le modèle est linéaire (grandeurs thermophysiques indépendantes de la température) ;
- les pertes entre l'éprouvette et son environnement sont caractérisées par un coefficient d'échange thermique uniforme et constant dans le temps ;
- l'impulsion est une distribution temporelle de Dirac.

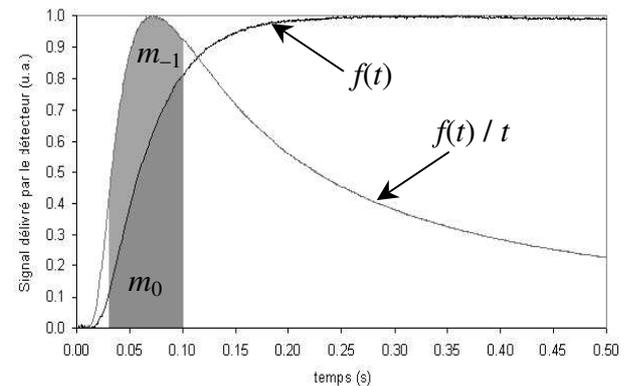


Fig. 2. – Exemple de thermogramme.

Le LNE utilise la méthode d'estimation proposée par Degiovanni [2], fondée sur l'identification de la diffusivité thermique à partir des moments temporels partiels d'ordre 0 et -1 issus du thermogramme expérimental et du modèle. La diffusivité thermique est alors donnée par la relation suivante :

$$a = \frac{e^2 \cdot F(m_{-1})}{m_0}, \quad \text{où :} \quad (2)$$

- e est l'épaisseur de l'éprouvette ;
- m_0 et m_{-1} sont les moments temporels déterminés à partir du thermogramme expérimental normé $f(t)$ (fig. 2) comme suit :

$$m_0 = \int_{t_{0,1}}^{t_{0,8}} f(t) dt \quad \text{et} \quad m_{-1} = \int_{t_{0,1}}^{t_{0,8}} \frac{f(t)}{t} dt \quad (3)$$

où $t_{0,1}$ et $t_{0,8}$ représentent les temps nécessaires à la face arrière de l'éprouvette pour atteindre respectivement 10 % et 80 % de l'amplitude maximale du thermogramme ;

- F est la fonction d'identification, qui s'écrit sous la forme d'un polynôme en m_{-1} :

$$F(m_{-1}) = \sum_{i=0}^n b_i (m_{-1})^i, \quad (4)$$

où les termes b_i sont les coefficients du polynôme ; Cette fonction est déterminée à l'aide de couples de moments temporels « théoriques » (m_0^* et m_{-1}^*) suivant l'équation (5). Ces moments sont calculés pour différentes valeurs de H en utilisant le modèle thermocinétique [2].

$$m_0^* = F(m_{-1}^*) \quad (5)$$

3. Sources d'incertitudes

La détermination de l'incertitude de mesure de la diffusivité thermique nécessite l'analyse fine du procédé de mesure afin d'identifier au mieux toutes les sources possibles d'incertitudes. L'application de la méthode d'Ishikawa permet, à partir d'une très bonne connaissance du processus de mesure, de cataloguer et par la suite de quantifier toutes les sources d'incertitudes à prendre en compte. Les sources d'incertitudes (fig. 3) se répartissent principalement en cinq catégories qui sont les moyens de mesure, la méthode de mesure, la matière (produit étudié), le milieu et la main-d'œuvre (opérateur). Pour chaque catégorie, les sources d'incertitudes sont identifiées et présentées dans les paragraphes suivants.

3.1. Les moyens de mesure

Le terme « moyens » regroupe l'ensemble des équipements utilisés lors de la mesure des grandeurs physiques impliquées (épaisseur et température de l'éprouvette, tension délivrée par le détecteur de rayonnement, temps séparant le dépôt d'énergie de celui auquel la face arrière atteint une certaine fraction de l'échauffement maximal) dans la détermination de la diffusivité thermique. Les incertitudes composées sur la mesure de l'épaisseur, de la température, du temps et de la tension résultent principalement de la combinaison des incertitudes dues au bruit de mesure, à la résolution et à l'étalonnage de l'instrument de mesure. Une autre source d'incertitude fréquente provient de l'éventuelle dérive transitoire de la ligne de base du signal délivré par le détecteur, consécutivement aux perturbations électromagnétiques accompagnant la génération de l'impulsion, ce qui peut contrarier la détermination de la fraction considérée de l'échauffement maximal.

3.2. La méthode de mesure

Les principales sources d'incertitudes liées à la méthode de détermination de la diffusivité thermique sont dues à la méthode d'identification et aux différences entre les conditions expérimentales et les hypothèses avec lesquelles le modèle théorique a été établi. Bien que cette méthode vise à en corriger les effets, les facteurs d'incertitudes proviennent des conditions aux limites mal maîtrisées : durée d'impulsion finie, non-uniformité du flux incident, pertes thermiques, non-linéarité des transferts thermiques et des propriétés thermophysiques du matériau.

L'incertitude liée à la durée d'impulsion dépend des propriétés thermiques et géométriques de l'éprouvette et des caractéristiques de l'impulsion (durée, énergie et forme temporelle). Les effets de durée d'impulsion finie peuvent être rendus négligeables en augmentant l'épaisseur de l'éprouvette, ce qui a l'inconvénient de faire croître les pertes et de diminuer le rapport signal/bruit. Lorsque la durée d'impulsion n'est plus négligeable devant le temps de transfert du signal dans l'éprouvette, l'origine des temps est corrigée du barycentre énergétique de l'impulsion laser [3,4].

L'impulsion thermique provenant de la source laser est généralement non-uniforme. L'incertitude liée à la non-uniformité du dépôt d'énergie dépend de l'allure de la distribution spatiale d'énergie, des dimensions relatives de l'éprouvette (rapport rayon/épaisseur) et de la méthode de mesure de la température en face arrière. Cette incertitude devient négligeable lorsque la température moyenne de l'ensemble de la face arrière est mesurée [5] avec un détecteur quantique de rayonnement.

L'incertitude liée aux effets de non-linéarité correspond au fait que les propriétés thermophysiques et les coefficients d'échange intervenant dans les conditions aux limites dépendent de la température, alors qu'ils sont supposés constants dans toutes les formulations analytiques sur lesquelles reposent la méthode d'identification de la diffusivité thermique. Ces effets sont minimisés en limitant l'énergie incidente de façon à ce que l'élévation de la température de la face recevant l'impulsion soit inférieure à 5 K. La réduction de l'énergie incidente a cependant le défaut de diminuer le rapport signal/bruit.

L'incertitude due à l'utilisation de la fonction d'identification F dans des conditions expérimentales différentes des hypothèses avec lesquelles elle a été déterminée, est estimée à partir de simulations réalisées en faisant varier les conditions aux limites du modèle thermocinétique. L'incertitude sur la méthode dépend aussi de la méthode d'identification (calcul des moments expérimentaux par intégration numérique, détermination de l'expression de la fonction d'identification F).

Un autre terme d'incertitude concerne l'hypothèse de linéarité de la tension délivrée par le détecteur quantique avec la température alors que le rayonnement émis par un corps gris (un corps ayant une émissivité spectrale indépendante de la longueur d'onde) varie comme la puissance quatrième de sa température absolue. Cette composante d'incertitude est calculée en considérant une augmentation maximale de la température de 5 K.

3.3. La matière et la main d'œuvre

Les causes d'incertitudes concernant l'éprouvette sont sa qualité géométrique (planéité et parallélisme des faces) et ses caractéristiques physico-chimiques (isotropie, homogénéité, opacité et nature du matériau). L'épaisseur de l'éprouvette à la température d'essai est égale à l'épaisseur mesurée à la température ambiante corrigée d'un terme prenant en compte la dilatation de l'éprouvette entre ces deux températures. Une incertitude peut alors résulter de la méconnaissance du coefficient moyen de dilatation linéique du matériau entre ces deux températures, ce qui se traduit par une composante d'incertitude supplémentaire sur l'épaisseur de l'éprouvette pour les températures supérieures à l'ambiante.

Les principales sources d'incertitudes relatives à la « main d'œuvre » sont liées à l'expérience de l'opérateur quant à la réalisation d'une mesure de diffusivité thermique (choix de bornes d'intégration, de correction...) et à la mesure de l'épaisseur de l'éprouvette.

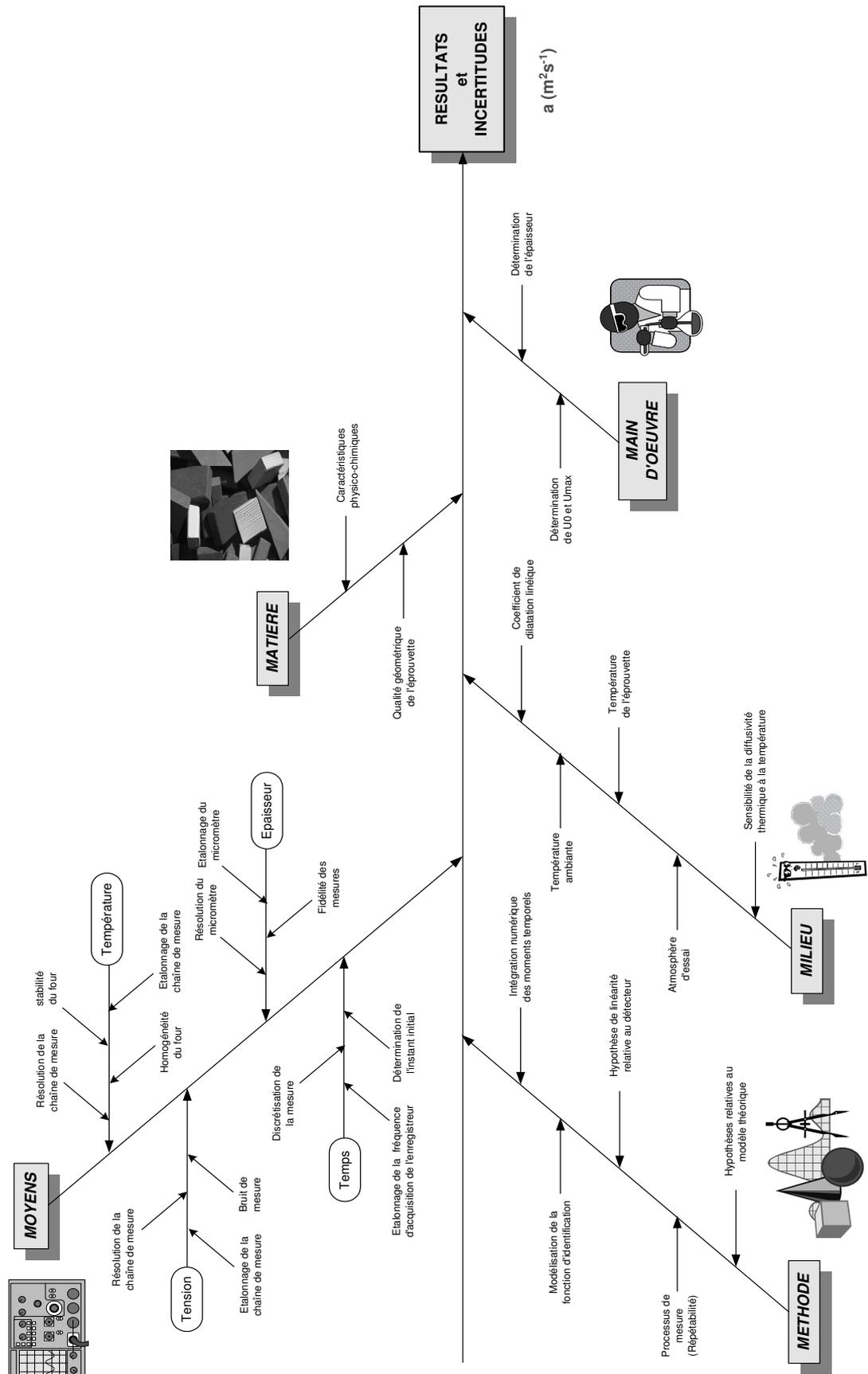


Fig. 3. – Diagramme d'Ishikawa des causes d'incertitudes.

3.4. Le milieu

Les facteurs d'influence relatifs au milieu correspondent aux conditions expérimentales, notamment la température du four (sa stabilité, son homogénéité), la nature de l'atmosphère d'essai (vide, gaz neutre...) ainsi que tous les autres paramètres conditionnant les pertes thermiques (contacts entre l'éprouvette et son support par exemple).

D'une manière générale, les propriétés thermophysiques de l'éprouvette ainsi que les coefficients d'échange dépendent de la température. Les variations des propriétés thermophysiques, souvent faibles, peuvent devenir importantes, notamment dans le cas de la diffusivité thermique des métaux à très basse température (inférieure à 100 K), où la variation peut atteindre 10 % par kelvin. Cette remarque est également applicable au fer pur Armco® aux températures proches du point de Curie (≈ 770 °C). La détermination de la diffusivité thermique est alors très sensible à une erreur sur la mesure de température.

4. Budget des incertitudes

Les sources d'incertitudes étant identifiées, une expression analytique des incertitudes de mesure de la diffusivité thermique est établie conformément aux recommandations usuelles en métrologie [6].

L'incertitude sur la détermination de la diffusivité thermique résulte de la combinaison des incertitudes sur le calcul des moments temporels m_0 et m_{-1} , la détermination de l'épaisseur e , la détermination de la fonction d'identification F et l'incertitude sur la température d'essai T_e .

La variance composée de a , $u^2(a)$, est déterminée en appliquant la loi de propagation des variances à l'équation (2) et en tenant compte des hypothèses suivantes :

- les moments temporels m_0 et m_{-1} sont corrélés ;
- les coefficients b_i de la fonction d'identification décrite en (4) sont corrélés ;
- les moments temporels m_0 et m_{-1} sont indépendants de l'épaisseur e ;
- les grandeurs m_0 , m_{-1} et e sont indépendantes des coefficients b_i .

$$u^2(a) = c_e^2 u^2(e) + c_{m_{-1}}^2 u^2(m_{-1}) + c_{m_0}^2 u^2(m_0) + 2c_{m_0} c_{m_{-1}} u(m_0, m_{-1}) + c_F^2 u^2(F) + u_{T_e}^2(a) \quad (6)$$

$$\text{avec} \begin{cases} c_e = \frac{2e \sum_{i=0}^n b_i m_{-1}^i}{m_0} \\ c_{m_0} = \frac{-e^2 \sum_{i=0}^n b_i m_{-1}^i}{m_0^2} \end{cases} \quad \begin{cases} c_F = \frac{e^2}{m_0} \\ c_{m_{-1}} = \frac{e^2 \sum_{i=1}^n i b_i m_{-1}^{i-1}}{m_0} \end{cases}$$

$u_{T_e}^2(a)$ représente la variance sur la diffusivité thermique due à la variance sur la température d'essai T_e .

4.1. Variances et covariances des moments temporels

La détermination des moments temporels m_0 et m_{-1} est effectuée, à partir de l'exploitation du thermogramme expérimental $U(t)$ obtenu, suivant la séquence ci-dessous :

- Détermination du minimum U_0 et du maximum U_{max} du thermogramme $U(t)$;
- Normalisation du thermogramme pour obtenir $f(t)$;

$$f(t) = \frac{U(t) - U_0}{U_{max} - U_0} \quad (7)$$

- Détermination des bornes d'intégration $t_{0,1}$ et $t_{0,8}$;
- Calcul des moments temporels expérimentaux à partir de l'expression (8) :

$$m_k = \int_{t_{0,1}}^{t_{0,8}} f(t) t^k dt \quad (8)$$

4.1.1. Variance sur $f(t)$

L'incertitude sur $f(t)$ résulte de la combinaison des incertitudes suivantes :

- Incertitude sur la mesure de la tension $U(t)$;
- Incertitude sur la détermination de la ligne de base U_0 et sur la tension maximale U_{max} ;
- Incertitude u_{lin} due à l'hypothèse de linéarité de la tension $U(t)$ délivrée par le détecteur par rapport à la température $T(t)$ de la face arrière de l'éprouvette.

En supposant que l'incertitude due à l'hypothèse de linéarité soit indépendante des autres facteurs d'incertitudes affectant le calcul du thermogramme normalisé, la variance composée de $f(t)$ s'écrit :

$$u^2(f(t)) = c_{U(t)}^2 u^2(U(t)) + c_{U_0}^2 u^2(U_0) + c_{U_{max}}^2 u^2(U_{max}) + u_{lin}^2(f(t)) + 2c_{U(t)} c_{U_0} u(U(t), U_0) + 2c_{U(t)} c_{U_{max}} u(U(t), U_{max}) + 2c_{U_{max}} c_{U_0} u(U_{max}, U_0) + u_{lin}^2 \quad (9)$$

$$\text{avec} \begin{cases} c_{U(t)} = \frac{1}{U_{max} - U_0} = \frac{1}{\Delta U_{max}} \\ c_{U_{max}} = \frac{-(U(t) - U_0)}{(U_{max} - U_0)^2} = \frac{-f(t)}{\Delta U_{max}} \\ c_{U_0} = \frac{[(U(t) - U_0) - (U_{max} - U_0)]}{(U_{max} - U_0)^2} = \frac{f(t) - 1}{\Delta U_{max}} \end{cases}$$

4.1.2. Variance sur la tension $U(t)$

L'incertitude de mesure sur la tension $U(t)$ résulte de la combinaison des incertitudes suivantes :

- Incertitude due au bruit de mesure $u_b(U(t))$;
- Incertitude due à la résolution de la chaîne de mesure $u_r(U(t))$;
- Incertitude d'étalonnage du voltmètre $u_e(U(t))$.

Ces 3 facteurs d'incertitude étant indépendants, la variance $u_c^2(U(t))$ s'écrit :

$$u_c^2(U(t)) = u_b^2(U(t)) + u_r^2(U(t)) + u_e^2(U(t)) \quad (10)$$

4.1.3. Variance sur les moments temporels m_k

Les moments temporels expérimentaux sont estimés par intégration numérique de l'expression (8) :

$$m_k = \frac{\Delta t}{2} \left[f(t_{0,1}) t_{0,1}^k + f(t_{0,8}) t_{0,8}^k + 2 \sum_{i=1}^{n-1} f(t_i) t_i^k \right] \quad (11)$$

L'incertitude sur le calcul des moments résulte de la combinaison des incertitudes suivantes :

- Incertitudes sur la mesure de $f(t_i)$ et sur la détermination de $f(t_{0,1})$ et $f(t_{0,8})$;
- Incertitudes sur le pas de temps Δt , et sur la détermination des temps t_i , $t_{0,1}$ et $t_{0,8}$;
- Incertitude due à la méthode d'intégration numérique.

La variance composée des moments m_k s'écrit :

$$\begin{aligned} u^2(m_k) = & c_{\Delta t}^2 u^2(\Delta t) + \sum_{i=1}^{n-1} (c_{t_i}^2 u^2(t_i)) + c_{t_{0,1}}^2 u^2(t_{0,1}) \\ & + c_{f(t_{0,1})}^2 u^2(f(t_{0,1})) + \sum_{i=1}^{n-1} (c_{f(t_i)}^2 u^2(f(t_i))) \\ & + c_{t_{0,8}}^2 u^2(t_{0,8}) + c_{f(t_{0,8})}^2 u^2(f(t_{0,8})) \\ & + u_{int}^2(m_k) + 2 \sum_{p=1}^{r-1} \sum_{q=p+1}^r \frac{\partial m_k}{\partial x_p} \frac{\partial m_k}{\partial x_q} u(x_p, x_q) \end{aligned} \quad (12)$$

Les deux derniers termes de cette expression correspondent respectivement à la variance liée à la méthode d'intégration numérique $u_{int}^2(m_k)$ et aux termes de covariance.

Les coefficients de sensibilité apparaissant dans l'expression (12) s'écrivent :

$$\left\{ \begin{array}{l} c_{\Delta t} = \frac{1}{2} \left[f(t_{0,1}) t_{0,1}^k + f(t_{0,8}) t_{0,8}^k + 2 \sum_{i=1}^{n-1} f(t_i) t_i^k \right] \\ c_{t_i} = \Delta t [f(t_i) k t_i^{k-1}] \quad c_{f(t_i)} = \Delta t t_i^k \\ c_{f(t_{0,8})} = \frac{\Delta t}{2} t_{0,8}^k \quad c_{f(t_{0,1})} = \frac{\Delta t}{2} t_{0,1}^k \\ c_{t_{0,1}} = \frac{\Delta t}{2} [f(t_{0,1}) k t_{0,1}^{k-1}] \quad c_{t_{0,8}} = \frac{\Delta t}{2} [f(t_{0,8}) k t_{0,8}^{k-1}] \end{array} \right.$$

4.1.4. Variance sur les temps t_i

Le temps t_i est égal à i fois le pas de temps Δt ajouté au temps initial t_0 . L'incertitude composée sur le temps t_i résulte donc de la combinaison des incertitudes suivantes :

- Incertitude sur le pas de temps Δt ,
- Incertitude sur la détermination du temps initial t_0 .

Ces deux facteurs d'incertitudes étant indépendants et les Δt successifs étant totalement corrélés, la variance $u_c^2(t)$ s'écrit :

$$u_c^2(t) = i^2 \cdot u^2(\Delta t) + u_c^2(t_0) \quad (13)$$

Le temps t_0 , qui représente l'origine des temps des thermogramme, est déterminé par la photodiode. Il correspond à l'instant où le faisceau laser est émis. L'incertitude sur la détermination de l'instant initial t_0 résulte de la combinaison des incertitudes suivantes :

- Incertitude liée à la discrétisation de la mesure $u_{dis}(t_0)$;
- Incertitude due au retard introduit par la chaîne de mesure de température (détecteur IR, amplificateur...) $u_{ret}(t_0)$;
- Incertitude sur la détermination des temps de début et de fin de l'impulsion laser $u_{\delta t}(t_0)$.

Ces trois facteurs d'incertitudes étant indépendants, la variance $u_c^2(t_0)$ s'écrit :

$$u_c^2(t_0) = u_{dis}^2(t_0) + u_{ret}^2(t_0) + u_{\delta t}^2(t_0) \quad (14)$$

Les termes d'incertitudes $u_{ret}(t_0)$ et $u_{\delta t}(t_0)$ sont négligeables devant celui due à la discrétisation de la mesure. Par ailleurs, l'incertitude sur le pas de temps Δt , qui dépend de l'incertitude sur la fréquence d'acquisition de la tension $U(t)$, est négligeable devant $u_c(t_0)$.

4.2. Variance sur l'épaisseur e

A la température d'essai T_e , l'épaisseur e de l'éprouvette est égale à l'épaisseur e_0 mesurée à la température ambiante T_a corrigée d'une variation d'épaisseur Δ_e due à la dilatation de l'éprouvette entre ces deux températures. L'épaisseur e_0 de l'éprouvette est mesurée à l'aide d'un micromètre étalonné.

$$e = e_0 + \Delta_e \quad (15)$$

L'incertitude sur l'épaisseur e résulte de la combinaison de l'incertitude de mesure de l'épaisseur e_0 et de l'incertitude sur la détermination de Δ_e .

$$u^2(e) = u^2(e_0) + u^2(\Delta_e) + 2u(e_0, \Delta_e) \quad (16)$$

L'incertitude sur l'épaisseur e_0 résulte de la combinaison des incertitudes dues à la répétabilité des mesures $u_R(e_0)$, l'étalonnage $u_e(e_0)$, et la résolution $u_r(e_0)$ du micromètre. Ces 3 facteurs d'incertitudes étant considérés comme indépendants, la variance $u^2(e_0)$ s'écrit :

$$u^2(e_0) = u_e^2(e_0) + u_r^2(e_0) + u_R^2(e_0) \quad (17)$$

La variation d'épaisseur Δ_e s'écrit :

$$\Delta_e = \alpha_l \int_{T_a}^{T_e} e_0 (T_e - T_a) , \quad (18)$$

où α_l est le coefficient moyen de dilatation linéique.

L'incertitude sur la correction Δ_e résulte de la combinaison des incertitudes suivantes :

- Incertitude sur la détermination du coefficient moyen de dilatation linéique $\alpha_l \int_{T_a}^{T_e}$;
- Incertitudes sur les mesures de la température ambiante T_a et de la température d'essai T_e ;
- Incertitude sur la mesure de l'épaisseur de l'éprouvette à la température T_a .

Ces quatre facteurs d'incertitudes étant considérés indépendants, la variance $u^2(\Delta_e)$ s'écrit :

$$\begin{aligned} u^2(\Delta_e) &= (e_0(T_e - T_a))^2 u^2(\alpha_l) \\ &+ \left(\alpha_l \int_{T_a}^{T_e} (T_e - T_a) \right)^2 u^2(e_0) \\ &+ \left(\alpha_l \int_{T_a}^{T_e} e_0 \right)^2 (u^2(T_e) + u^2(T_a)) \end{aligned} \quad (19)$$

La correction Δ_e et l'épaisseur e_0 sont corrélées par l'étalonnage et la fidélité du micromètre ; les incertitudes dues à la résolution du micromètre étant supposées indépendantes.

La covariance $u(e_0, \Delta_e)$ s'écrit donc :

$$u(e_0, \Delta_e) = \left(\alpha_l \int_{T_a}^{T_e} (T_e - T_a) \right)^2 (u_R^2(e_0) + u_e^2(e_0)) \quad (20)$$

4.3. Variance de la fonction d'identification F

La variance de la fonction d'identification F résulte de la variance $u_{mod}^2(F)$ due à la modélisation de la fonction F et la variance $u_{hyp}^2(F)$ due à l'utilisation de cette fonction dans des conditions expérimentales différentes des hypothèses pour lesquelles elle a été déterminée. Ces deux termes étant indépendants, la variance de la fonction d'identification F s'écrit :

$$u^2(F) = u_{mod}^2(F) + u_{hyp}^2(F) \quad (21)$$

La variance $u_{mod}^2(F)$, calculée à partir de données issues de la régression de la fonction F , est :

$$\begin{aligned} u_{mod}^2(F(m_{-1}^*)) &= \sum_{j=0}^n \left(\frac{\partial F}{\partial b_j} \right)^2 u^2(b_j) \\ &+ 2 \sum_{i=1}^{n-1} \sum_{j=i+1}^n \frac{\partial F}{\partial b_i} \frac{\partial F}{\partial b_j} u(b_i, b_j) + SE^2 \end{aligned} \quad (22)$$

Elle est composée des trois termes suivants :

- Somme des variances des coefficients b_i ;
- Somme des covariances entre les coefficients b_i et b_j ;
- Variance résiduelle SE^2 de la régression due à l'erreur du modèle.

La variance $u_{hyp}^2(F)$, due à l'utilisation de la fonction F dans des conditions expérimentales différentes des hypothèses avec lesquelles elle a été déterminée, est estimée à partir de simulations réalisées en faisant varier les conditions aux limites du modèle thermocinétique décrites dans la partie 2. Elle résulte de la combinaison de la variance $u^2(t_p)$ due à la variation de durée de l'impulsion laser, de la variance $u^2(H)$ due à la non-homogénéité des nombres de Biot H et de la variance $u^2(\phi)$ due à la variation de diamètre du faisceau laser. Ces trois composantes étant indépendantes, la variance $u_{hyp}^2(F)$ s'écrit :

$$u_{hyp}^2(F) = u^2(t_p) + u^2(\phi) + u^2(H) \quad (23)$$

4.4. Variance de la température de l'éprouvette T

La température T de l'éprouvette est mesurée par un thermocouple fixé sur le porte-échantillon et situé à proximité de l'éprouvette. L'incertitude sur la température T résulte des incertitudes dues à la résolution $u_r(T)$ et à l'étalonnage $u_e(T)$ de la chaîne de mesure de température, et des incertitudes dues à la stabilité $u_s(T)$ et à l'homogénéité $u_h(T)$ de la température du four. Ces quatre facteurs d'incertitudes étant indépendants, la variance $u^2(T)$ s'écrit :

$$u^2(T) = u_r^2(T) + u_e^2(T) + u_s^2(T) + u_h^2(T) \quad (24)$$

La diffusivité thermique varie avec la température T suivant une loi $a = G(T)$. La variance sur la diffusivité thermique due à la variance sur la température T s'écrit :

$$u_T^2(a) = \left(\frac{\partial G(T)}{\partial T} \right)^2 u^2(T) \quad (25)$$

5. Application à cinq matériaux

L'expression analytique de l'incertitude de la diffusivité thermique étant établie, chacune de ses composantes a été calculée [7]. Les incertitudes de mesure de la diffusivité thermique ont été évaluées dans le cas de mesures réalisées à différentes températures sur deux métaux, une céramique [8], un graphite et un polymère.

Le tableau 1 présente les résultats de mesure de la diffusivité thermique et les incertitudes élargies ($k = 2$) associées.

L'incertitude $u(a)$ sur la mesure de la diffusivité thermique est maximale aux extrémités du domaine de températures. Ceci s'explique par les effets conjugués des composantes d'incertitudes u_{lim} , $u(U_0)$, $u(U_{max})$ et $u(U_l)$.

Tableau 1
Résultats de mesure de la diffusivité thermique (a) et incertitudes associées, pour cinq matériaux.

Température (°C)	a ($10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)	Incertitude ($k = 2$) ($10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)	Incertitude relative (%)
POLYMÈRE			
20	0,243	0,013	5,4
PYRO CERAM 9606			
20	1,97	0,086	4,4
200	1,34	0,051	3,8
400	1,14	0,041	3,6
600	1,02	0,040	3,9
800	0,95	0,042	4,4
1 000	0,86	0,044	5,1
FER ARMCO®			
20	20,15	0,71	3,5
200	14,51	0,43	2,9
400	10,08	0,29	2,9
600	6,57	0,21	3,2
800	4,48	0,15	3,3
1 000	6,12	0,24	3,9
GRAPHITE POCO			
20	76,72	3,70	4,8
200	44,35	1,92	4,3
400	28,47	1,18	4,1
600	21,95	0,92	4,2
800	18,09	0,83	4,6
1 000	15,41	0,73	4,8
1 200	13,65	0,70	5,1
1 400	12,49	0,67	5,4
CUIVRE			
20	107,70	4,84	4,5
400	92,28	3,77	4,1
800	76,89	4,52	5,9

L'incertitude liée à l'hypothèse de linéarité du signal délivré par le détecteur par rapport à la température de l'éprouvette u_{in} est une composante prépondérante de l'incertitude $u(a)$ à basse température. Son influence diminue lorsque la température augmente, jusqu'à devenir négligeable à 1 400 °C.

A l'inverse, l'incertitude due au bruit de mesure de tension, composante de $u(U_t)$, et les incertitudes sur la détermination de U_0 et de U_{max} augmentent avec la température.

Au-delà de 23 °C, l'incertitude sur la mesure de la température d'essai est une composante mineure de l'incertitude globale (représentant moins de 0,5 % de celle-ci), à l'exception du fer Armco® à 800 °C où elle représente près de 5 %. En effet, contrairement aux trois autres matériaux, la diffusivité thermique du fer Armco® varie fortement avec la température à proximité du point de Curie, elle est en conséquence plus sensible à une erreur sur la mesure de température. Cette remarque est applicable à la majorité des matériaux à basse température, où la sensibilité de la diffusivité thermique à la température croît lorsque la température diminue.

Le cuivre et le graphite Poco étant de très bons conducteurs thermiques, le transit de l'impulsion thermique dans l'épaisseur de l'éprouvette est rapide et donc l'influence de la composante d'incertitude liée au temps est plus importante que pour les autres matériaux.

Le terme d'incertitude sur la mesure de l'épaisseur de l'éprouvette est plus important dans le cas du polymère que dans celui des autres matériaux, à cause de la compressibilité du polymère. Il représente près de 20 % de l'incertitude globale contre moins de 1 % pour les quatre autres matériaux.

Quel que soit le matériau, l'incertitude de mesure de la diffusivité thermique est comprise entre 3 % et 6 % en fonction de la température.

6. Conclusion

L'incertitude sur la mesure de diffusivité thermique effectuée avec le banc de référence du LNE par la méthode « flash » a été évaluée sur la gamme [20 °C – 1 400 °C]. Ces calculs ont été appliqués à cinq matériaux conducteurs (fer Armco®, cuivre et graphite Poco) ou faiblement conducteurs (polymère et Pyrocera 9606). L'expression analytique de l'incertitude $u(a)$ de la diffusivité thermique a été obtenue en établissant le budget quantifié des incertitudes (modélisation du processus de mesure, évaluation des différentes composantes, application de la loi de propagation des incertitudes).

En conclusion, il est difficile de réaliser des mesures de diffusivité thermique avec une incertitude inférieure à 3 % sur un matériau opaque, homogène et isotrope en utilisant la méthode des moments temporels partiels.

Références

- [1] HAY B., FILTZ J.-R. et BATSALE J.-C., « Mesure de la diffusivité thermique par la méthode flash », *Techniques de l'Ingénieur*, R2955, 2004.
- [2] DEGIOVANNI A. et LAURENT M., « Une nouvelle technique d'identification de la diffusivité thermique pour la méthode flash », *Rev. Phys. Appl.*, **21**, 1986, 229-237.
- [3] AZUMI T. et TAKAHASHI Y., “Novel finite pulse-width correction in flash thermal diffusivity measurement”, *Rev. Sci. Instrum.*, **52**, n° 9, 1981, 1411-1413.
- [4] DEGIOVANNI A., « Correction de longueur d'impulsion pour la mesure de la diffusivité thermique par la méthode flash », *Int. J. Heat Mass Transfer*, **30**, n° 10, 1987, 2199-2200.
- [5] DEGIOVANNI A., SINIKI G. et LAURENT M., “Heat pulse thermal diffusivity measurements. Thermal properties temperature dependence and non-uniformity”, *Thermal Conductivity 18*, New York, Plenum Press, 1984, 537-551.
- [6] AFNOR, Norme NF ENV 13005 (X07-020), août 1999, « Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure ».
- [7] HAY B., FILTZ J.-R., HAMEURY J. et RONGIONE L., “Uncertainty of thermal diffusivity measurements by laser flash method”, *International Journal of Thermophysics*, **26**, 2005, 1883-1898.
- [8] 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 Pyrocera 9606”, *High Temp.-High Pres.*, **37**, 2008, 13-20.

Article reçu le 10 janvier 2008 ; version révisée reçue le 9 juin 2008.