

DETERMINATION SIMULTANEE DES CARACTERISTIQUES THERMOCINETIQUES DES SOLIDES PAR UNE METHODE DE REGIME VARIABLE

J. C. CHAMPOUSSIN

Département de Génie Mécanique, INSA-20, Avenue Albert Einstein, 69-Villeurbanne, France

(Reçu le 25 Octobre 1971)

Résumé—On propose une méthode de mesure de certaines caractéristiques thermiques des matériaux solides utilisant un régime périodique.

Un flux de chaleur est provoqué dans des solides limités, par des causes thermiques sinusoïdales appliquées en surface. On détermine le coefficient d'arrachement d'un échantillon inconnu présentant au moins une face plane, par simple contact de celle-ci avec le dispositif de mesure. En logeant de plus des détecteurs dans le matériau, on peut obtenir la diffusivité. Le calcul fournit alors la conductivité et la chaleur volumique.

On étudie l'influence des résistances de contact et des dimensions finies de la source thermique sur la qualité de la mesure.

On décrit le dispositif utilisé et on recherche les conditions expérimentales optimales. On applique la méthode dans un intervalle de température commode entre 20 et 100°C. à divers échantillons: marbre, alumine, nitrure de bore, puis à un matériau bon conducteur thermique, l'oxyde de beryllium.

NOTATIONS

- A, paramètre d'arrachement thermique ou effusivité, $A = \sqrt{(k\rho c)}$;
c, chaleur massique (à pression constante);
D, diffusivité thermique, $D = k/\rho c$;
k, conductivité thermique;
Q, quantité de chaleur;
R, résistance thermique;
S, surface;
t, temps;
x, côte sur l'axe perpendiculaire à la face d'attaque prise pour origine;
 γ , chaleur volumique, $\gamma = c \cdot \rho$;
 θ_0 , amplitude de la température de la source;
 θ , température instantanée correspondant à la seule variation périodique autour de la température moyenne;
 ρ , masse volumique;
 φ_0 , amplitude de la densité de flux thermique de la source;
 φ , densité instantanée de flux de la source;

- φ_1 , densité instantanée de flux dans le milieu 1;
 φ_2 , densité instantanée de flux dans le milieu 2;
 ω , pulsation.

Le système d'unité utilisé est le Système International, S.I.

INTRODUCTION

ON SAIT que quatre grandeurs caractéristiques des matériaux sont communément utilisées dans les problèmes de conduction. Les grandeurs élémentaires, chaleur volumique γ et conductivité k sont liées au régime permanent et leurs combinaisons, diffusivité $D = k\gamma^{-1}$ et coefficient d'arrachement $A = (k\gamma)^{1/2}$ apparaissent dans les régimes variables.

Pour les solides, les méthodes classiques permettent des mesures directes de γ (méthodes calorimétriques), de k (méthodes en régime permanent) et de D (méthodes en régime variable). Mais, les déterminations directes de A sont plus rares. Nous connaissons la méthode du touchau

[1] qui demande un temps d'observation élevé et semble ainsi bien adaptée au cas des solides de faible diffusivité.

A partir d'une étude théorique sur le partage des flux entre deux matériaux accolés nous avons été conduits à mettre au point une nouvelle méthode de mesure relative du coefficient d'arrachement ne nécessitant pas la mise en place de détecteurs à l'intérieur du matériau essayé, et applicable à des domaines plus étendus que la méthode du touchau. Par l'introduction de deux thermocouples notre méthode fournit alors par une mesure absolue la diffusivité et le paramètre d'arrachement.

1. PRINCIPE DE LA METHODE

1.1 Principe de la méthode dans le cas de solides semi-infinis

Soit un mur semi-infini, homogène, isotrope. Sur sa face plane on provoque un phénomène thermique périodique et on étudie le transfert de chaleur qui s'ensuit à l'intérieur du solide. On suppose que les caractéristiques thermiques sont indépendantes de la température. Et l'on étudie les deux cas limites: température de surface, variant sinusoïdalement en fonction du temps, flux à la surface variant sinusoïdalement en fonction du temps.

On s'intéresse uniquement au pseudo-régime unidimensionnel qui s'établit après une période transitoire.

1.1.1 Solide soumis à une variation de température sinusoïdale. On sait que, si sur la face d'entrée ($x = 0$), on impose une température variant suivant la loi $\theta = \theta_0 \sin(\omega t + \varepsilon)$, la température en tout point du milieu est donnée pour le pseudo-régime par :

$$\theta_{(x,t)} = \theta_0 \exp \left[-\sqrt{\left(\frac{\omega}{2D}\right)x} \right] \times \sin \left[\omega t - \sqrt{\left(\frac{\omega}{2D}\right)x} + \varepsilon \right]. \quad (1)$$

De la connaissance des modules des températures θ_1 et θ_2 en deux points d'abscisses

x_1 et x_2 , on peut déduire la diffusivité thermique du matériau [2, 3] :

—en calculant le rapport des amplitudes:

$$D = \frac{\omega(x_2 - x_1)^2}{2(\ln \theta_1/\theta_2)^2} \quad (2)$$

—ou en évaluant la différence de phase entre les deux températures.

1.1.2 Solides accolés soumis à un flux variant sinusoïdalement à l'interface. Considérons maintenant une source plane, d'épaisseur infiniment petite, fournissant un flux de densité thermique sinusoïdale $\varphi = \varphi_0 \sin \omega t$, dont la résistance et la capacité thermiques sont nulles. Cette source est en contact thermique parfait avec deux solides semi-infinis de caractéristiques différentes (indiquées 1 et 2).

Le flux créé est alors entièrement absorbé par les deux milieux, et les températures sur la face commune sont égales. Le système fourni par l'équation de Fourier et ses conditions aux limites s'écrit :

$$D_i \frac{\partial^2 \theta_i}{\partial x_i^2} = \frac{\partial \theta_i}{\partial t} \quad \text{pour } x_i \geq 0; i = 1, 2 \quad (3)$$

$$\left. \begin{array}{l} \varphi_1 + \varphi_2 = \varphi_0 \sin \omega t \\ \theta_1 = \theta_2 \end{array} \right\} \text{pour } x_i = 0. \quad (4)$$

$$\theta_1 = \theta_2 \quad (5)$$

Par analogie avec le problème précédent nous recherchons une solution du type (1), compatible avec le système ci-dessus. La solution obtenue s'écrit :

$$\theta_i = \frac{\varphi_0}{(A_1 + A_2)\sqrt{\omega}} \exp \left[-\sqrt{\left(\frac{\omega}{2D_i}\right)x_i} \right] \times \sin \left[\omega t - \sqrt{\left(\frac{\omega}{2D_i}\right)x_i} - \frac{\pi}{4} \right] \quad (6)$$

avec $A_i = \sqrt{(k_i \rho_i c_i)}$

d'où la densité thermique à travers chaque face d'entrée :

$$\varphi_i = \frac{\varphi_0 A_i}{A_1 + A_2} \sin \omega t.$$

Nous observons que les densités enlevées à la source, par chacun des milieux, sont proportionnelles à leur paramètre d'arrachement thermique A_i ou effusivité [4].

De la connaissance du module maximal de la température $\theta(x)$ à l'abscisse x dans le milieu 1, nous déterminons, d'après (6), la somme des coefficients d'arrachement :

$$A_1 + A_2 = \frac{\varphi_0 \exp [-\sqrt{(\omega/2D_1)}x]}{(\sqrt{\omega})\theta(x)}. \quad (7)$$

1.2 Influence des résistances thermiques de contact, et des dimensions finies de la source

1.2.1 Résistances thermiques de contact. L'hypothèse du contact thermique parfait entre deux solides semi-infinis correspond à une approximation commode, mais non conforme à la réalité. En effet, la discontinuité de milieux suscite des perturbations dans le passage du courant thermique (Fig. 1).

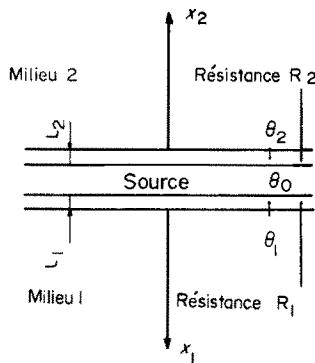


FIG. 1. Résistances thermiques de contact. Schéma du système physique.

En supposant que ce contact ne fait pas intervenir de capacité thermique, et en admettant [5] que le saut de température dû à l'interface source-corps est proportionnel à la résistance thermique associée, R_1 ou R_2 , la condition :

$$\theta_1 + R_1 \varphi_1 = \theta_2 + R_2 \varphi_2$$

remplace l'équation (4) du système précédent.

Résolvant le nouveau système, nous trouvons

les expressions des modules λ_i des températures sur les faces d'entrée en fonction des résistances de contact [6].

$$\lambda_1 = \frac{\varphi_0 \rho_2}{\rho} \quad \left\{ \begin{array}{l} R = R_1 + R_2 \\ \text{avec } \rho_i = \sqrt{1 + A_i R_i (\sqrt{\omega}) [\sqrt{2} + A_i R_i (\sqrt{\omega})]} \end{array} \right.$$

$$\lambda_2 = \frac{\varphi_0 \rho_1}{\rho} \quad \left\{ \begin{array}{l} \rho = \sqrt{[(A_1 + A_2)^2 \omega + (A_1 A_2 \omega R)^2 + (A_1 + A_2) A_1 A_2 R (\sqrt{2}) (\omega)^{\frac{3}{2}}]} \end{array} \right.$$

Supposons maintenant que les résistances thermiques soient égales à celle d'une couche fluide interstitielle, d'épaisseur uniforme l , de conductivité k , alors $R_1 = R_2 = R/2 = l/k$. Appliquant les résultats ci-dessus à des couches d'air ou de vaseline de différentes épaisseurs, et pour divers coefficients d'arrachement, nous comparons les résultats obtenus à ceux correspondant à une résistance nulle. Le calcul numérique automatique fournit rapidement ces résultats.

Nous observons qu'une épaisseur, même très faible, du corps interstitiel entraîne une variation sensible des modules λ_i , variation d'autant plus marquée que la conductivité de ce corps est faible. Cet effet sur le module observé λ_1 est lié à l'écart algébrique $A_1 - A_2$, des paramètres des matériaux: il croît très rapidement avec l'écart pour $A_1 < A_2$, alors que la variation est beaucoup plus lente pour $A_1 > A_2$.

Dans le cas où les deux résistances de contact sont égales ainsi que les paramètres d'arrachement, tout se passe comme si ces résistances étaient nulles. Nous avons donc intérêt à utiliser des matériaux de paramètres voisins.

En considérant que la résistance est due à une couche fluide uniforme, nous obtenons une bonne appréciation de l'erreur commise. En effet, une couche d'air de 1μ correspond à une résistance thermique de $0.4^\circ\text{CW}^{-1}\text{cm}^2$, et les valeurs données en [7] pour nos conditions expérimentales mais avec des couples métal-métal sont inférieures. L'erreur maximale cal-

culée, de l'ordre de 5 pour cent pour une couche d'air de 1μ , reste acceptable pour nos mesures.

1.2.2 Influence des dimensions finies de la source. La source et les solides essayés ont évidemment des dimensions limitées. Nous avons cherché une relation entre la fréquence et certaines de ces dimensions qui nous permette d'évaluer l'écart avec le cas théorique.

Pour cela, nous considérons maintenant la source plane précédente, réduite à un disque circulaire générateur de chaleur, de rayon ρ et d'axe $0x$ (Fig. 2), en contact thermique parfait avec deux solides semi-infinis de même nature.

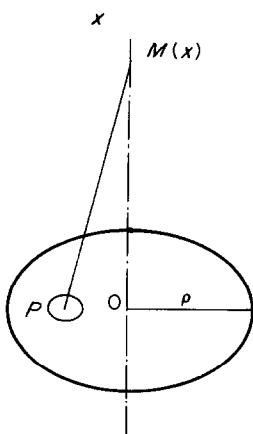


FIG. 2. Dimensions finies de la source.

Chaque point P du disque se comporte comme une source ponctuelle périodique. En intégrant la solution correspondante, relativement à la surface du cercle, on obtient l'effet thermique résultant en un point $M(x)$ sur l'axe du cercle dans le matériau [3, 8] :

$$\theta_M = 2\pi \cdot C \sqrt{\left(\frac{D}{\omega}\right)} \left\{ \exp \left[-\sqrt{\left(\frac{\omega}{2D}\right)} x \right] \times \sin \left[\omega t - \sqrt{\left(\frac{\omega}{2D}\right)} x + \frac{3\pi}{4} \right] - \exp \left[-\sqrt{\left(\frac{\omega(\rho^2 + x^2)}{2D}\right)} \right] \times \sin \left[\omega t - \sqrt{\left(\frac{\omega(\rho^2 + x^2)}{2D}\right)} + \frac{3\pi}{4} \right] \right\}$$

où C désigne une constante.

Une indication sur l'erreur p , introduite par le second terme, est fournie par la valeur du rapport du module de ce terme au module du terme fondamental :

$$p = \exp \sqrt{\left(\frac{\omega}{2D}\right)} [x - \sqrt{(\rho^2 + x^2)}].$$

Pour un matériau donné, nous obtenons une relation entre l'erreur commise, la fréquence choisie et certains paramètres géométriques. L'erreur maximale porte sur le détecteur de température le plus proche de la source. Avec nos conditions expérimentales elle ne dépasse pas 3 pour cent pour l'alumine.

2. MISE EN OEUVRE DE LA METHODE

2.1 Dispositif expérimental

2.1.1 Génération du flux sinusoïdal. Un générateur électronique délivre un signal sinusoïdal de très basse fréquence. Après amplification on débite dans la résistance source de chaleur. Celle-ci est une mince feuille de platine,* rectangulaire (40×42 mm), d'épaisseur uniforme ($e = 0,02$ mm), serrée entre les échantillons (Fig. 3).

Le module maximal de la puissance fluctuante peut atteindre 4W, avec une faible distorsion de la tension.

2.1.2 Echantillons. Ce sont des blocs parallélépipédiques droits de hauteur 50 mm. Leurs surfaces d'appui sur la source sont rodées. "L'échantillon inconnu 2" a une base carrée de 40 mm de côté. "L'échantillon étalon 1" se compose de deux blocs à base rectangulaire, de côtés 20×40 mm, accolés par une de leur grande face rodée. Sur l'un des blocs, deux rainures cylindriques parallèles à la face d'attaque, aux abscisses $x_1 = 2$ mm, $x_2 = 6$ mm, reçoivent les fils de couple. L'autre bloc pressé sur le précédent maintient les fils en position dans leur logement.

* La méthode décrite ci-dessus s'applique directement aux corps isolants électriques. Elle peut être utilisée pour les conducteurs électriques à condition de les isoler du ruban de platine.

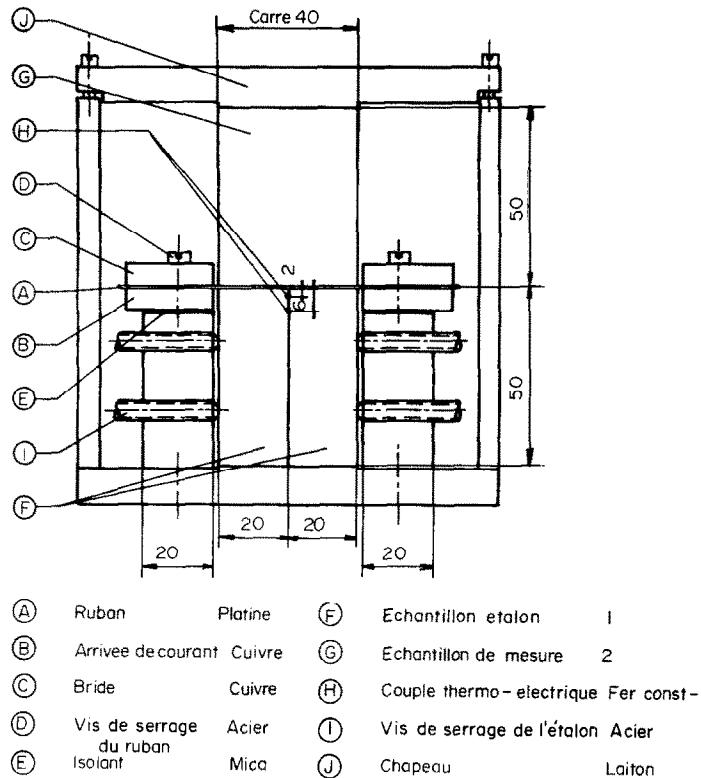


FIG. 3. Cellule de mesure.

2.1.3 DéTECTEURS DE TEMPÉRATURES. Les détecteurs utilisés sont des couples thermoélectriques : chromel-alumel peu sensibles à l'oxydation, ou fer-constantan de f.e.m. plus élevée. Les deux fils (\varnothing 0,1 ou 0,2 mm), soudés bout à bout, constituent un seul cylindre en bon contact thermique avec le matériau. Les soudures sont situées sur l'axe de symétrie vertical des échantillons. L'étalonnage des couples a permis de vérifier la pente de la courbe $E(\theta)$ donnée par les tables.

2.1.4 Enceinte de mesure. Elle se présente comme un caisson cubique en laiton (Fig. 3), sur le fond duquel sont fixées deux colonnes épaisses. Les amenées de courant à la résistance et leurs contre-brides de serrage sont des barres en cuivre ou en laiton massif, fixées sur les colonnes dont elles sont isolées électriquement.

Les deux blocs constituant l'étaalon sont

logés entre les colonnes. Un chapeau coiffant le caisson appuie sur l'échantillon supérieur et assure ainsi un bon contact thermique plan entre la source et les matériaux étudiés.

Le chauffage d'ambiance est fourni par deux thermoplongeurs alimentés sous tension variable. Afin d'assurer une bonne égalisation des températures et de réduire les fuites thermiques sur les échantillons, le caisson est rempli d'un calorifuge granulé, dont la légèreté facilite la vidange pneumatique.

2.2. Mesures

En appliquant les équations obtenues dans la première partie, nous pouvons déterminer les paramètres thermiques selon deux manières :

A partir de mesures absolues

La diffusivité de l'étaalon 1 est donnée par l'égalité (2). Dans le cas où l'échantillon et l'étaalon sont taillés dans le même matériau, la

relation (7) fournit son paramètre d'arrachement :

$$A_1 = \frac{\varphi_0 \exp [-\sqrt{(\omega/2D_1)x}]}{2(\sqrt{\omega})\theta(x)}. \quad (7\text{bis})$$

D_1 est déterminé par une mesure de longueur, de période et de rapport d'amplitude de température.

A_1 est déduit d'une mesure de puissance, de surface et des valeurs des grandeurs précédentes.

A partir de mesures relatives

Avec l'étalon 1 et un échantillon 2 nous avons d'après (7) :

$$A_2 = \frac{\varphi_0 \exp [-\sqrt{(\omega/2D_1)x}]}{(\sqrt{\omega})\theta(x)} - A_1. \quad (7\text{ter})$$

A_2 est déduit d'une mesure de puissance, de surface, de température et des valeurs de D_1 et A_1 de l'étalon.

2.2.1 *Mesures des températures.* Les températures moyennes à l'intérieur des échantillons sont mesurées directement avec un enregistreur potentiométrique.

Par contre, le très bas niveau de l'effet thermoelectrique harmonique impose un dispositif de mesure des amplitudes de la température variable à gain et impédance d'entrée élevés, à faible bruit et à large bande passante. Ainsi, la chaîne de mesure comprend un préamplificateur continu suivi, soit d'un enregistreur potentiométrique, soit d'un galvanomètre à source lumineuse incorporée, et d'un enregistreur suiveur de spot. L'étalonnage de la chaîne de mesure a été fait avec un potentiomètre de précision.

La sensibilité maximale de la chaîne est de $0.01 \mu\text{V}/\text{mm}$. Le bruit de fond observé est voisin de $0.1 \mu\text{V}$. Ainsi, les écarts de tension relevés par le premier couple, de l'ordre de $6 \mu\text{V}$, donnent une incertitude relative maximale sur la température de 1,7 pour cent.

Remarquons que, pour la détermination du paramètre d'arrachement A il suffit de connaître seulement l'amplitude absolue de la température θ_1 sur le premier couple. Tandis

que la valeur de D est obtenue à partir de la mesure du rapport θ_1/θ_2 des amplitudes des températures sur les deux couples.

2.2.2 *Mesure de la densité de flux thermique.* Nous avons vérifié, avec nos conditions expérimentales, que la répartition du flux peut être considérée comme uniforme (cf.3.1.3), le module de la densité thermique étant alors $\varphi_0 = P/S$.

La détermination de l'amplitude P de la puissance fluctuante est délicate. Les observations faites à l'oscilloscope permettent d'admettre que l'intensité du courant traversant la source calorifique varie sinusoïdalement avec le temps. De plus, les écarts de température sur cette source étant faibles, sa résistance R est constante à moins de 1 pour cent près. Des mesures électriques permettent alors de calculer P par application de la loi de Joule, avec une incertitude de 3 pour cent environ.

2.2.3 *Mesure des longueurs.* L'abscisse de l'axe longitudinal de chaque soudure chaude est obtenue aisément à partir des mesures des bords de sa rainure, grâce à une machine optique de précision. L'incertitude absolue sur la mesure de x_1 et x_2 est de l'ordre de 0,01 mm. La même machine fournit une très bonne mesure de la largeur de la source. L'écartement entre amenées de courant est mesuré avec une précision supérieure à 0,1 mm.

2.2.4 *Mesure de la période.* Le temps s'écoulant entre plusieurs oscillations enregistrées fournit une valeur moyenne de la période avec une incertitude relative de l'ordre de 1 pour cent. L'erreur est alors due uniquement à l'instabilité du générateur TBF, soit 0,5 pour cent.

3. APPLICATIONS

3.1 *Conditions expérimentales*

Nous nous sommes préoccupés de vérifier si les conditions expérimentales satisfont bien aux hypothèses de calcul.

3.1.1 *Choix de la fréquence.* D'une part il faut une fréquence élevée pour limiter les effets perturbateurs sur l'onde sinusoïdale. D'autre

part l'enregistrement et la mesure, tant du point de vue de l'amplitude des signaux recueillis que du point de vue de la bande passante, nous limitent à des fréquences faibles. Nous avons adopté en compromis des fréquences inférieures à 0,1 Hz.

3.1.2 Pression et contact thermique. La pression exercée par les échantillons sur la résistance électrique, source calorifique, est déterminante dans la répartition des flux. Elle modifie la valeur de la résistance de contact thermique source-matériau.

Nous avons effectué des mesures pour diverses valeurs de cette pression. Pour une pression correspondant au seul poids de l'échantillon 2 sur l'étalon 1, les valeurs obtenues pour D et A sont incertaines, en particulier elles varient d'une expérience à l'autre. Le serrage mécanique du chapeau coiffant les échantillons permet d'exercer des pressions plus élevées. Au-delà de la valeur de la pression déterminée par un serrage normal à la clé (environ 1 daN/mm²), il semble que la pression n'intervienne plus. Nous avons également constaté que son effet est plus

marqué sur la détermination de D que sur celle de A .

L'influence de la nature du fluide interstitiel nous a également préoccupés. Des mesures faites avec et sans vaseline pour la pression optimale définie précédemment, n'ont pas donné de différence sensible sur les modules des températures relevées. Les valeurs fournies par le calcul relatif aux erreurs dues aux résistances de contact, (cf. 1.2.1) majorent donc largement les valeurs réelles.

3.1.3 Répartition de la densité thermique sur la source. Le contrôle préalable, au micromètre, de l'uniformité de l'épaisseur de la feuille de platine utilisée, fournit des valeurs comprises entre 23 et 24 μ .

Nous avons contrôlé l'hypothèse faite sur la répartition uniforme des densités de puissance sur la source, en contrôlant l'uniformité du champ électrique. Pour cela des tiges cylindriques en cuivre, dont les extrémités ont été étamées, sont montées légèrement serrées dans un échantillon supérieur en PPM (genre plexiglas). L'étalon est en alumine. Pour des séries

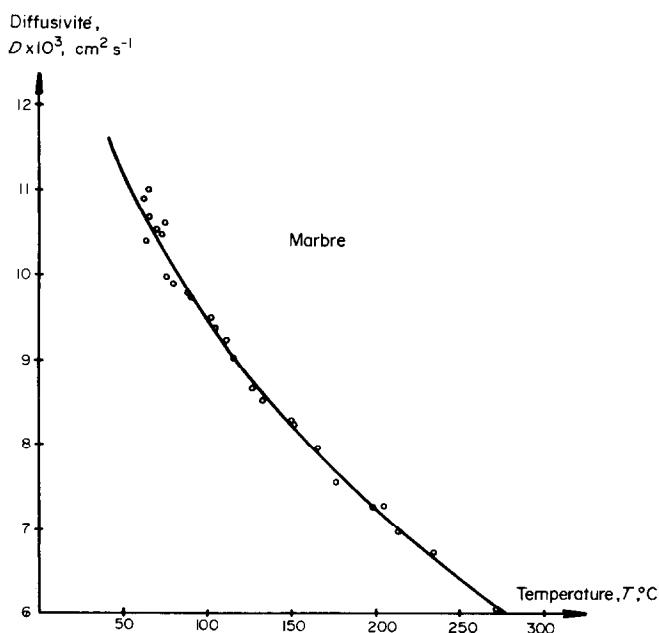


FIG. 4. Diffusivité du marbre en fonction de la température.

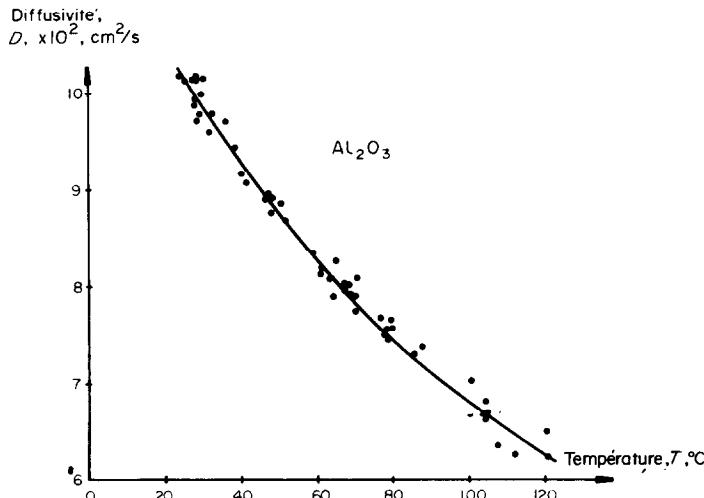


FIG. 5. Diffusivité de l'alumine en fonction de la température.

d'essais différents, en faisant varier la pression, le niveau d'attaque sinusoïdale, en tournant l'échantillon, l'écart maximal relevé entre les densités de potentiel électrique sur le ruban métallique n'excède pas 3 pour cent.

3.2 Résultats des mesures directes

3.2.1 Marbre. L'étalon 1 et l'échantillon 2 ont été taillés dans la même région d'un bloc de marbre comblanchien. La masse volumique moyenne mesurée est de 2,65 g/cm³. Dans ces essais, les fils de couple sont en chromel-alumel et la pression sur les échantillons est exercée par un poids variable jusqu'à 5 daN.

La diffusivité est calculée d'après la formule (2). La courbe de variation de D , en fonction de

la température, est nettement décroissante (Fig. 4). Les valeurs de D obtenues sont indépendantes de la nature de l'échantillon 2, dans la mesure où les écarts de température relevés restent suffisamment importants pour être mesurables sans introduire une trop forte erreur.

La relation (7bis) permet de déterminer le coefficient d'arrachement. Avec une charge de 2,5 daN nous avons obtenu :

$$\begin{aligned} \text{pour } T = 36^\circ\text{C} & \quad A = 0,27 \text{ J/cm}^2 \cdot {}^\circ\text{C} \cdot \sqrt{\text{s}} \\ \text{pour } T = 65^\circ\text{C} & \quad A = 0,25 \text{ J/cm}^2 \cdot {}^\circ\text{C} \cdot \sqrt{\text{s}} \end{aligned}$$

Nous avons peu de valeurs de A pour le marbre, car nous nous sommes surtout efforcés de rechercher les meilleures conditions expérimentales. La méthode mise au point a été ensuite appliquée à des corps plus homogènes.

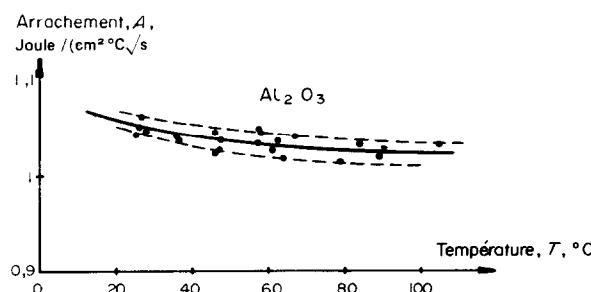


FIG. 6. Variation du paramètre d'arrachement de l'alumine en fonction de la température.

3.2.2 Alumine. Pour toutes les mesures qui suivent, les fils de couple sont en fer-constantan et la pression sur les échantillons est exercée mécaniquement par les quatre vis de serrage du chapeau.

Les échantillons élaborés par frittage de poudres agglomérées contiennent 99,3 pour cent d'alumine. Leur masse volumique est de 3,91 g/cm³.

Nous avons étudié la variation des paramètres thermiques entre l'ambiance et 100°C. Les courbes $D(T)$ et $A(T)$ sont décroissantes (Figs. 5 et 6). Mais si la diffusivité est très sensible à la température, le paramètre d'arrachement l'est beaucoup moins.

La variation du volume dans l'intervalle considéré étant négligeable, nous considérons la masse volumique constante. Les courbes de variation de la conductivité thermique $k = A/\sqrt{D}$ et de la chaleur massique $c = A/\sqrt{D}$ déduites des courbes précédentes sont respectivement décroissante et croissante (Figs. 7 et 8).

Avec les erreurs partielles indiquées plus haut (en 2.2), l'erreur relative commise sur la mesure absolue de D est voisine de 5,5 pour cent. L'erreur relative relevée sur un grand nombre de

mesures est toujours inférieure à 4 pour cent. De même l'incertitude relative totale affectant la mesure absolue de A est de 6 pour cent.

Nous avons comparé ces résultats à ceux donnés par la littérature. Mais il est difficile de trouver exactement, pour un matériau et une température données, les valeurs des différents paramètres. En particulier, il existe peu de détermination directe de A et D . Nous avons donc calculé certains de ces coefficients à partir des valeurs de k , ρ et c connues. Néanmoins, les résultats obtenus sont voisins des déterminations antérieures [9, 10].

3.3 Résultats des mesures indirectes

Dans les expériences suivantes nous utiliserons toujours l'alumine comme étalon 1. La relation (7ter) permet la détermination de la somme $A_1 + A_2$ des coefficients d'arrachement. Nous construisons la courbe de variation de cette somme en fonction de la température, et connaissant la courbe de l'étalon, nous en déduisons la courbe de variation du paramètre d'arrachement de l'échantillon inconnu.

3.3.1 Marbre. Les valeurs de A ainsi obtenues sont légèrement plus fortes que précédemment,

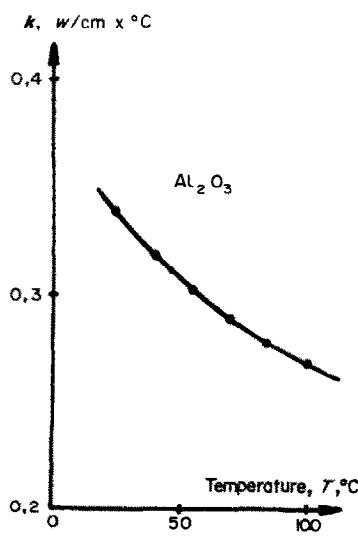


FIG. 7. Conductivité de l'alumine.

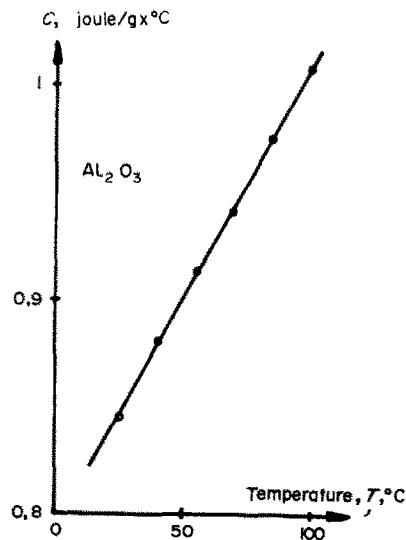


FIG. 8. Chaleur massique de l'alumine.

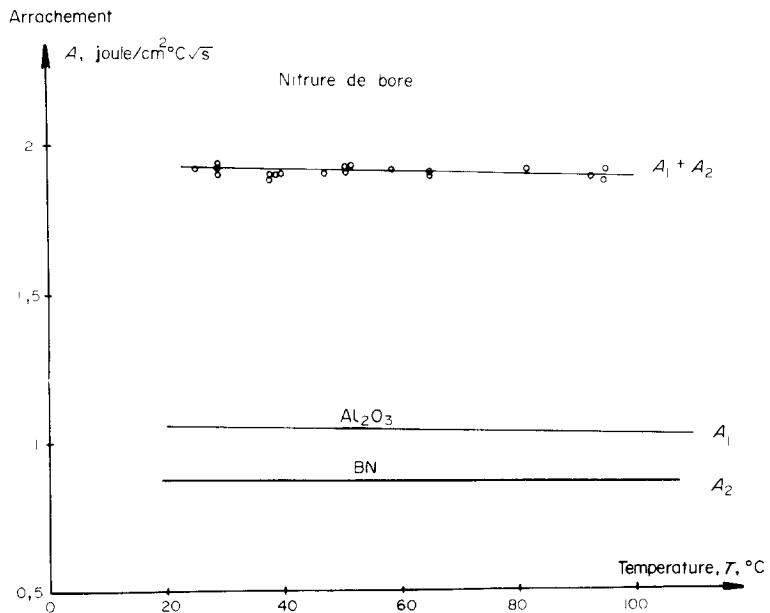


FIG. 9. Variation du paramètre d'arrachement du nitrure de bore.

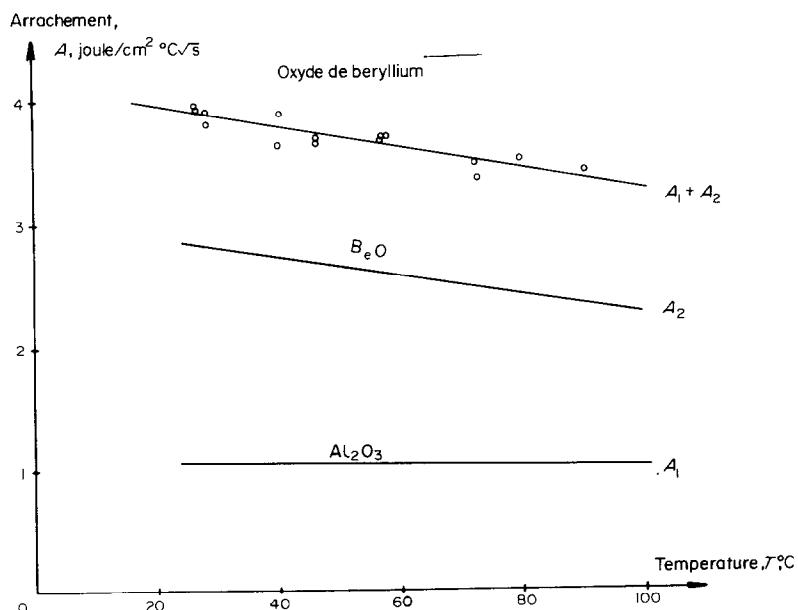


FIG. 10. Variation du paramètre d'arrachement de l'oxyde de beryllium.

du fait de la pression optimale due au serrage mécanique. Nous avons obtenu :

$$\begin{aligned} \text{pour } T = 48^\circ\text{C} \quad A &= 0,30 \text{ J/cm}^2\text{C} \sqrt{\text{s}} \\ \text{pour } T = 65^\circ\text{C} \quad A &= 0,27 \text{ J/cm}^2\text{C} \sqrt{\text{s}}. \end{aligned}$$

En adoptant pour la température de 60°C les valeurs moyennes :

$$A = 0,27 \text{ J/cm}^2\text{C} \sqrt{\text{s}}, \quad D = 0,011 \text{ cm}^2/\text{s}$$

et connaissant $\rho = 2,65 \text{ g/cm}^3$, nous en déduisons :

$$k = 0,028 \text{ W/cm}^\circ\text{C}, \quad c = 0,97 \text{ J/g}^\circ\text{C}.$$

3.3.2 Nitrure de Bore. Les échantillons utilisés sont de qualité HBN, de masse volumique $\rho = 2,1 \text{ g/cm}^3$.

Nous avons tracé sur un même graphe les trois courbes $A_1(T) + A_2(T)$, $A_1(T)$ et $A_2(T)$ relatives à cet essai (Fig. 9). Les valeurs obtenues correspondent à celles données par le fabricant et par [11, 12].

3.3.3 Oxyde de beryllium. L'échantillon contient 99,5 pour cent d'oxyde de beryllium. Sa masse volumique est de $2,815 \text{ g/cm}^3$.

Nous construisons la courbe $A_2(T)$ à partir des courbes $A_1(T) + A_2(T)$ et $A_1(T)$ (Fig. 10). Ces valeurs sont en accord avec celles fournies par la littérature [3, 13]. Le paramètre d'arrachement élevé, de l'ordre de $2,5 \text{ J/cm}^2\text{C} \sqrt{\text{s}}$ à la température ambiante, indique le caractère bon conducteur thermique de l'oxyde de beryllium. A est voisin de celui de l'aluminium, mais plus faible que celui du cuivre ($3,65 \text{ J/cm}^2\text{C} \sqrt{\text{s}}$).

La mesure de θ_1 est ici déterminante car la moindre erreur altère sa faible valeur. Toutefois, pour des mesures effectuées dans une même

série, avec les mêmes paramètres, l'erreur relative reste voisine de 5 pour cent.

Nous observons donc, d'une façon générale, que pour les matériaux étudiés, le paramètre d'arrachement est peu sensible à la température. Ceci peut s'expliquer par le fait que la conductivité et la chaleur volumique varient en sens inverse avec la température, et que de plus, elles interviennent par leurs racines carrées, ce qui a pour effet de diminuer encore cette variation.

BIBLIOGRAPHIE

1. P. VERNOTTE, Mesure de la conductibilité thermique des isolants. Méthode du Touchau. *Chal. Ind.* **208**, 331–338 (1937).
2. A. J. ANGSTROM, Neue Methode, das Warmeleitungsvermögen der Körper zu bestimmen. *Ann. Phys. Chemie* **114**, 513–530 (1861).
3. L. SICARD, Détermination du coefficient de diffusivité thermique en régime variable, p. 14. Thèse de Doctorat es-Sciences Physiques, Lyon No 248 (1959).
4. P. VERNOTTE, *Thermocinétique Générale*, p. 10. Publications Scientifiques et Techniques du Ministère de l'Air. No 379, Paris (1961).
5. S. A. SCHAAF, On the superposition of a heat source and contact resistance. *Q. Appl. Math.* **5**, 107–111 (1947).
6. J. C. CHAMPOUSSIN, Détermination des paramètres thermiques des solides en régime périodique, p. 15. Thèse de Docteur-Ingénieur. Lyon No 266 (1967).
7. J. P. BARDON, Contribution à l'étude du transfert de chaleur au contact de deux matériaux, p. 60. Thèse de Doctorat es-Sciences Physiques, Poitiers No 59 (1965).
8. H. S. CARSLAW and J. C. JEAGER, *Conduction of Heat in Solids*, p. 263. Oxford University Press (1959).
9. *NBS Selected Values of Thermodynamic Properties*. Part. 1 (1961).
10. W. A. PLUMMER, D. E. CAMPBELL and A. A. COMSTOCK, Method of measurement of thermal diffusivity to 1000°C . *J. Am. Cer. Soc.* **45**, 310–16 (1962).
11. K. M. TAYLOR, Hot pressed boron nitride. *Ind. Engng Chem.* **47**, 2506–2509 (1955).
12. J. FREDRICKSON and W. H. REDANZ, Boron nitride for aerospace applications. *Metal Prog.* 97–101 (1965).
13. *Engineering Properties of Selected Ceramic Materials*. American Ceramic Society, Columbus, Ohio (1966).

SIMULTANEOUS DETERMINATION OF THERMAL PROPERTIES OF SOLIDS BY A PERIODIC METHOD

Abstract—We propose a method of measuring some thermophysical properties of solid materials, by utilization of periodic heat source.

A thermal flux is provoked in limited solids by sinusoidal thermal causes, applied on surface. We determine effusivity of an unknown sample showing at mean a plane face, by simple contact with the

measuring apparatus. Inserting detectors in the material, we can obtain diffusivity. Then calculatus gives conductivity and specific heat.

Influence of thermal contact resistances and finite dimensions of thermal source are examined.

We describe apparatus and optimal experimental conditions. We apply this method in a suitable temperature interval between 20 and 100°C to different samples: marble, alumina, boron nitride, then to a good thermal conductor material: beryllium oxide.

GLEICHZEITIGE BESTIMMUNG DER THERMISCHEN EIGENSCHAFTEN FESTER STOFFE DURCH EINE PERIODISCHE METHODE

Zusammenfassung—Wir schlagen eine Methode vor zur Messung einiger thermophysikalischer Eigen-schaften fester Stoffe unter Verwendung einer periodisch wirkenden Wärmequelle.

In endlichen Feststoffen wird ein Wärmestrom hervorgerufen durch sinusförmige Beheizung der Ober-fläche. Wir bestimmen die ausströmende Wärme einer unbekannten Probe mit ebener Oberfläche durch einfache Berührung mit der Messeinrichtung. Mit Messfühlern im Material erhält man die Temperatur-leitzahl. Durch Rechnung ergibt sich dann die Wärmeleitfähigkeit und die spezifische Wärme. Die Einflüsse von thermischen Kontaktwiderständen und endlicher Ausdehnung der Wärmequelle werden behandelt.

Wir beschreiben den Versuchsaufbau und optimale Versuchsbedingungen. Wir verwenden diese Methode in einem geeigneten Temperaturintervall zwischen 20 und 100°C für verschiedene Proben: Marmor. Aluminium, Börnitrid, und für ein gut wärmeleitendes Material: Berylliumoxid.

КОМПЛЕКСНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПЕРИОДИЧЕСКОГО ИСТОЧНИКА

Аннотация—Предлагается метод измерения некоторых теплофизических свойств твердых материалов путем использования периодического источника тепла.

Тепловой поток в ограниченном твердом теле возникает от синусоидального источника тепла, действующего на поверхности. Тепловая активность определяется с помощью контактного датчика, расположенного в средней плоскости исследуемого образца. Температуропроводность можно определить, используя встроенные в материал датчики. Затем рассчитывается теплопроводность и удельная теплоемкость.

Исследовано влияние сопротивления теплового контакта и конечных размеров теплового источника.

Описаны экспериментальная аппаратура и оптимальные условия эксперимента. Описанный метод применялся в диапазоне температур 20–100°C для исследования таких материалов, как мрамор, алюминий, нитрид бора, а также окиси бериллия, являющейся хорошим проводником тепла.