



HAL
open science

Dispositif de mesure automatique de la conductivité thermique des matériaux à changement de phase

D. Delaunay, Philippe Carré

► **To cite this version:**

D. Delaunay, Philippe Carré. Dispositif de mesure automatique de la conductivité thermique des matériaux à changement de phase. *Revue de Physique Appliquée*, 1982, 17 (4), pp.209-215. 10.1051/rphysap:01982001704020900 . jpa-00244990

HAL Id: jpa-00244990

<https://hal.science/jpa-00244990>

Submitted on 4 Feb 2008

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Classification
Physics Abstracts
44.50 — 07.20

Dispositif de mesure automatique de la conductivité thermique des matériaux à changement de phase

D. Delaunay et P. Carré

Laboratoire de Thermocinétique ERA C.N.R.S. 663, Institut de Physique, Université de Nantes,
2, rue de la Houssinière, 44072 Nantes Cedex, France

(Reçu le 23 novembre 1981, révisé le 28 décembre 1981, accepté le 19 janvier 1982)

Résumé. — On présente un dispositif expérimental pour une mesure de la conductivité thermique des matériaux à changement de phase. La validité du modèle thermocinétique simple retenu est discutée par rapport aux conditions de l'expérience (non-linéarités induites par les variations des caractéristiques thermophysiques, effet de la convection naturelle, influence des fuites latérales). On donne une série d'abaques permettant de dimensionner la cellule et l'échantillon pour obtenir une précision donnée. On décrit l'automatisation du dispositif expérimental et on montre un exemple d'utilisation sur une cytoparaffine à fusion étalée.

Abstract. — We present an experimental device for the measurement of the thermal conductivity of phase change materials. We argue about the concordance between the simple theoretical model and the experimentation (non-linearities introduced by the thermophysical properties, natural convection effect, heat loss by the lateral surfaces). We obtain succession of diagrams which allow us to find an optimal sizing of the cell and of the sample, for a fixed accuracy. We describe the automatic mode of operation and we show an example of results for a cytoparaffin for which the melting occurs over a range of temperature.

1. Introduction. — La connaissance précise des caractéristiques thermophysiques des matériaux à changement de phase au voisinage de leur point de transition, présente un très grand intérêt pour la modélisation des évolutions thermocinétiques dont ils peuvent être le siège. On peut citer notamment, toutes les applications concernant le stockage de l'énergie par chaleur latente pour lesquelles la connaissance des caractéristiques des matériaux utilisés est cruciale. Il faut cependant reconnaître qu'on ne dispose guère de données concernant la plupart de ceux-ci ni même de méthodes bien adaptées à ces mesures !

Le présent article a pour objet de présenter une méthode de mesure de la conductivité thermique de matériaux fusibles peu conducteurs de part et d'autre de leur point de fusion. Ce type de mesure soulève de nombreuses difficultés inhérentes à ce genre de matériaux. Tout d'abord des modifications de structure précédent souvent le passage à l'état liquide et provoquent des variations, parfois importantes de la conductivité λ . Les modèles thermocinétiques choisis pour la mesure de λ doivent tenir compte des fortes non-linéarités qui en découlent. Par ailleurs, la fusion s'accompagne d'un changement de volume et quel que

soit l'état du matériau, la géométrie de l'échantillon doit rester bien définie.

Enfin dans l'état liquide des déperditions peuvent prendre plus d'importance que dans l'état solide et faire que le modèle expérimental s'écarte notablement du modèle thermocinétique théorique ; il faut également veiller à ce que des phénomènes de convection naturelle dans la phase liquide ne viennent encore perturber la mesure.

2. Principe de la mesure. — **2.1 MODÈLE THERMOCINÉTIQUE.** — Le modèle thermocinétique qui a été retenu est un modèle monodimensionnel plan du type de celui utilisé dans la méthode de la plaque gardée [1]. L'échantillon de forme cylindrique et de faible épaisseur l par rapport à son diamètre D est traversé par le flux de chaleur normalement à ses faces et de haut en bas pour éviter les phénomènes convectifs. Pour cela il est en contact sur sa face supérieure avec une source chaude à température T_1 et avec une source froide à température T_2 à sa face inférieure.

Des dispositifs de garde arrière et latérale assurent un transfert unidirectionnel de la chaleur de la source chaude vers la source froide. La mesure du flux de chaleur dissipé électriquement au niveau de la source

chaude ainsi que de l'écart de température $T_1 - T_2$ permet de déterminer λ :

$$\lambda = \frac{\phi_{\text{électrique}} \cdot l}{\frac{\pi D^2}{4} (T_1 - T_2)}$$

2.2 DESCRIPTION DU DISPOSITIF EXPÉRIMENTAL. — Le dispositif de mesure est représenté sur la figure 1.

Il comprend :

— Une cellule cylindrique contenant l'échantillon fusible. Le fond de cette cellule qui constitue la source froide P_2 est une paroi conductrice en laiton à température régulée par une circulation d'eau.

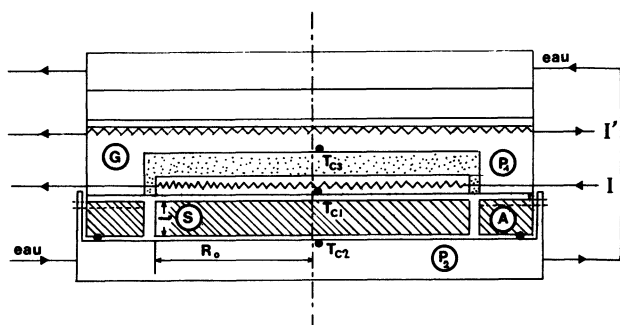


Fig. 1. — Cellule de mesure de la conductivité thermique.

[The cell for the measurement of the thermal conductivity.]

La paroi latérale de la cellule qui joue un rôle de garde latérale a la forme d'un anneau (A) et sa conductivité est voisine de celle du matériau à étudier (par exemple pour une paraffine, nous prenons un anneau de plexiglass de conductivité $0,19 \text{ W/m}^\circ\text{C}$).

L'ensemble du montage est placé dans un système de presse qui assure un bon contact thermique entre l'anneau et les sources. L'étanchéité est assurée par un joint torique. L'anneau est rempli du matériau liquide. Lorsque celui-ci est solidifié, les surfaces supérieures et inférieures sont arasées de façon à ce que l'anneau soit rempli entièrement. Pour ne pas modifier les contacts au cours d'un cycle thermique, la mesure se fait toujours en montée de température, le matériau en se dilatant s'échappe par des événements permettant d'évacuer l'excédent. Pour un même matériau plusieurs séries de mesures ont été faites et la reproductibilité s'est avérée bonne. Les fuites radiales sur la surface extérieure de l'anneau s'effectuent à travers une lame d'air de faible épaisseur vers une couronne métallique réfléchissante régulée à la même température que la plaque P_2 , ce qui les réduit considérablement.

— Une plaque P_1 en laiton de même diamètre que l'échantillon joue le rôle de source chaude. Elle est munie d'une résistance chauffante type thermocoax soudée au sein du bloc en laiton et disposée de manière à obtenir une dissipation la plus uniforme possible.

— Un système de garde G type « barrière ther-

mique » entoure la plaque chaude et se trouve séparé de celle-ci par un espace isolant. Cette garde est munie d'un dispositif de chauffage analogue à celui disposé sur la plaque P_1 . La partie annulaire de la garde est en bon contact avec l'anneau A de la cellule, de sorte qu'il s'établit un transfert de chaleur garde \rightarrow plaque P_2 au travers de celui-ci.

— Afin de stabiliser les fuites garde \leftrightarrow extérieur, une seconde plaque froide est disposée sur la garde G et séparée de celle-ci par une plaque isolante. Des thermocouples TC_1 , TC_2 , TC_3 permettent de déterminer les températures des éléments P_1 , P_2 , G.

La température T_2 étant fixée, on dissipe dans P_1 une puissance constante. On règle alors la puissance de chauffage de la garde G de façon à ce que, à chaque instant, $T_1 = T_3$. La garde constitue alors une véritable barrière thermique et tout le flux dissipé dans P_1 pénètre dans l'échantillon. Par ailleurs, il s'établit entre les faces supérieures et inférieures de l'anneau A la même différence de température que dans l'échantillon.

Ceci n'implique cependant pas une isolation latérale parfaite. En effet, l'échantillon est en contact avec l'anneau A qui dissipe par sa surface latérale vers la couronne extérieure à T_2 . Le champ de température dans l'anneau est bidimensionnel. Il est donc nécessaire de s'assurer que ces déperditions latérales sont suffisamment petites pour ne pas affecter de manière significative le flux qui traverse l'échantillon, donc la mesure de λ .

3. Critères de validité du modèle thermocinétique. —

3.1 EFFETS NON LINÉAIRES. — Compte tenu de la non-linéarité, la méthode de mesure ne permet d'atteindre qu'une valeur moyenne de λ :

$$\lambda = \frac{1}{\Delta T} \int_T^{T+\Delta T} \lambda(T) dT$$

On effectue alors l'approximation

$$\bar{\lambda} = \lambda\left(T + \frac{\Delta T}{2}\right)$$

Pour réduire l'erreur introduite par cette approximation, on a intérêt à prendre ΔT le plus faible possible. Si sur cet intervalle ΔT , on peut prendre pour λ une évolution linéaire en fonction de la température. La valeur est alors celle pour $T + \frac{\Delta T}{2}$.

3.2 INFLUENCE DE LA CONVECTION NATURELLE. —

Il convient également de s'assurer qu'en phase liquide et en raison d'un défaut d'horizontalité les effets convectifs sont négligeables. En utilisant la formule donnée par Dulieu [2] :

$$Nu = 1 + \alpha(k, M) \cdot \varphi^2$$

où : $M = Ra/16$; k = rapport d'allongement; φ = angle d'inclinaison par rapport à l'horizontale exprimé en radians; $\alpha(k, M)$ est une fonction du

rapport d'allongement et du nombre de Rayleigh dont la variation en fonction de M , paramétrée par k et donnée dans la référence [2].

Dans notre cas on estime le défaut d'horizontalité $\varphi < 1/100$ ce qui d'après les abaques données par Dulieu conduit à un Nusselt $Nu = 1,005$ pratiquement identique à la conduction. On peut donc dire que la mesure de la conductivité en phase liquide ne sera pas perturbée par des effets convectifs notables.

3.3 VALIDITÉ DU MODÈLE MONODIMENSIONNEL ET DIMENSIONNEMENT DE LA CELLULE. — Afin de connaître le degré de validité du modèle monodimensionnel utilisé pour la mesure de λ , on a étudié le champ de température qui s'établit dans la cellule et on en a déduit l'erreur commise sur l'évaluation du flux.

— Nous avons considéré l'anneau conducteur et sa garde comme un seul matériau homogène de conductivité $\lambda \left(\frac{T_1 + T_2}{2} \right)$.

— L'échange avec la couronne extérieure à T_2 se fait à travers une lame d'air, le coefficient global de transfert est constant et a été estimé à $10 \text{ W/m}^2 \text{ } ^\circ\text{C}$.

— Les faces supérieures et inférieures de l'échantillon sont à températures imposées T_1 et T_2 .

Dans ces conditions schématisées sur la figure 2, et en posant $\theta = T - T_2$ le champ de température $\theta(r, z)$ est solution du système :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{\partial^2 \theta}{\partial z^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial \theta}{\partial r} + \frac{\partial^2 \theta}{\partial r^2} = 0 \\ 0 < z < l \quad r = a, -\lambda \frac{\partial \theta}{\partial r}(a, z) = h\theta \\ 0 < r < a \quad z = 0, \theta = \theta_1 \\ 0 < r < a \quad z = l, \theta = 0. \end{array} \right.$$

La solution est obtenue par une méthode de séparation des variables [3]

$$\theta(r, z) = \theta_1 \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2 h J_0(r \alpha_n) \sinh((l-z) \alpha_n)}{a \lambda \left(\frac{h^2}{\lambda^2} + \alpha_n^2 \right) J_0(a \alpha_n) \sinh l \alpha_n}$$

Avec α_n racines de l'équation transcendante :

$$-a \alpha J_1(a \alpha) + B i J_0(a \alpha) = 0$$

où $B i = \frac{h a}{\lambda}$.

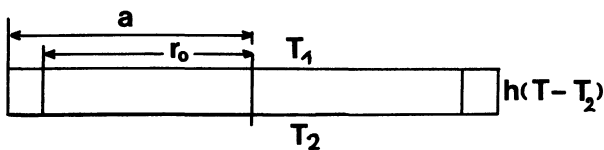


Fig. 2. — Schématisation des conditions expérimentales. [The experimental behaviour.]

Ceci permet de calculer le flux de chaleur ϕ qui traverse en $z = 0$ le cercle de rayon R_0 correspondant au rayon de la plaque P_1 . Ce flux est rigoureusement égal au flux électrique dissipé dans la plaque P_1 lorsque l'équilibrage des températures entre G et P_1 est réalisé. Par contre il diffère du flux ϕ_0 qui traverserait l'échantillon avec le même écart de température $T_1 - T_2$ dans l'hypothèse où les déperditions latérales seraient strictement nulles. L'erreur commise en négligeant l'effet bidimensionnel est donc :

$$\frac{\Delta \phi}{\phi} = \frac{\phi - \phi_0}{\phi_0}$$

$$\frac{\Delta \phi}{\phi} = \sum_{n=1}^{\infty} \frac{4 l h^2 J_1(r_0 \alpha_n) \cosh(l \alpha_n)}{a r_0 \alpha_n (h^2 + \lambda^2 \alpha_n^2) J_1(a \alpha_n)} - 1.$$

Cette erreur qui dépend des groupes adimensionnels suivants : $B i = \frac{h a}{\lambda}$; $\frac{2 a}{l}$; $\frac{r_0}{l}$ a été étudiée pour différentes valeurs de Biot, variant de 0,25 à 5. L'ensemble des résultats sont donnés dans les figures 3 à 9.

3.4 UTILISATION DES ABAQUES. — Dans le cas d'un montage déjà existant, ces abaques permettent de déterminer l'épaisseur de l'échantillon à introduire dans la cellule de mesure. En effet dans ce cas, le rapport r_0/a est fixé. La connaissance d'un ordre de grandeur de la conductivité permet d'estimer une valeur du nombre de Biot. Il ne reste plus alors qu'à choisir une valeur du rapport d'allongement, donc de l'épaisseur, permettant d'obtenir la précision désirée sur le flux.

S'il s'agit de dimensionner entièrement un montage on pourra jouer sur les trois paramètres pour obtenir la précision souhaitée.

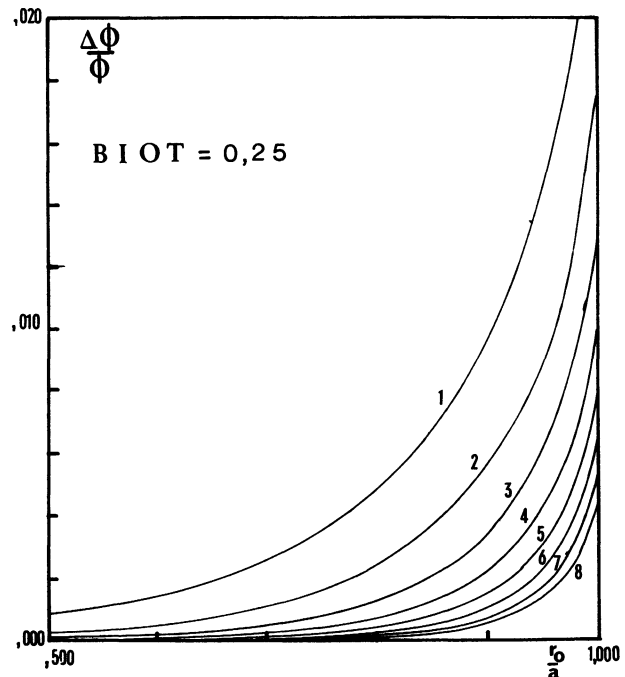


Fig. 3.

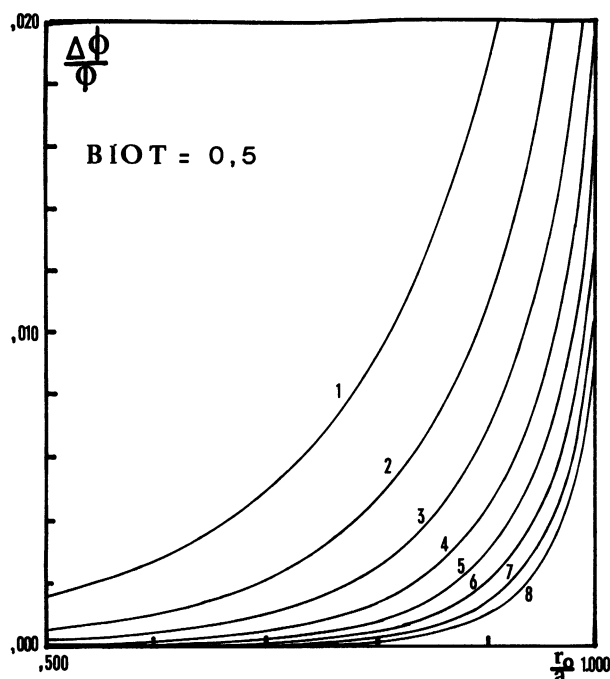


Fig. 4.

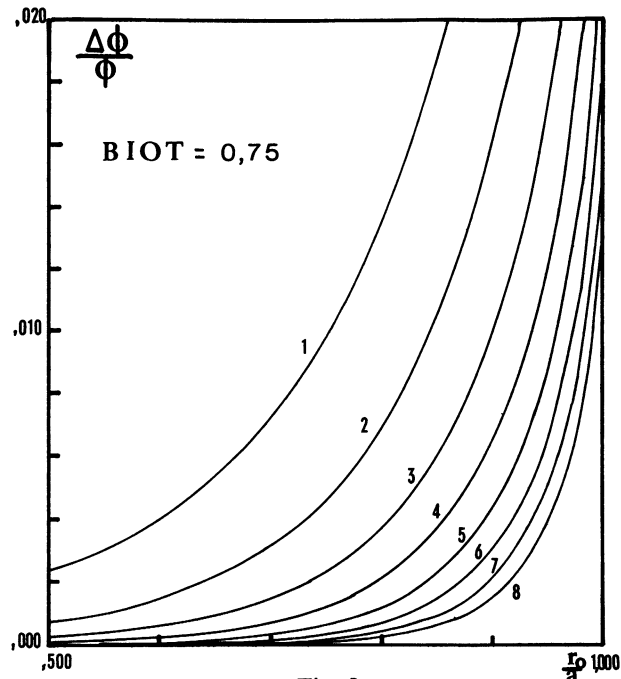


Fig. 5.

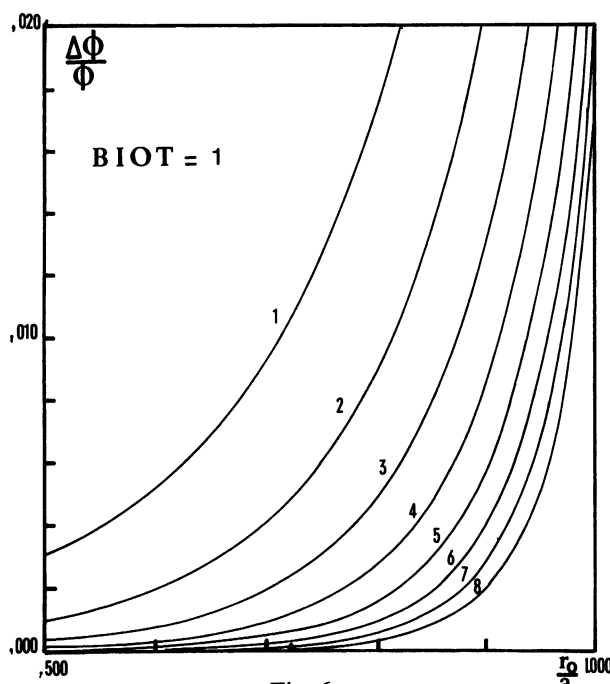


Fig. 6.

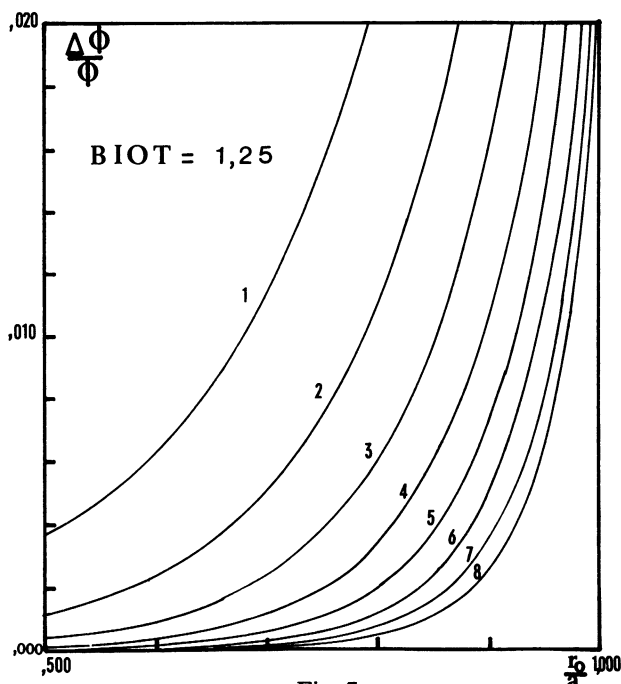


Fig. 7.

4. Dispositif et processus d'automatisation. — S'agissant de matériaux souvent très mauvais conducteurs le temps nécessaire pour atteindre un régime permanent peut être très long. On comprend aisément, dans ces conditions, qu'une automatisation s'impose. En effet, T_2 étant fixé, si l'équilibrage est réalisé à chaque instant (température T_3 de la garde G égale à T_1), T_1 évolue vers une valeur constante correspondant à un état stationnaire en un minimum de temps. La figure 10 montre le schéma d'ensemble du dispositif expérimental.

Il est constitué par :

— un contrôleur relié par un interface BUS IEEE 488 à un commutateur, un voltmètre (résolution $1 \mu\text{V}$) et un convertisseur Numérique/Analogique. Le commutateur reçoit les thermocouples de mesure TC_1 , TC_2 , TC_3 . Une voie sert également à la mesure de la tension aux bornes d'une résistance étalon placée dans le circuit de chauffage de la plaque chaude, afin de mesurer la puissance électrique dissipée.

La commande du convertisseur s'effectue par quatre caractères ASCII (un pour la gamme, trois pour

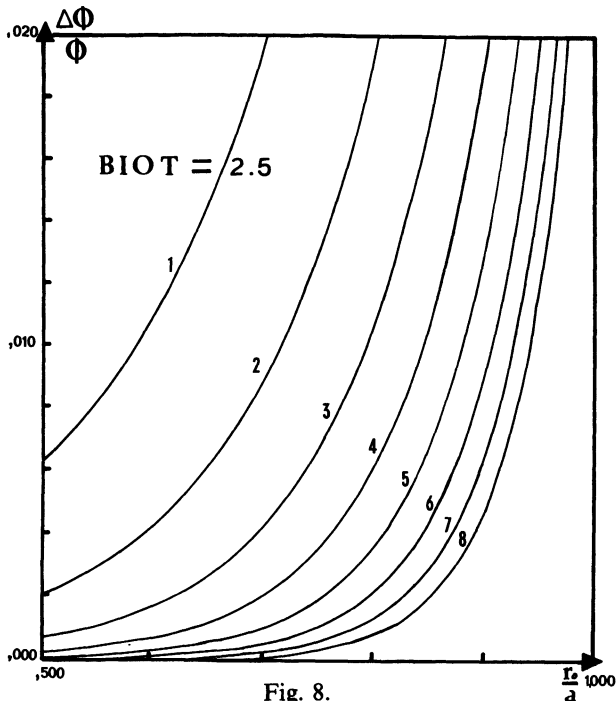


Fig. 8.

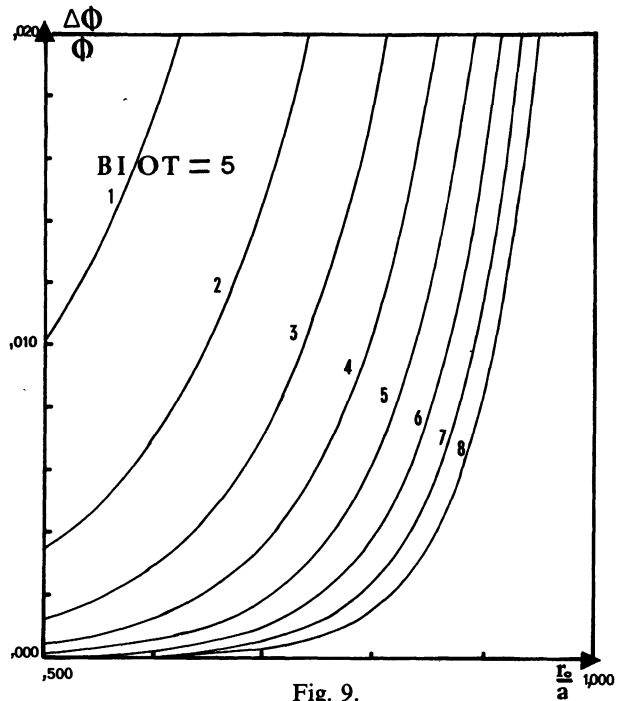


Fig. 9.

Figs. 3 à 9. — Evolution du rapport $\Delta\phi/\phi$ en fonction de r_0/a pour différentes valeurs du nombre de Biot et différentes valeurs du rapport de forme $2a/l$ de l'échantillon. Chaque courbe correspondant à une valeur de $2a/l$: courbe 1 : $2a/l = 5$; courbe 2 : $2a/l = 6$; courbe 3 : $2a/l = 7$; courbe 4 : $2a/l = 8$; courbe 5 : $2a/l = 9$; courbe 6 : $2a/l = 10$; courbe 7 : $2a/l = 11$; courbe 8 : $2a/l = 12$.

[Evolution of the ratio $\Delta\phi/\phi$ with r_0/a for different values of the Biot number and for different values of the aspect ratio $2a/l$ of the sample. Each curve is in correspondance with a value of $2a/l$: curve 1 : $2a/l = 5$; curve 2 : $2a/l = 6$; curve 3 : $2a/l = 7$; curve 4 : $2a/l = 8$; curve 5 : $2a/l = 9$; curve 6 : $2a/l = 10$; curve 7 : $2a/l = 11$; curve 8 : $2a/l = 12$.]

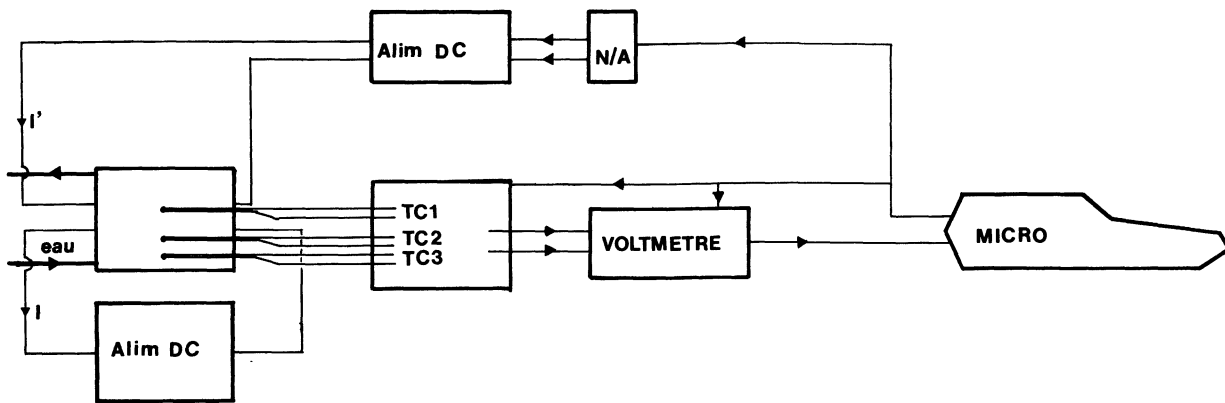


Fig. 10. — Schéma d'ensemble du système automatique.

[The scheme of the self acting system.]

l'amplitude) la sortie analogique entre 0 et 1 V ou 0 et 10 V permet le pilotage d'une alimentation débitant dans la résistance chauffante de la garde. La résolution dans la gamme 10 V est de 10 mV.

La figure 11 schématise le déroulement de la mesure.

Le courant qui traverse la source chaude est maintenu constant pendant toute la durée de la mesure, T_1 évolue jusqu'à atteindre une valeur correspondant au régime permanent.

Des scrutations périodiques sont effectuées sur les voies de mesure de T_1 et T_3 afin d'estimer l'écart $T_1 - T_3$. La tension de chauffage appliquée sur la garde est de la forme $V = K_1 T_2 + K_2 \Delta T$. Elle comporte un terme proportionnel au point de consigne et un terme proportionnel à l'écart par rapport à l'équilibre.

Un test est fait toutes les heures afin de détecter la mise en régime. Si T_1 n'a pas évolué, la conductivité

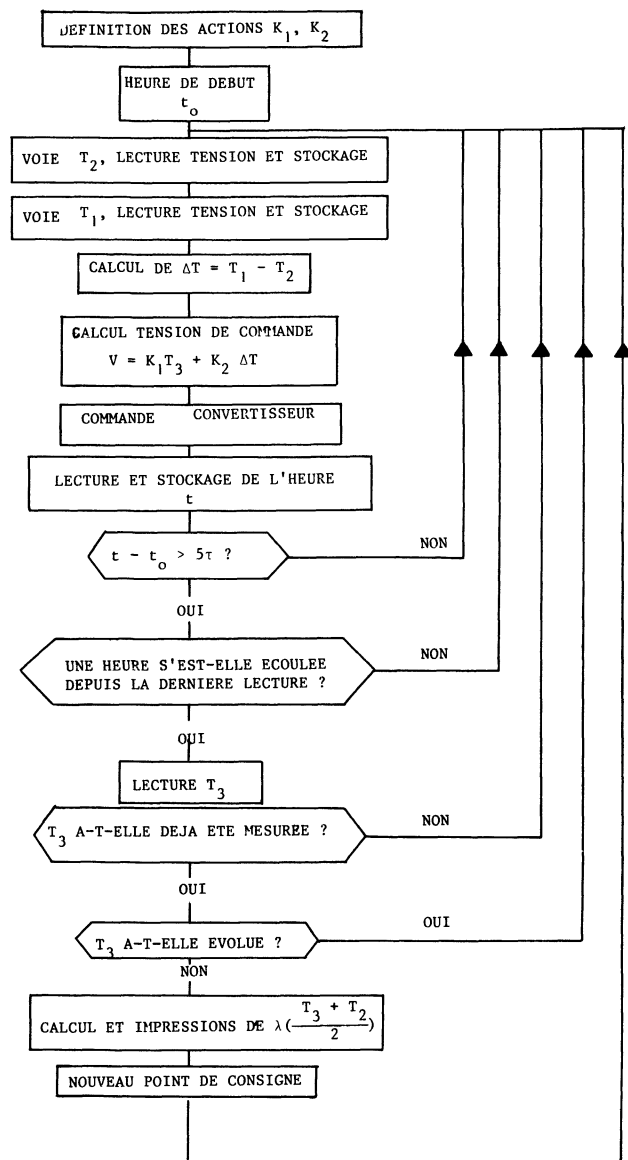


Fig. 11. — Organigramme du processus.

[The organigram of the process.]

est calculée et imprimée. Une action sur le point de consigne de la régulation imposant T_2 fait passer au point de mesure suivant.

Bien que le programme de régulation soit très sommaire, du fait de la forte inertie du montage, nous avons obtenu des résultats très satisfaisants. L'équilibre atteint est meilleur que $0,05\text{ }^\circ\text{C}$, ce qui correspond à des fuites arrières de 10^{-6} W pour un flux électrique de 3 à 4 W.

5. Résultats expérimentaux. — La méthode que nous utilisons est une adaptation d'une méthode mise au point au laboratoire [4]. Celle-ci a été largement testée avec des matériaux isolants connus (fibre de verre, plexiglass) et les résultats sont tout à fait conformes avec ceux de la littérature. Par ailleurs, une mesure comparative de la conductivité thermique d'une paraf-

fine fondue a été effectuée avec une cellule à symétrie cylindrique utilisée pour les liquides. Nous n'avons pas obtenu d'écart significatif.

Nous présentons ici les résultats obtenus avec une cytoparaffine 52-54. La figure 12 montre l'évolution de sa conductivité en fonction de la température. Ce produit n'a pas de fusion franche mais présente une variation continue des caractéristiques thermophysiques en fonction de la température, avec de très fortes non-linéarités au voisinage de la transition à l'état liquide à $54\text{ }^\circ\text{C}$.

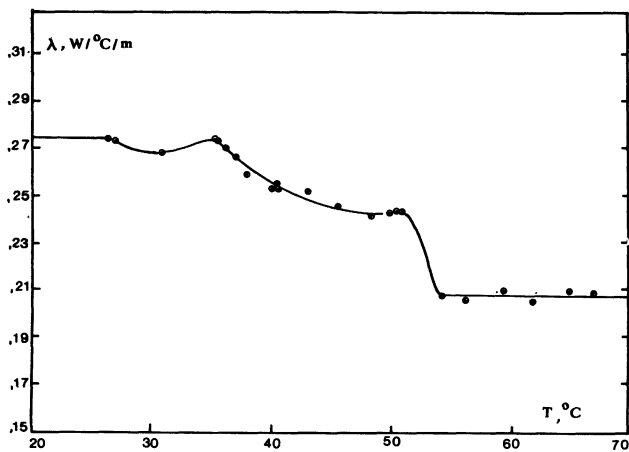


Fig. 12. — Evolution de la conductivité thermique de la cytoparaffine 52-54 en fonction de la température.

[The evolution with the temperature of the thermal conductivity of the cytoparaffin 52-54.]

Des transformations solide-solide se produisent en dessous de cette température (à $30\text{ }^\circ\text{C}$ et entre $40\text{ }^\circ\text{C}$ et $54\text{ }^\circ\text{C}$).

Afin que l'erreur introduite par l'incertitude sur la mesure de la température soit inférieure à 2 %, nous nous étions imposés que l'écart de température entre la plaque chaude et la plaque froide soit inférieur à $2,5\text{ }^\circ\text{C}$. L'appareillage que nous avons décrit permet de suivre de façon satisfaisante les variations de la conductivité thermique du matériau-test.

6. Conclusions. — L'appareillage que nous avons présenté permet la mesure de la conductivité thermique de matériaux fusibles peu conducteurs.

Le modèle thermocinétique retenu impose, pour que l'on puisse le considérer comme valide, un certain nombre de contraintes. Du fait de la très forte variation que peuvent présenter les caractéristiques thermophysiques de certains matériaux, on doit prendre en compte les non-linéarités qui en découlent. Ceci conduit à effectuer les mesures avec un intervalle de température minimum entre la plaque chaude et la

plaque froide. Le résultat de la mesure est la valeur moyenne de la conductivité dans l'intervalle de température.

Les effets convectifs qui peuvent se produire dans la phase liquide doivent être négligeables. Nous avons donc conçu la cellule en fonction de cet impératif.

Par ailleurs, afin de connaître le degré de validité du modèle théorique, nous avons étudié l'influence des fuites latérales et on en a déduit l'erreur commise sur l'évaluation du flux. Ceci nous a permis d'obtenir une

série d'abaques à partir desquels les dimensions de la cellule et de l'échantillon peuvent être optimisées afin d'obtenir la précision requise.

Nous avons mis au point un système et un processus simple d'automatisation de la mesure réalisé autour d'un micro-ordinateur.

L'exemple d'utilisation montre que l'on peut suivre de manière tout à fait satisfaisante l'évolution de la conductivité thermique d'un matériau dans une large gamme de température.

Bibliographie

- [1] TYE, R. P., *Thermal conductivity* (Academic Press INC (London) LTD) 1969.
 - [2] DULIEU, B., BONNIAUD, M. L. et WALCH, J. P., Convection naturelle dans une enceinte rectangulaire presque horizontale chauffée par le haut, *Int. J. Heat Mass Transfer* **22** (1979) 739-747.
 - [3] CARSLAW, H. S. et JAEGER, J. C., *Conduction of Heat in solids* (Oxford University Press) 1979.
 - [4] SAINT BLANQUET, C., Mise au point d'un dispositif de mesure de conductivité thermique des solides et d'un dispositif de mesures des coefficients d'échange thermiques locaux entre un solide et un fluide, mémoire de DEA, Nantes, Octobre 1968.
-