



HAL
open science

Les erreurs sur la diffusivité thermique mesurée par méthode flash : confrontation théorie-expérience

D. Maillet, S. Andre, A. Degiovanni

► **To cite this version:**

D. Maillet, S. Andre, A. Degiovanni. Les erreurs sur la diffusivité thermique mesurée par méthode flash : confrontation théorie-expérience. *Journal de Physique III*, 1993, 3 (4), pp.883-809. 10.1051/jp3:1993170 . jpa-00248966

HAL Id: jpa-00248966

<https://hal.science/jpa-00248966v1>

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

06.50 — 07.20 — 44.10 — 66.70

Les erreurs sur la diffusivité thermique mesurée par méthode flash : confrontation théorie-expérience

D. Maillet, S. André et A. Degiovanni

LEMTA-ENSEM, URA CNRS 875, 2 av. de la Forêt de Haye, 54516 Vandœuvre-les-Nancy Cedex, France

(Reçu le 30 juillet 1992, révisé le 8 janvier 1993, accepté le 14 janvier 1993)

Résumé. — Les deux méthodes des temps partiels et des moments temporels partiels, qui sont basées sur un modèle analytique, permettent de traiter le thermogramme issu d'une expérience flash qui est destinée à mesurer la diffusivité thermique d'un matériau. Par une approche stochastique, on montre comment l'on peut passer des caractéristiques du bruit de mesure numérisé du détecteur de température aux écart-types des estimateurs de la diffusivité et du nombre de Biot relatif aux pertes. La répétition d'expériences flash sur un même échantillon permet, par une étude statistique, de valider l'analyse théorique précédente et de conclure à la supériorité de la deuxième méthode.

Abstract. — The two methods of the partial times and of the partial time moments, that rely on an analytical model, allow the processing of a thermogram produced in a heat pulse (flash) experiment in order to measure the thermal diffusivity of a material. Using a stochastic approach, it is shown that the characteristics of the digitized measurement noise can lead to the calculation of the standard deviations of the estimations of both diffusivity and Biot number related to heat losses. Repetition of flash experiments on a same sample allows, using a statistical study, to validate the preceding theoretical analysis and to conclude that the second method is superior.

Notations

a	diffusivité thermique ($m^2 s^{-1}$)
A, B, A', B'	coefficients
cov	matrice de variance-covariance
C', D'	coefficients
e	épaisseur de l'échantillon (m)
e_d	erreur due à la discrétisation temporelle (s)
\mathbf{E}	vecteur erreur sur les moments
E	espérance mathématique
E'	coefficient
E'_k, E''_k	erreurs dues à l'intégration et aux bornes dans m_k
f	fonction, méthode des temps partiels (TP)
F	fonction, méthode des moments partiels (MP)
F'	coefficient

g	fonction (TP)
G	fonction (MP)
h	coefficient de transfert de chaleur dû aux pertes ($w m^{-2} K^{-1}$)
H	nombre de Biot
K	constante de linéarité du détecteur (VK^{-1})
L, M	coefficients
m_0, m_{-1}	moments temporels partiels
o	notation zéro de Landau ou loi de composition des fonctions
P, P_{-1}, P_0	coefficients
Q	densité surfacique d'énergie absorbée ($J m^{-2}$)
r	dimension radiale (m)
R_{sb}	rapport signal sur bruit
s	coefficient
t	temps (s)
t^*	nombre de Fourier
T	température (K)
u	rapport de temps partiels
U	tension du détecteur (V)
var	variance
x	paramètre à estimer (a, ν ou H)
y	mesure (V)
z	dimension axiale (m)
Z	fonction

NOTATIONS GRECQUES.

$\Delta\gamma$	erreur sur le niveau γ de température réduite
Δt	période d'échantillonnage (s)
ε	bruit de mesure (V)
λ	conductivité ($w m^{-1} K^{-1}$)
ν	fréquence caractéristique de l'échantillon (s^{-1})
ρc	chaleur volumique ($J m^{-3} K^{-1}$)
σ	écart-type du bruit de mesure (V)
σ_x	écart-type d'estimation du paramètre x
σ_k	écart-type du moment m_k ($k = -1, 0$)

INDICES INFÉRIEURS.

a	relatif à la diffusivité
1	face avant
2	face arrière
exp	expérimental
H	relatif au nombre de Biot
i	relatif au temps de mesure
j, k	indices muets
ℓ	relatif à l'estimateur d'un temps partiel
lim	relatif à la température limite adiabatique
m	relatif aux nombres de points du filtrage
max	maximum
n	nombre de mesures entre deux temps partiels ou nombre de mesures avant le flash

r	radial
s	relatif à l'échantillon
z	axial
α	relatif au temps partiel t_α
β	relatif au temps partiel t_β
γ	indice muet de temps partiel
ν	relatif à la fréquence caractéristique
- 1, 0	relatif aux moments m_{-1} et m_0

INDICES SUPÉRIEURS.

f	filtré
t	matrice transposée
*	réduit ou normalisé
^	estimateur
'	dérivée
< >	moyenne sur les N expériences.

1. Introduction et rappels.

1.1 INTRODUCTION. — Depuis sa conception par Parker *et al.* [1], la méthode flash constitue la méthode de mesure la plus utilisée pour la diffusivité d'échantillons solides. Son extension à des matériaux poreux humides, Moynes *et al.* [2], multicouches, Bulner et Taylor [3] et Degiovanni [4], composites stratifiés, Lachi *et al.* [5] et matériaux semi-transparents, S. André *et al.* [6] a été développée avec profit.

La méthode originale développée par Parker *et al.* [1] reposait sur un modèle analytique correspondant à une expérience supposée sans perte pour laquelle l'identification de la diffusivité s'effectuait grâce à la mesure du temps de demi-montée en température de la face arrière, c'est-à-dire du côté opposé à l'excitation.

L'influence des pertes radiatives ou convectives sur la détermination de la diffusivité a été étudiée par Cowan [7], Cape et Lehman [8], Faure [9], Jamet *et al.* [10], Clark et Taylor [11].

Cependant, dans toutes ces méthodes, l'estimation des pertes pose problème : cette dernière a souvent lieu pendant la phase de décroissance du thermogramme [9] et se pose alors la question de la constance du coefficient d'échange sur des durées importantes ; d'autre part, la non-linéarisation de ces pertes suppose connue l'émissivité de l'échantillon et nécessite en outre l'emploi d'une démarche itérative [8, 10]. C'est en effet généralement l'emploi d'une méthode des moindres carrés non linéaires qui permet d'accéder à la diffusivité, voir Raynaud *et al.* [12].

Des méthodes d'identification plus élaborées, utilisant exclusivement la partie ascendante du thermogramme, pour laquelle la sensibilité à la diffusivité est la plus importante, ont été développées par Degiovanni [13] (méthode des temps partiels) et plus récemment par Balageas [14] (utilisation de la méthode de Parker aux temps courts par reconstruction du thermogramme sans perte) et Degiovanni et Laurent [15 et 16] (méthode des moments temporels partiels).

Ce sont les erreurs d'identification des méthodes des temps partiels et des moments temporels partiels qui vont être examinées dans ce qui suit.

1.2 MÉTHODES DES TEMPS PARTIELS ET DES MOMENTS TEMPORELS PARTIELS : RAPPELS.

1.2.1 *Le modèle.* — Le principe de la méthode flash consiste à exciter thermiquement la face avant d'un échantillon solide cylindrique, opaque, homogène et isotrope, de propriétés

thermophysiques constantes — conductivité λ , chaleur volumique ρc et diffusivité $a = \lambda/\rho c$ — d'épaisseur e et de rayon r_s , initialement isotherme, par une impulsion de flux de densité d'énergie Q (J/m^2) uniforme sur une partie, formant un disque de rayon $r_p \leq r_s$, de la face avant. L'échantillon est d'autre part soumis, suite à son échauffement, à des pertes sur ses trois faces, qui sont caractérisées par trois coefficients d'échange, h_1 sur la face avant, h_2 sur la face arrière et h_r sur la face latérale. Chacun de ces coefficients est supposé en outre constant dans le temps et uniforme sur la face où il s'applique. Un schéma de l'expérience est représenté sur la figure 1.

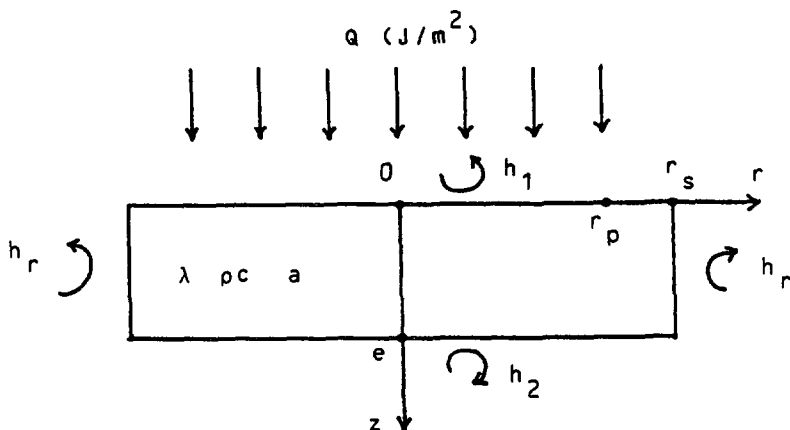


Fig. 1. — La méthode flash : géométrie du modèle.

[The heat pulse method : geometry of the model.]

Afin de pouvoir présenter brièvement les deux méthodes d'identification utilisées par la suite, nous nous placerons dans le cas où :

- la totalité de la face avant est excitée ($r_p = r_s$);
- les pertes thermiques radiales sont négligées ($h_r = 0$);
- l'impulsion est une distribution temporelle de Dirac.

Moyennant ces hypothèses, qui peuvent être respectées en pratique si on considère l'évolution temporelle de la température au centre de la face arrière ($r = 0$, $z = e$) et si certains critères sont remplis, voir respectivement Lachi [5] et Degiovanni [13, 17], le problème thermique est unidirectionnel et transitoire. L'équation de la chaleur, accompagnée de ses conditions associées, peut être alors résolue par la méthode de séparation des variables et la température T (ou plutôt l'échauffement par rapport à un niveau initialement nul), en un point P d'abscisse z au temps t , est donnée par la relation :

$$T = \frac{Q}{\rho c e} Z_z(z^*, t^*, H_1, H_2) \quad (1)$$

où $t^*(= \nu t)$ est le nombre de Fourier de l'échantillon, $\nu (= a/e^2)$ sa fréquence caractéristique, $z^*(= z/e)$, la profondeur réduite par rapport à la face avant et H_1 et H_2 les nombres de Biot caractérisant les pertes en face avant et arrière :

$$H_1 = h_1 e/\lambda \quad H_2 = h_2 e/\lambda .$$

Si on se place en face arrière ($z^* = 1$), la température (1) prend alors la forme suivante :

$$T = \frac{Q}{\rho c e} Z_{12}(t^*, H_1, H_2). \quad (2)$$

Degiovanni [13] et Balageas [14] ont montré, en travaillant empiriquement sur différents types de répartition des coefficients d'échange, que les nombres de Biot H_1 et H_2 (et éventuellement le nombre de Biot radial $H_r = h_r r_s / \lambda$ correspondant à un modèle bidimensionnel plus complet) pouvaient être remplacés par un nombre de Biot unique H . On peut alors écrire le modèle sous la forme :

$$T = T_{\text{lim}} Z(t^*, H) \quad (3)$$

avec

$$T_{\text{lim}} = \frac{Q}{\rho c e}$$

Plus récemment Maillet [18] a montré, à partir du modèle (2), que même dans le cas d'échanges très dissymétriques, cette hypothèse de nombre de Biot unique équivalent était encore valable dans la phase de montée du thermogramme.

Par contre, le choix de ce nombre de Biot équivalent H n'est pas unique. On peut envisager, par exemple, le nombre de Biot $H_{z_{\text{max}}}$ donnant le même maximum que le thermogramme à deux nombres de Biot (H_1, H_2). Les thermogrammes correspondants (divisés par T_{lim}) ont été calculés et tracés sur la figure 2 dans le cas extrême ($H_1 = 0,001$; $H_2 = 1$). L'accord est excellent dans la période précédant le maximum.

Les expressions des fonctions Z_z , Z_{12} et Z sont données en annexe 1.

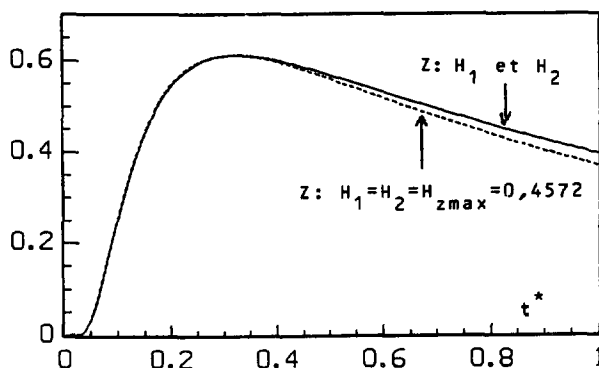


Fig. 2. — Comparaison du thermogramme Z obtenu avec $(H_1, H_2) = 0,001 ; 1$ à celui correspondant au nombre de Biot unique $H = H_{z_{\text{max}}}$.

[Comparison of the Z thermogram corresponding $(H_1, H_2) = 0,001 ; 1$ with the one corresponding to the unique Biot Number $H = H_{z_{\text{max}}}$.]

1.2.2 *La méthode des temps partiels.* — Le modèle (3) comporte trois paramètres : la température limite T_{lim} d'une expérience sans perte, la fréquence $\nu (= a/e^2)$ de l'échantillon et le nombre de Biot H des pertes. Une façon de réduire le modèle est de normaliser la température par la valeur de son maximum T_{max} correspondant à un temps t_{max} .

$$T^* = T/T_{\text{max}} = Z(t^*, H)/Z_{\text{max}}(H) \quad (4)$$

avec

$$Z_{\max}(H) = Z(t_{\max}^*, H)$$

et

$$t_{\max}^* = t_{\max}^*(H).$$

Notons qu'en outre cette réduction est intéressante lorsque la loi d'étalonnage du capteur de température (thermocouple, pyromètre, ...) est inconnue mais linéaire, T^* étant le plus souvent mesurée à l'aide d'un rapport de tensions.

En pratique, à partir du thermogramme brut issu de ce capteur (Fig. 3) l'expérimentateur peut donc reconstituer la courbe expérimentale $T_{\text{exp}}^* = f(t)$ correspondant à la courbe théorique $T^*(t^*, H)$. Dans la phase de montée de cette courbe, on peut définir deux temps partiels t_α et t_β avec :

$$\alpha = f(t_\alpha) \quad \beta = f(t_\beta) \quad \text{pour } 0 < \alpha, \beta < 1.$$

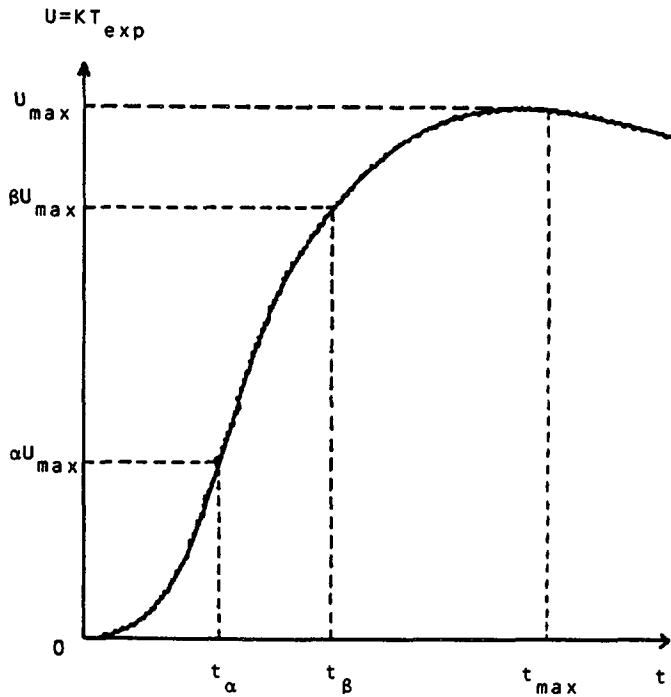


Fig. 3. — Thermogrammes : principe de mesure. Signal de tension expérimental $U = KT_{\text{exp}}$ avec $T_{\text{exp}}^* = U/U_{\text{max}}$.

[Thermograms : measurement principle. Experimental tension signal $U = KT_{\text{exp}}$ with $T_{\text{exp}}^* = U/U_{\text{max}}$.]

En identifiant courbes expérimentale et théorique, on a :

$$\beta = T^*(t_\beta^*, H) \Rightarrow t_\beta^* = g_\beta(H) \tag{5}$$

avec

$$t_\beta^* = \nu t_\beta$$

et des relations similaires pour t_α . On a alors, en faisant le rapport des expressions (5) écrites en α et β :

$$t_\alpha/t_\beta = t_\alpha^*/t_\beta^* = g_\alpha(H)/g_\beta(H) = g_{\alpha\beta}(H) \tag{6}$$

où les fonctions g_α , g_β et $g_{\alpha\beta}$ ne dépendent que de H . Par inversion de la relation (6) qui est monotone, on a formellement :

$$H = g_{\alpha\beta}^{-1}(t_\alpha/t_\beta). \quad (7)$$

En substituant la relation (7) dans l'équation (5) on obtient :

$$\nu t_\beta = f_{\alpha\beta}(t_\alpha/t_\beta) \quad (8)$$

avec

$$f_{\alpha\beta} = g_\beta \circ g_{\alpha\beta}^{-1}.$$

La mesure des seuls temps partiels t_α et t_β et de l'épaisseur de l'échantillon permet alors de remonter à la fréquence ν et donc à la diffusivité a , grâce à l'équation (8). En pratique on prend $\beta = 5/6$ et on choisit les trois valeurs $1/3$, $1/2$ et $2/3$ pour α . Les fonctions d'identification $f_{\alpha\beta}$ correspondantes sont données en annexe 2.

1.2.3 La méthode des moments temporels partiels. — La méthode des temps partiels présente l'avantage de sa simplicité conjuguée à la prise en compte analytique des pertes thermiques. Elle permet en outre de vérifier la qualité de l'expérience et de l'adéquation de celle-ci au modèle, par comparaison des diffusivités identifiées pour les trois valeurs retenues pour α (ceci peut être assimilé ici à une technique d'estimation des résidus expérience/thermogramme recalculé). Par contre, cette méthode repose sur le relevé de 4 points expérimentaux (et du maximum), ce qui peut poser problème en cas de bruit de mesure excessif. Aussi, une autre méthode d'élimination analytique du nombre de Biot des pertes a été conçue [15].

Dans cette méthode, on calcule, à partir du signal expérimental normalisé par son maximum $T_{\text{exp}}^*(t)$, deux intégrales temporelles :

$$m_0 = \int_{t_\alpha}^{t_\beta} T_{\text{exp}}^*(t) dt \quad \text{et} \quad m_{-1} = \int_{t_\alpha}^{t_\beta} \frac{1}{t} T_{\text{exp}}^*(t) dt. \quad (9)$$

Ces deux intégrales, ou moments temporels partiels, peuvent être comparées aux intégrales correspondantes du modèle théorique, pour lesquelles l'intégration s'effectue par rapport au nombre de Fourier :

$$m_0^*(H) = \int_{t_\alpha^*}^{t_\beta^*} T^*(t^*, H) dt^* \quad \text{et} \quad m_{-1}^*(H) = \int_{t_\alpha^*}^{t_\beta^*} \frac{1}{t^*} T^*(t^*, H) dt^* \quad (10)$$

car on a en effet, en l'absence de bruit de mesure :

$$m_{-1} = m_{-1}^*(H) = G(H) \quad (11)$$

$$m_0 = m_0^*(H)/\nu \quad (12)$$

du fait de la définition du nombre de Fourier.

L'élimination du nombre de Biot H entre les équations (10) permet de proposer une corrélation entre m_0^* et m_{-1}^* de la forme :

$$m_0^* = F(m_{-1}^*). \quad (13)$$

Ainsi, la mesure de m_{-1} permet de calculer m_0^* grâce à la relation (13) et la fréquence caractéristique ν de l'échantillon se calcule alors grâce à l'équation (12) :

$$\nu = \frac{a}{e^2} = \frac{1}{m_0} F(m_{-1}). \quad (14)$$

En pratique on prend $\alpha = 0,1$ et $\beta = 0,8$. Les fonctions F et G sont données en annexe 3.

2. Bruit de mesure et intervalle de confiance de la diffusivité.

2.1 BRUIT DE MESURE ET NORMALISATION. — Lors d'une expérience flash, le signal délivré par le détecteur est généralement une tension électrique U (cas d'une mesure par thermocouple ou pyromètre). Cette tension dépend de la manière suivante de la température T de la face arrière de l'échantillon :

$$U(t) = KT(t^*, H) + \varepsilon(t). \quad (15)$$

Ceci n'est vrai que si la surchauffe est faible, quelques degrés Celcius, pour que l'hypothèse de linéarité du détecteur puisse être respectée. $\varepsilon(t)$ est une erreur additive qui peut être considérée comme un aléa de moyenne nulle. A ce niveau, on ne considérera pas ici le cas du biais de mesure apporté par un thermocouple de surface à contacts séparés, dont l'incidence sur l'identification de la diffusivité a été étudiée par Lachi *et al.* [19].

La loi de probabilité de ce bruit est supposée indépendante du temps et on considère qu'il n'y a aucune corrélation entre les bruits de mesure à deux instants différents. Si ε_{\max} est le bruit de mesure à l'instant t_{\max} correspondant au maximum de tension mesurée U_{\max} , on montre, en réécrivant l'équation (15) à cet instant, que la mesure T_{exp}^* de la température réduite T^* s'écrit :

$$T_{\text{exp}}^*(t) = U(t)/U_{\max} = T^*(t^*, H) + \varepsilon^*(t) \quad (16)$$

avec

$$\varepsilon^*(t) = \frac{1}{KT_{\max}} [\varepsilon(t) - T^* \varepsilon_{\max}]. \quad (17)$$

Ceci n'est vérifié que si les bruits $\varepsilon(t)$ et ε_{\max} sont faibles devant le signal de tension U_{\max} (développement au premier ordre).

L'expression (17) montre que le passage de la tension U à T^* n'entraîne aucune erreur systématique ; en effet si on appelle $\sigma^*(t)$ l'écart-type de $\varepsilon^*(t)$ et σ celui de $\varepsilon(t)$, on a :

$$\frac{\sigma^*(t)}{\sigma/(KT_{\max})} = [1 + T^{*2}]^{1/2} \quad (18)$$

Ceci montre que le rapport signal sur bruit, c'est-à-dire l'inverse du dénominateur du membre de gauche de l'équation (18), est divisé par un facteur compris entre 1 et $\sqrt{2}$ lorsque l'on passe de la tension à T^* . Ainsi, à niveau de bruit σ constant, il est intéressant d'avoir l'énergie absorbée Q la plus importante, ou un échantillon peu capacitif ($\rho c e$ faible), pour augmenter T_{lim} et donc T_{\max} , et un nombre de Biot des pertes H le plus bas possible.

2.2 ERREURS SUR LES TEMPS PARTIELS. — Le bruit réduit de mesure $\varepsilon^*(t)$ induit une erreur sur l'estimation des temps partiels t_α et t_β qui sont utilisés dans les deux méthodes présentées en 1.2. On peut ainsi écrire :

$$\hat{t}_\gamma = t_\gamma + e_\gamma \quad \text{avec} \quad \gamma = \alpha \quad \text{ou} \quad \beta. \quad (19)$$

Généralement le signal de tension U est numérisé avec une période Δt , ce qui permet d'écrire l'équation (16) sous la forme discrétisée :

$$y_i = T_i^* + \varepsilon_i^* \quad (20)$$

avec

$$y_i = T_{\text{exp}}^*(t_i) \quad T_i^* = T^*(t_i^*, H) \quad \varepsilon_i^* = \varepsilon^*(t_i)$$

et

$$t_i^* = \nu t_i \quad t_i = i \Delta t .$$

La figure 4 reprend cette notation utilisée pour le calcul des erreurs sur les temps partiels.

Lorsque le rapport signal sur bruit est suffisamment grand, la suite y_i est monotone croissante avant le maximum et on prend pour valeur estimée de t_γ , le temps t_ℓ correspondant à la mesure y_ℓ telle que :

$$T^*(\nu \hat{t}_\alpha, H) = y_\ell = \gamma + \Delta\gamma . \tag{21}$$

$\Delta\gamma$ étant le plus faible possible (cet écart $\Delta\gamma$ est nul s'il n'y a pas d'échantillonnage du signal).

Lorsque ce n'est pas le cas, il est nécessaire de procéder à un lissage du thermogramme expérimental en remplaçant chaque mesure par une valeur « filtrée » qui peut correspondre par exemple à un lissage en moyenne mobile sur $(2m + 1)$ points :

$$y_i^f = \frac{1}{2m + 1} \sum_{j=-m}^m y_{i+j} = T_i^* + \varepsilon_i^f \tag{22}$$

où ε_i^f est le bruit de mesure à l'instant t_i après ce filtrage numérique. En écrivant un développement limité au deuxième ordre en $j \Delta t$ de T_{i+j}^* autour de t_i , on montre aisément, à l'aide des équations (20) et (22), que ce bruit s'écrit :

$$\varepsilon_i^f = \frac{1}{2m + 1} \sum_{-m}^m \varepsilon_{i+j}^* + m(m + 1) \nu^2 T_i'' (\Delta t)^2 / 6 \tag{23}$$

avec

$$T_i'' = \frac{\partial^2 T^*}{\partial t^2} (t_i^*, H)$$

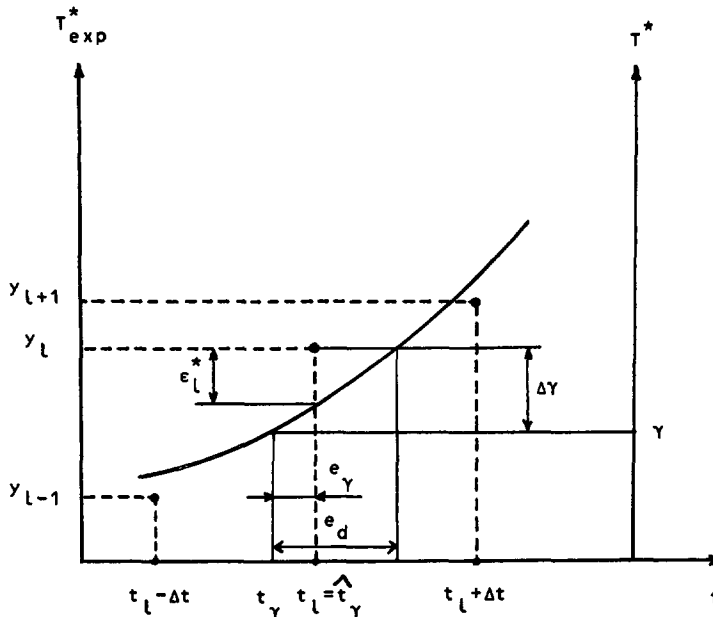


Fig. 4. — Détermination de l'erreur sur les temps partiels en l'absence de lissage : schéma de principe. [Error on partial times (no smoothing or filtering) : principle of calculation.]

et cette fois-ci, t_γ est estimé par un temps t_ℓ qui minimise l'écart $\Delta\gamma$:

$$y_\ell^f = \gamma + \Delta\gamma. \quad (24)$$

Un développement au premier ordre au voisinage de t_γ^* de la fonction T^* , écrit en $t^* = \nu t_\ell$, permet alors de faire apparaître l'erreur e_γ sur t_γ

$$T_\ell^* = \gamma + \nu T'_\gamma e_\gamma \quad (25)$$

avec
$$T'_\gamma = \frac{\partial T^*}{\partial t^*}(t_\gamma^*, H).$$

Les relations (22-25) écrites en $t_i = t_\ell$ donnent alors l'expression de l'erreur sur t_γ .

$$e_\gamma = e_d - \frac{1}{\nu(2m+1)T'_\gamma} \sum_{-m}^m \varepsilon \ell_{+j}^* - m(m+1) \frac{T''_\gamma}{T'_\gamma} \nu \frac{(\Delta t)^2}{6} \quad (26)$$

avec
$$e_d = \Delta\gamma / (\nu T'_\gamma).$$

Le premier terme e_d de l'erreur correspond à l'erreur de discrétisation qui suit une loi de probabilité rectangulaire (ou équiprobable), de moyenne nulle et d'étendue Δt , tandis que les deux autres termes correspondent aux erreurs de mesure de T^* et aux conséquences d'un éventuel lissage. On remarque évidemment que les erreurs sur les temps partiels seront les plus faibles dans la partie la plus pentue du thermogramme (un peu avant le temps de demi-montée) tandis que le lissage en moyenne mobile devient dangereux dans les zones peu pentues ou non linéaires de cette même courbe.

2.3 ERREUR SUR LA DIFFUSIVITÉ IDENTIFIÉE PAR LA MÉTHODE DES TEMPS PARTIELS. — La relation (8) permet de calculer la fréquence caractéristique de l'échantillon à partir des temps partiels exacts. Si on l'utilise de façon similaire, à partir des temps estimés, la valeur $\hat{\nu}$ identifiée pour cette fréquence est alors :

$$\hat{\nu} = f_{\alpha\beta}(\hat{t}_\alpha/\hat{t}_\beta)\hat{t}_\beta. \quad (27)$$

Un développement de Taylor, au voisinage de (t_α, t_β) du membre de droite de cette relation, s'écrit de la manière suivante au premier ordre :

$$e_{\nu/\nu} = \frac{1}{\nu} (\hat{\nu} - \nu) = [s e_\alpha - (1 + su) e_\beta] / t_\beta \quad (28)$$

avec
$$s = \frac{\partial f_{\alpha\beta}}{\partial u}(u) / f_{\alpha\beta}(u) \quad \text{et} \quad u = t_\alpha / t_\beta.$$

L'écart-type σ_α de l'erreur de mesure e_α sur le temps partiel t_α peut être calculé en prenant la variance du membre de droite de l'équation (26). On obtient, à l'aide de la relation (18) en l'absence de filtrage ($m = 0$) :

$$\sigma_\alpha^2 = (\Delta t)^2 / 12 + (1 + \alpha^2) \sigma^2 / (KT_{\max} \nu T'_\alpha)^2. \quad (29)$$

L'écart-type σ_ν de l'erreur d'estimation e_ν peut être alors calculé de la même façon à partir des relations (17), (26) et (28) avec prise en compte de la covariance de ε_α^* et ε_β^* :

$$(\sigma_{\nu/\nu})^2 = A(\nu \Delta t)^2 + B/R_{sb}^2 \quad (30)$$

avec

$$A = [s^2 + (1 + su)^2] / (12 t_{\beta}^{*2})$$

$$B = [s^2(1 + \alpha^2)T_{\alpha}'^2 + (1 + su)^2(1 + \beta^2)T_{\beta}'^2 - 2s(1 + su)\alpha\beta(T_{\alpha}'T_{\beta}')]/t_{\beta}^{*2}$$

et

$$R_{sb} = KT_{\max}/\sigma.$$

Dans l'équation (30), on remarque de l'erreur relative sur la diffusivité identifiée dépend à la fois du produit de la période d'acquisition par la fréquence caractéristique de l'échantillon $\nu \Delta t$ et du rapport signal sur bruit R_{sb} . Cette erreur relative σ_{ν}/ν a été calculée dans le cas d'un échantillon isolant (PVC) et d'un échantillon conducteur (Duralumin) de même épaisseur $e = 1$ cm. Dans les deux cas de figure on a pris une période d'acquisition Δt telle que $\nu \Delta t$ soit égal à 10^{-3} et un rapport signal sur bruit de 100 ou de 1 000. Les caractéristiques thermophysiques, les coefficients d'échange et les valeurs des erreurs sont présentées dans le tableau I.

Tableau I. — Erreurs relatives dans l'identification de la diffusivité par la méthode des temps partiels, $\nu \Delta t = 10^{-3}$, $\beta = 5/6$.

[Relative errors in estimation of diffusivity using the partial times method, $\nu \Delta t = 10^{-3}$, $\beta = 5/6$.]

Matériau	a (m ² /s)	λ (W m ⁻¹ K ⁻¹)	ρc (J m ⁻³ K ⁻¹)	h (W m ⁻² K ⁻¹)	H	ν (Hz)	α	A	B	σ_{ν}/ν (%)	
										$R_{sb} = 10^2$	$R_{sb} = 10^3$
PVC	$1,13 \times 10^{-7}$	0,15	$1,325 \times 10^6$	15	1	$1,13 \times 10^{-3}$	2/3	349	141	12,0	2,2
							1/2	140	37,1	6,2	1,3
							1/3	100	20,4	4,6	1,1
Duralumin	$6,79 \times 10^{-5}$	165	$2,43 \times 10^6$	16,5	10^{-3}	0,679	2/3	45,2	226	15,0	1,6
							1/2	23,5	40,3	6,4	0,8
							1/3	21,0	13,0	3,6	0,6

Un point qui mérite d'être souligné dans ce tableau est l'amélioration de la qualité de l'identification qui résulte de l'augmentation de la durée séparant les 2 temps partiels t_{α} et t_{β} retenus pour l'identification. D'autre part, l'incidence de la discrétisation temporelle n'est pas du tout négligeable car les coefficients A et B sont du même ordre de grandeur. Lorsque le rapport signal sur bruit analogique le permet, le passage d'un système de numérisation sur 8 bits ($R_{sb} \sim 100$) à un système sur 12 bits ($R_{sb} \sim 1\,000$) permet d'améliorer la précision sur la diffusivité d'un facteur 4 à 9 par cette technique.

Dans ce qui a été présenté plus haut la tension maximale est supposée entachée d'une erreur ε_{\max} de même dispersion σ que les autres tensions ; en pratique, on peut baisser son écart-type par un lissage polynomial au voisinage de son maximum. Afin d'évaluer l'efficacité d'un tel lissage, il est possible de reprendre l'analyse précédente en donnant une valeur nulle à ε_{\max} . L'équation (30) est toujours valable mais les expressions des coefficients A et B sont modifiées (le numérateur de A devient une différence et non plus une somme et α et β sont à annuler dans l'expression de B). Les écart-types σ_{ν} qui en résultent sont présentés dans le tableau II qui reprend les cas du tableau I.

Tableau II. — *Effet de l'absence d'erreur sur la détermination de la tension maximale. Méthode des temps partiels, $\nu \Delta t = 10^{-3}$, $\beta = 5/6$.*

[Effect of the absence of error on maximum tension. Partial times method, $\nu \Delta t = 10^{-3}$, $\beta = 5/6$.]

H	α	$\sigma_{\nu/\nu}$ (%)	
		$R_{sb} = 100$	$R_{sb} = 1000$
1	2/3	11,1	1,2
	1/2	5,8	0,8
	1/3	4,2	0,7
10^{-3}	2/3	9,2	1,0
	1/2	4,6	0,6
	1/3	4,3	0,5

En comparant ces résultats à ceux du tableau I, il est manifeste qu'une technique de lissage du signal, permettant une diminution de l'incertitude sur son maximum, peut permettre une amélioration substantielle de l'estimation de la diffusivité.

L'effet du filtrage numérique, équation (22), sur l'estimateur de la diffusivité peut être étudié de la même façon que précédemment. Ce filtrage introduit un biais :

$$E(e_{\nu})^f/\nu = -m(m+1)L(\nu \Delta t)^2 \quad (31)$$

et un écart-type :

$$(\sigma_{\nu})^f/\nu = \left[(\sigma_{\nu/\nu})^2 - \frac{2m}{2m+1}M \right]^{1/2} \quad (32)$$

où l'indice f se rapporte à l'estimation avec filtrage et la notation E à l'espérance mathématique et où L et M sont donnés en annexe 6.

Ces deux caractéristiques sont présentées dans le tableau III qui reprend les cas du tableau I.

Les étoiles indiquent dans cette table des biais relatifs inférieurs à 0,1 % en valeur absolue et l'écart-type relatif qui est présenté correspond à une dispersion minimale (le coefficient de M dans l'équation (32) est pris égal à l'unité).

On remarque que le biais reste faible devant l'écart-type tant que le nombre de points $(2m+1)$ utilisé pour le filtrage reste faible ($m \leq 5$). Le filtrage réduit alors la dispersion de la mesure de la diffusivité et ce particulièrement dans le cas d'un rapport signal sur bruit défavorable.

2.4 ERREUR SUR LES MOMENTS PARTIELS. — Les deux moments expérimentaux sont calculés de la manière suivante ($k = 0$ ou -1) :

$$(m_k)_{\text{exp}} = \int_{i_a}^{i_b} T_{\text{exp}}^*(t) t^k dt = m_k + E_k \quad (33)$$

Tableau III. — *Effet du filtrage numérique sur l'estimation de la diffusivité par la méthode des temps partiels, $\nu \Delta t = 10^{-3}$, $\beta = 5/6$.*

[Effect of digital filtering on estimation of diffusivity. Partial times method, $\nu \Delta t = 10^{-3}$, $\beta = 5/6$.]

H	α	$E(e_\nu)/\nu$ (%)			$(\sigma_\nu)^f \text{ min}/\nu$ (%)	
		$m = 2$	$m = 5$	$m = 10$	$R_{sb} = 100$	$R_{sb} = 1\ 000$
1	2/3	- 0,1	- 0,6	- 2,4	4,6	1,9
	1/2	- 0,1	- 0,3	- 1,1	2,2	1,2
	1/3	*	+ 0,3	+ 0,2	2,0	1,0
10^{-3}	2/3	*	- 0,2	- 0,6	11,8	1,3
	1/2	*	*	- 0,3	4,5	0,7
	1/3	*	*	- 0,2	1,5	0,5

L'erreur E_k sur le moment m_k est la somme de deux termes : E'_k qui correspond à l'intégration du bruit réduit $\varepsilon^*(t)$ entre les deux bornes exactes t_α et t_β et l'erreur E''_k correspondant à l'erreur sur ces bornes. On montre alors :

$$E''_k = \beta t_\beta^k e_\beta - \alpha t_\alpha^k e_\alpha . \tag{34}$$

Cette erreur s'exprime linéairement en fonction de e_d , ε_α , ε_β , et ε_{\max} grâce aux relations (17) et (26) si on ne procède à aucun filtrage. L'erreur E'_k se calcule grâce à l'équation (17) et à une intégration du bruit de mesure par la méthode des trapèzes entre les instants de mesure $t_1 (= \hat{t}_\alpha)$ et $t_n (= \hat{t}_\beta)$. E'_k est alors une combinaison linéaire des erreurs e_d , ε_1 , ε_n , ε_{\max} et des $(n - 2)$ erreurs ε_i aux points de mesure intermédiaires. Vectoriellement, l'erreur sur les moments m_k s'écrit alors :

$$\mathbf{E} = \begin{bmatrix} E_{-1} \\ E_0 \end{bmatrix} = \mathbf{G}\boldsymbol{\varepsilon} = \mathbf{G} [\varepsilon_1 \dots \varepsilon_n \varepsilon_{n+1} \varepsilon_{n+2}]^t \tag{35}$$

avec $\varepsilon_{n+1} = \varepsilon_{\max}$ et $\varepsilon_{n+2} = e_d$

\mathbf{G} étant une matrice de dimensions $(2, n + 2)$. La matrice de variance-covariance du vecteur \mathbf{E} s'écrit alors — voir Beck *et al.* [20], p. 224 :

$$\text{cov}(\mathbf{E}) = \mathbf{G} \text{cov}(\boldsymbol{\varepsilon}) \mathbf{G}' . \tag{36}$$

Avec les hypothèses faites en 2.1 et 2.2 sur le bruit de mesure $\varepsilon(t)$ et sur l'erreur de discrétisation temporelle e_d , la covariance du membre de droite de l'équation (36) est une matrice diagonale dont les $(n + 1)$ premiers coefficients non nuls sont égaux à la variance σ^2 du bruit de mesure et dont le dernier est la variance $(\Delta t)^2/12$ de l'erreur e_d . La matrice de variance-covariance de \mathbf{E} est symétrique et de dimensions $(2, 2)$. Ses termes diagonaux sont les variances σ_{-1}^2 et σ_0^2 de E_{-1} et E_0 tandis que son terme hors-diagonale est la covariance de E_{-1} et E_0 . L'expression de ces coefficients est donnée en annexe 4.

2.5 ERREURS SUR LA DIFFUSIVITÉ ET LE NOMBRE DE BIOT IDENTIFIÉS PAR LA MÉTHODE DES MOMENTS TEMPORELS PARTIELS. — Les valeurs estimées \hat{H} et $\hat{\nu}$ des deux paramètres recherchés vérifient les relations suivantes, déduites du système « exact » (11, 12) :

$$(m_{-1})_{\text{exp}} = m_{-1}^*(\hat{H}) \quad (37)$$

$$(m_0)_{\text{exp}} = m_0^*(\hat{H})/\hat{\nu} . \quad (38)$$

Si l'erreur d'estimation commise sur H est faible, un développement limité de $m_{-1}(\hat{H})$ et de $m_0^*(\hat{H})$ peut être écrit au voisinage de H :

$$m_{-1}^*(\hat{H}) = m_{-1}^*(H) + e_H \frac{dm_{-1}^*}{dH}(H) + o(e_H) \quad (39)$$

$$m_0^*(\hat{H}) = m_0^*(H) + e_H \frac{dm_0^*}{dH}(H) + o(e_H) \quad (40)$$

avec
$$e_H = \hat{H} - H .$$

L'erreur sur H est alors calculée en fonction de l'erreur sur m_{-1} en utilisant les relations (11), (33) pour $k = -1$, (37) et (39) :

$$e_H = E_{-1} \left/ \frac{dm_{-1}^*}{dH} \right. \quad (41)$$

L'expression de l'erreur sur ν est alors exprimée en fonction de l'erreur sur H et de celle sur m_0 à l'aide des relations (12), (33) pour $k = 0$, (38) et (40) :

$$e_\nu = \frac{\nu}{m_0^*} \left[e_H \frac{dm_0^*}{dH} - E_0 \hat{\nu} \right] \quad (42)$$

avec

$$e_\nu = \hat{\nu} - \nu .$$

En éliminant e_H entre les relations (41) et (42), l'erreur sur ν s'exprime en fonction des erreurs sur m_{-1} et m_0 , en remplaçant en outre $\hat{\nu}$ par ν dans le membre de droite de la relation (42) :

$$e_\nu = \frac{\nu}{m_0^*} [F'(m_{-1}^*) E_{-1} - \nu E_0] . \quad (43)$$

F' étant la dérivée de la fonction F définie en 1.2.3. Les équations (41) et (43) permettent de relier les erreurs d'estimation e_H et e_ν sur les deux paramètres aux erreurs sur les deux moments E_{-1} et E_0 , elles mêmes produites par le bruit de mesure $\varepsilon(t)$ et à l'erreur temporelle d'échantillonnage e_d . Si on considère en outre la relation (35), il est manifeste que les estimateurs utilisés sont sans biais car les espérances mathématiques de E_{-1} et de E_0 sont nulles si $\varepsilon(t)$ et e_d sont d'espérances nulles. Les variances de ces estimateurs peuvent alors être calculées :

$$\text{var } e_H = \sigma_H^2 = \frac{1}{G'^2(H)} \sigma_{-1}^2 \quad (44)$$

$$\text{var } e_\nu = \sigma_\nu^2 = \frac{\nu^2}{m_0^{*2}} [d_1^2 \sigma_{-1}^2 + \nu^2 \sigma_0^2 - 2 d_1 \nu \text{cov}(E_{-1}, E_0)] . \quad (45)$$

Le coefficient d_1 entrant dans l'écriture de la fonction F est donnée en annexe 3. Les écarts-type σ_H et σ_ν des estimateurs sont de la forme suivante :

$$(\sigma_\nu/\nu)^2 = A'(\nu \Delta t)^2 + (B' + C' \nu \Delta t)/R_{sb}^2 \quad (46)$$

$$(\sigma_H/H)^2 = D'(\nu \Delta t)^2 + (E' + F' \nu \Delta t)/R_{sb}^2 \quad (47)$$

en négligeant les termes du second ordre en $\nu \Delta t$ dans les deuxièmes termes des membres de droite de ces relations. L'expression des 6 coefficients A' à F' est donnée en annexe 5.

Les deux cas tests étudiés en 2.3 (1 cm de PVC, $H = 1$ et 1 cm de duralumin, $H = 10^{-3}$ - $\nu \Delta t = 10^{-3}$) ont été repris ici pour deux valeurs du rapport signal sur bruit. Les résultats figurent dans le tableau IV.

Tableau IV. — Erreurs relatives dans l'identification de la diffusivité et du nombre de Biot par la méthode des moments temporels partiels, $\nu \Delta t = 10^{-3}$

[Relative errors in estimation of diffusivity and Biot number using the partial time moments method, $\nu \Delta t = 10^{-3}$.]

Matériau	H	A'	B'	C'	D'	E'	F'	R _{sb} = 100		R _{sb} = 1 000	
								σ_ν/ν %	σ_H/H %	σ_ν/ν %	σ_H/H %
PVC	1	6,57	14,7	634	111	138	683	3,9	11,8	0,5	1,6
Duralumin	10 ⁻³	0,111	2,96	288	1,39 × 10 ⁵	1,60 × 10 ⁶	3,27 × 10 ⁶	1,8	1 270	0,2	132

Si on compare les tableaux I et IV, on constate que les erreurs relatives ($\sigma_\nu/\nu = \sigma_d/a$) sur la détermination de la diffusivité sont diminuées d'un facteur allant de 1 à 9 lorsque l'on passe de la méthode des temps partiels utilisant l'un quelconque des trois rapports ($t_a/t_{3/6}$) à la méthode des moments temporels partiels. Ceci confirme l'intérêt de l'utilisation de cette méthode intégrale qui utilise tous les points du thermogramme dans sa phase de croissance.

L'influence de l'erreur sur la tension maximale peut être ici aussi étudiée : si on annule cette erreur ε_{\max} , les calculs précédents peuvent être repris et les équations (46, 47) sont toujours valables avec des valeurs modifiées pour les six coefficients A' à F' (il suffit de prendre $p = q = 0$ dans l'Annexe 4). Les écarts-types σ_ν , qui en résultent sont présentés dans le tableau V qui reprend les cas du tableau IV.

Tableau V. — Effet de l'absence d'erreur sur la détermination de la tension maximale. Méthode des moments temporels partiels, $\nu \Delta t = 10^{-3}$

[Effect of absence of error on maximum tension. Partial time moments method, $\nu \Delta t = 10^{-3}$]

H	σ_ν/ν (%)	
	R _{sb} = 100	R _{sb} = 1 000
1	3,8	0,5
10 ⁻³	1,8	0,2

A la différence de ce qui a été constaté pour la méthode des temps partiels, il semble ici, par référence aux valeurs des tableaux IV et V, que la méthode des moments produise des diffusivités identifiées qui soient assez peu sensibles au niveau de l'erreur sur la tension maximale.

D'autre part, l'erreur sur la détermination des temps partiels (e_α ou e_β) a une grosse incidence sur la précision des estimations des paramètres. En effet, si ces temps partiels sont supposés exacts — $E_k'' = 0$ dans l'équation (34) — on peut montrer, par un calcul analogue au précédent, que l'erreur relative est divisée par un facteur variant de 1,6 (Duralumin) à 2,6 (PVC) tandis que celle sur le coefficient de transfert est divisée par un facteur voisin de 4 pour les deux matériaux (cas : $\nu \Delta t = 1/R_{sb} = 10^{-3}$). Un filtrage numérique du thermogramme expérimental mérite d'être envisagé, en cas de bruit trop important ou de fréquence d'échantillonnage trop faible.

Ce filtrage introduit un biais sur l'estimateur de ν , qui provient du biais sur le terme E_k'' , équation (34), ce biais s'écrit :

$$E(e_\nu)^2/\nu = P m(m+1) (\nu \Delta t)^2 \quad (48)$$

où le coefficient P est donné en annexe 7. Ce biais relatif est négligeable pour la valeur $m = 2$ (0,05 % pour $H = 1$ et inférieur à 0,01 % pour $H = 10^{-3}$); pour la valeur $m = 10$, il reste négligeable (0,01 %) pour $H = 10^{-3}$, mais il approche le pourcent en cas de fortes pertes ($H = 1$). Un filtrage en moyenne mobile sur quelques points ($2m + 1 < 11$) n'apporte donc pas de biais sensible sur la diffusivité ; par contre la réduction de dispersion qui en résulte nécessite un développement trop laborieux du calcul de la matrice de variance-covariance du vecteur E , équation (36), pour être chiffrée ici.

Il est enfin possible de remarquer que si la diffusivité est identifiée dans tous les cas étudiés avec une précision satisfaisante (au pire quelques pourcents pour un conducteur ou un isolant), tel n'est pas le cas du coefficient de pertes dont l'estimation est très aléatoire dans le cas d'une manipulation flash sur un conducteur, voir tableau IV ; ceci est dû à la très faible valeur du coefficient de sensibilité de la température au nombre de Biot des pertes une fois la normalisation effectuée [18].

Notons ici que les valeurs élevées de σ_H/H obtenues dans le cas de fortes pertes ($H = 1$) n'ont qu'une valeur qualitative car les développements (39) et (40) en e_H devraient être poussés à des ordres plus élevés que le premier ordre.

3. Validation expérimentale par analyse statistique.

3.1 LA MANIPULATION FLASH SUR LES VERRES. — L'analyse théorique conduite précédemment est essentiellement valable pour une perturbation thermique impulsionnelle appliquée à un corps opaque ou pour lequel on peut au moins définir une conductivité vraie, au sens de la loi de Fourier, c'est-à-dire une conductivité qui caractérise intrinsèquement le matériau.

Les travaux expérimentaux, qui viennent illustrer l'approche théorique présentée plus haut, ont été menés sur un échantillon de verre (verre silico-sodo-calcique de 0,56 % de teneur en Fe_2O_3 — agent colorant — et de 2 mm d'épaisseur), milieu semi-transparent au sein duquel peut intervenir un couplage de transfert de chaleur entre conduction et rayonnement. Aussi est-il nécessaire d'apporter quelques précisions relatives à la mesure de la diffusivité d'un tel matériau.

Toutes les mesures ont été effectuées à la température ambiante, ce qui limite considérablement la part du transfert liée à une absorption et une réémission du rayonnement par le milieu ; en effet, l'énergie réémise par le verre correspond à un maximum situé aux alentours de $10 \mu m$ (loi de Wien), longueur d'onde située déjà dans la zone d'opacité du verre étudié (forte épaisseur optique dans un domaine spectral incluant cette longueur d'onde).

Les parois de l'échantillon sont rendues opaques au rayonnement incident (excitation lumineuse produite par des tubes à éclat) par condensation sous vide d'un mince film d'or. Les deux faces ont été préalablement polies ce qui assure une très forte réflectivité (de l'ordre de 95 %) des parois de l'échantillon, et annule donc pratiquement tout rayonnement d'origine surfacique. Le transfert ne dépend alors que des seules caractéristiques internes du matériau (phénomènes volumiques). Enfin, la face avant de l'échantillon a été peinte, après métallisation, pour maximiser la quantité de chaleur absorbée.

Une étude théorique complète du transfert couplé conduction/rayonnement au sein d'un milieu semi-transparent soumis à une excitation impulsionnelle de flux [21] a montré que, dans ces conditions (faible épaisseur, parois réfléchissantes, température ambiante), la réponse en température en face arrière ne dépend que d'un seul paramètre physique : la diffusivité thermique construite à partir de la conductivité phonique du matériau. Les transferts radiatifs y sont incomparablement plus faibles que ceux dus à la conduction thermique, ce qui justifie l'identification de la diffusivité à partir des thermogrammes expérimentaux dépouillés à l'aide des techniques utilisées pour un corps opaque.

3.2 DISPOSITIF EXPÉRIMENTAL ET CONDITIONS DE MESURE. — Le dispositif expérimental, présenté sur la figure 5, repose sur le principe évoqué dans la section 1. Conçu pour permettre des mesures de diffusivité à des températures de l'ordre de 800 K, il est doté d'un dispositif de circulation d'air chaud dans l'enceinte intérieure d'une cloche en quartz à double paroi. Au cœur du dispositif, la cellule de mesure (bloc isotherme, détecteurs, échantillon) est maintenue sous un vide primaire d'environ 1 Pa. Ceci place notre validation expérimentale dans la situation idéale où le coefficient d'échange, caractéristique des seuls transferts radiatifs linéarisés, est minimisé (nombre de Biot H de l'ordre de 10^{-2}).

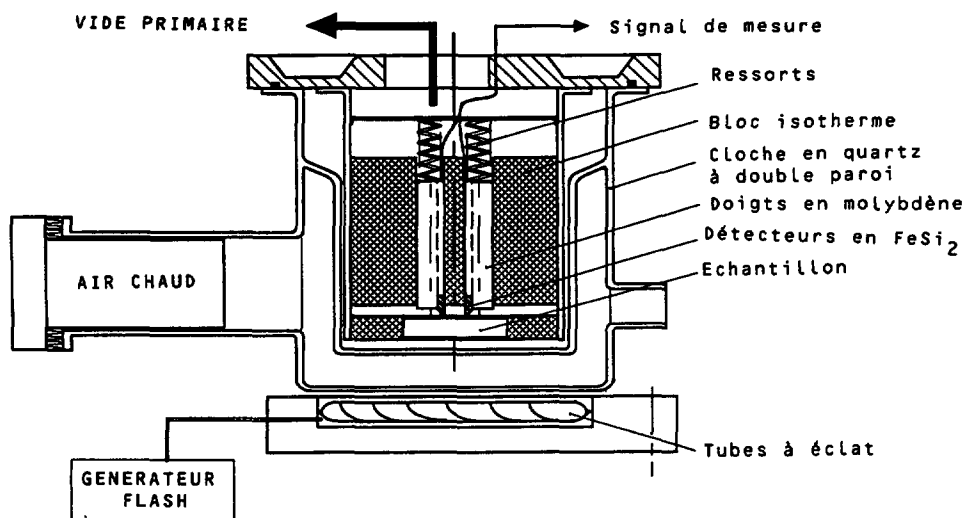


Fig. 5. — Diffusimètre moyenne température : dessin d'ensemble.

[High temperature diffusimeter : general outline.]

Les détecteurs sont des plaquettes en semi-conducteur de FeSi₂ dont le pouvoir thermoélectrique est de l'ordre de $400 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$. Le signal de tension électrique est amplifié (gain de 3 000 assuré par un conditionneur Measurement Group 2210), puis numérisé sur 12 bits à l'aide d'un

oscilloscope numérique à mémoire (Nicolet 310). Les données mémorisées sont ensuite traitées à l'aide d'un logiciel d'identification basé sur la méthode des temps partiels ou des moments partiels. L'amplificateur est par ailleurs muni d'un sélecteur de filtres passe-bas analogiques.

21 mesures ont été effectuées sans filtrage (wide band) et 33 avec filtrage analogique à 100 Hz passe-bas sur l'échantillon présenté en section 3.1. L'enregistrement du signal avant l'excitation flash, correspondant à des instants où échantillon et bloc-détecteur sont en équilibre thermique, permet d'accéder aux caractéristiques statistiques du bruit de mesure $\varepsilon(t)$ pour un cas sans filtrage.

Notons qu'ici le bruit est supposé d'espérance mathématique nulle, ce qui permet d'ailleurs, par moyennage du signal avant le flash, de déterminer le niveau zéro de la tension $U(t)$. L'histogramme qui en résulte et qui est présenté en figure 6a (cas non-filtré), permet de valider l'hypothèse de distribution gaussienne de ce bruit et d'estimer son écart-type $\hat{\sigma}$ sur les n temps de mesure ($\hat{\sigma} = 10 \mu\text{V}$ pour $U_{\text{max}} = 2 \text{ Volt}$ et $n = 1\,200$ ici) :

$$\hat{\sigma} = \sum_{i=1}^n \varepsilon_i^2 / n. \quad (49)$$

Enfin, la construction du corrélogramme $\rho(d)$ présenté sur la figure 6b avec :

$$\rho(d) = \frac{1}{n-d} \sum_{i=1}^{n-d} \varepsilon_{i+d} \varepsilon_i / \hat{\sigma}^2 \quad (50)$$

permet de vérifier qu'en l'absence de filtrage les erreurs de mesure à différents instants ne sont pas corrélées. Ceci n'est plus vrai dans le cas du filtrage à 100 Hz pour lequel $\rho(1)$ vaut 0,125, niveau très supérieur aux seuils de signification à 1 % (0,067) et même à un pour 10 000 (0,107) donnés par Anderson [22]. Notons que dans ce dernier cas, le bruit de mesure ne représente plus que 2 à 3 bits de numérisation.

3.3 ANALYSE STATISTIQUE DES RÉSULTATS DES DEUX MÉTHODES D'ESTIMATION. — Les expériences mentionnées plus haut ont permis d'évaluer les diffusivités \hat{a}_j (j : numéro de la manipulation flash) ainsi que les nombres de Biot \hat{H}_j par les deux méthodes. Les résultats de ces deux techniques d'identification sont présentés, sous forme d'histogramme, sur les figures 7a à d sans filtrage ($j = 1$ à 21) ou avec filtrage ($j = 1$ à 33). Les tableaux VI (temps partiels) et VII (moments partiels) présentent les résultats de façon synthétique, en termes de moyenne des valeurs estimées $\langle \hat{x} \rangle$ et d'écart-type relatif de ces valeurs $\hat{\sigma}_x / \langle \hat{x} \rangle$ ($x = \nu$ ou a et H).

On a également présenté sur ces tables les valeurs des dispersions théoriques σ_x/x issues des équations (30), (46) et (47) appliquées au cas d'un nombre de Biot $H = 10^{-3}$, d'une période d'échantillonnage Δt de 5 ms ($\hat{\nu} \Delta t = 6,25 \times 10^{-4}$) et d'un rapport signal sur bruit \hat{R}_{sb} mesuré qui dépend de la présence ou de l'absence de filtrage.

Pour la méthode des temps partiels, on constate dans le tableau VI et dans la figure 7e qui récapitulent les identifications que, quels que soient les temps et le filtrage utilisés, la valeur moyenne de la diffusivité identifiée est pratiquement la même, les écarts entre valeurs extrêmes ne dépassant pas 1,6 % ; ces écarts sont encore plus faibles si on examine l'effet du filtrage : 0,3 % avec $t_{1/3}/t_{5/6}$ et 1 % avec $t_{2/3}/t_{5/6}$.

En l'absence de filtrage la dispersion relative observée $\sigma_\nu / \langle \nu \rangle$ des diffusivités est multipliée par un facteur voisin de 4 lorsque l'on passe de $t_{1/3}$ à $t_{2/3}$; ce même facteur 4 se retrouve pour les écarts-types relatifs théoriques. Notons qu'à ce niveau les dispersions théoriques valent le double des dispersions observées : ce facteur 2 peut résulter du fait que,

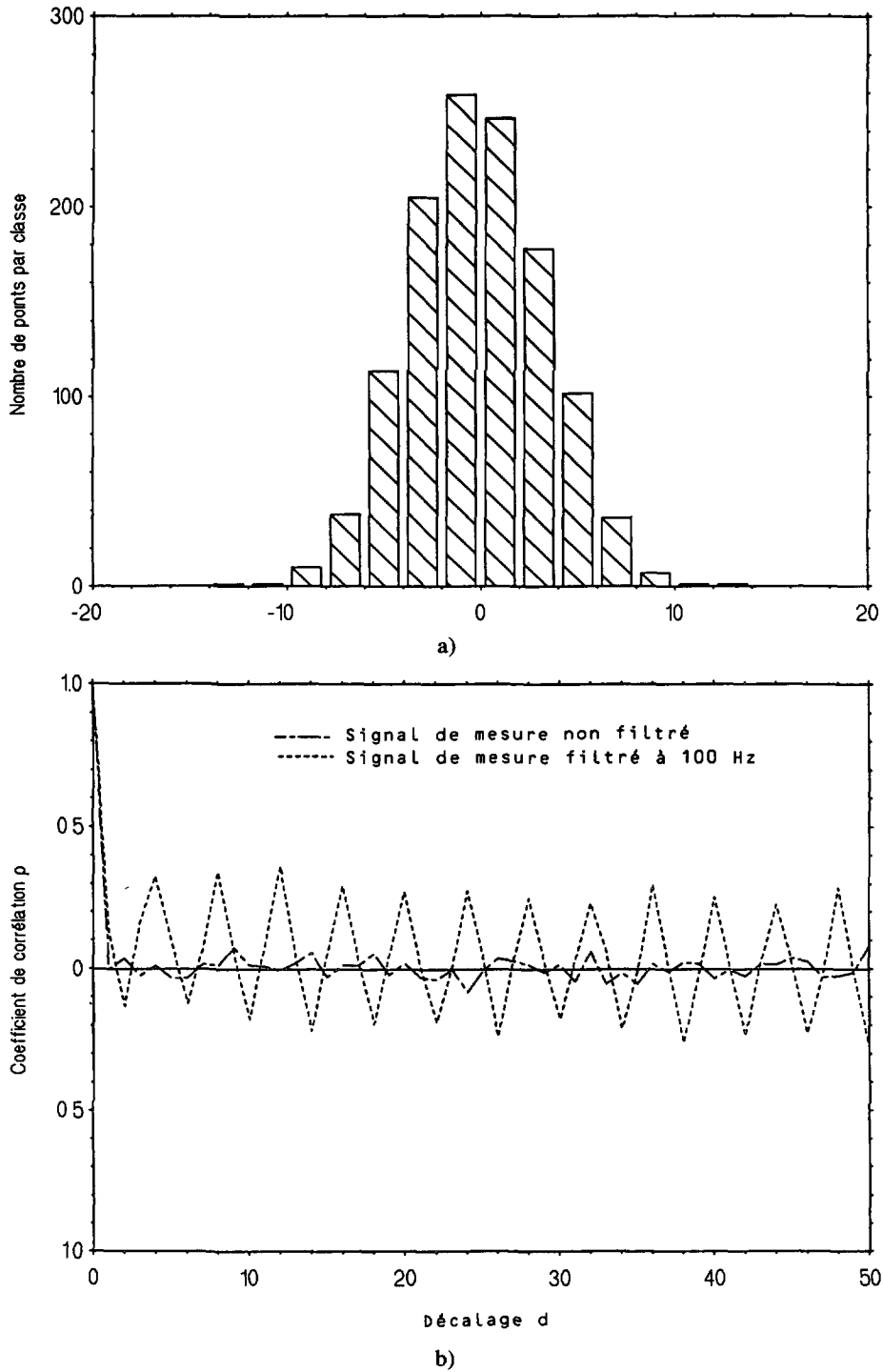


Fig. 6. — Caractéristiques du bruit de mesure aux instants précédant le flash (sans filtrage). a) histogramme, b) corrélogramme.

[Characteristics of the measurement noise at times before heat pulse (no filtering), a) histogram (no filtering), b) correlogram.]

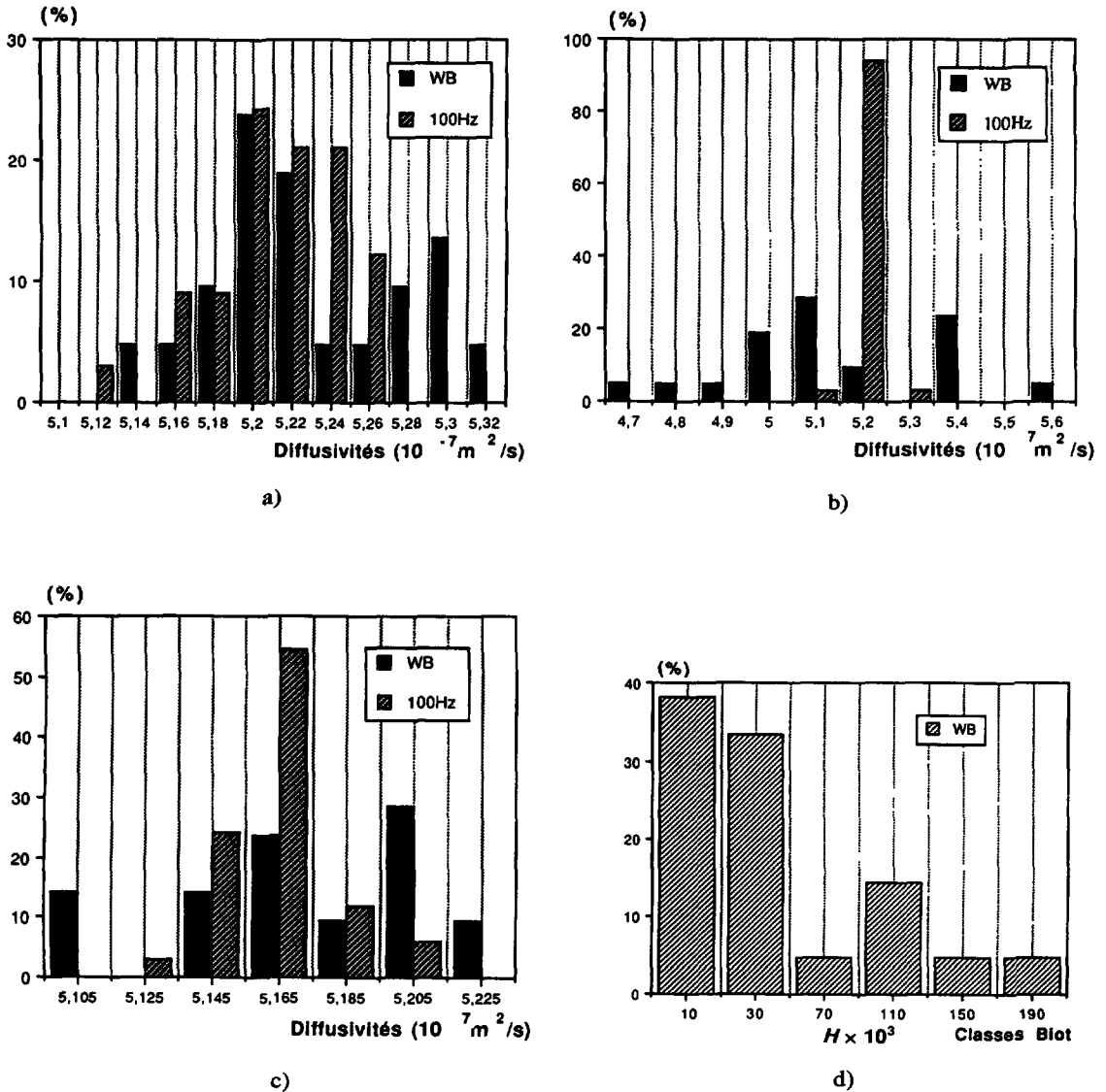


Fig. 7. — Histogramme des distributions des paramètres estimés : a) diffusivité - méthode des temps partiels ($t_{1/3}/t_{5/6}$), b) diffusivité - méthode des temps partiels ($t_{2/3}/t_{5/6}$), c) diffusivité - méthode des moments temporels partiels, d) nombre de Biot - méthode des moments temporels partiels, e) récapitulatif des diffusivités identifiées en moyenne et en dispersion (indices : M_p = moments partiels, 1/3 : temps partiel ($\alpha = 1/3$), 2/3 : temps partiel ($\alpha = 2/3$)). La longueur totale des doubles flèches est de $2 \sigma_a$.

[Histograms of the distribution of the estimated parameters : a) diffusivity - partial times method ($t_{1/3}/t_{5/6}$), b) diffusivity - partial times method ($t_{2/3}/t_{5/6}$), c) diffusivity - partial time moments method, d) Biot number - partial time moments method, e) Recapitulation of estimated diffusivities in terms of average and dispersion (subscripts : M_p = partial moments, 1/3 : partial times ($\alpha = 1/3$), 2/3 : partial times ($\alpha = 2/3$)). The total length of each double arrow is $2 \sigma_a$.]

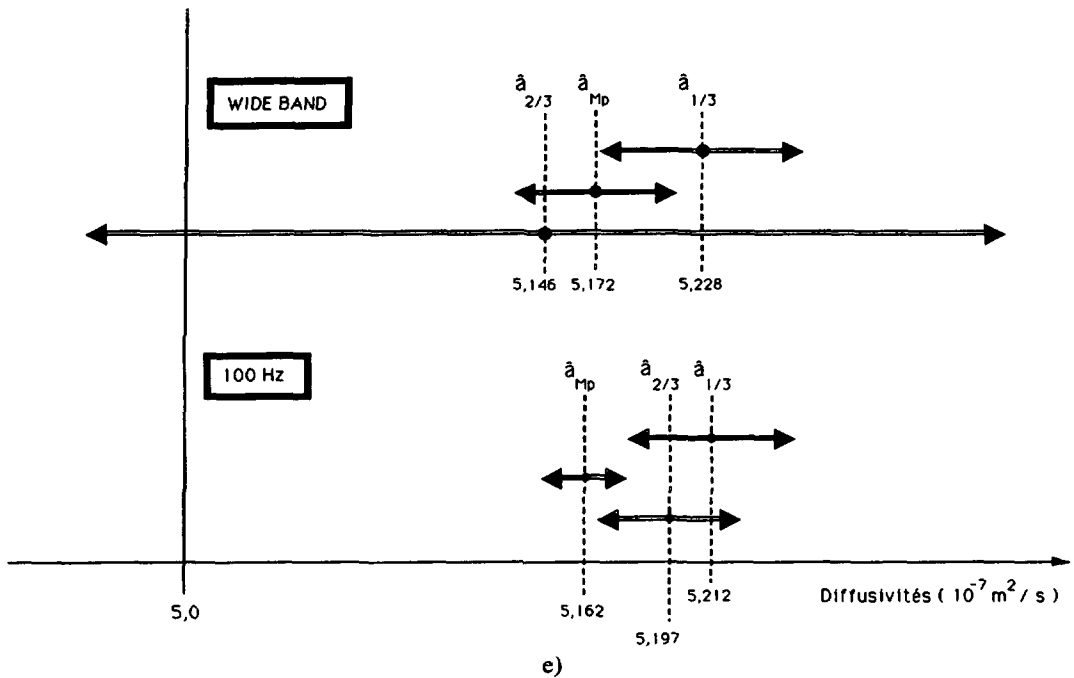


Fig. 7. — (suite).

Table VI. — Méthode des temps partiels. Comparaison théorie/expérience. 1 : WB = non filtré — 2 : 100 Hz = filtrage passe-bas à 100 Hz, 3 : d'après l'équation (30) — $\nu \Delta t = 6,25 \times 10^{-4}$, $H = 10^{-3}$

[Partial times method. Theory versus experiment. 1 : WB = wide band (no filter), 2 : low pass filter (100 Hz), 3 : according to equation (30) — $\nu \Delta t = 6.25 \times 10^{-4}$, $H = 10^{-3}$]

temps partiels utilisés	$t_{1/3}/t_{5/6}$		$t_{2/3}/t_{5/6}$	
	WB (1)	100 Hz (2)	WB (1)	100 Hz (2)
\hat{R}_{sb} signal/bruit	200	2 700	200	2 700
$\langle \hat{a} \rangle$ ($10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$)	5,228	5,213	5,147	5,197
$\hat{\sigma}_\nu / \langle \hat{\nu} \rangle$ (10^{-3}) expérimental	9,3	6,44	43	5,5
$\sigma_\nu / \nu = \sigma_a / a$ théorique (10^{-3}) (3)	18,3	3,16	75,3	6,97

dans la partie théorique présentée en section 2.1, l'erreur sur la tension maximale U_{\max} a été prise égale à l'erreur sur la tension U à un instant quelconque alors qu'en pratique U_{\max} est estimée à l'aide d'un lissage polynomial au voisinage du maximum du thermogramme brut, et est, de ce fait, entachée d'une erreur beaucoup plus faible. Cette réduction d'un facteur 2 de la dispersion correspond, en ordre de grandeur, à ce qui a été calculé dans le tableau II (par rapport au Tab. I).

Table VII. — *Méthode des moments partiels, Comparaison théorie/expérience, $\nu \Delta t = 6,25 \times 10^{-4}$, $H = 10^{-3}$. 1 : équation (46), 2 : équation (47).*

[Partial time moments method. Theory versus experiment, $\nu \Delta t = 6.25 \times 10^{-4}$, $H = 10^{-3}$. 1 : equation (46), 2 : equation (47).]

traitement analogique	WB	100 HZ
\hat{R}_{sb} signal/bruit	200	2 700
$\langle \hat{a} \rangle$ (10^{-7} m ² /s)	5,173	5,162
$\hat{\sigma}_\nu / \langle \hat{\nu} \rangle$ (10^{-3}) expérimental	7,33	3,2
$\sigma_\nu / \nu = \sigma_a / a$ théorique (10^{-3})(1)	8,86	0,69
$\langle \hat{H} \rangle$ (10^{-3}) expérimental	3,71	
$\hat{\sigma}_H / \langle \hat{H} \rangle$ (10^{-3}) expérimental	1 660	
σ_H / H théorique (10^{-3}) (2)	6 333	

Le filtrage à 100 Hz, qui augmente le rapport signal sur bruit d'un facteur supérieur à 10, réduit la dispersion observée des diffusivités identifiées, figures 7a et b — et ce, particulièrement pour le temps partiel $t_{2/3}$.

Les ordres de grandeur des dispersions théoriques et expérimentales sont alors similaires, mais l'interprétation en est délicate, car le bruit de mesure est maintenant corrélé suite au filtrage et l'analyse théorique présentée en section 2 n'est plus directement applicable.

Les diffusivités, identifiées par la méthode des moments partiels et présentées dans le tableau VII, entrent dans la fourchette des diffusivités issues de la méthode des temps partiels (Tab. VI). L'adoption du filtrage ne produit qu'une variation de 0,2 % de la diffusivité moyenne estimée $\langle \hat{a} \rangle$. Ce filtrage réduit d'un facteur supérieur à 2 la dispersion relative observée des diffusivités. Notons qu'en son absence, les dispersions expérimentales et théoriques sont tout à fait semblables et inférieures à celles obtenues par la méthode des temps partiels. Ceci permet de confirmer la supériorité de la méthode des moments avec ou sans filtrage.

Les nombres de Biot identifiés, présentés sur l'histogramme de la figure 6d, peuvent être négatifs pour une expérience particulière. Ceci est tout à fait normal, car leur moyenne observée (0,00371) est inférieure à leur écart-type observé (dispersion relative de 1,66 supérieure à l'unité). Ceci confirme l'impossibilité de mesurer, sur une seule expérience, la valeur du nombre de Biot si celui-ci est faible. Notons qu'ici la dispersion théorique de H est environ 4 fois plus grande que la dispersion observée, ce qui peut être encore dû à l'insuffisance des développements au premier ordre utilisés en section 2.5 lorsque l'erreur sur H est grande.

Le niveau moyen identifié de H est inférieur à la valeur nominale de 10^{-2} issue des pertes radiatives linéarisées d'un corps noir. Une explication réside en la métallisation de la face arrière de l'échantillon qui correspond à une très faible émissivité de cette surface et qui réduit par conséquent les pertes.

La comparaison sur la figure 8 du thermogramme expérimental normalisé et du thermogramme théorique recalculé à l'aide des paramètres identifiés par la méthode des moments (ainsi que le tracé des résidus), permet à la fois de conclure à l'adéquation entre expérience et modèle et à la pertinence des valeurs des paramètres identifiés sur la période d'identification $t_{0,1}-t_{0,8}$, compte tenu de l'analyse de la sensibilité du modèle aux paramètres qui a été faite ailleurs [18].

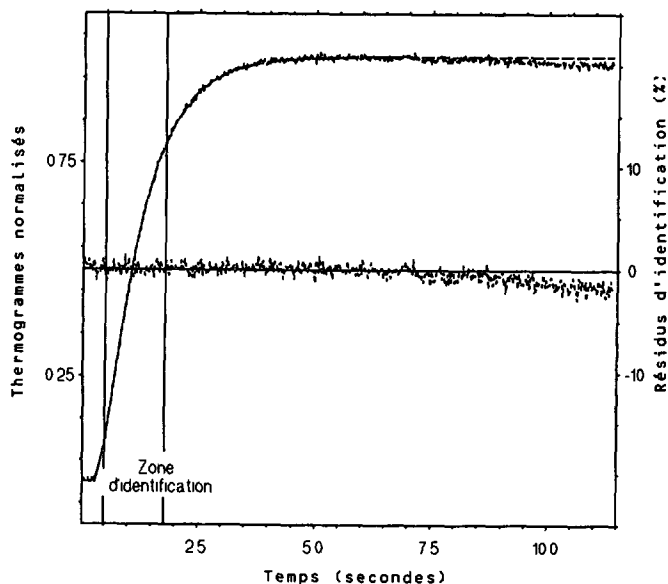


Fig. 8. — Comparaison entre thermogramme expérimental sans filtrage et thermogramme recalculé avec les valeurs de a et H identifiées par la méthode des moments temporels partiels, et résidus correspondants.

[Comparison of the experimental thermogram (Wide Band) with the reconstructed thermogram using the values of diffusivity and Biot number that are identified using the partial time moments method and related residuals.]

4. Conclusion.

Deux méthodes semi-analytiques d'estimation de la diffusivité thermique d'un matériau opaque, suite à une expérience flash, ont été rappelées après présentation du modèle (simplifié ici car unidirectionnel) de réponse en température en face arrière avec pertes.

Par une approche stochastique, on passe des caractéristiques du bruit de tension numérisée du détecteur, supposé additif, non corrélé et de loi de probabilité constante dans le temps, aux écarts-types des estimateurs de la diffusivité, méthodes des temps partiels et des moments temporels partiels, et du nombre de Biot des pertes, méthode des moments. Dans les deux cas de figure, on montre que la dispersion (écart-type relatif) des estimateurs de ces deux paramètres dépendent uniquement du nombre de Biot, du rapport signal sur bruit et de la période d'acquisition du signal normée par le temps caractéristique de l'échantillon. L'influence de ces différents paramètres est étudiée pour deux nombres de Biot extrêmes et la supériorité de la méthode des moments est mise en évidence de manière théorique.

La répétition d'expériences flash sur un même échantillon permet, par une approche statistique, de valider l'analyse théorique précédente et d'expliquer la faiblesse des dispersions observées sur la diffusivité identifiée qui peuvent être ramenées à moins de 1 % par les deux techniques sur le cas étudié. L'analyse effectuée met expérimentalement en évidence le danger d'une estimation du nombre de Biot des pertes à partir d'une seule expérience lorsque celui-ci est faible. Les résidus obtenus confirment à la fois la pertinence du modèle et celle de la méthode d'identification des moments temporels partiels.

Annexe 1.

Champ de température produit par une excitation flash.

$$Z_z(z^*, t^*, H_1, H_2) = \sum_{n=0}^{\infty} b_n \left[\cos(u_n z^*) + \frac{H_1}{u_n} \sin(u_n z^*) \right] \exp(-u_n^2 t^*)$$

avec

$$b_n = 2 u_n^2 (u_n^2 + H_2^2) [(u_n^2 + H_1^2)(u_n^2 + H_2^2) + (u_n^2 + H_1 H_2)(H_1 + H_2)]^{-1}$$

Les valeurs propres u_n sont les solutions de l'équation transcendante :

$$\sin(u) [u^2 - H_1 H_2] = u \cos(u) [H_1 + H_2].$$

En face arrière ($z^* = 1$) :

$$Z_{12}(t^*, H_1, H_2) = \sum_{n=0}^{\infty} A_n \exp(-u_n^2 t^*)$$

avec

$$A_n = 2 u_n^2 \cos u_n \{ [1 + (H_1 + H_2)(u_n^2 + H_1 H_2)/D_n] (u_n^2 - H_1 H_2) \}$$

et

$$D_n = (u_n^2 + H_1^2)(u_n^2 + H_2^2)$$

dans le cas où $H_1 = H_2 = H$:

$$Z(t^*, H) = \sum_{n=0}^{\infty} \frac{2 u_n^2 (u_n^2 + H^2)}{u_n^2 + H^2 + 2 H u_n^2 - H^2} \frac{\cos u_n}{u_n^2 - H^2} \exp(-u_n^2 t^*).$$

Annexe 2.

Fonctions d'identification de la méthode des temps partiels.

On pose : $x = t_\alpha / t_\beta$ avec $\beta = 5/6$

si $\alpha = 1/3$: $f_{\alpha\beta}(x) = 0,818 - 1,708 x + 0,885 x^2$

si $\alpha = 1/2$: $f_{\alpha\beta}(x) = 0,954 - 1,581 x + 0,558 x^2$

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

Annexe 3.

Fonctions d'identification de la méthode des moments temporels partiels.

$$H = G^{-1}(m_{-1}^*) = e_0 + e_1 x + e_2 x^2 + e_3 x^3 + e_4 x^4 \quad \text{si } 0,504 < x < 0,56$$

et

$$G^{-1}(m_{-1}^*) = c_0 + c_1 x + c_2 x^2 + c_3 x^3 + c_4 x^4 \quad \text{si } 0,44 < x < 0,504$$

avec

$$x = m_{-1}^* = m_{-1}.$$

La première forme de G^{-1} correspond aux faibles nombres de Biot ($0 < H < 0,1$) tandis que la seconde correspond à des valeurs plus fortes ($0,1 < H < 1$). Les valeurs des différents coefficients sont données dans le tableau VIII.

Tableau VIII. — Coefficients définissant la fonction d'identification G^{-1}

i	e_i	c_i
0	$8,438722459 \times 10^2$	$1,085995148 \times 10^2$
1	$-6,380615082 \times 10^3$	$-8,014914481 \times 10^2$
2	$1,812577990 \times 10^4$	$2,25713259 \times 10^3$
3	$-2,291931835 \times 10^4$	$-2,867489088 \times 10^3$
4	$1,088033541 \times 10^4$	$1,382587042 \times 10^3$

La deuxième fonction est la suivante :

$$m_0^* = F(m_{-1}^*) = d_0 + d_1 m_{-1}^* = -0,0819 + 0,305 m_{-1}^* \quad \text{si } m_{-1}^* > 0,44.$$

Annexe 4.

Variances et covariances des moments temporels partiels expérimentaux.

$$\sigma_{-1}^2 = [F'' \nu \Delta t + U]/R_{sb}^2 + (\nu \Delta t)^2 [\beta/t_{\beta}^* - \alpha/t_{\alpha}^*]^2/12$$

$$\sigma_0^2 = [G'' \nu \Delta t + V]/R_{sb}^2 + (\nu \Delta t)^2 (\beta - \alpha)^2/12$$

$$\text{cov}(e_{-1}, e_0) = [H'' \nu \Delta t + W]/(\nu R_{sb}^2) + \nu(\Delta t)^2 (\beta - \alpha)[\beta/t_{\beta}^* - \alpha/t_{\alpha}^*]/12$$

avec

$$F'' = \frac{1}{t_{\alpha}^*} - \frac{1}{t_{\beta}^*} + \frac{\alpha}{t_{\alpha}^{*2} T'_{\alpha}} - \frac{\beta}{t_{\beta}^{*2} T'_{\beta}}$$

$$G'' = t_{\beta}^* - t_{\alpha}^* + \alpha/T'_{\alpha} - \beta/T'_{\beta}$$

$$H'' = \ln(t_{\beta}^*/t_{\alpha}^*) + \alpha/(t_{\alpha}^* T'_{\alpha}) - \beta/(t_{\beta}^* T'_{\beta})$$

$$\begin{aligned}
 U &= \left(\frac{\alpha}{t_{\alpha}^* T'_{\alpha}} \right)^2 + \left(\frac{\beta}{t_{\beta}^* T'_{\beta}} \right)^2 + p^2 \\
 V &= (\alpha/T'_{\alpha})^2 + (\beta/T'_{\beta})^2 + q^2 \\
 W &= (\alpha/T'_{\alpha})^2/t_{\alpha}^* + (\beta/T'_{\beta})^2/t_{\beta}^* + pq
 \end{aligned}$$

et

$$\begin{aligned}
 p &= \frac{\beta^2}{T'_{\beta} t_{\beta}^*} - \frac{\alpha^2}{T'_{\alpha} t_{\alpha}^*} - m_{-1}^* \\
 q &= \beta^2/T'_{\beta} - \alpha^2/T'_{\alpha} - m_0^* .
 \end{aligned}$$

Annexe 5.

Coefficients des variances des erreurs sur les paramètres.

$$\begin{aligned}
 A' &= [d_1^2(\beta/t_{\beta}^* - \alpha/t_{\alpha}^*)^2 + (\beta - \alpha)^2 - 2 d_1(\beta/t_{\beta}^* - \alpha/t_{\alpha}^*)(\beta - \alpha)]/(12 m_0^{*2}) \\
 B' &= (d_1^2 U - 2 d_1 W + V)/m_0^{*2} \\
 C' &= (d_1^2 F'' - 2 d_1 H'' + G'')/m_0^{*2} \\
 D' &= (\beta/t_{\beta}^* - \alpha/t_{\alpha}^*)^2/[12 H^2 G'^2(H)] \\
 E' &= U/[H^2 G'^2(H)] \\
 F' &= F''/[H^2 G'^2(H)] .
 \end{aligned}$$

Annexe 6.

Coefficients entrant dans le calcul du biais et de l'écart-type de l'estimateur de ν obtenu par la méthode des temps partiels avec filtrage numérique.

$$\begin{aligned}
 L &= \frac{1}{6 t_{\beta}^*} \left[s \frac{T_{\alpha}''}{T'_{\alpha}} + (1 + us) \frac{T_{\beta}''}{T'_{\beta}} \right] \\
 M &= \frac{1}{t_{\beta}^{*2}} \left[\frac{s^2}{t_{\alpha}^2} + \frac{(1 + us)^2}{T_{\beta}'^2} \right] .
 \end{aligned}$$

Annexe 7.

Coefficients entrant dans le calcul du biais de l'estimateur de ν obtenu par la méthode des moments partiels avec filtrage numérique.

$$P = \frac{1}{6 m_0^*} [F'(m_{-1}^*) P_{-1} - P_0]$$

avec

$$P_k = \alpha T_{\alpha}'' t_{\alpha}^{*k}/T'_{\alpha} - \beta T_{\beta}'' t_{\beta}^{*k}/T'_{\beta}$$

pour

$$k = -1 \text{ et } 0 .$$

Bibliographie

- [1] PARKER W. J., JENKINS R. J., BUTLER C. P. and ABBOT G. L., Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity and thermal conductivity, *J. Appl. Phys.* **32** (1961) 1679-1684.
- [2] MOYNE C., BATSALE J. C., DEGIOVANNI A. and MAILLET D., Thermal conductivity of wet porous media : theoretical analysis and experimental measurement, *Thermal Conductivity* **21**, J. C. Cremers and H. A. Fine Eds. (Plenum Publishing Corporation, New York, 1990) pp. 109-120.
- [3] BULNER R. F. and TAYLOR R., Measurement by the flash method of thermal diffusivity in two layer composites samples, *High Temperatures, High Pressures* **6** (1974) 491-497.
- [4] DEGIOVANNI A., Systèmes multicouches : problèmes liés à l'homogénéisation des caractéristiques thermiques, *Rev. Gén. Therm.* **339** (1990) 117-128.
- [5] LACHI M., DEGIOVANNI A., Détermination de la diffusivité thermique des matériaux anisotropes par méthode flash bidirectionnelle, *J. Phys. III France* **1** (1991) 2027-2046.
- [6] TAN HEPING, MAESTRE B., LALLEMAND M., Transient and steady-state combined heat transfer in semi transparent materials subjected to a pulse or a step radiation, *J. Heat Trans.* **113** (1991) 166-173.
- [7] COWAN R. D., Pulse method of measuring thermal diffusivity at high temperatures, *J. Appl. Phys.* **34** (1961) 926-927.
- [8] CAPE J. A. and LEHMAN G. W., Temperature and finite pulse time effects in the flash method for measuring thermal diffusivity, *J. Appl. Phys.* **34** (1963) 1909-1913.
- [9] FAURE J., Détermination de la diffusivité thermique des isolants par la méthode du signal très bref, EUR 1822 f (1964) Ispra, Italie.
- [10] JAMET J., JALIN R., LETOURNEUR C., Etude expérimentale de la dégradation thermique d'un matériau ablatif, *Recherche Aéronautique* **4** (1974) 233-244.
- [11] CLARK L. M. and TAYLOR R. E., Radiation loss in the flash method for measurement of thermal diffusivity, *J. Appl. Phys.* **46** (1975) 714-718.
- [12] RAYNAUD M., BECK J. V., SHOEMAKER R., TAYLOR R. E., Sequential estimation of thermal diffusivity for flash tests, *Proc. Thermal Conductivity* **20**, D.P.H. Hasselman and J. R. Thomas Jr. Eds. (Plenum Pub. Corp., 1989) pp. 305-321.
- [13] DEGIOVANNI A., Diffusivité et méthode flash, *Rev. Gén. Therm.* **185** (1977) 420-441.
- [14] BALAGEAS D. L., Nouvelle méthode d'interprétation des thermogrammes pour la détermination de la diffusivité thermique par la méthode impulsionnelle (méthode « flash »), *Rev. Phys. Appl.* **17** (1982) 227-237.
- [15] DEGIOVANNI A., Identification de la diffusivité thermique par l'utilisation des moments temporels partiels, *High Temperatures, High Pressures* **17** (1985) 683-689.
- [16] DEGIOVANNI A. et LAURENT M., Une nouvelle technique d'identification de la diffusivité thermique par la méthode flash, *Rev. Phys. Appl.* **21** (1986) 229-237.
- [17] DEGIOVANNI A., Correction de longueur d'impulsion pour la mesure de la diffusivité thermique par méthode flash, *Int. J. Heat Mass Transfer, Technical note* **30** (1987) 2199-2200.
- [18] MAILLET D., Apport des méthodes analytiques à l'identification des paramètres et à la conduction inverse en thermique, Thèse Doctorat d'Etat, INPL Nancy (1991).
- [19] LACHI M. et DEGIOVANNI A., Mesure de la température de surface par thermocouples de contact : influence sur la détermination de la diffusivité thermique par méthode flash. Article soumis au *J. Phys. III France*.
- [20] BECK J. V. and ARNOLD K. J., Parameter estimation in engineering and science (John Wiley and Sons, New York, 1977).
- [21] ANDRÉ S. et DEGIOVANNI A., The flash method applied to semi transparent materials : « apparent » diffusivity or « phonic » diffusivity, *Proc. Eurotherm Seminar* **21**, Heat Transfer in Semi-transparent Media, J. F. Sacadura and F. Allard Eds. (Lyon, February 3-5, 1992) pp. 249-258.
- [22] ANDERSON R. L., Distribution of the serial correlation coefficient, *Ann. Math. Stat.* **13** (1942) 1-13.