

N° d'ordre : 1358

50376
1986
179

50376
1986
179

THÈSE

présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE FLANDRES-ARTOIS

pour obtenir le titre de

DOCTEUR DE 3ème CYCLE

Spécialité : GENIE ELECTRIQUE

par

Francis SALOME

CONTRIBUTION A L'ETUDE DE NOUVELLES METHODES DE MESURE
DES PARAMETRES ELECTRIQUES ET THERMIQUES DES MATERIAUX.
INFLUENCE DE L'HUMIDITE SUR LES PROPRIETES ELECTRIQUES
ET THERMIQUES DES MATERIAUX NON METALLIQUES.



Soutenue le 30 Octobre 1986 devant la Commission d'Examen

Membres du Jury :

G. SEGUIER
A. LEBRUN
A. CHAPOTON
Y. CROSNIER
P. THERY

Président
Rapporteur
Examineur
Examineur
Examineur

A mes parents,

A Claudine, Mélanie et Mariette

AVANT PROPOS

Le travail présenté a été effectué dans le cadre du Laboratoire de Mesures Automatiques de l'Université des Sciences et Techniques de Lille Flandres-Artois.

Le sujet de cette étude m'a été confié par Monsieur le Professeur A. LEBRUN; sa grande expérience des mesures automatiques, tant dans le domaine électrique que thermique, a été capitale pour l'accomplissement de ce travail. Je tiens à lui exprimer ma profonde reconnaissance pour les conseils et les encouragements qu'il a toujours su donner.

Les avis de Messieurs les Professeurs A. CHAPOTON et P. THERY m'ont été précieux quand se sont posés les problèmes relatifs aux diélectriques et à la thermique. Je les remercie d'avoir accepté de juger ce travail.

Je suis sensible à la présence dans le jury de Monsieur le Professeur Y. CROSNIER. Il n'a cessé de s'intéresser aux travaux en cours et de prodiguer ses encouragements.

Je suis très honoré de la présence de Monsieur le Professeur G. SEGUIER à la présidence du jury de thèse.

Les réalisations et les mises au point des différents appareillages de mesure des paramètres électriques ont été effectuées au Département Génie Electrique Informatique Industrielle de l'Institut Universitaire de Technologie du Littoral. Je tiens à remercier Messieurs le Directeur C. FRANCOIS et le Chef de Département J. LANNOO d'avoir mis à ma disposition les locaux et le matériel de l'établissement.

Tout au long de cette étude, j'ai bénéficié de l'aide de nombreuses personnes: Messieurs WATTRELOT, VERBECQUE et BOUCHIQUET au Laboratoire de Mesures Automatiques et Messieurs VERCUCQUE, MIGNIEN, DEFEVER et PIETRZAK à l'Institut Universitaire de Technologie du Littoral. Qu'ils soient tous remerciés de leurs compétences et de leur gentillesse.

Enfin, je rends hommage à Madame C. MARQUIS pour son excellent travail de dactylographie et Monsieur J.P. DEHORTER pour la phase finale de la réalisation de ce mémoire.

INTRODUCTION

Les principales propriétés des matériaux sont connues quand leurs caractéristiques électriques et thermiques sont précisées.

Les notions de conductivité électrique et thermique sont caractéristiques des transferts dans un matériau. Ces grandeurs régissent surtout les transferts en régime permanent et sont des éléments des transferts en régime transitoire.

Les possibilités d'emmagasiner une quantité d'énergie donnée dans un matériau sont caractérisées par la permittivité et la perméabilité s'il s'agit d'énergie électrique, et par la capacité thermique s'il s'agit d'énergie thermique. La capacité thermique est directement liée à la masse volumique et à la chaleur massique du corps considéré.

La connaissance des grandeurs citées est déterminante pour l'étude des matériaux en général, et des nouveaux matériaux en particulier. Cette remarque est valable dans tous les domaines: recherches de base pour l'étude des structures et recherches appliquées pour l'élaboration de nouveaux produits; une catégorie spéciale est l'étude des terrains et des matériaux du bâtiment.

De très nombreuses études sont consacrées à ces propriétés; beaucoup sont relatives au régime permanent, certaines sont relatives aux régimes variables. Un nombre limité de travaux est relatif à des mesures "in situ", tant électriques que thermiques, et permettent d'appréhender les paramètres des régimes transitoires.

Ce travail est une contribution aux méthodes nouvelles de mesures électriques et thermiques, et aux corrélations entre les propriétés électriques et thermiques pour quelques matériaux.

Les mesures des paramètres électriques, notamment la permittivité complexe diélectrique, ont fait l'objet de nombreuses études et réalisations [1].

Les techniques employées varient en fonction de la gamme de fréquence et de la méthode (régime périodique et régime impulsionnel).

Nous citons pour mémoire, pour une gamme allant de quelques Hz à quelques GHz:

- les admittancemètres utilisant diverses techniques de pont (différentiel, comparateur,...).
- les dispositifs résonnants.
- la réflectométrie.
- les analyseurs de réseau.
- les méthodes impulsionnelles...

Ces méthodes impliquent la réalisation de cellules adaptées, se prêtent mal à des mesures "in situ" et sont souvent difficiles à utiliser pour des matériaux à très fortes pertes. Nous proposons un dispositif simple valable pour une bande de fréquence limitée, utilisant des composants à constantes localisées.

Dans une première partie, nous décrivons un appareil entièrement automatique, séparant les deux informations de la permittivité complexe et réalisé autour d'un oscillateur à "conductance négative". La mesure d'admittance est possible pour une gamme de fréquence allant de quelques kHz à 15MHz et pour des conductivités très grandes, proches de celle de l'eau ordinaire. L'ordre de grandeur des pertes mesurables est de $10\ 000\ \mu S (R = 100\ \Omega)$ en termes de conductance parallèle ramenée.

La mesure en continu est possible; elle permet de suivre l'évolution de l'admittance mesurée en fonction de paramètres extérieurs.

La mesure des paramètres thermiques des matériaux peut se faire en régime permanent ou en régime variable.

En régime harmonique, on peut obtenir la valeur de l'impédance thermique, donc de la fonction de transfert (en flux thermique ou en température) d'un matériau [7]. Les mesures sont longues et peuvent durer plusieurs jours pour des matériaux épais.

La mesure de conductivité thermique est classique et des méthodes normalisées utilisant le régime permanent sont proposées, pour lesquelles les conditions de mesure sont rigoureuses.

L'étude des bilans thermiques permet de déterminer la capacité thermique [8]. Cependant, ces méthodes restent difficiles à mettre en oeuvre pour des mesures "in situ".

Nous proposons dans la seconde partie de ce travail une nouvelle méthode utilisant la phase transitoire de la réponse à un échelon de flux thermique et permettant de déterminer rapidement l'effusivité et la conductivité thermique des matériaux.

Pour de nombreux métaux, des relations simples lient les conductivités électriques et thermiques; ces grandeurs sont, en effet, relatives à des transferts d'énergie à l'intérieur d'un même réseau [9].

A notre connaissance, peu de travaux sont relatifs à la comparaison des conductivités électriques et thermiques des matériaux non métalliques et, en particulier, des matériaux plus ou moins humides. Dans ce cas, les facteurs d'énergie électrique et thermique emmagasinable semblent très différents.

Il est également intéressant de déterminer si la thermique permet facilement d'appréhender cette caractéristique importante pour les concepteurs d'ouvrages qu'est l'humidité.

• Pour ces raisons, nous avons commencé une étude de quelques matériaux en précisant leurs propriétés électriques et leurs propriétés thermiques pour une humidité variable. Les mesures effectuées et une étude comparative des résultats obtenus sont exposées dans la troisième partie de ce travail.

CHAPITRE I

UTILISATION DU RESONATEUR A CONDUCTANCE NEGATIVE

POUR LA MESURE DE DIPOLES ELECTRIQUES

I.1. RAPPELS DES PRINCIPES DE FONCTIONNEMENT DES DISPOSITIFS A CONDUCTANCE NEGATIVE

Un résonateur à composantes linéaires présente, lorsqu'il est excité par un générateur de courant de type impulsionnel, différents régimes de fonctionnement.

Le régime périodique non amorti est obtenu dans le cas d'un résonateur idéal à pertes nulles; la fréquence des oscillations est une fonction simple des éléments du résonateur.

Le résonateur réel présente toujours des pertes qui imposent le régime périodique amorti.

En modifiant les pertes du résonateur, en particulier par l'apport de conductances négatives, on peut, à volonté, obtenir les régimes périodiques amortis et les régimes oscillatoires.

I.1.1. Principe de l'oscillateur à conductance négative

Considérons le résonateur de la figure I.1 pour lequel on admet que la bobine est idéale, d'inductance L , que la capacité est idéale, de valeur C et que les pertes, représentées par G_p , sont constantes dans la bande de fréquence considérée.

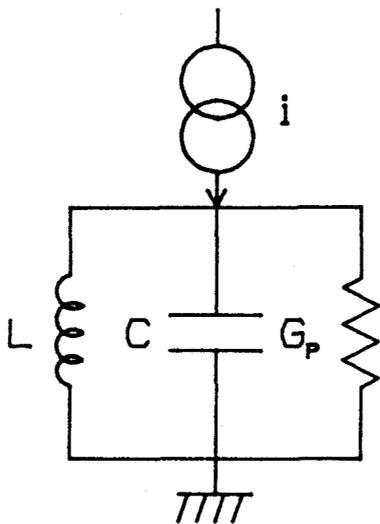


Figure I.1. Résonateur parallèle réel

Soumis à une impulsion énergétique fournie par exemple par un générateur de courant parfait i , ce résonateur est le siège d'oscillations périodiques amorties de décroissance exponentielle.

La fréquence est liée aux valeurs de la bobine et de la capacité. Le coefficient de l'exponentielle est lié à la valeur des pertes G_p . S'il est possible de compenser exactement et de façon continue les pertes énergétiques du système, le régime périodique amorti devient un régime périodique permanent.

Ce régime est atteint en connectant en parallèle sur le montage une conductance négative G_n dont la valeur absolue est exactement celle de G_p (figure I.2).

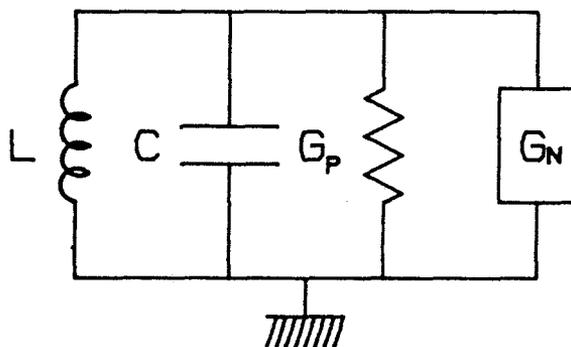


Figure I.2. Résonateur associé à la conductance négative

En réalisant la condition suivante:

$$(I.1) \quad \Sigma G = G_p + G_n = 0$$

le système entre en oscillations; la valeur de la fréquence est alors donnée par la relation:

$$(I.2) \quad \Sigma B = C \omega - \frac{1}{L\omega} = 0 \quad F = \frac{1}{2\pi\sqrt{LC}}$$

En pratique, la condition (I.1) est difficile à maintenir du fait des non linéarités de G_p et G_n .

L'amplitude des oscillations obtenues a théoriquement une valeur indéterminée. Afin d'obtenir un niveau constant et réglable, il faut commander une des conductances mises en jeu dans la relation (I.1) et l'asservir à l'amplitude des oscillations.

La précision de la valeur de la fréquence donnée en (I.2) est d'autant plus grande que la tension aux bornes de l'oscillateur est maintenue faible pour éviter les non linéarités importantes.

I.1.2. Mesure d'un dipôle inconnu à partir d'un résonateur

Tout dipôle inconnu peut, à une fréquence considérée, être représenté par un schéma équivalent parallèle du type de la figure I.3.

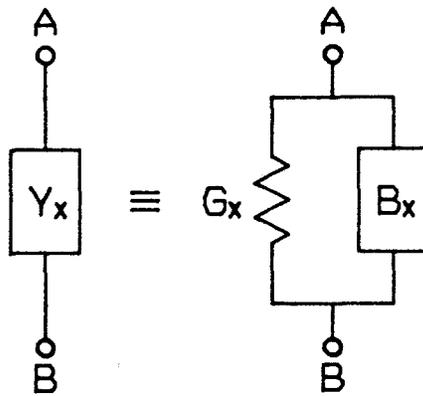


Figure I.3. Admittance équivalente au dipôle inconnu

L'admittance Y_x prend la forme suivante:

$$Y_x = G_x + jB_x$$

I.1.2.1. Mesure Directe

Mis en parallèle sur l'oscillateur réel, comme indiqué figure I.4, ce dipôle modifie par ses deux composantes les relations (I.1) et (I.2).

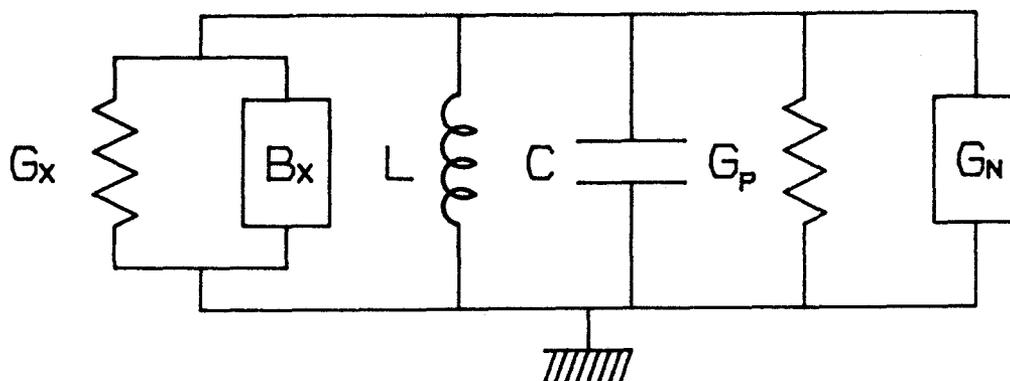


Figure I.4. Résonateur associé au dipôle inconnu

Pour obtenir à nouveau le régime périodique entretenu, la nouvelle valeur G_{nl} de la conductance négative doit satisfaire la relation (I.3)

$$(I.3) \quad \Sigma G = G_p + G_x + G_{nl} = 0$$

Soit $G_x = - (G_p + G_{nl})$

Une connaissance parfaite de la valeur de la conductance négative et des pertes du résonateur permet de calculer la valeur de G_x .

La pulsation prend une nouvelle valeur ω_1 telle que:

$$(I.4) \quad \Sigma B = C\omega_1 - \frac{1}{L\omega_1} + B_x = 0$$

Avec les composantes L et C du résonateur constantes dans la gamme $\omega - \omega_1$, on a:

$$B_x = \frac{1}{L\omega_1} - C\omega_1$$

A partir de ces relations simples, de nombreuses méthodes de mesure sont possibles.

I.1.2.2. Mesure par substitution

Le principe de cette méthode est de réaliser deux mesures pour une même valeur de la fréquence

- un équilibre pour le résonateur seul
- un équilibre pour le résonateur connecté au dipôle inconnu

a) Valeur de la susceptance

Pour le résonateur seul, la fréquence des oscillations est donnée par la relation (I.5).

$$(I.5) \quad \Sigma B = C\omega_0 - \frac{1}{L\omega_0} = 0$$

$$F_0 = \frac{1}{2\pi\sqrt{LC}}$$

Le dipôle étant connecté, une modification de L ou de C est nécessaire pour obtenir la fréquence initiale.

Si, par exemple, la compensation est faite à l'aide du condensateur C:

$$(I.6) \quad \Sigma B = C_1\omega_0 - \frac{1}{L\omega_0} + B_x = 0$$

On obtient à partir des relations (I.5) et (I.6):

$$(I.7) \quad B_x = \omega_0(C - C_1)$$

En utilisant plusieurs bobines de valeurs constantes, le dispositif peut fonctionner dans une large gamme de fréquence.

Une compensation à l'aide de la bobine est également envisageable:

$$C\omega_0 - \frac{1}{L_1\omega_0} + B_x = 0$$

$$B_x = \frac{1}{\omega_0} \left(\frac{1}{L_1} - \frac{1}{L} \right)$$

b) Valeur de la conductance

La compensation des variations de pertes dues à la connexion de l'inconnue doit être faite à l'aide de la conductance négative. Les relations traduisant les deux états d'équilibre sont:

$$(I.8) \quad \Sigma G = G_p + G_{n0} = 0 \quad \text{Pour le résonateur seul}$$

$$(I.9) \quad \Sigma G = G_p + G_{n1} + G_x = 0 \quad \text{Pour le résonateur chargé}$$

La valeur de la conductance G_x est obtenue par différence:

$$(I.10) \quad G_x = G_{n0} - G_{n1}$$

Notons que la variation des pertes du résonateur n'intervient pas, la fréquence étant constante.

I.1.2.3. Mesure à fréquence variable

a) Valeur de la susceptance

En maintenant L et C constantes, les pulsations mesurées, ω_0 et ω_1 , correspondant respectivement au résonateur seul et au résonateur chargé, sont telles que la relation (I.2) soit toujours vérifiée:

$$(I.11) \quad \Sigma B = C\omega_0 - \frac{1}{L\omega_0} = 0$$

$$(I.12) \quad \Sigma B = C\omega_1 - \frac{1}{L\omega_1} + B_x = 0$$

En admettant que la bobine et la capacité totale du résonateur gardent une valeur constante entre ω_0 et ω_1 , on obtient:

$$B_x = C\omega_0 \left(\frac{\omega_0}{\omega_1} - \frac{\omega_1}{\omega_0} \right) = \frac{1}{L\omega_0} \left(\frac{\omega_0}{\omega_1} - \frac{\omega_1}{\omega_0} \right)$$

b) Valeur de la conductance

Les pertes du résonateur étant supposées constantes avec la fréquence, ce qui est valable pour de faibles variations autour de F , la valeur de G_x est donnée par:

$$G_x = G_{n0} - G_{n1}$$

Pour que cette relation soit vérifiée, il faut que les valeurs de la conductance négative soient stables avec la fréquence.

I.1.3. Analyse critique des études antérieures

Compte tenu des multiples possibilités du système, plusieurs orientations ont été données au procédé dans son utilisation pour la mesure de dipôles électriques.

La figure I.5 donne un état des différentes méthodes employées à notre connaissance.

I.1.3.1. Etude à conductance négative fixe

La conductance négative étant fixée à une valeur G^- , on lui adjoint une conductance positive variable G^+ asservie de façon à obtenir un niveau constant et faible des oscillations (figure I.5.a).

La bobine L est variable par bonds pour obtenir les différentes gammes de fréquence nécessaires.

La mesure de G_x est obtenue par l'intermédiaire de ΔG^+ .

La valeur de B_x est obtenue par la mesure de la variation de la fréquence, dans le cas d'une étude à fréquence variable, ou d'un ΔC manuel dans le cas d'une étude à fréquence fixe. [2]

I.1.3.2. Etude à conductance négative variable

La conductance négative G^- est variable et commandée numériquement. La conductance positive G^+ est asservie pour maintenir le niveau des oscillations à une valeur faible et constante. (figure I.5.b)

La bobine L est variable par bonds pour les mêmes raisons que précédemment.

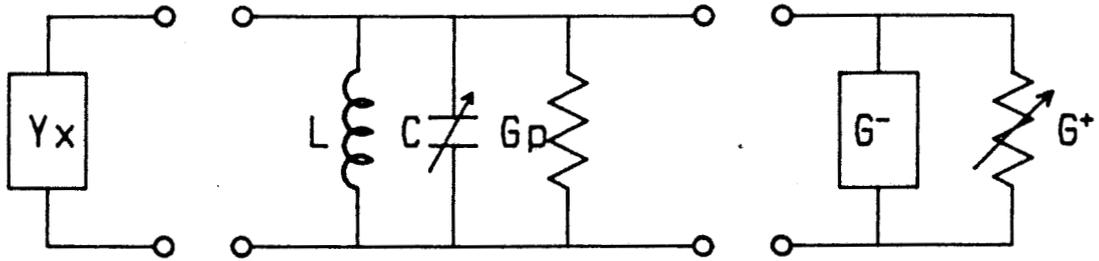


Figure I.5.a. Dispositif à conductance négative fixe

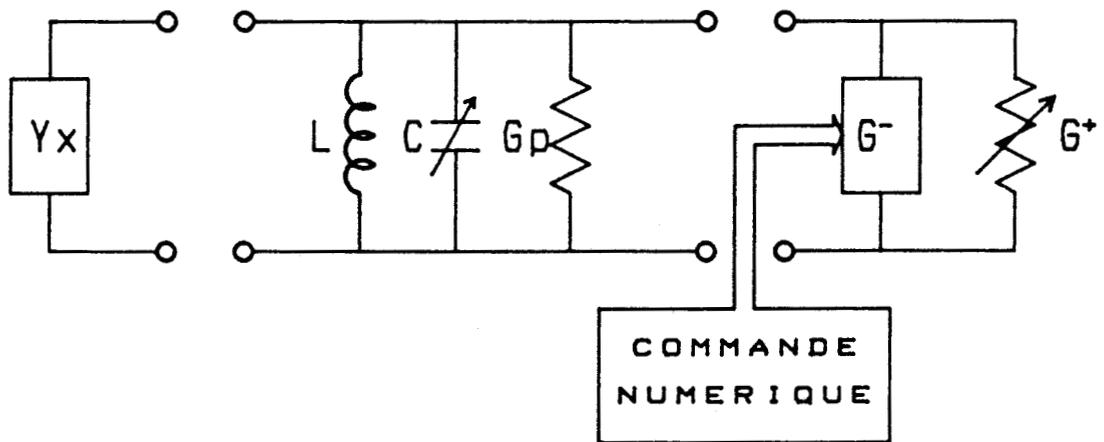


Figure I.5.b. Dispositif à conductance négative numérique

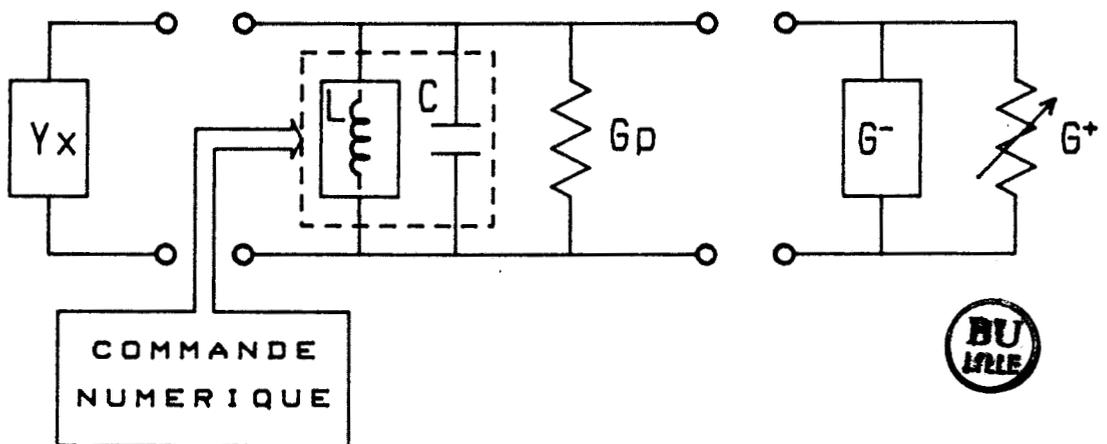


Figure I.5.c. Dispositif à bobine numérique

G_x est connue grâce aux valeurs de ΔG^- et ΔG^+ .

La valeur de la susceptance est mesurée de la même façon que lors de l'étude précédente. [3]

I.1.3.3. Dispositif utilisant une bobine électronique

Dans ce cas, la conductance négative est fixe; G^+ est utilisée pour l'asservissement de niveau. (figure I.5.c)

La bobine L est réalisée à l'aide de circuits actifs; elle est variable et commandée numériquement.

La mesure de conductance est obtenue par l'intermédiaire des variations de G^+ .

Dans le cas d'une étude à fréquence variable, la valeur de B_x est calculée à partir du ΔF mesuré.

Pour une étude à fréquence fixe, la compensation de B_x se fait par une variation de la valeur de la bobine ou de la capacité, toutes deux commandées numériquement. [4]

I.1.3.4. Conclusion

Les possibilités des systèmes décrits dans le paragraphe précédent peuvent être élargies dans la mesure où certaines contraintes sont levées.

Parmi les éléments déterminants se trouve la conductance négative. Les limites d'utilisation en fréquence des circuits actifs qui la composent, imposent celles de l'ensemble. Sa valeur maximale fixe la gamme de conductance mesurable. Pour les dipôles à fortes pertes, il faut être capable d'obtenir des conductances de forte valeur, stables dans le temps et dans une large gamme de fréquence.

Les dispositifs utilisant des circuits à logique câblée sont rapidement d'une grande complexité; leur fiabilité en est fortement diminuée.

La multiplication des commandes numériques entraîne l'augmentation du nombre d'éléments parasites dus aux dispositifs de commutation.

I.1.4. Perspectives d'une nouvelle réalisation

I.1.4.1. Les gammes de mesure

Pour de nombreuses mesures industrielles, en particulier: la mesure d'humidité dans les processus industriels, la conduction des sols plus ou moins humides, les études relatives aux poudres métalliques ou aux solutions acides et basiques, qui sont autant de mesures de matériaux à fortes pertes, une gamme de conductance négative pouvant compenser des conductances de 10 000 microSiemens ($R = 100 \text{ Ohms}$) paraît être une valeur nécessaire.

Les cellules adaptées à ces types de matériaux doivent présenter des capacités actives de l'ordre du picoFarad; il est donc intéressant de pouvoir mesurer des capacités ou des variations de capacité avec une grande précision.

Il est impératif d'éviter un échauffement du milieu étudié. La tension aux bornes de la cellule doit rester faible. Par exemple, pour une valeur efficace de la tension de 0.1 Volt sur une conductance de 0.01 Siemens la puissance reste faible: 100 microWatts.

Rappelons que la valeur de la fréquence de travail est très importante s'il s'agit de milieux ou de matériaux renfermant de l'eau libre. Un rappel du spectre de la permittivité des matériaux humides en fonction de la fréquence est donné dans le troisième chapitre. Les effets Maxwell-Wagner étant fortement atténués pour des fréquences supérieures à quelques mégaHertz, une gamme de fréquences de l'ordre de la dizaine de mégaHertz permet d'obtenir des conductivités mesurées très proches de la conductivité vraie.

I.1.4.2. Automatisation et gestion numérique

Géré par un micro-ordinateur associé à des circuits spécialisés le système offre les possibilités suivantes:

- a) Choix du mode de fonctionnement:
 - étude à fréquence fixe.
 - étude à fréquence variable.

- b) *Choix de la fréquence de travail*
- c) *Affichage des valeurs des composantes du dipôle inconnu*
- d) *Compensation des éléments parasites*
- e) *Suivi de l'évolution des caractéristiques du matériau en fonction d'un paramètre externe (Temps, température, humidité,...)*
- f) *Traitement des données recueillies*

I.2. DISPOSITIF REALISE

La gestion de la mesure, le calcul des composantes du dipôle à mesurer et le traitement des résultats sont assurés par un ordinateur. Ce dernier reçoit les consignes nécessaires au fonctionnement du système et permet de visualiser messages et résultats.

Nous donnons une vue d'ensemble du système complet et présentons le matériel et les langages utilisés.

Sont ensuite exposées les solutions retenues pour la réalisation des différentes composantes de l'ensemble de l'appareil.

Nous donnons enfin les résultats obtenus lors des essais effectués sur des composantes et des produits connus.

I.2.1. Organisation générale

Une présentation schématique du système complet est donnée dans la figure I.6.

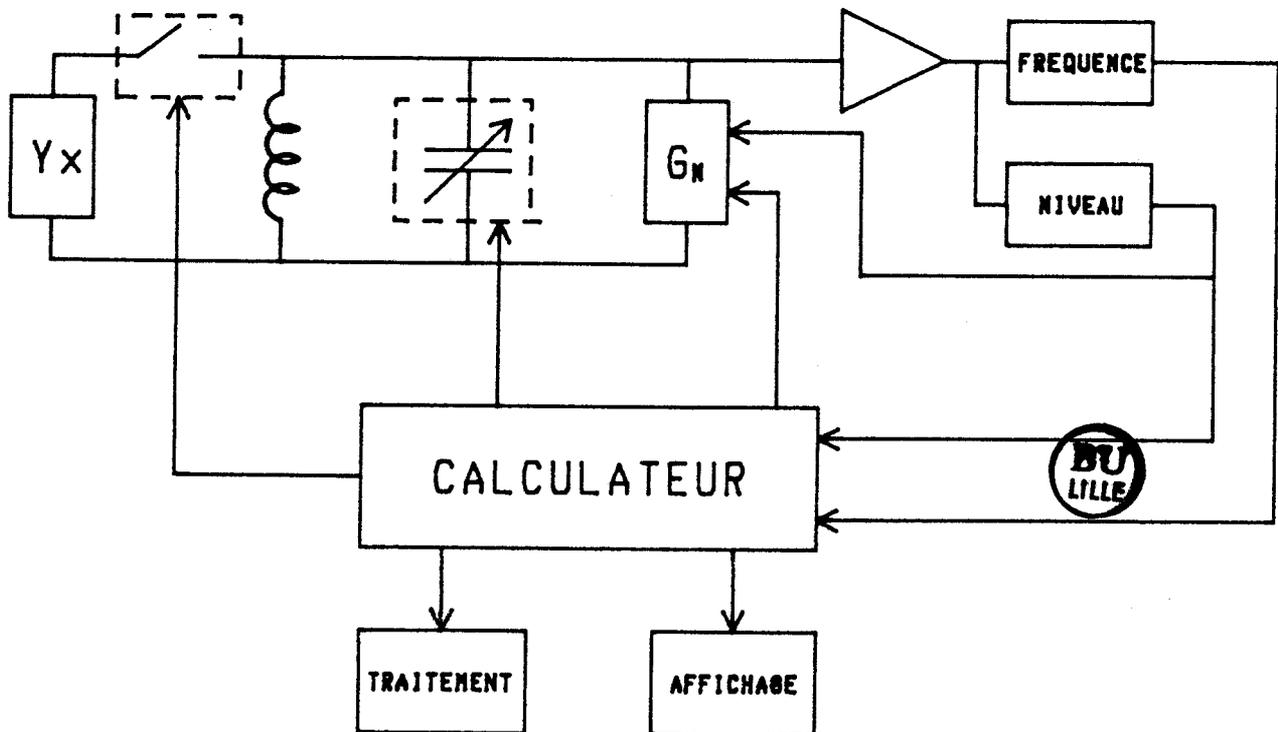


Figure I.6. Présentation générale du dispositif réalisé

Pour obtenir le régime des oscillations, la valeur convenable de la conductance négative G_n est recherchée automatiquement par le calculateur.

La valeur de cette conductance est ensuite asservie au niveau des oscillations imposé.

La mesure de la fréquence du signal sinusoïdal obtenu est effectuée par un circuit spécialisé géré par le calculateur. La valeur de la fréquence peut être ajustée à l'aide d'un condensateur variable à commande numérique.

Les valeurs des tensions nécessaires au fonctionnement (amplitude des oscillations, tensions de commandes analogiques,...) sont fournies au calculateur par des convertisseurs analogiques-numériques.

L'admittance à mesurer Y_x est connectée au circuit par l'intermédiaire d'un relais qui permet de passer rapidement d'une mesure à vide à une mesure en charge et inversement.

La gestion est confiée à un micro-ordinateur portable (Commodore S X 64). Il dispose d'un lecteur de disques souple intégré et est associé à une imprimante. La mémoire interne est de 64 k octets ; le microprocesseur employé est le 6510 (Rockwell).

Les dialogues avec l'opérateur, les calculs et les affichages sont effectués en langage BASIC.

Les diverses commandes des circuits spécialisés (compteur programmable, convertisseurs, moteur pas à pas,...) sont effectuées en langage machine.

Selon les besoins, une hiérarchie est établie entre les éléments périphériques en utilisant les possibilités des interruptions.

I.2.2. Gestion de l'énergie mise en jeu

Rappelons que le régime des oscillations obtenues aux bornes du résonateur dépend de l'équilibre entre l'énergie dissipée et l'énergie fournie.

La première est liée aux conductances positives G_p représentatives des pertes propres aux éléments du résonateur (G_0) et de l'admittance inconnue (G_x).

La seconde est liée à la conductance négative G_n .

L'équilibre est atteint quand la relation suivante est vérifiée:

$$G_p + G_n = 0$$

avec $G_p = G_0 + G_x$

Nous donnons la méthode choisie pour réaliser un ensemble "conductance négative" programmable, puis la démarche logique suivie pour obtenir automatiquement un régime d'oscillations entretenues de faible amplitude.

I.2.2.1. "Conductance négative" programmable

Différentes études faites au Laboratoire de Mesures Automatiques ont montré la difficulté de réaliser des conductances négatives variables stables et reproductibles.

Aussi utiliserons-nous pour cette réalisation:

- une conductance négative constante G^-
- une conductance positive prenant diverses valeurs à partir de :
 - a) une composante numérique G_{nu}^+
 - b) une composante analogique G_{an}^+

Ainsi conçue, la conductance négative résultante est représentée sur la figure I.7.

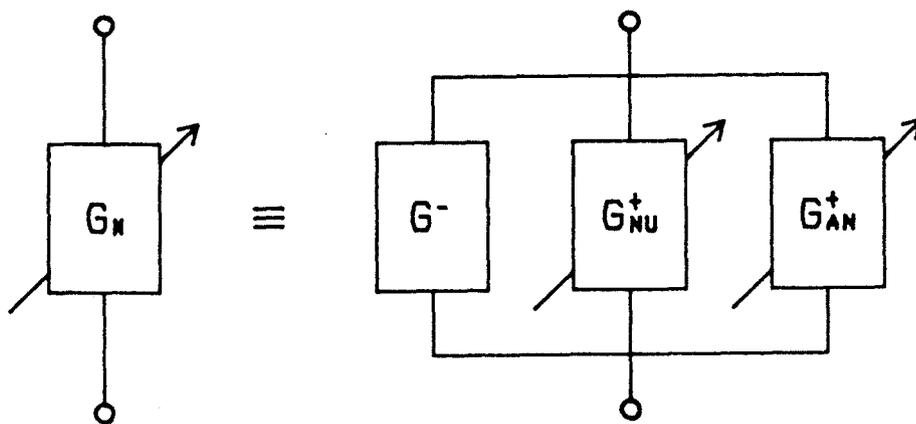


Figure I.7. Structure de la conductance négative programmable

Les valeurs de ces diverses conductances sont liées par les relations (I.13) et (I.14).

$$(I.13) \quad G_n = G^- + G_{nu}^+ + G_{an}^+$$

$$(I.14) \quad |G^-| > G_{nu}^+ + G_{an}^+$$

La condition générale d'obtention des oscillations est donnée par:

$$G_c + G_x + G_n = 0$$

La composante G_{nu}^+ est commandée par le calculateur suivant une logique bien définie et assure le meilleur démarrage possible des oscillations.

En complément, la composante G_{an}^+ est asservie de façon à imposer les oscillations d'amplitude faible et constante.

I.2.2.2. Recherche automatique des oscillations

Posons:

$$G'_x = G_0 + G_x$$

Le terme G'_x représente alors les pertes résiduelles du résonateur (bobines, connexion,...) et celles de l'admittance à mesurer.

La recherche automatique des oscillations comprend trois phases:

Première phase : La conductance analogique G_{an}^+ est déconnectée de l'ensemble du montage, ce qui se traduit dans le bilan énergétique par:

$$G_{an}^+ = 0$$

$$G_n = G^- + G_{nu}^+$$

où G_{nu}^+ est variable numériquement.

Deuxième phase : La recherche des oscillations est effectuée par variations G_{nu}^+ .

Selon les valeurs de G_{nu}^+ deux cas peuvent se présenter:

$$a) G_{nu}^+ < |G^-| - G'_x$$

La conductance négative l'emporte, l'amplitude des oscillations croit exponentiellement. Du fait des non linéarités et des saturations des amplificateurs, l'amplitude atteinte est très importante.

$$b) G_{nu}^+ > |G^-| - G'_x$$

L'ensemble des conductances positives est majoritaire, l'énergie fournie est insuffisante pour une mise en oscillations.

Soit G_C^+ la valeur critique de G_{nu}^+ telle que

$$(I.15) \quad G_C^+ < |G^-| - G'_x$$

$$(I.16) \quad G_C^+ + \Delta G_{nu}^+ > |G^-| - G'_x$$

où ΔG_{nu}^+ est le plus petit élément réalisable de G_{nu}^+ .

La valeur critique G_C^+ est déterminée par un programme de recherche dichotomique; G_{nu}^+ conserve cette valeur pour la phase suivante.

Troisième phase : La conductance positive asservie G_{an}^+ est associée à G_C^+ pour maintenir les oscillations à une amplitude constante et faible.

La condition d'équilibre devient:

$$G'_x + G_C^+ + G_{an}^+ + G^- = 0$$

où G_C^+ a une valeur connue, donc exploitable.

La sensibilité en conductance du système est donnée par la valeur de l'incrément ΔG_{nu}^+ .

Pour le dispositif réalisé, la valeur de la conductance négative fixe et celle de ΔG_{nu}^+ sont les suivantes:

$$|G^-| = 10\ 000 \mu S$$

$$\Delta G_{nu}^+ = 1 \mu S$$

I.2.3. Réalisation des différentes conductances

La structure choisie pour réaliser l'ensemble "conductance négative programmable" nécessite l'association de trois éléments. Nous donnons les choix effectués pour la réalisation pratique des trois composantes associées, en mettant en évidence les difficultés rencontrées.

I.2.3.1. Conductance négative fixe

La réalisation d'une conductance négative peut être envisagée de plusieurs manières. Nous citerons en particulier:

- l'utilisation d'éléments, notamment semi-conducteurs, dont la caractéristique $I = f(V)$ présente une zone pour laquelle la pente est négative.

- l'association d'éléments passifs et actifs, des amplificateurs opérationnels en particulier.

Les nombreuses études faites au Laboratoire de Mesures Automatiques [2, 3, 4, 5, 6] font apparaître que les meilleurs résultats quant à la linéarité, la stabilité et la facilité des réglages ont été donnés par des solutions mettant en oeuvre des amplificateurs bouclés.

C'est une solution de ce type qui est retenue pour notre étude.

Le principe choisi et les performances obtenues sont développés dans l'annexe 1.

Les essais effectués montrent qu'une bonne stabilité est obtenue pour une valeur de conductance négative de $10\ 000\ \mu S$ dans la bande de fréquence 1 MHz - 10 MHz.

Les caractéristiques obtenues traduisent l'état actuel des spécifications des composants existants à notre connaissance; elles sont susceptibles d'être modifiées au rythme de l'évolution des performances des amplificateurs opérationnels.

I.2.3.2. Conductance positive numérique G_{nu}^+

La valeur maximale de G_{nu}^+ est celle de la conductance négative: $10\ 000\ \mu S$; elle correspond au cas où l'ensemble des conductances de la bobine, des fils, ... est négligeable, et où l'inconnue Y_x n'est pas connectée.

Nous donnons successivement l'organisation des commandes numériques, puis montrons l'influence des commutations qui introduisent des éléments réactifs (capacités parasites).

a) Commande numérique de la conductance G_{nu}^+

La conductance est constituée de quatre décades, chacune étant organisée comme l'indique le schéma de la figure I.8.

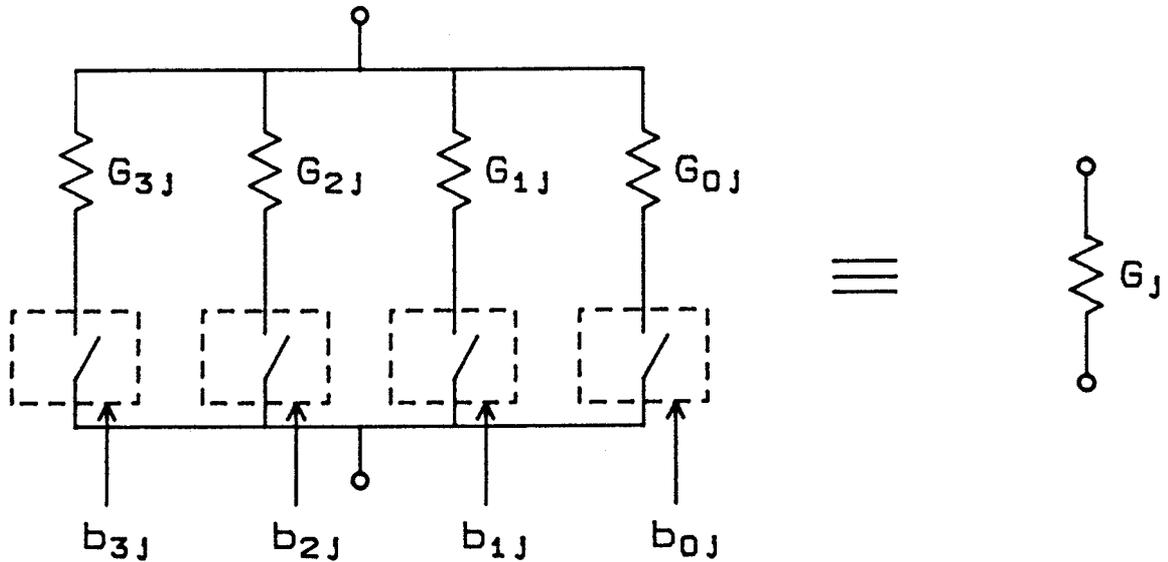


Figure I.8. Structure de la $j^{\text{ième}}$ décade de G_{nu}^+

Pour la $j^{\text{ième}}$ décade, la conductance résultante G_j vaut:

$$(I.17) \quad G_j = \sum_{i=0}^3 b_i G_{ij} \quad \text{où } b_i \text{ vaut } 0 \text{ ou } 1$$

Soit par l'ensemble



$$G_{nu}^+ = \sum_{j=0}^3 10^j G_j$$

$$(I.18) \quad G_{nu}^+ = \sum_{j=0}^3 \sum_{i=0}^3 10^j b_{ij} G_{ij}$$

Chaque conductance élémentaire G_{ij} est réalisée à l'aide d'un seul élément. De cette façon, les capacités résiduelles dues

aux associations de résistances en parallèle sont éliminées.

L'annexe 2 donne la démarche suivie pour choisir les valeurs des résistances donnant un minimum d'éléments parasites.

Le code retenu est du type 1225 et le transcodage est assuré par le logiciel d'exploitation du système.

b) Influence des dispositifs de commutation

Divers dispositifs peuvent assurer la commutation des conductances. Les solutions utilisant des composants à semi-conducteurs sont à écarter: les résistances résiduelles risquent de provoquer des erreurs trop importantes quand les résistances commutées sont de faibles valeurs.

L'emploi de systèmes électromécaniques du type relais haute fréquence paraît être une solution mieux adaptée. Il convient cependant, dans ce cas, de faire une étude expérimentale approfondie de l'influence des capacités parasites ramenées par ce genre de commutations.

A chaque valeur de la conductance G_{nu}^+ correspond une combinaison des états des relais. Les essais ont montré que la variation de capacité provoquée par le basculement d'un relais dépend:

- de la valeur de la résistance connectée.
- de la position du relais par rapport à la résistance.

Il est donc impératif de déterminer quels relais ont changé d'état, et dans quel sens, lors du passage d'une valeur de G_{nu}^+ à une autre.

Un calcul logique élémentaire, développé dans l'annexe 2, permet de résoudre ce problème.

La mise en évidence de ces phénomènes et la méthode utilisée pour déterminer la capacité parasite due au changement d'état de chaque relais sont exposées dans l'annexe 2.

Les valeurs de ces capacités sont mises en mémoire et utilisées pour obtenir les valeurs de la capacité inconnue C_x .

c) Prise en compte des éléments parasites

La structure finalement choisie pour la conductance positive numérique est celle de la figure I.9. où une seule décade est représentée.

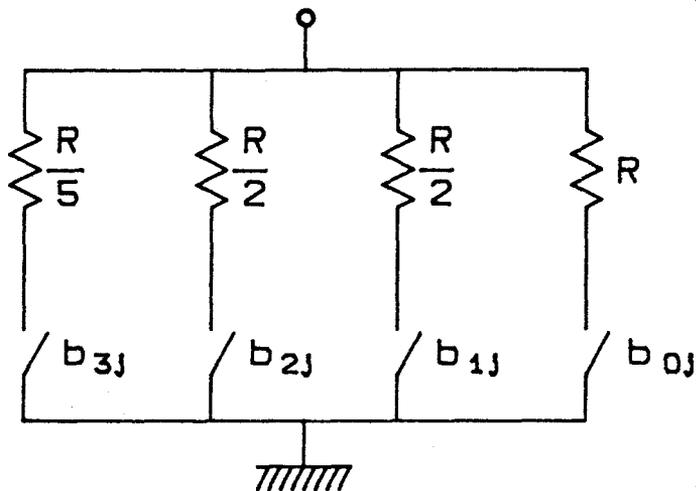


Figure I.9. Structure finale de la $j^{\text{ième}}$ décade de G_{nu}^+

Les valeurs de R sont, pour les quatre décades: $1M\Omega$, $100k\Omega$, $10k\Omega$ et $1k\Omega$, soit au total 16 résistances de précision (1%) commutées par 16 relais du type "Reed" placés entre la résistance et la masse.

Pour le calculateur, la conductance G_{nu}^+ se présente sous la forme de 2 octets programmés selon le code 1225 après transcodage.

La valeur de la susceptance à mesurer, $B_x = C_x \omega$ est obtenue par différence à partir de deux mesures.

A chacune de ces mesures correspond une valeur de G_{nu}^+ , donc une combinaison des états des relais.

Dans le calcul final de C_x , il faut tenir compte des variations de capacités parasites dues aux commutations.

Le logiciel d'exploitation du système tient compte de ces parasites en calculant la correction donnée par la relation (I.19).

$$(I.19) \quad \Delta C = \sum_{j=0}^3 \sum_{i=0}^3 a_{ij} C_{ij}$$

où - C_{ij} représente la capacité parasite du $i^{\text{ème}}$ relais de la $j^{\text{ème}}$ décade.

- a_{ij} vaut les valeurs suivantes:

- $a_{ij} = 0$ si le relais garde son état initial.
- $a_{ij} = 1$ si le relais s'est ouvert.
- $a_{ij} = -1$ si le relais s'est fermé.

Le détail des calculs des a_{ij} et des mesures des C_{ij} est donné dans l'annexe 2.

I.2.3.3. Conductance positive asservie G_{an}^+

Les études précédentes faites au Laboratoire de Mesures Automatiques ont permis de mettre au point une conductance asservie fiable. Nous reprenons les principes utilisés en mettant à profit les études comparatives faites entre les divers composants possibles.

Le principe retenu est la commande par une tension continue d'un transistor à effet de champ utilisé en résistance variable.

La figure I.10 donne le système de principe de la conductance variable associée au résonateur et aux autres conductances.

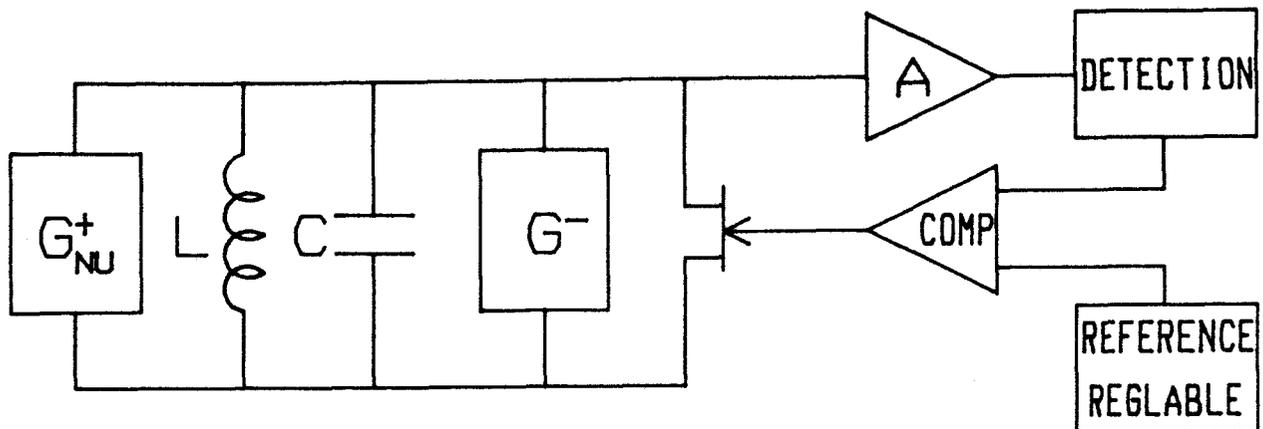


Figure I.10. Conductance positive asservie

La référence réglable permet de fixer le niveau des oscillations à une valeur convenable.

Un soin particulier a été apporté pour le choix du transistor à effet champ: il doit présenter une capacité drain-source la plus faible possible et la plus stable possible en fonction de la tension grille-source.

I.2.4. Dispositifs annexes

Les oscillations étant établies, la connaissance de différents paramètres est nécessaire, afin de donner au système toutes les possibilités énoncées précédemment.

Nous donnons successivement les solutions adaptées pour la mesure et le réglage de la fréquence et la mesure des tensions nécessaires au fonctionnement.

I.2.4.1. Dispositif de mesure de fréquence

Afin de donner au système complet une certaine autonomie, la solution du fréquence mètre est écartée au profit de celle du circuit programmable spécialisé.

La gamme de fréquence accessible est de 5MHz à 15MHz.

Pour une fréquence moyenne de 10MHz, le dispositif complet doit pouvoir détecter une variation de capacité du dipôle étudié de l'ordre de picoFarad, voire du dixième de picoFarad.

Le tableau I.1 donne quelques valeurs de la variation de fréquence autour de trois fréquences centrales, ceci pour trois valeurs de la bobine.

	F_0	$\Delta C = 1\text{pF}$	$\Delta C = 0,1\text{pF}$
$L = 1\mu\text{H}$	5MHz	2,46kHz	0,246kHz
	10MHz	19,68kHz	1,973kHz
	15MHz	66,18kHz	6,657kHz
$L = 3\mu\text{H}$	5MHz	7,385kHz	0,740kHz
	10MHz	58,69kHz	5,916kHz
	15MHz	195,95kHz	19,94kHz
$L = 5\mu\text{H}$	5MHz	12,29kHz	1,233kHz
	10MHz	97,25kHz	9,855kHz
	15MHz	322,4kHz	33,20kHz

Tableau I.1. Variations de la fréquence des oscillations pour deux variations de capacité

La valeur de la fréquence doit être connue au kHz près autour de 10MHz et à la centaine de Hz pour des fréquences de l'ordre du MHz.

La solution retenue est l'emploi d'un compteur programmable utilisé pour mesurer la période du signal. Pendant la mesure, le compteur est autonome, ce qui permet de libérer le microprocesseur. La valeur finale de la fréquence est le résultat d'une moyenne sur un nombre choisi de mesures.

L'annexe 3 donne les détails matériels et logiciels de l'ensemble du dispositif de mesure de fréquence. Le système est capable de détecter une variation de fréquence de 1kHz autour de 10MHz avec une précision voisine de 0,1%.

I.2.4.2. Dispositif de réglage de la fréquence

La valeur de la fréquence de travail peut être réglée en faisant varier la capacité C.

Diverses solutions sont possibles, notamment:

- a) Les composants présentant une capacité variable en fonction d'un paramètre extérieur (diode varicap).
- b) Les capacités connues commutées.
- c) Les capacités variables à air.

Les pertes sont mal connues pour les composants à capacité variable, les valeurs précises sont difficiles à obtenir dans les systèmes commutés. Nous avons retenu pour cette étude le condensateur à air commandé par un moteur "pas à pas".

Le synoptique du montage est donné figure I.11.

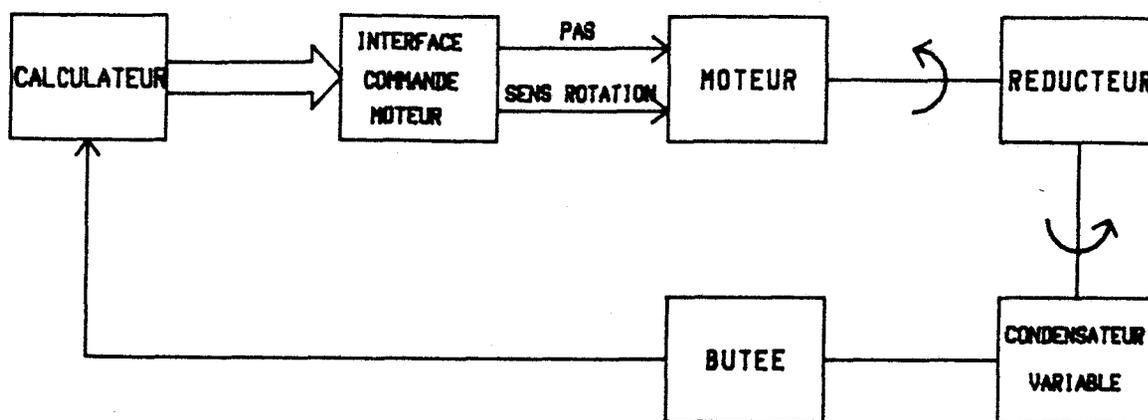


Figure I.11. Dispositif de réglage de la fréquence

Le calculateur commande l'avance du moteur et le sens de rotation; il est informé par un contact de l'arrivée en butée du condensateur variable.

Le moteur effectue 48 pas par tour, la réduction est de $\frac{1}{50}$ i^{ème}, le condensateur variable est linéaire avec une variation tota-

le de 470 pF.

A chaque changement de sens de rotation du moteur, le logiciel d'exploitation du système tient compte des liaisons mécaniques.

I.2.4.3. Mesures de tensions

La connaissance du niveau des oscillations est nécessaire au fonctionnement du système. Dans certains cas, il est intéressant de connaître la valeur de la tension de commande du transistor à effet de champ utilisé pour la conductance positive analogique asservie.

Pour mesurer ces deux informations, nous utilisons des convertisseurs analogiques numériques de 8 bits, dont le temps de conversion est de 25 μ s.

I.2.4.4. Implantation générale

La figure I.12 montre l'organisation de l'ensemble du système réalisé.

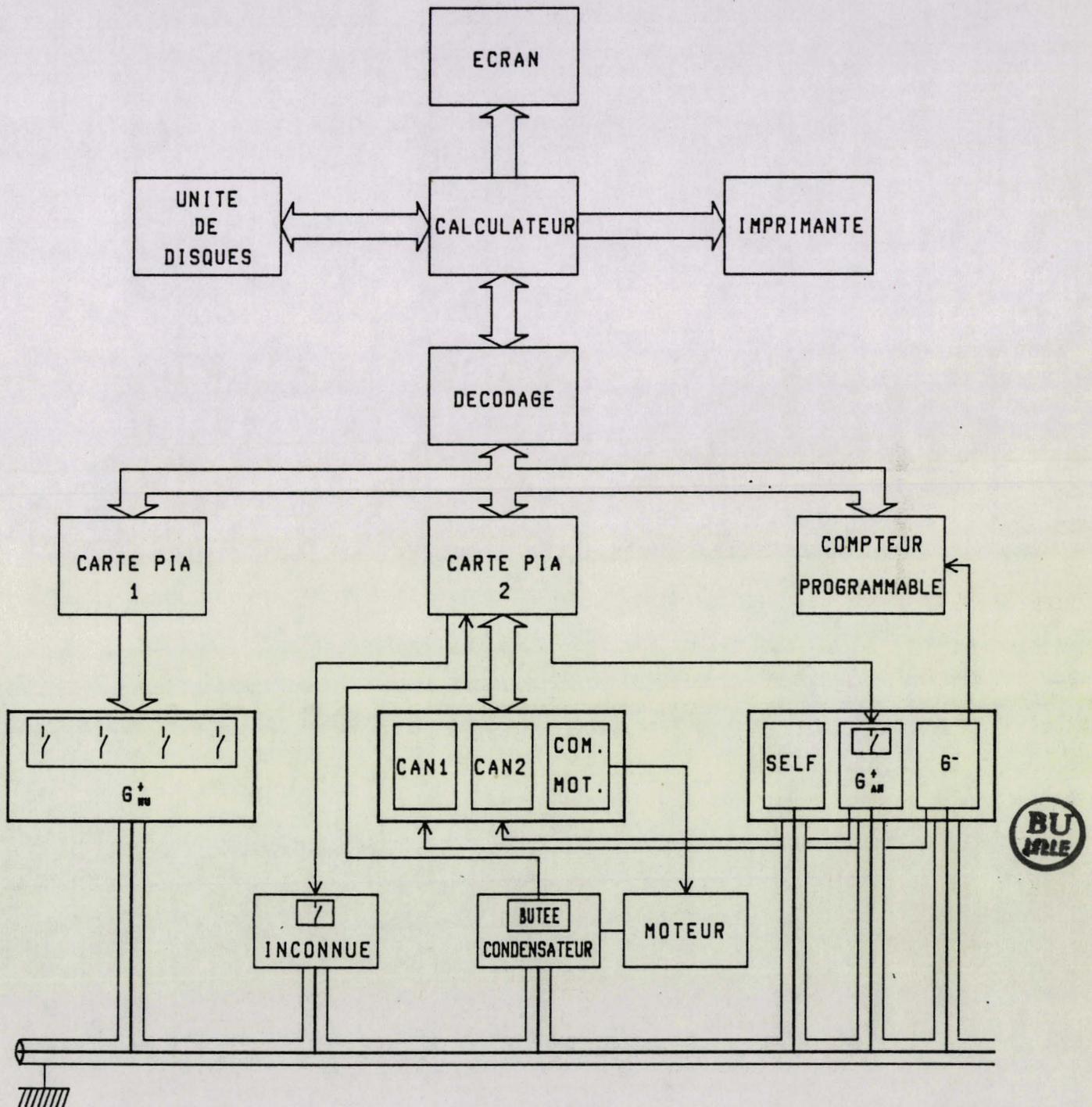


Figure I.12. Synoptique général du dispositif complet

La carte de décodage réalise l'interfaçage entre le calculateur et les cartes PIA d'entrées-sorties. Pour ces cartes, le bus utilisé est le standard G64.

Les schémas des cartes réalisées pour cette étude sont données dans l'annexe 4.

I.2.5. Résultats obtenus

De nombreuses mesures ont été faites sur des composants connus pour connaître les limites et les précisions du dispositif réalisé. Nous donnons quelques résultats obtenus dans le cas de mesures de dipôles et de mesure de la permittivité complexe de quelques matériaux.

I.2.5.1. Mesures de dipôles connus

Les mesures de la conductance G_x et de la capacité C_x d'une admittance inconnue sont déduites de deux équilibres successifs.

On a les relations suivantes pour les valeurs de L et G^- constantes dans la bande de fréquence considérée:

$$(I.20) \quad G_0 + G_{nu1}^+ + G_{an}^+ + |G^-| = 0 \dots\dots\dots \text{à vide.}$$

$$(I.21) \quad C = \frac{1}{L\omega_1^2}$$

$$(I.22) \quad G_0 + G_x + G_{nu2}^+ + G_{an}^+ + |G^-| = 0 \dots\dots\dots \text{en charge.}$$

$$(I.23) \quad C + C_x = \frac{1}{L\omega_2^2}$$

avec G_{an}^+ inférieure à $1\mu S$.

L'organigramme de la figure I.13 montre les différentes étapes de la mesure.

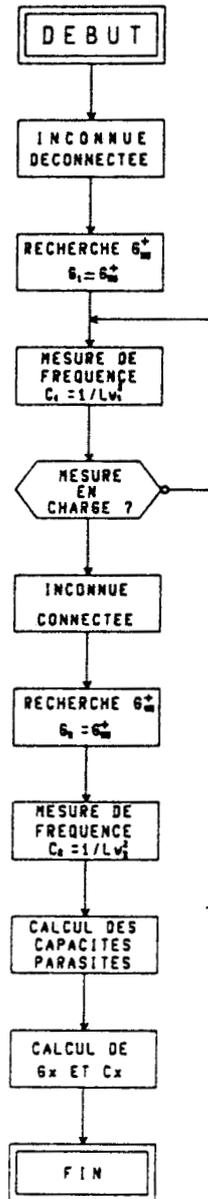


Figure I.13. Organigramme de la mesure de dipôle

En utilisant la méthode exposée au paragraphe I.1.2.3., la valeur de G_x est obtenue en exploitant les relations (I.20) et (I.22); C_x est obtenu en exploitant les relations (I.21) et (I.23).

$$G_x = G_{nu1}^+ - G_{nu2}^+$$

$$C_x = \frac{1}{L} \left(-\frac{1}{\omega_2} - \frac{1}{\omega_1} \right)$$

Afin de mettre en évidence:

- la sensibilité du système aux faibles variations de capacités,
- sa faculté de compenser les fortes pertes,

nous donnons quelques résultats obtenus pour des capacités de l'ordre de la dizaine de milliers de μS .

Les mesures sont faites à une fréquence proche de 10MHz. La bobine a une inductance de 1,5 μH .

a) Dipôles capacitifs purs

Le tableau I.2 donne les résultats obtenus à partir de capacités pures de précision.

Valeur Constructeur (pF)	Valeur mesurée (pF)	Ecart (pF)
$1 \pm 0,25 pF$	1,20	+ 0,2
$3,3 \pm 0,25 pF$	3,45	+ 0,15
$5,6 \pm 0,25 pF$	5,53	- 0,07
12 $\pm 2\%$	11,55	- 0,45
33 $\pm 2\%$	33,7	+ 0,7

Tableau I.2. Mesure de dipôles capacitifs purs

Les valeurs mesurées restent dans les limites des tolérances données par le fabricant.

b) Dipôles parallèles

Dans le tableau I.3, on donne les résultats obtenus pour plusieurs associations de résistances en parallèle sur diverses capacités.

Dipôle réalisé		Dipôle mesuré		
$R_x = \frac{1}{G_x}$ (Ω)	C_x (pF)	G (μS)	R (Ω)	C (pF)
500	5,6	2000	500	7
200+20	1	4500	222	1,7
200+20	5,6	4500	222	6,2
200+20	12	4500	222	12,4
100+50+20	33	5800	172	33,7
100 +(10//10//10)	5,6	9759	102,5	6,32

Tableau I.3. Mesure de dipôles parallèles

Remarques : Dans le cas d'association en parallèle, la valeur de la capacité parasite parallèle de la résistance entre en compte dans la valeur de la capacité mesurée.

Pour les valeurs de conductance proche de la limite imposée par la valeur de la conductance négative utilisée, la précision de la mesure est meilleure que 1%.

I.2.5.2. Permittivité complexe de corps connus

Soit une cellule de mesure adaptée, coaxiale et de faible longueur de connexions, de capacité active C_a et résiduelle C_0 . Aux fréquences inférieures à 50MHz, remplie d'un diélectrique de permittivité complexe $\epsilon^* = \epsilon' - j\epsilon''$, cette cellule est équivalente à une admittance Y de la forme :

$$Y = j \omega (C_0 + \epsilon^* C_a)$$

$$Y = j \omega (C_0 + (\epsilon' - j\epsilon'') C_a)$$

$$Y = \omega \epsilon'' C_a + j \omega (C_0 + \epsilon' C_a)$$

Les mesures de la conductance et de la capacité ramenées donnent respectivement les informations ϵ'' et ϵ' de la permittivité complexe.

Nous donnons les résultats obtenus dans le cas de solvants purs, l'acétone et le benzène, puis de l'huile de paraffine pure.

La cellule utilisée a une capacité active voisine de 1pF.

La capacité résiduelle est déterminée grâce à une mesure préalable effectuée avec la cellule vide.

Le programme utilisé est du même type que celui décrit dans la figure I.13; il comporte en plus les calculs nécessaires à l'obtention des valeurs de ϵ' et ϵ'' .

Pour une fréquence de travail de 10MHz, nous obtenons les valeurs du tableau I.4; les valeurs mesurées sont comparées aux valeurs connues préalablement par d'autres méthodes.

	ϵ' mesuré	ϵ' donné	Ecart relatif
Acétone	20,3	20,7	1,9%
Benzène	2,19	2,28	3,9%
Huile de Paraffine	2,3	2,18	5,5%

Tableau I.4. Mesure de la permittivité de corps connus

L'écart relatif constaté par rapport aux valeurs connues est dû, d'une part aux précisions de la mesure, et d'autre part, au degré de pureté de l'échantillon utilisé.

Pour ces trois corps, les pertes mesurées sont négligeables, inférieures à une conductance équivalente de $1\mu S$.

En conclusion, le dispositif réalisé peut mesurer les dipôles équivalents à une résistance parallèle de l'ordre ou supérieure à 100 Ohms. La précision de la mesure est, dans ce cas, inférieure à 1%. Sa sensibilité en variation de capacité est de l'ordre du dixième de picoFarad dans la bande des 10MHz.

Dans une utilisation à des fins de mesure de permittivité complexe, la précision varie de 2% pour les valeurs élevées de ϵ' à 4% pour les faibles valeurs. La précision est satisfaisante pour les études des produits plus ou moins humides.

CHAPITRE II

MESURE DES PROPRIETES THERMIQUES DES MATERIAUX

NON METALLIQUES

Les propriétés thermiques des matériaux sont caractérisées par un couple de valeurs, par exemple: résistance et capacité thermique, conductivité et effusivité, ou encore, diffusivité et conductivité.

La mesure de la conductivité thermique d'un matériau est classique et des méthodes utilisant le régime permanent sont souvent décrites.

La mesure de la capacité thermique en régime transitoire a fait, elle aussi, l'objet de nombreuses publications.

La méthode décrite dans cette étude utilise le régime transitoire et donne rapidement l'effusivité et la conductivité des matériaux.

II.1. RAPPELS SUR LES TRANSFERTS THERMIQUES DANS UN MATERIAU

HOMOGENE

Supposons un matériau homogène, de conductivité thermique λ et de capacité thermique volumique C_0 , de dimensions infinies en surface et d'épaisseur e (figure II.1).

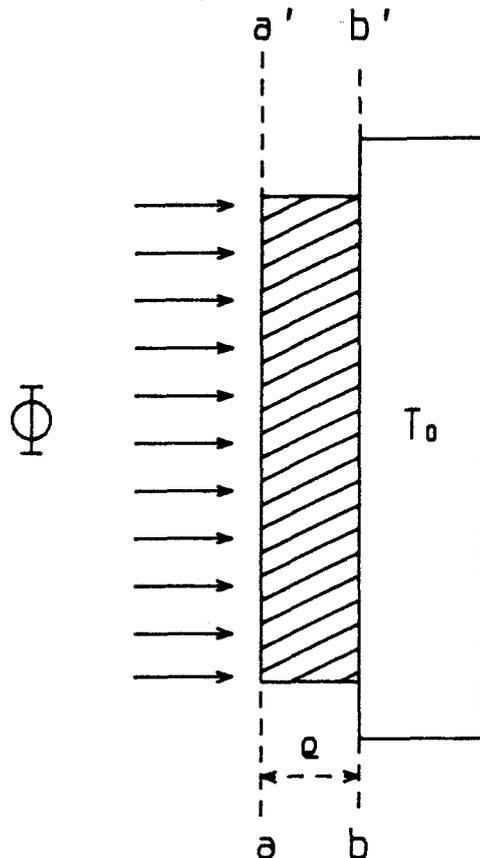


Figure II.1. Echantillon soumis à un flux thermique Φ

Soit le flux thermique ϕ d'amplitude constante et orthogonal au plan aa'.

Le plan bb' est maintenu à une température T_0 constante grâce à un puits thermique.

Les conditions initiales sont les suivantes:

- le flux est nul à l'instant t_0^- .
- le matériau est à une température uniforme T_0 .

Sous l'influence d'un échelon de flux thermique appliqué à l'instant t_0^+ , il apparaît entre les plan aa' et bb' une différence de température ΔT .

On démontre que ΔT évolue en fonction du temps de la manière suivante pendant la phase transitoire:

$$(II.1) \quad \Delta T = \frac{2\phi}{b} \sqrt{\frac{t}{\pi}}$$

$$(II.2) \quad b = \sqrt{\lambda C_0}$$

ϕ est l'amplitude du flux thermique (Wm^{-2}).

b est l'effusivité du matériau ($Wm^{-2} K^{-1} s^{1/2}$).

λ est la conductivité thermique du matériau ($Wm^{-1} K^{-1}$).

C_0 est la capacité thermique volumique ($Jm^{-3} K^{-1}$).

La capacité thermique volumique s'exprime en fonction de la masse volumique:

$$(II.3) \quad C_0 = \rho c$$

ρ : masse volumique ($kg m^{-3}$).

c : chaleur massique ($Jkg^{-1} K^{-1}$).

Après un certain temps qui dépend de l'épaisseur du matériau, on obtient le régime permanent. La différence de température ΔT est constante et vaut:

$$(II.4) \quad \Delta T = R \phi$$

$R = \frac{e}{\lambda}$: Résistance thermique ($KW^{-1} m^2$)

e : épaisseur de l'échantillon.

La mesure de ΔT en fonction du temps, la connaissance de ϕ et de l'épaisseur de l'échantillon permettent d'obtenir les valeurs de l'effusivité b et la conductivité λ [13].

Rappelons qu'à partir de ces deux grandeurs, on peut obtenir les autres:

- la capacité thermique volumique $C_0 = \frac{b^2}{\lambda}$

- la diffusivité $a = \frac{\lambda^2}{b^2}$

II.2. DESCRIPTION DE LA METHODE DE MESURE

La méthode décrite suppose que l'on dispose:

- d'un générateur de flux thermique ayant une amplitude constante, le flux doit pouvoir prendre les valeurs souhaitées.
- d'un dispositif de mesure du temps et de température.
- d'un support d'échantillon offrant les garanties nécessaires à l'obtention de conditions aux limites correctes.

Un ordinateur gère l'ensemble et permet de stocker et d'exploiter les mesures de temps et de température.

II.2.1. Générateur de flux thermique asservi

Le flux fourni doit être constant de l'instant t_0^+ à la fin de la mesure. L'expérience montre que pour couvrir la gamme des matériaux de construction, d'effusivité variant de 20 à 2000, il faut disposer d'un flux de 100W/m^2 à 1000W/m^2 .

La réalisation d'un tel générateur est difficile et dépend de l'environnement. En principe, il suffit d'une résistance chauffante spéciale associée à un "fluxmètre"* et d'asservir la puissance électrique fournie à la résistance chauffante pour obtenir un flux constant.

Nous donnons dans la figure II.2 la description d'un tel générateur réalisé en pratique.

* Nous utilisons un fluxmètre mis au point par le professeur P. THERY (Brevet ANVAR CRESMAT) [12].

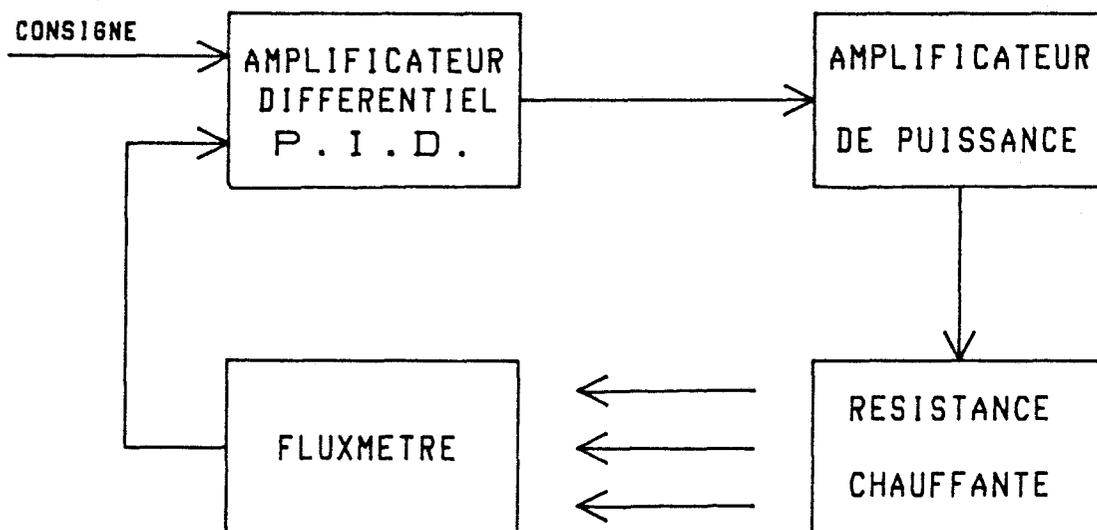


Figure II.2. Générateur de flux thermique asservi

La résistance de chauffage doit être extra-plate. Elle se présente sous la forme d'un circuit imprimé souple en constantan.

Le fluxmètre doit avoir des caractéristiques quasi idéales, notamment une impédance série très faible. Rappelons que l'étalonnage d'un fluxmètre dépend souvent de l'environnement et doit être spécialement étudié.

Au total, obtenir un générateur de flux donnant à volonté des flux constants de 100W/m^2 à 1000W/m^2 quels que soient les matériaux mesurés reste difficile.

Par ailleurs, l'asservissement doit permettre d'obtenir un créneau de flux de montée rapide sans oscillations parasites.

II.2.2. Dispositif de mesure

La mesure du gradient de température est réalisée à l'aide d'un thermocouple différentiel à soudure plate (constantan cuivre).

L'horloge en temps réel du calculateur permet de cadencer les mesures au gré des besoins.

La figure II.3 donne le synoptique de l'installation complète.

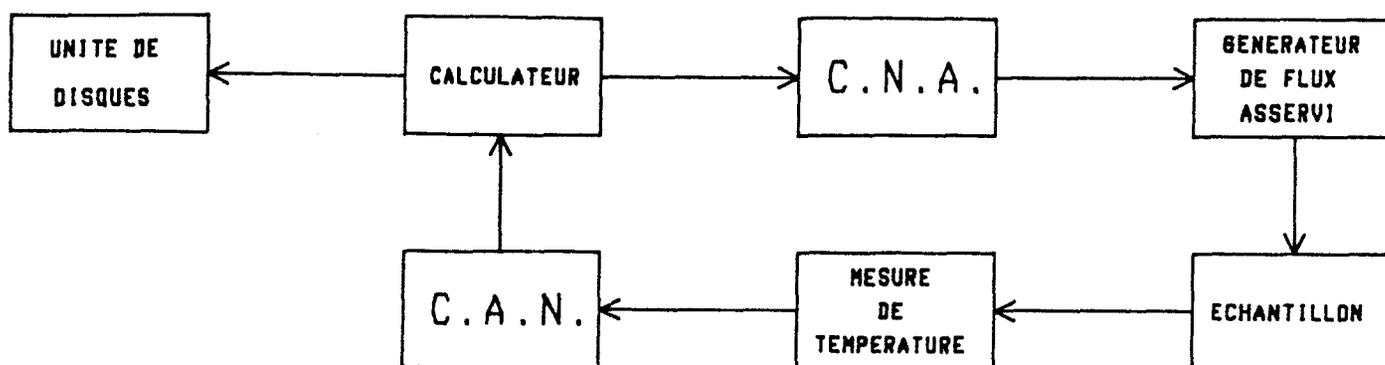


Figure II.3. Présentation générale du banc de mesures thermiques

Le dispositif décrit utilise les éléments modulaires analogiques et numériques conçus et réalisés au CRESMAT*.

II.2.3. Environnement de l'échantillon

Afin de tendre vers les conditions idéales de mesures décrites précédemment, en particulier quant aux conditions initiales, l'environnement immédiat de l'échantillon à mesurer se présente comme l'indique la figure II.4.

* Notice technique interne - CRESMAT - B. BOUCHIQUET.

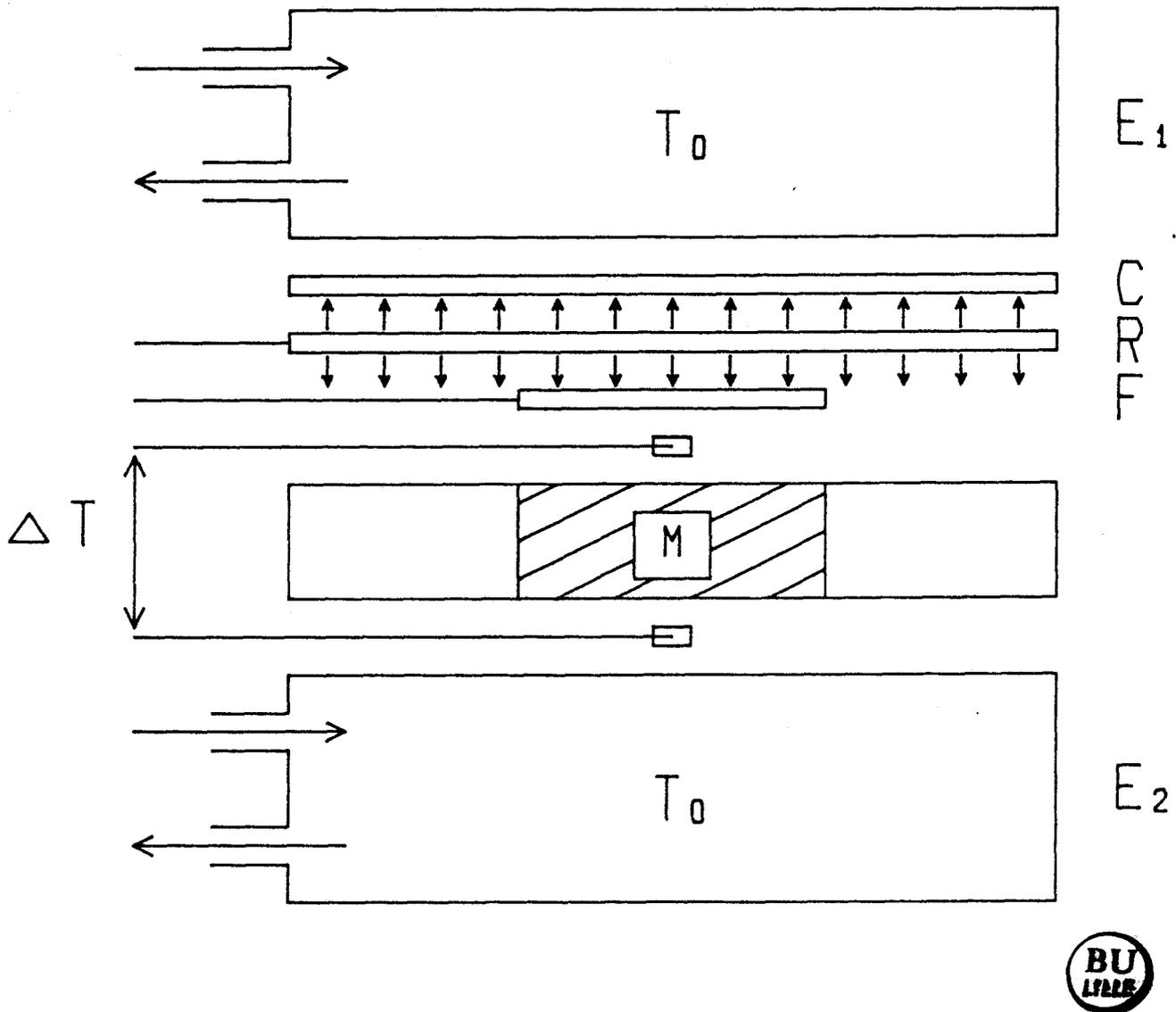


Figure II.4. Environnement de l'échantillon

Les échangeurs E_1 et E_2 sont maintenus à température fixe T_0 par un flux d'eau froide à débit constant. Ils permettent de porter l'ensemble de l'échantillon à mesurer à une température homogène stable T_0 avant la mesure.

Pendant la mesure, E_2 joue le rôle de "puits thermique" en maintenant le plan de sortie de l'échantillon à la température de référence T_0 .

Le contrôle de flux émis est effectué par le fluxmètre F.
Le problème posé est celui des échanges thermiques entre la résistance chauffante R et :

- d'une part, l'ensemble fluxmètre F, matériau M et puits thermique E_2 que nous nommons "charge 1".

- d'autre part, la couche isolante C et l'échangeur E_1 , que nous nommons "charge 2".

Les qualités du flux thermique (montée rapide et stabilité) dépendent des propriétés des différentes composantes mises en jeu dans ces échanges.

L'échantillon est placé dans un support dont la vue du dessus est donnée figure II.5. Les soudures du thermocouple différentiel sont placées au centre de la structure.

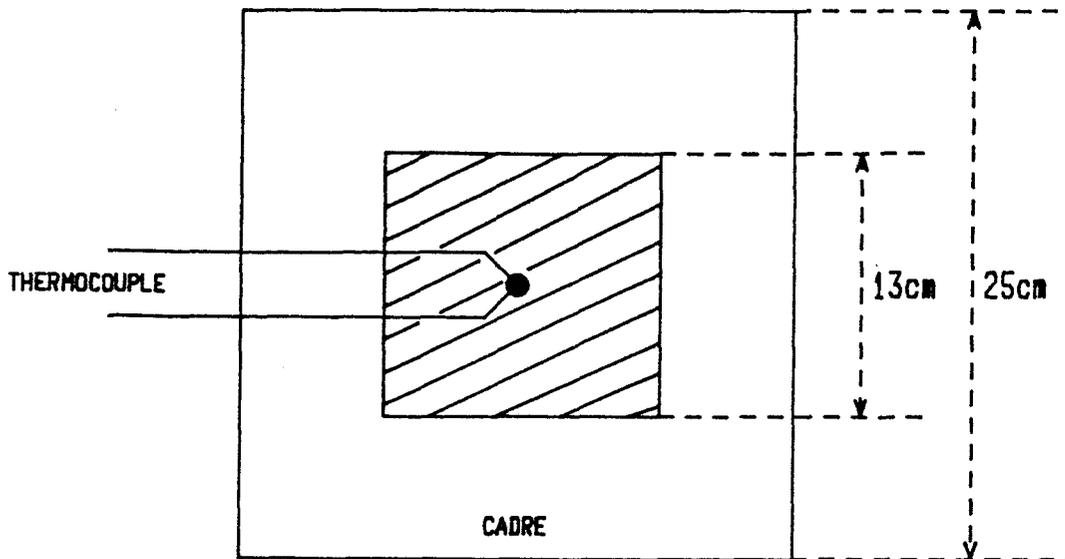


Figure II.5. Vue du dessus du support d'échantillon

Nous donnons aux paragraphes II.3.3. et II.3.4. des remarques sur la réalisation des différents éléments constituant le "générateur de flux" et le support de l'échantillon.

II.3. OBTENTION DES PARAMETRES λ ET C_0 DU MATERIAU

II.3.1. Utilisation de la loi de variation théorique

Rappelons l'évolution théorique de la différence de température en fonction du temps, régime transitoire dont la durée ne dépend que de l'épaisseur du matériau (relation II.1).

$$\Delta T = \frac{2\Phi}{b} \sqrt{\frac{t}{\Pi}}$$

Tracée en échelles logarithmiques sur les deux axes, la courbe représentative de la fonction $\Delta T = f(t)$ a l'allure d'une droite de pente connue de valeur $\frac{1}{2}$. Cette remarque peut être un excellent critère de qualité de mesure.

En pratique, le fluxmètre ayant une effusivité voisine de 500, les points sont bien alignés sur un segment de droite de pente $\frac{1}{2}$ pour les matériaux dont l'effusivité est comprise entre 100 et 1000.

Pour les valeurs d'effusivité inférieures à 100 et supérieures à 1000, il convient de veiller particulièrement à la qualité du générateur de flux et de l'environnement du matériau. Il est en effet difficile dans ces cas, d'obtenir une évolution suivant la loi théorique, en particulier dans les premières secondes de la mesure.

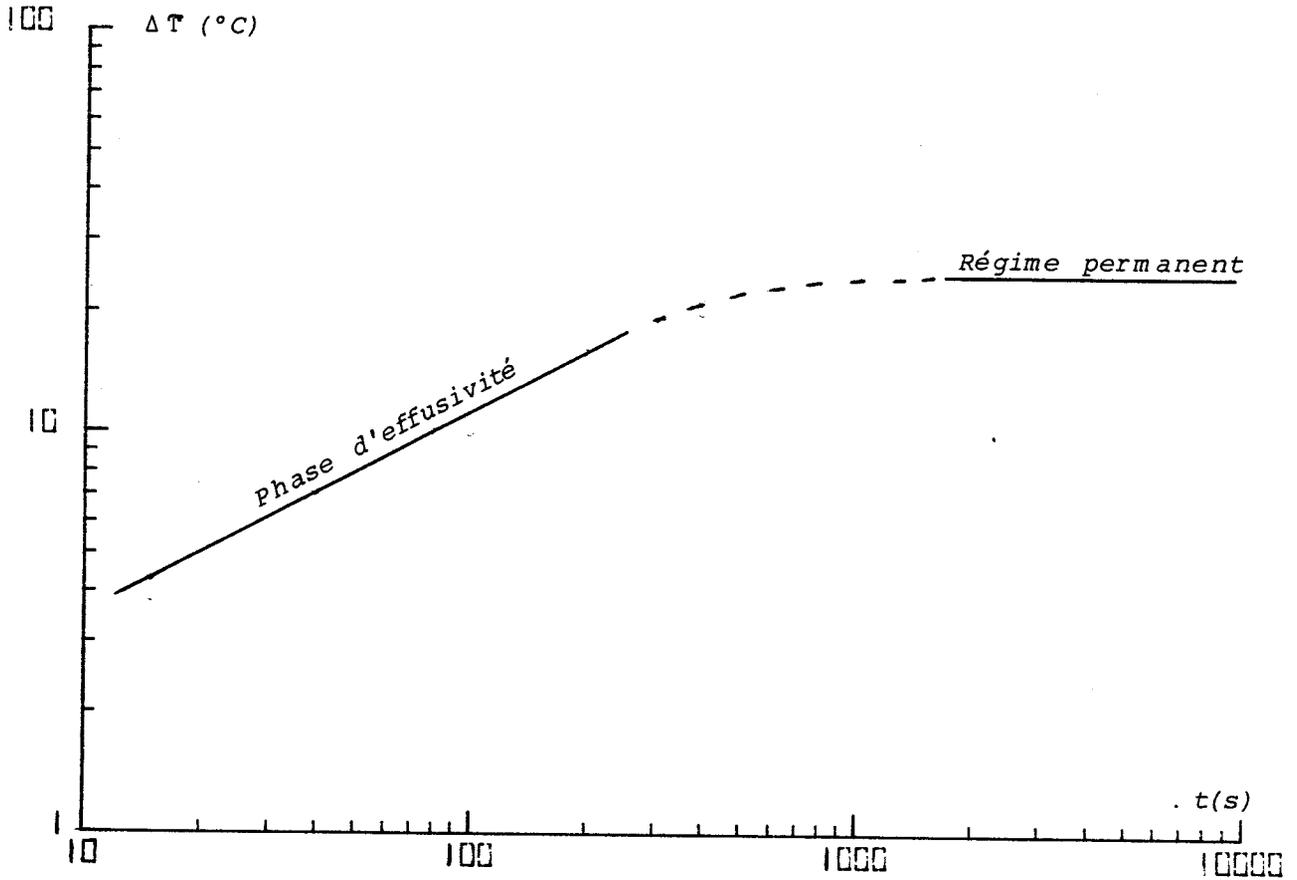
Pour des échantillons d'une épaisseur de 15mm, on obtient un régime permanent satisfaisant pour un temps supérieur à 1000 secondes. Ce délai permet l'observation du régime transitoire durant une période de l'ordre de 500 secondes.

L'allure idéale de la réponse est donnée sur le graphe II.1.

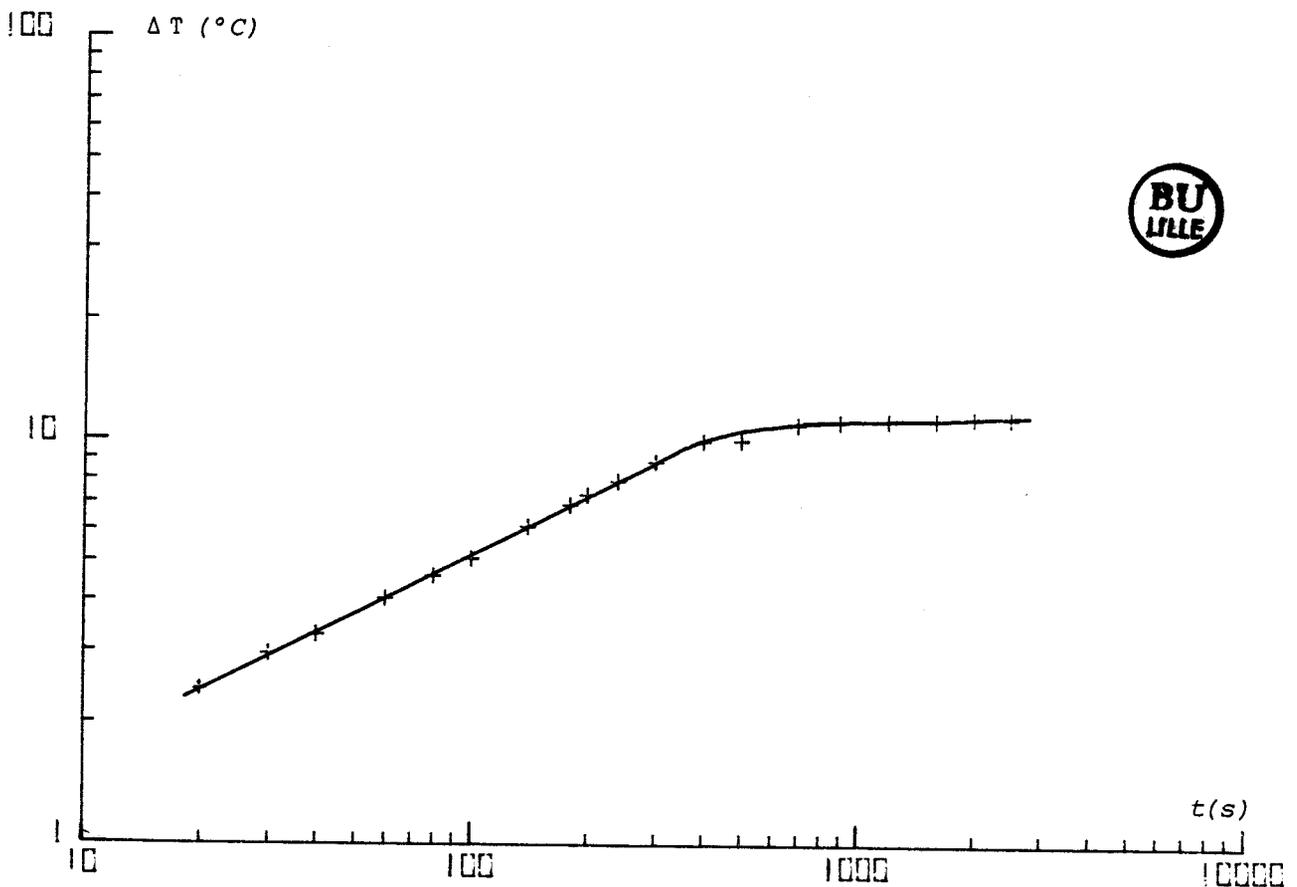
Nous donnons les résultats obtenus pour un matériau dont les caractéristiques sont comprises dans les gammes données ci-dessus. Suivent quelques remarques concernant des cas extrêmes, notamment quant au générateur de flux constant et l'anneau de garde de l'échantillon.

II.3.2. Résultats obtenus

Le graphe II.2 donne la réponse obtenue pour un échantillon de plexiglass d'épaisseur 10mm.



Graph II.1. Réponse idéale à un échelon de flux thermique



Graph II.2. Réponse enregistrée pour un échantillon de plexiglass de 10mm d'épaisseur

a) Régime transitoire

Pour les valeurs du temps comprises entre 20 et 400 secondes, les points obtenus sont situés sur un segment de droite de pente $\frac{1}{2}$.

La valeur de l'effusivité calculée à partir de la courbe est 495 pour un flux de 225W/m^2 .

b) Régime permanent

Le régime permanent est atteint à quelques pour-cent après un temps de l'ordre de 1000 secondes (épaisseur 10mm).

La valeur extraite de la conductivité est:

$$\lambda = 0,185 \text{ pour un flux de } 225\text{W/m}^2.$$

Les constantes thermiques du matériau étudié sont en unités cohérentes:

$$b = 500 \qquad \lambda = 0,18$$

Pour les matériaux fortement conducteurs ($\lambda > 0,5$), la différence de température en régime permanent pour un flux $\phi < 200\text{W/m}^2$ est faible ($\Delta T < 10^\circ\text{C}$). La durée du régime transitoire d'effusivité est, dans ce cas, de l'ordre de quelques centaines de secondes pour une épaisseur de l'échantillon de 15mm.

II.3.3. Etude du générateur de flux thermique

Pour observer un régime transitoire correct, il est impératif de fixer soigneusement les conditions initiales. La température de l'ensemble de l'échantillon doit être la même en tout point du matériau avant l'émission du flux et cette température doit être celle du "puits thermique".

Cette condition est remplie en laissant le système atteindre la température T_0 des deux échangeurs E_1 et E_2 pendant un temps suffisant.

Il est nécessaire, en outre, d'obtenir un flux thermique dont la forme en fonction du temps est la plus proche possible de l'échelon, en particulier pour les temps de l'ordre de quelques secondes.

Deux facteurs sont alors déterminants:

- la qualité de l'asservissement du flux thermique.

- la valeur des "impédances de charge" du générateur de flux thermique.

Pour les matériaux à très fortes pertes, il faut, par ailleurs, régler finement le système P.I.D. pour obtenir une réponse satisfaisante de l'asservissement.

Rappelons que la résistance chauffante fournit de l'énergie:

- d'une part, au matériau M (charge 1).
- d'autre part, à la couche isolante située au dessus de la résistance (charge 2).

Nous considérons dans la suite de cette étude que ces deux milieux sont des "impédances de charge" du générateur étudié.

A tout instant, la somme des puissances thermiques transmises à ces deux impédances est égale à la puissance électrique fournie à la résistance chauffante. Les pertes sont considérées comme négligeables du fait de la structure extra-plate de la résistance (épaisseur inférieure à 1mm).

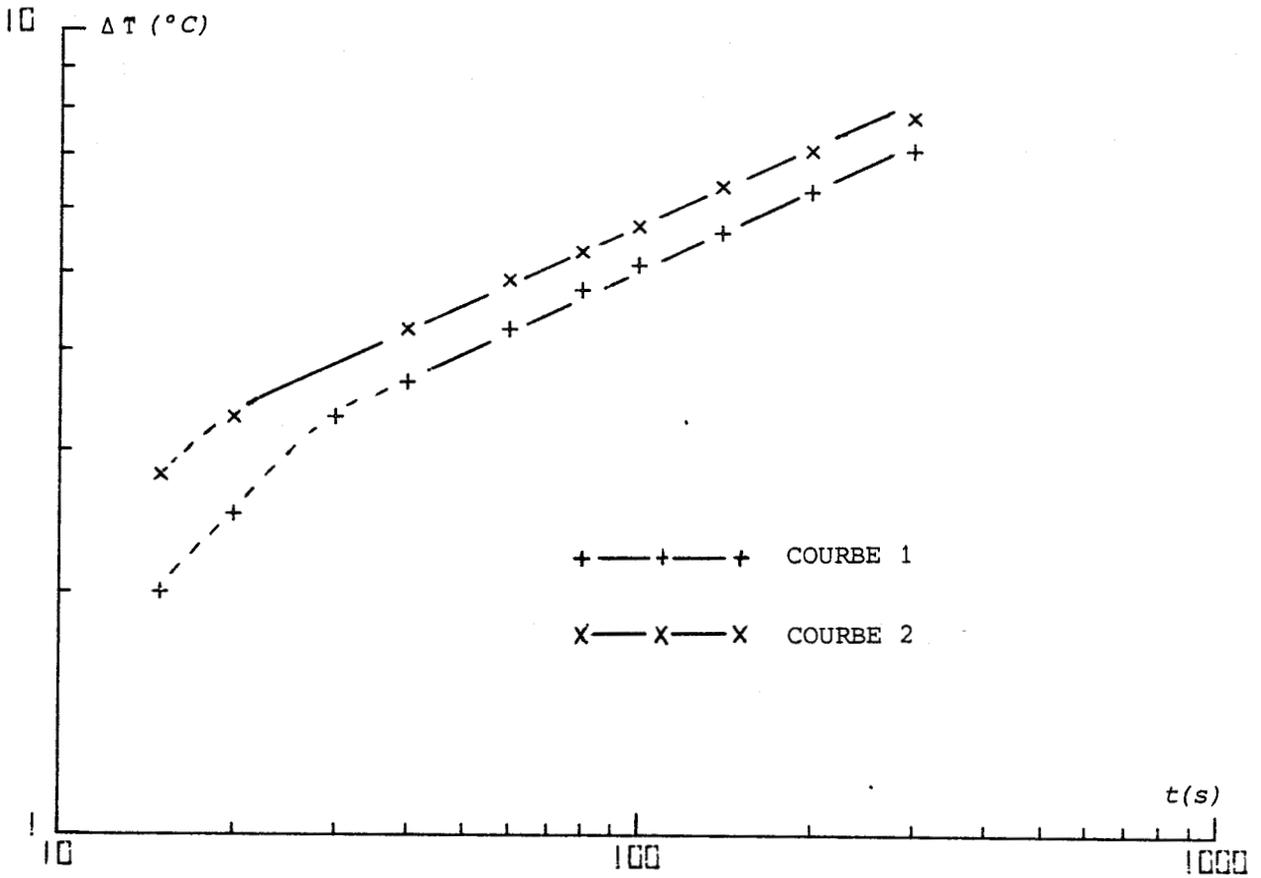
En pratique, les deux charges ont des réponses indicielles différentes et l'asservissement ne tient compte que du flux transmis à la charge 1.

Il faut trouver pour la charge 2 une réalisation permettant d'effectuer des mesures sur les matériaux avec une précision correcte. De nombreux essais montrent que cette charge ne doit être, ni une résistance thermique pure de type isolant, ni un matériau à trop forte capacité thermique.

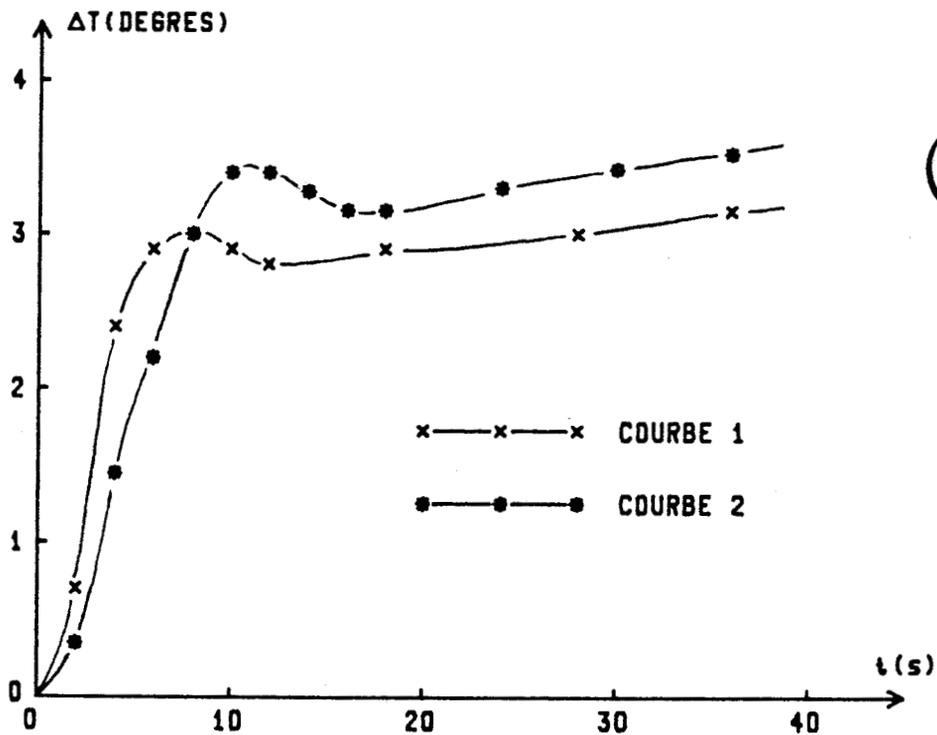
Un compromis satisfaisant a été trouvé en associant des feuilles de papier et des feuilles d'isolant.

Le graphe II.3 illustre un exemple des résultats obtenus avec un échantillon de sable humidifié à 20% (effusivité voisine de 1500).

Dans les deux cas, la valeur de la consigne donnée pour l'asservissement du flux est la même et correspond à une amplitude de 670W/m^2 .



Graphe II.3. Réponse enregistrée pour deux structures de la "charge 2" (sable humide)



Graphe II.4. Réponse enregistrée pour deux structures de la "charge 1" (échantillon de duraluminium)

La courbe 1 est obtenue quand la charge 2 est réalisée avec quelques feuilles de papier.

Dans le cas de la courbe 2, une couche d'isolant est ajoutée à la couche précédente.

Le régime d'effusivité est atteint en 40 secondes dans le premier cas, et en 20 secondes, dans le deuxième. Dans les deux expériences, les valeurs sont approchées du fait de l'influence des fuites latérales.

Remarques sur la réalisation de la charge 1

Les remarques faites précédemment montrent que les performances du générateur sont étroitement liées aux charges qu'on lui impose.

Afin de mettre en évidence le comportement du générateur face à de faibles variations de la charge 1, une mesure est faite sur un échantillon de duraluminium de 25cm de côté et épais de 15mm.

Les caractéristiques de ce matériau ($\lambda \neq 200$, $b = 2 \cdot 10^4$ en unités normalisées) sont telles que les variations du ΔT enregistrées sont représentatives de celles du flux thermique. La forme de la réponse obtenue traduit l'effet des impédances séries parasites, d'interface (lames d'air, supports,...).

On s'intéresse principalement à la réponse du thermocouple différentiel pendant les premières dizaines de secondes. Les mesures sont prises toutes les deux secondes.

Les résultats sont portés sur le graphe II.4 de la page précédente.

Les détails de l'environnement du fluxmètre sont donnés dans la figure II.6.

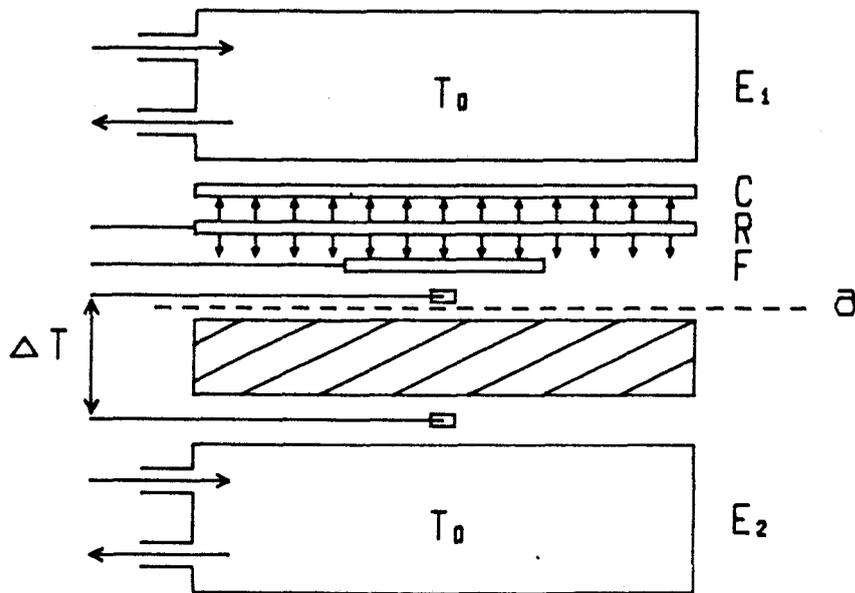


Figure II.6. Etude de la "charge 1"

Deux cas sont envisagés:

- 1) l'échantillon est seul entre les soudures du thermocouple (Courbe 1 - graphe II.4.).
- 2) une faible charge (deux feuilles de papier) est placée dans le plan (a) au dessus de l'échantillon en duraluminium (Courbe 2 - graphe II.4.).

L'impédance placée en série provoque:

- d'une part, un retard à la montée de l'échelon représentatif de la capacité thermique ramenée.
- d'autre part, un ΔT en régime permanent supérieur représentatif de la résistance thermique série ramenée.

Les résultats observés montrent l'importance des caractéristiques des matériaux mis en cause lors des mesures, en particulier les supports (de la résistance chauffante, du fluxmètre, des soudures plates du thermocouple différentiel), les interfaces (lames d'air) et, éventuellement, l'enveloppe du matériau à étudier quand cela est nécessaire.

II.3.4. Influence de l'environnement de l'échantillon

La quantité de flux émise dans la charge 1 est transmise

- d'une part, au matériau à mesurer.
- d'autre part, à son environnement, en particulier le cadre qui contient l'échantillon (cf. figures II.4 et II.5).

Pour la suite de notre étude, nous assimilons ce cadre à un "anneau de garde".

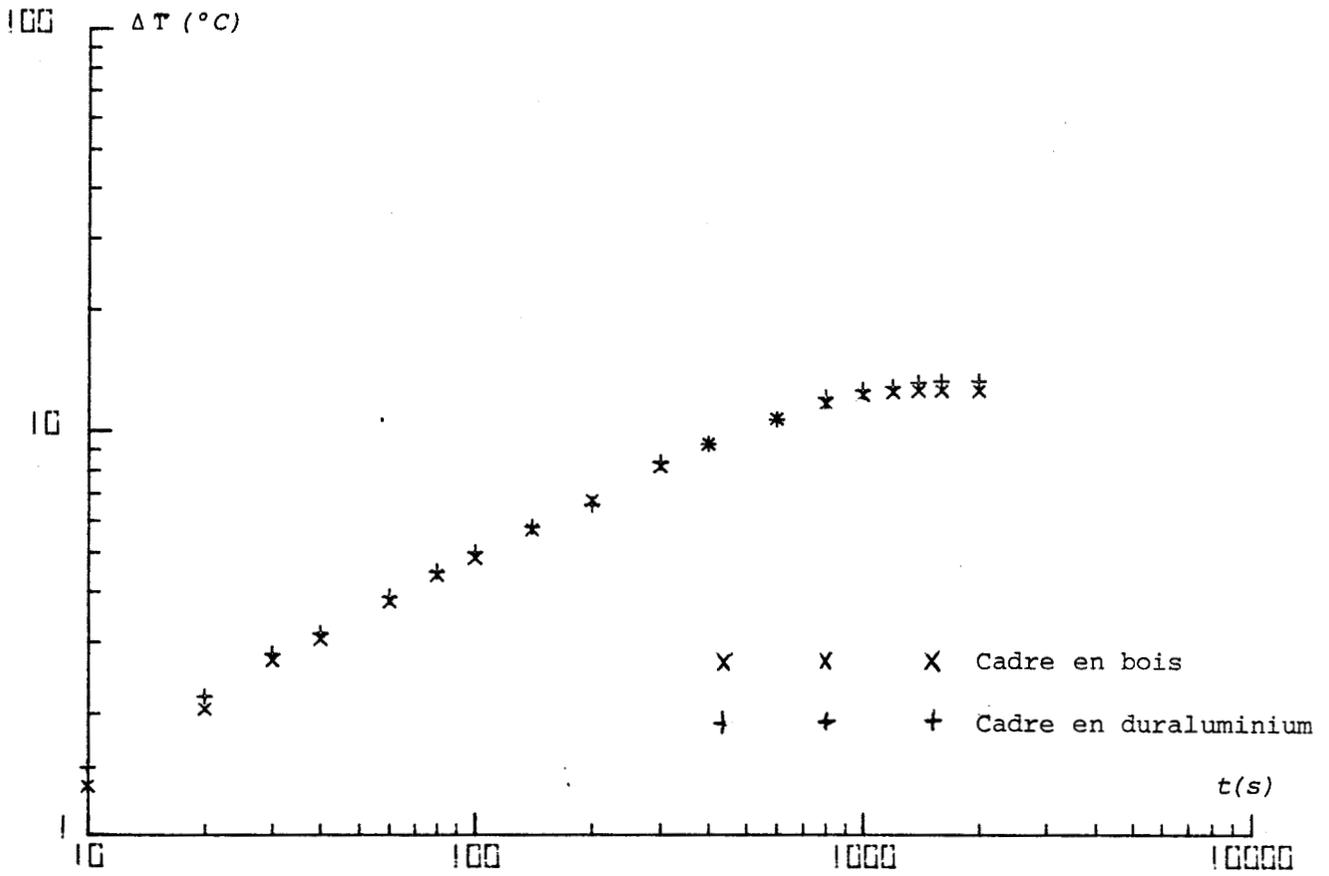
De nombreuses mesures ont montré l'importance des propriétés thermiques du matériau utilisé pour réaliser l'environnement de l'échantillon vis à vis de celles du matériau étudié.

Nous donnons les réponses obtenues pour deux matériaux bien distincts:

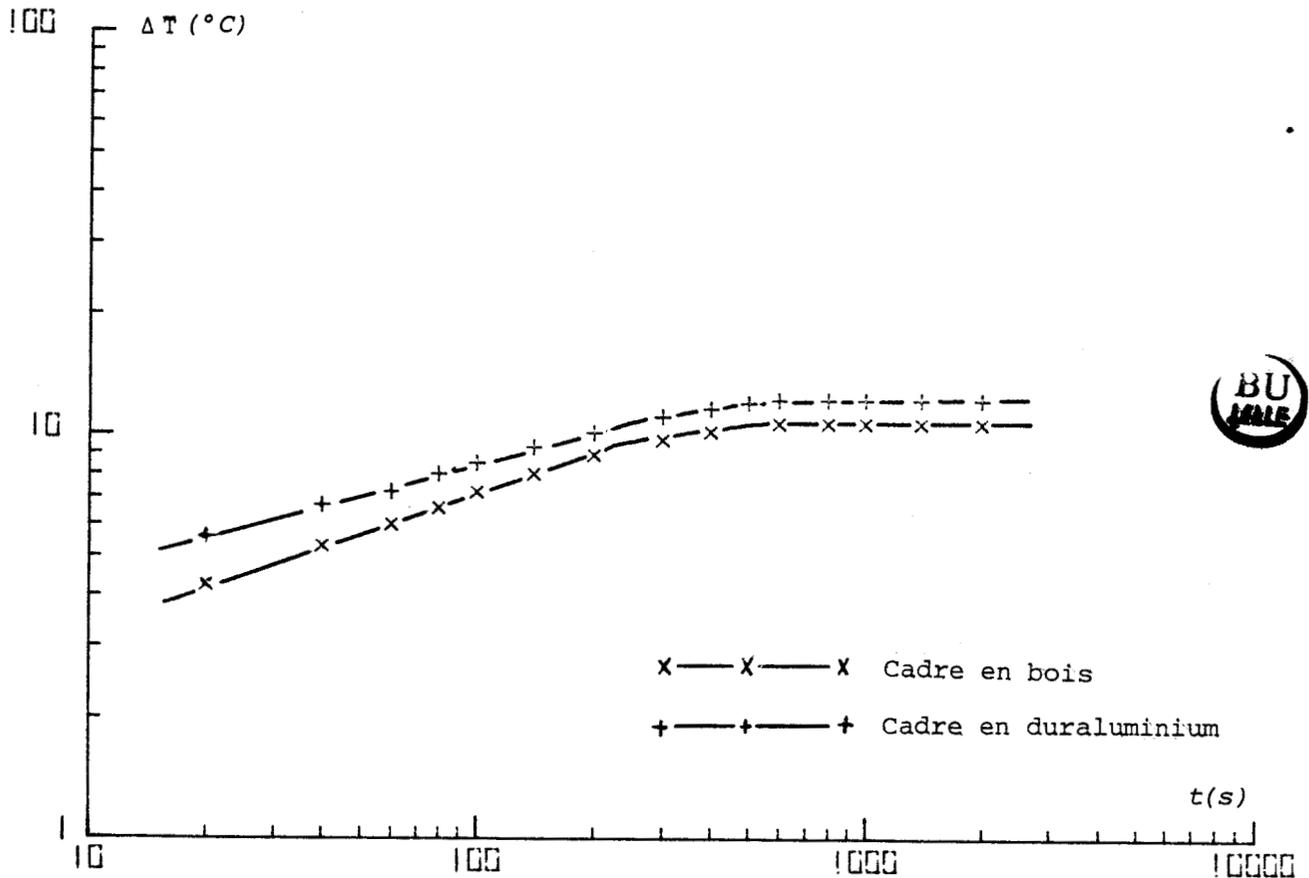
- l'un de faible conductivité: le sable sec.
- l'autre de forte conductivité: le sable humide à 20%.

Pour les deux cas, l'étude est faite pour deux environnements différents: un bois léger ($\lambda = 0,11$; $b = 400$) et duraluminium ($\lambda \approx 200$; $b = 2 \cdot 10^4$).

Les graphes II.5 et II.6 donnent respectivement les relevés obtenus pour le sable sec et le sable humide à 20%.



Graphie II.5. Influence du matériau utilisé pour le cadre.
Cas du sable sec.



Graphie II.6. Influence du matériau utilisé pour le cadre.
Cas du sable humide.

a) Régime transitoire

Les relevés sont peu différents en régime transitoire d'effusivité pour le matériau à faible conductivité.

Pour le matériau à forte conductivité, l'emploi d'une "garde" en bois donne des résultats plus satisfaisants quant à la pente du segment de droite obtenu.

b) Régime permanent

Les valeurs obtenues dans les différentes configurations sont difficiles à interpréter. Ceci est lié:

aux surfaces respectives de la résistance chauffante et du fluxmètre.

Le fluxmètre recouvre la totalité de la surface du matériau à étudier, soit un carré de 13cm de côté. La résistance chauffante est un carré de 25cm de côté.

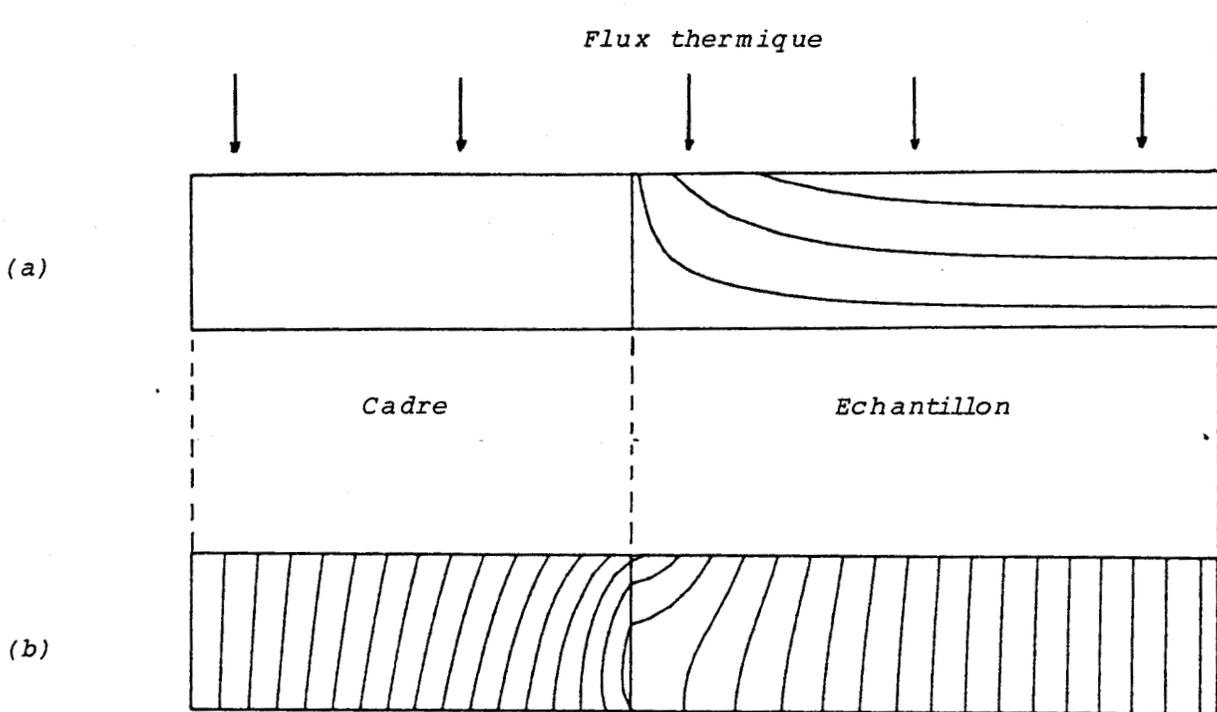
L'aluminium utilisé en "anneau de garde" a une influence sur l'asservissement. Il donne des valeurs du ΔT en régime permanent légèrement supérieures à celles relevées en utilisant le bois

aux conductivités des matériaux en présence.

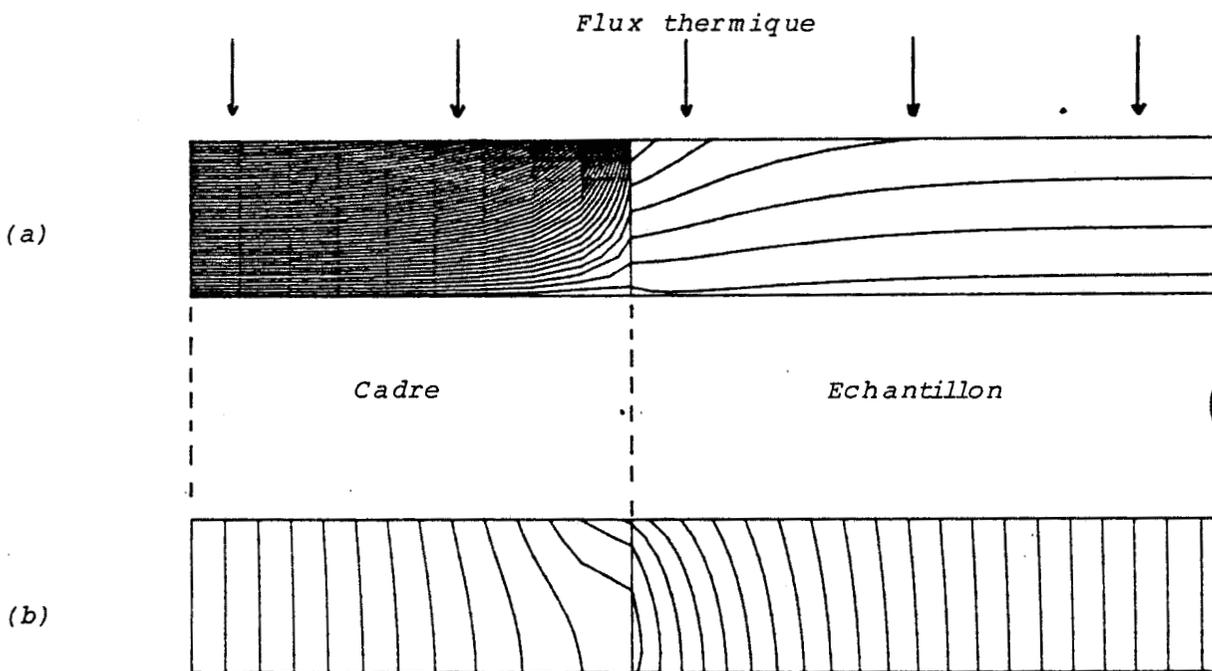
Pour mieux comprendre l'influence des conductivités de ces matériaux, une simulation du système "échantillon-environnement" est faite en régime permanent par la méthode des différences finies.

Le logiciel utilisé [14] permet de tracer la carte des lignes isothermes et des lignes de flux thermique dans un plan vertical donné du système.

Les résultats obtenus sont donnés sur les graphes II.7 et II.8 où seule la moitié du système échantillon-anneau de garde est représentée.



Graphe II.7. Isothermes (a) et lignes de flux (b) dans le cas du cadre en duraluminium (simulation du régime permanent).



Graphe II.8. Isothermes (a) et lignes de flux (b) dans le cas du cadre en bois (simulation du régime permanent).

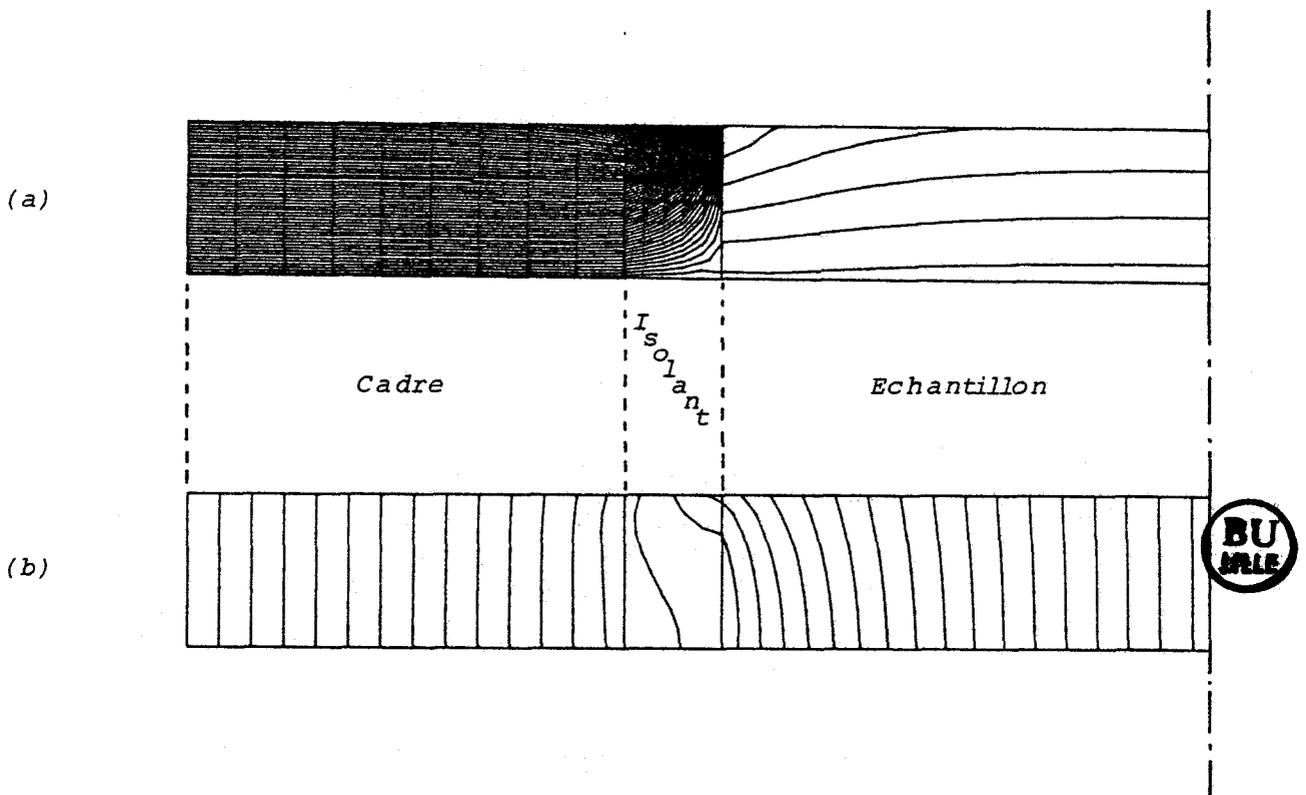
Les diagrammes obtenus font apparaître des déformations des lignes de flux thermique au voisinage des plans de changements de conductivités.

Dans le cas de la garde en duraluminium, une partie des lignes de flux provenant du fluxmètre "fuiet" vers l'anneau de garde. Pour compenser cette fuite à travers les parois de l'échantillon, l'asservissement impose une augmentation de la puissance fournie, qui se traduit par une augmentation de la température relevée.

Le phénomène contraire est observé dans le cas d'une utilisation du bois en "anneau de garde".

Afin de minimiser les effets dûs aux échanges thermiques entre l'échantillon et les matériaux environnants, d'autres simulations ont été effectuées en intercalant un matériau à faible conductivité et faible capacité entre ces deux milieux.

Les résultats obtenus avec une couche isolante de 3mm sont donnés sur le graphe II.9.



Graphe II.9. Isothermes (a) et lignes de flux (b) avec isolant et cadre en bois (simulation du régime permanent)

Pour la suite de l'étude, nous adaptons la structure suivante pour le support de l'échantillon (figure II.7).

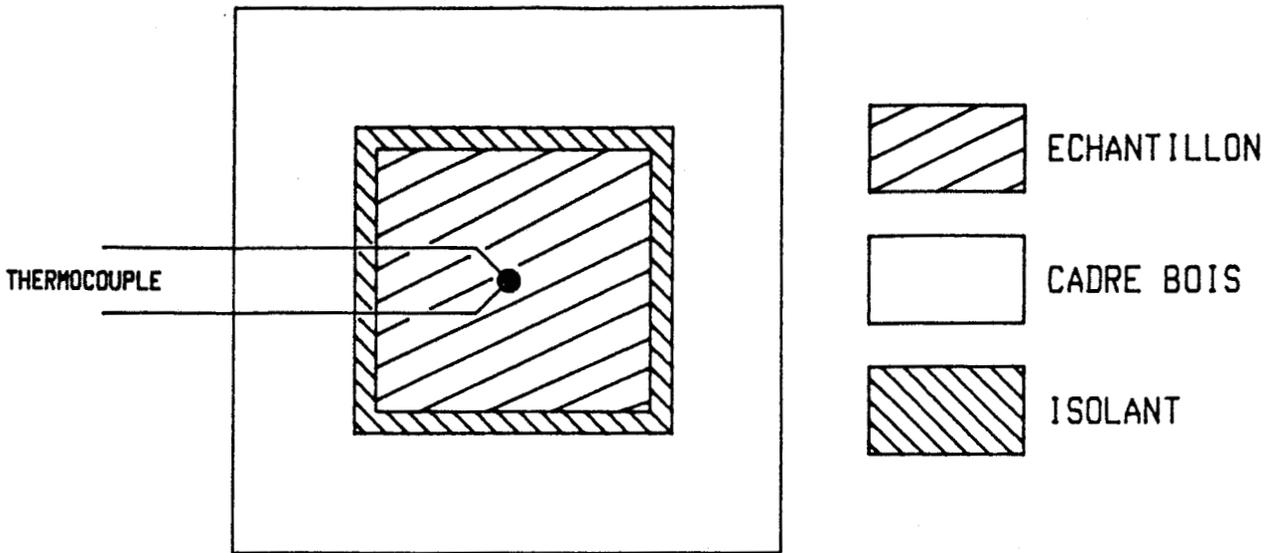
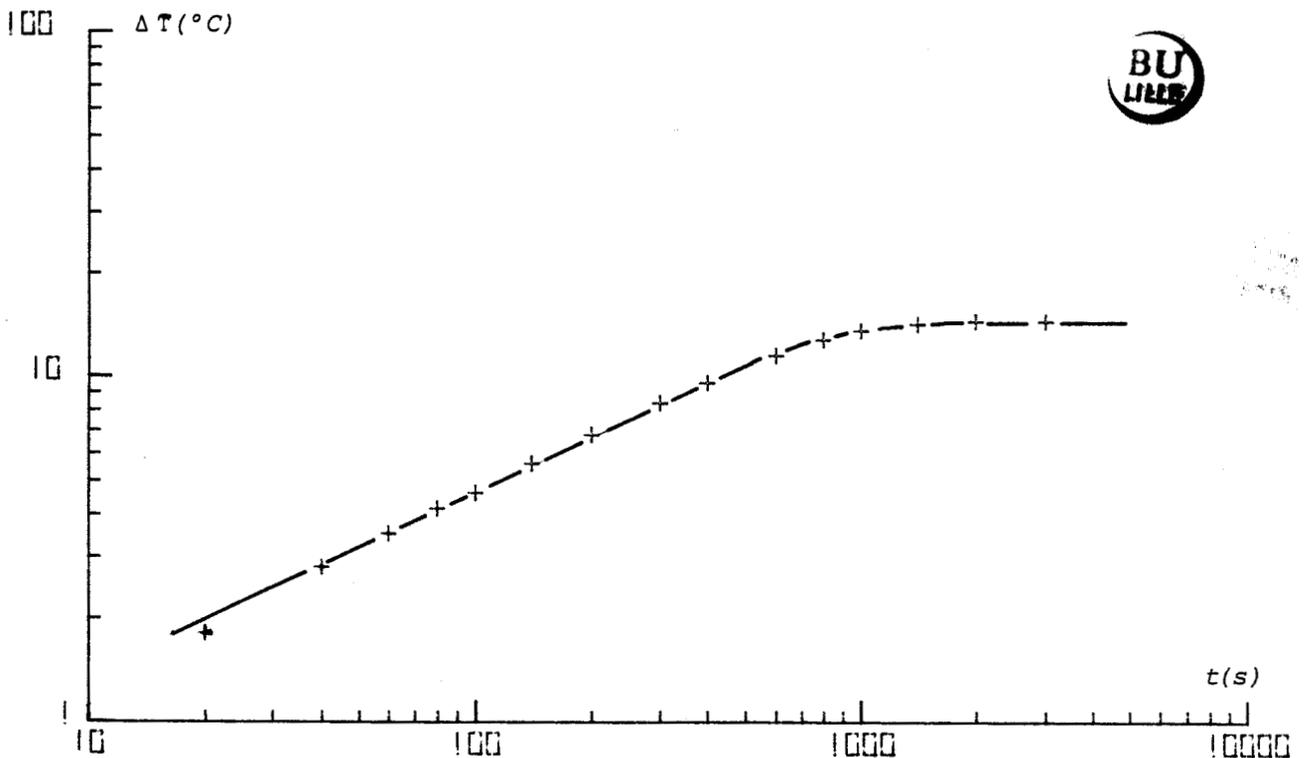


Figure II.7 Structure finale du support d'échantillon

Le matériau servant de garde est le bois; l'isolant utilisé est le polystyrène.

La réponse obtenue du système ainsi conçu dans le cas du sable sec est donnée sur le graphe II.10.



Graphe II.10. Réponse enregistrée avec le sable sec

Il apparaît nécessaire, pour obtenir une méthode donnant des résultats au pour-cent, de réaliser une étude plus complète

- d'une part, par la méthode des différences finies qui ne traduisent que les résultats en régime permanent.

- d'autre part, par des expériences menées sur les mêmes matériaux pour préciser dans différents cas de figure l'erreur maximale sur l'effusivité (régime transitoire) et sur la conductivité (régime permanent).

CHAPITRE III

*INFLUENCE DE L'HUMIDITE SUR LES CARACTERISTIQUES
ELECTRIQUES ET THERMIQUES DE QUELQUES MATERIAUX
NON METALLIQUES*

III.1 RAPPELS SUR LES PROPRIETES ELECTRIQUES ET THERMIQUES DES MATERIAUX NON METALLIQUES

III.1.1. Propriétés électriques

Les réactions d'un matériau à un champ électro-magnétique sont caractérisées par les facteurs suivants:

- la conductivité σ en régime continu ou la permittivité complexe réduite $\epsilon^* = \epsilon' - j\epsilon''$ en régime variable.
- l'indice complexe de réfraction $n^* = n - j\chi$ fonction des indices de réfraction n et d'absorption χ .
- la constante de propagation complexe $\gamma = \alpha + j\beta$ aux très hautes fréquences.

En pratique, on utilise souvent la permittivité complexe et on sépare les contributions des pertes en

- ϵ''_{σ} liée aux porteurs libres.
- ϵ''_D liée à la polarisation des molécules ayant un moment dipolaire permanent mise en évidence par DEBYE.
- ϵ''_M liée aux mécanismes de la polarisation interfaciale de MAXWELL-WAGNER.

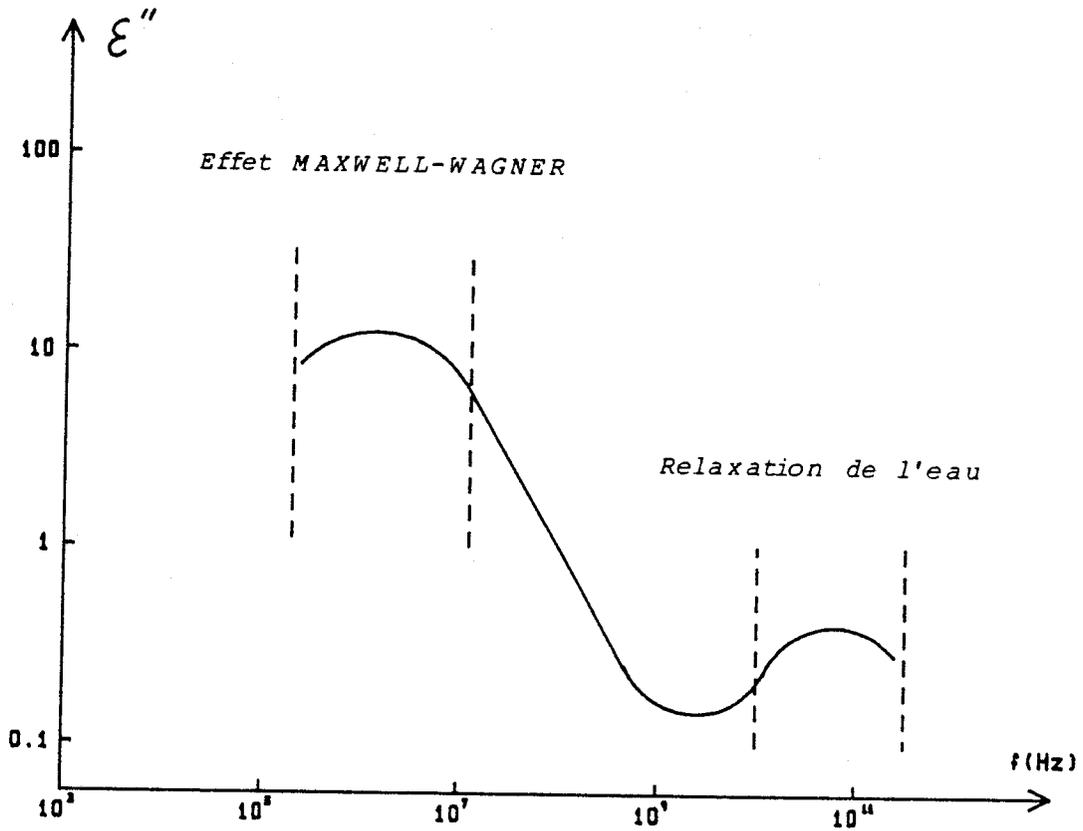
On peut écrire dans ces conditions:

(III.1)
$$\epsilon'' = \epsilon''_{\sigma} + \epsilon''_D + \epsilon''_M$$

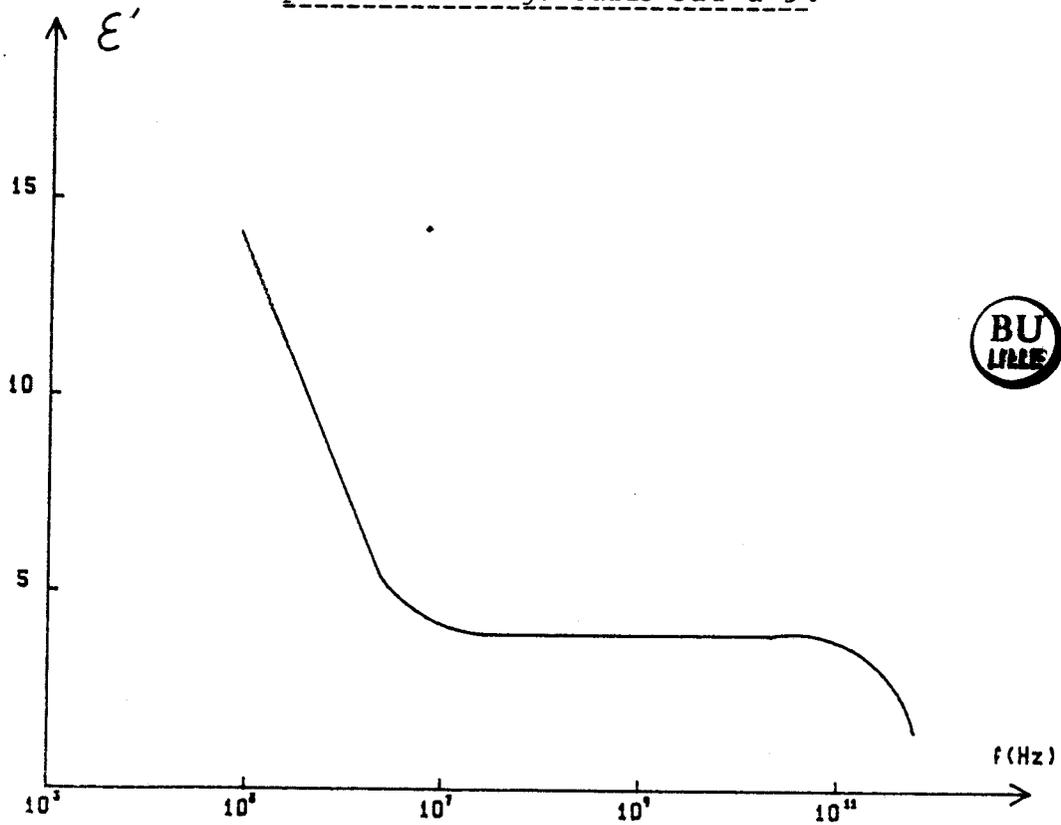
(III.2) avec
$$\sigma = \omega \epsilon''_{\sigma} \epsilon_0$$

Les coefficients σ , ϵ' et ϵ'' ne sont pas des constantes dans la bande de fréquence 1Hz - 10GHz du fait de la nature des matériaux. [11]

Par exemple, pour un mélange sable-eau contenant 5% d'eau, les courbes représentatives des termes de la permittivité complexe ϵ' et ϵ'' sont donnés sur les graphes III.1 et III.2.



Graph III.1. Evolution de ϵ'' en fonction de la fréquence pour un mélange sable-eau à 5%



Graph III.2. Evolution de ϵ' en fonction de la fréquence pour un mélange sable-eau à 5%



La conductivité électrique est liée aux porteurs libres, électrons et ions, et dépend en pratique de la structure des matériaux.

Le terme ϵ' est lié principalement aux molécules polaires et à leurs associations, aux effets perturbateurs dûs aux mélanges, aux effets d'électrodes, etc...

Notons que chaque domaine de relaxation est accompagné d'une augmentation des pertes et d'une décroissance brutale de ϵ' .

Au fur et à mesure de l'augmentation de la fréquence, l'énergie dissipée dans le diélectrique est toujours croissante. La valeur de la polarisation aux très hautes fréquences est alors faible par rapport à celle mesurée en régime permanent ($\epsilon' \sim n^2$).

III.1.2. Propriétés thermiques

Les propriétés thermiques d'un matériau peuvent être caractérisées par deux paramètres, par exemple: la conductivité et la capacité volumique ou des facteurs liés à ces grandeurs: effusivité, diffusivité.

En régime variable, les transferts thermiques sont liés aux équations de l'effusivité, alors que les transferts électriques sont liés aux équations de MAXWELL. L'effet de fréquence est différent du fait des ordres de grandeur. D'une manière générale, dans le cas d'une excitation électrique, on a pratiquement le régime permanent pour une fréquence inférieure au kHz; en thermique, il faut une fréquence inférieure à 10^{-6} Hz.

Le transfert thermique est, comme le transfert électrique, lié au réseau moléculaire du matériau.

En ce qui concerne la capacité thermique des matériaux non métalliques, les mécanismes sont liés à leur masse volumique et à leur pouvoir calorifique.

Si le pouvoir calorifique est sensiblement constant pour de nombreux matériaux; on peut dire en première approximation que la capacité thermique est liée à la masse volumique.

Par exemple, entre le polystyrène extrudé et le marbre, le rapport des capacités thermiques pour un même volume est de l'ordre de $7 \cdot 10^{-2}$

Pour les métaux, le rapport des conductivités thermique et électrique est proportionnel à la température [9]. Il peut se mettre sous la forme:

$$\frac{\lambda}{\sigma} = LT$$

où L est une constante et vaut $2,45 \cdot 10^{-8} \text{ W}\Omega/\text{deg}^2$

A une température voisine de 300°K

$$\frac{\lambda}{\sigma} = 7,35 \cdot 10^{-6} \text{ W}\Omega / \text{deg}$$

III.2. ETUDE EXPERIMENTALE DE L'INFLUENCE DE L'HUMIDITE SUR LES CARACTERISTIQUES ELECTRIQUES ET THERMIQUES DE QUELQUES MATERIAUX NON METALLIQUES

L'évolution des paramètres électriques et thermiques des matériaux non métalliques en fonction de l'humidité est liée essentiellement à leur structure de base.

Nous donnons d'abord les résultats obtenus pour un matériau non poreux: le sable. Pour différents taux d'humidité variant de 0 à 20%, nous mesurons la permittivité complexe selon la méthode décrite dans le premier chapitre à une fréquence voisine de 10MHz.

Puis, pour les mêmes valeurs du taux d'hydratation, nous mesurons la conductivité thermique et l'effusivité en utilisant le dispositif décrit dans le deuxième chapitre.

Enfin, les mêmes études sont faites pour un matériau poreux, une zéolithe. Dans ce cas, le taux d'humidité est voisin de 10%.

III.2.1. Influence de l'humidité sur les caractéristiques électriques du sable

La cellule utilisée est du type coaxial; sa capacité active C_a vaut 1pF.

Le taux d'humidité T_x est défini de la façon suivante:

$$T_x(\%) = \frac{\text{Poids d'eau}}{\text{Poids de sable sec}}$$

Le sable sec est obtenu par dessiccation au four du type "micro-ondes".

Les mesures sont faites à une température ambiante de 25°C .

Un soin particulier est apporté à l'homogénéité du mélange et aux conditions de tassement de l'échantillon dans la cellule. Toutefois, il reste difficile d'obtenir un mélange idéal homogène pour de fortes concentrations en eau.

Rappelons que la mesure d'impédance effectuée donne les deux informations suivantes:

- la variation de conductance ΔG .
- la variation de capacité ΔC .

Pour une cellule de capacité active C_a remplie de diélectrique de permittivité complexe $\epsilon^* = \epsilon' - j\epsilon''$, on a par rapport à la même cellule vide:

$$(III.3) \quad \Delta G = \omega \epsilon'' C_a$$

$$(III.4) \quad \Delta C = C_a (\epsilon' - 1)$$

Pour un mélange sable-eau, seule l'eau est polaire et la fréquence propre de relaxation des molécules d'eau est voisine de 24GHz.

En admettant que les phénomènes polaires sont négligeables à 10MHz, la contribution ϵ_D'' devient négligeable devant les termes ϵ_σ'' et ϵ_M'' cités dans la relation III.1.

Si on considère que les phénomènes de relaxation dû à la polarisation interfaciale de MAXWELL-WAGNER ne se produisent plus aux fréquences proches de 10MHz, on peut admettre que les mécanismes de polarisation sont, pour l'essentiel, liés aux porteurs libres.

Les restrictions précédentes étant posées, la valeur de la conductivité est donnée par:

$$(III.5) \quad \sigma = \omega \epsilon_\sigma'' \epsilon_0 \quad \neq \quad \omega \epsilon'' \epsilon_0$$

En tirant le terme $\omega \epsilon''$ de (III.3), la valeur de la conductivité est donnée par la relation (III.6)

$$(III.6) \quad \sigma = \frac{\Delta G}{C_a} \epsilon_0$$

où ΔG est exprimé en Ω^{-1} .

C_a est exprimé en Farad.

ϵ_0 vaut $\frac{1}{36 \pi 10^9}$ F/m

σ est alors exprimée en $\Omega^{-1} m^{-1}$

Les valeurs de ϵ' sont déduites de la relation (III.4).

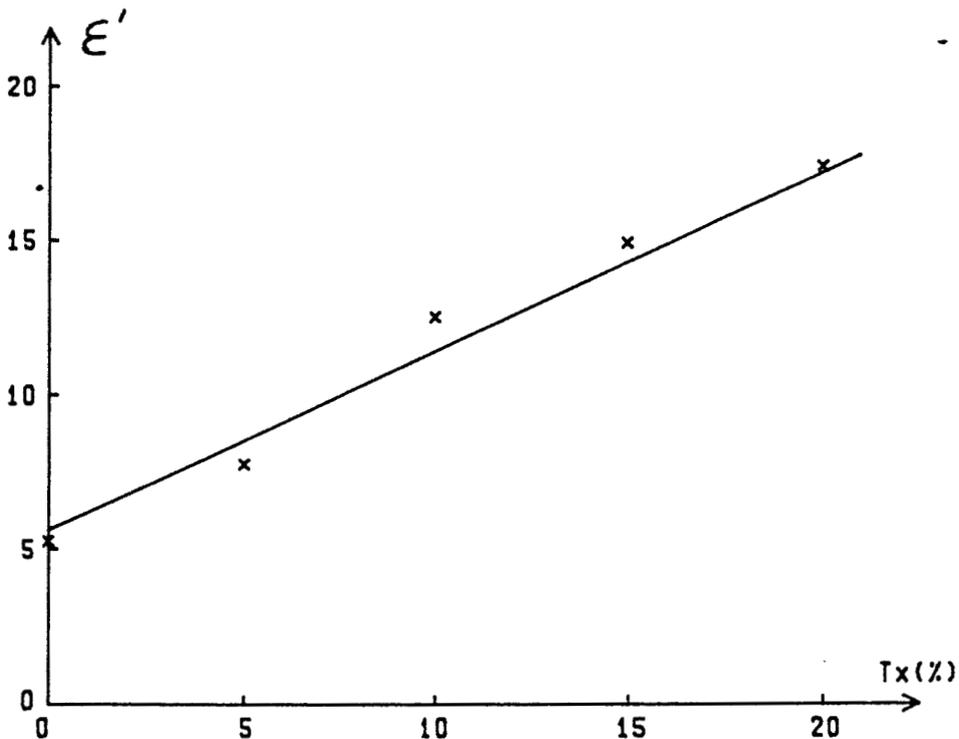
$$(III.7) \quad \epsilon' = \frac{\Delta C}{C_a} + 1$$

Le tableau III.1 donne les valeurs mesurées de ϵ' et σ pour les différents taux d'humidité envisagés. La fréquence de travail est de l'ordre de 10MHz.

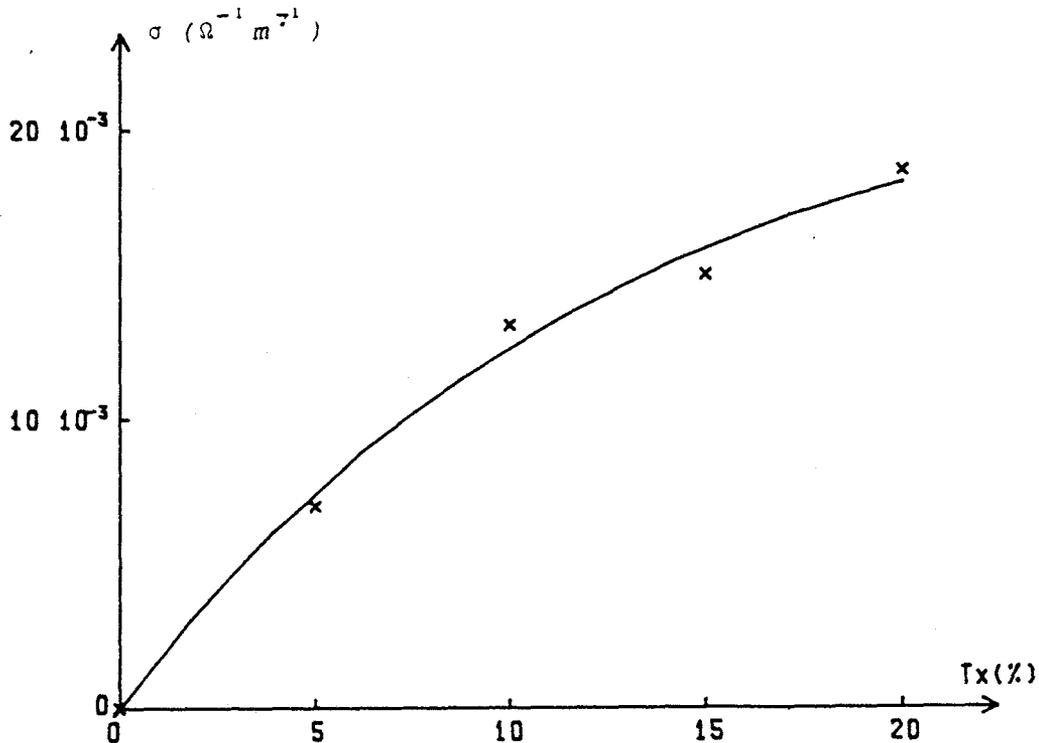
T_x (%)	0	5	10	15	20
ϵ'	5,3	7,8	12,6	14,9	17,4
σ ($\Omega^{-1} m^{-1}$)	0	$7 \cdot 10^{-3}$	$13,25 \cdot 10^{-3}$	$15 \cdot 10^{-3}$	$18,6 \cdot 10^{-3}$

Tableau III.1. Valeurs mesurées de ϵ' et σ pour le sable en fonction de T_x

Les évolutions de ϵ' et σ sont portées sur les graphes III.3 et III.4.



Graphes III.3. $\epsilon' = f(T_x)$ dans le cas du sable

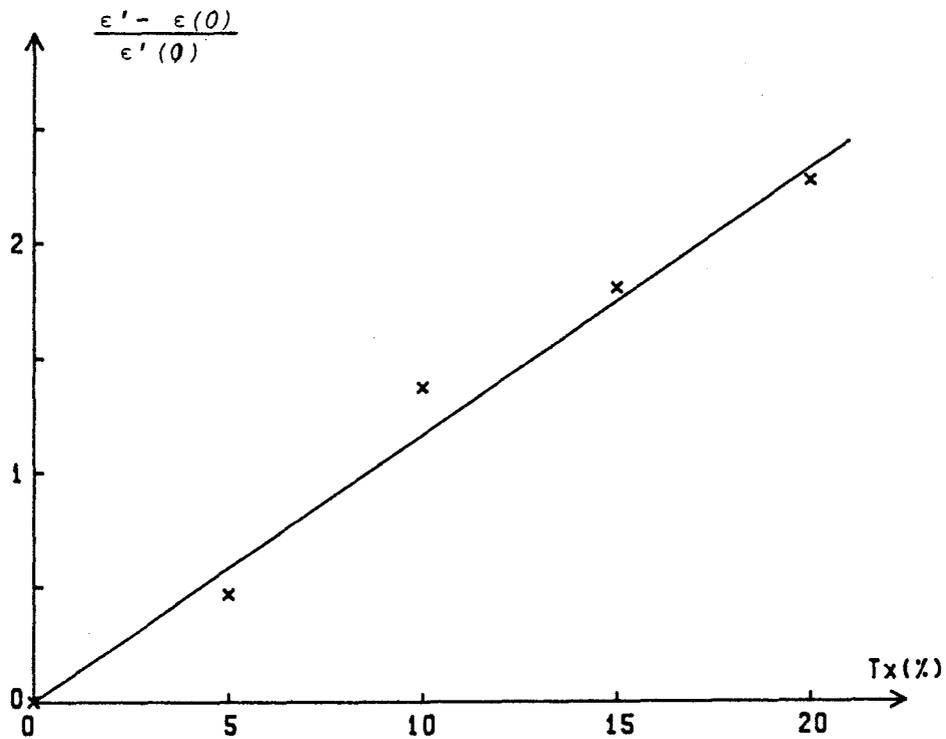


Graph III.4. $\sigma = f(T_x)$ dans le cas du sable

On observe des variations de σ et ϵ' dans le même sens. Ceci est normal puisque, d'une part la quantité de porteurs libres, et d'autre part l'effet polaire, sont liés à la quantité d'eau présente dans le mélange.

Il est à noter que la précision des mesures électriques est bonne, mais que les incertitudes sont liées à l'homogénéité des mélanges sable-eau.

Pour les valeurs du taux d'humidité envisagées, ($T_x < 20\%$), la variation de ϵ' est quasiment linéaire. Le graphe III.5 donne les variations relatives de ϵ' par rapport à la valeur $\epsilon'(0)$ mesurée pour le sable sec en fonction de T_x .



Graph III.5. $\frac{\epsilon' - \epsilon'(0)}{\epsilon'(0)} = f(Tx)$ dans le cas du sable

La connaissance de $\epsilon'(0)$ et l'obtention d'une courbe d'étalonnage permettent une mesure rapide du taux d'humidité.

La conductivité nulle pour le sable sec ne serait obtenue que pour un produit lavé, épuré, puis parfaitement séché. La valeur zéro relevée ici est liée à la précision de la mesure de conductance dans le cas de très faibles pertes ($\Delta G < 1 \mu S$).

III.2.2. Influence de l'humidité sur les caractéristiques thermiques du sable

Les mesures sont faites dans les conditions décrites dans le chapitre II quant aux conditions aux limites, au générateur de flux thermique et à l'environnement immédiat de l'échantillon.

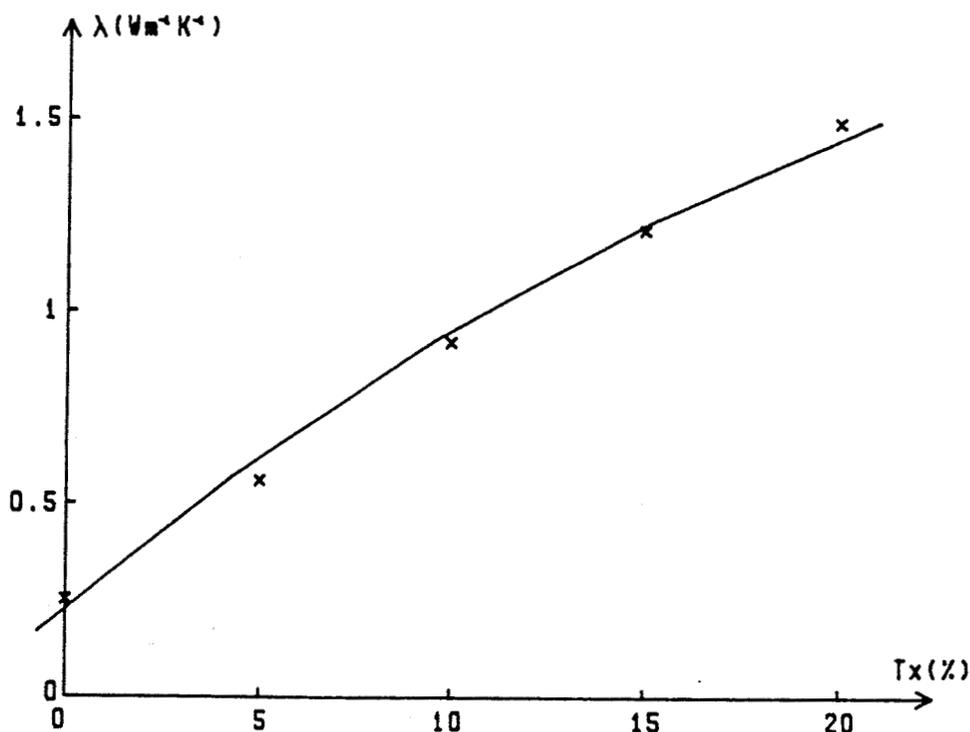
L'épaisseur de l'échantillon est de 16 mm.

Le tableau III.2 donne les valeurs mesurées de la conductivité thermique λ , de l'effusivité b et de la capacité thermique volumique C_0 pour les différents taux d'humidité envisagés.

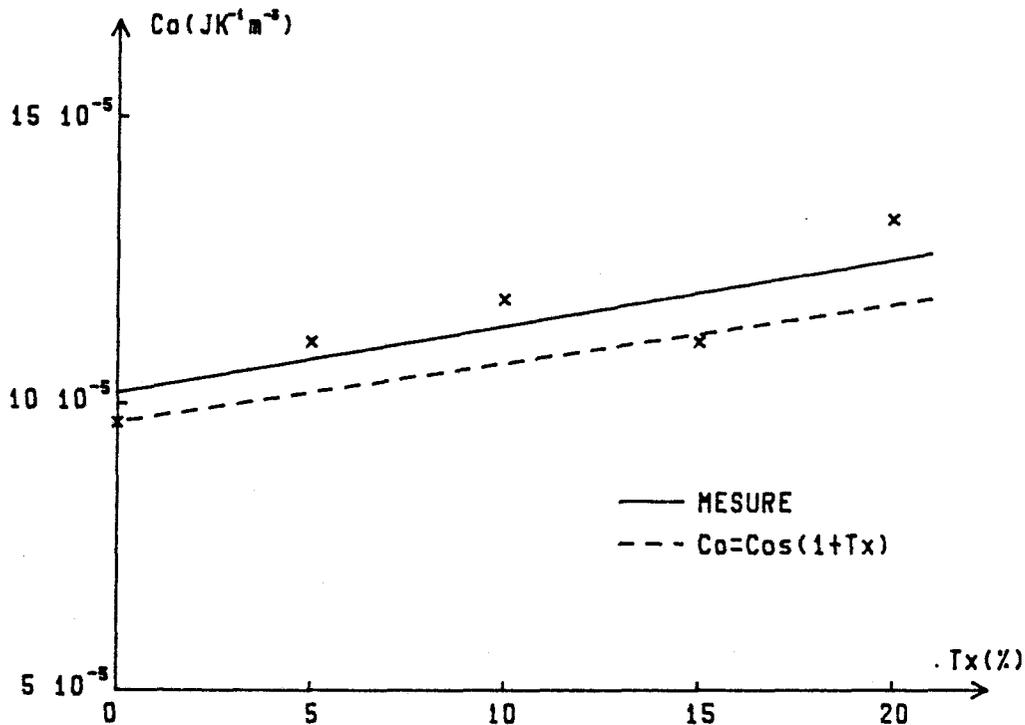
Tableau
III.2

T_x (%)	0	5	10	15	20
$(Wm^{-1}K^{-1})$	0,248	0,56	0,92	1,21	1,49
$(JK^{-1}m^{-2}s^{-\frac{1}{2}})$	490	790	1045	1155	1405
$C_0 / 10^5$ $(Jm^{-3}K^{-1})$	9,7	11,15	11,87	11,02	13,25

Les évolutions de λ et C_0 sont portées respectivement sur les graphes III.6 et III.7.



Graph III.6. $\lambda = f(T_x)$ dans le cas du sable



Graph III.7. $C_0 = f(Tx)$ dans le cas du sable

L'examen des courbes de conductivité thermique et de capacité thermique volumique ne permet pas de donner des interprétations aussi aisées que pour les caractéristiques électriques.

En effet, la capacité thermique est liée d'une part à la masse volumique, et d'autre part au pouvoir calorifique des constituants du mélange [8]. Elle peut se présenter sous la forme d'une relation simple du type

$$(III.8) \quad C_0 = C_{sec} + C' + C_e$$

- C_{sec} : capacité thermique de sable sec.
- C_e : capacité thermique de l'eau (masse d'eau x 4,18).
- C' : capacité thermique résiduelle.

Nos essais montrent que le volume de mélange eau-sable reste en première approximation celui du sable sec.

Le pouvoir calorifique étant voisin de celui du sable, l'eau a un effet secondaire sur C_0 , le taux d'humidité ne dépassant pas 20%.

Un calcul simple développé en annexe 5 montre qu'en tenant compte des approximations qui précèdent, on peut relier la capacité volumique du mélange C_0 à celle du sable sec C_{sec} par la relation

$$(III.9) \quad C_0 \neq C_{sec}(1 + T_x)$$

Cette évolution théorique est portée sur le graphe III.7, en regard des mesures effectuées.

La relation III.9 est vérifiée. Toutefois, il faut noter les incertitudes de mesure liées aux difficultés d'obtenir un mélange homogène dans la totalité de l'échantillon.

Concernant la conductivité λ , l'eau apporte des nouvelles possibilités de transferts thermiques dans le matériau. Cela se traduit par une augmentation importante de la conductivité par rapport à celle du sable sec. Nous observons par exemple un facteur 2 pour un taux de 5% et un facteur 6 pour un taux de 20%.

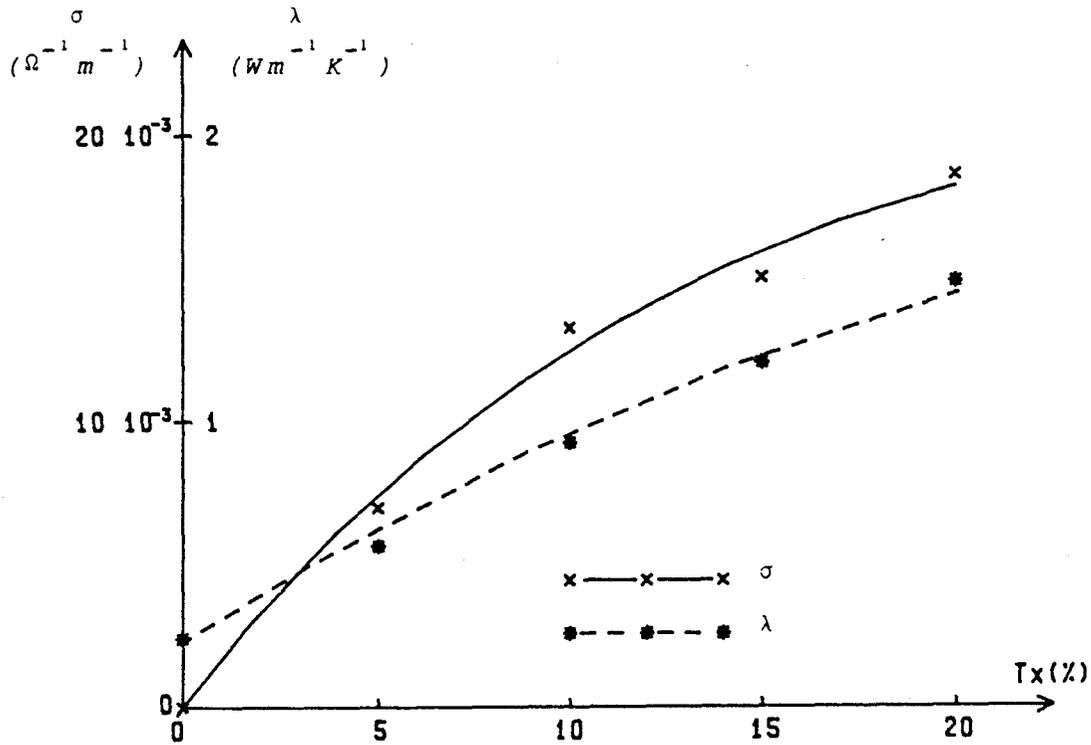
Nous sommes en présence d'un effet important lié à l'humidité qui se retrouve, comme le signalent d'autres études, dans d'autres matériaux tels que le plâtre, le béton,...

Par ailleurs, à partir de la seule mesure de λ , on a des ordres de grandeurs intéressants pour la teneur en eau.

Compte-tenu des remarques effectuées sur les mélanges, on peut aussi, à partir de la valeur de l'effusivité $b = \sqrt{\lambda C_0}$, connaissant C_0 qui reste voisin d'une constante, obtenir une première valeur de $\lambda = \frac{b^2}{C_0}$ et de la teneur en eau.

Parmi les quatre paramètres mesurés, deux présentent la même évolution en fonction de la concentration en eau dans le mélange; il s'agit des conductivités électriques et thermiques.

Les courbes représentatives des variations de σ et λ sont données sur le graphe III.8.



Graph III.8. Evolution des conductivités électriques et thermiques du sable plus ou moins humide.

Pour les valeurs différentes de zéro du taux d'humidité, le rapport de la conductivité thermique sur la conductivité électrique $\frac{\lambda}{\sigma}$ prend la valeur suivante

$$\frac{\lambda}{\sigma} = 80 \pm 2 \text{ W}\Omega\text{K}^{-1}$$

Ce résultat confirme le fait que les deux conductivités sont, dans ce cas précis, liées à la quantité de porteurs libres pouvant se déplacer dans l'ensemble du mélange.

III.2.3. Mesures des caractéristiques électriques et thermiques d'un corps poreux

Le matériau utilisé pour cette étude est une zéolithe de type 4A. L'échantillon est finement broyé avant d'être introduit dans la cellule capacitive ou dans le support d'échantillon du banc thermique.

Les résultats obtenus en unités cohérentes sont les suivants:

a) Paramètres électriques (F = 10MHz)

$$\epsilon' = 11,4$$

$$\epsilon'' = 4,7$$

$$\sigma = 2,65 \cdot 10^{-3} \Omega^{-1} m^{-1}$$

b) Paramètres thermiques ($\phi = 225 W/m^2$)

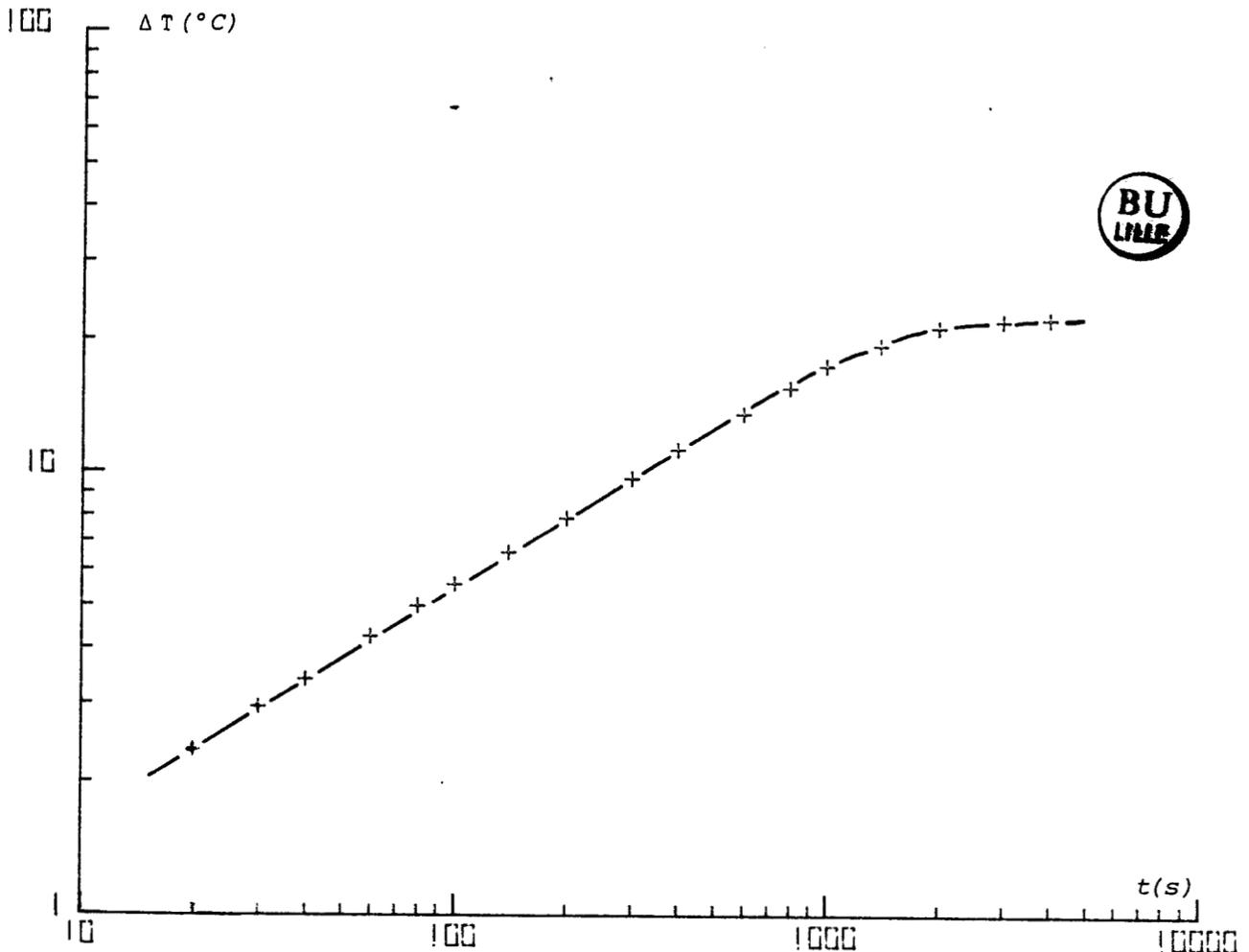
(e = 16 mm)

$$\lambda = 0,144 \quad W m^{-1} K^{-1}$$

$$b = 437 \quad W m^{-2} K^{-1} S^{\frac{1}{2}}$$

$$C_0 = 13,3 \cdot 10^5 \quad J m^{-3} K^{-1}$$

Le graphe III.9 donne la réponse enregistrée pour l'échantillon de zéolithe soumis à l'échelon du flux thermique.



Graphe III.9. Réponse enregistrée dans le cas de la zéolithe 4A
hydratée à environ 10%

La présence de l'eau n'est visible que dans la mesure de ϵ' .

Les effets de polarisation diélectrique dûs aux mécanismes polaires aux interfaces, mis en évidence lors de travaux antérieurs [10,11] sont prédominants.

Les contributions des porteurs libres sont limitées, les molécules d'eau étant "piégées" dans les cavités de la zéolithe.

Ce phénomène se traduit par les faibles valeurs mesurées des conductivités électriques et thermiques.

Les remarques faites pour le sable concernant les volumes mis en jeu, sont aussi valables. La valeur de la capacité thermique volumique est fonction de la masse volumique et de la chaleur massique de la zéolithe séchée d'une part et de la quantité d'eau présente dans le mélange d'autre part.

III.3. CONCLUSIONS SUR LA CARACTERISATION DES MATERIAUX NON METALLIQUES EN MILIEU HUMIDE

Pour la plupart des matériaux, la masse volumique ρ et la chaleur massique c sont des paramètres connus. Par conséquent, la capacité thermique volumique C_0 est disponible ($C_0 = \rho c$).

En présence d'eau, la capacité thermique mesurée est directement liée à la masse d'eau mise en jeu

La mesure de la conductivité thermique λ peut être faite en régime permanent. Elle peut aussi être faite en régime d'effusivité si C_0 est connue avec une bonne approximation.

On dispose également de la mesure de la conductivité électrique σ si la fréquence est choisie suffisamment élevée pour quitter les domaines des mécanismes de polarisation interfaciales et suffisamment faible pour s'affranchir des effets polaires des molécules d'eau.

Pour les valeurs faibles des taux d'humidité, l'évolution de ϵ' est quasiment linéaire.

En pratique, c'est souvent la nature de l'échantillon disponible et les conditions de mesures, mesures "in situ" ou mesures en laboratoire, qui guideront le choix entre les mesures électriques et thermiques.

Pour l'étude comparative des propriétés électriques et thermiques, de nombreuses mesures sont encore nécessaires sur de nombreux échantillons incluant des porteurs plus ou moins libres.

Par ailleurs, il faut bien préciser les conditions de mesure telles que la fréquence de travail, la présentation de la cellule, les dérivés des composants,... pour les mesures électriques, l'environnement et la préparation de l'échantillon (homogénéité, tassement,...), le générateur de flux asservi,... pour les mesures thermiques.

Il est à noter que la grandeur directement accessible en régime variable à la mesure en thermique est l'effusivité b qui est directement liée à λ avec $\lambda \neq \frac{b^2}{K}$, K constante liée à la masse volumique.

CONCLUSION

CONCLUSION

Le travail présenté est une contribution à la caractérisation des propriétés électriques et thermiques des matériaux. Il présente trois aspects différents.

I) LA REALISATION D'UN DISPOSITIF AUTOMATIQUE DE MESURE DE DIPOLES ELECTRIQUES

Ce dispositif permet de caractériser les composantes, réelles et imaginaires, de dipôles à fortes pertes. La valeur minimale de la résistance parallèle mesurable est de l'ordre de 100 Ohms. La précision de la mesure est de quelques pour-cent. Le système est capable de déceler une variation de capacité de l'ordre du dixième de picoFarad. La gamme de fréquence d'utilisation s'étend de quelques kHz à 15MHz.

Utilisé à des fins de mesure de permittivité complexe des matériaux, l'appareil offre une précision de un à quelques pour-cent suivant les valeurs de ϵ' .

Les performances citées ci-dessus, fréquence de travail, compensation de fortes pertes et sensibilité aux faibles variations de capacité, rendent le système décrit apte à la caractérisation des milieux humides.

L'utilisation de techniques et de composants propres à la gestion numérique de processus permet de concevoir un appareil entièrement automatique. On peut adapter la mesure aux diverses possibilités du résonateur, compenser les éléments parasites, effectuer des mesures en continu et stocker les données en vue d'un traitement ultérieur.

L'ensemble des parties actives haute fréquence du dispositif (le résonateur et son asservissement, la commande numérique des 4 décades de résistances) occupent un volume relativement faible.

L'ensemble des dispositifs de gestion (le calculateur, les organes de commande, le traitement de la fréquence) peut être éloigné de quelques mètres de l'endroit de la prise de mesure.

Cette structure permet d'obtenir un système consommant peu d'énergie, apte aux travaux sur le terrain, séparant les deux informations conductivité et permittivité. A notre connaissance, un tel dispositif mobile donnant les deux informations n'est pas actuellement commercialisé.

Les développements industriels d'un tel ensemble sont possibles et prévisibles.

2) LA PRESENTATION D'UNE NOUVELLE METHODE DE CARACTERISATION DES PARAMETRES THERMIQUES DES MATERIAUX

Utilisant le régime transitoire, cette méthode permet de déterminer rapidement l'effusivité d'un matériau.

Chaque fois qu'un prélèvement rend possible la réalisation d'un échantillon d'épaisseur convenable, la conductivité thermique peut aussi être mesurée en utilisant le régime permanent.

Nos essais et nos interprétations montrent l'importance de l'environnement immédiat de l'échantillon et la nécessité de réaliser des mises en série générateur-échantillon à impédance très faible. Lorsque les matériaux peuvent être polis, les mesures sont excellentes; dans le cas du sable, dont l'état de surface est mal défini, des difficultés sont à surmonter.

Pour les mesures "in situ", on dispose simplement d'une surface pour appliquer le générateur de flux thermique. L'étude du régime transitoire donne alors l'effusivité b . Il est possible d'obtenir la conductivité thermique λ par une relation du type $\lambda = k \cdot b^2$, où le facteur k est directement lié à la masse volumique.

Dans le cas de mesures d'humidité, cette relation peut s'utiliser de deux manières différentes.

Pour certains matériaux, en particulier ceux utilisés dans le bâtiment, k est sensiblement constant quand l'humidité varie de quelques pour-cent. La conductivité est alors facilement déduite de la mesure de l'effusivité.

Nous n'avons pas développé cette étude importante pour les concepteurs d'ouvrages qu'est la mesure d'humidité dans le béton, le plâtre, la brique...

Pour d'autres matériaux, en particulier ceux qui entrent dans la composition des sols, il est nécessaire d'effectuer un étalonnage préalable, le terme k variant dans ce cas en fonction de l'humidité.

Ici encore, le générateur thermique est de faible volume, bien séparé des organes de commande. La gestion de la mesure et le stockage des données sont automatiques. L'ensemble se prête à une réalisation industrielle pour les appareils de terrain.

**3) QUELQUES ELEMENTS D'UNE ETUDE COMPAREE DES CARACTERISTIQUES
DE TRANSFERT ELECTRIQUE ET THERMIQUE DE QUELQUES MATERIAUX
NON METALLIQUES**

Disposant de deux systèmes automatiques valables dans les deux domaines, nous avons pu, dans une troisième partie, comparer la validité des deux méthodes pour les mesures d'humidité et mettre en évidence une corrélation entre les paramètres électriques et thermiques de quelques matériaux.

Pour un matériau non poreux, tel que le sable, nos résultats montrent que les valeurs mesurées des conductivités électriques et thermiques sont liées au taux d'humidité.

Il apparaît donc que les mesures d'humidité des terrains sont possibles par l'une ou l'autre des méthodes. Les précisions sont du même ordre. La facilité d'emploi de l'un ou l'autre des dispositifs peut être le critère de choix. Il faut cependant remarquer que la méthode thermique est recommandée quand on ne dispose pas de dispositif électrique utilisable aux fréquences élevées.

Nos résultats permettent d'appréhender les relations entre d'une part, la conductivité électrique et la permittivité, et d'autre part, les grandeurs thermiques, conductivités et capacité volumique, pour une conduction par porteurs liés à l'eau. Ces quatre paramètres évoluent dans un sens logique quand le taux d'humidité varie.

Le rapport des conductivités thermique et électrique est sensiblement constant pour des taux d'humidité inférieurs à 20 pour-cent.

Dans une dernière étude, faite sur un corps poreux de synthèse, une zéolithe, capable de piéger les molécules d'eau à l'intérieur de ses cavités, nous obtenons les résultats suivants:

- la conductivité électrique est faible du fait de l'absence de porteurs libres

- la valeur de permittivité est importante, traduisant la présence de molécules d'eau polaires (possibilité d'emmagasiner de l'énergie)

- la conductivité thermique est faible et caractéristique d'un isolant thermique (l'eau "piégée" ne peut participer aux transferts thermiques)

- la capacité thermique traduit l'influence de la masse volumique et de la chaleur massique du matériau dans le stockage de l'énergie thermique.

L'étude de la corrélation entre les grandeurs électriques et thermiques caractérisant les transferts dans les matériaux nécessite de nouvelles expériences sur des matériaux intégrant dans leur structure plus ou moins de porteurs libres.

Cette étude doit, à notre avis, donner suite à des travaux complémentaires comme l'étude de nouveaux matériaux pour l'industrie (plastiques chargés, etc...) ou celle de structures mixtes partiellement alvéolaires pour le bâtiment.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] A. LEBRUN. Méthodes de mesure de la permittivité complexe des diélectriques du continu à l'infrarouge.
Rapport DGRST (Lille) - 1964 -
- [2] J. PAUQUET. Etude des conductances négatives à large bande de fréquence. Réalisation d'un "GB mètre" automatique 10kHz-10MHz.
Thèse Docteur-Ingénieur. Université de Lille I - 1973 -
- [3] C. SION. Etude et conception de conductances négatives à commande numérique. Réalisation d'un dispositif de mesure de dipôles à large bande de fréquences, de conductances, de susceptances.
Thèse Docteur-Ingénieur. Université de Lille I - 1976 -
- [4] J. BAYARD. Etude et réalisation d'inductances à commande numérique. Réalisation d'un pont de mesures automatiques de dipôles géré par un dispositif microprocesseur.
Thèse 3ème cycle. Lille - 1976 -
- [5] P. DELECROIX. Sur l'étude de l'oscillateur dipôle asservi en amplitude. Réalisation d'un L.C. mètre automatique à affichage numérique dans la bande 10kHz-100MHz.
Thèse 3ème cycle. Lille - 1969 -
- [6] J. BAYARD. Contribution à l'étude de la stabilité des conductances négatives fonctionnant à large bande de fréquences.
D.E.A. Lille - 1972 -
- [7] D. LECLERCQ. Caractérisation des transferts thermiques par analyse de la réponse en fréquence.
Thèse 3ème cycle. Lille - 1982 -
- [8] F. WATTIAU. Contribution à l'étude théorique et expérimentale des échanges thermiques en régime transitoire dans les matériaux de construction. Application à la mesure des constantes thermophysiques.
Thèse 3ème cycle. Lille - 1978 -

- [9] C. KITTEL. Introduction à la physique de l'état solide.
3ème édition. DUNOD - 1972 -
- [10] A. CHAPOTON. Contributions de la conductivités ionique et
des molécules polaires à la polarisation complexe des zéolithes
synthétiques.
Thèse 3ème cycle. Lille - 1966 -
- [11] A. CHAPOTON. Etude de la structure et des propriétés des
zéolithes synthétiques à partir de l'interprétation de leur
polarisation électrique complexe.
Thèse d'Etat. Lille - 1973 -
- [12] P. THERY. Fluxmètre thermique. Rapport interne.
CRESMAT. Université de Lille I - 1981 -
- [13] A. LEBRUN. Rôle de l'effusivité dans la conduction thermique.
Rapport interne.
CRESMAT. Université de Lille I - 1985 -

LOGICIELS

- [14] Application de la méthode des différences finies aux calculs des
bilans thermiques.
KOBUR 86 - USER - CRESMAT/GIE.
P. STANDAERT - 1986 -
- [15] Conception de circuits imprimés assistée par ordinateur .
METADESIGN - CAE - Version 1986.
METADESIGN S.A.

A N N E X E S

ANNEXE I

REALISATION DE LA CONDUCTANCE NEGATIVE

ANNEXE I : REALISATION DE LA CONDUCTANCE NEGATIVE

I. UTILISATION D'UN AMPLIFICATEUR A REACTION POSITIVE

Soit l'amplificateur de la figure 1; son gain A est supposé constant dans la bande de fréquence considérée; les impédances d'entrée et de sortie sont supposées idéales.

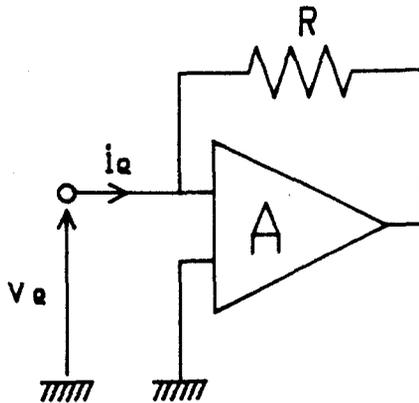


Figure 1 Structure de base d'une conductance négative

Dans ces conditions, l'impédance d'entrée Y_e est donnée par la relation (1).

$$(1) \quad Y_e = \frac{i_e}{v_e} = G(1 - A)$$
$$\text{avec } G = \frac{1}{R}$$

Si A est supérieur à 1 et réel, Y_e est une conductance négative pure.

L'obtention d'un gain A de valeur stable est possible en imposant une contre réaction à un amplificateur opérationnel comme l'indique la figure 2.

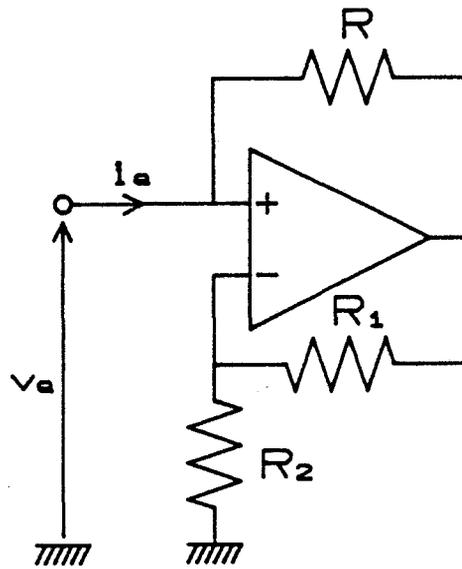


Figure 2 Utilisation d'un amplificateur opérationnel

Dans ce cas, la valeur du gain est fixée par des éléments passifs. Tant que l'amplificateur peut être supposé parfait, cette valeur est celle donnée par la relation (2).

(2)
$$A = \frac{R_1 + R_2}{R_2}$$



La conductance négative prend la valeur suivante:

(3)
$$G_e = -G \frac{R_1}{R_2}$$

II. CAS DE L'AMPLIFICATEUR REEL

Avec un amplificateur supposé idéal, l'expression de la conductance négative est très simple. Dans la pratique, de nombreux éléments rendent difficile la réalisation d'un tel système. Nous citerons par exemple:

- les paramètres de l'amplificateur
- l'influence des composants de la réaction
- les perturbations extérieures

Les nombreuses études et les multiples essais effectués au Laboratoire de Mesures Automatiques concernant les conductances négatives [2, 3, 4, 5, 6] ont permis de dégager les principales solutions.

de nombreux amplificateurs assurent une conductance correspondant à $- 100 \Omega$ dans la bande de fréquence 100Hz - 1MHz. Quelques amplificateurs sont utilisables dans la bande 1MHz - 10MHz.

Pour des fréquences supérieures à 10MHz, seuls les amplificateurs spéciaux à faible rotation de phase sont utilisables.

Après de nombreux essais, nous avons retenu un amplificateur valable sans compensations de 1kHz à 1MHz ayant une rotation de phase très faible entre 1MHz et 10MHz.

L'état actuel, à notre connaissance, des performances des amplificateurs opérationnels disponibles sur le marché, a orienté notre choix vers l'amplificateur à large bande HA 5195 (HARRIS).

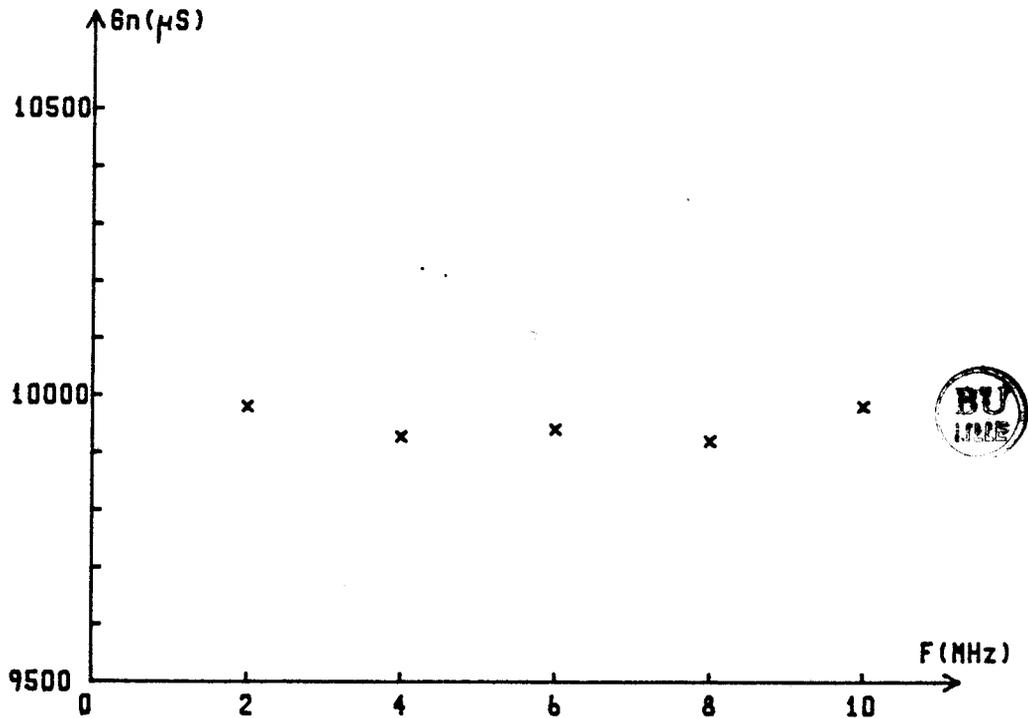
III. RESULTATS OBTENUS

Pour une utilisation correcte dans la mesure de dipôles, la conductance négative doit être stable dans la gamme de fréquence considérée, et sa capacité ramenée doit être faible et constante.

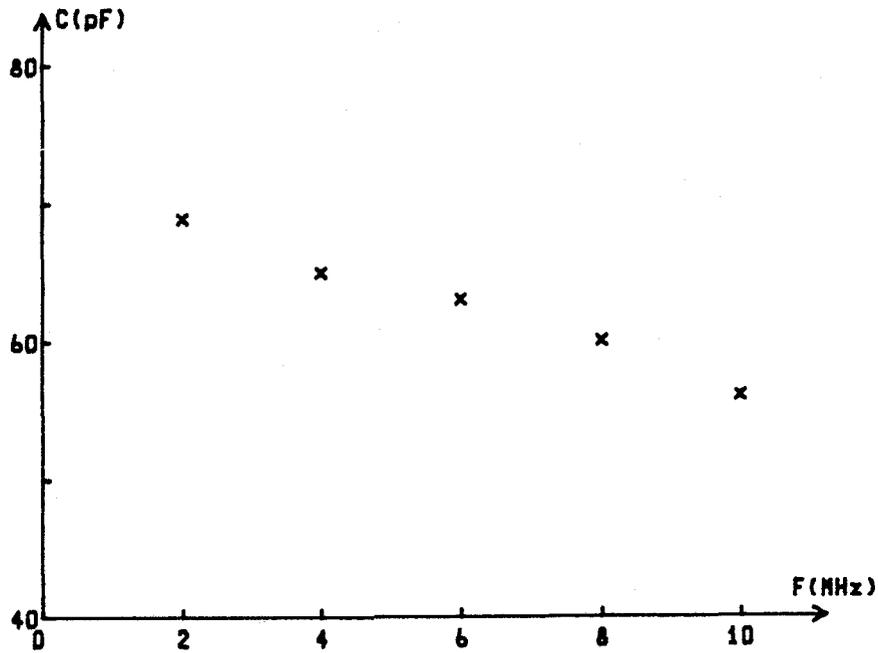
Les nombreux essais effectués sur la structure optimale de la chaîne de réaction ont conduit aux valeurs suivantes:

- gain bouclé de l'amplificateur: 2
- $R_1 = R_2 = 500 \Omega$; $R = 100 \Omega$ (cf. figure 2).

Les graphes 1 et 2 donnent les évolutions des conductances et capacités mesurées en fonction de la fréquence pour une conductance négative de $-10000 \mu S$.



Graph 1 Relevés expérimentaux: conductance négative en fonction de la fréquence



Grphe 2 Relevés expérimentaux: capacité d'entrée en fonction de la fréquence

L'écart maximum mesuré de $|G_n|$ est de $80 \mu S$ sur $10000 \mu S$.
La capacité ramenée accuse une diminution de l'ordre de $15 pF$ pour une variation de la valeur de la fréquence de $1 MHz$ à $10 MHz$.



ANNEXE 2

REALISATION ET CARACTERISATION D'UNE CONDUCTANCE

POSITIVE A COMMANDE NUMERIQUE

**ANNEXE 2 : REALISATION ET CARACTERISATION D'UNE CONDUCTANCE
POSITIVE A COMMANDE NUMERIQUE**

I. CHOIX DES RESISTANCES

La conductance recherchée est de la forme:

$$G_{nu}^+ = \sum_{j=0}^3 \sum_{i=0}^3 10^j b_{ij} G_{ij}$$

- où
- j est le numéro de la décade.
 - i est le rang de la conductance commutée dans la décade.

En conservant le code utilisé par le microprocesseur, les valeurs des conductances dans une décade sont les suivantes:

$$G_{ij} = 2^i G_{0j}$$

G_{0j} est la conductance de base de la $j^{\text{ième}}$ décade.

Le choix d'un tel code impose aux résistances utilisées les valeurs suivantes:

$$R_{ij} = \frac{1}{G_{ij}} = \frac{R_{0j}}{2^i}$$

Cette combinaison est possible, soit en utilisant des résistances dont les valeurs sont disponibles en $\frac{1}{2^i}$, soit en associant en parallèle 2^i résistances de valeur R_{0j} .

Dans les séries de résistances de précision disponibles, les valeurs en $\frac{1}{2^i}$ n'existent pas en valeurs standardisées dans la gamme $1k\Omega$ - $1M\Omega$.

L'association de 2^i résistances en parallèle est possible. Cependant, de telles structures sont à éviter à cause de l'influence des capacités parasites qui, dans ce cas, s'additionnent. Pour une conductance de valeur $2^i G_{0j}$, la capacité ramenée vaut $2^i C_j$ si C_j est la capacité parasite de la résistance R_{0j} .

Dans notre application, toute influence sur la fréquence des oscillations autre que celle du dipôle à mesurer devant être minimisée, une telle dispersion entre les capacités ramenées est inacceptable.

La solution au problème posé passe par un code différent de celui du microprocesseur, capable de générer les nombres de 0 à 9 sur 4 bits et compatible avec les valeurs des résistances de précision disponibles. De cette manière, chaque conductance G_{ij} peut être réalisée avec un seul élément.

Nous avons retenu le code 1225, qui satisfait à ces deux exigences.
Chaque décade est organisée de la façon suivante:

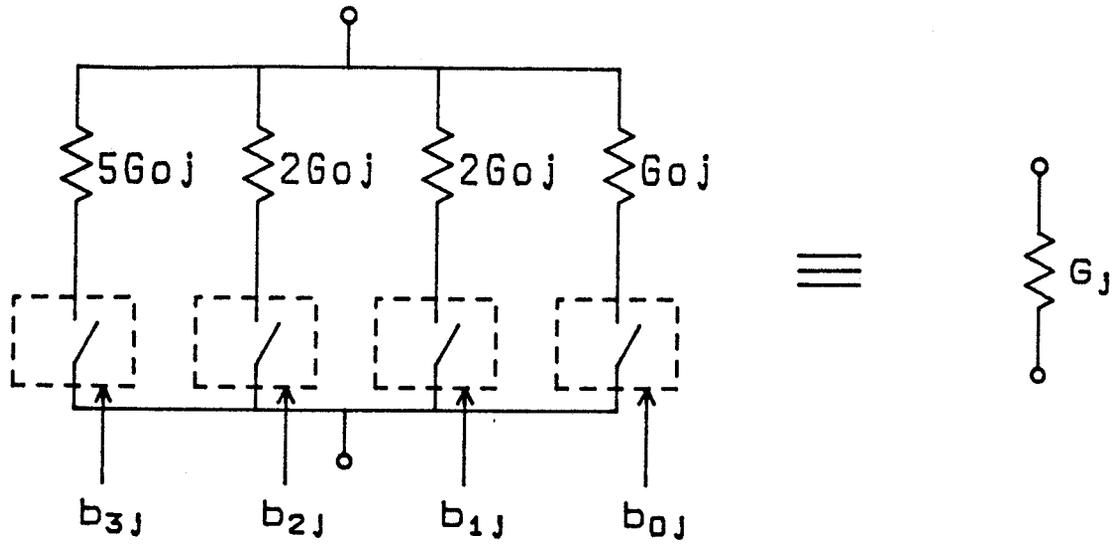


Figure 1 Structure de la $j^{\text{ième}}$ décade

La conductance G_{0j} prend quatre valeurs: $1 \mu S$, $10 \mu S$, $100 \mu S$ et $1000 \mu S$.



II. CARACTERISATION DES CHANGEMENTS DE POSITION DE CHAQUE RELAIS

La commande des relais est numérique; le relais est fermé quand le bit de commande est à l'état 1.

Pour les 16 relais nécessaires, la commande est réalisée par la programmation de deux octets.

Nous donnons la démarche suivie pour déterminer les relais qui changent d'état lors du passage d'une valeur de G_{nu}^+ à une autre. Il faut également, dans le cas d'un changement, savoir s'il s'agit d'une ouverture ou d'une fermeture.

La procédure suivie est illustrée pour un octet. Soit A1 son état initial et A2 son état final.

Par exemple $A1 = 10101010$
 $A2 = 11001100$

II. 1 Détermination des changements d'état

Le résultat est obtenu en effectuant un OU EXCLUSIF entre A1 et A2:

$$A3 = A1 \oplus A2$$

Chaque bit à l'état 1 de l'octet A3 indique un changement d'état du relais correspondant.

Pour l'exemple choisi: $A3 = 01100110$
quatre relais ont changé d'état.

II. 2 Détermination du sens de changement

Le résultat est obtenu en effectuant un ET logique entre A3 et A1.

$$A4 = A3 \text{ ET } A1$$

Chaque bit à l'état 1 de l'octet A4 indique l'ouverture du relais correspondant.

Pour l'exemple choisi: $A4 = 00100010$

De la même façon, on localise les relais qui se ferment en faisant:

$$A5 = A3 \text{ et } A1$$

$$A5 = 01000100$$

II.3 Affectation des coefficients de chaque relais

Soit C_{ij} la valeur de la variation de capacité provoquée par le changement d'état du $i^{\text{ème}}$ relais de la $j^{\text{ème}}$ décade.

Pour chaque relais, C_{ij} est à déduire lors du calcul de C_x en cas d'ouverture ou à ajouter en cas de fermeture, ceci dans le cas où le relais est placé entre la résistance et la masse (c.f. annexe 2- Paragraphe III.2).

Pour l'ensemble de la conductance G_{nu}^+ , la correction à effectuer vaut:

$$\Delta C = \sum_{j=0}^3 \sum_{i=0}^3 a_{ij} C_{ij}$$

avec $a_{ij} = 0$ si le relais concerné a conservé son état initial.

$a_{ij} = 1$ si le relais concerné s'est ouvert.

$a_{ij} = -1$ si le relais concerné s'est fermé.

Les valeurs des a_{ij} et des C_{ij} sont mémorisées dans deux tableaux.

Les a_{ij} sont calculés à partir de l'état des octets A3, A4 et A5 pour les 16 relais et à chaque mesure. Le logiciel de gestion du système effectue cette opération.

Les C_{ij} sont mesurés une fois pour toutes comme il est indiqué au paragraphe suivant.

III. MESURE DES CAPACITES PARASITES DES RELAIS

III. 1) Principe de la mesure

Rappelons que le démarrage et le maintien des oscillations sont conditionnés par l'équilibre entre les conductances négatives et positives. Le bilan peut se traduire par la relation:

$$G^- + G_{nu}^+ + G_{an}^+ + G_x = 0$$

Les différents éléments sont représentés sur la figure 2.

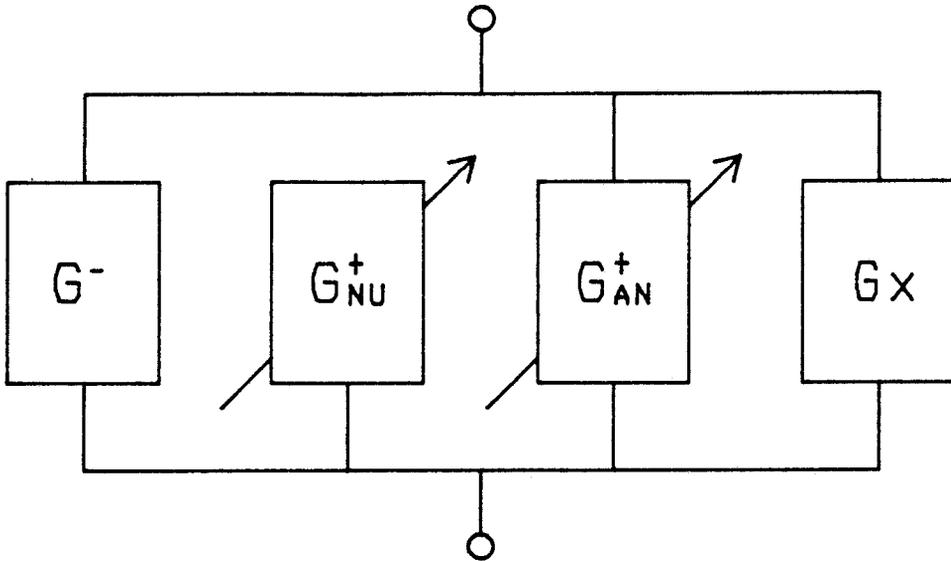


Figure 2 Conductances mises en jeu

avec G^- : conductance négative fixe.
 G_{an}^+ : conductance positive asservie.
 G_x : conductance du dipôle inconnu.

Supposons que la valeur de G_{nu}^+ soit correcte et que G_{an}^+ soit asservie au niveau des oscillations. Ces dernières ont un niveau faible et constant; la fréquence est donnée par la relation:

$$f_1 = \frac{1}{2\pi\sqrt{LC_1}}$$

Imposons à la conductance G_{nu}^+ une variation telle qu'un relais s'ouvre ou se ferme. A ce moment, G_{an}^+ compense cette variation de conductance pour maintenir le niveau des oscillations constant.

En supposant que les variations de capacité de G_{an}^+ soient négligeables, la variation de la fréquence est due à la seule variation de capacité ΔC du relais activé.

On a alors:

$$f_2 = \frac{1}{2\pi \sqrt{L(C_1 + \Delta C)}}$$

Un calcul simple permet d'extraire la valeur du ΔC .

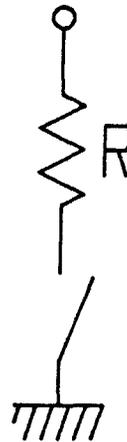
Un programme a été conçu pour obtenir les oscillations et faire varier à volonté G_{nu}^+ . On détermine alors les valeurs expérimentales C pour chacun des relais.

III.2. Influence de la position du relais

La figure 3 montre les deux positions possibles des relais par rapport aux résistances.



Position 1



Position 2

Figure 3 Position du relais par rapport à la résistance

Les essais sont effectués pour deux valeurs de conductances moyennes: $100 \mu S$ et $200 \mu S$ pour une fréquence de travail de 10 MHz.

Le tableau 1 donne les valeurs des variations de capacité provoquées par le passage de l'état "fermé" à l'état "ouvert" du relais concerné, les autres gardant leur état initial.

Conductance Commulée (μS)	100	200
ΔC (position 1) (pF)	- 3	- 3,6
ΔC (position 2) (pF)	0,78	1,72

Tableau 1 Variation de capacité en cas d'ouverture des relais

Les variations sont de signes opposés. La valeur absolue étant plus faible pour les relais placés entre la résistance et la masse, nous conservons cette solution pour la suite de l'étude.

III.3) Caractérisation de chaque relais

a) Les conductances commutées sont faibles

Pour ces valeurs, la conductance positive G_{an}^+ est capable de compenser les variations de G_{nu}^+ en restant dans une plage raisonnable.

La mesure est faite pour le changement d'état d'un seul relais, puis vérifiée pour différentes combinaisons.

Cette méthode est valable pour les décades 1, 10 et $100 \mu S$.

b) Les conductances commutées sont fortes

Dans ce cas, les variations G_{an}^+ sont telles qu'on ne peut plus supposer la variation de sa capacité négligeable.

La compensation est faite en partie avec une conductance G_x qui correspond à celle qui est commutée.

Une mesure faite au préalable permet de déterminer la capacité ramenée par la connexion de G_x .

Le tableau 2 donne les valeurs mesurées à 10MHz des variations de capacité dues au changement d'état de chaque relais, pour le passage de l'état fermé à l'état ouvert.

Les conductances $2 \mu S$, $20 \mu S$, $200 \mu S$ et $2000 \mu S$ étant doublées, 16 valeurs de capacités parasites sont mémorisées par le calculateur et utilisées pour le traitement des informations issues des mesures.

Conductance commutée (μS)	1	2	5	10	20	50	100	200	500	1000	2000	5000
ΔC (pF)	0	0	0	0,04	0,04	0,23	0,78	1,7	2,6	2,9	2,9	2,3



Tableau 2 Valeurs expérimentales des capacités parasites dues à l'ouverture de chaque relais

ANNEXE 3

REALISATION DU DISPOSITIF DE MESURE DE FREQUENCE

ANNEXE 3 : REALISATION DU DISPOSITIF DE MESURE DE FREQUENCE

I. PRINCIPE

Le principe retenu est la mesure de la période du signal après division de la fréquence. Cette mesure est faite à l'aide d'un compteur programmable dont l'horloge est celle du microprocesseur utilisé pour la gestion de l'ensemble du système.

Le synoptique du dispositif est donné dans la figure 1.

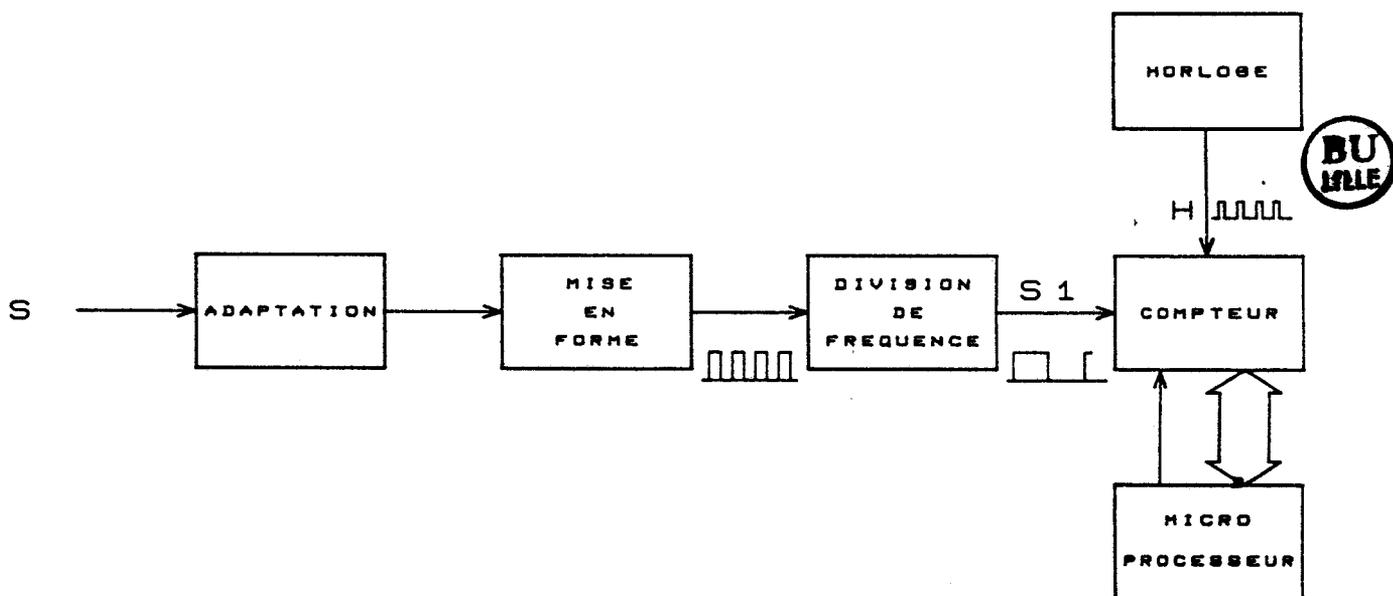


Figure 1 Dispositif de mesure de la fréquence

Le signal sinusoïdal *S* est transformé en un signal rectangulaire basse fréquence *S1*. Sur ordre du microprocesseur, le compteur fournit le nombre de périodes d'horloge compris dans la période de *S1*. La valeur de la fréquence du signal *S* est ensuite calculée en tenant compte des opérations effectuées au préalable.

De nombreux composants spécialisés peuvent réaliser la fonction comptage. Compte-tenu des performances demandées et des comptabilités nécessaires avec le microprocesseur employé pour la gestion complète du système, c'est le compteur programmable 6840 fabriqué par MOTOROLA qui est utilisé.

II. MISE EN OEUVRE

II.1. Adaptation du signal

Le signal fourni par le dispositif de mesure est sinusoïdal et d'amplitude 1 Volt crête à crête.

Le compteur programmable nécessite un signal rectangulaire de 5 Volts dont la fréquence est un sous multiple de celle du signal initial.

La figure 2 donne le schéma du montage utilisé pour générer le signal nécessaire au compteur.

Le rapport choisi entre la fréquence initiale et la fréquence mesurée est 10 . La période comparée à celle de l'étalon varie de 6,66ms (fréquence réelle de 15MHz) à 20ms (fréquence réelle de 5MHz).

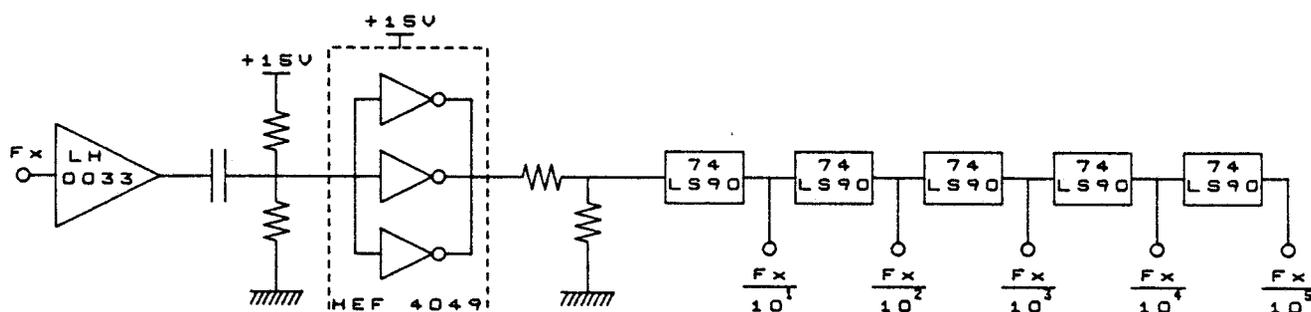


Figure 2 Adaptation du signal sinusoïdal

II.2. Programmation du compteur

Le timer 6840 offre diverses possibilités de fonctionnement. Dans l'application envisagée, il est utilisé en comparateur de fréquence. Le compteur génère une interruption si la période du signal est inférieure au temps de comptage préalablement déterminé par le contenu des registres tampons.

Le schéma synoptique de la figure 3 expose le type de fonctionnement choisi.

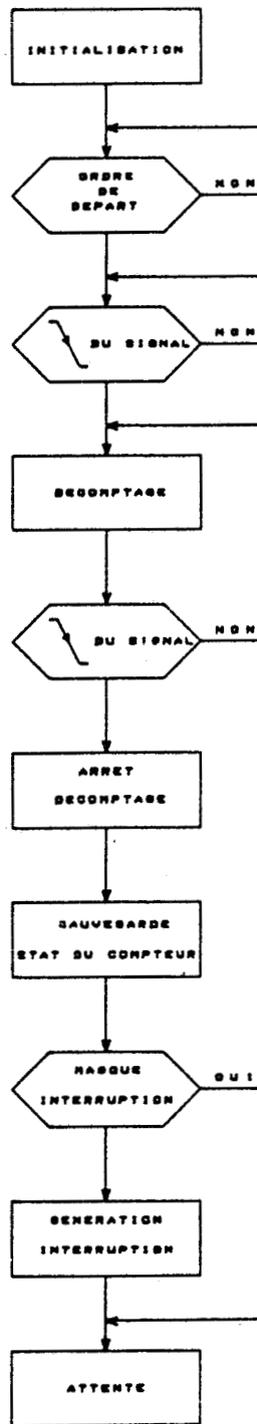


Figure 3 Gestion du compteur programmable

II.3. Gestion de la mesure

La programmation du timer et le calcul de la moyenne des mesures effectuées sont écrits en langage machine. Ce sous programme est accessible à partir du programme principal et fournit, en retour, la valeur de la fréquence mesurée. Cette valeur est affectée à une variable réelle parmi celles dont dispose l'interpréteur basic du micro-ordinateur.

Une présentation simplifiée de cette gestion est donnée figure 4 .

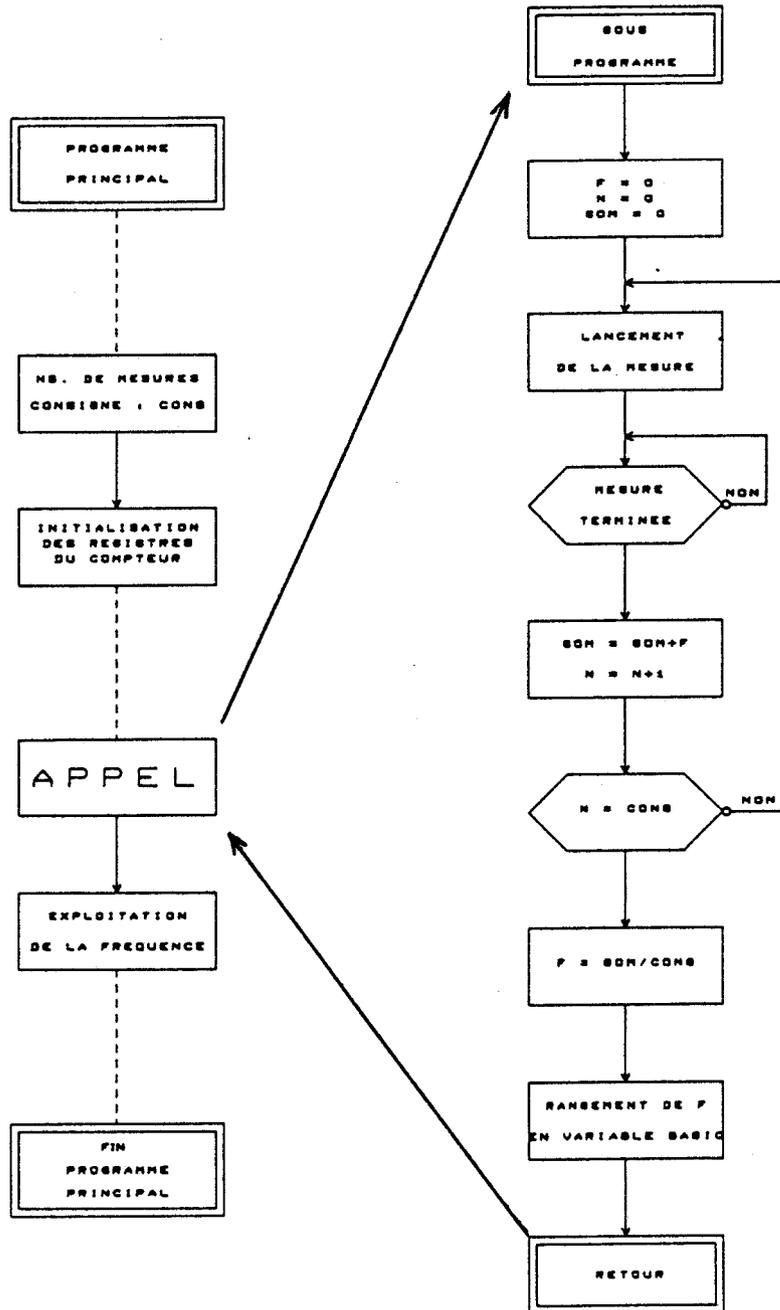


Figure 4 Gestion de la mesure de fréquence

III. RESULTATS OBTENUS

Les résultats issus du calcul de la fréquence sont comparés à la valeur affichée par le générateur synthétiseur. Les diverses informations sont ensuite imprimées (figure 5).

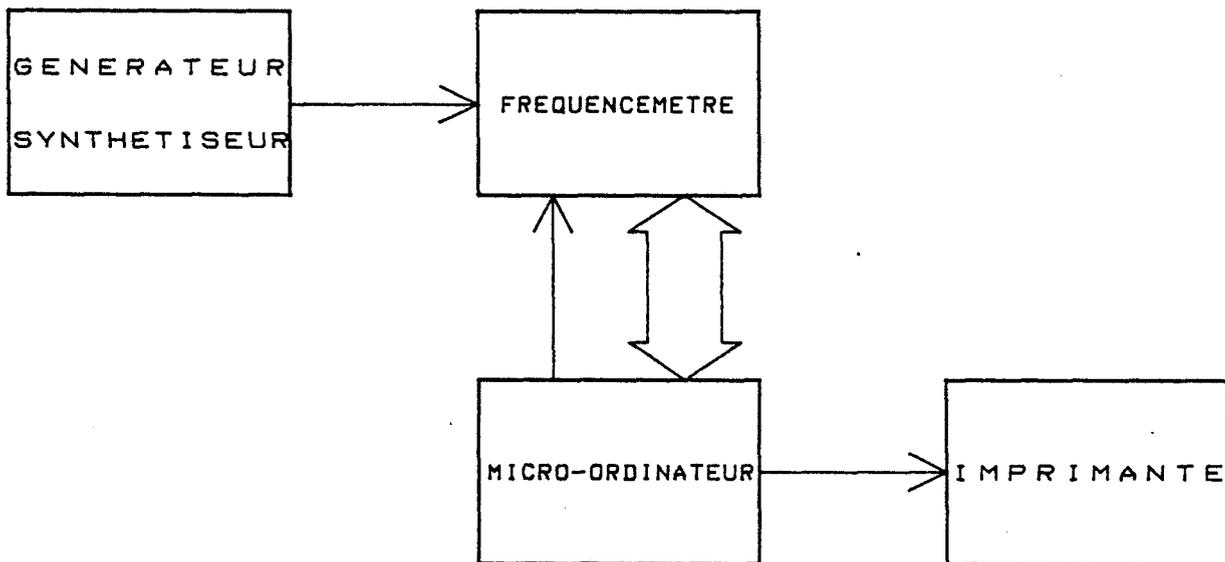


Figure 5 Dispositif de mesure des performances du fréquence-mètre réalisé

Le nombre de mesures prises pour obtenir la valeur moyenne est fixé à 100 pour ces essais. Il peut atteindre 255 et résulte d'un compromis entre la précision et le temps de mesure.

Le tableau 1 donne les résultats obtenus pour une fréquence de référence de 10MHz.

La fréquence est mesurée avec une précision de l'ordre de 0,1%. La durée de la mesure est de l'ordre de la seconde.

NB. DE CYCLES: 5
NB. DE MESURES PAR CYCLES: 100
FREQUENCE SYNTHETISEUR 10000 KHZ

ORIGINE DES TEMPS: 000833

1	9999.95402 KHZ	000835
2	10000.0149 KHZ	000837
3	9999.96417 KHZ	000839
4	9999.97432 KHZ	000841
5	9999.98447 KHZ	000843

FREQ. MOYENNE SUR 5 CYCLES: 9999.97838 KHZ

NB. DE CYCLES: 5
NB. DE MESURES PAR CYCLES: 100
FREQUENCE SYNTHETISEUR 9999 KHZ

ORIGINE DES TEMPS: 000941

1	9998.96962 KHZ	000943
2	9998.96962 KHZ	000945
3	9998.97977 KHZ	000947
4	9999.02036 KHZ	000950
5	9998.95947 KHZ	000952

FREQ. MOYENNE SUR 5 CYCLES: 9998.97977 KHZ

NB. DE CYCLES: 5
NB. DE MESURES PAR CYCLES: 100
FREQUENCE SYNTHETISEUR 10001 KHZ

ORIGINE DES TEMPS: 001018

1	10000.8676 KHZ	001020
2	10001.0402 KHZ	001022
3	10001.0097 KHZ	001025
4	10001.03 KHZ	001027
5	10001.0199 KHZ	001029

FREQ. MOYENNE SUR 5 CYCLES: 10000.9935 KHZ

Tableau 1 Vérification expérimentale des performances du dispositif
de mesure de fréquence

ANNEXE 4

**IMPLANTATION ET SCHEMAS DU DISPOSITIF DE MESURE
DES PROPRIETES ELECTRIQUES**

**ANNEXE 4 IMPLANTATION ET SCHEMAS DU DISPOSITIF DE MESURE
DES PROPRIETES ELECTRIQUES.**

Sont développées dans cette partie les principales fonctions nécessaires à la réalisation du dispositif décrit dans le chapitre I.

La liste des planches présentées est la suivante:

- Implantation générale et adresses des différentes cartes réalisées.
- Carte de décodage et de bufferisation.
- Carte de mesure de fréquence.
- Conductance négative et conductance positive asservie.

Les cartes supportant les circuits interfaces parallèles, PIA1 et PIA2 sont réalisées à partir d'éléments standards disponibles sur le marché.

Utilisant des circuits classiques, la carte de commande des relais (G_{nu}^+) et celle supportant les convertisseurs et le circuit de commande du moteur ne sont pas représentées.

* Les schémas et les circuits imprimés ont été réalisés à l'aide d'un logiciel de conception assistée par ordinateur [15].

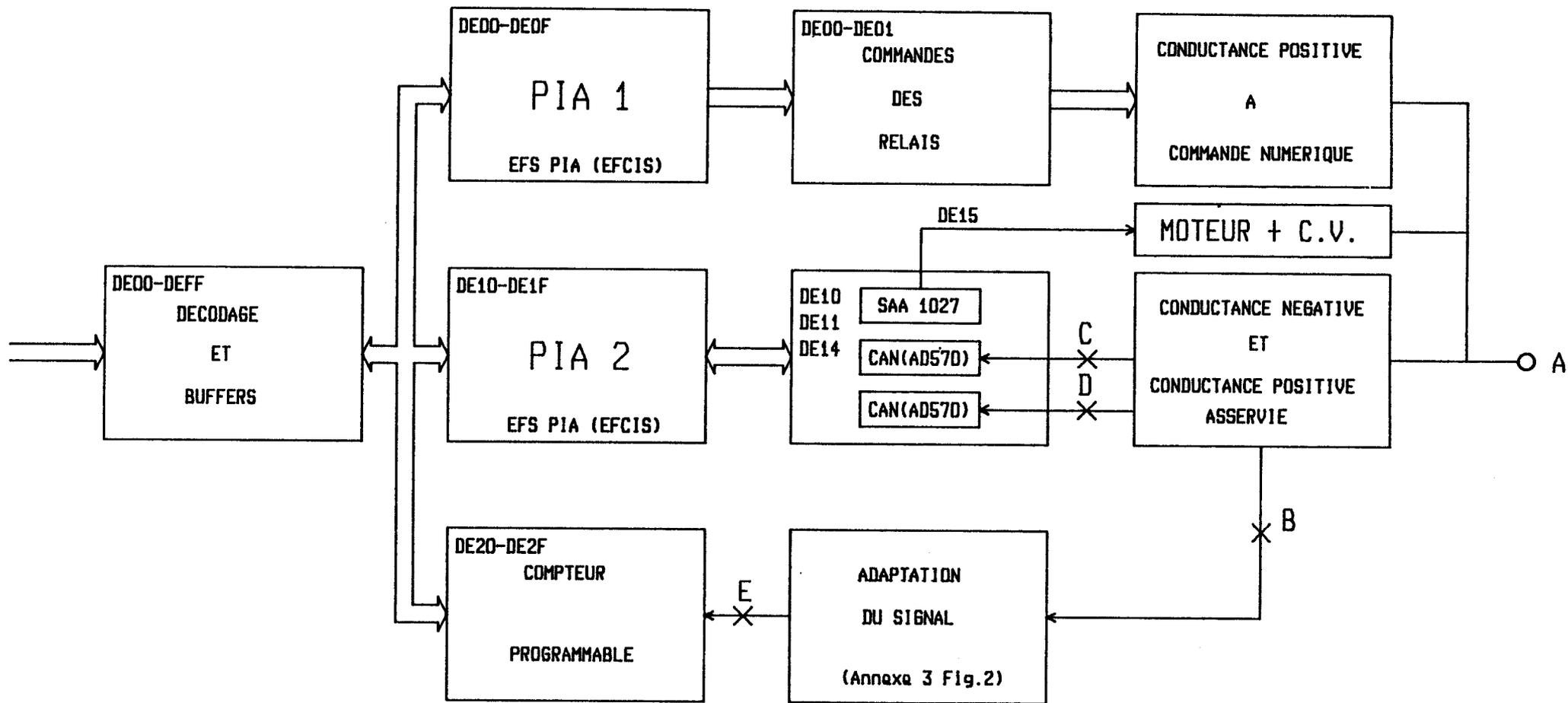


Figure 1 Implantation générale des différentes cartes réalisées.

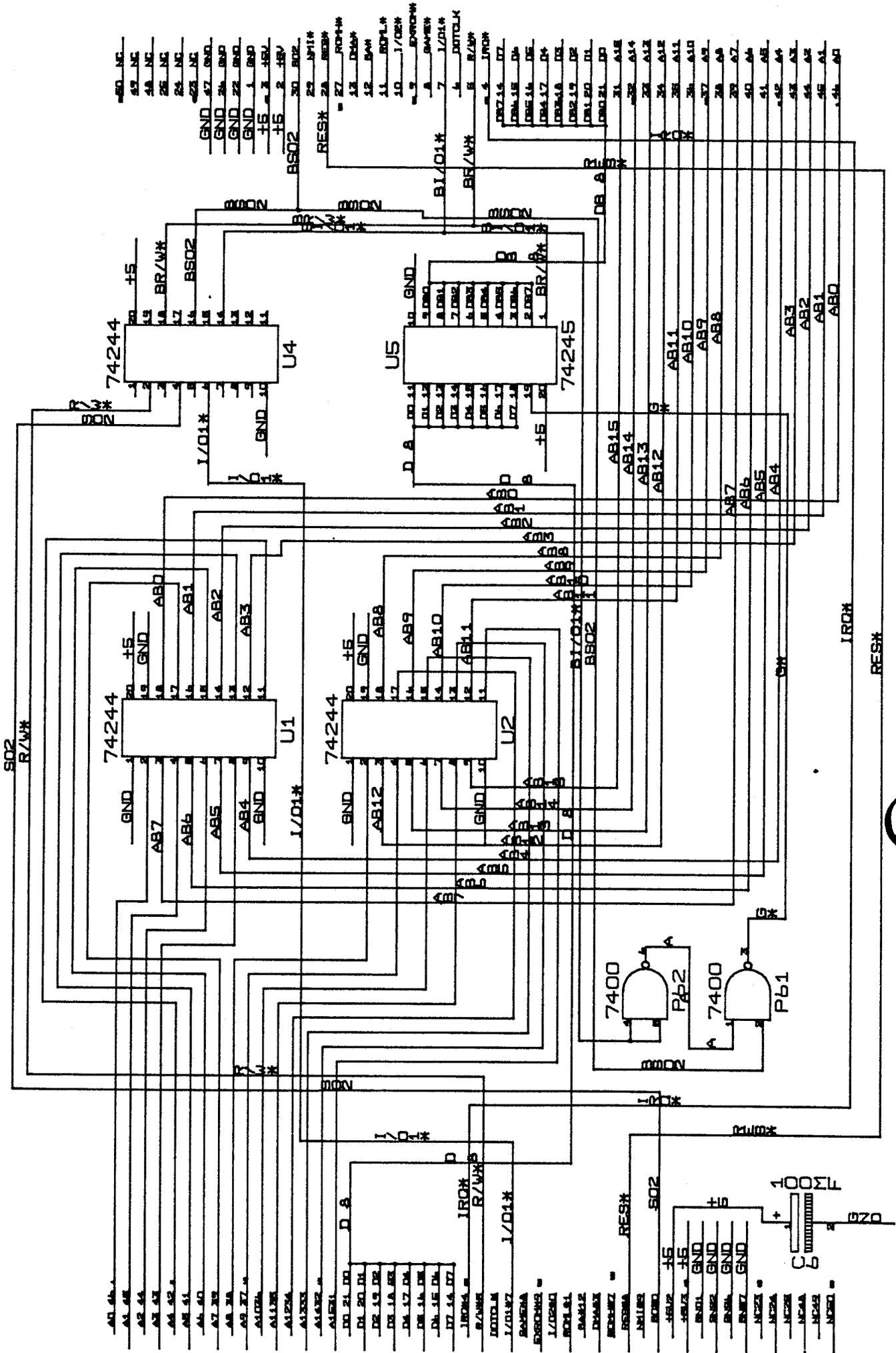


Figure 2 Carte de décodage et de buffering

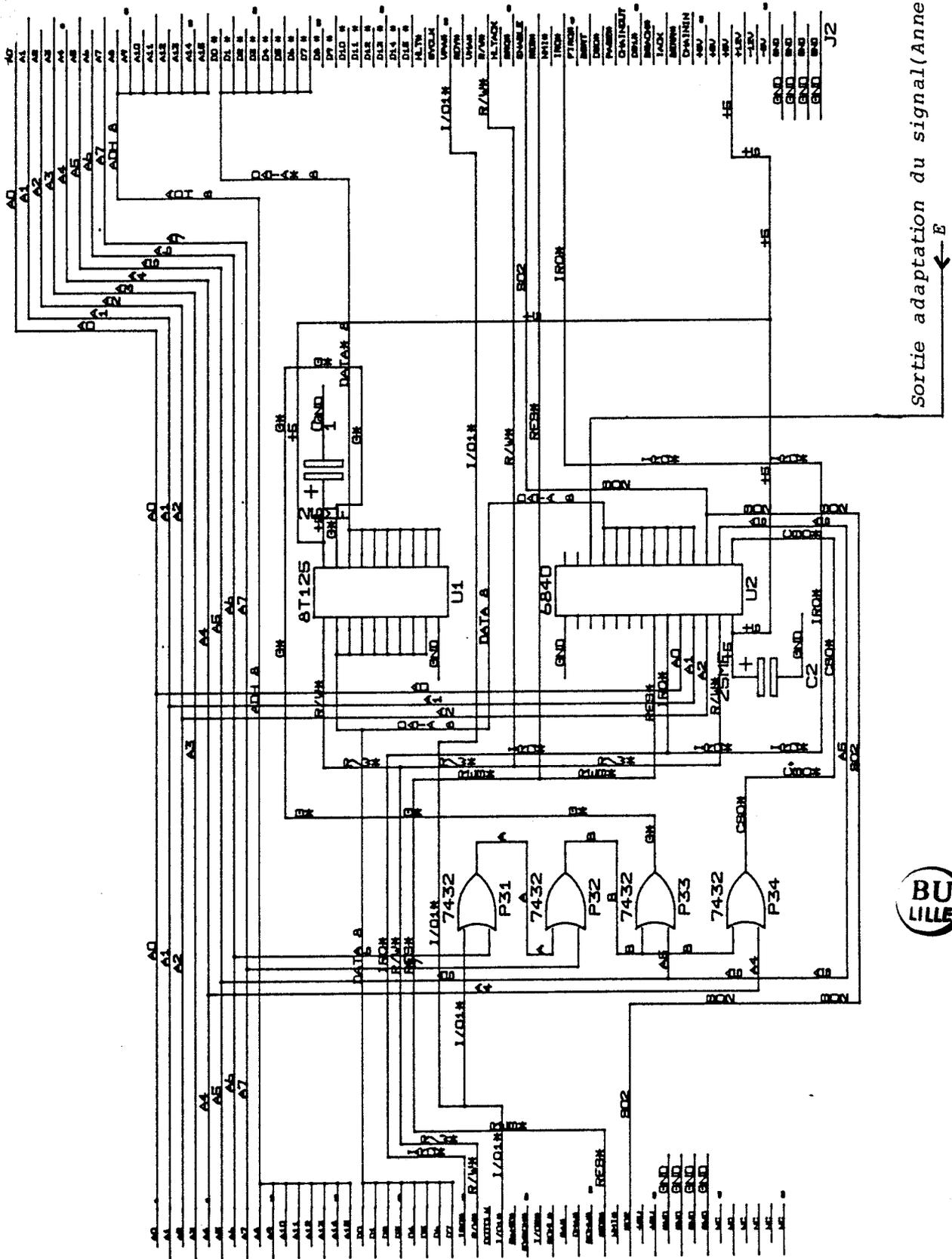


Figure 3 Carte supportant le compteur programmable

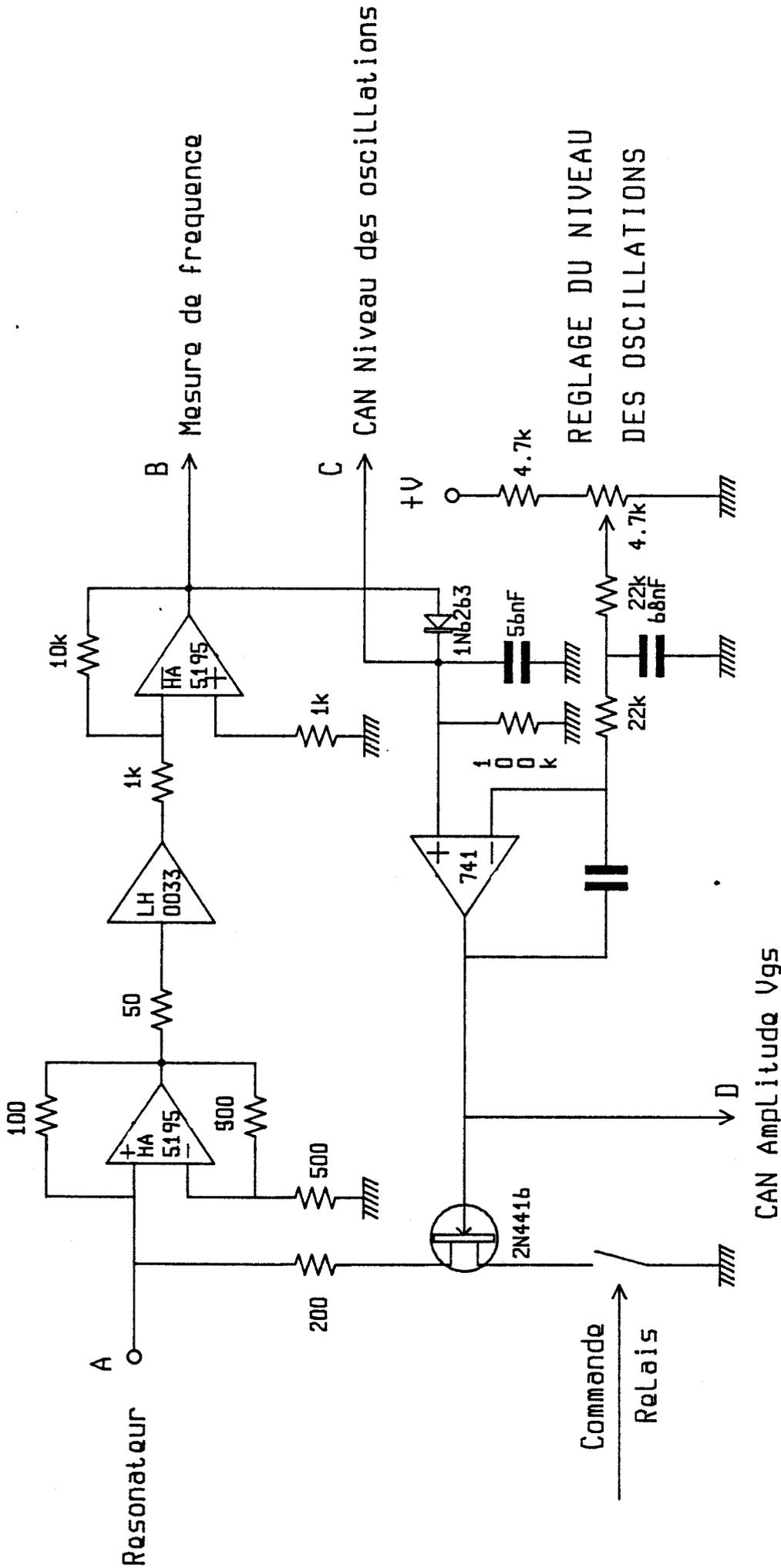


Figure 4 Conductance négative et conductance positive asservie

ANNEXE 5

CAPACITE THERMIQUE VOLUMIQUE EN FONCTION DU TAUX D'HUMIDITE

- CAS DU SABLE -

ANNEXE 5 : CAPACITE THERMIQUE VOLUMIQUE EN FONCTION DU TAUX
D'HUMIDITE - CAS DU SABLE -

Soient pour le sable sec, les paramètres suivants:

ρ_s : Masse volumique.

c_s : Chaleur massique.

v_s : Volume.

m_s : Masse.

$C_s = \rho_s c_s v_s$: Capacité thermique.

De la même manière, posons pour l'eau:

$\rho_e, c_e, v_e, m_e, C_e$ avec $C_e = \rho_e c_e v_e$

Pour un mélange sable-eau, la capacité thermique C vaut:

$$(1) \quad C = C_s + C_e$$

avec $C = \rho cv$

ρ = Masse volumique du mélange.

c = Chaleur massique du mélange.

v = volume du mélange.

Le taux d'humidité T_x est défini par:

$$(2) \quad T_x = \frac{m_e}{m_s}$$

$$(3) \quad \text{soit } T_x = \frac{\rho_e v_e}{\rho_s v_s}$$

La capacité thermique du mélange peut s'écrire sous la forme de la relation (4).

$$(4) \quad C = \rho_s c_s v_s + \rho_e c_e v_e$$

soit en fonction T_x grâce à (3)

$$(5) \quad C = \rho_s v_s (c_s + T_x c_e)$$

En supposant que $c_e = kc_s$, on obtient la relation (6)

$$(6) \quad C = \rho_s v_s c_s (1 + kT_x) = \rho cv$$

En appelant C_0 la capacité thermique volumique du mélange, on obtient:

$$(7) \quad C_0 = \rho c = \frac{v_s}{v} \rho_s c_s (1 + kT_x)$$

En considérant que le volume de l'ensemble diffère peu du volume du sable sec, on peut alors poser:

$$(8) \quad C_0 \approx \rho_s c_s (1 + kT_x)$$

Le terme $\rho_s c_s$ représente la capacité thermique volumique C_{0s} du sable sec.

Moyennant ces approximations, la capacité thermique volumique du mélange est donnée par la relation (9)

$$(9) \quad C_0 \approx C_{0s} (1 + kT_x)$$

avec $0,05 \leq T_x \leq 0,2$

Pour des valeurs de k proches de 1, C_0 peut se mettre sous la forme:

$$(10) \quad C_0 \approx C_{0s} (1 + T_x)$$

TABLE DES MATIERES

	<u>Page</u>
<u>INTRODUCTION</u>	1
<u>CHAPITRE I : UTILISATION DU RESONATEUR A CONDUCTANCE NEGATIVE</u> ...	4
<u>POUR LA MESURE DE DIPOLES ELECTRIQUES.</u>	
<u>I.1. Rappels des principes de fonctionnement des dispositifs à</u> <u>conductance négative.</u>	5
I.1.1. Principe de l'oscillateur à conductance négative.....	5
I.1.2. Mesure d'un dipôle inconnu à partir d'un résonateur.....	7
I.1.2.1. Mesure directe.	
I.1.2.2. Mesure par substitution.	
a) Valeur de la susceptance.	
b) Valeur de la conductance.	
I.1.2.3. Mesure à fréquence variable.	
a) Valeur de la susceptance.	
b) Valeur de la conductance.	
I.1.3. Analyse critique des études antérieures.....	11
I.1.3.1. Etude à conductance négative fixe.	
I.1.3.2. Etude à conductance négative variable.	
I.1.3.3. Dispositif utilisant une bobine électronique.	
I.1.3.4. Conclusion.	
I.1.4. Perspectives d'une nouvelle réalisation.....	14
I.1.4.1. Les gammes de mesure.	
I.1.4.2. Automatisation et gestion numérique.	
<u>I.2. Dispositif réalisé</u>	16
I.2.1. Organisation générale.....	16
I.2.2. Gestion de l'énergie mise en jeu.....	17
I.2.2.1. "Conductance négative" programmable.	
I.2.2.2. Recherche automatique des oscillations.	
I.2.3. Réalisation des différentes conductances.....	21
I.2.3.1. Conductance négative fixe.	
I.2.3.2. Conductance positive numérique G_{nu}^+ .	
a) Commande numérique de la conductance G_{nu}^+ .	
b) Influence des dispositifs de commutation.	
c) Prise en compte des éléments parasites.	
I.2.3.3. Conductance positive asservie G_{an}^+ .	

I.2.4. Dispositifs annexes.....	26
I.2.4.1. Dispositif de mesure de fréquence.	
I.2.4.2. Dispositif de réglage de la fréquence.	
I.2.4.3. Mesures de tension.	
I.2.4.4. Implantation générale.	
I.2.5. Résultats obtenus.....	30
I.2.5.1. Mesures de dipôles connus	
a) Dipôles capacitifs purs.	
b) Dipôles parallèles.	
I.2.5.2. Permittivité complexe de corps connus.	

CHAPITRE II : MESURE DES PROPRIETES THERMIQUES DES MATERIAUX NON.....36

METALLIQUES.

<u>II.1. Rappels sur les transferts thermiques dans un matériau homogène...</u>	37
<u>II.2. Description de la méthode de mesure.....</u>	40
II.2.1. Générateur de flux thermique asservi.....	40
II.2.2. Dispositif de mesure.....	41
II.2.3. Environnement de l'échantillon.	42
<u>II.3. Obtention des paramètres λ et C_0 du matériau.....</u>	45
II.3.1. Utilisation de la loi de variation théorique.....	45
II.3.2. Résultats obtenus.....	45
a) Régime transitoire.	
b) Régime permanent.	
II.3.3. Etude du générateur de flux thermique.....	47
II.3.4. Influence de l'environnement de l'échantillon.	52
a) Régime transitoire.	
b) Régime permanent.	

CHAPITRE III : INFLUENCE DE L'HUMIDITE SUR LES CARACTERISTIQUES.....59

ELECTRIQUES ET THERMIQUES DE QUELQUES MATERIAUX

NON METALLIQUES.

<u>III.1. Rappels sur les propriétés électriques et thermiques des.....</u>	60
<u>matériaux non métalliques.</u>	
III.1.1. Propriétés électriques.....	60
III.1.2. Propriétés thermiques.....	62
<u>III.2. Etude expérimentale de l'influence de l'humidité sur les.....</u>	63
<u>caractéristiques électriques et thermiques de quelques</u>	
<u>matériaux non métalliques.</u>	
III.2.1. Influence de l'humidité sur les caractéristiques.....	63
électriques du sable.	

III.2.2. Influence de l'humidité sur les caractéristiques thermiques du sable.....	67
III.2.3. Mesures des caractéristiques électriques et thermiques d'un corps poreux.....	71
a) Paramètres électriques ($F = 10\text{MHz}$).	
b) Paramètres thermiques ($\phi = 225/\text{m}^2$).	
(e = 16mm).	
<u>III.3. Conclusions sur la caractérisation des matériaux non métalliques en milieu humide.</u>	73
<u>CONCLUSION</u>	75
BIBLIOGRAPHIE	80
ANNEXES	83

FIGURES

	Page
I.1. Résonateur parallèle réel.	5
I.2. Résonateur associé à la conductance négative.	6
I.3. Admittance équivalente au dipôle inconnu.	7
I.4. Résonateur associé au dipôle inconnu.	8
I.5. a) Dispositif à conductance négative fixe.	12
b) Dispositif à conductance négative numérique.	
c) Dispositif à bobine numérique.	
I.6. Présentation générale du dispositif réalisé.	16
I.7. Structure de la conductance négative programmable.	18
I.8. Structure de la $j^{\text{ième}}$ décade de G_{nu}^+ .	22
I.9. Structure finale de la $j^{\text{ième}}$ décade de G_{nu}^+ .	24
I.10. Conductance positive asservie.	25
I.11. Dispositif de réglage de la fréquence.	28
I.12. Synoptique général du dispositif complet.	29
I.13. Organigramme de la mesure de dipôle.	31
II.1. Echantillon soumis à un flux thermique Φ .	37
II.2. Générateur de flux thermique asservi.	41
II.3. Présentation générale du banc de mesures thermiques.	42
II.4. Environnement de l'échantillon.	43
II.5. Vue de dessus du support d'échantillon.	44
II.6. Etude de la "charge 1".	51
II.7. Structure finale du support d'échantillon.	57

GRAPHES

	Page
II.1. Réponse idéale à un échelon de flux thermique.	46
II.2. Réponse enregistrée pour un échantillon de plexiglass de 10mm d'épaisseur.	46
II.3. Réponse enregistrée pour deux structures de la "charge 2" (sable humide).	49
II.4. Réponse enregistrée pour deux structures de la "charge 1" (échantillon de duraluminium).	49
II.5. Influence du matériau utilisé pour le cadre. Cas du sable sec.	53
II.6. Influence du matériau utilisé pour le cadre. Cas du sable humide.	53
II.7. Isothermes (a) et lignes de flux (b) dans le cas du cadre en duraluminium (simulation du régime permanent).	55
II.8. Isothermes (a) et lignes de flux (b) dans le cas du cadre en bois (simulation du régime permanent).	55
II.9. Isothermes (a) et lignes de flux (b) avec isolant et cadre en bois (simulation du régime permanent).	56
II.10. Réponse enregistrée avec le sable sec (structure de la figure II.7).	57
III.1. Evolution de ϵ'' en fonction de la fréquence pour un mélange sable-eau à 5%.	61
III.2. Evolution de ϵ' en fonction de la fréquence pour un mélange sable-eau à 5%.	61
III.3. $\epsilon' = f(Tx)$ dans le cas du sable.	65
III.4. $\sigma = f(Tx)$ dans le cas du sable.	66
III.5. $\frac{\epsilon' - \epsilon'(0)}{\epsilon'(0)} = f(Tx)$ dans le cas du sable.	67
III.6. $\lambda = f(Tx)$ dans le cas du sable.	68
III.7. $C0 = f(Tx)$ dans le cas du sable.	69
III.8. Evolution des conductivités électriques et thermiques du sable plus ou moins humide.	71
III.9. Réponse enregistrée dans le cas de la zéolithe 4A hydratée à environ 10%.	72

TABLEAUX

	Page
I.1. Variations de la fréquence des oscillations pour deux variations de capacité.	26
I.2. Mesure de dipôles capacitifs purs.	32
I.3. Mesure de dipôles parallèles.	33
I.4. Mesure de la permittivité de corps connus.	34
III.1. Valeurs mesurées de ϵ' et σ pour le sable en fonction de T_x .	65
III.2. Valeurs mesurées de λ , b et C_0 pour le sable en fonction de T_x .	68

