Laboratoire Génie Civil et géoEnvironnement Lille Nord de France

UNIVERSITÉ D'ARTOIS

Année 2014 **N° d'ordre** |_|_|_|_|_|_|_|_|_|_|

THÈSE

Université d'Artois
Faculté des Sciences Appliquées de Béthune

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ

Spécialité : Sciences pour l'ingénieur
Option : Génie Civil

Par

Radhouan DERBAL

DÉVELOPPEMENT D'UNE MÉTHODE INVERSE DE CARACTÉRISATION THERMIQUE

APPLICATION À L'ESTIMATION DES PROPRIÉTÉS THERMOPHYSIQUES ET HYDRIQUES DES MATÉRIAUX DE CONSTRUCTION

Soutenue le 03 Décembre 2014 devant le jury composé de :

Messieurs :

Ton Hoang MAI	Rapporteur
Rafik BELARBI	Rapporteur
Emmanuel ANTCZAK	Examinateur
Laurent MARMORET	Examinateur
Didier DEFER	Directeur de thèse
Alexis CHAUCHOIS	Encadrant

ARTOIS COMM. Communauté d'Agglomération de l'Artois www.artoiscomm.fr

RÉGION Nord-Pas de Calais

Remerciements

Les travaux de cette thèse ont été essentiellement réalisés au sein de l'équipe Habitat du Laboratoire Génie Civil et géo-Environnement (LGCgE) –Lille Nord de France dans les locaux de la FSA de Béthune. Le professeur Didier DEFER, directeur de l'antenne de Béthune de ce laboratoire, mais aussi directeur de thèse, m'a été toujours d'un soutien inconditionnel et infaillible tout comme mon encadrant Alexis CHAUCHOIS l'était aussi. Ils étaient le noyau de ce travail de longue haleine ; l'un comme l'autre je ne trouverai jamais assez de mots pour leur exprimer ma sincère gratitude. Aussi, je remercie le professeur Emmanuel ANTCZAK pour son aide, le support et le travail accompli pour faire avancer cette thèse mais aussi pour son apport scientifique.

Les Professeurs, Rafik BELARBI de l'Université de la Rochelle et Ton Hoang MAI de l'Université de Reims, m'ont offert de leur temps précieux en acceptant de rapporter ce travail. Je tiens à les remercier pour cela ainsi que pour tout l'intérêt qu'ils ont porté à cette étude. Je remercie vivement monsieur Laurent MARMORET, Maître de conférence à l'Université de Picardie, de m'avoir fait l'honneur d'examiner de prêt ce travail, ainsi que pour les échanges aussi utiles que sympathiques.

Les ingénieurs et chercheurs : Franck BRACHELET, Philippe HERIN ainsi que Thierry CHARTIER m'ont apporté, à moi et à ce travail, une aide quasi quotidienne ; sans eux cette étude n'aurait pas fait tout son chemin. Je tiens à les féliciter pour leur travail et leur exprimer ma joie d'avoir travailler avec eux et toute ma gratitude.

La Région Nord-Pas-de-Calais via son Conseil ainsi que la Communauté de communes « Artois-comm » ont accepté de financer ce travail de recherche, je tiens à les remercier pour leur soutien et j'espère que mon travail va dans le sens de la valorisation de la recherche dans cette région accueillante.

Le personnel de recherche, notamment Magalie HOULETTE, ainsi que les anciens et actuels collègues, ont tous contribué, chacun à sa manière, à l'aboutissement de ce travail. Je leur exprime ma sincère reconnaissance ainsi qu'à toute l'équipe Habitat du LGCgE.

Un grand merci aux amis et à la famille…

Sommaire

Sommaire :

RÉSUMÉ **13**

NOMENCLATURE **19**

INTRODUCTION **27**

CHAPITRE 1 : CONTEXTE ET ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE **36**

1 CONTEXTE : **37**

1.1 CONTEXTE GENERAL : 37

1.1.1 Enjeux Socio-économiques : *37*

1.1.2 Enjeux sanitaires, environnementaux et industriels : *37*

1.1.3 Évolution chronologique des règlementations nationales et internationales : *38*

1.2 CONTEXTE SCIENTIFIQUE : 42

2 ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE : **46**

2.1 INTRODUCTION : 46

2.2 MATERIAUX ET GRANDEURS : 48

2.3 METHODES DE CARACTERISATION THERMIQUE DES MATERIAUX : 49

2.3.1 Classification : *49*

2.3.2 Méthodes : *50*

2.4 METHODES DE CARACTERISATION HYDRIQUE DES MATERIAUX : 58

2.4.1 Méthodes gravimétriques : *58*

2.4.2 Méthodes à sondes : *59*

2.5 POSITIONNEMENT DU TRAVAIL : 65

CHAPITRE 2 : ASPECTS THEORIQUES ET NUMERIQUES **75**

1 RAPPELS THEORIQUES : **77**

1.1 NOTIONS DE TEMPERATURE ET D'ENERGIE : 77

1.2 MODES DE TRANSFERT : 79

1.2.1 Loi de Fourier : *79*

1.2.2 Transfert par conduction : *80*

1.2.3 Transfert par convection : *81*

1.2.4 Transfert par rayonnement : *82*

1.3 BILAN THERMIQUE : 83

2 ÉTUDE NUMERIQUE : **86**

2.1 METHODES NUMERIQUES : 86

2.2 METHODE DES DIFFERENCES FINIES : 88

2.2.1 Aperçu : ... *88*
2.2.2 Discrétisation de l'équation de la chaleur : ... *89*
2.2.3 Validation : ... *92*
2.3 L'OPTIMISATION : ... 93
2.3.1 Formulation mathématique : ... *95*
2.3.2 Méthodes directes : Simplexe de Nelder-Mead : ... *96*
2.3.3 Méthodes de descente : ... *97*
2.4 L'ANALYSE INVERSE : ... 104
2.4.1 Aperçu et domaines d'application : ... *104*
2.4.2 Notion de problème inverse de transfert de chaleur : ... *106*
2.4.3 Méthodes de résolution du problème inverse de transfert de chaleur : ... *108*
2.4.4 Application de l'analyse inverse : cas d'étude : ... *108*
2.5 ÉTUDE DE SENSIBILITE : ... 113
2.5.1 Approche statistique : ... *114*
2.5.2 Fonction sensibilité : ... *114*
2.5.3 Application aux cas d'étude présents : ... *116*

3 CONCLUSION : ... 133

CHAPITRE 3 : ASPECTS EXPERIMENTAUX ET DISCUSSION DES RESULTATS ... 137

1 INTRODUCTION : ... 139

2 INSTRUMENTATION : ... 140

2.1 CAPTEURS DE TEMPERATURE : ... 140
2.1.1 Thermocouples type T : ... *140*
2.1.2 Thermomètre à résistance de platine (Pt100) : ... *142*
2.1.3 Montage en différentiel : ... *143*
2.2 CAPTEURS DE FLUX : ... 144
2.3 ÉLEMENTS DU DISPOSITIF EXPERIMENTAL : ... 146
2.3.1 Les centrales d'acquisition : ... *147*
2.3.2 Ordinateur de contrôle : ... *148*
2.3.3 Résistance chauffante : ... *149*
2.3.4 Boîte d'essai : ... *150*

3 ÉTALONNAGE : ... 150

3.1 ÉTALONNAGE DES FLUXMETRES : ... 151
3.1.1 Sensibilité des fluxmètres : ... *151*
3.1.2 Erreurs sur mesures fluxmétriques : ... *154*
3.2 ÉTALONNAGE DES CHAINES DE MESURE : ... 156
3.2.1 Chaîne avec Keithley2700 : ... *156*

3.2.2 Chaîne avec GL820 : ... *159*

4 ESSAIS PRELIMINAIRES : ... **161**

4.1 METHODE DE DETERMINATION DES PROPRIETES THERMOPHYSIQUES : ... 162

4.1.1 Dispositif expérimental pour essais préliminaires : ... *162*

4.1.2 Calcul des propriétés thermophysiques : ... *163*

4.2 MATERIAUX TESTES : ... 166

4.2.1 Polychlorure de vinyle (PVC) : ... *166*

4.2.2 Polystyrène expansé (EPS) : ... *167*

4.2.3 Plâtre : ... *168*

4.2.4 Béton : ... *169*

4.2.5 Sable : ... *169*

4.2.6 Béton cellulaire : ... *170*

4.3 RESULTATS DES ESSAIS PRELIMINAIRES : ... 171

4.3.1 Sans modification de la teneur en eau : propriétés quasi constantes ... *171*

4.3.2 Avec variation de teneurs en eau : propriétés des matériaux évolutives ... *172*

5 ESSAIS ... **177**

5.1 DISPOSITIF EXPERIMENTAL : ... 177

5.2 ESSAIS SUR LES MULTICOUCHES DE PVC, EPS, PLATRE ET BETON : ... 179

5.3 ESSAIS SUR SABLE : ... 190

5.4 ESSAIS SUR UNE PAROI EN BETON CELLULAIRE : ... 196

6 CONCLUSION ... **201**

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES ... **202**

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES ... **202**

Table des figures :

FIGURE 1: ZONE DE MESURE/ZONE DE GARDE : CONDITION GEOMETRIQUE SUR EPROUVETTES ($E \geq \varepsilon$) ... 51

FIGURE 2 : METHODE DE LA PLAQUE CHAUDE GARDEE : SCHEMA DE PRINCIPE (A GAUCHE), DISPOSITIF (A DROITE) ... 51

FIGURE 3 : METHODE FLUXMETRIQUE : DISPOSITION FLUXMETRE/EPROUVETTE. ... 52

FIGURE 4 : METHODE FLUXMETRIQUE : DIFFERENTES DISPOSITIONS DE L'APPAREIL. ... 53

FIGURE 5 : METHODE DE LA BOITE CHAUDE GARDEE : DISPOSITIF (A GAUCHE), SCHEMA DE PRINCIPE (A DROITE). ... 54

FIGURE 6 : METHODE DU FIL CHAUD : SCHEMA DE MONTAGE (A GAUCHE), SCHEMA DES TRANSFERTS (A DROITE) ... 56

FIGURE 7 : METHODE FLASH : SCHEMA DE PRINCIPE (A GAUCHE) SCHEMA PHYSIQUE (A DROITE) ... 57

FIGURE 8 : SCHEMA DE PRINCIPE DU REFLECTOMETRE A DOMAINE TEMPOREL (TDR) ... 61

FIGURE 9 : SCHEMA DE LA METHODE : SONDE A NEUTRONS ET SYSTEME DE COMPTAGE. ... 63

FIGURE 10 : COMPARAISON DES POINTS EXPERIMENTAUX DE LA CHALEUR MASSIQUE AU MODELE THEORIQUE. 70
FIGURE 11 : COMPARAISON DES POINTS EXPERIMENTAUX DE LA CONDUCTIVITE THERMIQUE AU MODELE DE KERSTEN. 70
FIGURE 12 : VOLUME ET SURFACE DE CONTROLE 84
FIGURE 13 : MAILLAGE D'UN DOMAINE POUR APPLICATION DE DIFFERENCES FINIES 89
FIGURE 14 : EXEMPLE D'ETUDE POUR VALIDATION DU MODELE NUMERIQUE PAR DIFFERENCE FINIES. 93
FIGURE 15 : COMPARAISON DES TEMPERATURES EXACTES ET NUMERIQUES POUR LA VALIDATION DU MODELE PAR DIFFERENCE FINIES. 93
FIGURE 16 : TRANSFORMATIONS APPLIQUEES A UN SIMPLEXE LORS D'UNE OPTIMISATION PAR LA METHODE NELDER-MEAD SIMPLEX. 97
FIGURE 17 : CONFIGURATION DU TRICOUCHE ET DETAILS DE DISCRETISATION. 109
FIGURE 18 : SCHEMA D'ESTIMATION PARAMETRIQUE (PROPRIETES THERMOPHYSIQUES) PAR METHODE INVERSE. 111
FIGURE 19 : SCHEMA D'ESTIMATION PARAMETRIQUE (TENEURS EN EAU) PAR METHODE INVERSE. 113
FIGURE 20 : SENSIBILITE D'UN MODELE EXPRIMEE EN FONCTION DE SES ENTREES ET SORTIES. 115
FIGURE 21 : TEMPERATURES IMPOSEES ET SIMULEES DANS LE CAS D'UN TRICOUCHE PVC/EPS/PVC. 117
FIGURE 22 : DISTRIBUTION DES PARAMETRES D'ENTREE $\boldsymbol{P}$ (N=200 ESTIMATIONS). 119
FIGURE 23 : DISTRIBUTION DES PARAMETRES DE SORTIE $\boldsymbol{P'}$ (N=200 ESTIMATIONS). 119
FIGURE 24 : SENSIBILITE DU MODELE NUMERIQUE VIS-A-VIS DE LA CONDUCTIVITE THERMIQUE. 121
FIGURE 25 : SENSIBILITE DU MODELE NUMERIQUE VIS-A-VIS DE LA CHALEUR SPECIFIQUE VOLUMIQUE 121
FIGURE 26 : CORRELATION DES SENSIBILITES. 122
FIGURE 27 : TEMPERATURES EXACTES COMPAREES AUX TEMPERATURES BRUITEES ET LES RESIDUS RESULTANTS AUX INTERFACES 1 ET 2 LORS DE L'UNE DES 100 ESTIMATIONS. 124
FIGURE 28 : DISTRIBUTION DES PARAMETRES ESTIMES (N=100 ESTIMATION). 125
FIGURE 29 : LE MULTICOUCHE TESTE ET DETAILS DE DISCRETISATION. 126
FIGURE 30 : TEMPERATURES IMPOSEES ($\boldsymbol{T_B}$ ET $\boldsymbol{T_U}$) ET TEMPERATURES SIMULEES PAR LE MODELE NUMERIQUE POUR L'ETUDE DE SENSIBILITE. 127
FIGURE 31 : SENSIBILITE DU MODELE NUMERIQUE VIS-A-VIS DE Ω_1 AUX NŒUDS M1, M2, M3 ET M4 127
FIGURE 32 : SENSIBILITE DU MODELE NUMERIQUE VIS-A-VIS DE Ω_2 AUX NŒUDS M1, M2, M3 ET M4 128
FIGURE 33 : SENSIBILITE DU MODELE NUMERIQUE VIS-A-VIS DE Ω_3 AUX NŒUDS M1, M2, M3 ET M4 128
FIGURE 34 : SENSIBILITE DU MODELE NUMERIQUE VIS-A-VIS DE Ω_4 AUX NŒUDS M1, M2, M3 ET M4 128
FIGURE 35 : DISTRIBUTION DES VALEURS DES PARAMETRES INITIAUX (ENTREES) (TENEURS EN EAU W) 130
FIGURE 36 : DISTRIBUTION DES VALEURS DES PARAMETRES ESTIMES (SORTIES) (TENEURS EN EAU W') 130
FIGURE 37 : PRINCIPE DE MESURE D'UN THERMOCOUPLE TYPE T. 142
FIGURE 38 : SONDE PT100 [117]. 143
FIGURE 39 : PT100-WIKA CTH6500. 143
FIGURE 40 : MONTAGE EN DIFFERENTIEL POUR UNE MESURE DE TEMPERATURE. 144
FIGURE 41 : FLUXMETRE ET DETAILS DE COMPOSITION (CELLULE THERMOELECTRIQUE) 146
FIGURE 42 : CHAINE DE MESURE AVEC DETAILS DE LA BOITE D'ESSAI. 146
FIGURE 43 : CENTRALES D'ACQUISITION UTILISEES. 147

FIGURE 44 : SCHEMA DE CABLAGE DE LA CARTE DU KEITHLEY 2700. 148
FIGURE 45 : GENERATION DU FLUX THERMIQUE AVEC UNE RESISTANCE PLANE. 149
FIGURE 46 : SCHEMA DU DISPOSITIF D'ETALONNAGE A « FLUX NUL » DU FLUXMETRE. 151
FIGURE 47 : TENSION DETECTEE EN FONCTION DE LA DENSITE DE FLUX IMPOSEE (FLUXMETRE 107) ET DROITE DE REGRESSION LINEAIRE. 153
FIGURE 48 : TENSION DETECTEE EN FONCTION DE LA DENSITE DE FLUX IMPOSEE (FLUXMETRE 109) ET DROITE DE REGRESSION LINEAIRE. 154
FIGURE 49 : ÉTALONNAGE DE LA CHAINE DE MESURE AVEC KEITHLEY 2700 : TEMPERATURES ENREGISTREES. 158
FIGURE 50 : ÉTALONNAGE DE LA CHAINE DE MESURE AVEC GL820 : TEMPERATURES ENREGISTREES. 160
FIGURE 51: ÉTALONNAGE DU 1ER THERMOCOUPLE TC1 PAR RAPPORT A LA PT100 DE REFERENCE : TEMPERATURE, ECARTS ET POLYNOME DE TENDANCE. 161
FIGURE 52 : DISPOSITIF EXPERIMENTAL POUR ESSAIS PRELIMINAIRES. 163
FIGURE 53: DENSITES DE FLUX TRAVERSANT LA FACE HAUTE ET BASSE DE L'ECHANTILLON ET LEUR SOMME 164
FIGURE 54: TEMPERATURES DE LA FACE HAUTE ET BASSE DE L'ECHANTILLON ET LEUR DIFFERENCE. 164
FIGURE 55: PLAQUES EN PVC. 167
FIGURE 56: PLAQUES DE POLYSTYRENE EXPANSE (EPS). 167
FIGURE 57: PLATRE ET PLAQUE DE PLATRE TESTEE 168
FIGURE 58: PLAQUE DE BETON TESTEE. 169
FIGURE 59: COURBE GRANULOMETRIQUE DU MATERIAU TESTE (SABLE FIN). 170
FIGURE 60: CARREAU DE BETON CELLULAIRE ($60\times25\times10$ CM^3) 170
FIGURE 61: CONDUCTIVITE THERMIQUE DU SABLE EN FONCTION DE LA TENEUR EN EAU : CONFRONTATION DES RESULTATS DE CHAUCHOIS ET KERSTEN. 173
FIGURE 62: CHALEUR SPECIFIQUE VOLUMIQUE DU SABLE EN FONCTION DE LA TENEUR EN EAU. 173
FIGURE 63: CARREAU DE BETON CELLULAIRE ENVELOPPE DANS UN FILM ETANCHE POUR ESSAIS PRELIMINAIRES. 174
FIGURE 64: CONDUCTIVITE THERMIQUE DU CARREAU DE BETON CELLULAIRE EN FONCTION DE LA TENEUR EN EAU. 176
FIGURE 65: CHALEUR SPECIFIQUE VOLUMIQUE DU CARREAU DE BETON CELLULAIRE EN FONCTION DE LA TENEUR EN EAU. 176
FIGURE 66: SCHEMA DU DISPOSITIF EXPERIMENTAL POUR ESSAIS EN CONDITIONS DE LABORATOIRE. 179
FIGURE 67: DISPOSITIF EXPERIMENTAL POUR ESSAIS EN CONDITIONS IN-SITU. 179
FIGURE 68: SCHEMA DES TRICOUCHES TESTES 180
FIGURE 69: EXEMPLE DE DENSITE DE FLUX GENERE PAR LA RESISTANCE CHAUFFANTE DURANT L'UN DES ESSAIS SUR LE TRICOUCHE PVC/PVC/PVC 182
FIGURE 70: TEMPERATURES ENREGISTREES PAR LES 4 THERMOCOUPLES DU TRICOUCHE PVC/PVC/PVC TESTE CORRESPONDANT A LA DENSITE DE FLUX DE LA FIGURE 69. 182
FIGURE 71 : TEMPERATURES SIMULEES CONFRONTEES AUX TEMPERATURES MESUREES A L'INTERFACE 1 DU TRICOUCHE (PVC/PVC/PVC) TESTE APRES OPTIMISATION. 182
FIGURE 72: TEMPERATURES SIMULEES CONFRONTEES AUX TEMPERATURES MESUREES A L'INTERFACE 2 DU TRICOUCHE (PVC/PVC/PVC) TESTE APRES OPTIMISATION. 183

FIGURE 73 : TEMPERATURES SIMULEES CONFRONTEES AUX TEMPERATURES MESUREES A L'INTERFACE 1 DU TRICOUCHE (PVC/EPS/PVC) TESTE APRES OPTIMISATION. 185
FIGURE 74: TEMPERATURES SIMULEES CONFRONTEES AUX TEMPERATURES MESUREES A L'INTERFACE 2 DU TRICOUCHE (PVC/EPS/PVC) TESTE APRES OPTIMISATION. 185
FIGURE 75: TEMPERATURES SIMULEES CONFRONTEES AUX TEMPERATURES MESUREES A L'INTERFACE 1 DU TRICOUCHE (PVC/PLATRE/PVC) TESTE APRES OPTIMISATION 186
FIGURE 76 : TEMPERATURES SIMULEES CONFRONTEES AUX TEMPERATURES MESUREES A L'INTERFACE 2 DU TRICOUCHE (PVC/PLATRE/PVC) TESTE APRES OPTIMISATION 187
FIGURE 77: TEMPERATURES SIMULEES CONFRONTEES AUX TEMPERATURES MESUREES A L'INTERFACE 1 DU TRICOUCHE (PVC/BETON/PVC) TESTE APRES OPTIMISATION. 188
FIGURE 78: TEMPERATURES SIMULEES CONFRONTEES AUX TEMPERATURES MESUREES A L'INTERFACE 2 DU TRICOUCHE (PVC/BETON/PVC) TESTE APRES OPTIMISATION. 188
FIGURE 79: DISPOSITIF EXPERIMENTAL DES ESSAIS SUR SABLE ET DETAILS DU MULTICOUCHE. 191
FIGURE 80: DENSITE DE FLUX GENEREE PAR LA RESISTANCE CHAUFFANTE LORS D'UN DES ESSAIS SUR MULTICOUCHE DE SABLE. 192
FIGURE 81: TEMPERATURES ENREGISTREES PAR LES 6 THERMOCOUPLES LORS D'UN DES ESSAIS SUR SABLE 192
FIGURE 82: TEMPERATURES SIMULEES ET TEMPERATURES ENREGISTREES AU MILIEU DE LA COUCHE 1. 193
FIGURE 83: TEMPERATURES SIMULEES ET TEMPERATURES ENREGISTREES AU MILIEU DE LA COUCHE 2 193
FIGURE 84: TEMPERATURES SIMULEES ET TEMPERATURES ENREGISTREES AU MILIEU DE LA COUCHE 3 193
FIGURE 85: TEMPERATURES SIMULEES ET TEMPERATURES ENREGISTREES AU MILIEU DE LA COUCHE 4 194
FIGURE 86 : DISPOSITIF EXPERIMENTAL POUR ESSAIS SUR PAROI EN BETON CELLULAIRE (CONDITIONS IN-SITU). 197
FIGURE 87: TEMPERATURE ET HUMIDITE A L'INTERIEUR DU CAISSON SUR PLUSIEURS CYCLES. 197
FIGURE 88: TEMPERATURE ET HUMIDITE A L'EXTERIEUR DU CAISSON SUR PLUSIEURS CYCLES. 197
FIGURE 89: SUIVI DE LA TENEUR EN EAU D'UN CARREAU DE BETON CELLULAIRE DANS DES CONDITIONS DE LABORATOIRE. 198
FIGURE 90: SCHEMA DE L'EPAISSEUR DE LA PAROI DE BETON CELLULAIRE ET TENEURS EN EAU ESTIMEES. 198
FIGURE 91: RESULTAT DE LA METHODE INVERSE APPLIQUEE A UNE PAROI EN BETON CELLULAIRE : EVOLUTION SPATIOTEMPOREL DE LA TENEUR EN EAU. 199
FIGURE 92: ÉVOLUTION DES 5 TENEURS EN EAU ESTIMEES AU COURS DES 20 CYCLES D'ESSAI. 199

Tables des tableaux :

TABLEAU 1 : ÉVOLUTION DES METHODES D'ESTIMATION DE LA TENEUR EN EAU PAR TELEDETECTION SATELLITAIRES. 65
TABLEAU 2 : INFLUENCE DE LA TENEUR EN EAU SUR LES CARACTERISTIQUES DE L'ECHANTILLON DE LA PIERRE DE NOYANT AVEC PRISE EN COMPTE DE LA RESISTANCE DE CONTACT [85]. 71
TABLEAU 3 : PARAMETRES INITIAUX ET ESTIMES : INDICATIONS STATISTIQUES 119
TABLEAU 4 : ERREURS SUR LES PARAMETRES ESTIMES SUITE A UNE ERREUR DE POSITIONNEMENT IMPOSEE AUX THERMOCOUPLES.. 123
TABLEAU 5 : RESULTATS DE L'ETUDE DE SENSIBILITE DU MODELE VIS-A-VIS DU BRUIT DE MESURE DES TEMPERATURES. 125
TABLEAU 6 : PARAMETRES INITIAUX ET ESTIMES : INDICATIONS STATISTIQUES. 131
TABLEAU 7 : RESULTATS DE L'ETALONNAGE DES DEUX FLUXMETRES 107 ET 109. 153

TABLEAU 8 : ÉTALONNAGE DU THERMOCOUPLE 1 PAR RAPPORT A LA REFERENCE PT100. 158
TABLEAU 9 : PROPRIETES DU SABLE ETUDIE. 170
TABLEAU 10 : PROPRIETES THERMOPHYSIQUES DE REFERENCE DE : PVC, EPS, PLATRE ET BETON, DETERMINEES PAR ESSAIS PRELIMINAIRES. 171
TABLEAU 11: VALEURS DES CARACTERISTIQUES THERMOPHYSIQUES PAR RAPPORT A LA TENEUR EN EAU DU SABLE 172
TABLEAU 12: ÉVOLUTION DE LA MASSE DU CARREAU DE BETON CELLULAIRE AU COURS DE CHAQUE ESSAI PRELIMINAIRE DE 12 HEURES. 175
TABLEAU 13: RESULTATS DES ESSAIS PRELIMINAIRES SUR LE CARREAU DE BETON CELLULAIRE 175
TABLEAU 14: CARACTERISTIQUES GEOMETRIQUES DES MULTICOUCHES TESTES. 180
TABLEAU 15: RESULTATS D'ESTIMATION POUR 14 ESSAIS MENES SUR UN TRICOUCHE DE PVC/PVC/PVC 184
TABLEAU 16: MOYENNES DES ECARTS TYPES ET DES PLAGES DE TEMPERATURES DES ESSAIS AUX INTERFACES 1 ET 2 POUR LES 4 TRICOUCHES TESTES. 184
TABLEAU 17 : RESULTATS D'ESTIMATION POUR 13 ESSAIS MENES SUR UN TRICOUCHE DE PVC/EPS/PVC 186
TABLEAU 18: RESULTATS D'ESTIMATION POUR 13 ESSAIS MENES SUR UN TRICOUCHE DE PVC/PLATRE/PVC 187
TABLEAU 19: RESULTATS D'ESTIMATION POUR 13 ESSAIS MENES SUR UN TRICOUCHE DE PVC/BETON/PVC 189
TABLEAU 20: QUELQUES INDICATIONS STATISTIQUES SUR LES FIGURES 82-85. 194
TABLEAU 21: RESULTATS DES 4 ESSAIS : TENEURS EN EAU ESTIMEES DES 4 COUCHES ET LEURS ERREURS D'ESTIMATION. 195
TABLEAU 22 : VALEURS MOYENNES ESTIMEES ET LEURS ERREURS D'ESTIMATION RESPECTIVES 195
TABLEAU 23: RESULTATS DE L'OPTIMISATION PAR METHODE INVERSE : TENEURS EN EAU ESTIMEES 200

Résumé

Le but de ce travail est la caractérisation thermophysique de matériaux de construction solides et opaques (PVC, EPS, plâtre et béton) en laboratoire, avec une extension de la méthode vers des conditions in-situ (sable, paroi en béton cellulaire), et la mise en évidence de l'interaction des propriétés thermophysiques du matériau avec sa teneur en eau. Il repose sur l'étude numérique - via un modèle en différences finies - et expérimentale du transfert de chaleur par conduction. L'approche proposée consiste à envisager une distribution de capteurs de température répartis dans le sens du transfert dans une configuration expérimentale multicouche. Ces capteurs, des thermocouples permettent d'enregistrer les évolutions de températures aux différents points de mesure et d'extraire les caractéristiques thermiques du matériau dans chaque intervalle en les introduisant dans un schéma d'inversion. Le système instrumenté pourrait être sollicité de façon artificielle dans une application en laboratoire ou simplement par les échanges naturels avec son environnement dans le cas par exemple d'une paroi de bâtiment. Une progression dans la complexité des cas a été considérée. Dans un premier temps, une mise au point de la méthode sur un système multicouche constitué de matériaux homogènes, stationnaires et permettant d'identifier les paramètres thermiques d'un des composants. Par la suite, des matériaux de propriétés thermophysiques variables et évolutives avec pour objectif de proposer à plus long terme, un outil de suivi de propriétés thermiques et de teneur en eau des matériaux.

The purpose of the actual work is to thermally characterize opaque solid building materials (PVC, EPS, Plaster and Concrete). First tests in laboratory tend next to be in situ conditions (sand, aerated concrete wall) where thermophysical properties and moisture content interactions are highlighted. It is based on conductive heat transfer numerical (finite difference method) and experimental study. The proposed approach aims to place thermocouples in a multilayer thickness in the heat transfer direction. They allow temperature measurement at different nodes of the material. The temperatures are incorporated in an inverse heat transfer process to estimate characteristics at each layer. The tested materials could be submitted to either artificial thermal excitation or natural excitation in the case of building wall for example. Progressive complexity of the studied cases is considered. In fact, the first studied cases concerns homogenous inert materials which the quasi constant thermophysical properties were estimated. Then, materials with variable characteristics were considered for a long term thermophysical properties and moisture content monitoring.

Nomenclature

Notation	Désignation	Unité
A	Section ou surface	m^2
A_s	Section transversale	m^2
b	Effusivité thermique	$J\ K^{-1}\ m^{-2}\ s^{-1/2}$
c	Célérité dans le vide	$m\ s^{-1}$
C	Chaleur spécifique massique	$J\ K^{-1}\ kg^{-1}$
C_f	Capacité thermique surfacique du fluxmètre	$J\ K^{-1}\ m^{-2}$
dS	Surface élémentaire	m
dT	Variation de température	°C
dV	Volume élémentaire	m^3
e	Epaisseur	M
EPS	Polystyrène expansé	/
f	Constante d'étalonnage du fluxmètre	$W\ V^{-1}\ m^{-2}$
F_{12}	Facteur de forme	
$f.e.m$	Force électromotrice (*fem*)	V
h_{cv}	Coefficient de convection	$W\ K^{-1}\ m^{-2}$
K	Sensibilité du fluxmètre	$\mu V\ W^{-1}\ m^{-2}$
L	Longueur	m
l_{TDR}	Longueur de la sonde TDR	m
m	Masse	kg
M_f	Module de finesse	/
m_h	Masse humide	kg
m_s	Masse sèche	kg
P_i	Polynôme d'étalonnage du thermocouple i	/
PVC	Polychlorure de Vinyle	/
Q	Chaleur	J
q_1	Densité de flux à la frontière 1	$W\ m^{-2}$
q_2	Densité de flux à la frontière 2	$W\ m^{-2}$
q_{bas}	Densité de flux sur la face du bas	$W\ m^{-2}$
q_{ech}	Densité de flux échangée	$W\ m^{-2}$
q_{haut}	Densité de flux sur la face du haut	$W\ m^{-2}$
q_{ray}	Densité de flux échangée par rayonnement	$W\ m^{-2}$
$\overrightarrow{q_s}$	Vecteur densité de flux dans la direction s	$W\ m^{-2}$
q_x	Densité de flux selon x	$W\ m^{-2}$
δQ	Variation de chaleur	J
R	Résistance électrique	Ω
R_{plat}	Résistance électrique du platine	Ω
R_{th}	Résistance thermique	$K\ m^2\ W^{-1}$
R_{thEtl}	Résistance thermique d'étalonnage	$K\ m^2\ W^{-1}$
R_{thf}	Résistance thermique du fluxmètre	$K\ m^2\ W^{-1}$
R_{thmat}	Résistance thermique du matériau	$K\ m^2\ W^{-1}$
S_p	Sensibilité par rapport au paramètre p	
t	Temps	s
T_1	Température à la face 1	°C
T_2	Température à la face 2	°C
$\boldsymbol{T_b}$	Champ des températures mesurées à la face du bas	°C
T_{bas}	Température de la face du bas	°C
T_c	Température de jonction chaude	°C
TCi	Thermocouple i	/
T_cons	Température de consigne	°C
T_{ext}	Température extérieure	°C
T_{exta}	Température à la limite «a»	°C
T_{extb}	Température à la limite «b»	°C

Notation	Désignation	Unité
T_f	Température finale	°C
T_{fr}	Température de jonction froide	°C
T_{front}	Température à la frontière	°C
T_i	Température initiale	°C
T_{haut}	Température de la face du haut	°C
T_{inf}	Température de la face inférieure du fluxmètre	°C
T_{ini}	Température initiale	°C
T_{int}	Température intérieure	°C
T_{int1}	Température à l'interface 1	°C
T_{int2}	Température à l'interface 2	°C
$\boldsymbol{T}_{meas\ i}$	Champ des températures mesurées au milieu de la couche i	°C
T_{mflx}	Température moyenne du fluxmètre	°C
T_{mmes}	Température moyenne de mesure	°C
$T_{réf}$	Température de référence	°C
T_{sim}	Température simulée	°C
$\boldsymbol{T}_{sim\ i}$	Champ des températures simulées au milieu de la couche i	°C
T_{sup}	Température de la face supérieure du fluxmètre	°C
t_{TDR}	Temps de propagation	s
$\boldsymbol{T_u}$	Champ des températures mesurées à la face du haut	°C
Δt	Intervalle, laps ou pas de temps	s
ΔT	Différence de température	°C
ΔT_{Etl}	Différence de température d'étalonnage	°C
$\vec{\nabla}\,T,\ \overrightarrow{grad}\,T$	Gradient de température	°C/m
U	Tension aux bornes du fluxmètre	µV
$U_{résistance}$	Tension aux bornes de la résistance	V
V_{max}	Tension maximal	V
v_{prop}	Vitesse de propagation	m s^{-1}
$V_{réf}$	Potentiel de référence	V
ΔV	Différence de potentiel	V

Symboles grecs

Notation	Désignation	Unité
α	Diffusivité thermique	$m^2\ s^{-1}$
ε ou ε_r	Permittivité diélectrique	F m^{-1}
γ_d	Masse volumique sèche	kg m^{-3}
φ_{ext}	Flux extérieur	W
φ_{int}	Flux intérieur	W
λ	Conductivité thermique	W K^{-1} m^{-1}
λ_A	Facteur d'amortissement	/
λ_{cal}	Conductivité thermique calculée	W K^{-1} m^{-1}
λ_G	Coefficient global d'échange thermique	W K^{-1} m^{-2}
λ_{mat}	Conductivité thermique du matériau	W K^{-1} m^{-1}
θ	Teneur en eau volumétrique	$m^3\ m^{-3}$
ρ	Masse volumique	kg m^{-3}
ρC	Chaleur spécifique volumique	J K^{-1} m^{-3}
ρC_{cal}	Chaleur spécifique volumique calculée	J K^{-1} m^{-3}
σ	Ecart-type	
σ_{ray}	Constante de Stefan-Boltzmann	W K^{-4} m^{-2}
τ	Constante de temps	s

Notation	Désignation	Unité
τ_{Σ}	Constante de temps de la méthode à deux fluxmètres	s
ω	Teneur en eau	%
ω_{cal}	Teneur en eau calculée	%
ω_i	Teneur en eau de la couche i	%
ω_{ref}	Teneur eu eau de référence	%
ω_{sat}	Teneur en eau à saturation	%
ω_{sec}	Teneur en eau à l'état sec	%

Introduction

La majorité des bâtiments existants sont des importants consommateurs d'énergie et sont responsables d'une forte proportion des émissions des gaz à effet de serre sur le globe. Les bâtiments résidentiels et tertiaires consomment plus de 30% de l'énergie finale mondiale. L'accroissement continu de la demande en énergie, la raréfaction des ressources énergétiques, leur facture de plus en plus lourde, les impacts sur le climat et plus généralement sur l'environnement ont incité la communauté scientifique, les industriels et les politiques à engager des réflexions et des actions concrètes pour lutter contre ce problème. Ainsi diverses mesures ont été prises par la France pour diminuer l'émission de gaz à effet de serre et réduire la consommation d'énergie dans le secteur du bâtiment avec en particulier, la mise en place de Réglementations Thermiques qui augmentent progressivement le niveau d'exigence en termes de sobriété énergétique.

Un des principaux moyens d'action vise à améliorer les performances énergétiques des bâtiments en réduisant les déperditions de l'enveloppe des bâtiments. Il s'agit d'une préoccupation essentielle lors de la conception et de la construction d'un nouveau bâtiment et cela conduit aussi à la mise en place de programmes de rénovation ambitieux. Les mesures prisent par ces actions qui touchent l'isolation thermique du bâtiment, sont parmi les plus pertinentes. Pour lutter contre les déperditions tout en limitant l'impact environnemental, de nouveaux matériaux d'isolation thermique ou simplement à performances thermiques améliorées sont régulièrement imaginés et développés. On voit ainsi apparaître de nouveaux matériaux ou réapparaître des matériaux de construction traditionnels de plus faible empreinte environnementale. On observe par exemple l'essor d'une large gamme de matériaux agro-sourcés qui valorisent des sous-produits de production végétale ou animale. D'autres matériaux visent à servir de voie de recyclage de déchets. Ces différentes solutions présentent à la fois un intérêt environnemental mais également économique en permettant le développement d'une activité de proximité.

Pendant la phase de développement d'un nouveau produit de construction, ses différentes caractéristiques physiques doivent être régulièrement évaluées pour être optimisées. Les caractéristiques thermophysiques doivent en particulier pouvoir être estimées aux différentes étapes du développement du produit. De ce fait, pendant la phase d'élaboration, il est intéressant pour les concepteurs de pouvoir disposer d'un outil peu compliqué à utiliser, de coût réduit et qui puisse s'adapter aux conditions d'une mesure hors laboratoire à proximité du site de production industrielle pour suivre les évolutions des performances de leurs matériaux ou pour les évaluer une fois mis en œuvre.

Il existe de nombreuses méthodes de caractérisation thermophysique de matériaux. Chacune est adaptée à une catégorie de matériau ou répond à des contraintes particulières. Elles sont largement répandues dans les laboratoires de mesures et peuvent même faire l'objet de normes précises d'utilisation. Elles ne sont généralement pas toujours adaptées aux matériaux de construction ou encore transposables in situ où les conditions limites et certaines précautions expérimentales ne peuvent être assurées. C'est ce constat qui a motivé ce travail. Il ne s'agissait pas de proposer une méthode qui ne ferait que s'ajouter au large panel des méthodes existantes mais de développer une méthode simple d'utilisation, robuste pouvant être mise en œuvre sans contrôle sévère des conditions limites et qui apporterait une réponse à ce besoin qui nous a semblé important.

L'équipe Habitat du LGCgE travaille depuis de nombreuses années sur le développement de méthodes de caractérisation thermophysique dédiées essentiellement aux matériaux du génie civil ou aux éléments de construction. Il s'agit essentiellement de méthodes basées sur des mesures simultanées de température et de flux dans des surfaces isothermes dont on va analyser les couplages. Ces approches ont été développées soit dans le domaine fréquentiel par le formalisme des impédances thermiques ou soit par méthodes inverses dans le domaine temporel avec, dans les deux cas, une volonté de proposer des solutions adaptées aux mesures de terrain.

L'utilisation de capteurs de flux constitue une spécificité importante de ces méthodes. Même si les capteurs de flux sont maintenant bien connus et répandus, ils nécessitent une certaine maîtrise pour être utilisés à bon escient et imposent d'utiliser des instruments de mesure de bonnes performances. Les mesures de températures sont plus courantes, moins délicates à réaliser avec des sondes plus robustes mais aussi moins coûteuses. Il faut également considérer que la mise en place d'un capteur de flux sur un matériau crée une barrière étanche qui va perturber les échanges de masse avec son environnement. On peut minimiser cet effet en adaptant la forme du capteur et en choisissant des capteurs de forme allongée mais le problème n'est pas complètement résolu. A l'heure actuelle, on voit apparaître de nombreux matériaux qui sont très hygroscopiques et il est important pour les étudier dans des conditions réalistes, de ne pas faire obstacle au transfert de masse. Le comportement de ces matériaux en présence d'humidité est d'autant plus important que par souci de contrôler les déperditions énergétiques par renouvellement de l'air à l'intérieur des bâtiments, on conçoit et on rend les constructions de plus en plus étanches. Les matériaux de construction jouent maintenant un

rôle majeur dans la régulation de l'humidité dont la gestion est devenue une problématique cruciale.

L'approche proposée dans ce travail consiste à envisager une distribution de capteurs de températures répartis dans le sens du transfert. Ces capteurs, des thermocouples en l'occurrence, ne vont entrainer qu'une perturbation négligeable des échanges. Ils permettront d'enregistrer les évolutions de températures aux différents points de mesure et d'extraire les caractéristiques thermiques du matériau dans chaque intervalle en les introduisant dans un schéma d'inversion. Le système instrumenté pourrait être sollicité de façon artificielle dans une application en laboratoire ou simplement par les échanges naturels avec son environnement dans le cas par exemple d'une paroi de bâtiment.

Une progression dans la complexité des cas à considérer a été décidée. Dans un premier temps, nous avons choisi de mettre au point la méthode sur un système multicouche constitué de matériaux homogènes, stationnaires et d'identifier les paramètres thermiques d'un des composants. Par la suite, nous nous sommes intéressés à des matériaux de propriétés thermophysiques variables dans la direction du transfert mais également évolutives dans la dernière application avec pour objectif de proposer à plus long terme, un outil de suivi de propriétés thermiques et de teneur en eau des matériaux.

La gamme de matériaux concerne la majorité des matériaux de construction solides et opaques.

Le document présent a été structuré en trois grands chapitres comme suit :

Le premier chapitre décrit la problématique à laquelle ce travail essaie d'apporter une contribution. Le contexte actuel qui conduit à une évolution des pratiques constructives et à l'arrivée de nouveaux matériaux ou au retour de matériaux traditionnels est exposé. Les différentes méthodes de caractérisation thermophysique sont alors recensées en précisant leur champ d'application pour amener à la description de principe de la méthode développée dans ce travail.

Le chapitre deux est dédié à la présentation des différentes notions théoriques de transfert de chaleur et d'analyse numérique utiles à la réalisation et la compréhension de ce travail. Les hypothèses et conditions de travail y sont abordées. Le modèle numérique basé sur la méthode des différences finies permettant la simulation du transfert de chaleur dans nos configurations

expérimentales est détaillé. Ce modèle est alors couplé à un algorithme de minimisation de fonction objectif dans un algorithme d'inversion qui vise à une estimation des paramètres thermiques. Les potentialités de cette méthode sont alors discutées à partir d'une étude de sensibilité.

Le troisième chapitre est consacré à la partie expérimentale. Il présente en détails tous les aspects des dispositifs expérimentaux mis en place pour ce travail. Les essais réalisés d'abord dans des conditions de laboratoire puis dans des conditions in-situ quasi réelles sont décrits. Les résultats de l'ensemble des essais expérimentaux après traitement numérique sont présentés. Ces résultats sont ensuite discutés et les conclusions relatives à l'application de la méthode sont tirées.

Chapitre 1
Contexte et Étude Bibliographique

1 Contexte :

1.1 Contexte Général :

1.1.1 Enjeux Socio-économiques :

La population mondiale est en constante évolution et ne tendra à se stabiliser autour de 10 milliards d'habitants qu'à partir de l'an 2050 selon l'un des scénarios des prévisions des Nations Unies [1]. Les besoins des habitants (occupants, gérants…) en termes d'hébergement, d'accueil…se sont diversifiés et ont évolués avec cette croissance, et devront poursuivre cette évolution. En France, le bâtiment est l'un des secteurs leaders de l'économie: la demande de matériaux de construction (1178 millions d'euro d'importation et 432 millions d'exportation en 2012), de travaux BTP (170.7 milliards d'euros en 2012)… chiffres donnés par l'UNICEM [2]. Cette évolution quantitative est accompagnée d'une exigence qualitative, que ce soit en termes de qualité de vie ou de confort dans le bâtiment (Logement, ERP…).

Comme tout produit, l'évolution des prix du bâtiment (matériaux, services…) est affectée par le marché. La production croissante au niveau national et international offre, par sa diversification, une multitude de produits, ouvrant une large gamme de choix. Cette croissance de production mondiale n'affecte pourtant que rarement les prix puisque ces derniers ne dépendent pas uniquement de la loi de l'offre et de la demande mais aussi fortement de la qualité des produits et services… dans ce sens le marché du BTP (y compris ingénierie et parapétrolier) compte 225 grands acteurs dans le monde qui se partagent un chiffre d'affaire annuel de 383 milliards USD. 51 groupes chinois se partagent 57 milliards, 44 groupes américains se partagent 44 milliards et seulement 5 groupes français pèsent quant à eux 40 milliards [3].

1.1.2 Enjeux sanitaires, environnementaux et industriels :

L'évolution des matériaux et produits, leur diversification, puis leur inscription dans les libres échanges internationaux et l'ouverture mondiale sur les marchés ont eu pour conséquence la création de nouveaux produits destinés au bâtiment. Ces produits ont vu le jour grâce à des entreprises émergentes et nouvelles, délocalisées ou anciennes. Dans un climat de concurrence, les équipes de recherche (industrielles, académiques ou combinées) font avancer les produits proposés en les modifiant pour les améliorer ou pour les adapter. Elles en inventent d'autres pour assurer leur pérennité locale, nationale ou internationale.

Comme les volontés (politiques, médicales, sociales…) tendent à favoriser une bonne santé publique, la demande de produits sains, naturels et performants s'est vu promouvoir par plus d'un acteur. Dans le bâtiment, certains produits ont été exclus d'utilisation. A titre d'exemple : les Polychlorobiphényles -PCB- (dans la peinture par exemple : 1987 en France) l'amiante (1997 en France) ou certains produits rentrants dans les traitements anti feu (ignifugeants bromés …). Les risques d'utilisation (contact, inhalation…) sont avérés pour certains (interdits ou en cours d'interdiction), suspects (restreints, interdit ou en cours d'évaluation) pour d'autres ou en cours d'évaluation et d'étude. Les processus peuvent prendre parfois plusieurs années pour déclarer un produit comme dangereux pour la santé. Cela vient du fait que plusieurs tests sont nécessaires. En effet, la dangerosité peut concerner le système nerveux, hormonal…

Plusieurs des produits dans le collimateur des autorités sanitaires sont nocifs pour l'environnement. Les GES, particules fines… ont des effets indésirables voire dangereux, avérés sur la santé. Leur émission est le sujet de tous les débats et leur réduction est l'un des enjeux majeur de ce siècle. Les effets ne sont pas que sanitaires mais aussi environnementaux. L'alarme du réchauffement climatique s'est déclenchée y a quelques décennies et elle ne s'éteindra pas de sitôt. Les conséquences sont discutées chaque année dans plus d'un congrès, forum, rencontre, conférence ou autre. Fonte des glaces, élévation des niveaux d'eau, désertification et disparition d'iles et d'êtres vivants sont les conséquences les plus courantes.

1.1.3 Évolution chronologique des règlementations nationales et internationales :

Nombreux évènements internationaux et nationaux se sont intéressés au domaine du bâtiment et son influence sur l'environnement immédiat ou global. L'ensemble de ces évènements et des efforts qui les ont accompagnés se sont concrétisés à une échelle mondiale dans le protocole de Kyoto. Nous présentons dans ce qui suit les évolutions en termes de loi, directives… après ce protocole et ses résolutions [4].

A. Protocole de Kyoto (1997) [5]:

C'est une convention des Nations Unies qui traite des changements climatiques. Rédigée en 28 articles et 2 annexes, cette convention est basée sur les précédents protocoles, conventions, et groupes d'experts… En fonction de leur économie nationale, les états visés s'engagent à respecter des taux de réduction (Émission GES, Énergie…). Ils s'engagent aussi

à promouvoir une industrie et une agriculture durables en se basant sur des ressources renouvelables. Le but est, pour chaque état, d'optimiser les secteurs économiques les plus émetteurs et les plus consommateurs pour s'inscrire dans une démarche durable et environnementale globale.

B. RT2000 [6]:

En France, la réglementation thermique 2000 est l'ensemble de décrets, d'arrêtés, règles qui appellent les acteurs du secteur du bâtiment à se mobiliser pour répondre aux exigences de la démarche durable envisagée par les autorités. Les règles englobent des méthodes de calcul, des valeurs de référence ou des seuils à respecter pour chaque volet du bâtiment (ponts thermique, matériaux, parois : opaques ou vitrées…). Elles sont appliquées pour les nouvelles constructions. Les acteurs du bâtiment respectant la RT2000 se verront attribuer les labels Haute Performance Energétique ou Très Haute Performance Energétique.

C. Directive européenne 2002/91/CE [7]:

Elle rentre dans la même logique que celle du protocole de Kyoto. Le défi de réduire les émissions dans un marché où la demande d'énergie augmente, a poussé le parlement européen à rédiger cette directive fin 2002. Elle vise à créer un cadre commun pour promouvoir l'amélioration de la performance énergétique du bâtiment. Elle est rédigée en 18 articles traitants la méthode de travail et de calcul, les valeurs minimales à respecter, les bâtiments neufs et existants ainsi que leur certification… et une annexe qui précise les éléments à tenir en compte dans la méthode de calcul des performances énergétiques. Suivant les bases de cette directive, le ministère du logement français a mis en place en 2006 le diagnostique immobilier de performance énergétique (DPE) qui a pour but de fournir aux acteurs de l'immobilier un bilan global sur la consommation d'énergie d'un bien. La performance énergétique des bâtiments devient un critère important dans les transactions d'achat ou de vente.

D. La loi POPE [8]:

Il s'agit d'une Loi de Programmation fixant les Orientations de la Politique Energétique. Elle est instaurée en 2005 en France et a pour but : l'indépendance énergétique et la sécurité d'approvisionnement, la compétitivité des prix de l'énergie, la préservation de la santé humaine et de l'environnement et enfin la garantie d'une cohésion sociale et territoriale en assurant l'accès à l'énergie pour tous. Quantitativement, elle prévoit de diviser par 4 les émissions de GES et de diminuer de 2% par an (entre son instauration et 2015) l'intensité énergétique finale (énergie consommée/PIB : indice de gaspillage). Des moyens mobilisateurs et incita-

teurs ont été prévus pour l'application de cette loi et son respect, le plus important étant la mise en place des Certificats d'Economies d'Energie (CEE) et la création d'un conseil supérieur de l'énergie.

E. RT 2005 [9]:

Dans la continuité de la RT 2000, la RT 2005 est définie par 3 articles du code de la construction de loi française et leurs arrêtés. Elle s'applique à toute nouvelle construction ou partie neuve (voir exceptions dans la documentation spécifique) dont le permis de construire a été déposé après le 1 septembre 2006. Elle vise à améliorer de 15% la performance énergétique par rapport à la RT2000. Les trois conditions à remplir par les nouvelles constructions dans le carde de cette réglementation sont :

- l'économie d'énergie : la RT 2005 définit des valeurs références à respecter pour la construction et les éléments qui la composent, l'alimentent… tout en laissant une marge pour le choix des matériaux et des équipements. Si les valeurs de références ne sont pas respectées par certains postes, les déperditions doivent être compensées par d'autres postes dans la limite des gardes fous. La RT 2005 offre une marge de manœuvre pour les concepteurs mais elle améliore les exigences en gains d'énergie par rapport à la RT 2000.

- le confort d'été : la RT 2005 impose une température de référence à respecter en été. En effet, un gain d'énergie par une bonne isolation en hiver peut causer en été un inconfort d'utilisation des constructions.

- les gardes fous : comme la RT2000, elle affiche des valeurs références pour les performances des composants d'un bâtiment mais elle est encore plus exigeante, surtout quand il s'agit de ponts thermiques. Pour promouvoir l'application de la RT 2005 et ses gardes fous exigeants, les autorités mettent en avant le surcout de construction (entre 2% et 5%) en perspective des gains d'énergie réalisés (15%). Ses chiffres ne sont qu'une estimation incitant à prendre les bonnes résolutions lors de la construction et de l'équipement de ces constructions. Il n'empêche que des actions réelles, comme le crédit d'impôt, permettent de vraies économies.

F. Grenelle de l'environnement [10]:

En 2007, après réflexion concertée, l'idée de refonder la politique écologique française et d'inventer de nouvelles mesures permettant une croissance nouvelle a permis l'élaboration du grenelle de l'environnement qui réunit l'état et des représentants de la société civile.

L'élaboration, la consultation, la négociation puis la mise en œuvre opérationnelle étaient abordées en 2007. En 2008, la loi grenelle 1 a concrétisé tous les efforts puis elle a été suivie de la loi grenelle 2 en 2010, sans oublier les mesures fiscales prises depuis et inscrites dans la loi de finance 2009 (grenelle3). Le grenelle de l'environnement affiche clairement une volonté politique, qui n'est pas sans conséquences (création d'un comité de suivi : CNDDGE), pour faire évoluer les esprits et les faire converger vers une logique plus écologique.

G. Normes :

EN NF 15232 et 16001 puis ISO 50001 : parues en 2008, 2009 puis 2011. Leur objectif principal est l'optimisation du management de l'énergie. Avec les certifications qui leurs sont associées, ces normes offrent à leur acquéreur et applicateur plus de crédibilité et de visibilité vis-à-vis des acteurs s'inscrivant dans la logique écologique, développement durable…

H. RT 2012 [11]:

Les efforts en terme d'organisation, d'orientation et de concrétisation du grenelle de l'environnement ont permis, entre autres et notamment, d'éditer la RT 2012. Le travail a commencé en 2008 à travers 12 groupes de travail thématiques engagés par la Direction de l'Habitat, de l'Urbanisme et des Paysages (DHUP). D'après la loi grenelle 1, cette réglementation impose une consommation de 50 kWhEP/m²/an en moyenne d'énergie primaire pour les bâtiments neufs, pour une atteindre le label BBC. Trois grands objectifs sont affichés clairement :

- Évolution technologique et industrielle de toutes les filières du bâtiment et des équipements.

- Niveau élevé de la qualité énergétique du bâtiment indépendamment de ses équipements.

- Équilibre technique et économique entre les énergies utilisées pour le chauffage et la production d'eau chaude sanitaire.

Le Ministère de l'Écologie (MEEDDM) a consolidé les efforts de la DHUP par la loi grenelle 2 en 2010 qui a offert une dimension opérationnelle et effective à la RT 2012. Aujourd'hui son application est imposée à tous les permis de construire. Elle exige des résultats relatifs à l'efficacité et la consommation énergétique et au confort en été dans les bâtiments non climatisés. L'objectif de ces exigences est d'arriver à une conception bioclimatique et une technique des plus performantes.

I. Objectifs 2020 et 2050 [12]:

Le protocole de Kyoto était un élément déclencheur de toutes les bonnes volontés qui se sont dirigées vers une amélioration du cadre globale de vie en l'inscrivant dans une démarche durable, d'économie d'énergie et de réduction des émissions. L'Union Européenne par la suite a affiché des ambitions très avancées dans ce domaine :

- Le maintien du réchauffement climatique à 2°C par rapport à l'époque pré industrielle.

- La réduction des émissions d'ici 2020 à 30% par rapport à l'année référence 1990 avec une participation mondiale aux efforts énergétiques et à 20% quelque soit les efforts fournis ou non par les autres pays du monde. Cela vient du fait qu'un équilibre entre énergie et économie est nécessaire.

- La réduction de la consommation d'énergie de 20% d'ici 2020, par rapport à l'année référence 1990, par l'amélioration de l'efficacité énergétique.

- D'ici 2020, doubler la part des énergies renouvelables dans la consommation d'énergie (passer à 20% au lieu de 10% aujourd'hui).

- L'augmentation de la part des biocarburants et des carburants renouvelables s'inscrivant dans des processus durables de production à 10% dans les transports.

- La mise en place d'une feuille de route horizon 2050 : formulée en 2011 elle a pour but de mener l'Europe d'une manière rentable vers une économie compétitive et en même temps sobre en carbone. La réduction à atteindre est comprise entre 80 et 95% des GES d'ici 2050 par rapport à l'année référence 1990. Ces réductions son échelonnées pour chaque décennie et chaque pays.

La bataille des chiffres n'a jamais été aussi rude au sein de l'UE : investissements supplémentaires annuels 270 milliards d'euros pour des économies d'énergie de 175 à 320 milliards, plus les nouveaux emplois créés et la préservation de la santé et de l'environnement. Peser le pour et le contre est fortement lié aux volontés des états, aux marchés nationaux et internationaux, à la conscience des populations… atteindre les objectifs « horizon 2050 » est le défi de plus d'une génération d'européens.

1.2 Contexte scientifique :

Le contexte général présenté ci haut résume l'état d'esprit relatif à l'évolution énergétique, à la démarche durable, aux conventions et règles… au niveau mondial, européen et

français. Un des éléments les plus importants qui ont déclenché cette prise de conscience généralisée est le travail des équipes de scientifiques, d'ingénieurs de recherche, d'industriels… Traiter tous les domaines et toutes les publications scientifiques qui se sont intéressées au développement durable, à l'environnement, aux méthodes et technologies « vertes »… n'est pas le but de ce chapitre. Notre volonté est de présenter ici un aperçu global du contexte scientifique pré et post Kyoto à travers des exemples de travaux scientifiques dans différents domaines.

L'Organisation Météorologique Mondiale (OMM créée en 1950) qui avait pour origine l'Organisation Météorologique Internationale (OMI créée en 1873) et qui réunit aujourd'hui 191 états, a travaillé avec le Programme des Nations Unis pour l'Environnement (PNUE) pour la création en 1988 du Groupe d'Experts Intergouvernemental sur l'Évolution du Climat (GIEC). Il réunit des experts des états membres de l'OMM et de l'ONU traitant les changements climatiques dus à l'activité humaine. Le GIEC s'intéresse aux fondements scientifiques pour évaluer les risques climatiques et leurs interactions socio économiques, énergétiques… le travail du GIEC n'est pas de procéder à des recherches pour mesurer les variables climatologiques ou autres mais d'analyser les travaux scientifiques liés à ce sujet. Cette analyse objective et méthodique permet de résumer tout un panel d'information qui servira tous les intéressés par son programme. Le GIEC consacre une partie de ses travaux aux méthodes à appliquer pour les inventaires nationaux de GES, il contribue donc, en concertation avec des scientifiques indépendants, à la mise en œuvre de la Convention-cadre des Nations Unies sur les Changements Climatiques (CCNUCC). Le groupe présente les résultats de ces travaux dans des rapports d'évaluation dont le 1er est paru en 1990 et le 5ème paraît en 2014. Mais il rédige aussi des rapports spéciaux comme celui paru en 2011 et intitulé « Les Sources d'énergie renouvelables et les mesures d'atténuation du changement climatique ».

L'Agence de l'Environnement et de la Maitrise de l'Énergie (ADEME créée en 1992) joue, en France, un rôle très important, autant sur le plan social de sensibilisation que sur le plan scientifique, ouvert aux différents acteurs qui veulent s'inscrire dans une démarche durable. Elle fournit des outils non négligeables et mène des actions qui tendent toutes vers la préservation de l'environnement et la santé publique, quelque soit le domaine (bâtiment, industrie, transport…). A coté de son rôle national reconnu, elle fournit à la communauté internationale des études scientifiques importantes en lien avec l'intérêt international croissant pour les questions environnementales, durables, sanitaires… ainsi Bal et al [13] ont publié un état de l'art des énergies renouvelables (énergies solaire, éolienne, hydraulique et les bioéner-

gies). Ils ont affiché les ambitions de l'UE dans le sens du développement de ces énergies ainsi que les perspectives de développement. Ils incitent ainsi par leur démonstration méthodologique et scientifique les autres états du monde à en faire autant.

Le public a commencé à s'intéresser aux questions environnementales dès les années 80. Cet intérêt était animé par des problèmes météorologiques, sanitaires… (Les pluies acides, le « trou » dans la couche d'Ozone, l'amiante…). Comme la santé publique est la priorité de plus d'un gouvernement, les questions sanitaires liées au réchauffement climatique ont pris une importance croissante. Vers le milieu des années 1990, la menace des maladies « tropicales » en tant que dangers liés au réchauffement global était en tête de la liste de presque chaque revue cite Reiter [14]. S'étonnant de ce nombre exponentiel de travaux scientifiques post Kyoto quant à la question sanitaire liée au réchauffement climatique, il conclu dans sa publication que le réchauffement climatique n'est pas seul responsable de la propagation de certaines maladies en Europe et en Amérique et qu'une mauvaise médiatisation aggrave les effets des idées reçues. Par ailleurs, les méfaits du « trou » dans la couche d'Ozone se sont avérés et de nombreux travaux (Dubertret [15]) affirment qu'il est à l'origine de certaines maladies (tumeurs, dermatite, …) causées directement ou indirectement par le rayonnement ultraviolet. C'est ce qu'affirme Swynghedauw [16] et il va même plus loin pour étudier les conséquences biologiques du réchauffement climatique. Ces questions sanitaires ont attiré l'attention non seulement des gouvernements et du public, mais ont aussi contribué à faire orienter des travaux d'autres domaines vers ces questions actuelles.

La question juridique de la protection de l'environnement a été posée longtemps avant le déclenchement de l'alarme environnementale fin des années 80. Lamarque [17] entre autres, a fait des travaux allant dans le sens de la protection de l'environnement par des outils juridiques.

Des sociologues se sont intéressés au GIEC. Ils ont analysé ses travaux. Ils ont mesuré l'étendue de l'influence de ses analyses sur le travail avec une vision sociologique [18]. Les sociologues ne sont pas les seuls à s'être intéressés au problème de l'environnement et de l'énergie, en effet, des travaux psychologiques ont également été menés en ce sens. Ainsi Zbinden et al [19] se sont intéressés à l'influence de la communication engageante sur le comportement d'une population et ont comparé les résultats de leur expérience avec les résultats de la communication persuasive. Ils ont conclu de son efficacité et que le comportement

de la population tendait vers une meilleure gestion des déchets recyclables et un respect de l'environnement plus accentué.

M. H. Duong (1998 puis en 2000) [20] s'inspire des travaux de « Enting et al 1994 », et de ceux de « Azar et al 1997 » et « Bolin 1998 » pour présenter les évolutions de la concentration et l'émission du CO_2 dans l'atmosphère et le réchauffement global en termes de variation de température. Il a ainsi, par calcul de minimisation, tracé des courbes prévisionnelles en tenant en compte différents scénarios et en les comparant avec les prévisions de Kyoto. Il en conclut que la courbe de « Kyoto » est remarquable parce qu'elle affiche des ambitions a court terme, ces calculs ambitieux d'il y a dix ou quinze ans sont aujourd'hui malheureusement loin de la réalité. La question qui reste posée concerne les moyens réels mis en œuvre et les décisions prises dans le but de changer la consommation énergétique et les moyens nouveaux à qui doivent être mobilisés. Son analyse politico-économique l'a conduit à se poser la question du type de politique à envisager : encourager la recherche et le développement publique sans contraindre tout de suite les industriels au progrès imminent ou plutôt les contraindre à faire évoluer leur R&D, moyens, technique… et la question de la souveraineté des états reste posée au niveau international.

Les décisions économiques, politiques et sociales ont des bases scientifiques et vice versa. O. Godard (1997) a mené plusieurs travaux concernant le contexte socio-économique et énergétique actuel et a publié un article pour répondre à la question : ceux qui ne s'y intéressent pas?[21]. P. Matarasso [22] s'est posé la question suivante : comment le changement climatique a transformé la conception que nous nous faisons des problèmes de décision ? Dans sa publication il traite différents volets du problème : actions, décisions, méthodes de modélisation… le but est d'analyser le compromis Économie/Énergie lors de la modélisation et comment ses résultats influencent la négociation entre partenaires internationaux. Les modèles traversent des crises et nécessitent plus de coopération entre climatologues et socio-économistes. Dans le même sens Schmidt-Lainé et al. [23] qualifient l'environnement d'un système complexe qui nécessite une conciliation pluridisciplinaire en termes de modélisation et cela afin de le comprendre, d'agir et de décider.

Les géo- et agro-scientifiques se sont intéressés, dans une démarche durable, à la séquestration du carbone par les écosystèmes. Dans leur article, M. Robert et B. Saugier [24] présentent la difficulté rencontrée pour évaluer les stocks de CO_2, leur variabilité ainsi que leur flux.

Ils montrent qu'avec de bonnes pratiques culturales, la séquestration de carbone dans la biomasse et dans les sols peut être améliorée ce qui contribue à la réduction des GES.

Les chimistes pour leur part, se sont intéressés à la valorisation des produits naturels pour l'élimination des produits industriels. Ainsi à titre d'exemple, Elbariji et al. [25] ont greffé des fonctions carboxyliques à la sciure de bois pour l'élimination de colorants industriels faiblement biodégradables. Les pétrochimistes s'intéressent aux actions préventives en matière de traitement et d'utilisation des hydrocarbures et présentent quelques actions curatives. Decroocq [26] a présenté les méthodes et les solutions technologiques disponibles ou envisagées pour lutter contre l'émission de CO_2 et économiser l'énergie d'origine fossile.

Les domaines présentés ici et bien d'autres se sont intéressés à l'environnement, aux conséquences de sa dégradation, aux moyens de sa préservation… l'homme est en interaction directe ou indirecte avec l'environnement mais aussi avec l'énergie. Changer les habitudes est donc un élément essentiel dans la lutte contre la pollution, la surconsommation, … mais il ne suffit pas de préserver et contrôler mais il faudra aussi produire plus sain. L'énergie verte, le traitement de déchets et le recyclage, les technologies et techniques sobres en énergie… il était temps de commencer le grand ménage dans « notre grand chez nous à tous » !

2 Étude Bibliographique :

2.1 Introduction :

Le climat général de la fin du siècle dernier créé par un contexte scientifique alarmiste quant aux questions environnementales a déclenché une ruée vers toutes les solutions possibles existantes ou futures à inventer en matière de respect de l'environnement, économie d'énergie, santé publique… Plus d'un domaine s'est engagé dans une amélioration de ses techniques, technologies et services… pour répondre aux exigences des lois, des normes… adaptées à ce nouveau contexte.

Le bâtiment est pointé du doigt et est considéré comme l'un des secteurs les plus énergivores. Les chiffres qui ont permis une telle qualification sont de l'ordre, en termes de consommation d'énergie finale, de 30% à l'échelle mondiale [27] et de 43% en 2010 en France

d'après le ministère du développement durable. En termes d'émissions ils représentent plus de 20% des émissions de CO_2 [28]. Les évolutions en termes de normes et pratiques sont considérables surtout après le Protocole de Kyoto. Pour améliorer la performance énergétique des bâtiments dans l'Union Européenne, une directive, signée en 2003, préconise de prendre en considération tant les conditions climatiques extérieures et les particularités locales que les exigences en matière de climat intérieur ou le rapport Coût/Efficacité. L'objectif est de réduire la consommation d'énergie dans les bâtiments en Europe, sans provoquer d'énormes dépenses supplémentaires, tout en améliorant sensiblement le confort. Cet instrument législatif communautaire impose aux états membres de fixer des seuils de consommation énergétique maximale pour le neuf, comme pour l'existant, avec des exigences progressives et à utiliser un processus de certification (étiquette énergie) des bâtiments pour rendre la consommation énergétique beaucoup plus visible pour les propriétaires, les locataires et les utilisateurs. Les mesures prisent par les actions qui touchent l'isolation thermique du bâtiment sont parmi les plus pertinentes. Pour lutter contre les déperditions, l'intérêt s'est porté sur le développement de nouveaux matériaux d'isolation tels que les matériaux bio sourcés à faible emprunte énergétique et environnementale. En effet, dans les bâtiments existants, le plus gros potentiel d'économies d'énergie réside dans l'enveloppe. L'expérience montre que beaucoup de bâtiments existants présentent souvent des défauts thermiques. L'isolation de l'enveloppe devient un point sur lequel beaucoup d'attentions se focalisent. Des préoccupations environnementales et économiques ont provoqué l'émergence de nouveaux types d'isolants. Des nouvelles générations de matériaux naturels agro-sourcés, c'est-à-dire élaborés à partir de sous-produits issus de l'agriculture (lin, chanvre, paille,…) sont proposées comme une alternative aux isolants thermiques conventionnels. Les fonctions d'usage de ces produits sont équivalentes tout en garantissant une empreinte écologique moindre sur l'environnement. Pour accompagner les producteurs pendant la phase de développement, il est important d'évaluer à différents stades les caractéristiques thermophysiques des nouveaux produits. Ceci implique de proposer des techniques de caractérisation peu compliquées et de coût réduit pendant la phase d'élaboration.

Les techniques de caractérisation thermique des matériaux de construction sont diverses et certaines sont devenues incontournables. Par la suite, nous introduisons les caractéristiques physiques les plus pertinentes dans le cadre de ce travail et les méthodes usuelles permettant leur détermination.

2.2 Matériaux et grandeurs :

Les solides, contrairement aux liquides et gaz, peuvent être qualifiés par leur caractère plus ou moins poreux. La classification des solides selon cette caractéristique la plus souvent utilisée est celle de l'IUPAC [29]. Plus la présence des pores (phase gazeuse) est importante dans un matériau plus ce matériau est poreux. Les matériaux dits étanches ont une composition moléculaire serrée laissant très peu de place aux vides. L'état du matériau, au regard de son état hydrique, est défini par le taux de remplissage des pores (permanent ou transitoire) par de l'eau. Il passe ainsi de l'état sec à saturé en passant par des états humides non saturés. Les matériaux de construction sont en général considérés comme poreux. En effet la plupart de ces matériaux sont plus ou moins perméable à l'eau (liquide ou vapeur). Leur composition microscopique (les pores, leur nombre, leurs tailles, leurs formes…) définit la plupart de leurs grandeurs macroscopiques et dans notre cas ce sont les grandeurs thermiques ou hydriques qui seront étudiées. Concernant les solides, vus comme matériaux multiphasiques, on est donc amené lors de la détermination d'une grandeur à parler de grandeur apparente. En effet, les grandeurs ne sont pas représentatives que de la matrice solide du matériau mais aussi des pores remplis ou non (phase gazeuse et liquide). Ceci n'est pas uniquement une question de grandeurs globales mais aussi d'influence exercée par la structure du matériau multiphasique sur les échanges de flux et de fluides ou leurs changements d'état. Les bilans énergétiques sont donc paramétrés par ces interactions entre grandeurs. Ainsi un gradient de température influence la distribution de l'humidité au sein du matériau ce qui influence d'autre grandeurs telles que la conductivité thermique ou la diffusivité thermique…, considérées par certains fabricants comme constantes alors que ce n'est pas le cas.

D'une manière globale, dans ce travail nous nous sommes intéressés aux grandeurs fondamentales : température, temps, masse et longueur et aux grandeurs dérivées : masse volumique, flux de chaleur, chaleur spécifique, conductivité thermique et teneur en eau. Nous considérons, à court terme, le temps d'un essai de laboratoire de quelques heures, que l'état hydrique reste stable et n'influence pas les valeurs des propriétés thermophysiques des matériaux. Cette hypothèse est confortée par la nature même de certains matériaux testés tels que le Polychlorure de Vinyle (PVC) ou le Polystyrène expansé (EPS) qui ont une très faible perméabilité à la vapeur d'eau ainsi qu'une faible conductivité hydraulique Dans des essais de laboratoire plus longs et simulant des conditions in situ nous nous intéresserons aux interac-

tions entre propriétés hydriques, notamment la teneur en eau, et les propriétés thermophysiques.

Les propriétés thermophysiques qui nous intéressent et qui sont couramment déterminées pour caractériser un matériau sont la conductivité thermique et la chaleur spécifique. En effet, la lecture de ces deux caractéristiques d'un matériau permet une compréhension rapide de son comportement thermique.

2.3 Méthodes de caractérisation thermique des matériaux :

2.3.1 Classification :

Le siècle précédent a vu évoluer les méthodes, les outils et les laboratoires de mesure des caractéristiques thermophysiques et spécialement de la conductivité thermique ; lors de cette évolution, de nouvelles méthodes ont vu le jour. Ceci nous impose à classer ces méthodes, afin de justifier notre choix final pour les essais à mener.

Trois critères déterminent la classification des méthodes de mesure de la conductivité thermique [30] :

- Le type de régime thermique ;
- Le type de mesure ;
- La géométrie de l'appareillage et des éprouvettes.

Le type de régime thermique :

Le régime thermique peut être décrit comme stationnaire (établi, permanent …) ou transitoire (non stationnaire …) ; le premier régit un certain nombre de méthodes telles que : la plaque chaude gardée, et le deuxième l'autre partie des méthodes telles que la méthode flash.

Le type de mesure :

La mesure est dite soit relative, soit absolue (respectivement avec comparaison ou sans comparaison). Il est a noté que dans la plupart des méthodes stationnaires ou transitoires : plaque chaude gardée, fil chaud…la mesure est absolue.

La géométrie de l'appareillage et des éprouvettes :

Elle peut être soit plane si les éprouvettes sont carrées ou circulaire (exemple : la plaque chaude gardée), soit à symétrie cylindrique. Quand on parle de méthodes telles que la méthode du fil chaud, on parle aussi dans ce cas de symétrie radiale infinie comme on parle aussi d'approximation de l'espace semi-infini.

Dans la suite, les méthodes sont classées en fonction du premier critère sur lequel on se base pour décrire chaque méthode.

Nous pouvons aussi classer les méthodes en considérant celles-ci normalisées ou non normalisées, ou méthode avec contact, méthode sans contact [31].

2.3.2 Méthodes :

Le but de cette partie n'est pas de développer dans les détails les méthodes présentées, ni en terme de calcul ni en termes de mise en place, mais de donner un aperçu sur l'ensemble des méthodes.

A. Régime Stationnaire :

- La plaque chaude gardée NF X10-021 (NF EN 12667) :

Le principe de la méthode est de créer un transfert de chaleur unidirectionnel. Pour ce faire, une plaque infinie est mise entre deux plans parallèles et isothermes d'où une densité de flux thermique uniforme, unidirectionnelle et constante en chaque point de la plaque.

Le matériau testé est considéré comme homogène sur les plans limites et peut être hétérogène en épaisseur, composé de plusieurs couches distinctes par exemple.

Pour se placer dans des conditions d'essais les plus proches possibles du cas idéal et éviter ainsi les perturbations aux bords de l'échantillon testé, les mesures sont faites en zone centrale de ce dernier ($1^{ère}$ hypothèse) (figure 1).

La chaleur dissipée dans la plaque chaude par effet joule est répartie en deux partie égales vue la disposition identique d'un coté comme de l'autre de la plaque chaude (figure 2 [32]). Pour éviter les pertes latérales dans cette dernière on ne prend en compte que la zone de mesure qu'on sépare de la zone de garde par un déjoint ($2^{ème}$ hypothèse).

Une autre disposition est possible pour l'étude de la convection naturelle et elle consiste à remplacer une des éprouvettes par une plaque arrière de garde (fluxmètre de zéro).

Par ailleurs, la maîtrise de la température en pratique nécessite l'utilisation d'une enceinte climatisée qui pourrait être renforcée soit par des gardes auxiliaires isothermes soit par des gardes à gradient thermique en cas d'étude à hautes températures.

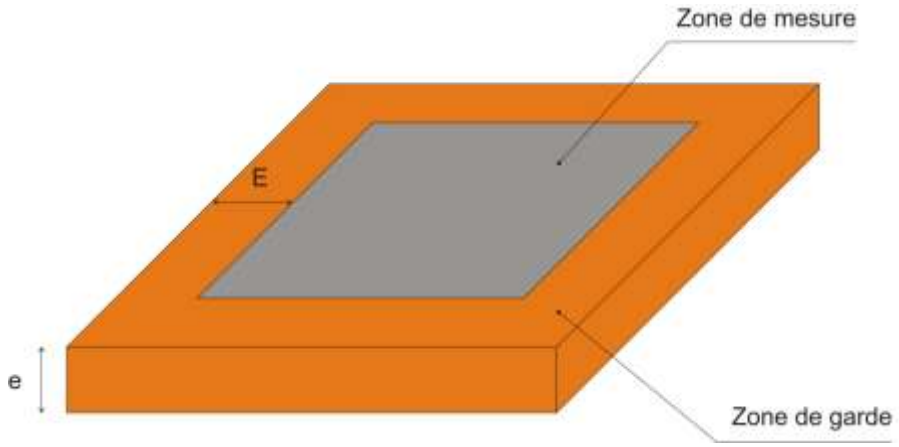


Figure 1: Zone de mesure/Zone de garde : condition géométrique sur éprouvettes (E ≥ *e*)

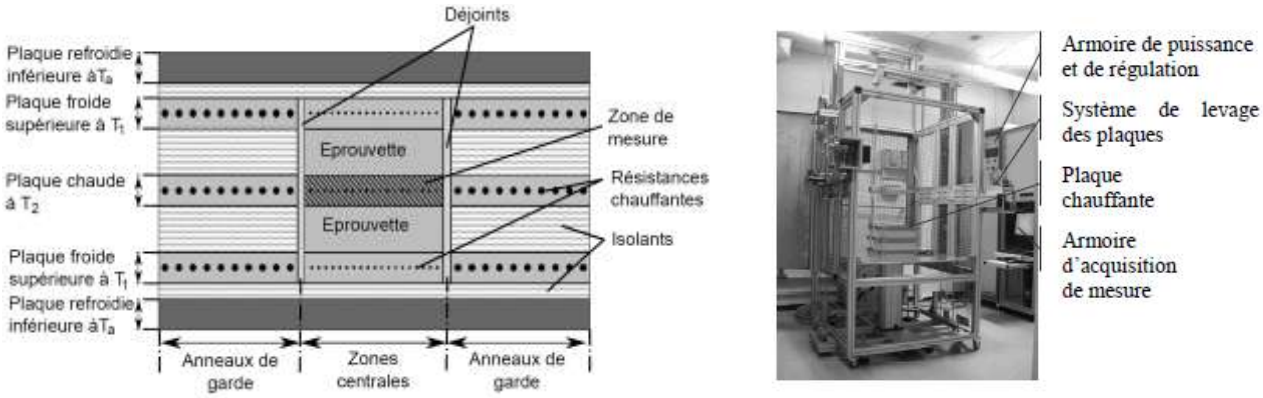


Figure 2 : Méthode de la plaque chaude gardée : Schéma de principe (à gauche), dispositif (à droite).

La méthode est limitée par :

- L'appareillage :

  - Le maintien d'un flux traversant l'éprouvette, unidirectionnel, uniforme et constant.

  - Des mesures de grandeurs respectant les exigences de la méthode.

-L'éprouvette :

- Nature identique des éprouvettes (épaisseur, structure, état de surface…).

Les erreurs de mesure : elles proviennent essentiellement du déséquilibre entre la zone de mesure et la zone de garde au niveau de la plaque chaude d'un coté et de l'autre aux pertes latérales au niveau des éprouvettes [30].

-La méthode fluxmétrique NF X10-025 (NF EN 12939):

De la même manière que pour la méthode de la plaque chaude gardée, le but est de créer un flux uniforme, unidirectionnel et constant qui traverse, cette fois, les zones de mesure de deux éprouvettes superposées aux surfaces planes isothermes, à des températures imposées (figure 3), ces hypothèses permettent d'écrire selon l'équation 1.

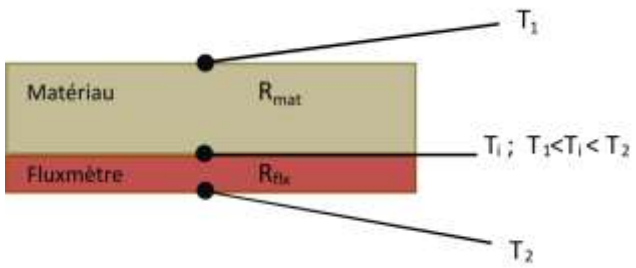


Figure 3 : Méthode fluxmétrique : Disposition fluxmètre/éprouvette.

$$q = \frac{T_1 - T_i}{R_{mat}} = \frac{T_i - T_2}{R_{flx}} \quad (1)$$

Ce principe s'applique au fluxmètre à gradient et la relation s'écrit selon l'équation 2

$$q = f\, fem = \frac{T_i - T_2}{R_{flx}} \quad (2)$$

Où : q (W/m²) est la densité de flux traversant le fluxmètre, *fem* (V) est la force électro-motrice délivrée par la thermopile du fluxmètre, f (W/ (V m²)) est la constante d'étalonnage du fluxmètre.

A partir des équations précédentes, l'écriture de la conductivité thermique de l'éprouvette est selon l'équation 3 :

$$\lambda_{mat} = \frac{f}{T_1 - T_i}\ fem\ e \tag{3}$$

Où : e (m) est l'épaisseur moyenne de l'éprouvette.

La conductivité ainsi déterminée est liée à la température moyenne de mesure T_{mmes}, et la constante d'étalonnage à la température moyenne du fluxmètre T_{mflx} [30] (Eq. 4).

$$T_{mmes} = \frac{T_1 - T_i}{2} \quad et \quad T_{mflx} = \frac{T_i - T_2}{2} \tag{4}$$

Avec la constante d'étalonnage qui s'écrit (Eq.5) :

$$f(T_{mflx}) = \frac{\Delta T_{Etl}}{R_{Etl} T_{mflx}\ e_{Etl}} \tag{5}$$

Où : ΔT_{Etl} est la différence de température et e_{Etl} la force électromotrice ; elles sont mesurées dans l'appareil fluxmétrique qui est à la température moyenne T_{mflx}.

L'utilisation d'éprouvette étalon fait de cette méthode une méthode relative et non absolue comme la méthode précédente [33].

Différentes dispositions sont possibles comme le montre la figure 4.

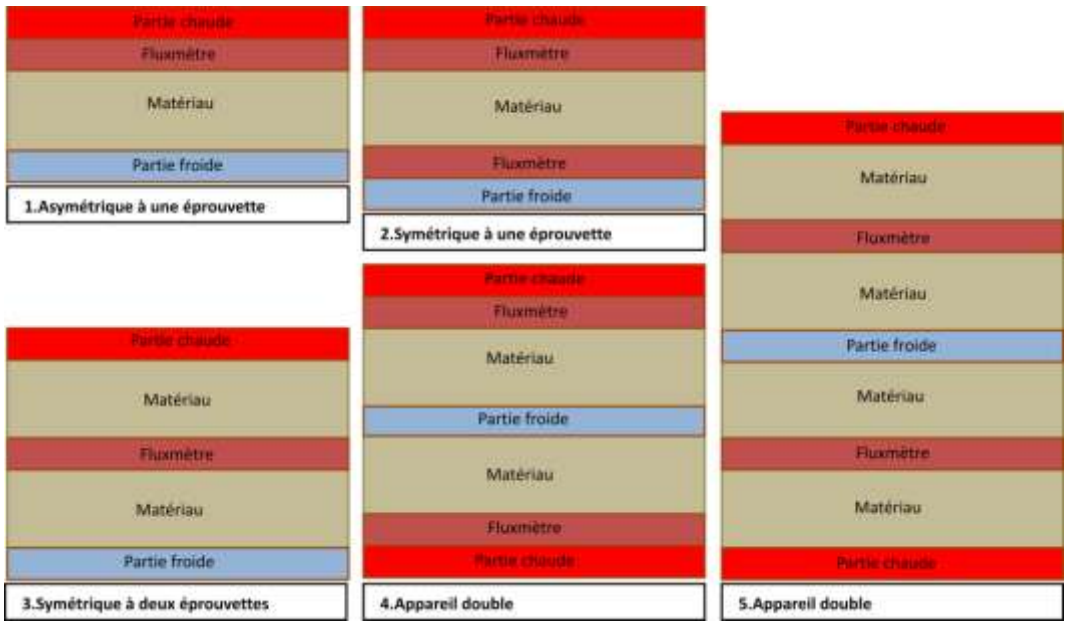


Figure 4 : Méthode fluxmétrique : Différentes dispositions de l'appareil.

-La méthode de la boîte chaude gardée NF X10-022 (NF EN 8990) :

La premier dispositif de cette méthode a été mis au point à la fin des années trente pour tester plus de 120 différentes configurations de murs [34]; Le principe de la méthode consiste à placer un échantillon de matériau entre, d'une part, une enceinte chaude disposant d'une source de chaleur (type résistance) et d'autre part d'une enceinte froide disposant d'un groupe froid thermodynamique, le tout mis dans un anneau de garde en vue de mesurer la résistance globale de l'échantillon (figure 5). Cette résistance calculée est donnée par la relation (Eq.6) [35]:

$$R = \frac{A\,\Delta T}{\varphi} \tag{6}$$

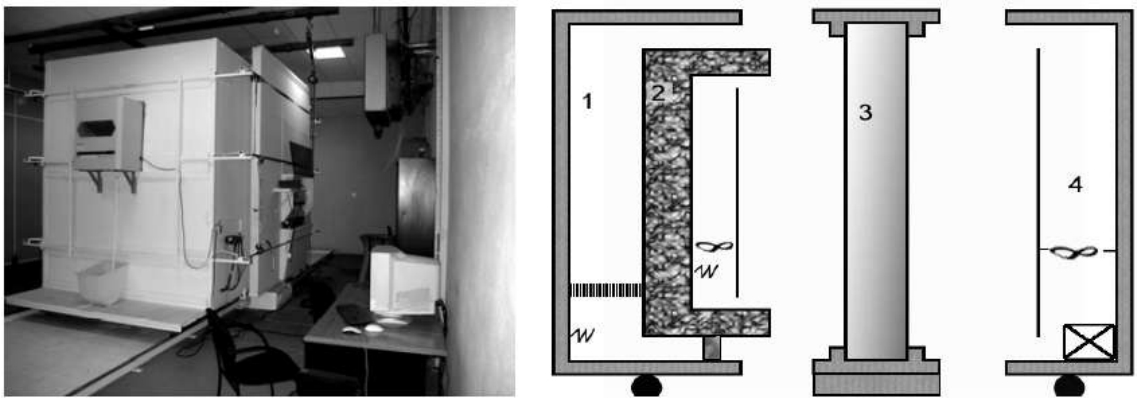


Figure 5 : Méthode de la boîte chaude gardée : Dispositif (à gauche), Schéma de principe (à droite).

L'intérêt de la norme par rapport aux nombreuses méthodes développées dans les laboratoires de recherches qui ont le même principe que la boîte chaude gardée est qu'elle donne un certain nombre d'exigences liées aux appareillages et aux mesures pour limiter les erreurs sur les valeurs finales calculées après essais.

Les limites de la méthode sont définies par plusieurs facteurs liés à la conception, l'étalonnage et au fonctionnement de l'équipement, ainsi qu'aux propriétés de l'échantillon telles que l'épaisseur et la résistance thermique.

B. Régime non stationnaire :

Ce type de méthodes est généralement appliqué à des matériaux opaques, de caractéristiques thermophysiques constantes et sans transfert de masse associé. Cependant des travaux sont en cours pour étendre les applications à d'autres types de matériaux [30].

-La méthode à deux fluxmètres :

Son schéma de principe est représenté figure 4 et son principe est le même que celui de la méthode fluxmétrique décrite précédemment.

L'intérêt d'utiliser le schéma sur la figure mentionnée est que le temps de mesure, variable importante dans ce paragraphe, peut être divisé par 4, en effet, les densités de flux q_1 et q_2 aux frontières atteignent leur état stationnaire pour un temps calculé selon l'équation 7 [30]:

$$\tau = \frac{e^2}{\pi^2\ \alpha}\ pour\ q_1\ \ et\ q_2\ pris\ séparément. \tag{7}$$

Alors que l'équation 8 donne :

$$\tau_\Sigma = \frac{e^2}{4\ \pi^2\ \alpha} = \frac{\tau}{4}\ pour\ q = q_1\ + q_2\ . \tag{8}$$

Où : α (m²/s) est la diffusivité thermique de l'éprouvette et e (m) son épaisseur.

Il est à noter que le temps de mesure en laboratoire pour atteindre le régime stationnaire est soit

$t = 4\ \tau$ ou $t = 7\ \tau$ pour des précisions de 2% ou 0.5%.

D'où l'intérêt de la configuration fluxmétrique choisie pour la réduction du temps de mesure : gain de temps et en coût.

Pour plus de détails sur la méthode et les calculs se référer à la bibliographie mentionnée [30].

-La méthode du fil chaud (ISO 8894-1 et 2) :

Le principe de la méthode est de mettre un fil chauffant entre deux éprouvettes du matériau testé (figure 6 [36]). Un créneau de flux est appliqué et la température est enregistrée. Tant que la perturbation appliquée n'atteint pas les faces qui ne sont pas en contact avec le fil, on reste dans l'hypothèse d'un milieu semi infini et l'on peut considérer le transfert comme étant radial autour du fil chauffant, au centre de l'éprouvette et une modélisation permet d'y suivre l'évolution de la température [36].

La méthode de calcul dite des quadripôles, associée à la transformée de Laplace, permet d'écrire, après résolution du système d'équations associé au système, la transformée de Laplace de la température. Des conditions concernant l'hypothèse du milieu semi infini sont à prendre en compte. Par ailleurs, l'intérêt de la méthode réside dans son application possible sur différents matériaux à différents états (solide, liquide ou même gaz).

Les limites de la méthode proviennent des conditions d'utilisation imposées ; l'hypothèse sur la masse du fil, qui doit être négligeable devant la masse du système entier pour rester dans l'hypothèse du milieu semi infini, limite l'utilisation de la méthode à des matériaux de masse assez importante par rapport à celle du fil chaud. La méthode est valable pour des temps courts, donc elle n'est pas utilisable pour des matériaux à diffusivité élevée tels que les métaux par exemple. La conductivité du fil est négligée dans la méthode, alors cette hypothèse est valable pour des matériaux beaucoup moins conducteurs que le fil chaud.

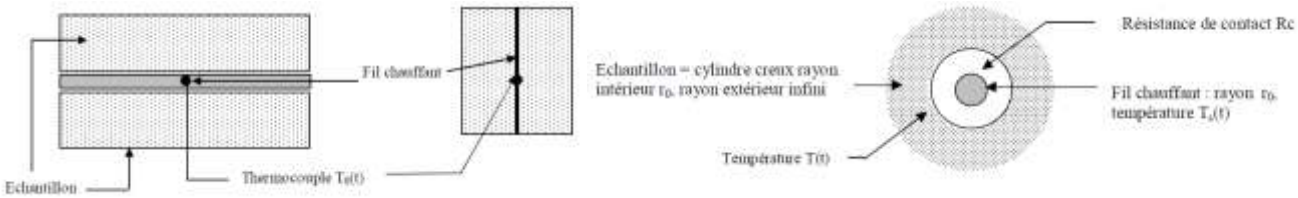


Figure 6 : Méthode du fil chaud : Schéma de montage (à gauche), Schéma des transferts (à droite).

-La méthode flash :

La méthode flash ou impulsionnelle permet de déterminer la diffusivité d'un échantillon soumis à des perturbations émises par une source de chaleur assez localisée (bref flux de chaleur fourni par un tube à éclat, un laser…). Elle a été proposée en 1961 par Parker [37].

Le schéma de la méthode (figure 7 [36]) montre le principe qui consiste à envoyer flux lumineux en face avant de l'échantillon et à enregistrer la température à la face arrière de ce dernier, permettant l'obtention d'un thermogramme. L'analyse de ce thermogramme entraine alors la détermination de la diffusivité thermique de l'échantillon testé.

La modélisation de ce système a permis à plusieurs auteurs (Parker 1961 ; Degiovanni, 1977 ; Degiovanni et Laurent, 1986)[36] d'estimer la diffusivité thermique ce qui rend la méthode large d'utilisation [38-39].

Les hypothèses à prendre en compte dans cette méthode sont [36]:

- Uniformité du flux radiatif absorbé sur toute la surface de l'échantillon.
- Température uniforme et égale à la température ambiante à t = 0s.
- Coefficient d'échange convectif identique sur toutes les faces.

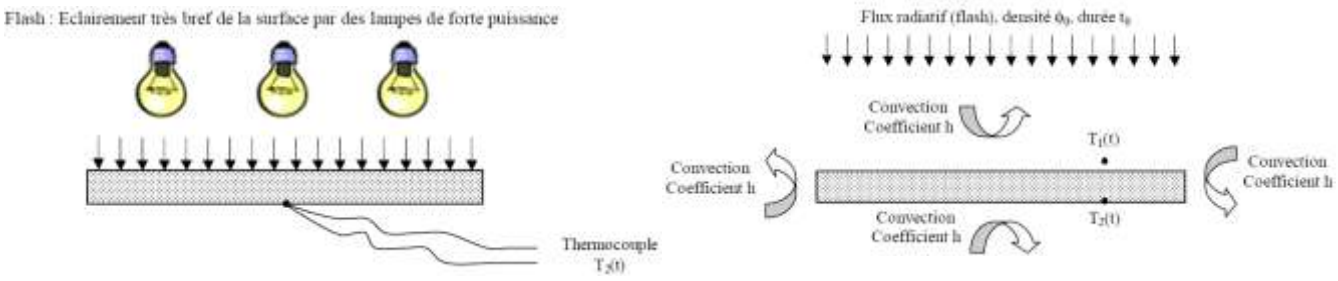


Figure 7 : Méthode flash : schéma de principe (à gauche) schéma physique (à droite).

Une autre condition concerne les pertes latérales qui ne sont pas prises en compte dans le cas des faibles épaisseurs par rapport aux autres dimensions de l'échantillon, ou prises en compte dans le calcul dans le cas contraire.

Il a été montré par ailleurs, et après une étude théorique que les pertes latérales ont été surestimées même pour un matériau à faible diffusivité. En choisissant un échantillon de dimensions supérieures à 6 fois son épaisseur on s'assure du bon résultat sans prise en compte des pertes latérales.

Les limites de la méthode découlent des conditions permettant son utilisation : Le flux lumineux envoyé sur la face avant est absorbé par la surface et ne « pénètre » pas dans l'échantillon d'une part et de l'autre, on mesure en face arrière une grandeur proportionnelle à l'élévation de température ; d'où l'exclusion des matériaux très léger (difficile d'y mesurer la température de surface donc manque à la deuxième condition) et des matériaux poreux (manque à la première condition).

2.4 Méthodes de caractérisation hydrique des matériaux :

Nous nous limiterons dans ce paragraphe à l'étude de la teneur en eau. En effet, au regard des objectifs développés pour ce travail, les autres paramètres hydriques (perméabilité, conductivité hydraulique…) ne sont pas abordés dans ce document.

Les méthodes de mesure de la teneur en eau sont de diverses natures : chimique, électrique, thermique… ces méthodes peuvent être considérées par rapport à leur caractère destructif ou non destructif. Les méthodes peuvent être classées en se basant sur leurs champs d'application : laboratoire ou in situ ou sur la nature du matériau testé (solide, liquide ou gaz)… le recensement de toutes les méthodes de mesure de la teneur en eau et leur classification n'est pas l'objet de cette partie. Nous présentons ici les méthodes en relation avec le champ d'application que nous envisageons. En effet les matériaux étudiés dans ce travail sont à l'état solide et sont généralement des matériaux de construction mais qui peuvent aussi être classés dans la case des sols (exemple : le sable). Dans ce contexte, les méthodes sont en général développées et appliquées sur des sols. Il n'est donc pas étonnant que la plupart d'entre elles soient applicables in situ.

Nous abordons ici trois grandes classes de méthodes : gravimétrique, à sonde et enfin par télédétection.

2.4.1 Méthodes gravimétriques :

Elles sont basées sur la perte de masse des matériaux testés. Elles permettent le calcul de la teneur en eau d'un matériau à partir de la différence de son poids entre l'état sec et humide [40-42] (Équation 9). L'hypothèse ici est que la masse perdue est celle de l'eau uniquement et d'aucune autre particule. Le but est donc de sécher l'échantillon. Cela s'opère soit par étuvage : séchage du matériau lui-même ou de l'ambiance dans laquelle il évolue; soit en desséchant l'atmosphère en permanence : absorption ou dessiccation. Ces deux dernières, vu qu'elles nécessitent un agent desséchant et pas d'élévation de température (à température ambiante), ont une plus grande utilité quand il s'agit de matériaux thermiquement instables.

$$\omega\,(\%) = 100\,\frac{m_h - m_s}{m_s} \qquad (9)$$

Quand le séchage par chauffage est permis (sinon voir la lyophilisation) la méthode la plus utilisée est l'étuvage. Mettre un matériau humide dans une étuve chauffée implique que la pression de vapeur de ce matériau est supérieur à l'atmosphère de l'étuve cela provoque un départ d'eau de ce matériau et donc un séchage. Une fois la masse du matériau ayant atteint une valeur constante ou très peu variable, on peut dire alors qu'il est à l'état sec « notion de masse constante » et que sa teneur en eau ω_{sec} = 0%. Disposer des valeurs du poids du matériau à son état humide et à son état sec permet de calculer (Eq. 9) sa teneur en eau. Cette méthode est satisfaisante en termes de domaine d'application (applicable sur la plupart des solides) et d'erreur relative de mesure (de 1 à quelques pourcents) [43]. Ceci dit, les erreurs de la méthode peuvent provenir de l'hypothèse fondamentale ne supposant que deux masses possibles tout au long du processus ignorant tous les effets de la déshydratation : réactions chimiques, modifications physiques (retard de diffusion d'eau)… qui peuvent être considérés comme limites de la méthode.

2.4.2 Méthodes à sondes :

Les méthodes à sondes sont généralement physiques ou électriques. Les méthodes physiques telles que la densimétrie ou la réfractométrie sont appliquées généralement à des solides inertes pour des teneurs en eau supérieur à 1%. Leurs erreurs relatives de mesure sont assez élevées (de 5 à 10%). Pour une application plus large (applicables pour de faibles teneurs en eau) les méthodes électriques présentent l'avantage d'être plus précises. Par contre, selon qu'elles soient résistive ou capacitive, elles s'appliquent à une gamme précise de matériaux [43]. Le guide technique émis par l'ADEME décrit la mesure de l'humidité des solides dans l'industrie [44]. D'après ce guide, parmi les méthodes les plus appliquées dans notre domaine d'étude, on retrouve les méthodes basées sur la permittivité diélectrique et la rétrodiffusion des rayons infrarouges. Il n'empêche que des mesures sur sable ou plus généralement sur sol peuvent être faites grâce à la méthode basée sur le ralentissement des neutrons. Dans ce sens nous présentons ici trois des méthodes les plus fréquemment rencontrées dans notre domaine sans rentrer dans les détails de chacune d'elle et tout en sachant que cette liste n'est pas exhaustive.

A. La réflectométrie dans le domaine temporel : (Time-Domain-Reflectometry - TDR) :

La réflectométrie existait déjà dans les années 30 du siècle dernier. Elle permettait la détection des défauts des câbles. Cette méthode est basée sur l'analyse du comportement diélectrique dans un champ électrique variable. Son principe théorique vient de la transmission des ondes électromagnétiques. Un constat dans ce domaine stipule que si le long d'une ligne de transmission d'onde, un changement d'impédance a lieu alors il y aura forcément une réflexion partielle ou totale des ondes. Les matériaux testés au début de l'application de cette méthode étaient des matériaux conducteurs de propriétés électriques connues. Ensuite l'objectif était de mesurer des propriétés électriques de matériaux assez peu connus. Cela a impliqué une modification de la méthode. En effet, au lieu d'utiliser les données : un point source d'onde, les propriétés électriques du matériau et le temps et la vitesse de propagation pour mesure la distance de réflexion (défaut dans le cas des câbles) le but était, après modification, de mesurer la vitesse de propagation à partir d'un point de réflexion connu. Cela a permis de remonter aux propriétés électriques du matériau testé. Au début elle a été validée sur des liquides [45]. Les liquides offrent une bonne homogénéité et un bon contact avec la sonde d'où des premières applications de la méthode dans la chimie. A partir des années 80 du siècle dernier, son utilisation a considérablement augmenté et s'est étendu sur plusieurs matériaux autres que les liquides. Ainsi son utilisation pour la mesure de la teneur en eau dans les sols s'est développée et plusieurs travaux s'y sont intéressés jusqu'à aujourd'hui [46-47].

Dans notre domaine, cette méthode est utilisée, en général, pour la mesure de la teneur en eau et de la conductivité électrique de divers matériaux et spécialement les matériaux poreux. Son instrumentation demande une sonde (bi ou tri tige en général) qui détermine la portée de sa mesure (voir figure 8). Cette sonde (de longueur l_{TDR}) est la ligne de transmission des ondes envoyées par le réflectomètre. Le temps de parcours des ondes entre émission et réflexion « t_{TDR} » permet de remonter à la permittivité du matériau testé « ε_r ou ε ». (Éqs. 10 et 11)

$$v_{prop} = \frac{2\, l_{TDR}}{t_{TDR}} \quad (vitesse\ de\ propagation\ de\ l'onde\ dans\ le\ matériau) \tag{10}$$

$$\varepsilon_r = \left(\frac{c}{v_{prop}}\right)^2 = \left(\frac{c\, t_{TDR}}{2\, l_{TDR}}\right)^2 \quad (permittivité\ du\ matériau) \tag{11}$$

Où : c est la célérité des ondes dans le vide.

Ces deux équations simplifiées tirées des bases théoriques de la propagation d'onde électromagnétiques reposent sur deux hypothèses fondamentales. La première est que

l'atténuation du signal dans la sonde est très faible et la deuxième est que la dépendance de la permittivité à la fréquence n'est pas prise en compte.

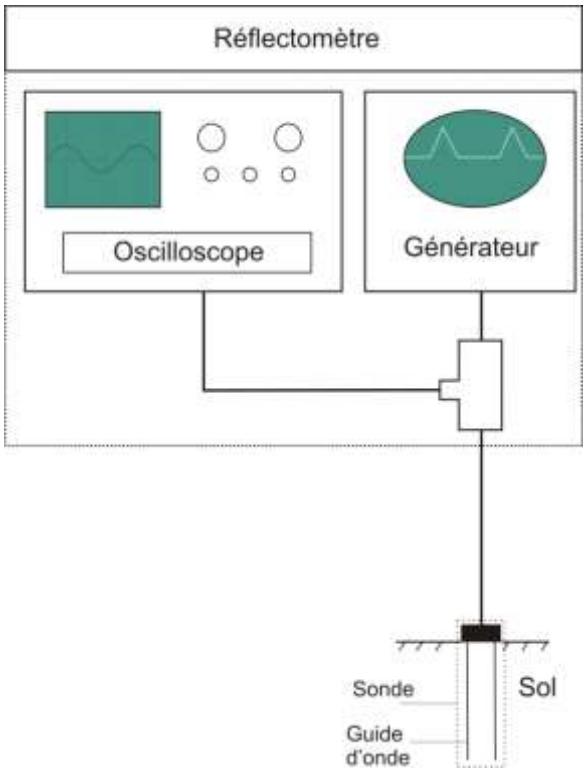


Figure 8 : Schéma de principe du réflectomètre à domaine temporel (TDR)

Pour déduire la teneur en eau à partir de la permittivité trois manières de procéder sont possibles. La première consiste en l'utilisation de relations empiriques basées sur le fait que la permittivité de l'eau est beaucoup plus élevée que celle des autres composants (dans le cas d'un sol par exemple). Elles sont généralisées pour certaines gammes de sols (Équation 12 [47]). La deuxième manière consiste à considérer un mixage diélectrique des composants. Elle repose sur la connaissance de la permittivité diélectrique de chaque composant pris à part. Enfin la troisième manière consiste en un calibrage préalable avant l'utilisation de la TDR par méthode de référence [48].

$$\theta = 5.3\ 10^{-2} + 2.92\ 10^{-2}\ \varepsilon - 5.5\ 10^{-4}\ \varepsilon^2 + 4.3\ 10^{-6}\ \varepsilon^3 \quad (12)$$

La réflectométrie dans le domaine temporel évolue rapidement et s'adapte à différents matériaux. Malgré cela elle a ses limites qui sont liées aux simplifications du calcul et à la nature de la sonde comme nous l'avons déjà mentionné. A cela s'ajoute l'étalonnage des sondes nécessaire pour au moins chaque gamme de matériaux. Malgré l'aspect relativement

non destructif de ces méthodes, elles restent intrusives par la dimension propre de la sonde. Enfin certains réflectomètres sont affectés d'erreurs de mesure assez élevées [49].

B. La réflectométrie dans le domaine fréquentiel: (Time-Domain-Reflectometry - FDR-) :

Cette méthode est très proche de la TDR. En effet, elle utilise les variations de la constante diélectrique du matériau ou du milieu si la sonde est capacitive ou les variations d'impédance si la sonde utilisée est un capteur d'impédance électrique. Par contre, à la différence de la TDR cette méthode ne s'intéresse pas à la mesure du temps de parcours de l'onde à travers le guide d'onde mais à la fréquence de l'onde réfléchie et son déphasage par rapport à l'onde incidente [50]. La méthode a été utilisée et validée par comparaison à d'autres méthodes notamment à la TDR et à la sonde à neutrons que nous décrivons dans le paragraphe suivant [51].

Son schéma de principe est le même que celui présenté sur la figure 8 pour la TDR, par contre, les calculs sont différents. Dans la plupart des instruments commercialisés, les mesures fréquentielles sont liées au voltage, lui-même lié à la permittivité du milieu et enfin cette dernière est liée à la teneur en eau. En général, les relations utilisées à chaque niveau de calcul sont des relations empiriques polynomiales de différents ordres [52]. Il est donc plus judicieux de parler d'estimation de la teneur en eau que de détermination. L'oscilloscope balaye les fréquences jusqu'à une certaine fréquence de résonnance à laquelle correspond la plus grande amplitude du signal ce qui permet de déterminer la teneur en eau. Les erreurs de mesures dépendent essentiellement de la fréquence du champ électromagnétique imposée par les instruments utilisés. Les fréquences du signal utilisées dans cette méthode sont beaucoup plus basses que celles utilisées dans la TDR ce qui rend cette méthode plus sensible à la température, le contact… du milieu testé. Elle nécessite un étalonnage pour chaque type de sol. Par contre, elle permet des mesures dans des milieux salins et son coût peut être moindre par rapport à la TDR [40].

C. La sonde à neutrons :

Cette méthode est mise en place pour remédier aux inconvénients des méthodes précédentes (caractère destructif, sensibilité au champ électromagnétique et à la salinité et aux variations de températures des milieux…). A part le fait que cette méthode soit non destructive et peu intrusive elle permet aussi le suivi temporel de teneur en eau.

Elle est basée sur l'émission de neutrons rapides à partir d'une source et la réception lente par comptage des neutrons thermique détectés. De la source au détecteur et lors du processus de dispersion, les neutrons au départ rapides subissent essentiellement des chocs élastiques au contact surtout de l'hydrogène contenu dans les molécules d'eau présentes dans le milieu testé, qui les ralentissent. Ces chocs font en sorte que les neutrons rapides perdent de leur énergie et deviennent détectable (nuage stable d'une trentaine de centimètres autour de la source) par le détecteur qui se situe dans ce nuage ; le comptage de neutrons thermiques lents y est proportionnel à la teneur en eau. Bien que le processus d'absorption des neutrons rapides émis par les noyaux atomiques des éléments présents dans le milieu soit possible, sa probabilité est très faible. La désintégration des neutrons rapides (demi vie 13 minutes) est possible aussi mais les appareils de mesure sont conçus pour y remédier [53-54].

Son schéma de principe simplifié est composé de deux parties (figure 9). La sonde qui se présente sous forme d'un tube cylindrique métallique scellé (3cm < ∅ < 5cm et 20cm < L < 30cm). Elle contient : une source émettrice de neutrons rapides, un détecteur de neutrons lents et un préamplificateur qui envoie un signal via un long câble (5m < L <20m) au système de comptage. Ce dernier constitue la deuxième partie du schéma de principe, il transforme chaque impulsion envoyée par le détecteur lors de la réception d'un neutron lent en coup par minute ou par seconde. D'après l'étalonnage préalable, l'utilisateur peut remonter donc à la teneur en eau. Il est à noter que le temps de comptage est d'une importance capitale pour la précision des mesures.

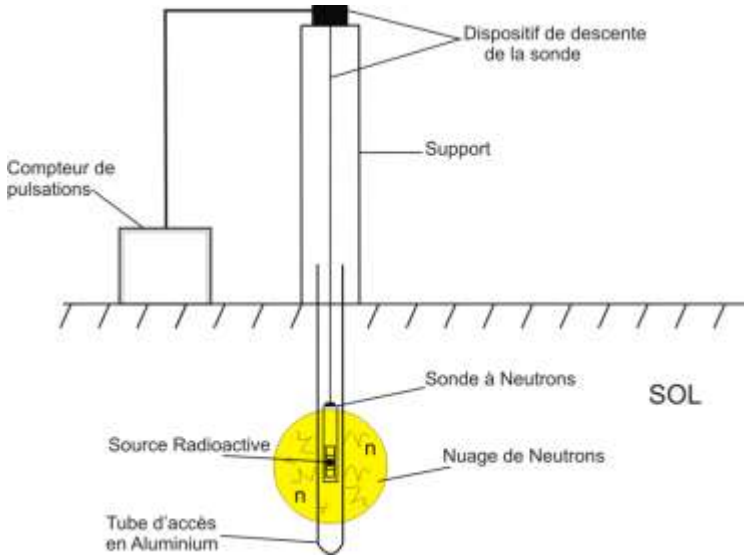


Figure 9 : Schéma de la méthode : sonde à neutrons et système de comptage.

La sonde à neutron présente certains avantages, bien qu'elle ne soit applicable qu'à partir d'une certaine profondeur et qu'elle nécessite un étalonnage régulier. Le plus grand problème avec ce genre de sondes basées sur l'émission radioactive, mis à part le prix élevé de l'appareil, c'est sa dangerosité sur la santé de l'opérateur.

D. Méthodes par télédétection :

Les méthodes par télédétection sont soit aéroportées soit satellitaires. Ces méthodes, contrairement aux méthodes précédentes, s'appliquent en général au suivi spatial et/ou temporel des teneurs en eau. Au début, les techniques de télédétection ne permettaient de travailler que dans le domaine optique (courte longueur d'onde) basées sur le fait que les images deviennent plus foncées quand le milieu est plus humide. Ces premières techniques très sensibles à la météo et à l'effet de masquage ont laissé leur place à la détection dans le domaine infrarouge mais là aussi les températures surfaciques sont influencées par le vent par exemple d'où leur difficulté d'application. Les dernières techniques développées basées sur les micro-ondes par radar sont plus prometteuses et sont peu sensibles aux variations climatiques et à l'effet de masquage pour l'estimation des teneurs en eau. Ces systèmes mesurent la constante diélectrique directement liée à la teneur en eau, comme nous l'avions mentionné dans les paragraphes précédents [55].

Les premières explorations spatiales s'intéressant à la teneur en eau ont commencé au milieu des années 70 du siècle dernier. Mais les modules embarqués dédiés spécialement au suivi des teneurs en eau n'ont vu le jour qu'au début de ce siècle. Le tableau 1 ci-dessous résume l'historique de l'évolution de la télédétection par satellite pour la mesure des la teneur en eau des sols [56]. Parmi les détecteurs utilisés : « The Advanced Microwave Scanning Radiometer for the Earth observing system (AMSR-E) » embarqué sur « Aqua satellite » et « the Advanced SCATterometer (ASCAT) » embarqué sur « MetOp (Meteorological Operational) satellite ». Les méthodes par télédétection et spécialement les méthodes satellitaires sont toujours en cours de développement et les études de validation par comparaison aux mesures effectuées in-situ ne sont pas complètement achevées. Les premiers résultats montrent des différences entre algorithmes (the Land Parameter Retrieval Model -LPRM-, the Polarization Ratio Index-PRI-, the single-channel algorithm-SCA- …) utilisés et entre les agences spatiales les utilisant, comme la NASA ou la JAXA [57-58].

Dans l'attente de la stabilisation des outils (matériel et logiciel) dédiés à la détection par satellite de la teneur en eau et pour trouver une alternative au problème de mesure provoqué

par les paramètres de la surface du sol, des travaux de recherche tentent d'utiliser des méthodes non paramétriques pour estimer la teneur en eau et avoir une meilleure compréhension de l'influence des variables sur les algorithmes d'estimation utilisés par les processus d'extraction développés pour ces méthodes [59]. L'intérêt des méthodes par télédétection à l'heure actuelle, quand leur utilisation est possible (technique pointue, coût élevé…) est qu'elles peuvent être utilisées comme complémentaires aux méthodes in situ.

Satellite	Sensor	Year launched	Owned by	Data type
Land sat	Land sat	1975	NASA	Passive
ESRI-1	SAR-C-band	July 1991	European Space Agency	Active
JERS-1	SAR-L-band	February 1992	Japanese Agency	Active
SIR-C/X-SAR	SAR	April 1994	U.S –German-Italian	Active
ERS-2	SAR	April 1995	European Space Agency	Active
RADARSAT-1	SAR-C-band	November 1995	Canadian Space Agency	Active
Terra	MODIS-Terra	December 1999	NASA, partnerships with the aerospace agencies of	Passive
	ASTER-Terra		NASA, partnerships with the aerospace agency of	
Aqua	AMSR-E-Aqua	May 2002	NASA and the National Space Development Agency	Passive
	MODIS-Aqua			
ALOS-PALSAR	SAR-L-band, PRISM and AVNIR-2 instrument	January 2006	National Space Development Agency	Passive+ Active
RADARSAT-2	SAR-C-band	December 2007	Canadian Space Agency	Active
SMOS	MIRAS (interferometric radiometer) L-band	November 2009	European Space Agnecy	Passive

Tableau 1 : Évolution des méthodes d'estimation de la teneur en eau par télédétection satellitaires.

2.5 Positionnement du travail :

Cette partie s'intéresse aux travaux de recherche qui se rapprochent de notre travail d'équipe mené au LGCgE durant les années de thèse. En général nous nous intéressons aux

méthodes traitant le sujet d'estimation des caractéristiques thermophysiques ou hydriques. Parmi toutes les méthodes abordées, nous prêtons une attention accentuée aux méthodes utilisant une étude combinée numérique et expérimentale pour la caractérisation thermique des matériaux en général et spécialement les matériaux de construction. Ces méthodes dites « duals » ont connu un développement rapide après l'évolution des instruments de mesure d'une part et de l'autre celle des logiciels et méthodes de modélisation et d'estimation. Nous n'oublierons pas d'aborder aussi les travaux qui se sont intéressés à l'interaction entre propriétés thermophysiques (conductivité thermique et chaleur spécifique) et hydrique (teneur en eau).

Les bases de méthodes expérimentales dans le domaine thermique et hydrique ont vu le jour au début du siècle dernier et les méthodes analytiques traitant les phénomènes physiques (transfert de chaleur, de masse…) ne sont pas plus récentes. Par contre, les méthodes numériques conditionnées par l'évolution des calculateurs et ordinateurs n'ont connu leur expansion qu'à partir du milieu du siècle dernier. Le but ici n'est pas de faire une étude détaillée sur la chronologie de l'évolution de toutes les méthodes existantes (caractérisation thermique, hydrique, modélisation numérique, estimation paramétrique…) mais d'aborder d'une manière concise les travaux les plus récents.

En 1995 Sawaf et al [60] ont réalisé une étude basée sur la méthode des différences finies pour modélisé le transfert de chaleur dans un milieu orthotrope. Ils ont combiné cette résolution directe du problème de transfert à un algorithme d'estimation paramétrique (Levenberg-Marquardt -LMA-), que nous développerons un peu plus loin dans ce document. Le but de cette estimation était de retrouver la conductivité thermique et la chaleur spécifique du milieu. C'est une méthode double (expérimentale/numérique) mais exclusivement numérique et où la partie expérimentale a été simulée par l'ajout d'un bruit aux températures simulées et supposées mesurées. Cette étude s'intéresse à l'évolution des caractéristiques thermophysiques avec la température. Cette dépendance peut être importante pour certaines gammes de matériaux ou à de hautes températures par exemple. Les auteurs se sont basés sur une référence dans l'analyse inverse du transfert de chaleur « Inverse heat transfer » Ozisik [61]. Plusieurs aspects de cette étude se recoupent avec les travaux réalisés dans cette thèse. La partie expérimentale absente dans la publication discutée précédemment est retrouvée dans les travaux de O'Donell et al [62]. Les auteurs se sont intéressés à la détermination de la température lors de l'hydratation du béton. Pour cela des mesures sur des échantillons ont permis de comparer les résultats aux températures simulées pour estimer les caractéristiques thermophysiques. Le but

premier de cette étude n'étant pas la détermination des caractéristiques thermophysiques elles-mêmes, l'estimation paramétrique a été peu discutée dans leur travail. Un travail numérique a permis a Huang et al [63] d'estimer par méthode inverse non pas des paramètres thermophysiques mais des fonctions liant ces paramètres à la température (estimation de fonction) mais aussi aux températures initiales. Ils ont utilisé la méthode du gradient conjugué et ont présenté une étude de sensibilité. L'aspect théorique et numérique est intéressant et les conclusions prometteuses mais la validation expérimentale reste à mener. Les propriétés thermophysiques ne sont pas sensibles qu'au seul facteur température, Dantas et al [64] se sont intéressés au milieux poreux où l'interaction entre transfert de chaleur et transfert de masse est fréquente. Ils présentent une méthode inverse basée sur le LMA et consolidée par une étude de sensibilité permettant le choix des paramètres à estimer et d'en tirer les informations utiles pour la partie expérimentale. Le travail reste essentiellement numérique et la partie expérimentale n'est pas développée. Avec ce travail, le notre est convergent sur plus d'un point traité. L'aspect expérimental étant difficile à mettre en place et à contrôler, la plupart des travaux au début étaient exclusivement numériques, les publication de Kim et al [65] et de Yang [66] en sont des exemples. Ce dernier affirme que numériquement, avec seulement deux thermocouples placés aux extrémités, il serait possible de remonter aux caractéristiques thermophysiques d'un échantillon alors que les travaux expérimentaux des thermiciens sont basés sur aux moins les données recueillis par deux fluxmètres et deux thermocouples placés aux extrémités. C'est ce qu'affirment plusieurs travaux menés dans notre laboratoire [67-69]. Les essais menés par Lacarrière et al [70] sont intéressants d'un point de vue expérimental. Ils ont permis de suivre l'évolution des températures dans des briques perforées et ainsi de déterminer leur inertie thermique. Le processus est basé d'une part sur une méthode qui s'inspire de la méthode de la boîte chaude gardée (voir paragraphe 2.3.2 A) et d'autre part sur l'insertion de thermocouples dans l'épaisseur de la brique testée. Malgré l'aspect expérimental riche qui se rapproche de nos travaux, l'aspect théorique n'est abordé dans cette publication que très brièvement. Si cette dernière publication s'est intéressée à la brique qui est une composante essentielle de l'enveloppe d'un bâtiment, Gonçalves et al [71] se sont intéressé à cette enveloppe à travers une caractérisation physique et chimique des isolants et plus spécialement aux matériaux à base des produits agricoles (balle de riz). Le travail mené par Rodriguez et al [72] va dans le même sens, ils ont expérimentalement et numériquement étudié la fibre de coco. Aussi, Alavez-Ramirez et al [73] ont évalué ce matériau en tant que produit de rembourrage des panneaux en ciment armé dans des configuration sandwich pour améliorer leur isolation. Les isolants sont parmi les matériaux de construction les plus étudiés du point de vu ther-

mique, cela va de soi vu le rôle qui leur est destiné et certains sont plus faciles à caractériser que d'autres. Quand il s'agit d'isolant de masse volumique très faible, la caractérisation devient difficile et les résultats peu fiables. Pour y remédier Jannot et al [74] ont développé une méthode de caractérisation originale. Elle réduit la difficulté de mesure liée à la grande différence entre la capacité et la résistance thermiques de l'élément chauffant ou refroidissant (en général en métal) et l'échantillon testé (isolants à faible masse volumique et capacité thermique). En parallèle, une étude numérique (théorie, estimation paramétrique et étude de sensibilité) a été menée. Cela permet d'estimer la conductivité thermique avec moins de 5% d'erreur relative. Plusieurs axes des travaux développés par les auteurs se recoupent avec les travaux développés dans ce document. Lors de l'estimation paramétrique le nombre de paramètres estimés est d'une grande importance. Les limites consistent à réduire les risques d'erreurs d'estimation élevées. En effet, dans son travail, Ukrainczyk [75] lors du développement théorique et numérique, s'est intéressé à la seule diffusivité thermique au lieu de la conductivité et de la chaleur spécifique ensemble. Il a présenté un dispositif expérimental pour des essais au laboratoire qu'il a validés en l'appliquant sur des matériaux qu'il estime complexes et de référence comme (Agar -Polysaccharide- et sable). Il a associé les résultats des essais à une méthode d'estimation basée sur le LMA, le tout s'inscrit dans une méthode inverse de transfert de chaleur par conduction. La base théorique est détaillée mais la méthode de programmation de ce type de transfert n'est pas abordée. Cela n'empêche que le travail présenté est en accord avec nos travaux. Toujours dans le but d'améliorer le rendement d'une enveloppe d'un bâtiment, Sambou et al [76] se sont intéressés à la maximisation du caractère isolant d'un mur à travers sa résistance thermique et à son inertie thermique à travers sa capacité thermique. L'intérêt s'est porté plus sur l'aspect estimation que sur l'aspect expérimental. En effet, les auteurs ont utilisé la méthode des quadripôles, largement utilisée aussi dans notre laboratoire [77-79]. Ils ont appliqué un algorithme génétique d'estimations paramétriques multi-objectives à optimum de Pareto. Cette estimation est utile quand il s'agit d'optimiser deux paramètres qui peuvent avoir des évolutions contraires dans un même modèle (maximiser l'un peut amener à minimiser l'autre et vice versa). Xu et al [80] ont développé une méthode pour estimer la conductivité et la diffusivité thermique. Cette méthode associe une solution analytique du transfert de chaleur dans des cylindres de béton bitumineux et un essai de laboratoire sous conditions maitrisées. Cette méthode exige un conditionnement strict de l'éprouvette et de la chambre d'essai, et ses erreurs relatives d'estimation sont relativement élevées. Rahmanian et al [81] ont appliqué une méthode double (expérimentale/ numérique) pour la caractérisation des plaques de plâtre. Leur intérêt s'est porté sur la conductivité ther-

mique de ces plaques en tant que fonction de la température. Les matériaux de construction sont testés avant leur validation et vente. Le polystyrène expansé (EPS), bien qu'il ait été testé par diverses méthodes, Gnip et al [82] l'ont repris et testé par une méthode expérimentale qui s'inspire de la méthode des plaques citée précédemment et en se basant sur la norme EN 13163:2008. L'originalité de ce travail est qu'il a permis d'évaluer la conductivité thermique de ce matériau en fonction de sa masse volumique dans un intervalle de température entre 0 et 50°C. Parmi les méthodes qui se rapprochent le plus de la nôtre en termes de principe d'expérimentation et de formulation théorique nous retrouvons celle publiée par Simões et al [83]. Ils ont instrumenté les interfaces des multicouches testés pour pouvoir suivre l'évolution des températures à ces emplacements. Le but de l'étude est d'offrir une meilleure compréhension du retard de propagation de la chaleur dans un matériau qui a cette configuration multicouche. Bien que cette méthode se rapproche de la nôtre (développée plus loin dans ce document) elle n'utilise pas d'estimation paramétrique et se limite à une confrontation analytique/expérimentale des résultats.

Les travaux thermiques seuls ont leurs limites du moment où d'autres interactions ou modes de transfert entrent en jeu et affectent sensiblement le transfert de chaleur et ses paramètres. Nous avons mentionné dans ce qui précède dans cette section que les paramètres thermophysiques sont sensibles aux variations de température [63]. Cette dépendance change d'un matériau à l'autre et d'une gamme de température à une autre. Dans certains cas ces propriétés thermophysiques sont affectées par le degré de compression du matériau. En effet, le fait de comprimer un matériau augmente sa masse volumique en diminuant sa porosité et donc l'air servant d'isolant au sein du matériau. D'où l'inverse proportionnalité entre conductivité thermique et porosité [84]. Par ailleurs, les paramètres thermophysiques peuvent être sujets à des variations conséquentes en présence de variations de teneur en eau (cas d'une paroi entre deux ambiances d'humidité relatives trop différentes). Nous nous intéresserons dans la suite à l'influence de la teneur en eau d'un matériau sur ses propriétés thermophysiques. Plusieurs travaux ont été consacrés à cette influence. Dans le LGCgE de Béthune, Chauchois [79] a déterminé expérimentalement l'interaction entre la teneur en eau et d'une part la conductivité thermique et de l'autre part la chaleur spécifique du sable de fonderie entre autres matériaux (figure 10 et 11 [79]); aussi Delacre [78] a déterminé ses interactions lors de ses travaux de thèse.

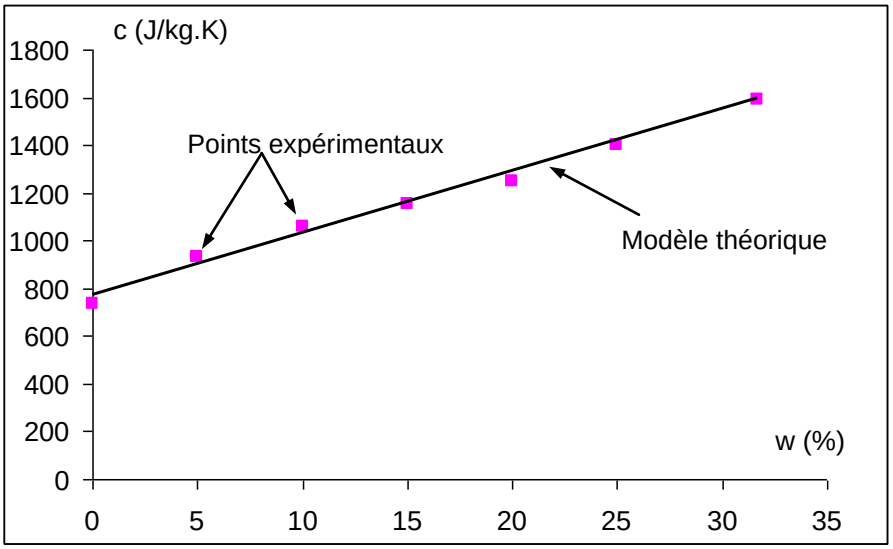


Figure 10 : Comparaison des points expérimentaux de la chaleur massique au modèle théorique.

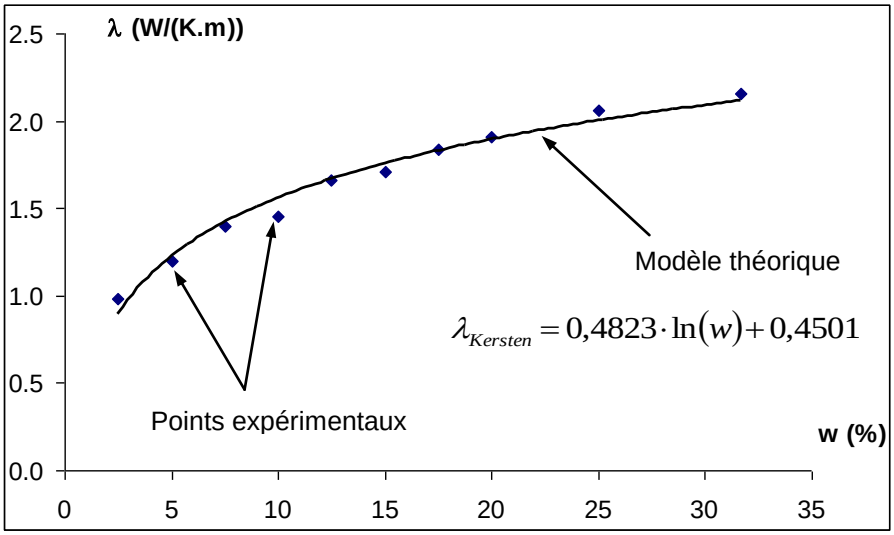


Figure 11 : Comparaison des points expérimentaux de la conductivité thermique au modèle de Kersten.

Par ailleurs, Wu [85] a déterminé l'influence de la teneur en eau sur les caractéristiques thermophysiques de la pierre de Noyant comme le montre le tableau 2.

Les résultats cités ici font partie d'une tendance scientifique globale regroupant plusieurs domaines et qui s'intéresse à l'étude de l'interaction entre teneur en eau et propriétés thermophysiques de divers matériaux. Ainsi, des relations empiriques entre teneur en eau et propriétés thermophysiques ont été déterminées. Parmi les travaux réalisés dans ce sens, nous trouvons une relation empirique de référence entre la teneur en eau et la conductivité thermique pour les matériaux de type sols, donnée par Kersten [86]. D'autres relations empiriques sont

données par Gangadhara Rao et al [87]. Elles relient la résistivité thermique de quelques matériaux type sols et leurs teneurs en eau. D'autres relations empiriques établissent clairement le lien entre la porosité d'un matériau et sa conductivité thermique comme le résume bien le rapport de Farouki [88].

Teneur en eau [%]	ρ $[kg.m^{-3}]$	λ $[W.m^{-1}.K^{-1}]$	c $[J.Kg^{-1}.K^{-1}]$	ρc $[J.K^{-1}.m^{-3}]$	a $[m^2.s^{-1}]$	b $[J.K^{-1}.m^{-2}.s^{-1/2}]$
14,05 ±0,089%	1970 ± 0,9%	1,44 ±5,41%	1157 ±3,93%	$2,27.10^6$ ± 3,82%	$6,33.10^{-7}$ ± 8,13%	1806 ±3,29%
10,93 ±0,1%	1910 ± 0,8%	1,24 ±5,59%	1106 ±3,87%	$2,11.10^6$ ± 3,65%	$5,86.10^{-7}$ ± 7,54%	1615 ±3,38%
6,42 ±0,095%	1830 ± 0,8%	1,03 ±5,69%	965 ±3,92%	$1,77.10^6$ ± 3,68%	$5,84.10^{-7}$ ± 7,05%	1352 ±3,37%
5,75 ±0,10%	1820 ± 0,8%	1,00 ±6,04%	995 ±3,85%	$1,81.10^6$ ± 3,75%	$5,52.10^{-7}$ ± 7,11%	1344 ±3,55%
2,90 ±0,11%	1770 ± 0,9%	0,85 ±6,02%	898 ±3,94%	$1,59.10^6$ ± 3,61%	$5,34.10^{-7}$ ± 6,74%	1161 ±3,53%
1,44 ±0,11%	1750 ± 0,8%	0,86 ±6,60%	855 ±3,89%	$1,49.10^6$ ± 3,81%	$5,80.10^{-7}$ ± 6,77%	1135 ±3,77%
0,00 ±0,12%	1723 ±0,8%	0,79 ±7,18%	788 ±3.90%	$1,36.10^6$ ± 3,76%	$5,78.10^{-7}$ ± 6,59%	1034 ±4,07%

Tableau 2 : Influence de la teneur en eau sur les caractéristiques de l'échantillon de la pierre de Noyant avec prise en compte de la résistance de contact [85].

De tout ce qui précède, nous pouvons situer notre travail par rapport à ce qui a été développé jusqu'à présent. Nous nous sommes intéressés au début aux seules propriétés thermophysiques (conductivité thermique et chaleur spécifique volumique) ; à leur détermination par des essais développés au laboratoire LGCgE. Ensuite nous avons développé un modèle numérique dynamique qui permet le suivi spatiotemporel des températures lors d'un transfert de chaleur en mode transitoire. Puis nous avons développé la méthode inverse qui permet de remonter aux caractéristiques thermophysiques des matériaux étudiés. Nous nous sommes intéressés dans un deuxième temps aux interactions entre les propriétés thermophysiques et la teneur en eau des matériaux poreux. Les essais thermiques au laboratoire ont permis de déterminer les relations empiriques les reliant. A la fin de nos travaux, nous nous sommes intéressés à l'estimation de la teneur en eau d'une paroi dans des conditions in situ à partir d'essais thermique. Le résultat de ce travail est la validation de la méthode développée au laboratoire LGCgE pour l'estimation et le suivi spatiotemporel non destructif, non seulement des propriétés thermophysiques, mais aussi de la teneur en eau.

Chapitre 2
Aspects Théoriques et Numériques

1 Rappels théoriques :

Ce chapitre est consacré à la présentation des notions théoriques et numériques sur lesquelles se base notre travail. Nous allons rappeler les éléments relatifs aux différents modes de transferts thermiques qui nous seront utiles par la suite. Une sélection des modes de transfert est faite en concordance avec les essais qu'elle permet de décrire. L'équation mathématique représentative du mode de transfert est alors discrétisée et aboutit à l'écriture d'un algorithme de simulation. Ce dernier intègre les conditions limites et initiales spécifiques aux essais expérimentaux. Le modèle numérique est alors implémenté sous Matlab® et fera l'objet d'une étape de validation. Ce modèle est ensuite associé à un algorithme de minimisation. Leur couplage avec les données expérimentales permet d'élaborer un schéma d'inversion. La méthode inverse ainsi développée dont l'objectif est de caractériser thermiquement des matériaux, est validée à partir de données synthétisées numériquement puis sur des matériaux de référence. Une étude de sensibilité permet de discuter de la capacité de la méthode à estimer les paramètres et de définir s'ils sont identifiables simultanément par une étude de corrélation. Elle fournit également des renseignements sur les paramètres des essais les plus favorables à l'objectif poursuivi.

1.1 Notions de température et d'énergie :

Il est impossible de dissocier les deux notions température et énergie. En effet, elles sont intimement liées. La température a toujours été associée à la sensation du chaud et du froid mais cette sensation n'est en réalité que la conséquence d'une variation d'énergie. En physique statistique, la température, telle que la thermodynamique l'a définie à partir de 1824 dans le cycle de Carnot, n'est présente que associée à la constante de Boltzmann pour exprimer ainsi une énergie.

Dans notre travail, nous nous intéressons à la température au sens thermodynamique du terme. C'est une grandeur intensive qui permet de traduire l'état d'un système (comme la tension en électricité). La grandeur intensive « température » est associée à une grandeur extensive : « entropie » (par analogie à l'électricité : la charge). Le produit des deux grandeurs dé-

finit l'énergie. Ses deux grandeurs dites aussi « variables d'état » sont constantes si le système est en équilibre. Cette notion d'équilibre est importante lors de la mesure de température [89].

Une température est dite uniforme si à l'instant de mesure « t » tous les instruments de mesure indiquent la même valeur de cette température « T », elle est dite constante si elle a une même valeur indépendamment de l'instant de mesure « t », sinon elle est dite dépendante de l'espace et du temps $T=T(x, y, z, t)$. Dans un corps, à l'instant t, l'ensemble des points de coordonnées (x_i, y_i, z_i) caractérisés par une température égale $T(x_i, y_i, z_i, t) = C^{st}$, est dit «surface isotherme». L'unité officielle dans le système international de la température est le Kelvin mais pour une différence de température, il est plus courant d'utiliser aussi le degré Celsius.

L'un des plus importants opérateurs appliqués à la fonction spatio-temporelle température et dérivable $T(x, y, z, t)$, est le gradient. Il permet une compréhension mathématique de l'évolution physique de cette variable d'état. Ce vecteur gradient température noté $\vec{\nabla} T$ est égal, dans les coordonnées cartésiennes, à $\left(\frac{\partial T}{\partial x}, \frac{\partial T}{\partial y}, \frac{\partial T}{\partial z}\right)$ défini au point M (x, y, z) et de direction normale à surface isotherme passant par ce point M dans le cas où le milieu est isotrope. Sinon, il faudra définir le gradient suivant une direction donnée. Les instruments de mesure de cette grandeur les plus utilisés actuellement sont les sondes (thermocouples, sonde à platine…). Ils sont passés en revue dans le troisième chapitre.

En thermique, on parle de la « chaleur » qui est une forme d'énergie. Il n'est pas rigoureux de parler de la chaleur d'un corps ou de la chaleur que contient celui-ci mais plutôt d'échange d'énergie entre les parties d'un même corps ou des échanges de ce dernier avec d'autres corps (le milieu extérieur par exemple) au cours du temps. En effet, sa prise en compte suit une situation évolutive. Son unité internationale est le Joule. Si au cours d'un laps de temps Δt l'interaction entre corps s'accompagne d'un échange de chaleur noté δQ alors le rapport entre ce dernier et le laps de temps s'appelle « flux thermique moyen », quand le laps de temps tend vers une valeur infiniment petite (la limite du rapport cité précédemment) on parle d'une puissance à ce moment là qui est appelée « flux thermique » et son unité est le Watt; au regard de la surface à travers laquelle les échanges s'effectuent, le rapport puissance/surface est nommé densité de flux thermique en W/m^2. C'est la grandeur à laquelle s'intéresse la plus part des essais en thermique et peut être mesurée grâce à un fluxmètre (présenté dans le chapitre suivant) ; microscopiquement la puissance traversant la surface d'échange s'explique par la traversée infinitésimale des particules arrivant d'un domaine vers

un autre et communiquant des impulsions pour modifier leurs vitesse d'agitation et vice versa. Le premier domaine physique s'intéressant à ces échanges, à leur explication et à leur calcul est la thermodynamique.

On apporte une quantité de chaleur δQ à un corps monophasique, homogène, de masse m, et initialement à la température uniforme T_0. Tant que les variables d'états restent constantes, ce corps subit une élévation de température dT et tend à revenir à un état de température uniforme $T_f = T_0 + dT$. De ce qui précède, l'équation régissant ce phénomène s'écrit sous la forme de l'équation 13 :

$$\delta Q = m\ C\ dT \tag{13}$$

Où : C aussi noté C_p ou c_p est la chaleur massique ou capacité thermique à pression constante exprimée en (J kg^{-1} K^{-1}). Cette dernière caractérise donc le potentiel d'un matériau à emmagasiner de l'énergie.

1.2 Modes de transfert :

1.2.1 Loi de Fourier :

Joseph FOURIER, au début du 19^{e} siècle, a développé la théorie du transfert de la chaleur. Cette théorie est basée sur les travaux de Biot et des expériences durant lesquelles il a porté une face d'un solide à la température T_1 et l'autre face à une température inférieure T_2 et toutes les autres faces isolées dans le but d'obtenir un transfert unidirectionnel selon l'axe des x. Le flux de chaleur dans cette direction q_x est proportionnel à la différence de température, à la section transversale A_s et inversement proportionnel à l'épaisseur e de la matière tel qu'écrit dans la relation 14.

$$q_x \propto \frac{A_s}{e}(T_1 - T_2) \tag{14}$$

Cette proportionnalité, à une constante près, devient une égalité (Eq. 15).

$$q_x = \lambda\ \frac{A_s}{e}(T_1 - T_2)\ \ en\ (W\ m^{-2}) \tag{15}$$

C'est *la loi de Fourier*. Cette loi, également applicable pour la conduction dans les liquides et les gaz, montre qu'un matériau soumis à un gradient de température permet le transfert d'énergie dans le sens des températures les plus élevées vers les températures les plus basses.

Une écriture plus générale de la loi de Fourier (Eq. 15) est donnée par la relation 16.

$$q_s(r,t) = -\lambda_G \nabla T(r,t) \tag{16}$$

Où : r est le vecteur position, t la variable temps et λ_G est un coefficient d'échange global.

Il existe une analogie entre la loi de Fourier et la loi d'Ohm en électricité et la loi de Fick en transfert de matière. En effet, ces lois expliquent la variation d'un paramètre d'un système par la naissance d'un phénomène de transport qui tente de remettre le système à son état d'équilibre.

1.2.2 Transfert par conduction :

Le transfert de chaleur à travers la matrice solide d'un milieu quelconque et uniquement dans cette matrice est dit transfert conductif. Par cet effet, les régions chaudes dudit milieu cèdent une partie de leur chaleur aux régions moins chaudes. Microscopiquement, le phénomène s'explique par le fait qu'un atome de la matrice solide vibre autour de sa position d'équilibre en transférant une quantité d'énergie à l'atome suivant ainsi de suite.

Mathématiquement le coefficient d'échange global dans l'équation de Fourier (Eq. 16) devient dans ce mode de transfert une conductivité thermique notée $\lambda_G = \lambda$ (W/m/K). L'équation s'écrit alors pour un milieu isotrope (Eq. 17).

$$\overrightarrow{q_s} = -\lambda \, \overrightarrow{grad}\, T \tag{17}$$

La constante, introduite dans cette loi, notée λ, est dite *conductivité thermique* en (W/m/K). Sa valeur permet de comprendre avec quelle intensité la conduction se produit dans un matériau donné. La conductivité thermique dépend fortement de la structure atomique et moléculaire du matériau, elle n'est, généralement, pas constante. Elle dépend notamment de l'état thermodynamique de la matière, c'est-à-dire, de la température et de la pression. Plus les mo-

lécules se rapprochent plus ce mécanisme sera important à température donnée du fait de leur proximité. Ceci explique en partie pourquoi les solides possèdent généralement une conductivité plus importante que les liquides, eux-mêmes plus conductifs que les gaz. La gamme de conductivités thermiques est importante, en effet, elle varie d'un facteur 10^5 entre les gaz et le diamant à la température ambiante. Les valeurs les plus élevées sont associées à des métaux et les valeurs les plus faibles à des gaz et des isolants thermiques, les valeurs à voir avec précaution. VDI Heat Atlas précise que la conductivité des gaz est comprise entre 0.015 et 0.15 W/m/K mais c'est le cas aussi certains solides, matériaux isolants notamment, qui ont des conductivités thermiques figurant dans cet intervalle [90].

Pour les solides, les liquides et gaz à basse pression, la dépendance de la conductivité thermique à la température est souvent considérée comme faible. La dépendance à la température a tendance à être assez faible dans les gammes de températures usuelles. Il est souvent acceptable de la traiter comme une constante, en particulier si les variations de température sont modérées.

Cette propriété peut également avoir un caractère anisotrope dans certains matériaux. Le bois et de nombreux matériaux stratifiés (en particulier les composites) présentent ainsi des conductivités thermiques plus faibles selon les directions perpendiculaires à cette stratification. Ainsi, pour ces matériaux anisotropes, la conductivité thermique a une forte dépendance directionnelle et n'est plus représentée par un scalaire mais par un tenseur.

Ce mode de transfert par conduction se produit au sein du matériau, les deux modes suivants sont considérés généralement aux frontières de ce matériau, supposé en contact avec un milieu extérieur lieu de convection et de rayonnement.

1.2.3 Transfert par convection :

Ce mode de transfert est lié à la présence d'un fluide (gaz, liquide ou solide fluidisé) porteur d'énergie et qui la transmet au contact d'un solide. Les bases physiques de ce mode ne sont pas discutées dans le détail mais on se limite à la description du flux transmis qui dépend de la nature de ce mode. En effet, la convection est naturelle si aucun dispositif (pompe par exemple) n'est utilisé pour modifier les caractéristiques du fluide (vitesse par exemple). Les coefficients de convection h_{cv} sont faibles comparés aux coefficients de convection dans le cas

d'une convection forcée. Cela semble évident vue que la convection forcée est utilisée en général pour augmenter les échanges fluides/solides.

Dans le cas d'une paroi, siège d'un phénomène de conduction de chaleur, en contact avec l'extérieur à une température T_{ext}, à la frontière solide/fluide à T_{front}, la densité de flux échangé « q_{ech} » peut s'exprimer selon l'équation 18 qui est une condition aux limites type Fourier (3^{e} espèce) :

$$q_{ech} = h_{cv}(T_{front} - T_{ext}) \tag{18}$$

Où h_{cv} : est le coefficient d'échange par convection, indépendant des deux températures dans le cas d'une convection forcée contrairement à la convection naturelle [89].

Si les valeurs de h_{cv} tendent vers l'infini, et comme q_{ech} ne peut être infini, alors $T_{ext} = T_{front}$. C'est la condition aux limites de 1ère espèce, dite « Condition de Dirichlet » ou « Température imposée ».

Si les valeurs de h_{cv} tendent vers 0, q_{ech} est soit nul (isolation thermique), ou il prend une valeur non nulle connue si $T_{ext} >> T_{front}$. C'est ce qui est désigné par la condition aux limites de 2ème espèce, dite « Condition de Neumann » ou « Flux imposé ».

1.2.4 Transfert par rayonnement :

Une source émettrice transmet par ce mode une quantité d'énergie à travers une surface à l'environnement qui l'entoure. La totalité de cette énergie transmise est captée par un corps noir. Elle est exprimée par le produit de la constante de Stefan-Boltzmann « σ_{ray} » et la température à la puissance 4 : c'est la loi de Stefan (Eq. 19)

$$q_{ray} = \sigma_{ray}\, T^4 \tag{19}$$

La plupart des corps sont gris (absorptivité <1), en supposant l'émissivité constante sur une plage de longueurs d'ondes et dans les cas les plus rencontrés, la source est un corps 1 à une température T_1 et le récepteur est un corps 2 à une température T_2. Dans ce cas le flux transmis par rayonnement s'écrit (Eq. 20) :

$$q_{ray} = \sigma_{ray} F_{12} (T_1^4 - T_2^4) \quad (20)$$

Où : F_{12} un facteur de forme dépendant de la position relative des corps et de leurs émissivités respectives.

Nous retrouvons le cas des conditions aux limites type Neumann (flux imposé) si $T_2 >> T_1$.

Dans certains cas des simplifications sont possibles, les deux derniers modes de transfert sont combinés en un seul et l'équation du flux qu'ils génèrent est la même que l'équation 18 où l'on remplace le coefficient d'échange convectif h_{cv} par un coefficient plus global noté généralement h.

1.3 Bilan thermique :

Le premier principe de la thermodynamique, qui est une version du principe de la conservation d'énergie, stipule que, pour un système thermodynamique fermé, la variation de l'énergie totale est égale à la quantité d'énergie échangée avec le milieu extérieur, sous forme de chaleur et de travail. C'est la base de la compréhension physique concernant les différents types de transferts rencontrés dans n'importe quel système où il y a présence d'échange d'énergie. Un bilan thermique est de ce fait établi pour la représentation mathématique du phénomène physique. Nous verrons dans ce qui suit l'équation qui gère le transfert de chaleur indépendamment du mode de transfert.

Soit une surface A_s fermée délimitant un volume de contrôle V, on définit, selon la normale dn, un élément de cette surface dS (surface de contrôle) et un flux de chaleur noté $q_s(r,t)$ le traversant et éventuellement un terme source de chaleur volumique noté $S_T(r,t)$ (figure 12).

La chaleur générée dans ce volume de contrôle s'additionne au bilan de flux passant par la surface de contrôle (Eq. 21).

$$Q = -\oiint_{A_s} q_s(r,t)\, dS + \iiint_V S_T(r,t)\, dV \quad (21)$$

La variation d'énergie s'écrit (Eq. 22).

$$\frac{dU(r,t)}{dt} = \iiint_V \rho C \frac{\partial T(r,t)}{\partial t}\ dV \tag{22}$$

Où : ρ est la masse volumique en (kg/m^3). La masse volumique d'un solide est plus importante que celle du liquide et du gaz. La variabilité de la masse volumique des gaz est généralement prise en compte dans les problèmes où de forts gradients de température sont présents. La masse volumique des matériaux solides par contre est souvent considérée comme constante par simplification.

Le premier principe de la thermodynamique, en l'absence d'un travail extérieur quelconque, permet d'écrire l'équation 23 suivante, à partir des deux relations précédentes.

$$\iiint_V \rho C \frac{\partial T(r,t)}{\partial t}\ dV = -\oiint_{A_s} q_s(r,t)\ dS + \iiint_V S_T(r,t)\ dV \tag{23}$$

En utilisant la loi de Fourier citée précédemment et le théorème de Green-Ostrogradski, l'équation 23 précédente devient (Eq. 24).

$$\iiint_V \rho C \frac{\partial T}{\partial t} + \nabla \cdot (-\lambda \nabla T)\ dV = \iiint_V S_T(r,t)\ dV \tag{24}$$

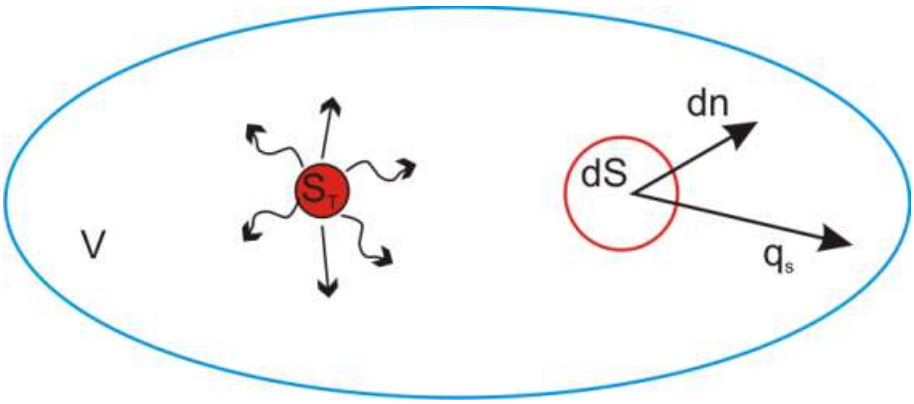


Figure 12 : Volume et surface de contrôle

L'équation générale de la chaleur sous sa forme locale s'écrit, en passant à la limite avec *V* qui tend vers 0 (Eq. 25).

$$\frac{\partial}{\partial t}\left(\rho C\ T\right) + \ \nabla \cdot \left(-\lambda\, \nabla T\right) = \ S_T \tag{25}$$

Les termes représentent respectivement la variation d'énergie interne, la diffusion thermique et le terme source.

Les hypothèses validant cette équation sont : absence de travail extérieur (milieu incompressible thermodynamiquement) et absence de convection. Si à ces deux hypothèses on rajoute l'hypothèse : variation négligeable de la conductivité ainsi que de la capacité thermique et de la masse volumique par rapport à la température, alors, dans un repère cartésien, l'écriture de la dernière équation se résume à ce qui suit (Eq. 26) :

$$\rho C\,\frac{\partial T}{\partial t} = \ \lambda\ \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \quad ou : \frac{\partial T}{\partial t} = \ \alpha\ \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \tag{26}$$

Où : α est la diffusivité thermique en (m²/s), caractérisant la capacité à transmettre un signal de température et donc de l'énergie sous forme de chaleur, d'un point du matériau à un autre.

Les équations aux dérivées partielles (EDP) ne sont généralement pas évidentes à résoudre. Plusieurs hypothèses sont alors faites pour arriver à une expression analytique de leurs solutions. Pour la dernière équation de la chaleur, l'équation 27 ci après est l'une des solutions analytiques qui donne l'évolution spatio-temporelle de la température. Elle s'applique pour un régime transitoire dans le cas d'une plaque limitée par deux plans parallèles ce qui concorde avec les travaux expérimentaux envisagés au laboratoire.

$$T(x,t) = \sum_{n=1}^{\infty}\left(b_n \sin(\frac{n\pi x}{e}) \exp\left(\frac{-\alpha n^2\pi^2 t}{e^2}\right)\right) \tag{27}$$

Où : *e* est l'épaisseur de la plaque, et les coefficients b_n sont déterminés à partir des conditions initiales et des conditions aux limites.

Cette solution exacte démontre la complexité du traitement analytique de ce genre de problème et le nombre importants d'hypothèses l'accompagnant. Elle est la base de la validation du modèle numérique lui-même basé sur les éléments développés par la suite.

Le développement des outils numériques durant les dernières décennies a permis de résoudre numériquement l'équation de la chaleur dans sa forme la plus simple (Eq. 26) ou plus complexe (Eq. 25) et même dans des cas de figure plus complexes comme le couplage transfert de masse/transfert de chaleur. Une étude numérique a été réalisée, c'est l'objet des paragraphes qui suivent.

2 Étude numérique :

Cette partie du deuxième chapitre s'intéresse à trois sections qui traitent successivement de :

- La résolution numérique de l'équation de la chaleur dans le cas d'un transfert par conduction.
- L'estimation paramétrique appliquée au type de transfert choisi.
- Le schéma d'inversion qui sera la combinaison des résultats des deux premières sections, dont nous étudierons la sensibilité à la fin de ce chapitre.

2.1 Méthodes numériques :

Nous définissons ici succinctement les principales méthodes (ou schémas) numériques utilisées dans la physique en général et la thermique en particulier. Au regard du phénomène physique étudié et représenté mathématiquement par une EDP, on a recours à la discrétisation spatiale, qui est le but commun des méthodes numériques présentées dans ce paragraphe. La discrétisation d'un domaine étudié en un certain nombre d'éléments, chacun étant défini par au moins deux nœuds et un segment, permet de résoudre à l'aide d'un algorithme des problèmes tels que le nôtre. Plus le nombre d'éléments est grand, plus la discrétisation est fine et

la représentation numérique du domaine précise mais en contrepartie le temps de traitement numérique augmentera. Un domaine discrétisé est mieux et aisément géré par les logiciels de calcul mathématique comparé à un domaine continu (discrétisation infiniment fine) beaucoup plus exigent en terme de temps de calcul et de maitrise des outils.

La méthode des éléments finis, largement répandue dans plusieurs domaines de la physique, est un outil fiable de discrétisation. Elle est basée sur deux notions essentielles : l'élément et les fonctions d'interpolation. Les éléments dits finis sont généralement triangulaires (3 nœuds et 3 segments) dans un domaine considéré en 2D mais pas uniquement. En effet, comme nous avons le choix du nombre de nœuds, ces éléments peuvent être quadrilatéraux… en 1D cela revient à de simples segments. Les fonctions d'interpolation sont définies a priori par l'utilisateur dans un espace fonctionnel. Elles constituent une base d'écriture où la solution recherchée est approchée. Mathématiquement, cela revient à approcher une solution, à l'aide d'approximation d'intégrales, dans un sous espace de dimension finie par un problème écrit dans un espace de dimension infinie.

La méthode des volumes finis est aussi largement utilisée et préférée à d'autre méthodes dans certains domaines de la physique [91]. En effet, cette méthode s'intéresse à des lois de conservation utilisées, entre autres, dans la mécanique des fluides. Comme la méthode des éléments finis, elle est basée sur une approximation intégrale. L'intégration se fait sur un élément dit volume fini.

Chacune des deux méthodes a ses avantages et inconvénients. La première est plus gourmande en temps de mise en œuvre et de calcul tandis que la deuxième manque de résultats théoriques quant à sa convergence. Nous nous limitons ici à ces quelques notions sans rentrer dans les détails des méthodes tels que la stabilité, la consistance et la convergence. Pour plus d'informations sur ce sujet le lecteur est prié de se référer à la littérature [92-93].

La méthode des différences finies est choisie pour être appliquée dans la suite des travaux. Nous verrons par la suite les raisons de ce choix.

2.2 Méthode des différences finies :

2.2.1 Aperçu :

Cette méthode, comme les deux citées précédemment, s'inscrit dans l'analyse numérique. Elle permet de résoudre des EDP. La solution donnée en sortie après calcul itératif est une solution approchée. Cette méthode est basée sur un développement de Taylor où des résidus de type polynomial ne sont pas pris en compte par simplification. Il en découle le critère de convergence ou d'arrêt du modèle numérique.

La méthode consiste à remplacer les dérivées partielles par des différences divisées ou combinaison de valeurs ponctuelles de la fonction en un nombre fini de points discrets ou nœuds du maillage.

L'avantage de cette méthode réside dans sa simplicité d'écriture et son faible coût de calcul. Elle est largement utilisée et facile d'accès. Elle repose sur deux notions : la discrétisation des opérateurs de dérivation ou de différentiation et la convergence du schéma numériquement ainsi obtenu. Son inconvénient vient du fait qu'on se limite à des géométries simples et qu'il est difficile de prendre en compte certaines conditions aux limites (type Neumann par exemple).

Un maillage en vue d'une application de cette méthode est représenté sur la figure 13. En écrivant la dérivée partielle par rapport à x (Eq. 28), à l'instant $t=t_n$ représenté par l'indice n, d'une fonction réelle « f » supposée ne dépendre que de x et t et trois fois dérivable à chaque nœud « i » traité :

$$\frac{\partial f}{\partial x} = \nu \frac{f_{i+1}^n - f_i^n}{\Delta x} + (1-\nu)\frac{f_i^n - f_{i-1}^n}{\Delta x} \tag{28}$$

Où : ν un réel compris entre 0 et 1, et Δx le pas spatial

Le schéma tel que l'équation 28 le décrit est généralement dit ν-Schéma. Pour certaines valeurs de ce paramètre nous obtenons des schémas spécifiques.

- Pour ν = 0, l'équation 28 donne une différentiation décentrée retardée (schéma explicite).
- Pour ν = 1, l'équation 28 donne une différentiation décentrée avancée (schéma implicite).

Si nous faisons la différence des équations données par le schéma implicite et explicite, nous obtenons la forme centrée de l'écriture discrétisée de la dérivée partielle. Par la suite nous appliquerons ces résultats pour discrétiser l'équation de la chaleur.

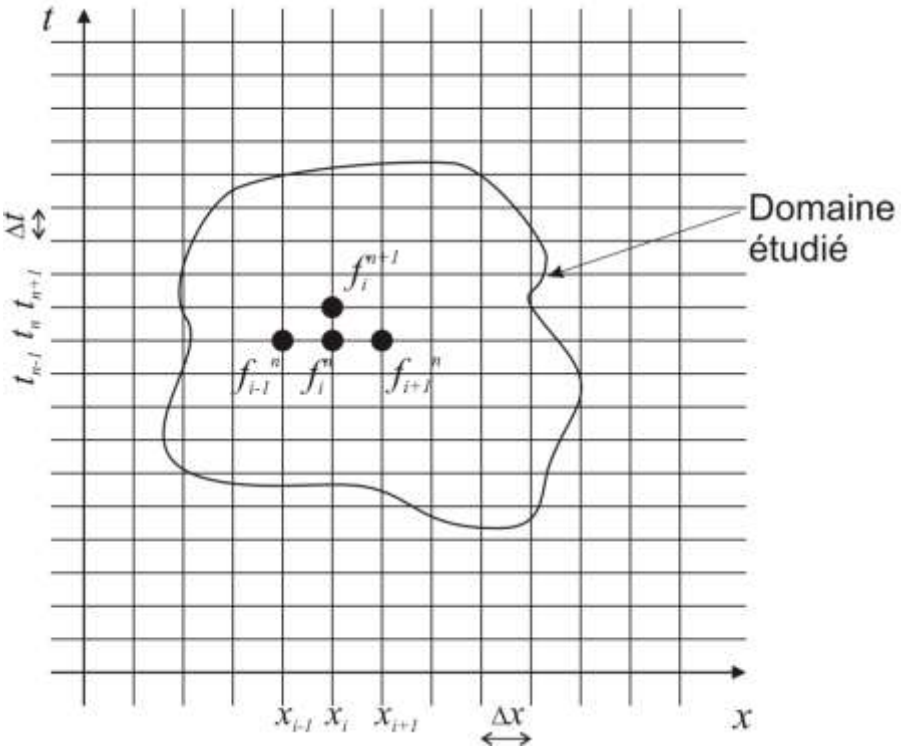


Figure 13 : Maillage d'un domaine pour application de différences finies

2.2.2 Discrétisation de l'équation de la chaleur :

Le cas présent d'étude s'intéresse à la résolution de l'équation de la chaleur par la méthode des différences finies. Le schéma choisi est le schéma implicite, c'est un choix judicieux au regard de la stabilité du schéma et des conditions aux limites. On s'intéresse au cas transitoire unidirectionnel, le cas le plus simple où les caractéristiques thermophysiques sont constantes à chaque nœud de la discrétisation. Les principales étapes de calcul sont développées ci-après :

L'indexation spatiale est représentée par *i* et l'indexation temporelle par *n* (figure 13). L'équation de la chaleur s'écrit (Eq. 29) (d'après l'équation 26) :

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \alpha \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \tag{29}$$

Où : α est la diffusivité thermique exprimée en (m²/s), t la variable temps, x la variable espace et T la fonction température.

Après discrétisation l'équation précédente s'écrit (Eq. 30) :

$$\frac{T_i^{n+1} - T_i^n}{\Delta t} = \alpha_i \frac{T_{i-1}^{n+1} - 2T_i^{n+1} + T_{i+1}^{n+1}}{\Delta x^2} + o(\Delta t, \Delta x^2) \tag{30}$$

Cette équation est exacte à $o(\Delta t,\Delta x^2)$ près ; le schéma est consistant (ou précis) d'ordre 1 par rapport à t et d'ordre 2 par rapport à x et inconditionnellement stable [93].

En réarrangeant l'équation 30 on obtient les équations 31 et 32.

$$rT_{i-1}^{n+1} - (1 + 2r)T_i^{n+1} + rT_{i+1}^{n+1} = -T_i^n \tag{31}$$

$$r_i = \frac{\alpha_i \Delta t}{\Delta x^2} \tag{32}$$

Ce coefficient r_i aussi dit coefficient CLF (Courant–Friedrichs–Lewy) est impliqué dans la démonstration de la stabilité du schéma explicite ce qui n'est pas le cas ici puisque nous utilisons un schéma implicite.

Ces dernières équations expriment la conduction dans le matériau (ou milieu) étudié. Introduisons maintenant les conditions aux limites.

Le choix s'est porté sur des conditions aux limites de type Dirichlet (premier type). Mathématiquement cela revient à imposer des conditions aux limites que la solution d'une EDP doit vérifier. Dans le cas présent, des conditions aux limites de type Dirichlet reviennent à imposer des températures (solutions de l'EDP équation de la chaleur -Eq. 29-) aux frontières du matériau, c'est-à-dire aux interfaces : matériau/milieu extérieur. Ce choix est fait pour des raisons de simplification du processus expérimental traité dans le chapitre suivant.

De cela nous pouvons écrire les conditions aux limites suivantes :

A la frontière d'entrée ou première frontière (ou limite) « *a* » où x=0 (ou i=0) et quelque soit l'instant t, on a la température exprimée par l'équation 33 suivante :

$$T_a = T_0 = T(0, t) \tag{33}$$

A la frontière sortie « *b* » où *x=L* (ou *i=M*) et quelque soit l'instant *t*, on a la température exprimée par l'équation 34 suivante :

$$T_b = T_M = T(L,t) \tag{34}$$

La condition initiale (à *t* = 0s) est représentée par l'équation 35 ci-dessous. Elle décrit le matériau au début d'un essai. Cette fonction température est constante si le matériau est au repos thermique et que tous les points sont à la même température.

$$T_{ini} = T(x,0) \tag{35}$$

Les équations 33, 34 et 35 permettent d'écrire un système d'équation décrivant la conduction dans un matériau discrétisé et soumis à un transfert de chaleur :

$$\begin{cases} T_0^{n+1} = T_a & pour\ i = 0 \\ -rT_{i-1}^{n+1} + (1+2r)T_i^{n+1} - rT_{i+1}^{n+1} = T_i^n & pour\ i = 1, \dots, M-1 \\ T_M^{n+1} = T_b & pour\ i = M \end{cases}$$

De ce qui précède, le résultat de l'application de la méthode des différences finies est résumé dans l'écriture matricielle (Eq. 36) qui permet le calcul de la température à l'instant *t+1* (d'indice *n+1*) à chaque nœud « *i* » à partir des températures connues à l'instant *t* (d'indice *n*). Cela est possible grâce à la connaissance de la température de départ (T_{ini}) qui est la température initiale.

$$\begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 & & & & \\ -r & 1+2r & -r & \cdots & & 0 & \\ 0 & -r & 1+2r & & & & \\ & \vdots & & \ddots & & \vdots & \\ & & & & 1+2r & -r & 0 \\ & 0 & & \cdots & -r & 1+2r & -r \\ & & & & 0 & -2r & (1+2r) \end{pmatrix} \begin{pmatrix} T_0^{n+1} \\ T_1^{n+1} \\ \vdots \\ \vdots \\ T_{M-1}^{n+1} \\ T_M^{n+1} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} T_a \\ T_1^n \\ \vdots \\ \vdots \\ T_{M-1}^{n+1} \\ T_b \end{pmatrix} \tag{36}$$

La matrice de ce système sera notée par la suite : **R**.

Ce développement théorique de la méthode des différences finies, après programmation sous Matlab®, va être appliqué à un cas d'étude simple de transfert de chaleur par conduction.

2.2.3 Validation :

Nous appliquons le modèle développé au cas de transfert de chaleur transitoire dans une plaque limitée par deux plans parallèles infinis (un transfert unidirectionnel). Ce transfert est représenté par l'équation 14 vue précédemment. Les conditions aux limites sont choisies pour avoir la solution analytique exacte la plus simple. En effet, nous supposons ici, pour la validation du modèle numérique, que les températures aux extrémités de la plaque sont égales, constantes et nulles : $T_a = T_b = 0°C$, $\forall t$; et à l'instant $t = t_0$, la température initiale (sinusoïdale) atteint une température maximale T_{max} égale à l'unité au milieu du matériau (figure 14) [94].

La solution analytique de ce problème de transfert de chaleur (Eq. 26) est donnée par la relation 27. C'est l'évolution spatio-temporelle réelle de la fonction température dans ce cas de figure. Cette dernière solution analytique est comparée à la solution numérique par différence finies. La figure 15 montre les températures données par les deux types de solution. Sur cette figure nous avons l'évolution de la température en fonction de l'épaisseur à deux instants différents choisis t_1=20s et t_2=50s. Cette confrontation graphique montre la finesse de l'ajustement entre les deux courbes. Ceci démontre que la solution numérique est fiable et qu'elle fournit numériquement ce que donne la solution analytique (Eq. 27). Le résultat de comparaison aux instants t_1 et t_2 est valable quelque soit l'instant de comparaison des deux vecteurs de températures, comme le prouve le suivi tout au long de l'intervalle. L'erreur de convergence de ce modèle est de l'ordre du millième. L'application d'un schéma explicite sans condition sur le CLF (Courant-Friedrichs-Lewy) n'est pas concluante et l'erreur de convergence tend vers l'infini. Notons que le schéma de Crank-Nicolson ($\nu = 0.5$ dans l'équation 28) permet d'avoir un modèle convergeant, mais pour les raisons que nous avons évoquées auparavant nous utiliserons le schéma implicite, le lecteur pourra trouver plus de détail dans la littérature [94].

Une fois ce modèle numérique validé pour la résolution directe du transfert de chaleur par conduction par comparaison à une solution analytique, nous verrons, par la suite, comment l'intégrer dans un algorithme global pour l'analyse inverse de ce mode de transfert de chaleur. La méthode inverse qui sera présentée plus loin dans ce chapitre est basée sur le couplage de ce modèle numérique par différences finies et l'algorithme d'optimisation présenté ci-après.

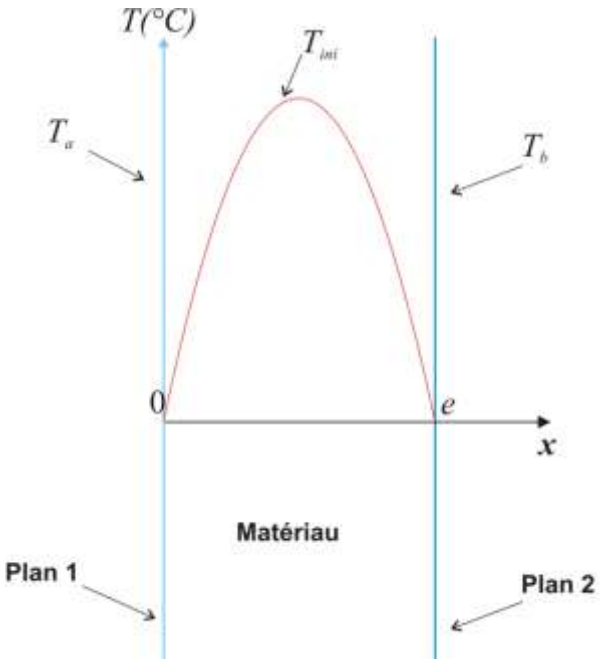


Figure 14 : Exemple d'étude pour validation du modèle numérique par différence finies.

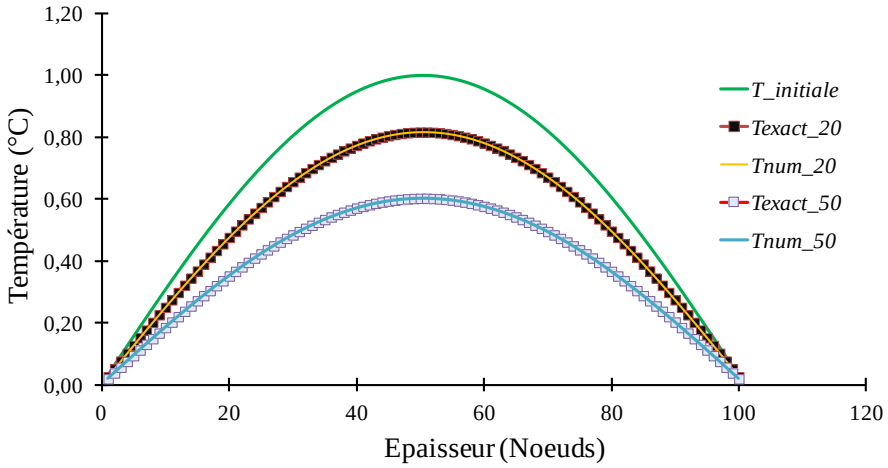


Figure 15 : Comparaison des températures exactes et numériques pour la validation du modèle par différence finies.

2.3 L'optimisation :

L'optimisation est l'opération mathématique (analytique ou numérique) qui consiste à trouver un extremum (minimum ou maximum) à une fonction, à un système sous certaines

conditions… ces conditions peuvent être un élément (scalaire, vecteur…) parmi d'autres d'un ensemble (l'ensemble des réels par exemple) qui a la particularité d'offrir une valeur optimale à la fonction dite fonction objectif. En ingénierie, économie… cela revient à définir l'ensemble des décisions, conditions… permettant de maximiser un profit, un rendement… Bien que la maximisation d'une fonction objectif peut avoir un intérêt indéniable dans plus d'un domaine, nous allons nous concentrer par la suite sur la minimisation souvent rencontrée dans les problèmes d'ingénierie comme c'est le cas ici. Par ailleurs une maximisation d'une fonction revient à minimiser son opposée [95]. L'élément minimisant une fonction est dit variable de conception ou paramètre (pour les systèmes en général). C'est cette dernière appellation que nous retenons. Donc le but de l'optimisation appliquée dans nos travaux est de trouver l'ensemble des paramètres qui offre une valeur minimum d'une fonction objectif. Plus loin nous ferons l'analogie avec le transfert de chaleur étudié.

Les problèmes d'optimisation sont classés selon plusieurs critères : nature et nombre des paramètres, des fonctions objectifs, la structure du problème, la présence de contraintes ou non…, en général, et dans presque tous les domaines, la classification la plus rencontrée est celle d'un problème d'optimisation avec contraintes ou sans contraintes [95]. Nous verrons par la suite que certains algorithmes d'optimisation sont sensibles à la présence ou non de ce critère de contraintes.

Outre le fait que les méthodes d'optimisation soient contraintes ou non contrainte, elles peuvent être :

- Classiques : ce sont des méthodes analytiques qui permettent de trouver une solution optimale à une fonction continue et différentiable. Bien qu'elles constituent la base des méthodes numériques grâce à leur calcul différentiel, leur handicap vient des conditions de continuité et de différentiabilité.
- Linéaires : ce sont des méthodes où les fonctions objectifs et les contraintes, si elles existent, sont des fonctions linéaires des paramètres à estimer. La méthode la plus connue dans cette classe est la méthode du Simplexe.
- Non linéaires : ce sont les méthodes itératives. Elles sont largement utilisées. En effet, elles englobent presque la totalité des problèmes d'optimisation. Les méthodes de cette catégorie ne manquent pas mais nous les classons en deux types : méthodes de descente et méthode des moindres carrés.

- Modernes : ce sont des méthodes d'optimisation empruntées, en général, par les mathématiques à un processus biologique (comme c'est le cas pour l'algorithme génétique) ou à un processus industriel (comme c'est le cas de la méthode du recuit simulé)…

Nous aborderons par la suite quelques exemples de méthodes d'optimisation. Nous nous limiterons aux méthodes d'optimisation non linéaires. C'est en effet celles qui nous intéressent pour développer notre étude numérique. Les autres méthodes ne seront pas abordées ici. Pour plus de détail, voir la littérature [95].

2.3.1 Formulation mathématique :

L'exemple le plus simple d'une optimisation est la recherche d'un extremum (f_{max} ou f_{min}) d'une fonction $f(x)$ dans l'ensemble des réels $\mathbb{R}$, en annulant sa dérivée par rapport à une variable x dont elle dépend. Plus généralement, la formulation mathématique d'un problème de minimisation est la suivante :

Soit une fonction $f : \mathbb{R}^n \longrightarrow \mathbb{R}$

Trouver la variable $\boldsymbol{x^*}$ qui minimise cette fonction objectif, c'est-à-dire :

Trouver $\boldsymbol{x^*} = argmin_x \{f(\boldsymbol{x})\}$.

Ce cas est dit sans contraintes. Si l'on rajoute des conditions telles que :

$G(\boldsymbol{x}) \leq 0$ et $L(\boldsymbol{x}) = 0$ où G et L sont des fonctions de $\boldsymbol{x}$. alors le problème devient un problème d'optimisation avec contraintes.

Dans ce cas de figure $\boldsymbol{x^*}$ est dit minimiseur global. Si l'ensemble de départ se résume à une région (sous ensemble) de taille δ de $\mathbb{R}^n$ alors $\boldsymbol{x^*}$ devient un minimiseur local. Cela revient à trouver $\boldsymbol{x^*}$ tel que :

$f(\boldsymbol{x^*}) \leq f(\boldsymbol{x})$ pour $\| \boldsymbol{x} - \boldsymbol{x^*} \| < \delta$.

Nous nous limitons à ces définitions de bases utiles à la compréhension de la suite sans rentrer dans les détails comme les conditions d'existence, la définition du Jacobien ou du Hessien… pour plus d'information à ce sujet se référer à la littérature [96].

2.3.2 Méthodes directes : Simplexe de Nelder-Mead :

On appelle Simplexe une figure géométrique créée à partir de *n+1* sommets et *n* dimensions, on l'appelle aussi Polyèdre. Ce qui nous amène à dire que pour deux dimensions le Simplexe est un triangle, en trois dimensions c'est un tétraèdre… (Figure 16). La méthode du Simplexe ici dite non linéaire ou de Nelder-Mead [97] n'est pas à confondre avec la méthode du Simplexe linéaire développée par les économistes dans les années 30 du siècle passé et ensuite par G.B. Dantzig [95] .

Le Simplexe de Nelder-Mead est une méthode d'optimisation non linéaire déterministe qui contrairement à une méthode stochastique cherche une solution de la même manière et donc si elle est exécutée de la même manière, sous les mêmes conditions, elle donne exactement le même résultat à chaque fois contrairement par exemple à certains algorithmes tels que l'algorithme génétique. Le principe de cette méthode est qu'à partir d'un Simplexe de départ on tente de trouver un autre Simplexe. Ce nouveau Simplexe doit minimiser la valeur d'une fonction $f(\boldsymbol{x})$ appliquée à ses sommets. Géométriquement parlant cette méthode procède à la recherche du meilleur Simplexe par les transformations géométriques : réflexion, expansion, contraction (interne ou externe), et rétrécissement (Figure 16).

Soit $\boldsymbol{x_1} = (x_1, x_2, \ldots, x_n, x_{n+1},)$ un vecteur des sommets d'un Simplexe de départ auxquels on calcule *f* et nous arrivons à écrire :

$$f(x_i) \leq f(x_j) : i, j = 1, \ldots, n+1 et\ i \neq j$$

A partir de ces valeurs de *f*, la méthode cherche un nouveau sommet x_p qui remplace le sommet x_j qui vérifie $f(x_j) = f_{max}$, cela en créant un nouveau Simplexe de sommets $\boldsymbol{x_2}$ et en utilisant les transformations géométriques citées précédemment. L'opération est répétée jusqu'à atteindre un Simplexe de sommets $\boldsymbol{x_k}$ qui vérifie les critères d'arrêt imposés par l'utilisateur (exemple : $f(\boldsymbol{x_k}) = f(\boldsymbol{x_{k-1}}) - \varepsilon$ où ε très petit et pour lequel l'utilisateur juge le résultat satisfaisant).

Pour plus de détails sur les opérations et leur exécution le lecteur est prié de se référer à la littérature [79, 95, 97].

La méthode du Simplexe de Nelder-Mead ainsi que celles qui seront traitées ci après sont des méthodes d'optimisation sans contraintes. A noter que le Simplexe est une méthode de recherche dite directe, elle ne nécessite pas un calcul dérivatif contrairement aux méthodes

décrites ci-dessous qui sont, quant à elles, des méthodes dites de descente et nécessitant un calcul dérivatif.

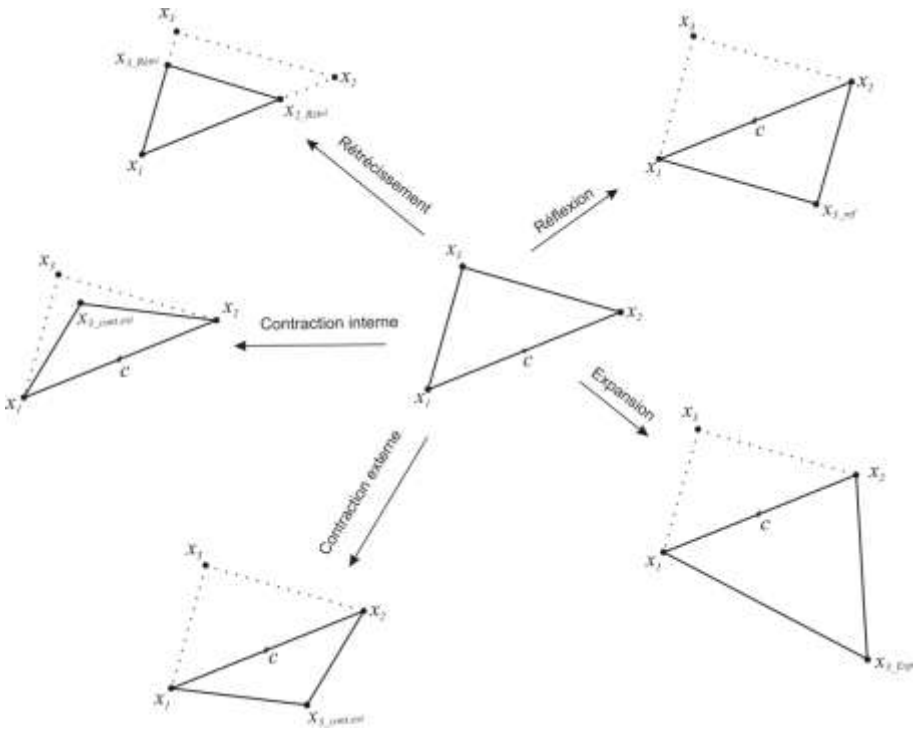


Figure 16 : Transformations appliquées à un Simplexe lors d'une optimisation par la méthode Nelder-Mead Simplex.

Dans la suite, nous traiterons quelques unes des méthodes dites de descente (Descent methods). Nous nous intéressons tout d'abord à la méthode de la plus forte pente –Gradient descent ou Steepest descent- à ne pas confondre avec la méthode du même nom utilisée dans l'approximation des intégrales. Après nous aborderons la méthode de Newton et enfin nous conclurons par le choix de la méthode utilisée par la suite. Après, nous introduisons l'algorithme (Levenberg-Marquardt Algorithm) choisi pour l'estimation paramétrique, appliqué dans notre cas à la détermination des caractéristiques thermophysiques.

2.3.3 Méthodes de descente :

Le but des méthodes de descente est d'arriver à un point x^* minimiseur local d'une fonction objectif f à partir d'un point de départ x_0. Pour éviter les maximiseurs ou les points-selle, les méthodes de descente sont conçues pour forcer la condition de descente : $f(x_{k+1}) < f(x_k)$. Si dans l'ensemble d'arrivée, où la fonction f prend ses valeurs, cette dernière admets plusieurs

minimiseurs, alors l'exactitude de l'optimisation (arriver au minimiseur local souhaité) dépend fortement du point de départ x_0, mais le bon choix de ce dernier n'est pas une condition suffisante. En effet, il se peut que le minimiseur de *f* trouvé après calcul ne soit pas le minimiseurs le plus proche de x_0 [98]. L'ensemble de ces méthodes de descente applique à chaque itération la condition de descente en cherchant :

- Une direction de descente.
- Une taille de pas de descente.

Considérons le développement de Taylor (Eq. 37) appliqué à *f* sous certaines conditions (différentiable et lisse) :

$$f(x+h) = f(x) + h^T \mathrm{J}(f) + \frac{1}{2} h^T \mathrm{H}(f) h + o(\|h\|^3) \tag{37}$$

Où : J est le Jacobien et H le Hessien.

Si on se limite au développement au premier ordre on aura l'équation 38 pour un α assez petit :

$$f(x+\alpha h) = f(x) + \alpha h^T \mathrm{J}(f) + o(\|\alpha h\|^2) \approx f(x) + \alpha h^T \mathrm{J}(f) \tag{38}$$

Ici, si *h* existe, on l'appelle direction de descente. Si $f(x+\alpha h)$ est une fonction décroissante pour $\alpha = 0$, cette direction est notée alors h_d. Ce qui permet d'écrire l'équation 39 où h_d est une direction de descente pour *f* en *x* si :

$$f {h_d}^T \mathrm{J}(f) < 0 \tag{39}$$

Par ailleurs, nous devons choisir la taille α du déplacement de *x* dans la direction h_d. c'est-à-dire α = ? Pour : $x_{k+1} = x_k + \alpha h_d$. α ainsi choisi doit vérifier la condition de descente aussi et le calcul continue jusqu'à ce que l'un des critères d'arrêt définis par l'utilisateur soit vérifié ou si : h_d n'existe plus (c'est-à-dire que Eq. 39 n'est plus vérifiée) alors le point x_k est stationnaire et où J(*f*) ou simplement *f* '(x) = 0 (gradient nul), le calcul s'arrête alors et $x=x^*$. Pour plus d'information sur la méthode de recherche de h_d et α le lecteur est prié de se référer à la littérature [98-99].

A. Méthode du Gradient :

Tout ce qui précède est applicable dans le cas de l'optimisation non linéaire par méthode de descente. Intéressons nous maintenant à la méthode du gradient (de la plus forte pente).

La méthode du gradient prend aussi le nom de méthode de Cauchy. En effet, Cauchy est le premier à l'avoir utilisée (1847). Mais cette méthode n'a connu un vrai développement et une utilisation plus large qu'à partir du milieu du siècle dernier [95]. Dans cette méthode la direction de descente notée ici h_g est choisie à partir de la valeur négative du gradient de la fonction objectif. En effet, si $h = h_g = -f'(x)$ alors nous pouvons dire que l'on a choisi la meilleure direction locale pour la descente (Eq. 40) :

$$\lim_{\alpha \to 0} \frac{f(x) - f(x + \alpha h)}{\alpha \|h\|} = -\frac{1}{\|h\|} h^T f'(x) = -\|f'(x)\| \cos(\theta) \tag{40}$$

Où : θ est l'angle entre la direction de descente h et le gradient de f.

L'équation 40 prend sa valeur maximale pour un angle $\theta = \pi$ où : $h = h_g$ [98].

Les étapes à suivre lors de l'écriture d'un algorithme pour cette méthode peuvent se résumer à [95]:

- Choisir un point de départ x_0 et mettre itération = i =1.
- Trouver la direction de descente h_g telle que : $h_g = -f'(x)$ (ou $-\nabla f$ ou $-J(f)$).
- Trouver la taille optimale α (par une méthode de recherche linéaire) et calculer le nouveau point tel que : $x_i = x_{i-1} + \alpha h_g = x_{i-1} - \alpha f'(x)$.
- Vérifier les critères d'arrêt.
- Si x_i est un optimum (minimiseur local) arrêter les calculs sinon $i = i+1$ (itération suivante) et recommencer les calculs.

La méthode du gradient peut s'avérer très performante dans le cas où chaque recherche unidirectionnelle part dans la meilleure direction de descente. Cette méthode converge rapidement au début des calculs puis, comme la convergence finale est linéaire, elle est lente à l'approche de la solution. L'inconvénient de cette méthode, à part la convergence lente en fin de calcul, vient du fait que la direction de descente est une propriété locale (valable au voisinage de x_i où elle est calculée), cette méthode n'est pas appropriée pour tous les problèmes d'optimisation.

B. Méthode de Newton :

La méthode de Newton prend ses bases de la méthode dite de Newton-Raphson utilisée dans l'analyse numérique pour résoudre des systèmes d'équations non linéaires. La méthode de Newton-Raphson est itérative de convergence rapide (convergence quadratique). C'est le cas aussi de la méthode présentée ici. C'est aussi une méthode indirecte de descente applicable sur des fonctions au moins deux fois différentiables, il est trivial donc qu'elle ait recours au Jacobien et au Hessien. Notons que le point de départ de la méthode présentée ici comme pour la méthode de Newton-Raphson est bien le développement de Taylor, c'est-à-dire :

Supposons que x^* est un point stationnaire (Eq. 39 valable pour x^*), hypothèse justifiée puisqu'on cherche un minimiseur. L'équation 37 ci-dessus est appliquée à f', on obtient alors l'équation 41 ci-dessous :

$$f'(x+h) = f'(x) + \mathrm{J}(f')h + o(\|h\|^2) \approx f'(x) + \mathrm{J}(f')h \ \ pour: \ h \to 0 \tag{41}$$

Pour le cas présent, la méthode de Newton cherche $h = h_{New}$ (direction de descente) qui vérifie l'équation 42 suivante (Eq. 41 où : $x+h=x^*$) :

$$0 = f'(x) + \mathrm{J}(f')h_{New} = \mathrm{J}(f) + \mathrm{H}(f)h_{New} \text{ d'où: } \ \mathrm{H}(f)h_{New} = -\mathrm{J}(f) \tag{42}$$

Cette dernière équation permet de calculer la direction de descente.

Sous les conditions qui supposent que H est une matrice inversible non singulière alors le nouveau point est calculé (Eq .43) :

$$x_{k+1} = x_k + h_{New} = x_k - \mathrm{H}^{-1}(f) \ \mathrm{J}(f) \tag{43}$$

De cela nous pouvons conclure qu'il est possible d'atteindre un optimum x^* quelque soit le point de départ x_0 tant que celui ci est assez proche de x^* et que H est inversible. Il est à noter aussi que cette méthode est du second-ordre faisant intervenir la dérivée seconde de la fonction objectif f contrairement à la méthode précédente où l'on ne voit apparaître que la dérivée première. De cela, à l'approche de la solution x^*, la méthode de Newton converge plus rapidement que la méthode du Gradient. Il est à noter aussi qu'à l'approche du minimiseur local qui est un point stationnaire où le Hessien n'est plus seulement inversible mais aussi défini positif, la convergence est quadratique autour de x^*. Par contre, à l'approche d'un point stationnaire où le Hessien est défini négatif, la fonction objectif converge vers un maxi-

miseur ou un point-selle ; ceci est une bonne raison pour modifier cette méthode ou l'améliorer.

Pour remédier à la convergence non souhaitée vers un maximiseur de *f* ou un point-selle, deux façons de procéder :

- Soit on intègre un facteur qui réduit la taille de l'étape de calcul, noté ici λ_{New} (ne pas confondre ni avec le facteur d'amortissement introduit dans la suite ni avec la conductivité thermique) dans l'équation 43 et on obtient l'équation 44 suivante :

$$x_{k+1} = x_k + \lambda_{New}\, h_{New} = x_k - \lambda_{New} \mathrm{H}^{-1}(f)\ \mathrm{J}(f) \tag{44}$$

Cette nouvelle formule permet de réduire le nombre des étapes de calcul. Elle permet de trouver un minimiseur dans tous les cas, même les cas où les calculs par la formule donnée dans l'équation 43 échouent et enfin elle permet d'éviter les maximiseurs de *f* ou des points-selle. Vue ainsi, cette méthode paraît la plus fiable mais le plus grand problème lors de son application vient du calcul du Hessien à chaque itération, son inversion… cela demande un temps d'exécution considérable et ce genre de calcul sur support numérique peut « dégénérer ».

- Soit on couple les deux méthodes précédentes pour avoir une méthode dite hybride. Ceci se résume de la manière suivante :
    - Si le Hessien est défini positif alors la direction de descente $h = h_{New}$ (méthode de Newton appliquée)
    - Sinon la direction de descente $h = h_g$ (méthode du Gradient appliquée)

On remarque ici aussi que l'approche peut converger très lentement ou pas du tout ou avoir les mêmes problèmes qu'une méthode de Newton classique (avantages couplés mais aussi inconvénients). C'est pour y remédier que nous allons voir par la suite la méthode choisie pour nos cas d'étude : la méthode de Levenberg-Marquardt.

C. Méthode de Levenberg-Marquardt :

L'algorithme de Levenberg-Marquardt (LMA) tire profit des meilleurs atouts des deux méthodes précédentes (Gradient et Newton). Il regroupe ainsi la caractéristique principale de la méthode du Gradient : convergence rapide quand les calculs s'opèrent loin du minimiseur *x** et la caractéristique principale de la méthode de Newton à convergence rapide quand les calculs se rapprochent de la solution *x** recherchée. Cela peut être interprété par la sensibilité

de la méthode de Newton à la valeur initiale x_0, alors que la méthode du Gradient ne l'est pas. L'algorithme à été développé au début par K. Levenberg (1944) [100], puis amélioré par D.W. Marquardt (1953)[101], c'est la raison pour laquelle il est appelé aussi méthode de Marquardt en référence à sa dernière version [95]. Par rapport aux deux méthodes précédentes, cet algorithme intervient lors des calculs sur la diagonale du Hessien pour avoir (Eq .45) :

$$\tilde{\mathrm{H}} = \mathrm{H} + \lambda_A I \tag{45}$$

Où : I est la matrice identité et λ_A est un facteur d'amortissement. Ce facteur assure au nouveau Hessien ainsi calculé d'être toujours défini positif même quand le Hessien classique (calculé dans la méthode de Newton) devient négatif.

Le déroulement du LMA est étroitement lié aux valeurs que prend le facteur d'amortissement λ_A. Aussi ce dernier permet de voir si le LMA tend vers la méthode du Gradient ou vers la méthode de Newton. En effet, pour un facteur d'amortissement grand, sachant que dans ce cas : $\mathrm{H} << \lambda_A I$ et $I^{-1} = I$, l'équation précédente (Eq. 45) peut devenir (Eq. 46):

$$\tilde{\mathrm{H}}^{-1} = \lambda_A^{-1} I \tag{46}$$

En se référant à l'équation 43 cela signifie que la direction de descente notée ici h_{LMA} peut s'écrire (Eq. 47) :

$$h_{LMA} = -\tilde{\mathrm{H}}^{-1}\mathrm{J} = -\lambda_A^{-1}\mathrm{J} \tag{47}$$

Donc, d'après l'équation 47 la direction de descente du LMA est une direction de descente au sens de la méthode du Gradient si le facteur d'amortissement est choisi assez grand (h_{LMA} tend vers h_g à une constante près). Plus la valeur de ce coefficient diminue plus l'algorithme LMA se rapproche de l'algorithme de Newton.

Ce facteur est intimement lié à la valeur prise par la fonction objectif. Si cette dernière augmente dans l'actuelle itération k par rapport à sa valeur à l'itération précédente $k-1$ alors la valeur que prend le facteur d'amortissement lors de la prochaine itération $k+1$ sera plus grande par rapport à l'actuelle valeur. Cela peut se traduire par exemple par :

La fonction objectif diminue :

- alors le facteur choisi doit prendre une valeur plus petite (Eq. 48) :

$$\lambda_{Ak+1} = \frac{\lambda_{Ak}}{(1+\varepsilon_k)}\,, \varepsilon_k > 0 \tag{48}$$

- Sinon ce facteur augmente (Eq. 49) :

$$\lambda_{Ak+1} = \frac{min_k f - (\mathrm{J}h_{LMA} + f)}{\varepsilon_k}, \varepsilon_k > 0 \tag{49}$$

Il est à noter que les éléments diagonaux du Hessien dépendent de la courbature, de ce fait une écriture plus élaborée de l'équation 47 est introduite (Eq. 50) :

$$h_{LMA} = -\tilde{\mathrm{H}}^{-1}\mathrm{J} = -(\mathrm{H}+\lambda_A\, diag(\mathrm{H}))^{-1}\mathrm{J} \tag{50}$$

Lors de l'exécution d'un LMA, l'algorithme suivant peut décrire son déroulement [95] :

1. Choisir un point de départ x_0 arbitraire et une valeur pour le facteur d'amortissement (de l'ordre de 10^4 au début des calculs en général) (première itération i=1 lancée)
2. Calculer le gradient (ou Jacobien) à l'itération i
3. Vérifier l'optimalité du point x_i, si oui (tous les éléments du Jacobien sont inférieurs à une valeur déterminée par l'utilisateur) : arrêt des calculs sinon continuer :
4. Trouver un autre point $x_{i+1} = x_i + h_{LMA}$ (h_{LMA} donnée par l'équation 50)
5. Comparer les valeurs de la fonction objectif entre i et $i+1$: si $f_{i+1} < f_i$ alors appliquer l'équation 48 et aller à 2. Sinon appliquer l'équation 49 puis aller à 4.

Il est à noter que l'on peut ajouter un facteur qui donne une taille optimale à l'étape de calcul, comme pour l'équation 44. Ce facteur est recherché par des méthodes de minimisation unidirectionnelles [95]. Cette modification est un choix que l'utilisateur peut appliquer pour certains problèmes d'optimisation où la méthode générale ne donne pas le résultat souhaité.

Dans le domaine de la thermique, cet algorithme est devenu un standard. Il a permis à de nombreux chercheurs ayant besoin d'une estimation paramétrique de résoudre des problèmes de transfert [64, 75, 102]. Son efficacité n'est plus à prouver et ses atouts discutés plus haut nous ont poussés à le choisir comme instrument d'estimation paramétrique. Les paramètres à

estimer ici sont les propriétés thermophysiques des matériaux stables testés, en l'occurrence la conductivité thermique et la chaleur spécifique volumique, ou un peu plus loin la teneur en eau de matériaux évolutifs.

Cet outil est disponible dans « Optimization toolbox » du logiciel de calcul mathématique Matlab®. Sous ce logiciel, la fonction faisant appel à cet algorithme de LMA change de nom selon les versions mais depuis quelques années c'est la fonction « lsqnonlin ». Comme pour l'algorithme présenté ci-dessus cette fonction une fois appelée, exigent des données de départ ou certaines conditions internes qui s'appliquent lors des itérations. Toutes ces données sont rassemblées dans les « options » de la fonction utilisée dans cet environnement de calcul mathématique. Pour plus de détails sur le fonctionnement du LMA sous Matlab® le lecteur est prié de se référer à la littérature [103].

2.4 L'analyse inverse :

Nous avons développé dans ce qui précède dans ce chapitre les bases théoriques du transfert thermique étudié et le modèle numérique par différences finies permettant sa résolution numérique. Après, nous avons introduit la méthode choisie pour notre estimation des caractéristiques thermophysiques d'un matériau étudié. Dans cette section nous allons assembler ce qui a été introduit jusqu'à maintenant dans une seule méthode dite méthode inverse.

2.4.1 Aperçu et domaines d'application :

L'évolution des industries spécialisées a donné naissance à de nouveaux matériaux et a permis le développement des matériaux existants leur procurant des propriétés thermiques évoluant avec, entre autres, la température (cas de matériaux à changement de phase par exemple). De fait, les méthodes traditionnelles de caractérisation des matériaux se sont vues incapables, au fil du temps, de répondre aux exigences de ces évolutions industrielles ainsi qu'à la détermination in situ par exemple. C'est ainsi que les spécialistes ont eu recours aux nouvelles méthodes dites inverses. Entre autres domaines elles sont appliquées dans ce qui suit :

- L'estimation des propriétés thermophysiques des matériaux : par exemple la coque d'une navette spatiale entrant dans l'atmosphère terrestre ou le refroidissement d'un lingot…
- L'estimation des propriétés radiatives des matériaux semi transparents.
- L'estimation de la forme des frontières d'un corps
- L'estimation de la fonction d'une réaction…

Non seulement l'analyse inverse permet la résolution de ce type de problèmes mais la qualité des informations est améliorée et les expériences accélérées par rapport à la résolution par analyse directe qui s'avère, dans ces cas là, insuffisante ou impossible à appliquer.

L'intérêt des travaux de recherche, dans plus d'un domaine, traitants le sujet des problèmes inverses des transferts de chaleur s'est accentué à partir de la deuxième décennie du siècle précédent. Un intérêt poussé par, surtout, le programme spatial où les températures élevées sur la surface d'une navette spatiale, par exemple, ne peuvent être mesurées par des sondes, d'où le recours à une analyse inverse pour l'estimation de la température de surface (conditions aux limites).

L'analyse inverse permet aussi l'estimation de paramètres thermophysiques quand les méthodes directes de résolution s'avèrent être insuffisantes, par exemple dans le cas où il est impossible de mesurer le flux traversant un mur, mais il pourrait être estimé par analyse inverse à partir d'enregistrements transitoires à l'aide de sondes (thermocouples par exemple) insérés dans l'épaisseur de ce mur.

L'impossibilité d'appliquer l'analyse directe, permettant une détermination d'une ou de plusieurs inconnues, lors de la résolution d'un problème physique quelconque, pousse à se rediriger vers l'analyse inverse permettant, quant à elle, une estimation de l'inconnue ou des inconnues et non leur détermination. En effet, contrairement à l'analyse directe, qui résout des problèmes dits bien posés au sens de Hadamard [104], l'analyse inverse traite des problèmes mathématiquement « mal posés ».

L'existence et l'unicité d'une solution lors d'une analyse inverse sont délicates à prouver et même quand elles existent, elle reste sensible aux données d'entrée (températures enregistrées expérimentalement, point initial d'un algorithme…). Une estimation raisonnable des inconnues, par analyse inverse, nécessite une reformulation du problème traité en un pro-

blème approximé bien posé. Dans la plupart des méthodes inverses, cette approximation fait appel à la méthode des moindres carrés [61].

2.4.2 Notion de problème inverse de transfert de chaleur :

Cette notion est bien visionnée à travers l'exemple qui suit, qui est aussi un cas d'étude pratique. On considère le transfert de chaleur transitoire et unidirectionnel à travers une plaque d'épaisseur *e*. La température initiale ($t = 0$) dans la plaque est représentée par la fonction *F(x)*, c'est la condition initiale. Pour tous les autres instants ($t > 0$), un flux surfacique uniforme est appliqué à l'entrée de la plaque ($x = 0$), sa fonction est *f(t)*. La sortie de la plaque ($x = e$) est maintenue à une température constante T_e.

La formulation mathématique de cet énoncé est résumée (Eq. 51 – 54) :

$$\frac{\partial}{\partial x}\left(\lambda \frac{\partial T}{\partial x}\right) = \rho C \frac{\partial T}{\partial t} \qquad Pour : 0 < x < e \; et \; t > 0 \tag{51}$$

$$-\lambda \frac{\partial T}{\partial x} = f(t) \qquad Pour : x = 0 \; et \; t > 0 \tag{52}$$

$$T = T_e \qquad Pour : x = e \; et \; t > 0 \tag{53}$$

$$T = F(x) \qquad Pour : 0 < x < e \; et \; t = 0 \tag{54}$$

Le premier cas de figure est celui où : conditions aux limites (*f(t)*, T_e), condition initiale (*F(x)*) et les propriétés thermophysiques (λ, ρC) sont toutes connues et le problème consiste alors à *déterminer* la fonction température : *T(x, t)* ; le problème est alors dit *problème direct.*

Considérons le même problème précédent mais avec *f(t)* inconnue et toutes les autres quantités (*F(x)*, T_e, λ, ρ et *C*) connues. Une mesure de la température en un point interne x_m de la plaque noté : $T(x_m, t_i) = Y_i$ vient compenser le manque d'information lié à *f(t)* dans la résolution du système (Eq. 55 – 59) :

$$\frac{\partial}{\partial x}\left(\lambda \frac{\partial T}{\partial x}\right) = \rho C \frac{\partial T}{\partial t} \qquad Pour : 0 < x < e \; et \; 0 < t \leq t_f \tag{55}$$

$$-\lambda \frac{\partial T}{\partial x} = f(t) = ? \qquad Pour : x = 0 \; et \; 0 < t \leq t_f \tag{56}$$

$$T = T_e \qquad Pour : x = L \; et \; 0 < t \leq t_f \tag{57}$$

$$T = F(x) \qquad Pour : 0 < x < e \; et \; t = 0 \tag{58}$$

$$T(x_m, t_i) = Y_i \qquad Pour \; x = x_m \; et \; t = t_i, i = 1,2 \ldots, I \tag{59}$$

Le but de traiter ce problème dit *problème inverse* est l'*estimation* de la fonction *f(t)*, condition à l'entrée de la plaque. D'autres problèmes peuvent par ailleurs être traités, tels que : l'estimation des caractéristiques thermophysiques de la plaque, de la condition initiale….

Donc le premier problème (direct) a pour objet la détermination de la fonction température (Effets) à partir des conditions aux limites, condition initiale… (Causes), alors que le deuxième problème (inverse) a pour objet l'estimation de l'une ou de plusieurs causes à l'aide d'une mesure effectuée au sein du matériau.

De la même manière que pour le problème inverse de conduction présenté ci-dessus, une formulation analogue est possible pour les problèmes inverses de convection, de rayonnement ou pour des problèmes couplés de ces trois modes de transfert… Le problème inverse peut être traité soit d'un point de vue estimation paramétrique ou d'un point de vue estimation de fonction telle que *f(t)* et qui pourrait alors être présentée sous la forme : $f(t) = \sum_{i=1}^{N} a_j g_i(t)$, où les a_i et les g_i sont respectivement les paramètres et les fonctions essais à estimer. Ce dernier cas d'estimation peut s'avérer délicat comparé à l'estimation paramétrique.

L'analyse d'un exemple de transfert de chaleur inverse (comme celui présenté dans la section précédente) permet de conclure que l'analyse inverse est très sensible aux erreurs de mesure de la température, erreurs dépendant de la position des sondes de mesure et de l'oscillation des enregistrements. L'unicité de la solution d'un problème quelconque est alors remise en question. Des hypothèses statistiques de ces erreurs sont introduites par Beck [105]. L'intérêt de ces hypothèses est de montrer, par simulation, l'applicabilité de la méthode inverse sur un problème bien spécifique, puis de vérifier sa stabilité vis-à-vis des erreurs de mesure, de la position des sondes, du temps d'expérience... En effet, en réalité, ces hypothèses sont délicates à vérifier.

2.4.3 Méthodes de résolution du problème inverse de transfert de chaleur :

Dans la littérature des transferts thermiques des méthodes directes de résolution du problème de transfert de chaleur sont généralement :

- Analytiques : elles permettent une écriture sous équation mathématique de la solution du problème direct de transfert de chaleur, l'équation 27 de la section 1.3 en est un exemple. Les résultats de ces méthodes sont dits exacts sous leurs hypothèses d'application.
- Numériques : elles permettent d'atteindre la solution à partir de la formulation mathématique du problème direct de transfert en passant généralement par une discrétisation de l'espace et du temps (voir début de la section 2).

Par ailleurs diverses méthodes d'optimisation et d'estimation paramétrique existent, leur nature, type, et mode de fonctionnement sont discutés dans la section 2.3 ci-dessus.

La nature de la méthode inverse, faisant le couplage entre les méthodes de résolution direct et les méthodes d'optimisation, dépend de la nature de ces deux dernières. Ici nous associons la méthode des différences finies au LMA pour construire notre méthode inverse que nous appliquerons à un cas de transfert de chaleur par conduction à travers un multicouche.

2.4.4 Application de l'analyse inverse : cas d'étude :

Pour bien comprendre le déroulement de la méthode inverse associant un modèle numérique direct et un LMA pour l'estimation paramétrique par optimisation, nous présentons ici un exemple d'application de la méthode développée sur un cas d'étude concret.

A. Estimation des propriétés thermophysiques :

Nous supposons une plaque tricouche (cas d'une paroi de bâtiment par exemple) soumise à un transfert de chaleur unidirectionnel, transitoire et géré par l'équation de la chaleur (Eq. 26). Après discrétisation 1D (Δx pour l'espace $(j=1,\ldots, M)$ et Δt pour le temps $(i=1,\ldots, N)$) du domaine tricouche (figure 17), l'application de la méthode des différences finies permet d'aboutir à l'écriture matricielle traduite par l'équation 36, ce qui permet de résoudre numériquement (sous Matlab®) par un calcul itératif le problème direct de transfert. A ce stade nous sommes capable de simuler l'évolution spatio-temporelle de la température qui dépend de l'espace et du temps mais aussi des paramètres utilisés pour le calcul (vecteur propriétés

thermophysiques « $\boldsymbol{p}$ ») $T_{sim}(x,t) = T(j\cdot\Delta x, i\cdot\Delta t, \boldsymbol{p})$ au sein du tricouche, à condition de fournir les entrées aux modèle : conditions aux limites $T_{exta}(i\cdot\Delta t)$ et $T_{extb}(i\cdot\Delta t)$ et condition initiale $T_{i\text{-}ni}(j\cdot\Delta x)$ mais aussi les caractéristiques thermophysiques des matériaux composant le tricouche). Notons que les conditions aux limites sont de Dirichlet (fonction connue du temps). Ce type de conditions aux limites nous affranchit de la détermination du coefficient d'échange convectif et radiatif *h*. L'écriture du bilan énergétique et l'application du schéma implicite aux interfaces permet d'y calculer les températures. La chaleur spécifique volumique à l'interface est égale à la moyenne des chaleurs spécifiques volumiques des deux couches limitant l'interface.

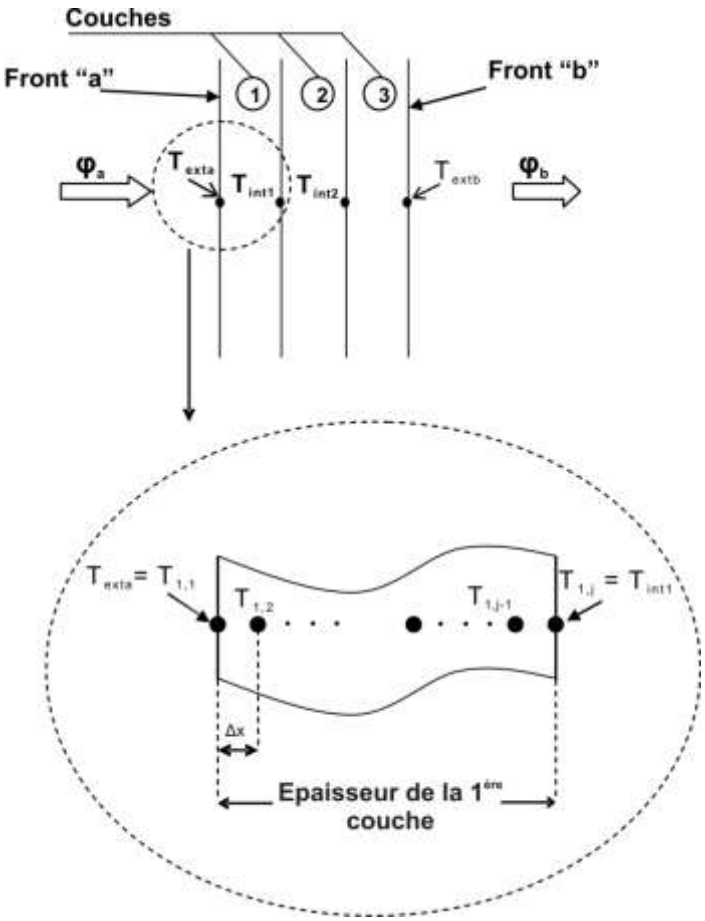


Figure 17 : Configuration du tricouche et détails de discrétisation.

Après développement du modèle numérique par différences finies et sa résolution sous Matlab®, nous supposons maintenant que les caractéristiques thermophysiques : la conductivité thermique λ (W/m/K) et la chaleur spécifique volumique ρC (J/m^3/K) de la couche du milieu sont inconnues et sont à estimer par LMA.

Les entrées du LMA sont les températures mesurées $T_{meas}(x,t)$, les températures simulées par différences finies $T_{sim}(x,t)$ et les paramètres initiaux (λ_0, ρC_0). A chaque itération l'algorithme effectue un ajustement entre les températures simulées et mesurées par la méthode des moindres carrées non linéaire et vérifie les trois critères d'arrêt cités ci après.

Deux paires de courbes, représentant les températures simulées et mesurées aux deux interfaces du tricouche, sont ajustées à chaque itération. L'algorithme calcule une fonction objectif basée sur la différence entre les deux températures simulées et les deux températures mesurées à chaque instant. Les dynamiques différentes des champs de températures de chaque côté induisent un ajustement non équilibré. Pour atténuer cet effet, une pondération a été adoptée. Elle consiste à normaliser les écarts par l'amplitude observée de chaque côté de la couche étudiée.

Dans un premier temps, une matrice est construite à partir des écarts normalisés (Eq. 60). Les éléments de cette matrice notés $f_{i,j}$ sont égaux à la différence pondérée entre les températures mesurées et simulées à chaque instant $i=1,\ldots,N$ et aux interfaces 1 et 2 (voir Eq. 26).

$$f_{i,j}(\boldsymbol{p}) = \frac{T_{meas}(i,j) - T_{sim}(i,j,\boldsymbol{p})}{\max(\boldsymbol{T_{meas}}) - \min(\boldsymbol{T_{meas}})} \tag{60}$$

Où : $\boldsymbol{p}$ est le vecteur paramètres à estimer (λ et ρC).

La fonction objectif est définie de la façon suivante (Eq. 61) :

$$F(\boldsymbol{p}) = \sum_{i,j} \left(f_{i,j}(\boldsymbol{p})\right)^2 \tag{61}$$

A chaque itération, un nouveau jeu de paramètres est testé et une nouvelle valeur de la fonction objectif est calculée. Le schéma de la figure 18 explique l'organigramme de l'algorithme. Il indique notamment à quelles conditions l'optimisation s'arrête :

a. La fonction objectif atteint une valeur minimale « ε » définie dans l'algorithme.

b. L'écart entre deux jeux de paramètres successifs est inférieur à une limite minimale notée Δp_{min}.

c. Le nombre maximum d'itérations k_{max} est atteint.

En fin d'optimisation, un jeu de paramètres estimés est obtenu. La qualité de l'ajustement est appréciée grâce à l'affichage comparé des températures mesurées et simulées. Les écarts résiduels permettent un calcul d'écarts types pour quantifier l'ajustement.

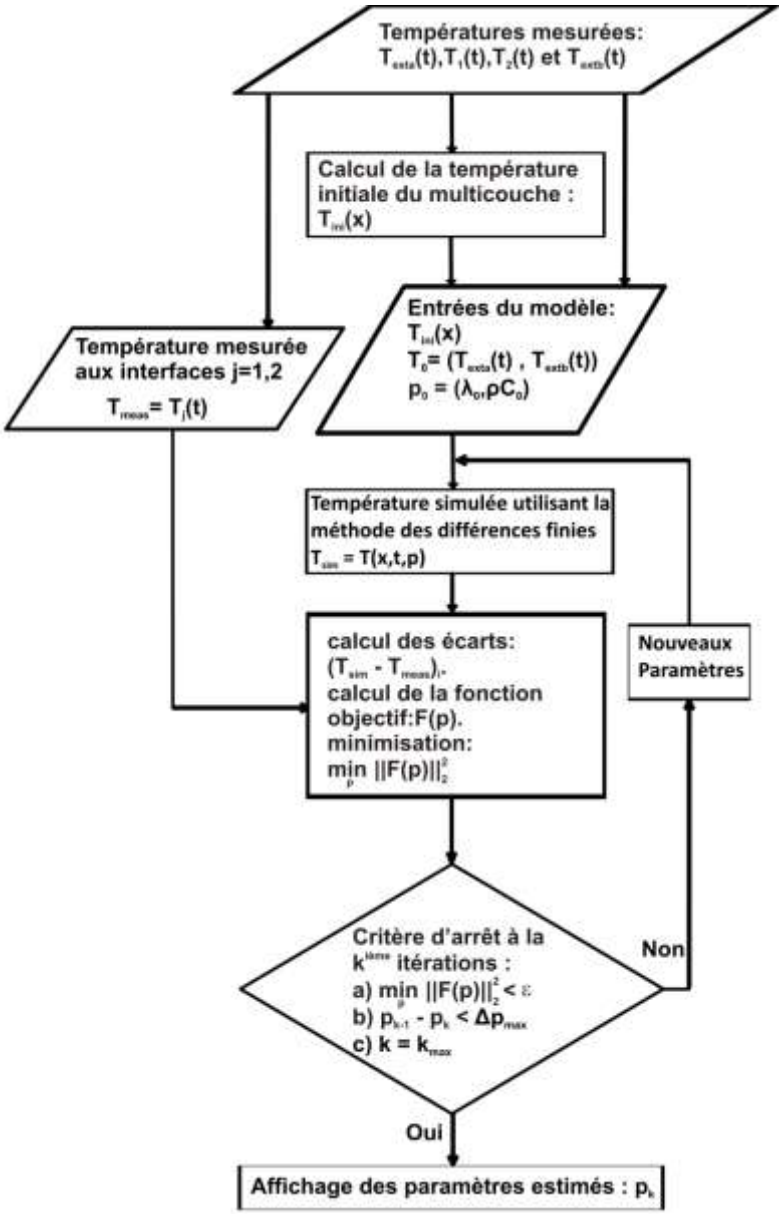


Figure 18 : Schéma d'estimation paramétrique (propriétés thermophysiques) par méthode inverse.

Ce schéma sera appliqué pour traiter les données des différents essais qui ont pour but l'estimation des caractéristiques thermophysiques.

B. Estimation de la teneur en eau :

Un cas intéressant est considéré ici : la prise en compte de la teneur en eau dans le transfert de chaleur. Nous reprenons les étapes décrites ci-dessus pour établir un modèle numérique de résolution du problème direct de transfert de chaleur avec prise en compte de la teneur en eau. En effet, nous supposons qu'il existe une relation empirique définie préalablement entre les propriétés thermophysiques d'un multicouche et sa teneur en eau. Le problème devient alors un problème d'estimation de teneur en eau dans un multicouche et les équations reliant les caractéristiques thermophysiques et la teneur en eau sont intégrées dans le schéma présenté sur la figure précédente, il devient alors comme présenté sur la figure 19.

Dans ce cas, pour les six températures suivies (T_u, T_{meas1}, T_{meas2}, T_{meas3}, T_{meas4} et T_b) et les quatre couches composant le multicouche considéré, nous retrouvons à la fin de l'optimisation les quatre teneurs en eau correspondant chacune à une couche du multicouche. Cela laisse penser qu'en diminuant l'épaisseur de chaque couche en augmentant ainsi le nombre de celles-ci, nous obtenons assez de points pour pouvoir tracer la courbe de l'évolution de la teneur en eau au sein du multicouche.

Nous aboutirons ainsi au suivi des teneurs en eau, avec application in situ envisageable, dans un matériau à partir du suivi des températures avec une instrumentation légère en considérant seulement le transfert de chaleur.

A ce stade du travail numérique nous sommes en mesure d'appliquer la méthode inverse ainsi développée pour remonter aux caractéristiques thermophysiques. Ceci dans le cas où aucune relation n'existe entre ces dernières et un autre paramètre tel que la teneur en eau. Si maintenant nous disposons d'une telle relation (empirique, analytique…) nous serons alors capables de remonter à ce nouveau paramètre duquel dépendent nos caractéristiques thermophysiques.

Ceci étant dit, le travail mené jusqu'alors est uniquement numérique. Mais avant d'aborder le chapitre consacré aux travaux expérimentaux, nous tenons d'abord à vérifier la capacité de notre méthode à résoudre des problèmes inverses de transfert tels que posés précédemment dans ce chapitre. Pour ce faire, la section suivante est consacrée à l'étude de la sensibilité de la méthode vis-à-vis des différents paramètres du modèle numérique associé au LMA.

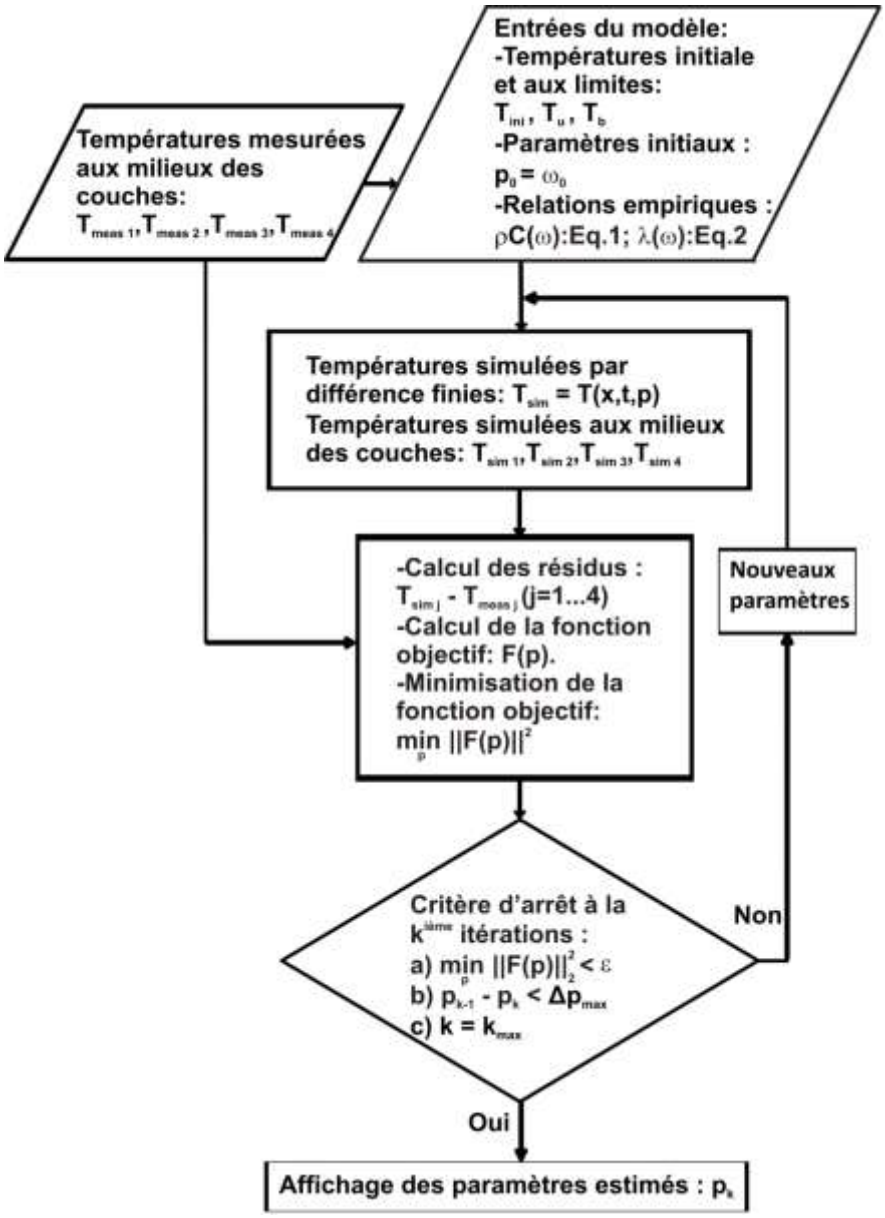


Figure 19 : Schéma d'estimation paramétrique (teneurs en eau) par méthode inverse.

2.5 Étude de sensibilité :

Dans cette partie nous présentons les outils d'analyse d'un modèle. Dans notre cas d'étude il s'agit du modèle numérique et de l'algorithme d'optimisation associés que nous avons présenté précédemment. Cette analyse ou étude de sensibilité s'intéresse aux interactions entre différents paramètres d'entrée et de sortie du modèle (voir figure 20). Elle permet de déterminer les paramètres les plus pertinents du modèle. L'analyse de corrélation entre

différents paramètres permet de déterminer si le modèle inverse peut estimer simultanément tous les paramètres ou non.

Deux approches ont été utilisées. Nous définirons une fonction sensibilité que nous analyserons et en parallèle nous utiliserons une approche statistique analogue à l'étude des variables aléatoires.

2.5.1 Approche statistique :

Le problème posé est le suivant : nous définissons des variables aléatoires indépendantes (entrées : $\boldsymbol{p}$) suivant une loi de probabilité similaire pour toutes (généralement une loi normale) dont on définit la moyenne et la variance pour cerner la dispersion des valeurs de chaque élément de $\boldsymbol{p}$. Nous les injectons dans le modèle dont on veut étudier la sensibilité, l'opération est répétée N fois. A la sortie du modèle nous étudions la dispersion des sorties (températures simulées par exemple) et leurs corrélations éventuelles, nous nous sommes inspirés de la littérature pour procéder de la sorte [106]. C'est l'objet du test d'inversion à partir de mesures synthétiques ou encore plus généralement appelé simulation Monte-Carlo. Notons que les sorties peuvent être aussi des paramètres estimés si le modèle testé regroupe le modèle numérique plus l'algorithme d'optimisation, c'est le cas **B** de la section 2.5.3.

2.5.2 Fonction sensibilité :

Tout modèle numérique est sensible à un certain nombre de paramètres. Ces paramètres peuvent être des paramètres d'entrée tels que l'état initial ou les conditions aux limites… ils peuvent aussi être des paramètres de fonctionnement du modèle tels que la méthode de discrétisation, les pas choisis ou les critères d'arrêts… les sorties du modèles sont alors affichées en liaison avec ce que l'utilisateur a choisi comme paramètres, méthode....

Dans notre cas, les schémas d'inversion précédents nous amènent à étudier la sensibilité de la méthode inverse, développée plus haut, par rapport aux paramètres qui nous semblent les plus pertinents, pour juger de son déroulement numérique et avant même d'entamer un quelconque essai expérimental. Par la suite, nous reprenons les cas d'étude présentés dans la section 2.4.4 pour leur appliquer une étude de sensibilité.

Cette étude nous renseigne, non seulement sur la sensibilité de la méthode par rapport aux paramètres et sa capacité à les estimer avec exactitude, mais aussi sur d'éventuelles conditions à favoriser lors d'un essai expérimental, comme par exemple le temps minimum d'un essai.

La fonction sensibilité ou simplement la sensibilité, est définie à chaque instant *t* comme étant le rapport des sorties d'un modèle numérique (températures simulées : sorties du modèle dans ce cas) aux paramètres testés $\boldsymbol{p}$. Ceci se traduit mathématiquement par l'équation 62 suivante :

$$S_{\boldsymbol{p}}(t) = \Delta T(t) \Big/ \left(\frac{\Delta \boldsymbol{p}}{\boldsymbol{p}}\right) \tag{62}$$

La sensibilité (Eq. 62) est aussi appelée coefficient de sensibilité réduit ou normalisé [105, 107]. Ainsi défini, il traduit la variation, qui affecte les températures (sorties), causée par une variation relative des paramètres testés ($\boldsymbol{p}$: entrées). Ici $\boldsymbol{p}$ est le vecteur des paramètres vis-à-vis desquels la sensibilité est considérée. Ce vecteur peut contenir des paramètres de différentes natures : grandeurs thermiques, géométriques… Notons que nous avons eu recours à cette définition de la sensibilité pour avoir des sensibilités comparables vis-à-vis des différents paramètres, même si ces derniers sont d'unités différentes. Dans la figure 20 ci-dessous, les entrées sont les paramètres testés $\boldsymbol{p}$ et les sorties sont les températures simulées.

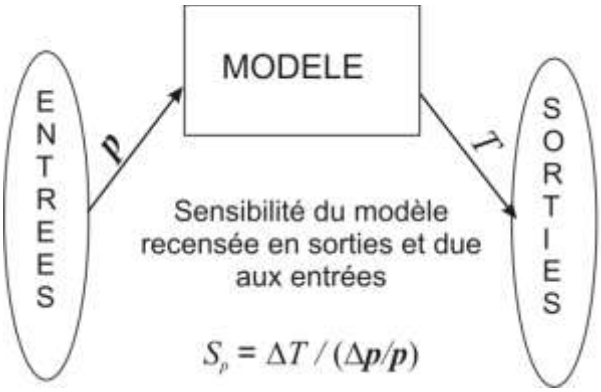


Figure 20 : Sensibilité d'un modèle exprimée en fonction de ses entrées et sorties.

Une fois que nous avons défini les sensibilités vis-à-vis de tous les paramètres, nous étudions leur corrélation graphiquement. Cela permet de juger de la capacité du modèle à réagir pertinemment à tous les paramètres ou si ces derniers sont corrélés et donc, dans ce cas, une réduction du vecteur $\boldsymbol{p}$ pourrait être envisageable. L'étude de la sensibilité ainsi réalisée fait partie de la culture du laboratoire et a été publiée dans différents travaux [77-79].

2.5.3 Application aux cas d'étude présents :

Nous appliquerons les deux approches développées ci-dessus (sections 2.5.1 et 2.5.2).

Dans un premier temps nous nous sommes intéressés à la dispersion et la corrélation entre paramètres estimés (sorties), à partir de paramètres aléatoires indépendants d'entrée considérés comme exacts. Pour ce faire, l'estimation par méthode inverse est répétée N=100 fois pour fournir des valeurs en sortie de qualité. En effet plus le nombre d'observations est grand plus la dispersion est correctement représentée.

Il s'agit, dans un premier temps, de mesurer l'influence des paramètres à estimer sur les températures simulées dans le modèle numérique. Si une variation sur un des paramètres à estimer induit une faible variation sur les températures simulées, alors on peut dire que le modèle est peu sensible à ce paramètre et que l'estimation sera délicate (résultats sujets à une forte erreur) voire impossible. L'objectif de l'étude de sensibilité vise à répondre à cette question. Elle fournit des informations sur la possibilité d'identifier chaque paramètre et sur la possibilité d'estimer tous les paramètres simultanément. Elle permet également de choisir la fenêtre temporelle optimale pour réaliser l'estimation.

La précision de la position des capteurs est également un des problèmes à étudier. Dans cette partie, l'influence d'une erreur sur la position des capteurs a été analysée. Et enfin le bruit de mesure est analysé statistiquement.

A. Cas d'un tricouche PVC/EPS/PVC :

Ce travail numérique porte sur un multicouche testé constitué de trois couches successives de Polyvinyle chloride (PVC), de Polystyrène expansé (EPS) et enfin une autre couche de PVC d'épaisseur respective de 10/18/10 mm. Cet échantillon est supposé soumis aux conditions aux limites constantes : T_{exta}=50°C et T_{extb}=20°C à partir de l'instant t = 0 s, pendant toute la période de l'essai. La température initiale de l'échantillon est considérée constante sur toute l'épaisseur, T_{ini} = 18°C. Le choix de ces données est animé par une simplification des types de sollicitations envisagées lors des essais, permettant la reproduction numérique, la plus fidèle, d'un essai. Le but de cette étude est de prédire les sorties du modèle numérique vis-à-vis des propriétés thermophysiques de la couche de polystyrène, ainsi que la position des thermocouples aux interfaces. On suppose les propriétés thermophysiques du PVC encadrant la couche d'EPS connues. Les températures simulées par le modèle numérique pour des valeurs de caractéristiques thermophysiques de référence sont représentées sur la figure 21.

Nous nous intéressons dans ce cas d'étude à la sensibilité du modèle numérique vis-à-vis des propriétés thermophysiques à estimer. Dans un deuxième temps nous nous intéresserons à l'influence de la position des thermocouples sur le comportement du modèle et les valeurs des propriétés thermophysiques estimées.

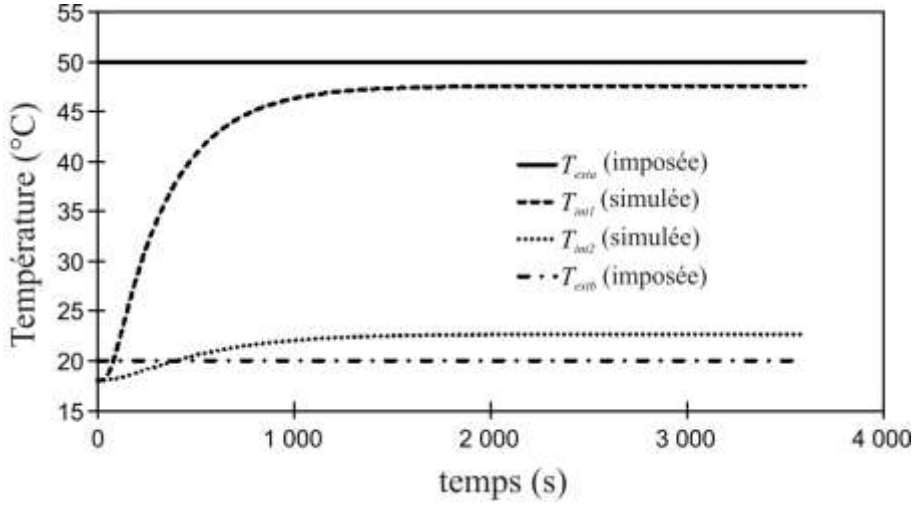


Figure 21 : Températures imposées et simulées dans le cas d'un tricouche PVC/EPS/PVC.

Sensibilité par approche statistique :

Définissons tout d'abord le vecteur des paramètres d'entrée ***p*** composé du couple (λ, ρC) à chacune des N = 200 opérations visant l'estimation du vecteur des paramètres estimés ***p'*** (sortie) composé du couple (λ', $\rho C'$). À la fin des calculs nous regroupons tous les ***p*** et ***p'*** dans les matrices 200 lignes et 2 colonnes : ***P*** et ***P'***. Pour juger de la sensibilité du modèle inverse vis-à-vis de ***P*** nous analysons la dispersion des éléments de chaque colonne de ***P'***. Pour savoir si ce modèle (alimenté de paramètres indépendants, non-corrélés, en entrée : ***P*** -Eq. 63 et 64-) opère à corréler les paramètres estimés ***P'***, nous analyserons la matrice de covariance de ces derniers. L'analyse ici est globale et pas locale puisque les deux paramètres sont testés simultanément (variation des deux paramètres du modèle en même temps).

$$\lambda \sim \mathcal{N}(\bar{\lambda}, Var(\lambda)) \tag{63}$$

$$\rho C \sim \mathcal{N}(\overline{\rho C}, Var(\rho C)) \tag{64}$$

La figure 22 montre la dispersion des paramètres d'entrée selon les lois ainsi définies. C'est la représentation graphique des colonnes de la matrice ***P***. A noter que les valeurs moyennes et les variances (ou plus explicitement erreurs relatives de mesure estimées à 5%) supposées de référence sont déterminées par des essais préalables (voir chapitre 3).

La figure 23 montre quant à elle la dispersion des paramètres estimés ***P'*** au cours des 200 opérations d'estimation. Moyennes, écart-types et erreurs absolues des paramètres d'entrée et de sortie sont résumés dans le tableau 3.

En comparant les résultats des deux figures et aussi les valeurs du tableau, nous pouvons conclure que le modèle reproduit une dispersion normale avec une bonne fidélité, c'est à dire qu'il est bien sensible aux deux paramètres testés (λ, ρC). Si l'une des deux dispersions n'avais pas été aussi fidèle (autre loi de distribution que la loi normale) ou fidèle mais plus « aplatie » (large écart type) alors nous n'aurions pas été en mesure de faire le même constat quant à la sensibilité du modèle vis-à-vis des deux paramètres testés. Après vérification de la sensibilité du modèle vis-à-vis des deux paramètres nous passons à l'analyse de la matrice de covariance des paramètres estimés pour déterminer leur possible corrélation.

La matrice de covariance est définie et calculée pour le cas présent comme suit (Eq. 65)

$$COV(\boldsymbol{P'}) = \begin{pmatrix} \sigma_1^2 & R_{12}\sigma_1\sigma_2 \\ R_{21}\sigma_2\sigma_1 & \sigma_2^2 \end{pmatrix} \tag{65}$$

Où : σ_i^2 désigne la variance de P'_{ii} *(i=1,2)* i.e λ ou ρC.

$$= \begin{pmatrix} 4.9\ 10^{-7} & 0.0097 \\ 0.0097 & 2.3\ 10^{5} \end{pmatrix}$$

La première remarque qui vient à l'esprit après lecture de cette matrice est que numériquement les éléments non-diagonaux de la matrice de covariance sont considérés nuls : cela signifie éventuellement l'absence de corrélation entre les éléments de ***P'***. Pour y voir plus clair nous avons le choix entre la méthode de l'Analyse des Composantes Principales (ACP) qui demande de détailler algébriquement l'analyse factorielle, ce qui n'est pas l'objet de ce travail, ou d'analyser la matrice de corrélation. Nous optons ici pour le deuxième choix ; considérons alors la matrice des coefficients de corrélation et celle des valeurs-p (p-values).

Les coefficients de corrélations « R_{ij} », présents dans les termes non-diagonaux de la matrice de covariance, sont compris entre -1 et 1. Plus les R_{ij} sont proches de 0, moins de corrélation y a entre les paramètres estimés. Ils se calculent d'après la relation 66.

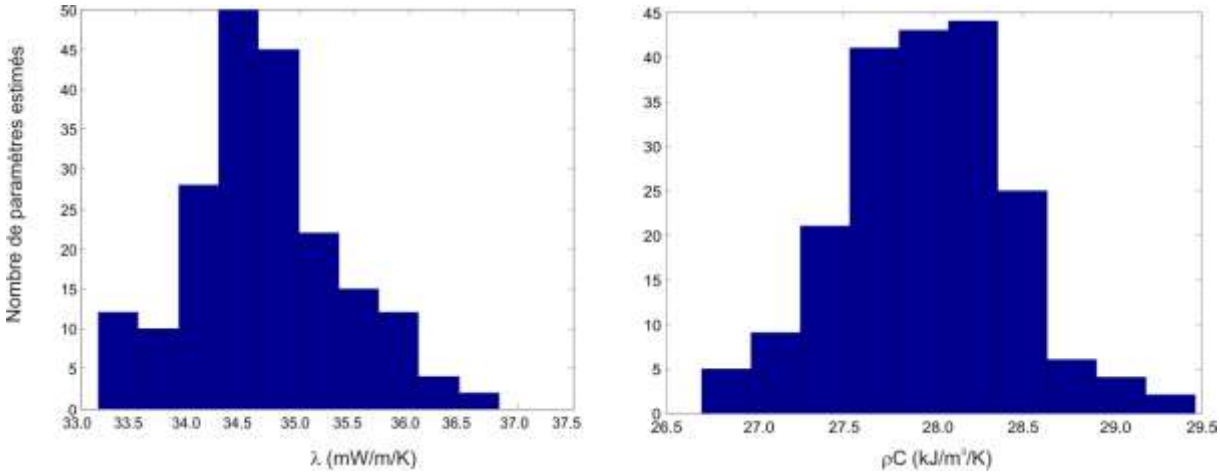


Figure 22 : Distribution des paramètres d'entrée ***P*** (*N*=200 estimations).

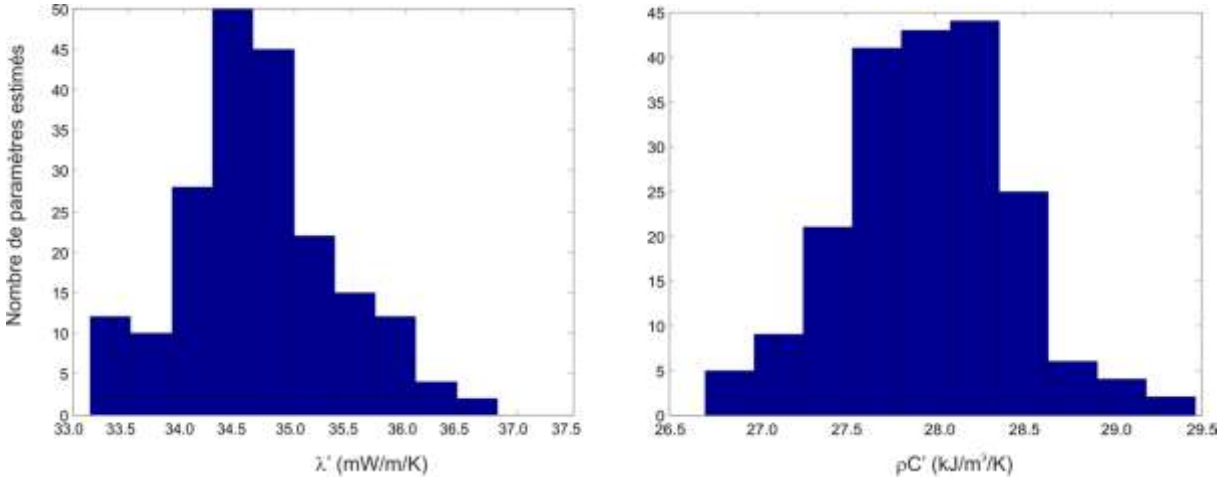


Figure 23 : Distribution des paramètres de sortie ***P'*** (*N*=200 estimations).

T_{max}=50°C	***P'***		***P***	
T_{min}=18°C	λ'(mW/m/K)	$\rho C'$(kJ/m/K)	λ(mW/m/K)	ρC(kJ/m/K)
Moyenne	34.71	27.96	34.68	27.94
Ecart-type	00.79	00.50	0.70	00.48
Erreur absolue	02.38	01.50	2.10	01.43

Tableau 3 : Paramètres initiaux et estimés : indications statistiques

$$R_{ij} = \frac{cov(p'_i, p'_j)}{\sigma_i \sigma_j} \tag{66}$$

$$R = \begin{pmatrix} 1 & 0.029 \\ 0.029 & 1 \end{pmatrix}$$

Où : p'_i et p'_j représentent ici les propriétés thermophysiques

Nous remarquons, là aussi, que les éléments non-diagonaux tendent vers 0 ; mais cela ne suffit pas pour pouvoir juger définitivement de la non-corrélation de λ et ρC. La matrice des valeurs-p contient les valeurs-p qui sont définies comme étant la probabilité qu'un test statistique soit au moins aussi extrême qu'un test observé, en supposant l'hypothèse nulle vraie. Ici on teste la non-corrélation et le seuil pour les valeurs-p est défini à 0.05. C'est-à-dire que toute valeur p inférieure à 0.05 implique que l'on a 95% de chance d'avoir une corrélation entre les paramètres testés. Autrement dit si le test ($p < 0.05$) s'avère nul alors on a 95% de chance que les paramètres estimés par le modèle soient non-corrélés. Ce qui est le cas ici au regard des valeurs-p calculées (éléments non-diagonaux Eq. 67) :

$$P_{val} = \begin{pmatrix} 1 & 0.685 \\ 0.685 & 1 \end{pmatrix} \tag{67}$$

Nous pouvons enfin conclure que les paramètres de sortie du modèle (λ et ρC) ne sont pas corrélés et qu'il est tout à fait possible de les estimer simultanément par la méthode inverse développée précédemment. Le lecteur intéressé par le calcul détaillé des valeurs-p pourra se référer à la littérature consacrée aux tests d'hypothèse (ou de signification) [108-110].

Cette première approche étant validée statistiquement, nous passons à l'approche par analyse de la fonction sensibilité introduite dans la section 5.2.2.

Sensibilité vis-à-vis des propriétés thermophysiques :

Nous faisons varier les valeurs de la conductivité thermique et de la chaleur spécifique volumique par rapport à leurs valeurs respectives de référence. Nous enregistrons, à la sortie du modèle, l'influence de cette variation sur la température simulée. Nous définissons ainsi la fonction sensibilité du modèle vis-à-vis de la conductivité thermique du polystyrène (Eq. 68 et Figure 24) et vis-à-vis de sa chaleur spécifique volumique (Eq.69 et figures 25).

Nous concluons que le modèle numérique est très sensible à la variation de la conductivité thermique, sensibilité qui se stabilise à partir de la deuxième moitié de l'essai et dure tout au long de l'essai. Cela s'explique par un régime permanent établi. Pour ce cas d'étude précis, cette sensibilité vis-à-vis de la conductivité thermique est aussi accentuée à la deuxième interface qu'à la première, cela vient du comportement du modèle en réponse au type de sollicitation choisi ci-dessus.

$$S_\lambda(t) = (\Delta T(t))/\left(\frac{\Delta\lambda}{\lambda}\right) \quad (68)$$

$$S_{\rho C}(t) = (\Delta T(t))/\left(\frac{\Delta(\rho C)}{\rho C}\right) \quad (69)$$

Le scénario de chauffage choisi permet de conclure que le modèle est sensible aux variations de la chaleur spécifique volumique durant le régime transitoire (figure 25). Cette sensibilité a tendance à s'annuler une fois le régime permanent atteint. La réponse du modèle, à ce type de scénario, se traduit par une sensibilité, vis-à-vis de la chaleur spécifique volumique, plus accentuée du modèle à la première interface avec un décalage qui atteint un maximum de deux minutes.

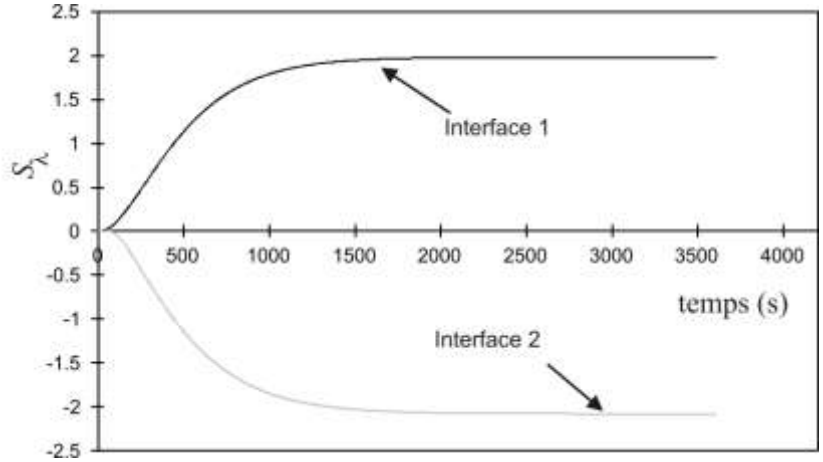


Figure 24 : Sensibilité du modèle numérique vis-à-vis de la conductivité thermique.

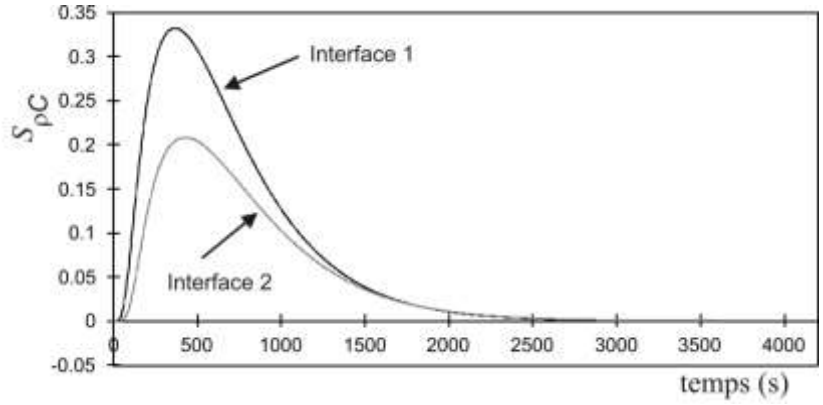


Figure 25 : Sensibilité du modèle numérique vis-à-vis de la chaleur spécifique volumique

D'après les figures 24 et 25, nous estimons que le temps du mode transitoire est de 20 minutes. C'est durant ce temps d'essai que notre modèle est très sensible aux paramètres à estimer et où l'estimation est supposée se rapprocher le plus des valeurs recherchées.

Nous avons tracé les sensibilités étudiées précédemment, l'une en fonction de l'autre, pour pouvoir juger de leur possible corrélation (figure 26). L'étude de cette corrélation permet de savoir si le modèle est capable d'estimer simultanément les deux propriétés thermophysiques λ et ρC. En effet, une proportionnalité de type linéaire entre les deux sensibilités indiquerait que les propriétés thermophysiques à estimer seraient liées et dans ce cas, ne pourraient être estimées avec exactitude simultanément. Ceci n'est pas le cas dans notre étude, bien que les deux paramètres entretiennent une relation intrinsèque dans le modèle numérique. En effet les coefficients de la matrice **R** (voir la section 2.2.2) font appel à la diffusivité α qui est égale au rapport de ces deux paramètres. Nous pouvons, grâce à notre modèle numérique, estimer les deux propriétés thermophysiques simultanément sans qu'il y ait conflit d'estimation paramétrique c'est-à-dire une infinité de couples de paramètres (λ, ρC) pour le même ajustement des courbes de températures mesurées et simulées.

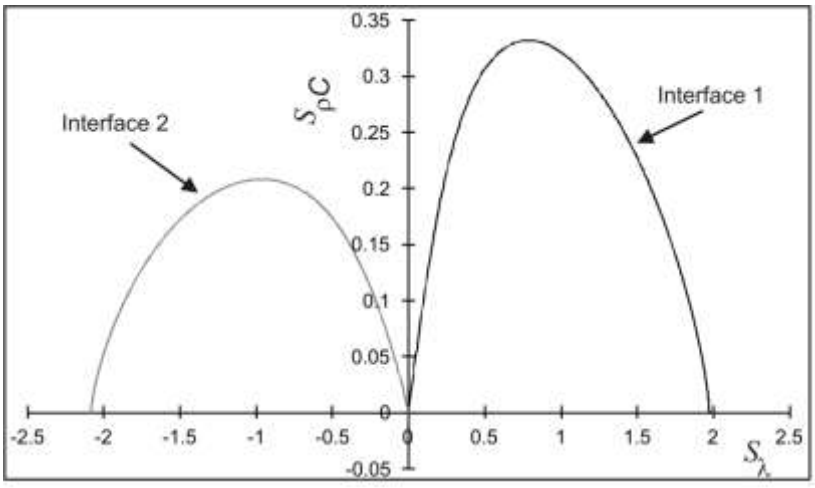


Figure 26 : Corrélation des sensibilités.

La sensibilité vis-à-vis des propriétés thermophysique est essentielle, mais il est aussi important de voir de près l'influence du positionnement des thermocouples sur le fonctionnement du modèle, c'est l'objet de la section suivante.

Sensibilité vis-à-vis de la position des thermocouples :

Pour cela, une erreur absolue de +/- 0.5mm (5% en erreur relative) est supposée sur la position du thermocouple. Cette erreur est imposée par l'usinage des couches en laboratoire et les dimensions des thermocouples choisis. Les erreurs sur les paramètres estimés dues à cette erreur de positionnement sont calculées pour le scénario de chauffage présenté au début de cette section, les résultats sont résumés dans le tableau 4.

Interface	Erreur sur la position des thermocouples (mm)	Erreur sur λ (%)	Erreur sur ρC (%)
1	+0.50	9.51	1.81
1	-0.50	6.90	1.14
2	+0.50	0.67	1.79
2	-0.50	0.66	1.78

Tableau 4 : Erreurs sur les paramètres estimés suite à une erreur de positionnement imposée aux thermocouples

De ce qui précède nous concluons que le modèle est sensible à la conductivité thermique et à la chaleur spécifique volumique. La sensibilité vis-à-vis de la conductivité, par rapport à la sensibilité vis-à-vis de la chaleur spécifique volumique, est plus élevée, mais aussi, elle dure plus au cours d'un essai. Ceci se confirme dans cette section, en effet, le tableau 4 montre que l'erreur de positionnement des thermocouples affecte plus la conductivité thermique que la chaleur spécifique volumique. Le modèle numérique associé est peu sensible à l'erreur de positionnement des thermocouples dans la limite de 5% d'erreur relative sur la position des thermocouples. Ceci dit, si les calculs dans le cas d'étude présent menaient à une erreur relative élevée sur la conductivité thermique cela pourrait s'expliquer par un mauvais positionnement du ou des thermocouples aux interfaces. Qu'en est t il de la sensibilité du modèle vis-à-vis du bruit de mesure qui affecte les valeurs enregistrées ? La section suivante tente de répondre à cette question.

Sensibilité au bruit de mesure :

De la simulation résulte des courbes de températures non affectées de bruit (cas idéal), ce qui n'est pas le cas d'une température mesurée, qui lors d'un essai expérimental sera affectée d'un bruit de mesure. Pour prendre en compte l'effet de ce bruit numériquement, nous avons fais une étude statistique basée sur des simulations numériques.

Nous considérons les températures, aux deux interfaces, affectées d'un bruit normalement distribué. La moyenne de cette distribution est le vecteur température calculé à partir des valeurs exactes des paramètres (λ et ρC). L'écart type de cette distribution est égal à 0.04°C ; il

est choisi à partir des essais préalables d'étalonnage de la chaîne de mesure (voir chapitre 3). La figure 27 montre les températures bruitées confrontées aux températures exactes et leurs résidus.

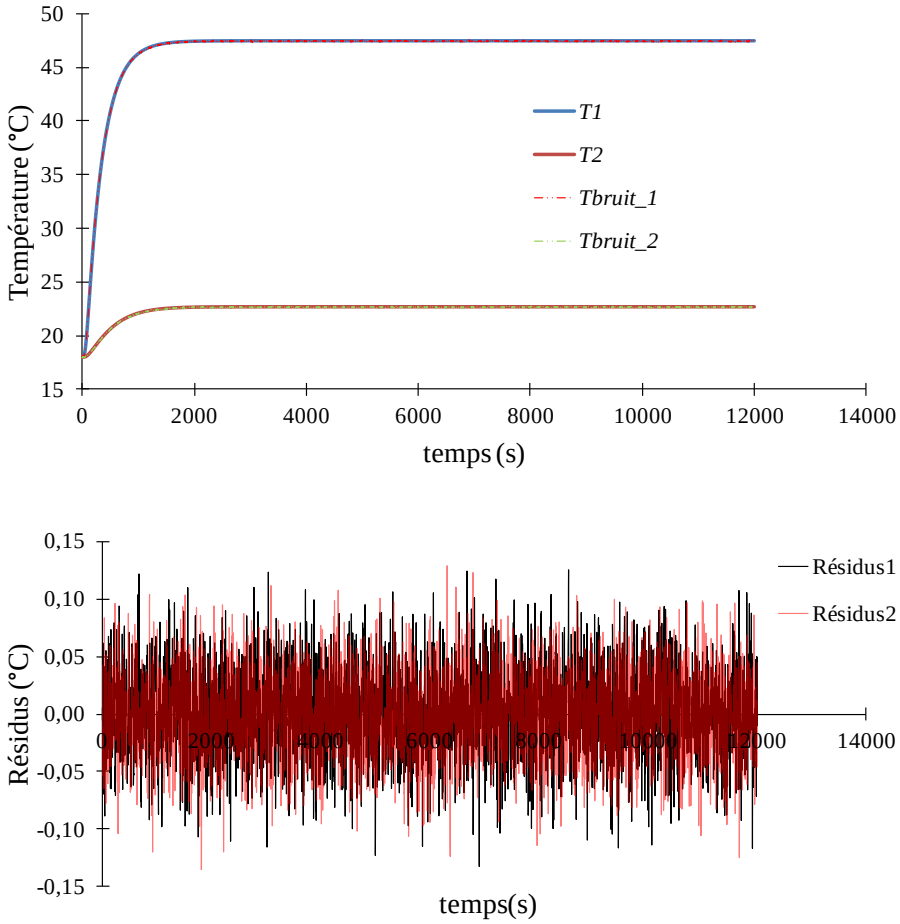


Figure 27 : Températures exactes comparées aux températures bruitées et les résidus résultants aux interfaces 1 et 2 lors de l'une des 100 estimations.

Nous lançons, à chaque fois, l'estimation paramétrique à partir de ces températures bruitées supposées provenir d'un essai expérimental. Nous avons répété l'opération 100 fois et nous avons étudié l'impact du bruit ajouté sur les paramètres estimés. La figure 28 montre la distribution de valeurs estimées des deux paramètres (λ et ρC).

A la fin de l'étude, nous concluons que pour un écart type des températures de 0.04°C, nous obtenons un écart type des conductivités de 3.73 10^{-6} W/K/m et un écart type des chaleurs spécifiques volumiques de 150.15 J/K/m^3. Ces valeurs sont valables dans ce cas de figure où le tricouche est formé de PVC/EPS/PVC. Le tableau 5 ci-dessous résume les résultats de ce volet de l'étude de sensibilité. Ces valeurs peuvent changer dans un autre cas de figure (multicouche de plus de trois couches, matériaux plus conductifs…).

D'après les deux approches développées ci-dessus, l'étude de sensibilité révèle que le modèle est capable d'estimer les propriétés thermophysiques simultanément. Le modèle est tolérant aux erreurs de positionnement éventuelles dans les limites de conception des matériaux utilisés mais il lui faut un temps minimum d'exécution de 6000 secondes.

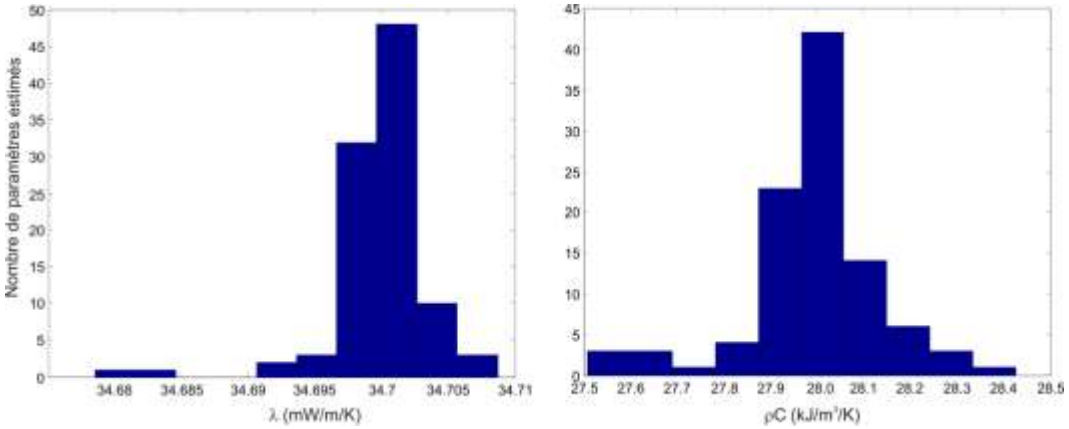


Figure 28 : Distribution des paramètres estimés (N=100 estimation).

	Valeurs moyennes		Ecart type	Erreur absolue	Coefficient de variation (%)	
T(°C)	T_{min}=20	T_{max}=50	0.04	0.12	0.20	0.08
λ(mW/m/K)	34.70		$3.73\ 10^{-3}$	$11.19\ 10^{-3}$	0.02	
ρC(kJ/m/K)	27.99		0.15	0.45	0.54	

Tableau 5 : Résultats de l'étude de sensibilité du modèle vis-à-vis du bruit de mesure des températures.

Dans la section suivante, nous nous intéressons à l'étude de notre méthode appliquée à l'estimation de la teneur en eau d'un multicouche.

B. Cas d'un multicouche à différentes teneurs en eau :

Sensibilité du modèle (températures simulées) vis-à-vis des teneurs en eau :

Dans le cas présent, contrairement au précédent, le multicouche est composé d'un seul et unique matériau (sable fin). Par contre, les couches le composant sont supposées à différentes teneurs en eau. C'est un cas équivalent à celui d'un multicouche composé de différents maté-

riaux. Rappelons que les paramètres à estimer, dans ce cas d'étude, sont les teneurs en eau des différentes couches. Ici nous étudions un « quadri-couche » de 4 teneurs en eau différentes (figure 29).

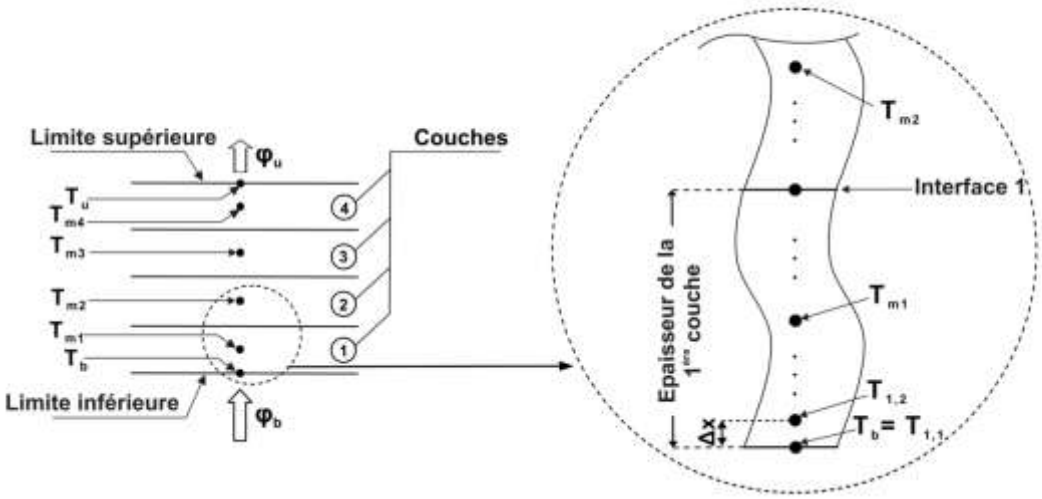


Figure 29 : Le multicouche testé et détails de discrétisation.

Pour mener à bien cette étude de sensibilité, nous avons considéré le cas le plus proche des essais expérimentaux envisagés. Le matériau est supposé initialement ($t < t_0$) au repos à une température initiale constante T_{ini} =20°C. On provoque une évolution des conditions aux limites à partir de t_0. Puis, elles restent constantes tout au long de l'essai : T_u = 20°C, T_b = 23°C. Les couches testées ont des teneurs en eau variant du bas vers le haut de ω_1 = 20%, ω_2 = 15%, ω_3 = 10% et ω_4 = 5%. Ces variations de teneur en eau entrainent des variations de caractéristiques thermophysiques. La fenêtre temporelle choisie comprend les 1800 premières itérations (2 heures d'essai) après lesquelles le régime est considéré permanent (figure 30).

Nous ne nous intéressons ici qu'à la sensibilité du modèle vis-à-vis des paramètres à estimer. Vu qu'il y ait peu de changement entre le schéma d'inversion sur la figure 18 et 19, nous supposons valables les conclusions faites dans la section A précédente quant à l'influence du positionnement des thermocouples ainsi que celle du bruit de mesure.

Comme pour les propriétés thermophysiques étudiées précédemment, nous définissons ici la fonction sensibilité vis-à-vis de la teneur en eau (Eq. 70).

$$S_{\omega_j}(t) = \Delta T(t) / \left(\frac{\Delta \omega_j}{\omega_j} \right) \tag{70}$$

Où : j =1,…,4 (correspond aux quatre couches)

Dans cette expression la variation de la teneur en eau est calculée autour de sa valeur nominale numériquement. Les quatre différentes fonctions de sensibilité ainsi calculées sont représentées sur les figures 31, 32, 33 et 34.

Les graphiques représentés sur les figures 31-34 montrent les fonctions de sensibilité des températures aux positions m1, m2, m3 et m4 vis-à-vis des paramètres ω_j testés un à un (analyse de sensibilité locale).

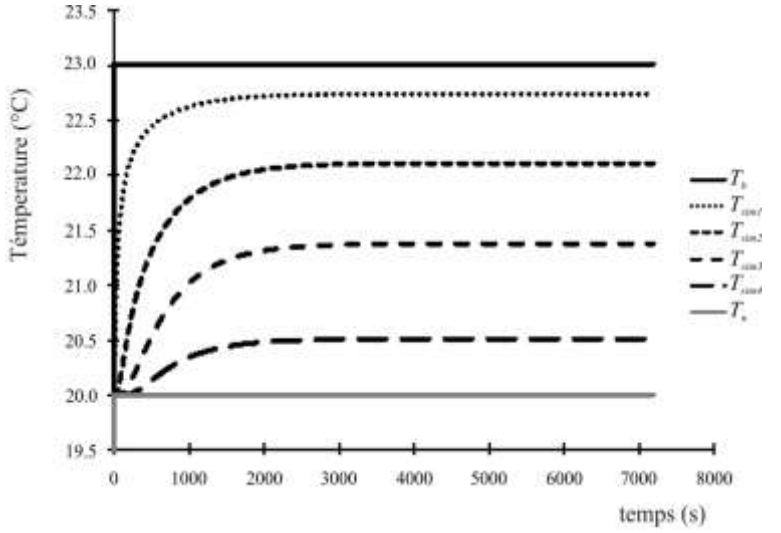


Figure 30 : Températures imposées ($\boldsymbol{T_b}$ et $\boldsymbol{T_u}$) et températures simulées par le modèle numérique pour l'étude de sensibilité.

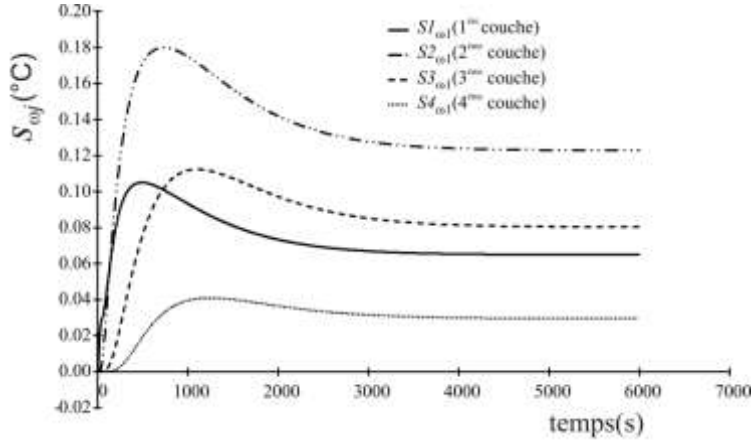


Figure 31 : Sensibilité du modèle numérique vis-à-vis de ω_1 aux nœuds m1, m2, m3 et m4

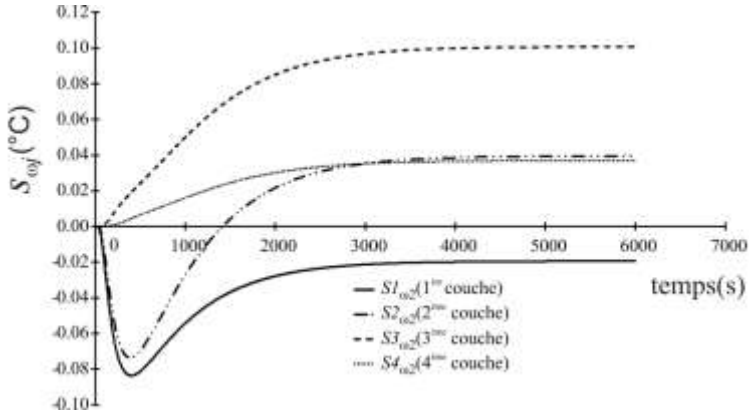


Figure 32 : Sensibilité du modèle numérique vis-à-vis de ω_2 aux nœuds m1, m2, m3 et m4

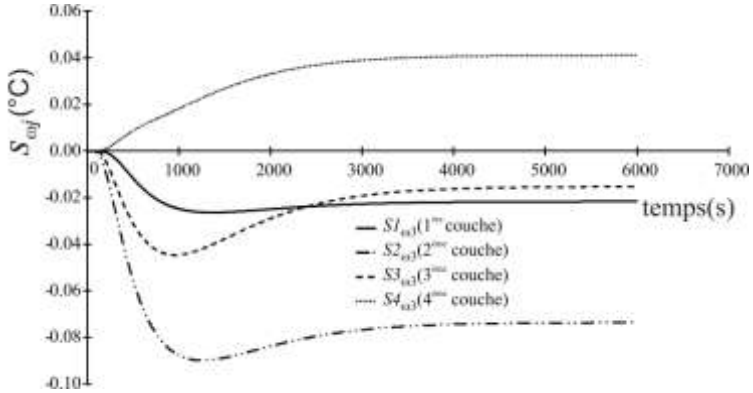


Figure 33 : Sensibilité du modèle numérique vis-à-vis de ω_3 aux nœuds m1, m2, m3 et m4

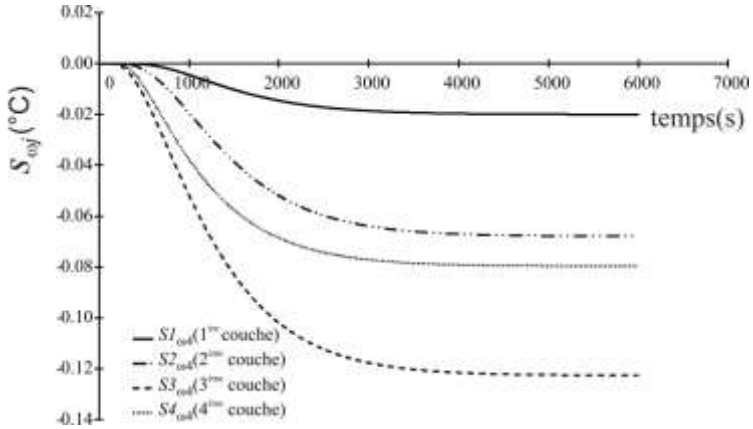


Figure 34 : Sensibilité du modèle numérique vis-à-vis de ω_4 aux nœuds m1, m2, m3 et m4

Les variations de teneur en eau, imposées à une couche, impactent le champ de température qui se trouve en aval de la couche considérée, mais aussi celles en amont. L'effet s'estompe avec la distance. Plus on s'éloigne de la source de chaleur (T_b = 23°C) ou de la couche dont la teneur en eau subit une variation plus les valeurs des sensibilités sont faibles, donc moins le modèle est sensible aux variations de la teneur en eau. Ainsi, l'estimation des teneurs en eau des couches éloignées de la source d'excitation sera plus délicate que celle des teneurs en eau des couches près de la source d'excitation, mais aussi cette estimation est plus délicate si on s'éloigne de la couche dont la teneur en eau subit une variation. En effet, les nœuds les plus proches des variations de chaleur ou de teneur en eau sont les plus sensibles, les nœuds plus éloignés subissent moins ces variations.

Les graphiques montrent que pour ce type de sollicitation, le régime permanent est quasiment atteint au bout de 6000 secondes. Les courbes de sensibilités deviennent parallèles. La suite de l'essai n'apportera pas d'information pertinente supplémentaire. Dans la première partie de l'essai (i.e de 0 à 2000 s), les courbes de sensibilités ont des comportements différents et laissent supposer une absence de corrélation entre les paramètres qu'il faut étudier. Par la suite, les courbes de sensibilité tendent à devenir proportionnelles. Cette partie (i.e de 2000 à 6000 s) de l'essai permet de consolider les estimations car les évolutions de températures sont liées aux rapports entre les paramètres.

Corrélation entre paramètres estimés :

Pour mettre en évidence l'absence de corrélation entre les paramètres estimés, une approche statistique a été adoptée. Des variables aléatoires normalement distribuées et indépendantes ont été définies autour des valeurs de référence des teneurs en eau des 4 couches (moyennes : i.e. 5%,10%,15% et 20%) ; la plage de variation de ces valeurs est définie préalablement après analyse des erreurs de mesures expérimentales des teneurs en eau, l'erreur relative est ainsi estimée à 5.5% (voir chapitre 3). Les variables aléatoires ainsi définies sont rassemblées dans une matrice (100 lignes et 4 colonnes) : ($W = (\omega_1\ \omega_2\ \omega_3\ \omega_4)^t$). La figure 35 montre la distribution ainsi choisie des valeurs de la matrice *W*. Cette dernière matrice peut être considérée comme entrée si on se réfère à la figure 20.

Partant de la matrice « entrées » *W*, les températures ont été simulées avec les mêmes conditions aux limites et initiales et ont permis par inversion d'estimer en fin de calcul une matrice $W' = (\omega'_1\ \omega'_2\ \omega'_3\ \omega'_4)^t$ composée des paramètres estimés ou sorties (voir figure 20). La distribution de ces paramètres estimés est représentée figure 36.

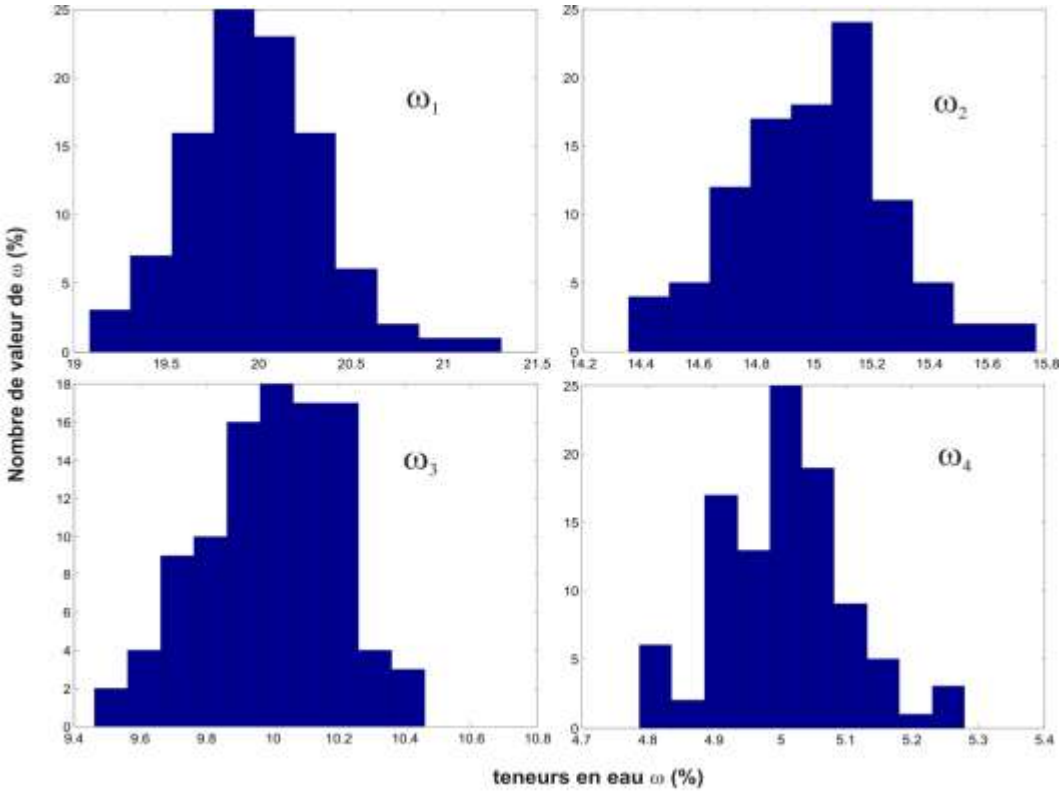


Figure 35 : Distribution des valeurs des paramètres initiaux (entrées) (Teneurs en eau *W*)

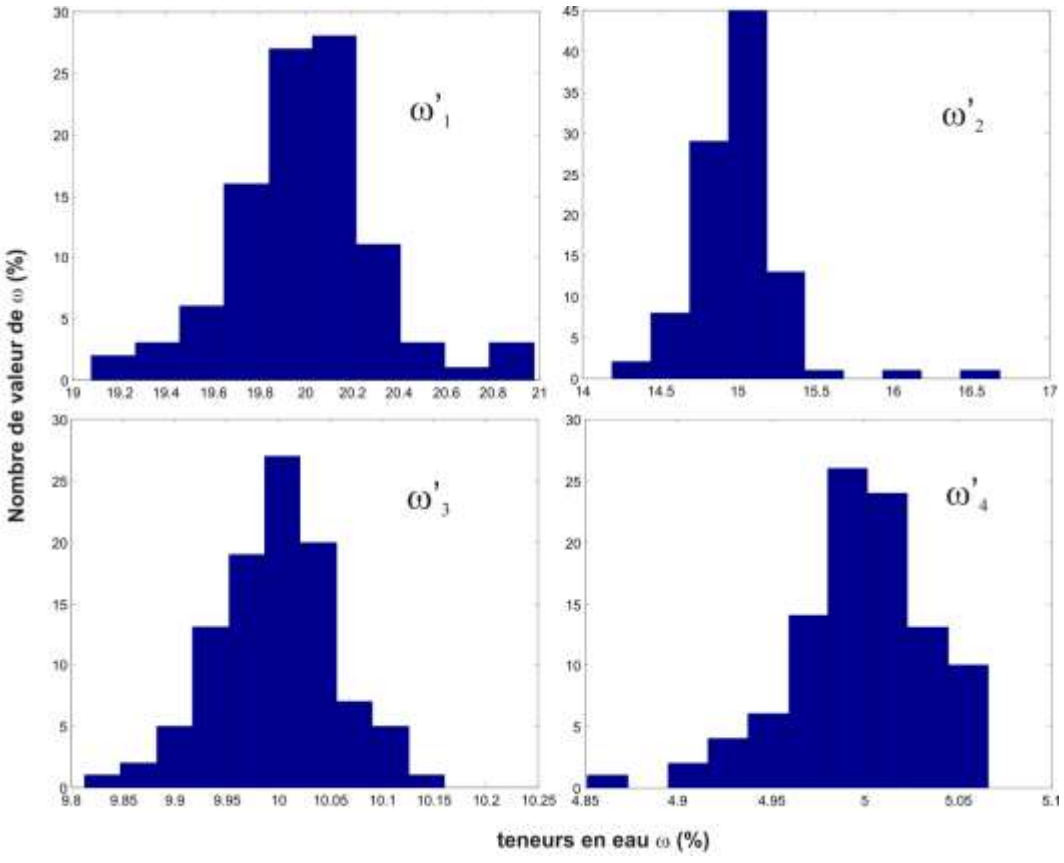


Figure 36 : Distribution des valeurs des paramètres estimés (Sorties) (Teneurs en eau *W'*)

Le tableau 6 donne quelques indications statistiques sur les figures 35 et 36.

Au regard des deux figures et du tableau, nous concluons qu'à partir d'une dispersion faible des entrées « W » on arrive à estimer les paramètres du modèle avec une dispersion aussi faible gardant la même allure (distribution normale autour des valeurs moyennes 20%, 15%,10% et 5%). Ceci permet d'apprécier le fonctionnement du modèle. Mais cela ne répond pas à la question de l'existence d'une corrélation possible, entre les paramètres estimés *W'*, due aux paramètres d'entrée *W*, autrement dit, en partant de paramètres aléatoires indépendant (non-corrélés) arrivera-t-on grâce au modèle (analyse inverse) à estimer des paramètres aussi indépendants ou non ? Pour plus de précision sur cette question, considérons la matrice de covariance des paramètres estimés *W'*.

La matrice de covariance de *W'* est calculée (Eq. 71). C'est un bon moyen d'appréciation de la corrélation entre les variables aléatoires, en l'occurrence entre les éléments de *W'*. L'étude comparative des termes de matrices permet de discuter du risque de corrélation entre les paramètres. En effet les coefficients de corrélation « R_{ij} » sont présents dans les éléments non diagonaux de cette matrice. A ce stade de l'étude nous avons le choix de méthode pour analyser la matrice de covariance. Soit on a recours à l'Analyse des Composante Principale en statistiques (équivalent au changement de base en algèbre) soit on calcule les coefficients de corrélation et les valeurs-p associées. C'est le deuxième cas que nous allons aborder.

T_{max}=23°C	*W'* (teneurs en eau estimées)				*W* (teneurs en eau initiales)			
T_{min}=20°C	ω'_1	ω'_2	ω'_3	ω'_4	ω_1	ω_2	ω_3	ω_4
Moyenne (%)	19.99	15.00	9.99	5.00	19.99	15.00	9.99	5.00
Ecart-type (%)	0.32	0.29	0.06	0.04	0.37	0.27	0.20	0.10
Erreur absolue (%)	0.97	0.88	0.17	0.11	1.11	0.82	0.61	0.29

Tableau 6 : Paramètres initiaux et estimés : indications statistiques.

On constate (Eq. 71) que les covariances entre les différents paramètres estimés tendent vers 0. Cela signifie que les teneurs en eau estimées sont quasi-non-corrélées. Pour conforter ce constat, nous nous intéressons aux coefficients de corrélation eux-mêmes. Ils sont présents dans les éléments non diagonaux de la matrice de covariance (Eq. 71); leur calcul se fait d'après l'équation 72 ci dessous. La matrice *R* contenant ces coefficients de corrélation (Eq. 72) est plus « parlante » que la matrice de covariance brute. En les calculant, on peut définir

directement à partir de leurs valeurs s'il y a corrélation, ou non, entre les paramètres estimés *W'*. La matrice *P* dans la relation 73 ci-dessous contient les valeurs-p (p-values) facteurs de vérification de la non-corrélation entre les paramètres estimés (corrélation si p < 0.05, non corrélation si p>0.05 : c'est-à-dire une probabilité de 95% d'avoir une non-corrélation entre les paramètres estimés). Cette dernière condition (aucun p<0.05) est vérifiée (voir Eq. 73). Pour plus d'information sur ce calcul le lecteur est prié de se référer à la littérature [111-112].

$$COV(W') = \begin{pmatrix} \sigma_1^2 & R_{12}\sigma_1\sigma_2 & R_{13}\sigma_1\sigma_3 & R_{14}\sigma_1\sigma_4 \\ R_{21}\sigma_2\sigma_1 & \sigma_2^2 & R_{23}\sigma_2\sigma_3 & R_{24}\sigma_2\sigma_4 \\ R_{31}\sigma_3\sigma_1 & R_{32}\sigma_3\sigma_2 & \sigma_3^2 & R_{34}\sigma_3\sigma_4 \\ R_{41}\sigma_4\sigma_1 & R_{42}\sigma_4\sigma_2 & R_{43}\sigma_4\sigma_3 & \sigma_4^2 \end{pmatrix} \tag{71}$$

Où : σ_i^2 désigne la variance de ω_i (i=1,…,4).

$$= \begin{pmatrix} 0.1041 & 0.0077 & 0.0008 & 0.0002 \\ 0.0077 & 0.0866 & 0.0025 & -0.0010 \\ 0.0008 & 0.0025 & 0.0033 & -0.0001 \\ 0.0002 & -0.0010 & -0.0001 & 0.0014 \end{pmatrix}$$

$$R_{ij} = \frac{cov(\omega'_i, \omega'_j)}{\sigma_i \sigma_j} \tag{72}$$

$$R = \begin{pmatrix} 1 & 0.0815 & 0.0448 & 0.0160 \\ 0.0815 & 1 & 0.1465 & -0.0892 \\ 0.0448 & 0.1465 & 1 & -0.0514 \\ 0.0160 & -0.0892 & -0.0514 & 1 \end{pmatrix}$$

$$P = \begin{pmatrix} 1 & 0.4201 & 0.6581 & 0.8747 \\ 0.4201 & 1 & 0.1460 & 0.3776 \\ 0.6581 & 0.1460 & 1 & 0.6114 \\ 0.8747 & 0.3776 & 0.6114 & 1 \end{pmatrix} \tag{73}$$

De ce qui précède, nous concluons que, d'après cette étude de sensibilité, les teneurs en eau peuvent être estimées simultanément et que, lors des applications dans cette configuration expérimentale, il faudra retenir au moins les 1500 premières itérations (6000 s de temps d'essai total minimum).

3 Conclusion :

Ce chapitre, consacré à l'étude théorique et numérique, a permis de présenter la méthode inverse utilisée, son fonctionnement, ses bases et quelques résultats préalables tirés de l'étude de sensibilité.

Pour bien poser le problème certaines hypothèses sont admises. En effet, on considère le mode de transfert de chaleur non couplé avec un transfert de masse, unidirectionnel dans un matériau considéré homogène et de caractéristiques thermophysiques indépendantes de la température, de la composition du matériau ou des conditions auxquelles il est soumis lors d'un essai. Par contre, ces propriétés thermophysiques peuvent être dépendantes de la teneur en eau dans le cas où le matériau n'est pas hydrophobe ou étanche.

Le modèle numérique, développé et codé sous Matlab®, est basé sur la méthode des différences finies particulièrement adaptée à ce cas de figure dans les conditions citées ici. Il permet la simulation du transfert de chaleur par conduction dans un matériau qui peut être multicouche avec des conditions aux limites de type Dirichlet.

L'estimation paramétrique est elle aussi appliquée sous Matlab®. L'algorithme d'optimisation (LMA) est utilisé pour estimer les paramètres étudiés (propriétés thermophysiques ou teneur en eau).

Ces deux parties numériques, associées aux résultats expérimentaux qui seront présentés plus loin dans ce travail, donnent lieu au processus d'inversion présenté dans ce chapitre.

L'étude de sensibilité de la méthode développée a permis de conclure qu'elle est capable d'estimer les paramètres thermophysiques seuls ou liés à la teneur en eau. Ceci nous a permis d'envisager les travaux expérimentaux présentés dans le chapitre suivant.

Chapitre 3
Aspects Expérimentaux et Discussion des résultats

1 Introduction :

Ce chapitre est consacré aux travaux expérimentaux réalisés au laboratoire. Une discussion de chaque résultat obtenu lors de ces travaux est présentée par la suite. Ce chapitre est divisé en cinq sections structurées pour la compréhension du déroulement des expériences et les résultats associés.

Nous commençons par introduire les instruments et les chaînes de mesure. Bien connaître l'instrumentation est une étape préliminaire importante pour la réalisation des essais. Elle peut aussi être à l'origine des limites de la méthode développée. En effet, la validation d'une méthode expérimentale ou double : numérique/expérimentale (dual) comme c'est le cas ici, est directement liée au type d'instrumentation utilisée. Dans ce contexte, la méthode présentée dans ces travaux est limitée à l'instrumentation décrite dans ce chapitre mais peut s'étendre à d'autres instrumentations si les limites imposées par ces dernières sont bien prises en compte.

Après présentation des instruments et chaînes de mesure, nous consacrerons une section à l'étalonnage de ces derniers. L'opération d'étalonnage est bien connue dans les milieux scientifiques où l'on a recours à des instruments de mesure. Sans cette opération l'expérimentateur réalise des essais dont il ne connaît pas à priori le domaine de validité, les erreurs engendrées par la conception, l'utilisation et le réglage des instruments. Finalement, il ne connait donc pas les corrections à apporter aux mesures pour les rapprocher le plus possible de la valeur exacte qui est définie au préalable, par des instruments et des méthodes de référence (normalisées par exemple).

Nous consacrons une section de ce chapitre à l'étude préalable des matériaux utilisés dans les travaux. Ces essais sont essentiels à la connaissance des propriétés thermiques de certains matériaux (PVC, EPS, plâtre, béton), mais aussi à la connaissance de l'interaction de ces propriétés avec la teneur en eau d'autres matériaux, en l'occurrence, le sable et le béton cellulaire. Ces matériaux seront utilisés au fur et à mesure pour la validation de la méthode développée. Avec les résultats de ces essais, nous alimentons l'algorithme de l'analyse inverse et nous comparons les résultats d'estimation numérique aux valeurs des essais préalables, admises comme valeurs de référence.

Les essais réalisés dans le cadre de ce travail et qui ont permis la validation de la méthode développée sont présentés successivement. Trois types d'essais ont été réalisés : des essais sur

multicouches de matériaux de construction inertes et dont les propriétés thermophysiques ne varient pas ou très peu avec la teneur en eau ; des essais réalisés sur un multicouche de sable, matériau poreux, dont les propriétés thermophysiques sont très sensibles à la variation de la teneur en eau, et enfin des essais types in-situ sur une paroi en béton cellulaire. Pour tous les essais que nous présentons, nous faisons une analyse des résultats et une discussion associée.

Nous finirons le chapitre par une conclusion qui résume les principaux résultats et les limites des essais et donc de la méthode développée.

2 Instrumentation :

Nous présentons ci-après, élément par élément, les composants (capteurs de température, capteurs de flux, centrales d'acquisition…) des chaînes de mesure réalisées soit pour les essais préalables soit pour les essais pratiques de la méthode développée. Leur introduction permettra au lecteur d'apprécier les conditions de mesure sous lesquelles les essais ont été réalisés et de mieux visualiser l'expérience si celle-là est amenée à être reproduite.

2.1 Capteurs de température :

Les méthodes développées dans ce travail sont basées sur le traitement inverse de mesure de températures. Nous avons utilisé, lors de nos travaux expérimentaux, deux types de capteurs de température, des thermocouples de type T et des sondes à résistance de platine de type Pt100.

2.1.1 Thermocouples type T :

Un thermocouple se présente sous la forme de deux fils métalliques soudés qui existent en différents diamètres. Ils sont livrés embobinés. Pour des applications où l'on souhaite des temps de réponses rapides et un positionnement le plus précis, sans perturbation du système, il est préférable de choisir les diamètres les plus fins possibles, en gardant à l'esprit les con-

traintes mécaniques liées aux nécessités de manipulation et de mise en place. Nous avons utilisé des fils fins, vendus torsadés donnant un diamètre final maximal de l'ordre du demi-millimètre (0.5 mm). Le principe du thermocouple est d'exploiter les différences de propriétés thermoélectriques entre deux matériaux conducteurs électriques. Différents couples sont ainsi utilisés. Ils sont repérés par un code couleur. Pour les thermocouples de type T, l'un des fils est gainé brun, il s'agit d'un fil de cuivre (Cu) et l'autre est gainé blanc et est en Constantan (Cn). C'est un alliage composé de 55% de cuivre et de 45% de nickel. Les thermocouples type T sont caractérisés par un grand intervalle de température d'utilisation qui couvre environ la gamme -200°C à 400°C. Dans la plage des températures ambiantes, ils offrent une précision intéressante qui peut être de l'ordre de 0.1°C. Il est à noter que la qualité des matériaux peut varier d'un fabricant à l'autre et que par conséquent, d'une bobine à l'autre, les caractéristiques des thermocouples peuvent varier. C'est la raison pour laquelle lors des essais nous utilisons une même et unique bobine pour le même type d'essais.

Les fils de thermocouple issus du commerce sont préparés au laboratoire avant les essais. Une soudure entre les deux fils (Cu/Cn) à l'une des extrémités du thermocouple permet de créer la jonction de mesure ou soudure chaude. L'autre extrémité reste libre (deux fils bien dissociés), ils seront connectés à la jonction de référence ou soudure froide (voir figure 37). Ainsi conçu, le thermocouple est un circuit électrique fermé dont la force électromotrice est directement liée à la nature des deux fils et aux températures des jonctions [113]. Le coefficient représentant cette association est dit coefficient de Seebeck (ou sensibilité) exprimé en général en µV/°C. L'effet Seebeck, qui est exploité ici, peut s'exprimer de la façon suivante : soumettre deux matériaux différents à un gradient de température crée une force électromotrice (dite *f.e.m* de Seebeck) entre leurs deux bornes (voir figure 37). Dans le domaine des températures ambiantes, pour ce type de thermocouples et selon les sources, la sensibilité varie entre 38 et 40 µV/°C [114-116]. La valeur de ce facteur est importante car elle conditionne la gamme des tensions électriques qui devront être mesurées aux bornes de la soudure froide.

D'après la figure 37, connaissant la température de la jonction froide (T_{fr} = 0°C) et la sensibilité (ou l'expression qui donne la différence de potentiel en fonction de la température) nous pouvons calculer directement la température à la jonction chaude en mesurant la *f.e.m* de Seebeck entre T_c et 0°C. Dans le cas où la température à la jonction froide T_{fr} est différente de 0°C, il sera nécessaire de rajouter une *f.e.m* de compensation entre T_{fr} et 0°C (loi des températures successives). Dans ce cas de figure, il est possible d'utiliser des relations prédéfinies ou des tableaux pour ce type de thermocouples afin de trouver les valeurs de ces *f.e.m* de com-

pensation. Après addition des deux *f.e.m*, les mêmes relations ou tableaux permettent de retrouver la température à la jonction chaude [113]. Cette méthode de mesure est dite méthode directe par opposition à la méthode de mesure en différentiel qui sera présentée un peu plus loin dans ce chapitre (voir section 2.1.3). En général, les borniers des instruments de mesure (centrales d'acquisition) qui font office de jonctions froides sont équipés de capteurs de température précis qui permettent de relever les valeurs de T_{fr}. Parmi les capteurs de température de précision, nous citons la Pt100 présentée ci-après.

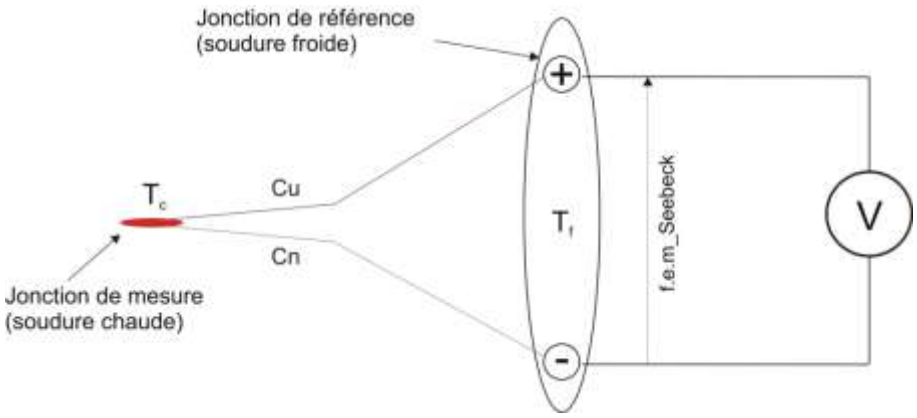


Figure 37 : Principe de mesure d'un thermocouple type T.

2.1.2 Thermomètre à résistance de platine (Pt100) :

La Pt100 fait partie des thermomètres à résistance de platine. Elle se présente, le plus souvent, sous la forme d'un petit cylindre enveloppant. A l'intérieur, d'une variante de cette sonde, une enveloppe de platine : ce sont de très fins fils en platine enroulés autour d'un cœur en céramique ou en verre qui contient aussi des fils de platine (figure 38). Le principe de la mesure de température se base sur la variation de la résistance « R_{plat} » du platine en fonction de la température « T ». Cette relation (polynôme d'ordre 1 à 3 selon les sources et le métal utilisé) entre la résistance et la température à mesurer est prédéfinie, cela permet de mesurer la température en mesurant la résistance du fil de platine. Deux branchements pour ce type de capteurs sont possibles : en 2 fils ou en 4 fils. Le premier type de branchement génère une hystérésis de résistance qui impacte la mesure en y ajoutant une erreur due à la résistance des fils de mesure qu'il faudra supprimer par étalonnage du montage Pt100+câblage. Le deuxième type de branchement (4 fils) est plus précis. Ce type de capteurs permet d'avoir une température de référence. Si on se réfère à la figure 37 ci-dessus, les instruments d'acquisition

aux jonctions de référence sont munis de ce type de capteurs pour mesurer la température de référence T_{fr}.

La Pt100 utilisée dans notre laboratoire a pour dimensions : diamètre = 0.9mm ; longueur = 15mm. Sa plage de fonctionnement est de -200 à 650°C et sa précision est de 1% à 0°C, c'est-à-dire sa résistance mesurée égale 100Ω±1Ω à 0°C. Elle est notamment utilisée pour avoir une température de référence dans notre montage en différentiel que nous présentons un peu plus loin. Ce type de capteurs de température est plus précis que les thermocouples. Nous l'avons utilisé lors de différentes étapes du développement de notre méthode pour le contrôle des températures. Un thermomètre Pt100-WIKA cth6500 à 0.03°C près (-200 à 150°C -données constructeur-) a rendu ce contrôle possible (figure 39).

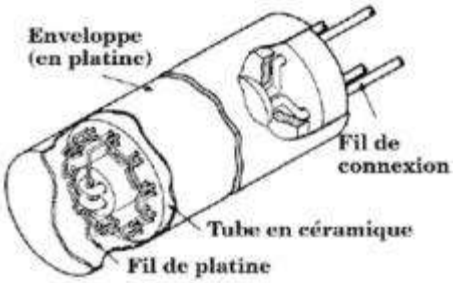


Figure 38 : Sonde Pt100 [117].

Figure 39 : Pt100-WIKA cth6500.

2.1.3 Montage en différentiel :

Plusieurs mesures réalisées sur les centrales d'acquisition ont mis en évidence des gradients de température entre les différents connecteurs du bornier qui est censé assurer une température uniforme T_{fr} de soudure froide (figure 37). Pour s'affranchir de cette source d'erreur de mesure supplémentaire, nous avons opté pour une mesure de température à partir

d'un montage en différentiel des thermocouples. Alors qu'une mesure directe, où *n* températures à mesurer nécessitent *n* thermocouples, le montage différentiel implique un *n+1ième* thermocouple et une sonde à haute précision (Pt100 par exemple). Dans cette configuration, les 2 capteurs supplémentaires sont collés l'un à l'autre et insérés dans une masse isotherme à forte inertie thermique. On dispose ainsi d'une température de référence stable et mesurée précisément par la Pt100, qu'on peut affirmer correspondant exactement à celle du thermocouple qui lui est associé. Ce dernier sert au montage en différentiel (figure 40). Ce type de montage, contrairement au montage direct représenté sur la figure 37, nous évite d'avoir à utiliser une soudure froide maintenue à 0°C tout au long d'un essai ou d'avoir à utiliser la mesure sur le bornier du multimètre qui est source d'erreur. Par ce montage en différentiel, on mesure une différence de potentiel (ΔV). A partir de relations établies lors d'un étalonnage au laboratoire, on en déduit une différence de température ($\Delta T = T_c - T_{réf}$). Comme $T_{réf}$ est connue, nous pourrons alors déterminer T_c. Ce montage est utilisé pour l'étalonnage de la chaîne de mesure, que nous présenterons section 2.3, et par la suite dans les essais réalisés au laboratoire. A noter, ce type de montage a été utilisé dans la plupart des travaux réalisés au laboratoire [78-79, 85].

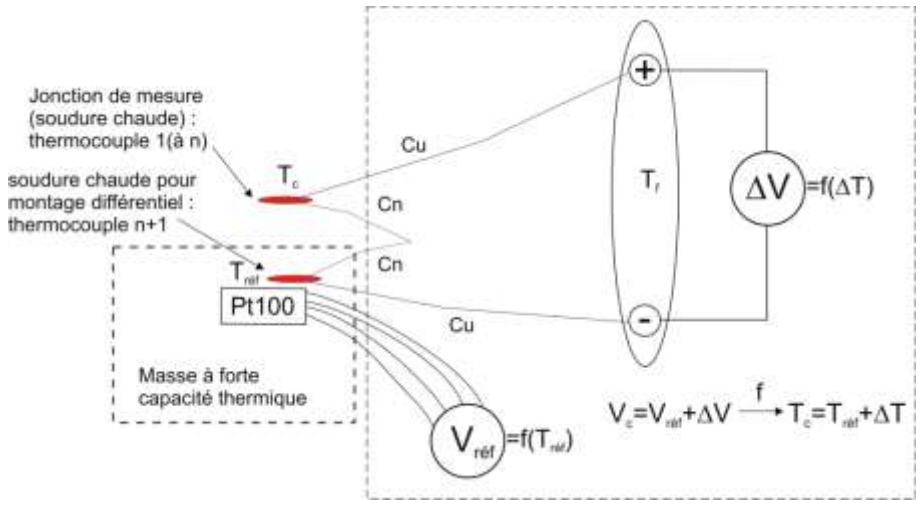


Figure 40 : Montage en différentiel pour une mesure de température.

2.2 Capteurs de flux :

Les capteurs de flux ou fluxmètres utilisés dans nos travaux ont une surface sensible carrée de 15 cm de côté et une épaisseur très faible de l'ordre du tiers du millimètre (≈0.3 mm).

Vue leur épaisseur, ces capteurs ont plus l'apparence d'une feuille métallique que celle d'une plaque. Ils sont aussi plus faciles à intégrer dans les dispositifs de mesure. Leur très faible épaisseur garantit une inertie thermique très faible. Cette propriété permet de minimiser la perturbation introduite par les capteurs sur les échanges de chaleur. Les temps de réponses sont de l'ordre de 150ms et sont compatibles avec l'étude de la majorité des phénomènes de transfert auxquels sont soumis les matériaux de construction. D'après leur conception, les fluxmètres utilisés sont dits à gradient tangentiel (le lecteur intéressé par les autres types pourra se référer à la littérature [118]). Ils sont constitués d'une mise en série de cellules thermoélectriques identiques (figure 41) dans lesquelles se créent des constrictions des lignes de flux. Le flux qui traverse la première face du capteur, qui est à une température T_{sup}, traverse les cellules pour en sortir de la deuxième face à T_{inf}. Ces déviations des lignes de flux entrainent la création de gradient de température aux bornes de chaque cellule qui par effet thermoélectrique génèrent des gradients de tension électrique. La mise en série des cellules permet le cumul de ces différences de potentiel et aboutit à une tension mesurable qui peut être reliée à la densité de flux traversant le fluxmètre grâce à un étalonnage préalable. Plusieurs travaux ont été consacrés au développement et à l'utilisation de ces capteurs [67-69, 78-79, 85, 119-120]. Cette bibliographie offre au lecteur intéressé plus de détails sur ce type de capteurs.

Pour mesurer simultanément le flux et la température sur une même surface, un thermocouple (type T dans ce cas) est « collé » (par dépôt électrolytique de cuivre sur constantan) sur le fluxmètre utilisé. Nous avons utilisé ce type de capteur ainsi obtenu lors des essais. Au préalable, il a été étalonné comme présenté section 3. Ce capteur est étalonné et ne peut être utilisé que dans le cas d'un transfert thermique unidirectionnel. Lorsque le capteur est mis en place sur un matériau, des effets de bords peuvent créer des transferts multidirectionnels à la périphérie du capteur. Cela peut être source d'erreur lors de la mesure de la densité de flux. Pour y remédier, le fluxmètre est placé dans un anneau de garde. Ce dernier présente la même composition que la partie sensible mais n'intervient pas dans la mesure. Il est généralement découpé dans un fluxmètre hors service qui a les mêmes caractéristiques que le fluxmètre utilisé. L'anneau de garde amène le fluxmètre a une surface totale de 25x25 cm². L'ensemble est alors soumis à la densité de flux d'étalonnage et il est ensuite toujours utilisé tel quel. Les mesures pratiques, prises lors de la conception et l'utilisation des fluxmètres, visent à acheminer le flux d'une manière unidirectionnelle (hypothèse de plusieurs travaux théoriques et numériques) mais aussi à dissocier leur sensibilité, déterminée préalablement, des caractéristiques du matériau dont on veut mesurer la densité de flux qui le traverse ; cela pour rendre

son utilisation la plus large possible. Il est à noter que ce capteur est d'une importance capitale dans différents domaines d'application et qu'il est à la base de différentes méthodes comme la méthode fluxmétrique présentée dans le chapitre 1.

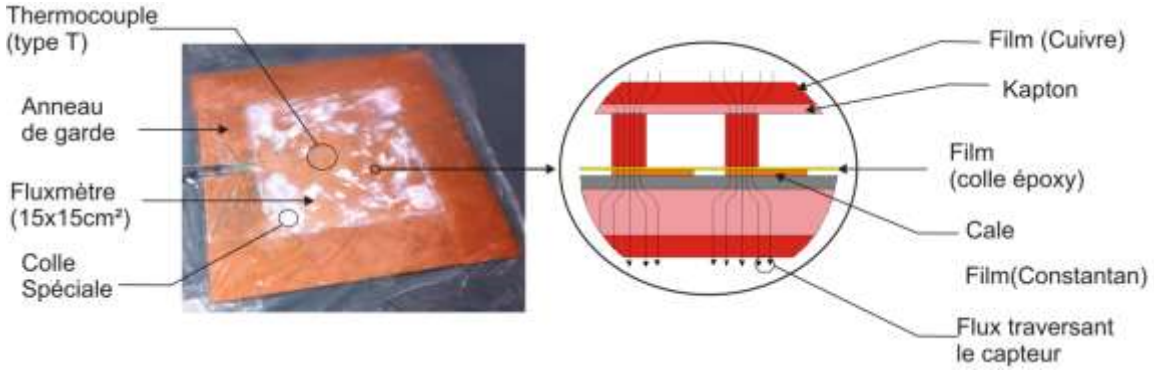


Figure 41 : Fluxmètre et détails de composition (cellule thermoélectrique)

2.3 Éléments du dispositif expérimental :

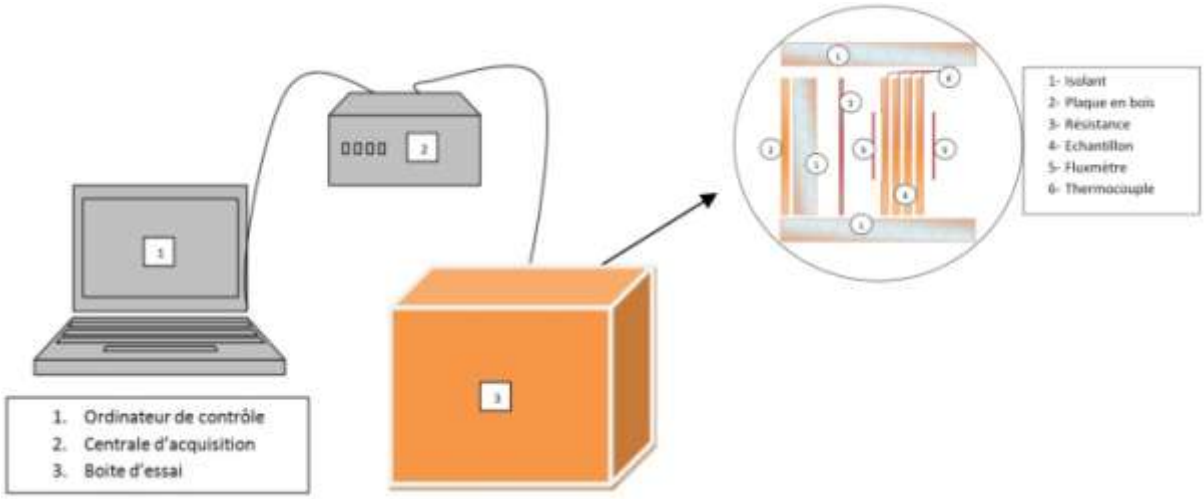


Figure 42 : Chaîne de mesure avec détails de la boîte d'essai.

Le dispositif expérimental comporte une chaîne de mesure, composée des capteurs de température et de flux présentés plus haut, d'une centrale d'acquisition, d'une masse à forte inertie thermique pour la température de référence, d'un ordinateur de contrôle. Pour solliciter le système, une résistance électrique chauffante mince, plane est pilotée par l'ordinateur via une sortie prévue dans le multimètre et une boîte d'essai quasi adiabatique. L'ensemble est schématisé sur la figure 42 ci-dessous. Dans la suite de cette section, nous décrivons les élé-

ments du dispositif pour ainsi rendre la compréhension des essais plus aisée et faciliter la tâche de l'expérimentateur intéressé par la reproduction des essais.

2.3.1 Les centrales d'acquisition :

Deux types de centrales d'acquisition ont été utilisées (figure 43).

A. Keithley 2700 :

Le Keithley 2700 est un multimètre scrutateur (scanner) multivoies (jusqu'à 80 voies). Le pas d'acquisition, auquel chaque valeur de voie est mesurée et enregistrée, est réglable mais la cadence la plus rapide dépend du nombre de voies utilisées. Les phénomènes thermiques observés dans ce travail, évoluent avec des dynamiques lentes et la cadence d'acquisition a pu être choisie sans contrainte. La précision de mesure en tension continue de l'appareil (0.1µV) est adaptée aux niveaux de tensions à mesurer aux bornes des thermocouples branchés en différentiel. Il n'est donc pas nécessaire d'ajouter un étage d'amplification avant la carte de connexion (High/Low -mesure bipolaire-). Les vis des connecteurs sont bien dimensionnées et faciles d'utilisation, limitant les erreurs et les éventuels courts-circuits. Avant de brancher les capteurs de température et de flux, nous avons dessiné un schéma de câblage de cette carte (figure 44). Cet appareil est muni aussi de différentes interfaces intégrées (RS-232 et IEEE-488), laissant à l'utilisateur le choix de sa connectique pour la communication avec l'ordinateur. Un logiciel (Testpoint) développé par le fabricant permet aux utilisateurs pour chaque expérimentation, d'écrire des scripts spécifiques de pilotages des mesures et de commande des voies de sortie en tension. Ce type d'appareil est PC-based, son fonctionnement n'est pas complètement indépendant et nécessite un branchement direct à un ordinateur de contrôle. Son utilisation est adaptée aux besoins de nos essais conduits en laboratoire.

Figure 43 : Centrales d'acquisition utilisées.

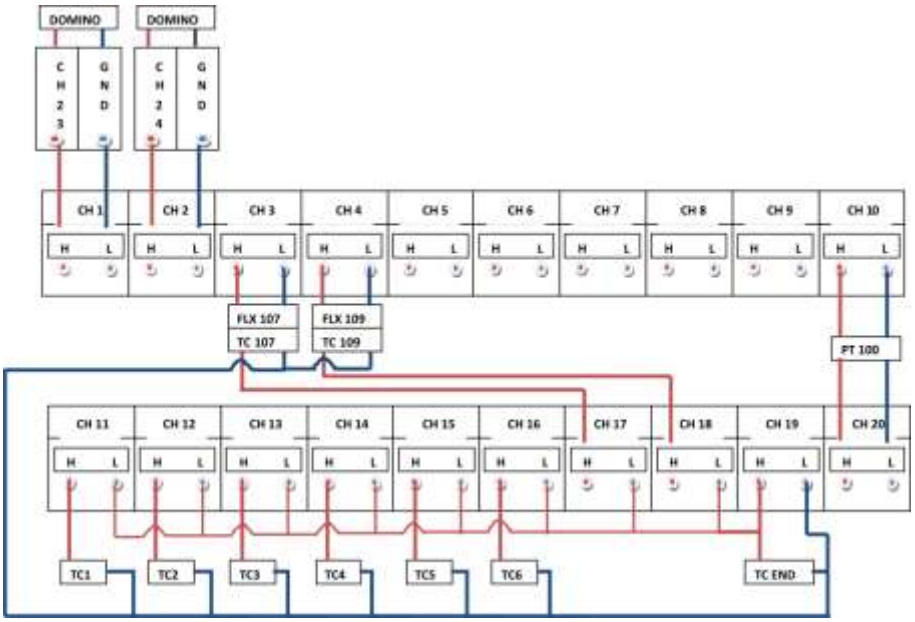


Figure 44 : Schéma de câblage de la carte du Keithley 2700.

B. GL820 :

La GL820 est aussi un multimètre (tension, température, humidité…) multivoies (jusqu'à 200 voies) muni d'un écran couleur LCD de 14.5cm. Cet appareil peut être utilisé de façon autonome ou connecté à un PC, notamment par son entrée USB. Seul, il ne permet pas toutes les possibilités de programmation proprement dites, comme le permet le multimètre vu plus haut, mais il offre un choix suffisamment large d'options à l'utilisateur et permet, en particulier, d'afficher en temps réel sur un laps de temps, la valeur maximale, minimal, la moyenne…. Utilisé avec un PC de contrôle, il peut être piloté à distance via intra ou internet sans passer par des outils de contrôle (LabVIEW par exemple). La GL820 permet une meilleure portabilité que le Keithley 2700 mais au détriment de la précision, qui est moindre dans ce cas, mais qui reste toutefois suffisante pour nos applications. Il est équipé d'une batterie et accueille une clé USB qui permet son utilisation autonome pour une certaine durée. Il est, de plus, moins encombrant que le premier. Ces deux raisons nous ont conduits à l'utiliser pour le dernier essai présenté en fin de ce chapitre.

2.3.2 Ordinateur de contrôle :

L'expérimentateur a le choix de l'ordinateur. En effet, parmi les éléments de la chaîne de mesure (figure 42) seules les centrales d'acquisition sont reliées à l'ordinateur. Comme celles-

ci fonctionnent sous divers types de matériel « hard » (RAM, Disc dur…) et de logiciel « software » (Windows, IOS…) alors il n'y a pas de restriction notable sur le choix de l'ordinateur. Ceci dit un minimum est exigé : cartes intégrées et connectiques (IEEE, RS-232, USB…) et un minimum de performance est nécessaire aussi. La plupart des ordinateurs standards de laboratoire sont équipés de tels éléments. Il est aussi nécessaire, pour le bon déroulement des essais, que les ordinateurs soient stables, protégés et utilisés dans les conditions recommandées par les constructeurs.

2.3.3 Résistance chauffante :

Lors des essais, le système comportant l'échantillon testé est soumis, sur une de ses faces d'accès, à une sollicitation thermique provoquée par la création d'un flux de chaleur. Dans notre cas, le flux de chaleur a été généré par une résistance électrique plane chauffante. La résistance de la plaque chauffante (environ 1 mm d'épaisseur) que nous avons utilisée est de 19.2Ω±0.1Ω. La résistance a les mêmes dimensions latérales que la face d'accès du système (25×25 cm²). Elles ont été calées sur celles du fluxmètre avec son anneau de garde. Lors des essais au laboratoire, la résistance est reliée à une voie de sortie en tension du Keithley via une alimentation amplificatrice GW Instek-GPS3030. Elle dissipe ainsi une puissance suivant des signaux de commande synthétisés par le logiciel de pilotage. Toutes les formes de flux thermiques peuvent ainsi être envisagées (créneau, sinusoïde,…). Sa face, en contact avec le capteur de flux et de température, est peinte en noir pour limiter les fluctuations de mesure, dues au rayonnement, et garantir un flux de chaleur stable sans « pics » soudains (figure 45).

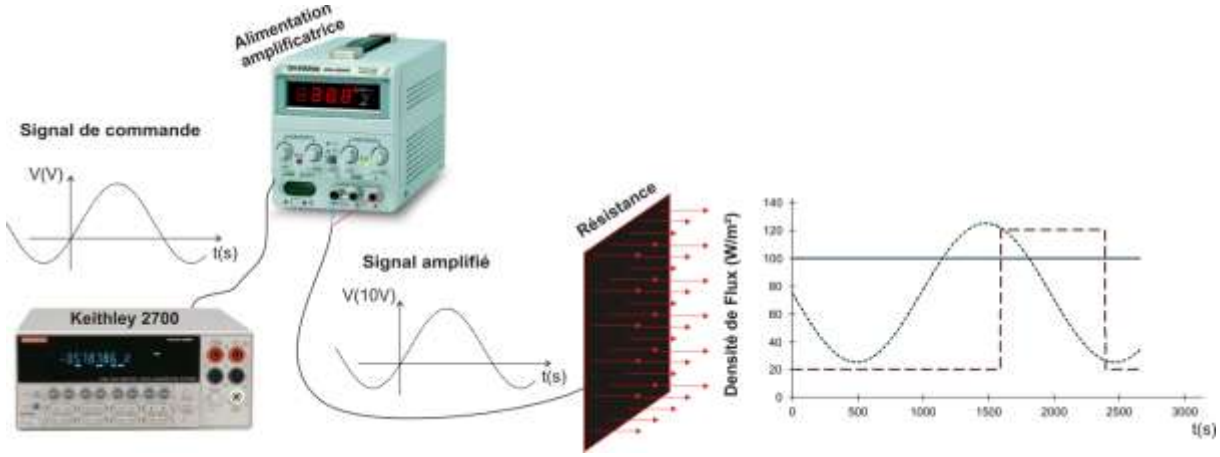


Figure 45 : Génération du flux thermique avec une résistance plane.

2.3.4 Boîte d'essai :

La boîte d'essai permet de placer le système dans une ceinture, quasi adiabatique, qui assure un régime de conduction unidirectionnelle dans l'assemblage. A une extrémité, la résistance chauffante est plaquée, sur la face sollicitée, par un isolant qui oriente l'essentiel du flux dissipé vers le système étudié.

La boîte d'essai (figure 42) est composée de plaques d'isolants (polystyrène par exemple). Les 5 faces (ceinture + côté résistance) sont suffisamment isolées pour que le flux, dissipé par la résistance plane, traverse l'assemblage dans un régime unidirectionnel. L'épaisseur de l'isolant à prévoir dépend de la nature du matériau testé. Pour les différentes configurations testées dans ce travail, les dimensions transversales sont toujours restées grandes devant les épaisseurs. Cette condition est une garantie supplémentaire quant au caractère monodimensionnel du transfert.

Comme déjà mentionné plus haut, pour les mesures en différentiel, nous utilisons une masse thermique à grande inertie dans laquelle sont insérés les capteurs de température. Cette condition garantit que la sonde platine et le thermocouple de référence soient bien soumis à la même température. Pratiquement, nous avons choisi un bloc de béton lourd ($15\times15\times5$ cm^3) dans lequel nous avons réalisé une perforation étroite permettant de glisser les 2 capteurs (Thermocouple+Pt100) en son centre. La perforation a été comblée par de la graisse pour éviter tout phénomène de transfert convectif.

3 Étalonnage :

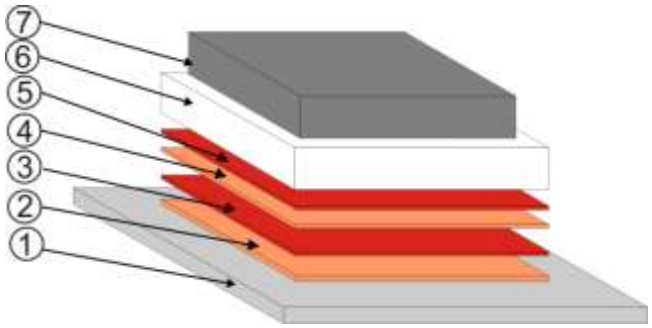
Nous avons procédé à deux types d'étalonnages. Il s'agit d'une part des fluxmètres qui ont été utilisés pour les essais préliminaires de caractérisation au banc fluxmétrique des matériaux testés par notre méthode. D'autre part, nous avons procédé à l'étalonnage des deux chaînes de mesure des températures par thermocouples (figure 42). La première chaîne utilise le Keithley 2700 et la deuxième utilise la GL820.

3.1 Étalonnage des fluxmètres :

3.1.1 Sensibilité des fluxmètres :

La méthode fluxmétrique de caractérisation thermophysique est normalisée. Elle est citée dans le chapitre 1. La méthode aux plaques, de laquelle elle dérive, a été utilisée dans ce travail pour les essais préliminaires. Elle nécessite au moins deux fluxmètres. Il est nécessaire de contrôler leur sensibilité au préalable. Les fluxmètres étalonnés sont repérés par leur sensibilité initiale donnée par le fabricant (société Captec). Elles valent respectivement 107 et 109 µV/W/m². Rappelons qu'une tension est relevée aux bornes des fluxmètres. Cette tension est alors convertie en densité de flux traversant le capteur. Étalonner ces fluxmètres revient donc à déterminer la fonction qui permet d'assurer la conversion. L'expérience montre que la tension délivrée par les fluxmètres est proportionnelle à la densité de flux les traversant et que la détermination de la fonction de sensibilité se réduit à l'estimation d'un coefficient de proportionnalité.

Il existe différentes méthodes de détermination de la sensibilité des fluxmètres [121-122] ; nous choisissons la méthode dite « à flux nul » [121]. C'est cette méthode qui est généralement appliquée dans notre laboratoire depuis les années 80. La méthode consiste à imposer une succession de densités de flux, parfaitement connues, au fluxmètre à étalonner. Un équipement auxiliaire est prévu pour contrôler et annuler les pertes. La figure 46 schématise le dispositif expérimental de cette méthode.



(1) Puits thermique
(2) Fluxmètre à étalonner
(3) Résistance d'étalonnage
(4) Fluxmètre auxiliaire
(5) Résistance auxiliaire
(6) Isolant
(7) Masse de maintien

Figure 46 : Schéma du dispositif d'étalonnage à « flux nul » du fluxmètre.

L'objectif poursuivi, lors de la mise en œuvre de cette méthode, est que la totalité du flux généré par la résistance plane traverse le fluxmètre à étalonner (Flux total = Flux descendant). Ceci est possible en superposant un fluxmètre auxiliaire et en ayant recours à une résistance auxiliaire qui permet d'annuler le flux de fuite ascendant. Le flux dissipé par cette seconde résistance est régulé par une commande de type PID (Proportional-Integral-Derivative) qui suit les évolutions du flux de fuite détectées par le fluxmètre auxiliaire.

Les mesures et les commandes en tension des résistances sont assurées par un multimètre Keithley 2700 présenté ci-haut. Il est connecté à un ordinateur qui pilote l'étalonnage.

L'établissement d'un régime permanent est nécessaire à chaque étape de mesure du processus d'étalonnage. D'un côté, une condition limite de type flux nul est obtenue grâce aux éléments auxiliaires et un bloc d'isolant qui est placé sur l'ensemble. De l'autre côté, le fluxmètre à étalonner est mis en contact avec une plaque isotherme (« puits thermique »). Il s'agit en l'occurrence d'une plaque échangeuse reliée à bain thermostaté.

Une série de puissances est dissipée par effet Joule par la résistance principale. Elles sont choisies de façon à couvrir régulièrement la plage d'utilisation du fluxmètre et elles sont relevées à partir d'une mesure de tension aux bornes de la résistance. Ramenées à la surface de la résistance, elles permettent de connaître la densité de flux (W/m^2) imposée au capteur à étalonner.

Lorsque que les mesures se stabilisent et que le régime permanent est atteint, la réponse U en tension (en μV) du fluxmètre est enregistrée. Le tableau 7 reprend les valeurs obtenues pour l'un des capteurs utilisé dans ce travail. Pour rappel q_x est la densité du flux selon la direction x (l'épaisseur du fluxmètre) il a été introduit section 1.2.1 du 2ème chapitre.

La figure 47 représente les résultats des mesures sous forme graphique. On constate que la réponse est parfaitement linéaire. La courbe de régression linéaire de la tension en fonction de la densité de flux a été superposée aux points expérimentaux. On obtient une droite passant par l'origine avec un coefficient de corrélation linéaire quasiment égal à 1. On constate que l'étude de sensibilité conduit bien à définir un coefficient de sensibilité (que nous appellerons sensibilité par la suite) noté K qui traduit la proportionnalité de la réponse à la sollicitation.

Fluxmètre 107		Fluxmètre 109	
q_x(W/m²)	U(µV)	q_x(W/m²)	U(µV)
0	0	0	0
20	2270	20	2150
50	5610	50	5400
100	11190	100	10810
200	22330	200	21640
400	44580	400	43330
600	66720	600	64900

Tableau 7 : Résultats de l'étalonnage des deux fluxmètres 107 et 109.

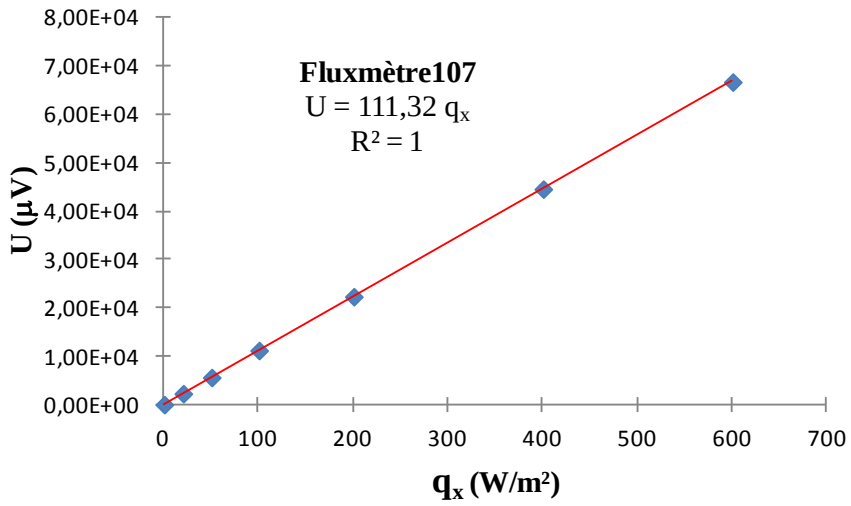


Figure 47 : Tension détectée en fonction de la densité de flux imposée (fluxmètre 107) et droite de régression linéaire.

$$K = \frac{U_{fluxmètre}}{q_x} \quad et \; q_x = \frac{U_{résistance}{}^2}{R\,A} \tag{63}$$

Où : A (m^2) est la surface du capteur.

Pour le capteur 107, nous avons obtenu une sensibilité de 111 µV/W/m².

La figure 48 représente les points expérimentaux et la courbe de tendance pour le capteur « 109 ».

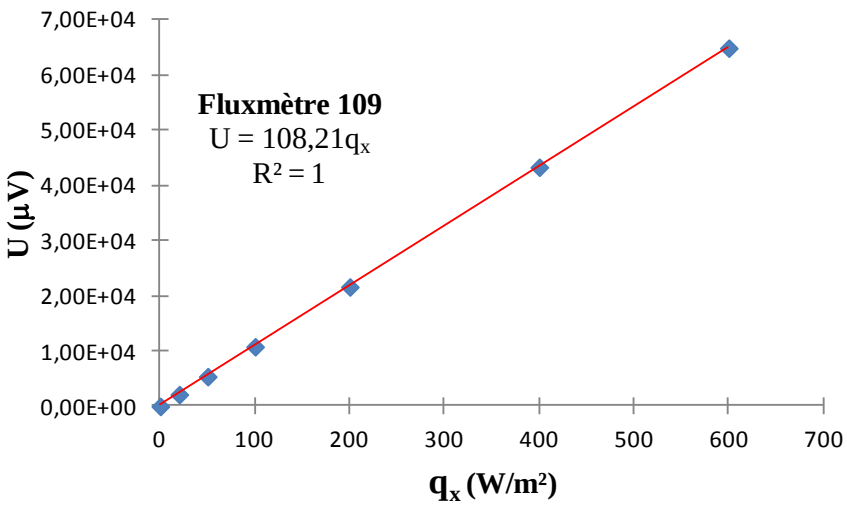


Figure 48 : Tension détectée en fonction de la densité de flux imposée (fluxmètre 109) et droite de régression linéaire.

Pour le capteur 109, nous avons obtenu une sensibilité de 108 µV/W/m².

Les valeurs obtenues sont toutefois affectées par des erreurs de mesure et des incertitudes sur les paramètres expérimentaux. La partie suivante est consacrée à une analyse de ces erreurs.

3.1.2 Erreurs sur mesures fluxmétriques :

Les résultats de la phase d'étalonnage sont sensibles à plusieurs sources d'erreur [79, 85].

A. Erreurs liées à la mesure par flux nul :

Tout d'abord si l'on revient au tableau 7 précédent, le calcul de la sensibilité entre chaque deux points successifs montre que : pour le fluxmètre 107 la sensibilité est comprise entre 111.12 et 113.50 µV/W/m² donc une erreur relative estimée à 2.2% ; pour le fluxmètre 109 la sensibilité est comprise entre 107.50 et 108.24 µV/W/m² donc une erreur relative estimée à 0.69%.

D'après l'équation 63, l'erreur de mesure peut provenir soit de la tension prise aux bornes du fluxmètre étalonné (source : Keithley) soit du flux le traversant (source : résistance, surface et tension mesurée par le Keithley et l'alimentation).

En ce qui concerne la mesure de tension aux bornes du fluxmètre par le multimètre Keithley 2700, il est à noter que ce dernier mesure des tensions avec une grande précision de 10μV dans une gamme de -10V à +10V. Cette source d'erreur peut être négligée.

En ce qui concerne les erreurs liées à la mesure de la densité de flux : la tension d'alimentation est connue à 0.01V près pour une tension V_{max} = 30V, d'où une erreur relative estimée à 0.04%. La résistance est connue à 0.1Ω près pour une valeur mesurée de 19.2Ω d'où une erreur relative de 0.52%. Le coté de la surface carrée du fluxmètre est mesuré au demi-millimètre (0.5mm) près, d'où une erreur relative sur la surface de 0.4%. Un calcul différentiel permet d'exprimer l'erreur relative de la densité du flux en fonction de toutes les erreurs relatives exprimées dans ce paragraphe (loi de propagation des incertitudes). Ainsi la densité de flux est affectée d'une erreur relative estimée (voir Eq. 74) :

$$\frac{\Delta q_x}{q_x} = 2\frac{\Delta U_{résistance}}{U_{résistance}} + \frac{\Delta R}{R} + \frac{\Delta A}{A} = 2\ 0.04\% + 0.52\% + 0.4\% = 1\% \qquad (74)$$

Ce résultat (1%) obtenu est cohérent avec l'erreur relative obtenu expérimentalement pour le fluxmètre 109 (0.69%) mais n'explique pas celle du fluxmètre 107 (2.2%). D'autres sources d'erreur plus difficiles à quantifier car liées à l'utilisateur (exemple : régime quasi permanent différent d'une puissance à l'autre) peuvent expliquer cette écart.

Nous avons choisi donc de retenir la valeur la plus défavorable de 2.2% pour éviter de tirer des conclusions optimistes.

B. Erreurs liées à la pression et à la température :

Lors de tous les essais menés au laboratoire, nous avons toujours exercé une pression de maintien. Elle sert aussi à minimiser les résistances de contact entre les différents éléments et en particulier entre les capteurs et les échantillons. Toutefois, cette pression peut affecter les sensibilités des fluxmètres. Les essais ont montré que, pour une plage de pression allant de 0.5 à 6 bars, les sensibilités sont déterminées à 2% près.

La réponse des capteurs dépend également de la plage de température d'utilisation. Des essais ont montré que, dans la plage des températures ambiantes qui nous intéresse, l'erreur relative sur la sensibilité qui est due à la variation de la température est négligeable. A noter que les effets des deux facteurs peuvent s'opposer et font que l'erreur relative diminue mais on garde l'erreur relative la plus pessimiste ici aussi : 2%.

C. Autres sources d'erreurs :

Les travaux antérieurs menés au laboratoire ont permis d'étudier la perturbation introduite par les capteurs dans les échanges de chaleur. Dans un régime de conduction, il a été montré que le capteur de flux pouvait être considéré comme une plaque homogène de faible épaisseur dont les caractéristiques thermiques peuvent être estimées : résistance et capacité (R_{thf} = 4 10^{-4} K m² /W et C_f = 500 J/K/m²) [77, 79]. Ces valeurs indiquent que le capteur influence très peu les échanges lors d'essais réalisés sur les différents types de matériaux testé dans notre étude. Nous considérons la perturbation engendrées par la présence du capteur négligeable.

On peut estimer, en se plaçant dans un cas pessimiste où les erreurs relatives déterminées précédemment s'ajoutent, que l'erreur relative globale sur la sensibilité des capteurs est de l'ordre de 4.2%. Cette valeur permet de constater que les sensibilités données par le fabricant sont cohérentes par rapport à la plage calculée après notre étalonnage: 107 ∈ [105.75, 116.89] et 109 ∈ [102.80, 113.62].

3.2 Étalonnage des chaînes de mesure :

La partie de ce travail expérimental, concernant la mise en œuvre de la méthode développée, est basée sur des uniques mesures de températures à partir de thermocouples. Les fluxmètres ne sont utilisés préalablement lors de la détermination de valeurs de référence des propriétés thermophysiques des matériaux. Lors des expérimentations, les thermocouples sont associés à deux chaînes d'acquisition différentes (avec Keithley 2700 ou avec GL820). Pour intégrer toutes les sources d'erreurs possibles, nous avons procédé à l'étalonnage des chaînes complètes dans la plage des températures utiles de travail. Cette plage est comprise entre 0°C et 40°C.

3.2.1 Chaîne avec Keithley2700 :

A. Principe de l'étude :

Le principe de l'étalonnage de l'ensemble de la chaîne de mesure consiste à imposer une température parfaitement connue et maîtrisée aux capteurs de températures et à effectuer une étude comparative entre les valeurs obtenues via la chaîne de mesure et celles obtenues par un

instrument de mesure de précision. La chaîne de mesure a été décrite dans la section 2.3 de ce chapitre et représentée figure 42. Un Keithley 2700 relié à un ordinateur de contrôle mesure les différences de potentiel délivrées par 6 thermocouples type T branchés en différentiel par rapport à une masse thermique dont la température est mesurée par une sonde Pt100. La sonde de référence de type Pt100-WIKA cth6500 (à 0.03°C près) est présentée section 2.1.2. Les thermocouples et la Pt100 de référence sont placés dans une enceinte régulée en température. Ils sont rassemblés au cœur d'un isolant flexible pour garantir une température identique et limiter sa fluctuation par effets convectifs ou radiatifs. La masse thermique reste à l'extérieur de l'enceinte climatisée et se trouve donc comme pour les futurs essais à température ambiante (aux alentours de $T_amb \approx 20°C$).

Une fois que la chaîne de mesure est en place, nous faisons varier la température interne de l'enceinte régulée par palier sur toute la plage (entre 5°C et 50°C). À chaque palier, un régime quasi permanent est atteint et les relevés y sont effectués. Après stabilisation, on constate que la régulation de l'enceinte provoque des faibles fluctuations des températures des thermocouples et de la Pt100 autour d'une valeur moyenne établie proche de la température de consigne.

B. Résultats :

Le pas de temps d'enregistrement du Keithley 2700 a été fixé à 5s ce qui permet de disposer d'un nombre suffisamment important de points de mesure pour l'étude statistique des erreurs pour chaque palier.

La figure 49 ci-dessous montre l'ensemble des températures enregistrées par les 6 thermocouples et la Pt100.

Sur l'ensemble des mesures, une erreur systématique apparaît entre les valeurs enregistrées par la référence et les thermocouples (voir le zoom sur la figure 49). Dans les calculs, cette erreur est prise en compte pour ramener les valeurs affichées par les thermocouples à celles affichées par la référence (Pt100). De cette façon les écarts entre les températures de référence et celles des thermocouples sont centrés. Une étude statistique est alors faite pour analyser cette dispersion des écarts entre les valeurs de la référence et les celles des thermocouples. Le tableau 8 suivant résume les principales données statistiques issues de cette étude, il concerne le thermocouple 1. La lecture de ce tableau permet de conclure que l'erreur systématique ne varie pas d'une façon monotone, linaire ou pas avec la température. Elle est maximale pour une température de consigne autour de 45°C et minimal autour de 5°C.

Quelque soit l'intervalle de température cette erreur systématique ne dépasse pas 0.18°C. Si une erreur systématique notable est enregistrée entre la référence et les thermocouples aucune erreur notable n'est enregistrée entre ces derniers. Cela permet de dire que cette erreur systématique est due à la conception différente des instruments : d'un coté la référence Pt100 et de l'autre les thermocouples (voir figures 39 et 40). Les résultats de cette analyse permettent de corriger les valeurs données par le thermocouple 1 et on montre que ce thermocouple donne les mêmes informations affichées par la référence en les reproduisant fidèlement avec un écart maximum de 0.05°C sachant que l'incertitude liée à la référence est donnée par le constructeur (0.03°C).

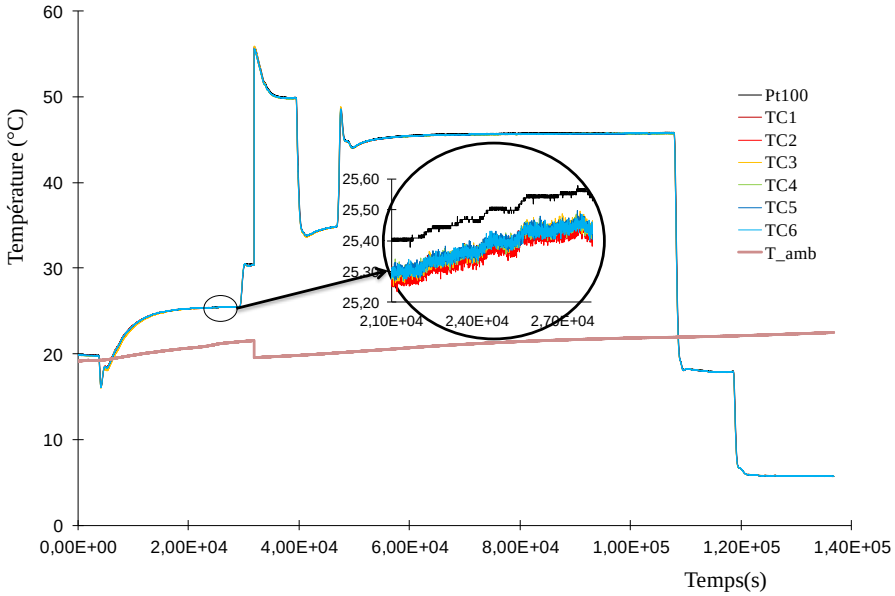


Figure 49 : Étalonnage de la chaîne de mesure avec Keithley 2700 : températures enregistrées.

Palier N°	Erreur systématique estimée (°C)	Écart-Type (°C)	Incertitude après correction de l'erreur systématique (°C)
1 (5°C)	0.08	0.013	0.040
2 (18°C)	0.14	0.014	0.043
3 (20°C)	0.13	0.012	0.037
4 (25°C)	0.12	0.014	0.041
5 (35°C)	0.11	0.014	0.041
6 (45°C)	0.18	0.012	0.037
7 (50°C)	0.16	0.015	0.046

Tableau 8 : Étalonnage du thermocouple 1 par rapport à la référence Pt100.

L'ensemble des résultats n'est pas montré ici mais ce constat est le même pour les cinq autres thermocouples. Le constat concernant l'erreur systématique est le même que pour le thermocouple 1. Elle est évaluée pour chacun des thermocouples et permet ainsi de corriger les valeurs données par tous les thermocouples de la chaîne de mesure. Par ailleurs, après correction de l'erreur systématique, les incertitudes sont déterminées pour chacun des autres thermocouples comme déjà fait pour le thermocouple 1 (tableau 8). L'écart maximum calculé est de 0.05°C aussi. Si une propagation d'erreur due aux deux sondes (Pt100 et thermocouple) est considérée alors un écart maximum peut être considéré, il est égale à la somme des deux incertitudes donc 0.08°C majoré à 0.1°C pour palier à d'éventuelles sources d'erreur liées notamment à l'utilisateur et aux conditions d'essai.

Cette étude de fluctuation des informations transmises par les thermocouples par rapport à la référence permet de connaître préalablement les limites de fonctionnement de la chaîne de mesure ainsi étalonnée. Cela donne une indication sur la plage des écarts entre les températures simulées et enregistrée. En effet, si des températures simulées par un modèle numérique s'écartent de 0.1°C au maximum par rapport aux températures enregistrées lors d'un essai alors le modèle peut être considéré comme raisonnable. Plus cet écart est réduit plus le modèle se rapproche de la réalité et est donc exact.

3.2.2 Chaîne avec GL820 :

A. Procédure :

La GL820 est utilisée lors des essais sur paroi qui se rapprochent des essais in-situ. Des considérations pratiques nous ont contraints à opter pour un branchement direct contrairement à l'étude précédente. Nous avons étalonné cette chaîne de mesure en fonction de conditions des essais effectués sur une paroi. Ainsi la plage de mesure choisie est comprise entre 15°C et 40°C par palier de 5°C. Les sollicitations souhaitées pour ce type d'essais sont plus dynamiques que celles choisies pour la première chaîne de mesure (essais de laboratoire). De ce fait, nous ne nous focaliserons pas essentiellement sur le régime établi mais aussi sur la partie transitoire entre les paliers. Les 20 thermocouples branchés au bornier de la GL820 (voir section 2.3.1) sont assemblés avec la Pt100 de référence en un seul point de mesure physique. Le tout est enveloppé dans un isolant flexible pour limiter les fluctuations dues à la convection et au rayonnement produit par le milieu extérieur (régulation de l'enceinte, lumière du laboratoire et opérateur…). La GL820 est relié à un ordinateur de contrôle qui, via l'interface de la

centrale d'acquisition, permet de gérer les entrées et les sorties en temps réel. Comme les informations souhaitées sont entre le régime dynamique et quasi établi, le pas de temps dans cette deuxième configuration de chaîne de mesure est réduit à 2s.

B. Résultats :

Les températures enregistrées lors d'un essai d'étalonnage par les 20 thermocouples reliés directement à la GL820 sont représentées sur la figure 50 ci-dessous.

Nous nous intéressons aux températures enregistrées par le premier thermocouple TC1 et nous les comparons à celles enregistrées par la référence. Les températures de consigne sont notées « *T_cons* ». Elles représentent les températures idéales souhaitées à l'intérieur de l'enceinte régulée à chaque palier. Les températures enregistrées par les capteurs atteignent les températures de consigne avec léger un décalage dû à la présence de l'isolant. Nous traitons les écarts liés à ce premier thermocouple TC1 par rapport à la Pt100 (voir figure 51). Ce traitement de données qui sera intégré dans le modèle numérique, permettra d'alimenter ce dernier avec les températures les plus représentatives du cas réel (températures exactes).

Le but est de ramener les résidus ou écarts à la ligne des x (écarts nuls) pour ainsi ramener les valeurs des températures enregistrées par le TC1 à celles enregistrées par la Pt100 qui sont exactes à 0.03°C près. Une régression polynômiale est choisie pour reproduire la tendance des écarts au cours d'un essai à différentes température entre 19°C et 38°C. Si on note ce polynôme P_1 en référence à TC1 alors $P_1(TC1) \approx Pt100$.

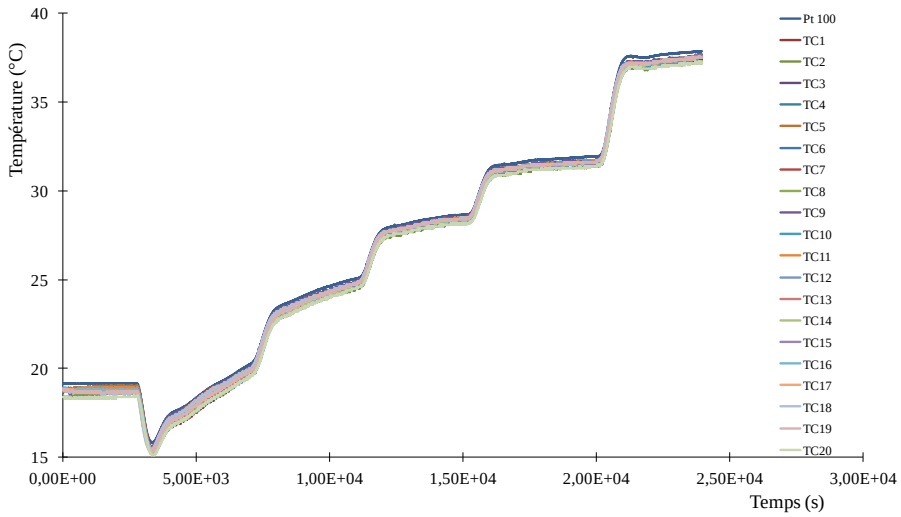


Figure 50 : Étalonnage de la chaîne de mesure avec GL820 : températures enregistrées.

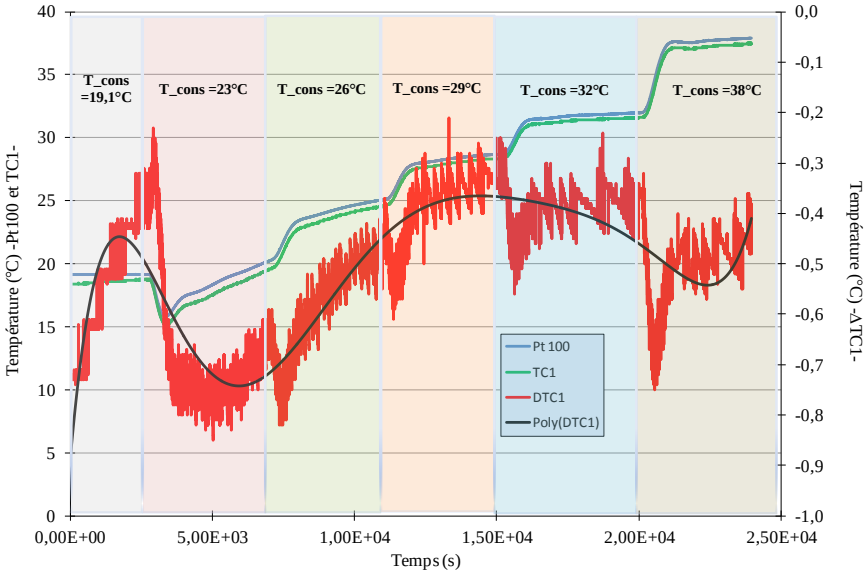


Figure 51: Étalonnage du 1er thermocouple TC1 par rapport à la Pt100 de référence : température, écarts et polynôme de tendance.

Nous avons répété ce traitement de données pour chacun des 19 autres thermocouples. Chaque thermocouple TCi est ainsi muni d'un polynôme d'étalonnage P_i qui permet d'approcher la valeur référence donnée par la Pt100. En plus de l'incertitude avec laquelle cette dernière mesure les températures (0.03°C), les erreurs sur les écarts intégrés dans chacun des polynômes doivent être prises en compte. Les deux incertitudes sont additionnées et majorées à 0.2°C près pour tous les thermocouples.

Il n'est pas surprenant que la deuxième chaîne de mesure soit moins précise que la première, en effet, les causes sont multiples (mesures moins exacte que le Keithley, montage direct, compensation interne…) mais cette incertitude (0.2°C) reste très raisonnable dans le domaine des mesures des températures et dans la plage de travail choisie.

4 Essais préliminaires :

Les essais préliminaires, réalisés dans ce travail de thèse, concernent en premier lieu la détermination des propriétés thermophysiques des matériaux utilisés pour la validation de la méthode inverse développée (voir section 2.4 du chapitre 2). Ces propriétés thermophysiques (λ : conductivité thermique et ρC : chaleur spécifique volumique ou capacité thermique vo-

lumique) déterminées grâce aux essais préalables, par des techniques éprouvées, sont considérées comme des valeurs de référence. Elles servent de base de comparaison sur laquelle repose la validation de notre méthode inverse. Dans un deuxième temps, nous exploitons les résultats de ce type d'essais préliminaires sur un matériau granulaire (sable fin de fonderie) à différentes teneurs en eau. Nous définissons ainsi les relations empiriques entre la teneur en eau et la conductivité thermique d'une part et entre la teneur en eau et la chaleur spécifique volumique d'autre part. Ce procédé est retenu pour la détermination des relations empiriques entre teneur en eau et propriétés thermophysiques d'un carreau en béton cellulaire.

Par la suite nous présentons d'abord la méthode de mesure des propriétés thermophysiques, en suite nous présentons les résultats obtenus pour chaque matériau testé.

4.1 Méthode de détermination des propriétés thermophysiques :

4.1.1 Dispositif expérimental pour essais préliminaires :

Le dispositif expérimental est semblable à celui utilisé pour les méthodes : plaque chaude gardée (NF EN 12667) et fluxmétrique (NF EN 12939) voir section 2.3.2 du chapitre 1. Le principe est de créer un flux de chaleur qui traverse unidirectionnellement l'échantillon testé. L'échantillon sera inséré dans un anneau de garde isolant pour créer une résistance thermique latérale limite les pertes latérales. Pour créer ce flux de chaleur, nous avons eu recours à des plaques échangeuses qui créent des conditions limites en température. Ces plaques sont alimentées constamment durant l'essai par des bains thermostatés qui lui fournissent un liquide à une température de consigne choisie. Le contrôle des bains est indépendant de la chaîne de mesure. Deux fluxmètres étalonnés avec des thermocouples de type T associés (figure 41) sont placés entre les plaques échangeuses et chacune des deux faces de l'échantillon. Le tout dans une configuration « Sandwich ». Les différents éléments de cette configuration sont maintenus en contact grâce un dispositif à « vis sans fin » qui crée une pression de maintien. Cette force ne maintient pas uniquement l'ensemble mais permet aussi de limiter les résistances thermiques de contact aux deux faces entre échantillon et capteurs. Les capteurs en question sont des fluxmètres à gradients tangentiels dans lesquels sont insérés des thermocouples. Ils permettent de mesurer les densités de flux et les températures aux deux faces de l'échantillon, grâce à un multimètre scrutateur type Keithley 2700 et un ordinateur de contrôle. Un schéma de ce dispositif expérimental pour essais préliminaires est représenté sur la

figure 52. Un montage en différentiel est choisi pour la lecture des températures, une boîte de jonction est utilisée comme cela est décrit dans la section 2.1.3 de ce chapitre.

Ce dispositif de mesure permet donc d'enregistrer les températures et les densités de flux aux deux faces de l'échantillon. Cela permet dans un premier temps de calculer la conductivité thermique λ lorsqu'un régime permanent est atteint avec un gradient de température. Un gradient d'environ 10°C est généralement recherché. Dans un deuxième temps, les mesures permettent d'estimer la capacité thermique *C*. il suffit pour cela de faire le bilan de l'énergie stockée de façon sensible entre deux régimes permanents de températures moyennes différentes. La mesure de la masse volumique de l'échantillon testé permet d'en déduire la capacité thermique volumique qui nous intéresse : ρC.

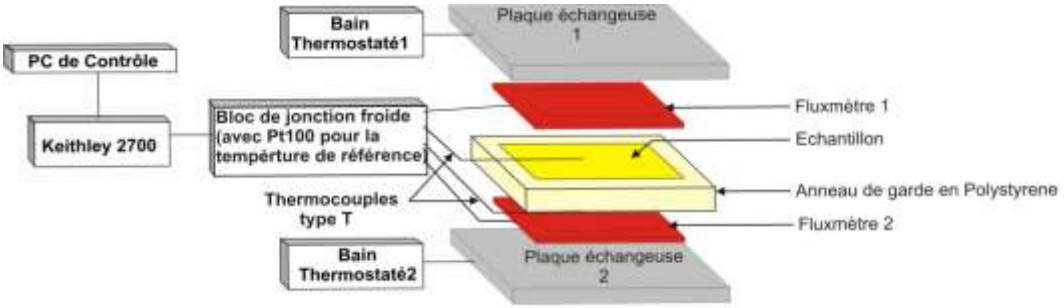


Figure 52 : Dispositif expérimental pour essais préliminaires.

4.1.2 Calcul des propriétés thermophysiques :

A. La conductivité thermique λ (W/K/m) :

Les données observées sont les densités de flux notées q_{haut} : face du haut et q_{bas} : face du bas de l'échantillon et les températures des deux faces : chaude et froide successivement : T_{haut} et T_{bas}. Ces données sont représentées sur les figures 53 et 54. A partir de ces données nous déterminons la résistance thermique « R_{th} » (Eq. 75). La résistance ainsi déterminée est égale à l'inverse de la conductivité thermique « λ » à une constante (épaisseur « e ») près (Eq. 76)

$$R_{th} = \frac{2 \times (T_{haut} - T_{bas})}{(q_{haut} + q_{bas})} \tag{75}$$

$$\lambda = \frac{e}{R_{th}} \tag{76}$$

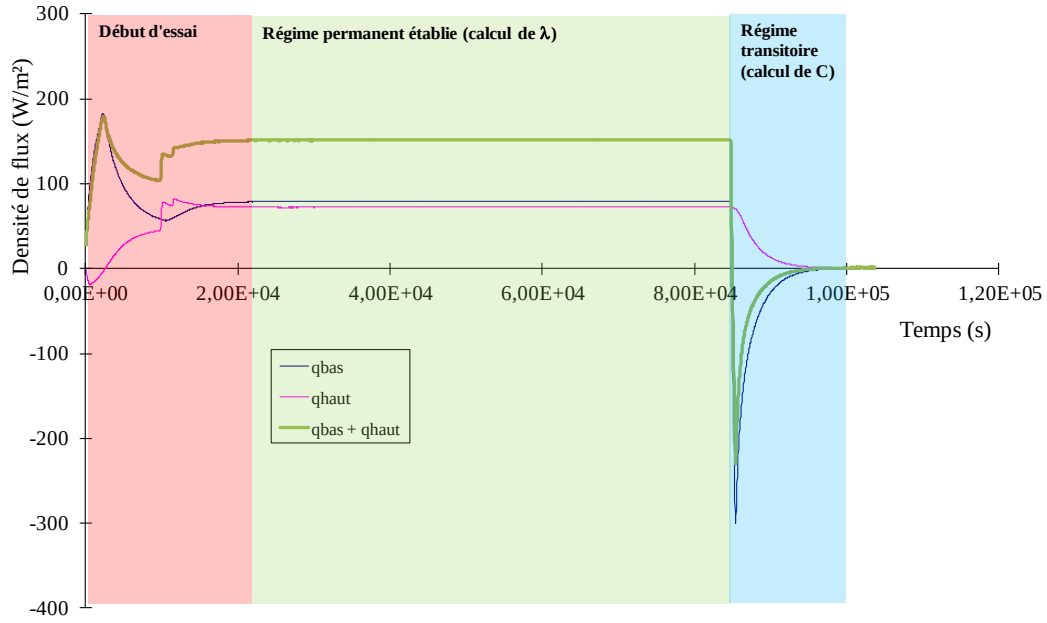


Figure 53: Densités de flux traversant la face haute et basse de l'échantillon et leur somme.

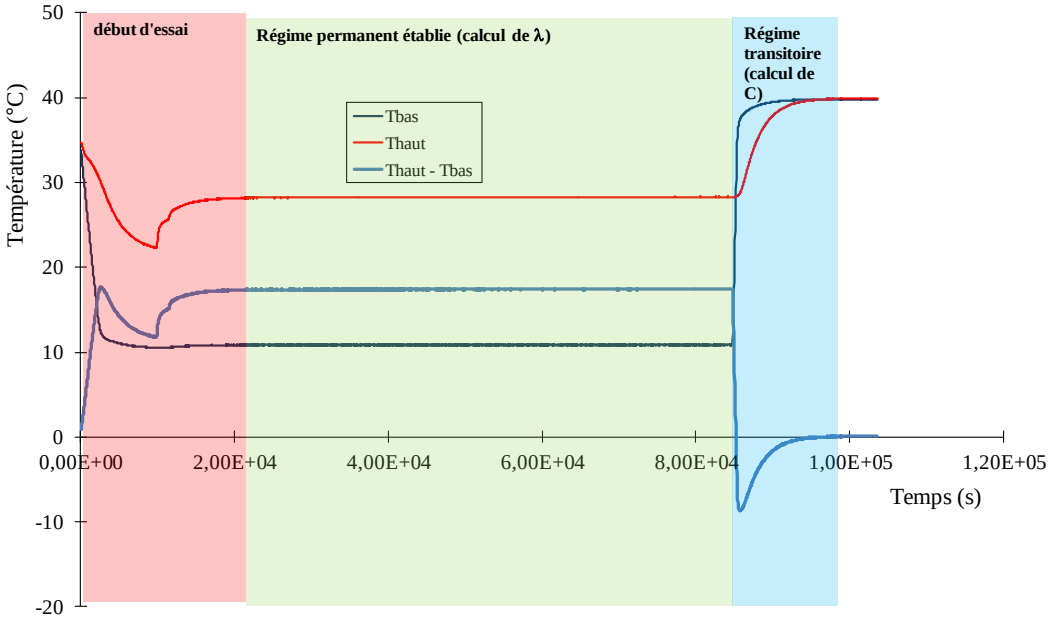


Figure 54: Températures de la face haute et basse de l'échantillon et leur différence.

Il est à noter que les matériaux utilisés, dans le cadre de ce travail, sont de faibles conductivités thermiques et les épaisseurs des échantillons sont suffisamment importantes pour que l'on puisse considérer que leurs résistances thermiques sont grandes devant la somme des résistances thermiques de contact qui existent entre les capteurs et l'échantillon. De ce fait, nous avons pu négliger ces résistances dans nos calculs. Pour des matériaux de plus grandes conductivités (>1 W/K/m) les travaux précédents menés dans notre laboratoire se sont intéressés à l'impact de cette résistance de contact sur les conductivités thermiques déterminées [85].

La figure 53 représente les densités de flux ainsi que les températures aux deux faces de l'échantillon testé. Pour ce qui est de la détermination de la conductivité thermique, nous exploitons la première partie des graphes sur cette figure. Il est à noter une faible différence entre les deux flux dans cette partie. Elle est due aux pertes latérales. En effet, dans le cas idéal, les flux doivent être rigoureusement égaux. C'est pour cette raison que nous utilisons un flux moyen (d'où le facteur 2 dans l'équation 75).

B. La capacité thermique *C* :

Nous nous intéressons à la dernière partie des graphes représentés sur les deux figures 53 et 54. La partie précédente, utilisée pour le calcul de λ, assure un état thermique stable entre les deux faces. En effet, les températures de la face haute et basse ne changent quasiment pas. Nous partons de cet état stable pour créer un autre état stable à une température moyenne différente du premier. Ce deuxième état est atteint lorsque les deux flux en face haute et basse sont stabilisés ainsi que leur somme. Pour ce faire, nous avons choisi d'annuler la différence de températures (voir Eq. 75) entre les deux faces en ramenant les températures des bains thermostatés à une même valeur de consigne. Entre les deux états stationnaires, nous nous intéressons à la quantité de chaleur sensible stockée. C'est cette chaleur emmagasinée qui permet de déterminer la capacité thermique surfacique *C* exprimée en J/K/m² et donnée par l'équation 77 suivante :

$$C = \frac{\sum q}{\Delta T} \tag{77}$$

Cette capacité se calcule entre deux instants t_1 et t_2 (voir figure 53 et 54 dernière partie).

Pour avoir la capacité thermique volumique ρC, nous divisons *C* par l'épaisseur de l'échantillon testé, elle est exprimée en J/K/m^3.

C. Incertitudes sur la conductivité et la chaleur spécifique :

Les erreurs de mesure et la possible présence de résistances thermiques de contact sont potentiellement des sources d'erreurs sur l'estimation des paramètres thermophysiques. Pour les essais réalisés dans le cadre de ce travail, les résistances de contact peuvent raisonnablement être négligées grâce à la pression de maintien de l'appareillage et à la nature des échantillons.

D'après les équations 75 et 76, l'erreur relative sur la conductivité thermique vient de l'addition des deux erreurs relatives sur la densité de flux et la température (voir Eq. 74). Les erreurs sont essentiellement liées aux erreurs sur la mesure des flux et la présence de pertes latérales. Ces deux sources d'erreurs se traduisent par la différence entre les deux densités de flux enregistrées en régime permanent.

L'étude des différents essais nous a conduit à considérer une erreur de 5% pour l'estimation de la conductivité et de la chaleur spécifique.

Ces valeurs vont permettre de définir des intervalles d'incertitude associée aux valeurs de référence.

4.2 Matériaux testés :

4.2.1 Polychlorure de vinyle (PVC) :

Différents types de PVC existent et sont disponible dans le commerce. Les échantillons utilisés pour nos essais sont issus de plaques homogènes de PVC gris, lisses et de surface supérieure de 1m². La masse volumique a été mesurée à 1470 kg/m^3. Elles sont usinées avec précaution dans l'atelier de notre laboratoire et découpées en plaques de 25×25 cm² qui correspondent aux dimensions des capteurs utilisés (anneaux de garde compris).

Les plaques de PVC ainsi conçues ont fait l'objet de précédentes études dans notre laboratoire. Elles se prêtent bien à la mise au point des méthodes de caractérisation thermophysiques. Leurs propriétés thermophysiques sont connues et son usinage est facile. Les échantillons présentent des surfaces lisses qui garantissent de faibles résistances de contact avec les capteurs de flux. De plus, ils sont rigides et offrent une résistance mécanique qui les préserve des déformations éventuelles lors des essais (dues essentiellement à la pression de maintien appliquée) (figure 55).

Lors des essais préliminaires, nous avons choisi des épaisseurs suffisantes (≥ 3cm) pour justifier de l'hypothèse de négligence des résistances thermiques de contact. Pour les essais de notre méthode, nous avons choisi des épaisseurs moins importantes (1cm) pour avoir un dispositif expérimental le moins encombrant possible, mais aussi pour créer des dynamiques de transfert de chaleurs rapides et réduire ainsi le temps minimum nécessaire à l'essai.

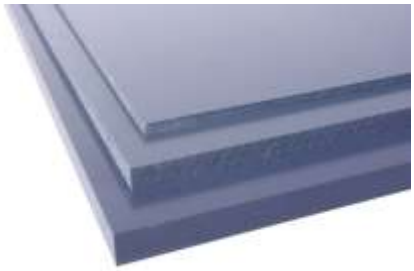


Figure 55: Plaques en PVC.

4.2.2 Polystyrène expansé (EPS) :

Figure 56: Plaques de polystyrène expansé (EPS).

Le polystyrène est, comme le PVC, un polymère. Il est beaucoup plus léger, sa masse volumique mesurée vaut 20.44 kg/m^3. C'est un isolant thermique de conductivité thermique 4 à 5 fois moins importante que celle du PVC. Il est issu du commerce et vendu sous forme de plaques de surfaces supérieures à 1m² et de différentes épaisseurs (figure 56). Son usinage demande plus d'attention que le PVC. Les plaques d'origine sont découpées en plaques de 25×25 cm² pour correspondre aux dimensions des capteurs. Par nature, il est moins homogène que le PVC. Il demande plus d'attention aussi lors de sa mise en place dans le dispositif expérimental à cause de sa légère compressibilité. Pour les essais préalables, nous avons choi-

si des épaisseurs importantes (≥ 3cm) pour les raisons évoquées précédemment. Pour les essais de notre méthode, l'épaisseur choisie est de (1.8cm), elle réduit la durée des essais. Choisir des épaisseurs plus petites peut affecter les résultats des essais à cause des hétérogénéités. Si ce matériau est utilisé comme isolant pour le caisson de mesure (figure 42), les épaisseurs choisies sont alors supérieures (5 cm).

4.2.3 Plâtre :

Figure 57: Plâtre et plaque de plâtre testée

Des plaques de plâtre de 25×25 cm² ont été fabriquées au laboratoire (figure 57). Elles sont issues d'un plâtre du commerce (plâtre de Paris) de gâchage facile et de prise rapide. Une période de plus de 14 semaines de stabilisation a été respectée. Après cette période, les caractéristiques thermophysiques définitives des plaques sont supposées atteintes sous conditions de la salle du laboratoire (T=20±1°C et $Hr\%$=50±5%). Les plaques de plâtres sont choisies pour leurs caractéristiques thermophysiques intermédiaires entre PVC et Béton. En effet, sa conductivité thermique est à peu près deux fois plus importante que celle du PVC. La masse volumique mesurée de ces plaques est de 1240 kg/m². Elles sont homogènes et de surfaces lisses, faciles à mettre en place, à usiner et assurent de très faible résistance thermique de contact. L'épaisseur choisie (2cm) permet de réaliser les essais préliminaires ainsi que les essais pour notre méthode inverse.

4.2.4 Béton :

La formulation du béton choisi est de type standard : 5 litres de béton nécessitent 0.88l d'eau propre du laboratoire, de granulats issus du commerce : sable (0/5) 4.5kg et gravier (5/20) 5.5kg ainsi que 1.75kg de ciment CEM II. La plaque de béton de 5cm d'épaisseur (figure 58) est décoffrée après prise et laissée dans des conditions de laboratoire (T=20±1°C et $Hr\%$=50±5%) pour une période de 14 semaines de stabilisation. L'épaisseur est importante pour compenser la conductivité plus élevée de ce matériau (>1 W/K/m) et conférer à l'échantillon une résistance suffisante devant celles de contact. La plaque est de surfaces lisses et elle est facile à usiner. Sa conductivité est la plus élevée de tous les matériaux testés. C'est aussi le matériau le plus lourd, sa masse volumique est de 2330 kg/m^3.

Figure 58: Plaque de béton testée.

4.2.5 Sable :

Le sable étudié est un sable fin : matériau homogène, stable, thermiquement réversible et facile à mettre en œuvre. Il est utilisé dans plusieurs secteurs (routes, bâtiment, industrie…) à des fins différentes. L'analyse granulométrique de ce sable par voie sèche selon NF P 18-560 donne le graphique représenté sur la figure 59. De ce graphique, nous concluons que le sable fin utilisé (sable 0/0.45) a une granulométrie serrée. Ce qui permet de dire que ses grains sont quasi réguliers. Sur le tableau 9, nous avons résumé quelques-unes de ses caractéristiques physiques. Le sable fin est un matériau de référence, particulièrement adapté à nos essais de laboratoire, malléable et de propriétés thermiques réversibles après les cycles de séchage et humidification. Ce matériau a été testé lors de travaux précédents à différentes teneurs en eau [78-79].

Sable fin	Module de finesse (M_f)	Masse volumique sèche (γ_d) (kg/m^3)	Teneur en eau à saturation (ω_{sat}) (%)
(0/0.45)	1.2	1700	31.7

Tableau 9 : Propriétés du sable étudié.

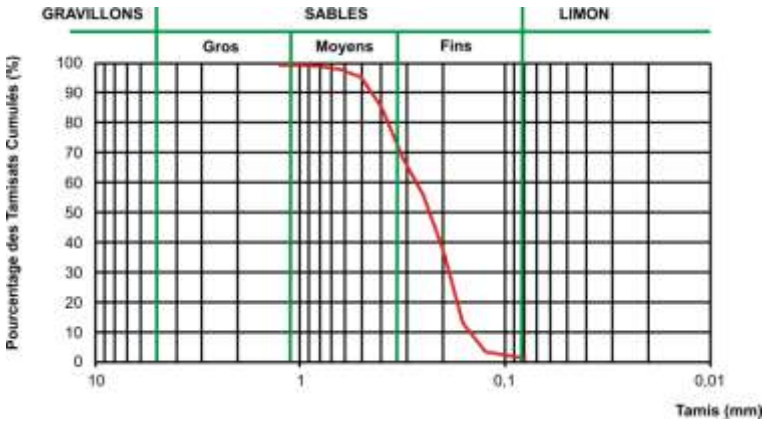


Figure 59: Courbe granulométrique du matériau testé (sable fin).

4.2.6 Béton cellulaire :

Figure 60: Carreau de béton cellulaire (60×25×10 cm^3)

Les derniers essais sont consacrés aux essais sur carreaux de béton cellulaire issus du commerce (L×l×e = 60×25×10 cm^3). Ce matériau est choisi pour sa porosité élevée qui permet

de réaliser des essais de suivi de la teneur en eau sur de courtes durées. Il est facile à usiner et à mettre en œuvre pour la construction de parois par exemple (figure 60). Le carreau d'origine est découpé pour avoir un échantillon carré de 25 cm de côté et de masse volumique sèche mesurée égale à 505 kg/m^3. Le fabricant affiche une résistance thermique qui correspond à une conductivité thermique de 0.12 W/K/m. Le carreau est poreux et testé pour différentes teneurs en eau. Selon les carreaux, les teneurs en eau mesurées à saturation varient entre 70 et 75%.

4.3 Résultats des essais préliminaires :

4.3.1 Sans modification de la teneur en eau : propriétés quasi constantes

Les matériaux concernés sont : le PVC et l'EPS tous deux hydrophobes et supposés à une teneur en eau constante dans les conditions actuelles d'essais menés au laboratoire. On considère aussi que les plaques de plâtre et de béton restent à une teneur en eau très peu variable dans les conditions de laboratoire, très peu variables elles aussi (T=20±1°C et $Hr\%$=50±5%).

Les plaques de ces 4 matériaux de 25×25 cm² de surface et de différentes épaisseurs ont été testées par le dispositif expérimental de la méthode aux plaques (voir section 4.1.1) et leurs caractéristiques thermophysiques sont calculées comme présenté dans la section 4.1.2. Nous en déduisons finalement la conductivité thermique λ et la chaleur spécifique volumique ρC. Elles sont affichées avec les erreurs attribuées à chacune d'elle, définies précédemment dans la section 4.1.1-C.

Matériau	λ (W/K/m)	ρC (J/K/m^3)
PVC	$(1.80 \pm 0.10)\cdot 10^{-1}$	$(1.46 \pm 0.08)\cdot 10^{6}$
EPS	$(3.50 \pm 0.18)\cdot 10^{-2}$	$(0.28 \pm 0.02)\cdot 10^{5}$
Plâtre	$(3.25 \pm 0.16)\cdot 10^{-1}$	$(1.49 \pm 0.08)\cdot 10^{6}$
Béton	1.45 ± 0.08	$(1.98 \pm 0.10)\cdot 10^{6}$

Tableau 10 : Propriétés thermophysiques de référence de : PVC, EPS, Plâtre et Béton, déterminées par essais préliminaires.

Le tableau 10 résume les valeurs de la conductivité thermique et de la chaleur spécifique volumique des 4 matériaux testés; ces résultats sont considérés comme des valeurs de référence dans la suite du travail expérimental.

4.3.2 Avec variation de teneurs en eau : propriétés des matériaux évolutives

Le sable et le béton cellulaire testés dans ce travail sont poreux et de caractéristiques thermophysiques sensibles aux variations de la teneur en eau. Une littérature spécialisée importante est consacrée à la détermination de cette interaction entre propriétés thermophysiques et teneur en eau [78-79, 85-86, 88, 123].

A. Sable :

Nous avons utilisé le sable disponible au laboratoire et décrit ci haut (section 4.2.5), déjà caractérisé par Chauchois [79]. Les essais préalables ont également été réalisés grâce à l'essai aux plaques (section 4.1.1 de ce chapitre).

Les résultats affichés dans le tableau 11 et sur les figures 61 et 62 sont comparés à ceux de la littérature[86, 123]. Ces résultats montrent que les propriétés thermophysiques sont très sensibles à la variation de la teneur en eau. La détermination des propriétés thermophysiques du sable à faibles teneurs en eau (<5%) est délicate. C'est la limite inférieure que donne Kersten [86] dans son modèle empirique.

ω (%)	0.0(sec)	05.0	10.0	15.0	20.0	25.0	31.7(saturé)
λ_Chauchois (W/K/m)[79]	0.25	1.20	1.50	1.70	1.90	2.10	2.20
λ_Kersten (W/K/m)[86]	N/A	1.23	1.56	1.76	1.89	2.00	2.12
*C*_Chauchois (J/K/kg)[79]	737	929	1058	1152	1249	1402	1593
*C*_Laurent (J/K/kg)[123]	770	898	1026	1154	1282	1409	1581

Tableau 11: Valeurs des caractéristiques thermophysiques par rapport à la teneur en eau du sable

Une régression polynômiale permet d'obtenir les courbes de tendance des propriétés thermophysiques en fonction de la teneur en eau. Ces polynômes approchent au mieux l'évolution réelle continue des propriétés thermophysiques du sable provoquée par la variation

de la teneur en eau. Les polynômes ainsi obtenus (Eq. 78 et 79) sont d'une importance capitale pour l'estimation de la teneur en eau par méthode inverse basée sur l'analyse thermique faite en section 2.4.4 du chapitre 2 (figure 19). En effet, ces polynômes sont intégrés dans le modèle d'inversion et nous permettent d'estimer non plus les propriétés thermophysiques mais les teneurs en eau du sable grâce à cette forte corrélation entre ces paramètres physiques.

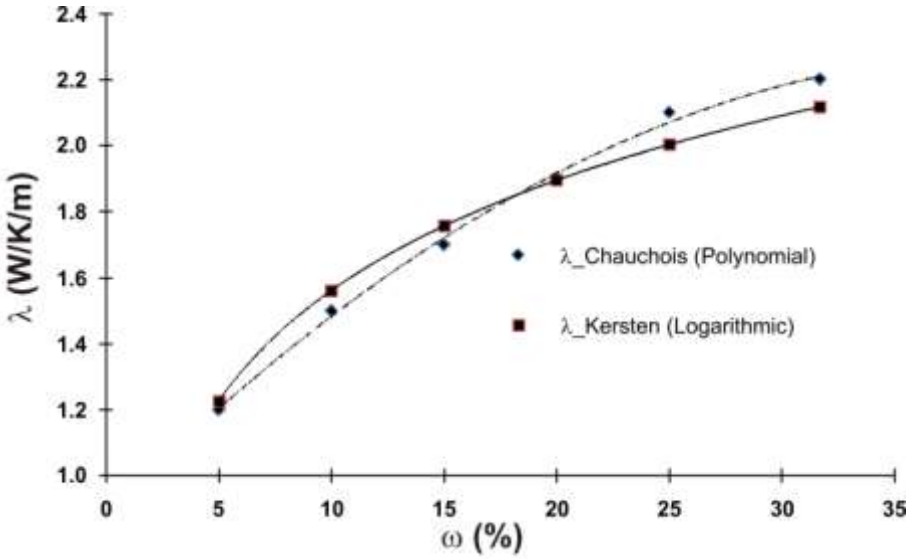


Figure 61: Conductivité thermique du sable en fonction de la teneur en eau : confrontation des résultats de Chauchois et Kersten.

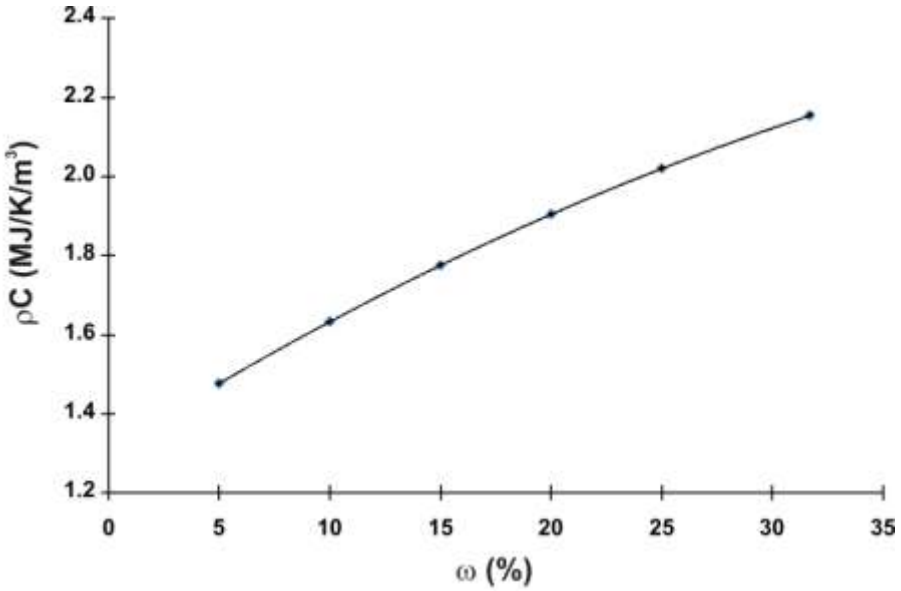


Figure 62: Chaleur spécifique volumique du sable en fonction de la teneur en eau.

$$\rho C(\omega) = -269.13 \cdot \omega^2 + 35.25 \cdot 10^3 \cdot \omega + 130.67 \cdot 10^4 \quad (78)$$

$$\lambda(\omega) = -8 \cdot 10^{-4} \cdot \omega^2 + 6.84 \cdot 10^{-2} \cdot \omega + 8.82 \cdot 10^{-2} \quad (79)$$

Il est à noter qu'une forte interaction entre les propriétés thermophysiques d'un matériau et sa teneur en eau implique une estimation plus aisée de cette dernière par notre méthode inverse. En effet, si les propriétés thermophysiques sont peu sensibles aux grandes variations de la teneur en eau, alors le modèle, basé sur une analyse thermique, conduirait à des estimations de teneurs en eau sujettes à des erreurs relatives importantes. C'est le cas par exemple des matériaux très peu poreux ou/et dont les caractéristiques thermophysiques à l'état sec sont beaucoup plus importantes que celles de l'eau (phase solide prépondérante face à la phase liquide).

B. Béton cellulaire :

Le même procédé décrit dans la section 4.1.1 de ce chapitre est utilisé pour tester un carreau de béton cellulaire de 25×25 cm² et de 10 cm d'épaisseur, disponible dans le commerce. Les essais ont été réalisés pour différentes teneurs en eau du carreau, pour une durée de 12 heures chacun. Pour s'assurer que la teneur en eau choisie ne varie pas au cours d'un essai nous avons enveloppé le carreau dans un film plastique étanche et très fin (12µm) et nous avons pesé, avec une balance à 0.1g près, le carreau avant et après essai (figure 63 et tableau 12).

Le carreau de béton cellulaire testé est séché pendant 24 heures dans une étuve à 105°C ; sa masse sèche mesurée est de 3064g. En connaissant la masse sèche du carreau de béton cellulaire testé, les teneurs en eau moyennes sont calculées à partir des masses moyennes (tableau 12).

Figure 63: Carreau de béton cellulaire enveloppé dans un film étanche pour essais préliminaires.

masse initiale (g)	masse finale (g)	masse moyenne (g)
3095	3096	3095
3231	3234	3232
3603	3605	3604
3701	3705	3703
4063	4058	4060
4364	4358	4362
4802	4795	4798
5060	5053	5057

Tableau 12: Évolution de la masse du carreau de béton cellulaire au cours de chaque essai préliminaire de 12 heures.

Le tableau 13 regroupe les teneurs en eau moyennes et les propriétés thermophysiques moyennes correspondantes déterminées après essais.

Ce tableau montre que l'évolution des propriétés thermophysiques est rapide et importante vis-à-vis de l'évolution de la teneur en eau. En effet, pour des teneurs en eau proches de l'état saturé les valeurs des propriétés thermophysiques triplent ou quadruplent par rapport à ceux déterminées pour un état proche du sec. Ceci est représenté graphiquement sur les deux figures 64 et 65.

ω (%)	λ(W/m/K)	ρC (J/K/m^3)
1,00	0,19	507020
5,50	0,22	748984
16,45	0,28	1260221
20,85	0,36	1356274
31,20	0,47	1586642
42,35	0,50	1805684
55,05	0,54	1860795
65,05	0,58	1901536

Tableau 13: Résultats des essais préliminaires sur le carreau de béton cellulaire.

Une régression polynômiale permet d'obtenir les courbes de tendance des propriétés thermophysiques en fonction de la teneur en eau. Ces polynômes approchent au mieux l'évolution réelle continue des propriétés thermophysiques du carreau de béton cellulaire testé, provoquée par la variation de la teneur en eau. Les polynômes ainsi obtenus (Eq. 80 et 81)

sont intégrés dans le modèle d'inversion qui nous permet d'estimer les teneurs en eau, grâce à cette forte interaction entre cette dernière et les propriétés thermophysiques et teneur en eau.

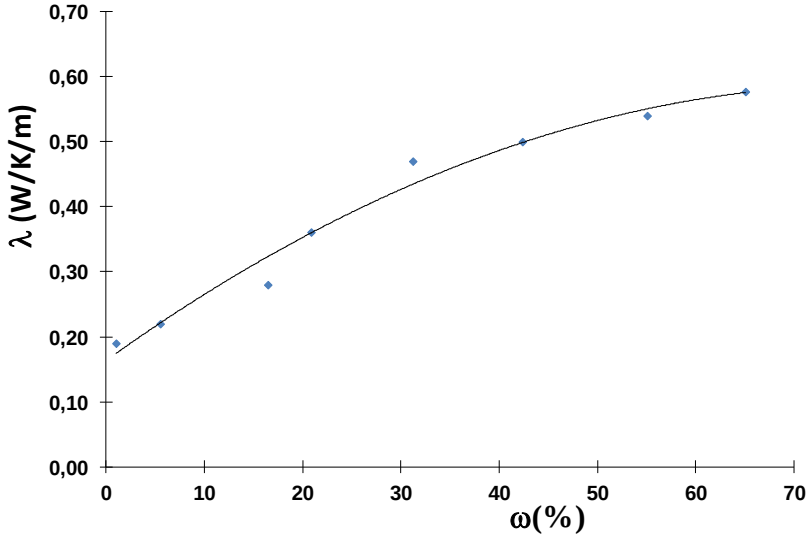


Figure 64: Conductivité thermique du carreau de béton cellulaire en fonction de la teneur en eau.

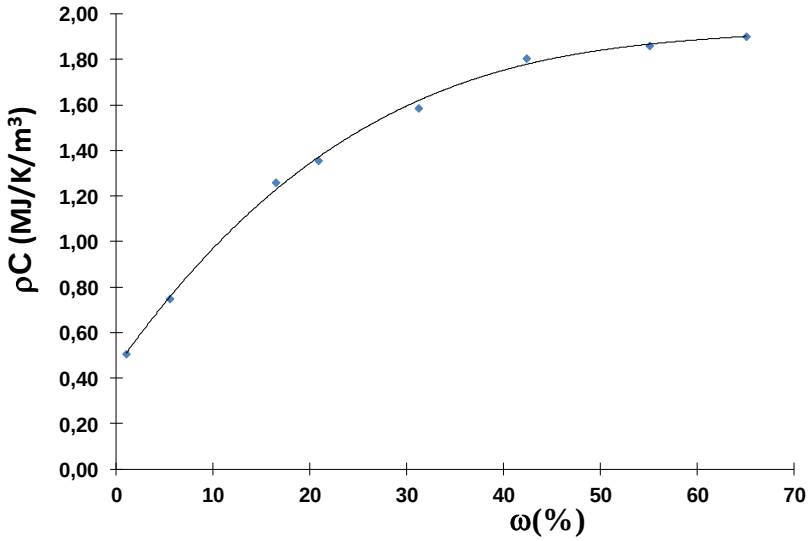


Figure 65: Chaleur spécifique volumique du carreau de béton cellulaire en fonction de la teneur en eau.

$$\rho C(\omega) = 4.42 \cdot \omega^3 - 873.67 \cdot \omega^2 + 604.83 \cdot 10^2 \cdot \omega + 448.61 \cdot 10^3 \quad (80)$$

$$\lambda(\omega) = -7 \cdot 10^{-5} \cdot \omega^2 + 1.09 \cdot 10^{-2} \cdot \omega + 16.36 \cdot 10^{-2} \quad (81)$$

Les essais préliminaires réalisés pour les matériaux testés : PVC, EPS, Plâtre, Béton, Sable et Béton cellulaire nous ont donné une connaissance a priori des propriétés thermophysiques et/ou leurs évolutions en fonction de la teneur en eau. Ces essais préalables ont permis aussi d'avoir des valeurs de référence utiles à la validation de la méthode développée dans ce travail de thèse. La validation de notre méthode inverse, dont la partie numérique a été détaillée dans la section 2.4.4 du chapitre 2, repose sur les essais menés au laboratoire et qui sont présentés dans la suite de ce chapitre.

5 Essais

La partie numérique de la méthode inverse développée dans ce travail de thèse, expliquée dans le chapitre 2 et ses algorithmes schématisés sur les figures 18 et 19, repose sur la partie expérimentale qui sera développée dans cette section. Nous commençons par présenter les essais sur les matériaux inertes sans variation de la teneur en eau. Après la présentation des essais sur le PVC, l'EPS, le plâtre et le béton, nous passerons aux essais sur sable fin et nous terminons cette section par les essais sur une paroi en béton cellulaire.

5.1 Dispositif expérimental :

La section 2 de ce chapitre a été consacrée aux différents capteurs et instruments ainsi qu'à leur assemblage et fonctionnement. La section 3 a été consacrée quant à elle à l'étalonnage de l'instrumentation présentée dans la section 2. Pour nos essais nous avons gardé le même type d'instrumentation mais nous nous sommes affranchis de l'utilisation des fluxmètres. Ces derniers seront exclusivement réservés aux essais préalables présentés dans la section 4 de ce chapitre.

Les seuls capteurs utilisés dans nos essais sont alors les capteurs de température (thermocouples type T et Pt 100). Une chaîne de mesure avec Keithley à branchement différentiel (voir section 2.1.3) a été utilisée pour réaliser les essais au laboratoire sur différents multicouches composés de PVC, EPS, plâtre, béton mais aussi de sable. Quant à la paroi en béton

cellulaire elle sera testée dans des conditions in-situ grâce à une chaîne de mesure avec GL820 à branchement direct.

La chaîne de mesure avec Keithley pour les essais en conditions de laboratoire est composée de 6 thermocouples branchés en différentiel grâce à un $7^{ième}$ thermocouple, une Pt100 de référence et une masse à forte inertie thermique; le tout est relié à la carte du multimètre scruteur Keithley 2700 d'après le schéma de câblage général présenté sur la figure 44. Les soudures chaudes des thermocouples utilisés sont placées aux interfaces du multicouche testé (ou milieux des couches pour le cas du sable) et aux extrémités de ce multicouche. Ainsi les thermocouples permettent le suivi spatiotemporel des températures du multicouche testé. Le multimètre et sa carte sont reliés à un PC de contrôle qui permet la gestion des entrées (températures enregistrées) et des sorties (signaux de commande pour résistance chauffante). La résistance chauffante qui génère le flux d'excitation du multicouche testé, est reliée à une alimentation amplificatrice commandée par les sorties du Keithley (faibles tensions de commande sous différentes forme de signal-voir figure 45-). La boîte d'essai ou caisson d'isolation qui constitue un anneau de garde pour le multicouche testé permet d'éliminer les pertes latérales et diriger le flux généré par la résistance vers l'épaisseur de l'échantillon. Un schéma présente les détails de la mise en place des thermocouples (voir figure 17, chapitre 2). Un schéma du dispositif expérimental est donné sur la figure 66 ci-dessous.

La chaîne de mesure avec GL820, moins encombrante que la première, grâce aux petites dimensions de la centrale d'acquisition et au branchement direct, est utilisée pour des essais en condition in-situ sur une paroi montée au laboratoire. Ces conditions in-situ sont reproduites au laboratoire grâce à un caisson ($>1m^3$) isolé de ces cinq faces (la $6^{ième}$ face est réservée à la paroi à tester) et équipé d'une source de chaleur (radiateur relié à un bain thermostaté). Pour éviter la stratification, la chaleur à l'intérieur est répartie dans le caisson grâce à un petit ventilateur qui brasse l'air à très faibles vitesses (limitation des effets convectifs). Cette configuration du caisson permet de créer un gradient de température entre l'intérieur et l'extérieur. La commande des températures (signaux constants, sinusoïdaux…) à l'intérieur du caisson grâce à la commande du bain thermostaté est assurée par le logiciel de contrôle LabView installé sur le PC de contrôle. La centrale GL820 est reliée à ce PC de contrôle qui permet donc la gestion des entrées (température enregistrées) et des sorties (signaux de commande de température du bain thermostaté). Un schéma du dispositif est représenté sur la figure 67 ci-dessous. Nous utilisons toujours le même type de thermocouples type T découpés dans la même bobine. 3 thermocouples sont insérés dans l'épaisseur (10 cm) de la paroi à dis-

tance égale (positions 2.5cm, 5cm et 7.5 cm) et 2 thermocouples sont placés aux deux extrémités (positions 0cm et 10cm) de la paroi (collés aux faces avec précaution). Cette disposition permet le suivi spatiotemporel des températures de la paroi testée.

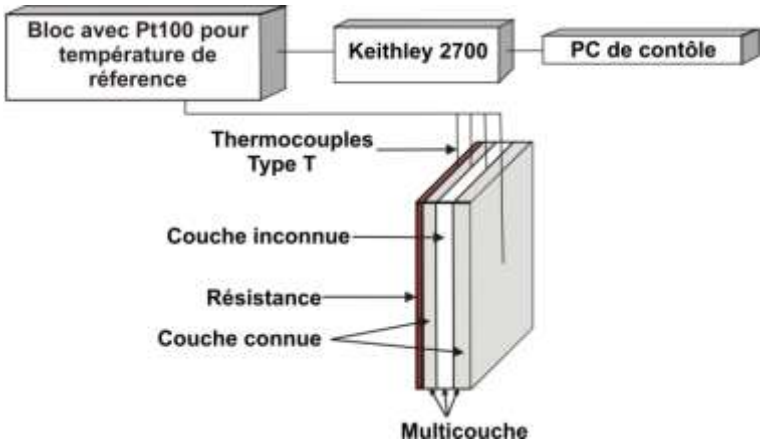


Figure 66: Schéma du dispositif expérimental pour essais en conditions de laboratoire.

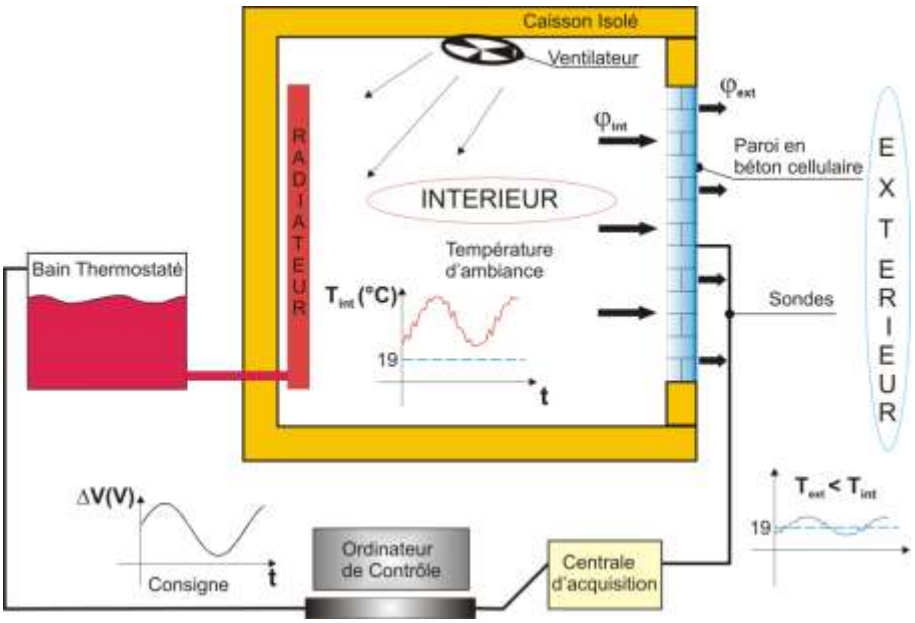


Figure 67: Dispositif expérimental pour essais en conditions in-situ.

5.2 Essais sur les multicouches de PVC, EPS, plâtre et béton :

Quatre multicouches différents ont été testés. Nous avons choisis la configuration tri-couche qui est la plus usuelle dans les parois de bâtiment, testée grâce au dispositif détaillé

dans la section précédente. Les dimensions des plaques qui composent différents tricouches sont présentées dans le tableau 14 ci-dessous.

Ce tableau montre que les couches d'extrémités du tricouche sont toujours en PVC, en effet, nous supposons que ces couches sont de caractéristiques thermophysiques connues (déterminées grâce aux essais préalables). Nous estimons ceux de la couche du milieu qui est successivement en PVC, EPS, plâtre et béton à différentes épaisseurs pour les raisons déjà évoquées dans la section 4.2 de ce chapitre. La figure 68 montre la configuration générale des 4 tricouches testées.

Configuration	Couche N°	Matériaux	L × l × e (mm^3)
Multicouche 1	1	PVC	250 × 250 × 100
	2	PVC	250 × 250 × 100
	3	PVC	250 × 250 × 100
Multicouche 2	1	PVC	250 × 250 × 100
	2	EPS	250 × 250 × 180
	3	PVC	250 × 250 × 100
Multicouche 3	1	PVC	250 × 250 × 100
	2	Plâtre	250 × 250 × 200
	3	PVC	250 × 250 × 100
Multicouche 4	1	PVC	250 × 250 × 100
	2	Béton	250 × 250 × 500
	3	PVC	250 × 250 × 100

Tableau 14: Caractéristiques géométriques des multicouches testés.

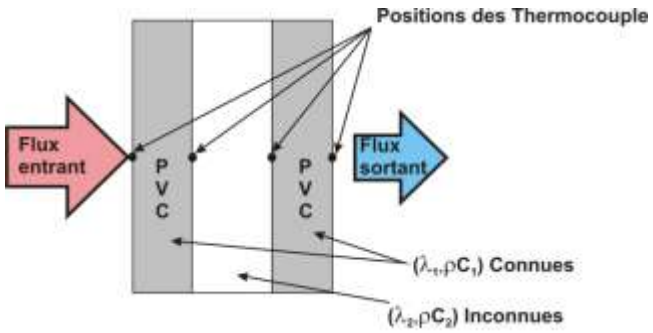


Figure 68: Schéma des tricouches testés.

Le flux entrant sur la figure 68 est imposé grâce aux signaux de commande en sortie du Keithley et de l'alimentation électrique (figure 45). Il est adapté aux besoins des essais : flux constant, variable par palier, sinusoïdal…. Ces différents types de signaux ont été testés lors

des essais sur chacun des 4 types de tricouches. Un exemple de flux généré par la résistance au cours d'un des essais est montré sur la figure 69 ci-dessous.

Le flux entrant engendre une variation de température à la surface d'entrée du multicouche qui sera mesurée par un thermocouple 1 collé avec précaution sur cette dernière. Cette température constitue une condition à la limite d'entrée, elle correspond à T_{exta} introduite dans le chapitre 2 (figure 17 et 18). Le flux de chaleur traverse le tricouche où les températures d'interfaces sont enregistrées à chaque pas de temps (4 secondes pour ce type d'essais), grâce aux thermocouples 2 et 3. Ces températures aux deux interfaces correspondent à T_{int1} et T_{int2} sur la figure 17 ou $T_1(t)$ et $T_2(t)$ sur la figure 18 du chapitre précédent. Le flux généré (figure 69) engendre des températures d'extrémité, c'est la condition à la deuxième limite du tricouche et elle correspond à T_{extb} introduite dans le chapitre 2 (figure 17 et 18), mesurée grâce au thermocouple 4 collé à la surface de sortie du tricouche. Au début des essais ces températures permettent d'estimer la température initiale le long de l'épaisseur du tricouche testé. Grâce à ces capteurs nous avons pu déterminer les conditions aux limites et initiale de notre essai mais aussi d'enregistrer l'évolution spatiotemporelle des températures au sein du tricouche (figure 70).

La variation spatiotemporelle, comme représentée sur la figure 70, est la donnée principale tirée des essais menés sur les 4 types de tricouches testés. Comme précisé, elle permet d'avoir les conditions aux limites et la condition initiale (nécessaires à toute résolution de problème de thermique) ainsi que les températures au sein du tricouche testé. Ces données tirées des essais permettent d'alimenter le modèle inverse schématisé sur la figure 18 du chapitre 2 pour calculer la fonction objectif (Eq. 60 et 61 du chapitre 2) à minimiser en optimisant les paramètres thermophysiques inconnus (à estimer) de la couche du milieu (voir figure 68). Les températures enregistrées lors de tout essai sont traitées et introduites dans l'algorithme d'optimisation. Les résultats graphiques de l'optimisation sont représentés sur les figures 71 et 72 (pour le même essai qui a donné la figure 69 et 70) où les températures simulées et mesurées sont confrontées.

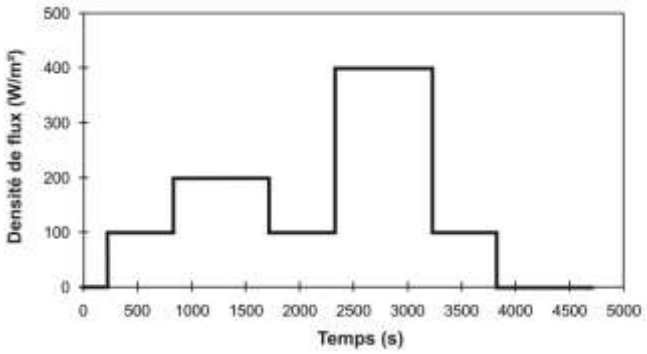


Figure 69: Exemple de densité de flux généré par la résistance chauffante durant l'un des essais sur le tricouche PVC/PVC/PVC

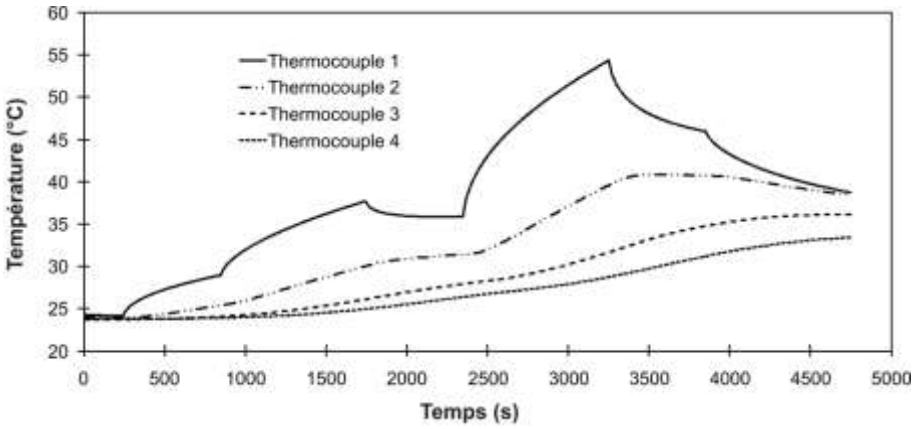


Figure 70: Températures enregistrées par les 4 thermocouples du tricouche PVC/PVC/PVC testé correspondant à la densité de flux de la figure 69.

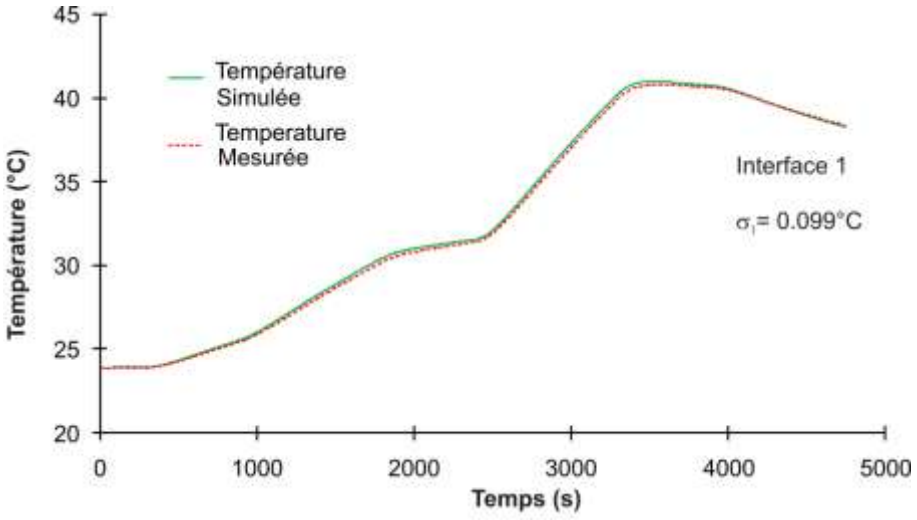


Figure 71 : Températures simulées confrontées aux températures mesurées à l'interface 1 du tricouche (PVC/PVC/PVC) testé après optimisation.

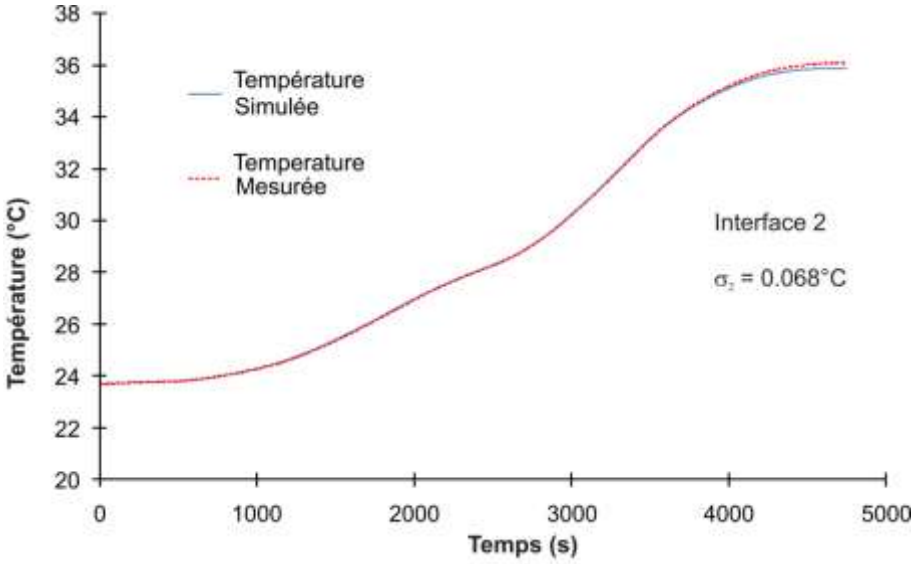


Figure 72: Températures simulées confrontées aux températures mesurées à l'interface 2 du tricouche (PVC/PVC/PVC) testé après optimisation.

D'après les figures ci-dessus, on constate un bon ajustement des courbes de températures. La faible dispersion mesurée par l'écart type affiché sur chacune des figures (σ_1 = 0.099°C et σ_2 = 0.068°C) mais aussi grâce une différence maximale entre températures mesurées et simulées de 0.2°C confirment cette impression. Les températures simulées sont calculées en utilisant les paramètres thermophysiques estimés (λ_{cal} : conductivité thermique et ρC_{cal} : chaleur spécifique volumique).

Nous avons réalisé 14 essais sur le tricouche PVC/PVC/PVC, les valeurs des paramètres estimés ainsi que leurs erreurs correspondantes sont consignées dans le tableau 15. La première ligne de ce tableau correspond aux résultats graphiques représentés sur les figures de 69 à 72.

Au regard des résultats d'estimation affichés pour un tricouche de PVC/PVC/PVC, nous pouvons constater la précision et la répétabilité de la méthode. En effet, les erreurs relatives d'estimation (0.30% et 0.21%) sont inférieures à 5%. Elles proviennent d'une part des erreurs dues au bruit de mesure des températures aux limites et initiales et de l'autre aux erreurs d'optimisation numérique. Les résultats obtenus jusqu'à présent permettent de valider notre méthode pour le tricouche PVC/PVC/PVC qui est considéré comme échantillon de référence. En effet, les couches sont constituées d'un même matériau lui-même considéré comme maté-

riau de référence. Dans la suite nous validerons notre méthode appliquée sur les 3 autres configurations (voir tableau 14).

Essai N°	λ_{cal}			ρC_{cal}		
	valeur (10^{-1} W/K/m)	Erreur absolue (10^{-2} W/K/m)	Erreur relative (%)	valeur (10^{4} J/K/m^3)	Erreur absolue (10^{3} J/K/m^3)	Erreur relative (%)
1	1,76	0,51	2,82	147,14	11,25	0,77
2	1,81	0,03	0,17	146,51	4,88	0,33
3	1,83	0,13	0,72	146,52	5,00	0,34
4	1,81	0,00	0,01	146,47	4,54	0,31
5	1,81	0,00	0,01	146,52	5,00	0,34
6	1,81	0,00	0,00	146,52	5,00	0,34
7	1,81	0,01	0,05	146,30	2,85	0,20
8	1,81	0,02	0,09	145,92	0,96	0,07
9	1,81	0,00	0,00	146,02	0,00	0,00
10	1,81	0,00	0,00	146,02	0,03	0,00
11	1,82	0,02	0,09	145,93	0,83	0,06
12	1,81	0,00	0,02	145,98	0,36	0,02
13	1,82	0,02	0,13	146,10	0,78	0,05
14	1,82	0,02	0,13	145,80	2,21	0,15
Moyennes	1,81	0,06	0,30	146,27	3,12	0,21

Tableau 15: Résultats d'estimation pour 14 essais menés sur un tricouche de PVC/PVC/PVC

Le même protocole expérimental a été retenu pour les essais menés sur les tricouches : PVC/EPS/PVC, PVC/Plâtre/PVC et PVC/Béton/PVC. Des séries d'essais ont été répétées pour chacun des tricouches. Les résultats de ces séries ne sont pas présentés dans le détail pour chaque essai. De la même façon que pour le tricouche PVC/PVC/PVC, nous présentons un résultat graphique d'ajustement de courbe après optimisation (figures de 73 à 78 et tableau 16) et les valeurs estimées des propriétés thermophysiques sont regroupées dans les tableaux de 17 à 19 suivants.

Configuration	σ_1 (10^{-2} °C)	σ_2 (10^{-2} °C)	$[T_{min}, T_{max}]_1$ (°C)	$[T_{min}, T_{max}]_2$ (°C)
PVC/PVC/PVC	2.1	1.5	[21.2, 28.1]	[21.2, 26.0]
PVC/EPS/PVC	6.8	3.7	[21.7, 37.2]	[21.7, 25.7]
PVC/Plâtre/PVC	2.6	1.6	[21.9, 26.5]	[21.9, 24.6]
PVC/Béton/PVC	6.7	3.8	[18.8, 26.1]	[18.8, 23.9]

Tableau 16: Moyennes des écarts types et des plages de températures des essais aux interfaces 1 et 2 pour les 4 tricouches testés.

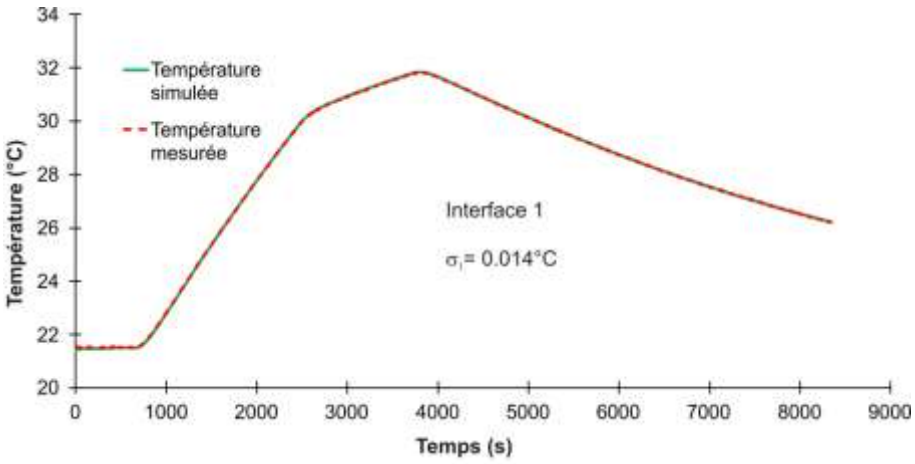


Figure 73 : Températures simulées confrontées aux températures mesurées à l'interface 1 du tricouche (PVC/EPS/PVC) testé après optimisation.

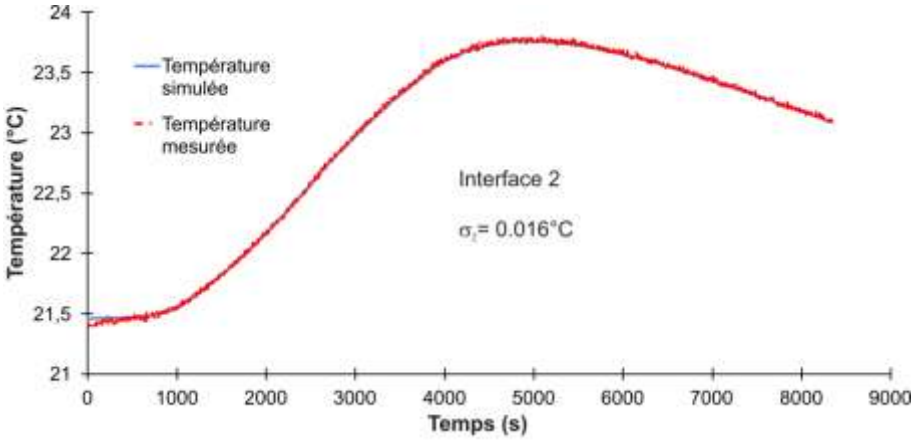


Figure 74: Températures simulées confrontées aux températures mesurées à l'interface 2 du tricouche (PVC/EPS/PVC) testé après optimisation.

Essai N°	λ_{cal}			ρC_{cal}		
	Valeur (10^{-2} W/K/m)	Erreur absolue (10^{-3} W/K/m)	Erreur relative (%)	Valeur (J/K/m^3)	Erreur absolue (J/K/m^3)	Erreur relative (%)
1	3,20	2,70	7,78	30220	2220	7,93
2	3,43	0,41	1,17	29400	1400	5,00
3	3,47	0,01	0,04	29400	1400	5,00
4	3,38	0,91	2,63	30800	2800	10,00
5	3,58	1,13	3,27	30800	2800	10,00
6	3,54	0,75	2,16	29015	1015	3,62
7	3,64	1,73	5,00	29400	1400	5,00
8	3,63	1,65	4,74	30689	2689	9,60
9	3,64	1,71	4,93	29278	1278	4,57
10	3,64	1,73	5,00	29224	1224	4,37
11	3,64	1,73	5,00	29400	1400	5,00
12	3,70	2,32	6,68	27512	488	1,74
13	3,61	1,40	4,03	30770	2770	9,89
Moyennes	3,55	1,40	4,03	29685	1760	6,29

Tableau 17 : Résultats d'estimation pour 13 essais menés sur un tricouche de PVC/EPS/PVC

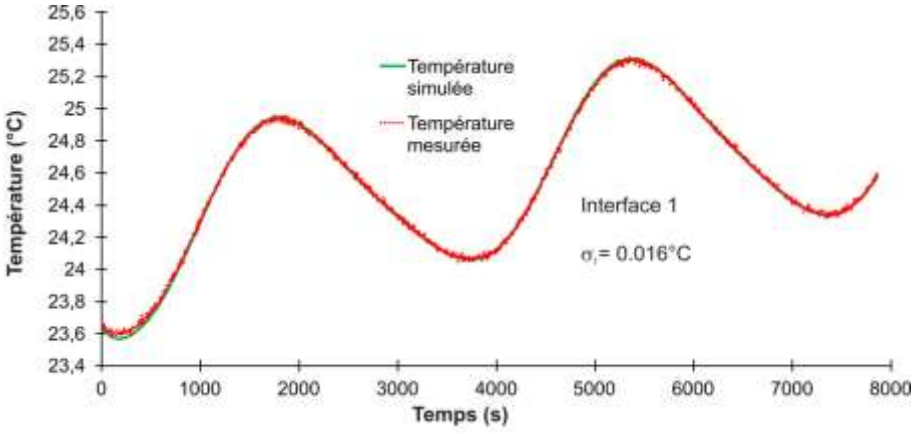


Figure 75: Températures simulées confrontées aux températures mesurées à l'interface 1 du tricouche (PVC/Plâtre/PVC) testé après optimisation

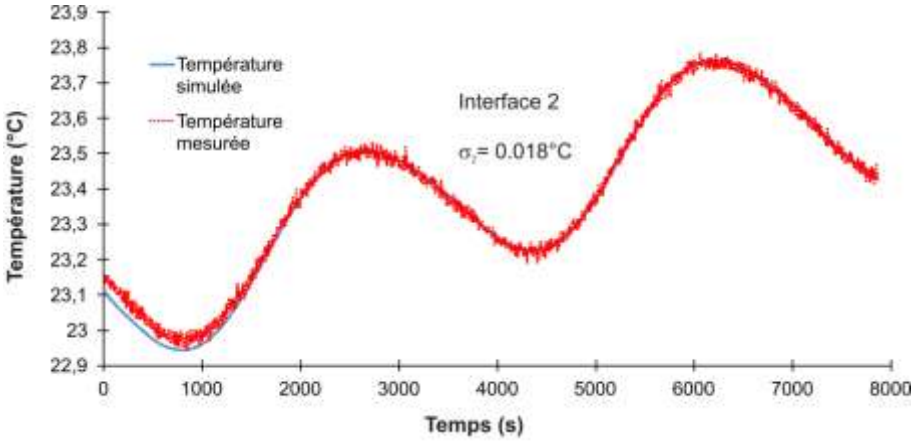


Figure 76 : Températures simulées confrontées aux températures mesurées à l'interface 2 du tricouche (PVC/Plâtre/PVC) testé après optimisation

.

Essai N°	λ_{cal}			ρC_{cal}		
	Valeur (10^{-1} W/K/m)	Erreur absolue (10^{-2} W/K/m)	Erreur relative (%)	Valeur (J/K/m^3)	Erreur absolue (J/K/m^3)	Erreur relative (%)
0	3,37	1,15	3,55	1477902	20018	1,34
1	3,42	1,65	5,08	1433140	64780	4,32
2	3,51	2,62	8,07	1433966	63954	4,27
3	3,48	2,31	7,12	1459867	38053	2,54
4	3,49	2,35	7,25	1453926	43994	2,94
5	3,63	3,79	11,67	1495044	2876	0,19
6	3,52	2,71	8,35	1453108	44812	2,99
7	3,50	2,46	7,56	1485113	12807	0,86
8	3,57	3,24	9,98	1548856	50936	3,40
9	3,32	0,66	2,02	1368570	129350	8,64
10	3,49	2,43	7,47	1496530	1390	0,09
11	3,26	0,08	0,26	1397503	100417	6,70
12	3,57	3,22	9,90	1477232	20688	1,38
13	3,52	2,71	8,34	1559988	62068	4,14
Moyennes	3,47	2,24	6,90	1467196	46867	3,13

Tableau 18: Résultats d'estimation pour 13 essais menés sur un tricouche de PVC/Plâtre/PVC

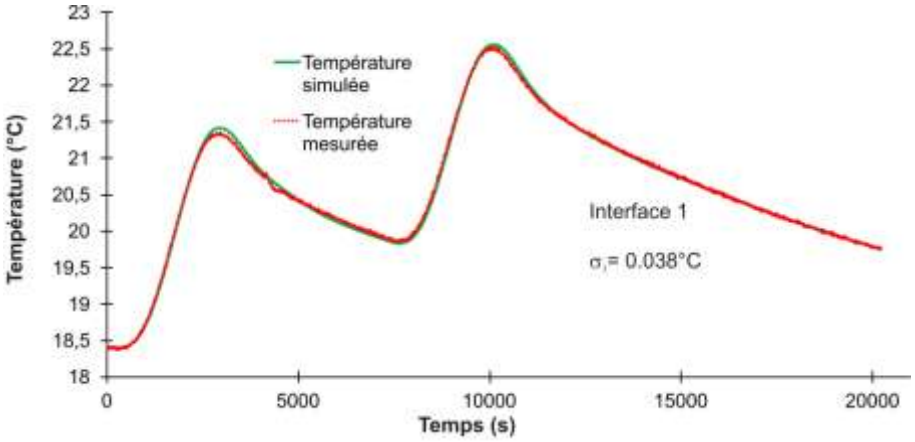


Figure 77: Températures simulées confrontées aux températures mesurées à l'interface 1 du tricouche (PVC/Béton/PVC) testé après optimisation.

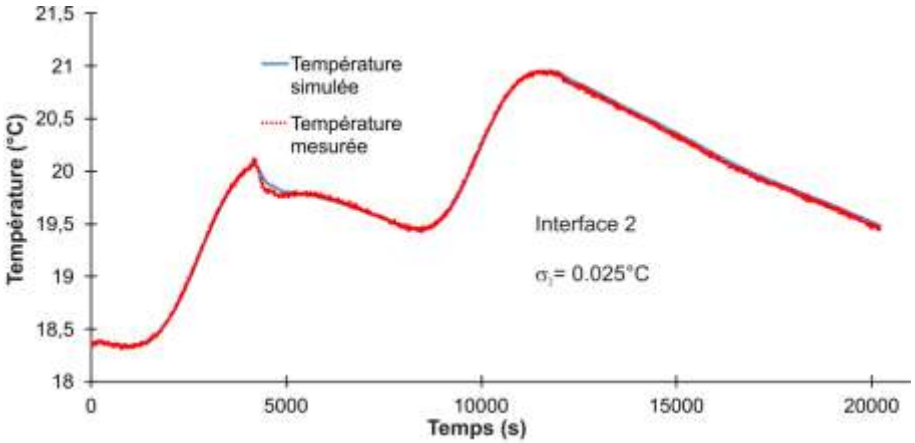


Figure 78: Températures simulées confrontées aux températures mesurées à l'interface 2 du tricouche (PVC/Béton/PVC) testé après optimisation.

Les résultats d'essai montrent une bonne concordance entre les valeurs estimées des propriétés thermophysiques et leurs valeurs de référence déterminées préalablement. Ce constat est confirmé par les faibles erreurs absolues et relatives moyennes par rapport aux valeurs de référence. Le premier tricouche est considéré de référence par rapport aux autres tricouches pour les raisons évoquées précédemment, cela explique le fait que l'estimation, pour cette configuration PVC/PVC/PVC, soit meilleure qu'elle ne l'est pour les autres configurations.

La conductivité thermique moyenne estimée de l'EPS est satisfaisante comparée à la référence au regard de l'erreur relative moyenne. Par contre, comme ce matériau est de faible cha-

leur spécifique volumique, il influence peu le phénomène de stockage des flux de chaleur le traversant d'où une estimation plus délicate de ce paramètre thermophysique. En effet, l'erreur relative moyenne sur la chaleur spécifique volumique de l'EPS est plus élevée (6.29%) comparée aux autres erreurs calculées pour les autres configurations de tricouche.

La chaleur spécifique volumique du plâtre dans le troisième tricouche testé est estimée avec une bonne erreur relative moyenne (3.13%) comparée à la valeur de référence déterminée préalablement. Quant à la conductivité thermique de ce matériau est estimée avec une erreur relative plus importante (6.90%) mais qui reste raisonnable pour des méthodes basée sur l'estimation numérique. Ce constat est en accord avec les résultats de l'étude de sensibilité (section 2.5 chapitre 2) qui concluent que le modèle développé est plus sensible à la conductivité thermique qu'il ne l'est à la chaleur spécifique volumique.

Essais N°	λ_{cal}			ρC_{cal}		
	Valeur (10^{-1} W/K/m)	Erreur absolue (10^{-2} W/K/m)	Erreur relative (%)	Valeur (J/K/m^3)	Erreur absolue (J/K/m^3)	Erreur relative (%)
0	14,29	2,14	1,53	2112530	130640	6,59
1	14,21	2,92	2,08	1883057	98833	4,99
2	13,86	6,35	4,54	1887282	94608	4,77
3	14,90	3,99	2,85	1962457	19433	0,98
4	14,90	4,00	2,86	2018480	36591	1,85
5	14,73	2,29	1,63	1959476	22414	1,13
6	14,60	0,97	0,69	2040508	58618	2,96
7	14,93	4,34	3,10	1952447	29443	1,49
8	14,71	2,09	1,49	1981234	655	0,03
9	14,43	0,71	0,51	1945434	36456	1,84
10	14,82	3,21	2,29	1987667	5777	0,29
11	14,39	1,08	0,77	1908049	73841	3,73
12	14,41	0,92	0,66	2015743	33854	1,71
13	14,07	4,33	3,10	1939079	42810	2,16
Moyennes	14,52	2,81	2,01	1970960	48855	2,47

Tableau 19: Résultats d'estimation pour 13 essais menés sur un tricouche de PVC/Béton/PVC

Les propriétés thermophysiques estimées du béton, dans la configuration du dernier tricouche testé, sont satisfaisantes. Cette amélioration s'explique par la grande épaisseur de la couche du béton (par rapport à celle du plâtre) dans le tricouche et de la nature incompressible

de ce matériau (par rapport à celle de l'EPS). Cependant les meilleurs résultats sont obtenus pour la première configuration (de référence).

Les résultats de l'optimisation sont satisfaisants pour les 4 configurations de tricouches testés. L'ajustement des courbes des températures simulées aux courbes des températures mesurées est fin et les propriétés thermophysiques sont estimées avec moins de 7% d'erreur relative. Les temps nécessaires à l'optimisation numérique sont relativement courts avec un temps minimum d'essai estimé à 6000s. Les sollicitations thermiques générées par la résistance peuvent être aléatoires. Dans ces conditions et en respectant les consignes évoquées précédemment concernant l'instrumentation et l'algorithme de la méthode inverse, nous concluons que la méthode est applicable à une large gamme de matériaux de construction au regard des propriétés thermophysiques.

La méthode étant validée pour les matériaux considérés inertes et hydrophobes ou à très petite variation de teneur en eau, nous nous intéresserons dans la suite à la validation de notre méthode appliquée à des matériaux poreux où les propriétés thermophysiques sont sensibles aux variations de la teneur en eau. Le but est le suivi des teneurs en eau des matériaux.

5.3 Essais sur sable :

La méthode inverse développée dans ce travail, validée dans la section précédente vis-à-vis de l'estimation des propriétés thermophysiques, a été adaptée à l'estimation des teneurs en eau d'un multicouche. Cela est rendu possible grâce aux résultats des essais préalables qui ont permis d'estimer l'évolution des propriétés thermophysiques par rapport à la variation de teneur en eau (Eqs. 80 et 81). Le schéma de l'analyse inverse est présenté dans le chapitre précédent (section 2.4.4- B figure 19).

Un multicouche de sable fin présenté dans la section 4.3.2-A est testé. Les couches disposées horizontalement sont à différentes teneurs en eau (ω_1, ω_2, ω_3 et ω_4). Du bas vers le haut, les couches sont disposées par ordre décroissant de la teneur en eau. Chaque couche est mise dans un anneau de garde en polystyrène de 2 cm d'épaisseur. Cet anneau de garde a une fonction de maintien du sable en place et de limitation des pertes thermiques latérales. Il garantit ainsi un transfert unidirectionnel. La mise en place du sable dans son anneau de garde est faite en deux parties : la première consiste à remplir le premier centimètre d'épaisseur de la couche

sans compactage mais avec remplissage complet sur toute la surface (25×25 cm^2). Nous introduisons le thermocouple au milieu de la couche. Nous remplissons le deuxième centimètre d'épaisseur de la couche avec le même matériau à la même teneur en eau avec exactement le même procédé (sans compactage avec remplissage complet sur toute la surface). Cela assure un bon positionnement du thermocouple centré au milieu du volume de la couche (25×25×2 cm^3). Nous répétons le même procédé pour les trois autres couches. Tous les thermocouples sont de type T et permettent d'enregistrer les champs de températures au milieu de chaque couche ($\boldsymbol{T}_{meas\ 1}$, $\boldsymbol{T}_{meas\ 2}$, $\boldsymbol{T}_{meas\ 3}$ et $\boldsymbol{T}_{meas\ 4}$). Aux interfaces, les couches sont séparées par film fin (12 µm) et étanche empêchant les échanges (ou pertes) d'eau, vapeur ou liquide, entre les couches de différentes teneurs en eau. Ainsi, il ne perturbe pas le transfert de chaleur et crée une barrière étanche qui empêche le transfert de masse entre les couches. Ce film sépare, par ailleurs, la couche inférieure de la résistance chauffante plane (25×25 cm^2, 19.2 Ω). La couche supérieure est en contact avec l'air ambiant. Les deux extrémités de ces deux couches limites sont munies de thermocouples type T placés au milieu de chaque surface du haut et du bas. Ces deux thermocouples permettent de mesurer les champs de température aux deux extrémités (conditions aux limites: $\boldsymbol{T}_{\boldsymbol{u}}$ et $\boldsymbol{T}_{\boldsymbol{b}}$). La résistance chauffante supporte donc l'ensemble des couches de l'échantillon testé. Elle est posée sur un support isolant qui oriente l'essentiel du flux dissipé par la résistance vers le haut. Le support est composé d'une plaque de polyuréthane de 5 cm d'épaisseur et une plaque de Polyvinyle chloride (PVC) de 1 cm d'épaisseur qui garantit une surface plane pour la mise en place du dispositif. La figure 79 ci après montre le dispositif expérimental et les détails du multicouche testé.

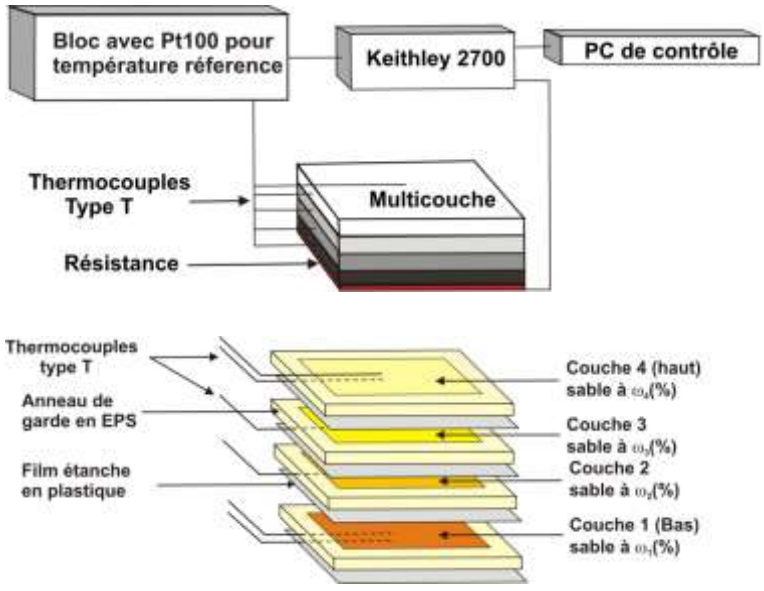


Figure 79: Dispositif expérimental des essais sur sable et détails du multicouche.

Pour différents flux transmis par la résistance au multicouche (un exemple est montré figure 80), les températures sont enregistrées grâce aux 6 thermocouples. La figure 81 ci-dessous montre l'évolution spatiotemporelle des 6 températures suivies lors d'un des essais réalisés.

L'algorithme de l'analyse inverse développée dans le chapitre précédent (figure 19) utilise ces températures enregistrées pour lancer l'optimisation et l'estimation paramétrique (estimation des 4 teneurs en eau des 4 couches) en ajustant les courbes simulées ($\boldsymbol{T}_{sim\ 1}$, $\boldsymbol{T}_{sim\ 2}$, $\boldsymbol{T}_{sim\ 3}$ et $\boldsymbol{T}_{sim\ 4}$) aux courbes enregistrées ($\boldsymbol{T}_{meas\ 1}$, $\boldsymbol{T}_{meas\ 2}$, $\boldsymbol{T}_{meas\ 3}$ et $\boldsymbol{T}_{meas\ 4}$). Les figures de 82 à 85 montrent les courbes simulées ajustées aux courbes enregistrées après optimisation. Le tableau 20 donne quelques indications statistiques sur ces courbes.

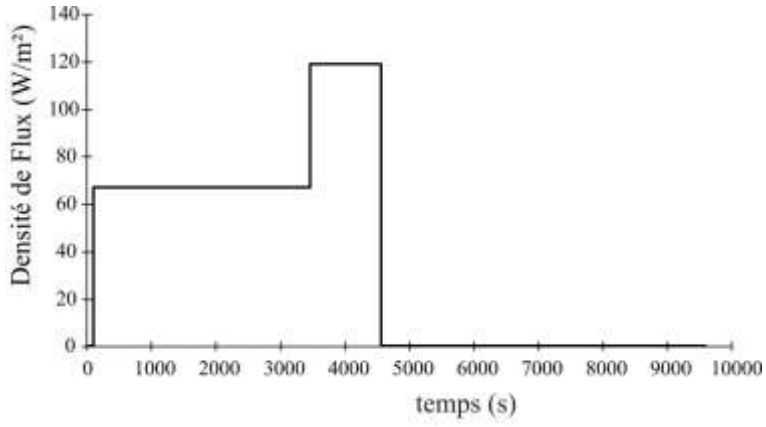


Figure 80: Densité de flux générée par la résistance chauffante lors d'un des essais sur multicouche de sable.

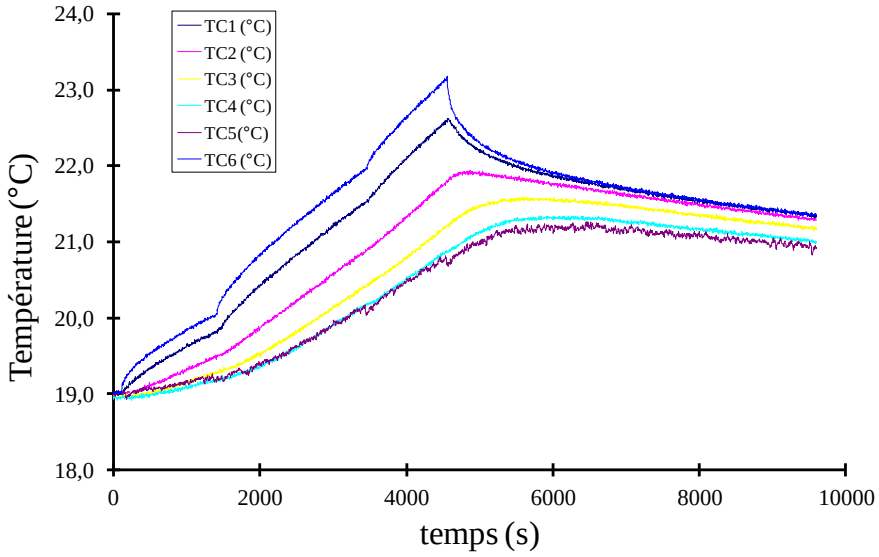


Figure 81: Températures enregistrées par les 6 thermocouples lors d'un des essais sur sable.

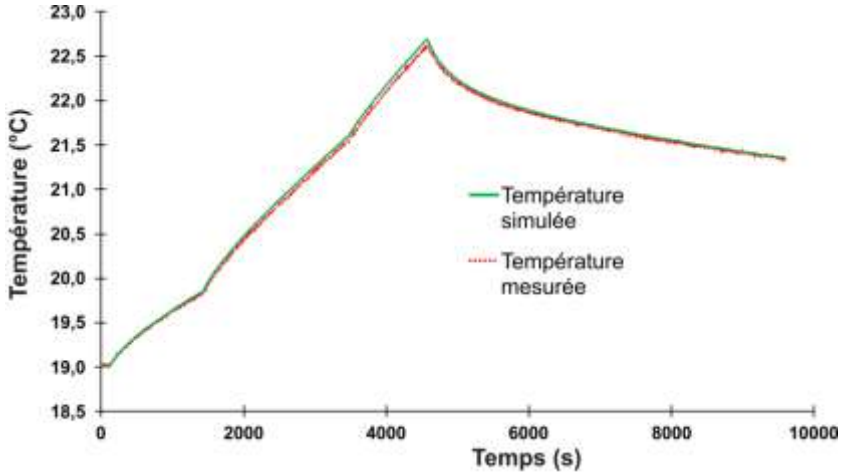


Figure 82: Températures simulées et températures enregistrées au milieu de la couche 1.

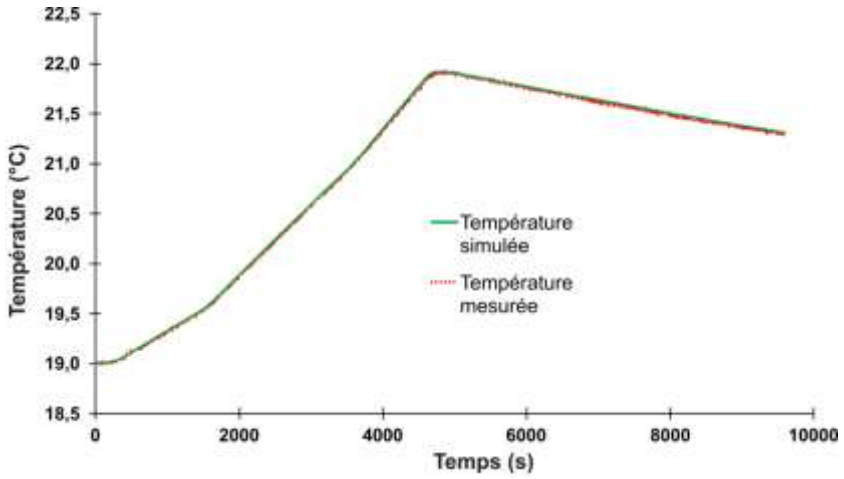
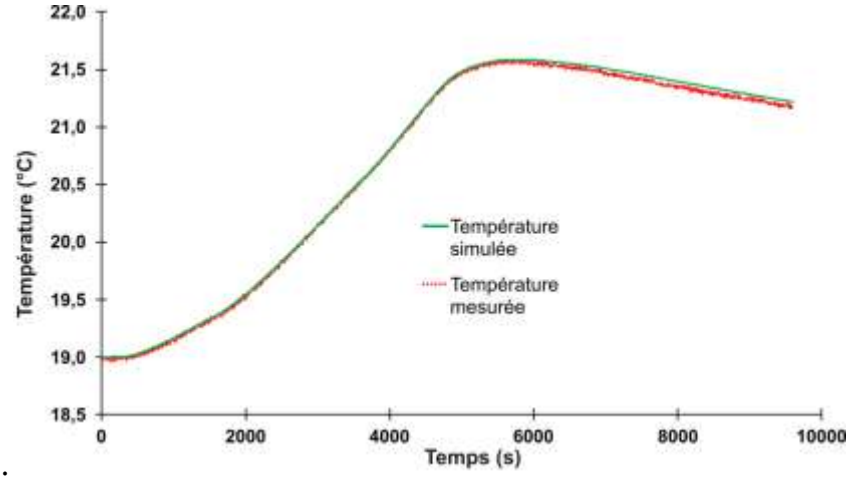


Figure 83: Températures simulées et températures enregistrées au milieu de la couche 2



.

Figure 84: Températures simulées et températures enregistrées au milieu de la couche 3

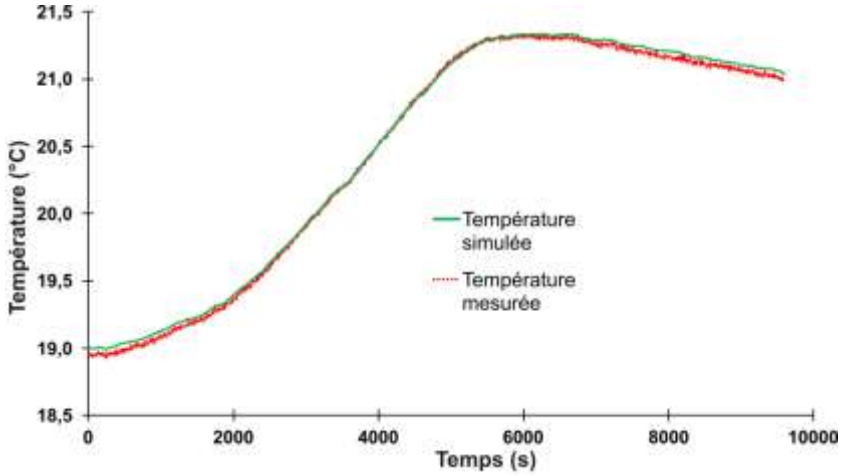


Figure 85: Températures simulées et températures enregistrées au milieu de la couche 4

Position : milieu de la couche :	1	2	3	4
Max($\mathbf{T_{sim}} - \mathbf{T_{meas}}$) ($10^{-2}$ °C)	10.5	5.9	8.3	7.7
Ecart type (10^{-2} °C)	2.2	1.1	1.7	1.7

Tableau 20: Quelques indications statistiques sur les figures 82-85.

L'analyse des figures 82-85 et du tableau 20 permet de constater que les températures simulées à la fin du processus d'optimisation concordent avec les températures enregistrées aux milieux des couches. En effet, la différence maximale entre températures simulées et mesurée est de 0.1°C ce qui correspond aux résultats d'étalonnage de la chaîne de mesure (section 3.2.1).

Une série de 4 essais successifs a été menée pour valider la méthode inverse développée dans ce travail pour le suivi spatiotemporel de la teneur en eau. Les résultats graphiques ne sont pas tous présentés mais les valeurs estimées des teneurs en eau (ω_{cal}) sont regroupées dans le tableau 21 et sont comparées aux teneurs en eau de référence (ω_{ref}). Les moyennes des valeurs estimées ainsi que leurs erreurs d'estimation sont présentées dans le tableau 22.

Les résultats de l'estimation paramétrique résumés dans les tableaux 21 et 22 montrent, d'une part, une bonne estimation paramétrique au vu des faibles erreurs sur les paramètres estimés, et d'autre part, un bon ajustement des courbes qui sont liées à cette estimation paramétrique (figure 82-85 pour essai N°2). D'après le tableau 21, dès que la valeur de la teneur en eau est inférieure au seuil minimum de 5% les relations empiriques ne sont plus représentatives de l'évolution des caractéristiques thermophysiques en fonction de la teneur en eau.

Donc l'estimation de ce paramètre devient difficile d'où des erreurs relatives de plus en plus élevées. L'estimation, sur l'ensemble des essais, est jugée satisfaisante et la minimisation de la fonction objectif peut être appréciée grâce au bon ajustement des courbes de températures simulées et mesurées.

Essais N°	Couche N°	ω_{ref} (%)	ω_{cal} (%)	Erreur Relative (%)
1	1 (bas)	20	20,46	2,31
	2	15	14,71	1,95
	3	10	10,15	1,46
	4 (haut)	5	4,61	7,87
2	1 (bas)	20	20,28	1,41
	2	15	16,38	9,18
	3	10	11	10,02
	4 (haut)	5	5,08	1,66
3	1 (bas)	20	19,98	0,09
	2	15	15,8	5,35
	3	10	10,92	9,19
	4 (haut)	5	4,26	14,76
4	1 (bas)	20	20,77	3,84
	2	15	16,32	8,8
	3	10	9,53	4,73
	4 (haut)	5	3,64	27,28

Tableau 21: Résultats des 4 essais : teneurs en eau estimées des 4 couches et leurs erreurs d'estimation.

Position : milieu de la couche	ω_{ref} (%)	ω_{cal} (%)	Erreur absolue (%)	Erreur relative (%)
1	20.00	20.37	0.37	1.86
2	15.00	15.80	0.80	5.35
3	10.00	10.40	0.40	4.00
4	5.00	4.40	0.60	12.05

Tableau 22 : Valeurs moyennes estimées et leurs erreurs d'estimation respectives

La méthode développée dans ce travail a été appliquée à un empilement de 4 couches de sable de teneurs en eau différentes (5%, 10%, 15% et 20%) séparées par un film étanche. L'algorithme d'inversion exploite les mesures de températures réalisées par 6 thermocouples positionnés au milieu de chaque couche et aux interfaces du multicouche testé. Les teneurs en eau de 10%, 15% et 20% ont été estimées avec des erreurs relatives satisfaisantes de 1.86 à 5.35%. Pour la couche la plus sèche (5%), l'erreur relative moyenne est plus élevée (i.e.

12%). On atteint dans ce cas la limite de validité de la corrélation des paramètres thermiques avec la teneur en eau. Ainsi la méthode développée dans ce travail est validée pour le suivi des teneurs en eau d'un multicouche dans les conditions évoquées précédemment surtout quant à la limite inférieur des teneurs en eau prises en compte (5%). La méthode développée et validée jusqu'à présent pour le suivi des teneurs en eau d'un multicouche, sera validée pour le suivi spatiotemporel des teneurs en eau d'une paroi dans des conditions in-situ.

5.4 Essais sur une paroi en béton cellulaire :

Une paroi de 75×75 cm² en béton cellulaire est montée au laboratoire à partir de carreaux de 60×25 cm². Avant la construction de la paroi, tous les carreaux ont été immergés dans des bacs remplis d'eau pendant 15 jours, de sorte qu'au début des essais la paroi soit à un état quasi saturé. Sur l'épaisseur de cette paroi (10cm), 3 thermocouples type T sont insérés à 2.5cm, 5cm et 7.5cm respectivement et 2 thermocouples ont été collés avec précaution sur les faces avant et arrière de la paroi. Ces thermocouples sont utilisés dans une chaîne de mesure avec GL820. La figure 86 ci-dessous montre le dispositif expérimental schématisé sur la figure 67. La température du caisson est pilotée grâce au PC de contrôle équipé de LabView et au bain thermostaté. Des cycles de 1500 minutes ont été programmés pour exécuter les variations de température. La température contrôlée à l'intérieur du caisson représente une température d'une journée estivale, elle varie sinusoïdalement entre 23°C et 31°C. La température à l'extérieure du caisson représente le cas réel de l'intérieur d'un bâtiment car la manipulation se fait dans une salle de laboratoire régulée en température. Les températures enregistrées grâce à un enregistreur autonome EL-USB-2, à l'intérieur et à l'extérieur du caisson ainsi que les taux humidités, sont représentés sur les figures 87 et 88.

Les deux figures 87 et 88 montrent un gradient de température et d'humidité entre l'intérieur (chaud et humide) du caisson et l'extérieur (moins chaud et moins humide). Cela signifie que les transferts de chaleur et de masse se font de l'intérieur vers l'extérieur et la paroi passe d'un état initial saturé à un état d'équilibre proche de l'état sec. Nous procédons ainsi, lors de cet essai, au séchage de la paroi sur 20 cycles de 1500 minutes chacun. Pour indication, le séchage d'un carreau de béton cellulaire est suivi dans des conditions laboratoire (T=20±1°C et $Hr\%$=50±5%). Ce suivi est représenté sur la figure 89 ci-dessous.

(1) Caisson isolé (3) Centrale d'acquisition GL820

(2) PC de contrôle (4) Paroi testée

Figure 86 : Dispositif expérimental pour essais sur paroi en béton cellulaire (conditions in-situ).

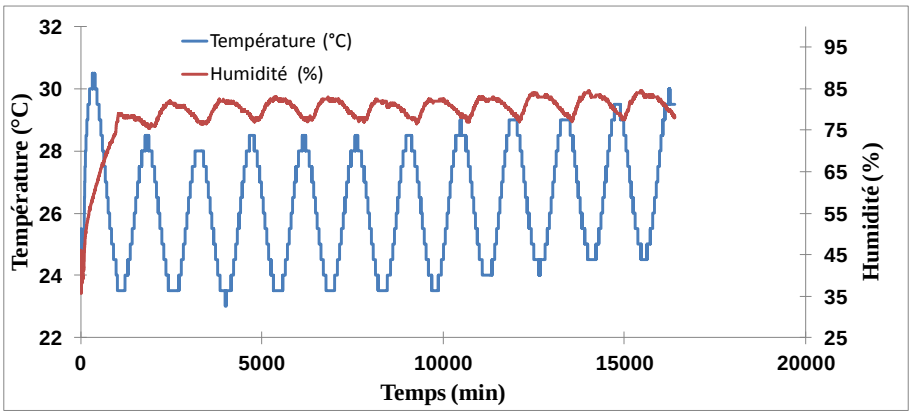


Figure 87: Température et humidité à l'intérieur du caisson sur plusieurs cycles.

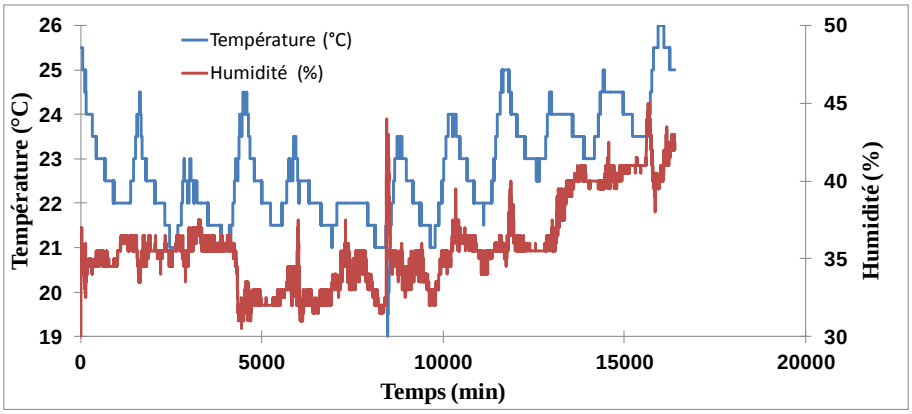


Figure 88: Température et humidité à l'extérieur du caisson sur plusieurs cycles.

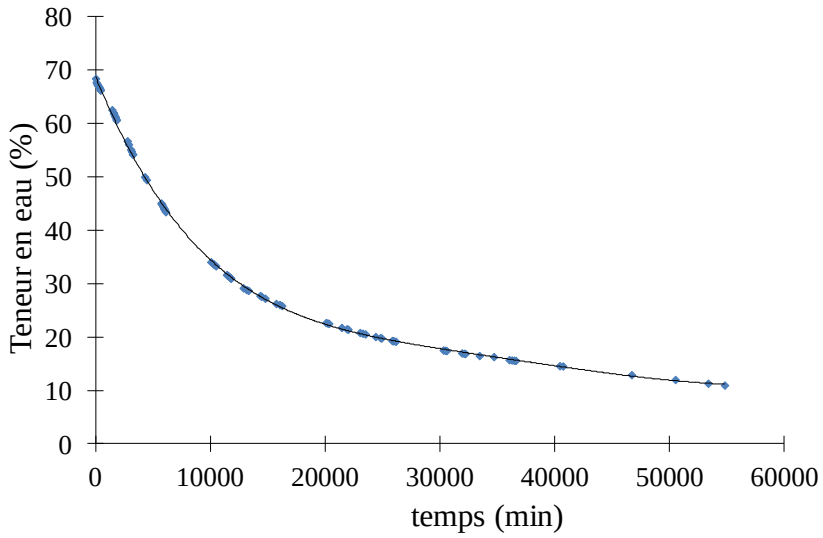


Figure 89: Suivi de la teneur en eau d'un carreau de béton cellulaire dans des conditions de laboratoire.

La méthode inverse, développée dans ce travail, a été adaptée à ce cas d'étude. Elle permet d'estimer à chaque cycle (1500 minutes) l'évolution spatiotemporelle de la teneur en eau de la paroi testée. Pour des raisons pratiques (nombre de thermocouples, épaisseur finie…) l'épaisseur de la paroi est considérée composée de 4 couches chacune de 2.5 cm d'épaisseur. Pour chaque cycle d'essai, la teneur en eau est, par hypothèse, supposée variant linéairement dans les 4 couches considérées pour des raisons pratiques d'estimation (réduction du nombre des paramètres estimés). La méthode inverse permet donc d'estimer pour chaque cycle d'essai 5 teneurs en eau qui représentent les teneurs en eau à l'entrée et à la sortie de chacune des 4 couches (figure 90).

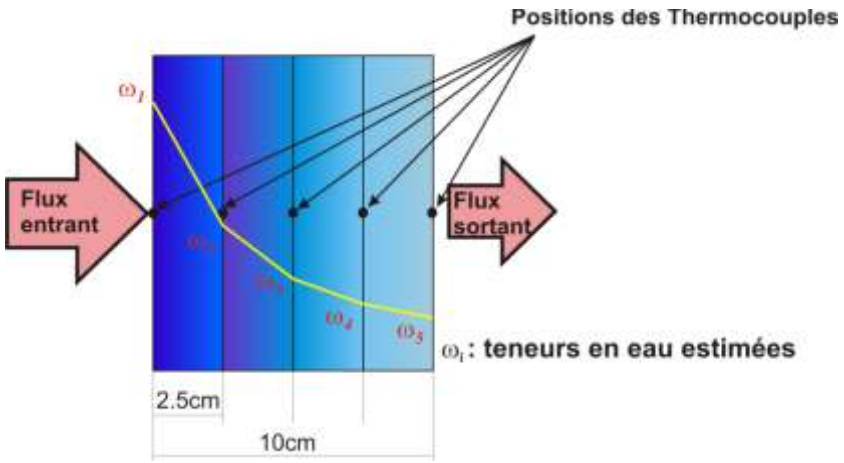


Figure 90: Schéma de l'épaisseur de la paroi de béton cellulaire et teneurs en eau estimées.

Les 20 cycles de l'essai permettent un suivi spatiotemporel de la teneur en eau de la paroi sur 3 semaines. Cet essai de suivi de la teneur en eau est relativement court grâce à la nature du matériau choisi ainsi qu'aux conditions d'essai (gradients de température et d'humidité non nuls et dans une seule direction : de l'intérieur vers l'extérieur). Les résultats des 20 cycles d'essai sont présentés sur les figures 91 et 92 et dans le tableau 23.

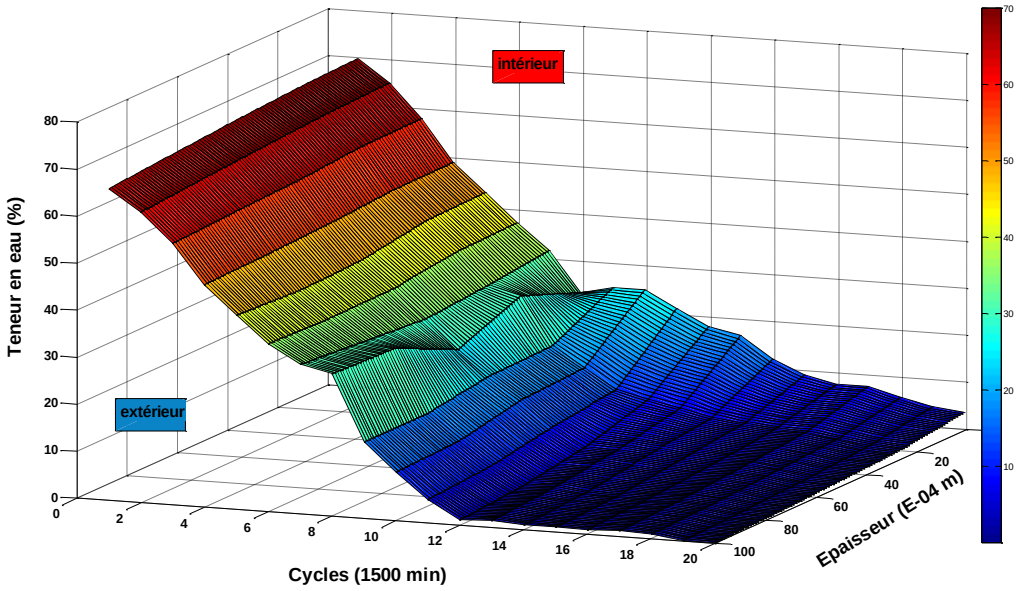


Figure 91: Résultat de la méthode inverse appliquée à une paroi en béton cellulaire : évolution spatiotemporel de la teneur en eau.

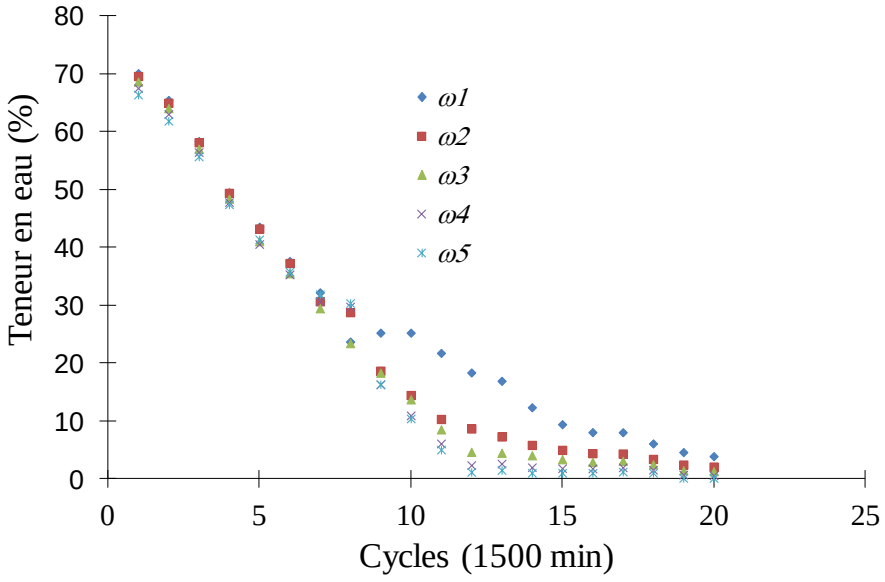


Figure 92: Évolution des 5 teneurs en eau estimées au cours des 20 cycles d'essai.

Cycle N°	Teneurs en eau estimées				
	ω_1	ω_2	ω_3	ω_4	ω_5
1	70,04	69,55	68,61	67,48	66,35
2	65,41	64,93	64,00	62,98	61,82
3	58,30	58,10	56,99	56,39	55,66
4	49,46	49,36	48,38	47,76	47,38
5	43,51	43,20	41,02	40,52	41,34
6	37,57	37,24	35,47	35,28	35,75
7	32,17	30,63	29,43	30,63	31,85
8	23,66	28,75	23,40	29,72	30,32
9	25,20	18,64	18,30	16,26	16,31
10	25,20	14,43	13,69	10,91	10,38
11	21,71	10,29	8,50	6,06	5,00
12	18,32	8,65	4,62	2,32	1,14
13	16,88	7,27	4,46	2,58	1,48
14	12,31	5,81	4,03	1,95	1,00
15	9,39	4,95	3,35	1,78	1,00
16	8,01	4,39	2,89	1,75	1,00
17	8,00	4,32	3,06	1,93	1,20
18	6,06	3,39	2,46	1,52	1,00
19	4,56	2,41	1,42	0,67	0,10
20	3,87	2,06	1,26	0,56	0,10

Tableau 23: Résultats de l'optimisation par méthode inverse : teneurs en eau estimées

Le séchage de la paroi testée est réalisé sur 21 jours (20 cycles), au regard de la figure 91, le point de départ est un état quasi saturé. L'allure des courbes (cycles, teneurs en eau) pour chaque point sur l'épaisseur correspond à celle de la courbe de séchage présentée sur la figure 89 (voir figure 92). Le temps de séchage est plus court que le séchage dans des conditions de laboratoire grâce au gradient de température créé entre la face intérieure et extérieure de la paroi.

D'après les figures 91 et 92, la fonction teneur en eau est linaire et décroissante pour chacune des 5 couches supposées à chaque cycle. Ce n'est pas le cas au 8^{ième} cycle où des fluctuations sont remarquées. Ceci est dû probablement aux fluctuations de température et d'humidité avant ce cycle notamment du côté extérieur (voir figure 88). Ceci engendre des phénomènes locaux possibles tels que la stagnation d'eau ou l'inversement du transfert de masse localement sur une courte période, sans oublier ici les erreurs d'estimation paramétrique. Les fluctuations enregistrées lors du suivi de la teneur en eau ω_1 sur les derniers cycles

(figure 92) sont dues à la fluctuation de l'humidité très élevée à l'intérieur du caisson (figure 87) qui tente de maintenir la première couche à une teneur en eau élevée.

D'après ces résultats, la méthode peut être utilisée pour le suivi de la teneur en eau d'une paroi dans des conditions in-situ. Ici, elle est validée pour le séchage d'une paroi mais d'autres applications sont envisageables.

6 Conclusion

Ce chapitre était consacré à l'étude expérimentale et à la validation de la méthode inverse développée dans le chapitre 2. Les outils, instruments de mesure, capteurs… ont été introduits et détaillés. Différents montages et différentes chaînes de mesure ont été présentés. Les chaînes de mesure et montages retenus dans cette étude ont été étalonnés pour définir les marges d'utilisation et les réglages nécessaires avant les essais. Des essais préalables, basés sur des méthodes expérimentales et de calculs normalisés, ont été effectués pour la caractérisation thermique préalable des matériaux testés. Deux sortes d'essais préalables ont été réalisées. La première concerne les matériaux inertes hydrophobes ou de teneur en eau très peu variable sous les conditions actuelles d'essai. La deuxième concerne les matériaux poreux pour lesquelles ces essais préalables ont permis de déterminer des relations empiriques entre la teneur en eau et les propriétés thermophysiques (conductivité thermique et chaleur spécifique volumique). Les essais menés au laboratoire sur des multicouche de PVC, EPS, plâtre, béton et de sable fin, ainsi que les essais dans des conditions in-situ menés sur une paroi en béton cellulaire, ont permis le suivi spatiotemporel des températures grâce à des thermocouples type T placés sur les faces et sur l'épaisseur des échantillons testés. Ces données sont intégrées dans l'algorithme de la méthode inverse développée dans le deuxième chapitre. Ceci a permis l'estimation des propriétés thermophysiques en premier lieu, puis le suivi spatiotemporel de la teneur en eau. Les discussions fournies permettent de valider la méthode développée dans le cadre de cette thèse et sous les conditions d'utilisation citées dans ce chapitre et le chapitre précédent.

Conclusions et Perspectives

L'objectif de ce travail était de développer une méthode de caractérisation thermophysique basée sur un dispositif expérimental léger et robuste. Le dispositif proposé peut être utilisé hors du laboratoire et peut permettre le suivi in situ des paramètres thermique d'un matériau ou d'une paroi de bâtiment.

Un état des lieux des méthodes de mesures des paramètres thermophysiques dont la synthèse qui a été présenté dans le premier chapitre montre qu'il ne semble pas exister actuellement de méthode légère, peu coûteuse, transposable in situ et qui soit suffisamment non intrusive pour ne pas perturber les échanges de chaleur et de masse entre le système étudié et son environnement micro-climatique. La méthode qui a été développée et mise en œuvre dans ce travail s'appuie sur une simple distribution de capteurs de température répartis suivant une direction selon laquelle un transfert de chaleur unidirectionnel est provoqué.

La technique proposée se classe dans la catégorie des méthodes inverses. Elle nécessite donc de recourir à des simulations réalisées par un modèle direct qui a été construit sur la méthode des différences finies. Ce modèle très classique a été élaboré pour simuler le transfert unidirectionnel dans un matériau multicouche. Il peut permettre de s'intéresser à des assemblages de matériaux homogènes comme des parois multicouches mais aussi à des matériaux pour lesquels on peut considérer des paramètres thermophysiques constants par intervalle. Le modèle permet de simuler l'évolution du champ de température à l'intérieur d'un système fini lorsqu'il est soumis à des conditions limites en températures sur ses deux faces d'accès. Il a été est couplé à un algorithme qui, en recherchant un groupement de paramètres thermophysiques optimal, vise à minimiser une fonction d'objectif construite à partir des écarts entre les températures simulées en plusieurs points et celles mesurées aux mêmes endroits. Les potentialités de la méthode, certaines limites d'applicabilité et sa sensibilité aux erreurs de mesures ont fait l'objet d'investigation par une étude comparative de coefficients de sensibilité et une analyse de la propagation d'erreur.

La méthode a été appliquée à des problématiques de difficultés croissantes présentées dans la partie expérimentale.

Des premiers essais ont porté sur la caractérisation de matériaux représentatifs de ceux utilisés dans la construction en couvrant une gamme qui va de l'isolant jusqu'à un matériau structurel. Des échantillons de PVC, d'EPS, de plâtre et de béton ont été testés. Les premiers résultats ont montré que cette approche permettait d'estimer les propriétés thermophysiques d'un matériau homogène, invariant dans le temps à l'échelle de la durée des essais. La con-

ductivité thermique et de la chaleur spécifique volumique ont pu être estimés simultanément. Un seul essai a donc permis une caractérisation thermique complète de chaque matériau. Des séries d'essais conduits sur chaque matériau ont permis de constater que la méthode aboutissait à des estimations d'une précision globalement inférieure à 5% si on excepte l'estimation de la chaleur spécifique de l'EPS plus délicate et qui a montré une erreur relative moyenne plus importante (7%). Au regard des objectifs, ces résultats nous semblent très satisfaisant et pourraient peut-être être améliorés en optimisant le scénario de sollicitation des systèmes. Pour cela, on pourrait s'appuyer sur l'analyse des coefficients de sensibilité et choisir des dynamiques de chauffage adaptées en fonction de la gamme de matériau. L'épaisseur de chaque couche est également un paramètre qui pourrait également entrer dans la réflexion d'une conception optimale des expériences. Telle qu'elle est conçue, la méthode reste réservée aux matériaux homogènes. L'information est extraite de mesures ponctuelles qui ne peuvent pas intégrer les hétérogénéités que l'on rencontre dans certains matériaux du génie civil. L'utilisation de plusieurs capteurs pourrait apporter un élément de réponse mais alourdirait la mise en place expérimentale malgré l'aspect très peu intrusif de ces derniers.

Après avoir traité l'application à des matériaux stationnaires, nous avons abordé une autre problématique plus délicate. Des travaux dont certains ont par ailleurs été réalisés au laboratoire ont exploité la corrélation entre les propriétés thermophysiques d'un matériau évolutif et sa teneur en eau pour mettre au point une méthode indirecte du suivi de l'humidité. Le cas d'un sable fin avait en particulier déjà fait l'objet de travaux antérieurs au sein de l'équipe. Des relations empiriques reliant sa conductivité thermique ou sa chaleur spécifique à sa teneur en eau avaient été établies à cette occasion. Avant de passer au suivi d'un système évolutif, nous avons d'abord imaginé une configuration intermédiaire où un multicouche constitué de plusieurs épaisseurs de sable à quatre teneurs en eau différentes de 5, 10, 15 et 20% et séparées par un film étanche a été réalisé. Au milieu de chaque couche, un thermocouple a été inséré. Suivant le principe appliqué aux matériaux inertes, une sollicitation a été imposée sur une des faces de l'assemblage et les températures ont été enregistrées. Le même principe de traitement des données a été répété. En intégrant les relations de corrélation teneur en eau/ caractéristiques thermiques dans le schéma d'inversion, des estimations indirectes des quatre teneurs en eau ont pu être effectuées simultanément. Les résultats obtenus pour quatre essais ont été satisfaisants. D'une manière logique, plus on s'éloigne de la face sollicitée plus l'amplitude de variation de la température diminue et plus les incertitudes relatives de mesure augmentent entraînant une dégradation de la précision de l'estimation. Dans le cas de cette

expérience où l'on veut caractériser des couches de teneurs en eau uniforme, il n'est pas possible d'augmenter la puissance de sollicitation pour améliorer la précision des résultats. Cela pourrait provoquer des phénomènes de thermomigration qu'il conviendrait de bien maîtriser pour pouvoir améliorer la technique. La détermination de la teneur en eau de la couche la plus sèche pâtit également de la limite de validité des corrélations teneur en eau/propriétés thermiques.

Pour terminer nos travaux, nous avons souhaité aborder le cas complexe d'un échantillon monocouche dont la teneur en eau peut varier continument dans l'épaisseur et évoluer avec le temps. Il s'agit d'une configuration qui correspond au cas d'une paroi de bâtiment qui sur chacune de ses faces d'accès est soumise à des sollicitations thermohydriques variables. Sa teneur en eau varie dans l'espace et dans le temps. Ce problème est très important dans la pratique pour la gestion de la qualité de l'air intérieur d'un bâtiment et le suivi de l'évolution des propriétés thermiques des parois ainsi que leur durabilité. Nous avons choisi le béton cellulaire comme matériau support à cette première tentative. Il s'agit d'un matériau très hygroscopique et qui permet d'observer des dynamiques temporelles de variations de teneur en eau compatibles avec le calendrier de cette thèse. Une paroi de 10 cm d'épaisseur a été maçonnée. L'épaisseur de la paroi a été instrumentée de plusieurs capteurs de température. Partant d'un état quasi saturé, une expérimentation pendant une phase descendante de teneur en eau a pu être menée. Le séchage de la paroi soumise à un gradient de température variable a été observé par les enregistrements de températures. L'hypothèse d'une variation de la teneur dans l'épaisseur sous la forme d'une ligne brisée a été retenue. Le traitement des données a permis d'estimer la variation de cette ligne brisée pendant le temps d'essai. Les résultats obtenus sont tout à fait cohérents et semble ouvrir des perspectives très intéressantes. Ce premier essai doit être reproduit et d'autres conditions limites ou initiales doivent être testées. Il nous semble aussi évident à ce stade qu'il serait nécessaire de prendre en compte les transferts couplés de masse et de température pour développer une méthode de suivi des propriétés thermiques et de teneur en eau d'un matériau. Des travaux sont actuellement en cours dans ce sens au laboratoire.

Des applications sur sites sont également en cours. Des parois de bâtiments réels comportant des matériaux agrosourcés ont été instrumentées conformément à la méthode présentée dans ce travail. Les enregistrements débutent au moment de la rédaction de ce rapport. La méthode pourra permettre d'estimer des propriétés thermiques in situ et de mettre en évidence de potentielles modifications.

Références Bibliographiques

[1] WORLD POPULATION TO 2300. New York: United Nations; 2004. p. 240.
[2] Les industries de carrières et matériaux de construction en 2012. UNICEM; 2012. p. 2.
[3] Top 10 des plus grands groupes mondiaux du BTP. Batiactu; 2011.
[4] La réglementation thermique "Grenelle de l'environnement" RT2012 : analyse et solutions.: Schneider Electric; 2011. p. 53.
[5] PROTOCOLE DE KYOTO À LA CONVENTION-CADRE DES NATIONS UNIES SUR LES CHANGEMENTS CLIMATIQUES. United Nations; 1998. p. 23.
[6] RT2000 Réglementation Thermique 2000. CSTB.
[7] DIRECTIVE 2002/91/CE DU PARLEMENT EUROPÉEN ET DU CONSEIL. Bruxelles: Parlement Européen; 2002. p. 7.
[8] Loi n° 2005-781 du 13 juillet 2005 de programme fixant les orientations de la politique énergétique. 2005. p. 20.
[9] Les économies d'énergie dans le bâtiment. CSTB.
[10] Le Grenelle de l'environnement de 2007 à 2012. Paris: Ministère de l'Ecologie, du Développement durable et de l'Energie.
[11] Les économies d'énergie dans le bâtiment-Réglementation thermique 2012. CSTB.
[12] Objectifs européens 2020 et 2050. Ministère de l'Ecologie, du Développement durable et de l'Energie; 2010.
[13] Bal J-L, Chabot B. Les énergies renouvelables. État de l'art et perspectives de développement. Comptes Rendus de l'Académie des Sciences - Series IIA - Earth and Planetary Science. 2001;333(12):827-34.
[14] Reiter P. Réchauffement global : paludisme en Europe ? Ou, les leçons du passé pour comprendre le présent et entrevoir le futur. Journal de Pédiatrie et de Puériculture. 2004;17(3):160-75.
[15] Dubertret L. Peau et environnement. Comptes Rendus de l'Académie des Sciences - Series III - Sciences de la Vie. 2000;323(7):629-32.
[16] Swynghedauw B. Conséquences médicales du réchauffement climatique. La Presse Médicale. 2009;38(4):551-61.
[17] Lamarque J. Les Techniques Juridiques de Protection de l'Environnement en France. Science for Better Environment: Pergamon; 1977. p. 779-89.
[18] Dahan Dalmedico A, Guillemot H. Changement climatique : Dynamiques scientifiques, expertise, enjeux géopolitiques. Sociologie du Travail. 2006;48(3):412-32.
[19] Zbinden A, Souchet L, Girandola F, Bourg G. Communication engageante et représentations sociales : une application en faveur de la protection de l'environnement et du recyclage. Pratiques Psychologiques. 2011;17(3):285-99.
[20] Duong MH. Perspectives sur le changement climatique. Nature Sciences Sociétés. 2000;8(4):5-14.
[21] Vivien F-D. ≪ Les enjeux des négociations sur le climat. De Rio à Kyoto: pourquoi la convention sur le climat devrait intéresser ceux qui ne s'y intéressent pas ≫: Olivier Godard Futuribles, analyse et prospective, n∘ 224, octobre 1997, pp. 33–66. Nature Sciences Sociétés. 1998;6(4):74-5.
[22] Matarasso P. Évaluation intégrée et modélisation: Comment le changement climatique a transformé la conception que nous nous faisons des problèmes de décision. Annales des Ponts et Chaussées. 2003;2003(107–108):73-83.
[23] Schmidt-Lainé C, Pavé A. Environnement : modélisation et modèles pour comprendre, agir ou décider dans un contexte interdisciplinaire. Nature Sciences Sociétés. 2002;10, Supplement 1(0):5-25.
[24] Robert M, Saugier B. Contribution des écosystèmes continentaux à la séquestration du carbone. Comptes Rendus Geoscience. 2003;335(6–7):577-95.

[25] Elbariji S, Elamine M, Eljazouli H, Kabli H, Lacherai A, Albourine A. Traitement et valorisation des sous-produits du bois. Application à l'élimination des colorants industriels. Comptes Rendus Chimie. 2006;9(10):1314-21.
[26] Decroocq D. Économies d'énergie et émission de CO2 dans le traitement–utilisation des hydrocarbures. Comptes Rendus de l'Académie des Sciences - Series IIA - Earth and Planetary Science. 2001;333(12):797-810.
[27] Pérez-Lombard L, Ortiz J, Pout C. A review on buildings energy consumption information. Energy and Buildings. 2008;40(3):394-8.
[28] l'Energie MdlEdDded. chiffres clés du climat. paris2011. p. 44.
[29] J. Rouquerol DA, C. W. Fairbridge, D. H. Everett, J. M. Haynes, N. Pernicone, J. D. F. Ramsay, K. S. W. Sing, K. K. Unger. Recommendations for the characterization of porous solids (Technical Report). 1994. p. 1739-58.
[30] De Ponte F, Klarsfeld S. Conductivité thermique des isolants. Techniques de l'ingénieur Mesure des grandeurs thermophysiques. 2002;base documentaire : TIB544DUO(ref. article : r2930).
[31] Chaffar K. Thermographie active appliquée à la caractérisation in situ de parois de bâtiment. Béthune: Université d'Artois; 2012.
[32] Scoarnec V, HAMEURY J, HAY B, FILTZ J-R. Une nouvelle plaque chaude gardée de référence conçue pour la mesure de la conductivité thermique de matériaux solides à haute température. 14e Congrès international de métrologie. Paris, FRANCE2009.
[33] S. Quin GV, F. De Ponte, A. Lamberty. Certification of a Resin-Bonded Glass Fibre Board for Thermal Conductivity between -10°C and +50°C IRMM-440.: European Commission; 2000. p. 54.
[34] Frawley E. Thermal testing of innovative building insulations [Masters of Philosophy]. Dublin2009.
[35] Mavromatidis LE, Bykalyuk A, El Mankibi M, Michel P, Santamouris M. Numerical estimation of air gaps' influence on the insulating performance of multilayer thermal insulation. Building and Environment. 2012;49(0):227-37.
[36] Jannot Y. Théorie et pratique de la métrologie thermique Vandoeuvre: Laboratoire d'Energétique et de Mécanique Théorique et Appliquée; 2011. p. 112.
[37] Parker WJ, Jenkins RJ, Butler CP, Abbott GL. Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity, and Thermal Conductivity. Journal of Applied Physics. 1961;32(9):1679-84.
[38] Degiovanni A, Laurent M. Une nouvelle technique d'identification de la diffusivité thermique pour la méthode « flash ». Rev Phys Appl (Paris). 1986;21(3):229-37.
[39] Hay B, Filtz J-R, Batsale J-C. Mesure de la diffusivité thermique par la méthode flash. Techniques de l'ingénieur CND : méthodes surfaciques. 2004;base documentaire : TIB586DUO(ref. article : r2955).
[40] Romano N. Soil Moisture at Local Scale: Measurements and Simulations. Journal of Hydrology. (0).
[41] ASTM. D4442-92 standard test methods for direct moisture content measurement of wood and wood-base materials. American Society for Testing and Materials.; 1997.
[42] AFNOR. NF P 94-050 : Sols : reconnaissance et essais. Détermination de la teneur en eau pondérale des matériaux-Méthode par étuvage. 1995. p. 7.
[43] Dubois J, Paindavoine J-M. Humidité dans les solides, liquides et gaz. Techniques de l'Ingénieur l'expertise technique et scientifique de référence. 1982;base documentaire : TIATA(ref. article : P3760A):86.
[44] ADEME. Mesure de l'humidité des solides dans l'industrie. Angers: ADEME; 2000.
[45] Fellner-Feldegg H. Measurement of dielectrics in the time domain. The Journal of Physical Chemistry. 1969;73(3):616-23.

[46] Arsoy S, Ozgur M, Keskin E, Yilmaz C. Enhancing TDR based water content measurements by ANN in sandy soils. Geoderma. 2013;195–196(0):133-44.
[47] Topp GC, Davis JL, Annan AP. Electromagnetic determination of soil water content: Measurements in coaxial transmission lines. Water Resources Research. 1980;16(3):574-82.
[48] Černý R. Time-domain reflectometry method and its application for measuring moisture content in porous materials: A review. Measurement. 2009;42(3):329-36.
[49] Walker JP, Willgoose GR, Kalma JD. In situ measurement of soil moisture: a comparison of techniques. Journal of Hydrology. 2004;293(1–4):85-99.
[50] Frangi J-P, Richard D-C, Chavanne X, Bexi I, Sagnard F, Guilbert V. New in situ techniques for the estimation of the dielectric properties and moisture content of soils. Comptes Rendus Geoscience. 2009;341(10–11):831-45.
[51] Gaskin GJ, Miller JD. Measurement of Soil Water Content Using a Simplified Impedance Measuring Technique. Journal of Agricultural Engineering Research. 1996;63(2):153-9.
[52] Böhme B, Becker M, Diekkrüger B. Calibrating a FDR sensor for soil moisture monitoring in a wetland in Central Kenya. Physics and Chemistry of the Earth, Parts A/B/C. 2013;66(0):101-11.
[53] AIEA. Les sondes à neutrons et à rayons gamma: leurs applications en agronomie. deuxième édition ed. Vienne: AGENCE INTERNATIONALE DE L'ÉNERGIE ATOMIQUE; 2003.
[54] Bell JP, Hydrology Io. Neutron Probe Practice: Institute of Hydrology; 1987.
[55] Wang L, Qu J. Satellite remote sensing applications for surface soil moisture monitoring: A review. Front Earth Sci China. 2009;3(2):237-47.
[56] Ahmad A, Zhang Y, Nichols S. Review and evaluation of remote sensing methods for soil-moisture estimation. PHOTOE. 2011:028001--17.
[57] Jackson TJ, Cosh MH, Bindlish R, Starks PJ, Bosch DD, Seyfried M, et al. Validation of Advanced Microwave Scanning Radiometer Soil Moisture Products. Geoscience and Remote Sensing, IEEE Transactions on. 2010;48(12):4256-72.
[58] Brocca L, Hasenauer S, Lacava T, Melone F, Moramarco T, Wagner W, et al. Soil moisture estimation through ASCAT and AMSR-E sensors: An intercomparison and validation study across Europe. Remote Sensing of Environment. 2011;115(12):3390-408.
[59] Lakhankar T, Ghedira H, Temimi M, Sengupta M, Khanbilvardi R, Blake R. Non-parametric Methods for Soil Moisture Retrieval from Satellite Remote Sensing Data. Remote Sensing. 2009;1(1):3-21.
[60] Sawaf B, Ozisik MN, Jarny Y. An inverse analysis to estimate linearly temperature dependent thermal conductivity components and heat capacity of an orthotropic medium. International Journal of Heat and Mass Transfer. 1995;38(16):3005-10.
[61] Özişik N, Orlande HRB. Inverse Heat Transfer: Fundamentals and Applications. London: Taylor & Francis; 2000.
[62] O'Donnell JJ, O'Brien EJ. A new methodology for determining thermal properties and modelling temperature development in hydrating concrete. Construction and Building Materials. 2003;17(3):189-202.
[63] Huang C-H, Jan-Yuan Y. An inverse problem in simultaneously measuring temperature-dependent thermal conductivity and heat capacity. International Journal of Heat and Mass Transfer. 1995;38(18):3433-41.
[64] Dantas LB, Orlande HRB, Cotta RM. An inverse problem of parameter estimation for heat and mass transfer in capillary porous media. International Journal of Heat and Mass Transfer. 2003;46(9):1587-98.

[65] Kim S, Kim MC, Kim KY. Non-iterative estimation of temperature-dependent thermal conductivity without internal measurements. International Journal of Heat and Mass Transfer. 2003;46(10):1801-10.
[66] Yang C-y. Determination of the temperature dependent thermophysical properties from temperature responses measured at medium's boundaries. International Journal of Heat and Mass Transfer. 2000;43(7):1261-70.
[67] Antczak E, Defer D, Elaoami M, Chauchois A, Duthoit B. Monitoring and thermal characterisation of cement matrix materials using non-destructive testing. NDT & E International. 2007;40(6):428-38.
[68] Carpentier O, Defer D, Antczak E, Chauchois A, Duthoit B. In situ thermal properties characterization using frequential methods. Energy and Buildings. 2008;40(3):300-7.
[69] Defer D, Shen J, Lassue S, Duthoit B. Non-destructive testing of a building wall by studying natural thermal signals. Energy and Buildings. 2002;34(1):63-9.
[70] Lacarrière B, Trombe A, Monchoux F. Experimental unsteady characterization of heat transfer in a multi-layer wall including air layers—Application to vertically perforated bricks. Energy and Buildings. 2006;38(3):232-7.
[71] Gonçalves MRF, Bergmann CP. Thermal insulators made with rice husk ashes: Production and correlation between properties and microstructure. Construction and Building Materials. 2007;21(12):2059-65.
[72] Rodríguez NJ, Yáñez-Limón M, Gutiérrez-Miceli FA, Gomez-Guzman O, Matadamas-Ortiz TP, Lagunez-Rivera L, et al. Assessment of coconut fibre insulation characteristics and its use to modulate temperatures in concrete slabs with the aid of a finite element methodology. Energy and Buildings. 2011;43(6):1264-72.
[73] Alavez-Ramirez R, Chiñas-Castillo F, Morales-Dominguez VJ, Ortiz-Guzman M. Thermal conductivity of coconut fibre filled ferrocement sandwich panels. Construction and Building Materials. 2012;37(0):425-31.
[74] Jannot Y, Degiovanni A, Payet G. Thermal conductivity measurement of insulating materials with a three layers device. International Journal of Heat and Mass Transfer. 2009;52(5–6):1105-11.
[75] Ukrainczyk N. Thermal diffusivity estimation using numerical inverse solution for 1D heat conduction. International Journal of Heat and Mass Transfer. 2009;52(25–26):5675-81.
[76] Sambou V, Lartigue B, Monchoux F, Adj M. Thermal optimization of multilayered walls using genetic algorithms. Energy and Buildings. 2009;41(10):1031-6.
[77] Defer D. Théorie du signal appliquée à la caractérisation thermique et au controle non destructif des ouvrages in situ sous sollicitations aléatoires. Lille: L'université des sciences et techniques de Lille; 1994.
[78] Delacre E. Caractérisation thermique de matériaux poreux humides par anaylse inverse dans le domaine fréquentiel. Béthune: Université d'Artois; 2000.
[79] Chauchois A. Modèles d'ordres non entiers appliqués à la caractérisation thermique de milieux évolutifs par méthode inverse: cas d'un sol humide. Béthune: Université d'Artois; 2002.
[80] Xu Q, Solaimanian M. Modeling temperature distribution and thermal property of asphalt concrete for laboratory testing applications. Construction and Building Materials. 2010;24(4):487-97.
[81] Rahmanian I, Wang YC. A combined experimental and numerical method for extracting temperature-dependent thermal conductivity of gypsum boards. Construction and Building Materials. 2012;26(1):707-22.
[82] Gnip I, Vėjelis S, Vaitkus S. Thermal conductivity of expanded polystyrene (EPS) at 10°C and its conversion to temperatures within interval from 0 to 50°C. Energy and Buildings. 2012;52(0):107-11.

[83] Simões I, Simões N, Tadeu A. Thermal delay simulation in multilayer systems using analytical solutions. Energy and Buildings. 2012;49(0):631-9.
[84] Sumirat I, Ando Y, Shimamura S. Theoretical consideration of the effect of porosity on thermal conductivity of porous materials. J Porous Mater. 2006;13(3-4):439-43.
[85] Wu T. Formalisme des impédences thermiques généralisées. Application à la caractérisation thermique de parois de bâtiments. Béthune: Université d'Artois; 2011.
[86] Kersten MS. Thermal Properties of Soils: Minn., University of Minnesota; 1949.
[87] Gangadhara Rao M, Singh DN. A generalized relationship to estimate thermal resistivity of soils. Canadian Geotechnical Journal. 1999;36(4):767-73.
[88] Farouki OT. Thermal properties of soils. Hanover: U.S. Army Cold Regions Research and Engineering Laboratory; 1981. p. 151.
[89] Rogez J, Le Coze J. Mesure des températures Questions à se poser avant la mesure. Techniques de l'ingénieur Mesure de température. 2009;base documentaire : TIB542DUO(ref. article : r2516).
[90] VDI-GVC. VDI Heat Atlas: Springer; 2010.
[91] Abdallah M. Sur les méthodes de discrétisation numérique de problèmes hyperboliques non linéaires appliquées aux équations de Barré de Saint-Venant pour la modélisation de l'hydraulique en réseau d'assainissement 2005.
[92] Bianchi AM, Fautrelle Y, Etay J. Transferts thermiques: Presses polytechniques et universitaires romandes; 2004.
[93] Allaire G. Analyse numérique et optimisation: une introduction à la modélisation mathématique et à la simulation numérique: École polytechnique; 2005.
[94] Koko J. Calcul scientifique avec MATLAB: Outils MATLAB spécifiques, équations aux dérivées partielles: Ellipses Marketing; 2009.
[95] Rao SS. Engineering Optimization: Theory and Practice: Wiley; 2009.
[96] Bierlaire M. Introduction à l'optimisation différentiable: Presses polytechniques et universitaires romandes; 2006.
[97] Nelder JA, Mead R. A Simplex Method for Function Minimization. The Computer Journal. 1965;7(4):308-13.
[98] K. Madsen, H.B. Nielsen, Tingleff O. Methods for Non-Linear Least Squares problems. 2 ed. Lyngby: IMM Technical University of Denmark; 2004. p. 58.
[99] Snyman J. Practical Mathematical Optimization: An Introduction to Basic Optimization Theory and Classical and New Gradient-Based Algorithms: Springer; 2005.
[100] Levenberg K. A Method for the Solution of Certain Non-Linear Problems in Least Squares. Quarterly of Applied Mathematics. 1944;2:164-8.
[101] Marquardt DW. An algorithm for least-squares estimation of nonlinear parameters. Journal of the Society for Industrial and Applied Mathematics. 1953;11:431-41.
[102] Kanevce GH, Kanevce LP, Dulikravich GS. Simultaneous estimation of thermophysical properties and heat and mass transfer coefficients of a drying body. In: Tanaka M, Dulikravich GS, editors. Inverse Problems in Engineering Mechanics III. Oxford: Elsevier Science Ltd; 2002. p. 3-12.
[103] Mathworks. Nonlinear Least Squares (Curve Fitting). MathWorks; 2012.
[104] Hadamard J. Sur les problèmes aux dérivées partielles et leur signification physique. Princeton University Bulletin. 1902;13:49-52.
[105] Beck JV, Arnold KJ. Parameter estimation in engineering and science: Wiley; 1977.
[106] Daniel P, Denis M. Techniques inverses et estimation de paramètres. Partie 2. Techniques de l'ingénieur Mécanique physique. 2008;base documentaire : TIB110DUO(ref. article : af4516).

[107] Daniel P, Denis M. Techniques inverses et estimation de paramètres. Partie 1. Techniques de l'ingénieur Mécanique physique. 2008;base documentaire : TIB110DUO(ref. article : af4515).
[108] Jacques P. Estimateurs et tests d'hypothèses. Techniques de l'ingénieur Capteurs et méthodes de mesure. 1992;base documentaire : TIB419DUO(ref. article : r250).
[109] Morgenthaler S. Introduction à la statistique: Presses polytechniques et universitaires romandes; 2007.
[110] Gibbons JD, Pratt JW. P-Values: Interpretation and Methodology. The American Statistician. 1975;29(1):20-5.
[111] Johnson R, Kuby P. Elementary Statistics: Cengage Learning; 2011.
[112] Mathworks. Data Analysis / Descreptive Statistics. MathWorks; 2014.
[113] Prouvost P. Instrumentation et régulation - en 30 fiches: en 30 fiches: Dunod; 2010.
[114] Ichinose N, Kobayashi T. Guide pratique des capteurs: Masson; 1990.
[115] ASTM. Manual on the Use of Thermocouples in Temperature Measurement: ASTM; 1981.
[116] Bert J. Physique des capteurs : étude théorique et expérimentale. Paris: Belin; 1982.
[117] Gatt P. Cours : Capteurs de température. Toulon: CIRA83.
[118] Pierre T. Fluxmètres thermiques. Techniques de l'ingénieur Mesure des grandeurs thermophysiques. 1996;base documentaire : TIB544DUO(ref. article : r2900).
[119] Thery P, Duthoit B, Pauquet J. Propriétés thermoélectriques des systèmes à deux couches minces superposées. Application à la mesure des flux thermiques. Rev Phys Appl (Paris). 1980;15(3):741-7.
[120] Herin P, Thery P. Measurements on the thermoelectric properties of thin layers of two metals in electrical contact. Application for designing new heat-flow sensors. Measurement Science and Technology. 1992;3(5):495.
[121] Oter-Duthoit LUdsetdL. Application des méthodes de la théorie des systèmes à la simulation de l'évolution des flux thermiques sur les faces d'entrée et de sortie d'une paroi multicouche. [S.l.]: [s.n.]; 1985.
[122] Güths S. Anémomètre à effet peltier et fluxmètre thermique. Conception et réalisation. Application à l'étude de la convection naturelle. Béthune: Université d'Artois; 1994.
[123] Laurent JP. Contribution à la caractérisation thermique des milieux poreux granulaires : Optimisation d'outils de mesure "in-situ" des paramètres thermiques. Application à l'étude des propriétés thermiques du matériau terre. Grenoble1986.