CHAPITRE 2 :

Matériels et méthodes

MCours.com

Introduction :

Après avoir vu dans le premier chapitre, les différents types de matériaux utilisés dans les dispositifs solaire à effet de serre au regard de leur nuances, structures et propriétés, nous développerons maintenant les différentes méthodes de caractérisation du matériau d'étude : composition chimique, émissivité, conductivité thermique, diffusivité thermique, masse volumique et nous présenterons les résultats des tests d'exposition solaire : les différentes températures et l'éclairement solaire. Nous finirons par relater les différentes techniques expérimentales utilisées pour la caractérisation physico-chimique du vieillissement des échantillons du matériau d'étude, en l'occurrence, la diffraction des rayons X (DRX), la microscopie électronique à balayage (MEB), la spectrométrie à dispersion d'énergie (EDX) couplée au MEB, l'analyse thermique, l'UV-visible du solide et l'infra-rouge à transformée de Fourier (FTIR). Ces techniques d'analyse vont nous permettre d'évaluer les propriétés structurales et texturales de notre matériau d'étude.

I. Choix du matériau d'étude

Il est toujours nécessaire, dans toute conception de produit industriel, de choisir le matériau dans lequel l'objet sera réalisé et le procédé utilisé pour sa réalisation. Ce choix est à la fois crucial et difficile. Crucial car de lui dépend la performance de la conception et sa viabilité économique, difficile en raison à la fois de la diversité des matériaux et des procédés possibles, et de la variété des requêtes exigées par la conception. On estime à 60 000 le nombre de matériaux disponibles et à environ 6 000 le nombre de procédés possibles. Il est impensable que le concepteur soit familier avec plus qu'une petite fraction de cette immense diversité, et la difficulté du choix des matériaux tient en partie à cet hyper choix des matériaux. Mais, par ailleurs, la variété des requêtes et leurs caractères souvent contradictoires viennent ajouter, à la complexité liée à la multitude des possibilités, celle liée à la difficulté d'énoncer de façon objective les performances recherchées et, plus encore peut-être, celle liée à la difficulté de gérer un choix multicritère. Il est donc clairement utile, pour pouvoir se guider efficacement dans la variété des choix possibles, de disposer d'une procédure systématique pour sélectionner le procédé et le matériau le mieux adapté pour réaliser un dispositif énergétique à effet de serre. Cette procédure systématique doit être suffisamment générale pour pouvoir être appliquée à des conceptions très variées en prenant comme exemple les dispositifs du solaire thermique allant du capteur solaire, du distillateur solaire et pourquoi pas aux pompes à chaleur ou aux systèmes de stockage de la chaleur, et suffisamment transparente pour que l'utilisateur en garde la maîtrise, puisse intervenir au cours de la procédure de sélection et laisser agir sa créativité, son imagination et sa propre expérience. La

question paradigmatique de la sélection des matériaux consiste à définir un indice de performance qui permette de comparer objectivement deux matériaux aussi différents, et de choisir entre eux en fonction des autres requêtes de la conception. La méthode de sélection en elle-même doit être suffisamment simple et flexible pour que le concepteur puisse la mettre en œuvre par quelques rapides calculs mais, pour pouvoir choisir efficacement parmi un grand nombre de matériaux et de procédés, il est naturel d'avoir recours à des banques de données et à des logiciels d'aide à la sélection. Il existe de nombreux ouvrages traitant de la conception des produits industriels et de la sélection des matériaux [1-6]. Cette sélection-là, qui s'appuie sur l'évaluation précise des coûts, des délais de fabrication, de la dépendance vis-à-vis d'un seul fournisseur qu'il est bon d'éviter, est une question souvent autant économique que technique.

1.1 Problématique sur la conception du dispositif à effet de serre :

Le point de départ de la conception d'un produit industriel est une idée innovante ou un besoin du marché. L'étape ultime correspond à toutes les spécifications qui rendent la réalisation du produit possible (colonne centrale de la **figure 1**).Il est impératif de définir précisément dès le départ le besoin à satisfaire (sous la forme d'un énoncé du type il nous faut réaliser une pièce qui remplit telle fonction). Les traités classiques de conception [2] insistent sur la nécessité d'une spécification de la fonction indépendamment de toute solution remplissant cette fonction, cette précaution ayant pour but d'éviter les limitations qui pourraient résulter d'idées préconçues. Dans notre étude, nous allons faire le choix de matériaux absorbeurs de chaleur afin de les tester dans des dispositifs à effet de serre.



Figure 1 : Les différentes étapes de la conception.

La démarche de conception consiste ensuite à développer des concepts qui peuvent potentiellement remplir la fonction demandée. À cette étape de la conception, toutes les

options demeurent ouvertes, et le concepteur se doit d'envisager tous les concepts possibles et toutes leurs combinaisons. À l'étape suivante, chaque concept est analysé à un niveau d'approximation qui permet de déterminer grossièrement la taille des dispositifs à effet de serre au niveau de notre laboratoire, les contraintes mécaniques auxquelles elles sont soumises, les températures et environnements dans lesquels elles doivent fonctionner ses dispositifs. À cette étape, le concepteur doit sélectionner les classes de matériaux qui peuvent éventuellement être utilisés dans ces conditions : Dans notre cas, nous avons les métaux, les polymères, le verre et le bois. Le concepteur passe ensuite de ce schéma de faisabilité à une étape de conception détaillée dans laquelle les spécifications de chaque élément sont précisées. Les composants critiques sont alors analysés en détail (du point de vue mécanique et thermique), et enfin un choix définitif de la forme et des matériaux adaptés est arrêté. L'aspect production et coût est alors analysé et cela conduit à clore la démarche de conception par des spécifications de production. Cette démarche de conception se décline quelque peu différemment si l'on a affaire non pas à une conception originale qui démarre pour ainsi dire de rien, mais à une conception adaptative, ou à une conception de variation qui, toutes deux, partent d'un produit déjà existant.

➤ La conception originale implique une idée nouvelle ou un nouveau principe de fonctionnement. Dans cette démarche de conception, il est impératif de réfléchir avec le maximum de latitude, d'envisager toutes les solutions possibles et de choisir, par une démarche rationnelle, la meilleure d'entre elles. Cette largeur de vue doit aussi s'appliquer au choix des matériaux. De nouveaux matériaux peuvent rendre possibles des conceptions originales, par exemple le silicium de haute pureté a rendu possible le transistor, le verre de haute pureté la fibre optique. Quelquefois, le nouveau matériau suggère le nouveau produit, d'autres fois le nouveau produit exige le développement de nouveaux matériaux. Par exemple, la technologie des turbines de réacteurs est aujourd'hui motrice dans le développement des céramiques ou des composites à matrice métallique.

➤ La conception de variation concerne un changement de taille ou une amélioration de détail sans que la fonction ou son principe de réalisation soit modifié. Par exemple, la conception de réservoirs de plus grande taille impose le choix de nouveaux matériaux : Les bateaux de petite taille sont réalisés en fibre de verre, alors que les bateaux de taille importante sont en acier.

> Dans notre cas, la conception adaptative part d'un concept déjà existant et recherche une amélioration incrémentale en raffinant le principe de fonctionnement. Ce type de conception est rendu possible par le développement des matériaux : les polymères ont remplacé les métaux dans les objets électroménagers, la fibre de carbone le bois dans les objets pour le sport. Des marchés entiers peuvent être gagnés (ou perdus) selon l'usage que le manufacturier fait des matériaux classiques et des nouveaux matériaux.

Aux différentes étapes de la conception, la sélection des matériaux et des procédés se pose en des termes différents (**figure 1**) ; il est donc impératif de se poser cette question tout au long de la procédure de conception, faute de quoi l'on risque de se voir imposer une solution à moindre performance parce que l'on n'a pas envisagé les différentes conceptions qu'un autre choix de matériau eût rendu possible. Le choix des matériaux et des procédés pour la conception du dispositif à effet de serre se doivent idéalement d'être interactifs, ce qui suggère l'utilisation de données sur le matériau choisi qui seront caractérisées.

1.2 Choix du matériau fonctionnel :

Le choix des matériaux repose essentiellement sur l'application à laquelle ils sont destinés et le procédé grâce auquel ils seront mis en œuvre, il importe avant tout de brosser deux rapides panoramas [3] : l'un, des grandes classes de matériaux et des propriétés génériques qui les caractérisent, l'autre, des principales filières de procédés permettant, à partir de ces matériaux, l'obtention des produits finis.

Ces deux revues débouchent naturellement sur des inventaires plus détaillés des propriétés d'usage des matériaux, des caractéristiques des procédés ainsi que des interactions obligées entre un matériau, le produit auquel il est destiné et le procédé de mise en œuvre utilisé. Les propriétés physiques des matériaux à l'état solide, qu'elles soient mécaniques, électriques, optiques ou thermique peuvent s'étendre sur plusieurs décades. La plupart de ces propriétés dépendent très fortement du type d'interaction entre atomes ou molécules qui assurent leur cohésion. Ces liaisons interatomiques conditionnent en effet, dans une large mesure, la structure de la matière à l'échelle atomique ou moléculaire, structure dont la cristallographie et les défauts ont des conséquences capitales sur les caractéristiques physico-chimiques et mécaniques du matériau. Il est donc raisonnable, dans l'optique d'une sélection de ces matériaux, de les classer en fonction de ces différents types de liaisons chimiques. Rappelons que, en fonction de leur position dans la classification périodique de Mendeleïev, les espèces chimiques constitutives d'un matériau peuvent établir entre elles :

• des liaisons fortes, à caractère métallique, ionique ou covalent ; elles sont présentes à l'intérieur des édifices moléculaires, dans les édifices cristallins et les solides amorphes ;

• des liaisons faibles, à caractère électrostatique hétéropolaire intrinsèque ou induit ; ce sont elles qui assurent la cohésion intermoléculaire des solides constitués de la juxtaposition de plusieurs molécules. Notre choix a porté sur le matériau polymère semi-cristallin **polyéthylène** (**PE**) sous forme d'un film noir pour les causes suivantes :

- Technique : Le matériau PE noir comporte du noir de carbone qui lui permet d'augmenter de manière considérable cette tenue aux UV. Ainsi, le PE noir a une remarquable stabilité au vieillissement. Sa grande souplesse lui permet de bien résister au gel. Le matériau PE :

 \checkmark se prête à la déformation due au gel puis reprend sa forme initiale au dégel,

 \checkmark peut supporter des températures allant de -40°C à 110 °C,

✓ apporte une résistance thermique très importante

✓ sous l'effet d'une variation de température, le PE aura tendance à se dilater ou se rétracter.

Commerciale : Le polyéthylène basse densité, utilisée dans cette étude, est fabriqué au complexe pétrochimique de Skikda en Algérie. Le film commercial de polyéthylène basse densité (PEBD) 117 µm environ.

- Chimique : Le PE a une bonne tenue chimique et il résiste aux sels, aux acides et aux alcalis en solutions aqueuses diluées. De nombreux solvants peuvent être acceptés jusqu'à 50°C. Il résiste à des fluides ayant des valeurs de PH pouvant aller de 1,15 à 14. Le PE présente l'avantage d'être totalement inerte chimiquement pour les plages de températures conventionnelles. Ainsi, son utilisation garantit une pérennité maximale à son utilisation et à son dimensionnement.

II. Caractérisation du matériau d'étude :

Dans ce paragraphe, nous nous intéresseront aux différentes méthodes de caractérisation du matériau d'étude : composition chimique, émissivité, conductivité thermique, diffusivité thermique, masse volumique.

2.1 Composition chimique :

Nous récapitulons quelques propriétés intrinsèques au film noir en PE dans le tableau 2.1.

Propriétés	Unité	Valeur
Densité [*]		$0,943 \pm 0,001$
Température de fusion ^{**}	°C	$127,6 \pm 0,1$
Taux de cristallinité ^{**}	%	40 ± 2
Masse molaire moyenne en poids ^{***}	Kg / mol	220
Module d'élasticité****	Мра	345 ± 50
Température de transition vitreuse	°C	- 110
Coefficient de dilatation	\mathbf{K}^{-1}	$2 \cdot 10^{-4}$

Tableau 2.1 : Propriétés intrinsèques au film noir en PE

* données issues de Richaud et al. [7].

** Mesuré par calorimétrie différentielle à balayage avec une vitesse de montée en température de 10°C/min sous atmosphère inerte.

*** Mesuré par chromatographie d'exclusion sphérique à 135°C dans le 1, 2, 4 trichlobenzène.

2.2 Emissivité :

L'émissivité dépend d'un grand nombre de facteurs, tels que la composition chimique du matériau, de l'état de surface et de la température, or il n'existe pas de loi générale prédictive permettant d'obtenir l'émissivité d'un matériau donné en fonction de ces facteurs. Généralement, pour le même matériau et aux mêmes conditions de mesure, on trouve dans la littérature, des recueils de valeurs d'émissivité qui sont le plus souvent dispersées. Il existe deux types de méthodes de mesure de l'émissivité : les méthodes radiométriques et les méthodes calorimétriques. Les méthodes calorimétriques sont très précises mais difficilement applicables à des mesures de terrain. Parmi les nombreuses méthodes radiométriques, on distingue les méthodes directes et indirectes. La méthode directe consiste à mesurer le flux émis par une surface (figure 2-a). La méthode indirecte consiste à éclairer la surface à caractériser et à mesurer le flux réfléchi par celle-ci (figure 2-b). L'émissivité s'obtient en utilisant les lois de Kirchhoff. Lorsque l'on effectue des mesures directes à température ambiante, le rayonnement réfléchi peut masquer le rayonnement émis par la surface du matériau. En fait, ces deux flux sont du même ordre de grandeur. Si la réflectivité de la surface est élevée, le flux réfléchi peut même devenir supérieur au flux émis. Ainsi, la méthode directe nécessite de chauffer le matériau à caractériser de manière à augmenter la part de flux émis. Ceci rend la méthode inutilisable sur le terrain pour la caractérisation de surfaces des dispositifs solaires par exemple, car elle nécessite de posséder un échantillon dont on peut contrôler et connaître la température de surface. Une méthode indirecte est utilisable sur le terrain, mais la problématique liée à la difficulté de différenciation d'un flux émis et d'un flux réfléchi demeure. L'utilisation de méthodes basées sur une modulation en température [8, 9] permet de différencier ces deux flux. La méthode indirecte modulée est donc la seule méthode permettant des mesures in-situ sur des matériaux des dispositifs à effet de serre à température ambiante. La surface à étudier est éclairée de manière isotrope à l'aide d'une source dont la température est modulée autour de la température ambiante (figure 2-c). Dans le cas où le matériau à caractériser est opaque, où la température moyenne de la source est proche de la température de la surface de l'échantillon et où la surface de la source peut être considérée comme grise dans la bande de longueur d'onde de mesure, les lois de Kirchhoff permettent d'établir une relation entre l'émissivité directionnelle ε et la réflectivité

hémisphérique directionnelle ρ° 'du matériau : $\mathcal{E}' + \rho^{\circ} = 1$ (1)



Figure 2 : Principes de mesure de l'émissivité par méthodes radiométriques

Nous proposons une méthode directe de mesure de l'émissivité totale de matériaux sur une gamme de température autour de l'ambiante. La méthode repose sur la modélisation de température de l'échantillon étudié et le traitement du signal infrarouge issu de la surface de l'échantillon. La précision absolue atteinte sur l'émissivité est de l'ordre du pour-cent. La méthode utilisée dans cette étude permet une mesure de la réflectivité hémisphériquedirectionnelle et le calcul de l'émissivité de la surface en utilisant un émissomètre portable.

2.2.1 Structure et fonctionnement de l'émissomètre portable :

Le premier appareillage transportable de mesure d'émissivité développé au Centre d'Etude et de Recherche en Thermique, Environnement et Systèmes CERTES, de l'Université Paris-Est Créteil - Val de Marne, a été initialement conçu pour la caractérisation de l'émissivité de revêtements de chaussée [10, 11]. Ces revêtements possèdent en général une émissivité élevée comme la plupart des matériaux rencontrés dans le bâtiment [12].

L'appareillage actuel (**figure 3**) a été conçu pour une utilisation plus aisée sur le terrain et pour permettre un meilleur contrôle du fonctionnement de la source infrarouge ; il permet par ailleurs de réaliser des mesures d'émissivité dans différentes bandes de longueur d'onde du fait que le détecteur optique peut être remplacé très aisément. A ce jour, deux bandes de longueur d'onde sont accessibles : $1 - 20 \ \mu m$ d'une part et $8 - 14 \ \mu m$ d'autre part (**figure 4**). La bande 1- $20 \ \mu m$ permet d'obtenir une valeur d'émissivité que l'on peut considérer comme totale puisqu'une surface à température proche de l'ambiante émet 74 % de son rayonnement dans cette bande. La bande $8 - 14 \ \mu m$ permet de disposer de valeurs d'émissivité dans la bande de longueur d'onde correspondant au domaine de sensibilité des caméras thermiques dites ondes longues. Toutes les caméras portables du commerce à vocation maintenance fonctionnent dans cette bande de longueur d'onde. Si la surface étudiée a un comportement très éloigné de celui d'un corps gris, il est possible que les valeurs d'émissivité dans ces deux bandes soient très différentes.



Figure 3 : Photographie de l'émissomètre Portable



Figure 4 : Rayonnement d'un corps noir à 300 K et bandes de longueur d'onde utilisées

Description de l'appareillage : L'émissomètre conçu et réalisé est composé de trois blocs principaux (**figures 3 et 5**) : une source infrarouge, un dispositif optique de mesure du flux réfléchi, une chaîne de contrôle et d'acquisition pilotée par ordinateur.





La source infrarouge est constituée d'un cube de dix centimètres de côté intérieur, en Duralumin, ouvert sur la face inférieure (**figure 6-a**). Les parois intérieures sont recouvertes d'une peinture très émissive ($\varepsilon = 0.97$). Quatre éléments à effet Peltier sont fixés sur chacune des faces extérieures du cube. Chaque Peltier est équipé d'un dissipateur thermique pour évacuer la chaleur générée par effet Joule. Les 20 éléments Peltier sont branchés en série et alimentés par un amplificateur de puissance Basse Fréquence. Cet amplificateur est commandé analogiquement par un ordinateur afin d'obtenir une température de source modulée. La portion de flux réfléchi par l'échantillon est proportionnelle à la réflectivité ρ de celui-ci. Le système optique, constitué d'une lentille en ZnSe et d'une thermopile, permet de mesurer le flux réfléchi dans une direction précise. Le montage optique utilisé est du type 2f-2f (**figure 5**). La thermopile utilisée est une thermopile DEXTER modèle 1M. Ce composant mesure le flux absolus avec une grande détectivité et un encombrement réduit. Suivant le

domaine de longueur d'onde choisi, on utilise une thermopile large bande ou bien une thermopile fenêtrée (8-14 μ m). Ces capteurs sont amovibles et permettent donc de réaliser des mesures dans deux bandes de longueur d'onde (**figures 6-b et 6-c**).



(a) Intérieur du cube (Avant peinture)



(b) Thermopiles utilisées



(c) Emplacement des capteurs sur la tête optique de mesure

Figure 6 : Différentes vues de l'émissomètre

Le signal généré par la thermopile est amplifié à l'aide d'un amplificateur faible bruit de gain 1000, puis conditionné grâce à un module de conditionnement Analog Device 5B30. Un filtre passe-bas de fréquence de coupure égale à 4Hz élimine le bruit en haute fréquence. La température instantanée de la source est mesurée à l'aide de cinq thermocouples de type K (un par face du cube). Ces thermocouples sont reliés à des modules de conditionnement Analog Device 5B37, qui amplifient et linéarisent le signal électrique issu des thermocouples en un signal analogique compris entre 0 et 5 Volts. Les signaux provenant de la thermopile et du thermocouple sont ensuite enregistrés à l'aide d'une carte d'acquisition. L'ensemble du dispositif est piloté par une application LabView TM. La géométrie de la source infrarouge permet d'assurer un éclairement s'approchant du cas d'une source hémisphérique. Les dimensions choisies permettent d'éclairer une surface étendue de 100 cm. Par ailleurs, le montage optique choisi permet également de récupérer le flux réfléchi sur une surface de quelques dizaines de cm². Ceci permet de s'affranchir de variations locales d'émissivité et donc d'obtenir une valeur moyenne sur une zone de surface très supérieure à la taille des inhomogénéités du matériau étudié. En effet, la plupart des matériaux des dispositifs à effet de serre sont par essence très hétérogènes ou poreux et présentent souvent par ailleurs une surface de rugosité élevée avec des cavités de taille millimétrique ou centimétrique. Il est donc important de s'assurer que l'appareillage possède une surface d'analyse supérieure à celle de ces hétérogénéités.

2.2.2 Protocole de mesure :

L'amplitude de la modulation de température et la fréquence de modulation sont modifiables. Des études précédentes ont permis de déterminer que l'utilisation d'une fréquence de modulation égale à 12,5 mhz constituait un bon compromis assurant un rapport signal sur bruit satisfaisant et une durée de mesure de l'ordre de 15 minutes **[11, 12]**. Donc, les mesures qui seront présentées par la suite ont été effectuées en utilisant une fréquence de modulation de 12,5 mhz, soit une période de 80 s. L'amplitude crête-à-crête de la modulation de température de la source infrarouge est de l'ordre de 4 °C. Chaque mesure d'émissivité est déterminée à partir d'enregistrements effectués sur 12 périodes du signal modulé. La fréquence d'échantillonnage utilisée est égale à 1 Hz.

2.2.3 Détermination de l'émissivité :

 \checkmark Traitement des données : Après acquisition des données, on dispose de deux signaux temporels T(t) et U(t) enregistrés sur un nombre entier de périodes. Une correction de la dérive par interpolation polynômiale permet d'obtenir des signaux à valeur moyenne nulle. Un calcul de la transformée de Fourier complexe permet ensuite d'obtenir les amplitudes de température de la source ΔT et de tension mesurée par la thermopile ΔU à la fréquence de modulation fixée par l'utilisateur. Cette procédure est illustrée sur la figure 7 pour la température de la source et sur la figure 8 pour la tension de la thermopile. Le cas présenté ici est celui de la caractérisation d'une surface en bois contre-plaqué recouverte du film polymère en PE étudié. On peut remarquer sur la figure 8 (d) que la modulation du signal réfléchi mesuré par la thermopile est nettement visible et ce malgré le fait que seulement 7 % du taux émis par la source est réfléchi dans ce cas présent. La figure 8 (c) montre que le pic centré autour de 12,5 mhz correspondant au signal délivré par la thermopile à la fréquence de modulation de la source se distingue très nettement du bruit de mesure. Ceci permet à l'appareil de distinguer des surfaces d'émissivité proches même lorsque celles-ci ont un comportement très émissif.



Figure 7 : Mesure et traitement de la température de la source : (a) Mesure brute, (b) mesure brute et polynôme d'interpolation permettant la correction de la dérive, (c) FFT du signal de température corrigé, (d) signal de température corrigé (sans dérive)



Figure 8 : Traitement de la tension mesurée par la thermopile :
(a) Mesure brute, (b) mesure brute & polynôme d'interpolation permettant la correction de la dérive, (c) FFT du signal corrigé, (d) tension corrigée (sans dérive)

✓ Calcul de l'émissivité : L'émissivité ε est obtenue grâce à la relation [10, 11] :

$$\varepsilon = 1 - K \cdot \frac{\left| \widetilde{U} \right|}{\left| \widetilde{T}_{s}^{4} \right|} \tag{2}$$

 $\begin{aligned} & \operatorname{Ou} \left| \widetilde{U} \right| \text{ est l'amplitude de tension délivrée par la thermopile à la fréquence de modulation} \\ & \left| \widetilde{U} \right| = \Delta U \;), \left| \widetilde{T}_{s}^{4} \right| \text{ est l'amplitude de la température absolue de la source élevée à la puissance 4 à la fréquence de modulation et K est une constante d'étalonnage déterminée à l'aide d'une mesure préalable sur un échantillon d'émissivité connue. La valeur d <math>\left| \widetilde{T}_{s}^{4} \right| \text{ est déterminée à partir de la relation suivante [11]:} \\ & \left| \widetilde{T}_{s}^{4} \right| = 8 \cdot T_{moy} \cdot \Delta T \cdot \left(T_{moy}^{2} + \Delta T^{2} \right) \end{aligned}$

Où T_{moy} est la température moyenne absolue de la source pendant la mesure.

La constante d'étalonnage K est calculée à partir de **[10, 11]** : $K = (1 - \varepsilon_{réf}) \cdot \frac{|\tilde{T}_s^4|}{|\tilde{U}_{réf}|}$ (4)

Où $\varepsilon_{réf}$ est l'émissivité de l'échantillon de référence et $|\tilde{T}_s^4|$ et $|\tilde{U}_{réf}|$ sont calculées à partir de mesures d'amplitude de température de la source et de tension de la thermopile lors de la mesure sur la surface de référence.

L'échantillon de référence utilisé est une feuille d'Aluminium rugueux d'émissivité égale à 0,063 **[13]**. Des tests préliminaires ont permis de montrer qu'il est préférable d'étalonner l'appareil à l'aide d'une surface très réfléchissante afin d'augmenter le rapport signal sur bruit, même si les émissivités à mesurer sont le plus souvent proches de l'unité dans le cas de la plupart des matériaux des dispositifs à effet de serre **[10]**. En outre, certaines surfaces sont utilisées comme surfaces de contrôle permettant de vérifier le bon fonctionnement de

l'appareil. Deux surfaces sont utilisées en routine : Une surface en alumine de pureté égale à 99,7 % d'émissivité égale à 0,76 [11] et une surface en PVC lisse recouverte d'une peinture noire Nextel Velvet 811-21 d'émissivité égale à 0,97 [14, 10, 11].

✓ *Résultats des mesures de l'émissivité* : On présente les résultats obtenus pour le matériau étudié, le film polymère en PE, dans les deux bandes de longueur d'onde disponibles à ce jour. Les résultats sont présentés dans le **tableau 2.2**. Les valeurs ont été obtenues après étalonnage sur une feuille d'aluminium rugueux comme présenté précédemment, en considérant la même valeur d'émissivité dans les deux bandes de mesure. Les mesures ont été réalisées à température ambiante $(21^{\circ}C \pm 3^{\circ}C)$ au sein du CERTES. La température moyenne de la source infrarouge pendant les mesures varie entre 25°C et 30°C. Ce point est important puisqu'il faut s'assurer, pour que la relation 2 soit toujours valide pour des grandeurs totales, que la température de l'échantillon et de la source soient proches l'une de l'autre **[10, 11]**. Les résultats obtenus sont réunis dans le **tableau 2.2**.

Tableau 2.2 : Résultats de mesure de l'émissivité

Valeur de l'émissivité		In contitudo tuno composóo	In contitudo álongio	
8 - 14 μm	1-20 μm	incertitude type composee	incertitude etargie	
0,98	0,97	0,004	0,007	

On note systématiquement une valeur d'émissivité légèrement plus élevée dans la bande 8-14 μ m que dans la bande 1-20 μ m. Néanmoins, ces résultats ont permis de montrer la faisabilité des mesures dans une bande de longueur d'onde plus réduite, tout en conservant un rapport signal sur bruit satisfaisant pour la caractérisation de surfaces à forte émissivité. Il est toutefois nécessaire de rappeler que certains des matériaux utilisés dans les dispositifs à effet de serre possèdent des émissivités faibles, cas des aciers par exemple. L'appareil a donc été conçu pour pouvoir mesurer des émissivités quelconques.

2.3 Masse volumique :

La méthode choisie pour la caractérisation de la masse volumique est celle du pycnomètre. Les mesures sont réalisées avec une balance et un pycnomètre pour des petites quantités (de 1 à 4 g) pour le film polymère en PE. Le pycnomètre utilisé est muni d'un capillaire marqué qui permet de mesurer un volume très précis. On pèse le pycnomètre vide (m_0) à l'aide d'une balance de précision, ensuite, On pèse le pycnomètre + l'échantillon (m_0+m). Après, on immerge l'échantillon jusqu'aux limites du pycnomètre placé dans un bain thermostaté, on pèse alors l'ensemble (m_0+m+m_2). Ensuite, le pycnomètre rempli du liquide d'immersion après dégazage (eau distillée) est pesé (m_0+m_1). Après avoir déterminé chaque masse, on obtient la

masse volumique de l'échantillon grâce à :

$$\rho = \frac{m \times \rho_{eau}}{m_1 - m_2} \tag{5}$$

Où ρ_{eau} est la masse volumique de l'eau. L'incertitude sur de la masse volumique de l'échantillon ρ est aussi calculée.

La masse volumique du film polymère en PE a été caractérisée en utilisant un pycnomètre et, après mesure, on trouve $\rho_{PE} = (0.929 \pm 0.01)$ g.cm⁻³.

2.4 Conductivité thermique et diffusivité thermique :

Nous proposons une méthode de mesure permettant la caractérisation simultanée de la conductivité thermique (\mathbf{k}) et de la diffusivité thermique (\mathbf{a}) d'un échantillon du film polymère en PE à température ambiante. Nous présentons le dispositif de mesure ainsi que le traitement du signal mesuré et le principe de la méthode d'identification mise en œuvre pour la détermination de \mathbf{k} et \mathbf{a} et enfin les résultats obtenus expérimentalement.

2.4.1 Dispositif expérimental :

Le montage réalisé est un dispositif conçu au centre de recherche en thermique énergétique et systèmes (*CERTES*) [14]. La méthode adoptée consiste à moduler la température de l'échantillon et à mesurer les variations de température sur chacune de ses faces. Les mesures sont effectuées sous vide (pression < 10^{-4} mbar) pour réduire les pertes par convection sur les faces latérales. Le dispositif comporte :

- un porte échantillon, une enceinte à vide reliée à un groupe de pompage,
- une source d'excitation, un système de contrôle et d'acquisition.

✓ Porte Échantillon : Un échantillon parallélépipédique est inséré entre deux plaques métalliques (figure 9).



Figure 9 : Dispositif expérimental de mesure des paramètres thermophysiques

Une graisse thermo-conductrice est appliquée sur les surfaces de contact afin de réduire au maximum les résistances de contact. Une graisse silicone chargée avec un oxyde métallique, de conductivité thermique proche de 1 W.m⁻¹.K⁻¹ a été choisie. La plaque d'entrée est soumise à une excitation thermique périodique. La température est mesurée à l'aide de thermocouples **104**

de type K (Chromel-Alumel) insérés dans les deux plaques métalliques à une profondeur de 2 cm. Une contreplaque en duralumin supporte le bloc de mesure qui comporte la plaque métallique d'entrée, l'échantillon, la plaque métallique de sortie et le Peltier. De la graisse thermique est disposée entre la contreplaque et le bloc de mesure. La dissipation du flux de chaleur est assurée via un serpentin rempli par un fluide caloporteur se trouvant sur la face arrière de la platine en laiton.

✓ Source d'excitation : La source d'excitation est un bloc Peltier (*Marlow Industries, modèle DT12-6*). Il assure la modulation en température de l'échantillon qui est pris en sandwich entre les deux plaques métalliques d'entrée et de sortie. Le bloc Peltier est composé de plusieurs éléments qui se comportent comme plusieurs résistances électroniquement en série et thermiquement en parallèle. L'ensemble se trouve à l'intérieur de deux plaques de céramique. Lorsque le Peltier est alimenté par un courant électrique, il produit un écart de température entre les deux faces des plaques de céramique qui est lié au flux thermique transversal. La direction du flux est donnée par le sens de déplacement des porteurs majoritaires. L'effet Peletier engendre un dégagement de chaleur proportionnel à la puissance électrique injectée. La tension d'alimentation imposée pour le Peltier est une somme de 5 sinusoïdes de fréquences multiples de la fréquence fondamentale *f*. La tension appliquée peut

alors être écrite sous la forme :

$$U(t) = U_{moy} + \sum_{n=1}^{5} U_n \cdot \sin\left(2 \cdot \pi \cdot 2^{n-1} \cdot f_0 \cdot t\right)$$
(6)

Où U_{moy} représente la tension d'excitation moyenne, U_n les amplitudes des différentes composantes fréquentielles et t le temps. Dans la plupart des cas $U_{moy} = 0$. La limitation donnée par le constructeur est : $U_{max} = 14,5$ volts et $I_{max} = 5,6$ A.

✓ *Chaîne de mesure* : Le Peltier est alimenté en tension par un amplificateur de puissance de gain 2 commandé par une tension analogique fournie par une carte d'E/S analogiques via un module de commande (*Analog Devices*, 5B49). L'amplificateur est alimenté par une alimentation stabilisée (*AX 322 Metrix de ITT Instruments*) qui permet de fournir un courant maximal de 2,5A. Ce dispositif permet d'imposer les modulations en température du Peltier. Les signaux fournis par les thermocouples au sein des deux plaques (entrée, sortie) sont amplifiés, filtrés (filtre passe-bas à 4 Hz) et linéarisés à l'aide de modules de conditionnement (*Analog Devices, 5B37-K-02*). Le signal en sortie du conditionneur est donné à partir de l'équation suivante : $U_{sortie} = (U_{T_sortie} - U_0) \cdot G_a$ (7)

Avec U_{sortie} : Tension de sortie (V) du module, G_a : Gain de sortie (V/mV) du module 5B37, U_{T_sortie} : Tension de sortie (mV) du thermocouple à la température mesurée par le module,

 U_0 : Tension de sortie (mV) du thermocouple à la température de soudure froide.

Le jeu d'amplitudes appliqué aux cinq fréquences est choisi de manière à ce qu'il n'engendre pas de variations de températures trop importantes au sein de l'échantillon. Cette procédure permet de considérer que les propriétés thermiques sont constantes pendant toute la durée de l'expérience. Les différents modules de conditionnement sont placés sur un rack (*National Instrument*, 5B01) lui-même relié à une carte d'acquisition (*National Instrument*, NI6035E), possédant 16 entrées analogiques et 2 sorties analogiques. Cette carte est pilotée par l'intermédiaire d'une application Labview TM qui permet de :

• Fixer les différents paramètres du signal de commande (fréquences et amplitude des sinusoïdes),

• Réaliser des acquisitions des températures sur les faces avant et arrière de l'échantillon, ainsi que de la pression dans l'enceinte,

• Sauvegarder les données acquises dans les fichiers textes au format ASCII.

Les thermocouples ont été étalonnés à l'aide d'un bain thermostaté. La tension délivrée par les thermocouples a été mesurée ainsi que celle du bain à l'aide d'un thermomètre. La courbe d'étalonnage est par la suite obtenue par un ajustement polynomial des tensions en fonction des températures. Les paramètres d'ajustement sont introduits dans l'application Labview afin de convertir les tensions délivrées par les thermocouples en températures.

✓ Enceinte et dispositif à vide : Les échantillons étudiés, ainsi que le porte échantillon sont contenus dans une enceinte de forme cylindrique en verre de 6 mm d'épaisseur. Le cylindre est posé sur une plaque en acier inoxydable qui est munie de deux ouvertures de 20 mm de diamètre chacune. La première est reliée aux groupes de pompage et la seconde permet de remettre l'enceinte à la pression atmosphérique. Une plaque en acier inoxydable est disposée sur la partie supérieure de l'enceinte et joue le rôle de couvercle. L'étanchéité du dispositif est assurée par deux joints en caoutchouc qui garantissent un bon contact entre les deux plaques et l'enceinte en verre. Des passages électriques étanches au vide, permettant la mesure des tensions fournies par les thermocouples et l'alimentation du Peltier qui sont disposés sur les deux plaques. Afin d'assurer la sécurité de l'enceinte, nous disposons d'un cylindre en plastique transparent qui entoure celui en verre. Le dispositif de pompage est constitué de deux pompes montées en série. La première est une pompe à palettes rotatives (Trivac B D8B de Leybold) avec un débit nominal d'environ 9,7 m³/h. Elle peut évacuer l'air dans l'enceinte jusqu'à un domaine de vide moyen. La deuxième est une pompe turbo moléculaire aux dimensions compactes (Turbovac 50 de Leybold) avec un débit nominal de 118 m³/h. La pression limite donnée par le constructeur est de 8.10⁻⁹ mbar. Elle est destinée au pompage de récipients à vide de dimensions réduites dans le domaine du vide poussé. La pression dans le dispositif de pompage est mesurée à l'aide de deux jauges. Une jauge primaire à thermocouple (*Thermo VAC TM20* de *Leybold*) assure une mesure de pression entre 100 et 10^{-3} mbar et une jauge secondaire à ionisation à cathode froide (*Penning VAC PM31*) permet d'indiquer la pression à l'entrée de la pompe turbo entre 10^{-2} et 10^{-9} mbar.

2.4.2 Propriétés thermophysiques :

Dans cette partie nous présentons les résultats obtenues des propriétés thermophysiques du film polymère en PE utilisé comme absorbeur de chaleur dans les dispositifs à effet de serre.

- *Conductivité et diffusivité thermique* : Les valeurs de la conductivité et la diffusivité thermique du film en PE sont caractérisées par la méthode périodique présentée auparavant. La conductivité thermique obtenue est $k_{PE} = (0.48 \pm 0.01)$ et la diffusivité thermique est : $a_{PE} = (0.314 \pm 0.02)$.

- *Capacité thermique massique* : La capacité thermique massique du PE est donnée en calculant la valeur de C_{PPE} à partir des valeurs de la masse volumique mesurée, de la conductivité et de la diffusivité thermique en utilisant la relation : $C_p = \frac{k}{a + o}$ (8)

On obtient la valeur de la capacité thermique massique suivante : $C_{P_{or}} = (1,645 \pm 0,012)$.

III. Techniques expérimentales de caractérisation du vieillissement du PE :

Nous exposons, maintenant, les différentes techniques expérimentales utilisées pour la caractérisation physico-chimique du vieillissement des échantillons de PE, en l'occurrence, la diffraction des rayons X (DRX), la microscopie électronique à balayage (MEB), la spectrométrie à dispersion d'énergie (EDX) couplée au MEB, l'analyse thermique, l'UV-visible du solide et l'infra-rouge à transformée de Fourier (FTIR). Ces techniques d'analyse vont nous permettre d'évaluer les propriétés structurales et texturales de nos matériaux.

3.1 Diffraction des rayons X (DRX) :

3.1.1 Principe :

Cette technique analytique permet de mettre en évidence les différentes phases cristallines présentes dans un échantillon par comparaison aux fiches internationales de diffraction JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standard). Un rayonnement X est produit par un bombardement électronique sur une cible au cuivre appelée anticathode. Le faisceau de rayons X, après avoir subi divers traitements, converge vers l'échantillon plat où il est diffracté par les plans cristallographiques formant un angle 20 avec le faisceau incident. Un compteur enregistre un signal proportionnel à l'intensité du rayon diffracté. Le traitement du signal permet de connaitre les paramètres de la maille cristalline et de caractériser les phases

cristallines de l'échantillon. La DRX est basée sur la mesure des angles de diffraction des rayons X par les plans cristallins de l'échantillon à analyser. Les angles de diffraction sont reliés aux caractéristiques du réseau cristallin (d_{hkl} = distance interréticulaire de la famille de plan hkl) et du rayonnement incident (longueur d'onde λ) par la loi de Bragg [15] :

$$2 \cdot d_{hkl} \cdot \sin \theta = n \cdot \lambda \tag{9}$$

 d_{hkl} (Å) : la distance interréticulaire d'un faisceau,

 θ (°) : l'angle formé par les faisceaux incidents et diffractés (angle de Bragg),

 λ (Å) : la longueur d'onde du faisceau incident, n : ordre de diffraction de Bragg.



Figure 10 : Principe de la diffraction des rayons X

3.1.2 Conditions d'analyse :

Les analyses DRX ont été réalisées au laboratoire de recherche en chimie LCSCO de l'université de Tlemcen. L'appareil utilisé est un diffractomètre Philips PW 3710, équipé d'une anode en cuivre Cu ($\lambda_{K\alpha 1} = 1,54060$ Å) et d'un monochromateur arrière en graphite et piloté par un micro-ordinateur. Les conditions générales d'acquisition correspondent à un intervalle angulaire 2 θ allant de 10 à 80° avec un pas d'analyse de 0,3° pour une durée d'acquisition de 1s par pas.



Figure 11 : Le diffractomètre Philips PW 3710

MCours.com