

Mesure de la conductivité thermique d'échantillons d'aluminium à basse température

Jean-Pierre MONCHAU^{1*}, Frédéric CRAYSSAC², : Marc WAGNER², Jacopo SEIWERT², Marie-Adelaide CREMIEUX²

¹THEMACS Ingénierie 2bis rue Alfred Nobel 77420 CHAMPS SUR MARNE

²AIR LIQUIDE Recherche & Développement (ICP) 1 Chemin de la porte des Loges BP 126 LES LOGES EN JOSAS 78354 JOUY EN JOSAS cedex

* (auteur correspondant : monchau@themacs.fr)

Résumé : Cette étude concerne la mise au point d'un dispositif de mesure de la conductivité thermique des métaux à température cryogénique (80K). Le dispositif est basé sur une mesure en régime permanent du gradient thermique sur un barreau métallique de section connue. La mesure se fait sous vide secondaire afin de supprimer les échanges par convection. Les mesures ont fait apparaître des écarts importants sur les mesures de conductivité thermique selon l'état métallurgique de l'alliage.

Nomenclature

λ conductivité thermique $W.m^{-1}.K^{-1}$
 L longueur de mesure du barreau, m
 P puissance injectée dans le barreau, W
 S section du barreau, m^2

ΔT différence de température, K
 $Pente$ pente de ΔT en fonction de P , $K.W^{-1}$
 T_c température de la partie chauffée, K
 T_f température de la partie froide, K
 T température, K

$\lambda = (a.T+b)$ Conductivité thermique en fonction de la température (sur une plage de température faible)

e Variable d'intégration sur la longueur du barreau, m

1. Introduction

Dans le cadre des activités de recherche et développement sur l'activité cryogénique de la société Air Liquide, il est apparu indispensable de mesurer précisément la conductivité thermique des alliages d'aluminium utilisés pour la fabrication des éléments soumis à des températures autour de 80K. Pour cela une collaboration a été initiée entre la société Air Liquide et la société THEMACS Ingénierie afin de déterminer la conductivité thermique de différents alliages d'aluminium sous différents états métallurgiques.

Le constat a été fait que les données de la littérature [1-4] étaient différentes des mesures expérimentales, avec des écarts de plus de 30%. Les raisons peuvent être multiples. En effet, la composition des alliages est normée mais en ne garantissant que des fourchettes dans la composition. Ces fourchettes de pourcentages massiques assurent une garantie sur les propriétés mécaniques et d'usinabilité. Cependant les propriétés thermiques sont très impactées par la composition exacte de l'alliage et de la présence ou non d'impuretés (non dommageable pour les autres propriétés). Une autre inconnue est l'état métallurgique de l'alliage. En effet selon que le métal ait été ou non laminé, forgé ou fondu, ses propriétés thermiques peuvent grandement varier. L'histoire thermique (trempe, recuit, ...) de l'alliage influe fortement sur ces propriétés. Les données de la littérature bien que d'origines fiables ne permettent pas d'avoir une connaissance exacte de la conductivité thermique d'un aluminium donné.

2. Les méthodes pour la mesure de la conductivité thermique à basse température

Pour ce type de mesure les méthodes instationnaires [5] ne sont pas appropriées à ces températures. Les méthodes instationnaires permettent de mesurer la diffusivité et il est nécessaire de connaître la capacité calorifique volumique pour avoir la conductivité thermique. Il est difficile d'obtenir cette capacité calorifique volumique avec une incertitude satisfaisante à ces températures. Concernant la méthode du plan chaud transitoire (méthode appelé aussi méthode du Hot-Disk) les niveaux d'incertitude avoisinent les 10 à 15% d'incertitude d'après les données de la littérature [6] et les mesures faites précédemment.

Le choix a été fait d'utiliser la méthode du flux axial [7], la plus recommandée pour une mesure sur un matériau très conducteur thermiquement ($\lambda > 10 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$). Une autre méthode possible aurait été la méthode comparative [8], mais elle nécessite d'avoir à sa disposition un matériau de référence. En outre, son intérêt est principalement de pouvoir corriger les pertes par rayonnement et conduction à haute température, ce qui n'est pas le cas dans cette étude. la mesure se fait dans le vide pour éviter la conduction et la convection thermique.

3. Principe de la mesure

Le principe consiste à chauffer un barreau d'aluminium à une extrémité avec une puissance constante imposée et de mesurer le gradient thermique le long du barreau. Pour améliorer la précision de la mesure, une série de mesures à différentes puissances est effectuée pour chaque échantillon. L'expression de la conductivité thermique λ est la suivante :

$$\lambda = \frac{L * P}{S * \Delta T} \quad (1)$$

Où L est la longueur de mesure, S la section du barreau, P la puissance relevée et ΔT la différence de température aux extrémités du barreau.

On trace ΔT en fonction de P pour éliminer les écarts d'étalonnage des capteurs de température et la puissance résiduelle apportée par l'environnement à température ambiante. La conductivité s'écrit alors :

$$\lambda = \frac{L}{S * \text{Pente}} \quad (2)$$

Où *Pente* est la pente de la droite de régression du nuage de points de mesure $\Delta T = f(P)$.

Erreur due à la méthode de la pente :

La méthode de la pente a un défaut : elle suppose que la conductivité est constante dans l'intervalle de température considéré. Dans notre cas, l'analyse des résultats a montré que l'erreur qui résulte de cette omission est plus importante que les autres sources d'erreurs. Cela est dû au fait que l'étalonnage de la chaîne de mesure des températures a été particulièrement soigné. Le barreau est également bien isolé, les pertes thermiques radiatives étant en particulier beaucoup plus faibles à ces températures cryogéniques qu'à la température ambiante. A l'inverse, la température moyenne du barreau varie typiquement de 5K entre les plus faibles puissances et les puissances les plus élevées (ce qui correspond à une variation de conductivité de l'ordre de 2%). Une discussion sur cette erreur est faite plus loin.

En conséquence, dans cette étude chaque point de mesure a été considéré indépendamment, en corrigeant l'erreur de décalage de température. La variation de la conductivité étant quasi-linéaire sur un intervalle de température de quelques degrés, la méthode point par point donne avec une très bonne précision la conductivité moyenne à la température moyenne.

4. Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental est présenté sur les figures 1 à 3. Une résistance chauffante de 220Ω assure le chauffage avec un minimum de courant afin de réduire la section des fils de connexion et donc les pertes thermiques par conduction. La mesure de la puissance se fait par un dispositif 4 fils. La mesure de tension se fait par une centrale de mesure FLUKE 2638A Hydra série III., et le courant est mesuré grâce à un shunt de $2,5\text{ Ohm}$ à 0.1% d'incertitude. L'acquisition de température est faite par la même centrale d'acquisition. L'enceinte est en aluminium. Une bride permet le raccordement à un système de pompage à vide secondaire constitué d'une pompe turbo-moléculaire et d'une pompe primaire sèche.

Dans un premier temps, les capteurs de température utilisés étaient des Pt100. Dans l'étude présentée ici, les Pt100 ont été remplacés par des thermocouples avec un montage en opposition. L'hypothèse posée précédemment d'un apport énergétique par les gaines inox (1.5mm de diamètre) des sondes Pt100 a par ailleurs poussé cette fois-ci à utiliser des capteurs métalliques de plus petite section ($100\mu\text{m}$ de diamètre pour les fils). Après comparaison, les résultats ne sont pas sensibles au choix des capteurs de températures.

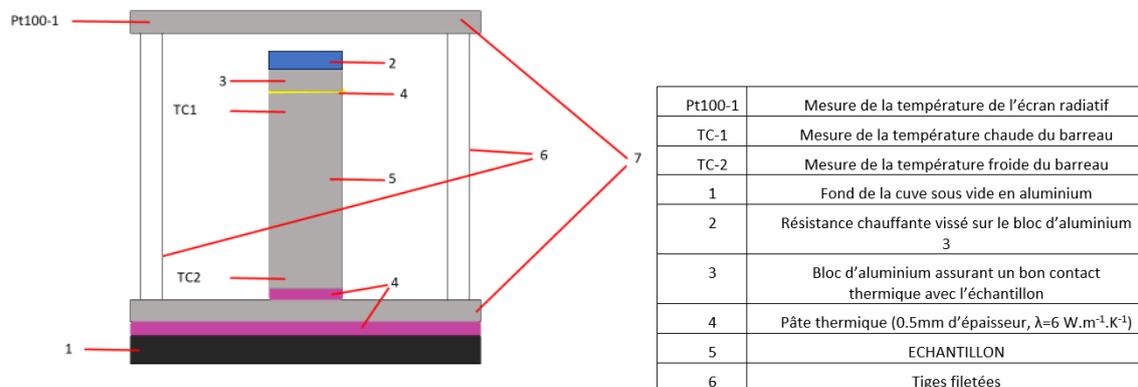


Figure 1 : schéma du dispositif expérimental

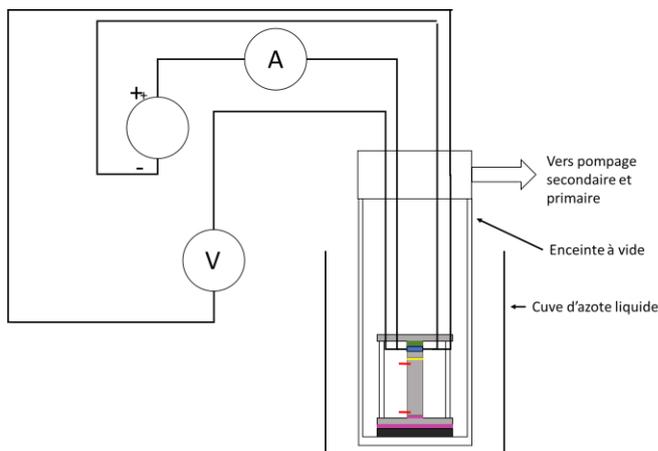


Figure 2 : dispositif expérimental complet



Figure 3 : vues du dispositif expérimental

5. Résultats

La figure 4 représente les mesures réalisées sur un échantillon d'aluminium de type 3003 avec la méthode de la pente. Sur cette figure les mesures sont comparées aux données du NIST (National Institute of Standards and Technology) Le tableau 1 donne les mesures de conductivité thermique correspondantes. Le delta T résidu correspond à la différence de température enregistrée pour une puissance d'excitation nulle. Cela correspond aux apports énergétiques radiatifs parasites ainsi que la tension de décalage possible du système d'acquisition. Le coefficient de corrélation correspond à la droite de régression associée aux données expérimentale $\Delta T = f(P)$.

Echantillon	Date	Tmoy (K)	λ (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	Incertitude (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	incertitude (%)	delta T résidu (°C)	Corrélation
A1	9/07/2020	81.46	125.2	2.5	2.3	0.536	0.9957
A2	6/07/2020	82.64	123.3	2.9	2.4	0.390	0.9998
A3	8/07/2020	80.59	119.1	2.8	2.3	0.447	0.9999

Tableau 1 : Mesures de conductivité thermique sur 3 échantillons d'aluminium de type 3003.

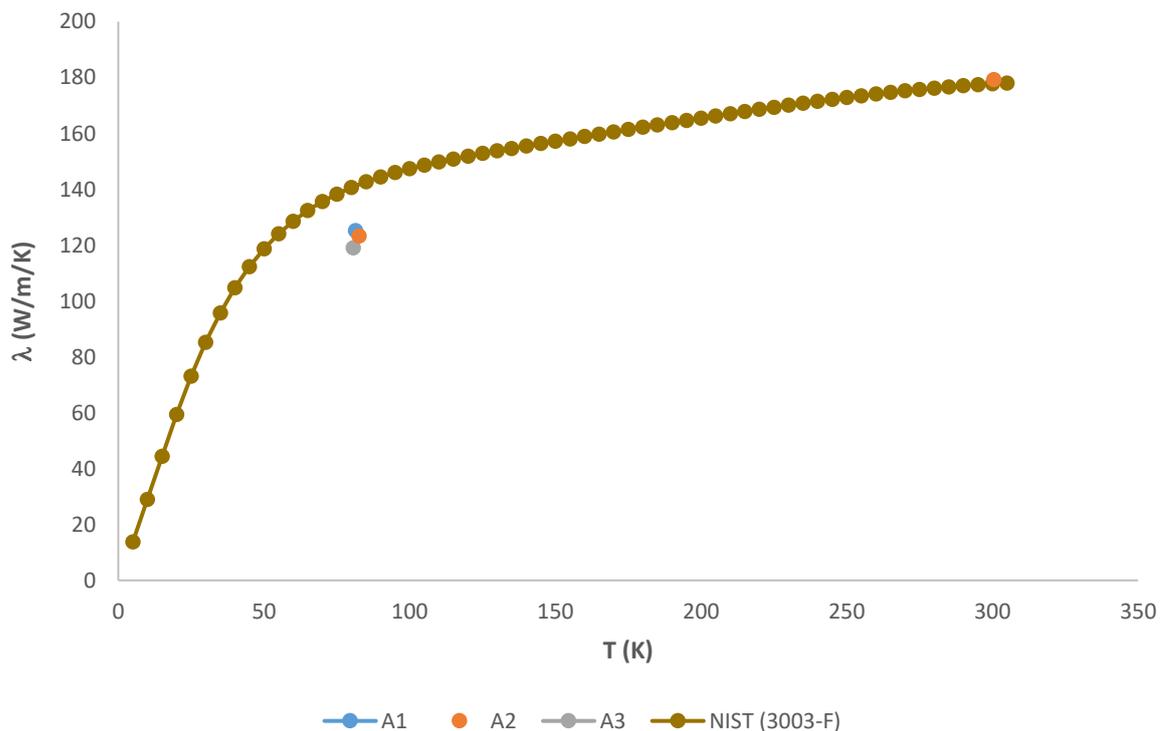


Figure 4 : Mesures de conductivité thermique sur 3 échantillons d'aluminium de type 3003.

On constate sur cette figure 4 que les valeurs mesurées sont inférieures aux valeurs du NIST (National Institute of Standards and Technology), à température cryogénique. En effet, les valeurs du NIST sont données comme étant égales à $\lambda=140 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à 80K alors que les

mesures présentées dans cette étude donnent une conductivité thermique λ de l'ordre de $120 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour un état métallurgique proche.

Evaluation des incertitudes :

L'incertitude sur la puissance est prise égale à 1%. Cela englobe les incertitudes des appareils de mesure ainsi que la résistance de précision qui permet de mesurer le courant dans la résistance chauffante. Les pertes thermiques prises en compte correspondent aux échanges conductifs et convectifs pour un vide primaire, soit un coefficient de convection égal à $2 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$. Ce coefficient correspond aux valeurs calculées dans la littérature. Le tableau 2 montre la contribution de chaque source d'incertitude, les autres incertitudes non présentées ici étant considérées comme nulles. On constate que la source principale d'erreur provient de la non prise en compte des pertes thermiques. Pour minimiser les incertitudes sur les mesures de température, les thermocouples ont été branchés selon un montage différentiel, afin de limiter les erreurs de décalage. Le tableau 2 montre l'incertitude pour une mesure type ($\lambda=120 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) et un intervalle de confiance de 95%. La méthode de propagation des incertitudes est celle préconisée dans le GUM [9].

λ (W/m/K)	incertitude ΔT (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	incertitude P (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	incertitude L et S (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	pertes thermiques (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)
120	0.4	1.74	0.29	1.58
	Incertitude totale (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	Incertitude totale (%)		
	2.8	2.3		

Tableaux 2 : Calcul des incertitudes pour une conductivité moyenne de $120 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$.

6. Traitement des données par une méthode point par point

Interprétation du biais de calcul par la méthode de la pente :

La conductivité de l'aluminium étant variable en fonction de la température, on peut calculer théoriquement le ΔT entre deux points de mesures en prenant sur un petit domaine de température une variation linéaire de la conductivité :

$$\lambda = a.T + b \quad (3)$$

On peut écrire :

$$\frac{dT}{de} = \frac{P}{\lambda.S} = \frac{P}{(a.T+b).S} \quad (4)$$

$$(a.T + b).dT = \frac{P.de}{S} \quad (5)$$

Si l'on suppose en première approximation que T varie linéairement avec la position, on peut écrire :

$$\int_{Tc}^{Tf} (a \cdot T + b) \cdot dT = \frac{P \cdot de}{S} \quad (6)$$

Après intégration on a :

$$\left[\frac{a}{2} \cdot (Tf + Tc) + b \right] \cdot (Tf - Tc) = \frac{P \cdot L}{S} \quad (7)$$

On constate que :

$$\left[\frac{a}{2} \cdot (Tf + Tc) + b \right] = \lambda(\bar{T}) \quad (8)$$

En posant

$$\Delta T = Tf - Tc \quad (9)$$

On obtient :

$$\lambda(\bar{T}) \cdot \Delta T = \frac{P \cdot L}{S} \quad (10)$$

Il n'est pas possible simplement de dériver P en fonction de ΔT car $\lambda(\bar{T})$ n'est pas constant (\bar{T} varie pour chaque variation de P et donc λ n'est pas constant entre deux points de mesure) :

$$\frac{dP}{d\Delta T} = \frac{S}{L} \cdot \left(\frac{d\lambda(\bar{T})}{d\Delta T} \cdot \Delta T + \lambda(\bar{T}) \right) \quad (11)$$

$\frac{d\lambda(\bar{T})}{d\Delta T}$ est difficile à évaluer car la relation entre T et ΔT est fortement liée au dispositif expérimental et ne peut donc se déterminer qu'expérimentalement. La seule solution pour utiliser la méthode de la pente est alors de se placer à de faibles ΔT .

Par exemple, pour des mesures sur un autre échantillon noté EB3, on trouve par exemple $\frac{d\lambda(\bar{T})}{d\Delta T} = 0.523 \text{ USI}$. A partir de cette valeur on peut donc corriger la valeur de λ :

$$\lambda(\bar{T}) = \frac{L}{S} \cdot \frac{dP}{d\Delta T} - \frac{d\lambda(\bar{T})}{d\Delta T} \cdot \Delta T \quad (12)$$

Le premier terme est estimé en calculant la pente de $\frac{dP}{d\Delta T}$ sur 3 points. Le second terme est le terme de correction donnée précédemment. Après correction on obtient des valeurs présentées dans le graphique de la figure 5 (points nommés *Lambda corrigé*).

La figure 6 montre des mesures sur un autre échantillon similaire, noté DA4_M4. Les puissances sont indiquées sur les points de mesures. Les puissances importantes ($P > 10W$) permettent d'obtenir la conductivité à des températures légèrement plus élevées (90 à 100K) sans chauffage de la base de l'échantillon.

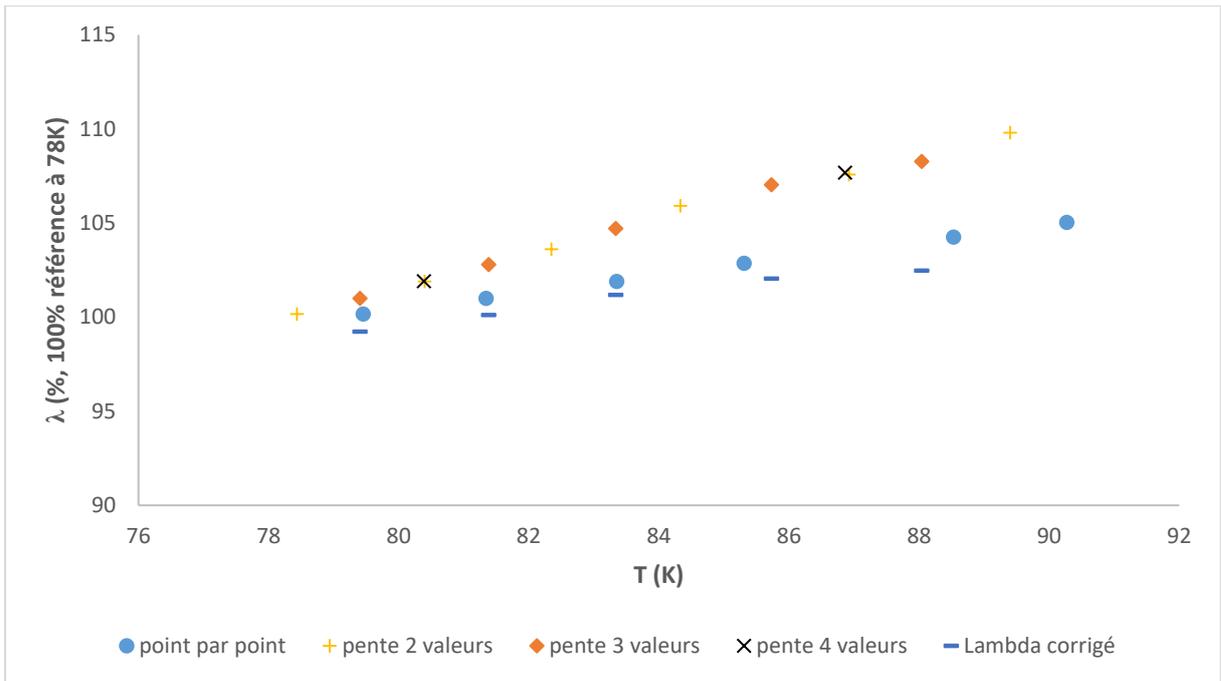


Figure 5 : Conductivité thermique de l'échantillon EB3, en fonction de la température, et en unité relative (pourcentage en fonction de la conductivité thermique à 78K).

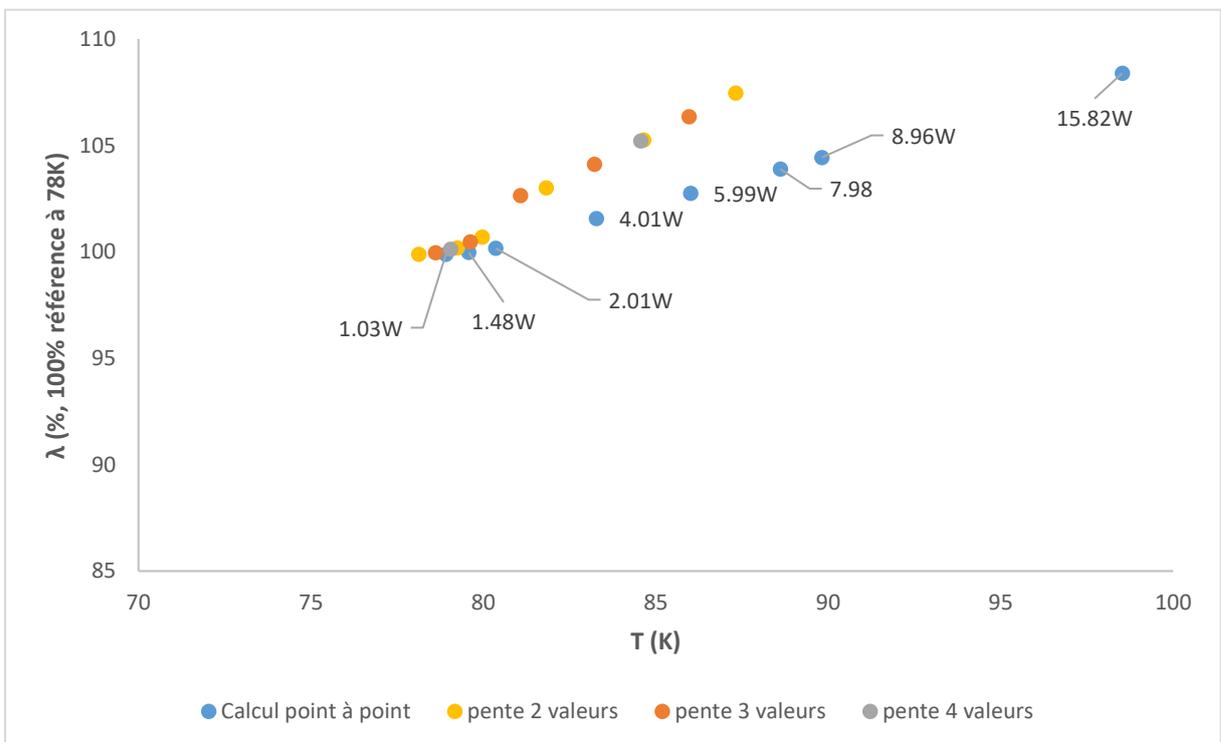


Figure 6 : Conductivité thermique de l'échantillon DA4_M4, en fonction de la température, et en unité relative (pourcentage en fonction de la conductivité thermique à 78K). Les puissances de chauffage sont notées sur le graphique.

Il est à noter toutefois que certaines dérivées partielles de deuxième ordre ont été négligées ainsi que la variation non linéaire de la température en fonction de la position sur le barreau métallique.

Discussion sur les mesures de la figure 5 :

On constate que par la méthode de la pente on obtient un biais de calcul quel que soit le nombre de point utilisé et malgré une très bonne corrélation entre les points de mesure.

Si l'on calcule la pente $\frac{d\lambda(\bar{T})}{d\Delta T}$ et qu'on l'utilise pour corriger les valeurs on obtient des points très proches de la méthode point à point. L'écart est de l'ordre de $0.3 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. En outre cela permet de confirmer la pente de variation de la conductivité thermique en fonction de la température. Elle est identique à celle calculée par la méthode point à point.

7. Conclusion

Pour les mesures effectuées, la méthode point à point semble la plus appropriée. La méthode corrigée peut être une alternative quand un fort décalage de température existe à puissance nulle dans le cas d'un apport de puissance non contrôlé. Cela peut être nécessaire pour des mesures à des températures plus basses (20K). Cette campagne de mesure a duré deux ans et a permis d'améliorer le procédé de mesure, de mise en température de l'équipement. Le banc de mesure est maintenant capable de réaliser des mesures de conductivité thermique avec une incertitude inférieure à 3%.

Références

- [1] J.G. Hust, A.B. Lankford, *Thermal conductivity of Aluminum, copper, iron and tungsten for temperature from 1K to melting point*, National bureau of standards Boulder 1984
- [2] B. Baudouy, A. Four, *Low temperature thermal conductivity of aluminum alloy 5056*, Cryogenics · March 2014
- [3] Adam L. Woodcraft , *Recommended values for the thermal conductivity of aluminium of different purities in the cryogenic to room temperature range, and a comparison with copper*, Cryogenics 45(9) 626-636 (2005)
- [4] Adam L. Woodcraft , *Predicting the thermal conductivity of aluminium alloys in the cryogenic to room temperature range*, Cryogenics 45 (6) 421-431 (2005)
- [5] Boumaza, T; Redgrove, J (2003) *Use of the transient plane source technique for rapid multiple thermal property measurements*. Int. J. Thermophysics, 24 (2). pp. 501-12.
- [6] Craig Dixon, Michael R. Strong, S. Mark Zhang, *Transient Plane Source Technique for Measuring Thermal Properties of Silicone Materials Used in Electronic Assemblies*, The International Journal of Microcircuits and Electronic Packaging, Volume 23, Number 4, Fourth Quarter, 2000
- [7] J.M.Corsan, *Axial heat flow methods of thermal conductivity measurement for good conducting materials*, Compendium of thermophysical property measurement methods, 1992
- [8] R.P.Tye, *The measurement of thermal conductivity by the comparative method*, Compendium of thermophysical property measurement methods, 1992
- [9] GUM Evaluation of measurement data, Guide to the expression of uncertainty in measurement, BIPM