

THESE

présentée par

Abel DORIGNY
Ingénieur CNAM

pour l'obtention du grade de

Docteur
du
Conservatoire National des Arts et Métiers

spécialité : **Systèmes physiques & Métrologie**

Titre :

**Métrologie des grandeurs caractéristiques
des transferts thermiques dans les sols.**

soutenue à Paris, le 28 Juin 1993

Jury

Président : M. Claude MORILLON, professeur du CNAM (Instrumentation scientifique), directeur de l'Institut National de Métrologie (URA 827 CNRS).

Rapporteurs : M. François CABANNES, professeur à l'Ecole Supérieure de l'Energie et des Matériaux d'Orléans (Physique), directeur de recherche au CNRS.

M. Alain TABBAGH, professeur à l'Université Paris VI (Géophysique appliquée), directeur de recherche au CNRS.

Examinateurs : M. André ALLISY, professeur honoraire du CNAM (Métrologie).

M. Marcel JAMAGNE, directeur du Service d'Etude des Sols et de la Carte pédologique de France (INRA), directeur de recherche à l'INRA.

M. Jean LUCAS, professeur du CNAM (Thermique industrielle).

M. Jean-Claude REMY, professeur à l'Ecole Nationale Supérieure d'Agronomie de Montpellier (Science du sol), directeur de recherche à l'INRA.

Pour toutes les sciences, les arts, les talents, les techniques, prévaut la conviction qu'on ne les possède pas sans se donner de la peine et sans faire l'effort de les apprendre et de les pratiquer.

Hegel, Phénoménologie de l'esprit.

Table des matières

-I- Préambule.

-II- Etudes pédologiques préalables à l'analyse

des procédés de mesure des caractéristiques thermiques des sols.

<u>-II.1- La physiographie des sites étudiés.</u>	11
.1.1- Le sol sableux peu évolué d'apport alluvial ligérien.	14
.1.2- Le sol limoneux lessivé à pseudo-gley du Faux-Perche.	17
.1.3- Le sol argileux brunifié du Gâtinais.	21
<u>-II.2- Le mesurage des caractéristiques hydriques des sols</u> <u>nécessaires à l'étude de leurs propriétés thermiques.</u>	26
.2.1- Etablissement de la courbe caractéristique d'humidité des sols étudiés.	27
.2.2- Application de la courbe caractéristique d'humidité au mesurage de la capacité de stockage d'eau par les sols.	35
.2.3- Humidimétrie neutronique.	37
<u>-II.3- L'influence des propriétés des sols sur la définition des</u> <u>grandeurs à mesurer. Le concept de milieu thermiquement</u> <u>équivalent au sol et ses conséquences.</u>	40
.3.1- La détermination du volume de mesurage.	46

-II.4- <u>L'échantillonnage des sols en vue de l'étude de leurs propriétés thermiques.</u>	52
.4.1- Le choix d'une étude sur échantillon.	52
.4.2- La taille et la forme de l'échantillon de sol.	53
.4.3- La sélection des échantillons de sol.	53
.4.4- Le prélèvement des échantillons de sols.	54
.4.5 –La remise en place de l'échantillon de sol.	56
-II.5- <u>L'instrumentation des échantillons de sol.</u>	59
.5.1- Le choix de la position des capteurs de mesure.	59
.5.2- La détermination de la profondeur d'implantation des capteurs.	59
.5.3- La mise en place des capteurs.	60
-III- <u>La détermination de la capacité thermique des sols.</u>	
-III.1- <u>La chaîne de mesure.</u>	65
.1.1- Le calorimètre.	65
.1.2- Les équations du système.	70
-III.2- <u>La méthode de mesure.</u>	73
-III.3- <u>La correction des erreurs systématiques.</u>	77
.3.1- La correction de la dérive du thermostat.	81
.3.2- La correction de l'effet des fuites de chaleur.	96
-III.4- <u>Application de la méthode de mesure de la capacité thermique massique aux matériaux des sols étudiés.</u>	109
.4.1- Le séchage du matériau.	109

.4.2- Le pesage des échantillons.	112
.4.3- Les matériaux de référence calorimétrique.	121
.4.4- Les essais calorimétriques.	123
.4.5- L'incertitude sur les mesures de la capacité thermique massique des matériaux de sol.	131
 -III.5- <u>La capacité thermique volumique des unités typologiques de sol étudiées.</u>	138
 -III.6- <u>Conclusion.</u>	141
 -IV- La détermination de la conductivité thermique des sols.	
 -IV.1- <u>Le principe de la méthode de mesurage.</u>	148
.1.1- Le capteur.	149
.1.2- Etude analytique du problème thermocinétique : mise en équations.	151
.1.3- L'expression analytique de la thermocinétique du capteur du conductivimètre thermique.	155
.1.4- Pour conclure.	160
 -IV.2- <u>La chaîne de mesure.</u>	161
.2.1- Le capteur de mesure: "la sonde à choc thermique".	161
.2.2- L'instrumentation.	173
 -IV.3- <u>Etude de l'effet des grandeurs d'influence sur la mesure de la conductivité thermique apparente des horizons pédologiques.</u>	176
.3.1- Les outils de la simulation.	178

.3.2- Analyse de l'influence des paramètres du système physique sol-sonde à choc sur la thermocinétique du capteur.	179
.3.3- Pour conclure.	186
-IV.4- <u>Le mesurage.</u>	187
.4.1- Le protocole expérimental.	187
.4.2- Les conditions expérimentales.	189
.4.3- Les résultats expérimentaux.	190
-IV.5- <u>La correction des erreurs systématiques.</u>	191
.5.1- L'uniformité et la stabilité initiale de la température du système sonde-sol.	191
.5.2- La constance du flux d'énergie thermique libéré pendant la phase de chauffage.	194
.5.3- La thermomigration de l'eau du sol.	197
.5.4- Le volume de sol pris en compte pendant le mesurage.	199
.5.5- La répétabilité et la reproductibilité du mesurage.	201
.5.6- Pour conclure.	202
-IV.6- <u>Les mesures de la conductivité thermique des sols.</u>	203
.6.1- L'analyse des fichiers "environnement".	203
.6.2- L'analyse du thermogramme.	204
.6.3- La détermination de la conductivité thermique apparente des horizons pédologiques à partir de l'analyse des thermogrammes.	215
.6.4- L'incertitude globale sur une mesure de la conductivité thermique.	220
.6.5- Pour conclure.	224
-IV.7- <u>Conclusion.</u>	226

-V- Le comportement thermique des sols.

-V.1- <u>La méthode de Duhamel, [Duhamel,61].</u>	230
-V.2- <u>Le mesurage de la réponse indicelle des sols.</u>	233
.2.1- Les thermomètres utilisés, construction et étalonnage.	233
.2.2- Le dispositif d'application de la contrainte thermique sur la surface des échantillons de sol.	237
.2.3- Le protocole expérimental.	240
.2.4- Les essais, plan d'expérience.	243
.2.5- Les résultats expérimentaux.	244
-V.3- <u>La réponse impulsionnelle d'une unité typologique de sol.</u>	246
.3.1- Modèles de connaissance.	247
.3.2- Modèles de représentation.	250
.3.3- L'incertitude sur une mesure de la réponse impulsionnelle d'une unité typologique de sol.	257
.3.4- La réponse impulsionnelle des unités typologiques de sol étudiées.	258
-V.4- <u>Conclusion.</u>	263

-VI- Epilogue.

Bibliographie.

Annexes.

-I – Préambule.

L'objet du travail présenté est la mise au point de procédés de mesure des caractéristiques thermiques des sols, procédés mis en oeuvre lors de la réalisation des études pédologiques.

Le principe des méthodes de mesure concernées n'est pas nouveau, mais l'application qui en est faite aux objets particuliers très complexes que sont les sols constitue l'une des particularités de notre travail.

Le sol est un édifice naturel, structuré, organisé, environné, généralement biotope et dont la caractéristique majeure est le pédoclimat qui traduit l'effet composite des actions extérieures et de ses propriétés intrinsèques.

L'énergie thermique est un des facteurs essentiels qui agissent sur le pédoclimat, et il faut caractériser l'aptitude des sols à stocker la chaleur et à la laisser circuler.

La démarche adoptée permet d'analyser des procédés de mesure des grandeurs thermiques à l'occasion de *l'étude expérimentale de trois unités typologiques de sol du bassin de Paris*, choisies pour leur représentativité et leur importance économique régionale. L'étude est conduite sur des échantillons de sol.

Dans une première partie nous présentons l'étude pédologique préalable, avant d'étudier les procédés de mesure des trois grandeurs thermophysiques caractéristiques des sols, c'est à dire la capacité thermique massique et la conductivité thermique qui évaluent leur aptitude à stocker et à conduire la chaleur. Enfin, l'analyse du comportement thermique des sols est envisagée à travers l'étude de leur réponse impulsionnelle thermique.

A chaque fois sont précisés la définition de la grandeur physique, le principe de la méthode de mesure ainsi que l'effet des facteurs d'influence. Ensuite la chaîne de mesure est décrite, les méthodes de correction des biais sont présentées et le budget des incertitudes est dressé. Enfin les expériences réalisées sont décrites et les résultats expérimentaux présentés. L'application au cas particulier des trois unité typologiques de sol étudiées est commentée.

L'étude pédologique préalable à l'analyse des procédés de mesure des caractéristiques thermiques des sols réalisée permet de situer les unités typologiques de sol étudiées dans le milieu naturel, et elle en fournit une description et une caractérisation géotechnique adaptées au but poursuivi. Elle introduit les différentes échelles d'investigation considérées, et envisage la possibilité de spatialisation, par l'intermédiaire des cartes de sols, de l'information recueillie sur les propriétés thermiques.

L'horizon pédologique est notre objet d'étude.

Les sols sont des milieux poreux polyphasiques renfermant une plus ou moins grande quantité d'eau. Celle-ci a un effet important sur les propriétés thermiques des sols, c'est pourquoi nous avons établi la courbe caractéristique d'humidité de chacune des unités typologiques de sol étudiées en vue d'évaluer leur *capacité de stockage d'eau*.

Après avoir examiné le problème de la détermination du *volume de mesurage* qui conditionne la représentativité des mesures obtenues pour l'objet à caractériser, nous avons décrit succinctement la réalisation de *l'échantillonnage des sols*.

La détermination de la capacité thermique massique des matériaux des sols est obtenue avec un microcalorimètre de Calvet.

Après la présentation de l'appareil et de son fonctionnement, la correction des erreurs systématiques liées à la méthode de mesurage est faite. Une formule calorimétrique corrigeant l'effet des fuites thermiques est établie.

La méthode de mesure est mise en oeuvre pour la détermination de la capacité thermique massique de matériaux des sols. L'attention particulière qui doit être portée au séchage et au pesage des échantillons de terre est soulignée.

La présentation des essais calorimétriques et des résultats expérimentaux s'accompagne de la donnée du budget des incertitudes sur les mesures de la capacité thermique massique.

Enfin, l'application des résultats obtenus est faite à la détermination de la capacité thermique volumique des unités typologiques de sol étudiées.

La détermination de la conductivité thermique apparente des horizons pédologiques est obtenue avec une méthode de mesure instationnaire de type fil chaud.

L'instrument de mesure est une “sonde à choc thermique”. Sa description détaillée ainsi que le principe de mesurage sont présentés. Les solutions analytiques exprimant la température du capteur en fonction de la conductivité thermique du sol sont établies, et l'importance de l'incertitude sur la mesure de la température du capteur est particulièrement mise en évidence.

Une simulation numérique de la thermocinétique du capteur permet l'étude de l'effet des grandeurs d'influence sur la mesure de la conductivité thermique apparente des horizons pédologiques.

La méthode d'analyse des thermogrammes expérimentaux qui permet d'extraire la mesure de la conductivité thermique est présentée, les principales difficultés d'interprétation sont examinées. L'incertitude globale sur une mesure de la conductivité est déterminée, et les résultats expérimentaux obtenus pour les trois unités typologiques de sol sont présentés.

La réponse impulsionale thermique est la dernière des caractéristiques du sol que nous avons étudiée. Elle caractérise le comportement thermique du sol et, par l'intermédiaire de *la méthode de Duhamel*, elle relie l'évolution du profil thermique à celle de la température de surface.

Le mesurage de la réponse indicielle thermique est réalisé pour trois niveaux dans l'horizon cultural des unités typologiques de sol étudiées. La réponse impulsionale thermique est extraite de ces mesures en considérant les sols comme des systèmes linéaires du quatrième ordre.

L'adéquation de la démarche est évaluée en appliquant la méthode de Duhamel aux mesures.

L'écart résiduel est de l'ordre de grandeur de l'incertitude sur les mesures de température.

-II – Etudes pédologiques préalables à l’analyse des procédés de mesure des caractéristiques thermiques des sols.

L’analyse des procédés de mesure des caractéristiques thermiques des sols que nous avons réalisée s’appuie sur l’étude expérimentale de trois unités typologiques de sols [Baize,15], situées dans la partie sud du bassin parisien.

La première partie de ce mémoire rassemble les résultats des études pédologiques réalisées pour obtenir les connaissances sur les sols nécessaires à leur caractérisation thermique. C’est ainsi qu’après un examen succinct de la *physiographie des sites* étudiés, la *description détaillée de chacune des unités typologiques* est présentée. La *caractérisation hydrique* de ces sols fait suite à leur description morphologique; l’élément essentiel en est la courbe caractéristique d’humidité. L’influence des particularités des milieux poreux sur la *définition des grandeurs thermiques effectivement mesurées* est précisée. Enfin sont traitées les modalités de *l’échantillonnage* de ces sols en vue de l’étude de leurs propriétés thermiques.

Les objets étudiés sont des sols agricoles: édifices structurés, organisés, environnés, constituant généralement des biotopes, et dont une caractéristique essentielle est le pédo climat qui traduit l’effet composite des actions extérieures et de leurs propriétés intrinsèques.

Parmi les caractéristiques des sols, *la texture* est un des premiers facteurs pris en compte lors d’une étude cartographique édaphique à des fins technologiques. Elle constitue en particulier le critère majeur des cartes de sols à grande ou moyenne échelle actuellement levées sur une superficie importante (carte des sols de l’Aisne, carte pédologique de la France). La notion de texture est liée à l’ensemble des propriétés résultantes de la taille des constituants et de l’importance de la fraction organique. La forme des particules a également une action, mais celle-ci est difficilement quantifiable et par conséquent non directement prise en compte.

L’analyse granulométrique détermine les proportions entre les différentes classes de taille des éléments minéraux d’un matériau. Une classe texturale rassemble une population de matériaux ayant des compositions granulométriques voisines. Représentées sur un diagramme triangulaire les classes de texture délimitent des domaines correspondant aux appellations pédologiques. Le

diagramme textural de la carte des sols de l'Aisne [Jamagne,92] que nous utilisons est particulièrement bien adapté aux sols du bassin de Paris.

C'est à l'aide de ce critère textural qu'a été fait le choix des unités typologiques de sols sur lesquelles porte l'étude thermique. Trois types de sols ont été retenus, représentatifs des grands pôles texturaux à savoir: le sol sableux alluvial de Bou, le sol limoneux lessivé de Yévres et le sol argileux brunifié de Mézières-en-Gâtinais, [CPCS,37].

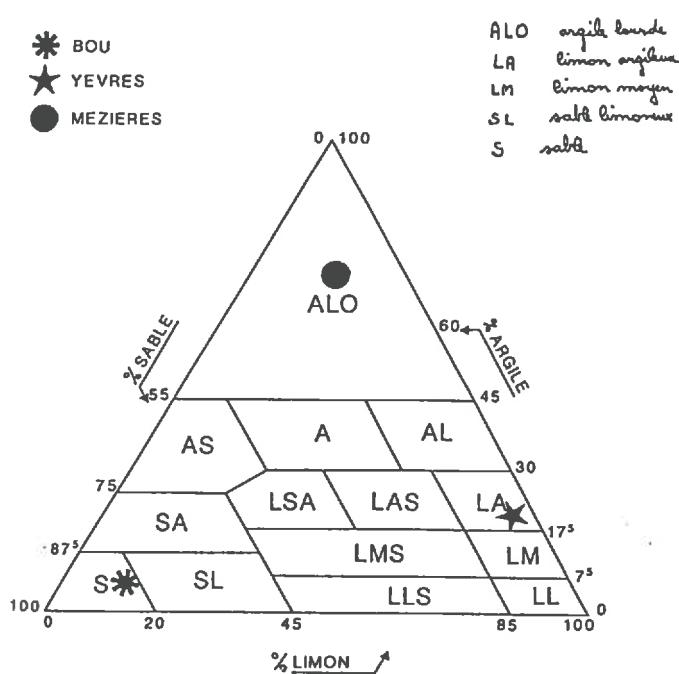


Fig 2.1 – Diagramme granulométrique des textures des matériaux des sols [Jamagne,92].

-II.1 – La physiographie des sites étudiés.

Les sols étudiés, localisés dans la partie méridionale du bassin de Paris, sont caractéristiques de trois *régions naturelles* bien typées:

- le val d'Orléans où coule la Loire, large plaine alluviale séparant la Sologne au Sud, de l'Orléanais et la Beauce au Nord;
- le Faux-Perche constitué d'un grand plateau incliné vers l'Est et recouvert de limons;
- le Gâtinais, pays de collines argilo-calcaires.



Fig 2.2 – Carte de localisation.

La géologie des formations superficielles dans les régions de la périphérie du plateau beauceron montre d'Ouest en Est pour les régions qui nous intéressent:

- la craie crétacée et ses formations associées d'argiles à silex que coiffent des loess dans le Faux-Perche;
- les formations burdigaliennes, Sables de Sologne et de l'Orléanais,

traversées par la vallée de la Loire;

- les niveaux argileux de la molasse du Gâtinais (Aquitainien) et le calcaire d'Etampes (Stampien).

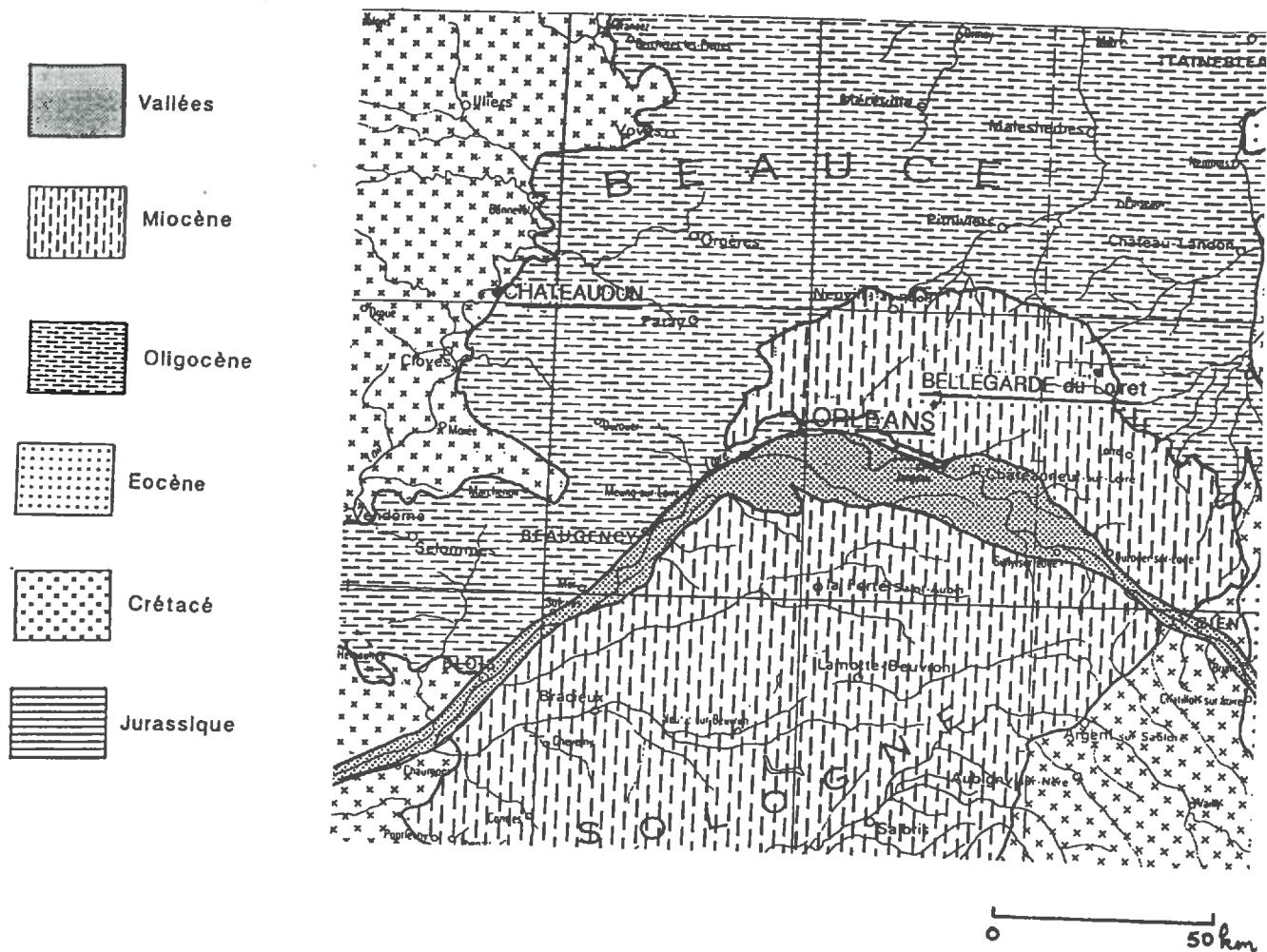


Fig 2.3 – Carte géologique, [Gigot,71,72/Gigout,73].

Le *climat de la région* est tempéré, océanique avec cependant des nuances continentales. La température moyenne annuelle à Orléans est de $10,5^{\circ}\text{C}$, avec un maximum de $18,2^{\circ}\text{C}$ en Juillet et un minimum en Janvier de $2,9^{\circ}\text{C}$. La pluviométrie moyenne annuelle est de 615 mm , bien répartie au cours de l'année.

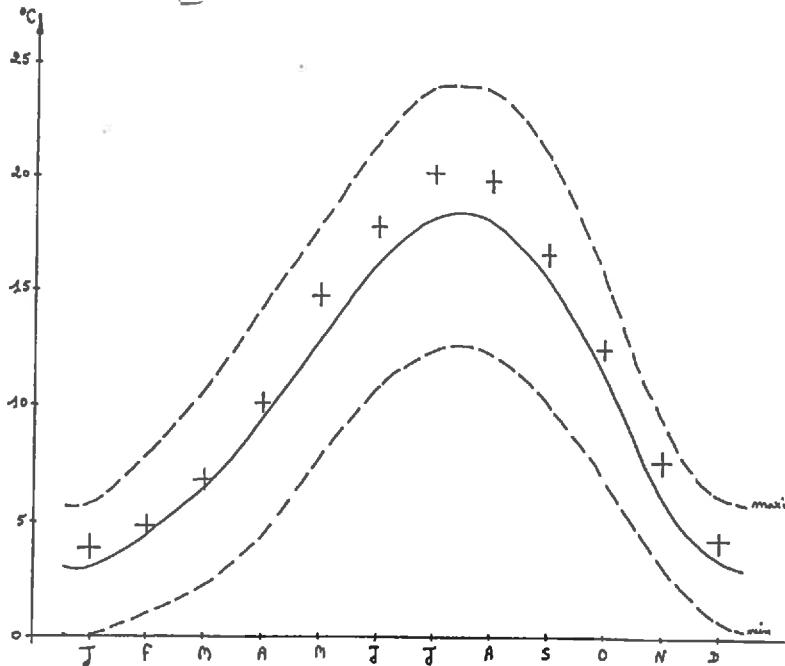


Fig 2.4 – Température de l'air (valeurs moyennes), et température à dix centimètres de profondeur dans le sol (+).
Période 1951-1980,[Hubert,88].

Sous ce climat les phénomènes pédogénétiques, facteurs de la formation des sols en conditions non hydromorphes, sont chronologiquement la décarbonatation-brunification, le lessivage puis la podzolisation. Suivant le type de matériau originel, la durée depuis la mise en place et les effets de l'érosion, les sols observés peuvent appartenir à chacune des classes des sols précitées. *Les unités typologiques de sols retenues pour l'étude thermique ont été choisies en fonction de leur large extension géographique dans les zones maraîchères ou de grande culture, et de leur importance dans l'économie agricole régionale.* Ces sols présentent un profil pédologique caractéristique bien typé susceptible de servir de référence lors de l'utilisation des résultats à toute une zone cartographiée, [Jamagne,92,93].

-II.1.1- Le sol sableux peu évolué d'apport alluvial ligérien.

Le site considéré se situe sur la feuille de la Ferté Saint-Aubin de la carte départementale des terres agricoles au 1/50000ème, [Bégon,19]. Ce type de carte a été dressé pour servir à l'orientation et à la programmation des améliorations foncières. Les terres sont classées suivant leur aptitude actuelle à la production agricole qui prend en compte, entre autres, les caractéristiques physiques du milieu. Le zonage constitué permet de faire des apparentements et des discriminations, conditions premières d'une éventuelle spatialisation de données technologiques acquises localement comme les caractéristiques thermiques des sols.

Constitué par des sédiments d'apport relativement récent, des alluvions modernes, le sol étudié a peu subi l'action des facteurs de la pédogenèse, c'est un sol jeune. Son développement pédogénétique se limite à la présence d'un horizon organique surmontant directement la roche-mère. Les principales caractéristiques du profil pédologique observé (cf annexe) sont les suivantes:

Localisation : Commune de Bou (Loiret)

Région naturelle : Val de Loire

Topographie : Relief plan, vallée alluviale

Roche-mère : Alluvions récentes de la Loire. Quaternaire.

Economie en eau : Ecoulement superficiel lent, drainage interne imparfait.

Classification : Sol peu évolué d'apport alluvial, [CPCS,37].

Fluvirosol typique, [Baize,15].

Description :

0 cm

Ap Horizon cultural, sable à sable limoneux. Structure polyédrique subangulaire moyenne, faiblement développée.

22 cm

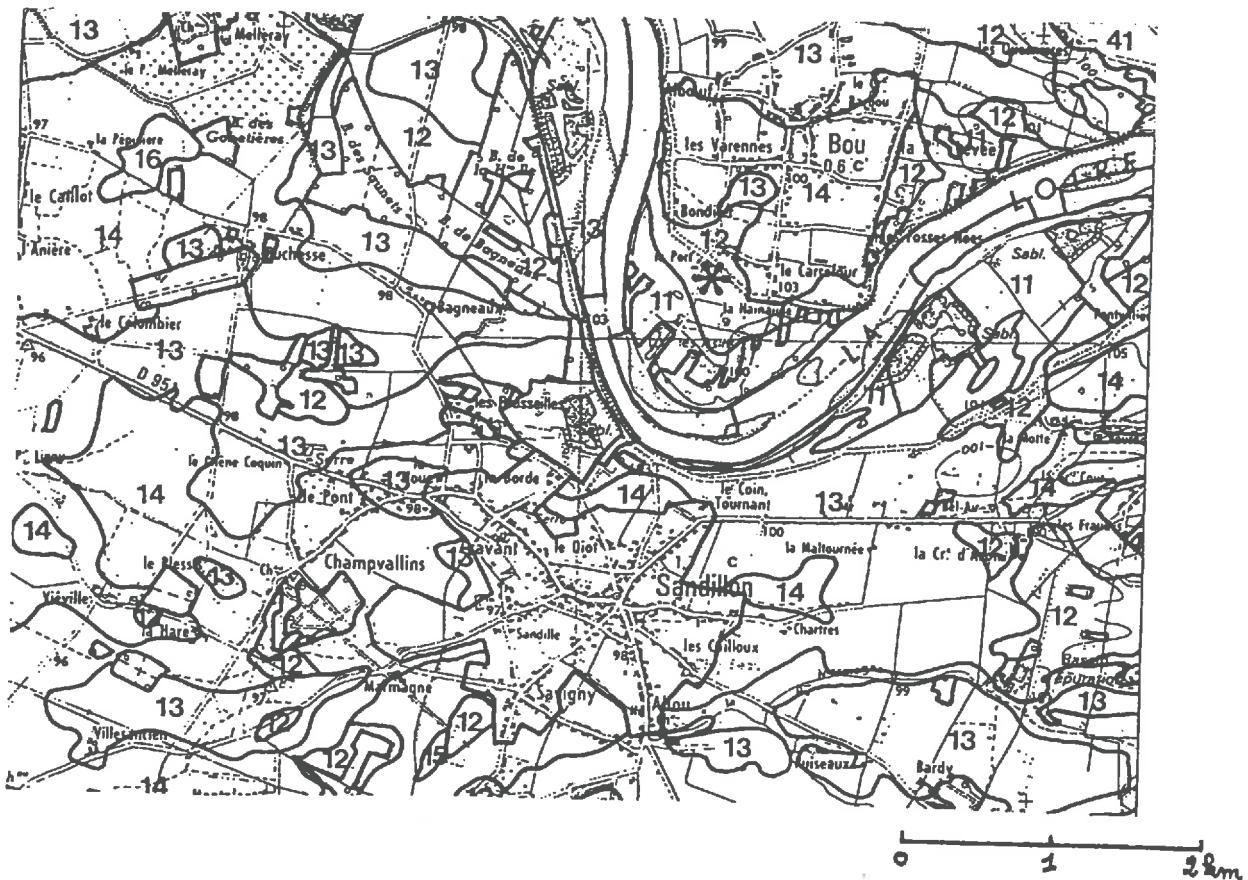
A3(g) Horizon de transition, sable à sable limoneux. Structure continue, niveau tassé.

32 cm

C Roche-mère, sable. Structure particulière.

90 cm Fond du profil observé.

Fig 2.5 – Carte départementale des terres agricoles, Extrait de la feuille de La Ferté Saint-Aubin, [Bégon, 19].



Alluvions des bords de Loire.
Cultures spéciales.
Carières et bosquets résiduels.

Alluvions des bourrelets anciens et des montilles.
Cultures spéciales, bosquets.

Alluvions de l'ensemble du Val
Céréales, maïs grain, colza, tournesol, cultures légumières, vergers, pépinières.

Idem,
mais cultures légumières moins intensives.

Alluvions des rivières secondaires, des chenaux et plaines d'inondation de l'ancienne Loire.
Céréales, maïs grain, tournesol.

Colluvions de raccordement des anciennes terrasses avec le Val.

Saint-Denis de l'Hôtel.
Céréales, maïs grain, pommes de terre.

* site étudié

— Unité 11
Sables très pauvres en éléments fins, présentant localement un niveau plus argileux à moins de 120 cm. Sols très filtrants.

— Unité 12
Sables pauvres en éléments fins, présentant localement un niveau plus argileux à moins de 120 cm. Sols filtrants.

— Unité 13
Sables limoneux, pouvant reposer ou non sur un niveau plus argileux à moins de 120 cm. Localement, de larges plages à texture de surface sablo-argileuse ou limono-sableuse. Sols à bon ressuyage naturel, localement modéré.

— Unité 14
Sables limoneux dominants, reposant sur un niveau argileux à moins de 120 cm. Ils alternent avec de larges plages à texture de surface sablo-argileuse à limono-sablageuse ; plus localement avec de petites lentilles argileuses. Engorgement temporaire au-delà de 30-40 cm.

— Unités 15 et 16
Sols de texture argilo-limoneuse ou argilo-sableuse dès la surface, reposant sur un niveau très argileux dès 30-40 cm. Engorgement prolongé dès 20 cm.

— Unité 17
Sols de texture sablo-limoneuse, en général profonds, localement caillouteux. Sols à bon ressuyage naturel, sauf localement, des mouillères (affleurement des marnes de l'Orléanais près de Vienne-en-Val).

— Unités 41 et 43
Sables faiblement limoneux, reposant sur un sable peu argileux vers 50-70 cm. Sols à ressuyage modéré à imperfai.

La pétrographie des matériaux de ce sol révèle une composition de sable quartzeux et roches siliceuses : silex, quartz, gneiss, feldspaths. L'analyse granulométrique montre une répartition étalée des grains avec la prédominance du sable grossier qui représente plus de la moitié en masse. La taille modale des grains se situe entre 200 µm et 500 µm. Le matériau du sol est de même origine, d'une même phase du dépôt alluvial, sur toute l'épaisseur du solum.

Les seules caractéristiques mécaniques que nous ayons mesuré sont les masses volumiques. La masse volumique apparente présente une valeur maximale élevée dans l'horizon pédologique A_{3(g)} sous le labour. Les masses volumiques réelles sont typiques des minéraux quartzeux. La porosité totale a une variation verticale dans le profil du sol qui est analogue à celle de la masse volumique apparente; on notera toutefois que la valeur mesurée dans l'horizon cultural est du même ordre de grandeur que celle de l'horizon profond.

L'analyse chimique identifie un sol faiblement acide dans l'horizon supérieur mais neutre en profondeur. L'horizon cultural est pauvre en matière organique. La capacité d'échange du complexe adsorbant est très basse.

L'analyse quantitative de diffractogrammes montre que la composition minéralogique de la fraction granulométrique de taille inférieure à deux micromètres est très pauvre en quartz. La répartition des minéraux argileux est pratiquement égale entre les trois types illites, smectites et kaolinites. La surface spécifique est voisine de 280m²/g, [Hardy,81].

La capacité d'échange cationique, rapportée à cent grammes de terre, pour la fraction granulométrique de diamètre de grain inférieur à 2 µm est comprise entre 60 et 70 meq. Ces valeurs assez élevées sont caractéristiques des illites et des smectites.

Développés dans les alluvions des bourrelets anciens et des montilles du val de Loire ces sols, pauvres en éléments fins et en éléments nutritifs pour les végétaux, sont sensibles à la sécheresse. Ils retiennent peu les éléments fertilisants apportés par les agriculteurs et présentent, malgré leur texture légère, des risques de tassemement. Après aménagement à l'irrigation, ils possèdent de bonnes aptitudes pour l'horticulture (maraîchage, asperge) et pour l'arboriculture, fruitière ou d'ornement, [Bégon,19].

Horizon	Profondeur cm	Granulométrie % pondéral						CaCO ₃ % pondéral	C organique % pondéral	Texture	Structure	Consistance	Masse volumique du sol kg/dm ³	Masse volumique matériau kg/dm ³	Porosité totale %, minérale et organique	pH eau	CEC à pH 7 meq/100g de terre	CEC à pH 7 meq/100g d'argile
		Argiles 0-2 µm	limons 2-20 µm	limons grossier 20-50 µm	Sables très fine 50-100 µm	Sables fine 100-200 µm	Sables grossier 200-2000 µm											
A _p	0-22	7,5	6,0	5,8	9,1	19,3	52,3	—	0,42	S	Pos 3 F	Friable	1,65	2,64	37	5,9	5,5	54
A _{3(g)}	22-32	—	—	—	—	—	—	—	—	S	Cont	Ferme	1,80	2,63	32	—	—	—
C-	32-90	8,4	4,8	6,0	8,3	14,4	58,1	—	—	S	Part	Très graine	1,61	2,63	39	6,8	5,1	61

Tab 2.6 – Sol sableux alluvial de Bou. Caractérisation

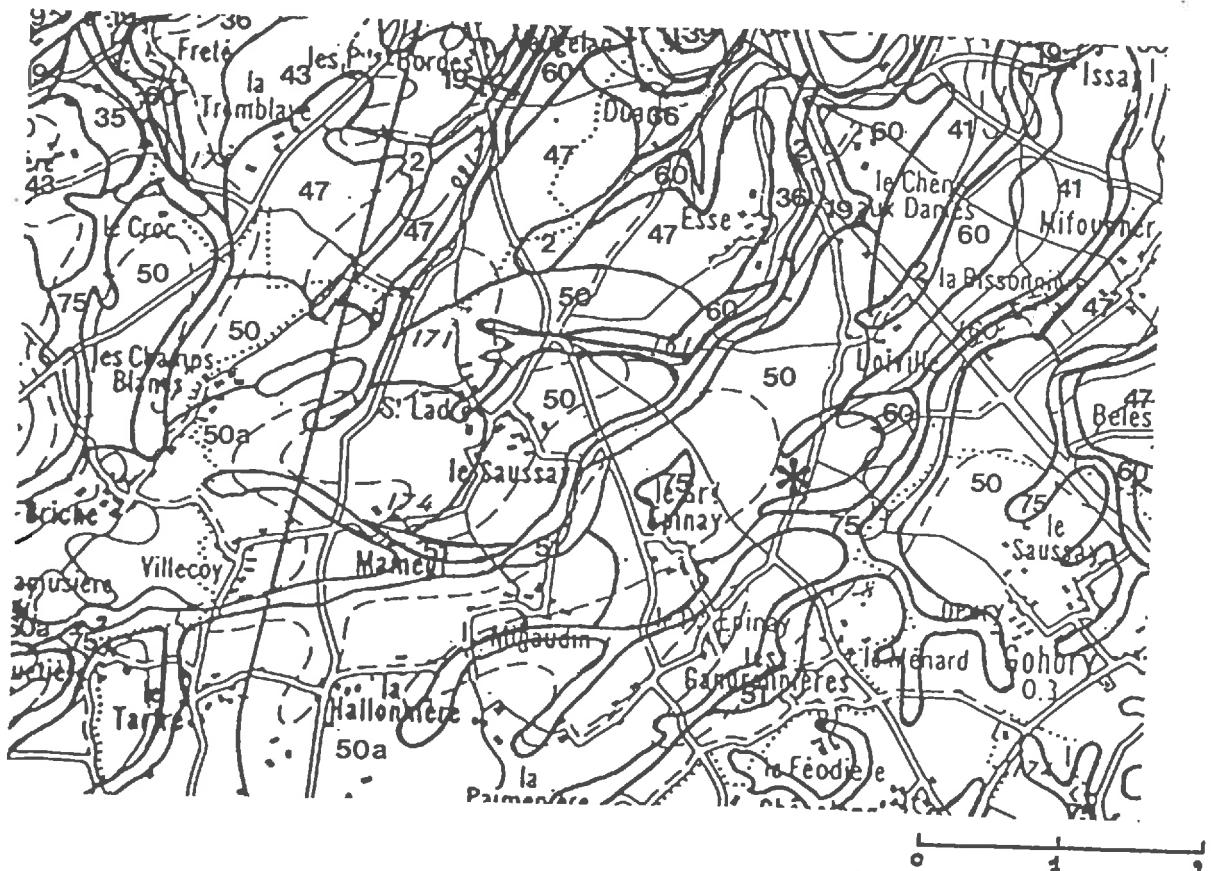
géotechnique,[Ciesielski,47/Gaillard,69].

-II.1.2- Le sol limoneux lessivé à pseudo-gley du Faux-Perche.

Le site étudié est situé sur la feuille Chateaudun de la carte pédologique de France au 1/100000^{ème}. Cette dernière représente un inventaire et une délimitation des types de sols rencontrés qui sont regroupés par famille en fonction des matériaux. Ce document devrait permettre de réaliser une spatialisation régionale de l'information thermique, acquise localement, à des fins d'orientation générale d'activités dans le milieu naturel.

Développé dans la couverture limoneuse épaisse et en position relativement plane, le profil pédologique très différencié du sol étudié atteste de l'importance des effets des facteurs de la pédogénèse qu'il subit depuis des millénaires. Le lessivage des argiles est le trait dominant par la différentiation texturale qu'il provoque. Il s'accompagne d'une structuration caractéristique des différents niveaux et de la marmorisation d'une notable partie du solum par les phénomènes d'oxydo-réduction. La faible capacité d'échange et l'acidité des horizons de surface qualifie la désaturation du complexe adsorbant.

Fig 2.7 – Carte pédologique de la France au 1/100000^{ème}. Extrait de la feuille de Chateaudun, [Isambert,90].



SOLS PEU EVOLUÉS

SOLS D'APPORT COLLUVIAL

- 2 Sols limoneux, à pseudogley, des vallons du plateau du FAUX-PERCHE et de la BEAUCHE CHARTRAINE, reposant souvent sur un cailloutis ferruginité ancien (grison)

SOLS BRUNIFIÉS

SOLS BRUNS

- 19 Sols limono-argileux à argilo-limoneux, à silex peu brûlés des pentes moyennes à fortes, de l'est du FAUX-PERCHE (illiers-Brou-Chateaudun-vallées principales).
20 Sols limono-sableux à limoneux, à forte charge en silex brûlés, développés dans des produits de remaniement de l'argile à silex, sur pente nord et est du PERCHE et du FAUX-PERCHE OCCIDENTAL.

SOLS LESSIVÉS

- 34 Sols limono-sableux à sablo-limoneux à silex arrondis ou émoussés de la basse terrasse de l'HUISNE, de la BRAYE et du LOIR.
35 Sols limoneux à limono-argileux (érosion) sur limon épais (> 120 cm) de BEAUCHE CHARTRAINE, et localement entre CHATEAUDUN et BONNEVAL.
36 Sols limono-argileux, sur limon peu épais (< 120 cm) de BEAUCHE CHARTRAINE reposant sur l'argile à silex.
43 Sols limoneux sur limon épais (> 120 cm) aux environs d'ILLIERS et au nord-ouest de CHATEAUDUN.

46 Sols sablo-limoneux à charge en silex variable, des terrasses moyennes des vallées de l'HUISNE et de la BRAYE, reposant sur l'argile verte - localement dans la vallée de l'OZANNE, en amont de BRAY.

47 Sols limoneux sur limon épais (> 120 cm) principalement en bordure est du FAUX-PERCHE.

50 Sols limoneux sur limon épais (> 120 cm) des plateaux du FAUX-PERCHE (terres franches humides - terres froides - terres blanches), à : hydromorphie marquée dans l'horizon de culture.

51 Sols limoneux sur limon peu épais (< 120 cm) reposant sur l'argile à silex du plateau du FAUX-PERCHE.

54 Sols limono-sableux, peu caillouteux, développés dans des produits de redistribution des sables du PERCHE, localisés dans les synclinaux du COUETRON et de l'OZANNE.

60 Sols limoneux à sablo-limoneux, à forte charge en silex brûlés ou non, développés dans l'argile à silex, au bord du plateau du FAUX-PERCHE.

SOLS HYDROMORPHES

SOLS HYDROMORPHES MOYENNEMENT ORGANIQUES A PEU HUMIF

- 71 Sols argilo-limoneux à limono-argileux des alluvions récentes des vallées secondaires du PERCHE - dans la vallée de l'HUISNE, sols très argileux, assez organiques - localement dans les vallées du FAUX-PERCHE.
75 Sols limoneux des colluvions du plateau du FAUX-PERCHE, avec présence fréquente de grison.

* site étudié

Le profil pédologique observé est le suivant:

Localisation : Commune de Yévres (Eure-et-Loir).

Région naturelle : Faux-Perche.

Topographie : Plateau, partie inférieure d'un versant à pente faible.

Roche-mère : Limon loessique épais. Quaternaire.

Economie en eau : Ecoulement superficiel lent, drainage interne faible.

Classification : Sol lessivé faiblement dégradé à pseudo-gley, [CPCS,37].

Luvisol typique, [Baize,15].

Description :

0 cm

Ap Horizon cultural, limon moyen. Structure polyédrique angulaire grossière, modérément développée.

28 cm

A2(g) Horizon éluvial, limon moyen. Structure continue, localement polyédrique moyenne, faiblement développée.

38 cm

AetBg Horizon de transition, limon moyen et limon argileux. Structure continue et localement polyédrique angulaire moyenne, modérément développée.

50 cm

B2tg Horizon illuvial, limon argileux. Structure polyédrique angulaire moyenne, assez bien développée; à sur-structure prismatique grossière modérément développée.

70 cm

B3g(x) Horizon illuvial, limon argileux. Structure prismatique très grossière, modérément développée.

110 cm Fond du profil observé.

Le sol est développé dans une roche-mère meuble : le loess quaternaire. Une très faible teneur en sable, typique des loess, et une forte teneur en limon sont les traits principaux de l'analyse granulométrique. Un seul matériau est observable dans tout le solum, et la variation du taux d'argile due au lessivage se traduit par un indice d' entraînement égal à 1/2.2, valeur caractérisant un sol lessivé.

La masse volumique apparente du matériau croît avec la profondeur tout en restant modérée. La masse volumique réelle est voisine de celle du quartz. La porosité totale, assez élevée, représente près de la moitié du volume apparent.

Ce sol, ressaturé par les amendements agricoles, est faiblement acide dans les horizons supérieurs mais neutre en profondeur. La teneur en matière organique de l'horizon cultural est modérée. La capacité d'échange cationique du complexe adsorbant est faible. L'analyse minéralogique de la fraction inférieure à deux micromètres fait apparaître une relative abondance de quartz et une faible teneur en kaolinite. Le taux de smectites croît avec la profondeur jusqu'à représenter près de la moitié du total, alors que le taux d'illites évolue en sens inverse. La surface spécifique croît de 200m²/g en surface à 350m²/g dans l'horizon argilique, [Hardy,81].

Ce type de sol couvre de vastes zones sur les plateaux limoneux du Faux-Perche. Epais, il repose en profondeur sur l'argile à silex qui elle même coiffe les sables du Perche. Dans cette région au climat plus frais et plus humide qu'en Beauce, surtout en hiver, le paysage végétal se répartit entre bois et bocage, bien que la tendance actuelle soit à l'extension des cultures. La faible stabilité structurale des horizons supérieurs (limons battants) et la compacité des niveaux profonds induisant la stagnation des eaux sont les deux caractéristiques édaphiques régionales principales. Moyennant la correction de ces défauts par les amendements calcaires et organiques et les opérations de drainage agricole, ces sols présentent de bonnes potentialités de production en grandes cultures, [Isambert,90].

:

Horizon	Profondeur cm	Granulométrie % pondéral						CaCO_3 % pondéral	C organique % pondéral	Texture	Structure	Consistance	Masses volumiques du sol kg/dm^3	Masses volumiques matériau kg/dm^3	Porosité totale % volumique	pH eau	CEC à pH 7 mg/100g de terre	CEC à pH 7 mg/100g d'argile
		Argileux 0-2 µm	Limoneux fin 2-20 µm	Limoneux gréseux 20-50 µm	Sables très fins 50-100 µm	Sables fin 100-200 µm	Sables grossiers 200-500 µm											
A _P	0-28	13,1	34,3	46,7	3,4	0,4	2,1	—	1,06	LM	Po4M	Friable	1,34	2,60	48	5,8	8,3	36
A _{sgj}	28-38	19,9	34,1	40,9	1,7	0,3	3,1	—	—	LM/LA	Cont	Friable	1,50	2,67	44	7,0	8,5	43
A _{et} B _g	38-50									LM et LA	Cont	Friable			.			
B _{etg}	50-70	28,9	30,5	35,7	1,7	0,7	2,5	—	—	LA	Po4AB	Ferme	1,52	2,68	43	7,4	12,6	44
B _{g(x)}	70-110									LA	Pirom5M	Ferme						

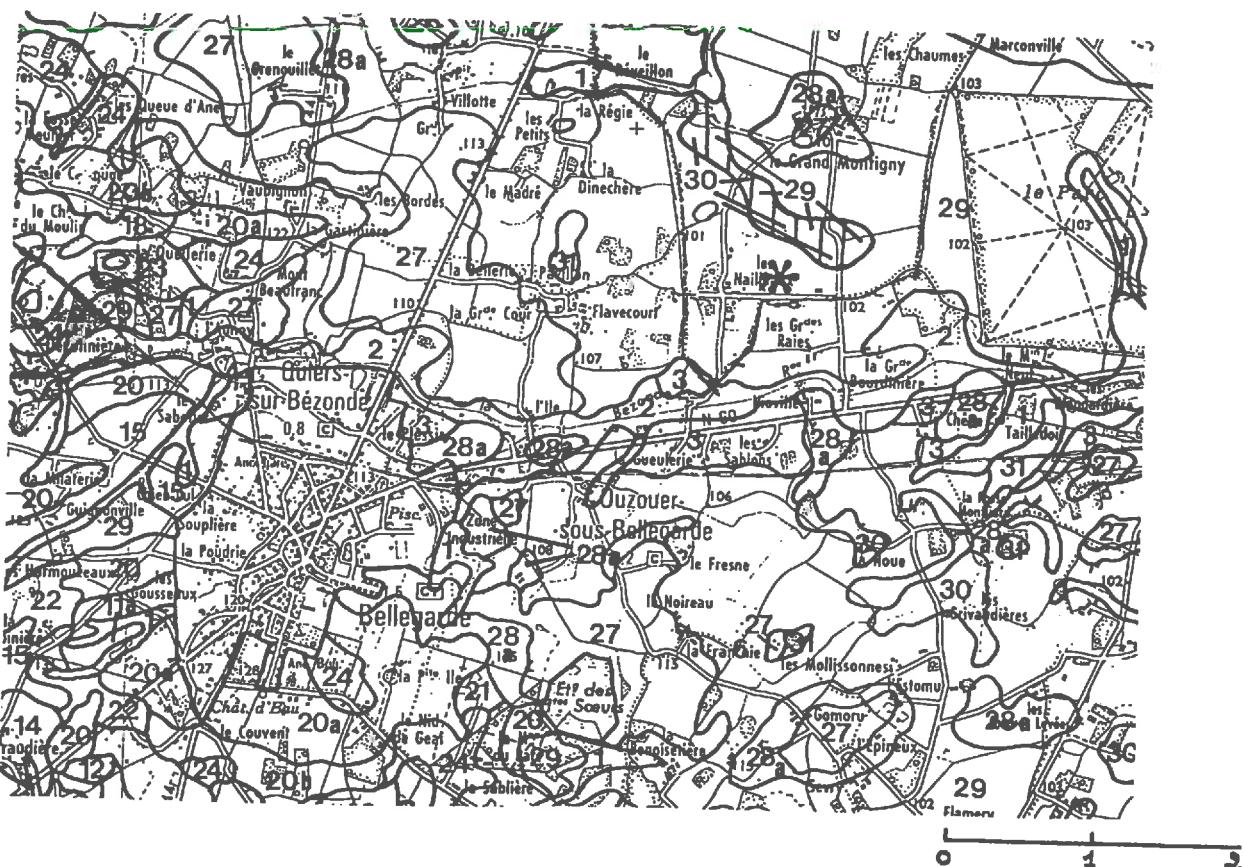
Tab 2.8 – Sol limoneux lessivé de Yévres. Caractérisation géotechnique,[Ciesielski,47/Gaillard,69].

–II.1.3- Le sol argileux brunifié du Gâtinais.

Le site étudié est localisé sur la feuille 1/50000ème Bellegarde-du-Loiret de la carte des sols de la région Centre qui, à l'image de celle de l'Aisne [Jamagne,92], dont elle utilise d'ailleurs le diagramme granulométrique, est une carte analytique. Les unités cartographiques sont délimitées sur des critères de fonctionnement et de comportement, mécaniques et hydrologiques. La poursuite de l'acquisition de connaissances spatialisées peut se poursuivre en y ajoutant les propriétés thermiques.

La texture fortement argileuse est la caractéristique la plus marquante de ce sol brunifié. Elle s'accompagne d'une structuration particulièrement forte du matériau dans les horizons supérieurs. A ces deux aspects s'ajoute une grande dynamique de la géométrie du milieu, contraction et gonflement lors des phases de desséchement ou de réhumectation. Alors que le réseau de fentes particulièrement larges, nombreuses et profondes, permet la circulation de l'air et de l'eau dans le sol desséché, le gonflement consécutif à son réapprovisionnement en eau provoque la fermeture totale de cette macroporosité, le sol devient imperméable dès ses niveaux supérieurs. La porosité d'agrégat est

Fig 2.9 – Carte de sols de la région Centre au 1/50000^{ème}. Extrait de la feuille de Bellegarde-du-Loiret, [Arrouays,8].



SOLS SUR MATERIAUX D'APPORT PLUS OU MOINS RECENT

1 • SOLS COLLUVIAUX

Sols alluvionnaires de texture variable issue des sols voisins, très souvent engorgés.

2 • SOLS D'ALLUVIONS RECENTES

Sols alluvionnaires de texture variable, plus sabloie et affectés par une nappe permanente à l'Ouest de la carte, très argents, dure et présentant localement des risques d'érosion et temporaire à l'Est de la carte.

3 • SOLS DE TERRASSES ANCIENNES (BEZONDE, MAUREPAS, RIMARDE)

Sols de texture variable, mais le plus souvent argileux-sableux en surface, engorgement hivernal intense.

SOLS SUR MATERIAUX NON CAILLOUTEUX DU BURDIGALIEN OU DU QUATERNAIER

10 • SOLS PROFONDS (>120 cm)

Sols le plus souvent surélevés par accumulation, très acides, chimiquement très pauvres, très filtrants, très séchants.

Érosion extrêmement forte et séchante.

• SOLS EPAIS (75-120 cm)

Sols souvent surélevés par accumulation, très acides, chimiquement très pauvres, très filtrants, très séchants.

11 Sur horizons sablo-argileux à argile-sableux : cas le plus fréquent.

11a - Sable-limoneux en surface : souvent battants et froids.

12. Sur horizons argile-sableux puis argileux lourds : localement engorgés en hiver.

12a - Sable-limoneux en surface : souvent battants et froids.

13. Sur horizons argileux lourds : horizons superficiels souvent issus d'une redistribution discontinuité texturelle (sable/argile) très brusque, migration ou fonctionnement hydrogénique latéral, mouillures localisées.

• SOLS MODAUX (35-75 cm)

14. Sur horizons sablo-argileux à argile-sableux : cas le plus fréquent.

15. Sur horizons argile-sableux puis argileux lourds : double discontinuité texturelle provoquant un engorgement intense, mouillures localisées très fréquentes.

15a - Sable-limoneux en surface : souvent battants et froids.

• SOLS MINCES (<35 cm)

18. Sur horizons argile-sableux puis argileux lourds : double discontinuité texturelle provoquant un engorgement très intense, très nombreuses mouillures.

• SOLS SABLO-ARGILEUX

20 Sur horizon argile-sableux à profondeur variable (20 à 120 cm) : acides, comportement structurale défavorable.

20a- Sur argile lourde en profondeur : acides, engorgement accentué par la présence d'un argile lourde imperméable en profondeur, comportement structurale très défavorable.

20b- Sur argiles ou argile lourde calcaire en profondeur : peu acides à neutres, comportement structurale moins défavorable que les unités 20 et 20a.

• SOLS ACIDES ARGILEUX

21 Argileux lourds : très engorgés en hiver, très plastiques, très forte adhérité.

22 Argile-sableux à argileux en surface : adhérité moins forte que l'unité 21, moins bonne régénération structurale sous l'effet du gel et des alternances humectations-déshumectations.

• SOLS CALCAIRES EN PROFONDEUR

23 Argileux lourds : généralement neutres, bonne fertilité chimique, structure assez stable et bien exprimée, très plastiques, forte adhérité.

24 Argile-sableux à argileux en surface : généralement peu filtrés à neutres, bonne fertilité chimique, moins plastiques et collants que l'unité 23.

SOLS SUR MATERIAUX DE L'AQUITANIEN

27 • SOLS MODAUX (35-75 cm) SUR MARNE OU CALCAIRE POUROUX

Assez bonne réserve en eau, localement embelli par l'érosion et séchante.

28 • SOLS CALCAIRES DES LA SURFACE

- Sur marne ou argile lourde calcaire profonde (80 cm) : en position de bas de pente dans l'extrieur Nord-Est de la carte, dans la plaine de Fréville ces sols sont légèrement surélevés dans le paysage.

29 • SOLS CALCAIRES EN PROFONDEUR

Dans la plaine de Fréville, en position quasi plane, son calcaire à très faible taux calcaire en surface, extrêmement argileux, engorgement d'embâcles blanche, très plastiques, très forte adhérité.

30 • SOLS ENTIEREMENT DECARBONATES

Dans la plaine de Fréville, en position de dépression, extrêmement argileux, engorgement d'embâcles très intense, très plastiques, très forte adhérité.

31 • SOLS LIMONO-SABLO-ARGILEUX EN SURFACE, SUR MARNE OU ARGILE CALCAIRE (50 cm)

Couvert de très rares surfaces, souvent sous bois, relativement facile à travailler, bonne fertilité chimique.

extrêmement faible et un pseudo-gley d'endohydromorphie affecte tout le solum. Enfin, la forte teneur en minéraux argileux gonflants se traduit en profondeur, dans les niveaux toujours humides, par la présence de grandes faces structurales de glissement, lissées et brillantes. Ce sol basique posséde une très forte capacité d'échange.

Le profil pédologique observé est le suivant:

Localisation : Commune de Mézières-en-Gâtinais (Loiret)

Région naturelle : Gâtinais.

Topographie : Relief faiblement ondulé, mi-pente orientée au Nord.

Roche-mère : Molasse du Gâtinais. Aquitanien. Tertiaire.

Economie en eau : Ecoulement superficiel modéré, drainage interne très lent à nul lorsque le sol est réhumecté, fissural après une phase de dessèchement.

Classification : Sol brun à caractères vertiques et à hydromorphie,

carbonaté en profondeur, [CPCS,37].

Pélosol brunifié, [Baize,15].

Description :

0 cm

Ap Horizon cultural, argile lourde. Structure polyédrique moyenne, assez bien développée; à sur-structure polyédrique très grossière assez bien développée.

25 cm

*(B)g Horizon structural d'altération, argile lourde. Structure polyédrique angulaire fine, bien développée; à sur-structure polyédrique très grossière, bien développée.
Faces de glissement.*

50 cm

B/Cg Horizon de transition, argile lourde. Structure prismatique

*très grossière, bien développée, à sous-structure
polyédrique angulaire moyenne, assez bien développée.
Nombreuses faces de glissement.*

80 cm

*Cg Roche-mère, argile lourde. Nombreuses faces de glissement.
110 cm Fond du profil observé.*

Le sol est développé dans une roche-mère meuble : l'argile sédimentaire. La très forte teneur en argile occulte l'effet des autres fractions granulométriques. On n'observe pas de trace d'entraînement illuvial des colloïdes argileux et un seul matériau est observable sur toute l'épaisseur.

La masse volumique du sol qui varie peu avec la profondeur est relativement basse. La masse volumique du matériau est légèrement inférieure à celle du quartz. La porosité totale est forte.

Ce sol, dont l'horizon cultural est riche en matière organique, est faiblement basique en surface et naturellement carbonaté en profondeur. Le complexe adsorbant a une très forte capacité d'échange cationique. L'analyse minéralogique de la fraction inférieure à deux micromètres souligne la très faible teneur en quartz et l'abondance des smectites par rapport à la kaolinite dans la proportion de deux pour un. Les illites n'apparaissent qu'en profondeur. La surface spécifique est très élevée, de l'ordre de $500\text{m}^2/\text{g}$, [Hardy,81].

Bien que riche chimiquement, ce sol présente du fait de sa texture excessive, une mise en oeuvre très difficile et une économie en eau particulière. Autrefois réservé au boisement ou à la prairie, ce type de sol est actuellement mis en culture avec des fortunes diverses, très dépendantes des conditions climatiques. La production est essentiellement céréalière avec des résultats exceptionnels en années favorables où, en particulier, l'implantation des semis a pu être faite correctement dans ces sols froids au printemps.

Horizon	Profondeur cm	Granulométrie % pondéral						CaCO ₃ % pondéral	C organique % pondéral	Texture	Structure	Consistance	Masse, volumique du sol kg/dm ³	Masse, volumique matérielle kg/dm ³	Porosité totale % volumique	pH eau	CEC à pH 7 meq/100g de terre	CEC à pH 7 meq/100g d'argile
		Argiles 0-2 µm	limons 2-20 µm	limons grossiers 20-50 µm	Sables très fins 50-100 µm	Sables finos 100-200 µm	Sables grossiers 200-2000 µm											
A _P	0-25	71,6	10,7	3,3	1,9	3,7	8,8	0,3	2,08	ALO	Po a 3 AB	Plastique	1,13	2,48	54	7,5	40,8	47
(B) ₃	25-50	72,5	11,4	3,5	2,0	3,2	7,4	—	0,72	ALO	Po a 2 B	Plastique	1,13	2,54	56	8,0	36,7	47
B/C _g	50-80	73,3	12,5	4,0	1,1	2,0	7,1	3,7	—	ALO	Po m 5 B	Plastique	—	—	—	8,3	32,8	44
C _g	80-110	74,9	14,2	3,6	1,0	1,3	5,0	4,4	—	ALO	Mas	Plastique	—	—	—	—	—	—

Tab 2.10 – Sol argileux brunifié de Mézières. Caractérisation

géotechnique,[Ciesielski,47/Gaillard,69].

-II.2- Le mesurage des caractéristiques hydriques des sols nécessaires à l'étude de leurs propriétés thermiques.

Si dans toute étude thermique portant sur les sols il est indispensable de bien connaître le matériau étudié et son organisation, il est également nécessaire de connaître les propriétés de stockage et de transfert de l'eau.

L'eau est présente dans les sols à l'état solide, liquide ou gazeux. Dans ce qui suit nous allons, après quelques considérations générales, détailler les méthodes de caractérisation hydrique des sols que nous avons utilisées pour déterminer les relations entre l'eau et les autres constituants du sol, ainsi que les endroits où elle se localise.

L'étude des relations entre l'eau et la matière solide utilise la notion de potentiel thermodynamique et exprime ses résultats à l'aide de la courbe caractéristique d'humidité. Une application est la détermination de la capacité de stockage d'eau par le sol avec la méthode de Gras [Gras,74] qui permet d'évaluer la capacité thermique des différents sols étudiés aux deux états de référence sec et humide. Le mesurage de la quantité d'eau contenue dans le sol est fait avec un humidimètre à neutrons.

Les sols sont des systèmes physiques triphasiques constitués d'une matrice solide renfermant de l'eau et de l'air, ces deux fluides pouvant circuler et la matrice elle-même se déformer. Connaître les caractéristiques hydriques d'un sol, c'est savoir qu'elle est la quantité d'eau contenue dans ce sol et, simultanément, posséder toute l'information relative à l'état énergétique de cette eau, c'est à dire quelle est sa vitesse de déplacement et dans quels sites elle se situe. Dans les sols, l'eau est un fluide mouillant alors que l'air est un fluide non mouillant. En présence des trois phases l'angle de contact du fluide mouillant sur la matrice solide n'est pas nul, l'interface entre les deux fluides présente une courbure.

Généralement la teneur en sels solubles de la solution des sols est très faible et ses propriétés physiques, comme c'est le cas dans notre étude, sont peu différentes de celles de l'eau. La présence de solutés dans l'eau des sols en influence les propriétés mais ne peut modifier de manière significative les mouvements de masse du liquide, [Hénin,84].

La circulation des fluides dans les sols se fait à travers un système de pores et de fentes tels ceux que nous avons décrit précédemment à l'aide des mesures de porosité et de la description de la structure des horizons pédologiques. La fraction de l'eau des sols concernée dans cette étude est retenue dans les pores, sous l'influence des forces capillaires, et sur la surface des solides. Si l'intensité des forces de rétention est insuffisante, l'eau s'écoule sous l'influence de la gravité. L'eau occupant d'autres sites (eau interfoliaire des minéraux argileux, eau de constitution), non ou très peu mobile, n'est pas prise en compte ici.

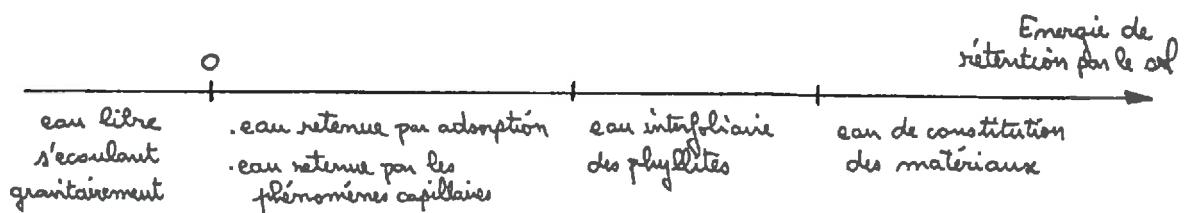


Fig 2.11 – Différents états énergétiques de l'eau dans les sols.

-II.2.1- Etablissement de la courbe caractéristique d'humidité des sols

étudiés. Application des résultats pour l'étude thermique.

La courbe caractéristique d'humidité d'un horizon pédologique établit la relation entre la quantité d'eau contenue dans le sol et la contrainte d'extraction appliquée. C'est la manière la plus commode de décrire la fonction de stockage d'eau par les sols. Sa connaissance permet également l'utilisation de la méthode tensiométrique au mesurage de l'humidité, [Hillel,85]. Elle se détermine en soumettant un échantillon de sol à une contrainte pneumatique constante jusqu'à l'obtention d'un état d'équilibre qui se traduit par l'arrêt du départ d'eau. La teneur en eau de l'échantillon est alors déterminée classiquement par séchage à l'étuve à 105°C.

Le principe de la méthode de détermination de la courbe caractéristique d'humidité d'un sol repose sur l'utilisation du concept de potentiel. L'énergie de l'eau des sols est presque totalement

sous forme d'énergie potentielle, celle-ci variant dans un large domaine. Le potentiel énergétique total de l'eau des sols est la somme des différents potentiels gravitationnel, matriciel, osmotique,...

L'étude de l'énergie potentielle de l'eau des sols est réalisée relativement à un niveau de référence qui est celui de l'eau libre et pure, à la pression atmosphérique et à la température du sol, dans une position donnée et fixe, [Hénin,84]. Nous exprimerons l'état énergétique de l'eau des sols en terme de différence de potentiel par rapport à ce potentiel de référence.

Dans le cas d'un sol non saturé, qui est celui où nous nous placerons, l'eau est essentiellement retenue par les forces de capillarité et d'adsorption et sa différence de potentiel est négative. La composante essentielle du potentiel énergétique total de l'eau des sols est celle due au potentiel matriciel et, plus particulièrement pour la fraction de l'eau du sol qui concerne notre étude, le potentiel capillaire.

En Physique du sol *le modèle explicatif* du comportement de l'eau est le système capillaire qui, bien que très schématique, permet de relier l'état énergétique de l'eau du sol au rayon des pores. Lorsque l'action de la pesanteur est négligeable, *la formule de Laplace* quantifie l'écart de pression qui apparaît de part et d'autre de l'interface entre l'air et l'eau. L'établissement d'un état d'équilibre conduit à la courbure de la surface de séparation des deux fluides non miscibles et, de l'arrangement des particules des sols en un système capillaire résulte, lorsque l'effet de la pesanteur se fait sentir, des forces capillaires dont le principe de *la loi de Jurin* fournit une expression. C'est à partir de cette relation que *la formule de Kelvin* relie la hauteur h de la colonne d'eau équilibrant la pression capillaire, à la tension de vapeur en équilibre au niveau des interfaces, [Hénin,84]. Cette expression, analogue à celle de l'énergie libérée lors de la détente isotherme réversible d'une masse unité de vapeur d'eau depuis la pression P_{h0} à la pression P_h , établit le lien entre la notion de potentiel de l'eau du sol utilisée par les physiciens des sols et le concept thermodynamique de potentiel.

$$(2.1) \quad \frac{2\sigma \cdot \cos(\alpha)}{\rho \cdot g} = \frac{R \cdot T}{M} \cdot \ln\left(\frac{P_{h0}}{P_h}\right)$$

avec

- σ la tension superficielle, en N/m ;
- α l'angle de contact solide-liquide, en rad ;
- ρ la masse volumique de l'eau, en J/kg ;
- r le rayon du capillaire, en m ;
- R la constante molaire des gaz, en $J/mol.K$;
- M la masse molaire de l'eau, en kg/mol ;
- T la température, en K .

C'est la fonction enthalpie libre G qui joue le rôle de potentiel thermodynamique , [Bruhat,32/Rocard,132].

Si l'on considère un volume V d'eau du sol, une transformation réversible de ce système thermodynamique à température et volume constants se traduit, pour la variation du potentiel, par:

$$(2.2) \quad dG = dU - T \cdot dS + V \cdot dP$$

où U est l'énergie interne, en J ;

S est l'entropie, en J/K ;

T est la température, en K ;

P est la pression, en Pa .

Lors d'une transformation réversible conduite à température et volume constants, la diminution du potentiel thermodynamique équivaut au travail fourni, dont celui de pression qui agissent sur le système, [Rocard,132] :

$$(2.3) \quad dG = dW = m \Delta \varphi$$

où

ϕ qui désigne la variation d'enthalpie libre massique, s'exprime en J/kg, et caractérise la variation du potentiel thermodynamique de l'eau du sol;

m la masse, en kg.

La variation d'énergie interne du système n'étant due qu'au seul apport de chaleur dQ :

$$(2.4) \quad dQ = T \cdot dS = dU \quad \Rightarrow \quad dG = V \cdot dP$$

soit, en tenant compte de la relation $V = \frac{m}{\rho}$:

$$(2.5) \quad \boxed{\phi = \frac{dP}{\rho}}$$

L'expression opérationnelle de la différence de potentiel thermodynamique de l'eau du sol utilisée par les ingénieurs, que nous désignerons par *différence de potentiel hydrique*, détermine une grandeur proportionnelle à la différence entre la pression effective P , et la pression de référence P_o qui est la pression atmosphérique.

$$(2.6) \quad \phi = \frac{P - P_o}{\rho}$$

Si l'eau est retenue par le sol, son potentiel thermodynamique est inférieur à celui de l'eau libre et la différence de potentiel hydrique est négative.

Historiquement, dans les travaux de physique du sol, une notation particulière est utilisée pour exprimer la différence de potentiel hydrique du sol, il s'agit de la notation pF définie comme suit:

$$(2.7) \quad \phi = g \cdot 10^{(PF-2)}$$

où g est l'accélération due à la pesanteur, en $m.s^{-2}$.

Il n'existe aucune théorie satisfaisante pour décrire analytiquement, à partir des caractéristiques des sols techniquement mesurables, la relation qui existe entre l'énergie de rétention de l'eau et l'humidité. *La courbe caractéristique de l'humidité des sols*, qui représente la relation différence de potentiel hydrique-teneur en eau, doit être établie expérimentalement à partir des couples de mesures de la teneur en eau de l'échantillon et de la succion appliquée.

La chaîne de mesure de la courbe caractéristique de l'humidité des sols.

La technique mise en oeuvre pour le mesurage de l'humidité d'échantillons de sols, portés à une différence de potentiel hydrique connue, est celle de l'*appareil de Richards*, [Hénin,84/Hillel,85]. L'eau est extraite du sol à l'aide d'une contrainte pneumatique qui est transmise à toute la phase liquide de l'échantillon analysé. Le domaine de potentiel exploré atteint le point de flétrissement permanent conventionnel des végétaux cultivés, c'est à dire une différence de potentiel hydrique supérieure à $1500J/kg$. Ce domaine est étudié graduellement des succions les plus basses aux plus élevées.

La succion d'entrée d'air (ou point d'entrée d'air) est celle qui correspond, pour un sol initialement saturé, au vidage du pore de plus grande dimension. Un accroissement de la succion appliquée au sol conduira au vidage de pores d'un diamètre de plus en plus petit et simultanément à la réduction de l'épaisseur des couches d'hydratation qui couvrent la surface des particules des sols. Une augmentation de la succion est associée à une diminution de l'humidité des sols. L'effet des variations de la pression atmosphérique est négligeable.

Aux basses valeurs de succion c'est l'effet de la structure des sols qui conditionne la forme de la courbe caractéristique de l'humidité, alors que pour les valeurs fortes c'est l'influence de la texture du matériau qui est prépondérante.

Le dispositif de mesurage est constitué par une presse à membrane. Celle ci est essentiellement composée d'une enceinte : la chambre à pression, dont la partie supérieure est étanche à l'air ainsi qu'à l'eau et à l'intérieur de laquelle se trouve placé l'échantillon de sol étudié. La base de l'enceinte est fermée par une plaque de céramique poreuse recouverte d'une matière plastique hydrophile; l'ensemble, lorsqu'il est imbibé d'eau, constitue une paroi perméable à l'eau et imperméable aux gaz.

Les échantillons de sols, initialement saturés d'eau, sont posés sur la paroi poreuse puis soumis à une pression d'air. L'état d'équilibre, constaté par l'arrêt de l'écoulement de l'eau, est atteint après une durée plus ou moins longue, de quelques heures à plusieurs semaines. Pour les énergies de rétention élevées l'équilibre ne s'établit que très lentement. La détermination doit être conduite à température constante et atmosphère saturée d'eau dans l'enceinte.

En général, à cause du phénomène d'hystéresis, lui-même lié à des phénomènes irréversibles, la courbe caractéristique d'humidité des sols obtenue au desséchement ne coïncide pas avec celle acquise en réhumectation. L'hystéresis du phénomène de liaison entre l'eau et le sol se traduit par le fait que la relation succion-humidité du sol n'est pas univoque mais dépend du sens de l'évolution de la teneur en eau (sorption ou désorption). Les courbes caractéristiques de l'humidité des sols présentées ici ont toutes été obtenues au desséchement, ce qui correspond à la situation des sols pendant l'étude thermique.

La détermination de la courbe caractéristique d'humidité des sols étudiés a été obtenue au laboratoire de physique des sols à Orléans (INRA-SECPF), [Gaillard,69]. L'échantillon, initialement saturé en eau, est placé dans la chambre à pression d'une presse à membrane. Il y est soumis, par l'intermédiaire d'un gaz (de l'air) à une surpression $P_g = (P - P_0)$ par rapport à la pression atmosphérique tandis que l'eau du sol est maintenue à la pression atmosphérique. Lorsque l'équilibre est atteint, la différence de potentiel hydrique minimale de l'eau du sol est :

(2.8)

$$\phi = \frac{P_g}{\rho}$$

La détermination de l'humidité pondérale de l'échantillon permet alors de connaître les coordonnées d'un point de la courbe caractéristique de l'humidité.

Les dispositifs utilisent deux types de presse à membrane en fonction de domaine de pression. Dans le domaine des pressions basses, de 0 à 1000 hPa sont utilisées des cellules en chlorure de polyvinyle (PVC) pouvant contenir un échantillon cylindrique de matériau de sol non remanié, d'une hauteur de 70 mm pour un diamètre de 134.9 mm, soit d'un volume de 1 dm³.

La durée de mise à l'équilibre est variable suivant les matériaux des sols, la période utilisée entre deux pesées successives est de sept jours. La courbe caractéristique de l'humidité des sols est obtenue au desséchement, les échantillons étant soumis à des contraintes pneumatiques croissantes sans resaturations intermédiaires.

Un dispositif de presse à membrane renforcée est utilisé pour mesurer la teneur en eau des échantillons de sol en équilibre sous une contrainte plus élevée qui peut atteindre 15000hPa . Cette dernière valeur est la limite conventionnelle de la disponibilité de l'eau des sols pour les végétaux, elle correspond à pF 4,2.

L'incertitude globale relative sur une mesure de la différence de potentiel hydrique est égale à celle qui entache les mesures de pression, elle même évaluée à 1.10⁻² , L'incertitude globale relative sur les masses déterminées est de 1.10⁻² , [Gaillard,69].

La mise en oeuvre de la courbe caractéristique de l'humidité au mesurage de la teneur en eau des sols lors de notre étude thermique nécessite de relier en continu et dans tout le domaine de variation étudié, la différence de potentiel hydrique et le taux d'humidité des sols. La forme générale de la courbe d'interpolation est une relation exponentielle entre la différence de potentiel hydrique des sols et leur humidité, [Hillel,85]. L'ajustement des données expérimentales est obtenu par la méthode des moindres carrés. Nous avons évalué le biais introduit avec la méthode du point intermédiaire; les écarts obtenus sont négligeables devant l'incertitude de mesure du taux d'humidité ou de la différence de potentiel hydrique.

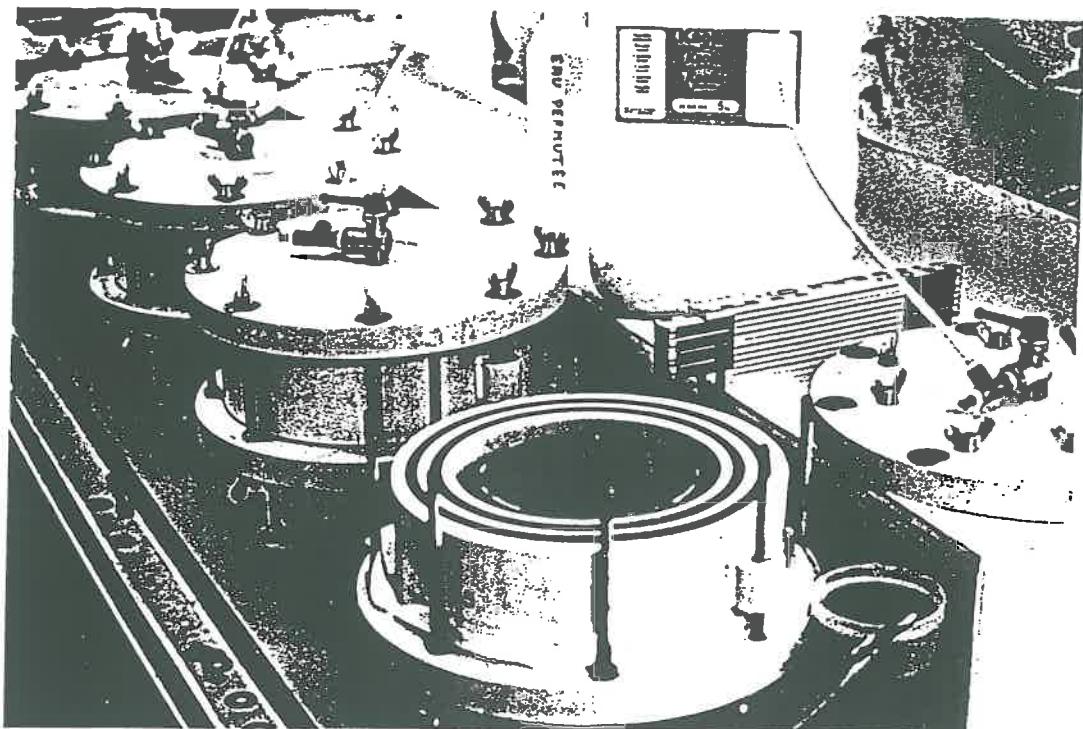


Fig 2.12 – Presse à membrane basse pression.

ϕ mJ/kg	Pression appliquée: P_f en kPa	P_f	BOU			YEVRES			MERIERES	
			A_2	$A_{3(g)}$	C_1	A_2	$A_{2(g)}$	$B_{2(g)}$	A_2	$(B)_g$
40	10	1,0	20,5	16,0	18,7	32,6	26,2	27,3	50,7	47,1
100	100	2,0	13,5	12,2	10,8	23,4	24,2	25,6	49,6	46,1
31,7	316	2,5	10,6	10,2	8,5	22,1	14,8	23,7	46,6	43,0
100,2	1000	3,0	8,6	8,4	8,0	17,4	13,2	20,0	44,0	40,1
1502,7	15000	4,2	3,9	4,0	4,0	7,0	7,1	18,8	29,0	28,4

Tab 2.13 – Mesures du taux d'humidité pondérale des horizons des sols

étudiés lorsqu'ils sont soumis à des contraintes pneumatiques croissantes, (pression atmosphérique normale, 20°C),[Gaillard,69].

-II.2.2- Application de la courbe caractéristique d'humidité au mesurage de la capacité de stockage d'eau par les sols.

La capacité de stockage d'eau par les sols est une de leurs principales caractéristiques hydriques qui, en particulier, affecte très fortement leur capacité thermique. Par définition, elle *représente la quantité d'eau que les sols peuvent fournir aux plantes lorsqu'ils passent de l'état ressuyé après saturation, à l'humidité du point de flétrissement permanent.*

L'eau concernée constitue l'eau mobile des sols qui se distingue nettement de l'eau qui circule dans les pores les plus gros et s'évacue rapidement par drainage, mais aussi de l'eau fortement retenue qui, dans le milieu naturel, est pratiquement immobile et constitue plutôt une des composantes de la texture du sol.

Parmi les deux termes permettant d'évaluer la capacité de stockage d'eau des sols, l'humidité au point de flétrissement permanent est obtenue directement par la mesure correspondante d'une différence de potentiel hydrique égale à $1500J/kg$ lors de l'établissement de la courbe caractéristique d'humidité. Cette méthode de mesurage est très généralement admise et s'identifie bien à la réalité observée pour les plantes cultivées. Il faut remarquer que pour ces niveaux d'énergie, la quantité d'eau extraite pour une variation donnée de la succion appliquée est très faible.

La détermination de l'humidité à l'état ressuyé après saturation est beaucoup plus délicate. Elle correspond au concept de capacité au champ des agronomes. Le mesurage direct, au champ, de cette grandeur, réalisé à partir de l'étude de la courbe d'humidité en fonction du temps, est difficile, long et très contraignant. La méthode d'évaluation de la capacité au champ mise au point par Gras [Chiaverini,46/Gras,74] utilise la courbe caractéristique d'humidité. Testée sur de nombreux sols, elle constitue un moyen commode et adapté de la détermination de la capacité de stockage d'eau des sols appliquée à l'étude de leurs propriétés thermiques. L'incertitude globale sur la valeur de la capacité au champ obtenue par cette méthode qui est de deux pour cent en valeur relative, est de l'ordre de grandeur de celle des mesures d'humidité avec la méthode pondérale.

Nous avons utilisé la méthode de Gras sur les trois sols de l'étude thermique, cette détermination étant faite pour chacun des horizons pédologiques. Les valeurs obtenues sont particulièrement représentatives des comportements observés pour les trois types de sols étudiés.

A la capacité au champ l'humidité volumique du sol sableux de Bou est voisine de 20% et l'eau occupe environ 60% de la porosité totale. Pour le sol limoneux de Yévres ces valeurs passent respectivement à 30% et 70% et elles croissent encore pour le sol argileux pour atteindre 45% et 80%. Ces chiffres, caractéristiques des sols étudiés, en permettent une bien meilleure identification que les teneurs en eau habituellement fournies après séchage à 105°C et rapportées au poids sec.
Lorsque le mesurage de l'humidité des sols est fait en vue d'une étude thermique, il faut considérer la quantité d'eau susceptible d'être libérée sous l'effet des facteurs bioclimatiques, et l'exprimer en fonction de la capacité de stockage du sol considéré.

L'énergie de rétention de l'eau par les sols à la capacité au champ varie selon la texture, plus le sol est argileux et plus elle est élevée; son évaluation par la méthode de Gras fournit une valeur de 10J/kg pour le sol sableux, de 20J/kg pour le sol limoneux et atteint 155 J/kg pour le sol argileux. Il est remarquable de noter que c'est le sol limoneux qui possède la plus importante capacité de stockage d'eau, sauf dans l'horizon profond.

C'est la fraction d'eau mobile correspondant à la capacité de stockage qui provoque les variations de la capacité thermique des sols et, de fait, influence très fortement leur comportement thermique. En conséquence le séchage des matériaux des sols lors du mesurage de leur capacité thermique massique au microcalorimètre de Calvet doit être réalisé à basse température pour que l'eau, immobile dans le milieu naturel et qui fait partie intégrante du matériau, ne soit pas évaporée.

Site	BOU			YEVRES			MEZIERES	
	Ap	A _{3(g)}	C	Ap	A _{2(g)}	B _{2tgx}	Ap	(B) _g
Horizon pédologique	Ap	A _{3(g)}	C	Ap	A _{2(g)}	B _{2tgx}	Ap	(B) _g
Humidité pondérale à pF 3,0, en kg/m ³	86	84	80	174	132	200	440	401
pF de ressuyage	2,0	2,0	2,0	2,3	2,2	2,4	3,3	3,1
Humidité volumique à la capacité au champ en m ³ /m ³	0,220	0,217	0,173	0,329	0,309	0,365	0,463	0,442
Humidité volumique au point de flétrissement permanent, en m ³ /m ³	0,064	0,072	0,064	0,094	0,107	0,286	0,328	0,321
Capacité de stockage d'eau en m ³ /m ³	0,156	0,145	0,109	0,235	0,202	0,079	0,135	0,121
Porosité totale en m ³ /m ³	0,375	0,316	0,388	0,485	0,438	0,433	0,544	0,555
Fraction de la porosité totale occupée par l'eau à la capacité au champ, %	59	69	45	68	71	84	85	80
Capacité de stockage d'eau rapportée à la porosité totale, %	42	46	28	48	46	18	25	22

Tab 2.14 – La capacité de stockage d'eau des sols considérés dans l'étude thermique.

-II.2.3- Humidimétrie neutronique.

Parallèlement à la détermination de l'humidité des échantillons des sols avec les tensiomètres, le dispositif expérimental comporte une possibilité de mesurage avec un humidimètre à neutrons.

La méthode neutronique permet une détermination directe de l'humidité volumique avec une mise en oeuvre commode, surtout lorsque, comme dans le cas de nos essais, la période pendant

laquelle les mesurages sont réalisés est très longue. Toutefois, la présence d'un tube en aluminium de plusieurs centimètres de diamètre, inclus verticalement au centre des échantillons et sur toute leur hauteur, est incompatible avec une étude thermique des sols telle celle que nous conduisons. Pour contourner cette difficulté nous avons utilisé des paires d'échantillons, les éléments du couple prélevés côté à côté étant tout à fait semblables, l'un servant à la détermination du profil hydrique neutronique.

Cette méthode fondée sur l'interaction des neutrons avec la matière, utilise le ralentissement et la diffusion des neutrons rapides dans le sol. Elle suppose vérifiée deux hypothèses de base à savoir que l'hydrogène est l'élément qui participe le plus activement au ralentissement des neutrons rapides et qu'il est présent dans les sols essentiellement sous forme de molécules d'eau. Ceci permet de relier l'humidité volumique des sols à la densité de neutrons lents présents autour d'une source de neutrons rapides placée dans le sol. Si l'émission est constante la densité de neutrons lents est proportionnelle à celle des noyaux d'hydrogène.

L'appareil de mesure comporte une source radioactive d'américium qui émet principalement des rayons alpha et bombarde du beryllium avec lequel il est intimement mélangé. Ce beryllium émet alors des neutrons rapides qui, une fois thermalisés, sont détectés et comptés avec un détecteur à trifluorure de bore enrichi fonctionnant en compteur proportionnel.

Le pouvoir de résolution de cet appareil de mesure, lié au rayon de la sphère d'influence, est faible. La sphère d'influence, à l'intérieur de laquelle se situent quatre-vingt quinze pour cent des neutrons thermalisés, a un rayon de quinze centimètres dans l'eau et une valeur supérieure dans les sols. Pour les mesurages proches de la surface des sols un réflecteur neutronique en polyéthylène est utilisé.

L'hydrogène du sol étant présent dans l'eau quelque soit son état (libre, liée ou de constitution), ainsi que dans la matière solide (substances organiques, certaines roches...), le mesurage de l'humidité des sols par la méthode neutronique nécessite un étalonnage. Celui-ci est réalisé par le Commissariat à l'Energie Atomique (CEN-Cadarache) [CEA,36], au laboratoire et sur des échantillons de sol prélevés dans chaque horizon pédologique. La relation d'étalonnage est linéaire.

Les composantes principales de l'incertitude de mesure de l'humidité du sol avec la méthode neutronique sont liées aux erreurs instrumentale et d'étalonnage ainsi qu'aux erreurs de mesurage.

Les éléments absorbants du sol autres que l'eau dont la section efficace d'interaction est grande comme le fer et surtout le chlore peuvent biaiser le mesurage, leur effet est pris en compte dans la relation d'étalonnage.

Les erreurs dues au comptage sont petites comparées à celle dues à l'étalonnage ou à l'hétérogénéité des sols.

Lorsque l'on étudie les variations d'humidité dans un sol, l'incertitude relative globale sur la mesure est de l'ordre de un pour cent, alors qu'elle atteint *trois pour cent* pour des mesures très soignées de l'humidité volumique, [Normand,121].

Les tableaux suivants rassemblent les mesures obtenues sur les échantillons des sols pendant toute la durée de l'étude thermique. Ils montrent le desséchement très lent de ces échantillons depuis leur mise en place initiale jusqu'à la réhumectation contrôlée que nous avons réalisée.

Profondeur en cm	Échantillon BOU			Échantillon YÉVRES			Échantillon MERIÈRES		
	Date 19/02/90	19/04/90	10/07/90	Date 19/02/90	13/03/90	16/05/90	Date 19/02/90	13/03/90	04/07/90
15	0,166	0,080	0,049	0,358	0,267	0,255	0,571	0,493	0,225
25	0,223	0,104	0,064	0,382	0,272	0,251	0,561	0,498	0,325
35	0,214	0,098	0,065	0,349	0,229	0,208	0,565	0,495	0,429
45	0,189	0,087	0,071	0,356	0,231	0,221	0,548	0,456	0,448
85 dans le sol d'accueil	0,079	0,033	0,038	0,088	0,040	0,033	0,074	0,038	0,035

Tab 2.15 – Humidité volumique des échantillons de sol (en m³ d'eau par m³ de sol) pendant l'étude thermique.

-II.3- L'influence des propriétés des sols sur la définition des grandeurs

à mesurer. Le concept de milieu thermiquement équivalent au sol et ses conséquences.

Le mesurage des caractéristiques thermophysiques des sols suppose qu'au préalable les grandeurs concernées aient été définies. Si la définition des mesurandes est aisée à réaliser dans le cas des matériaux homogènes, il en va tout autrement pour les sols où nos mesurages visent à déterminer le champ de température, la capacité de stockage de chaleur et l'aptitude au transfert de l'énergie thermique.

Lorsque l'on posséde la description exhaustive du profil pédologique, le mesurage de la capacité thermique massique c_s du sol nécessite simplement le prélèvement d'un volume suffisant de terre de masse m_s pour fournir une valeur moyenne prenant en compte la diversité et les proportions des différents constituants de capacité thermique massique c_i , [Jamagne,92].

$$(2.9) \quad c_s = \frac{\sum_{i=1}^m m_i \cdot c_i}{m_s}$$

avec

m_i masse du $i^{\text{ème}}$ constituant, en kg ;

m nombre total de constituants du matériau de sol.

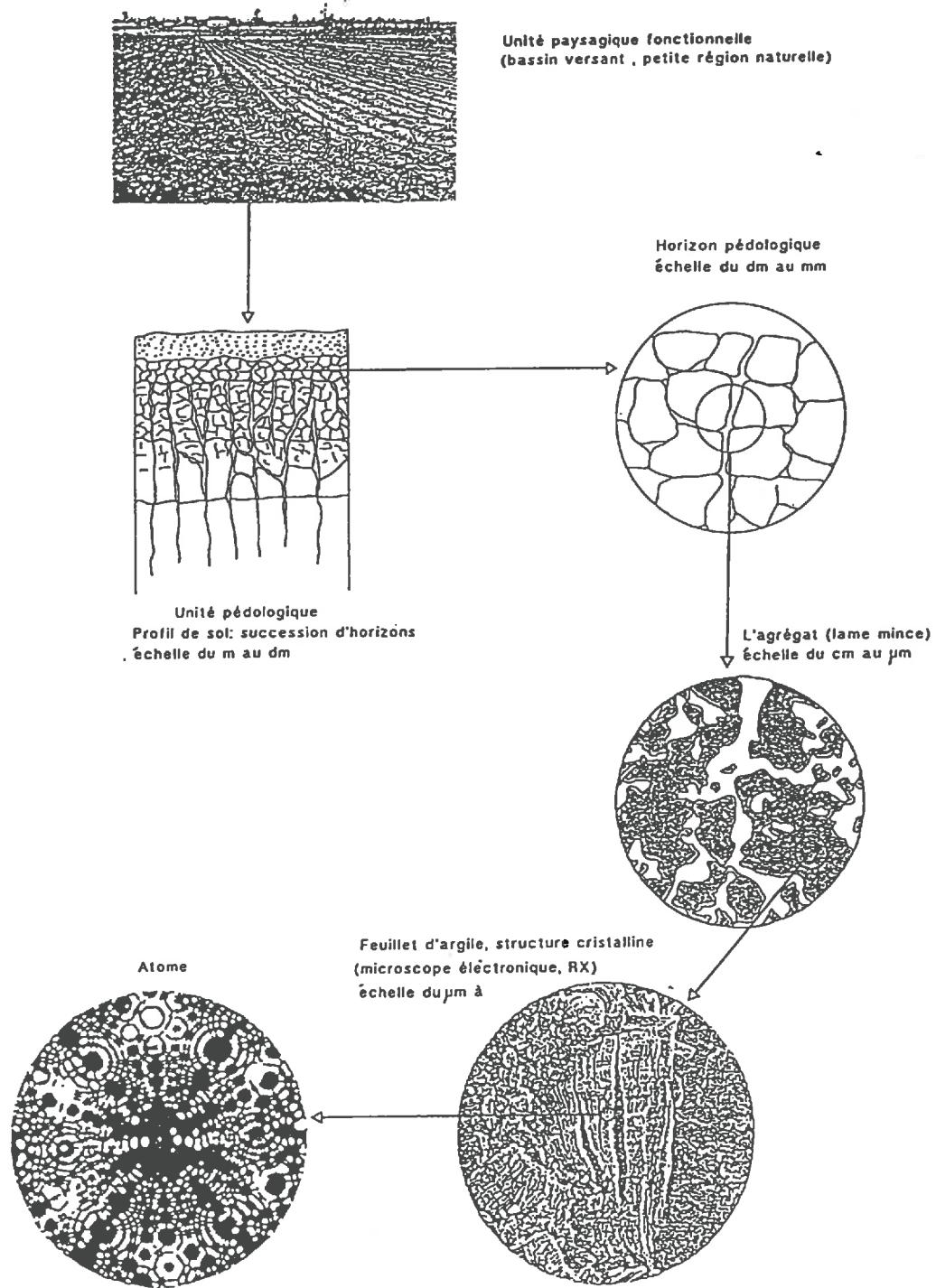
Le mesurage de la température dans le sol, et surtout celui de la conductivité thermique nécessitent la prise en compte des transferts. Nous avons vu précédemment que *les sols sont des milieux poreux* qui se présentent sous l'aspect de solides plus ou moins rigides et de formes compliquées, englobant des vides appelés pores qui peuvent communiquer entre eux et contenir une ou plusieurs phases fluides. Les phénomènes de transfert de masse ou d'énergie qui se déroulent au sein du milieu poreux doivent être décrits à l'échelle des pores, là où s'appliquent rigoureusement les lois générales de la physique des milieux continus, chaque phase du sol constituant un milieu continu et le milieu poreux lui même un ensemble de milieux continus imbriqués, [Jouana,94]. *Cette échelle à la dimension des pores est qualifiée de microscopique.*

Du fait de notre méconnaissance de la géométrie de l'espace poreux, l'analyse des phénomènes de transfert dans les sols n'est actuellement réalisable qu'à l'aide d'un changement d'échelle et de la détermination d'un volume élémentaire représentatif (VER) du milieu sol réel. Les descriptions de sols précédentes nous fournissent une première évaluation de ce VER, à l'échelle de l'horizon pédologique, sous la forme d'une sphère de diamètre égal à l'épaisseur cet horizon. *Cette échelle d'investigation, qualifiée de macroscopique, est celle à laquelle doivent être déterminées les caractéristiques thermiques des sols.*

Pour réaliser le passage des paramètres microscopiques à leurs correspondants macroscopiques sont utilisées des équations de bilan qui expriment les principes généraux fondamentaux, mais aussi des équations phénoménologiques établissant des relations entre les diverses grandeurs présentes dans ces équations de bilan, [Bories, 28/Marle, 106]. Les équations microscopiques sont intégrées sur le volume élémentaire représentatif pour obtenir une valeur moyenne spatiale.

L'approche macroscopique demeure le fondement de la modélisation des milieux poreux en vue du mesurage des caractéristiques thermiques des sols. Les lois macroscopiques doivent être valables localement dans le milieu poreux alors que la prise de moyenne décrit un comportement global, en conséquence *le milieu poreux réel, hétérogène et discontinu, est stylisé en un milieu continu fictif dont les propriétés sont en chaque point identiques aux propriétés locales du milieu poreux*, [Marle, 105, 106], c'est le milieu thermiquement équivalent au sol.

Fig 2.16 – Les différents niveaux d'investigation en science du sol.



L'équation de bilan macroscopique établie pour le milieu équivalent traduit le comportement thermique du milieu poreux. Elle exprime que la variation d'enthalpie est égale à la somme des flux énergétiques conductifs, convectifs ou diffusifs, du flux de chaleur latente et de l'effet des termes sources. Elle est donnée par l'expression suivante où chacun des termes est macroscopique, [Bories,28]:

$$(2.10) \quad \rho_s \cdot (1-\varepsilon) \cdot \frac{\partial H_s}{\partial t} + \rho_l \cdot \varepsilon \cdot S_l \cdot \frac{\partial H_l}{\partial t} + \rho_g \cdot \varepsilon \cdot S_g \cdot \frac{\partial H_g}{\partial t}$$

$$= P - \vec{\nabla} \cdot \vec{J}_q - \sum_{\alpha=\text{long}} (\vec{J}_{\alpha,c} + \vec{J}_{\alpha,d}) \cdot \vec{\nabla} - \sum_{\alpha=\text{long}} I_{\alpha} \cdot H_{\alpha}$$

avec

I_{α} changement de phase volumique, en kg/m^3 ;

$\vec{J}_{\alpha,c}$ densité de flux massique convectif, en $kg/m^2.s$;

$\vec{J}_{\alpha,d}$ densité de flux massique diffusif, en $kg/m^2.s$;

\vec{J}_q densité de flux thermique, en W/m^2 ;

H_g enthalpie massique de la phase gazeuse, en J/kg ;

H_l enthalpie massique de la phase liquide, en J/kg ;

H_s enthalpie massique de la phase solide, en J/kg ;

ρ_g masse volumique de la phase gazeuse, en kg/m^3 ;

ρ_l masse volumique de la phase liquide, en kg/m^3 ;

ρ_s masse volumique de la phase solide, en kg/m^3 ;

ε porosité du sol, sans dimension;

P puissance thermique volumique générée par les sources internes, W/m^3 ;

S_g saturation en phase gazeuse, sans dimension;

S_l saturation en phase liquide, sans dimension;

t temps, en s .

A cette équation de bilan s'ajoute une équation phénoménologique de la densité de flux d'énergie thermique qui permet de fermer le système, [Bories,28]:

(2.11)

$$\vec{J}_q = -\bar{\lambda}^* \cdot \vec{\nabla T} + \vec{J}_t \cdot h + \vec{J}_{vr} \cdot \mathcal{L}$$

avec

\bar{h} coefficient global d'échange massique, en J/kg ;

\vec{J}_t densité de flux massique de la phase liquide, en $kg/m^2.s$;

\vec{J}_{vr} densité de flux massique de la phase vapeur, en $kg/m^2.s$;

$\vec{J}_t = \vec{J}_{vr} + \vec{J}_l$ densité totale du flux massique, en $kg/m^2.s$;

$\vec{\nabla T}$ gradient de température, en K/m ;

\mathcal{L} chaleur latente de changement de phase, en J/kg ;

$\bar{\lambda}^*$ conductivité thermique apparente, en $W/m.K$.

Lorsque le transfert n'est pas uniquement conductif ces équations soulignent immédiatement l'erreur que l'on commet sur la mesure de la conductivité thermique apparente à partir du rapport de la densité de flux thermique au gradient de température, .

L'expression du coefficient de transfert thermique global $\bar{\lambda}$ du milieu poreux obtenue à partir du système d'équations précédent possède trois composantes à savoir celle due au matériau du sol que l'on cherche à déterminer, celle due aux phases fluides qui remplissent la porosité, et enfin celle des termes liés aux mouvements de masse.

(2.12)

$$\begin{aligned} \bar{\lambda} &= (1-\varepsilon) \cdot \lambda_s \cdot \bar{I} + \sum_{\alpha=\text{long}} \varepsilon \cdot S_\alpha \cdot \lambda_\alpha \cdot \bar{I} \\ &+ (\lambda_s - \lambda_l) \cdot \bar{K}_s + (\lambda_l - \lambda_g) \cdot \bar{K}_l + (\lambda_g - \lambda_s) \cdot \bar{K}_g \end{aligned}$$

avec

λ_g conductivité thermique de la phase gazeuse homogène, en $W/m.K$;

λ_l conductivité thermique de la phase liquide homogène, en $W/m.K$;

λ_s conductivité thermique de la phase solide homogène, en $W/m.K$;

$\bar{\bar{K}}_g$ tenseur des coefficients de perméabilité relative de la phase
gazeuse, sans dimension ;

$\bar{\bar{K}}_l$ tenseur des coefficients de perméabilité relative de la phase
liquide, sans dimension ;

$\bar{\bar{K}}_s$ tenseur des coefficients de perméabilité relative de la phase solide,
sans dimension ;

$\bar{\bar{I}}$ tenseur unité, sans dimension ;

Dans l'état actuel des connaissances on ne sait pas mesurer la totalité des composantes du coefficient de transfert thermique global, les termes liés à la connaissance des aires interfaciales sont inaccessibles. Les mesurages fournissent la valeur de *la conductivité thermique apparente du sol* lorsque le transfert est uniquement conductif.

(2.13)

$$\lambda^* = (1 - \varepsilon) \cdot \lambda_s + \sum_{\alpha=\text{oug}} \varepsilon \cdot S_\alpha \cdot \lambda_\alpha$$

La conductivité thermique apparente du sol s'exprime comme une somme pondérée de la conductivité thermique réelle du sol à laquelle s'ajoute la conductivité propre des matériaux qui remplissent la porosité, les coefficients de pondérations étant les proportions volumiques relatives de chaque constituant.

-II.3.1- Une conséquence de l'utilisation d'un milieu thermiquement équivalent aux sols pour définir les mesurandes : la détermination du volume de mesurage.

Le volume élémentaire de mesurage (VEM) est le volume de sol soumis à la contrainte thermique appliquée, dont on recueille la réponse avec le signal métrologique.

Pour *mesurer la température dans les sols* nous avons réalisé des thermosondes adaptées qui se présentent sous la forme de cylindres en acier inoxydable de dix centimètres de longueur pour un diamètre de huit millimètres. Cette géométrie est celle recommandée pour les mesures de la température dans les sols [Dorigny,56/Viton,148] lorsque la dynamique thermique y est comparable à celle due aux variations climatiques. Compte-tenu de la structuration du matériau dans les horizons pédologiques des sols étudiés, cette géométrie du capteur permet l'intégration spatiale de la température sur un volume élémentaire de mesure (VEM) compatible avec le volume élémentaire représentatif (VER) de sol définit précédemment.

Le problème de *la délimitation du volume de mesure dans le cas du mesurage de la conductivité thermique apparente* nécessite une étude particulière. Nos mesurages, réalisés à l'échelle macroscopique, concernent surtout les *transferts verticaux dans les sols*. Ceci nous conduit à examiner tout d'abord la longueur du chemin que l'effet de la contrainte thermique doit y parcourir pour que la mesure de la conductivité thermique apparente ne soit pas biaisée; puis dans un second temps à analyser la caractéristique du sol qui est effectivement mesurée par le conductivimètre. Evaluer *la longueur parcourue par l'effet de la contrainte thermique appliquée* équivaut, pour des transferts verticaux, à déterminer l'épaisseur de sol à considérer. La taille des mailles élémentaires à utiliser, au niveau d'arrangement macroscopique des horizons pédologiques, est celle de la structure principale observée dans les descriptions des profils. Dans les trois types de sol étudiés la forme des éléments structuraux est polyédrique.

	BOU	YÈVRES	MEZIÈRES
Horizon culturel	10	20	20
Horizon sous-jacent	5	15	10

Tab 2.17 – La taille des éléments structuraux dans les sols étudiés, en mm.

Pour évaluer cette longueur minimale de parcours considérons localement *un milieu stylisé en une superposition de tranches homogènes de deux types*, un premier type représentant les agrégats A_g de conductivité thermique λ_A et d'épaisseur L_A , et le second type les fentes F , de conductivité thermique λ_F et d'épaisseur L_F . Nous sommes en présence du célèbre problème du mur des thermiciens dont la résistance thermique apparente est:

$$(2.14) \quad R^* = \frac{L}{\lambda^* \cdot S}$$

avec

L l'épaisseur de sol traversée par le flux de chaleur, en m ;

S l'aire de la portion de sol considérée, en m^2 .

La représentation schématique du milieu sol lorsque l'on considère est alors:

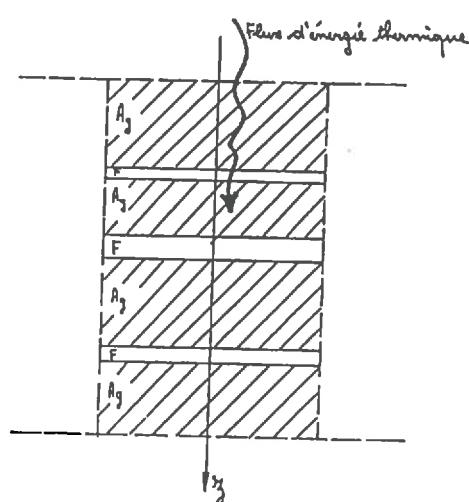


Fig 2.18 – Schéma modélisé de l'horizon pédologique.

Si nous considérons des éléments A_g tous identiques et de même pour les éléments F_i . L'expression générale de la variation relative $\frac{\Delta R_i^*}{R_i^*}$ de la résistance thermique de la tranche de sol lorsque son épaisseur s'accroît d'un élément est:

$$(2.15) \quad \frac{\Delta R_i^*}{R_i^*} = \frac{(1-\delta) \frac{L_A}{\lambda_A} + \delta \cdot \frac{L_F}{\lambda_F}}{Int\left(\frac{i+1}{2}\right) \cdot \frac{L_A}{\lambda_A} + \left[Int\left(\frac{i+1}{2}\right) - \delta \right] \cdot \frac{L_F}{\lambda_F}}$$

avec $\delta = 0$ si i
 $\delta = +1$ si i est
 $Int()$: la partie entière

Il est possible de déterminer le rang i pour lequel la variation relative de la résistance thermique sera inférieure à une valeur seuil en deçà de laquelle les variations seront considérées comme négligeables. A cette valeur du rang i correspondra une longueur caractéristique L_i du milieu étudié et dont l'expression générale est la suivante :

$$(2.16) \quad L_i = L_A + \left[Int\left(\frac{i+1}{2}\right) - \delta \right] \cdot L_A + Int\left(\frac{i+1}{2}\right) \cdot L_F$$

Une application aux trois types de sol étudiés montre une variation très rapide de la résistance thermique relative pour les faibles longueurs de parcours qui s'atténue fortement suivant les matériaux entre dix et vingt centimètres. La prise en compte de l'effet structure des sols conduit au regroupement des sols limoneux et argileux alors que le sol sableux peu structuré et à fraction grossière abondante se distingue nettement.

Les valeurs rassemblées dans le tableau ci-dessous indiquent que la prise en compte d'*une longueur de vingt centimètres* conduit à un biais relatif sur la valeur de la résistance thermique apparente *inférieur à cinq pour cent* dans les trois types de sols étudiés. Elles soulignent aussi qu'une réduction de ce biais ne pourra être obtenue que par un allongement important de la distance parcourue par l'effet de la contrainte appliquée.

		$\mathcal{L}(0,10)$ m	$\mathcal{L}(0,05)$ m	$\mathcal{L}(0,03)$ m
SABLE	A_p et C_1 sec	0,06	0,11	0,18
	A_p et C_1 humide	0,06	0,11	0,18
LIMON	A_p sec	0,15	0,23	0,44
	A_p humide	0,14	0,26	0,42
	B sec	0,09	0,17	0,27
	B humide	0,08	0,16	0,25
ARGILE	A_p sec	0,13	0,24	0,38
	A_p humide	0,14	0,26	0,35
	B sec	0,09	0,17	0,26
	B humide	0,08	0,16	0,25

Tab 2.19 – Valeurs de \mathcal{L} pour trois valeurs de $\frac{\Delta R^*}{R^*}$

En conclusion, il apparaît que pour estimer la longueur minimale de parcours dans un sol de l'effet d'un contrainte thermique, elle même correspondante d'une valeur fixée du biais dû à l'hétérogénéité du milieu, il faut connaître le type et la taille des éléments structuraux (structure principale), la taille des fentes de retrait au point de flétrissement permanent et la conductivité thermique des agrégats à l'état sec. C'est à partir de ces éléments descriptifs du sol à caractériser qu'une approximation raisonnée du volume élémentaire représentatif, donc du volume élémentaire de mesure, peut être précisée.

Lorsque l'on connaît cette longueur minimale de parcours de l'onde thermique qui va permettre de définir la conductivité thermique apparente de l'horizon pédologique, il examiner ^{faut} qu'elle est la grandeur relative au sol que mesure le capteur du conductivimètre?

Nous décrirons dans le paragraphe consacré à l'étude du procédé de mesure de la conductivité thermique apparente des sols, la méthode de mesure utilisée. Au stade de la délimitation du VEM il suffit de savoir que cette méthode, dérivée de celle de l'aiguille chauffante, applique une contrainte au sol par l'intermédiaire d'un élément chauffant cylindrique, lequel sert également de capteur de la réponse du milieu.

Deux exigences conduisent à placer le capteur du conductivimètre thermique en position horizontale dans le sol. Tout d'abord le fait que les sols soient des milieux stratifiés, mais aussi que l'épaisseur des horizons pédologiques puisse être très inférieure à vingt centimètres. D'autre part la mise en place de ce capteur à un niveau donné doit être réalisée sans perturber les niveaux supérieurs ou inférieurs.

Le volume élémentaire de mesurage du conductivimètre thermique a une forme présentant une symétrie de révolution approximativement cylindrique. L'évaluation du diamètre de ce cylindre est liée à la distance parcourue dans le milieu par la chaleur émise par le capteur, donc à la durée d'application de la contrainte thermique, ceci relève essentiellement du protocole de mesurage. Par contre, la seconde caractéristique géométrique du VEM est en rapport direct avec la longueur du capteur; elle lui est très faiblement supérieure car le flux thermique axial est négligeable.

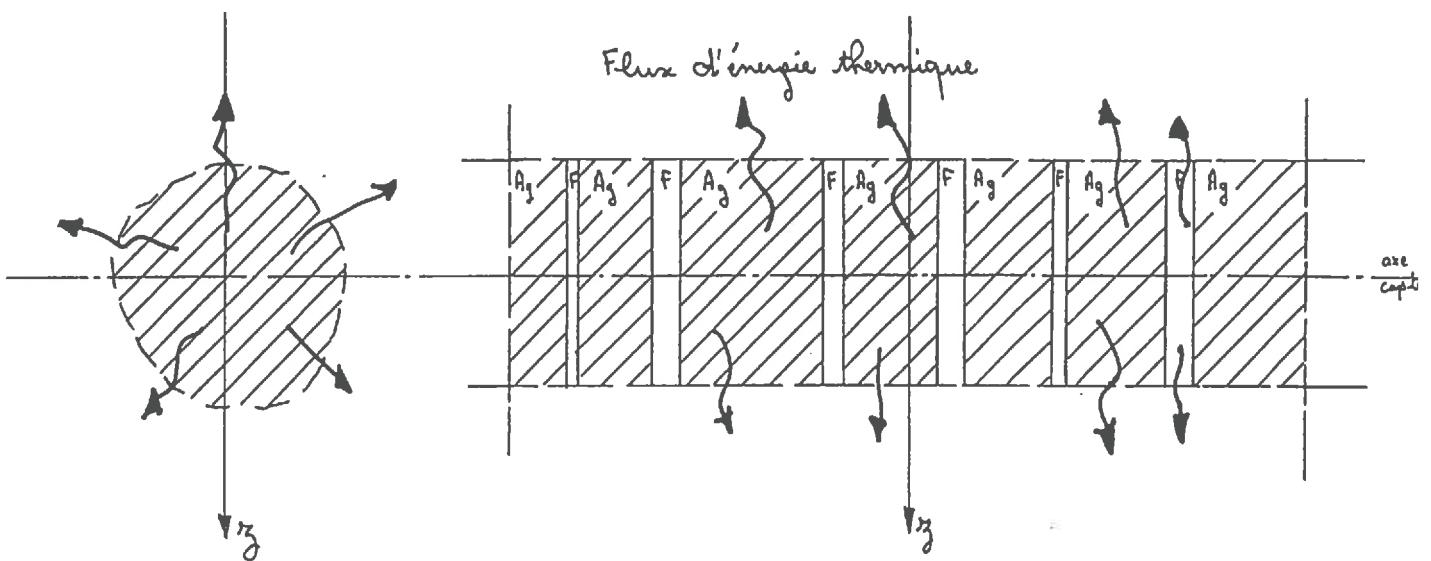


Fig 2.20 – Le modèle parallèle de l'horizon pédologique soumis à la contrainte du capteur du conductivimètre thermique.

A la grande distance parcourue verticalement par la chaleur à travers l'horizon pédologique et liée au volume élémentaire représentatif à caractériser, le conductivimètre substitue une sommation de petits parcours verticaux mais distribués horizontalement. De plus le flux thermique n'est plus

exclusivement dirigé verticalement dans l'horizon pédologique, mais radialement par rapport à l'axe horizontal du capteur. C'est l'hypothèse de l'existence d'un milieu homogène thermiquement équivalent au sol qui autorise à établir l'équivalence entre les deux conductivités ainsi définies, à condition que les volumes de sol concernés soient semblables. Sous cette hypothèse le conductivimètre thermique mesure la conductivité thermique apparente du sol qui régit les transferts verticaux de chaleur.

Il faut noter l'importance du choix de la position du capteur du conductivimètre dans le profil du sol, l'élément à caractériser étant l'horizon pédologique.

L'analogie parallèle permet d'obtenir une expression de la grandeur mesurée, le signal recueilli par le capteur du conductivimètre étant considéré comme la somme des réponses de petits capteurs indépendants juxtaposés, chacun ayant une longueur égale à celle du milieu homogène qu'il traverse. Cette expression est similaire à celle établie pour la conductivité thermique apparente, les agrégats du sol étant considérés comme de entités homogènes et isotropes pour les transferts de chaleur.

$$(2.17) \quad \lambda^* = \frac{\sum_i L_{A_i} \cdot \lambda_{A_i} + \sum_j L_{F_j} \cdot \lambda_{F_j}}{\sum_i L_{A_i} + \sum_j L_{F_j}}$$

La grandeur mesurée par le conductivimètre à sonde à choc, sous l'hypothèse de l'existence d'un milieu homogène équivalent du sol, est la conductivité thermique apparente d'un horizon pédologique.

-II.4- L'échantillonnage des sols en vue de l'étude de leurs propriétés thermiques.

L'étude des procédés de mesure des caractéristiques des sols utilisées dans l'analyse des transferts thermiques nécessite, pour l'établissement des méthodes de mesure, une connaissance simultanée de la définition des grandeurs physiques considérées et des objets à caractériser. Pour ce qui est de ces derniers nous avons, en fonction des déterminations à réaliser, prélevé trois types d'échantillons sur les unités typologiques de sol étudiées.

Des *échantillons de matériau* sont prélevés pour caractériser le matériau de chacun des horizons pédologiques au plan de leurs compositions granulométrique, chimique et minéralogique. Le prélèvement est classique et n'appelle pas de remarque particulière, il utilise la description du profil pédologique et le volume de terre doit être représentatif [Jamagne,92].

Les *échantillons d'horizon pédologique* conservent l'architecture et l'organisation du milieu. Ils sont destinés à la détermination de la courbe caractéristique d'humidité et au mesurage des caractéristiques de transfert hydrique, toutes grandeurs fortement influencées par la géométrie de l'espace poreux. Pour les prélever nous utilisons des cylindres contenant en acier inoxydable, haut de soixante dix millimètres et d'un litre de capacité. Le prélèvement s'effectue par enfouissement [Jamagne,92]. Les sols étant des milieux biologiquement actifs ces échantillons sont, sitôt extraits, placés dans une enveloppe étanche et rapidement portés à basse température (+5°C) où ils sont maintenus jusqu'à leur utilisation.

L'échantillon de sol est le troisième et dernier type de prélèvement que nous avons réalisé en vue de l'étude thermique. Cette étape nous a conduit à mettre au point une technique de prélèvement adaptée [Dorigny,57], dont nous allons présenter les principaux points.

-II.4.1- Le choix d'une étude sur échantillon.

La réalisation d'études *in situ* peut, en milieu naturel, être considérée comme l'optimum à atteindre. Toutefois cette approche suppose une finesse métrologique suffisante pour conserver aux résultats acquis leur valeur de caractéristiques de ce milieu naturel.

L'expérimentation de longue durée et avec des moyens matériels importants pose le problème soulevé précédemment, mais elle y ajoute celui des moyens techniques, financiers et humains dont tout expérimentateur connaît le poids dans le choix final des protocoles. Lors de cette étude thermique de sols, si la description des milieux naturels considérés a été faite de manière exhaustive, le choix technique d'une poursuite de l'étude sur échantillons a néanmoins été retenu. Ceci pose le problème de la transposition des résultats acquis vers les sols étudiés, cette transposition étant d'autant plus facile que l'échantillon est représentatif, seul l'environnement ayant été modifié.

-II.4.2- La taille et la forme de l'échantillon de sol.

La géométrie de l'échantillon doit prendre en compte la superposition des horizons, mais aussi la forme et la dimension des éléments structuraux des sols. Dans toute étude de phénomènes de transfert sur échantillon se pose le problème des effets de bords qu'il est possible de réduire en augmentant la taille de l'échantillon, mais celle-ci est limitée par nombre d'impératifs techniques incontournables.

L'objectif de la connaissance des propriétés thermiques de l'horizon cultural et de celles de l'horizon pédologique sous-jacent dans les trois types de sol considérés nous conduit à étudier un volume de forme cylindrique isodiamétrique d'environ quarante centimètres de diamètre. Pour obtenir un tel volume utile des échantillons de sol cylindriques isodiamétriques de soixante centimètres de diamètre ont été prélevés.

Cette taille d'échantillons de sol à prélever, inhabituelle en Science des sols, nous a conduit à mettre au point une méthode spécifique.

-II.4.3- La sélection des échantillons de sol.

Nous avons prélevé des échantillons de sol, et non de terre, c'est à dire des portions de sol ayant conservé leur organisation initiale, ce qui est fondamental pour toute étude sur les transferts qui s'y produisent.

L'échantillonnage choisit un individu parmi une population de pédons [Baize,15/Jamagne,92] supposée homogène, et tel que les grandeurs thermophysiques mesurées sur cet individu soient des estimateurs corrects de ces grandeurs pour le sol considéré. L'incertitude de mesure sur les

grandeur thermiques posséde une composante liée à la dispersion de la population des pédons: la variabilité intra unités pédologiques [Jamagne,93] . L'évaluation de cette incertitude est très difficile car les paramètres descriptifs des populations inventoriées ne sont que très rarement fournis par les cartes pédologiques et, d'autre part, ils sont d'un accès très laborieux. Cependant, les trois unités de sols étudiées ont été choisies dans des zones très homogènes et très bien typées, ce qui se traduit par un biais de caractérisation négligeable pour les mesures thermiques acquises sur échantillons. Dans la suite nous négligerons ce terme d'incertitude.

-II.4.4- Le prélèvement des échantillons de sols.

C'est une étape technique délicate dont la parfaite réussite conditionne la qualité des mesures obtenues par la suite. Bien souvent cette phase, considérée comme subalterne, ne reçoit pas l'attention qu'elle mérite.

La pérennité des propriétés du sol lorsqu'il est réduit en échantillons est cruciale pour l'étape finale du travail de l'expérimentateur qui est celle de l'application des résultats obtenus.

Le choix des sites de prélèvement relève des compétences complémentaires du pédologue-cartographe et du pédologue-physicien. Nous avons exploité les documents existants, en fait essentiellement les cartes topographiques, géologiques, pédologiques, de la végétation. Une information complémentaire spécifique a été acquise pour chaque site de prélèvement avec une cartographie locale détaillée et une étude géotechnique.

La préparation des sites de prélèvement évite les tassements indésirables, permet le repérage exact et la délimitation de la zone retenue qui doit être plane et sans microrelief anormal.

Le prélèvement proprement dit est réalisé par enfouissement du cylindre conteneur à l'aide d'une lame coupante en acier, puis par l'extraction de l'échantillon que l'on place sur un support adéquat pour le transport. L'importance de la masse à manœuvrer est telle que l'opération doit être mécanisée.

L'enfoncement du cylindre conteneur est réalisé après la présentation et le positionnement à l'emplacement choisi. La lame coupante en acier disposée autour du cylindre y coulisse librement. Le terrassement débute par le percement d'une tranchée circulaire autour du cylindre.

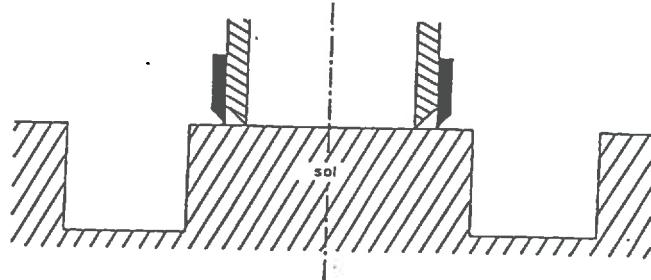


Fig 2.21 – Schéma du dispositif de prélèvement des échantillons de sol

La découpe du cylindre de terre au diamètre extérieur du récipient en plastique est réalisée à l'aide de la lame d'acier. Le cylindre est alors enfoncé précautionneusement jusqu'à la base de la fouille. C'est une partie délicate du prélèvement où il faut s'assurer que l'axe du cylindre reste bien perpendiculaire à la surface du sol. C'est à ce niveau que le choix du PVC pour fabriquer le conteneur se révèle particulièrement judicieux, la relative élasticité de ce matériau permettant de contourner certains obstacles (pierres, racines,...), les plus importants devant bien entendu être tranchés. Pour déplacer délicatement ces échantillons volumineux et lourds la manipulation est mécanisée. Après découpage de la base de l'échantillon à l'aide de deux plaques d'acier enfoncées à force et qui constitueront le support plan de l'échantillon pendant son transport.

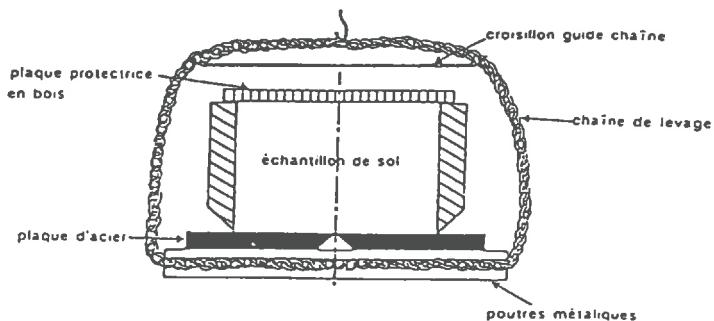


Fig 2.22 – Schéma du dispositif de manipulation des échantillons de sol.

L'ensemble échantillon-palette est alors placé à l'intérieur du véhicule transporteur où, en aucun cas, les chocs dûs au transport ne doivent être transmis à l'échantillon.

-II.4.5- La remise en place de l'échantillon de sol.

Elle a lieu dans la parcelle expérimentale et doit remplacer l'échantillon de sol dans une position similaire à celle qu'il occupait au champ.

L'opération de remise en place de l'échantillon sur le site d'essais comprend une succession d'opérations inverse de celles du prélèvement. Cette opération ne suscite pas de remarques particulières si ce n'est le rappel du fait que l'échantillon doit rester exempt de contraintes mécaniques intempestives. La mise en place doit être soignée : horizontalité de la surface, niveau identique à la surface du sol environnant, position correcte sur la sole préalablement préparée pour accueillir la palette porte-échantillon.

Compte-tenu du type d'essais thermiques que nous allons conduire le sol d'accueil est sablo-graveleux, de perméabilité hydraulique très élevée ce qui exclut toute accumulation d'eau dans la fosse d'accueil de l'échantillon pendant l'étude. Le site expérimental est situé dans le parc à instruments de l'observatoire pédoclimatique du centre de recherches INRA d'Orléans. Les principales caractéristiques du profil pédologique observé sont les suivantes:

Localisation : Commune de Ardon (Loiret).

Région naturelle : Sologne.

Topographie : Relief faiblement ondulé, position de terrasse.

Roche-mère : Alluvions anciennes de la Loire. Quaternaire.

Economie en eau : Ecoulement superficiel lent, drainage interne favorable.

Classification : Sol crypto-podzolique brun surmontant un sol lessivé fossile, [CPCS,37].

Podzosol humique à horizon BT, [Baize,15].

Description :

+3 cm

Ao Moder.

0 cm

A1 Horizon organique. Sable graveleux organique. Structure granulaire fine assez bien développée, et particulaire.

6 cm

(B) Horizon d'altération. Sable graveleux. Structure granulaire moyenne assez bien développée, et particulaire.

15cm

B/C Horizon de transition. Sable limoneux graveleux. Structure particulaire.

35cm

C Roche-mère. Sable limoneux graveleux. Structure particulaire.

55cm

II Bt Horizon fossile textural d'accumulation en bandes.

Grève alluviale sablo-limoneuse à structure particulaire, avec bandes horizontales d'épaisseur centimétrique sablo-argileuses et à structure continue.

120cm

Horizon	Profondeur cm	Granulométrie —						C_{CO_2} % pondéral	C organique % pondéral	Texture	Structure	Consistance	Masse volumique du sol kg/dm ³	Masse volumique matériau kg/dm ³	Porosité totale %, volumique	pH eau	CEC à pH 7 réf/100g de terre	CE à pH réf/100g d'eau
		Argiles 0-2 µm	Limons fins 2-20 µm	Limons grossiers 20-50 µm	Sables très fine 50-100 µm	Sables finos 100-200 µm	Sables grossiers 200-300 µm											
A ₀	+3-0																	
A ₁	0-6	5,3	6,8	6,9	3,8	6,4	70,8	0	1,98	S	Gr. 2/1B	Friable	1,23	2,58	52	4,1	5,3	
(B)	6-15	6,1	6,6	6,8	2,9	6,1	71,5	0	0,65	S	Gr. 3/2B	Friable	—	—	—	4,0	2,8	
B/C	15-35	8,3	9,2	7,8	3,7	7,8	63,2	0	0,78	SL	Pant	Friable	1,60	2,61	39	4,6	2,8	
C	35-55	8,1	10,3	8,5	3,6	6,9	62,7	0	—	SL	Pant	Friable	1,71	2,62	35	4,7	2,7	
II B _f	55-120	5,1	7,1	5,4	1,9	4,3	76,2	0	—	SL	Pant et Court	Friable	—	—	—	4,7	—	

Tab 2.23 – Sol sableux podzolisé d'Ardon. Caractérisation

géotechnique,[Ciesielski,47/Gaillard,69].

Dans le milieu naturel, le pédon que nous avons prélevé se trouvait entouré par des pédons similaires avec lesquels il était latéralement en interaction, l'ensemble reposant sur un même substrat. Pour que l'étude sur échantillon n'introduise pas de biais dû à cet effet d'isolement, il faut annuler ou minimiser les effets de bord. Ceci est pris en compte dans notre dispositif lors de la mise en place des échantillons par la disposition sur les parois latérales d'un matériau interdisant les transferts horizontaux de masse et d'énergie vers le milieu récepteur.

-II.5- L'instrumentation des échantillons de sol.

-II.5.1- Le choix de la position des capteurs de mesure.

La disposition des capteurs dans l'échantillon de sol prend en compte un volume élémentaire de mesurage représentatif de l'horizon pédologique. Cependant, à la définition statique de cet horizon par la pédologie classique, il est nécessaire d'intégrer des éléments relatifs au fonctionnement des sols. C'est ainsi que la répartition des points de mesure doit intégrer la dynamique de pénétration de l'eau et de la chaleur depuis l'interface sol-atmosphère. A l'échelle macroscopique les lignes de flux des ondes thermiques et hydriques sont verticales dans l'échantillon de sol qui subit une contrainte uniforme sur sa surface, les isothermes et les isohydras sont des plans parallèles à l'interface sol-atmosphère, elle même considérée comme horizontale et plane.

-II.5.2- La détermination de la profondeur d'implantation des capteurs.

La détermination de la profondeur d'implantation des capteurs de mesure dans l'échantillon de sol est réalisée pour permettre l'analyse du comportement thermique des sols à partir de leur profil de température.

Il faut échantillonner uniformément le champ de températures. Pour obtenir un modèle analytique de profil de température dans les sols nous avons utilisé l'approximation réaliste du milieu semi-infini dont la surface est soumise à un saut de température. La relation obtenue relie à un instant donné, sous certaines conditions d'homogénéité et d'isothermie, la température à une profondeur dans le sol et le saut de température à sa surface. L'utilisation des profondeurs normalisées de dix et cent centimètres complète les hypothèses précédentes et conduits à choisir trois niveaux complémentaires.

Nous avons placé horizontalement des thermosondes à deux, cinq, dix et quarante centimètres de profondeur, en complétant par un dernier capteur à la base de l'échantillon. De même les capteurs des conductivimètres thermiques ont été implantés horizontalement à cinq, dix et quarante centimètres de profondeur dans les échantillons de sol. Grâce à cette disposition, ces instruments

fournissent des mesures de la conductivité thermique dans les parties supérieure et médiane de l'horizon cultural, ainsi que dans l'horizon sous-jacent.

-II.5.3- La mise en place des capteurs.

La mise en place des capteurs lors de l'instrumentation des échantillons, est délicate. Pour en obtenir un positionnement correct, nous avons utilisé un dispositif d'implantation nous assurant d'une incertitude de l'ordre de plus ou moins deux millimètres sur la situation de l'axe des capteurs, c'est à dire de l'ordre de grandeur des aspérités de la surface des sols échantillons.



Fig 2.24 – Le dispositif de mise en place des capteurs de mesure.

Un avant-trou est percé dans l'échantillon à l'aide d'un foret à dégagement rapide et avec une très faible vitesse de rotation. Le capteur est ensuite mis en place à force, pour obtenir le meilleur contact possible entre le sol et le cylindre d'acier. Sous l'influence de la pénétration du foret, une modification de la structure du sol est à craindre qui engendrerait un biais préjudiciable particulièrement sur la mesure de la conductivité thermique.

Le protocole mis au point, utilisé sur des sols ressuyés, minimise l'effet de la mise en place des capteurs. Toutefois, une modification locale de la structure du matériau des sols est à prendre en considération, surtout dans les matériaux poreux consolidés comme les limons et les argiles.

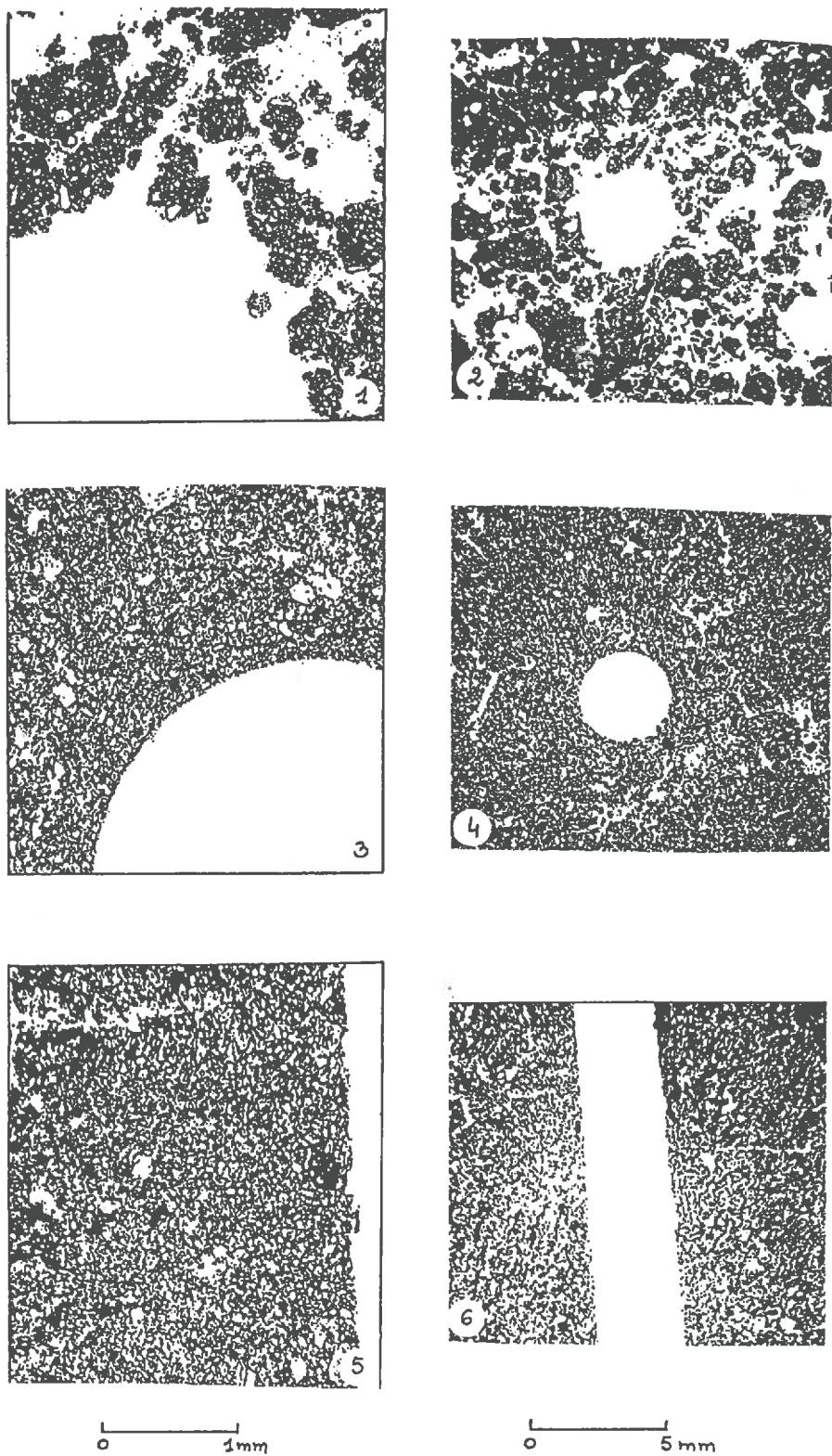
L'étude de coupes minces met en évidence la faible perturbation apportée qui se traduit uniquement par un léger tassement des particules sur la paroi du trou, phénomène inévitable que nous avons pu réduire. La figure ci-dessous présente les résultats obtenus pour l'horizon cultural d'un sol brun lessivé développé dans le loess quaternaire [Bussière,35], similaire au matériau du site de Yévres.

Les coupes numérotées 1 et 2 se rapportent à la partie supérieure de l'horizon cultural préparé en lit de semence. Dans ce niveau très poreux et peu consolidé du sol, le percement du trou destiné à l'implantation du capteur ne provoque pas de perturbations nuisibles aux mesures de la conductivité thermique.

Les quatre autres coupes se rapportent à la partie inférieure de l'horizon cultural considérée après la culture et qui, par conséquent, s'est tassée et réorganisée. Cette couche de sol possède une structure polyédrique grossière modérément développée et sa macro-porosité est faible. L'effet du percement du trou se marque faiblement à la périphérie, dans la zone du matériau qui subit la contrainte mécanique du foret. Il se traduit par le tassement d'une zone épaisse de quelques dixièmes de millimètres, limitrophe au capteur du conductivimètre. Cette observation peut également être faite sur les coupes longitudinales. Un autre effet du percement du trou apparaît à plus grande distance, plusieurs millimètres, sous la forme de quelques fissures orientées radialement et qui traduisent l'effort de pénétration de l'outil par un éclatement du matériau.

Grâce à la technique d'implantation utilisée ces effets sont peu importants, d'autant plus que nos essais n'ont été faits que plusieurs mois après l'instrumentation, nous les négligerons.

Fig 2.25 – Coupes minces de sol. Effets sur l'organisation du sol de la mise en place du capteur du conductivimètre thermique.



-III- La détermination de la capacité thermique des sols.

Les progrès de la science et de la technologie sont souvent limités dans leur développement par une connaissance insuffisante des propriétés thermophysiques des matériaux. Il en est ainsi pour l'étude des propriétés thermiques des sols où l'analyse des transferts et du stockage de la chaleur nécessite une connaissance précise de leur capacité thermique.

La notion de température trouve son origine dans nos sensations; au toucher un corps nous apparaît froid, tiède ou chaud. Le principe de l'équilibre thermique pose que deux corps, initialement à des températures différentes T_1 et T_2 , isolés de l'extérieur, de masses m_1 et m_2 , se mettent en équilibre thermique lorsqu'ils sont mis en contact prolongé [Bruhat,32/Rocard,132], c'est à dire que leurs températures prennent une valeur identique T et ne varient plus. Ils ont échangé de la chaleur en quantité Q proportionnelle à l'écart de température initial, mais aussi en fonction de leur nature même. A l'équilibre thermique :

$$(3.1) \quad m_1 \cdot c_1 \cdot (T - T_1) + m_2 \cdot c_2 \cdot (T - T_2) = 0$$

Les coefficients c sont les capacités thermiques massiques des corps. Ce sont des coefficients, fonctions de la température et caractéristiques des corps, reliant la quantité de chaleur échangée et la température.

(3.2)

$$c(T) = \frac{1}{m} \cdot \frac{\delta Q}{\delta T}$$

L'équation de définition de la capacité thermique massique d'un corps.

Il faut noter que dans cette dernière expression le volume concerné ne peut être infiniment petit.

Traditionnellement les définitions de la capacité thermique des corps ont été phénoménologiques. C'est ainsi qu'on appelle capacité thermique massique la quantité de chaleur qu'il faut fournir à un corps pour éléver d'une unité la température de l'unité de masse de ce corps [Bruhat,32]. On

définit, entre l'état initial et final d'une transformation thermodynamique, la capacité thermique isochore qui correspond à la variation d'énergie interne, et la capacité thermique isobare qui correspond à la variation d'enthalpie. Dans le cas des liquides et des solides ces deux capacités thermiques ont des valeurs très voisines; nous ne les différencierons pas.

La capacité thermique massique d'un corps s'exprime en $\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$.

L'origine de l'aptitude de la matière au stockage de la chaleur a fait l'objet de nombreux travaux au début du siècle afin d'éclairer la loi empirique établie auparavant par Dulong et Petit. Ce sont Einstein puis Debye [Bruhat,32] qui ont établi, à partir d'une modélisation de la structure atomique des corps, que la capacité thermique est liée à l'énergie d'agitation moléculaire. Toutefois, les expressions qu'ils ont établies ne permettent pas de prédire avec une exactitude suffisante les valeurs nécessaires aux ingénieurs, des mesurages demeurent indispensables.

Il existe de nombreuses méthodes, directes ou indirectes, de détermination de la capacité thermique massique des sols subdivisées en méthode de compensation d'un effet thermique et en mesure de différence de température. La méthode de mesure que nous avons étudiée est une méthode indirecte avec mesurage d'une différence de température.

-III.1- La chaîne de mesure.

La chaîne de mesure est construite autour d'un microcalorimètre de Calvet dont la température du thermostat est maintenue par une alimentation électrique dédiée. L'automatisation du processus d'acquisition des données est réalisée à l'aide d'un multiplexeur. Ce dernier, relié par un bus IEEE au micro-ordinateur qui pilote le dispositif, raccorde le calorimètre à un ensemble de mesure tensiométrique ainsi qu'au dispositif d'application de la contrainte thermique.

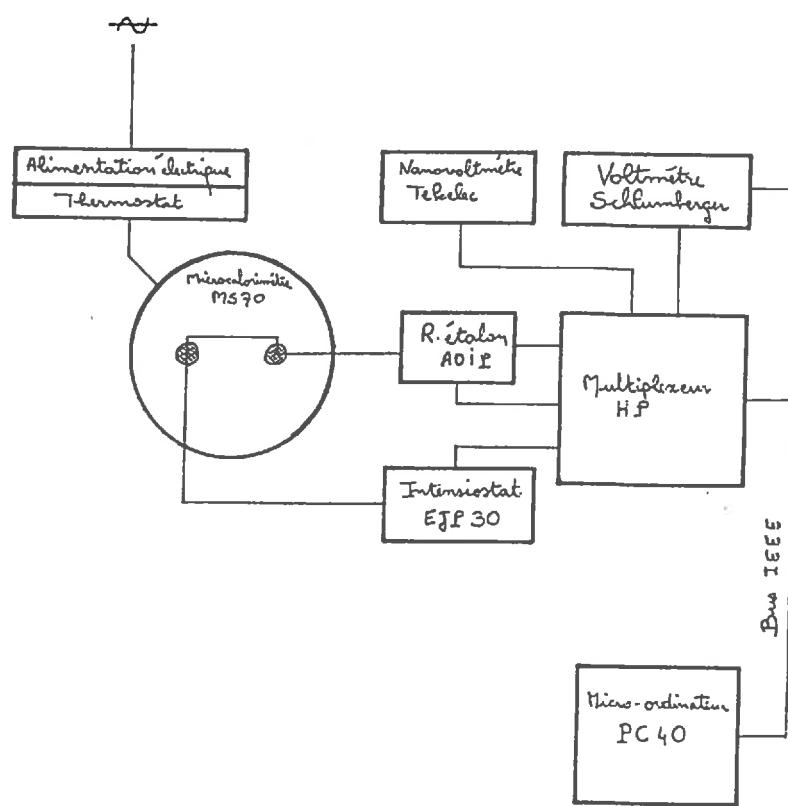


Fig 3.1 – Organisation du dispositif expérimental.

-III.1.1- Le calorimètre.

Le calorimètre utilisé est du type microcalorimètre de Tian-Calvet ainsi dénommé pour son aptitude à mesurer de très petites quantités de chaleur.

Description structurale. [Calvet,41,42].

L'appareil se présente sous la forme d'un cylindre d'un mètre de hauteur et de soixante-quinze centimètres de diamètre. A l'intérieur de ce cylindre se trouve le thermostat constitué d'un bloc de deux cent kilogrammes de cuivre dont la température est contrôlée par un dispositif chauffant; l'ensemble est enveloppé d'isolant thermique. Une thermosonde à résistance de platine, noyée dans le bloc de cuivre, permet d'en mesurer la température.

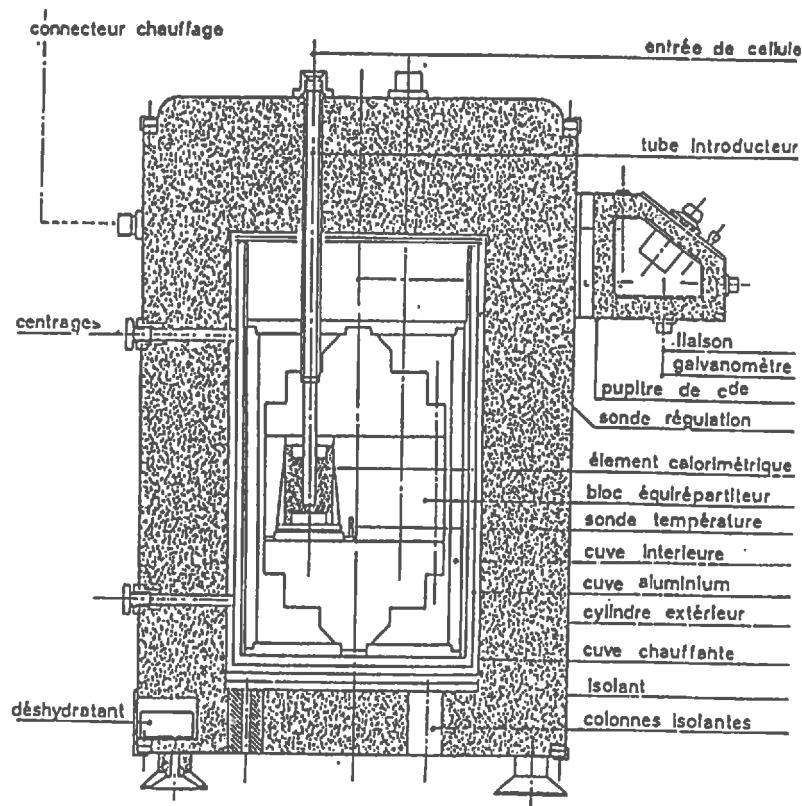


Fig 3.2 – Schéma du calorimètre, [SETARAM,134] .

Dans le bloc thermostaté sont encastrés les deux éléments calorimétriques qui mesurent les flux de chaleur. Un élément calorimétrique comprend deux parties, à savoir une douille cylindrique interne en acier inoxydable autour de laquelle est disposée une thermopile de mesure. Cette douille constitue la partie basale du puits calorimétrique de l'appareil, elle a un diamètre intérieur de dix-sept millimètres pour une hauteur de quatre-vingt millimètres.

La thermopile d'un élément calorimétrique est constituée de quatre cent quatre-vingt seize couples de type chromel-constantan dont le coefficient thermoélectrique normal moyen est de $61,8 \cdot 10^{-6} V/K$ entre $20^\circ C$ et $50^\circ C$. Un pupitre de commande permet de choisir tout ou partie de ces couples et de connecter le nanovoltmètre.

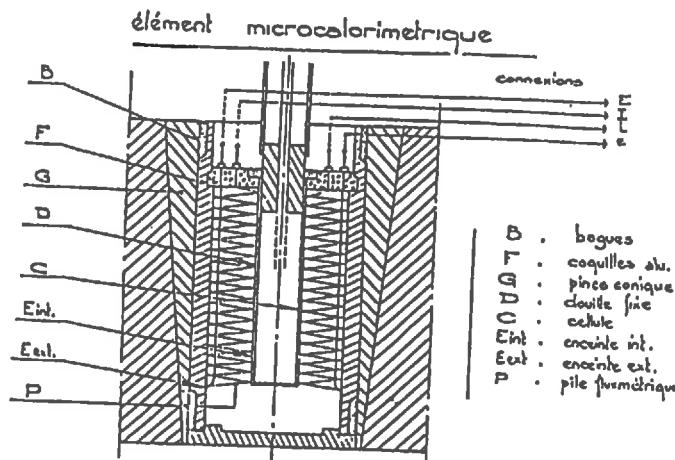


Fig 3.3 – Schéma d'un élément calorimétrique, [SETARAM,134].

Pour réaliser le mesurage de la capacité thermique massique d'un corps, celui-ci est placé dans une cellule calorimétrique que l'on plonge dans le puits de l'appareil. Nous avons utilisé un couple de cellules expérimentales équipées d'une résistance chauffante intégrée. Une alimentation en courant électrique permet d'y dissiper de la puissance calorifique par effet joule. Ces cellules expérimentales sont constituées d'un corps cylindrique en acier inoxydable dans la paroi duquel est noyé l'élément chauffant. Elles sont pourvues d'une tige "desccente de cellule" permettant de les positionner dans les puits du microcalorimètre et d'assurer leur fixation en partie haute. A l'intérieur de ces tiges creuses passent les fils d'alimentation électrique du dispositif chauffant. La liaison cellule-tige est réalisée par l'intermédiaire d'une partie en matériau mauvais conducteur de la chaleur (téflon). La base est pourvue d'un bouchon à vis équipé d'un joint torique d'étanchéité qui permet le remplissage de la cellule avec le matériau étudié. Leur diamètre est de dix-sept millimètres pour une hauteur de quatre vingt millimètres. Le volume utile est de $5,3 \text{ cm}^3$.

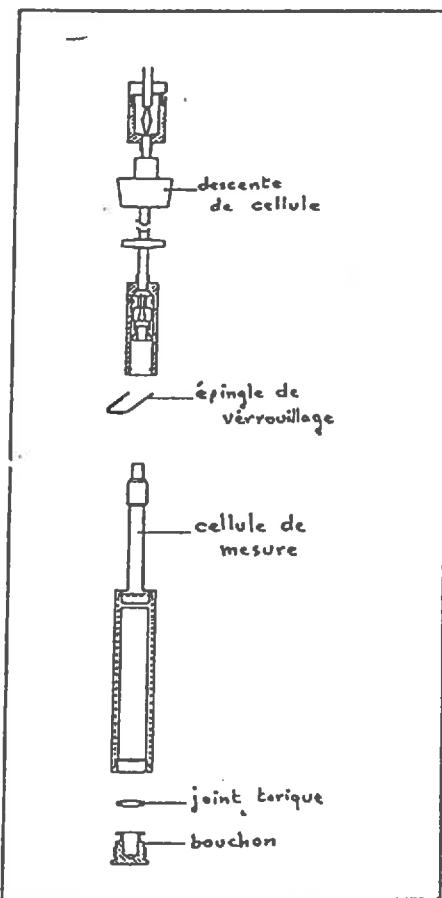


Fig 3.4 – Schéma de cellule calorimétrique, [SETARAM,134].

	Mesure de la résistance ohmique R en Ω	ΔR en Ω	Valeur nominale de R
Cellule I	1003,9	0,05	1001,5
Cellule II	1003,9	0,05	1001,6

Tab 3.5 – Résistance ohmique de l'élément chauffant des cellules calorimétriques utilisées.

	Masse de la cellule vide m en g	Δm en g
Cellule I	73,5486	0,0001
Cellule II	72,8753	0,0001

Tab 3.6 – Masse des cellules calorimétriques utilisées.

Description fonctionnelle.

Alors que dans les calorimètres adiabatiques les pertes de chaleur constituent une imperfection, l'appareil de Tian-Calvet utilise les fuites dues à une résistance thermique non infinie entre les armatures de la thermopile pour mesurer les flux thermiques ϕ . Le fluxmètre ainsi constitué est monté en différentiel entre le douille calorimétrique et le thermostat.

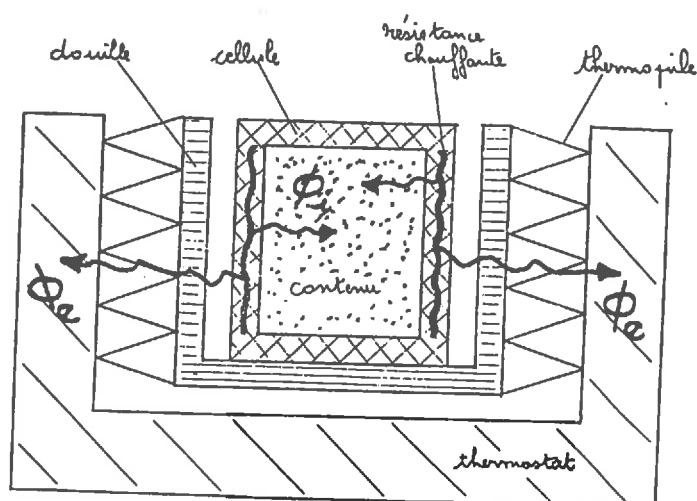


Fig 3.7 – Schéma fonctionnel du calorimètre.

La puissance calorifique libérée dans la cellule laboratoire y élève la température. Le gradient thermique qui apparaît entre cellule et thermostat provoque un transfert de chaleur à travers la thermopile, et la tension électrique qui apparaît aux bornes de cette dernière est proportionnelle à l'écart de température donc au flux $\vec{\Phi}_e$ lui-même conformément à la loi de Fourier.

$$(3.3) \quad \vec{\Phi}_e = -\lambda \cdot \overrightarrow{\text{grad } T}$$

avec

λ la conductivité thermique de la thermopile, en $W.m^{-1}.K^{-1}$.

-III.1.2- Les équations du système.

Pour réaliser l'analyse du comportement thermique du calorimètre pendant les mesurages nous utilisons le principe de conservation de l'énergie appliquée au système physique thermostat-thermopile-douille-cellule pendant une phase de chauffage.

Les conditions initiales sont telles qu'avant l'application de la contrainte la température est uniforme dans tout cet ensemble et ne varie pas dans le temps.

Dans le cas idéalisé que nous considérons l'énergie thermique libérée dans la cellule se répartit d'une part dans l'ensemble cellule-douille et en élève la température, et d'autre part transite vers le thermostat plus froid à travers les couples de la thermopile.

Si l'on pose que:

- la puissance calorifique P appliquée au temps $t=0$ est constante (échelon);
- le thermostat est un puits de chaleur;
- la conductivité thermique des couples est grande et constante;
- la capacité thermique des couples est faible;
- la capacité thermique de l'ensemble cellule-douille est constante;
- la température de l'ensemble cellule-douille demeure uniforme.

On établit alors l'équation du bilan d'énergie qui est une équation différentielle linéaire du premier ordre, à coefficients constants et avec second membre:

(3.4)

$$P = G \cdot \Theta(t) + C \cdot \frac{d\Theta(t)}{dt}$$

L'équation du bilan d'énergie dans un élément calorimétrique idéal.

avec

$T(t)$ la température de l'ensemble cellule-douille, en K ;

T_0 la température initiale du calorimètre, en K ;

$\Theta(t) = T(t) - T_0$ l'écart de température thermostat/douille-cellule, en K ;

C la capacité thermique de l'ensemble cellule-douille, en $J.K^{-1}$;

G la conductance thermique de la thermopile, en $W.K^{-1}$;

P la puissance libérée, en W ;

t le temps, en s .

Sous le respect des hypothèses précédentes le calorimètre se comporte comme un système du premier ordre en fonction de l'écart de température qui apparaît aux bornes de la thermopile. L'expression analytique de cet écart de température est:

(3.5)

$$\Theta(t) = \frac{P}{G} \cdot \left\{ 1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right) \right\}$$

avec

$$(3.6) \quad \tau = \frac{C}{G} \text{ la constante de temps du système, en } s.$$

Le premier examen de cette expression montre qu'après une durée suffisamment longue l'écart de température entre cellule et thermostat prend une valeur constante qui ne dépend que de la puissance calorifique libérée et de la conductance de la thermopile, c'est la propriété fondamentale de Calvet [Calvet,42]. Cette équation indique également que le temps de réponse de l'appareil est

proportionnel au rapport de la capacité thermique de l'ensemble cellule-douille à la conductance de la thermopile.

$$(3.7) \quad \text{pour } t \gg \tau \quad \Theta(t) = \frac{P}{G}$$

-III.2- La méthode de mesure; la formule calorimétrique

de Calvet et Brouty [Calvet,41,42].

L'utilisation du calorimètre en intégrateur pour mesurer la quantité de chaleur Q produite par la source pendant la durée D conduit à poser:

$$(3.8) \quad \int_0^D P \cdot dt = \int_0^D G \cdot \Theta(t) \cdot dt + \int_0^D C \cdot d\theta$$

soit

$$(3.9) \quad P \cdot D = G \cdot \int_0^D \Theta(t) \cdot dt + C \cdot \Theta(D)$$

ce qui s'écrit

$$(3.10) \quad Q = Q_e + Q_i$$

avec

$$(3.11) \quad Q = P \cdot D ; \quad Q_e \approx P \cdot (D - \tau) \text{ pour } D \gg \tau ; \quad Q_i = C \cdot \Theta(D)$$

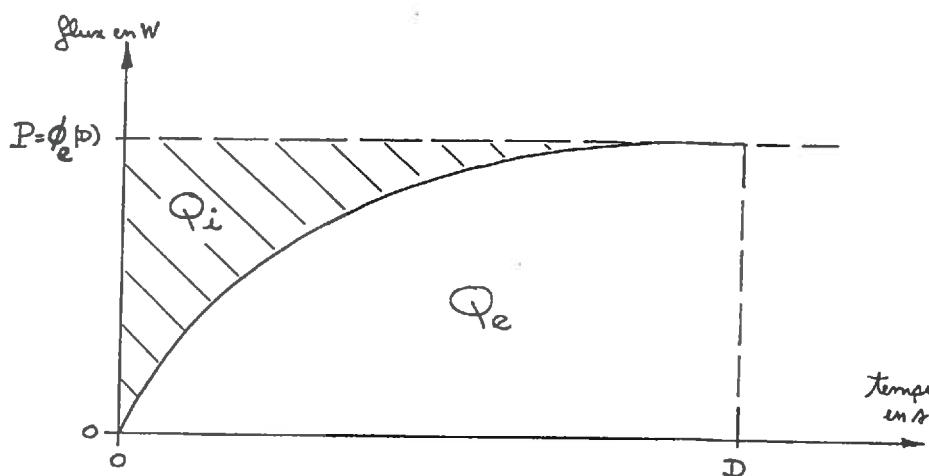


Fig 3.8 – Energie thermique Q_i absorbée par l'ensemble cellule-douille, et énergie thermique Q_e transmise au thermostat à travers la thermopile, pendant la durée D .

Lors des essais nous mesurons P , D , et la force électromotrice aux bornes de la thermopile $E(t)$; et nous savons que G et C demeurent constantes. L'approximation $E(t) \propto \Theta(t)$ est tout à fait justifiée car l'élévation de température due à P est très faible, de l'ordre de quelques dizaines de millikelvins.

La méthode de Calvet et Brouty [Calvet,41] de mesurage des capacités thermiques massiques que nous avons mis en oeuvre s'appuie sur l'hypothèse d'un calorimètre système du premier ordre. Ceci suppose l'indépendance entre la capacité thermique de la quantité de matériau contenu dans la cellule d'une part, et de l'écart de température existant en régime établi entre cellule et thermostat. Dans cette méthode la détermination de la capacité thermique massique c_s d'un matériau comprend trois étapes :

- *mesurage à vide*, c'est à dire que l'enceinte interne ne contient que l'équipage nécessaire au mesurage; la quantité de chaleur absorbée est alors :

$$(3.12) \quad Q_{i,0} = m_0 \cdot c_0 \cdot \Theta(D)$$

- *mesurage avec une masse m_s de matériau étudié* de capacité thermique massique c_s inconnue; la quantité de chaleur absorbée est alors:

$$(3.13) \quad Q_{i,s} = (m_0 \cdot c_0 + m_s \cdot c_s) \cdot \Theta(D)$$

- *mesurage avec une masse m_r de matériau de référence* dont la capacité thermique massique c_r est connue; la quantité de chaleur absorbée est alors :

$$(3.14) \quad Q_{i,r} = (m_0 \cdot c_0 + m_r \cdot c_r) \cdot \Theta(D)$$

Donc, avec l'hypothèse précédente, nous obtenons :

$$(3.15) \quad \frac{Q_{i,s} - Q_{i,0}}{Q_{i,r} - Q_{i,0}} = \frac{m_s \cdot c_s}{m_r \cdot c_r} = \frac{S_{i,s} - S_{i,0}}{S_{i,r} - S_{i,0}}$$

où $S_{i,0}$, $S_{i,s}$ et $S_{i,r}$ sont les mesures calorimétriques correspondantes respectivement de $Q_{i,0}$, $Q_{i,s}$ et $Q_{i,r}$.

$$(3.16) \quad E(t) = \mathcal{E} \cdot \Theta(t)$$

avec \mathcal{E} la sensibilité de la thermopile exprimée en $V.K^{-1}$;

$$(3.17) \quad S_{e,x} = \int_0^{\infty} E_x(t) \cdot dt$$

d'où

$$(3.18) \quad Q_{i,x} = P.D - \frac{G \cdot S_{e,x}}{\mathcal{E}} \quad \text{avec } x \equiv s \text{ ou } r \text{ ou } 0$$

De ce qui précéde est déduite la formule de Calvet-Brouty [Calvet,41,42,43] :

$$(3.19) \quad c_s = \left(\frac{S_{i,s} - S_{i,0}}{S_{i,r} - S_{i,0}} \right) \cdot \frac{m_r}{m_s} \cdot c_r$$

La formule de Calvet et Brouty pour la détermination de la capacité thermique massique d'un corps.

où

c_s et c_r sont en $\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$;

m_s et m_r sont en kg.

En conclusion nous retiendrons que le mesurages calorimétriques ont pour objet la détermination des intégrales S proportionnelles aux quantités de chaleur échangées entre la douille et le thermostat à travers la thermopile. Le mesurage de la masse de matériau contenu dans la cellule calorimétrique permettra la détermination de la capacité thermique massique des matériaux des sols étudiés.

-III.3- La correction des erreurs systématiques liées à la méthode de mesurage.

Après avoir posé de manière idéalisée les conditions d'utilisation du microcalorimètre de Calvet il est nécessaire d'évaluer et de corriger les erreurs qui vont résulter du non respect des hypothèses faites lors de l'établissement de la théorie du mesurage. Parmi toutes ces sources d'erreur certaines sont prises en compte correctement par la construction de l'appareil, d'autres peuvent être éliminées par le montage expérimental, et enfin quelques unes doivent être réduites lors du mesurage au moment de l'acquisition ou à l'occasion du traitement des données brutes.

Le tableau 3.9 dresse la liste de toutes les causes d'erreur que nous avons identifiées, qu'elles soient dues à la méthode de mesure ou à l'appareil utilisé.

Nous considérerons le traitement de ces erreurs dans l'ordre de difficulté croissante à résoudre. Pour chacune nous présenterons successivement la façon dont nous les avons mises en évidence, puis comment nous avons pu évaluer leur importance et, en fonction de ce dernier point, quelle procédure de correction nous avons utilisée.

Le respect d'un état d'équilibre thermique initial est ici simplement rappelé pour mémoire car sortir de cette condition essentielle interdit tout mesurage correct.

La constance de la capacité thermique de l'ensemble cellule-douille est obtenue par la réalisation d'essais calorimétriques ne provoquant qu'une très faible variation de température, ce que permet en particulier le microcalorimètre de Calvet. Lors de nos mesurage l'élévation maximale de la température est inférieure à 60mK.

Les contraintes liées à la thermopile rendent inaccessible à l'expérimentateur tout processus correctif sur l'instrument, et les solutions apportées relèvent du fabricant de l'appareil. On notera que les exigences relevées précédemment sont bien prises en compte par le dispositif, à savoir faible capacité thermique et conductivité thermique adaptée.

Hypothèse sous lesquelles est étatée la formule calorimétrique	Types d'erreurs sur la mesure de la capacité thermique si les hypothèses ne sont pas respectées.
Etat initial d'équilibre thermique	Erreur sur les quantités de chaleur mesurées.
Capacité thermique de l'ensemble cellule - douille constante	Le système n'est pas rigoureusement du premier ordre. La formule calorimétrique est biaisée
Faible capacité thermique de la thermopile	Erreur sur la mesure de la quantité de chaleur absorbée par le matériau étudié
Conductivité thermique des couples thermoélectriques grande et constante	Erreur sur le flux d'énergie thermique qui est échangé entre cellule - douille et thermostat
Puissance libérée par effet joule dans le cellule calorifique constante (échelon)	Non linéarité de la relation entre la force électromotrice et l'écart de température
Thermostat du calorimètre pris de chaleur	Erreur sur la quantité totale de chaleur libérée dans le système Erreur sur la quantité de chaleur absorbée par le matériau étudié.
Température de l'ensemble cellule - douille demeurant uniforme pendant tout l'essai	Température de référence de la thermopile variable d'où erreur sur la mesure du flux thermique échangé entre cellule - douille et thermostat, et attribué à la source. Non-uniformité de la température de référence de tous les couples de la thermopile, erreur sur la mesure du flux.
Toute l'énergie qui n'est pas absorbée par l'ensemble cellule - douille transite vers le thermostat via la thermopile (les couples).	Erreur sur la mesure de la quantité de chaleur échangée par le matériau étudié.
	Erreur due aux fuites sur les quantités de chaleur mesurées. Sous-estimation du flux d'énergie thermique qui circule entre la cellule - douille et le thermostat.

Tab 3.9 – Les causes d'erreurs systématiques dues au principe de la méthode de mesure de la capacité thermique massique avec le microcalorimètre de Calvet.

L'exigence d'une *puissance calorifique libérée constante* fait intervenir dans notre dispositif des éléments extérieurs au calorimètre lui-même, c'est à dire la source de courant électrique et la résistance ohmique de chauffage par effet joule. Nous n'avons pas pris en compte l'influence des effets thermoélectriques qui est négligeable et seulement citée ici pour mémoire.

La constance de la valeur de la résistance ohmique est obtenue tout d'abord par construction en utilisant un matériau à faible coefficient de température, et également par la procédure expérimentale qui ne requiert qu'une très faible variation de température. Dans les conditions de nos mesurages l'élément chauffant est en constantan dont le coefficient de température est de $10^{-5} K^{-1}$, ce qui conduit à une variation relative de la résistance ohmique de chauffage de $6 \cdot 10^{-7}$ ce qui est tout à fait négligeable par rapport à l'incertitude de mesure de ces résistances électriques.

- La seconde cause de variation de la puissance calorifique est la valeur de l'intensité du courant électrique de chauffage. Pour la réduire nous avons utilisé un intensiostat qui maintient constante l'intensité du courant électrique délivré, et réalisé un montage soigné excluant toutes causes de fluctuations telles qu'une résistance ohmique parasite et variable aux niveau des connexions, un gradient de température sur la ligne d'alimentation ou des sources de courants induits (câblerie de mauvaise qualité, auto-induction). Pendant les essais calorimétriques la valeur de l'intensité du courant de chauffage est mesurée toutes les six secondes par la scrutation de la tension aux bornes de la résistance étalon de cent ohms intercalée en série dans le circuit électrique. Le tableau 3.10 rassemble les valeurs moyennes obtenues à partir des milliers de mesures recueillies pendant les mesurages.

Température du thermostat du calorimètre, °C	22,8	35,1	47,5
Intensité du courant électrique de chauffage			
Valeur moyenne en mA	5,4355	5,4360	5,4348
Ecart-type en mA	0,0006	0,0034	0,0011

Tab 3.10 – Intensité du courant électrique de chauffage par effet joule.

Moyennes des valeurs obtenues lors des essais.

Dans tous les cas nous observons que la dispersion des valeurs du courant de chauffage est beaucoup plus faible pendant un essai qu'entre les différents essais, toutefois les fluctuations observées demeurent très faibles pendant toute la durée du mesurage des capacités thermiques massiques. Si l'on considère un intervalle à trois écart-types, les variations de puissance calorifique libérée dans les résistances de chauffage des cellules expérimentales sont telles que:

$$(3.20) \quad 29,627 \text{ mW} \leq P \leq 29,668 \text{ mW} \quad (\text{thermostat à } 22^\circ)$$

$$29,603 \text{ mW} \leq P \leq 29,678 \text{ mW} \quad (\text{thermostat à } 47,5^\circ)$$

Nous considérerons donc que la puissance de chauffage est restée constante pendant toute la durée du mesurage de la capacité thermique massique des matériaux des sols, en retenant les valeurs:

$$(3.21) \quad 29,603 \text{ mW} \leq P \leq 29,678 \text{ mW}$$

$$\text{Soit } \frac{\Delta P}{P} = 0,003 \quad \text{et} \quad \bar{P} = 29,641 \text{ mW}$$

Une évaluation du biais introduit sur la mesure de la capacité thermique massique des matériaux de sol par l'erreur sur la puissance calorifique libérée par effet joule peut être obtenue avec la valeur de l'incertitude globale précédemment déterminée. Celle-ci rassemble l'incertitude sur les mesures de la puissance calorifique, mais aussi les variations de cette dernière tout au long de la période d'essais.

L'intégrale du signal calorimétrique pendant la durée d'un essai calorimétrique peut s'exprimer sous une forme qui fait apparaître la puissance P :

$$(3.22) \quad S_{e,\alpha} = \frac{\epsilon}{G} \cdot P \cdot (D - \zeta_\alpha)$$

avec $\alpha = 0$ ou S ou R

Dans ces conditions l'application de la loi de composition des corrections [Lecollinet,101] permet d'évaluer le biais introduit sur c_s .

$$(3.23) \quad \delta c_s = \frac{m_r}{m_s} \cdot c_r \cdot \frac{\varepsilon \cdot \Delta P}{G \cdot (S_{e,r} - S_{e,o})^2} \cdot \left\{ S_{e,s} \cdot (T_r - T_o) + S_{e,o} \cdot (T_s - T_r) + S_{e,r} \cdot (T_o - T_s) \right\}$$

L'application de ce résultat à nos mesures conduit à un biais inférieur à $1 \text{ J.kg}^{-1}\text{K}^{-1}$, ce qui est négligeable. La méthode de mesure de la capacité thermique corrige le biais introduit par l'erreur sur la puissance calorifique libérée par effet joule.

-III.3.1- La correction de la dérive du thermostat.

L'hypothèse assimilant *le thermostat du calorimètre à un puits de chaleur* constitue une exigence essentielle de la méthode présentée, on l'exprime par la condition d'une température de ce thermostat uniforme et constante pendant toute la durée des essais.

Après avoir mis en évidence les dérives de la ligne de base du signal calorimétrique, nous avons établi qu'il en résultait une erreur sur les mesures de la capacité thermique massique de matériaux et nous avons mis en oeuvre une procédure de correction.

Nous avons contrôlé la constance de la température du thermostat en enregistrant le signal délivré par un élément calorimétrique en régime stabilisé de repos, c'est à dire sans thermogénèse dans la cellule expérimentale. Le résultat obtenu montre que *le dispositif dérive* et que, si l'on étudie conjointement la température du laboratoire on observe une corrélation très nette entre ces deux grandeurs, le signal calorimétrique suit les variations de la température ambiante avec un retard de plusieurs heures [Gray,76]. Malgré la forte atténuation de l'amplitude des fluctuations due à l'inertie thermique très élevée du système physique, l'importance de la dérive par rapport au signal fourni lors du mesurage de la capacité thermique massique peut devenir intolérable.

La tension aux bornes de la thermopile étant une mesure de l'écart de température entre le thermostat et la douille du puits calorimétrique, on pourrait considérer que les variations de la valeur absolue de la température sont sans effet sur nos mesures. Ceci serait effectivement le cas si le couplage thermique thermostat-douille n'introduisait aucun retard entre les thermocinétiques de

ces deux éléments. En fait, conséquence de son architecture, l'appareil se présente à l'image d'un mur composite [Roux,133] associant en série des résistances thermiques entre la cellule-laboratoire et le milieu ambiant.

L'existence d'une erreur due à la dérive de la température du thermostat établie, nous avons considéré *la nécessité de sa correction*. Bien que la régulation de la température ambiante du laboratoire ait été améliorée, les fluctuations maximales et les gradients thermiques résiduels atteignaient un demi-kelvin.

Pour évaluer la qualité du dispositif de régulation thermique du calorimètre nous avons réalisé le suivi de la température du thermostat. Le tableau 3.11 récapitule les mesures de la thermorésistance incluse dans le bloc de cuivre du thermostat du calorimètre. Ces données montrent que la température du thermostat fluctue autour d'une moyenne. Le calcul de l'amplitude des fluctuations conduit à des valeurs proches de $30mK$ ce qui est considérable lorsqu'on le rapporte à l'écart maximal de température pendant le mesurage, c'est à dire $60mK$, même si ces fluctuations sont lentes.

Date	Thermorésistance en Ω	Température moyenne du thermostat en $^{\circ}C$	Amplitude maximale des fluctuations de la température du thermostat en mK
09/11/88	108,9425		
21/12/88	108,9460		
11/01/89	108,9470	22,8	28
18/01/89	108,9408		
01/02/89	108,9420		
15/03/89	113,7270		
26/04/89	113,5130	35,1	36
17/05/89	118,5130		
31/05/89	118,5180	47,5	28
21/06/89	118,5175		

Tab 3.11 – Température du thermostat du calorimètre. Mesures de la thermorésistance et amplitudes des variations.

Il y a nécessité de *corriger les effets de la dérive de la température du thermostat*. Pour réaliser cette correction nous avons procédé *en deux étapes*, tout d'abord en agissant sur le montage expérimental lui-même par le *raccordement d'un second élément calorimétrique en opposition* avec l'élément laboratoire, puis lors du traitement des mesures brutes *en déterminant la pente expérimentale de la ligne de base*.

La possibilité de monter *deux éléments calorimétriques en opposition* constitue l'une des innovations du professeur Calvet [Calvet,42,43/Hemminger,83], et plus particulièrement le fait de les disposer dans le même thermostat. L'un des deux éléments calorimétriques constitue une tare, variable pendant un essai, mais qui doit être parfaitement répétable. Pour analyser ce montage en opposition nous utilisons un bilan des échanges d'énergie entre l'ensemble cellule-douille et le thermostat. L'effet des variations de la température du thermostat est analogue à l'action qu'aurait une source d'énergie thermique.

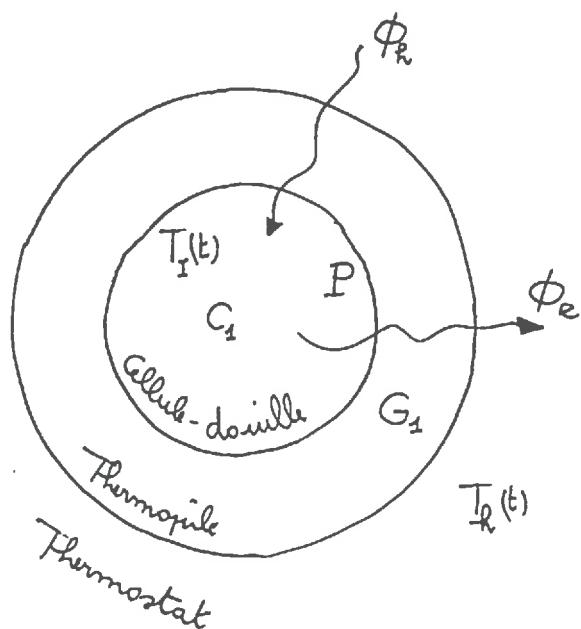


Fig 3.12 – Schéma du système physique présentant les grandeurs thermiques du transfert de chaleur.

avec

$T_I(t)$ la température effective dans la cellule-douille de l'élément

calorimétrique laboratoire, en K ;

$T_1(t)$ la température fictive dans la cellule-douille de l'élément

calorimétrique laboratoire dans le cas d'une température du thermostat constante qui est celle que l'on doit utiliser dans la formule calorimétrique, en K ;

$T_R(t)$ la température du thermostat, en K ;

C la capacité thermique de l'ensemble cellule-douille, en $J.K^{-1}$;

P la puissance libérée par effet joule dans l'ensemble cellule-douille, en W ;

G la conductance thermique du milieu séparant cellule-douille et thermostat (la thermopile), en $W.K^{-1}$;

$\Phi_{e,1}$ le flux d'énergie thermique sortant de cellule-douille de l'élément calorimétrique I (laboratoire), et qui n'est dû qu'à la puissance libérée par effet joule, en W ;

$\Phi_{R,I}$ le flux d'énergie thermique qui transite à travers la thermopile et qui est dû aux variations de la température du thermostat, en W ;

$\Phi_{e,I}$ le flux d'énergie thermique total qui transite par la thermopile de l'élément calorimétrique I, en W .

Si l'on considère la phase de chauffage d'un essai nous avons, pour l'élément calorimétrique laboratoire, à un instant t et sous l'hypothèse d'une température initiale uniforme T_0 dans tout le système physique:

$[T_R(t) - T_0]$ la variation de la température du thermostat, en K ;

$[T_I(t) - T_R(t)]$ l'écart de température entre cellule-douille et thermostat, en K ,

il lui correspond le signal calorimétrique $E_I(t)$;

$[T_1(t) - T_0]$ la variation fictive de température de la cellule-douille dans le cas d'une température constante du thermostat, en K , il lui correspond le signal calorimétrique $E_I(t)$;

$[T_I(t) - T_0]$ la variation effective de la température de la cellule-douille, en K

Pendant l'intervalle de temps dt , et sous les hypothèses qui ont permis précédemment d'établir les équations du système hormis celle assimilant le thermostat à un puits de chaleur, nous pouvons écrire l'équation de bilan d'énergie:

$$(3.24) \quad P \cdot dt = G \cdot [T_I(t) - T_k(t)] \cdot dt + C \cdot d(T_I(t) - T_0)$$

la quantité d'énergie thermique libérée = la quantité d'énergie thermique qui transite par la thermopile + la quantité d'énergie thermique absorbée par l'ensemble cellule-douille

L'équation du bilan d'énergie dans l'élément calorimétrique laboratoire lorsque la température du thermostat n'est pas constante.

Comme cette équation est linéaire, ceci s'écrit encore en utilisant le principe de superposition, sous la forme de deux équations différentielles.

$$(3.25) \quad \left\{ \begin{array}{l} P = G \cdot [T_1(t) - T_0] + C \cdot \frac{d(T_1(t) - T_0)}{dt} \\ G \cdot [T_k(t) - T_0] = G \cdot [T_I(t) - T_1(t)] + C \cdot \frac{d[T_I(t) - T_1(t)]}{dt} \end{array} \right.$$

La première de ces équations n'est autre que l'équation différentielle du système calorimétrique idéal étudié précédemment. La seconde équation caractérise la dérive du thermostat.

La température du thermostat, du fait de sa grande inertie thermique, évolue lentement ce qui permet l'approximation linéaire de sa variation temporelle.

$$(3.26) \quad T_h(t) = a \cdot t + T_0$$

La seconde des équations ci-dessus s'écrit alors:

$$(3.27) \quad \frac{a}{\tau_I} \cdot t = \frac{1}{\tau_I} \cdot [T_I(t) - T_1(t)] + \frac{d[T_I(t) - T_1(t)]}{dt}$$

et sa solution générale est:

$$(3.28) \quad T_I(t) - T_1(t) = [T_h(t) - T_0] - a \cdot \tau_I \cdot \left[1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau_I}\right) \right]$$

Cette solution fait apparaître l'écart effectif de température entre le système calorimétrique réel et le système du premier ordre idéal. Cet écart est égal à la dérive du thermostat diminuée d'un terme qui prend en compte l'inertie du dispositif.

La résolution de l'équation différentielle du bilan d'énergie fournit l'**expression de la température de l'ensemble cellule-douille lorsque la température du thermostat varie**:

$$(3.29) \quad \boxed{[T_I(t) - T_h(t)] = [T_1(t) - T_0] - a \cdot \tau_I \cdot \left[1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau_I}\right) \right]}$$

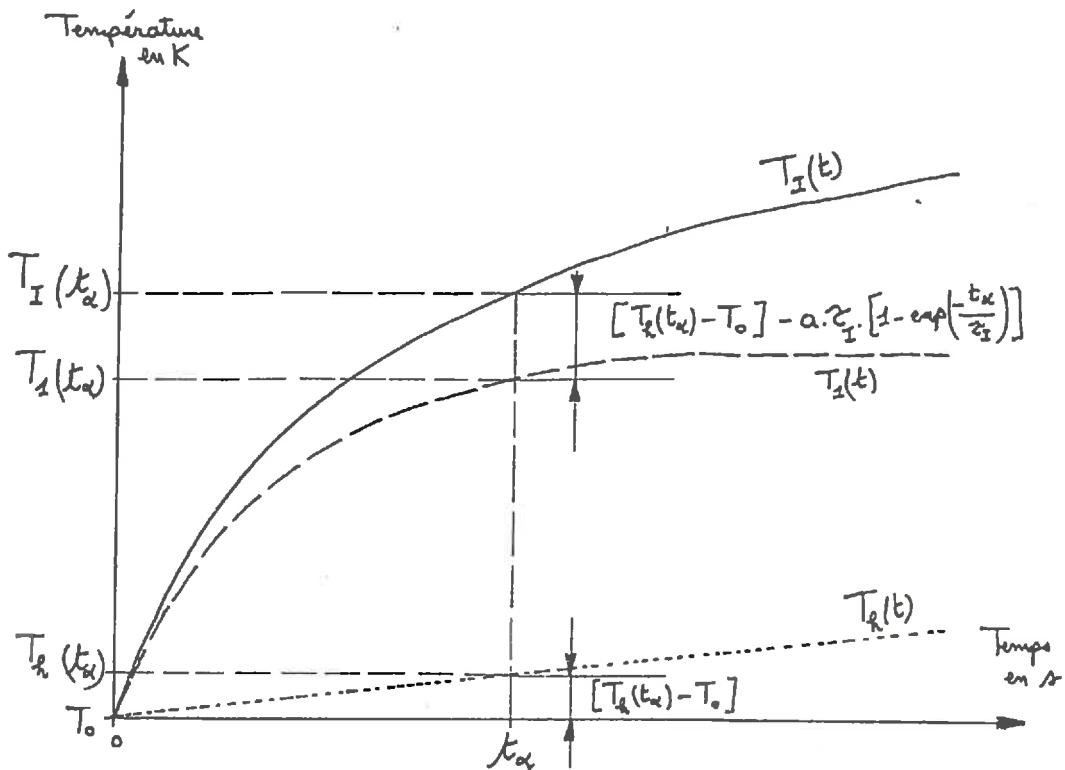


Fig 3.13 – Températures dans le calorimètre.

Le signal calorimétrique mesuré lors des essais est la tension de sortie de la thermopile $E_I(t)$

$$(3.30) \quad E_I(t) = \epsilon_I \cdot [T_I(t) - T_R(t)]$$

donc

$$(3.31) \quad E_I(t) = E_1(t) - \alpha \cdot \epsilon_I \cdot zeta_I \cdot \left[1 - \exp\left(-\frac{t}{zeta_I}\right) \right]$$

Le signal calorimétrique effectif $E_I(t)$ est égal à la somme du signal calorimétrique $E_I(t)$ du système pour une température de thermostat constante, et du biais dû à la dérive.

Lorsque l'on réalise le montage de deux éléments calorimétriques en opposition, il vient:

(3.32)

$$\left[E_I(t) - E_{II}(t) \right] - \left[E_1(t) - E_2(t) \right] = -a \cdot \left\{ \varepsilon_I \cdot \tilde{\varepsilon}_I \cdot \left[1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau_I}\right) \right] - \varepsilon_{II} \cdot \tilde{\varepsilon}_{II} \cdot \left[1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau_{II}}\right) \right] \right\}$$

La formule du montage en opposition.

La valeur de a est variable, elle dépend des conditions d'environnement du calorimètre et du système de régulation thermique de l'appareil.

Le biais introduit par la dérive du thermostat sera corrigé si le terme multiplicateur de la pente a est nul. Ceci se produirait si les sensibilités des thermopiles et les constantes de temps des deux ensembles étaient identiques. En réalité, les sensibilités des thermopiles sont très voisines, mais les constantes de temps, du fait de la méthode de mesure, sont légèrement différentes. En conséquence le biais résiduel, bien que faible, doit être corrigé.

Cette correction est faite lors du *traitement des mesures brutes*. Du fait de la faible importance des variations obtenue grâce au montage différentiel, nous avons pu considérer que le phénomène était linéaire par rapport au temps.

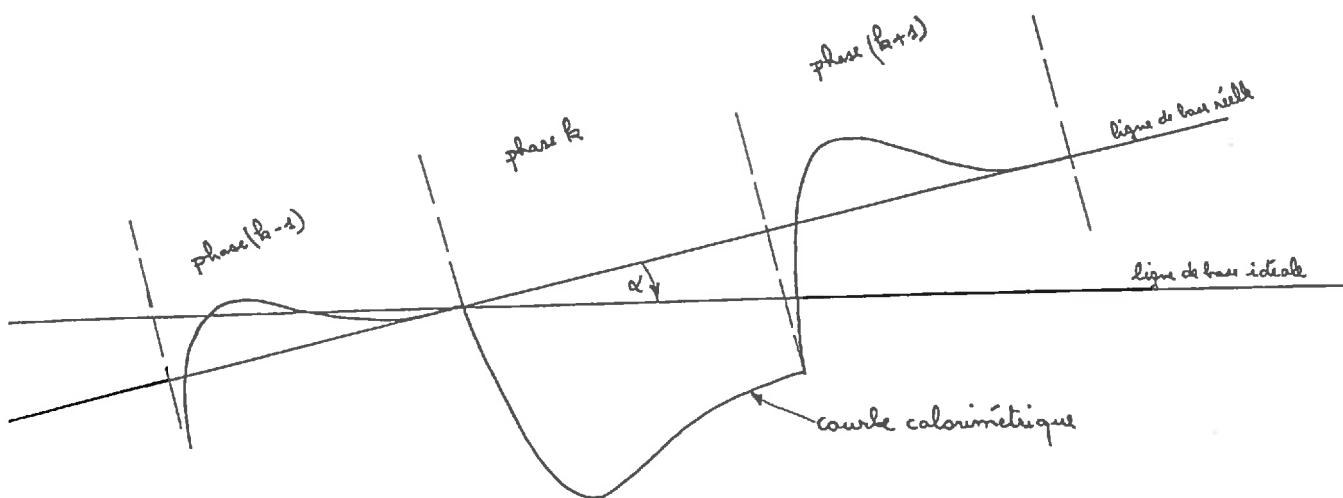


Fig 3.14 – Dérive de la ligne de base de la thermocinétique due aux variations de la température du thermostat.

La ligne de base de la $k^{\text{ème}}$ phase (chauffage ou refroidissement) d'un essai calorimétrique est donc obtenue en utilisant les paliers finaux des $(k-1)^{\text{ème}}$ et $(k+1)^{\text{ème}}$ phases. L'équation de la droite de régression en fonction du temps est obtenue à partir des cent dernières mesures des cycles précédent et suivant, et en utilisant une méthode de moindres carrés. La valeur corrigée du signal calorimétrique pour l'une quelconques des scrutations du $k^{\text{ème}}$ cycle de l'essai est alors la différence entre la valeur mesurée et la correction de ligne de base. C'est cette valeur corrigée qui sert au calcul des intégrales S . Les tableaux 3.15 et 3.16 présentent les valeurs expérimentales de la pente a de la ligne de base calorimétrique, résiduelle à la correction de la dérive du thermostat avec le montage en opposition. Lorsque l'on considère une valeur moyenne de la dérive, le biais introduit sur une mesure de la capacité thermique massique des matériaux de sol est de un pour cent en valeur relative. La correction doit être réalisée.

Matériau	Essai	Chaudrage				Refroidissement			
		a_{maxi}	a_{mini}	$\overline{ a }$	$S_{ a }$	a_{maxi}	a_{mini}	$\overline{ a }$	$S_{ a }$
BOU A _p	CAL20FEV	+43	+1	15	14	+21	+5	11	6
BOU C	CAL16FEV	+29	+15	21	7	+29	+13	23	7
YEVRES A _p	CAL20DEC	+39	+5	16	12	+18	+3	12	6
YEVRES B _{kg}	CAL22DEC	+53	+3	19	19	+33	+3	14	11
MEZIERES A _p	CAL10JAN	+41	+7	24	16	+41	-43	29	17
MEZIERES (B) _p	CAL08FEV	+78	+8	24	27	+51	+8	18	17
eau	CAL19DEC	+49	-20	20	15	-2	-16	10	6
eau	CAL15FEV	+8	-48	22	19	-4	-48	26	20
air	CAL21NOV	+18	-5	8	6	+15	-3	8	5
air	CAL10FEV	+72	-6	7	15	+35	-5	6	7

Tab 3.15 – Pente de la ligne de base (en pV.s^{-1}), résiduelle à la correction de la dérive du thermostat par le montage en opposition. Mesures à $22,8^{\circ}\text{C}$.

Matériau	Essai	Chaudrage				Refroidissement			
		α_{maxi}	α_{mini}	$\overline{\Delta t}$	$S_{\Delta t}$	α_{maxi}	α_{mini}	$\overline{\Delta t}$	$S_{\Delta t}$
BOU A _p	CAL07JUN	+487	+179	317	118	+493	+149	318	122
BOU C	CAL06JUN	+64	+11	26	22	+37	+8	22	11
YÉVRES A _p	CAL08JUN	+130	+12	53	41	+73	+14	41	24
YÉVRES B _{2tg}	CAL12JUN	+10	-12	7	5	+14	-48	16	16
MÉZIERES A _p	CAL13JUN	+82	-3	30	29	+53	+6	22	18
MÉZIERES (B) _p	CAL15JUN	+157	+17	73	49	+117	+9	58	36
eau	CAL23MAI	+220	+15	90	78	+110	+6	58	46
eau	CAL19JUN	+170	-20	55	64	+74	-14	31	32
air	CAL02MAI	+13	-24	12	8	+9	+2	7	3
air	CAL20JUN	+40	+7	22	20	+43	+1	20	14

Tab 3.16 – Pente de la ligne de base (en $pV.s^{-1}$), résiduelle à la correction de la dérive du thermostat par le montage en opposition. Mesures à 47,5°C.

Il est alors nécessaire d'établir *la relation qui existe entre le rapport des quantités de chaleur qui apparaît dans la formule calorimétrique de Calvet et les grandeurs mesurées avec le montage en opposition*. Nous avons posé l'équivalence entre le flux d'énergie thermique qui transite par la thermopile et le signal délivré par cette dernière, à un coefficient de proportionnalité prés.

Les indices utilisés indiquent respectivement:

- i la quantité de chaleur absorbée dans l'ensemble cellule-douille;
- I l'élément calorimétrique laboratoire;
- II l'élément calorimétrique tare;
- o un mesurage avec la cellule laboratoire vide;
- s un mesurage avec le matériau sol étudié;
- r un mesurage avec le matériau de référence.

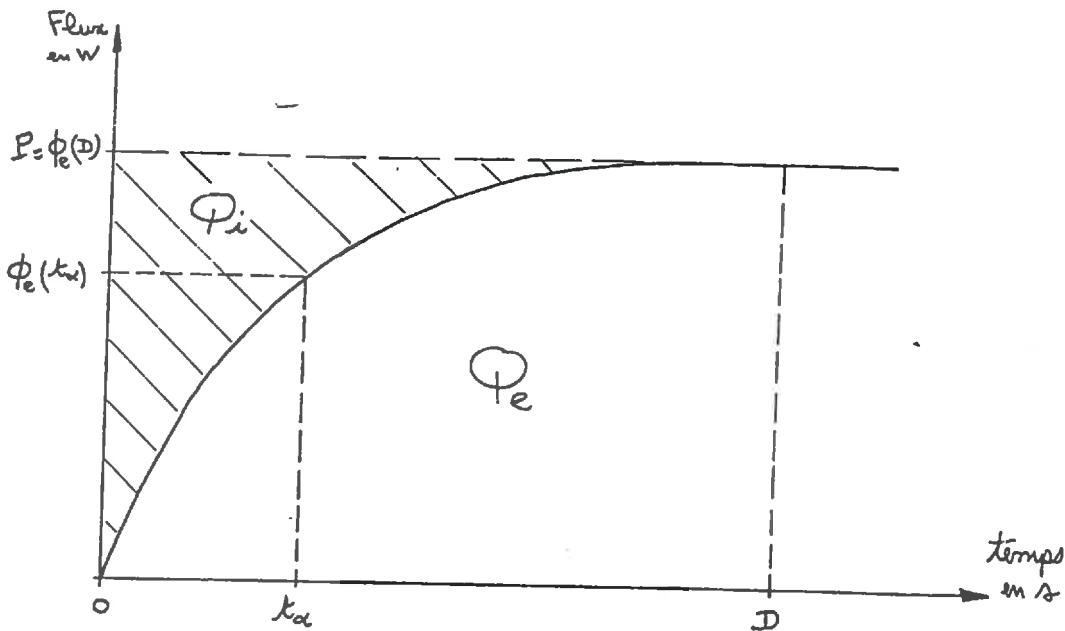


Fig 3.17 – Flux d'énergie thermique qui transite par la thermopile pour le gradient thermique proportionnel à $(T_f - T_h)$.

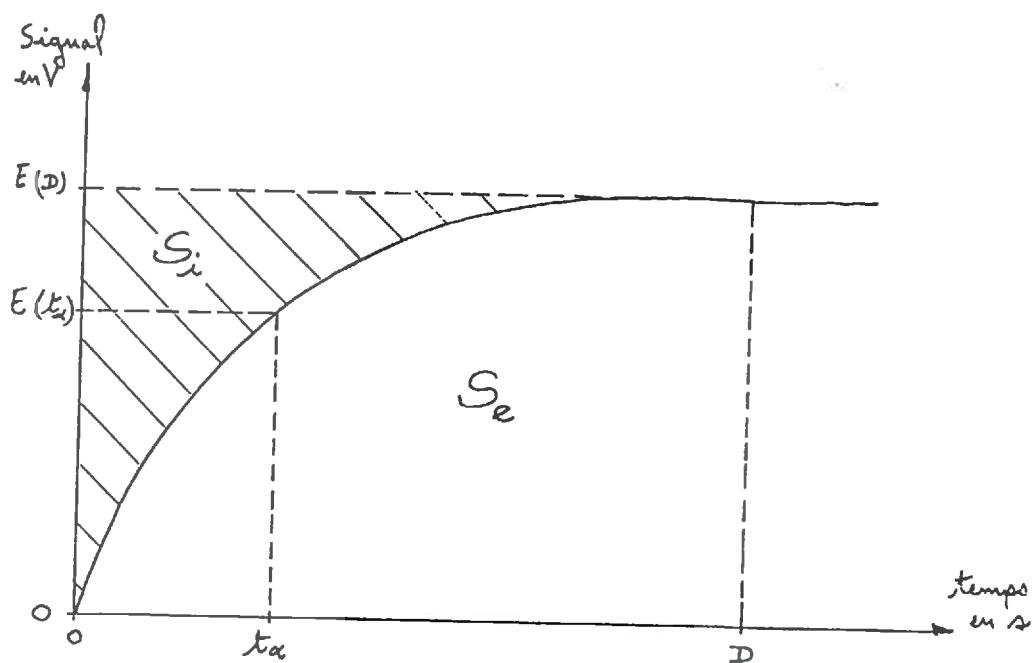


Fig 3.18 – Signal calorimétrique délivré par la thermopile pour un écart de température $(T_f - T_h)$.

Lorsque la correction de la dérive du thermostat est réalisée nous pouvons écrire les équations de bilan pour chaque élément calorimétrique:

$$(3.33) \quad E_I(t) - E_{II}(t) = E_1(t) - E_2(t)$$

$$(3.34) \quad \begin{cases} Q_{i,I} = P_I \cdot D - Q_{e,I} \\ Q_{i,II} = P_{II} \cdot D - Q_{e,II} \end{cases}$$

d'où

$$(3.35) \quad Q_{i,I} - Q_{i,II} = (P_I - P_{II}) \cdot D - (Q_{e,I} - Q_{e,II})$$

avec

$$(3.36) \quad Q_{e,I} = \int_0^D \phi_{e,I}(t) \cdot dt = \int_0^D \frac{E_I(t)}{\alpha_I} \cdot dt$$

$$(3.37) \quad Q_{e,II} = \int_0^D \phi_{e,II}(t) \cdot dt = \int_0^D \frac{E_{II}(t)}{\alpha_{II}} \cdot dt$$

Si l'on pose que la sensibilité α_I et α_{II} des deux thermopiles demeure constante, ce qui se justifie par le très faible écart total de température pendant l'essai calorimétrique. Alors:

$$(3.38) \quad Q_{i,I} - Q_{i,II} = \left[\frac{E_I(D)}{\alpha_I} - \frac{E_{II}(D)}{\alpha_{II}} \right] \cdot D - \int_0^D \left[\frac{E_I(t)}{\alpha_I} - \frac{E_{II}(t)}{\alpha_{II}} \right] \cdot dt$$

et il en découle directement l'expression du rapport des quantités de chaleur recherchée:

$$\frac{Q_{i,I,s} - Q_{i,I,o}}{Q_{i,I,r} - Q_{i,I,o}} =$$

(3.39)

$$\frac{\left[(E_{I,s}^{(D)} - E_{II}^{(D)}) - (E_{I,o}^{(D)} - E_{II}^{(D)}) \right] \cdot D - \left\{ \int_0^D [E_{I,s}(t) - E_{II}(t)] \cdot dt - \int_0^D [E_{I,o}(t) - E_{II}(t)] \cdot dt \right\}}{\left[(E_{I,r}^{(D)} - E_{II}^{(D)}) - (E_{I,o}^{(D)} - E_{II}^{(D)}) \right] \cdot D - \left\{ \int_0^D [E_{I,r}(t) - E_{II}(t)] \cdot dt - \int_0^D [E_{I,o}(t) - E_{II}(t)] \cdot dt \right\}}$$

Le rapport des quantités d'énergie thermique absorbées par les matériaux

de sol et de référence lors des essais calorimétriques utilisant le
montage en opposition.

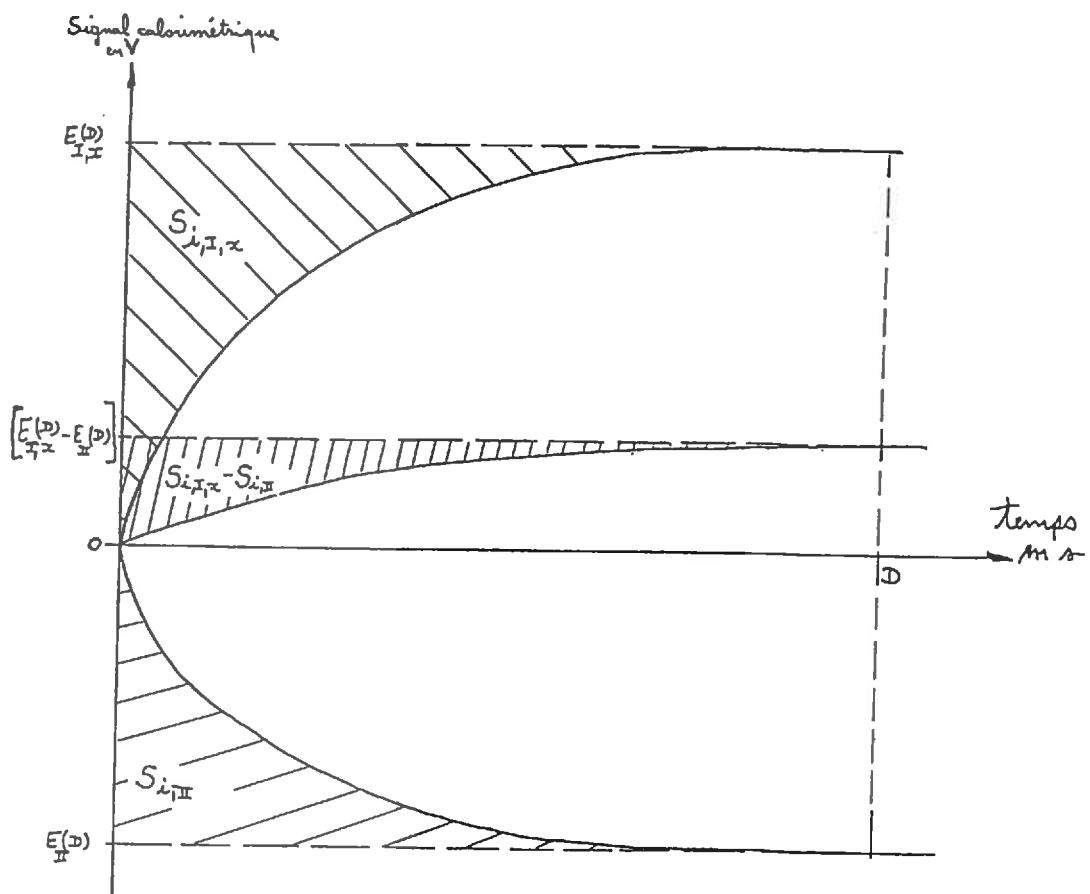


Fig 3.19 – Quantités mesurées avec le montage de deux éléments calorimétriques en opposition, (avec indice x=s ou r ou o selon le cas).

En vue de tester la possibilité de mesurage de la capacité thermique massique avec un montage en opposition de deux éléments calorimétriques nous avons contrôlé la propriété essentielle de l'appareil pour cet usage qui est *la répétabilité de la réponse de l'élément tare au cours des trois phases de la détermination.*

Compte-tenu des particularités du microcalorimètre utilisé l'expérience est réalisée pour une température de 22,8°C et en agissant sur l'apport d'énergie thermique dans chaque élément calorimétrique qui est soit nul, soit fourni par effet joule. La cellule placée dans le puits de l'élément calorimétrique tare est vide. Dans l'élément laboratoire est placée une cellule contenant 5,4375g de terre séchée à 50°C. La température ambiante est de 20,5 + 0,5°C. L'étude est conduite pour la phase de chauffage des cycles expérimentaux dont la durée est toujours la même c'est à dire trois mille secondes. Le tableau 3.20 rassemble les résultats obtenus en réalisant successivement la thermogenèse dans l'un ou l'autre des éléments calorimétriques, puis dans les deux simultanément. L'intensité du courant électrique utilisé pour l'effet joule est toujours la même. On mesure ainsi la réponse individuelle de chacun des éléments, puis la différence de ces deux réponses.

Les trois séries d'essais sont réalisées sans apporter aucune modification au dispositif calorimétrique, en particulier sans extraction des cellules.

La répétabilité de la réponse de l'élément tare s'évalue à l'aide de ces trois mesures successives, en comparant le résultat obtenu dans le montage en opposition normal avec deux éléments, à la valeur calculée par différence entre les résultats des deux essais individuels. De la similitude observée lors de cette comparaison est déduite la qualité de la répétabilité du montage calorimétrique. Les données du tableau 3.20 montrent que l'écart enregistré n'est pas significatif tant pour l'amplitude du signal calorimétrique en régime établi qui fournit les valeurs $(67,8 \pm 1) 10^{-6}V$ et $(68,23 \pm 0,03) 10^{-6}V$; que pour l'intégrale de la thermocinétique avec $0,094 \pm 10^{-3} V.s$ et $0,0955 \pm 5 \cdot 10^{-5} V.s$.

Cette expérience permet de conclure à une répétabilité correcte de l'élément calorimétrique tare de l'appareil en vue d'une utilisation du montage en opposition lors du mesurage des capacités thermiques.

	Thermogénie dans l'élément calorimétrique n° I	Thermogénie dans l'élément calorimétrique n° II	Thermogénie dans les deux éléments calorimétriques simultanément
Résistance ohmique de l'élément chauffant en Ω	$1003,2 \pm 0,05$	$1003,9 \pm 0,05$	—
Intensité du courant électrique de chauffage, en mA	$5,437 \pm 0,002$	$5,437 \pm 0,002$	$5,435 \pm 0,002$
Puissance énergétique libérée dans la cellule, en W	$29,652 \pm 0,005$	$29,673 \pm 0,005$	—
Quantité de chaleur libérée par effet Joule, en J	$88,96 \pm 0,02$	$89,02 \pm 0,02$	—
Signal calorimétrique en régime établi $E(D)$ en μV	$1767,0 \pm 0,1$	$1699,2 \pm 0,1$	$68,23 \pm 0,03$
Sensibilité de l'élément calorimétrique, en $\mu\text{V}/\text{mW}$	$59,59 \pm 0,02$	$57,26 \pm 0,02$	—
Intégrale équivalente à la quantité de chaleur Q en V.s	$5,3011 \pm 5 \cdot 10^{-4}$	$5,0976 \pm 5 \cdot 10^{-4}$	—
Intégrale S_1 équivalente à la quantité de chaleur $Q_{e,1}$ en V.s	$4,771 \pm 0,001$	$4,677 \pm 0,001$	—
Intégrale S_2 équivalente à la quantité de chaleur $Q_{e,2}$ en V.s	$0,530 \pm 0,001$	$0,421 \pm 0,001$	$0,109 \pm 0,001$
Quantité de chaleur absorbée par l'ensemble cellule-douille, en J	$8,89 \pm 0,02$	$7,34 \pm 0,02$	—

Tab 3.20 – Mesures obtenues lors du test de répétabilité de la réponse de l'élément tare du microcalorimètre.

-III.3.2- La correction de l'effet des fuites de chaleur.

La dernière des hypothèses faites pour établir la formule calorimétrique qui suppose que *toute l'énergie générée par l'effet joule et qui n'est pas absorbée par l'ensemble cellule-douille transite par la thermopile*, est certainement celle qui produit les effets les plus pernicieux.

Nous désignerons par "fuites" tout flux thermique, échangé entre la cellule et le thermostat, qui ne transite pas par la thermopile

Dans un premier temps il s'agit de mettre en évidence les conséquences des fuites thermiques, nous l'avons fait à l'aide de l'examen des valeurs prises par le signal calorimétrique en régime établi. Si l'hypothèse considérée était rigoureusement vérifiée nous aurions dû obtenir, pour une valeur constante de la puissance énergétique libérée par effet joule, un signal constant en régime établi quelque soit le contenu de la cellule, ceci conformément aux résultats précédents:

$$(3.40) \quad D \gg \gamma \quad \Theta(D) = -\frac{P}{G}$$

Nos résultats expérimentaux, obtenus avec une valeur fixe de l'intensité du courant de chauffage qui circule dans les cellules calorimétriques, montrent que la condition précédente n'est pas rigoureusement vérifiée. Dans le tableau 3.21 qui illustre ce problème figurent d'une part les valeurs de la conductivité thermique des matériaux, et d'autre part les valeurs du signal calorimétrique de l'essai correspondant. On observe que ce signal varie en fonction du matériau contenu dans la cellule, et qu'il existe une corrélation nette entre ces deux suites de valeurs. Nous en concluons qu'il y a des fuites thermiques dans le système calorimétrique, donc que les mesures de capacité thermique massiques obtenues sont biaisées. Cette analyse du système physique souligne que les fuites thermiques dans le calorimètre engendrent une première erreur systématique car elles sont indûment comptabilisées avec la quantité d'énergie absorbée par le matériau étudié, mais aussi une seconde erreur par la non uniformité de la température dans la cellule-laboratoire qu'elles provoquent.

Matériau	λ en W/m.K	$E(D) = \frac{E_{I_1}(D) - E_{I_2}(D)}{I_1}$ en μV	$S_{E(D)}$ en μV
Sable quartzeux + eau	> 0,6	61,9	—
Eau	0,6	62,4	0,7
Sable quartzeux sec	0,3	65,2	0,5
Limon sec pulvérisé	< 0,3	66,2	1,1
Micro-aggregats d'argile secs	> 0,03	66,9	0,4
Air	0,03	67,8	0,7

Tab 3.21 – Conductivité thermique des matériaux et valeurs du signal calorimétrique en régime établi pour différents contenus de la cellule laboratoire.

La non-uniformité de la température à l'intérieur de la cellule calorimétrique provoquée par les fuites thermiques contribue à dégrader la qualité des mesurages de la capacité thermique massique des matériaux des sols. C'est ce que le professeur Calvet a désigné par "déséquilibre thermique interne", [Calvet,41,42], et qui correspond aux effets thermiques produits par la variabilité spatiale de la température dans la cellule calorimétrique pendant le mesurage. Comme ce dernier est réalisé en trois étapes du fait de la méthode de détermination de la capacité thermique massique, une notable partie de cette erreur serait éliminée lors du calcul des différences de quantité de chaleur si les essais étaient parfaitement reproductibles.

Pour améliorer cette reproductibilité, il est nécessaire de reproduire aussi exactement que possible les conditions géométriques et mécaniques du système cellule-douille entre les différents essais. Pour cela, la position des différentes parties de l'ensemble est repérée de façon à être toujours remise en place. D'autre part, la pression de contact de la cellule dans sa douille est régularisée grâce à un dispositif de ressorts.

La détermination correcte de la capacité thermique massique du contenu de la cellule laboratoire exige que la variation de sa température soit connue très précisément car la grandeur mesurée est, en définitive, la quantité de chaleur absorbée par ce contenu.

$$(3.41) \quad Q_{i,s} = m_s \cdot c_s \cdot (T_i^{(D)} - T_o)$$

Il apparaît immédiatement que, si une fraction de la masse m_s de matériau est à une température différente de la température des soudures de mesure de la thermopile, le mesurage de c_s est biaisé. Plutôt que de déterminer l'erreur systématique introduite nous avons choisi d'en réduire la cause, c'est à dire de minimiser la non-uniformité de la température dans la cellule laboratoire. Ainsi que l'ont mesuré Calvet et Brouty [Calvet,41], les quantités de chaleur mise en cause par le "déséquilibre thermique" sont négligeables dans les matériaux bons conducteurs de la chaleur. En conséquence nous avons disposé dans nos cellules un dispositif en nid d'abeilles fabriqué avec du cuivre. Le matériau de sol étudié occupant les petites cavités ainsi créées se trouve porté beaucoup plus rapidement et plus uniformément à la température de la cellule grâce à une très grande surface d'échange et à des distances parcourues par la chaleur dans le milieu mauvais conducteur très réduites.

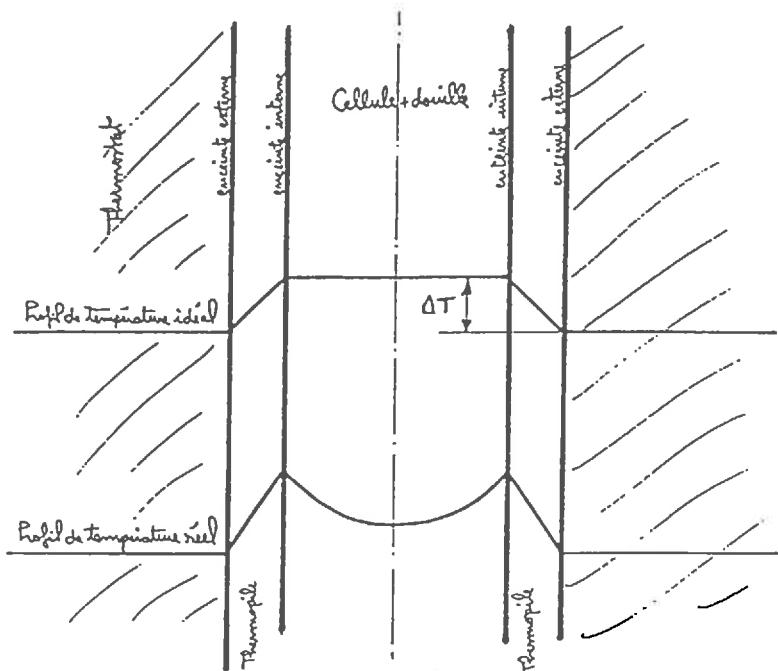


Fig 3.22 – Profils de température dans le calorimètre.

Ainsi que le montre le diagramme de la figure 3.22, la température s'uniformisera d'autant mieux que la cellule est uniformément remplie, ce que nous avons pris la précaution de réaliser. Alors, en présence d'une dynamique thermique très lente et d'amplitude très faible telle celle apparaissant dans nos mesurages, nous avons considéré que l'effet résiduel de la non-uniformité de la température dans la cellule laboratoire peut être négligé.

Une tentative de d'évaluation de l'erreur due aux fuites thermiques non contrôlées du dispositif calorimétrique peut être réalisée en modélisant le système physique sous la forme d'un *réseau à constantes localisées* [Brun,31/Hemminger,83], c'est ce qui est habituellement désigné par analogie électrique. Les modélisations classiquement présentées concernent généralement un système idéal correspondant exactement aux hypothèses les plus simplificatrices. A l'opposé une modélisation plus réaliste et complète conduit rapidement à un problème inextricable.

Le réseau de la figure 3.23, équivalent au calorimètre, réalise le compromis entre ces deux extrêmes en limitant son objectif à la mise en évidence et à une estimation du biais introduit par les fuites thermiques sur la mesure de la capacité thermique massique. Partant de l'architecture du microcalorimètre nous considérons le courant thermique produit par le générateur en assimilant ce dernier à la paroi latérale de la cellule calorimétrique. On observe que le flux de chaleur se répartit dans deux directions radiales principales, vers l'intérieur et vers l'extérieur de la cellule. Une première fuite, désignée par g_{fc} , correspond aux pertes de chaleur par le dessus de la cellule et qui s'évacuent vers le haut du puits calorimétrique.

Le flux de chaleur qui pénètre vers l'intérieur de la cellule contribue à en échauffer le contenu. Il lui faut vaincre la résistance thermique de pénétration R_0 dans ce contenu qui peut être importante.

Le flux de chaleur qui quitte radialement vers l'extérieur la paroi de la cellule se déverse dans celle de la douille de capacité C_d après avoir vaincu la résistance thermique de contact R_1 . Une fois franchie la paroi de la douille dont la résistance thermique est négligeable, le flux de chaleur transite vers le thermostat à travers la thermopile de résistance R_2 et de capacité thermique négligeable. Une fuite thermique g_{fd} apparaît cette fois à la base de la douille.

Les schémas de la fig 3.23 illustrent ces commentaires.

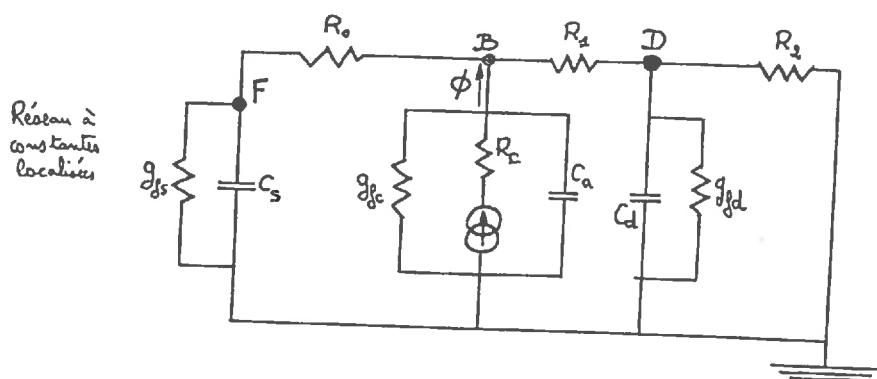
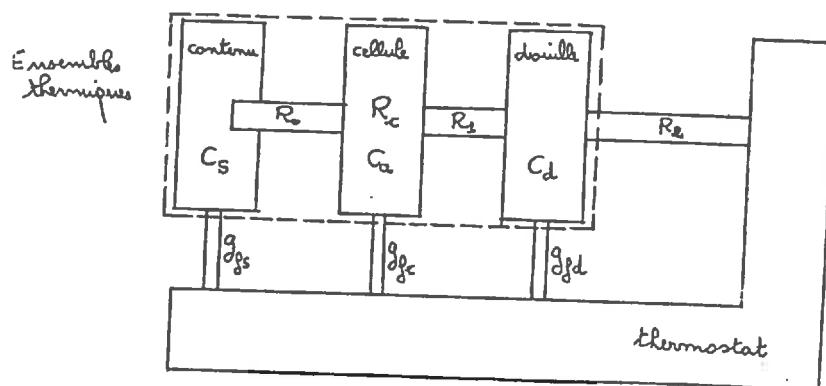
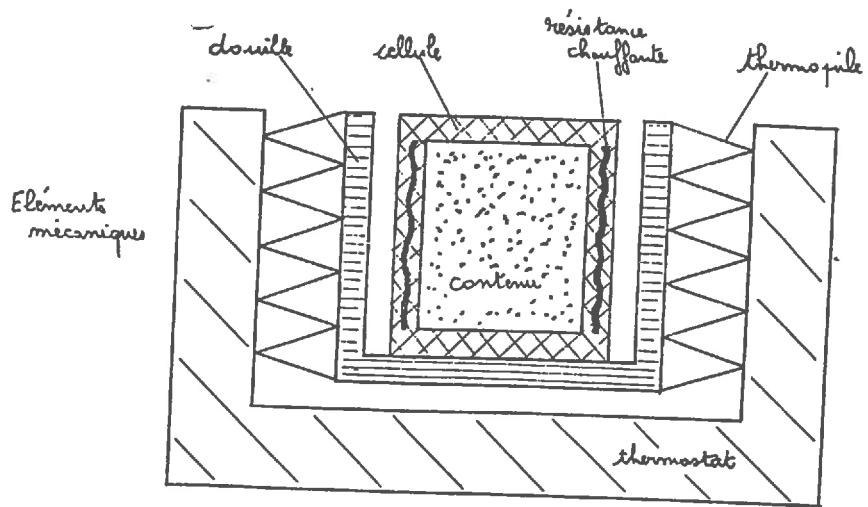


Fig 3.23 – Modélisations du système calorimétrique.

Pour vérifier la pertinence de notre modélisation nous pouvons nous replacer dans les conditions hypothétiques à partir desquelles la formule calorimétrique est établie. Toutes les conductances de

fuites sont alors nulles, de même que la résistance thermique de contact R_I . La conductivité thermique du matériau contenu dans la cellule est supposée très grande, de même que celle de la paroi de la douille ou de la cellule. On observe qu'alors la température mesurée par la thermopile est bien celle du contenu de la cellule, mais également que tout le système physique demeure à température uniforme. La résolution analytique du réseau résultant conduit effectivement à l'équation de Tian.

$$(3.42) \quad (C_a + C_d + C_s) \cdot \frac{dT_B}{dt} + q_f \cdot T_B = \Phi$$

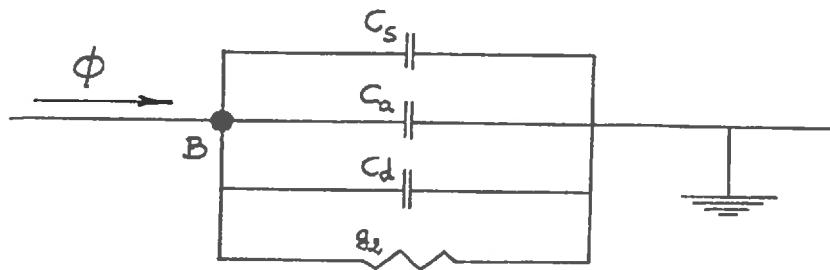


Fig 3.24 – Schéma réseau simplifié.

Ce contrôle réalisé, la poursuite de l'analyse du réseau thermique complet [Edminster,62/Gié,70] nous conduit à l'équation matricielle $[G].[T] = [\Phi]$, ou encore en développant:

$$(3.43) \quad \begin{bmatrix} \left(\frac{1}{R_o} + \frac{1}{R_1} + g_{fc} + C_a \cdot \frac{d}{dt} \right) \left(-\frac{1}{R_1} \right) \left(-\frac{1}{R_o} \right) \\ \left(-\frac{1}{R_1} \right) \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} + g_{fd} + C_d \cdot \frac{d}{dt} \right) (0) \\ \left(-\frac{1}{R_1} \right) (0) \left(\frac{1}{R_o} + C_s \cdot \frac{d}{dt} \right) \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} T_B \\ T_D \\ T_F \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \Phi \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix}$$

Nous cherchons à déterminer les températures T_F du contenu de la cellule et T_D des soudures de mesure de la thermopile. Pour atteindre ce but nous extrayons de l'équation matricielle précédente les expressions des équations différentielles qu'elles vérifient.

$$(3.44) \quad \alpha \cdot \frac{d^3 T_D}{dt^3} + \beta \cdot \frac{d^2 T_D}{dt^2} + \gamma \cdot \frac{dT_D}{dt} + \psi \cdot T_D = \mu_D$$

$$(3.45) \quad \alpha \cdot \frac{d^3 T_F}{dt^3} + \beta \cdot \frac{d^2 T_F}{dt^2} + \gamma \cdot \frac{dT_F}{dt} + \psi \cdot T_F = \mu_F$$

où $\alpha, \beta, \gamma, \psi$

sont des coefficients dépendants des caractéristiques du réseau.

et

$$(3.46) \quad \mu_D = \frac{1}{R_0 R_1} \cdot \phi$$

$$(3.47) \quad \mu_F = \frac{1}{R_0} \cdot \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} + g_{fd} \right) \cdot \phi$$

Si l'on se place en régime permanent, tous les termes contenant l'opérateur d/dt sont nuls, d'où l'expression de T_D en régime établi:

$$(3.48) \quad T_D = \frac{\mu_D}{\psi}$$

De même l'expression de T_F en régime établi est:

$$(3.49) \quad T_F = \frac{\mu_F}{\psi}$$

Pour améliorer la conductivité thermique du contenu de la cellule calorimétrique un nid d'abeilles est utilisé, la valeur de la résistance thermique R_0 devient négligeable.

Nous obtenons alors une expression de l'écart relatif en régime établi, entre la variation de la température du contenu de la cellule calorimétrique et la différence de température mesurée par la thermopile:

(3.50)

$$\frac{T_D - T_F}{T_F} = - \frac{\frac{1}{R_2} + g_{fd}}{\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} + g_{fd}}$$

Ecart entre la variation de la température du matériau et la différence de température mesurée par la thermopile.

Il apparaît que la température du matériau diffère de celle de la résistance chauffante et de celle aux bornes de la thermopile, la température du système physique n'est pas uniforme. Deux des termes constitutifs de l'erreur sont des caractéristiques du micro calorimètre et par conséquent demeurent constants entre chaque essai, il s'agit de la résistance thermique de la thermopile et de la conductance thermique de fuite sur la douille. L'autre terme est la résistance thermique de contact cellule-douille, il est directement lié au mesurage et varie à chaque essai. L'influence de ce terme ne peut donc pas être totalement éliminée par des opérations de différence.

Du fait de la construction adaptée du calorimètre, la conductance thermique de fuite de la douille est très inférieure à la conductance de la thermopile ce qui permet une quantification du risque d'erreur dû à la présence des résistances thermiques parasites lorsqu'on les exprime en proportion de la résistance thermique propre de la thermopile. Le tableau 3.25 souligne l'importance de l'influence de cette résistance sur les résultats bruts de mesurage. *Il est nécessaire de corriger le biais introduit sur la capacité thermique massique des matériaux de sol.*

$\frac{R_1}{R_2}$	0	0,05	0,1	0,5	1
$\frac{T_{Df} - T_{Ff}}{T_{Ff}}$	0	0,05	0,09	0,33	0,50

Tab 3.25 – Biais sur la mesure de la température du contenu de la cellule en fonction de la valeur de la résistance thermique de contact cellule-douille.

Nous avons donc établi que notre instrument de mesure présente des fuites de chaleur, c'est à dire des flux thermiques entre l'ensemble cellule-douille et thermostat qui ne circulent pas à travers la thermopile.

Du fait de la méthode de mesurage, l'effet sur les mesures de la capacité thermique massique du matériau de sol serait nul si ces fuites étaient identiques entre chacun des essais à vide ou avec les matériaux. Cependant nous avons vu que la reproductibilité des mesures est imparfaite à cause de la variabilité des résistances thermiques, interne au contenu de la cellule et surtout au contact cellule-douille.

L'effet de la variabilité de la résistance thermique interne du contenu de la cellule est partiellement éliminé par l'utilisation d'un nid d'abeilles en cuivre. De même les variations de la résistance thermique de contact ont été réduites par la mise en place d'un dispositif à ressorts de positionnement et maintient de la cellule dans la douille. Il demeure toutefois un effet résiduel qui est mis en évidence par la comparaison de la valeur du signal calorimétrique en régime établi entre les différents essais.

Pour corriger le biais résiduel nous avons traité les mesures brutes en normalisant les réponses du système calorimétrique par rapport à la mesure faite avec la cellule vide.

Si l'on reprend l'expression du bilan d'énergie dans le système calorimétrique en prenant en compte les fuites thermiques, il vient:

$$(3.51) \quad P \cdot dt = \bar{G} \cdot \left[T_I(t) - T_k(t) \right]_f \cdot dt + C \cdot d \left[T_I(t) - T_o \right]_f + G_p \cdot \left[T_I(t) - T_k(t) \right]_f \cdot c$$

la quantité d'énergie thermique libérée = la quantité d'énergie thermique qui transite par la thermopile + la quantité d'énergie thermique absorbée par l'ensemble + la quantité d'énergie thermique de fuite cellule-douille

L'équation du bilan d'énergie dans l'élément calorimétrique laboratoire

lorsque la température du thermostat n'est pas constante, et qui prend en les fuites thermiques.

Il apparaît une conductance thermique globale de fuite G_p variable entre chaque essai.

La solution de cette équation différentielle fournit une expression de l'écart de température entre l'ensemble cellule-douille et le thermostat:

$$(3.52) \quad \left[T_I(t) - T_k(t) \right]_f = \left(\frac{P}{C} - a \right) \cdot \left(\frac{C}{G+G_p} \right) \cdot \left[1 - \exp \left(- \frac{(G+G_p)}{C} \cdot t \right) \right]$$

L'effet des fuites se traduit par un abaissement du temps de réponse du système physique, et par une diminution de l'élévation de la température dans l'ensemble cellule-douille.

En l'absence de fuite nous avons établi:

$$(3.53) \quad \left[T_I(t) - T_k(t) \right] = \left(\frac{P}{C} - a \right) \cdot \varphi \cdot \left[1 - \exp \left(- \frac{t}{\varphi} \right) \right]$$

Comme, du fait de la construction de l'appareil $G_p \ll G$. Alors l'écart de température dû aux fuites est:

$$(3.54) \quad \Delta \Theta(t) = [T_I(t) - T_f(t)]_g - [T_I(t) - T_f(t)]$$

$$(3.55) \quad \boxed{\Delta \Theta(t) \approx - \frac{G_f}{G} \cdot [T_I(t) - T_f(t)]}$$

Le biais introduit par les fuites thermiques sur la variation de température dans l'élément calorimétrique est proportionnel à l'écart de température qui existe en leur absence entre l'ensemble cellule-douille et le thermostat.

Du fait de la méthode de mesurage de la capacité thermique massique, le seul biais à corriger est celui dû aux variations de la conductance thermique de fuite G_f entre les trois essais, à vide ou avec les matériaux.

Pour réaliser la correction nous avons normalisé les courbes thermocinétiques par rapport à l'essai réalisé avec la cellule calorimétrique vide. Les équations 3.12, 3.13 et 3.14 sont modifiées comme suit:

$$(3.56) \quad \begin{aligned} Q_{i,I,0} &= m_o \cdot c_o \cdot \Theta_o(D) \\ Q_{i,I,s} &= (m_o \cdot c_o + m_s \cdot c_s) \cdot \Theta_s(D) \\ Q_{i,I,r} &= (m_o \cdot c_o + m_r \cdot c_r) \cdot \Theta_r(D) \end{aligned}$$

Les coefficients de normalisation des courbes thermocinétiques par rapport à l'essai réalisé avec la cellule calorimétrique vide sont:

$$(3.57) \quad \boxed{\alpha_s = \frac{\Theta_s(D)}{\Theta_o(D)}} \quad \text{et} \quad \boxed{\alpha_r = \frac{\Theta_r(D)}{\Theta_o(D)}}$$

d'où

$$(3.58) \quad Q_{i,I,s} = (m_o \cdot c_o + m_s \cdot c_s) \cdot \alpha_s \cdot \Theta_o(D)$$

$$Q_{i,I,r} = (m_o \cdot c_o + m_r \cdot c_r) \cdot \alpha_r \cdot \Theta_o(D)$$

Ce qui s'écrit sous une forme mettant en évidence les biais lorsque l'on compare aux équations 3.12 et 3.13 .

$$(3.59) \quad Q_{i,I,s} - Q_{i,I,o} = m_s \cdot c_s \cdot \Theta_o(D) + (m_o \cdot c_o + m_s \cdot c_s) \cdot \Delta \theta_s(D)$$

$$Q_{i,I,r} - Q_{i,I,o} = m_r \cdot c_r \cdot \Theta_o(D) + (m_o \cdot c_o + m_r \cdot c_r) \cdot \Delta \theta_r(D)$$

avec

$$(3.60) \quad \Delta \theta_s(D) = \Theta_s(D) - \Theta_o(D) \quad \text{et} \quad \Delta \theta_r(D) = \Theta_r(D) - \Theta_o(D)$$

Nous observons que lorsque les températures en régime permanent ne sont pas identiques entre les essais à vide ou avec les matériaux, apparaît un terme correctif. Ce terme équivaut à la quantité de chaleur échangée par l'ensemble cellule-douille lorsque sa température varie d'une quantité égale au biais.

Le rapport des quantités de chaleur absorbées qui figure dans la formule calorimétrique est donc:

$$(3.61) \quad \frac{Q_{i,I,s} - Q_{i,I,o}}{Q_{i,I,r} - Q_{i,I,o}} = \frac{(\alpha_s - 1) \cdot Q_{i,I,o} + m_s \cdot c_s \cdot \Theta_s(D)}{(\alpha_r - 1) \cdot Q_{i,I,o} + m_r \cdot c_r \cdot \Theta_r(D)}$$

Alors, en considérant d'une part que l'élément calorimétrique tare demeure stable au cours du temps, donc que son action est la même pour des conditions expérimentales identiques; et que, d'autre part, les intégrales temporelles de la tension de sortie du micro calorimètre sont proportionnelles aux quantités de chaleur stockées ou libérées, c'est à dire que le micro calorimètre est linéaire dans tout le domaine de travail, il vient:

$$(3.62) \quad m_s \cdot c_s = \left(\frac{S_{i,I,s} - \alpha_s \cdot S_{i,I,o}}{S_{i,I,r} - \alpha_r \cdot S_{i,I,o}} \right) \cdot \frac{\alpha_r}{\alpha_s} \cdot m_r \cdot c_r$$

La formule calorimétrique s'exprimera par:

$$(3.63) \quad c_s = \left[\frac{(S_{i,I,s} - S_{i,II}) - \alpha_s \cdot (S_{i,I,o} - S_{i,II}) - (\alpha_s - 1) \cdot S_{i,II}}{(S_{i,I,r} - S_{i,II}) - \alpha_r \cdot (S_{i,I,o} - S_{i,II}) - (\alpha_r - 1) \cdot S_{i,II}} \right] \cdot \frac{\alpha_r}{\alpha_s} \cdot \frac{m_r}{m_s} \cdot c_r$$

La formule de détermination de la capacité thermique massique d'un corps qui corrige l'effet des fuites thermiques du calorimètre.

En conclusion de cette étude du dispositif calorimétrique nous constatons que la méthode de détermination des capacités thermiques qui le met en oeuvre corrige les biais introduits par le non respect rigoureux des hypothèses faites lors de l'établissement de la formule calorimétrique. Toutefois ces corrections ne sont réellement effectives qu'à la condition d'être relatives à des biais peu importants, c'est ce à quoi nous nous attachés lors des mesurages.

-III.4- Application de la méthode de mesure de la capacité thermique massique aux matériaux des sols étudiés.

L'utilisation de la capacité thermique massique dans les travaux des ingénieurs se fait généralement à partir des tables et recueils de valeurs publiées lorsque les matériaux à mettre en oeuvre sont très bien caractérisés. En pratique, ceci n'est cependant possible que si une seule espèce est présente ou encore lorsque les proportions d'un mélange d'espèces sont connues. Dans le cas des matériaux des sols constitués d'un mélange très variable de roches et minéraux, auxquels s'ajoutent des matières organiques pour certains horizons pédologiques, la démarche précédente n'est plus applicable; il faut réaliser le mesurage de la capacité thermique massique.

Les échantillons de matériaux des sols et leur conditionnement pour le mesurage de la capacité thermique massique.

L'étude expérimentale de la méthode de mesure de la capacité thermique massique de matériaux des sols est réalisée sur des échantillons prélevés dans les trois types de sols retenus et décrits précédemment.

La caractérisation est faite pour chaque horizon pédologique. La quantité de matériaux nécessaire est prélevée pour obtenir un échantillon de terre représentatif [Jamagne,92]. La granulométrie requise par le dispositif de mesure est obtenue par calibrage des échantillons à la passoire de deux millimètres, les éléments cohérents de taille supérieure étant fragmentés.

-III.4.1- Le séchage du matériau de sol.

Le séchage du matériau est l'opération suivante du conditionnement des échantillons de terre. Son objectif est d'*éliminer l'eau contenue dans le matériau et logée dans la porosité, ainsi qu'une partie de celle adsorbée sur les surfaces des colloïdes, de telle manière que cette opération soit réversible et puisse être annulée par une simple réhumectation sous conditions normales de température et de pression*. Le matériau se trouve alors dans un état de desséchement proche de celui rencontré dans le milieu naturel lors des phases climatiques de dessication extrême, c'est ce que nous avons désigné précédemment par "*sol sec*".

Le séchage est habituellement fait à une température de 105°C dans les laboratoires de physique du sol. Nous n'avons pas utilisé cette valeur élevée de la température pour les deux raisons suivantes.

Tout d'abord, un inconvénient important d'une température de séchage élevé est la fixation d'eau atmosphérique dès le refroidissement de l'échantillon ce qui, compte-tenu des nombreuses manipulations nécessaires lors des essais, ne permet pas une détermination correcte des masses au niveau d'incertitude retenu (10^{-7} kg).

Le second inconvénient est plus fondamental, car lié à la nature même des matériaux étudiés qui renferment une proportion parfois très importante de minéraux argileux, de matières organiques ainsi que des hydroxydes. Le séchage à une température de 105°C pour rapide et facile à réaliser qu'il soit, présente le grave défaut d'éliminer l'eau dans des sites de fixation sur les matériaux qui resteraient toujours pourvus sous les conditions de climat du bassin de Paris, en particulier de l'eau interfoliaire ou fortement adsorbée qui ne participe pas au cycle pédoclimatique.

La recherche de l'existence d'un seuil caractéristique lié à une température particulière dans le desséchement d'un matériau de sol est réalisée à l'aide d'une thermobalance qui fournit la variation du poids d'un échantillon en fonction de sa température de séchage. La courbe de la fig 3.26 obtenue avec une thermocinétique suffisamment lente pour réaliser une suite d'états d'équilibre dans le desséchement, ne met en évidence aucun seuil mais signale que la perte de poids commencée avant d'atteindre la température de 105°C se poursuit bien après. Ceci traduit la continuité de la perte d'eau du matériau.

L'analyse minéralogique conforte ce qui précède. Un diffractogramme a été obtenu pour chacune des trois aliquotes traitées différemment d'un échantillon de l'horizon cultural du sol limoneux de Yévres séché à 50°C. L'un est séché à 105 °C pendant vingt-quatre heures, le deuxième l'est pour une même durée mais à la température de 150 °C, enfin un troisième est laissé en l'état. Les courbes obtenues mettent en évidence une augmentation de l'intensité du rayonnement diffracté pour des distances interfoliaires voisines de 1nm (micas) et une diminution corrélative vers 1,4nm (vermiculite et smectite), alors que le pic à 0,72nm, caractéristique du minéral bien cristallisé qu'est la kaolinite, ne varie pas. Ceci s'interprète comme étant dû à une fermeture des minéraux phylliteux gonflants (type 2:1) à la suite du départ d'eau interfoliaire [Hardy,81].

La température choisie pour le séchage avant essai est de 50°C. C'est également à cette température que les minéralogistes des sols séchent les argiles pour leurs travaux de recherche [Hardy,81]. Pour cette valeur, dont l'ordre de grandeur est celui de la température maximale atteinte par les matériaux des sols dans le milieu naturel, on n'observe pas de départ d'eau fortement liée et nous pouvons négliger la réhumectation au contact de l'air ambiant.

Après les essais calorimétriques, les échantillons sont séchés à 105°C jusqu'à poids constant pour déterminer leur teneur en eau résiduelle en comparaison avec un séchage traditionnel. Ceci permet d'obtenir des valeurs de la capacité thermique massique comparables avec celles de la bibliographie.

En conclusion, on notera que pour les matériaux des sols, la mesure de la capacité thermique massique doit être accompagnée de la température de séchage pour pouvoir être utilisée.

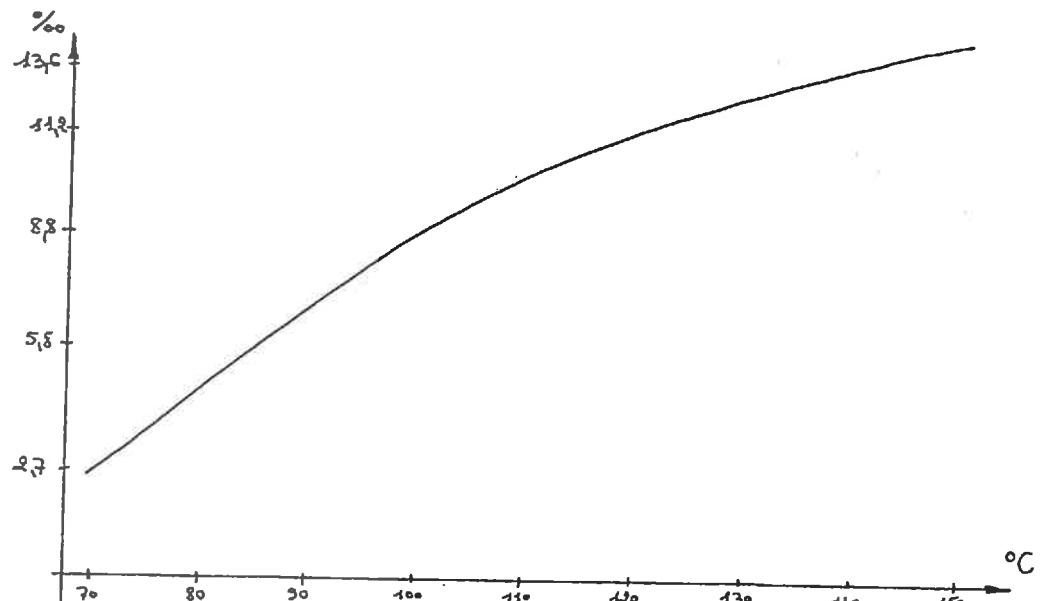


Fig 3.26 – Perte de masse d'un matériau de sol en fonction de la température de séchage (horizon cultural du sol lessivé de Yévres). Valeur relative rapportée à la masse de terre séchée à 50°C.

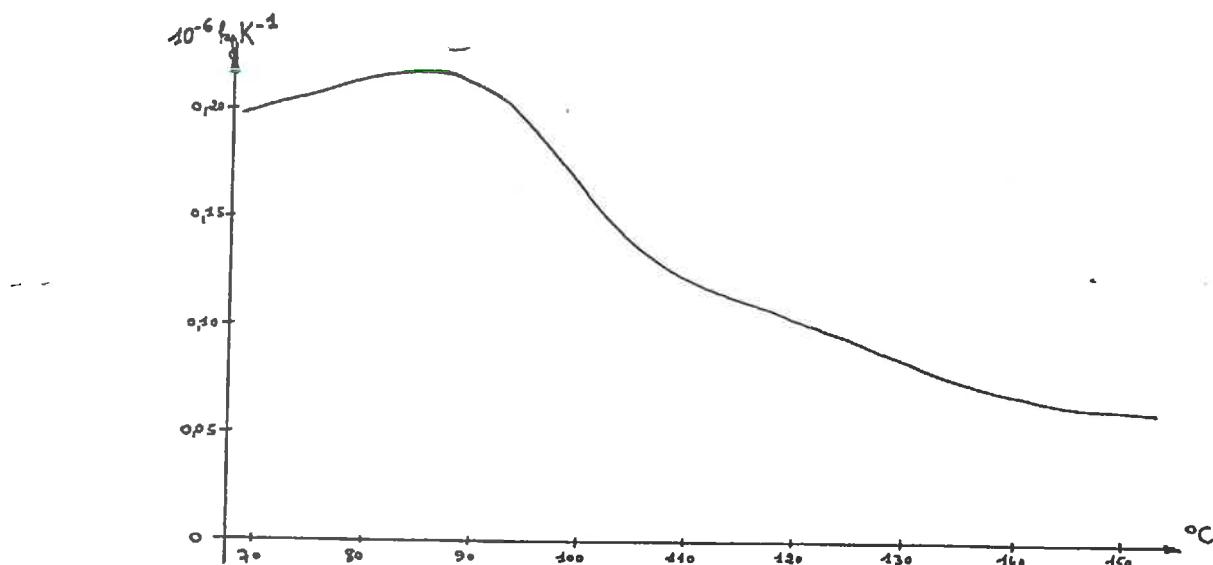


Fig 3.27 – Variation, en fonction de la température de séchage, de la perte de masse d'un matériau de sol (horizon cultural du sol lessivé de Yévres).

-III.4.2- Le pesage des échantillons

Le pesage est l'une des deux étapes du mesurage de la capacité thermique massique de matériaux des sols.

Les mesurages avec le calorimètre fournissent une mesure de la capacité thermique C du matériau, c'est à dire de la quantité de chaleur $Q_{i,s}$ absorbée ou cédée par la masse m_i du matériau étudié lorsque sa température varie d'un kelvin. La capacité thermique massique c est liée à cette dernière par la relation :

$$(3.64) \quad C_s = \frac{C}{m_i}$$

Toute erreur sur la masse du matériau entache directement la mesure de la capacité thermique massique. Dans le cadre de notre travail l'objectif fixé pour les pesées est tel que l'incertitude sur la connaissance des masses des

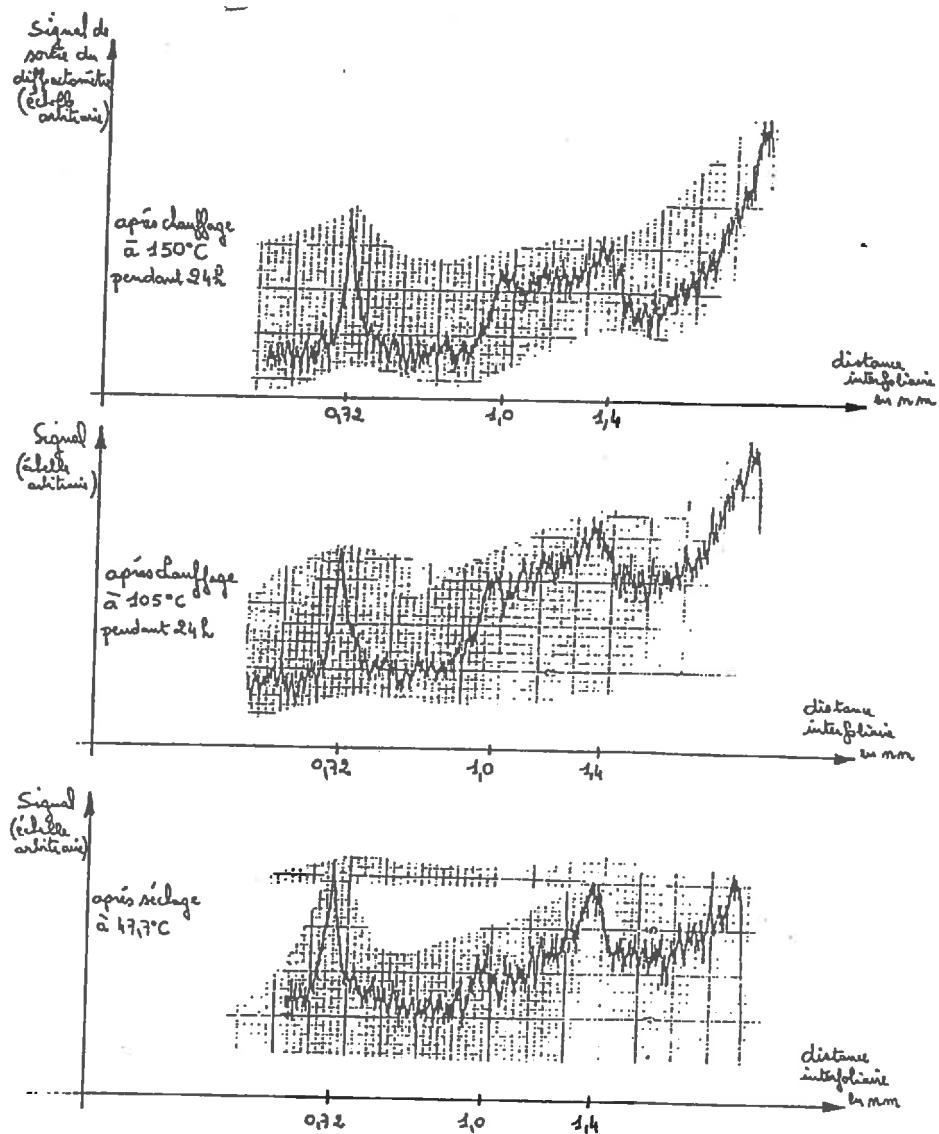


Fig 3.28 – Fermeture de l'espace interfoliaire des argiles chauffées à des températures élevées. (diffractogrammes obtenus pour le matériau de l'horizon cultural du sol lessivé de Yévres, [Hardy,81]).

matériaux ne doit apporter qu'une contribution négligeable à celle sur la capacité thermique massique. Un compromis entre cette exigence et les contraintes de pesage a conduit à des mesures de résolution 0,1 mg.

Le matériel de mesure.

Les mesurages de la masse de matériau contenue dans la cellule calorimétrique laboratoire ont été réalisés à l'INM-CNAM [Méleuc,112] sur une balance adaptée de type Mettler H315, installée sur un marbre anti-vibrations dans une salle-laboratoire climatisée. La température ambiante ne subit pas de variations rapides; elle est mesurée à chaque pesée ainsi que la pression atmosphérique et l'humidité relative de l'air.

Les masses étalons utilisées sont en laiton chromé de masse volumique égale à 8400 kg/m^3 . La valeur réelle des masses est consignée dans le tableau 3.29. L'incertitude globale sur la mesure de ces masses marquées est de un microgramme.

Valeur nominale	Correction en μg
100 g	+ 234
50 g	+ 67
20 g	- 78
10 g	+ 103
10 g •	- 25
5 g	- 12
2 g	+ 66
2 g •	- 13
1 g	- 34
500 mg	+ 150
200 mg	+ 150
100 mg	+ 50
100 mg •	+ 70
50 mg	- 16

Tab 3.29 – Masse des étalons utilisés lors du pesage [Méleuc,112].

La méthode de pesage.

Une méthode de double pesée, par comparaison aux masses étalons, est mise en oeuvre. Deux séries de pesées sont réalisées, l'une avec la cellule laboratoire vide, l'autre après remplissage avec le matériau à caractériser. La masse de matériau est obtenue par différence.

Un cycle de pesée comprend deux phases réalisées après stabilisation de la température du laboratoire et des matériels, puis réglage du zéro de la balance.

Dans la première phase les masses M_i incorporées de la balance sont comparées avec des masses étalons de même valeur nominale, de masse réelle M_e et de masse volumique ρ_e . La balance fournit l'écart de déséquilibre y_e tel que:

$$(3.65) \quad y_e = M_e - M_i$$

Dans la seconde phase ce sont ces mêmes masses incorporées de la balance que l'on compare avec la cellule calorimétrique de masse M_c et de masse volumique ρ_c . La balance fournit alors l'écart de déséquilibre y_c tel que:

$$(3.66) \quad y_c = M_c - M_i$$

De ces deux pesées est extraite la masse de la cellule à partir de la formule élémentaire de pesage suivante:

$$(3.67) \quad M_c = M_e + y_c - y_e$$

La correction des erreurs systématiques du pesage.

La correction de la poussée de l'air.

La formule précédente est établie pour des pesées réalisées dans le vide alors que nos mesurage ont été effectués dans l'air. Les valeurs obtenues sont des masses apparentes sous l'influence de la force d'Archimède. La poussée de l'air est une force appliquée au barycentre des

masses et de sens contraire au poids. Un corps de masse M et de masse volumique ρ reçoit une poussée hydrostatique égale à:

$$(3.68) \quad - \frac{M}{\rho} \cdot \rho_a \cdot \vec{g}$$

où

ρ_a est la masse volumique de l'air, en $kg.m^{-3}$;

\vec{g} est l'accélération due à la pesanteur considérée comme constante, en $m.s^{-2}$.

La masse apparente du corps de masse réelle M est donc:

$$(3.69) \quad M \cdot \left[1 - \frac{\rho_a}{\rho} \right]$$

Lorsqu'on applique ceci à nos mesurage, la formule de pesage prenant en compte la poussée de l'air est:

$$(3.70) \quad M_c \cdot \left[1 - \frac{\rho_a}{\rho_c} \right] = M_e \cdot \left[1 - \frac{\rho_a}{\rho_e} \right] + \gamma_c - \gamma_e$$

La masse volumique moyenne de la cellule calorimétrique vide est de 3950 kg.m^{-3} , et 4100 kg.m^{-3} lorsqu'elle est remplie de matériau. Ceci conduit, avec une masse volumique des masses étalons de 8400 kg.m^{-3} , à une valeur de la correction de poussée de l'air de $16mg$ pour une masse réelle de $100g$, à 20°C et sous pression atmosphérique normale.

Bien que la détermination de la masse de matériau de sol par différence en réduise considérablement l'importance, cette correction doit être réalisée d'autant plus que les deux pesées de la cellule, vide ou contenant le matériau, sont parfois réalisées à plus d'une semaine d'intervalle. Si l'on utilise l'indice o pour les paramètres de la pesée avec la cellule vide, et l'indice I pour ceux de la pesée avec la cellule calorimétrique pleine, l'expression finale de la masse de matériau de sol est:

$$(3.71) \quad m_t = \left[M_{e1} \cdot \frac{(P_e - P_{ao}) \cdot \rho_{c1}}{(P_{c1} - P_{ao}) \cdot \rho_e} + \frac{(Y_{c1} - Y_{e1}) \cdot Y_{c1}}{(Y_{c1} - Y_{ao})} \right] - \left[M_{eo} \cdot \frac{(P_e - P_{ao}) \cdot \rho_{co}}{(P_{co} - P_{ao}) \cdot \rho_e} + \frac{(Y_{co} - Y_{eo}) \cdot Y_{co}}{(P_{co} - P_{ao})} \right]$$

Formule de pesée de la masse de matériau de sol.

Pour évaluer la masse volumique de l'air lors de chacune des pesées nous n'en avons pas fait un mesurage direct, mais nous avons utilisé la formule de calcul [Riéty,131] recommandée par le Bureau International des Poids et Mesures (BIPM) et que nous considérerons comme exacte. Compte-tenu de l'incertitude de nos mesures de pression et de température, celle formule fournit une valeur de la masse volumique de l'air avec une incertitude relative négligeable, inférieure au millième.

La correction de la variation de la masse de la cellule vide.

Toute erreur sur la masse de la cellule vide se reporte sur celle de la masse de matériau m_t .

Le remplissage de la cellule calorimétrique est réalisé en versant le corps à étudier, liquide ou pulvérulent, à l'aide d'un entonnoir dans la cellule laboratoire retournée. Le nettoyage extérieur de la cellule est réalisé sitôt replacé le bouchon à vis avec un jet d'air comprimé propre et sec. Lors du vidage l'opération inverse est réalisée.

Si les remplissages avec de l'eau sont sans effet sur la masse de la cellule, il en est tout autrement dans le cas des matériaux de sol qui se révèlent particulièrement abrasifs à l'état sec. Comme nous n'avons pas pu réaliser un pesage à vide avant chaque opération de remplissage il est nécessaire de corriger l'erreur systématique introduite.

Les pesées successives de la cellule laboratoire vide, réalisées pendant toute la période d'essai, ont mis en évidence une diminution de sa masse dans le temps. Cette dernière est fortement corrélée

avec le nombre de vidages et de remplissages de matériaux de sols et a une valeur moyenne égale à 0,3mg par opération de vidage-remplissage.

La correction du biais introduit par cette erreur est évaluée à l'aide de la relation linéaire déduite des résultats expérimentaux et que présente la figure ci-dessous.

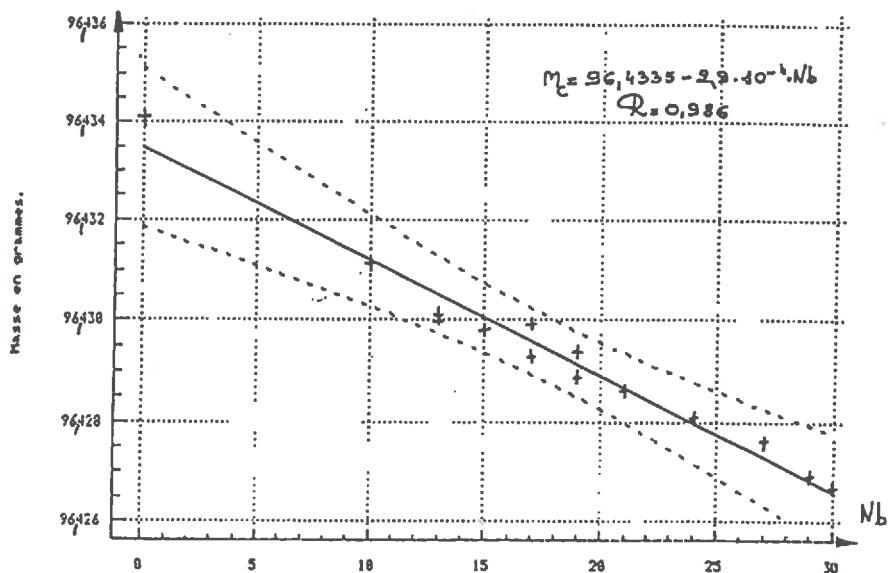


Fig 3.30 – Diminution de la masse M_c de la cellule vide en fonction du nombre de vidage-remplissages avec les matériaux de sol.

L'incertitude sur une mesure de la masse de matériau.

L'incertitude sur une mesure de masse est obtenue avec la méthode recommandée par le Comité International des Poids et Mesures (CIPM), [CIPM,38], en utilisant la composition des variances. L'incertitude apportée par les masses étalons est négligeable, et leur masse volumique est connue avec une incertitude relative inférieure à un pour mille. Il en est de même pour la masse volumique de l'air.

La masse volumique de la cellule calorimétrique, déterminée à partir de pesées et de ses caractéristiques géométriques, est connue avec une incertitude relative inférieure à $5 \cdot 10^{-3}$.

L'incertitude sur la mesure du déséquilibre de la balance est égale à $5 \cdot 10^{-8} \text{ kg}$.

Dans ces conditions l'incertitude globale sur une mesure de la masse de la cellule calorimétrique, prise à trois écart type, est de $8 \cdot 10^{-7} \text{ kg}$.

Nous en déduisons l'incertitude globale relative sur une mesure de la masse m_T de matériau séché à la température de 50°C et utilisée pour l'essai calorimétrique:

(3.72)

$$\frac{\Delta m_T}{m_T} = 4 \cdot 10^{-4}$$

Causes d'incertitude	Type A	Type B
Incertitude sur les masses étalons	—	$\mu = 1 \cdot 10^{-9} \text{ kg}$
Incertitude sur les mesures de l'écart de déséquilibre de la balance	$S_y = 2 \cdot 10^{-8} \text{ kg}$	le bruissonnement à la balance est négligeable.
Incertitude sur la correction de poussée de l'air.	négligeable	négligeable
Incertitude sur la correction de la partie de masse de la cellule	$S_{m_c} = 5 \cdot 10^{-7} \text{ kg}$	—

Tab 3.31 – Les principales causes d'incertitude sur une mesure de la masse de matériau contenue dans la cellule calorimétrique.

Les résultats expérimentaux du pesage.

Le tableau 3.32 présente les résultats des pesées de matériaux de sols utilisés lors des essais calorimétriques conduits pour deux températures différentes.

Température du thermostat °C	Essais calorimétriques			Matériaux de sol			Incertitude globale sur une mesure, en g
	Date	Désignation	Identification	Texture	Masse en g		
22,8	24/11/88	CAL21DEC	Sable quartz	S	4,807	0,002	
	20/02/89	CAL20FEV	BOU A _p	SL	4,875	0,002	
	16/02/89	CAL16FEV	BOU C ₁	SL	4,996	0,002	
	20/12/88	CAL20DEC	YEVRES A _p	LM	2,741	0,001	
	22/12/88	CAL22DEC	YEVRES B _{2e}	LA	3,247	0,001	
	10/01/89	CAL10JAN	MEZIERES A _p	ALO	3,217	0,001	
	08/02/89	CAL08FEV	MEZIERES (B)	ALO	3,943	0,002	

Température du thermostat °C	Essais calorimétriques			Matériaux de sol			Incertitude globale sur une mesure, en g
	Date	Désignation	Identification	Texture	Masse en g		
47,5	07/06/89	CAL07JUN	BOU A _p	SL	4,678	0,002	
	06/06/89	CAL06JUN	BOU C ₁	SL	4,602	0,002	
	08/06/89	CAL08JUN	YEVRES A _p	LM	3,550	0,001	
	12/06/89	CAL12JUN	YEVRES B _{2e}	LA	4,119	0,002	
	13/06/89	CAL13JUN	MEZIERES A _p	ALO	4,132	0,002	
	15/06/89	CAL15JUN	MEZIERES (B)	ALO	4,901	0,002	

Tab 3.32 – Mesures de la masse des matériaux de sol séchés à 50°C et utilisée lors des essais calorimétriques.

Le mesurage du taux d'humidité des matériaux séchés à 50°C.

Le taux d'humidité pondérale H_p , [Hénin,84], des matériaux placés dans la cellule calorimétrique est déterminé pour permettre la comparaison des mesures obtenues avec les données de la bibliographie [Fabry,63/McAdams,111] .

La masse d'eau contenue dans la masse m_t de matériau séché à 50°C est m_{es} . Sa valeur est obtenue par différence après dessication à 105°C jusqu'à poids constant de la masse m_s de matériau, la masse résiduelle est m_s .

$$(3.73) \quad m_{es} = m_t - m_s$$

$$(3.74) \quad H_p = 100 \cdot \frac{m_{es}}{m_s}$$

Les pesées ont été effectuées dans les laboratoire de l'INRA sur une balance étalonnée à l'aide de masses marquées, elles mêmes mesurées à l'INM-CNAM.

L'incertitude relative sur les mesures de la masse d'eau m_{es} et du taux d'humidité pondérale H_p est égale à 7.10^{-3} .

-III.4.3- Les matériaux de référence calorimétriques.

La méthode de Calvet pour la détermination de la capacité thermique massique d'un corps nécessite la connaissance de la capacité thermique massique d'un matériau de référence [Calvet,42].

Lors du mesurage de la capacité thermique massique des matériaux des sols avec la méthode indirecte décrite, les deux corps de référence sont choisis en fonction du thème étudié. Il s'agit de l'eau et du quartz, substances les plus répandues dans le milieu naturel du bassin de Paris.

L'eau de référence est de l'eau distillée et dégazée.

Le quartz utilisé est un sable marin d'âge stampien, très pur et bien calibré, lavé dans une solution triacide bouillante pendant huit heures.

Température du thermostat °C	Essais calorimétriques		Matériaux de sol		
	Date	Désignation	Identification	Texture	H_p
22,8	24/11/88	CAL09FEV	Sable quartz	S	0,1
	20/02/89	CAL20FEV	BOU A _p	SL	0,5
	16/02/89	CAL16FEV	BOU C	SL	0,5
	20/12/88	CAL20DEC	YEVRES A _p	LM	0,9
	22/12/88	CAL22DEC	YEVRES B _{2g}	LA	1,8
	10/01/89	CAL10JAN	MEZIERES A _p	ALO	5,3
	08/02/89	CAL08FEV	MEZIERES (B)	ALO	4,5

Température du thermostat °C	Essais calorimétriques		Matériaux de sol		
	Date	Désignation	Identification	Texture	H_p
47,5	07/06/89	CAL07JUN	BOU A _p	SL	0,7
	06/06/89	CAL06JUN	BOU C	SL	0,7
	08/06/89	CAL08JUN	YEVRES A _p	LM	1,3
	12/06/89	CAL12JUN	YEVRES B _{2g}	LA	2,5
	13/06/89	CAL13JUN	MEZIERES A _p	ALO	4,7
	15/06/89	CAL15JUN	MEZIERES (B)	ALO	5,5

Tab 3.33 – Taux d'humidité pondérale des matériaux séchés à 50°C.

L'analyse minéralogique met en évidence sa grande pureté, un diffractogramme ne révèle que quelques traces d'oxyde de fer. L'analyse chimique totale réalisée confirme ces observations.

Pour notre travail nous avons utilisé les tables publiées, reconnues par la communauté des calorimétristes [Jaffray,91/Touloukian,141] (cf annexe), et dans lesquelles sont collationnées les valeurs de la capacité thermique massique des corps purs en fonction de la température. La

dispersion des valeurs de la capacité thermique massique de l'eau fournie par les différentes tables est d'environ deux pour mille en valeur relative, et l'incertitude sur les valeurs est du même ordre de grandeur. Pour le quartz, les incertitudes sont dix fois plus élevées.

Dans le cadre de cette étude nous utilisons :

- pour l'eau, l'équation en T^2 fournie par Touloukian avec une incertitude globale relative égale à 0,2% , [Touloukian,141];
- pour le quartz, l'équation en $1/T^2$ fournie par Jaffray avec une incertitude globale relative égale à 2% , [Jaffray,91].

-III.4.4- Les essais calorimétriques.

Le protocole expérimental des essais calorimétriques.

Il décrit la succession des opérations du mesurage, les moyens à mettre en oeuvre, les conditions opératoires et comprend trois phases principales, l'intermédiaire étant l'essai calorimétrique proprement dit. Cette deuxième phase, entièrement automatisée, est celle des mesurages pendant que l'échantillon est successivement chauffé puis refroidi, elle se répète sept fois. La phase de mesurage est précédée d'une préparation de l'essai, et elle est suivie d'actions permettant de clore l'opération puis de remettre la chaîne de mesure dans son état initial.

La température ambiante est enregistrée en permanence pour en contrôler la stabilité pendant l'essai lui-même ainsi que lors des trois jours précédents. Pour bénéficier d'une stabilité thermique maximale et ne pas perturber l'activité du laboratoire d'accueil, les essais calorimétriques sont réalisés la nuit.

Quelques essais de longue durée avec la cellule laboratoire vide, réalisés sur une durée de soixante heures pendant les périodes de fin de semaine ont permis de tester la stabilité de la chaîne de mesure et sa fidélité.

L'essai calorimétrique au sens strict, c'est à dire le mesurage de la quantité de chaleur absorbée ou cédée par l'échantillon étudié, est totalement automatisé

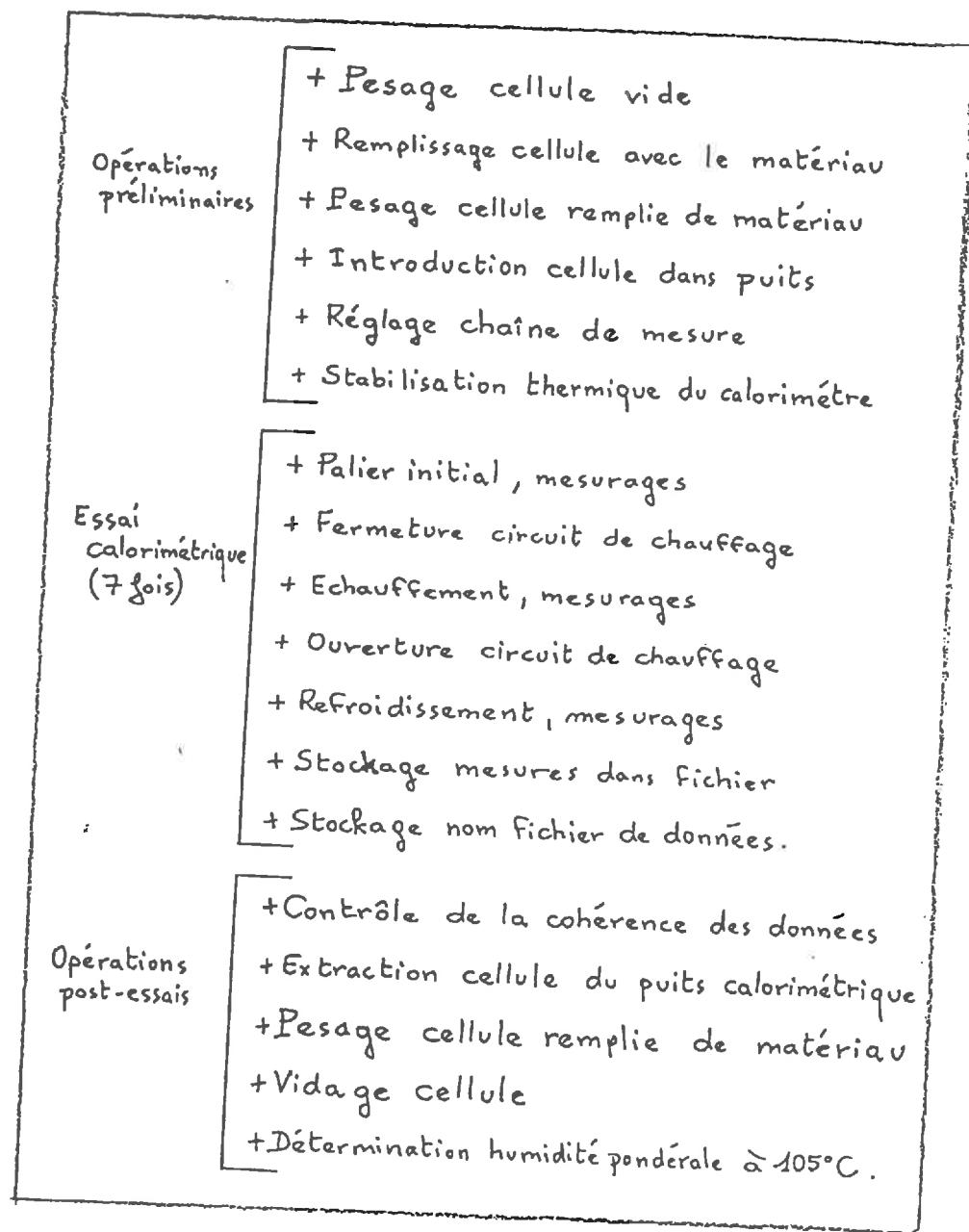


Fig 3.34 – Organigramme d'un essai calorimétrique.

[Négro,120]. L'automate est piloté par un micro-ordinateur PC40-Commodore et les informations transitent sur un bus IEEE. Le langage de commande utilisé est GWBasic. Les figures 3.35, 3.36 et 3.37 suivantes présentent le type et la chronologie des opérations réalisées.

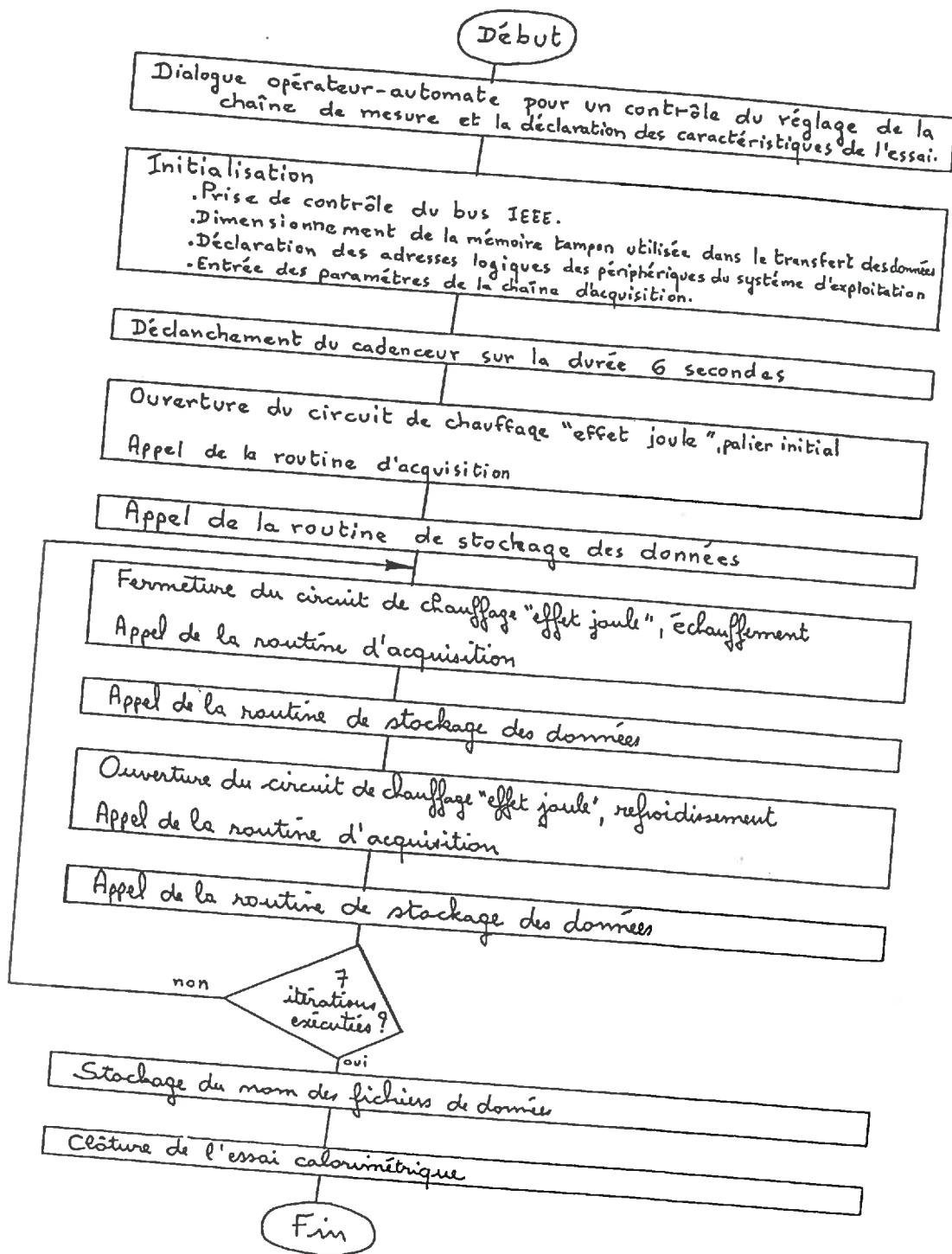


Fig 3.35 – Algorithme de pilotage d'un essai calorimétrique [Négro,120].

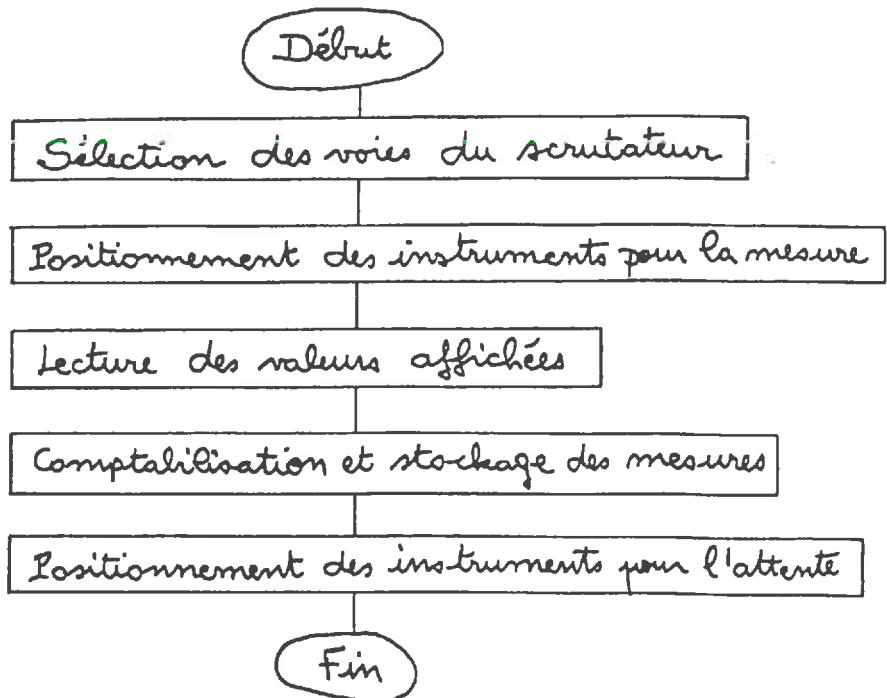


Fig 3.36 – Algorithme de la procédure d’acquisition [Négro,120].

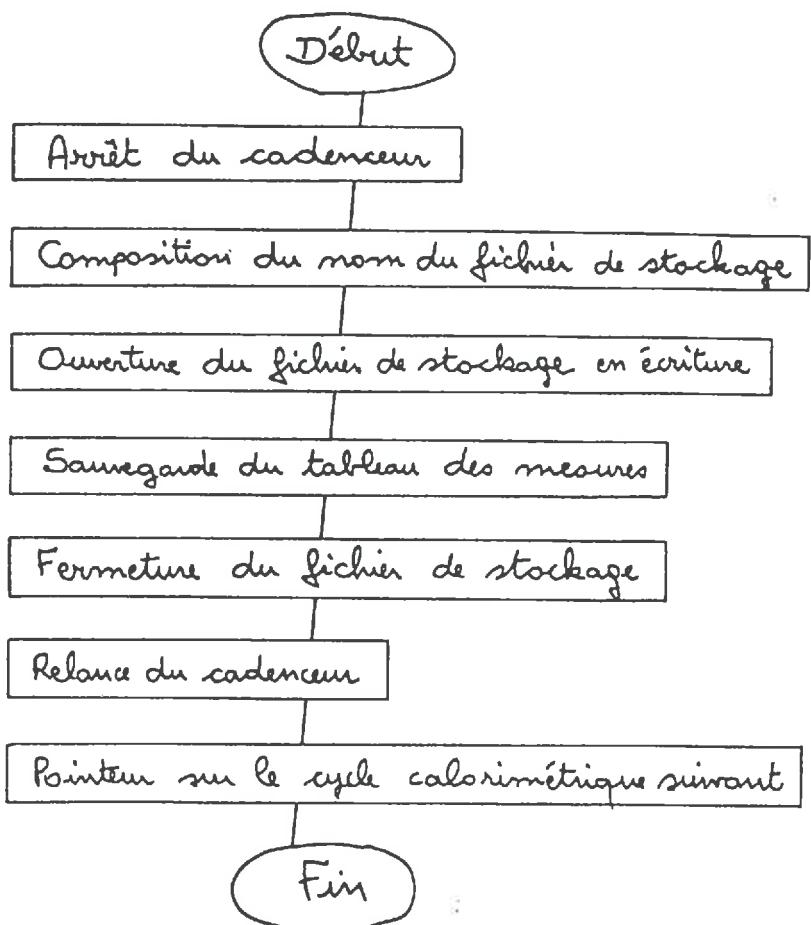


Fig 3.37 – Algorithme de la procédure de stockage des données [Négro,120].

Les résultats expérimentaux des essais calorimétriques avec les matériaux de sols.

Les fichiers de stockage des mesures acquises lors de l'essai calorimétrique sont des fichiers de données brutes. Structurés séquentiellement, ils contiennent les mesures du signal calorimétrique et celles de la tension aux bornes de la résistance étalon de cent ohms placée en série dans le circuit de chauffage par effet joule des cellules expérimentales, soit mille deux mesures sauf pour le fichier relatif au palier initial qui n'en renferme que quatre cent deux. Sitôt l'essai calorimétrique terminé ces fichiers de données brutes sont traités automatiquement pour en extraire l'information relative au courant de chauffage. Pour chaque cycle les cinq cent un ou deux cent un mesures de la tension aux bornes de la résistance étalon sont extraites du fichier et sont éditées :

- le nombre de mesures;
- la valeur maximale observée, en volt;
- la valeur minimale observée, en volt;
- la valeur moyenne calculée sur toutes les mesures, en volt;
- l'écart-type sur une mesure.

L'examen de ces mesures permet de déceler d'éventuelles anomalies lors du déroulement de l'essai, de déterminer l'intensité du courant de chauffage et d'évaluer ses fluctuations. Lorsque cette opération est terminée sur un fichier brut le drapeau placé en tête est positionné pour interdire un second traitement et seules sont recopiées les mesures du signal calorimétrique, prêtes à être exploitées pour la détermination de la quantité de chaleur échangée entre la cellule et l'enceinte isotherme du micro calorimètre.

Le calcul des intégrales S proportionnelles aux quantités de chaleur qui ont transitées dans la thermopile du calorimètre constituent l'opération suivante du traitement des données. Nous avons réalisé la sommation du signal calorimétrique sur toute la durée des phases de chauffage ou de refroidissement en intégrant numériquement la réponse de la thermopile à l'aide de la formule de Simpson. Pour alléger la procédure de calcul nous n'avons pas utilisé l'expression de la réponse d'un système du premier ordre comme fonction d'interpolation mais la .

Température du thermostat °C	22,8				47,5			
	Matériaux	Essais	Nombre de mesures	Moyenne en mA	Ecart-type global en mA	Essais	Nombre de mesures	Moyenne en mA
Quartz	CAL21DEC	2510	5,4357	$1,1 \cdot 10^{-4}$	—	—	—	—
BOU A _p	CAL20FEV	3514	5,4350	$1,3 \cdot 10^{-4}$	CAL07JUN	1004	5,4347	$5 \cdot 10^{-5}$
BOU C	CAL16FEV	2008	5,4355	$1,2 \cdot 10^{-4}$	CAL06JUN	3514	5,4345	$1,6 \cdot 10^{-4}$
YÉVRES A _p	CAL24DEC	3514	5,4356	$1,1 \cdot 10^{-4}$	CAL08JUN	1004	5,4348	$1,6 \cdot 10^{-4}$
YÉVRES B _{2t}	CAL22DEC	3514	5,4357	$8,0 \cdot 10^{-5}$	CAL12JUN	3514	5,4353	$6,0 \cdot 10^{-5}$
MEZIÈRES A _p	CAL10JAN	3514	5,4356	$8,0 \cdot 10^{-5}$	CAL13JUN	3514	5,4351	$1,2 \cdot 10^{-4}$
MEZIÈRES (B)	CAL08FEV	3514	5,4353	$1,6 \cdot 10^{-4}$	CAL15JUN	4016	5,4355	$1,4 \cdot 10^{-4}$
EAU	CAL15FEV	3514	5,4356	$8,0 \cdot 10^{-5}$	CAL19JUN	3514	5,4354	$7,0 \cdot 10^{-5}$
à vide (air)	CAL10FEV	7530	5,4356	$8,0 \cdot 10^{-5}$	CAL24JUN	3514	5,4354	$8,0 \cdot 10^{-5}$

Tab 3.38 – Essais calorimétriques. Mesures de l'intensité du courant de chauffage par effet joule.

parabole qui lui est localement asymptotique. Pour tester cette procédure et évaluer l'erreur introduite par cette simplification nous avons généré numériquement des données semblables aux mesures en assimilant le calorimètre à un système du premier ordre. L'écart entre la valeur exacte de l'intégrale calculée analytiquement et la valeur intégrée numériquement est négligeable ce qui valide notre procédure de calcul.

Il reste alors à déterminer la valeur des coefficients de la correction du biais introduit par le non respect de l'hypothèse fondamentale de Calvet. Nous l'avons fait pour les essais avec les matériaux de référence, ainsi que pour ceux des matériaux des sols étudiés. Les tableaux 3.40 et 3.41 présentent les résultats obtenus.

Température du thermostat °C	22,8					47,5				
	Matériaux	Essais	Nombre de mesures	Moyenne en V. r	Écart-type sur la moyenne en V. r	Essais	Nombre de mesures	Moyenne en V. r	Écart-type sur la moyenne en V. r	
Quartz	CAL21JEU	6	0,1020	$1,3 \cdot 10^{-4}$	—	—	—	—	—	
BOU A _p	CAL20FEV	6	0,1032	$8,0 \cdot 10^{-5}$	CAL07JUN	7	0,1021	$1,1 \cdot 10^{-4}$		
BOU C	CAL16FEV	5	0,1027	$1,2 \cdot 10^{-4}$	CAL06JUN	5	0,1000	$9,0 \cdot 10^{-5}$		
YEVRES A _p	CAL20DEC	6	0,0920	$5,6 \cdot 10^{-5}$	CAL08JUN	6	0,0980	$7,4 \cdot 10^{-5}$		
YEVRES B _{2tg}	CAL22DEC	6	0,0962	$6,2 \cdot 10^{-5}$	CAL12JUN	6	0,1060	$2,8 \cdot 10^{-5}$		
MEZIERES A _p	CAL10JAN	5	0,0985	$1,1 \cdot 10^{-4}$	CAL13JUN	6	0,1044	$1,3 \cdot 10^{-4}$		
MEZIERES (B) _p	CAL08FEV	6	0,1046	$8,5 \cdot 10^{-5}$	CAL15JUN	7	0,1052	$1,2 \cdot 10^{-4}$		
EAU	CAL15FEV	6	0,1519	$2,3 \cdot 10^{-4}$	CAL19JUN	6	0,1986	$2,0 \cdot 10^{-4}$		
à vide (air)	CAL10FEV	28	0,0721	$9,5 \cdot 10^{-5}$	CAL20JUN	6	0,0693	$1,9 \cdot 10^{-5}$		

Tab 3.39 – Essais calorimétriques. Mesures de l'intégrale du signal calorimétrique pendant la durée d'une phase expérimentale.

Température thermostat du calorimètre °C	22,8				47,5			
	Matériaux	Essai	α	$S_\alpha \times 10^3$	Essai	α	$S_\alpha \times 10^3$	
Eau	CAL15FEV	0,99913	98		CAL19JUN	0,99875	20	
Quartz	CAL21DEC	0,99929	37	—	—	—	—	
BOU A _p	CAL20FEV	0,99907	43	CAL07JUN	1,00029	22		
BOU C	CAL16FEV	0,99896	93	CAL06JUN	0,99890	9		
YEVRES A _p	CAL20DEC	0,99936	43	CAL08JUN	0,99835	10		
YEVRES B _{2tg}	CAL22DEC	0,99870	39	CAL12JUN	0,99827	14		
MEZIERES A _p	CAL10JAN	0,99994	180	CAL13JUN	0,99949	9		
MEZIERES (B) _p	CAL08FEV	1,00038	47	CAL15JUN	0,99955	9		

Tab 3.40 – Coefficients correctifs de l'erreur introduite par le non respect de l'hypothèse fondamentale de Calvet.

Matériau	Température du thermostat du calorimètre, °C		
	22,8	47,5	
Identification	Texture	biais en $J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$	biais en $J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$
Sable quartz	S	+4	—
BOU Ap	SL	+6	-5
BOU C	SL	+6	+8
YEVRES Ap	LM	+7	+17
YEVRES B _{25g}	LA	+14	+15
MEZIERES Ap	ALO	-2	+3
MEZIERES (B) _g	ALO	-7	+2

Tab 3.41 – Biais sur la valeur de la capacité thermique massique des matériaux de sol déterminée avec la formule de Calvet et Brouty, et dû au non respect de l'hypothèse fondamentale de Calvet, (séchage à 50°C).

Pour obtenir des valeurs conventionnelles comparables aux données de la bibliographie nous avons appliqué à ces mesures la correction relative à la quantité d'eau éliminée par séchage à la température de 105°C. La prise en compte de l'eau résiduelle est peu marquée sur les résultats concernant les matériaux sableux, mais a un effet considérable pour ceux provenant des sols argileux.

Matériau	Température du thermostat du calorimètre, °C		
	22,8	47,5	
Identification	Texture	Ecart, en $J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$	Ecart, en $J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$
Sable quartz	S	-2	-2
BOU A _p	SL	-16	-21
BOU C	SL	-18	-22
YEVRES A _p	LM	-30	-39
YEVRES B _{2g}	LA	-60	-77
MERIERES A _p	ALO	-167	-146
MERIERES (B) _g	ALO	-141	-172

Tab 3.42 – Ecart entre la mesure de la capacité thermique massique des matériaux de sol et la valeur conventionnelle obtenue après séchage à 105°C.

-III.4.5- L'incertitude sur les mesures de la capacité thermique massique des matériaux de sols.

Dans la description du procédé de mesure [Allisy,6] de la capacité thermique massique de matériaux de sol nous avons jusqu'à présent considéré successivement la définition de la grandeur physique, l'instrument de mesure, la méthode de mesure et enfin les corrections appliquées aux observations brutes. Le dernier point à traiter est celui du budget des incertitudes. Nous avons réalisé l'évaluation de l'incertitude maximale sur les mesures de la capacité thermique massique de matériaux des sols en dressant tout d'abord un catalogue ordonné de causes d'incertitude puis, après avoir déterminé la contribution propre à chacune d'elles nous les avons composées selon la recommandation INC-1(1980) du CIPM , [CIPM,37]. Le facteur conventionnel multiplicatif de l'incertitude composée que nous utilisons est trois, [Allisy,5,6/BIPM,42/ISO,89/Lecollinet,101,102/Müller,117,118].

Le catalogue dressé ci-dessous récapitule toutes les causes d'incertitude que nous avons rencontrées lors des mesurages.

Causes d'incertitude	Correction. Évaluation
<p><i>Erreurs liées au dispositif de mesure</i></p> <ul style="list-style-type: none"> -Instabilité de la température du thermostat, dérive thermique, régulation défectiveuse; -Fuite thermique dans le système calorimétrique; -Résistance thermique de contact entre cellule et douille, la variation de température mesurée est différente de celle réellement observée dans le matériau étudié; -Non-uniformité de la température dans la cellule calorimétrique; -Etat défectueux de la thermopile, décollement de soudures de thermocouples; -Variabilité de l'intensité du courant électrique de chauffage par effet joule; 	<p>Montage de deux éléments calorimétriques en opposition Régulation température du laboratoire. Correction de la dérive du thermostat, Erreur de reproductibilité des mesures, estimation par la variance des mesures obtenues avec la cellule calorimétrique vide.</p> <p>Réduite par l'utilisation d'un mélange d'acétylène en cuire dans la cellule calorimétrique. Calorimètre en bon état</p> <p>Utilisation d'un intensiostat.</p>
<p><i>Erreurs liées aux matériaux utilisés.</i></p> <ul style="list-style-type: none"> -Méconnaissance de la composition du matériau testé, erreur sur la teneur en eau; -Variation de la capacité thermique massique du matériau dans le domaine de variation de la température de mesurage; -Méconnaissance de la capacité thermique massique du matériau de référence; 	<p>Réduite par l'étude géotechnique approfondie. Séchage à 50 °C.</p> <p>Très faible variation de la température pendant l'essai dans la cellule calorimétrique</p> <p>Valeur fournie par les tables de référence.</p>
<p><i>Erreurs liées au mesurage</i></p> <ul style="list-style-type: none"> -Erreur sur les mesures de masses; -Mauvaise adéquation entre la vitesse d'acquisition des données, le temps de réponse du voltmètre et la dynamique temporelle du signal calorimétrique; -Erreur de mesurage de la force électromotrice aux bornes de la thermopile, fém parasite, variation du gain d'amplification, compensation d'offset, numérisation de la réponse analogique; -Intégration numérique du signal calorimétrique. 	<p>Réduite par la méthode de double pesée avec comparaison à des masses étalons. Correction de la pression de l'air.</p> <p>Négligeable</p> <p>Instrumentation adaptée du dispositif expérimental.</p> <p>Négligeable</p>

Tab 3.43 – Catalogue des causes d'incertitude sur les mesures de la capacité thermique massique des matériaux de sol, inventoriées pendant les essais calorimétriques.

Après avoir identifié les causes d'incertitude nous avons quantifié leurs contributions respectives à l'incertitude globale de mesure.

La formule calorimétrique est une fonction des intégrales du signal calorimétrique proportionnelles aux quantités de chaleur échangées, de la masse des matériaux, de la capacité thermique massique de référence et des coefficients correctifs α . L'appréciation de l'incertitude sur ces grandeurs utilise l'estimation de la dispersion des résultats corrigés avec les variances expérimentales, mais nécessite également l'introduction d'éléments moins objectifs.

Les composantes de l'incertitude estimées à l'aide des méthodes statistiques (type A) sont celles relatives à nos propres mesurages, c'est à dire les mesures du signal calorimétrique, de la puissance calorifique libérée par effet joule et de la durée des essais.

L'incertitude sur les mesures de tension électrique est égale à un microvolt.

L'utilisation d'une résistance étalon n'apporte qu'une contribution négligeable à l'incertitude relative sur la mesure du courant électrique de chauffage qui est donc égale à celle sur la mesure de tension.

L'erreur due aux mesures de temps est négligeable.

L'incertitude relative sur une mesure des coefficients correctifs α est égale à cinq dix millièmes.

L'incertitude relative sur les mesures de masse a été déterminée précédemment, sa valeur est de quatre dix millièmes.

Pour estimer l'incertitude sur une mesure de la capacité thermique massique due aux *erreurs sur les intégrales du signal calorimétrique* nous négligeons la contribution de l'intégration numérique. Ceci équivaut à attribuer l'erreur sur les quantités de chaleur aux mesures de la force électromotrice de la thermopile et surtout à l'erreur de fidélité du procédé de mesure.

L'influence de l'erreur sur les mesures de la réponse de la thermopile se traduit par une contribution à l'incertitude sur la mesure des intégrales inférieures à $6 \cdot 10^{-5} V.s$, ce qui est négligeable en comparaison de l'erreur de fidélité des mesures calorimétriques qui entache directement celles de la capacité thermique massique. Le système calorimétrique possède une répétabilité correcte comme nous l'avons mesuré lors des séries de sept répétitions du mesurage faites à chaque essai, l'écart

relatif entre chaque intégrale mesurée demeure inférieur à deux pour mille. La reproductibilité est beaucoup moins bonne, nous l'avons évaluée sur les séries de mesures réalisées avec la cellule calorimétrique vide et, dans l'incertitude résultante, sont également inclus les effets de l'erreur sur la constance de la puissance calorifique libérée par effet joule et de l'erreur résiduelle à la correction de la dérive de la température du thermostat du calorimètre.

La variance expérimentale sur une mesure d'intégrale est de $60 \cdot 10^{-9} \text{ V}^2 \text{s}^2$.

L'incertitude sur la valeur de la capacité thermique massique de l'eau prise comme référence est obtenue dans la bibliographie, sa valeur relative est de deux pour mille.

L'incertitude composée est obtenue en appliquant la méthode usuelle de combinaison des variances [CIPM,37].

La composition quadratique des termes d'incertitude a notamment pour résultat de rendre prépondérante l'influence des principales causes d'erreur et, corrélativement, de rendre négligeable l'effet des termes d'importance secondaire.

L'appréciation des covariances est très complexe. Il n'y a pas de raison physique pour qu'une corrélation existe entre les mesures de masses et les mesures calorimétriques, et la valeur de la capacité thermique massique de référence est une donnée extérieure. Il existe par contre des causes mineures d'évolution corrélée entre les deux mesures de masse d'une même détermination (balance, masses étalon, opérateur,...), mais leurs effets sont négligeables. Il en est de même pour la mesure des intégrales équivalentes aux quantités de chaleur, mais dans ce cas l'importance de l'erreur de reproductibilité rend négligeable les autres composantes de l'incertitude, cette dernière remarque valant également pour les corrélations avec les mesures des coefficients correctifs α .

Dans ces conditions l'incertitude maximale d'une mesure de la capacité thermique massique de matériau de sol s'exprimera par:

$$(3.75) \quad \Delta c_s = 3 \times \left[\sum_{j=0,s,e} \left(\frac{\partial c_s}{\partial s_j} \right)^2 \cdot u_{s_j}^2 + \sum_{j=e,s} \left(\frac{\partial c_s}{\partial m_j} \right)^2 \cdot u_{m_j}^2 + \left(\frac{\partial c_s}{\partial \alpha_e} \right)^2 \cdot u_{\alpha_e}^2 \right]^{\frac{1}{2}}$$

relatif entre chaque intégrale mesurée demeure inférieur à deux pour mille. La reproductibilité est beaucoup moins bonne, nous l'avons évaluée sur les séries de mesures réalisées avec la cellule calorimétrique vide et, dans l'incertitude résultante, sont également inclus les effets de l'erreur sur la constance de la puissance calorifique libérée par effet joule et de l'erreur résiduelle à la correction de la dérive de la température du thermostat du calorimètre.

La variance expérimentale sur une mesure d'intégrale est de $60 \cdot 10^{-9} \text{ V}^2\text{s}^2$.

L'incertitude sur la valeur de la capacité thermique massique de l'eau prise comme référence est obtenue dans la bibliographie, sa valeur relative est de deux pour mille.

L'incertitude composée est obtenue en appliquant la méthode usuelle de combinaison des variances [CIPM,37].

La composition quadratique des termes d'incertitude a notamment pour résultat de rendre prépondérante l'influence des principales causes d'erreur et, corrélativement, de rendre négligeable l'effet des termes d'importance secondaire.

L'appréciation des covariances est très complexe. Il n'y a pas de raison physique pour qu'une corrélation existe entre les mesures de masses et les mesures calorimétriques, et la valeur de la capacité thermique massique de référence est une donnée extérieure. Il existe par contre des causes mineures d'évolution corrélée entre les deux mesures de masse d'une même détermination (balance, masses étalon, opérateur, ...), mais leurs effets sont négligeables. Il en est de même pour la mesure des intégrales équivalentes aux quantités de chaleur, mais dans ce cas l'importance de l'erreur de reproductibilité rend négligeable les autres composantes de l'incertitude, cette dernière remarque valant également pour les corrélations avec les mesures des coefficients correctifs α .

Dans ces conditions l'incertitude maximale d'une mesure de la capacité thermique massique de matériau de sol s'exprimera par:

$$(3.75) \quad \Delta c_s = 3 \times \left[\sum_{j=0,s,e} \left(\frac{\partial c_s}{\partial s_j} \right)^2 \cdot u_{s_j}^2 + \sum_{j=e,s} \left(\frac{\partial c_s}{\partial m_j} \right)^2 \cdot u_{m_j}^2 + \left(\frac{\partial c_s}{\partial c_e} \right)^2 \cdot u_{c_e}^2 \right]^{\frac{1}{2}}$$

Grandeur mesurée	Incertitudes			Incertitude Composée relative
	Cause	Type A	Type B	
Intégrale du signal calorimétrique pendant la durée de l'essai	Mesurage de la f.c.m. de la thermopile	$S_E = 5 \cdot 10^{-3} V$	Etalonnage du manomètre $\mu_E = 5 \cdot 10^{-3} V$	$\frac{\Delta E}{E} = 5 \cdot 10^{-4}$
	Mesurage de la durée, instant de remise à zéro	$S_t = 1 \cdot 10^{-2} s$	Etalonnage horloge $\mu_t = 0,1 s$	$\frac{\Delta t}{t} = 2 \cdot 10^{-4}$
	Intégration numérique	$S_S = 8 \cdot 10^{-2} V.s$	Ecart entre la courbe thermométrique et la courbe modèle : négligeable	$\frac{\Delta S}{S} = 7 \cdot 10^{-4}$
	Fidélité, reproductibilité de la mesure après extraction de la cellule calorimétrique	Ecart-type expérimental avec cellule vide $S_S = 2,5 \cdot 10^{-4} V.s$	—	$\frac{\Delta S}{S} = 7 \cdot 10^{-3}$
Masses de matériau de sol ou de matériau de référence	Mesurage des masses avec la balance	Incertitude sur la partie de masse de la cellule $S_m = 5 \cdot 10^{-3} g$ Ecart-type expérimental sur une mesure de déséquilibre de la balance $S_y = 2 \cdot 10^{-4} g$	Incertitude sur la masse des étalons $\mu_m = 6 \cdot 10^{-3} g$	$\frac{\Delta m_t}{m_t} = 4 \cdot 10^{-4}$
Coefficients correctifs α	Mesurage de la fin de la thermopile	Négligeable	Etalonnage manométrie $\mu_E = 5 \cdot 10^{-3} V$	$\frac{\Delta \alpha}{\alpha} = 5 \cdot 10^{-4}$
Capacité thermique massique étalon	Tables de référence [84, 133]	—	$\mu_{C_e} = 3 J/g.K$	$\frac{\Delta C_e}{C_e} = 2 \cdot 10^{-3}$

Tab 3.44 – Les principales composantes de l'incertitude globale de mesure de la capacité thermique massique des matériaux des sols.

On note une grande sensibilité de la méthode détermination de la capacité thermique massique à l'erreur sur les mesures de quantité de chaleur et en particulier à celle concernant le matériau. Par contre cette méthode est peu sensible aux erreurs sur **les masses** qui sont ici pratiquement négligeables. L'incertitude sur les mesures des quantités de chaleur est essentiellement due à l'erreur de reproductibilité du procédé de mesure, donc à l'importance des pertes thermiques elles mêmes liées aux fuites du dispositif.

L'incertitude globale maximale relative sur une mesure de la capacité thermique massique, prise à trois écart-types est, dans le cas de nos essais, égale à trois pour cent.

Il apparaît qu'une application directe de la méthode de Calvet-Brouty de détermination de la capacité thermique massique de matériaux conduit à une incertitude relative sur les mesures de c_s comprise entre cinq et dix pour cent. C'est bien l'ordre de grandeur des incertitudes annoncées par les calorimétristes expérimentateurs qui en ont réalisé une estimation réaliste. Les améliorations de la procédure expérimentale que nous avons mis en oeuvre ont permis de réduire l'influence de nombreuses causes d'erreurs. Pour améliorer ce résultat il sera nécessaire d'accroître la reproductibilité du procédé de mesure éliminant les fuites thermiques du système calorimétrique.

Les valeurs de la capacité thermique massique des matériaux des sols étudiés sont obtenues à partir des données expérimentales en utilisant la formule calorimétrique établie précédemment. Les mesures obtenues concernent les sols secs.

La comparaison des mesures de la capacité thermique massique obtenues pour les deux valeurs de la température du thermostat du calorimètre indiquent un accroissement de la valeur de c_s avec la température du matériau.

Matériaux	Température de mesurage °C	22,8		47,5	
		Identification	texture	en $J \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$	en $J \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$
Quartz	S	752	$\leq c_s \leq$	798	—
BOU A _P	SL	769	$\leq c_s \leq$	817	857 $\leq c_s \leq$ 911
BOU C	SL	737	$\leq c_s \leq$	783	804 $\leq c_s \leq$ 854
YÉVRES A _P	LM	874	$\leq c_s \leq$	928	1003 $\leq c_s \leq$ 1065
YÉVRES B _{arg}	LA	889	$\leq c_s \leq$	943	1070 $\leq c_s \leq$ 1136
MERIÈRES A _P	ALO	999	$\leq c_s \leq$	1061	1031 $\leq c_s \leq$ 1095
MERIÈRES B _y	ALO	1007	$\leq c_s \leq$	1069	1036 $\leq c_s \leq$ 1100

Tab 3.45 – Mesures de la capacité thermique massique des matériaux des sols étudiés, (séchage à 50°C).

-III.5- La capacité thermique volumique des unités typologiques de sol étudiées.

La capacité thermique volumique des sols possède deux composantes liées l'une à la phase liquide, et l'autre au matériau solide. La forte capacité thermique massique de l'eau, qui atteint quatre à six fois celle des minéraux des sols, induit un effet déterminant. En particulier, si l'on n'y prend garde, l'erreur sur la mesure de la teneur en eau peut représenter la composante essentielle de celle de la capacité thermique volumique des sols. Ceci justifie l'intérêt que nous avons porté au mesurage des caractéristiques hydriques au début de l'étude.

Sol	Horizon pédologique	Texture	Masse volumique apparente kg/m^3	C_s matériau J/kg.K	H_v $\frac{\partial P}{\partial T}_{4,1,2} \text{ m}^2/\text{m}^3$	Capacité thermique volumique du sol sec			H_v capacité au champ m^2/m^3	Capacité thermique volumique du sol humide		
						C $\text{kJ/m}^3.\text{K}$	% de C matériau	% de C eau		C $\text{kJ/m}^3.\text{K}$	% de C matériau	% de C eau
Bou	A _P	S/SL	1650	793	0,064	1550	85	15	0,220	2201	60	40
	C	S/SL	1610	760	0,064	1460	84	16	0,173	1916	64	36
Yévres	A _P	LM	1340	901	0,094	1561	78	22	0,329	2544	48	52
	B _{atg}	LA/AL	1520	916	0,286	2497	57	43	0,365	2827	50	50
Mézières	A _P	ALO	1130	1030	0,328	2346	52	48	0,463	2911	42	58
	(B) _g	ALO	1130	1038	0,321	2355	52	48	0,442	2861	43	57

Tab 3.46 – Mesures de la capacité thermique volumique des horizons pédologiques des sols étudiés, à la température de 23°C.

Pour examiner la capacité thermique volumique des sols de l'étude nous l'exprimerons en fonction de la teneur en eau des sols aux deux points caractéristiques que sont l'humidité à la capacité au champ et l'humidité au point de flétrissement permanent.

L'examen du tableau 3.46 montre une capacité thermique volumique du sol argileux humide qui est presque double de celle du sol sableux sec pour une même épaisseur, ceci donne une idée de la

variabilité des situations rencontrées dans le milieu naturel. L'eau contenue dans le sol a un effet très important mais qui ne saurait effacer celui des matériaux des sols. Dans les terrains sableux, la fraction de la capacité thermique volumique due au matériau atteint les trois-quarts du total, elle est encore de la moitié en sols limoneux pour n'être plus que du tiers dans les sols très argileux. Alors que la capacité thermique volumique varie peu entre la profondeur et la surface pour les sols peu différenciés que sont le sol sableux de Bou et le sol argileux de Mézières, il n'en est pas de même pour le sol limoneux où la capacité thermique volumique de l'horizon cultural, de texture plus légère, est sensiblement plus faible. Ces résultats confirment, s'il en était besoin, la classification des sols sableux non hydromorphes parmi ceux qui se réchauffent rapidement ("sols chauds"), au contraire des sols argileux dont la température s'élève beaucoup plus lentement au printemps ("sols froids").

Traditionnellement, dans les études conduites en milieu naturel sur les transferts et le stockage de la chaleur par les géologues, les pédologues, les climatologues, les géophysiciens ou les ingénieurs en génie civil ou rural, la capacité thermique volumique des sols n'est pas mesurée directement mais estimée, à partir des fractions volumiques de solide et de liquide, en appliquant la propriété d'additivité de l'enthalpie. Cette façon de procéder est liée à la difficulté du mesurage de la capacité thermique massique des matériaux des sols, et aussi à l'importance relative prise par la phase liquide. L'expression la plus utilisée en physique des sols est celle vulgarisée par De Vries, [De Vries, 53]:

$$(3.76) \quad C = 2,0 \cdot x_m + 2,5 \cdot x_o + 4,2 \cdot x_w$$

où x_m , x_o et x_w sont les proportions volumiques respectives de la matière minérale, de la matière organique et de l'eau. C est exprimée en $MJ.m^{-3}.K^{-1}$.

Les coefficients utilisés dans cette formule sont des valeurs moyennes, et son utilisation suppose que le quartz est le minéral dominant des matériaux des sols. Si cette expression permet d'obtenir une première estimation grossière, mais néanmoins réaliste, de la capacité thermique volumique

d'un sol, elle ne saurait remplacer une mesure. La pratique actuelle de la considérer comme suffisante a beaucoup desservi les physiciens des sols car il existe effectivement un important effet matériau que nous avons vu apparaître en introduisant le concept de texture et en considérant comme une composante intrinsèque du matériau la fraction de l'eau du sol inamovible dans les conditions naturelles. Nous avons estimé que l'état de siccité maximale susceptible d'être atteint par les matériaux des sols en conditions naturelles est correctement reproduit par un séchage à 50°C.

Sol	horizon vidange	Texture	masse volumique apparente kg/m ³	masse volumique matériaux kg/m ³	Teneur en matière organique kg/kg	Fraction volumique		au point de flétrissement			à la capacité au chamb		
						matière organique %	matériaux %	H _{fr} m ² /m ³	C. de Vries J/m ² .K	Ecart avec C mesurée %	H _{fr} m ² /m ³	C. de Vries J/m ² .K	Ecart avec C mesurée %
Bou	A _P	S/SL	1650	2640	0,0072	0,009	0,616	0,064	1523	-1,7	0,320	2179	-1,0
	C ₁	S/SL	1610	2630	0	0	0,612	0,064	1493	+2,3	0,173	1951	+1,8
Yèvres	A _P	LM	1340	2600	0,0182	0,019	0,496	0,094	1434	-8,1	0,329	2421	-4,8
	B _{2t}	LA/AL	1520	2680	0	0	0,567	0,286	2335	-6,5	0,365	2667	-5,7
Mézières	A _P	ALO	1130	2480	0,0358	0,031	0,425	0,328	2305	-1,7	0,463	2872	-1,3
	(B)	ALO	1130	2540	0	0	0,445	0,321	2238	-5,0	0,442	2746	-4,0

Tab 3.47 – Evaluation de la capacité thermique volumique des sols étudiés avec la méthode de De Vries.

Une évaluation de la méthode de De Vries peut être faite par comparaison aux mesures de la capacité thermique massique des matériaux. On observe que, lorsque l'on possède une excellente connaissance des caractéristiques physiques du sol au plan de sa composition et en particulier les fractions volumiques des constituants, l'utilisation de cette formule est acceptable en une première approximation destinée à fixer les ordres de grandeur. Par contre, et particulièrement dans les situations habituellement rencontrées où la connaissance des caractéristiques physiques du sol n'est pas celle de notre travail, il apparaît bien que la meilleure méthode de détermination de la capacité thermique massique d'un sol soit encore de la mesurer avec un calorimètre.

-III.6- Conclusion.

Notre travail décrit l'étude d'un procédé de mesure de la capacité thermique massique de matériaux de sol, et sa mise en oeuvre pour trois unités typologiques de sol caractéristiques de la partie méridionale du bassin de Paris.

Après avoir rappelé succinctement la définition de la grandeur physique capacité thermique massique d'un corps, nous avons décrit l'organisation et le fonctionnement de l'instrument de mesure. L'application du principe de la conservation de l'énergie aux échanges de chaleur dans le système calorimétrique conduit à une équation différentielle linéaire du premier ordre.

La formule calorimétrique de Calvet et Brouty détermine la capacité thermique massique d'un corps par comparaison à un matériau de référence. Elle est établie sous nombre d'hypothèses que nous avons rappelées.

La correction des erreurs systématiques qui résultent du non respect rigoureux de ces hypothèses a nécessité une analyse approfondie du système physique, notamment en ce qui concerne la stabilité du thermostat et la prise en compte des fuites de chaleur. Il en résulte une formule calorimétrique modifiée qui corrige le biais introduit.

L'utilisation de la méthode de mesure pour les sols exige la prise en compte de la spécificité des corps étudiés, en particulier pour le choix de la température de séchage et le volume de matériau.

Le pesage de la masse de matériau est l'une des deux étapes du mesurage de la capacité thermique massique, nous l'avons réalisé par une méthode de double pesée.

L'estimation de l'incertitude globale sur une mesure de la capacité thermique massique de matériau de sol est réalisée. Elle résulte de l'établissement du budget des incertitudes que nous avons composées selon la recommandation du CIPM. L'incertitude globale relative sur une mesure de la capacité thermique massique de matériau de sol est de trois pour cent.

L'utilisation des mesures obtenues à la caractérisation des trois unités typologiques de sols étudiées montre la diversité des situations rencontrées dans le milieu naturel et fournit une détermination de leur capacité de stockage de l'énergie thermique aux deux états sec et humide.

-IV- La détermination de la conductivité thermique des sols.

Dans tous les milieux, naturels ou artificiels, un phénomène des plus courant est celui des *échanges de chaleur*. Si l'aptitude des sols à stocker de la chaleur est évaluée par leur capacité thermique, massique ou volumique, une seconde grandeur physique est nécessaire à la caractérisation de leur comportement thermique.

Les échanges de chaleur se produisent entre des corps lorsque leurs températures sont différentes, et la chaleur est reçue par le corps le plus froid.

La conduction thermique est l'un des différents modes du transfert de la chaleur. C'est un phénomène de diffusion de la chaleur décrit par la loi de Fourier (1822) qui établit que, en tout point d'un milieu, la densité de flux thermique instantanée \vec{J}_q est proportionnelle au gradient de température et à un coefficient $\bar{\lambda}$ caractéristique du milieu appelé conductivité thermique [Bruhat,32/Carslaw,44/Martinet,108/Vernotte,146].

(4.1)

$$\vec{J}_q = \bar{\lambda} \cdot \nabla T$$

Ceci associe les notions de chaleur et de température en faisant dépendre le transfert de chaleur de la distribution spatiale de la température et en comptant positivement le flux dans le sens d'écoulement de l'énergie thermique.

Dans le cas général, la conductivité thermique est un tenseur du second ordre. Si le milieu est homogène et isotrope, c'est une grandeur scalaire positive qui ne dépend plus que de la température. Sur un petit domaine de température, la conductivité thermique est souvent considérée comme une constante.

Les dimensions de la conductivité thermique sont $L \cdot M \cdot T^{-3} \cdot \Theta^{-1}$. Ceci conduit à exprimer la conductivité thermique en $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ dans le système international d'unités [AFNOR,1].

La notion de résistance thermique est souvent utilisée comme réciproque de la conductance thermique, sa relation de définition est l'homologue de la loi d'Ohm en électricité, elle s'exprime en $K \cdot W^{-1}$. La résistance thermique de contact est la réciproque de la conductance thermique surfacique, elle s'exprime en $m^2 \cdot K \cdot W^{-1}$.

Nous avons vu précédemment (cf –II.3) que dans les milieux poreux tels que les sols, la définition précédente n'est directement applicable qu'à l'échelle microscopique. *A l'échelle macroscopique des horizons pédologiques qui est celle qui nous intéresse, c'est la conductivité thermique apparente du milieu thermiquement équivalent au sol que nous mesurons.*

En préparation du travail expérimental nous avons réalisé une revue bibliographique des travaux relatifs au mesurage de la conductivité thermique des sols. Il en découle que l'application directe de la relation définissant la conductivité thermique, telle celle réalisée dans les méthodes de régime permanent [Carslaw,44/Hladik,86], n'est pas utilisable dans les sols qui sont des milieux poreux avec une phase fluide susceptible de se déplacer sous l'influence d'un gradient de température. Le mesurage de la conductivité thermique apparente des sols doit être réalisée avec une méthode de régime variable.

Historiquement, et en se limitant à la période moderne, le mesurage de la conductivité thermique des sols par *les méthodes instationnaires de type fil chaud* a d'abord été le fait des anglo-saxons et des bataves. Ce sont les travaux de Blackwell, De Vries, Carslaw et Jaeger qui sont à la base des nombreux développements réalisés. Mis à part l'important travail du pionnier qu'était l'ingénieur Missenard, les thermiciens français ne se sont véritablement intéressés à ce problème qu'à partir des années soixante-dix, avec toutefois une floraison d'études sous l'impulsion du Groupement Universitaire de thermique et de la Société Française des Thermiciens. Les finalités de ces recherches étaient diverses, allant de la connaissance des matériaux de construction à l'identification géotechnique des sols. Plus récemment se sont développés des travaux visant les économies d'énergie grâce aux possibilité de stockage de chaleur à faible profondeur en milieu naturel. Enfin dernièrement, les études écologiques pour la protection de l'environnement, la microclimatologie, l'agronomie, la pédologie, ...

Bien que chaque auteur présente une application particulière, il ressort de tous ces travaux que *les grandes lignes du principe de mesure* demeurent. Elles se résument à l'utilisation de l'équation de Fourier pour une mise en équations rigoureuse du comportement du système physique, sous certaines hypothèses dont la plus contraignante est liée aux transferts de masse. L'application de la

transformation de Laplace conduit à une équation de Bessel qui peut être résolue. Le retour de l'espace de Laplace à celui des temps fournit la solution mathématique du problème, c'est à dire une expression analytique de la température du fil chaud dans laquelle les caractéristiques thermophysiques du milieu récepteur apparaissent en tant que paramètres pouvant être déterminés expérimentalement. Cette solution est obtenue sous une forme intégrale calculable numériquement mais d'un usage assez laborieux, c'est la raison pour laquelle des approximations, valides sous certaines conditions, sont souvent utilisées.

La procédure de mesurage consiste à appliquer au milieu étudié une contrainte thermique de type échelon, la fonction d'Heaviside, par l'intermédiaire de la sonde du conductivimètre insérée dans ce même milieu et qui fait office de fil chaud, *puis à observer l'effet résultant*, c'est à dire l'évolution de la température de la sonde: sa thermocinétique. Les sondes décrites ont des formes et des dimensions très diverses mais les plus usitées sont l'aiguille ou la tige cylindrique. Un élément chauffant et un thermomètre leurs sont associés. Selon la durée de chauffage et la puissance énergétique libérée l'élévation de la température est variable, elle peut atteindre plusieurs dizaines de kelvins (10 à 50K).

Le dépouillement des thermogrammes expérimentaux constitue la phase la plus délicate du mesurage. Le plus souvent c'est la droite asymptotique à la solution pour les grandes valeurs du temps qui est utilisée car elle permet la détermination de la conductivité thermique du milieu grâce à une simple régression linéaire sur les données expérimentales. Toutefois, devant la difficulté que présente le choix du domaine temporel où s'effectue le calcul, quelques auteurs préfèrent utiliser la solution analytique complète, la valeur recherchée des paramètres thermiques étant obtenue par identification entre le thermogramme expérimental et les courbes théoriques.

En général la méthode d'estimation de l'incertitude sur les mesures n'est pas donnée et, quand elle figure, elle constitue plutôt une étude de sensibilité du modèle théorique qu'une analyse des causes d'erreur liées au mesurage. Des valeurs allant de un à quinze pour cent sont annoncées. Très rarement la comparaison a pu être effectuée avec les mesures obtenues par la plaque chaude gardée [Achard,3]. Pour des matériaux sableux secs les valeurs obtenues avec les deux procédés ne sont pas significativement différentes. Aucun auteur ne présente une méthode de comparaison pour les milieux poreux humides. Les causes d'erreur les plus importantes qui sont relevées sont dues à la

méconnaissance du flux de chaleur réellement émis vers le matériau, à la thermomigration de l'eau et à la présence d'une résistance thermique de contact entre la sonde et le sol.

Les facteurs d'influence sur la conductivité thermique des matériaux qui sont les plus étudiés sont la teneur en eau et la porosité totale du milieu. Ce n'est que dans les études les plus récentes que l'on note une description plus approfondie des milieux poreux étudiés, les données anciennes étant inutilisables en ce qui concerne les sols. Les dimensions de l'élément de volume représentatif du milieu, tout comme celles de l'élément de volume de mesure, ne figurent que très rarement dans les études présentées, bien que toutes utilisent le concept de milieu homogène équivalent.

Du fait de la grande difficulté que présente le mesurage de la conductivité thermique des sols se sont développés, parallèlement aux procédés de mesure, d'importants travaux sur *une modélisation des sols permettant une détermination de leur conductivité thermique* à partir de la connaissance de leurs constituants (minéralogie, texture), et de leur arrangement (forme des éléments, structure, porosité), [De Vries,55/Farouki,65/Grolier,77/Renault,130]. Si ces travaux ne décrivent pas des procédés de mesure, ils permettent néanmoins une évaluation grossière, mais réaliste, de la valeur de la conductivité thermique des sols. Il y a deux principaux types de modélisation qui s'appuient sur l'association de conductances thermiques en parallèle ou en série. L'hypothèse est faite que l'action de chacune des trois phases du sol (solide, liquide, gazeuse) est susceptible d'être individualisée. Dans le modèle série, le flux est normal aux couches de matériaux et la valeur de la conductivité s'exprime par :

$$(4.2) \quad \lambda = \frac{\lambda_s \cdot \lambda_l \cdot \lambda_g}{\lambda_s \cdot \lambda_g + \varepsilon \cdot \lambda_l \cdot (\lambda_s - \lambda_g) + \varepsilon \cdot \alpha_l \cdot (\lambda_g - \lambda_l)}$$

avec

$\lambda_s, \lambda_l, \lambda_g$ la conductivité thermique respective de chacune des phases, solide, liquide ou gazeuse, en $W.m^{-1}.K^{-1}$.

ε la porosité du matériau, sans dimension ;

α_l la fraction de la porosité du matériau occupée par la phase liquide, sans dimension .

Dans le modèle parallèle, les lignes de flux sont parallèles aux couches de matériaux et la valeur de la conductivité s'exprime par :

$$(4.3) \quad \lambda = (1-\varepsilon) \cdot \lambda_s + \varepsilon \cdot \alpha_f \cdot \lambda_f + \varepsilon \cdot (1-\alpha_f) \cdot \lambda_g$$

Ces deux modèles, très schématiques, sont toutefois utiles en ce qu'ils correspondent aux bornes inférieure (série) et supérieure (parallèle) de la conductivité thermique réelle du sol. Certaines améliorations ont été apportées à ces descriptions grossières de la réalité des milieux poreux en combinant modèle série et modèle parallèle, ou encore en considérant des interfaces courbes et non plus planes. Cependant l'écart entre les valeurs fournies par chacun de ces modèles est trop important pour que leur utilisation à des fins pratiques soit envisageable. De plus, ils négligent totalement les transferts de masse par thermomigration auxquels ils sont pourtant très sensibles.

La référence des documents consultés lors de l'étude et qui traitent du mesurage de la conductivité thermique dans les milieux poreux ou les sols figure dans la bibliographie.

L'objet du travail présenté est d'analyser le procédé de mesure de la conductivité thermique apparente des horizons pédologiques avec "la méthode dite de la sonde à choc". Cette présentation se décompose en deux grandes parties; dans la première sont traités les aspects théoriques et numériques alors que la seconde rassemble nos résultats expérimentaux.

La partie théorique conduit à *l'expression analytique de la température du capteur du conductivimètre thermique inséré dans le milieu sol à caractériser*. Cette expression relie la température du capteur que l'on mesure, à la conductivité thermique de l'horizon pédologique que l'on désire connaître. Pour obtenir la formule précédente, le comportement thermique du capteur inséré dans le sol est décrit à l'aide de l'équation de la chaleur, les conditions initiales et aux limites étant exprimées par des équations de flux ou de bilan d'énergie. La résolution mathématique de ce système d'équations fournit l'expression recherchée.

L'étude des facteurs d'influence sur la grandeur physique mesurée met en oeuvre une simulation numérique du comportement thermique du capteur du conductivimètre pendant les mesurages. Cette procédure utilise l'expression analytique de la température du capteur établie auparavant, et

réalise la simulation pour les trois valeurs minimale, maximale et moyenne de chacun des facteurs considérés.

Nous nous sommes attachés ensuite à *la correction des biais* qui apparaissent lorsque les hypothèses d'établissement du modèle de comportement du capteur du conductivimètre ne sont pas rigoureusement respectées. Enfin *l'estimation de l'incertitude sur une mesure de la conductivité thermique apparente d'un horizon pédologique* est réalisée.

La seconde partie de l'étude du procédé de mesure de la conductivité thermique décrit *les mesurages* réalisés, de la construction de la chaîne de mesure à la présentation des résultats expérimentaux

-IV.1- Le principe de la méthode de mesurage.

Le mesurage de la conductivité thermique des matériaux utilise deux grandes catégories de méthodes que les thermiciens séparent classiquement en méthodes expérimentales en régime stationnaire et méthodes expérimentales en régime variable, selon que le mesurage met ou non en oeuvre un phénomène thermique fonction du temps.

La méthode que nous analysons est une méthode de mesure indirecte, en régime variable transitoire. Elle est souvent désignée par : "*Méthode de la sonde à choc thermique*". Dans le passé les méthodes en régime variable ont été moins utilisées que celles relevant du régime stationnaire, ceci étant surtout dû à la difficulté qu'il y a de connaître les conditions aux limites des systèmes étudiés et plus particulièrement à la présence de résistances thermiques de contact difficilement évaluables. Par contre ces méthodes en régime variable permettent des mesurages rapides mettant en oeuvre de faibles écarts de température, ce qui est essentiel dans les milieux poreux humides, et elles peuvent souvent être réalisées *in situ* sur l'objet à étudier.

La méthode du fil chaud est ancienne. Sa première présentation semble due à Straneo en 1898, c'est à dire il y a près d'un siècle. Une variante de cette méthode utilisant un cylindre de rayon fini est donnée par Carslaw et Jaeger en 1946, [Carslaw,44], qui traitent du flux de chaleur dans un cylindre infiniment long. Pour un système physique cylindrique dont la température ne dépend pas de la position angulaire ou longitudinale, mais qui est fonction uniquement de la distance axiale et du temps, le flux de chaleur est dans des plans perpendiculaires à l'axe du cylindre et les lignes de flux sont radiales. Les solutions de ce problème cylindrique pour des conditions aux limites variées sont sous la forme Fourier-Bessel.

Dans ce qui suit, après avoir présenté la géométrie du capteur, nous détaillerons le principe de fonctionnement de l'instrument de mesure.

-IV.1.1- Le capteur

Description structurale.

Le corps d'épreuve [Ash,9/Desjardin,52] du capteur de mesure du conductivimètre thermique est une sonde cylindrique métallique creuse. Une source de chaleur et un thermomètre lui sont associés.

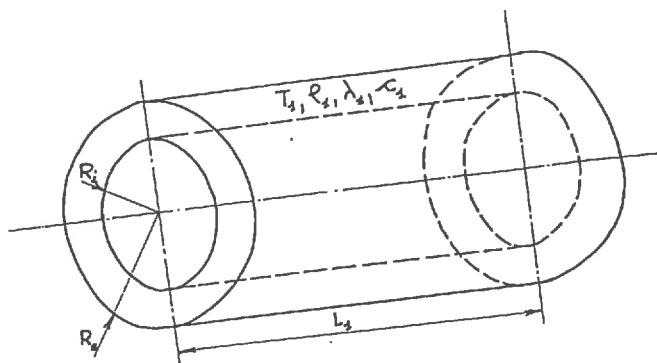


Fig 4.1 - Caractéristiques géométriques et thermophysiques de la sonde du capteur du conductivimètre thermique.

Fig 4.1 – Caractéristiques géométriques et thermophysiques de la sonde du capteur du conductivimètre thermique.

avec

- R_i le rayon intérieur de la sonde, en m ;
- R_o le rayon extérieur de la sonde, en m ;
- L_1 la longueur de la sonde, en m ;
- T_1 la température de la sonde, en K ;
- ρ_1 la masse volumique de la sonde, en $kg.m^{-3}$;
- λ_1 la conductivité thermique de la sonde, en $W.m^{-1}.K^{-1}$;
- $-C_1$ la capacité thermique massique de la sonde, en $J.kg^{-1}.K^{-1}$

Principe de fonctionnement.

Le principe de fonctionnement du conductivimètre thermique consiste à appliquer une contrainte thermique au milieu sol par l'intermédiaire de la sonde du capteur qui fait fonction de corps d'épreuve du dispositif de mesure. Le cylindre métallique de cette sonde assure une première traduction du mesurande étudié (la conductivité thermique apparente de l'horizon pédologique) en un mesurande secondaire qui est une autre grandeur physique (la température du cylindre) et que le capteur (thermocouple) traduit ensuite en une grandeur électrique (force électromotrice) que l'on mesure.

La mise en oeuvre de l'instrument a pour objet d'obtenir la thermocinétique de la sonde du capteur insérée dans le milieu sol à caractériser. La température initiale de l'ensemble sol-capteur est constante et uniforme.

A un instant choisi comme origine des temps, une puissance calorifique constante est libérée dans le capteur (échelon de puissance thermique). La durée d'application de la contrainte thermique est suffisante pour permettre la caractérisation du milieu étudié.

La température de la sonde est mesurée pendant toute la durée de l'essai.

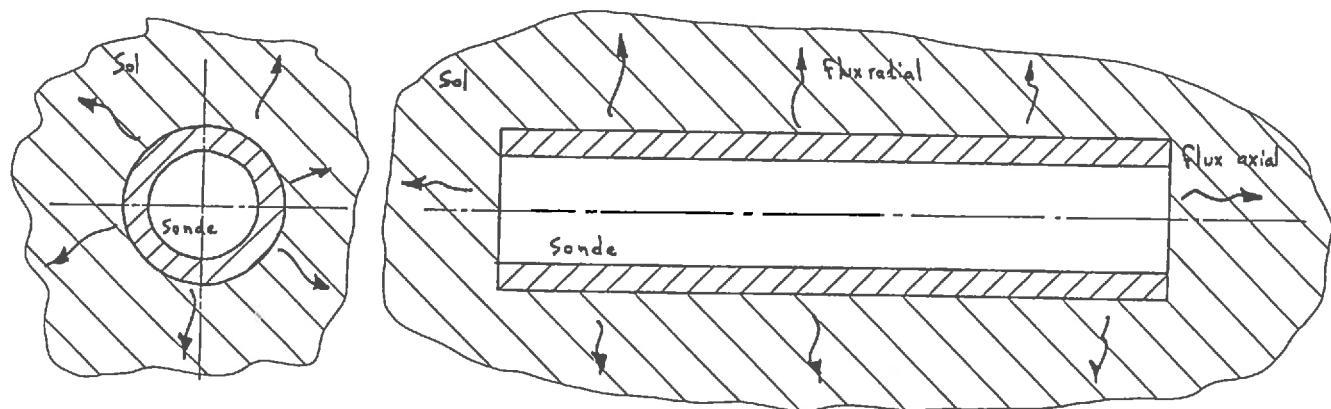


Fig 4.2 – Flux thermique émis vers le sol par la sonde chauffante du conductivimètre pendant l'essai.

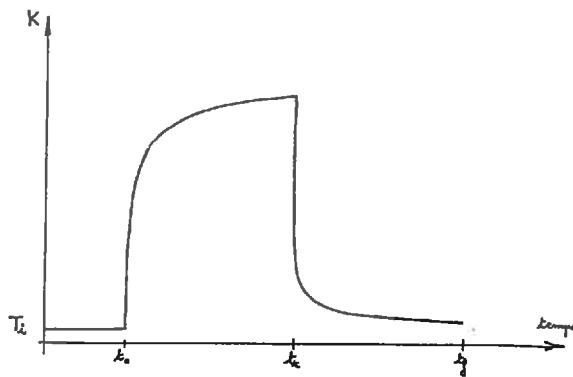
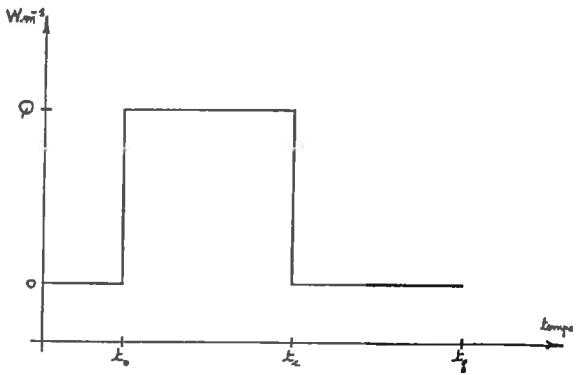


Fig 4.3 – Echelon de puissance thermique libérée dans le capteur et thermocinétique de la sonde du conductivimètre thermique.

-IV.1.2- Etude analytique du problème thermocinétique : mise en équations.

Le problème consiste à trouver une expression de la fonction température de la sonde du capteur satisfaisant à l'équation de la chaleur dans le milieu environnant, ainsi qu'aux conditions aux limites spatio-temporelles.

Le système physique est de révolution autour de l'axe de la sonde cylindrique.

Les principales hypothèses faites pour résoudre ce problème sont les suivantes:

-la température initiale est uniforme et constante dans tout le système physique (sol et sonde);

-le flux de chaleur libéré par les sources internes de la sonde est constant;

-la température dans la sonde demeure uniforme;

- le flux de chaleur dans le milieu sol est supposé radial;
- la seule cause de variation de la température dans le sol est la libération d'énergie thermique dans la sonde;
- les échanges de chaleur sont exclusivement conductifs.

Sous ces hypothèses le système physique est stylisé en une région infinie de l'espace pour $r > R_e$ limitée intérieurement par un cylindre parfaitement conducteur de la chaleur [Blackwell,23/Carslaw,44]. Le comportement thermique du système est alors décrit par un ensemble d'équations qui traduisent la circulation et le stockage de la chaleur dans le sol où la sonde du conductivimètre est insérée.

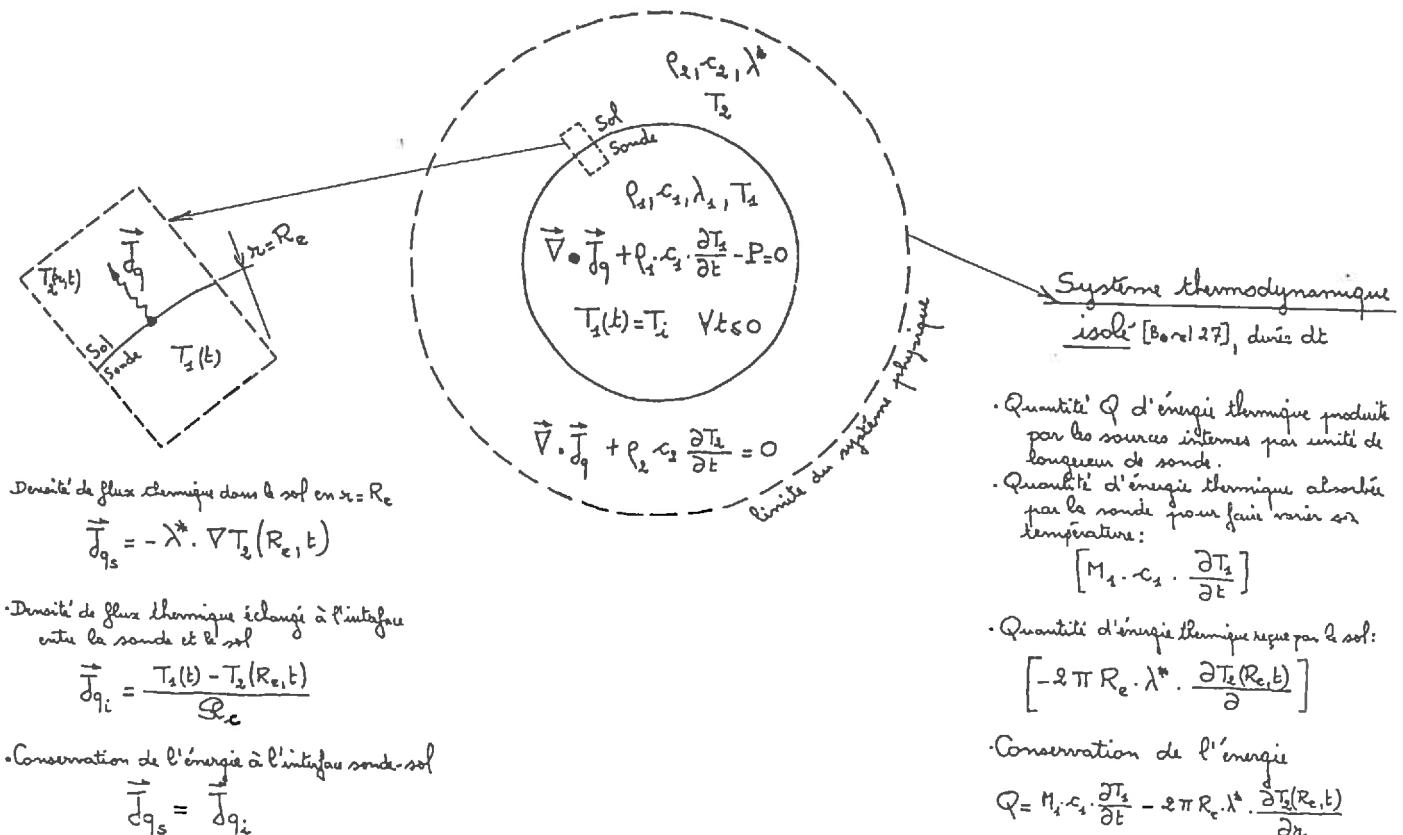


Fig 4.4 – Les échanges d'énergie thermique qui se produisent dans le système physique sonde-sol pendant le mesurage de la conductivité thermique apparente des sols.

La diffusion de l'énergie thermique dans le sol où la sonde du conductivimètre est implantée est régie par l'équation de la chaleur:

(4.4)

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{J}_q + \rho_2 \cdot c_2 \cdot \frac{\partial T_2}{\partial t} = 0$$

avec

$\vec{J}_q = -\lambda^* \cdot \vec{\nabla} T_2$ la densité de flux thermique dans le sol, en $W.m^{-2}$;

λ^* la conductivité thermique apparente du sol, en $W.m^{-1}K^{-1}$;

T_2 la température dans le sol, en K ;

$\vec{\nabla} T_2$ le gradient de température dans le sol, en $K.m^{-1}$;

ρ_2 la masse volumique du sol, en $kg.m^{-3}$;

c_2 la capacité thermique massique du sol, en $J.kg^{-1}K^{-1}$;

t le temps, en s .

Avant que les sources internes de la sonde libèrent la puissance thermique volumique constante de chauffage, la température initiale dans la sonde et dans le sol environnant est spatialement uniforme et temporellement stable.

$$\forall r : 0 < r \leq R_e$$

$$\forall t < 0 \Rightarrow \frac{\partial T_1(t)}{\partial t} = 0$$

(4.5)

$$\forall t \leq 0 \Rightarrow T_1(t) = T_i$$

$$\forall r : R_e < r < +\infty$$

$$\forall t < 0 \Rightarrow \frac{\partial T_2(r, t)}{\partial t} = 0$$

$$\forall t \leq 0 \Rightarrow T_2(r, t) = T_i$$

avec

r la coordonnée radiale, en m ;

La température dans le système physique sol-sonde demeure finie.

$$(4.6) \quad T_2(r, t) \neq \infty \quad \forall r, \forall t$$

Le principe de la conservation de l'énergie impose l'égalité entre, d'une part, la quantité d'énergie thermique produite par les sources internes de la sonde et, d'autre part, la somme des quantités d'énergie thermique absorbée par la sonde ou transmise au sol environnant.

$$(4.7) \quad -\lambda^* \cdot \frac{\partial T_2(r, t)}{\partial r} \Big|_{r=R_e} \cdot 2\pi R_e = Q - M_1 \cdot C_1 \cdot \frac{\partial T_1(t)}{\partial t}$$

avec

- Q la puissance thermique linéique libérée dans la sonde, en $W.m^{-1}$;
- M_1 la masse linéique de la sonde, en $kg.m^{-1}$;
- C_1 la capacité thermique massique de la sonde, en $J.kg^{-1}.K^{-1}$;
- R_e le rayon externe de la sonde, en m .

Le principe de la conservation de l'énergie s'applique également à l'interface entre la sonde et le sol. La quantité d'énergie thermique qui est transmise au sol par la sonde est égale à celle qui circule dans le sol.

$$(4.8) \quad -\lambda^* \cdot \vec{\nabla} T_2(r, t) \Big|_{r=R_e} = \frac{T_1(t) - T_2(R_e, t)}{R_{sc}}$$

avec

- R_{sc} la résistance thermique de contact à l'interface sol-sonde, en $m^2.K.W^{-1}$.

-IV.1.3- L'expression analytique de la thermocinétique du capteur du conductivimètre thermique.

Le système physique étant de révolution autour de l'axe de la sonde, nous utilisons les coordonnées cylindriques. L'expression de l'équation de la chaleur dans le milieu-sol est alors:

$$(4.9) \quad \frac{\partial^2 T_2}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \cdot \frac{\partial T_2}{\partial r} - \frac{1}{\alpha^*} \cdot \frac{\partial T_2}{\partial t} = 0$$

en posant:

$$\alpha^* = \frac{\lambda^*}{\rho_2 \cdot c_2} \text{ la diffusivité thermique apparente, en } m^2.s^{-1}.$$

La résolution de ce système d'équations aux dérivées partielles où la température dépend du temps est facilitée par l'utilisation de *la transformation de Laplace* dans l'espace duquel le système d'équations précédent devient, en utilisant les changements de variables [Parodi,122] :

$$[T_1(t) - T_i] \quad \text{et} \quad [T_2(r,t) - T_i]$$

$$\frac{d^2 \mathcal{L}_2(r, \mu)}{dr^2} + \frac{1}{r} \cdot \frac{d \mathcal{L}_2(r, \mu)}{dr} - \frac{\mu}{\alpha^*} \cdot \mathcal{L}_2(r, \mu) = 0$$

pour $R_e < r < +\infty$ et $\mu > 0$

$$(4.10) \quad -\lambda^* \cdot \frac{d \mathcal{L}_2(r, \mu)}{dr} = \frac{Q_1}{\mu} - \frac{\alpha_1 \cdot \mu}{2} \cdot \mathcal{L}_1(t) \quad \text{en } r = R_e$$

$$-\lambda^* \cdot \frac{d \mathcal{L}_2(r, \mu)}{dr} = \frac{\mathcal{L}_1(\mu) - \mathcal{L}_2(\mu)}{R_e} \quad \text{en } r = R_e$$

avec

μ la variable de Laplace, en s^{-1} ;

$\mathcal{L}_1, \mathcal{L}_2$ les transformées de Laplace des températures T_1 et T_2 , en $K.s$;

et en posant:

$$(4.11) \quad Q_1 = \frac{Q}{2\pi R_e} \quad \text{et} \quad \alpha_1 = \frac{M_1 \cdot C_1}{\pi \cdot R_e}$$

L'équation différentielle transformée est une équation de Bessel dont la solution s'écrit [Myers,119] :

$$(4.12) \quad \mathcal{E}_2(r, \mu) = C_1 \cdot I_0\left(r \sqrt{\frac{\mu}{a^*}}\right) + C_2 \cdot K_0\left(r \sqrt{\frac{\mu}{a^*}}\right)$$

avec

I_0, K_0 les fonctions de Bessel modifiées, d'ordre zéro, de première et de seconde espèce.

La détermination des constantes C_1 et C_2 est faite en utilisant les conditions aux limites.

Pour une valeur fixée de p/a^* la fonction I_0 tend vers l'infini avec r alors que \mathcal{E}_2 est finie, ceci implique que C_1 soit nulle. Pour déterminer la constante C_2 il faut utiliser la seconde condition aux limites et calculer $\frac{d\mathcal{E}_2}{dr}$. En appliquant ceci la solution s'écrit, quand $r = R_e$:

$$(4.13) \quad \mathcal{E}_2(R_e, \mu) = \frac{\left[\frac{Q_1}{r} - \frac{\alpha_1 \cdot r}{2} \cdot \mathcal{E}_1(\mu)\right] \cdot K_0(R_e \sqrt{\frac{\mu}{a^*}})}{b \cdot \sqrt{\mu} \cdot K_1(R_e \sqrt{\frac{\mu}{a^*}})}$$

avec

b l'effusivité du sol, en $J \cdot m^{-2} \cdot K^{-1} \cdot s^{-1/2}$;

L'utilisation de la seconde condition aux limites fournit, quand $r=R_e$:

$$(4.14) \quad \mathcal{E}_2(R_e, \mu) = \frac{\left[\mathcal{E}_1(\mu) - \mathcal{E}_2(R_e, \mu)\right] \cdot K_0(R_e \sqrt{\frac{\mu}{a^*}})}{b \cdot \sqrt{\mu} \cdot R_e \cdot K_1(R_e \sqrt{\frac{\mu}{a^*}})}$$

Ce système de deux équations à deux inconnues \mathcal{E}_1 et \mathcal{E}_2 s'écrit sous forme matricielle, en omettant pour la commodité des notations l'argument des fonctions de Bessel K_0 et K_1 .

$$(4.15) \quad \begin{bmatrix} -\left[\frac{K_0}{R_c}\right] & \left[\frac{K_0}{R_c} + b\sqrt{\mu} \cdot K_1\right] \\ \left[\frac{\alpha_1 \cdot \mu}{2} \cdot K_0\right] & \left[b\sqrt{\mu} \cdot K_1\right] \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \mathcal{G}_1 \\ \mathcal{G}_2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 \\ \frac{Q_1}{\mu} \cdot K_0 \end{bmatrix}$$

Le déterminant \det de la matrice de l'application linéaire doit être non nul pour que le système soit craméien et qu'une solution existe.

$$(4.16) \quad \det = -\frac{K_0}{R_c} \cdot \left[\frac{\alpha_1 \cdot \mu}{2} \cdot K_0 + b\sqrt{\mu} \cdot \left(1 + \frac{\alpha_1 \cdot \mu}{2} \cdot R_c \right) \cdot K_1 \right]$$

Nous n'avons pas besoin de connaître l'expression de $T_2(r,t)$ pour déterminer la conductivité thermique du matériau enveloppant la sonde, la connaissance de $T_1(t)$ est suffisante dans nos conditions expérimentales où le matériau de la sonde est beaucoup plus conducteur de la chaleur que les sols.

Si $\det \neq 0$, nous avons la solution:

$$(4.17) \quad \mathcal{G}_1(\mu) = \frac{Q_1 \cdot [K_0 + b \cdot R_c \cdot \sqrt{\mu} \cdot K_1]}{\mu \cdot \left\{ \frac{\alpha_1}{2} \cdot \mu \cdot K_0 + b \cdot \sqrt{\mu} \cdot \left[1 + \frac{\alpha_1 \cdot R_c}{2} \cdot \mu \right] \cdot K_1 \right\}}$$

Ceci est l'expression de la température de la sonde dans l'espace de Laplace. Pour obtenir l'expression de la température de la sonde dans le domaine temporel il faut utiliser la formule d'inversion de la transformation de Laplace. Comme $\mathcal{G}_1(\mu)$ satisfait les conditions du lemme de Jordan, le calcul de $T_1(t)$ a été réalisé par Carslaw-Jaeger [Carslaw,44] et Blackwell [Blackwell,23].

$$(4.18) \quad T_1(t) = \frac{16 \cdot \lambda^* \cdot Q_1}{\pi^2 \cdot R_c \cdot \alpha_1^2 \cdot \alpha^{*2}} \cdot \int_0^{+\infty} \frac{1 - \exp[-F_0(r)]}{\rho^2 + V^2} \cdot r \cdot dr$$

La solution complète

où

r la coordonnée radiale, en m ;

$F_0(r) = \frac{a^* \cdot t}{r^2}$ le nombre de Fourier qui caractérise la pénétration de l'énergie dans le sol, sans dimension;

J_0, J_1 les fonctions de Bessel de première espèce, d'ordre zéro et d'ordre un;

Y_0, Y_1 les fonctions de Bessel de deuxième espèce, d'ordre zéro et d'ordre un;

et en posant:

$$(4.19) \quad \begin{aligned} P &= \frac{1}{r} \cdot J_0\left(\frac{R_e}{r}\right) + \lambda^* \cdot J_1\left(\frac{R_e}{r}\right) \cdot \left[\frac{R_e}{r^2} - \frac{2}{\alpha_1 \cdot a^*} \right] \\ V &= \frac{1}{r} \cdot Y_0\left(\frac{R_e}{r}\right) + \lambda^* \cdot Y_1\left(\frac{R_e}{r}\right) \cdot \left[\frac{R_e}{r^2} - \frac{2}{\alpha_1 \cdot a^*} \right] \end{aligned}$$

La quasi totalité des travaux réalisés sur la méthode de détermination de la conductivité de matériaux avec une sonde à choc utilise l'approximation dite des temps longs. Les puissances supérieures à deux de la variable de Laplace donnent par transformation inverse des termes en $1/t$, également de puissance supérieure à deux, et négligeables quand t est grand. Les fonctions de Bessel K_0 et K_1 sont remplacées par les expressions asymptotiques suivantes, utilisables pour les grandes valeurs de leur argument [Bronstein, 31].

$$(4.20) \quad \begin{aligned} K_0(u) &\approx - \left[\ln\left(\frac{u}{2}\right) + \gamma \right] \cdot \left[1 + \frac{u^2}{4} \right] + \frac{u^2}{4} \\ K_1(u) &\approx + \left[\ln\left(\frac{u}{2}\right) + \gamma \right] \cdot \frac{u}{2} - \frac{u}{4} \end{aligned}$$

Après simplification des termes négligeables aux grandes valeurs du temps, nous obtenons :

$$(4.21) \quad T_1(\mu) \approx \frac{Q}{4\pi\lambda^*} \cdot \left[\begin{aligned} & \frac{1}{\mu} \cdot \left\{ \ln(r) + \ln(\mu) - \frac{2\lambda^* R_c}{R_e} \right\} \\ & + \frac{R_e^2}{4\alpha^*} \cdot \left\{ \ln(r) \cdot [2 - \ln(r) - 2\ln(\mu)] \right. \\ & \quad \left. + \ln(\mu) \cdot [2 - \ln(\mu)] - 2 \right\} \\ & + \ln(r) \cdot \left[\frac{M_1 \cdot C_1}{2\pi\lambda^*} \cdot \ln(r) + 2\ln(\mu) - \frac{\lambda^* R_c}{R_e} \right] \\ & + \ln(\mu) \cdot \left[\ln(\mu) - \frac{\lambda^* R_c}{R_e} \right] + \frac{4\lambda^{*2} R_c^2}{R_e^2} \end{aligned} \right]$$

où

$$r = \frac{R_e \cdot \exp(2\gamma)}{4 \cdot \alpha^*}$$

L'intégration terme à terme de cette expression de T_1 fournit une expression de la température de la sonde, asymptotique à la solution complète quand t est grand, et qui est d'un usage beaucoup plus commode;

$$(4.22) \quad T_1(t) \approx \frac{Q}{4\pi\lambda^*} \cdot \left[\begin{aligned} & \frac{2\lambda^* R_c}{R_e} - \gamma + \ln(4F_0) \\ & + \frac{1}{2F_0} \cdot \left\{ 1 - \gamma + \ln(4F_0) \right. \\ & \quad \left. - \frac{M_1 \cdot C_1}{\pi R_e^2 C_2} \cdot \left[\frac{2\lambda^* R_c}{R_e} - \gamma + \ln(4F_0) \right] \right\} \end{aligned} \right]$$

Pour sa mise en oeuvre, cette équation est réécrite sous la forme simplifiée suivante :

$$(4.23) \quad T_1(t) \approx A_l \cdot \ln(t) + B_l + \frac{A_e}{t} \cdot [C_l \cdot \ln(t) + D_l]$$

La solution des temps longs

où A_l, B_l, C_l et D_l sont des termes constants ne dépendant pas du temps mais des caractéristiques thermophysiques du milieu et de la sonde.

$$(4.24)$$

$$A_t = \frac{Q}{4\pi \cdot \lambda^*}$$

$$B_t = \frac{Q}{4\pi \cdot \lambda^*} \cdot \left[\ln(\alpha^*) - 2 \ln(R_e) + \frac{2 \cdot \lambda^* \cdot R_c}{R_e} + \ln(4) - 8 \right]$$

$$C_t = \frac{R_e^2}{2 \alpha^*} \cdot \left[1 - \frac{M_1 \cdot C_1}{\pi \cdot R_e^2 \cdot \rho_1 \cdot C_2} \right]$$

$$D_t = \frac{R_e^2}{2 \alpha^*} \cdot \left[\ln(\alpha^*) - 2 \ln(R_e) + 1 + \ln(4) - 8 \right] \\ - \frac{M_1 \cdot C_1}{2 \pi \lambda^*} \cdot \left[\ln(\alpha^*) + \frac{2 \lambda^* R_c}{R_e} - 2 \ln(R_e) + \ln(4) - 8 \right]$$

Lors des mesurages ces quatre formules sont réécrites en introduisant les valeurs connues des constantes de construction de la sonde, ainsi que les valeurs des paramètres relatifs au sol connus.

Pour les grandes valeurs du temps, l'expression précédente réduit à:

$$(4.25) \quad T_1(t) \approx A_t \cdot \ln(t) + B_t$$

La solution asymptotique

Cette expression est l'équation de l'asymptote à la solution complète. Du fait de sa simplicité c'est cette expression qui est généralement utilisée par les auteurs pour la détermination de la conductivité thermique des matériaux avec la sonde à choc.

-IV.1.4- Pour conclure.

Nous avons décrit le principe de la méthode de mesure de la conductivité thermique des sols avec le conductivimètre à sonde à choc. C'est une méthode de mesure indirecte en régime variable transitoire où la mesure est déduite de la thermocinétique du capteur. Une expression analytique de la variation de la température de la sonde en fonction du temps est obtenue sous un certains nombre d'hypothèses. Deux expressions simplifiées sont établies pour les grandes valeurs du temps.

-IV.2- La chaîne de mesure.

Elle comprend le capteur de mesure lui même : "la sonde à choc thermique", et l'instrumentation nécessaire à sa mise en oeuvre.

-IV.2.1- Le capteur de mesure : "la sonde à choc thermique".

Le rôle du capteur de mesure du conductivimètre thermique, la sonde à choc, est double dans le cas de la méthode instationnaire employée. Il sert d'instrument d'application de la contrainte thermique et, simultanément, il permet le recueil de la réponse du milieu. Nous avons vu, dans la description du principe de fonctionnement, que la libération d'un échelon de puissance énergétique dans la sonde est obtenue par effet joule.

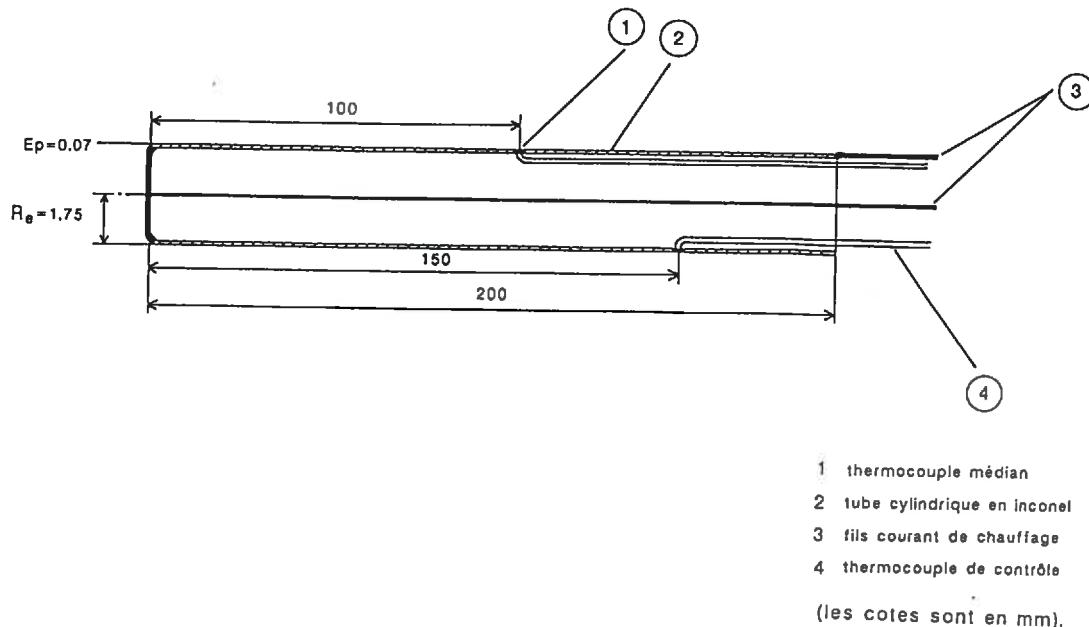


Fig 4.5 – Schéma du capteur du conductivimètre thermique.

L'ossature du capteur [Aucoin,10] doit constituer un dispositif suffisamment rigide pour être introduit dans les sols sans déformation et qui permette une mise en place commode. Le choix d'une forme cylindrique a été retenue. Le dimensionnement prend en compte les hypothèses posées pour l'établissement du principe de la méthode de mesure de la conductivité thermique. Le

compromis réalisé entre rigidité et approximation de la source linéaire de chaleur a conduit à un diamètre de trois virgule cinq millimètres pour une longueur de deux cent millimètres, soit un élancement supérieur à cinquante sept, ce qui garantit la validité de l'hypothèse de flux radial [Blackwell,23,24]. La longueur de la sonde, relativement importante, est en relation avec les sols étudiés; elle permet d'obtenir un volume élémentaire de mesure suffisant, approximant le volume élémentaire représentatif des horizons pédologiques des unités typologiques de sol retenues.

L'influence sur le mesurage de la résistance thermique de contact entre la sonde et le sol étudié où elle est implantée est liée à la capacité thermique de la sonde. Pour minimiser cet effet et obtenir un régime asymptotique sitôt que possible après le début de l'application de la contrainte thermique, le capteur utilisé a une masse linéique très faible, de l'ordre de six grammes par mètre linéaire pour le cylindre d'acier. Dans le même ordre d'idée, l'utilisation du cylindre lui-même en lieu et place de la résistance chauffante permet un gain de poids considérable. Pour construire nos capteurs nous avons utilisé la technologie plus particulièrement décrite par Laurent [Laurent,99], en l'adaptant au milieu particulier que nous étudions, c'est à dire les sols. Le matériau retenu pour la confection des tubes de sonde, désigné commercialement par : "Inconel 600", est un alliage de nickel et de chrome couramment employé pour toute utilisation aux températures élevées et dans les milieux très corrosifs. Possédant de très bonnes propriétés mécaniques, il devient encore plus résistant lorsqu'on le travaille à froid. Nous l'avons obtenu étiré à froid sous la forme de tube écroui, d'un diamètre extérieur de $3,5+0.01mm$, et avec une épaisseur de paroi de $0.07+0.01mm$. Ainsi conditionnées, les sondes obtenues, longues de 200mm, demeurent néanmoins très rigides.

La masse linéique et la capacité thermique massique sont des caractéristiques métrologiques fondamentales de la sonde à choc thermique en vue de l'analyse de sa thermocinétique.

La masse linéique de la sonde à choc est la somme des masses linéiques de chacun de ses constituants. La sonde est constituée du tube de vingt centimètres de longueur en alliage inoxydable, du fil conducteur électrique, des thermocouples et de la soudure d'étain.

Nous avons étudié trois échantillons pris dans le tube utilisé pour construire les éléments chauffants des sondes à choc.

Le mesurage de la masse linéique du tube en Inconel est réalisé à la température ambiante de $20^{\pm}1^{\circ}\text{C}$. La masse linéique moyenne du tube en Inconel utilisé pour la fabrication de l'élément chauffant des sondes à choc est de $5,34^{\pm}0,15 \text{ g.m}^{-1}$.

Le fil conducteur électrique est constitué d'une tresse de sept fils de $0,2\text{mm}$ de diamètre, chacun de ces sept fils possédant une âme en cuivre étamée sur environ un centième de millimètre d'épaisseur. Leur longueur totale est égale à celle de la sonde, et il faut ajouter cinq millimètres de fil pour l'autre extrémité du circuit électrique soudée sur l'extrémité du tube. Les mesurages effectuées fournissent une valeur de $3,87^{\pm}0,01 \text{ g.m}^{-1}$ pour le fil métallique et $2,23^{\pm}0,01 \text{ g.m}^{-1}$ pour la gaine en PVC.

Les thermocouples sont constitués d'un fil de Chromel et d'un fil de Constantan gainés de Téflon. Les mesurages fournissent une valeur de $3,46^{\pm}0,01 \text{ g.m}^{-1}$ pour la masse linéique de la gaine en Téflon, alors que celle des fils métalliques est beaucoup plus faible, $0,24^{\pm}0,01 \text{ g.m}^{-1}$ pour le fil de Chromel et $0,26^{\pm}0,01 \text{ g.m}^{-1}$ pour le fil de Constantan.

La masse totale des soudures d'étain est de $0,42^{\pm}0,02 \cdot 10^{-3} \text{ kg}$.

Le disque en acier inoxydable obstruant l'extrémité du tube en Inconel a la forme d'un cylindre droit de $3,0 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ de diamètre et de $0,5 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ de hauteur. Il est percé d'un trou de $1,0 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ de diamètre. Sa masse est de $0,025^{\pm}0,001 \cdot 10^{-3} \text{ kg}$.

Tous ces résultats permettent de déterminer à $16,8^{\pm}0,1 \cdot 10^{-3} \text{ kg.m}^{-1}$ la valeur de la masse linéique de la sonde à choc, et à $9,5^{\pm}0,2 \text{ J.K}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ la valeur de sa capacité thermique linéique.

L'analyse détaillée de la structure de la sonde à choc conduit à remarquer que le tube en Inconel ne représente que le tiers de la masse totale de la sonde et le quart de sa capacité thermique.

Comme la structure de la sonde est lacunaire, sa température ne sera pas uniforme pendant les premiers instants du chauffage. Il n'est correct de négliger les hétérogénéités thermiques dans la sonde, qu'après une durée suffisamment longue et qui correspond à l'apparition du régime asymptotique de la thermocinétique du capteur.

La résistance ohmique R_a de l'élément chauffant évaluée à partir des caractéristiques géométriques de la sonde et de la résistivité électrique de l'Inconel 600 est de $0,2731 \text{ ohm}$.

Le mesurage de la résistance ohmique de chacune des sondes utilisées a été réalisé avec un montage à quatre fils. Ces derniers, en vue de réduire les résistances de contact parasites, sont soudés directement sur les capteurs aux emplacements réservés pour les conducteurs d'alimentation électrique. La valeur moyenne de la résistance ohmique des capteurs fabriqués est de $0,3036 \text{ ohm}$. Cette résistance varie assez fortement, l'écart-type sur les quinze valeurs mesurées étant de $0,0096 \text{ ohm}$, soit un écart-type relatif supérieur à trois pour cent. L'incertitude globale relative sur une mesure est de 2.10^{-3} ohm .

Identificateur sonde	Résistance ohmique, en Ω			Température de mesure en $^{\circ}\text{C}$
	R	S_R	M	
1	0,3072	$4,4 \cdot 10^{-5}$	40	20,0
2	0,3078	$3,2 \cdot 10^{-5}$	59	20,3
3	0,3020	$3,9 \cdot 10^{-5}$	89	20,1
4	0,3191	$5,0 \cdot 10^{-5}$	89	20,0
5	0,3060	$5,3 \cdot 10^{-5}$	89	20,6
6	0,3114	$3,6 \cdot 10^{-5}$	89	20,0
7	0,2943	$6,4 \cdot 10^{-5}$	89	20,5
8	0,2968	$1,7 \cdot 10^{-4}$	89	20,4
9	0,2858	$6,1 \cdot 10^{-5}$	89	20,1
10	0,2861	$6,3 \cdot 10^{-5}$	90	19,6
11	0,3061	$4,0 \cdot 10^{-4}$	89	20,4
12	0,3121	$3,5 \cdot 10^{-5}$	89	21,0
13	0,3103	$1,0 \cdot 10^{-4}$	39	19,7
14	0,3105	$7,6 \cdot 10^{-5}$	39	20,0
15	0,2987	$1,1 \cdot 10^{-4}$	39	20,2

Tab 4.6 – Mesures de la résistance ohmique de l'élément chauffant des conductivimètres thermiques.

La variation temporelle de la température de la sonde est la grandeur de sortie de l'essai effectué pour mesurer la conductivité thermique des sols avec le conductivimètre.

Le point idéal pour le mesurage de la température de la sonde se situe dans le plan médian perpendiculaire à l'axe du capteur cylindrique. A cet endroit est soudée la jonction de mesure d'un thermocouple de type E, nickel-chrome/constantan. Le thermomètre est complété par une jonction de référence à 0°C (glace fondante). La force électromotrice du couple est mesurée par un voltmètre à très grande impédance d'entrée, de l'ordre de 2 mégohms, dont la résolution est de 0,1 microvolt. La résolution de la chaîne de mesure est donc de 1,7mK , avec un pouvoir thermoélectrique de 60 $\mu\text{V/K}$, valeur trente fois plus petite que l'incertitude globale sur les mesures de température.

Avant d'entreprendre l'étalonnage du thermomètre des conductivimètre thermiques que nous utilisons, il convient d'envisager sa nécessité. Celle-ci peut être évaluée par *l'étude de l'influence de l'incertitude qui entache les mesures de la température de la sonde à choc, sur l'incertitude de mesure de la conductivité thermique.*

La liaison entre la température $T_l(t)$ du capteur et la conductivité thermique apparente de l'horizon pédologique est très complexe, ce qui rend très difficile l'étude analytique de la composition des incertitudes. Nous avons choisi d'analyser cette influence de l'incertitude sur la température du capteur à l'aide de l'expression établie précédemment (cf IV.1), en simulant numériquement les situations typiques rencontrées lors des essais. Sur les thermogrammes simulés une erreur aléatoire est introduite, distribuée normalement et avec une amplitude maximale déterminée. Pour générer ce terme d'erreur gaussienne nous avons utilisé une fonction logicielle [Press,127] qui renvoie une variable pseudo-aléatoire distribuée selon une loi normale centrée réduite.

Le contrôle de la normalité est obtenue avec le tracé de l'histogramme des fréquences, la droite de Henri et le test de Kolmogorov et Smirnov.

Les termes d'erreur introduits sur la température du capteur pour un thermogramme simulé ont une valeur moyenne voisine de zéro, cette valeur ne dépendant pas de la taille de l'échantillon des températures utilisé pourvu qu'elle soit suffisante, ni de la période pendant laquelle il est prélevé.

L'étude que nous avons réalisé pour tester la normalité de la distribution de la variable pseudo-aléatoire générée est illustrée par l'histogramme de fréquences .

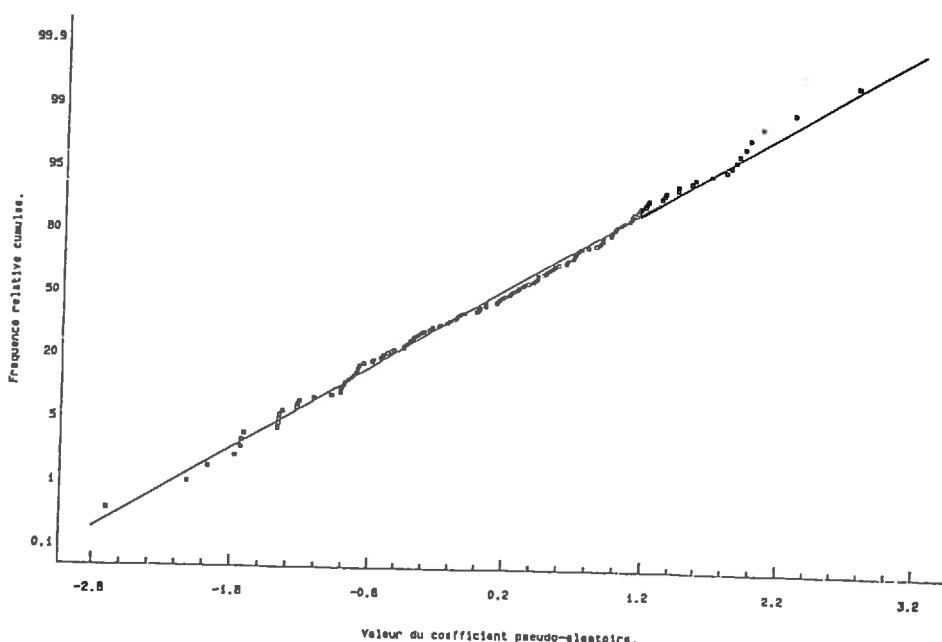
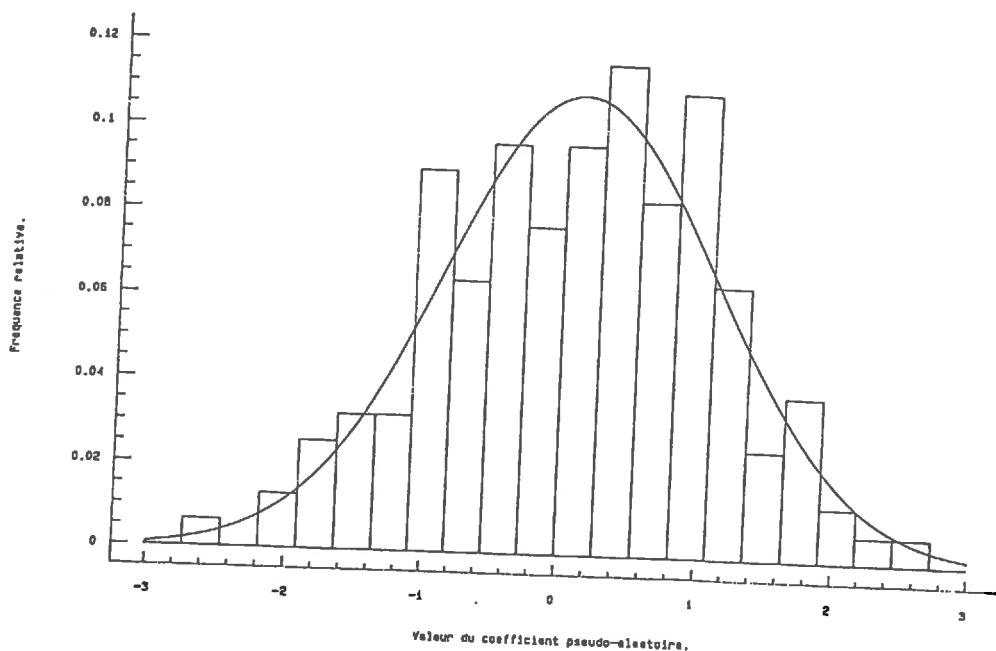


Fig 4.7 et 4.8 – Coefficient pseudo-aléatoire utilisé pour simuler les termes d'erreur sur la température du capteur du conductivimètre. Test de normalité, histogramme des fréquences et droite de Henri.

relatives de l'échantillon de cent cinquante valeurs. Le tracé du graphe correspondant de la loi normale de mêmes moyenne et écart-type sur le même diagramme montre que l'ajustement est bon.

L'appréciation précédente est très subjective. Le contrôle graphique de l'ajustement de la distribution de la variable aléatoire générée à une loi normale réduite est obtenu en utilisant la droite de Henri [Dagnélie,50/Calot,40]. L'alignement des éléments de la distribution utilisée permet d'en apprécier la quasi-normalité.

Le test de Kolmogorov et Smirnov , basé sur la comparaison de la fonction cumulative des fréquences $N(x)$ de l'échantillon avec la fonction de répartition pour la population $F(x)$, quantifie la normalité de l'échantillon utilisé. Les résultats fournis par ce test indiquent, à un niveau de signification de quatre vingt dix neuf pour cent, que la variable pseudo-aléatoire générée pour le calcul du terme d'erreur sur la température est normalement distribuée [Dagnélie,50].

Le terme d'erreur que nous avons introduit sur la température simulée est le produit de la variable pseudo-aléatoire précédemment évaluée avec une valeur estimée de l'incertitude maximale à un écart-type et que l'on ajoute à la température calculée. Pour estimer cette valeur maximale de l'incertitude nous avons repris les trois situations fréquemment rencontrées en ajoutant comme terme de référence le cas théorique où cette erreur est nulle.

Nous considérons ainsi le cas d'un mesurage correct avec une chaîne de mesure étalonnée et une incertitude globale sur une mesure de température du capteur du conductivimètre égale à $0,05K$, $0,10K$, puis $0,50K$. L'analyse est faite en fonction de différentes valeurs (faible, moyenne, forte) de la conductivité thermique apparente de l'horizon pédologique et de la résistance thermique de contact sol-sonde à choc.

Le tableau 4.9 rassemble les résultats obtenus qui soulignent l'important effet de l'incertitude des mesures de température sur la détermination de la conductivité thermique des horizons pédologiques avec la sonde à choc et à partir du modèle asymptotique. Cet effet négatif croît fortement avec la conductivité du sol et il accentue l'influence néfaste de la résistance thermique de contact sol-sonde.

$\frac{R_c}{m^2 \cdot K \cdot W^{-1}}$	0			0,012			0,040		
ΔT K	0,5	1,0	2,0	0,5	1,0	2,0	0,5	1,0	2,0
0	—	—	—	-1,2	-1,9	-2,3	-8,2	-8,8	-9,2
0,05	-0,2	-2,9	-6,9	-3,0	-5,6	-9,4	-10,0	-12,3	-15,6
0,10	-2,2	-6,5	-13,3	-5,0	-9,0	-15,5	-11,6	-15,2	-20,9
0,50	-15,4	-27,9	-44,0	-17,4	-29,3	-44,9	-22,4	-33,2	-47,3

Tab 4.9 – Simulation de la thermocinétique du capteur du conductivimètre thermique. Calcul de l'écart relatif (exprimé en %) entre la valeur de la conductivité thermique et sa détermination avec la solution asymptotique, pour différentes valeurs de l'incertitude sur une mesure de la température du capteur.

Pour réduire l'incertitude sur les mesures de température nous avons choisi de ne pas utiliser les tables de référence internationales pour les thermocouples, mais de les étalonner individuellement par rapport à l'Echelle Internationale de Température [Bonnier,25/Moser,116]. Nous avons réalisé un étalonnage par comparaison à un thermomètre étalon, les éléments sensibles des couples étant portés à la même température que ce dernier. C'est le thermomètre tout entier, tel qu'il est utilisé lors des mesurages de conductivité thermique des horizons pédologiques, qui est étalonné.

Le thermomètre de référence est un étalon de transfert de l'EIT, fabriqué et étalonné à l'Institut National de Métrologie, [Renaot,129]. L'incertitude globale maximale sur une mesure de température obtenue avec cet appareil est de 10mK.

Résistance ohmique au point triple de l'eau

$$T = 273,16 \text{ K}$$

$$R_o = 25,49756 \text{ } \Omega$$

Résistance ohmique réduite au point de congélation de l'étain

$$T = 505,12 \text{ K}$$

$$W = 1,892622$$

Résistance ohmique réduite au point de congélation du zinc

$$T = 699,73 \text{ K}$$

$$W = 2,568525$$

Fig 4.10 – Caractéristiques d'étalonnage du thermomètre étalon de transfert de l'EIT, [Renaot,129].

L'enceinte où est réalisée l'égalité des températures entre l'élément sensible du thermomètre étalon et les jonctions de mesure des thermocouples est un bloc de cuivre cylindrique de deux kilogrammes, haut de onze centimètres et totalement immergé dans le bain thermostaté à circulation rempli de glycol d'un cryostat Haake. La profondeur d'immersion, égale à vingt-cinq centimètres, est suffisamment grande pour que le couplage thermique des éléments sensibles avec l'air ambiant soit tout à fait négligeable. Cet équipage permet de réaliser des paliers de température dérivant lentement et de moins de 10mK sur une durée de plusieurs dizaines de minutes.

Dernier élément du thermomètre, la jonction de référence des thermocouples en constitue également l'une des principales contraintes instrumentales. En effet l'obtention d'une température stable et à 0°C de la soudure froide nécessite un tour de main particulier propre aux

thermométristes. Nous avons utilisé un dispositif à double enceinte, l'enceinte interne est une bouteille isolante d'un demi litre de capacité que l'on remplit totalement de glace pilée. La quantité d'eau liquide ajoutée est tout juste suffisante pour que la jonction du thermocouple y soit immergée. Ce récipient est lui même plongé dans une enceinte beaucoup plus vaste et remplie d'eau et de glace. Une thermosonde étalonnée est placée à proximité des jonctions froides et au même niveau pour y contrôler la valeur et la stabilité de la température.

Ainsi réalisé, le point de glace, qui est en général le point faible de ces mesurages, n'apporte pas une contribution exagérément forte à l'incertitude globale sur l'étalonnage des thermomètres à thermocouples. La durée pendant laquelle les jonctions de référence des thermocouples y sont maintenues à $0^{\circ}C$ est de l'ordre de l'heure.

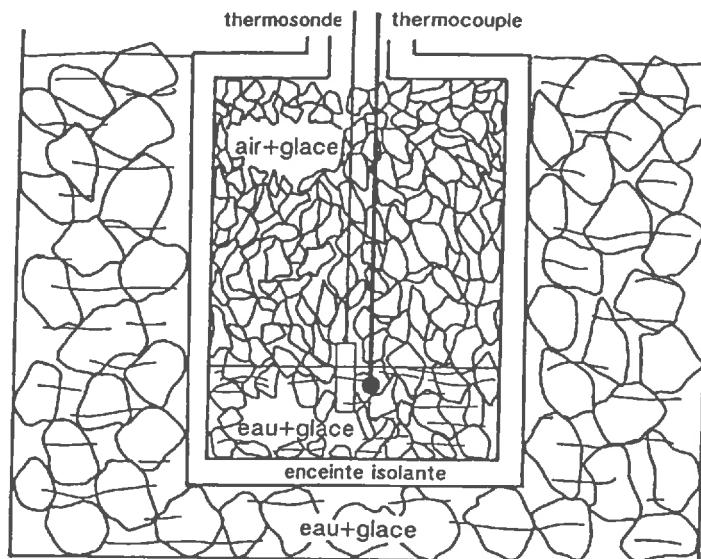


Fig 4.11 – Schéma du dispositif réalisant le point de glace, [Fanjeaux,64].

Pour réaliser *les mesurages d'étalonnage* nous avons automatisé la chaîne de mesure. Un micro-ordinateur pilote les instruments d'acquisition et assure le stockage des données.

Onze points fixes expérimentaux ont été réalisés, espacés de 5°C en 5°C , entre 0°C et 50°C . Dans le domaine de température allant de 0°C à 1000°C , la table de référence pour les thermocouples au nickel-chrome/Constantan est établie à partir d'un polynôme de degré neuf, [AFNOR,2/Lacroix,98]. Dans le domaine de température restreint où nous travaillons, l'étude des résidus des polynômes d'interpolation montre que le degré optimal varie de trois à quatre ou cinq, pour nos thermocouples. En conséquence, nous avons retenu une interpolation de degré cinq entre les points expérimentaux, c'est d'ailleurs cette valeur qui est couramment admise et recommandée par de nombreux auteurs [Ash,9].

Le tableau 4.12 récapitule la valeur des coefficients obtenus pour chacun des thermocouples.

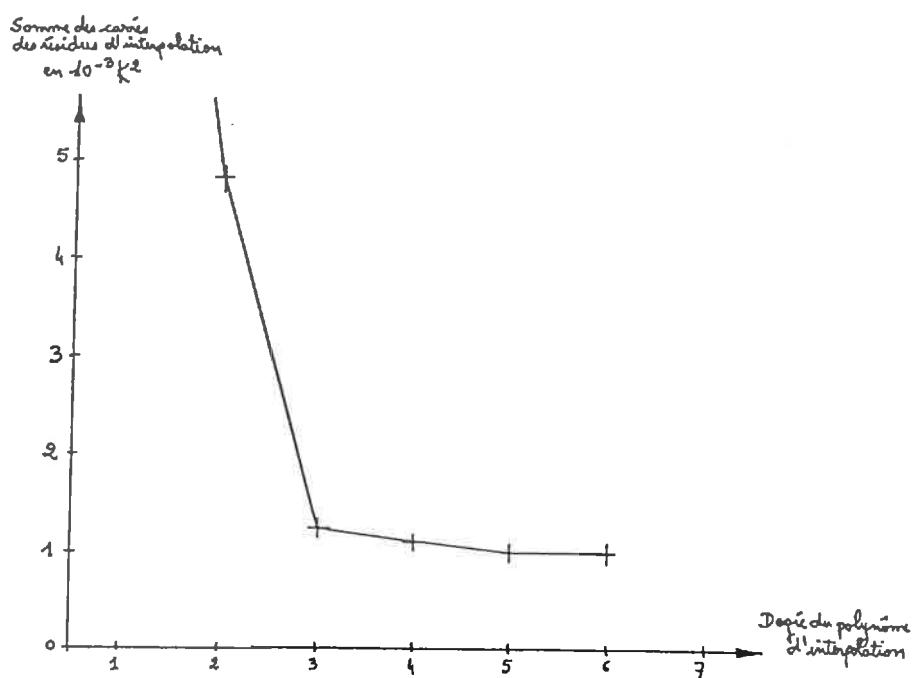


Fig 4.12 – Etalonnage du thermomètre à thermocouple du conductivimètre thermique. Recherche du degré optimal du polynôme d'interpolation. Exemple du thermomètre TH1S.

Thermomètre	Échantillon de sol	Profondeur en cm	Identifiant thermocouple	coefficients du polynôme d'interpolation					
				a_0 °C	a_1 °C.mV ⁻¹	a_2 °C.v ⁻²	a_3 °C.mV ⁻³	a_4 °C.mV ⁻⁴	a_5 °C.mV ⁻⁵
BOU	5	TH4M	+0,319	+15,90	+8,376	-2,231	+0,781	-0,096	
	10	TH19M	+0,336	+15,22	+4,311	-3,821	+1,298	-0,154	
	40	TH13M	+0,187	+16,87	-0,293	+0,162	-0,070	+0,010	
YEVRES	5	TH4M	-0,110	+17,54	-0,097	-0,472	+0,209	-0,027	
	10	TH5M	+0,054	+16,80	+0,004	-0,097	+0,014	-0,000	
	10	TH5S	-0,015	+16,96	-0,101	-0,091	+0,031	-0,004	
	40	TH6M	-0,025	+16,84	-0,001	-0,063	-0,006	+0,003	
MEZIERES	5	TH1M	-0,133	+17,16	+0,280	-0,610	+0,230	-0,028	
	10	TH2M	+0,138	+16,82	+1,297	-1,693	+0,646	-0,082	
	40	TH3M	-0,088	+17,63	-0,800	+0,183	-0,021	+0,000	

Tab 4.13 – Conductivimètre thermique. Coefficients d'étalonnage des thermomètres à thermocouples pour le domaine [+5°C;+45°C].

L'évaluation des écarts de température entre les mesures obtenues et celles déduites de la norme [AFNOR,2] souligne l'intérêt de l'étalonnage. Dans un domaine de 5°C à 45°C ,qui recouvre totalement la dynamique de la température des sondes à choc thermique pendant les essais, nous observons une amplitude maximale de l'écart à la norme allant de -0.36K à +0.40K.

L'incertitude composée maximale [Allisy,5,6/ISO,89/Lecollinet,101,102] sur une mesure de température obtenue avec le thermomètre à thermocouple du conductivimètre est de 0,04K lorsque l'on retient un facteur multiplicateur égal à trois. Le tableau 4.14 récapitule les principales causes d'incertitudes et présente le budget d'incertitudes.

Causes d'incertitudes	Incertaines de type A	Incertaines de type B
Incertitude sur la température mesurée par le thermomètre étalon.	$S_T = 5 \cdot 10^{-4} K$	$U_T = 3 \cdot 10^{-3} K$
Incertitude sur l'uniformité et la stabilité de la température dans l'enceinte d'étalonnage.	$S_T = 7 \cdot 10^{-3} K$	$U_T = 3 \cdot 10^{-3} K$
Incertitude sur la température de la sonde de référence	$S_T = 5 \cdot 10^{-4} K$	$U_T = 6 \cdot 10^{-3} K$
Incertitude due à la mesure de la force électromotrice	$S_T = 2 \cdot 10^{-4} K$	$U_T = 1 \cdot 10^{-3} K$
Incertitude due à l'interpolation	$S_T = 1 \cdot 10^{-2} K$	—

Tab 4.14 – Les principales causes de l'incertitude globale sur une mesure de la température obtenue avec le conductivimètre thermique.

-IV.2.2- L'instrumentation.

La chaîne de mesure utilisée est automatisée. Elle est construite autour d'un bus IEEE-488 qui permet le pilotage du processus, ainsi que la saisie et la sauvegarde des mesures brutes.

Le voltmètre du multimètre HP 3478A d'impédance d'entrée supérieure à dix gigaohms et utilisé en mode tension continue, a une résolution de 100 nanovolts. Nous l'avons étalonné par comparaison à une source de référence en tension continue Flucke 731B, certifiée par le LCIE. Le multiplexeur permet le raccordement de 20 voies en mode 2 fils. Il est équipé d'une carte de scrutation et d'une interface basse tension. L'impédance d'entrée sur chacune des voies est supérieure au gigaohm.

Un micro-ordinateur Goupil3, pourvu d'un microprocesseur 6809, pilote le dispositif par l'intermédiaire du bus IEEE. Disponible sous le système d'exploitation Flex9, l'interpréteur SBASIC met en oeuvre la commande SONDCHOC.BAS que nous avons construite et dont l'organigramme ci-dessous résume les principales fonctions.

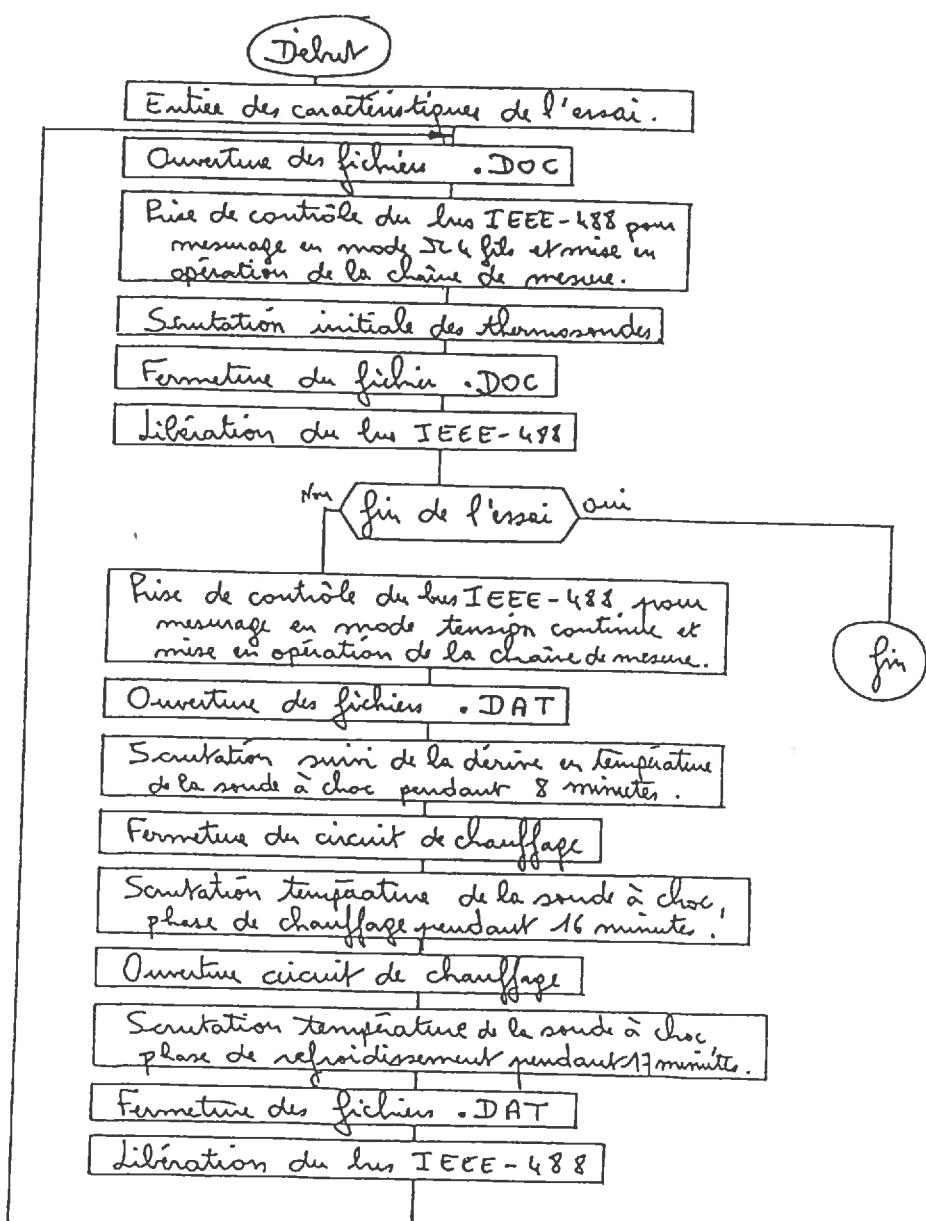


Fig 4.15 – Organigramme de la commande de pilotage du conductivimètre thermique à sonde à choc.

Parallèlement au mesurage de la température de la sonde, le processus mis en oeuvre comporte une phase de chauffage par effet joule du capteur du conductivimètre. Une alimentation stabilisée fournit le courant électrique.

La fermeture et l'ouverture du circuit de chauffage sont réalisées manuellement par l'opérateur. La mesure de l'intensité du courant électrique de chauffage est obtenue avec un ampèremètre placé en série dans le circuit et dont la résolution égale à un milliampère. L'incertitude sur une mesure du courant est de dix milliampères.

-IV.3- Etude de l'effet des grandeurs d'influence sur la mesure de la conductivité thermique apparente des horizons pédologiques.

Les expressions analytiques de la conductivité thermique apparente des horizons pédologiques fournies par le principe de mesure ne sont valides que sous certaines hypothèses. Tout écart par rapport à ces hypothèses se traduit par une erreur de mesure et, en particulier, l'élimination de l'effet des grandeurs d'influence actives [Allisy,6] doit être réalisée. C'est une opération délicate et complexe à faire, spécialement pour les mesures des grandeurs physiques en milieu naturel.

Plutôt que d'appliquer des corrections aux observations brutes, il est préférable d'éliminer cet effet dès le mesurage en agissant sur le protocole expérimental ou la chaîne de mesure. L'étape initiale de la procédure de réduction consiste en la mise en évidence de ces effets, puis à l'évaluation de l'importance du biais lié à une grandeur d'influence déterminée. Faute de pouvoir en réaliser l'étude expérimentale nous avons choisi d'analyser l'effet des facteurs d'influence sur la mesure de la conductivité thermique apparente des horizons pédologiques à l'aide d'une simulation numérique [Feix,66].

Complémentaire de l'expérimentation, la simulation numérique du phénomène à étudier est devenue depuis l'avènement de l'informatique, un outil puissant permettant de tester les modèles dans toutes les situations rencontrées lors des essais. Elle permet de préparer correctement les plans d'expérience en réalisant, rapidement et au moindre coût lorsque le progiciel est opérationnel, autant d'essais fictifs que nécessaire. Partie intégrante de l'expérimentation elle précède généralement les essais proprement dits. Les tableaux 4.16 et 4.17 soulignent le parallélisme existant entre la simulation numérique et l'expérimentation qu'elle accompagne et complète.

L'étude de la thermocinétique du capteur du conductivimètre thermique simulée numériquement est réalisée en faisant varier successivement et indépendamment chacun des facteurs qui apparaissent dans l'expression analytique déterminée précédemment.

Nous avons réalisé la simulation du comportement du capteur en considérant les trois unités typologiques de sols étudiées, placées dans des situations typiques recouvrant tout le domaine des situations possibles. C'est ainsi que sont successivement traités le cas des sols secs puis celui des sols humides. Pour chacun des cas types précédents nous avons tracé le graphe de la

thermocinétique de la sonde à choc thermique, ce qui constitue le catalogue des cas théoriquement possibles et susceptibles d'être rencontrés lors des mesurages. Ce catalogue est utilisé pour le choix des paramètres initiaux dans les procédures d'ajustement lors de la détermination de la conductivité thermique à partir de la thermocinétique du capteur.

Avant d'entreprendre l'étude elle même, les outils nécessaires sont présentés.

<u>Mesurage</u>	<u>Etude numérique</u>
.Modèle physique .Dispositif expérimental .Protocole de mesurage	.Modèle numérique .Algorithme de résolution .Construction du logiciel
<u>Plan d'expérience:</u>	<u>Plan de simulation:</u>
<u>Objectif:</u> Mesurer la conductivité thermique des horizons pédologiques.	<u>Objectifs:</u> Contrôler l'adéquation entre le modèle théorique et l'expérience. Etudier l'influence de la résistance thermique de contact sol-capteur. Tester la validité des solutions analytiques. Evaluer le volume de mesurage. Determineder l'effet de l'incertitude de mesure de la température.
<u>Moyens:</u> Chaîne de mesure et son pilote, ordinateur. Compilateur Turbo-Pascal et interpréteur Basic, outils logiciels.	<u>Moyens:</u> Ordinateur, compilateur, librairies d'analyse numérique, outils logiciels.
<u>Protocole experimental:</u>	<u>Protocole de simulation:</u>
Mesurage. Analyse des données, choix du domaine utile des thermogrammes, identification des paramètres λ^* et R_C	Construction des commandes Logicielles (analyse, programmation, test). Tableau des situations types, visualisation et analyse.
<u>Résultats:</u>	<u>Résultats:</u>
Mesures. Budget des incertitudes	Collection de thermogrammes numériques types. Quantification de l'effet des facteurs d'influence. Délimitation du domaine d'utilisation des solutions analytiques.

Tab 4.16 – L'étude numérique, complément du mesurage.

-IV.3.1- Les outils de la simulation.

L'étude du principe de mesure nous a fourni une traduction mathématique du comportement du système physique sonde-sol qui, après codification en langage informatique, permet de réaliser des simulations.

L'ordinateur est l'instrument de base en simulation numérique, mais sa mise en oeuvre nécessite un ensemble de commandes logicielles que nous avons construites et qui sont pour la plupart spécifiques. Nous avons réalisé la totalité de nos travaux sur un micro-ordinateur de type trois cent quatre vingt six, équipé d'un compilateur Turbo-Pascal [Borland,29] et capable de calculer en double-précision. La figure 4.17 présente l'organigramme général des mesurages de la conductivité thermique dans les sols, incluant la simulation numérique dans l'expérimentation.

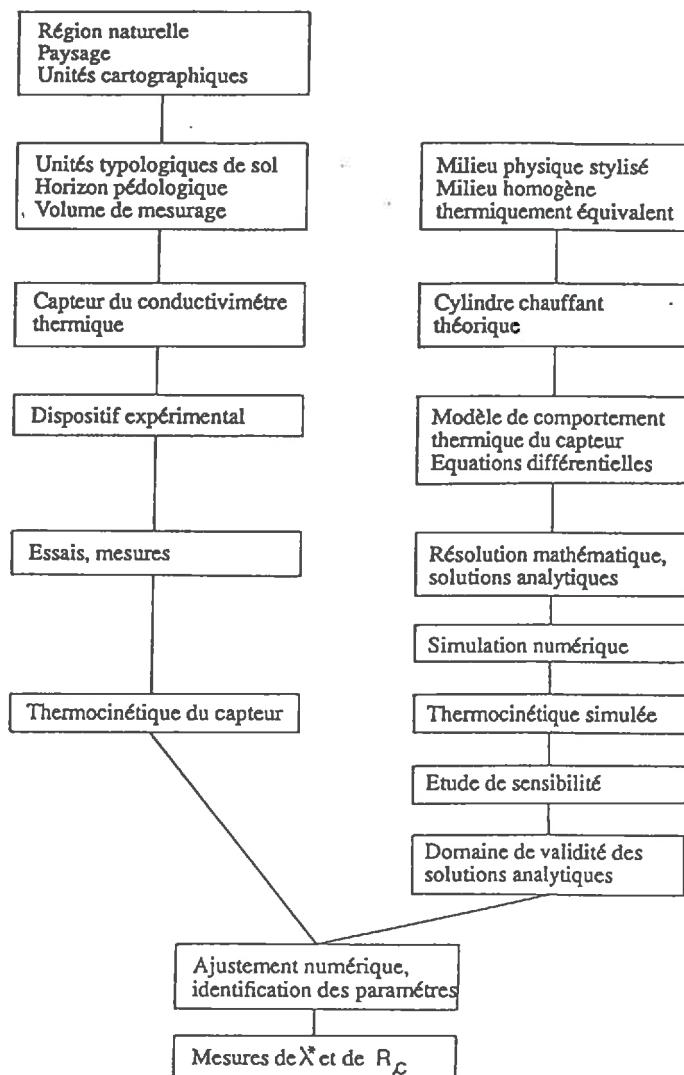


Fig 4.17 – La simulation numérique au sein du mesurage de la conductivité thermique des horizons pédologiques avec la sonde à choc.

-IV.3.2- Analyse de l'influence des paramètres du système physique

sol-sonde à choc sur la thermocinétique du capteur.

Il s'agit de réaliser *une étude de sensibilité* pour évaluer l'influence respective des caractéristiques physiques qui régissent les transferts d'énergie dans le système considéré. Cette étude est réalisée en faisant varier la seule grandeur dont l'action doit être précisée, et à l'aide des modèles précédemment développés. Plutôt que de faire une analyse mathématique hermétique utilisant les dérivées partielles, nous avons choisi de considérer les trois situations démonstratives qui se rapportent aux valeurs faibles, moyennes ou fortes de la grandeur considérée, et surtout d'en illustrer graphiquement les conséquences sur la thermocinétique de la sonde à choc thermique. Les deux caractéristiques principales des thermogrammes qu'il faut examiner sont *l'élévation de température de la sonde pendant la phase de chauffage et l'instant d'apparition du régime asymptotique*. Nous représentons graphiquement l'échauffement du capteur en fonction du logarithme népérien du temps dont l'origine est prise à l'instant du début de l'application de la contrainte thermique.

La température du capteur est une fonction du temps et de la conductivité thermique de l'horizon pédologique, ce qui justifie la méthode de mesure, mais d'autres caractéristiques du système physique ont également une influence comme la masse volumique et la capacité thermique du sol, la capacité thermique du capteur ou la résistance thermique de contact entre le sol et la sonde. C'est l'effet de ces grandeurs sur la thermocinétique de la sonde que nous étudions ci-après.

La résistance thermique de contact entre le sol et le capteur est certainement, parmi celles que nous allons considérer, la grandeur la plus liée au mesurage. C'est aussi celle dont il est le plus difficile de prévoir une valeur compte-tenu des caractéristiques du système, même de façon très approximative. *Le contact thermique est parfait lorsque les lacunes présentes entre le capteur et les particules du sol ont une taille, une forme et une répartition spatiale similaires à celles qui existent entre les particules elles mêmes dans le milieu avant l'introduction du capteur.* Les résistances thermiques de contact que nous sommes amené à considérer résultent de la présence de lacunes autour du capteur [Bardon,16], différentes de celles définies précédemment. Pour en permettre une évaluation réaliste et cependant facile à calculer, il est commode de représenter le milieu

intermédiaire précédent comme un cylindre creux d'air humide enveloppant la sonde à choc thermique. Le tableau 4.18 donne les valeurs de la résistance thermique et les épaisseurs du cylindre d'air correspondantes que nous avons utilisées lors des simulations.

<i>Epaisseur lame d'air en mm</i>	0	0,05	0,10	0,33	1,35
<i>Résistance thermique de contact en $\text{mm}^2 \cdot \text{K} \cdot \text{W}^{-1}$</i>	0	0,002	0,004	0,012	0,040

Tab 4.18 – Valeurs de la résistance thermique de contact entre la sonde et le sol, due à un cylindre d'air enveloppant le capteur du conductivimètre thermique.

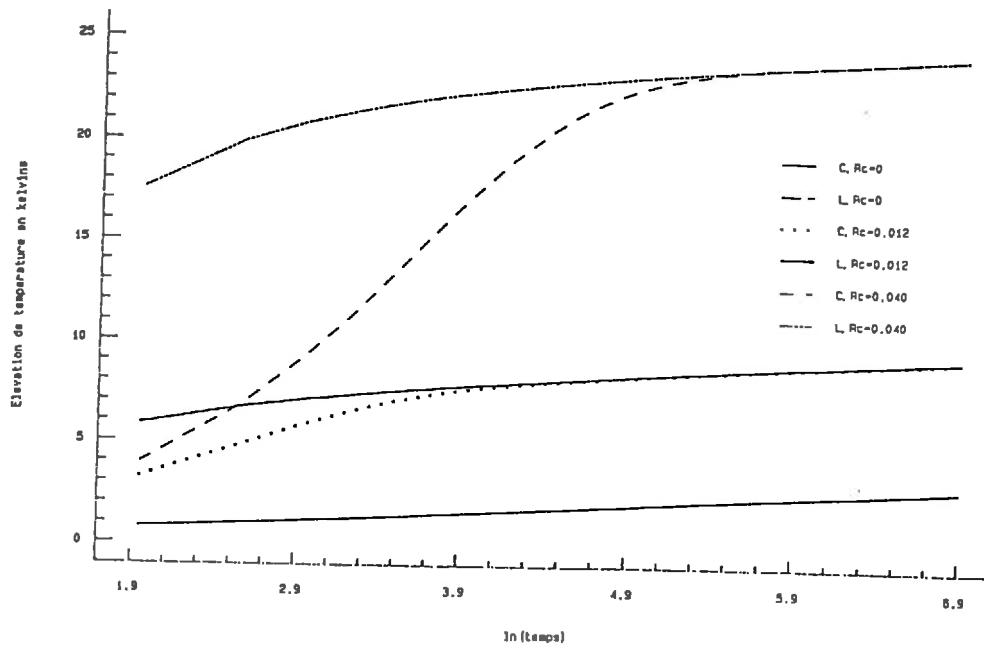
La simulation indique que *l'élévation maximale de la température de la sonde à choc thermique pendant les mesurages croît lorsque la valeur de la résistance thermique de contact augmente.*

Ceci souligne la nécessité de réduire la résistance thermique de contact entre le sol et le capteur. Cette condition est impérative dans le cas de cette méthode de mesure de la conductivité thermique qui ne prend pas en compte le couplage transferts de chaleur-transferts de masse. Pour réduire le transfert de masse il faut en minimiser la force motrice qui trouve son origine dans le gradient de température créé par l'échauffement du capteur. Si le transfert de masse est négligeable, le transfert de chaleur dans le sol est essentiellement conductif à l'échelle macroscopique et l'analyse théorique faite précédemment est correcte, elle décrit bien la thermocinétique de la sonde incluse dans le milieu poreux sol.

Lorsque la résistance thermique de contact entre la sonde à choc et le sol environnant est nulle, la mise en régime asymptotique est atteinte très rapidement en une vingtaine de secondes. Pour une valeur modérée de cette résistance thermique de contact, c'est après une durée de chauffage proche d'une minute que le régime asymptotique est atteint. Par contre, pour les valeurs élevées de la résistance thermique de contact que nous avons testées, le régime asymptotique n'est effectivement

établi qu'après une longue période après le début du chauffage. Autant dire qu'alors les hypothèses faites pour l'établissement du modèle conductif ne sont plus vérifiées.

<u>Simulateurs :</u>
-solution complète : SCOMPLET.PAS
-solution temps long : SASYMPTE.PAS
-solution asymptotique : SASYMPTE.PAS
<u>Caractéristiques thermophysiques constantes</u>
$M_1 = 16,77 \cdot 10^{-3} \text{ kg.m}^{-2}$
$C_1 = 567,1 \text{ J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$
$\rho_1 = 1694 \text{ kg.m}^{-3}$
$C_2 = 948 \text{ J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$
$\lambda^* = 1,0 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$
<u>Valeurs de simulation de la résistance thermique R_c en $\text{m}^2 \cdot \text{K} \cdot \text{W}^{-1}$</u>
0,0 ; 0,012 ; 0,040



Tab 4.19 et Fig 4.20 – Variation de la résistance thermique de contact entre la sonde et le sol. Paramètres de simulation et graphes de la thermocinétique simulée du capteur du conductivimètre thermique.

Les tendances générales principales qui apparaissent à l'occasion de cette étude peuvent être résumées dans les trois observations suivantes:

- plus la résistance thermique de contact entre la sonde et le sol croît et plus l'élévation maximale de la température de la sonde pendant l'essai est élevée;
- la forme de la courbe thermogramme de la sonde est fortement influencée par la valeur de la résistance thermique de contact sol-sonde, plus cette dernière croît et plus la partie sigmoïdale est développée;
- en valeur relative rapportée à l'élévation maximale de la température de la sonde, la variation de température pendant la période terminale de l'essai durant laquelle est calculée la régression linéaire pour l'ajustement de l'asymptote est beaucoup plus faible quand la résistance thermique de contact sol-sonde est grande.

Ceci souligne l'importance primordiale pour la qualité du mesurage, de l'opération de mise en place des capteurs lors de l'instrumentation des échantillons.

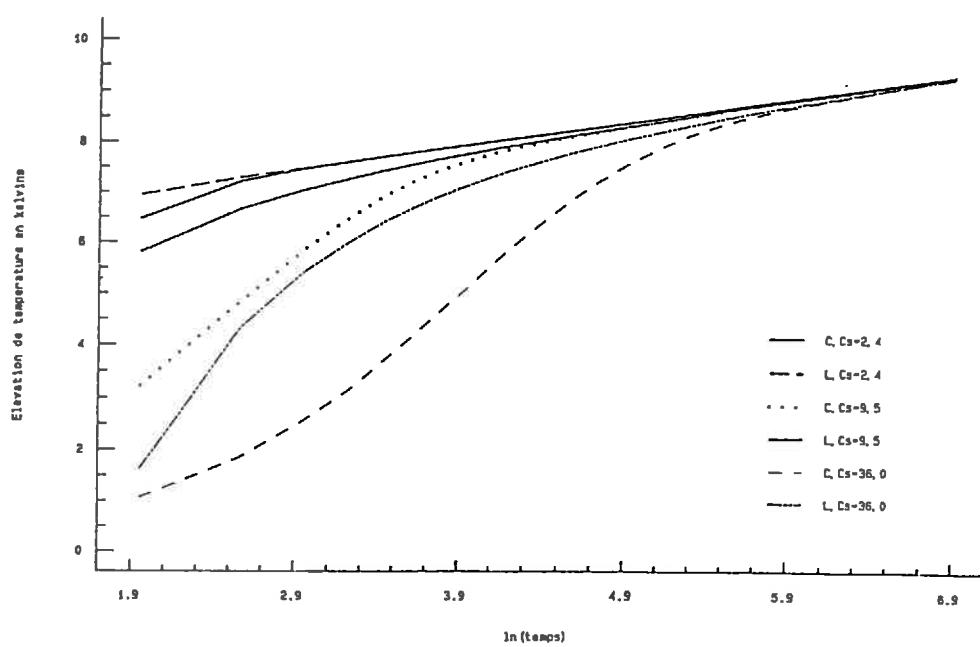
Pour étudier *l'influence de la capacité thermique de la sonde à choc sur sa thermocinétique* nous avons simulé une phase de chauffage de dix-huit minutes, c'est à dire d'une durée longue par rapport à celle réellement utilisée.

Cette influence sur l'élévation totale de la température en fin de la phase de chauffage pendant un mesurage est très faible. Dans les exemples types présentés, cette élévation est dans les trois cas voisine de neuf virgule deux kelvins.

La mise en régime asymptotique est d'autant plus rapide que la capacité thermique de la sonde à choc est faible, le retard étant en effet dû à la quantité de chaleur absorbée par la sonde elle-même pour éléver sa température et qui, par conséquent, n'est pas transmise au sol environnant. Si la mise en régime asymptotique de la sonde utilisée apparaît après trois minutes de chauffage, celle d'une sonde d'inertie thermique plus faible, équivalente à celle du seul cylindre d'acier Inconel, est beaucoup plus rapide, d'une durée de l'ordre de la vingtaine de secondes. Par contre, pour une

sonde à choc dont la capacité thermique serait égale à celle d'un cylindre plein en acier Inconel, la durée nécessaire à la mise en régime asymptotique est supérieure à dix-sept minutes.

<u>Simulations:</u>
- solution complète : SCOMPLETE.PAS
- solution temps long : SASYMPTE.PAS
- solution asymptotique : SASYMPTE.PAS
<u>Caractéristiques thermophysiques constantes</u>
$\rho_2 = 1694 \text{ kg.m}^{-3}$
$C_2 = 948 \text{ J.g}^{-1}\text{K}^{-1}$
$\lambda^* = 1,0 \text{ W.m}^{-1}\text{K}^{-1}$
$D_c = 0,012 \text{ m}^2\text{K.W}^{-1}$
<u>Valeurs de simulation de la capacité thermique linéaire du capteur</u>
$M_2 \text{ en } 10^{-3} \text{ kg.m}^{-3}$ 5,3 16,77 81,0
$C_2 \text{ en } \text{J.g}^{-1}\text{K}^{-1}$: 444,0 567,1 444,0

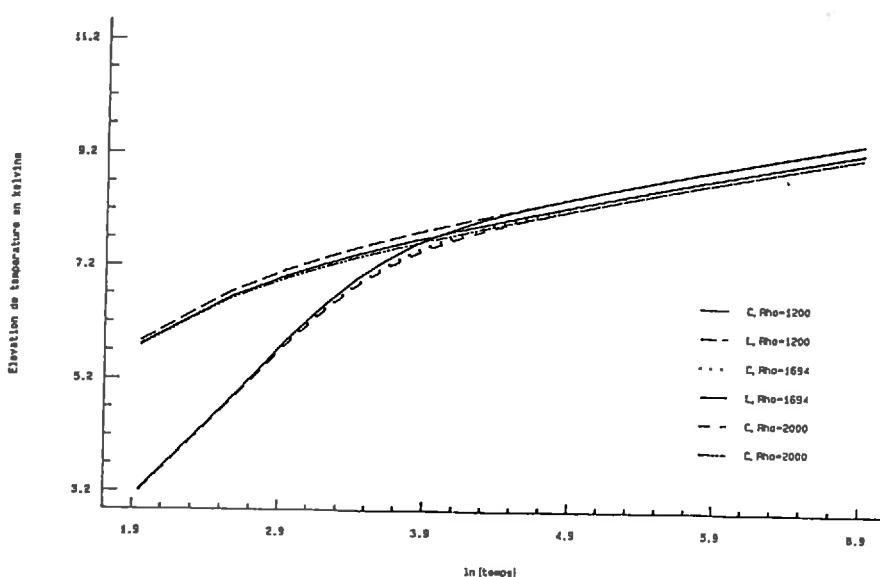


Tab 4.21 et Fig 4.22 – Variation de la capacité thermique de la sonde.

Paramètres de simulation et graphes de la thermocinétique simulée du capteur du conductivimètre thermique.

Ainsi apparaît, lié à la recherche d'une mise en régime asymptotique aussi rapide que possible, l'intérêt d'une inertie thermique très faible de la sonde à choc. Toutefois, il faut noter que l'abaissement de cette inertie thermique doit s'accompagner d'une amélioration corrélative de la qualité de l'instrumentation qui assure la libération d'un flux de chaleur constant dans le capteur et dont les instabilités seront de moins en moins filtrées.

<u>Simulateurs :</u>
- solution complète : SCOMPLET.PAS
- solution temps long : SASYMPTE.PAS
- solution asymptotique : SASYMPTE.PAS
<u>Caractéristiques thermophysiques constantes</u>
$M_2 = 16,77 \cdot 10^{-3} \text{ kg.m}^{-2}$
$C_1 = 567,1 \text{ J.}^{\circ}\text{C}^{-1}$
$C_2 = 948 \text{ J.}^{\circ}\text{C}^{-1}$
$\lambda^* = 1,0 \text{ W.}^{\circ}\text{m}^{-1}\text{K}^{-1}$
$R_c = 0,012 \text{ m}^2\text{.K.W}^{-1}$
<u>Valeurs de simulation de la masse volumique du sol</u>
$\rho_s \text{ en kg.m}^{-3} : 1200 ; 1694 ; 2000$

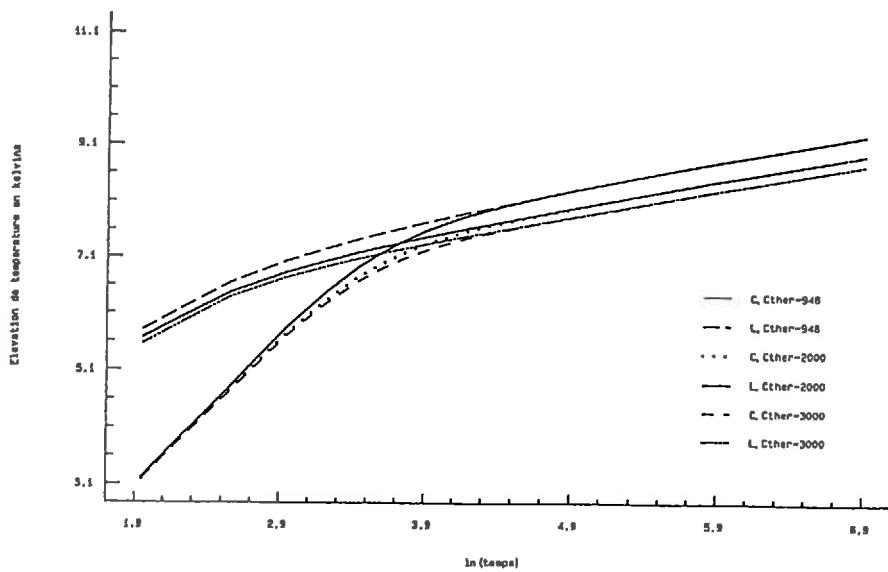


Tab 4.23 et Fig 4.24 – Variation de la masse volumique du sol. Paramètres de simulation et graphes de la thermocinétique simulée du capteur du conductivimètre thermique.

Lorsque l'on fait varier la *masse volumique du sol* apparaît immédiatement, au premier examen des thermogrammes, sa très faible influence sur la thermocinétique de la sonde à choc.

Le plan de simulation explore un domaine de *masse volumique* tel que l'on analyse l'effet des valeurs faibles, moyennes ou fortes de ρ_2 . Quelle que soit la valeur testée, le régime asymptotique apparaît environ trois minutes et demie après le début du chauffage et l'élévation totale de la température de la sonde est voisine de huit virgule cinq kelvins.

<u>Simulateurs :</u>	
- solution complète	: SCOMPLET.PAS
- solution temps long:	SASYMPTQ.PAS
- solution asymptotique:	SASYMPTQ.PAS
<u>Caractéristiques thermophysiques constantes</u>	
$M_1 = 16,77 \cdot 10^{-3}$	kg.m ⁻³
$C_1 = 567,1$	J.kg ⁻¹ K ⁻¹
$\rho_1 = 1694$	kg.m ⁻³
$\lambda^* = 1,0$	W.m ⁻² K ⁻¹
$\varrho_c = 0,012$	m ² .K.W ⁻¹
<u>Valeurs de simulation de la capacité thermique massique du sol</u>	
C_2 en J.kg ⁻¹ K ⁻¹ :	948 ; 2000 ; 3000



Tab 4.25 et Fig 4.26 – Variation de la capacité thermique massique du sol.

Paramètres de simulation et graphes de la thermocinétique simulée du capteur du conductivimètre thermique.

La variation de la capacité thermique du sol, tout comme celle de la masse volumique, a peu d'influence sur la thermocinétique de la sonde à choc thermique, et cet effet décroît lorsque la capacité thermique augmente.

Pour réaliser la simulation numérique de la thermocinétique de la sonde à choc thermique en fonction de la capacité thermique des sols, nous avons choisi trois valeurs de c_2 représentatives des sols à inertie thermique faible, moyenne ou forte. Les thermogrammes obtenus montrent que la capacité thermique du sol ne modifie pas la forme générale des courbes thermocinétiques qui se présentent, lorsque l'on se trouve en régime asymptotique, comme des droites parallèles de même pente dans le repère $[\ln(t), T_1(t)]$, l'écart entre deux droites quantifiant l'effet de la capacité thermique du sol. Toutefois l'élévation de la température du capteur décroît lorsque la capacité thermique du sol croît, et il en est de même pour l'instant d'apparition du régime asymptotique.

-IV.3.3- Pour conclure.

Il apparaît donc que seules deux caractéristiques du système physique sol-sonde à choc ont une influence significative sur la thermocinétique du capteur pendant les mesurages de la conductivité thermique. Ce sont les grandeurs d'influence qu'il est nécessaire sinon de maîtriser, tout au moins d'en pouvoir évaluer les effets.

La capacité thermique massique de la sonde à choc thermique, dont dépend l'inertie thermique, agit fortement sur la forme de la courbe thermocinétique du capteur pendant les mesurages et régit ainsi l'apparition du régime asymptotique.

La résistance thermique de contact entre le sol et le capteur, qui traduit la qualité de la mise en place de l'instrument, a une action extrêmement forte sur la thermocinétique du capteur observée pendant le mesurage, tant sur l'élévation de sa température que sur la forme de la courbe de réponse du dispositif.

On en déduit que l'utilisation correcte de la sonde à choc thermique pour la détermination de la conductivité thermique des sols nécessite un capteur de mesure dont la capacité thermique soit raisonnablement faible, et dont la mise en place dans le sol assure un contact optimal avec le matériau.

-IV.4- Le mesurage.

L'objectif du mesurage est de déterminer la thermocinétique du capteur du conductivimètre thermique inséré dans l'horizon pédologique dont on désire connaître la conductivité thermique.

L'étude est conduite sur les échantillons de sol décrits précédemment (cf II.5). Les sondes à choc thermique sont implantées horizontalement aux profondeurs de cinq, dix et quarante centimètres. A ces mêmes profondeurs sont installées des thermosondes à résistance de platine.

-IV.4.1- Le protocole expérimental.

Le protocole expérimental rassemble la suite raisonnée d'opérations et d'actions qui agissent sur le système ou recueillent ses réactions. On obtient ainsi une manifestation du comportement de ce système en réponse à une contrainte déterminée et connue. C'est ce protocole qui assure que toutes les procédures et mesurages nécessaires au bon déroulement de l'essai ont bien été réalisées, et ce dans l'ordre requis.

Il faut d'abord *vérifier les conditions initiales*, c'est à dire à mesurer la température dans le sol [Dorigny,56], à cinq dix et quarante centimètres de profondeur, puis suivre l'évolution de la température de la sonde à choc pour évaluer la dérive thermique du système avant l'application de la contrainte, et enfin à s'assurer de la stabilité de la température de la soudure de référence du thermocouple.

Le contrôle de la stabilité de la température initiale du système physique est obtenu par la scrutation pendant huit minutes de la température de la sonde à choc thermique. La fréquence d'échantillonnage de la température de la sonde est de cinq mesures par minute.

La phase suivante est celle de l'*application de la contrainte thermique*. Cette dernière est obtenue par l'intermédiaire d'un courant électrique continu constant que l'on fait circuler à travers le cylindre d'acier de la sonde à choc thermique. Ce courant, dont l'intensité est proche de deux ampères, est fourni par une alimentation électrique stabilisée. La puissance calorifique linéique libérée par effet joule a une valeur de 6 W.m^{-1} . Le mesurage de l'intensité du courant de chauffage est réalisé toutes les dix secondes. La puissance énergétique libérée, suffisamment faible pour

minimiser la thermomigration de l'eau, provoque une élévation de quelques kelvins de la température de la sonde à choc thermique. La phase de chauffage dure 986 secondes.

La *phase de refroidissement* qui succède à l'échauffement permet à la sonde à choc thermique de revenir à sa température initiale. Le mesurage de la température est réalisé pendant les 996 premières secondes du refroidissement.

La durée totale des trois étapes: contrôle de la dérive en température, échauffement, refroidissement, est de quarante et une minutes.

La fin du refroidissement est immédiatement suivie d'un nouveau mesurage de la température dans le sol aux profondeurs de cinq, dix et quarante centimètres, ce qui clos l'essai.

Le mesurage de l'humidité du sol est réalisé.

Sol sableux alluvial de BOU			Sol limoneux lessivé de Yerres			Sol argileux brunifié de Mézières		
Essai	\bar{I} A	$S_{\bar{I}}$ mA	Essai	\bar{I} A	$S_{\bar{I}}$ mA	Essai	\bar{I} A	$S_{\bar{I}}$ mA
44	2,00	20	39	1,98	4	50	1,95	6
32	1,98	4	49	1,96	5	61	1,97	6
27	1,96	6	38	1,97	4	51	1,96	6
45	1,99	3	24	1,97	4	77	1,90	6
65	1,96	8	57	1,95	4	62	1,97	6
66	1,97	4	72	1,99	8	42	1,96	7
67	1,96	7	46	1,97	5	20	2,01	3
55	1,97	5	37	1,98	5	53	1,95	9
31	1,97	4	59	1,97	7	60	1,97	6
25	1,97	4	23	1,96	8	21	1,97	5
43	1,99	4	74	1,98	8			
33	1,96	8						
26	1,98	7						

Tab 4.27 – Mesures de l'intensité du courant électrique de chauffage qui circule dans la sonde à choc pendant le mesurage de la conductivité thermique.

-IV.4.2- Les conditions expérimentales.

Les mesurages de la conductivité thermique des sols avec les conductivimètres à sonde à choc sont réalisés après la stabilisation du profil thermique dans les échantillons de sols étudiés. Cette stabilisation et uniformisation du profil des températures est obtenue en couvrant les échantillons et le sol environnant avec une couche d'isolant thermique, l'ensemble étant protégé des intempéries et du rayonnement solaire.

Nous avons réalisé, pour chacune des unités typologiques de sol étudiées, des mesurages de leur conductivité thermique apparente aux profondeurs de cinq, dix et quarante centimètres, et ceci pour différentes humidités allant du sol ressuyé au sol sec.

Les températures initiales auxquelles les mesurages ont été réalisés sont celles atteintes par les sols soumis aux conditions climatiques locales dans le milieu naturel du parc à instruments de l'observatoire pédoclimatique du centre de recherches INRA d'Orléans.

Sol sableux alluvial de BOU					Sol limoneux lessivé de Yerres					Sol argileux brunifié de Mérignac				
Profondeur cm.	Ensayo	H _{av} m ³ /m ³	T ₂ °C	$\frac{\Delta T_2}{\Delta t}$ K.s ⁻¹	Profondeur cm.	Ensayo	H _{av} m ³ /m ³	T ₂ °C	$\frac{\Delta T_2}{\Delta t}$ K.s ⁻¹	Profondeur cm.	Ensayo	H _{av} m ³ /m ³	T ₂ °C	$\frac{\Delta T_2}{\Delta t}$ K.s ⁻¹
5	44	0,08	10,3	-4.10 ⁻⁶	5	39	0,27	7,6	+9.10 ⁻⁶	5	50	0,23	18,0	+3.10 ⁻⁶
	32	0,17	8,6	+2.10 ⁻⁵	49	0,26	15,2	-5.10 ⁻⁶	61		0,46	23,1	-6.10 ⁻⁶	
	27	0,18	13,7	+7.10 ⁻⁶	38	0,27	7,5	+5.10 ⁻⁶	51		0,23	17,9	+2.10 ⁻⁶	
10	45	0,08	10,3	-4.10 ⁻⁶	10	24	0,27	15,9	+7.10 ⁻⁶	10	77	0,34	11,2	-5.10 ⁻⁶
	65	0,9	18,2	+2.10 ⁻⁶	57	0,27	21,9	-8.10 ⁻⁶	62		0,46	23,0	-7.10 ⁻⁶	
	66	0,9	18,2	+8.10 ⁻⁶	72	0,34	16,1	-4.10 ⁻⁶	42		0,49	21,1	+9.10 ⁻⁶	
	67	0,9	17,7	+9.10 ⁻⁶	46	0,21	15,0	-2.10 ⁻⁶	20		0,27	17,8	-1.10 ⁻⁵	
	55	0,14	21,1	-1.10 ⁻⁶	37	0,23	7,9	-6.10 ⁻⁶	53		0,44	17,7	-2.10 ⁻⁶	
	31	0,17	8,6	+2.10 ⁻⁶	40	59	0,24	21,5	+1.10 ⁻⁶		60	0,47	22,2	-5.10 ⁻⁶
	25	0,17	13,4	0	23	0,23	17,1	-1.10 ⁻⁵	21		0,24	17,8	-7.10 ⁻⁶	
40	43	0,09	10,4	-4.10 ⁻⁶	74	0,34	16,2	0						
	33	0,20	8,6	0										
	26	0,20	13,8	-3.10 ⁻⁶										

Tab 4.28 – Humidité volumique, température et stabilité du profil

thermique dans les échantillons de sol pendant les mesurages de la conductivité thermique.

-IV.4.3- Les résultats expérimentaux.

Ce sont d'une part les triplets de mesures $[t;T_1(t);I(t)]$ échantillonnant l'intensité du courant électrique de chauffage et la thermocinétique du capteur du conductivimètre thermique et, d'autre part, les données relatives aux conditions expérimentales à savoir le profil thermique de l'échantillon de sol avant et après l'essai, ainsi que son profil hydrique.

Le mesurage fournit un grand nombre de données à traiter pour en extraire l'information recherchée. Ces données sont stockées dans des fichiers informatiques.

Le premier contrôle de l'essai est réalisé aussitôt le mesurage et permet de détecter rapidement les erreurs et les anomalies de fonctionnement de la chaîne de mesure. La visualisation des mesures brutes constitue l'un des moyens les plus rapides et les plus globaux dont dispose l'opérateur pour les contrôler. Pour chaque essai nous avons tracé le thermogramme expérimental où l'on observe en particulier la valeur absolue de la température pendant l'essai, l'importance de la dérive de la température de la sonde à choc avant le début du chauffage, la régularité de la croissance de la température pendant le chauffage et la rapidité du comportement asymptotique de la sonde à choc, la régularité de la décroissance de la température pendant le refroidissement et le retour à la température initiale.

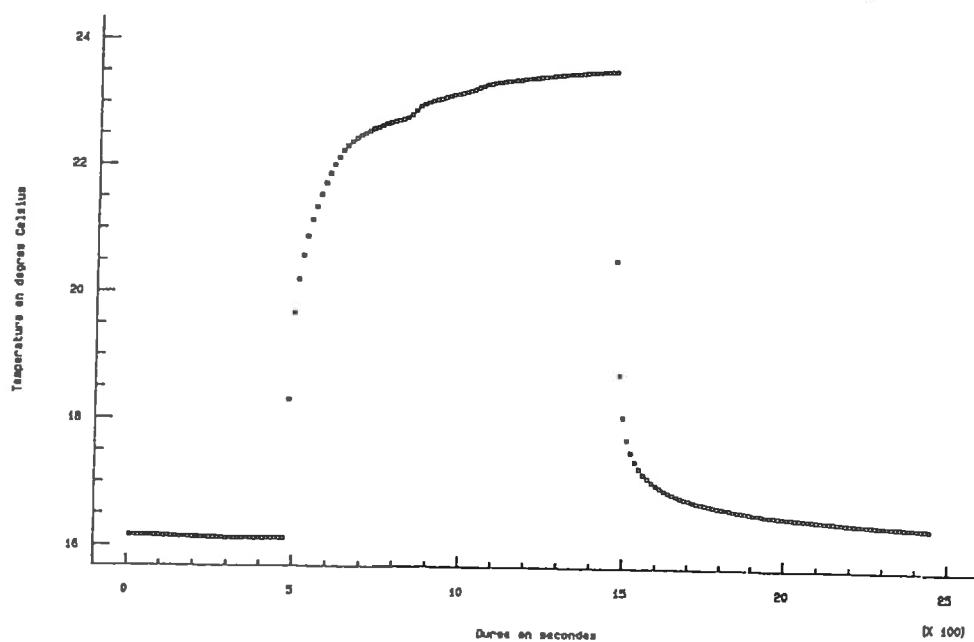


Fig 4.29 – Thermocinétique du capteur de conductivité thermique.

Exemple de visualisation des données brutes.

-IV.5- La correction des erreurs systématiques.

Ce sont les erreurs qui apparaissent lorsque le respect des hypothèses posées lors de l'établissement du modèle théorique de comportement thermique du système sol-sonde à choc ne sont pas rigoureusement respectées.

Parmi les hypothèses posées lors de l'étude analytique du problème thermocinétique (cf 4.1), certaines sont correctement vérifiées grâce à une fabrication adaptée de l'instrument de mesure.

Le flux d'énergie thermique émis par la sonde chauffante dans le sol qui l'environne possède une composante axiale et une composante radiale. La géométrie de la sonde est telle que le rapport du flux axial au flux radial est très petit [Blackwell,22,24]. Ceci permet de considérer que, dans l'approximation d'un milieu homogène thermiquement équivalent au sol, *le flux thermique qui circule dans le sol autour du capteur est radial*, et ceci particulièrement dans sa zone médiane où est placé la soudure de mesure du thermocouple.

Ceci étant établi nous allons détailler dans ce qui suit les méthodes qui ont permis de respecter les autres hypothèses. Une cause d'erreur systématique non explicitement envisagée lors de l'établissement des expressions analytiques de la température du capteur sera considérée, à savoir le volume de sol pris en compte pendant le mesurage. Enfin la fidélité du procédé de mesure sera examinée.

-IV.5.1- L'uniformité et la stabilité initiale de la température du système sonde-sol.

Le contrôle de l'uniformité et de la stabilité initiale de la température du système sonde-sol doit être réalisé car les expressions analytiques de la température du capteur ont été établies sous ces conditions.

Si la température du système physique n'est pas uniforme l'hypothèse de flux radial n'est plus valide et les mesures sont biaisées, le flux de chaleur s'écoulant préférentiellement vers les zones les plus froides.

Si la température du sol n'est pas stable, l'énergie thermique libérée par le capteur n'est pas la seule source de chaleur du système. Le bilan énergétique établi pour la sonde à choc doit prendre en compte un terme de flux thermique supplémentaire que l'on peut difficilement évaluer. Un nouveau biais est introduit si l'on néglige cet effet qui est d'autant plus important que la méthode d'analyse du signal thermique considère la pente de la relation entre la variation de température et le temps. Dans le cas le plus simple d'un effet linéaire, cette dérive se surimpose au signal thermique de l'essai lui même et elle se traduit par un effet de ligne de base non constante.

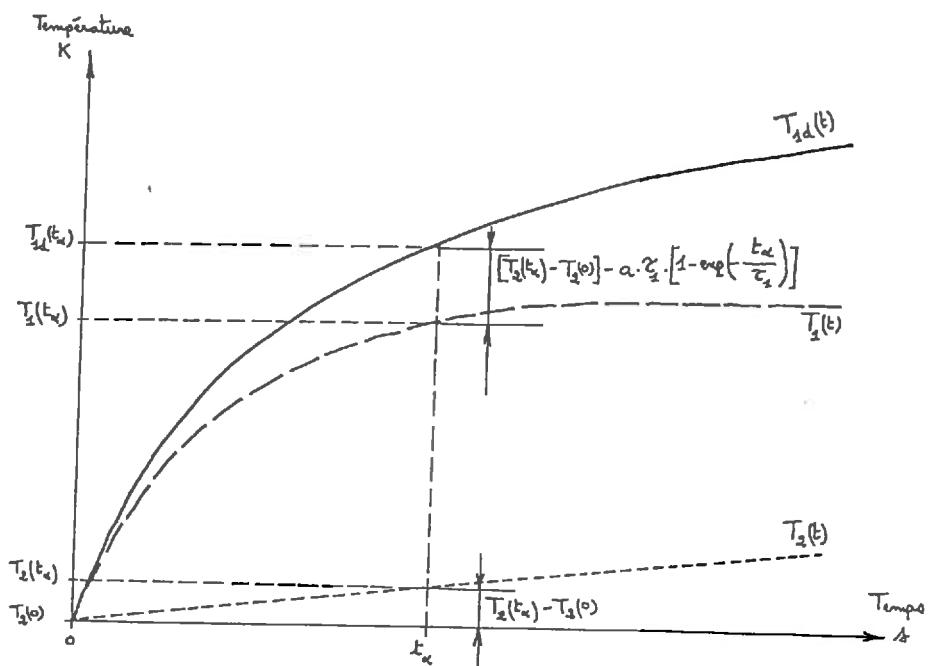


Fig 4.30 – Effet d'une faible variation temporelle linéaire de la température du sol sur la thermocinétique du capteur du conductivimètre thermique pendant le mesurage.

Pour réduire cette erreur, il faut tout d'abord stabiliser et uniformiser au mieux la température du système sol-sonde ce qui est toujours difficile en milieu naturel et nécessite des durées importantes

d'un ordre de grandeur de la dizaine de jours. L'isolation de la face supérieure de l'échantillon y rend négligeable les transferts de masse et de chaleur et permet, après une période de durée suffisante, d'obtenir un profil hydrique et un profil thermique stables, ce dernier étant localement quasiment uniforme au niveau du capteur du conductivimètre à sonde à choc.

Ensuite, il est indispensable de connaître la dérive résiduelle pour réaliser une correction. Dans ce but la température dans le sol est mesurée juste avant et sitôt après la phase active de l'essai, ce qui détermine l'importance de la dérive en température du sol. Si cette dernière est suffisamment faible nous pouvons, compte-tenu de la très grande inertie thermique du système, la modéliser par une variation linéaire.

$$(4.26) \quad T_2(r, t) = a \cdot t + T_2(r, 0)$$

avec

a la dérive temporelle de la température du sol en $K.s^{-1}$.

L'écart entre la température effective $T_{1d}(t)$ du capteur du conductivimètre et sa température $T_1(t)$ lorsque celle du sol ne dérive pas est:

$$(4.27) \quad T_{1d}(t) - T_1(t) = T_2(R_e, t) - T_2(R_e, 0) - a \cdot \tau_1 \left[1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau_1}\right) \right]$$

avec

$$\tau_1 = M_1 \cdot c_1 \cdot \frac{R_e}{2\pi R_e} \quad \text{la constante de temps de la sonde assimilée à un système physique du premier ordre, en } s.$$

Lorsque l'on atteint le régime asymptotique, $t \gg \tau_1$, et si a est petite:

$$(4.28) \quad T_1(t) \approx T_{1d}(t) - a \cdot t$$

Les valeurs de la dérive temporelle de la température du sol relevées pendant les essais sont faibles, comprises entre $-8 \cdot 10^{-6} K/s$ et $+2 \cdot 10^{-5} K/s$.

Pendant la durée du régime asymptotique, le biais dû à la dérive temporelle de la température du sol peut être corrigé.

-IV.5.2- La constance du flux d'énergie thermique libéré pendant la phase de chauffage.

Le flux Q d'énergie thermique est libéré par effet joule dans le capteur du conductivimètre. Sa constance est donc liée à celle du courant électrique I de chauffage, de la résistance ohmique R_n et des caractéristiques géométriques de la sonde pendant l'essai.

$$(4.29) \quad Q(t) = 0 \quad si \quad t < 0 \quad et \quad t < t_c$$

$$Q(t) = R_n I^2 \quad si \quad 0 \leq t \leq t_c$$

avec t_c l'instant de la fin du chauffage, en s.

La dilatation linéaire du tube d'acier est de $0,17 \text{ nm.K}^{-1}$. La variation de la longueur L_1 du cylindre métallique de la sonde à choc sous l'effet de la faible élévation de la température pendant l'essai est négligeable.

La résistivité électrique de l'acier inoxydable Inconel utilisé pour la confection des sondes à choc évolue très peu en fonction de la température, et la variation des caractéristiques géométriques pendant l'essai provoque une variation totale relative de la résistivité électrique qui demeure inférieure à deux pour dix mille. Il en résulte que la variation de la résistance ohmique de la sonde à choc pendant l'essai est négligeable.

Le dernier facteur de fluctuation du flux d'énergie thermique est lié à la stabilité du courant électrique I de chauffage. L'analyse des mesures de ce courant obtenues pendant tous les essais indique une variation relative maximale de un et demi pour cent, ce qui conduit à une variation relative maximale de trois pour cent sur le flux pendant l'essai autour de la valeur moyenne. *Cet effet, qui ne peut être corrigé, constitue l'une des principales causes d'incertitude sur la mesure de la conductivité thermique.*

Une autre source d'erreur, signalée par quelques auteurs [Audibert,12], est celle due à la déformation du créneau de flux thermique échangé entre la sonde et le sol environnant. Dans le cas de notre chaîne de mesure la faible inertie thermique du corps de chauffe métallique de la sonde, recherchée et obtenue lors de la fabrication, rend ici le phénomène marginal devant l'erreur introduite par l'instabilité du courant de chauffage.

Deux éléments liés l'un au mode d'application de la contrainte thermique, l'autre à la fabrication du capteur, contribuent à l'*uniformité de la température dans la sonde*, tout au moins pendant la période où sa thermocinétique est asymptotique. Tout d'abord l'échauffement de la sonde est obtenu par effet joule dans tout le volume du cylindre métallique, et la conductivité thermique de ce dernier est beaucoup plus grande que celle du sol environnant.

Pour réaliser l'étude de l'uniformité de la température du capteur de la sonde à choc thermique pendant la phase de chauffage du mesurage de la conductivité thermique des sols nous avons utilisé les données expérimentales de trois essais réalisés dans l'horizon cultural du sol limoneux de Yévres, à une profondeur de dix centimètres. Lors de la construction du capteur deux soudures de mesure de thermocouples ont été insérées dans le cylindre métallique de la sonde à choc. L'une est disposée dans le plan médian et perpendiculaire à l'axe du cylindre comme pour tous les autres capteurs, sa température est notée $T_{1m}(t)$. L'autre soudure de mesure a été placée sur la même génératrice du cylindre que la précédente, mais dans le plan perpendiculaire et médian situé à mi-distance entre la première soudure de mesure et le point d'entrée du courant de chauffage, sa température est notée $T_{1s}(t)$. La comparaison de la thermocinétique du capteur de la sonde en chacun de ces points permet d'étudier l'uniformité en température de la sonde à choc pendant le mesurage de la conductivité thermique de l'horizon pédologique. Nous avons considéré deux aspects de la dynamique thermique du capteur, à savoir l'égalité de la température en chacun de ces deux points dans le temps, et aussi l'identité de leur dynamique thermique.

La vérification de l'égalité des températures en ces deux points du capteur nous a conduit à construire le graphe des différences de température $\{[T_{1m}(t)-T_{1m}(0)]-[T_{1s}(t)-T_{1s}(0)]\}$ en fonction du temps. On observe qu'après une période initiale transitoire, l'écart de la température entre les deux points du capteur de la sonde à choc se stabilise à une valeur faible, de l'ordre de grandeur de l'incertitude sur les mesures de température.

L'identité des dynamiques thermiques entre les points de mesure sur le capteur de la sonde à choc est étudiée sur le graphe des écarts de la variation de la température entre deux scrutations successives des thermomètres aux instants t_1 et t_2 , soit: $\{T_{1m}(t_2)-T_{1m}(t_1)\}-\{T_{1s}(t_2)-T_{1s}(t_1)\}/(t_2-t_1)$. Les valeurs obtenues, après une brève période initiale transitoire sont peu différentes, et l'on peut considérer que la dynamique de la température pendant la phase de chauffage du

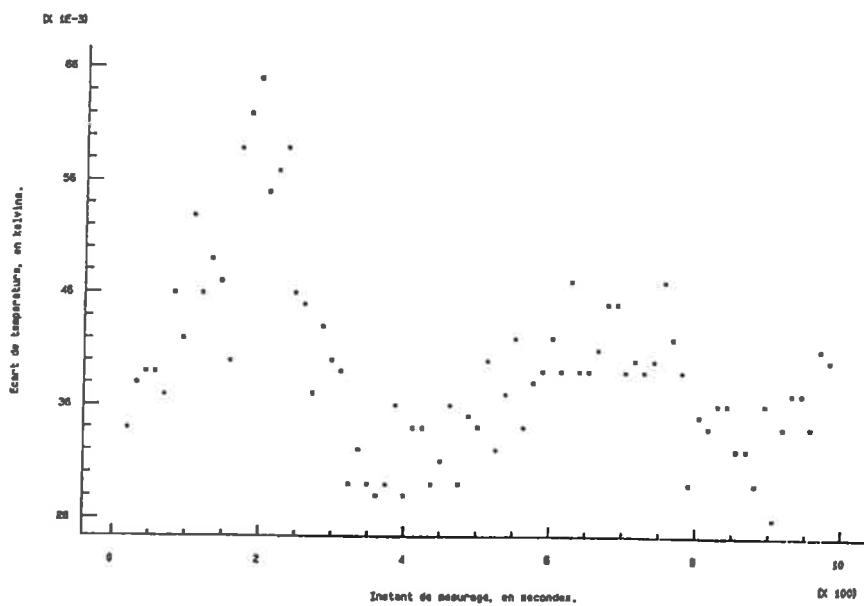


Fig 4.31 – Mesures de l'écart de température entre deux points du capteur du conductivimètre thermique pendant la phase de chauffage, (capteur TH5, essai Esond057).

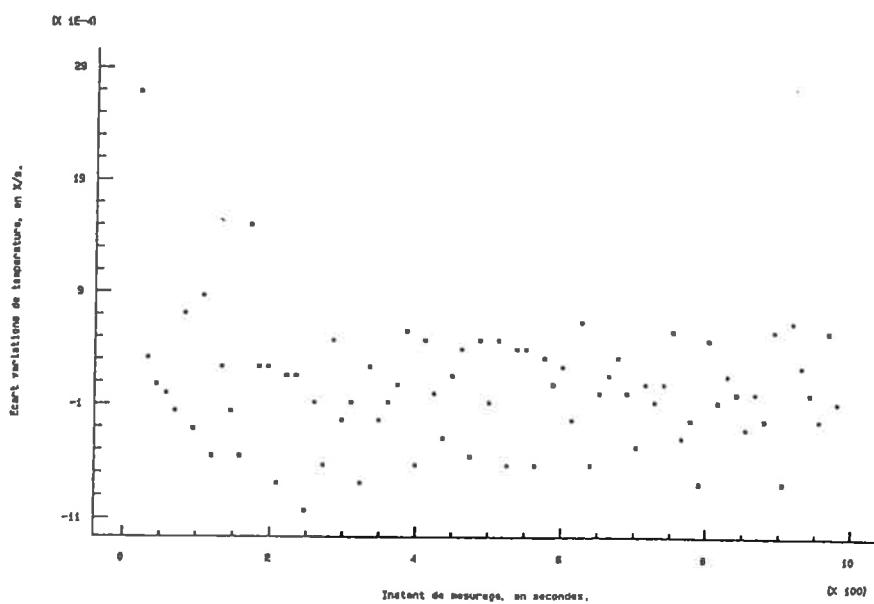


Fig 4.32 – Mesures des variations temporelles de l'écart de température entre deux points du capteur du conductivimètre thermique, (capteur TH5, essai Esond057).

mesurage de la conductivité thermique de l'horizon pédologique avec la sonde à choc est la même en tout point du capteur.

En conséquence, le biais sur la détermination de la conductivité thermique de l'horizon pédologique dû à la non-uniformité de la température du capteur sera considéré comme négligeable, la mesure de la thermocinétique étant observée dans la partie médiane de la sonde.

-IV.5.3- La thermomigration de l'eau du sol.

L'analyse théorique du mesurage de la conductivité thermique des sols, que nous avons réalisée pour établir les expressions analytiques de la température du capteur, fait l'hypothèse d'un transfert calorifique essentiellement conductif, le déplacement de chaleur associé au mouvement d'eau induit par les gradients de température devant être négligeable. Ceci conduit à des essais de courte durée, mais un laps de temps minimum est nécessaire pour que l'onde thermique intéresse un volume suffisant de matériau et que le signal recueilli ne traduise pas essentiellement un phénomène d'interface entre la sonde et le sol.

C'est l'échauffement du capteur qui provoque le déséquilibre thermique dans le milieu étudié, et l'effet de thermomigration de l'eau trouve son origine dans les phénomènes de dilatation des gaz, eux mêmes à l'origine d'un déséquilibre du champ de pression. Les forces ainsi engendrées produisent le mouvement de la phase fluide dans le milieu poreux.

Les conséquences de la thermo-migration de l'eau du sol pour le mesurage de la conductivité thermique sont doubles. Tout d'abord *un transport de chaleur non conductif*, ce qui biaise les modèles établis en n'en respectant pas les hypothèses. Deuxièmement, *un dessèchement progressif du sol autour de la sonde à choc*, ce qui peut entacher gravement la mesure si l'effet est important, particulièrement lors de l'exploitation des thermogrammes de refroidissement.

L'effet perturbateur est dû à l'échauffement de la sonde, en valeur et en durée, et croît avec lui. Il est donc très important de *réduire l'amplitude du saut de température de la sonde à choc thermique pendant l'essai* pour minimiser les gradients thermiques qui en résultent. C'est par conséquent à ce niveau que l'on doit intervenir en sachant toutefois qu'un signal suffisant peut seul permettre une mesure correcte et que, de plus, nous maîtrisons peu l'effet dû à la résistance

thermique de contact entre la sonde à choc et le sol. Le flux thermique linéique utilisé est faible, voisin de six watts par mètre de longueur de sonde à choc thermique. L'élévation de la température de la sonde lors des essais que nous avons réalisés varie de un à près de dix kelvins.

L'étude expérimentale de l'effet dû à la thermomigration de l'eau pendant le mesurage avec les dispositifs chauffants de la conductivité thermique des horizons pédologiques est extrêmement complexe et seule une évaluation théorique du phénomène peut être faite. Pendant les mesurages il n'y a pas de transferts de masse ou de chaleur autres que ceux provoqués par le mesurage si les profils hydrique et thermique du sol demeurent constants. L'équation de la densité de flux de chaleur produit par la sonde est, au niveau macroscopique:

$$(4.30) \quad \vec{J}_q = -\lambda^* \nabla T + \vec{J}_t \cdot h + \vec{J}_v \cdot L$$

L'erreur absolue commise, par rapport aux hypothèses faites lors de l'établissement de l'expression analytique de la température du capteur est donc égale à:

$$(4.31) \quad \delta \vec{J}_q = \vec{J}_t \cdot h + \vec{J}_v \cdot L$$

Le mesurage du flux massique total \vec{J}_t et du flux massique de la phase vapeur \vec{J}_v est actuellement irréalisable. Cependant De Vries et Peck [DeVries,54] en ont donné une évaluation en appliquant la transformation de Cranck aux équations du transfert couplé de masse et de chaleur, et ils ont pu réaliser une estimation numérique du phénomène de thermomigration. Dans un sol initialement à l'équilibre thermique et hydraulique, l'eau est mise en mouvement par une source de chaleur dans une direction opposée au gradient de température. Ce mouvement est contrecarré par un mouvement réciproque de l'eau sous l'influence du gradient de potentiel hydrique ainsi créé, l'effet de la gravité étant très faible. Ces deux effets antagonistes minimisent la valeur du flux massique total jusqu'à le rendre *négligeable pour des gradients de température voisin de cent kelvins par mètre*, ordre de grandeur qui correspond à nos expériences. La cinétique des phénomènes est également à considérer, l'effet thermique étant plus rapide que l'effet hydraulique,

cette compensation n'est pas instantanée mais demande une certain temps pour être effective, ce qui conforte la réalisation d'essai de durée suffisante.

Nous n'avons pas appliqué de correction au biais dû à la thermomigration de l'eau sous l'effet de l'onde de chaleur provenant du capteur, celui-ci étant négligeable dans nos conditions de mesurage.

-IV.5.4- Le volume de sol pris en compte pendant le mesurage.

Le volume de sol pris en compte dans la mesure doit être suffisant pour approximer le volume élémentaire représentatif de l'horizon pédologique.

Dans ces milieux relativement peu conducteurs de la chaleur, il faut considérer la durée nécessaire à la propagation du signal thermique pour une longueur suffisante de pénétration de la chaleur.

La considération du phénomène thermocinétique à l'échelle macroscopique se traduit donc par un volume élémentaire de mesure que la perturbation thermique doit parcourir à un niveau significatif, c'est à dire y engendrer une variation de la température telle que l'état du système puisse être considéré en évolution. .

Nous avons déduit la longueur minimale de la sonde de la structuration des horizons pédologiques (cf II). Il reste à apprécier le volume élémentaire de mesure (VEM), donc à déterminer une seconde dimension si l'on considère une géométrie cylindrique. Celle-ci est fournie par la chaleur elle même à travers la distance qu'elle parcourt dans le sol sous l'influence du gradient de température. Ici encore notre but n'est pas de déterminer précisément un longueur, mais d'en obtenir une estimation suffisamment exacte pour assurer que nos mesures de conductivité thermique se rapportent bien aux objets étudiés, en l'occurrence les horizons pédologiques.

Pour évaluer cette seconde longueur nous utilisons la solution complète développée précédemment lors de l'étude de la théorie du mesurage de la conductivité thermique en régime variable. Cette méthode utilisant le modèle cylindrique, il faut définir un rayon d'action R_a de la sonde à choc c'est à dire la distance au-delà de laquelle le milieu est demeuré à sa température constante initiale T_i . Dans l'approximation des temps longs il est légitime de considérer que, dans le plan médian et orthogonal à l'axe du capteur cylindrique, le champ de température créé par l'impulsion de chaleur délivrée dans la sonde à choc coïncide avec celui créé par une sonde de même axe et de longueur

infinie, tout au moins à une distance $r \gg R_a$. Quand le nombre de Fourier F_o est grand, c'est à dire lorsque le régime asymptotique est atteint, la température dans le sol est donnée par la relation approchée:

$$(4.32) \quad T_2(r, t) - T_2(r, 0) \approx \frac{Q}{4\pi\lambda^*} \cdot \left[\ln(4F_o) - \gamma \right]$$

Le rayon d'action R_a est la plus grande valeur du rayon r du cylindre de sol où l'effet du chauffage de la sonde s'est fait sentir, c'est à dire où $T_2(r, t) = T_2(r, 0)$. Le tableau 4.33 donne des valeurs de R_a recouvrant le domaine des valeurs de diffusivité thermique rencontrées dans les sols, et pour plusieurs valeurs de la durée du chauffage. Les valeurs de l'épaisseur intéressée par l'onde de chaleur provenant de la sonde à choc sont égales à deux fois le rayon d'action.

En conclusion de cette étude sur le volume élémentaire de mesurage de la conductivité thermique dans les sols nous pouvons dire que la longueur du capteur de la sonde à choc doit être suffisante, égale ou supérieure à vingt centimètres, et que la durée de l'essai doit permettre la contribution d'un volume minimal de sol. Ces résultats ont été pris en compte dans le travail présenté.

Durée de chauffage, ms Diffusivité thermique, cm ² /s	60	180	300	620	987
$1 \cdot 10^{-7}$	0,4	0,6	0,8	1,2	1,5
$3 \cdot 10^{-7}$	0,6	1,1	1,4	2,0	2,6
$5 \cdot 10^{-7}$	0,8	1,4	1,8	2,6	3,3
$8 \cdot 10^{-7}$	1,0	1,8	2,3	3,3	4,2

Tab 4.33 – Valeurs, en centimètres, du rayon d'action R_a de la sonde à choc thermique.

-IV.5.5- La répétabilité et la reproductibilité du mesurage.

La fidélité d'un procédé de mesure est un critère métrologique important. Nous avons testé la répétabilité de la méthode en reproduisant à plusieurs reprises le mesurage de la conductivité thermique d'un sol, chaque essai n'étant séparé du précédent que par l'intervalle de temps nécessaire au système pour retrouver son équilibre thermique. La dispersion relative des valeurs obtenues de la conductivité thermique est du même ordre de grandeur que celle des fluctuations du courant de chauffage.

Par contre, si l'on considère la reproductibilité des mesurages de la conductivité thermique de sol faits à la même profondeur dans un horizon pédologique, mais en des endroits différents espacés de vingt centimètres, les variations sont plus importantes.

Horizon pédologique	Texture	Conductivité thermique W.m ⁻¹ K ⁻¹		
		m	\bar{x}	S _{x̄}
A _P	S	3	1,53	0,03
A ₂ + B ₃	S + SA	3	1,31	0,06
A _P ..	S	2	1,66	0,10
A _{3g}	S	2	2,70	0,11
A _{P4}	SL	3	0,87	0,10
B _C	SL	3	1,77	0,21
C	S	3	1,53	0,10
A _P ..	SA	3	1,40	0,13
B _{2g}	AS	3	1,87	0,22
B/C ₃	AS	3	2,59	0,67
A _P	SA	3	1,83	0,35
B _{1g}	AS	3	1,88	0,05
B ₂₊₃	AS	3	2,56	0,60
A _P	SA	3	2,12	0,19
B _{1g}	AS	2	1,98	0,15
B ₂₊₃	AS	3	2,03	0,22
A _P	AL	5	1,45	0,24
(B) ₃	AL	2	2,58	0,42
B/C ₃	AL	3	1,48	0,17
A _P	AL	3	1,31	0,04
(B) ₃	AL	3	1,99	0,42
B _{2g}	AL	2	2,61	0,72
A _P	AL	5	1,16	0,07
(B) ₃	AL	3	1,22	0,13
B _{3g}	AL	3	1,14	0,08

Tab 4.34 – Fidélité du procédé de mesure de la conductivité thermique des sols avec la sonde à choc. Mesures avec un capteur de 10cm de long.

Le tableau 4.34 présente, à titre d'exemple, des résultats que nous avons acquis lors d'une étude sur des sols du Gâtinais avec une sonde de dix centimètres de longueur [Bussière,35].

La variabilité relative des mesures de la conductivité thermique est très importante, elle dépasse trente pour cent. Ceci montre l'inadéquation de la taille choisie du volume de mesurage, ce que l'on peut traduire, au vu de ce qui précéde, par l'utilisation de capteurs trop courts.

-IV.5.6- Pour conclure.

Cette étude des biais qui entachent les mesures de la conductivité thermique nous a conduit, lors des mesurages, à obtenir une stabilité et une uniformité suffisante de la température dans le sol, à éviter les effets néfastes de la thermomigration de l'eau dans le sol en limitant l'élévation de la température du capteur, et à considérer un volume de sol suffisant pour que les mesures soient représentatives de l'horizon pédologique. Les fluctuations du flux d'énergie thermique libéré pendant la phase de chauffage de l'essai constituent la principale cause résiduelle d'incertitude.

-IV.6- Les mesures de la conductivité thermique des sols.

Les mesurages fournissent des thermogrammes dont il faut extraire la mesure de la conductivité thermique apparente des horizons pédologiques.

Les données relatives à chacune des phases de l'essai sont traitées successivement. L'étude des mesures qui précédent la fermeture du circuit de chauffage fournit une valeur de la dérive de la température de la sonde à choc pendant cette période. Cette dérive, que l'on compare à celle obtenue avec la thermosonde, est exprimée par la pente de la droite des moindres carrés ajustée sur les mesures.

Nous allons décrire l'analyse de la phase d'échauffement du capteur pendant la durée d'application de la contrainte thermique. Ceci détermine les paramètres du modèle utilisé (asymptotique ou temps longs) d'où est extraite la mesure de la conductivité thermique apparente des horizons pédologiques.

Nous n'avons pas utilisé la thermocinétique de refroidissement pour le mesurage de la conductivité thermique apparente des horizons pédologiques. Cela est théoriquement possible si le principe de superposition est applicable. Sous cette hypothèse, on peut considérer que l'arrêt de l'échauffement du capteur n'est pas dû à l'extinction du flux calorifique appliqué, mais est équivalent à l'application d'une contrainte thermique supplémentaire, dont l'amplitude a la même valeur absolue que l'existant, mais dont l'effet est inverse [Leroy,104]. Toutefois, cette partie de la thermocinétique du capteur présente la mémoire des effets précédents, en particulier ceux liés à un éventuel dessèchement du matériau lié à la thermomigration de l'eau à proximité immédiate de la sonde. L'importance de cet effet est évalué par la comparaison des mesures de la conductivité thermique obtenue lors de l'échauffement et du refroidissement du capteur [De Vries,53,54].

-IV.6.1- L'analyse des fichiers "environnement".

Celle ci concerne les fichiers créés lors de l'essai, et intéresse essentiellement des données relatives à la période de déroulement du mesurage: date, jour et heure, durée.

Les mesures de température dans l'échantillon de sol aux profondeurs de cinq, dix et quarante centimètres pour lesquelles sont obtenues les mesures de la conductivité thermique y figurent

également. Le profil thermique de l'échantillon de sol est ainsi mesuré en trois points, juste avant et sitôt après l'acquisition du thermogramme expérimental du capteur du conductivimètre thermique. Un exemple des résultats du traitement des données obtenus pour un essai, relatifs au profil thermique du sol, sont rassemblés dans le tableau 4.35. Ils donnent la valeur de la température à la profondeur où sont implantées les sondes à choc, juste avant et sitôt après le mesurage du thermogramme, ainsi que l'évolution de cette température pendant la durée de l'essai.

Durée entre deux mesures sur thermosondes : 2575 s

Profondeur en cm	Temp Début °C	Temp Fin °C	Temp Dérive °C/s
5	16.211	16.247	1.401E-0005
10	16.071	16.100	1.096E-0005
40	15.756	15.748	-2.989E-0006

Tab 4.35 – Mesures de la température dans le sol et de la dérive du profil thermique pendant le mesurage de la conductivité thermique d'un horizon pédologique.

-IV.6.2- L'analyse du thermogramme.

L'objectif de l'analyse du thermogramme obtenu lors d'un essai est d'en extraire la valeur de la conductivité thermique apparente de l'horizon pédologique étudié.

Pour cela nous utilisons les expressions analytiques de la température du capteur du conductivimètre thermique précédemment établies. La mise en oeuvre de la solution complète de $T_I(t)$ étant très délicate, nous avons choisi d'utiliser les deux autres expressions analytiques de la température du capteur.

Ces dernières n'étant valides que sous certaines hypothèses conduisent à examiner au préalable les conditions de leur utilisation, c'est à dire à répondre aux questions suivantes:

- Y-a-t-il réellement, pendant l'essai, un régime asymptotique de la thermocinétique du capteur de la sonde à choc thermique inséré dans le sol?

- Ce régime asymptotique est-il véritablement atteint?
- Comment déterminer la période de l'essai où l'on doit évaluer la conductivité thermique de l'horizon pédologique?

Nous avons traité les phases de chauffage de tous nos essais de détermination de la conductivité thermique. Si, très généralement, nous observons en début de la phase de chauffage des essais et sitôt la phase transitoire achevée, l'apparition d'une période pendant laquelle la pente de la tangente à la courbe thermocinétique ne varie pas ou très peu, la durée de cette période est variable et peut être courte, au regard du temps utile à l'onde de chaleur émise pour parcourir une distance suffisante dans le sol et ainsi satisfaire l'exigence d'un VEM de taille adaptée. La nécessité est de poursuivre plus longtemps la phase de chauffage, et ceci sans provoquer la thermomigration de l'eau. Dans ces conditions, et ainsi que l'on déjà fait remarquer certains auteurs [Perrin,124], le régime asymptotique de la thermocinétique du capteur du conductivimètre n'est pas aussi uniforme que le calcul le prédit et présente souvent plusieurs pentes pour un même essai. A l'examen des résultats obtenus, deux types de situations se dégagent à savoir celle où la pente de la tangente varie continuellement ou celle où elle varie par sauts.

L'examen des thermocinétiques des sondes à choc nécessite leur traitement numérique. Ces courbes représentent une relation fonctionnelle, définie et continue, entre la température du capteur et le temps. Pour faire apparaître les zones utiles de la thermocinétique nous utilisons le fait que le régime asymptotique se traduit théoriquement par l'apparition d'une relation linéaire entre la variation de la température du capteur de la sonde à choc thermique et le temps. Alors la pente de la tangente à la courbe thermocinétique $T=f[\ln(t)]$ est constante, et son graphe en fonction du temps doit faire apparaître un palier.

Nous avons appliqué cette démarche à nos résultats expérimentaux en l'adaptant aux particularités des mesures de température. Celles-ci sont entachées d'une incertitude qui ne permet pas l'utilisation directe de la droite tangente calculée numériquement à partir de l'expression de $T_{1(t)}$. En vue d'explorer toutes les données de l'essai, une procédure de calcul sur une fenêtre mobile est utilisée. Une régression linéaire par les moindres carrés est calculée pour un groupe de trois points

de mesure consécutifs de la courbe thermocinétique $T=f[\ln(t)]$. Le calcul est itéré en décalant à chaque fois le domaine analysé d'un point. Parmi les nombreuses valeurs testées, *la durée de vingt-quatre secondes est celle qui permet de mieux cerner les périodes de régime log-linéaire*, donc de délimiter le domaine du thermogramme utilisable pour la détermination de la conductivité thermique.

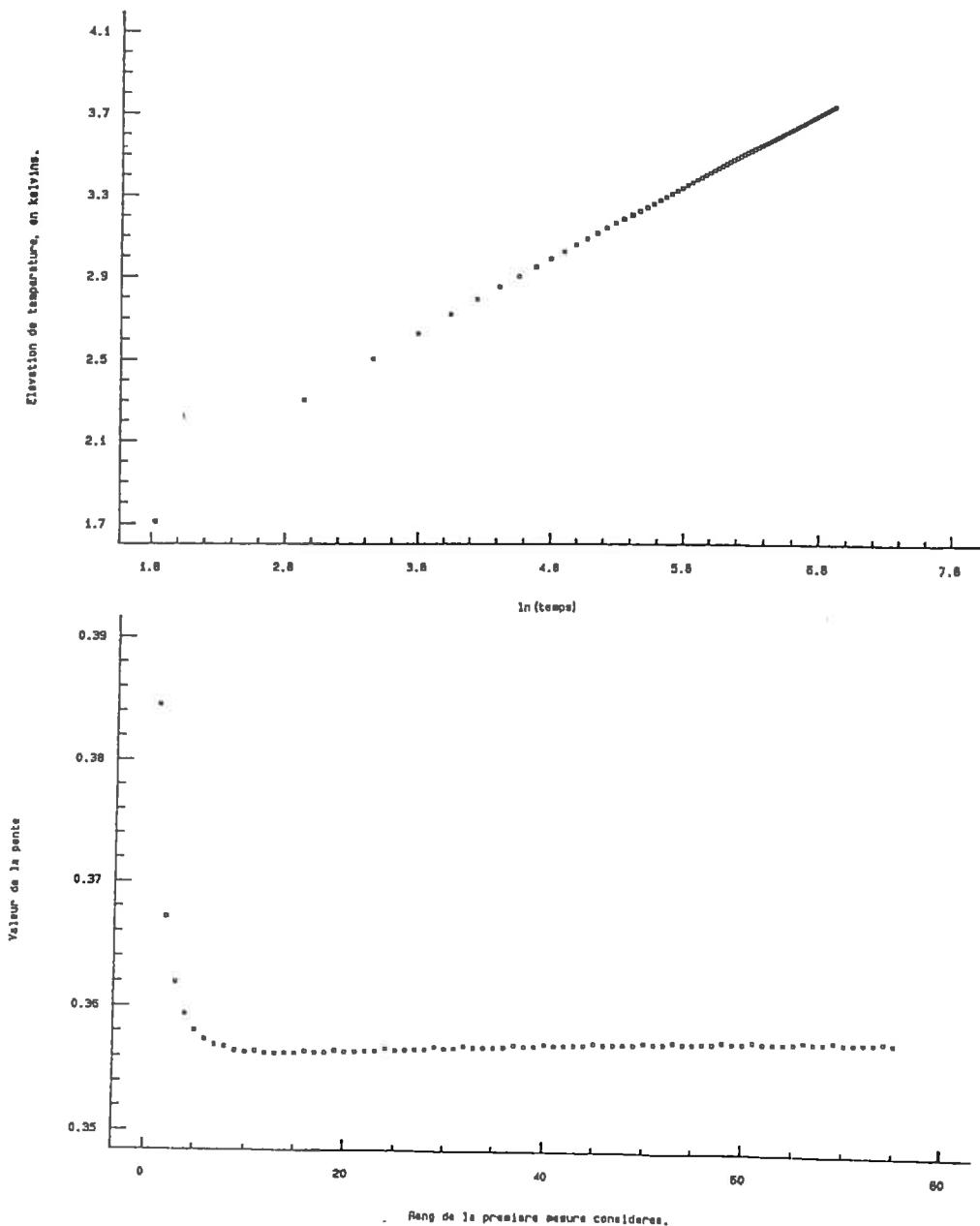


Fig 4.36 – Thermogramme simulé du capteur du conductivimètre thermique, et
graphie des valeurs de la pente de sa tangente.

Avant de traiter nos mesures nous avons testé la méthode sur des données simulées à partir du modèle développé précédemment et pour des sols hypothétiques ayant des propriétés de transferts thermiques apparentes comparables à celles rencontrées lors des essais. Le figure 4.36 présente les résultats obtenus. Le graphe de la pente de la tangente au thermogramme $T=f[\ln(t)]$ montre deux parties bien distinctes, à savoir une décroissance rapide pendant la période initiale transitoire suivie d'un palier qui apparaît sitôt le régime asymptotique établi. Ceci valide notre procédure d'analyse.

Le second élément du système expérimental qui peut agir de façon significative sur l'évolution de la pente de la tangente au thermogramme est l'intensité du courant électrique de chauffage du capteur du conductivimètre. Pour tester sa stabilité indépendamment des propriétés du milieu complexe qu'est le sol et des difficultés d'implantation des capteurs, nous avons réalisé des mesurages dans un milieu homogène et isotrope à notre échelle d'investigation, en l'occurrence de l'huile silicone à haute viscosité.

La stabilité de l'intensité du courant électrique de chauffage du capteur délivré par notre dispositif expérimental, mais également l'effet des incertitudes sur les mesures de température peuvent être évalués.

Les graphes de la figure 4.37 sont représentatifs des résultats obtenus. Les mesures présentent un aspect moins régulier que leurs équivalents simulés mais font néanmoins apparaître très nettement une période initiale transitoire suivie d'une période où la pente de la tangente au thermogramme demeure presque constante.

L'accroissement important de la pente de la tangente au thermogramme observée en fin de période de chauffage est à attribuer à des phénomènes convectifs. En vue d'en diminuer l'influence nous avons étudié l'effet obtenu en réduisant l'intensité du courant électrique de chauffage jusqu'à l'obtention d'un flux thermique libéré de $0,4 \text{ W.m}^{-1}$. Le résultat n'est pas satisfaisant, la dégradation du rapport signal sur bruit ne permet plus la mise en évidence aisée d'une période de régime asymptotique. Il faut maintenir le flux thermique libéré à une valeur suffisante.

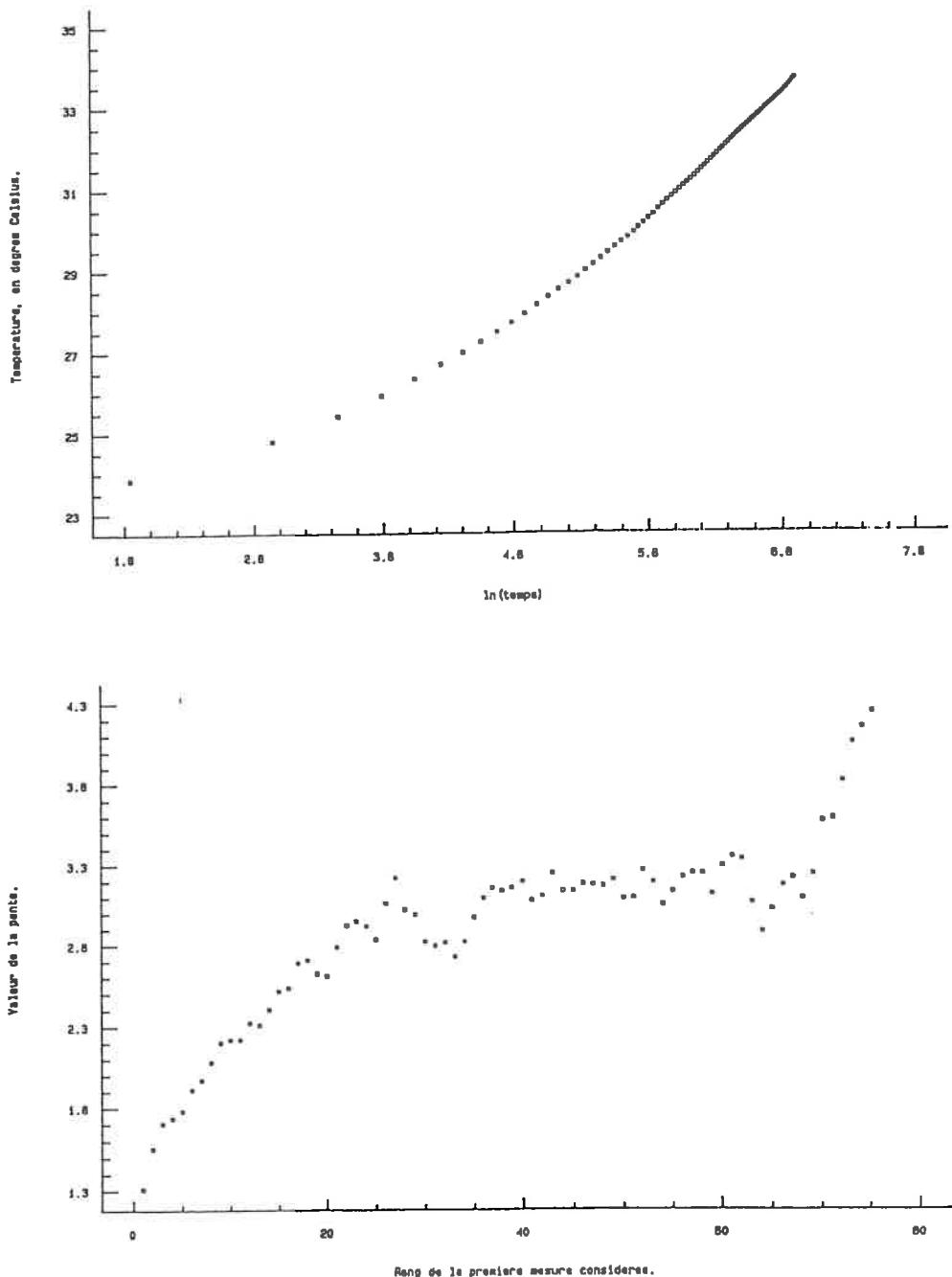


Fig 4.37 – Mesurage de la conductivité thermique d'une huile silicone à grande viscosité avec le conductivimètre à sonde à choc.
Thermogramme du capteur et graphe des valeurs de la pente de sa tangente.

L'analyse des thermogrammes expérimentaux montre que, même pour des instants éloignés de l'origine de la phase de chauffage, la pente de la tangente à la courbe thermocinétique varie.

Après une période initiale transitoire, la thermocinétique du capteur de la sonde à choc thermique est log-linéaire en fonction du temps. L'évolution constatée de la pente de l'asymptote lorsque l'échauffement se poursuit traduit la thermomigration centrifuge de l'eau par rapport au capteur.

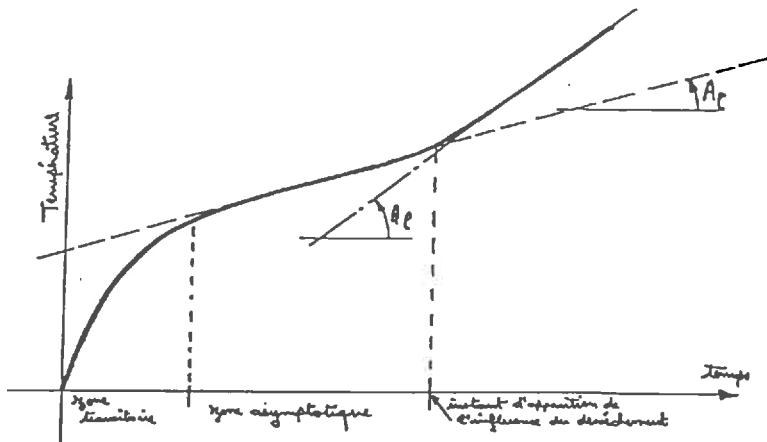


Fig 4.38 – Schéma du thermogramme montrant les différentes périodes à considérer lors de la détermination de la conductivité thermique apparente des horizons pédologiques.

La figure 4.38 présente le schéma du graphe théorique correspondant. On y retrouve au moins trois zones avec, en l'occurrence, une première partie transitoire à l'installation d'un régime stable et qui est étroitement liée aux caractéristiques thermiques propres de la sonde à choc. La seconde zone correspond au régime asymptotique recherché et qui exprime la conductivité thermique du milieu environnant la sonde. La durée d'existence de cette zone est variable et il lui succède, en général, une ou plusieurs autres zones de même type mais de pente différente, ce que l'on interprète par une évolution de la conductivité thermique du milieu environnant qui diminue à cause du dessèchement du sol au contact de la sonde par l'effet de la thermomigration de l'eau.

Le graphe de la figure 4.39 présente trois zones principales. La zone transitoire est suivie d'un domaine où la température du capteur varie de façon log-linéaire avec le temps. Enfin un second domaine à variation log-linéaire succède au premier, mais avec une pente différente.

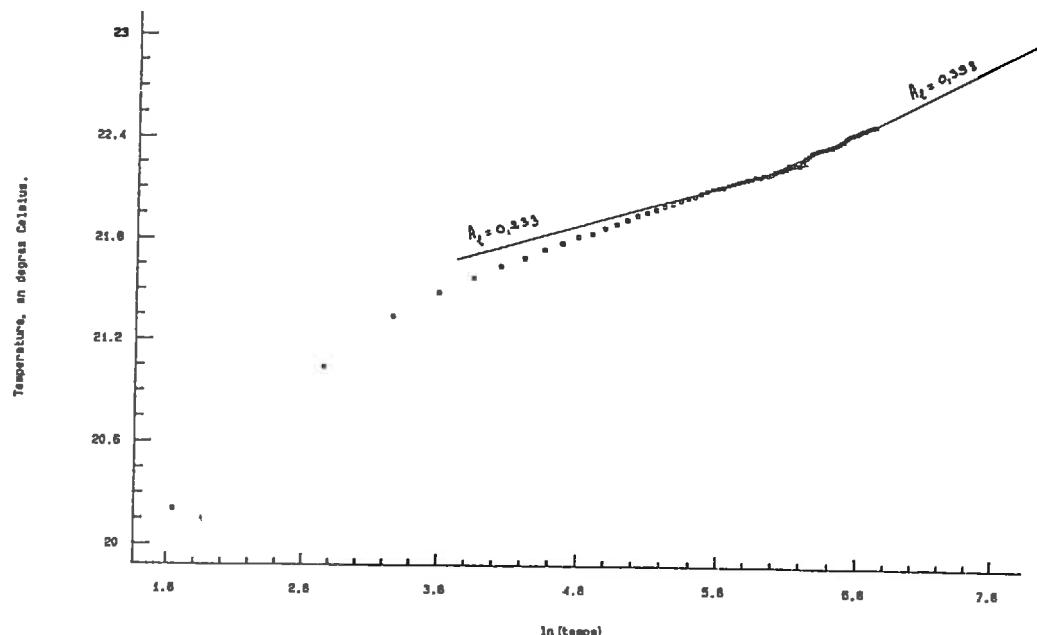


Fig 4.39 – Mesurage de la conductivité thermique apparente des horizons pédologiques. Thermogramme expérimental.

Seule la période correspondant au premier palier de la courbe des pentes de la tangente au thermogramme est à considérer pour la détermination de la conductivité thermique des horizons pédologiques.

Le problème est de délimiter le domaine de temps pendant lequel l'effet de la variation de l'humidité du sol est négligeable, entre l'apparition du régime asymptotique et le premier point d'inflexion qui sépare deux régimes stables et signale l'apparition du dessèchement du matériau du sol au contact du capteur. Ce point d'inflexion est plus ou moins visible sur les thermogrammes, d'autant plus que le phénomène qui lui donne naissance n'est pas instantané. *Le tracé de la courbe des pentes de la tangente à la thermocinétique facilite son repérage.*

Nous avons observé deux types d'évolution du thermogramme qui expriment toutes, en tendance à long terme, la thermomigration de l'eau et le dessèchement du sol autour du capteur.

Dans le premier type l'évolution temporelle de la pente de la tangente à la courbe thermocinétique se fait continûment dans le sens d'une diminution de la conductivité thermique provoquée par le dessèchement. Cette forme de graphe est plutôt observée sur le sol sableux à porosité grossière de l'étude.

Dans l'autre type de thermogramme cette évolution temporelle de la pente de la tangente à la courbe thermocinétique se fait par à coup, des périodes d'assez fortes variations séparent des zones du graphe où cette pente est presque constante. De plus, si la tendance générale est bien celle attendue correspondante du dessèchement du sol autour du capteur, cette évolution n'est pas monotone et peu à court terme présenter une inversion. Ce comportement atypique semble dû au milieu complexe qu'est le sol, et en particulier à la géométrie particulière de l'espace poral. La seule cause possible que l'on puisse envisager est celle du déplacement de la phase fluide par thermomigration comme précédemment; le milieu sol dans les conditions de nos expériences est rigide, indéformable, immobile, et les éventuels changements de phases qui s'y produisent n'ont pas une importance telle qu'ils puissent expliquer pareil effet thermique, pas plus d'ailleurs que les fluctuations enregistrées du courant électrique de chauffage du capteur du conductivimètre. Ce comportement est analogue à celui décrit pour la percolation d'invasion dans les milieux poreux complexes à géométrie fractale [DeGennes,51/Grasberger,75/Guyon,78]. Les conditions expérimentales sont semblables à celles qui président à ce phénomène, en effet nous appliquons par l'intermédiaire de la surface latérale du capteur une contrainte thermique au milieu poreux polyphasique non saturé (matrice solide, eau mouillante, air non mouillant) initialement en équilibre thermodynamique. Cette contrainte thermique engendre une contrainte pneumatique par le jeu de la dilatation différentielle entre la phase gazeuse d'une part, et les phases solide et liquide d'autre part. Le phénomène qui apparaît est celui décrit par les pétroliers sous le nom de sauts de Haines [Souriau,136]. Dans les milieux artificiels expérimentaux ce phénomène présente une certaine régularité (quasi-périodique, amplitude des sauts peu variable, ...), alors que dans les sols où viennent s'ajouter des effets de surface dûs aux colloïdes organiques ou argileux, cette régularité ne s'observe plus.

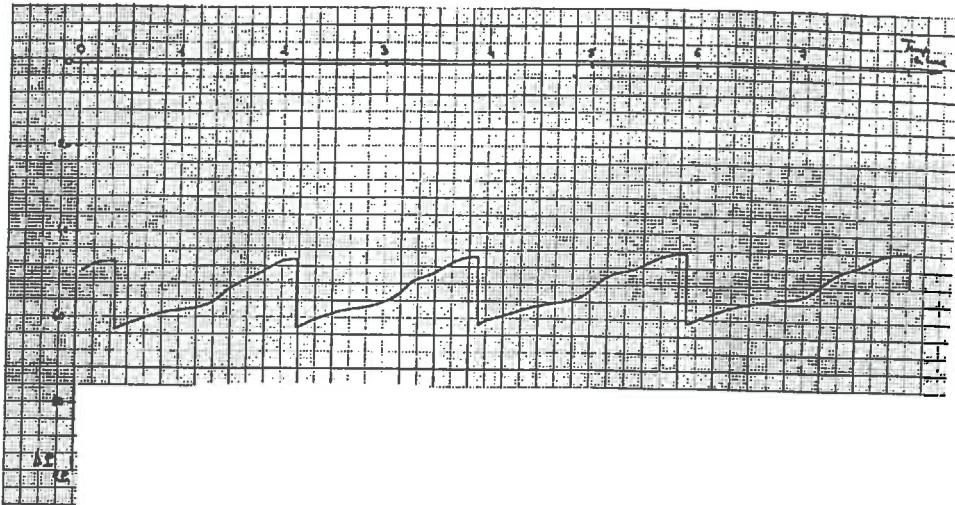


Fig 4.40 – Mise en évidence des sauts de Haines dans un milieu poreux artificiel par mesurage de la pression dans le fluide envahissant, pendant un essai de drainage avec deux fluides non miscibles, [Souriau,136].

Pour illustrer ce qui précède nous avons retenu la phase de chauffage de l'essai Esond051 qui est particulièrement représentatif. Le graphe donnant la pente de la tangente à la thermocinétique présente bien la zone transitoire d'installation d'un régime thermique ainsi qu'un palier initial, bien que ce dernier soit court. Lui succède une zone turbulente qui elle-même précède un nouveau palier, et ce motif se répète tout au long de l'essai. Cette forme de graphe est plutôt observée sur les sols limoneux et argileux de l'étude.

Conséquence des phénomènes observés précédemment, l'ajustement sur la totalité du thermogramme des modèles développés dans la première partie de cette étude peut être incorrecte. Dans les deux cas il s'agit d'un transfert de chaleur non conductif qui biaise les hypothèses posées pour l'établissement de la théorie du mesurage et dont il faut tenir compte lors de l'analyse des thermogrammes. Il faut délimiter la période de la phase de chauffage pendant laquelle la conductivité thermique apparente de l'horizon pédologique peut être déterminée.

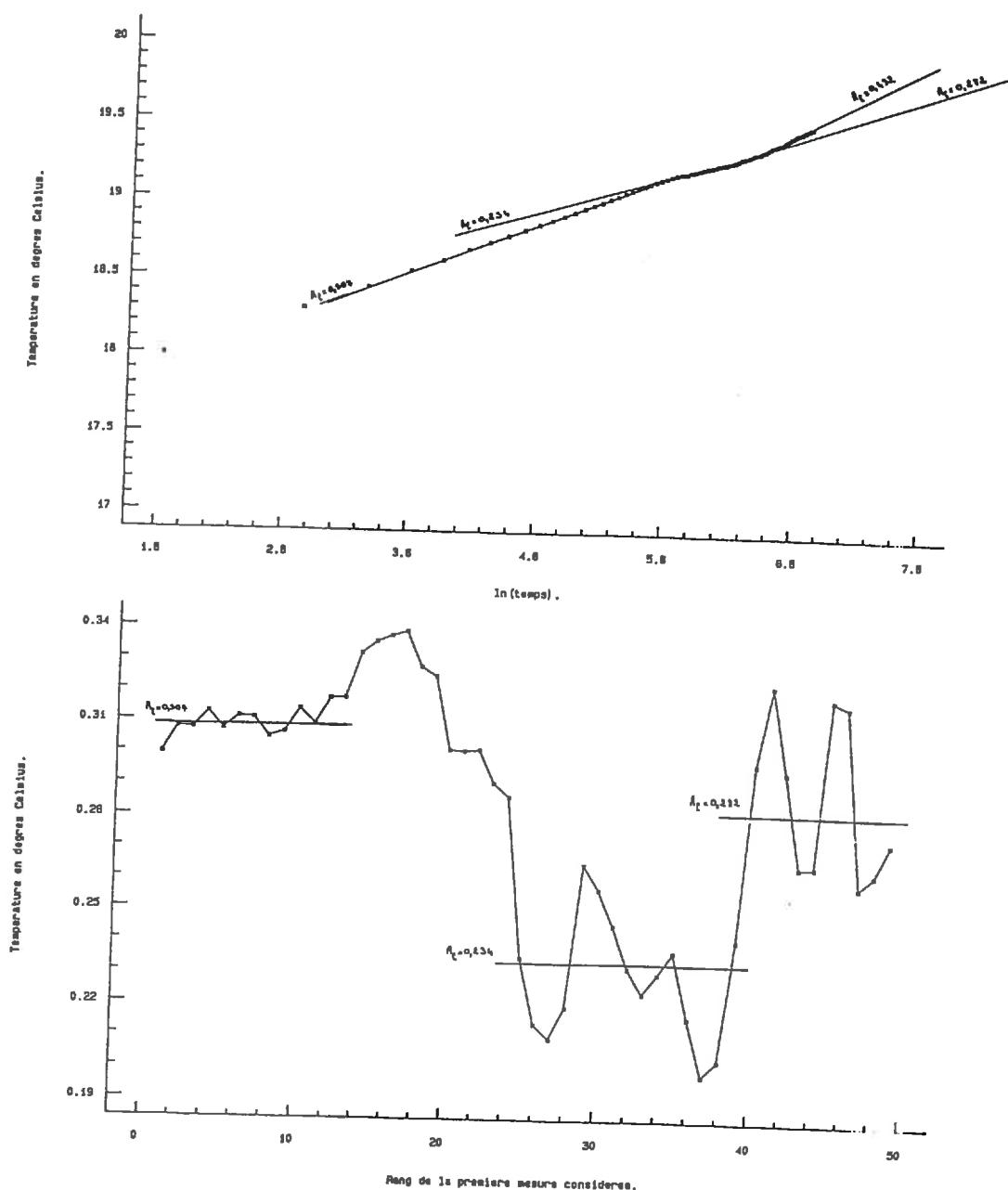


Fig 4.41 – Mesurage de la conductivité thermique apparente des horizons pédologiques. Thermogramme expérimental et graphe des valeurs de la pente de la tangente.

Si la pente de la tangente à la courbe thermocinétique du capteur du conductivimètre ne varie pas entre deux instants de la phase de chauffage d'un essai, nous considérons qu'il n'y a pas de transfert de masse pendant cette période et que les hypothèses posées pour l'établissement de la méthode de mesurage sont valides.

La vérification expérimentale directe de l'absence de transfert de masse autour du capteur du conductivimètre est irréalisable en pratique, mais la véracité de cette hypothèse est évaluée à travers ses conséquences, et en particulier l'excellent ajustement du modèle des temps longs sur les mesures obtenues lors des essais quand on limite le domaine d'ajustement aux seules mesures correspondantes d'une période où la tangente à la courbe thermocinétique varie peu.

La synthèse des observations précédentes revient à établir un certain nombre de règles dans l'utilisation de la méthode de la sonde à choc pour le mesurage de la conductivité thermique des sols.

La première de ces règles est d'*utiliser des échelons de puissance de très faible amplitude* en vue de minimiser l'élévation de température, mais il faut alors prendre garde à conserver un rapport signal sur bruit correct.

La deuxième règle est de *réaliser des essai de durée aussi courte que possible*, mais ceci est antagoniste avec la nécessité de l'exploration par l'onde de chaleur d'un VEM suffisant. Ce problème est cornélien.

Une troisième règle est d'obtenir des *capteurs à inertie thermique très faible* de façon à réduire la phase transitoire et par la même allonger le palier initial duquel est déduite la mesure; mais ceci doit prendre en compte la nécessaire rigidité de l'appareil ainsi que la structure du milieu poreux.

La quatrième règle à respecter impliquera de déterminer au cas par cas pour chaque mesurage *la période utile à l'analyse des données de la courbe thermocinétique du capteur*; il n'y a pas de cas général transposable in extenso à un essai particulier. Enfin, la résistance thermique de contact entre le sol et le capteur doit être très faible car c'est cette propriété qui traduit pour l'essentiel la finesse du mesurage. Après la mise en place du capteur, le mesurage ne doit être effectué qu'au retour à l'état initial des fluides et non pas simplement au seul équilibre thermique du système physique sol-sonde.

-IV.6.3- La détermination de la conductivité thermique apparente des horizons pédologiques à partir de l'analyse des thermogrammes.

Celle ci est faite en plusieurs étapes à savoir:

- calcul et visualisation de la courbe des pentes de la tangente à la thermocinétique;
- délimitation de la période utile de l'essai pendant laquelle sont vérifiées les hypothèses nécessaires à l'établissement de la méthode de mesurage;
- ajustement de la solution des temps longs sur les mesures de la période utile;
- obtention des mesures de la conductivité thermique apparente et de la résistance thermique de contact entre le capteur du conductivimètre et le sol à partir des coefficients de l'ajustement.

La première étape qui ne soulève pas de difficultés particulières, et réalisée automatiquement par une commande logicielle que nous avons construit en Turbo-Pascal.

La délimitation de la période de la thermocinétique retenue pour la détermination de la conductivité thermique apparente est faite visuellement sur le graphique des valeurs de la pente de la tangente au thermogramme.

Le modèle que nous utilisons pour estimer la température du capteur du conductivimètre dépend de façon non linéaire des quatre paramètres thermophysiques que sont la capacité thermique et la masse volumique de la sonde, la conductivité thermique apparente de l'horizon pédologique et la résistance thermique de contact entre la sonde et le sol. Il est non linéaire par rapport au temps, et ne peut être ramené au cas linéaire par aucune transformation mathématique.

Compte tenu du matériel informatique dont nous disposons l'ajustement de la solution analytique complète de la température du $T_l(t)$ du capteur du conductivimètre est très difficile, son expression

complexe et la présence de nombreuses fonctions transcendantes ne permettent pas d'aboutir, la convergence s'effectuant vers des minimums secondaires et fournissant des valeurs aberrantes. La sensibilité de la fonction reliant la température du capteur du conductivimètre aux quatre paramètres à ajuster est très variable, passant d'un ordre de grandeur unitaire pour le premier à près de cinq cent pour le dernier, et à quelques millionièmes pour les deux autres.

L'ajustement de la solution des temps longs pour la température $T_1(t)$ du capteur du conductivimètre a été retenu, il nécessite la mise en oeuvre d'une méthode d'ajustement non linéaire. Nous avons utilisé la méthode de Marquardt [Marquardt,107] en prenant en compte l'incertitude sur les mesures de température avec une régression de Gauss-Markov par les moindres carrés pondérés [Beck,18/Calot,40/Press,127].

Le processus d'ajustement est un problème de minimisation à plusieurs dimensions. Il repose sur le choix d'une fonction de mérite de l'ajustement qui mesure l'accord entre les données et le modèle pour un choix particulier de paramètres. Cette fonction de mérite est choisie pour que ses valeurs les plus petites indiquent un bon accord du modèle aux données expérimentales, c'est le critère de minimisation. Nous avons utilisé une procédure de minimisation hiérarchisée, en ajustant dans un premier temps le modèle asymptotique. Lorsque la fonction de mérite est minimale, les paramètres utilisés constituent l'estimation la plus probable du meilleur ajustement. La fonction de mérite à minimiser est:

$$(4.33) \quad \sum_{i=1}^N \left[\frac{T_{1i} - T_{1e}(t_i; a_e)}{S_{T_{1i}}} \right]^2$$

avec

N le nombre de mesures considérées;

T_{1i} les mesures de température du capteur du conductivimètre, en K ;

t_i l'instant des mesurages de la température du conductivimètre, comptés depuis l'instant initial d'application de la contrainte thermique, en s ;

$T_{1e}(t_i; a_e)$ la solution analytique des temps longs, en K ;

α_l le vecteur des paramètres de la solution des temps longs A_l, B_l, C_l ,
 D_l ;

$S_{T_{1l}}$ l'incertitude sur une mesure de la température du capteur du conductivimètre, en K .

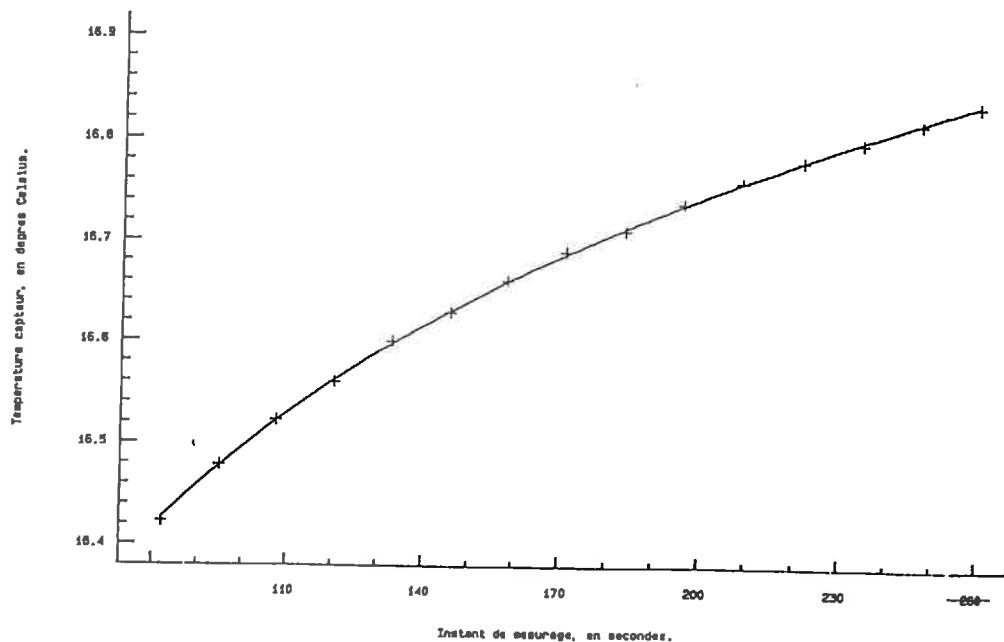


Fig 4.42 – Détermination de la conductivité thermique apparente d'un horizon pédologique. Mesures et valeurs ajustées de la température du capteur du conductivimètre, (exemple de l'essai esond027).

La procédure d'ajustement utilise deux techniques de minimisation complémentaires. Lorsque l'ajustement obtenu est éloigné de l'optimum à atteindre c'est la méthode du gradient [Trigeassou,142] qui est mise en oeuvre, elle assure une convergence rapide et est peu sensible aux causes de divergence. Cependant cette méthode, à l'approche du minimum de la fonction de mérite, ne conduit pas à une estimation très précise et on lui substitue la méthode de Gauss-Newton

[Trigeassou,142] qui est plus adaptée. La méthode de Marquardt réalise automatiquement le choix entre ces deux méthodes pendant la procédure d'ajustement.

Le tableau 4.43 présente l'excellent ajustement obtenu pour la solution des temps longs sur les mesures relatives à deux des essais.

La conductivité thermique apparente des horizons pédologiques et la résistance thermique de contact entre le sol et le capteur du conductivimètre sont extraites des valeurs ajustées pour les paramètre A_l et B_l .

Tab 4.43 – Paramètres de la solution des temps longs pour la température du capteur du conductivimètre thermique.

χ : rapport de l'écart moyen mesure-valeur ajustée à l'incertitude de mesure sur la température du capteur.

Sol sablouse alluvial de BOU

Horizon géologique	Profondeur en m	N° pointe	A_t	S_{A_t}	B_t	S_{B_t}	C_t	S_{C_t}	D_t	S_{D_t}	χ
A_p	0,05	15	+0,373	0,013	+11,32	0,07	+0,02	0,3	+2,0	1,7	0,23
		10	+0,354	0,011	+8,72	0,05	-0,54	0,3	-0,03	1,7	0,10
		9	+0,353	0,013	+14,84	0,05	-0,17	0,2	-0,02	1,1	0,21
A_p	0,10	7	+0,405	0,011	+12,39	0,05	+0,14	0,2	-0,05	0,7	0,32
		10	+0,301	0,011	+20,24	0,05	-0,03	0,2	+0,01	1,3	0,01
		15	+0,310	0,005	+20,33	0,03	-0,09	0,2	-0,02	0,8	0,10
		8	+0,361	0,009	+15,35	0,03	-0,15	0,2	-0,02	0,7	0,29
		14	+0,273	0,005	+22,02	0,01	-0,07	0,2	-0,06	0,9	0,13
		10	+0,411	0,009	+9,84	0,07	+0,51	0,2	-1,4	0,7	0,23
		23	+0,350	0,003	+14,43	0,01	-0,02	0,2	-0,07	1,0	0,08
C	0,40	16	+0,387	0,007	+12,52	0,03	+0,07	0,2	-0,01	1,1	0,08
		25	+0,314	0,005	+9,92	0,01	+0,28	0,2	-0,10	1,3	0,19
		21	+0,311	0,007	+15,12	0,03	-0,02	0,2	-0,01	1,6	0,05

Sol limoneux lessivé de YÉVRES

Horizon géologique	Profondeur en m	N° pointe	A_t	S_{A_t}	B_t	S_{B_t}	C_t	S_{C_t}	D_t	S_{D_t}	χ
A_p	0,05	22	+0,261	0,005	+9,54	0,03	+0,24	0,3	-0,06	1,7	0,10
		33	+0,242	0,002	+14,84	0,01	+0,14	0,2	-0,05	0,5	0,04
		20	+0,251	0,003	+7,16	0,01	-0,21	0,2	+0,01	0,8	0,10
A_p	0,10	21	+0,255	0,003	+16,38	0,01	+0,19	0,2	-0,05	0,7	0,07
		10	+0,251	0,009	+21,14	0,03	+0,23	0,2	-0,02	1,2	0,08
		11	+0,194	0,009	+24,56	0,05	-0,38	0,3	-0,06	2,0	0,13
		29	+0,327	0,001	+15,61	0,01	-0,25	0,1	+0,18	0,6	0,03
		25	+0,319	0,004	+8,36	0,02	+0,20	0,2	-0,15	0,9	0,13
$A_{el}B_g$	0,40	15	+0,317	0,005	+21,87	0,01	+0,14	0,2	-0,04	0,8	0,11
		12	+0,353	0,005	+17,48	0,01	-0,30	0,1	+0,01	0,5	0,15
		15	+0,285	0,007	+16,83	0,03	+0,10	0,2	-0,01	1,4	0,08

Sol argileux brumifié de MERIÈRES

Horizon géologique	Profondeur en m	N° pointe	A_t	S_{A_t}	B_t	S_{B_t}	C_t	S_{C_t}	D_t	S_{D_t}	χ
A_p	0,05	17	+0,509	0,004	+51,24	0,02	-0,11	0,09	-0,06	0,4	0,20
		10	+0,287	0,003	+35,79	0,04	-0,03	0,22	-0,20	0,9	0,52
A_p	0,10	16	+0,498	0,008	+19,40	0,04	-0,10	0,13	-0,13	0,6	0,48
		11	+0,474	0,010	+12,93	0,05	-0,31	0,17	-0,04	0,8	0,14
		17	+0,393	0,007	+23,70	0,03	-0,29	0,19	-0,06	0,9	0,14
		23	+0,475	0,007	+10,34	0,04	-0,35	0,20	+0,02	1,1	0,07
		13	+0,349	0,012	+18,82	0,06	-0,05	0,29	+0,01	1,5	0,05
$(B)_g$	0,40	26	+0,310	0,003	+17,37	0,01	+0,12	0,12	+0,05	0,4	0,09
		19	+0,324	0,004	+21,82	0,02	-0,04	0,17	+0,02	0,7	0,06
		14	+0,294	0,005	+22,51	0,02	-0,05	0,13	-0,51	0,5	0,13

-IV.6.4- L'incertitude globale sur une mesure de la conductivité thermique.

Les mesures obtenues de la conductivité thermique apparente d'un horizon pédologique sont entachées d'incertitude. Les sources d'erreur sont nombreuses et le tableau 4.44 présente le catalogue des causes d'incertitudes inventoriées pendant les mesurages.

Causes d'incertitude	Correction - Evaluation
<u>Erreurs liées au principe de mesure</u> <ul style="list-style-type: none"> - Validité des hypothèses posées pour décrire le comportement du système physique. 	<ul style="list-style-type: none"> - respect rigoureux des hypothèses lors des mesurages.
<u>Erreurs liées aux matériaux étudiés</u> <ul style="list-style-type: none"> - Validité de la procédure d'homogénéisation. 	<ul style="list-style-type: none"> - passage correct du niveau microscopique au niveau macroscopique - négligabilité des termes éliminés.
<u>Erreurs liées au mesurage</u> <ul style="list-style-type: none"> - Représentativité spatiale de la grandeur physique mesurée - Stabilité et uniformité initiales de la température dans le système physique. - Constante du flux d'énergie émis dans le capteur du conductimètre. - Thermoémitation de la phase liquide du sol sous l'effet de l'échauffement. - Mesure de la température du capteur - Mesure de la durée de l'essai - Analyse de la thermocinétique du capteur - Ajustement numérique du modèle aux données expérimentales. 	<ul style="list-style-type: none"> - Volume de mesurage supérieur au volume élémentaire représentatif. - Stabilisation et uniformisation du profil thermique du sol avant l'essai, stabilisation du profil hydrique. - Alimentation stabilisée du courant électrique de chauffage. - Limitation de l'élévation de la température du capteur. - Etalonnage du thermomètre. - Utilisation d'une horloge à quartz. - Choix de la période analysée par étude de la partie du thermogramme. - Prise en compte de l'incertitude sur la température, algorithme de minimisation adapté.

Tab 4.44 – Catalogue des causes d'incertitude sur les mesures de la conductivité thermique apparente des horizons pédologiques, inventoriées lors de l'étude expérimentale.

Nous avons décrit précédemment la correction des biais. L'utilisation de la méthode des moindres carrés pondérés introduit l'incertitude sur les mesures de température dès la régression.

Il demeure deux sources résiduelles principales d'incertitude qui sont liées d'une part à l'instabilité du flux d'énergie libérée et, d'autre part, à l'incertitude sur le paramètre A_l du modèle des temps longs utilisé pour la détermination de la conductivité thermique apparente.

Si nous considérons que la corrélation entre les mesures de la puissance thermique Q libérée dans le capteur et celles du paramètre A_l est négligeable, la loi de composition des variances fournit [Lecollinet,101] :

$$(4.34) \quad \frac{S_{X^*}^2}{X^{*2}} = \frac{S_Q^2}{Q^2} + \frac{S_{A_l}^2}{A_l^2}$$

Grandeur mesurée	Incertitudes			Incertitude composée relative
	Cause	Type A	Type B	
Flux thermique linéaire Q libéré dans le capteur du conductivimètre	<ul style="list-style-type: none"> Mesure de l'intensité électrique du courant de chauffage Mesure de la résistance ohmique de la résistance chauffante du capteur 	$\frac{S_I}{I} = 5 \cdot 10^{-3}$ $\frac{S_{R_n}}{R_n} = 1 \cdot 10^{-3}$	Etalonnage ampèremétrique $\frac{U_I}{I} = 1 \cdot 10^{-3}$ Etalonnage ohmétro $\frac{U_{R_n}}{R_n} = 1 \cdot 10^{-3}$	$\frac{\Delta Q}{Q} = 3 \cdot 10^{-2}$
Paramètre A_l du modèle de comportement thermique du capteur ; solution analytique des temps longs.	<ul style="list-style-type: none"> Inadéquation du modèle au phénomène physique et limitation du système de calcul. Mesure de la température du capteur Mesure des temps 	$\frac{S_{A_l}}{A_l} = 2 \cdot 10^{-2}$ $\Delta T = 0,04 K$ négligeable	—	$\frac{\Delta A_l}{A_l} = 6 \cdot 10^{-2}$

Tab 4.45 – Les principales composantes de l'incertitude globale sur une mesure de la conductivité thermique apparente d'un horizon pédologique.

L'incertitude globale relative sur une mesure de la conductivité thermique apparente d'un horizon pédologique obtenue avec le procédé de mesure analysé est de sept pour cent pour un facteur conventionnel multiplicatif égal à trois.

Pour réduire cette incertitude il faudra utiliser une source de courant électrique de chauffage plus stable, et surtout réduire l'incertitude sur les mesures de température.

Les mesures de la conductivité thermique sont obtenues à partir du coefficient A_l de la solution des temps longs. Elles sont regroupées par unité typologique de sol, en fonction de la profondeur et de l'humidité volumique.

Nous avons rassemblé, à côté des mesures de la conductivité thermique apparente des horizons pédologiques, les principales grandeurs du mesurage que sont la puissance thermique libérée, l'humidité du sol et l'élévation maximale de la température du capteur.

La masse volumique et de la capacité thermique massique des horizons pédologiques étudiés ont été mesurées.

Les résultats expérimentaux ont été obtenus pour deux états d'humidité des unités typologiques de sol étudiées. Ils montrent que le sol sableux est le meilleur conducteur thermique, et que le sol argileux est celui qui se laisse le plus difficilement traverser par la chaleur. L'effet de l'humidité sur la valeur de la conductivité thermique apparente d'un horizon pédologique est positif. La différentiation qui se manifeste du fait de la texture ou du type d'horizon pédologique est faible. Toutefois notre étude, essentiellement axée sur l'analyse du procédé de mesure, porte sur un nombre trop restreint d'essais thermiques pour que l'on puisse en tirer des conclusions de portée générale.

Le tableau 4.46 présente les résultats obtenus.

Tab 4.46 – Mesures de la conductivité thermique apparente des horizons pédologiques des unités typologiques de sol étudiées.

Sol sableux alluvial de BOU

Horizon pédologique	Profondeur m	Texture	H_r m^3/m^3	ρ_2 $kg \cdot m^{-3}$	c_2 $J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$	Q $W \cdot m^{-2}$	λ^* $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$	R_c $10^{-2} m^2 \cdot K \cdot W^{-1}$
A_p	0,05	S/SL	0,08	1730	950	6,2	1,32	2,0
			0,17	1820	1110	6,1	1,37	1,8
			0,17	1820	1110	6,0	1,33	2,8
A_p	0,10	S/SL	0,08	1730	950	6,0	1,18	2,3
			0,09	1740	969	5,9	1,56	3,8
			0,09	1740	969	5,9	1,51	3,8
			0,14	1730	1059	5,9	1,30	3,5
			0,17	1820	1110	5,9	1,72	4,1
			0,17	1820	1110	6,0	1,36	2,7
			0,10	1730	961	6,0	1,23	2,3
C	0,40	S	0,10	1730	961	6,0	1,50	1,9
			0,21	1820	1156	5,9	1,54	2,2
			0,22	1830	1172	6,0		

Sol limoneux lesoisé de YÉVRES

Horizon pédologique	Profondeur m	Texture	H_r m^3/m^3	ρ_2 $kg \cdot m^{-3}$	c_2 $J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$	Q $W \cdot m^{-2}$	λ^* $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$	R_c $10^{-2} m^2 \cdot K \cdot W^{-1}$
A_p	0,05	LM	0,27	1610	1453	6,2	1,84	1,7
A_p	0,10	LM	0,25	1590	1418	5,9	1,89	2,8
			0,27	1610	1453	5,9	1,87	1,3
			0,27	1610	1453	5,9	1,84	3,1
			0,27	1610	1453	5,8	1,84	4,0
			0,34	1680	1567	6,1	2,50	2,7
$A_{el}B_g$	0,40	LA	0,21	1710	1329	6,1	1,48	2,9
			0,23	1730	1362	6,1	1,52	1,6
			0,23	1730	1362	6,0	1,51	4,0
			0,24	1740	1378	6,0	1,33	3,3
			0,33	1830	1516	6,1	1,70	3,1

Sol argileux brunifié de MEZIÈRES

Horizon pédologique	Profondeur m	Texture	H_r m^3/m^3	ρ_2 $kg \cdot m^{-3}$	c_2 $J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$	Q $W \cdot m^{-2}$	λ^* $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$	R_c $10^{-2} m^2 \cdot K \cdot W^{-1}$
A_p	0,05	ALO	0,22	1350	1545	5,9	0,92	9,7
			0,46	1590	1944	5,9	1,64	6,7
A_p	0,10	ALO	0,22	1350	1545	5,9	0,94	3,7
			0,33	1460	1744	5,5	0,93	9,7
			0,46	1590	1944	5,9	1,19	4,5
			0,49	1620	1986	5,9	0,99	9,0
			0,56	1690	2077	6,2	1,41	3,1
$(B)_g$	0,40	ALO	0,43	1560	1901	5,8	1,49	3,4
			0,48	1610	1972	6,0	1,47	4,2
			0,56	1690	2077	5,9	1,60	4,3

-IV.6.5- Pour conclure

Pour conclure sur les mesurages réalisés nous dirons que le choix de la période utile des thermogrammes, ainsi que de celui de sa durée, nous a conduit à reprendre notre analyse initiale et, ce faisant, à remettre en cause les hypothèses de départ en particulier celle de l'existence d'un milieu homogène unique et thermiquement équivalent au sol pendant tout l'essai. Nous avons vu que cette hypothèse n'est acceptable que lorsque la conductivité thermique du volume de mesurage ne varie pas ou peu pendant l'essai, ce que l'on repère avec l'apparition des paliers de la courbe des pentes de la tangente à la courbe $T = f[\ln(t)]$. La géométrie fractale du milieu poreux sol se traduit par l'apparition d'une variation chaotique de la conductivité thermique mesurée dès que le système physique considéré présente un aspect dynamique, ce qui est le cas sitôt que l'eau présente dans les pores se met en mouvement sous l'influence de la contrainte thermique appliquée par le capteur de la sonde à choc. Il faut alors prendre en compte cet aspect de percolation. En restreignant l'analyse aux portions de la thermocinétique du capteur pendant lesquelles la conductivité demeure presque constante, ou varie lentement et continuement, nous pouvons appliquer les résultats théoriques obtenus sous l'hypothèse d'un milieu homogène thermiquement équivalent et ainsi obtenir, grâce aux méthodes classiques d'ajustement de paramètres, des valeurs de la conductivité thermique pour une disposition particulière des phases fluides dans le système poral du sol, sous la considération hautement probable d'une matrice solide immobile, rigide et indéformable pendant l'essai. Il apparaît alors que la valeur à considérer pour caractériser le sol est celle relative au premier palier de la courbe des pentes de la tangente à $T = f[\ln(t)]$, lequel précède la phase initiale du mouvement de l'eau. Ces observations remettent en cause la méthode du mesurage fait sitôt la mise en place de la sonde à choc, tout au moins dans les sols où la phase liquide est généralement présente. Quel doit être le délai d'attente entre la mise en place du capteur et le mesurage de la conductivité thermique? En théorie ce serait celle du retour à l'équilibre initial de la phase liquide avant la perturbation provoquée par le perçage du trou et l'introduction du capteur métallique. Il est extrêmement difficile de déterminer la durée nécessaire à cet effet, toutefois il faut considérer que le retour à l'isothermie du milieu est une condition nécessaire mais non suffisante pour éliminer le biais introduit, même s'il permet une utilisation correcte du modèle théorique pour ce qui est des conditions initiales. Enfin, la valeur de la résistance thermique de

contact entre le capteur et le sol permet de caractériser la qualité de la mise en place de l'instrument de mesure dans son contact avec la matrice solide.

-IV.7- Conclusion.

Dans cette étude du procédé de mesure de la conductivité thermique apparente d'un horizon pédologique nous avons tout d'abord rappelé la définition de la grandeur physique réellement mesurée dans le contexte particulier des milieux poreux polyphasiques que sont les sols (cf II).

Avant d'entreprendre l'analyse proprement dite du procédé de mesure, une brève revue bibliographique des travaux relatifs au mesurage de la conductivité thermique des sols est réalisée. La description du procédé de mesure de la conductivité thermique par une méthode instationnaire est ensuite réalisée. Après une présentation de la constitution et du fonctionnement du capteur de mesure, le principe de la méthode est détaillé. Il aboutit à la donnée d'une expression analytique de la température du capteur du conductivimètre inséré dans le milieu sol à caractériser.

L'examen de la chaîne de mesure permet une description technologique du capteur utilisé, pour ses caractéristiques géométriques et thermiques. L'étalonnage du thermomètre à thermocouple est présenté.

L'étude de l'effet des grandeurs d'influence sur la mesure de la conductivité thermique apparente des horizons pédologiques est réalisée à l'aide d'une simulation numérique. Elle fait apparaître que ce sont la capacité thermique massique du capteur du conductivimètre, et la résistance thermique de contact entre le sol et ce capteur qui influencent le plus fortement la thermocinétique de la sonde à choc thermique.

Le mesurage est réalisé aux profondeurs de cinq, dix et quarante centimètres dans les trois unités typologiques de sol étudiées. Ceci permet de caractériser les parties supérieure et médiane de l'horizon cultural, ainsi que l'horizon immédiatement sous-jacent. Les thermocinétiques expérimentales des capteurs constituent le résultat des mesurages.

La correction des erreurs systématique liées au non respect rigoureux des hypothèses posées pour l'établissement de la méthode de mesure est réalisée. Elle porte sur l'uniformisation et la stabilisation initiale de la température du système physique sonde-sol, la constance du flux d'énergie thermique libéré pendant la phase de chauffage, la thermomigration de l'eau lors de l'essai et le volume de sol pris en compte dans le mesurage.

Les mesures de la conductivité thermique apparente des horizons pédologiques sont extraites des thermocinétiques expérimentales. L'analyse des thermogrammes permet le choix de l'instant et de la durée de la période retenue pour la détermination, entre le régime initial transitoire et le début de la thermomigration de l'eau du sol sous l'effet du gradient de température créé par l'échauffement du capteur. Une méthode d'ajustement non linéaire par les moindres carrés pondérés est mise en oeuvre.

L'incertitude globale sur une mesure de la conductivité thermique apparente d'un horizon pédologique obtenue avec cette méthode de mesure est estimée. Le budget des incertitudes est dressé.

Les résultats expérimentaux obtenus pour les trois unités typologiques de sol étudiées font apparaître des valeurs de la conductivité thermique différentes selon la texture et l'horizon pédologique, et ils soulignent l'influence de l'humidité du sol.

-V- Le comportement thermique des sols.

Pour le pédologue, l'une des applications essentielles de la détermination des caractéristiques thermophysiques des sols est l'analyse de leur comportement thermique, en particulier lorsqu'il s'agit de préciser les caractéristiques du pédoclimat dans les études environnementales.

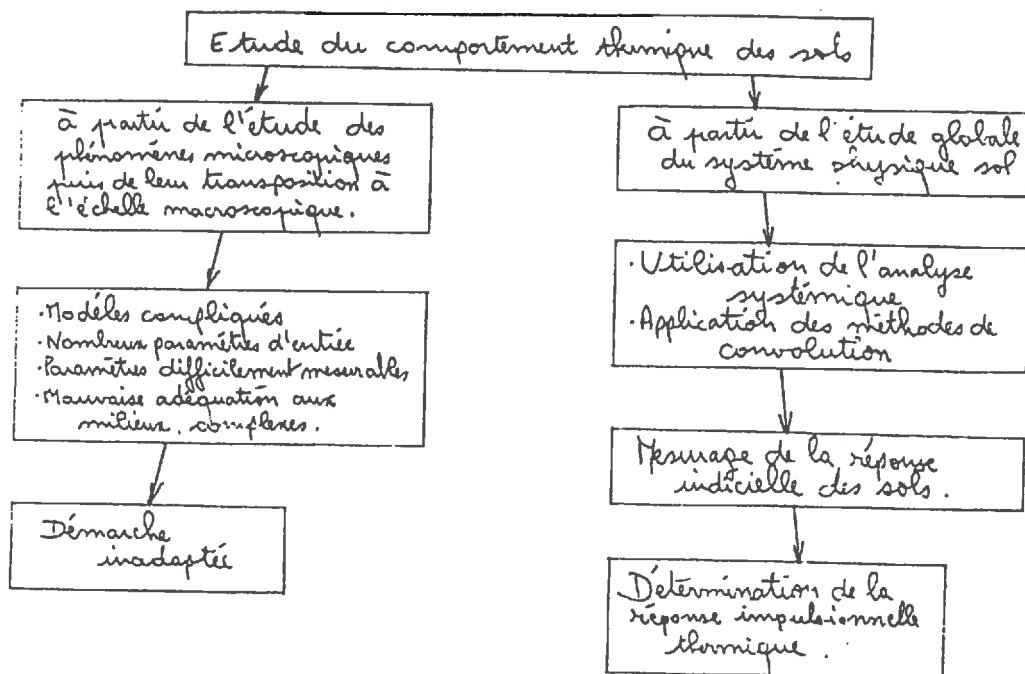


Fig 5.1 – Différents modes d'étude du comportement thermique des sols.

Deux démarches peuvent être suivies pour analyser le comportement thermique des sols.

La première, très étudiée par certains physiciens des milieux poreux, utilise directement l'équation de la chaleur, couplée ou non à un transfert de masse [Barret,17/Crausse,49/Passerat,123/VanWijk,145]. Cette façon de procéder conduit à des modèles complexes nécessitant de nombreux paramètres d'entrée dont certains sont très difficilement accessibles en pédologie. De plus l'adéquation de ces modèles au cas de milieux naturels très complexes tels que les sols n'est pas toujours bonne.

Une seconde démarche, envisagée ici, consiste à partir de l'étude globale du système physique sol puis, en utilisant les concepts de l'analyse des systèmes, à appliquer une méthode de convolution. La systémique, qui étudie comment les systèmes s'adaptent à des changements d'environnement, diffère des approches mécanistes par la prise en compte du fait que les propriétés thermiques de transfert d'un système physique ne sont pas réductibles à la seule somme de celles de ses composants, mais résultent également de la complexité de ces derniers, de leurs interactions et interdépendances [Hach,151].

Ceci conduit au mesurage de la réponse indicelle des sols à une contrainte thermique surfacique en température et pour différents états typiques des terrains considérés, puis à la détermination de la réponse impulsionnelle qui constitue la traduction analytique de leur comportement thermique.

-V.1- La méthode de Duhamel, [Duhamel,61].

La méthode de Duhamel [Carslaw,44\Martinet,109\Myers,119] a pour objet la détermination de l'évolution des températures dans un milieu avec des conditions aux limites dépendantes du temps comme, par exemple, les variations du profil thermique d'un sol sous l'influence des conditions climatiques à sa surface. Le théorème de Duhamel fournit un moyen de résoudre ce type de problème en utilisant la solution de la situation correspondante avec une condition à la limite stationnaire.

Pour mettre en oeuvre la méthode de Duhamel, les deux hypothèses suivantes sont nécessaires :

- le principe de superposition est applicable aux échanges d'énergie thermique dans le sol (linéarité des équations de transfert, indépendance des propriétés des sols vis à vis de la température);
- le profil thermique initial du sol est uniforme et stationnaire (les échanges de chaleur qui ont lieu dans le sol ont pour seule origine la contrainte thermique surfacique).

Si $T_2(z,t)$ est la température dans le sol, nous désignerons par $U(z,t)$ sa variation à partir de $T_2(z,0)$ lorsque l'on impose à la surface du sol un saut unitaire de température.

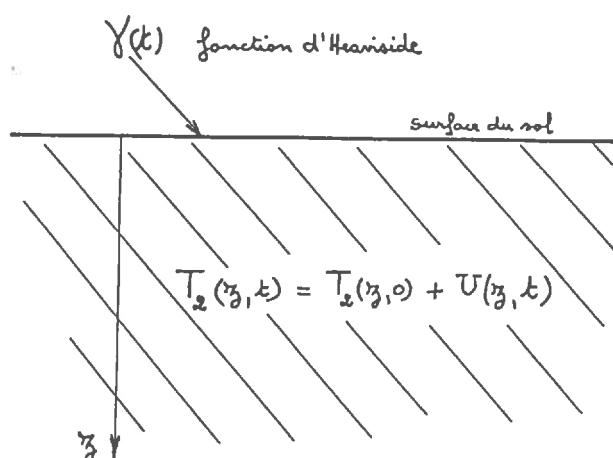


Fig 5.2 – Profil thermique dans le sol soumis à un saut de température unitaire sur sa surface, notations.

Pour établir la relation de Duhamel on considère que la contrainte thermique surfacique réelle est représentable par une fonction continue, décomposable en une somme de sauts élémentaires d'amplitude ΔF_j apparaissant à des intervalles $\Delta \tau$. La linéarité du problème et son homogénéité font que la réponse du système physique à l'instant t_i et à la profondeur z est simplement la somme totale des effets de chaque petit saut de température qui apparaissent à des instants antérieurs à t_i . Chaque saut élémentaire de température ΔF_j génère son propre effet sur le système physique, et cet effet est indépendant de celui des autres sauts qui se produisent à la surface du sol. La réponse du système physique à l'instant t , correspondante d'un saut de température ΔF_j à l'instant τ_j , sera donc $\Delta F_j U(z, (t - \tau_j))$, et l'effet total de tous les échelons est obtenu en sommant l'effet dû à chacun d'eux:

$$(5.1) \quad T_z(z, t) = T_z(z, 0) + \sum_j U(z, (t - \tau_j)) \cdot \frac{\Delta F_j}{\Delta \tau_j} \cdot \Delta \tau_j$$

Lorsque l'intervalle de temps $\Delta \tau_j$ devient très petit cette expression s'écrit:

$$(5.2) \quad T_z(z, t) = T_z(z, 0) + \int_0^t U(z, (t - \tau)) \cdot \frac{\partial F(\tau)}{\partial \tau} \cdot d\tau$$

Ce qui peut encore s'exprimer sous la forme en intégrant par parties et en observant que [Myers,119]:

$$(5.3) \quad \frac{\partial U(z, (t - \tau))}{\partial \tau} = - \frac{\partial U(z, (t - \tau))}{\partial t}$$

avec

$$(5.4) \quad U(z, 0) = 0 \quad \text{et} \quad F(0) = 0$$

alors

$$(5.5) \quad \boxed{T_z(z, t) = T_z(z, 0) + \int_0^t F(\tau) \cdot \frac{\partial U(z, (t - \tau))}{\partial t} \cdot d\tau}$$

Ces expressions traduisent analytiquement le théorème de Duhamel. Il apparaît ainsi que *l'influence propre du sol sur la variation de son profil thermique est toute entière contenue dans le terme différentiel* $\frac{\partial U}{\partial t}$ *qui est sa réponse impulsionale thermique.*

Sous les hypothèses nécessaires à l'établissement de la formule de Duhamel, la connaissance de la réponse impulsionale thermique et de la température de surface d'un sol permet de déterminer l'évolution temporelle du profil thermique de ce dernier.

La détermination directe de la réponse impulsionale thermique des sols est irréalisable du fait de leur faible conductivité et de leur grande inertie thermiques. *La grandeur physique accessible à l'expérience est leur réponse indicelle, et c'est celle-ci que nous allons mesurer.*

-V.2- Le mesurage de la réponse indicelle des sols.

Le principe du mesurage reprend d'aussi près que possible le déroulement observé dans l'exposé théorique précédent. Il consiste à appliquer un saut de température sur la surface d'un sol dont le profil thermique a été uniformisé et stabilisé, et dont le profil hydrique est stationnaire.

Les objets considérés sont des échantillons de sol de taille adaptée, replacés dans un sol d'accueil sablo-graveleux, de façon à retrouver une situation similaire à celle du milieu naturel originel (cf II.4). Pour remédier à l'extension latérale limitée de ces échantillons nous avons disposé autour de chaque cylindre un manchon isolant en polystyrène expansé, épais de quinze centimètres et de conductivité thermique à peine supérieure à celle de l'air.

-V.2.1- Les thermomètres utilisés, construction et étalonnage.

Les grandeurs physiques mesurées pendant le mesurage de la réponse indicelle des échantillons de sol sont la température et le temps.

Pour déterminer la température dans l'échantillon de sol nous utilisons des thermomètres à résistance de platine. Quatre thermosondes, disposées aux profondeurs de deux, cinq, dix et quarante centimètres, échantillonnent le profil thermique du sol dans les parties supérieure et médiane de l'horizon cultural, ainsi que dans l'horizon pédologique immédiatement sous-jacent. Une thermosonde supplémentaire, placée à la limite inférieure de l'échantillon au contact avec le matériau sablo-graveleux du sol d'accueil, permet de déterminer l'instant d'arrivée de l'onde de chaleur à ce niveau.

L'étalonnage des thermomètres est réalisé par comparaison à un étalon.

Le capteur du thermomètre étalonné est constitué d'une thermosonde dont l'élément sensible est un fil de platine. Ce fil de platine est enrobé de verre. L'ensemble est placé dans un tube cylindrique en doigt de gant, de dix centimètres de longueur et huit millimètres de diamètre, fabriqué avec de l'acier inoxydable [Viton,148].

Le thermomètre étalon de transfert de l'EIT est celui utilisé pour l'étalonnage de thermomètres à thermocouple des conductivimètres thermiques, de même que l'enceinte thermostatée où est réalisée l'égalité des températures (cf IV.2.1).

Le mesurage de la résistance ohmique des éléments sensibles est réalisé avec un montage à quatre fils. L'ohmètre utilisé a une résolution d'un milliohm; il est étalonné par comparaison à une résistance étalon incorporée et une résistance étalon externe de cent ohms, connue avec une incertitude inférieure à deux milliohms. L'intensité du courant électrique de mesure est d'un milliampère, ce qui n'occasionne qu'un effet négligeable d'autoéchauffement de l'élément sensible par effet joule.

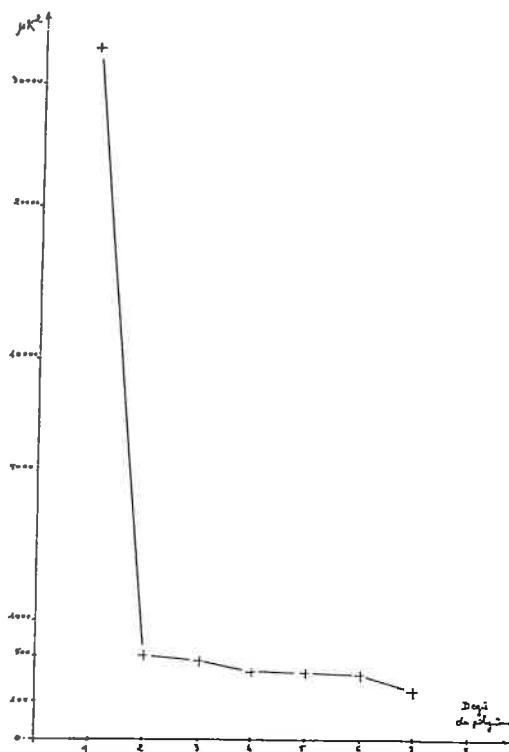


Fig 5.3 – Etalonnage des thermomètres à résistance de platine. Recherche du degré optimal du polynôme d'interpolation, exemple de la thermosonde *OPC02* .

Les mesurages d'étalonnage sont réalisés avec une chaîne de mesure automatisée, pilotée par un micro-ordinateur qui conduit les instruments de mesure et assure le stockage des données. Sept points fixes expérimentaux sont réalisés, espacés de cinq en cinq kelvins entre cinq et trente cinq degrés celsius. Pour chaque point fixe nous réalisons une série de trente mesures, séparées chacune d'une période de quatre vingt dix secondes. L'analyse de ces mesures indique que les fluctuations de la température du bloc d'homogénéisation pendant les mesurages d'étalonnage sont inférieurs à dix millikelvins.

Echantillon	Profondeur en cm	Identification thermomètre	a $^{\circ}\text{C}$	S_a^2 $^{\circ}\text{C}^2$	b $\frac{^{\circ}\text{C}}{\Omega \cdot \text{s}^{-1}}$	S_b^2 $\frac{^{\circ}\text{C}^2}{\Omega^2 \cdot \text{s}^{-1}}$	c $\frac{^{\circ}\text{C}}{\Omega \cdot \text{s}^{-2}}$	S_c^2 $\frac{^{\circ}\text{C}^2 \cdot \Omega^{-1}}{\Omega^2 \cdot \text{s}^{-1}}$	S_{ab} $\frac{^{\circ}\text{C} \cdot \Omega^{-1}}{\Omega^2 \cdot \text{s}^{-1}}$	S_{ac} $\frac{^{\circ}\text{C}^2 \cdot \Omega^{-2}}{\Omega^2 \cdot \text{s}^{-1}}$	S_{bc} $\frac{^{\circ}\text{C}^2 \cdot \Omega^{-2}}{\Omega^2 \cdot \text{s}^{-2}}$
BOU	2	OPC6	-243,372	$7,3 \cdot 10^{-4}$	+2,32305	$9,5 \cdot 10^{-4}$	$+1,1384 \cdot 10^{-3}$	$5,4 \cdot 10^{-3}$	$-1,4 \cdot 10^{-2}$	$6,3 \cdot 10^{-5}$	$-1,2 \cdot 10^{-6}$
	5	OPC7	-243,911	$1,7 \cdot 10^{-4}$	+2,31546	$5,8 \cdot 10^{-6}$	$+1,1886 \cdot 10^{-3}$	$1,2 \cdot 10^{-3}$	$-3,1 \cdot 10^{-3}$	$1,4 \cdot 10^{-5}$	$-2,7 \cdot 10^{-7}$
	10	OPC8	-243,418	$1,6 \cdot 10^{-4}$	+2,31869	$5,6 \cdot 10^{-5}$	$+1,1613 \cdot 10^{-3}$	$1,2 \cdot 10^{-3}$	$-3,0 \cdot 10^{-3}$	$1,4 \cdot 10^{-5}$	$-2,6 \cdot 10^{-7}$
	40	OPC9	-243,262	$1,3 \cdot 10^{-4}$	+2,31659	$4,6 \cdot 10^{-6}$	$+1,1852 \cdot 10^{-3}$	$9,9 \cdot 10^{-10}$	$-2,5 \cdot 10^{-3}$	$1,1 \cdot 10^{-5}$	$-2,1 \cdot 10^{-7}$
	60	OPC10	-243,269	$1,0 \cdot 10^{-4}$	+2,31486	$3,5 \cdot 10^{-5}$	$+1,1850 \cdot 10^{-3}$	$7,6 \cdot 10^{-10}$	$-1,9 \cdot 10^{-3}$	$8,8 \cdot 10^{-6}$	$-1,6 \cdot 10^{-7}$
YÉVRES	2	OPC15	-243,693	$4,2 \cdot 10^{-4}$	+2,32177	$1,4 \cdot 10^{-4}$	$+1,1905 \cdot 10^{-3}$	$3,1 \cdot 10^{-3}$	$-7,9 \cdot 10^{-3}$	$3,6 \cdot 10^{-5}$	$-6,8 \cdot 10^{-7}$
	5	OPC16	-243,794	$9,0 \cdot 10^{-4}$	+2,32674	$3,1 \cdot 10^{-4}$	$+1,1760 \cdot 10^{-3}$	$6,6 \cdot 10^{-3}$	$-1,6 \cdot 10^{-2}$	$7,7 \cdot 10^{-5}$	$-1,4 \cdot 10^{-6}$
	10	OPC17	-245,670	$3,8 \cdot 10^{-4}$	+2,36073	$1,3 \cdot 10^{-4}$	$+0,9636 \cdot 10^{-3}$	$2,8 \cdot 10^{-3}$	$-7,1 \cdot 10^{-3}$	$3,2 \cdot 10^{-5}$	$-6,0 \cdot 10^{-7}$
	40	OPC18	-243,748	1,0	+2,32176	$3,6 \cdot 10^{-4}$	$+1,1699 \cdot 10^{-3}$	$7,7 \cdot 10^{-3}$	$-1,9 \cdot 10^{-2}$	$9,0 \cdot 10^{-5}$	$-1,6 \cdot 10^{-6}$
	60	SO6	-251,067	35,7	+2,44421	$1,3 \cdot 10^{-2}$	$+0,6229 \cdot 10^{-3}$	$2,9 \cdot 10^{-7}$	$-6,8 \cdot 10^{-1}$	$3,2 \cdot 10^{-3}$	$-6,1 \cdot 10^{-5}$
MÉZIÈRES	2	OPC1	-236,621	6,7	+2,17770	$2,5 \cdot 10^{-3}$	$+1,8476 \cdot 10^{-3}$	$5,8 \cdot 10^{-8}$	$-1,3 \cdot 10^{-1}$	$6,2 \cdot 10^{-4}$	$-1,2 \cdot 10^{-5}$
	5	OPC2	-240,354	9,9	+2,25886	$3,4 \cdot 10^{-3}$	$+1,4424 \cdot 10^{-3}$	$7,3 \cdot 10^{-8}$	$-1,8 \cdot 10^{-1}$	$8,5 \cdot 10^{-4}$	$-1,5 \cdot 10^{-5}$
	10	OPC3	-239,463	16,2	+2,24249	$5,5 \cdot 10^{-3}$	$+1,5138 \cdot 10^{-3}$	$1,2 \cdot 10^{-7}$	$-3,0 \cdot 10^{-1}$	$1,3 \cdot 10^{-3}$	$-2,5 \cdot 10^{-5}$
	40	OPC4	-239,451	17,6	+2,24197	$6,1 \cdot 10^{-2}$	$+1,5355 \cdot 10^{-3}$	$1,3 \cdot 10^{-6}$	$-3,2$	$1,5 \cdot 10^{-2}$	$-2,8 \cdot 10^{-4}$
	60	OPC5	-240,767	7,0	+2,26735	$2,4 \cdot 10^{-3}$	$+1,4008 \cdot 10^{-3}$	$5,1 \cdot 10^{-8}$	$-1,3 \cdot 10^{-1}$	$6,0 \cdot 10^{-4}$	$-1,1 \cdot 10^{-5}$

Tab 5.4 – Mesurage de la température dans le sol. Etalonnage des thermomètres à résistance de platine. Coefficients de la courbe d'étalementage $T=a+b.R+c.R^2$ donnant la température en degrés celsius en fonction de la thermorésistance exprimée en ohms.

Pour interpoler entre les points d'étalonnage nous utilisons un ajustement polynomial par les moindres carrés entre la température T et la thermorésistance du capteur. L'analyse des résidus de l'ajustement indique que le degré deux est optimal pour le polynôme d'interpolation. Le tableau 5.4 présente les résultats de l'étalonnage des thermomètres utilisés pour l'échantillonnage du profil thermique des trois échantillons de sol étudiés.

L'incertitude composée maximale [Allisy,5,6/ISO,89/Lecollinet,101,102] sur une mesure de température obtenue avec les thermomètres à résistance de platine est de 0,03K lorsque l'on retient un facteur multiplicateur égal à trois. Le tableau 5.5 récapitule les principales causes d'incertitude et présente le budget d'incertitudes.

Causes d'incertitudes	Incertitude de type A	Incertitude de type B
Etalonnage		
Incertitude sur la température mesurée par le thermomètre étalon.	$S_T = 5 \cdot 10^{-4} K$	$U_T = 3 \cdot 10^{-3} K$
Incertitude sur l'uniformité et la stabilité de la température dans l'enceinte d'étalonnage.	$S_T = 7 \cdot 10^{-3} K$	$U_T = 3 \cdot 10^{-3} K$
Incertitude due à l'interpolation entre les points fixes d'étalonnage.	$S_T = 5 \cdot 10^{-3} K$	—
Mesurage		
Ecart entre la température de l'élément sensible et celle dans le sol.		négligeable
Autochauffement dû à l'effet joule dans l'élément sensible du capteur		négligeable
Coupage thermique avec l'extérieur par conduction de la chaleur à travers les fils électriques de raccordement.		négligeable
Mesurage de la thermorésistance.	$S_T = 1 \cdot 10^{-3} K$	$U_T = 1 \cdot 10^{-3} K$

Tab 5.5 -- Les principales causes de l'incertitude globale sur une mesure

de la température obtenue avec les thermomètres à résistance de platine.

-V.2.2- Le dispositif d'application de la contrainte thermique sur la surface des échantillons de sol.

Pour appliquer le saut de température sur la surface de l'échantillon de sol, nous avons conçu et réalisé une plaque chauffante adaptée et qui se caractérise par:

- une grande inertie thermique pour minimiser les fluctuations de température;
- une conductivité thermique élevée pour que la température soit uniforme sur toute la surface;
- une puissance de chauffage suffisante pour assurer que la condition source infinie de chaleur est correctement remplie;
- des fluctuations périodiques faibles et rapides de la température dues au système de régulation en vue d'assurer un échelon de température satisfaisant.

La plaque chauffante réalisée [Aucoin,11] se compose d'une semelle en cuivre en forme de disque, de cinquante-neuf centimètres de diamètre et de cinq millimètres d'épaisseur, sur laquelle sont soudées trois résistances chauffantes disposées de telle sorte que le flux thermique surfacique soit réparti aussi uniformément que possible. Une seconde plaque de cuivre est appliquée sur la première de façon à enserrer le circuit chauffant, et à constituer un écran thermique de température uniforme qui accroît l'inertie thermique de l'ensemble. Une couche de dix centimètres de laine de verre réalise l'isolation thermique de la partie supérieure et un carter en PVC protège le dispositif dont la cohésion et la rigidité sont obtenues par boulonnage. Un joint de mastic silicone assure l'étanchéité latérale et inférieure du dispositif chauffant.

L'alimentation électrique du circuit de chauffage est assurée à partir du secteur EDF à travers un transformateur qui abaisse la tension à vingt-quatre volts et un rhéostat permet de régler l'intensité du courant électrique dans le circuit. La puissance du circuit de chauffage a été calculée pour être, en toute circonstance, supérieure à celle fournie par le soleil à la surface du sol; nous avons retenu la valeur de deux kilowatts par mètre carré. Le pilotage de ce circuit de chauffage est obtenu par un

relais statique susceptible de basculer un courant d'un intensité pouvant atteindre quarante ampères. La commande du relais est assurée grâce à un régulateur de température d'une sensibilité égale à un dixième de kelvin et dont l'élément sensible est une thermosonde à résistance de platine sous enrobage de verre. Ce thermomètre a été étalonné dans l'EIT simultanément avec ceux qui mesurent la température du sol.

Identifiant Thermosonde	a $^{\circ}\text{C}$	S_a^2 $\text{^{\circ}\text{C}}^2$	b $\text{^{\circ}\text{C.R}^{-1}}$	S_b^2 $\text{^{\circ}\text{C.R}^{-2}}$	c $\text{^{\circ}\text{C.R}^{-3}}$	S_c^2 $\text{^{\circ}\text{C.R}^{-4}}$	S_{ab} $\text{^{\circ}\text{C.R}^{-1}}$	S_{ac} $\text{^{\circ}\text{C.R}^{-2}}$	S_{bc} $\text{^{\circ}\text{C.R}^{-3}}$
PlaqSup	-241,021	6,6	+2,26757	$2,2 \cdot 10^{-3}$	$+1,4480 \cdot 10^{-3}$	$4,4 \cdot 10^{-3}$	$-1,2 \cdot 10^{-1}$	$+5,4 \cdot 10^{-4}$	$-3,8 \cdot 10^{-6}$
PlaqInf	-245,754	$1,4 \cdot 10^{-1}$	+2,36087	$4,5 \cdot 10^{-5}$	$+0,9994 \cdot 10^{-3}$	$9,3 \cdot 10^{-6}$	$-2,5 \cdot 10^{-3}$	$+1,1 \cdot 10^{-5}$	$-2,0 \cdot 10^{-7}$

Tab 5.6 – Mesurage de la température de la plaque chauffante. Étalonnage des thermomètres à résistance de platine. Coefficients de la courbe d'étalonnage $T=a+b.R+c.R^2$ donnant la température en degrés celsius en fonction de la thermorésistance exprimée en ohms. Domaine $+5^{\circ}\text{C}, +45^{\circ}\text{C}$.

La thermosonde est noyée dans la plaque de cuivre, l'excellence de la qualité du contact thermique étant obtenue avec une résine métallique durcissante à charge de cuivre. Un dispositif permet de mesurer la température de cette sonde, et un montage similaire est fait pour la plaque supérieure. L'ensemble ainsi réalisé est suspendu à un portique par l'intermédiaire d'un filin d'acier qui permet de le monter ou descendre à l'aide d'un palan.

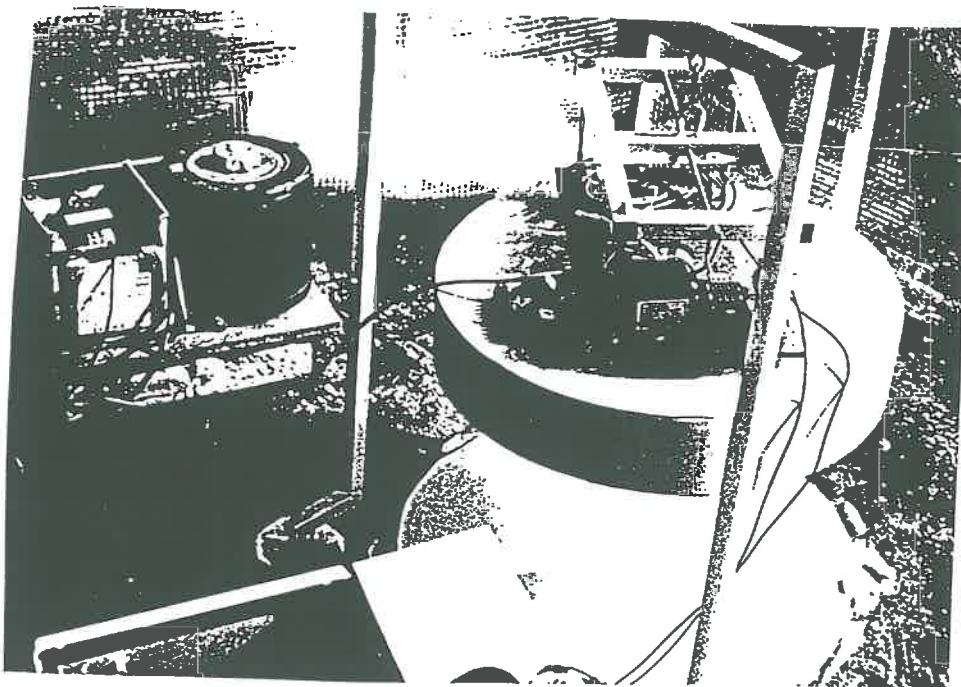


Fig 5.7 – Vue du dispositif d'application de la contrainte thermique sur
la surface des échantillons de sol.

-V.2.3- Le protocole expérimental.

La première étape, qui est également la plus longue, consiste à *uniformiser et à stabiliser le profil thermique dans l'échantillon de sol*. Il n'est ici pas pensable d'imposer une température choisie a priori, c'est la raison pour laquelle nous avons simplement cherché à atteindre une température d'équilibre entre l'échantillon et un volume de sol environnant suffisamment important donc d'une inertie thermique considérable. L'obtention de cet état d'équilibre est acquis en disposant une couverture thermiquement isolante à la surface du sol. L'expérience a montré qu'une épaisseur de vingt-centimètres de laine de verre, répartie sur une aire circulaire centrée sur l'axe de l'échantillon cylindrique et de trois mètres soixante centimètres de diamètre, permet d'obtenir l'effet escompté en une huitaine de jours, et ce quelques soient les conditions climatiques. On observera que cette méthode passive permet une stabilisation très correcte du profil thermique de l'échantillon de sol. L'uniformisation est plus difficile à réaliser, mais les valeurs obtenues sont suffisamment proches du profil uniforme recherché pour que l'on puisse considérer le biais introduit sur la réponse-indicielle comme négligeable. Lorsque l'on réalise l'essai pendant une période climatique qui n'est pas très perturbée, la température d'équilibre de l'échantillon de sol est proche de la température moyenne journalière de l'air.

Le tableau 5.8 présente les résultats obtenus.

Échantillon de sol	Ensaï	$\beta = 0,04 \text{ m}$		$\beta = 0,05 \text{ m}$		$\beta = 0,10 \text{ m}$		$\beta = 0,15 \text{ m}$		$\beta = 0,20 \text{ m}$		$\beta = 0,30 \text{ m}$	
		T °C	$\frac{\Delta T}{\Delta t} \text{ mKmin}^{-1}$	T °C	$\frac{\Delta T}{\Delta t} \text{ mKmin}^{-1}$	T °C	$\frac{\Delta T}{\Delta t} \text{ mKmin}^{-1}$	T °C	$\frac{\Delta T}{\Delta t} \text{ mKmin}^{-1}$	T °C	$\frac{\Delta T}{\Delta t} \text{ mKmin}^{-1}$	T °C	$\frac{\Delta T}{\Delta t} \text{ mKmin}^{-1}$
BOU	Ecompeφ13	8,34	-1,9	8,85	-1,5	8,73	-1,3	8,65	-0,06	8,55	-0,12		
YÉVRES	Ecompeφ15	7,57	+0,13	7,59	+0,19	7,56	+0,19	7,87	+0,06	7,88	+0,01		
MÉRIÈRES	Ecompeφ16	8,68	+0,31	9,37	+0,30	9,31	+0,29	9,05	+0,14	8,99	+0,14		
BOU	Ecompeφ17	10,32	-0,27	10,31	-0,03	10,29	+0,20	10,35	+0,28	10,26	+0,23		
MÉRIÈRES	Ecompeφ28	17,44	-2,9	17,91	+0,10	17,84	+0,23	17,73	+0,18	17,67	+0,16		
YÉVRES	Ecompeφ22	22,09	-0,54	21,99	-0,22	21,85	+0,03	21,48	+0,10	20,83	+0,10		

Tab 5.8 – Mesurage de la réponse indicielle des trois unités typologiques de sols retenues. Profils thermiques initiaux.

Une fois l'équilibre thermique atteint, *l'échantillon de sol est prêt à recevoir la contrainte thermique surfacique*. Pour la générer, la plaque chauffante est disposée sur son support, à la verticale de l'échantillon, et elle est portée à la température spécifiée. Cette dernière ne saurait être quelconque du fait de la variation journalière de la température dans le parc expérimental, mais aussi de l'impossibilité pour notre dispositif de réguler la température de la plaque chauffante en dessous de l'ambiante. Pour les conditions climatiques rencontrées qui sont celles du bassin de Paris, un saut de température d'une amplitude de dix kelvins par rapport à la température prise à deux centimètres de profondeur dans l'échantillon permet la réalisation de l'essai. Pendant le mesurage, l'ensemble du dispositif doit être protégé efficacement de l'éclairement direct du soleil, des intempéries et aussi des courants d'air!

La durée nécessaire à *la mise en équilibre thermique de la plaque chauffante* est de deux à trois heures. Pendant cette période, la plaque est maintenue à vingt centimètres du sol et l'intensité du courant de chauffage, initialement forte, est progressivement diminuée de façon telle que la quantité d'énergie calorifique libérée pendant le passage du courant ne conduise pas à une variation de la température du sabot de cuivre supérieure à celle du seuil de sensibilité du système de régulation qui est d'un dixième de kelvin. Il ne faut toutefois pas réduire l'intensité du courant électrique en deçà de cette valeur car, lors du contact avec le sol, il est nécessaire que le flux de chaleur échangé demeure inférieur à ce que peut fournir le système de chauffage. Avec ce réglage qui nécessite une connaissance pédologique a priori et un certain doigté, la température de la plaque n'est pas affectée significativement par le contact avec le sol.

Le mesurage du profil thermique dans l'échantillon de sol débute une heure avant l'instant du contact plaque-sol de façon à évaluer le profil thermique initial ainsi que la dérive thermique du massif de terre placé sous la couverture isolante.

Le contact plaque-sol est réalisé en quelques secondes après avoir ôté le couvercle aménagé dans le dispositif isolant, et une scrutation du profil thermique de l'échantillon est réalisée à cet instant. Le dispositif isolant de la surface du sol environnant l'échantillon demeure en place jusqu'à la fin de l'essai.

La période de scrutation retenue pour les thermosondes est de quatre cent quatre vingt secondes, ce qui permet d'*échantillonner correctement la thermocinétique des sols* dont l'inertie thermique est considérable. L'essai est poursuivi pendant vingt-quatre heures après le début d'application de la contrainte thermique, c'est à dire bien au-delà de la durée nécessaire à l'onde de chaleur pour atteindre la base de l'échantillon et que l'on détermine avec la thermosonde placée à soixante centimètres de profondeur, au contact échantillon-sol d'accueil.

-V.2.4- Les essais, plan d'expérience.

Les essais ont été conduits sur les trois unités typologiques de sol étudiées de manière à obtenir leur réponse en deux états caractéristiques qualifiés de sec et d'humide.

Pour atteindre un profil hydrique stabilisé aussi proche que possible de la réalité, les échantillons ont été laissés avec leur surface en contact avec l'atmosphère, mais abritée toutefois de l'éclairement direct du soleil ainsi que des intempéries et des courants d'air violents. Nous avons ainsi obtenu des profils hydriques représentatifs de ceux qui existent en sols nus aux différents stades d'une phase de dessèchement prolongée.

		$z \text{ en m}$	0,15	0,25	0,35	0,45
BOU	sec ECOM ϕ 17		0,080	0,104	0,098	0,087
	humide ECOM ϕ 13		0,166	0,223	0,214	0,189
YEVRES	sec ECOM ϕ 15		0,267	0,272	0,229	0,231
	humide ECOM ϕ 22		0,293	0,283	0,234	0,242
MEZIERES	sec ECOM ϕ 20		0,225	0,325	0,429	0,448
	humide ECOM ϕ		0,491	0,498	0,495	0,456

Tab 5.9 – Mesurage de la réponse indicelle des trois unités typologiques de sols retenues. Profils hydriques, humidité volumique en m^3 d'eau par m^3 de sol.

L'acquisition des mesures de température est automatisée. La scrutation des sept thermorésistances est faite par l'intermédiaire d'un bus IEEE, avec une périodicité de huit minutes. La chaîne de mesure est celle utilisée pour le mesurage de la conductivité thermique.

-V.2.5- Les résultats expérimentaux.

Les fichiers de mesures brutes acquises sont transférés depuis le dispositif expérimental vers le système informatique où elles sont mises en forme et traitées comme l'indique la figure 5.10. La base de données créée (collection de fichiers d'essais thermiques et commandes logicielles d'exploitation des mesures) permet l'analyse initiale et la visualisation du phénomène thermique.

Le résultat du premier traitement des mesures brutes d'un essai de comportement thermique est contenu dans un fichier informatique constitué d'autant d'enregistrements qu'il y a eu de scrutations du profil thermique. Pour chacune des scrutations les mesures de température archivées constituent un échantillonnage instantané du profil de température vertical dans l'échantillon de sol. Elles sont exprimées de deux manières, en valeurs réelles et en valeurs relatives de l'élévation de température à la profondeur concernée, rapportée au

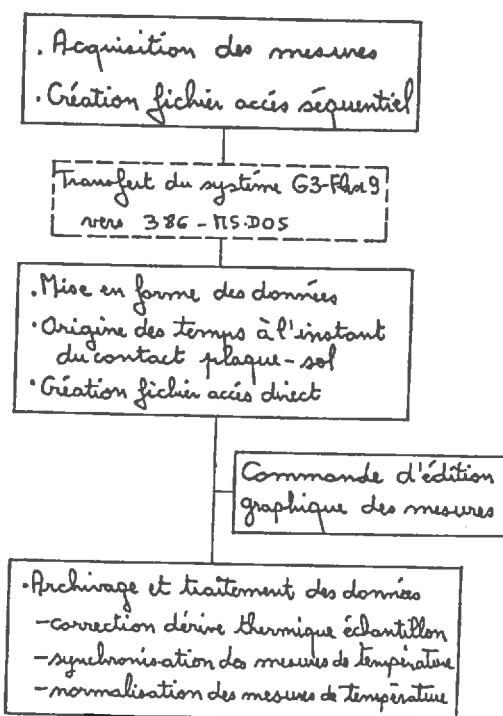


Fig 5.10 – Mesurage de la réponse indicielle d'une unité typologique de sol. Organigramme du prétraitement des données recueillies.

saut de température appliqué à la surface (élévation de température normalisée, [Myers,119]). Ces mesures expriment la réponse indicielle expérimentale $U(z,t)$ des différentes couches de sol délimitées par la surface et le plan horizontal contenant les thermosondes à une profondeur z donnée.

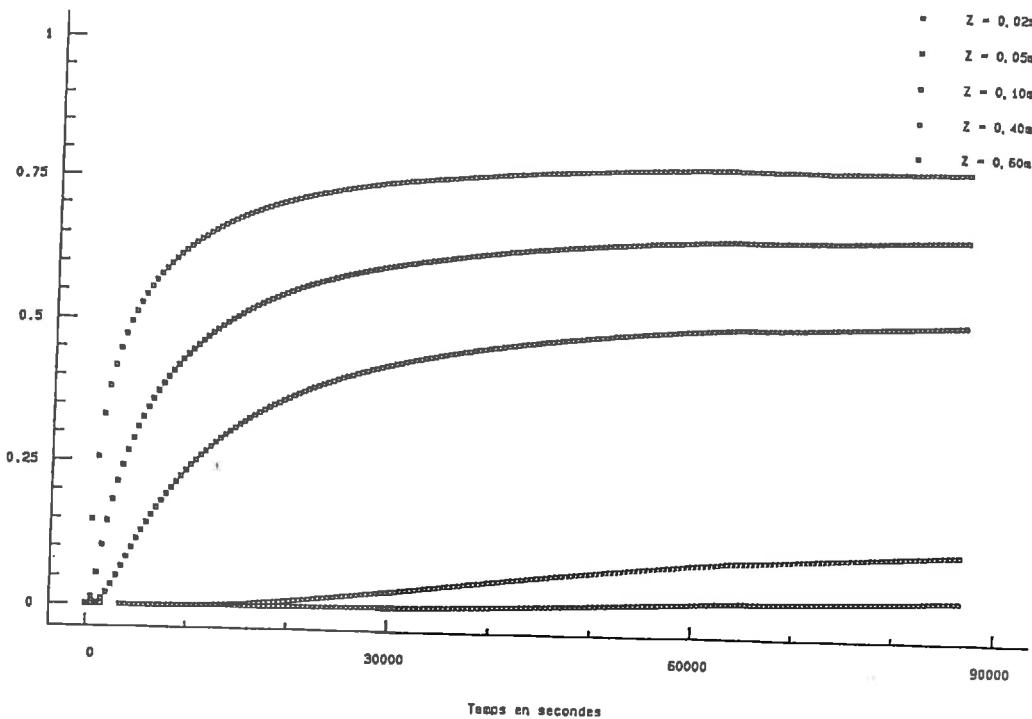


Fig 5.11 – Mesurage de la réponse indicielle d'une unité typologique de sol. Graphes expérimentaux de la valeur normalisée de l'élévation de température dans le sol. Exemple de l'essai Ecomp013 pour le sol sableux peu évolué d'apport alluvial ligérien de Bou.

-V.3- La réponse impulsionale d'une unité typologique de sol.

L'analyse des courbes expérimentales de la réponse indicielle des différentes couches de sol peut être réalisée selon plusieurs approches, par une application directe de la loi de propagation de la chaleur ou par l'intermédiaire de modèles empiriques de comportement. *L'expression de la réponse impulsionale thermique des sols est directement déduite du modèle analytique de la réponse indicielle des unités typologiques de sol étudiées.*

Un premier examen des résultats des essais permet d'évaluer quelques *temps de réponse des sols à une contrainte surfacique en température, caractéristiques de leur comportement thermique*. Il se vérifie que les sols secs réagissent plus vite et plus fortement à la contrainte surfacique. Les valeurs du temps de réponse à soixante-trois pour cent de l'élévation finale de la température à une profondeur donnée, montrent la nécessité d'utiliser des durées d'essai variables en fonction des types de sol. Ces durées vont de trois heures en sols sableux à plus de quarante heures en sols argileux. Le tableau 5.12 présente les valeurs expérimentales obtenues sur les trois unités typologiques de sol étudiées.

A coté de ces temps de réponse obtenus directement sur les courbes thermocinétiques expérimentales, nous avons fait figurer un temps caractéristique important, déterminé à partir de l'analyse du système physique qui va suivre. Il s'agit du "*retard*" qui mesure la durée entre l'instant du contact plaque chauffante-sol et celui de la première détection du signal thermique induit par le chauffage à une profondeur donnée. La forme même de l'équation de la chaleur suppose l'établissement instantané dans tout le sol d'un gradient thermique dès l'application de la contrainte surfacique [Martinet,108/Vernotte,146]. Ceci est en contradiction avec la règle des métrologues qui considèrent comme nul tout signal imperceptible, à l'incertitude de mesure près. Il apparaît dès maintenant que les solutions de l'équation de la chaleur, contrairement à celle de l'équation des télégraphistes par exemple, ne permettent pas d'introduire la notion de retard et vont être inadaptées aux temps courts. Le retard évalue la durée mise par l'onde de chaleur pour atteindre la profondeur considérée et croît avec cette dernière; il est plus important dans les sols à texture fine.

	$\frac{U(3,t)}{U(2,\infty)} = 0,1$	$\frac{U(3,t)}{U(2,\infty)} = 0,632$	$\frac{U(3,t)}{U(2,\infty)} = 0,9$	Retard
BOU Ecompf17	0,02	133	2556	21090
	0,05	908	9080	39822
	0,10	2887	21010	59901
BOU Ecompf13	0,02	952	3884	18644
	0,05	1061	8644	29267
	0,10	2941	16177	44867
YEVRES Ecompf15	0,02	725	6718	28857
	0,05	2208	13890	43074
	0,10	4058	20950	55937
YEVRES Ecompf23	0,02	833	10151	39837
	0,05	2557	19372	57545
	0,10	4939	33026	98313
MEZIERS Ecompf24	0,02	826	18212	55816
	0,05	2826	31136	82904
	0,10	7216	47201	107860
MEZIERS Ecompf16	0,02	696	11046	44589
	0,05	2207	20367	65603
	0,10	6231	47046	156898

Tab 5.12 – Mesurage de la réponse indicelle d'une unité typologique de sol. Temps de réponse caractéristiques, en secondes.

-V.3.1- Modèles de connaissance.

Ce sont ceux qui, au prix d'une stylisation adaptée, permettent l'application explicite des lois de la physique pour l'étude du comportement de l'objet sol placé dans des situations particulières, en général non rencontrées dans le milieu naturel mais qui constituent des cas limites pouvant être traités exactement.

Le plus représentatif de ces modèles dans l'application aux sols est celui qui considère *un milieu semi-infini dans lequel les transferts thermiques sont régis par l'équation de la chaleur*, et dont une expression analytique est:

$$(5.6) \quad \frac{T(z,t) - T_i}{\Delta T_p} = \frac{T_2(z,t) - T_2(z,0)}{T_2(0,t) - T_2(z,0)} = \operatorname{erfc} \left(\frac{z}{2\sqrt{a^* \cdot t}} \right) \quad \text{pour } t > 0$$

avec

$$T_2(z,t) = T_i \quad \forall z, t < 0$$

$$T_2(0,t) = T_p \quad t > 0$$

et

$$a^* = \frac{\lambda^*}{\rho_2 \cdot c_2} \quad \text{la diffusivité thermique, en } m^2.s^{-1} ;$$

λ^* la conductivité thermique apparente de la couche de sol délimitée par deux plans horizontaux aux profondeurs 0 et z , en $W.m^{-1}.K^{-1}$;

ρ_2 la masse volumique de la couche de sol délimitée ci-dessus, en $kg.m^{-3}$;
 c_2 la capacité thermique massique du matériau de la couche de sol délimitée ci-dessus, en $J.kg^{-1}.K^{-1}$;

z la profondeur dans le sol, en m ;

t le temps, en s ;

$T_2(z,t)$ la température dans le sol, à la profondeur z et à l'instant t , en K ;

T_i la température initiale uniforme du sol, en K ;

T_p la température constante de la plaque chauffante, en K ;

$\Delta T_p = T_p - T_i$ le saut de température appliqué sur la surface du sol, en K .

La diffusivité thermique de la couche de sol considérée, exprimée en $m^2.s^{-1}$ dans le système international d'unités, est censée caractériser à elle seule la propagation de la chaleur dans le milieu, en combinant l'effet capacitif du sol avec son aptitude à se laisser traverser par l'énergie

thermique. Dans le cas des unités de sol étudiées, l'hypothèse d'une valeur constante de la diffusivité thermique ne se vérifie pas, comme le montre les valeurs présentées en exemple sur la figure 5.13.

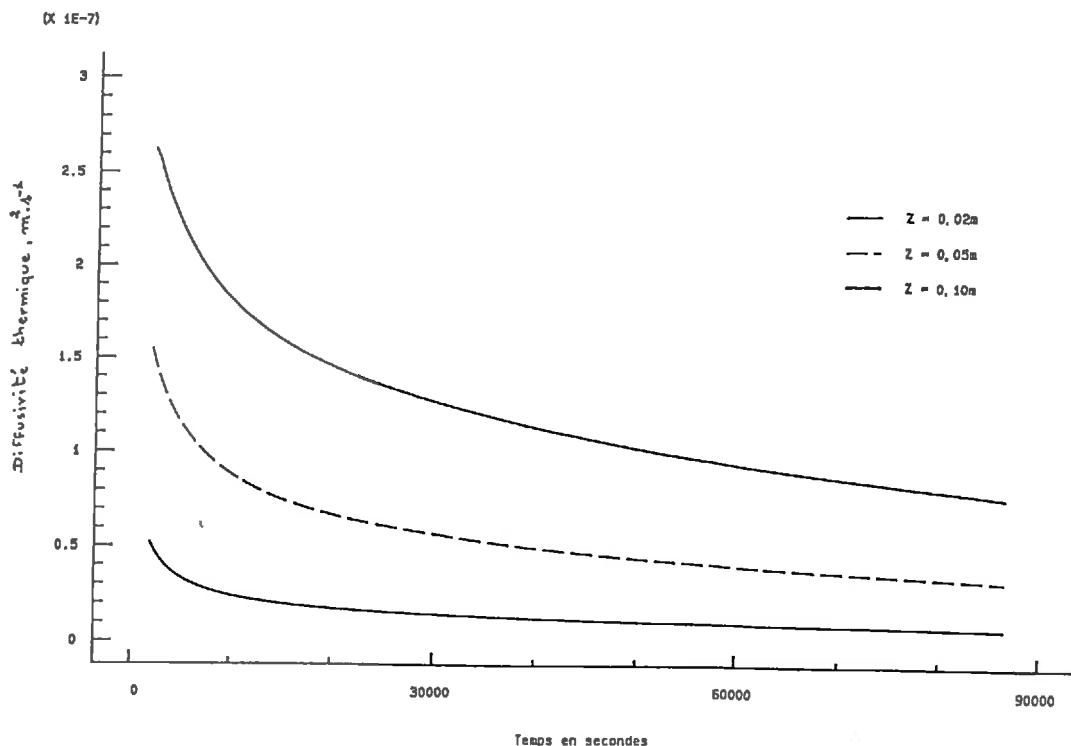


Fig 5.13 – Détermination de la diffusivité thermique du sol à partir de la mesure de la réponse indicielle. Application du modèle de milieu semi-infini où la diffusion de l'énergie thermique est régie par l'équation de la chaleur à l'échelle macroscopique.
Exemple du sol argileux brunifié de Mézières, à l'état humide.

Cet exemple souligne l'inadéquation de la démarche précédente dans le cas des sols, et le peu d'intérêt que présente, pour les ingénieurs pédologues, la fourniture d'une valeur du coefficient de diffusivité thermique macroscopique ainsi déterminée. Quelques auteurs [Martinet,108] introduisent un coefficient de diffusivité fonction du temps, ce qui permet un ajustement correct du

modèle sur les mesures d'un essai particulier, mais ceci ne correspond pas à notre objectif qui est de déterminer des caractéristiques intrinsèques des systèmes physiques sols.

-V.3.2- Modèles de représentation.

Les méthodes d'analyse globale des systèmes physiques, souvent désignées par le qualificatif systémiques [Hach,151], fournissent une réponse au problème de la caractérisation du comportement thermique des sols. Si les paramètres déterminés par ces méthodes sont difficilement reliés analytiquement aux paramètres thermiques classiques des sols, ils n'en constituent pas moins des caractéristiques intrinsèques de ces sols, transposables et utilisables par les ingénieurs.

Les systèmes linéaires étant caractérisés complètement par leur réponse à une impulsion unité, nous avons recherché un opérateur fonctionnel de ce type, aussi proche que possible de celui du système sol réel, ce dernier étant, bien entendu, causal et biunivoque. Notre critère d'évaluation de la qualité de l'adéquation entre modèle et réalité est la valeur absolue de l'écart entre les mesures de température et les valeurs numériques fournies par le calcul. *Nous considérerons que le modèle ajusté est satisfaisant lorsque les écarts calculés sur toutes les mesures sont inférieurs à la valeur de l'incertitude globale sur une mesure de température qui, prise à trois écart-types, est de trente millikelvins.*

Un plan d'expérience adapté est nécessaire pour obtenir un ajustement correct avec les algorithmes d'ajustement non linéaires mis en oeuvre (gradient, Gauss-Newton, Marquardt) qui utilisent la somme des carrés des résidus comme critère de qualité.

L'acquisition des mesures de température a été réalisée avec une périodicité fixe et égale à quatre-cent-quatre-vingts secondes. Ceci est tout à fait inadapté à la réalisation d'un ajustement correct, il est nécessaire d'optimiser la répartition des mesures de la réponse indicielle prises en compte par l'ajustement en utilisant une partition régulière de l'élévation totale de température.

C'est ce que nous avons réalisé dans le plan d'expérience propre à l'ajustement dont la qualité est toutefois déterminée en calculant la somme des carrés des résidus pour toutes les mesures de température de la réponse indicielle.

La durée utile de l'essai est déterminée par le suivi de la température au contact échantillon-sol d'accueil, et la condition retenue exige une élévation de cette température inférieure à deux pour cent du saut de température appliquée sur la surface.

L'ajustement de modèles aux mesures de température a été fait avec une méthode de minimisation séquentielle [Tomassone,139]. Il débute avec un système initial aussi simple que possible, en l'occurrence un système du premier ordre, puis l'ordre du système est augmenté jusqu'à réduire les résidus à une valeur inférieure à celle de l'incertitude globale de mesure sur la température. Cette méthode nous a conduit à *considérer les couches de sol, prises depuis la surface et épaisses de deux, cinq et dix centimètres, comme des systèmes d'ordre quatre*.

Nos essais, conduits pendant une durée inférieure à vingt-quatre heures, ne permettent pas une analyse correcte de la réponse indicielle de la couche de sol comprise entre la surface et quarante centimètres de profondeur, l'amplitude du signal demeurant insuffisante. Des durées utiles d'essai de l'ordre de deux à trois jours sont nécessaires, ce qui repose le problème de la taille de l'échantillon.

L'expression analytique du modèle de réponse indicielle ajusté est, pour une valeur fixée de la profondeur z dans le sol :

$$(5.7) \quad \frac{U(t)}{\Delta T_p} = \sum_{i=0}^{i=4} A_i \cdot \exp(-B_i \cdot t)$$

avec

A_i l'amplitude maximale des composantes du modèle, sans dimension ;

B_i la constante de temps des composantes du modèle ($B_0=0$), en s^{-1} .

Ceci équivaut à considérer le sol en tant que filtre linéaire, et il lui correspond l'équation différentielle suivante dont les coefficients constants α_i peuvent être déterminés à partir de l'ajustement de la réponse indicielle.

$$(5.8) \quad \alpha_5 \cdot \frac{d^4 U}{dt^4} + \alpha_4 \cdot \frac{d^3 U}{dt^3} + \alpha_3 \cdot \frac{d^2 U}{dt^2} + \alpha_2 \cdot \frac{dU}{dt} + \alpha_1 \cdot U + \alpha_0 = Y(t)$$

L'expression analytique de la réponse impulsionale est alors :

$$(5.9) \quad \frac{1}{\Delta T_p} \cdot \frac{dU(t)}{dt} = H(t) = - \sum_{i=1}^{i=4} A_i \cdot B_i \cdot \exp(-B_i \cdot t)$$

Le tableau 5.14 présente les résultats obtenus, et l'étude des écarts entre le modèle et les mesures montre la qualité du résultat obtenu, ce que visualisent les figures 5.15, 5.16 et 5.17.

Essai	Référence en m	$T(b) = A_0 + A_1 \cdot \exp(-B_1 \cdot t) + A_2 \cdot \exp(-B_2 \cdot t) + A_3 \cdot \exp(-B_3 \cdot t) + A_4 \cdot \exp(-B_4 \cdot t)$												m	$\sum \mathcal{E}_i^4$	\mathcal{E}_{min}	\mathcal{E}_{max}	Durée max. en s	Signal maxi	
		A_1	S_{A_1}	B_1	S_{B_1}	A_2	S_{A_2}	B_2	S_{B_2}	A_3	S_{A_3}	B_3	S_{B_3}	A_4	S_{A_4}	B_4	S_{B_4}			
Ecomorph17	0,02 -0,320	0,003	+1,1,10 ⁻³	9,10 ⁻⁶	-0,2,73	0,006	+3,3,50 ⁻⁴	4,10 ⁻⁶	-0,2,19	0,002	+4,1,10 ⁻⁵	5,10 ⁻⁷	-0,0,62	0,004	+2,9,10 ⁻³	5,10 ⁻⁴	1,1,10 ⁻⁴	-0,0,029	+0,0039	561579
Bou acc	Q05 -0,335	0,007	+3,3,10 ⁻⁵	2,10 ⁻⁶	-0,3,48	0,003	+2,2,10 ⁻⁴	1,10 ⁻⁵	-0,1,38	0,005	+1,1,10 ⁻⁴	1,10 ⁻⁴	+0,1,23	0,003	+3,1,10 ⁻³	7,10 ⁻⁵	+0,1,6833	0,0032	118	1,1,10 ⁻⁴
Ecomorph43	0,10 -0,458	0,006	+3,3,10 ⁻⁵	1,10 ⁻⁶	-0,2,74	0,006	+1,8,10 ⁻⁴	9,10 ⁻⁶	+0,1,35	0,008	+1,1,10 ⁻⁴	5,10 ⁻⁵	-0,0,48	0,002	+3,5,10 ⁻³	4,10 ⁻⁴	3,1,10 ⁻⁵	-0,0,044	+0,0043	561579
Bou rumide	0,02 -0,344	0,008	+1,1,10 ⁻³	2,10 ⁻⁵	-0,2,79	0,006	+3,0,10 ⁻⁴	2,10 ⁻⁵	-0,2,55	0,009	+6,1,10 ⁻⁵	2,10 ⁻⁶	+0,0,66	0,002	+4,1,10 ⁻³	3,10 ⁻⁴	1,1,10 ⁻⁴	-0,0,020	+0,0036	561579
Ecomorph15	0,05 -0,335	0,005	+2,0,10 ⁻⁴	8,10 ⁻⁶	-0,2,24	0,040	+5,0,10 ⁻⁵	2,10 ⁻⁶	-0,1,44	0,003	+7,1,10 ⁻⁴	4,10 ⁻⁵	+0,0,97	0,002	+2,6,10 ⁻³	2,10 ⁻⁴	+0,6634	0,0044	118	3,1,10 ⁻⁵
YEVRES acc	0,10 -0,317	0,004	+1,1,10 ⁻⁵	2,10 ⁻⁶	-0,2,99	0,004	+3,9,10 ⁻⁶	5,10 ⁻⁷	+0,1,19	0,0002	+1,0,10 ⁻³	2,10 ⁻⁵	-0,0,27	0,001	+3,1,10 ⁻³	2,10 ⁻⁴	+0,5443	0,0007	118	4,1,10 ⁻⁶
Ecomorph15	0,02 -0,393	0,006	+4,3,10 ⁻⁴	8,10 ⁻⁶	-0,2,73	0,006	+4,3,10 ⁻⁵	1,10 ⁻⁶	-0,2,47	0,014	+9,5,10 ⁻⁴	3,10 ⁻⁵	+0,1,30	0,0006	+2,9,10 ⁻³	4,10 ⁻⁵	+0,3813	0,0008	117	4,1,10 ⁻⁵
YEVRES	0,05 -0,375	0,003	+1,1,10 ⁻⁴	3,10 ⁻⁶	-0,3,30	0,004	+4,0,10 ⁻⁵	4,10 ⁻⁷	+0,224	0,067	+9,2,10 ⁻⁴	3,10 ⁻⁴	-0,1,30	0,003	+3,9,10 ⁻³	3,10 ⁻⁴	+0,6505	0,0005	174	6,1,10 ⁻⁵
Ecomorph22	0,10 -0,318	0,014	+3,4,10 ⁻⁵	1,10 ⁻⁶	-0,3,04	0,013	+1,3,10 ⁻⁴	6,10 ⁻⁶	+0,158	0,004	+7,2,10 ⁻⁴	2,10 ⁻⁵	-0,0,32	0,002	+2,5,10 ⁻³	4,10 ⁻⁵	+0,5566	0,0024	174	6,1,10 ⁻⁵
YEVRES	0,02 -0,370	0,010	+3,8,10 ⁻⁵	2,10 ⁻⁶	-0,3,42	0,007	+2,0,10 ⁻⁵	1,10 ⁻⁵	-0,1,50	0,005	+7,6,10 ⁻⁴	2,10 ⁻⁵	+0,0,06	0,0004	+3,2,10 ⁻³	5,10 ⁻⁵	+0,8032	0,0032	123	4,1,10 ⁻⁶
Ecomorph22	0,05 -0,452	0,008	+3,2,10 ⁻⁵	1,10 ⁻⁶	-0,3,22	0,008	+4,5,10 ⁻⁴	6,10 ⁻⁶	-0,1,18	0,062	+4,3,10 ⁻⁴	3,10 ⁻⁵	-0,1,01	0,002	+3,2,10 ⁻³	4,10 ⁻⁴	+0,3741	0,0037	123	4,1,10 ⁻⁵
YEVRES	0,10 -0,423	0,008	+4,3,10 ⁻⁵	2,10 ⁻⁶	-0,3,54	0,025	+8,5,10 ⁻⁵	4,10 ⁻⁶	+0,118	0,004	+7,1,10 ⁻⁴	2,10 ⁻⁵	-0,0,15	0,0015	+2,5,10 ⁻³	3,10 ⁻⁴	+0,6865	0,0194	123	3,1,10 ⁻⁵
Ecomorph22	0,02 -0,275	0,004	+3,3,10 ⁻⁵	1,10 ⁻⁶	-0,1,50	0,024	+3,2,10 ⁻⁴	3,10 ⁻⁵	-0,0,27	0,002	+1,1,10 ⁻⁴	2,10 ⁻⁵	-0,0,03	0,0003	+1,7,10 ⁻³	4,10 ⁻⁴	+0,3442	0,0008	123	4,1,10 ⁻⁵
MEZIERES	Q05 -0,328	0,009	+8,5,10 ⁻⁵	3,10 ⁻⁷	-0,1,02	0,004	+1,7,10 ⁻⁴	3,10 ⁻⁶	+0,0,24	0,003	+1,1,10 ⁻⁴	3,10 ⁻⁵	-0,1,01	0,001	+3,2,10 ⁻³	2,10 ⁻⁴	+0,0027	+0,0011	561579	0,6130
MEZIERES	0,10 -0,333	0,014	+8,4,10 ⁻⁵	2,10 ⁻⁶	-0,0,32	0,0004	+5,8,10 ⁻⁴	9,10 ⁻⁵	-0,0,25	0,047	+7,9,10 ⁻⁴	4,10 ⁻⁵	+0,0,05	0,0005	+2,9,10 ⁻³	3,10 ⁻⁴	+0,1038	0,0010	123	3,1,10 ⁻⁵
Ecomorph16	Q02 -0,287	0,014	+3,6,10 ⁻⁵	2,10 ⁻⁶	-0,1,00	0,040	+2,0,10 ⁻⁴	2,10 ⁻⁵	-0,1,16	0,004	+8,5,10 ⁻⁴	3,10 ⁻⁶	+0,0,35	0,0004	+7,3,10 ⁻³	2,10 ⁻⁴	+0,5885	0,0033	150	1,1,10 ⁻⁴
MEZIERES	0,05 -0,308	0,024	+2,7,10 ⁻⁵	4,10 ⁻⁶	-0,2,24	0,023	+1,3,10 ⁻⁴	2,10 ⁻⁵	+0,0,67	0,002	+1,5,10 ⁻⁴	1,10 ⁻⁵	-0,0,67	0,005	+5,5,10 ⁻⁴	3,10 ⁻⁵	+0,524	0,0102	150	1,1,10 ⁻⁴
MEZIERES	0,10 -0,316	0,011	+4,4,10 ⁻⁵	3,10 ⁻⁶	-0,2,33	0,024	+5,9,10 ⁻⁵	3,10 ⁻⁶	+0,0,67	0,002	+6,7,10 ⁻⁴	2,10 ⁻⁵	-0,0,15	0,0008	+9,3,10 ⁻³	3,10 ⁻⁴	+0,4874	0,0028	150	1,1,10 ⁻⁵
																		-0,0,009	+0,0042	71524
																		1,1,10 ⁻⁵		0,3662

Tab 5.14 – Modélisation de la réponse indicelle de la partie supérieure de l'horizon cultural des trois unités typologiques de sol étudiées.

Coefficients d'ajustement du système d'ordre quatre.

Fig 5.15 – Modélisation de la réponse indicielle de la partie supérieure

de l'horizon cultural du sol sableux peu évolué d'apport
alluvial de Bou. Graphes des valeurs normalisées des écarts
entre les mesures et le modèle système d'ordre quatre.

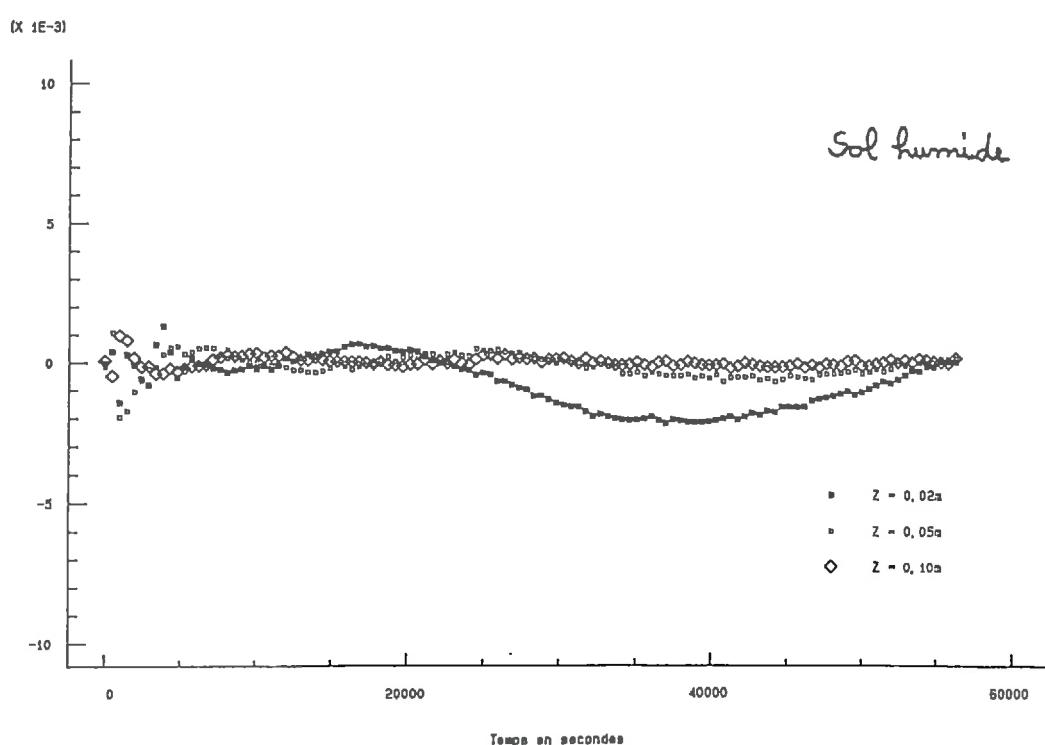
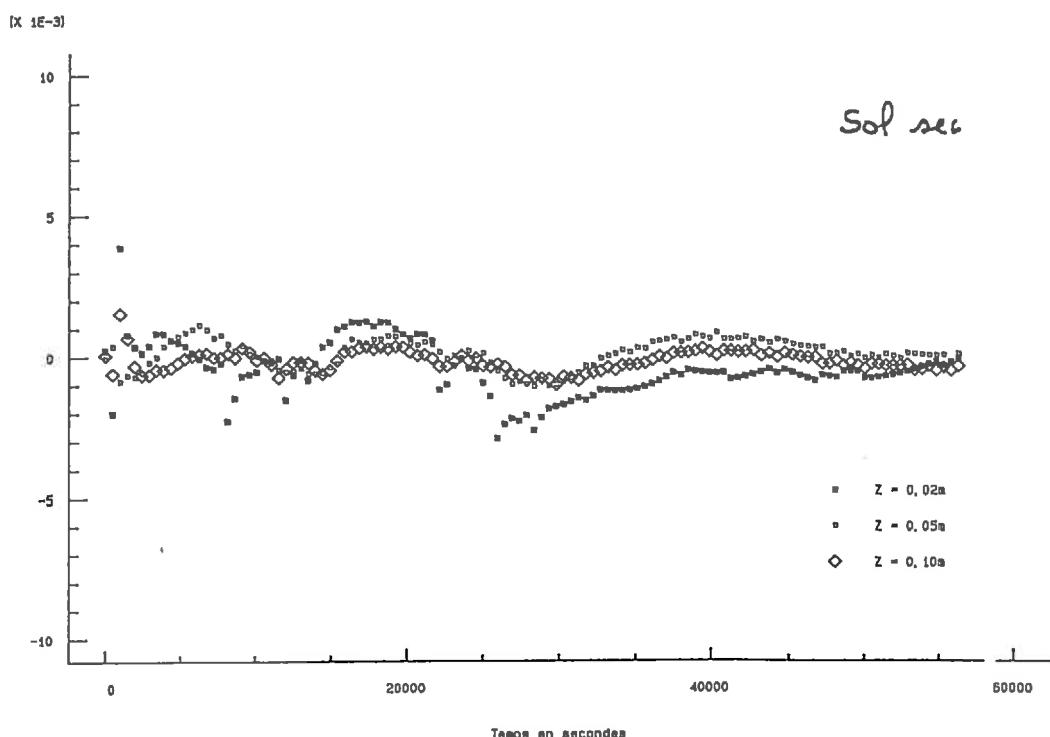


Fig 5.16 – Modélisation de la réponse indicelle de la partie supérieure de l'horizon cultural du sol limoneux lessivé de Yévres. Graphes des valeurs normalisées des écarts entre les mesures et le modèle système d'ordre quatre.

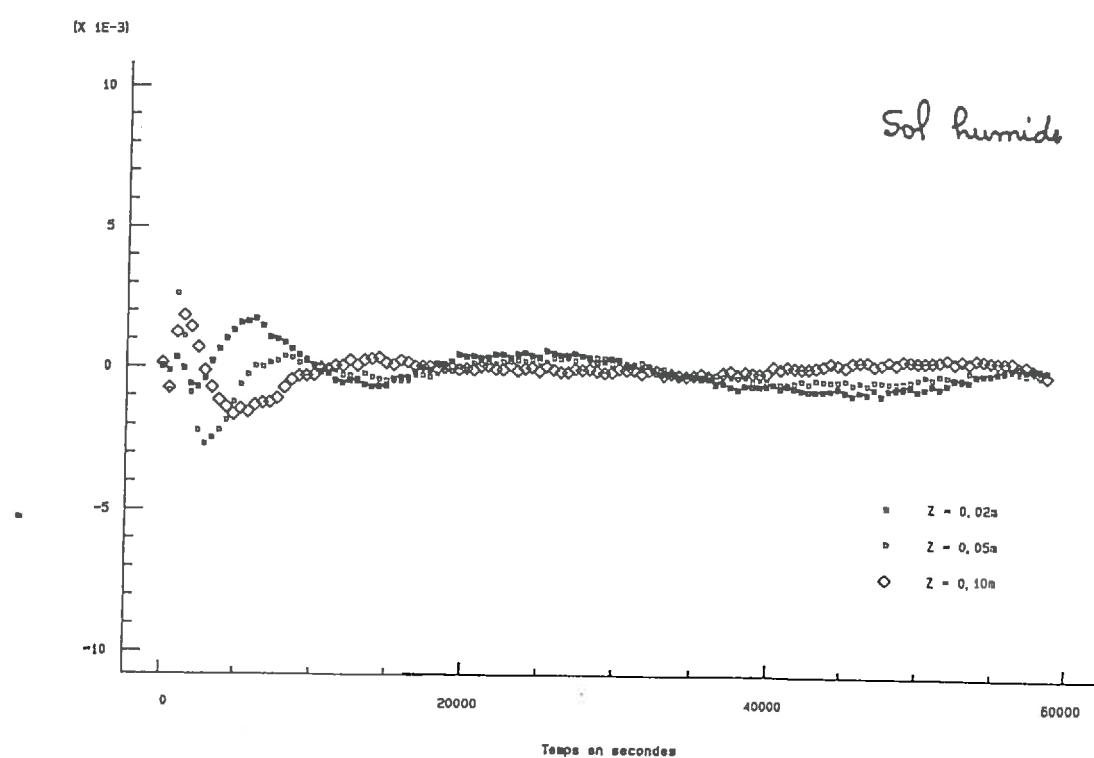
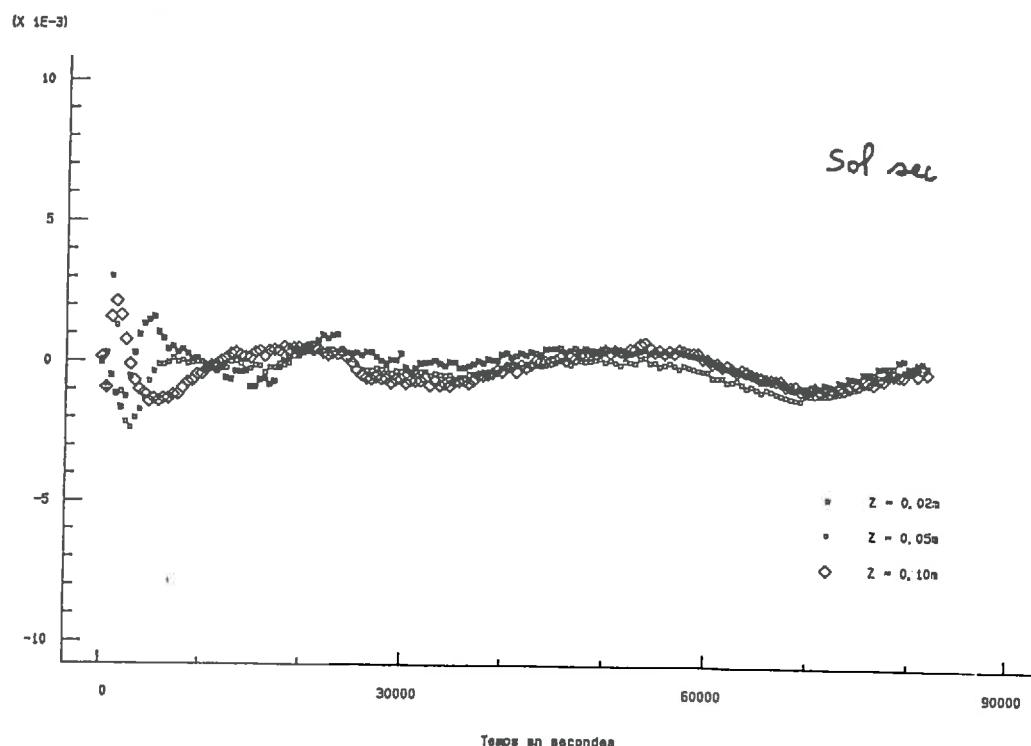
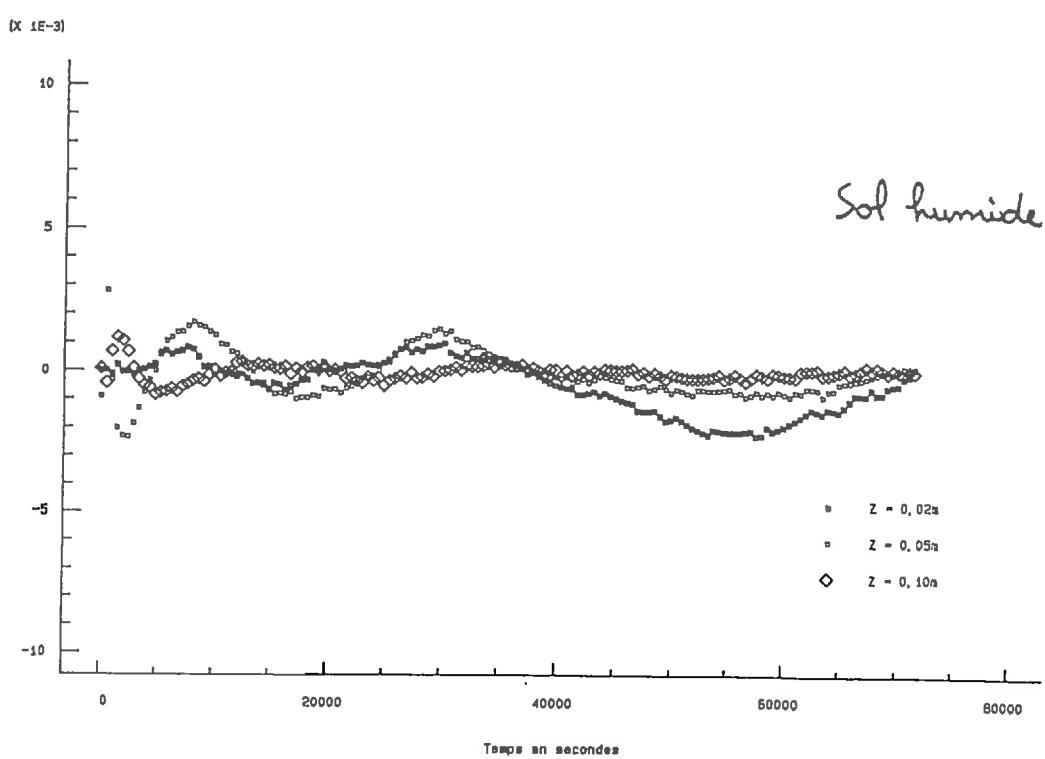
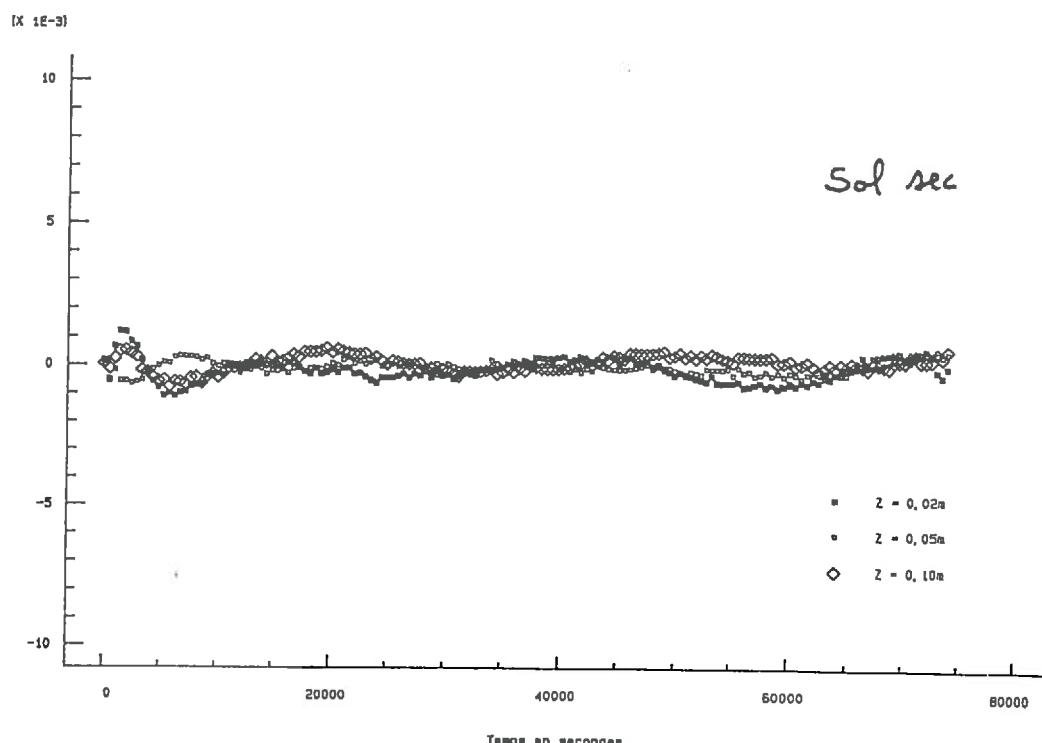


Fig 5.17 – Modélisation de la réponse indicielle de la partie supérieure

de l'horizon cultural du sol argileux brunifié de Mézières.

Graphes des valeurs normalisées des écarts entre les mesures et
le modèle système d'ordre quatre.



-V.3.3- L'incertitude sur une mesure de la réponse impulsionale d'une unité typologique de sol.

La qualité de la détermination obtenue pour la réponse impulsionale est déterminée par l'incertitude qui entache la prévision de la réponse indicelle lorsque l'on utilise le modèle établi. Pour l'évaluer nous composons [Allisy,5,6/ISO,89/Lecollinet,101,102] les deux termes que sont l'incertitude sur la mesure de la température dans le sol et celle qui résulte de l'inadéquation du modèle ajusté. Ces incertitudes sont estimées à l'aide des variances expérimentales. L'incertitude sur les mesures de temps est négligeable.

Mis à part le cas de la couche superficielle où les deux termes ont une importance équivalente, *c'est l'incertitude sur une mesure de la température qui est la composante essentielle de l'incertitude globale sur la réponse impulsionale. Sa valeur est de trente millikelvins.*

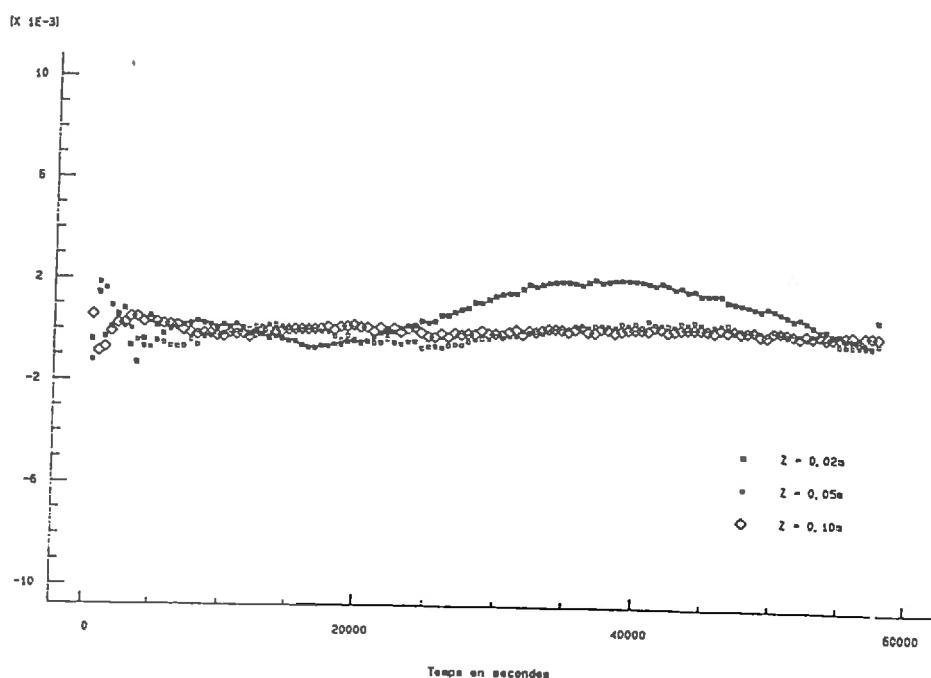


Fig 5.18 – Mesurage de la réponse impulsionale des trois unités typologiques de sols étudiées. Mise en oeuvre de la méthode de Duhamel avec les valeurs expérimentales. Graphes des valeurs normalisées des écarts entre la température mesurée dans le sol et la valeur numérique calculée, exemple de l'essai Ecomp013.

Nous pouvons évaluer globalement l'influence de l'incertitude de mesure sur la température pour la détermination de la réponse impulsionale en appliquant la méthode de Duhamel, c'est à dire en convoluant la contrainte appliquée, en l'occurrence la fonction d'Heaviside, à l'aide des réponses impulsionales thermiques obtenues pour les trois unités typologiques de sol. La comparaison des résultats de la convolution avec les mesures obtenues lors de la détermination de la réponse indicielle souligne l'importance prédominante de l'incertitude sur les mesures de la température dans le sol. *L'écart entre les mesures de température et les valeurs numériques calculées demeure inférieur à trente millikelvins.*

-V.3.4- La réponse impulsionale des unités typologiques de sol étudiées.

La dernière partie de l'analyse du mesurage de la réponse impulsionale thermique des sols est celle qui établi le lien avec les grandeurs d'influence pédologiques, c'est à dire l'épaisseur de la couche de sol considérée, le taux d'humidité et le type de matériau.

Influence de l'épaisseur de la couche de sol considérée. Nous observons pour les sols à texture grossière, ce qui correspond au sol sableux de Bou mais également au sol argileux de Mézières à l'état sec, que la réponse de la couche superficielle à la contrainte thermique est quasi-immédiate, l'amplitude étant toutefois beaucoup plus grande dans le sol quartzeux plus conducteur. Toutes les courbes ont des formes similaires, un taux d'humidité plus élevé diminuant simplement l'amplitude initiale. Cette amplitude de la réponse impulsionale thermique, considérée pour les trois épaisseurs de sols (deux, cinq et dix centimètres) devient pratiquement égale au bout d'une durée voisine d'une heure en sol sableux, proche de deux heures en sol limoneux et un peu supérieure à trois heures en sol argileux. L'influence du retard apparaît nettement.

La teneur en eau agit sur l'amplitude maximale de la réponse impulsionale thermique, celle-ci est d'autant plus faible que l'humidité est forte. Cependant cette action se fait surtout sentir à court terme, pour des temps inférieurs à une ou deux heures pour la couche superficielle sauf en sol

argileux où elle persiste davantage. Cet effet différentiel se prolonge toutefois plus longtemps en profondeur.

L'influence du matériau est beaucoup plus marquée que celle de l'eau, surtout sur l'amplitude de la réponse impulsionale qui est très inférieure en sol argileux à ce qu'elle est en sol sableux, le sol limoneux ayant comme d'habitude une position intermédiaire.

Fig 5.19 – Comportement thermique des sols. Graphes des valeurs normalisées de la réponse impulsionnelle des trois unités typologiques de sol étudiées. Influence de l'épaisseur de la couche de sol considérée.

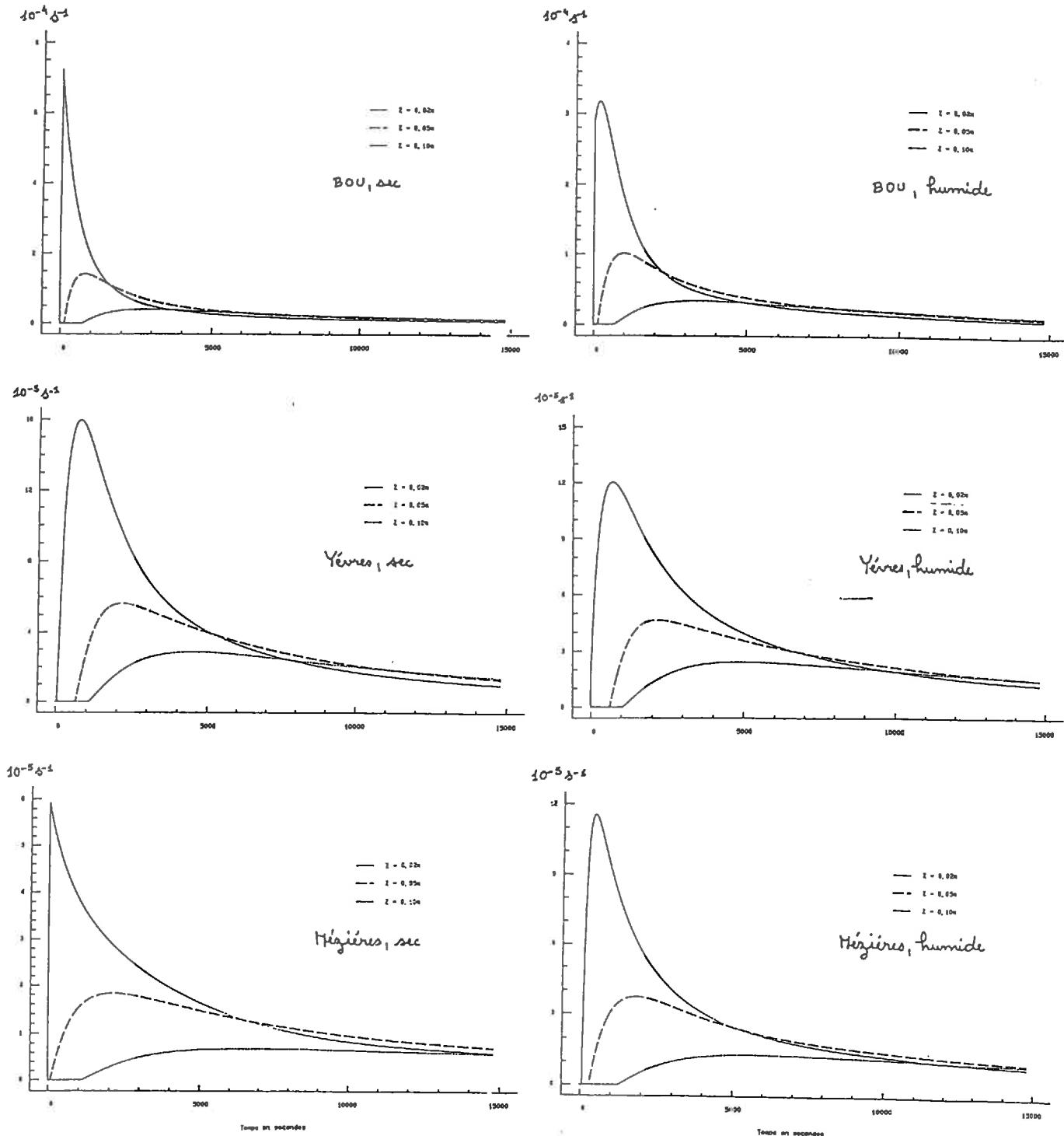


Fig 5.20 – Comportement thermique des sols. Graphes des valeurs normalisées de la réponse impulsionale des trois unités typologiques de sol étudiées. Influence du type de matériau de la couche de sol considérée.

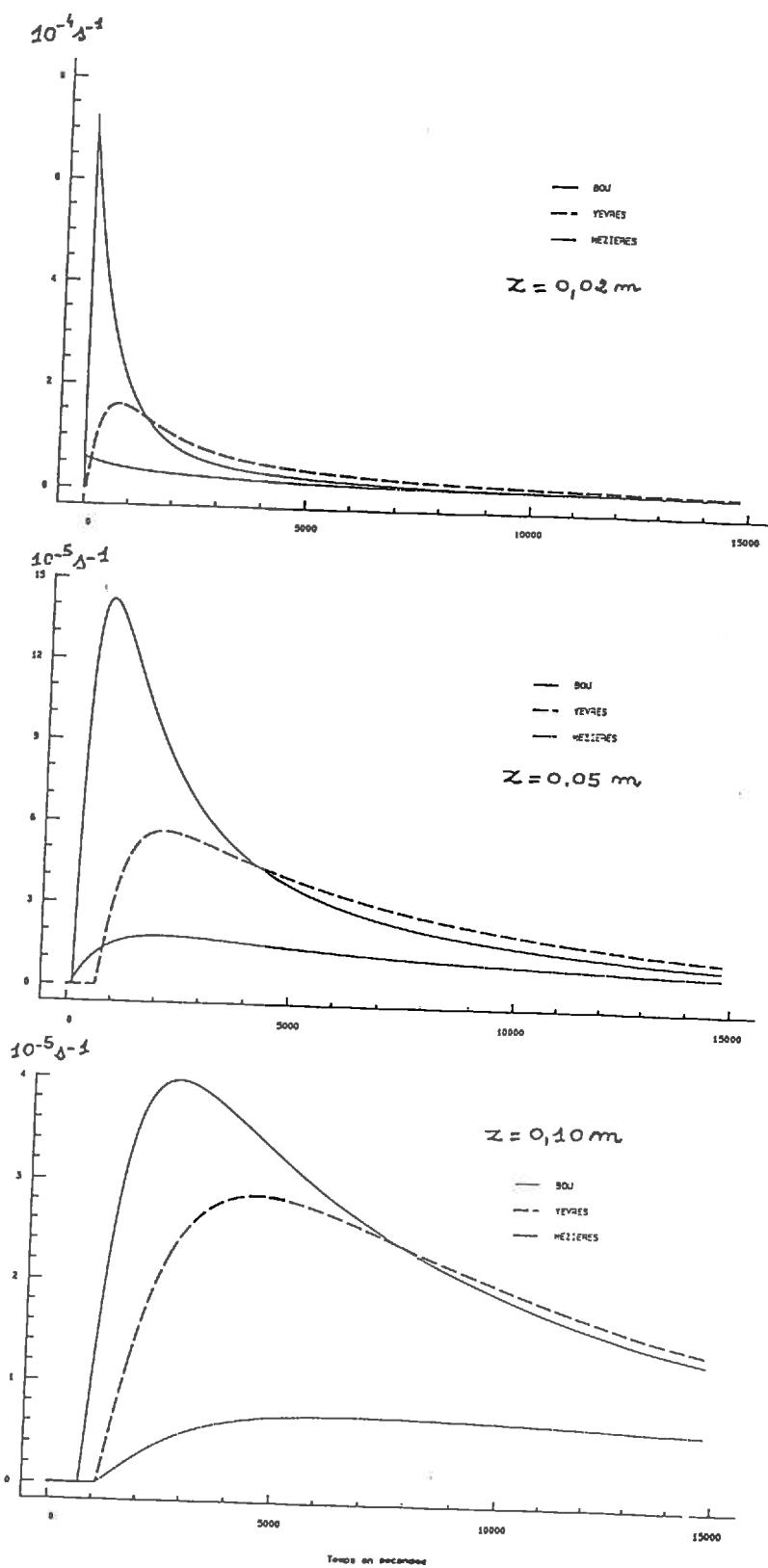
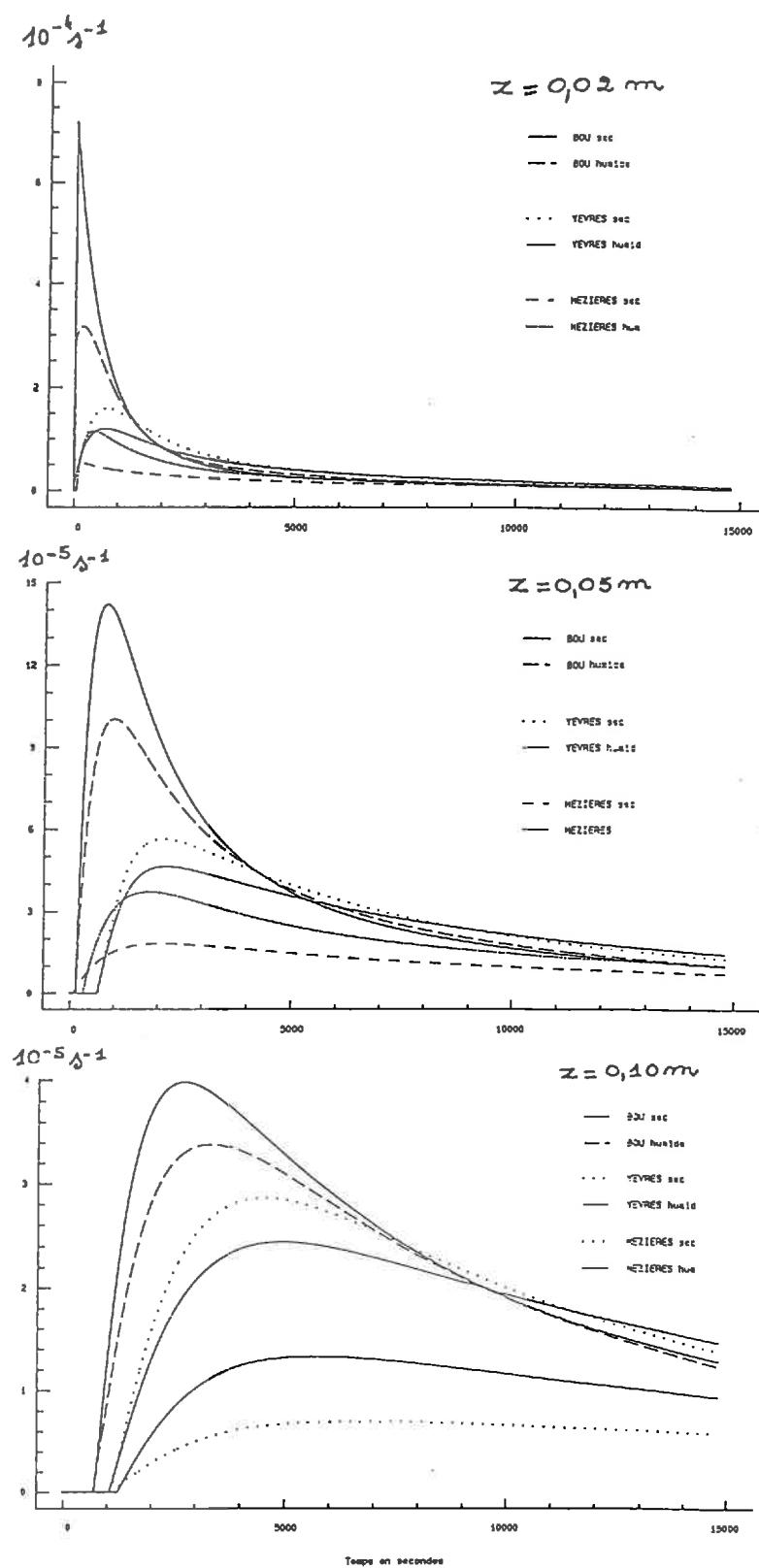


Fig 5.21 – Comportement thermique des sols. Graphes des valeurs normalisées de la réponse impulsionale des trois unités typologiques de sol étudiées. Influence de l'humidité de la couche de sol considérée.



-V.4- Conclusion.

Dans cet essai sur la détermination de la réponse impulsionale thermique des sols nous avons montré que l'utilisation des modèles de connaissance habituellement utilisés ne donnait pas de résultats satisfaisants dans les milieux poreux complexes que sont les sols, mais que par contre une approche systémique permettait de répondre aux problème posé en vue d'une utilisation par les ingénieurs.

La détermination expérimentale de la réponse indicelle de trois types de sols représentatifs de la partie méridionale du bassin de Paris a été réalisée, puis un modèle ajusté à l'aide de techniques d'ajustement non linéaire. Les résultats obtenus présentent les sols comme des systèmes linéaires d'ordre quatre. Les réponses impulsionales thermiques ainsi déterminées ont été testées par convolution avec la contrainte initiale. La comparaison entre les mesures de températures dans le sol et les valeurs numériques calculées fournit des écarts absolus inférieurs à trente millikelvins. L'effet des facteurs d'influences pédologiques a été envisagé.

-VI – Epilogue.

Dans cet essai sur la métrologie des caractéristiques thermiques des sols nous avons d'abord précisé quelle doit être l'étude pédologique préalable à toute analyse concernant l'énergie thermique dans ces milieux. Il est tout aussi indispensable de situer l'objet étudié dans le contexte général du milieu naturel que de réaliser une description détaillée pour les matériaux et l'arrangement structural. L'information acquise résulte d'une étude exhaustive conduisant à une caractérisation technologique. Les relations de l'eau avec le milieu poreux, dont on connaît l'important effet sur le régime thermique des sols, sont prises en compte.

La méthode calorimétrique considérée utilise le microcalorimètre de Calvet et compare à des matériaux de référence. Les problèmes cruciaux du séchage et du pesage ont reçu toute notre attention, de même que la correction des biais et en particulier celui dû aux résistances thermiques de contact.

Un budget d'incertitudes accompagne les résultats des essais calorimétriques, et une application de la méthode est fournie tant pour la capacité thermique massique des matériaux, que pour la capacité thermique volumique des unités typologiques de sol étudiées, évaluée aux états sec et humide.

S'il apparaît que l'influence de l'eau est forte, et même prépondérante à l'état humide, il en est tout autrement pour les sols secs où l'influence de la roche-mère est dominante, et ce particulièrement en sols sableux ou limoneux.

Le mesurage de la conductivité thermique des sols est difficile car ces milieux sont poreux, polyphasiques, et mettent en présence des fluides non miscibles dans une matrice hétérogène. La méthode instationnaire utilisée évite l'effet de la thermomigration de l'eau mais est sensible à la présence d'une résistance thermique de contact entre le capteur et le sol.

Le budget des incertitudes fait apparaître la complexité du mesurage.

Les résultats expérimentaux soulignent les différences de conductivité thermique entre les trois unité typologiques de sol étudiées, ainsi que l'influence positive de l'humidité sur leur aptitude à conduire la chaleur.

L'étude du comportement thermique du sol synthétise ses aptitudes au stockage et à la circulation de la chaleur. La réponse impulsionale thermique caractérise ce comportement et permet, grâce à la méthode de Duhamel, de relier le profil thermique à la température de surface.

Les résultats expérimentaux montrent que la modélisation de l'horizon cultural par un système linéaire d'ordre quatre est adéquate pour les trois unités typologiques de sol étudiées.

L'analyse de l'effet des facteurs pédologiques sur la réponse impulsionale thermique souligne l'influence de la teneur en eau mais aussi celle du type de matériau.

En définitive, notre travail peut être considéré comme un premier essai de synthèse pour les technologies d'étude des relations sol-énergie thermique. Il établit un ensemble opérationnel de méthodes de mesurage des caractéristiques thermiques, ces méthodes ayant été raisonnées à partir de l'objet particulier à étudier qu'est le sol. L'analyse critique qui en est faite assure des possibilités offertes par leur utilisation, et fournit le moyen d'évaluer la qualité des résultats obtenus par la donnée de l'incertitude globale de mesure.

- Bibliographie.

- [1] A.F.N.O.R. – Recueil de normes françaises. Grandeurs et unités. 409p.
Afnor édit., Paris.
- [2] A.F.N.O.R. – Tables de référence pour thermocouples. Norme française
NF C 42-321.
Afnor édit., Paris.
- [3] Achard (G), Gery (M) – 1982 – L'utilisation du sol comme source de
chaleur pour le chauffage par pompe à chaleur.
Détermination des caractéristiques thermiques des sols. 126
pages.
Rapport Plan construction, INSA Lyon.
- [4] Achard (G), Roux (JJ), Sublet (JC) – 1983 – Description d'une sonde
de mesure des caractéristiques thermiques des couches
superficielles du sol. Résultats d'une campagne de mesure.
SFT, Paris.
- [5] Allisy (A.) – 1977 – Métrologie. Incertitudes de mesures.
Cours du Conservatoire National des Arts et Métiers.
CNAME, Paris.
- [6] Allisy (A.) – 1983 – Les incertitudes de mesure. Applications
pratiques.
Bul. du BNM n°53, p 5-15, Paris.
- [7] Ambroise (B) – 1979 – Modèles mathématiques dynamiques en géographie
physique.
Bull. GFHN, n°6, p65-83.

- [8] Arrouays (D.) – 1987 – Carte des sols de la région Centre à 1/50000.
Feuille de Bellegarde-du-Loiret.
SESCP. Institut National de la Recherche Agronomique.
Paris.
- [9] Asch (G.) – 1982 – Les capteurs en instrumentation industrielle.
790 pages.
Dunod édit., Paris.
- [10] Aucoin (R.) – 1988 – Méthode de fabrication d'un capteur de type
sonde à choc pour conductivimètre thermique.
Communication personnelle.
Institut National de Métrologie. Conservatoire National des
Arts et Métiers, Paris.
- [11] Aucoin (R.) – 1988 – Méthode de fabrication d'une plaque chaude de
grande dimension pour la détermination de la réponse
indicielle thermique des sols.
Communication personnelle.
Institut National de Métrologie. Conservatoire National des
Arts et Métiers, Paris.
- [12] Audibert (S) et Gaudet (JP) – 1984 – Paramètres thermocinétiques
apparents des milieux poreux et leur détermination par choc
thermique.
GUT, Paris, p 57-76.
- [13] Ayres (F.) – 1972 – Théorie et applications des équations
différentielles. 296 pages.
Mac Graw-Hill Book Company édit., New-York.

- [14] B.I.P.M. – 1980 – Rapport sur l'enquête concernant l'expression des incertitudes. Annexe III, p C1-C36.
BIPM, Paris.
- [15] Baize (D.) et Girard (M-C.) – 1990 – Référentiel pédologique français.
INRA édit., Paris.
- [16] Bardon (J-P.) – 1991 – Thermique des interfaces : bases fondamentales, domaines couverts, 17 p.
Journée d'étude sur les résistances de contacts.
S.F.T., Paris.
- [17] Barret (M.) – 1984 – Analyse des variations de la température du proche sous-sol. Interprétation. Application à certains problèmes géotechniques.
Th. doctorat 3^{ème} cycle, Géologie appliquée, USM Grenoble.
- [18] Beck (J-V.) and Arnold (K-J.) – 1977 – Parameter estimation in engineering and science. 502 pages.
John Wiley and Sons Edit., New-York.
- [19] Bégon (J-C.), Berland (M.) – 1982 – Carte départementale des terres agricoles à 1/50000. Feuille de la Ferté Saint-Aubin.
SESCPF. Institut National de la Recherche Agronomique.
Paris.
- [20] Belleudy (P), Hamburger (J), Mercier (JL) – 1981 – Mesures thermiques transitoires des paramètres thermocinétiques et de la teneur en eau.
Recherches géographiques, n°19-21, p 205-210, Strasbourg.

- [21] Bernard (M-Y.), Moreau (J-B.) – 1986 – Métrologie des oscillateurs.
Cours de DEA du Conservatoire National des Arts et Métiers.
CNAM, Paris.
- [22] Blackwell (JH) – 1953 – Radial-axial heat flow in regions bounded
internally by circular cylinders.
Canadian Journal of Physics, vol 31, p 472-479.
- [23] Blackwell (JH) – 1954 – A transient-flow method for determination of
thermal constants of insulating materials in bulk. Part 1.
Theory.
Journal of Applied Physics, vol 25, n°2,p-137-144.
- [24] Blackwell (JH) – 1956 – The axial flow error in the thermal
conductivity probe.
Canadian Journal of Physics, vol 34, p 412-417.
- [25] Bonnier (G.), Hermier (Y.) – 1990 – Intérêt de la nouvelle échelle de
température EIT90.
Bull. du BNM, n°79, p25-29.
- [26] Bonnier (G.) et Lacroix (S.) – 1981 – Détermination du temps de
réponse des sondes à résistance de platine.
Bullletin BNM, n°45, p 18-22.
- [27] Borel (L.) – 1984 – Thermodynamique et énergétique. Volume I, tomes
1 et 2. 693p.
Presses polytechniques romandes, Lausanne.

- [28] Bories (S.) – 1984 – Fragment de description de la physique des transferts thermiques dans le sous-sol. 26p.
Société Française des Thermiciens, colloque “ Transferts de chaleur dans le sous-sol, applications à son exploitation thermique “, Paris.
- [29] Borland –1987 – Numerical methods. Turbo-Pascal toolbox. 278 pages.
Borland Edit., Velizy, France.
- [30] Bouchareine (P.) – 1980 – Signal et bruit.
Cours du Conservatoire National des Arts et Métiers, Paris.
- [31] Bronstein (I-N.) et Semendiaev (K-A.) – 1967 – Aide-mémoire de mathématiques. 936 pages.
Eyrolles Edit., Paris.
- [32] Bruhat (G.) – 1962 – Cours de physique générale.
Masson Ed., Paris.
- [33] Brun (M.) et Claudy (P.) – 1982 – Microcalorimétrie.
Techniques de l’ingénieur, P1200, 23 pages, Paris.
- [34] Burden (R-L.), Faires (J-D.) – 1981 – Numerical analysis. 680 pages.
PWS Edit., Boston.
- [35] Bussière (F), Cellier (P), Dorigny (A) – 1992 – Estimation de la conductivité thermique d’un sol in situ, à l’aide d’une sonde à choc thermique.
Agronomie (1992) 12, 69-78.

- [36] C.E.A. – 1989 – Analyses neutroniques des sols. Equations d'étalonnage des humidimètres à neutrons des sols de Bou, Yévres et Mézières.
C.E.N. Cadarache.
- [37] C.P.C.S. – 1967 – Classification des sols. 100pages.
Travaux CPCS, INRA, Paris.
- [38] C.I.P.M. – 1981 – Rapport du groupe de travail sur les incertitudes.
p A1-A12.
BIPM, Paris.
- [39] Cagnac (G.), Ramis (E.), Commeau (J.) – 1972 – Traité de mathématiques spéciales. Tome 2, analyse. 658 pages.
Masson et Cie edit., Paris.
- [40] Calot (G.) – 1969 – Cours de statistique descriptive. 520 pages.
Dunod Edit., Paris.
- [41] Calvet (E.) et Brouty (J.) – 1954 – Mesure des chaleurs spécifiques de corps mauvais conducteurs de la chaleur, au moyen du microcalorimètre différentiel de E. Calvet.
C.R. Acad. des Sciences, vol239,p 672-674, Paris.
- [42] Calvet (E.) et Prat (H.) – 1956 – Microcalorimétrie. Applications physico-chimiques et biologiques. 398 pages.
Masson et Cie édit., Paris.
- [43] Calvet (E.) et Prat (H.) – 1958 – Récents progrès en microcalorimétrie. 152 pages.
Dunod édit., Paris.

- [44] Carslaw (HS) et Jaeger (JC) – 1959 – Conduction of heat in solids.
510p.
Oxford University Press, London.
- [45] Champoussin (J-C), Gally (M) – 1982 – Transferts de chaleur par conduction.
In “Sacadura (J-F), Initiation aux transferts thermiques”,
p 11-86.
Technique et Documentation-Lavoisier Edit., Paris.
- [46] Chiaverini (J) et Gras (R) – 1977 – Comparaison de quelques méthodes d'évaluation au laboratoire de la capacité au champ.
Ann. agron., 1977, 28 (4), 445-461.
- [47] Ciesielski (H.) – 1989 – Caractérisation granulométrique et chimique des sols de Bou, Yévres et Mézières.
Résultats analytiques, laboratoire d'analyse des sols d'Arras, INRA.
- [48] Combarrous (M.) – 1978 – Transferts en milieux poreux. 22p.
Cours de thermique de l'Ecole Centrale des Arts et Manufactures, Paris.
- [49] Crausse (P) – 1983 – Etude fondamentale des transferts couplés de chaleur et d'humidité en milieu poreux non saturé.
Thèse doctorat INP. Toulouse.
- [50] Dagnélie (P.) – 1969 – Théorie et méthodes statistiques. Applications agronomiques. Vol. 1, 378p.
Duculot Ed., Gembloux.

- [51] De Gennes (P-G.) – 1976 – La percolation : un concept unificateur.
p 919-927.
La Recherche, Vol 7, N° 72, Paris.
- [52] Desjardins (M.) – 1975 – Les capteurs de mesure. 118 pages.
La Documentation française édit., Paris.
- [53] De Vries (DA) – 1952 – A nonstationary method for determining thermal conductivity of soil in situ.
Soil Science, vol 73, n°2, p 83-89.
- [54] De Vries (DA) and Peck (AJ) – 1958 – On the cylindrical probe method of measuring thermal conductivity with special reference to soils.
I.Extension of theory and discussion of probe characteristics, p 255-271.
II.Analysis of moisture effects, p 409-423.
Aust. Journ. Phys., vol 11.
- [55] De Vries (DA) – 1963 – Thermal properties of soils.
In : “Physics of plant environment par WR Van Wyk”, p 210-235.
North Holland Publishing Company, Amsterdam.
- [56] Dorigny (A.) – 1985 – Etude et mise en oeuvre d'un observatoire agroclimatique automatisé.
Mémoire d'Ingénieur CNAM, physique et métrologie.
Conservatoire National des Arts et Métiers, Paris
- [57] Dorigny (A.) – 1988 – Le prélèvement de macro-échantillons en vue de l'étude des transferts de masse et d'énergie dans les sols.
Note technique, SESCPF, INRA, Orléans.

- [58] Doussain (R.) – 1974 – Méthodes et matériaux de référence pour la mesure de la conductivité thermique.
Bul. BNM, n°18, p 12-25.
- [59] Duchaufour (P.) – 1965 – Précis de pédologie. 482 pages.
Masson et Cie édit., Paris.
- [60] Duchaufour (P.) – 1977 – Pédologie. I-Pédogénèse et classification.
II-Constituants et propriétés du sol. 950p.
Masson édit., Paris.
- [61] Duhamel (J-M-C.) – 1833 – Sur la méthode générale relative au mouvement de la chaleur dans les corps solides plongés dans des milieux dont la température varie avec le temps.
Journal de l'Ecole Royale Polytechnique, tome XIV,
vingt-deuxième cahier, pages 20 à 77, Paris.
- [62] Edminister (J-A.) – 1989 – Théorie et applications des circuits électriques. 290 pages.
Mc Graw-Hill édit., New-York.7
- [63] Fabry (C) – 1942 – Propagation de la chaleur. 216p.
Armand Colin Edit., Paris.
- [64] Fanjeaux (M.) – 1987 – Technique de réalisation du point de glace.
Communication personnelle.
Institut National de Métrologie. Conservatoire National des Arts et Métiers, Paris.
- [65] Farouki (O) – 1982 – Evaluation of methods for calculating soil thermal conductivity. 92 pages.
Report 82-8, CRREL, US Army Corps of Engineers.

- [66] Feix (M.) – 1991 – Simulation numérique.
Laboratoire de Physique Mathématique et Modélisation, CNRS,
Orléans.
- [67] Foures (JC), Javelas (R), Perrin (B) – 1981 – Caractéristiques
thermiques de matériaux de construction.. Détermination.
Variations en fonction de la teneur en eau.
Rev. Gén. Therm. Fr., n°230, p 111-118.
- [68] Fournier (A.) – 1975 – Physique générale dans ses rapports avec
l'industrie.
Cours du CNAM, Paris.
- [69] Gaillard (H.) – 1989 – Détermination expérimentale de la courbe
caractéristique d'humidité d'un sol sableux alluvial (BOU),
d'un sol limoneux lessivé sur loess (Yévres) et d'un sol
argileux brunifié (Mézières).
Note technique SESCPF, INRA, Orléans.
- [70] Gié (H.) et Sarmant (J-P.) – 1976 – Electricité. 436 pages.
Baillières édit., Paris.
- [71] Gigot (C.) – 1984 – Carte géologique de la France à 1/50000. Feuille
de Bellegarde-du-Loiret.
BRGM, Orléans, France.
- [72] Gigot (C.), Desprez (N.) – 1977 – Carte géologique de la France à
1/50000. Feuille de Chateaudun.
BRGM, Orléans, France.

- [73] Gigout (M.), Cadet (J-P.), Horemans (P.), Rasplus (L.) – 1970 – Carte géologique de la France à 1/50000. Feuille de La Ferté Saint-Aubin.
BRGM, Orléans, France.
- [74] Gras (R.) – 1988 – Physique du sol pour l'aménagement. 590p.
Masson Ed., Paris.
- [75] Grassberger (P.) – 1991 – La percolation ou la géométrie de la contagion. p 640-646.
La Recherche, Vol 22, N° 232, Paris.
- [76] Gray (A.P.) – 1968 – A simple generalized theory for the analysis of dynamic thermal measurement.
Analytical Calorimetry, Vol 1, p 209-218.
- [77] Grolier (J.), Fernandez (A.), Hucher (M.), Riss (J.) – 1991 – Les propriétés physiques des roches. Théories et modèles. 462 pages.
Masson édit., Paris.
- [78] Guyon (E.) et Roux (S.) – 1987 – Les matériaux hétérogènes.
p 1050-1058.
La Recherche, Vol 18, N° 191, Paris.
- [79] Hadas (A) – 1974 – Problems involved in measuring the soil thermal conductivity and diffusivity in a moist soil.
Agricultural Meteorologie, 13 (1974) 105-113.

- [80] Hamburger (J), Mercier (JL) – 1978 – Mesure in situ de la diffusivité thermique d'un milieu poreux non saturé. Application à la mesure de la teneur en eau.
Congrès int. transf. chaleur, Toronto.
- [81] Hardy (M.) – 1989 – Etude minéralogique des argiles des sols de Bou, Yévres et Mézières.
Note technique, SESCPF, INRA, Orléans.
- [82] Healy (JJ), de Groot (JJ) and Kestin (J) – 1976 – The theory of the transient hot-wire method for measuring thermal. Physica, 82 C, p 392-408.
- [83] Hemminger (W.), Höhne (G.) – 1984 – Calorimetry. Fundamentals and practice. 310 pages.
Verlag Chemie édit., Weinheim.
- [84] Hénin (S.) – 1976 – Cours de physique du sol. Tomes 1 et 2., 380p.
Orstom Ed., Paris
- [85] Hillel (D.) – 1974 – L'eau et le sol. Principes et processus physiques. 289p.
Vander Ed., Louvain.
- [86] Hladik (J) – 1990 – Métrologie des propriétés thermophysiques des matériaux. 352p.
Masson et Cie Edit., Paris.
- [87] Hooper (FC) and Lepper (FR) – 1950 – Transient heat flow apparatus for the détermination of thermal conductivities.
Heating, piping and air conditionning, Août.

- [88] Hubert (J.) – 1983 – Climatologie du Loiret. 59 pages.
Météorologie Nationale, Orléans-Bricy.
- [89] I.S.O – 1992 – Guide to the expression of uncertainty in measurement.
92 pages. ISO/TAG 4/WG 3: June 1992.
ISO édit., Genève.
- [90] Isambert (M.) – Carte pédologique de France à 1/100000. Feuille de Châteaudun.
SESCP. Institut National de la Recherche Agronomique.
Paris.
- [91] Jaffray (J.) – 1955 – Chaleurs atomiques, chaleurs molaires (chaleurs spécifiques) des corps purs.
Techniques de l'Ingénieur (K560, K562, K564, K580, K600), Paris.
- [92] Jamagne (M.), Maucorps (J.), Hébert (J.), Bliet (L.), Bouttemy (R.), Riviére (J.-M.) et Mathieu (C.) – 1967 – Base et techniques d'une cartographie des sols. 144 pages.
Ann. agronomiques, vol 18, n° hors série, INRA, Paris.
- [93] Jamagne (M.) – 1979 – La cartographie des sols. p 419-439, In : “Duchaufour P., Pédologie”.
Masson édit., Paris.
- [94] Jouana (P.) et Louis (C.) – 1984 – Ecoulements dans les milieux fissurés, méthodologie d'étude et de modélisation.
Annales des Mines, n°5-6, p 41-50, Paris.

- [95] Jury (WA) and Bellantuoni (B) – 1976 – A background temperature correction for thermal conductivity probes.
Soil Sci. Soc. Am. J., vol 40, p 608-610.
- [96] Kern (R.) et Weisbrod (A.) – 1964 Thermodynamique de base pour minéralogistes, pétrographes et géologues. 244p.
Masson Ed., Paris.
- [97] Kunt (M.) – 1984 – Traitement numérique des signaux. 404 p.
Presses polytech. romandes, Lausanne.
- [98] Lacroix (R.) – 19.. – Couples thermoélectriques: données numériques.
Techniques de l'Ingénieur (R2594, R2595, R2596). Paris.
- [99] Laurent (JP) – 1986 – 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.
Thèse doctorat INP Grenoble.
- [100] Laurent (JP), Quenard (D) – 1983 – Méthode de la sonde à choc thermique, modèles théoriques. 22 pages.
CSTB, Grenoble, rapp. 110.
- [101] Lecollinet (M.) – 1980 – Traitement des données expérimentales.
Cours du Conservatoire National des Arts et Métiers.
CNAM, Paris.

- [102] Lecollinet (M.) et Riéty (P.) – 1983 – Traitement des résultats de mesure. Détermination de l'incertitude associée au résultat final.
Document d'étude de la norme statistique et qualité.
AFNOR, Paris.
- [103] Le Lay (C.) – 1989 – Confection et description de coupes minces de sols en vue de l'étude des effets de l'implantation du capteur d'un conductivimètre thermique.
Note technique SESCPF, INRA, Orléans.
- [104] Leroy (G), Bardon (JP), Sanejouand (R) – 1983 – Sonde pour la mesure en place de la conductivité thermique du sol. Confrontation des mesures aux observations sur un stock expérimental de chaleur.
SFT, Paris.
- [105] Marle (C.) – 1984 – Les écoulements polyphasiques en milieux poreux : de l'échelle des pores à l'échelle macroscopique.
Annales des Mines, n°5-6, p 51-56, Paris.
- [106] Marle (C.) – 1985 – Principes fondamentaux des transferts en milieux poreux. 27p.
Ecole d'été du CNRS : "Transferts en milieux poreux",
Carcans-Maubuisson, Gironde, France.
- [107] Marquardt (D-W.) – 1963 – An algorithm for least-squares estimation of non-linear parameters.
J. Soc. Indust. Appl. Math., Vol II, N°2, p 431-441.
- [108] Martinet (J) – 1989 – Eléments de thermocinétique. 308p.
Technique et Documentation-Lavoisier Edit., Paris.

- [109] Martinet (J) – 1990 – Thermocinétique approfondie. 304p.
Technique et Documentation-Lavoisier Edit., Paris.
- [110] Max (J.) – 1980 – Méthodes et techniques de traitement du signal et applications aux mesures physiques. 382 p.
Masson et Cie édit., Paris.
- [111] McAdams (W-H.) – 1964 – Transmission de la chaleur. 585 pages.
Dunod édit., Paris.
- [112] Meleuc (I.) – 1988 – Le mesurage de la masse des matériaux de sols utilisée dans les essais calorimétriques.
Communication personnelle.
INM, CNAM, Paris.
- [113] Mercier (JL) – 1983 – Optimisation des éléments d'un appareillage destiné à mesurer les caractéristiques thermocinétiques d'un milieu poreux.
SFT, Paris.
- [114] Missenard (A) – 1965 – Conductivité thermique des solides, liquides, gaz et de leurs mélanges. 554 pages.
Eyrolles Edit., Paris.
- [115] Morillon (C.) – 1986 – Instrumentation scientifique. Cours du Conservatoire National des Arts et Métiers.
CNAME, Paris.
- [116] Moser (A.) – 1978 – Réalisation et transfert de l'Echelle Internationale Pratique de Température par l'Institut National de Métrologie.
Bullletin BNM, n°32-33, p 11-16.

- [117] Müller (J-W.) – 1979 – Some second thoughts on error statements.
Nuclear inst. and methods, N°163, p 241-251.
North-Holland Publishing Co. édit.
- [118] Müller (J-W.) – 1981 – Les incertitudes de mesures, “La physique”.
Encyclopédie scientifique de l'univers.
Bureau des longitudes. Gauthier Villars édit., Paris.
- [119] Myers (G-E.) – 1971 – Analytical methods in conduction heat transfer.
510pages.
Mac Graw-Hill Book Company, New-York.
- [120] Négro (G.), Fanjeaux (M.) – 1987 – Chaîne de mesure calorimétrique,
instrumentation et automatisation.
Communication personnelle.
INM, CNAM, Paris.
- [121] Normand (M.) – 1970 – La mesure de l'humidité du sol. Applications
aux problèmes d'hydraulique agricole. 235p.
BT de GR N°103. CERAFER, Antony.
- [122] Parodi (M.) – 1965 – Mathématiques appliquées à l'art de l'ingénieur.
Cours du Conservatoire National des Arts et Métiers.
Sedes Edit., Paris.
- [123] Passerat de Silans (A) – 1986 – Transferts de masse et de chaleur
dans un sol stratifié soumis à une excitation atmosphérique
naturelle. Comparaison : modèles-expérience.
Thèse doctorat INP. Grenoble.

- [124] Perrin (B), Foures (JC), Javelas (R) – 1982 – Utilisation d'une méthode de chocs thermiques pour la détermination du coefficient de conductibilité thermique et de la diffusivité des mortiers et terres cuites.
Essais et mesures, n°402, p 139-146, ITBTP Lille.
- [125] Picinbono (B.) – 1977 – Eléments de théorie du signal. 90p.
Dunod édit., Paris.
- [126] Pouyaud (B) – 1975 – La mesure de l'humidité du sol par chocs thermiques.
Cahier Orstom, série hydrologie, vol XII, n°4.
- [127] Press (W-H.), Flannery (B-P.), Teukolsky (S-A.), Vetterling (W-T.) – 1989- Numerical recipes in Pascal. 760 pages.
Cambridge University Press, Cambridge.
- [128] Quenard (D) – 1983 – Méthode de la sonde à choc thermique, modèles théoriques. 41 pages.
CSTB, Grenoble, rapp. 109.
- [129] Renaot (E.) – 1984 – Etalonnage d'un thermomètre à résistance de platine.
Communication personnelle, INM-CNAM
- [130] Renault (P) – 1984 – Etude et essai de modélisation de la conductivité thermique des sols.
Mémoire DAA, INA Paris.

- [131] Riéty (P.) – 1979 – Document préliminaire d'étude pour la détermination de la masse volumique de l'air humide. 103 pages.
Rapports INM, Conservatoire National des Arts et Métiers, Paris.
- [132] Rocard (Y.) – 1967 – Thermodynamique. 563p. Masson Ed., Paris.
- [133] Roux (R.) – 1966 – Le problème du mur hétérogène fini traité par l'équation impulsionale de la chaleur. Application au microcalorimètre E. Calvet . 64 pages.
P.S.T. n°152. Ministère de l'Air. Paris.
- [134] S.E.T.A.R.A.M – Microcalorimètre Calvet. Modèle standard MS70. Notice d'utilisation. 28 pages.
SETARAM édit., Lyon.
- [135] Sallé (R.) – 1968 – Etude au microcalorimètre de Calvet des chaleurs spécifiques et des chaleurs de transformation intéressant les polymères linéaires. 100 pages.
Mémoire d'Ingénieur CNAM. Conservatoire National des Arts et Métiers. Paris.
- [136] Sourieau (P.) – 1985 – Réflexions sur les déplacements en milieu poreux. Cas diphasique. 12p.
Institut Français du Pétrole, Paris.
Ecole d'été du Groupement Universitaire de Thermique, Carcans-Maubuisson, Gironde, France.
- [137] Suardet (R) – 1977 – Thermodynamique. 256p.
Baillière J-B Edit., Paris.

- [138] Tabbagh (A) – 1974 – Procédé de mesure in situ des propriétés thermiques des sols.
Science du sol, AFES, p269-279.
- [139] Tomassone (R.), Lesquoy (E.), Millier (C.) – 1983 – La régression.
Nouveaux regards sur ancienne méthode statistique. 180p.
Masson Ed., Paris.
- [140] Touloukian (Y-S.), Buyo (E-H.) – 1970 – Specific heat. Nonmetallic solids. In :“Thermophysical properties of matter”, vol5.
IFI-Plenum, New-York.
- [141] Touloukian (Y-S.), Makita (T.) – 1970 – Specific heat. Nonmetallic liquids and gases. In :“Thermophysical properties of matter”, vol6.
IFI-Plenum, New-York.
- [142] Trigeassou (J-C.) – 1988 – Recherche de modèles expérimentaux assistée par ordinateur.
Lavoisier Edit., Paris.
- [143] Van der Held (EFM) and Van Drunen (FG) – 1949 – A method of measuring the thermal conductivity of liquids.
Physica XV, n°10.
- [144] Van Duin (RHA) and De Vries (DA) – 1954 – A recording apparatus for measuring thermal conductivity, and some results obtained with in soil.
Neth. Jour. Agric. Sci., n°2, p168-175.

- [145] Van Wijk (W.R.) – 1963 – General temperature variations in a homogeneous soil.
- Physics of plant environment, p144-170.
- North-Holland Publishing Company, Amsterdam.
- [146] Vernotte (P) – 1961 – Thermocinétique générale. 80p.
- Publications scientifiques et techniques du ministère de l'air, n°379.
- Paris.
- [147] Véron (M) – 1955 – Transmission de la chaleur. Cours de thermique industrielle du Conservatoire National des Arts et Métiers. 424p.
- CNAM, Paris.
- [148] Viton (P.) et Plazy (J-L.) – 1977 – Appareils de mesures pouvant être utilisés en agrométéorologie.
- Note technique du CTM. 32p.
- Ministère de l'équipement, Paris.
- [149] Woodside (W) – 1958 – Probe for thermal conductivity measurement of dry and moist materials.
- Am. Soc. Heating and Air conditionning Eng., p 163-170.
- [150] Zarcone (C), Lenormand (R), Bacon (G), Crausse (P) – 1982 – Mesure des caractéristiques thermophysiques de milieux poreux par la méthode des chocs thermiques. 17 pages.
- Colloque Transferts chaleur-masse, Lausanne.
- [151] X. – 1992 – Encyclopédie Hachette, annuel 1992.
- Hachette édit., Paris.

- Annexes.

Annexe A -

Recommandation du Groupe de travail sur l'expression des incertitudes présentée au Comité International des Poids et Mesures [CIPM,38]

Expression des incertitudes expérimentales

RECOMMANDATION INC-1 (1980)

1. L'incertitude d'un résultat de mesure comprend généralement plusieurs composantes qui peuvent être groupées en deux catégories d'après la méthode utilisée pour estimer leur valeur numérique :

- A. celles qui sont évaluées à l'aide de méthodes statistiques,
- B. celles qui sont évaluées par d'autres moyens.

Il n'y a pas toujours une correspondance simple entre le classement dans les catégories A ou B et le caractère « aléatoire » ou « systématique » utilisé antérieurement pour classer les incertitudes. L'expression « incertitude systématique » est susceptible de conduire à des erreurs d'interprétation; elle doit être évitée.

Toute description détaillée de l'incertitude devrait comprendre une liste complète de ses composantes et indiquer pour chacune la méthode utilisée pour lui attribuer une valeur numérique.

2. Les composantes de la catégorie A sont caractérisées par les variances estimées s_i^2 (ou les « écarts-types » estimés s_i) et les nombres v_i de degrés de liberté. Le cas échéant, les covariances estimées doivent être données.

3. Les composantes de la catégorie B devraient être caractérisées par des termes u_j^2 qui puissent être considérés comme des approximations des variances correspondantes dont on admet l'existence. Les termes u_j^2 peuvent être traités comme des variances et les termes u_j comme des écarts-types. Le cas échéant, les covariances doivent être traitées de façon analogue.

4. L'incertitude composée devrait être caractérisée par la valeur obtenue en appliquant la méthode usuelle de combinaison des variances. L'incertitude composée ainsi que ses composantes devraient être exprimées sous la forme d'« écarts-types ».

5. Si pour des utilisations particulières on est amené à multiplier par un facteur l'incertitude composée afin d'obtenir une incertitude globale, la valeur numérique de ce facteur doit toujours être donnée.

Température K	Température °C	Auteurs			
		Jaffray K560	Jaffray K580	Touloukian Table	équation en T^2
273,15	0,00	4218,1	4220,4		4209,3
277,55	4,40			4199,4	4201,9
278,15	5,00		4204,9		4203,0
283,15	10,00	4194,9	4194,9		4194,1
288,15	15,00	4183,9	4181,5		4188,5
288,75	15,60			4185,1	4187,9
293,15	20,00	4180,9	4184,6		4184,1
295,95	22,30				4182,2
298,15	25,00		4182,3		4180,9
299,85	26,70	4177,2			4180,1
303,15	30,00		4181,2		4178,8
308,15	35,00		4180,9		4177,7
308,25	35,10				4177,7
310,75	37,80			4174,7	4177,5
313,15	40,00	4176,3	4181,3		4177,6
318,15	45,00		4182,8		4178,3
320,85	47,70				4179,0
322,05	48,90			4176,8	4179,3
323,15	50,00		4183,4		4179,7
328,15	55,00		4185,1		4181,9
333,15	60,00	4183,2	4187,1	4181,8	4184,8
338,15	65,00		4189,5		4189,1
343,15	70,00		4192,3		4192,0
344,25	71,10			4191,0	4192,9
348,15	75,00		4195,5		4196,3
353,15	80,00	4190,2	4199,1		4200,8
355,35	82,20			4199,4	4202,9
358,15	85,00		4203,2		4205,7
363,15	90,00		4207,8		4210,7
366,45	93,30			4211,9	4214,1

Annexe B - Eau liquide (1 atmosphère, vapeur saturante).

Capacité thermique massique, $J \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$.

Données bibliographiques. [Jaffray, 91] [Touloukian, 141]

Température K	Température °C	Autres						Barin et Knacke Table	Barin et Knacke équation n° 1 $\frac{1}{T}$
		Jaffray équation n° 1 $\frac{1}{T_2}$	Jaffray Fourier décalée et Einstein	Touloukian	Mac Adams	JANAF			
272,00	-1,15	695,4		711,8					706,3
273,15	0,00	698,0	685,3		697,9				703,7
278,15	5,00	709,1	699,8						719,1
283,15	10,00	719,7	708,0						729,0
285,00	11,85	723,5		720,1					732,6
288,15	15,00	729,9	716,8						738,6
293,15	20,00	739,8	725,3						747,9
295,95	22,80	745,2	729,8						753,0
296,10	22,95	745,5		736,9					753,3
298,00	24,85	749,1				732,9	742,8		756,7
298,15	25,00	749,4	733,4						756,9
300,00	26,85	752,8				734,2	746,2		760,2
303,15	30,00	758,6	741,4						765,6
308,15	35,00	767,5							774,1
308,25	35,40	767,7							774,2
313,15	40,00	776,2							782,2
316,65	43,50	782,0		783,8					787,8
318,15	45,00	784,5							790,2
320,85	47,70	789,0							794,4
323,15	50,00	792,7							797,9
328,15	55,00	800,6							805,5
333,15	60,00	807,7							812,8
334,05	60,90	809,6		806,0					814,1
373,15	100,00	863,3			862,9				865,9
400,00	126,90	895,3					889,2		897,1

Annexe C - Quartz , variété cristalline α .

Capacité thermique massique , $J \cdot \text{kg}^{-1} \text{K}^{-1}$

Données bibliographiques ,

[Jaffray, 93] [Touloukian, 140] [Mc Adams, 111].