ECOLE DOCTORALE SCIENCES POUR L'INGENIEUR, GEOSCIENCES, ARCHITECTURE DE NANTES

Année 2008

Thèse de DOCTORAT

Discipline : Thermique-Energétique

Spécialité : Thermique des interfaces et des microsystèmes

présentée et soutenue publiquement par

Éric CHAPELLE

le 06 novembre 2008

à l'Ecole Polytechnique de l'Université de Nantes

ANALYSE DE LA RESISTANCE THERMIQUE D'INTERFACE ENTRE INCLUSION ET MATRICE DANS LES MATERIAUX COMPOSITES BONS CONDUCTEURS DE CHALEUR – APPLICATION AUX MATERIAUX COMPOSITES A MATRICE POLYMERE OU METALLIQUE

Jury :

Jean-Christophe BATSALE Najib LARAQUI Jean-Pierre BARDON Abderrahim BOUDENNE Brahim BOUROUGA Jean-Marc GOYHENECHE Bertrand GARNIER

Professeur à l'ENSAM de Bordeaux Professeur à l'Université Paris 10 Professeur émérite à l'Université de Nantes Maître de Conférences à l'Université Paris 12 Professeur à l'Université de Nantes Ingénieur-Chercheur au CEA-CESTA Chargé de Recherche à l'Université de Nantes Rapporteur Rapporteur Examinateur Examinateur Examinateur Directeur de thèse

Directeur de thèse : Bertrand GARNIER

Résumé de la thèse

Cette étude concerne l'analyse des transferts thermiques au sein de matériaux composites à matrice polymère ou métallique rendus bons conducteurs de chaleur par l'ajout d'inclusions conductrices. Un des points clés de leur élaboration est la maîtrise de la résistance thermique d'interface R_i entre inclusion et matrice. Cependant, les mesures locales de R_i constituent toujours un challenge en raison des faibles sensibilités à R_i et de la faible taille des inclusions.

Un dispositif de mesure de R_i entre des fils tendus de nickel (assimilables à des fibres) de quelques dizaines de microns de diamètre et une matrice polymère a été mis au point. La mesure de la température du fil chauffant associée à un modèle thermique a permis d'obtenir, pour différents diamètres de fil et températures, des valeurs de R_i comprises entre 0,1.10⁻⁵ et 1,7.10⁻⁵ m²K/W et ceci, pour des résines thermodurcissables (époxy) et thermoplastiques (EVA, PP). Certaines mesures de R_i ont été validées en utilisant un modèle thermoélastique.

Un second dispositif à micro-échelle a été mis au point dans le but de mesurer R_i entre inclusion et matrice dans un composite en cuivre avec des inclusions sphériques de carbone vitreux. L'excitation thermique est réalisée à l'aide d'un faisceau laser modulé et la température est relevée à l'aide d'une microsonde originale constituée d'un thermocouple semi-intrinsèque. Finalement, une procédure d'estimation utilisant un modèle thermique mono-inclusion a permis d'obtenir une première valeur de R_i de 6,1.10⁻⁵ m²K/W. Une étude numérique 3D en régime périodique établi a de plus été réalisée afin d'étudier l'effet de la proximité d'autres inclusions sur les valeurs de R_i estimées.

Title and abstract of the thesis

"Analysis of the thermal interface resistance between particle and matrix in thermal conductive composites – Application to polymer matrix or metal matrix composites"

The addition of thermally conductive particles is an effective way to increase thermal conductivity of polymers or to reduce thermal expansion coefficient of metals. For highly filled composites and therefore for a high effective thermal conductivity, the heat transfer at the matrix/particle interface becomes a key point to obtain further improvement. However the thermal interface resistance R_i between particles and matrix is difficult to measure because of the low sensitivity to R_i and because of the small size of the particles.

A setup has been developed to measure R_i between nickel wires (fiber-like particle) of a few tens microns diameter and a polymer matrix. The temperature measurement of the heating wire associated with a thermal model allowed to estimate values of R_i between 0.1 10⁻⁵ and 1.7 10⁻⁵ m²K/W and this for various wire diameters, temperatures and polymer matrix (thermoset: epoxy, thermoplastics: EVA and PP). Some R_i measurements have been validated using a thermo-elastic model.

Another method based on a homemade thermal microscope was developed in order to measure R_i between particle and matrix in a copper matrix composite with spherical glassy carbon particles. A 3D numerical model in steady periodic regime was developed to study the effect of other particles in the vicinity on the estimated R_i values. The thermal excitation is performed using a modulated laser beam and the temperature is measured using a novel microprobe which consists of a semi-intrinsic thermocouple. Finally, an estimation procedure using a mono-inclusion thermal model was performed and a first value of R_i of 6.1 10⁻⁵ m²K/W was obtained.

Mots-clés : résistance thermique d'interface, résistance thermique de contact, conductivité thermique effective, micro-thermique, polymère chargé, composite à matrice polymère – PMCs, composite à matrice métallique – MMCs.

Discipline : Thermique Energétique

 N° :

ECOLE DOCTORALE

MÉCANIQUE, THERMIQUE ET GÉNIE CIVIL ED 0367

LISTE DES DIRECTEURS DE RECHERCHE

AMBIANCES ARCHITECTURALES ET URBAINES

Michel	BERENGIER	HDR	DRICPC	I CPC	Division Exploitation Entretien	
whener	DERENGIER	IIDK	DRLCIC	Lere	Acoustique Routière	
Gérard	HEGRON		PR	Ecole Architecture Nantes	CERMA Nantes	UMR 1563
Jean-Pierre	PENEAU		PR émérite		CERMA Nantes	UMR 1563

DYNAMIQUE DES FLUIDES ET DES TRANSFERTS

Bertrand	ALESSANDRINI	HDR	IR	Ecole Centrale de Nantes	L. M. F.	UMR 6598
Jacques	ASTOLFI	HDR	MC	Ecole Navale de Brest	IRENAV Brest	EA 3634
Jean-Yves	BILLARD		PR	Ecole Navale de Brest	IRENAV Brest	EA 3634
Alain	CLEMENT	HDR	IR	Ecole Centrale de Nantes	L. M. F.	UMR 6598
Gérard	DELHOMMEAU	DE	IR	Ecole Centrale de Nantes	L. M. F.	UMR 6598
Henda	DJERIDI	HDR	MC	Ecole Navale de Brest	IRENAV Brest	EA 3634
Pierre	FERRANT	HDR	MC	Ecole Centrale de Nantes	L. M. F.	UMR 6598
Jean-François	HETET		PR	Ecole Centrale de Nantes	L. M. F.	UMR 6598
Dominique	MARICHAL		PR	Ecole Centrale de Nantes		
Patrice	MESTAYER		DR CNRS	Ecole Centrale de Nantes	L. M. F.	UMR 6598
Jean	PIQUET		PR	Ecole Centrale de Nantes	L. M. F.	UMR 6598
Jean-Michel	ROSANT	DE	CR CNRS	Ecole Centrale de Nantes	L. M. F.	UMR 6598
Jean-François	SINI		PR	Ecole Centrale de Nantes	L. M. F.	UMR 6598
Michel	VISONNEAU		DR CNRS	Ecole Centrale de Nantes	L. M. F.	UMR 6598

GENIE CIVIL

Alain	ALEXIS		PR	IUT Saint-Nazaire - Univ. Nantes	GeM	UMR 6183
Guy	BASTIAN		PR émérite	IUT Saint-Nazaire - Univ. Nantes	GeM	UMR 6183
Pierre	CHAMBON	HDR	MC	Fac. Sc. et Techn - Univ. Nantes	GeM	UMR 6183
Francis	DE LARRARD	HDR	Pr. Ag.	LCPC	Division Technologies du GC et de l'Environnement	
Jacques	GARNIER	HDR	DR LCPC	LCPC	Division Reconnaissance et Mécanique des Sols	
Pierre-Yves	HICHER		PR	Ecole Centrale de Nantes	GeM	UMR 6183
Agnès	JULLIEN	HDR	DR LCPC	LCPC	Division Technologies du GC et de l'Environnement	
Abdelhafid	KHELIDJ		PR	IUT Saint-Nazaire - Univ. Nantes	GeM	UMR 6183
Van Anh	LE		PR	Fac. Sc. et Techn - Univ. Nantes	GeM	UMR 6183
Ahmed	LOUKILI	HDR	MC	Ecole Centrale de Nantes	GeM	UMR 6183
Gilles	PIJAUDIER-CABOT		PR	Ecole Centrale de Nantes	GeM	UMR 6183
Abdul-Hamid	SOUBRA		PR	Fac. Sc. et Techn - Univ. Nantes	GeM	UMR 6183
Philippe	TAMAGNY	HDR	DR LCPC	LCPC	Division Mécanique et Structure des Chaussées	
Pierre	THOMAS		PR	IUT Saint-Nazaire - Univ. Nantes	GeM	UMR 6183
Christian	WIELGOSZ		PR	Fac. Sc. et Techn - Univ. Nantes	GeM	UMR 6183

GEOSCIENCES

Odila	ABBAHAM	HDR IDTPE I CPC	Division Reconnaissance et			
Oulle	ADIAHAM	IIDK	IDTL	Lere	Mécanique des Sols	
Véronique	CARRERE	HDR	MC	Fac. Sc. et Techn - Univ. Nantes	Lab. Planét. et Géodyn.	UMR 6112
Philippe CÔTE	DE	DR LCPC	LCPC	Division Reconnaissance et		
				Mécanique des Sols		
Hervé	DIOT		PR	Univ. La Rochelle	Lab. Planét. et Géodyn.	UMR 6112
Patrick	GENOT		PR	Fac. Sc. et Techn - Univ. Nantes	Lab. Planét. et Géodyn.	UMR 6112

Jacques	GIRARDEAU		PR	Fac. Sc. et Techn - Univ. Nantes	Lab. Planét. et Géodyn.	UMR 6112
Olivier	GRASSET		PR	Fac. Sc. et Techn - Univ. Nantes	Lab. Planét. et Géodyn.	UMR 6112
Eric	HUMLER		PR	Fac. Sc. et Techn - Univ. Nantes	Lab. Planét. et Géodyn.	UMR 6112
Richard	LAGABRIELLE	DE	DR LCPC	Directeur Technique - LCPC		
Bernard	LASNIER		PR émérite	Fac. Sc. et Techn - Univ. Nantes	Lab. Planét. et Géodyn.	UMR 6112
Patrick	LAUNEAU		PR	Fac. Sc. et Techn - Univ. Nantes	Lab. Planét. et Géodyn.	UMR 6112
Daniel	MEGE	HDR	MC	Fac. Sc. et Techn - Univ. Nantes	Lab. Planét. et Géodyn.	UMR 6112
Eric	MERCIER		PR	Fac. Sc. et Techn - Univ. Nantes	Lab. Planét. et Géodyn.	UMR 6112
Antoine	MOCQUET		PR	Fac. Sc. et Techn - Univ. Nantes	Lab. Planét. et Géodyn.	UMR 6112
Martin	SANCHEZ	HDR	MC	Fac. Sc. et Techn - Univ. Nantes	Lab. Planét. et Géodyn.	UMR 6112
Christophe	SOTIN		PR	Fac. Sc. et Techn - Univ. Nantes	Lab. Planét. et Géodyn.	UMR 6112

GENIE MECANIQUE

Fouad	BENNIS		PR	Ecole Centrale de Nantes	IRCCyN	UMR 6597
Alain	BERNARD		PR	Ecole Centrale de Nantes	IRCCyN	UMR 6597
Christian	BURTIN	HDR	MC	Ecole Centrale de Nantes		
Patrice	CARTRAUD		PR	Ecole Centrale de Nantes	GeM	UMR 6183
Pascal	CASARI	HDR	MC	Fac. Sc. et Techn - Univ. Nantes	GeM	UMR 6183
Patrick	CHEDMAIL		PR	Ecole Centrale de Nantes	IRCCyN	UMR 6597
Chi Yuen	CHIEM		PR	Ecole Centrale de Nantes	GeM	UMR 6183
Philippe	DEPINCE	HDR	MC	Ecole Centrale de Nantes	IRCCyN	UMR 6597
Benoît	FURET		PR	IUT Nantes - Univ. Nantes	IRCCyN	UMR 6597
Laurent	GORNET	HDR	MC	Ecole Centrale de Nantes	GeM	UMR 6183
Ronald	GUILLEN		PR	IUT Saint-Nazaire - Univ. Nantes	GeM	UMR 6183
Jean-Yves	HASCOËT		PR	Ecole Centrale de Nantes	IRCCyN	UMR 6597
Frédéric	JACQUEMIN	HDR		IUT Saint-Nazaire - Univ. Nantes	GeM	UMR 6183
Bernard	LAMY		PR	Ecole Centrale de Nantes	GeM	UMR 6183
Donatien	LE HOUËDEC		PR émérite	Ecole Centrale de Nantes	GeM	UMR 6183
Surandar	MARYA		PR	Ecole Centrale de Nantes	GeM	UMR 6183
Nicolas	MOES		PR	Ecole Centrale de Nantes	GeM	UMR 6183
Pascal	MOGNOL	HDR	MC	ENS CACHAN	IRCCyN	UMR 6597
Bernard	PESEUX		PR Emérite	Ecole Centrale de Nantes	GeM	UMR 6183
Jean-François	PETIOT		PR	Ecole Centrale de Nantes	IRCCyN	UMR 6597
Arnaud	POITOU		PR	Ecole Centrale de Nantes	GeM	UMR 6183
Guillaume	RACINEUX		PR	Ecole Centrale de Nantes	GeM	UMR 6183
Erwan	VERRON	HDR	MC	Ecole Centrale de Nantes	GeM	UMR 6183
Philippe	WENGER		DR CNRS	Ecole Centrale de Nantes	IRCCyN	UMR 6597

THERMIQUE, ÉNERGÉTIQUE ET GÉNIE DES PROCÉDÉS

Yves	ANDRES	HDR	MA	Ecole des Mines de Nantes	GEPEA	UMR 6144
Hervé	ANDRIEU	HDR	IDTPE	LCPC	Division Eau	
Marie	DELAMBALLERIE	HDR	PR	ENITIAA Nantes	GEPEA	UMR 6144
Marc	ANTON		DR	INRA Nantes	Unité BIA	
Abdellah	ARHALIASS		PR	IUT Saint-Nazaire - Univ. Nantes	GEPEA	UMR 6144
Jean-Pierre	BARDON		PR Emérite	Ecole Polytechnique - Univ. Nantes	Lab. Thermocinétique	UMR 6607
Jérôme	BELLETRE	HDR	MA	Ecole des Mines de Nantes	Dép. Syst. Energ & Environnement	UMR 6144
Lionel	BOILLEREAUX		PR	ENITIAA Nantes	GEPEA	UMR 6144
Brahim	BOUROUGA		PR	Ecole Polytechnique - Univ. Nantes	Lab. Thermocinétique	UMR 6607
Jacques	COMITI		PR	IUT Saint-Nazaire - Univ. Nantes	GEPEA	UMR 6144
Didier	DELAUNAY		DR CNRS	Ecole Polytechnique - Univ. Nantes	Lab. Thermocinétique	UMR 6607
Arnaud	DELEBARRE		PR	Ecole des Mines de Nantes	GEPEA	UMR 6144
Guy	DELLA VALLE	HDR	IR	INRA Nantes	Unité BIA	
Anne	DESRUMAUX	HDR	MC	ENITIAA Nantes	GEPEA	UMR 6144
Rémi	DETERRE		PR	IUT Nantes - Univ. Nantes	OPERP EE 0101	
Jean-Louis	DOUBLIER		DR	INRA Nantes	Unité BIA	
Louis	DOUBLIEZ		PR	Fac. Sc. et Techn - Univ. Nantes	GEPEA	UMR 6144
Francine	FAYOLLE	HDR	MC	ENITIAA Nantes	GEPEA	UMR 6144
Alain	FOUCAULT	HDR	IR CNRS	CRTT Saint-Nazaire	GEPEA	UMR 6144

Bertrand	GARNIER	HDR	CR	Ecole Polytechnique - Univ. Nantes	Lab. Thermocinétique	UMR 6607
Jean-Luc	ILARI	HDR	PR	ENITIAA Nantes	GEPEA	UMR 6144
Pascal	JAOUEN		PR	Fac. Sc. et Techn - Univ. Nantes	GEPEA	UMR 6144
Yvon	JARNY		PR	Ecole Polytechnique - Univ. Nantes	Lab. Thermocinétique	UMR 6607
Abdeljalil	LAHMAR		PR	IUT La Roche/Yon - Univ. Nantes	Lab. Thermocinétique	UMR 6607
Alain	LE BAIL	HDR	PR	ENITIAA Nantes	GEPEA	UMR 6144
Laurence	LE COQ	HDR	MA	Ecole des Mines de Nantes	Dép. Syst. Energ & Environnement	UMR 6144
Olivier	LE CORRE	HDR	MA	Ecole des Mines de Nantes	Dept Syst.Energet. et Environnement	
Yves	LECOINTE		PR	Ecole Polytechnique - Univ. Nantes	Lab. Thermocinétique	UMR 6607
Patrick	LEGENTILHOMME		PR	IUT Saint-Nazaire - Univ. Nantes	GEPEA	UMR 6144
Jack	LEGRAND		PR	IUT Saint-Nazaire - Univ. Nantes	GEPEA	UMR 6144
			DD I GD G			
Michel	LEGRET	HDR	DR LCPC	LCPC	Division Eau	
Michel Denis	LEGRET LOURDIN	HDR	DR LCPC CR	LCPC INRA Nantes	Division Eau BIA	
Michel Denis Agnès	LEGRET LOURDIN MONTILLET	HDR HDR	DR LCPC CR MC	LCPC INRA Nantes IUT Saint-Nazaire - Univ. Nantes	Division Eau BIA GEPEA	UMR 6144
Michel Denis Agnès Ahmed	LEGRET LOURDIN MONTILLET OULD EL MOCTAR	HDR HDR HDR	DR LCPC CR MC MC	LCPC INRA Nantes IUT Saint-Nazaire - Univ. Nantes Ecole Polytechnique - Univ. Nantes	Division Eau BIA GEPEA Lab. Thermocinétique	UMR 6144 UMR 6607
Michel Denis Agnès Ahmed Hassan	LEGRET LOURDIN MONTILLET OULD EL MOCTAR PEERHOSSAINI	HDR HDR HDR	DR LCPC CR MC MC PR	LCPC INRA Nantes IUT Saint-Nazaire - Univ. Nantes Ecole Polytechnique - Univ. Nantes Ecole Polytechnique - Univ. Nantes	Division Eau BIA GEPEA Lab. Thermocinétique Lab. Thermocinétique	UMR 6144 UMR 6607 UMR 6607
Michel Denis Agnès Ahmed Hassan Denis	LEGRET LOURDIN MONTILLET OULD EL MOCTAR PEERHOSSAINI PONCELET	HDR HDR HDR	DR LCPC CR MC MC PR PR PR	LCPC INRA Nantes IUT Saint-Nazaire - Univ. Nantes Ecole Polytechnique - Univ. Nantes Ecole Polytechnique - Univ. Nantes ENITIAA Nantes	Division Eau BIA GEPEA Lab. Thermocinétique Lab. Thermocinétique GEPEA	UMR 6144 UMR 6607 UMR 6607 UMR 6144
Michel Denis Agnès Ahmed Hassan Denis Jérémy	LEGRET LOURDIN MONTILLET OULD EL MOCTAR PEERHOSSAINI PONCELET PRUVOST	HDR HDR HDR HDR	DR LCPC CR MC MC PR PR MC	LCPC INRA Nantes IUT Saint-Nazaire - Univ. Nantes Ecole Polytechnique - Univ. Nantes Ecole Polytechnique - Univ. Nantes ENITIAA Nantes Fac. Sc. et Techn - Univ. Nantes	Division Eau BIA GEPEA Lab. Thermocinétique Lab. Thermocinétique GEPEA GEPEA	UMR 6144 UMR 6607 UMR 6607 UMR 6144 UMR 6144
Michel Denis Agnès Ahmed Hassan Denis Jérémy Francis	LEGRET LOURDIN MONTILLET OULD EL MOCTAR PEERHOSSAINI PONCELET PRUVOST QUEMENEUR	HDR HDR HDR HDR	DR LCPC CR MC PR PR PR PR Emérite	LCPC INRA Nantes IUT Saint-Nazaire - Univ. Nantes Ecole Polytechnique - Univ. Nantes Ecole Polytechnique - Univ. Nantes ENITIAA Nantes Fac. Sc. et Techn - Univ. Nantes IUT Saint-Nazaire - Univ. Nantes	Division Eau BIA GEPEA Lab. Thermocinétique Lab. Thermocinétique GEPEA GEPEA GEPEA	UMR 6144 UMR 6607 UMR 6607 UMR 6144 UMR 6144 UMR 6144
Michel Denis Agnès Ahmed Hassan Denis Jérémy Francis Véronique	LEGRET LOURDIN MONTILLET OULD EL MOCTAR PEERHOSSAINI PONCELET PRUVOST QUEMENEUR RUBAN	HDR HDR HDR HDR	DR LCPC CR MC PR PR PR PR Emérite DR LCPC	LCPC INRA Nantes IUT Saint-Nazaire - Univ. Nantes Ecole Polytechnique - Univ. Nantes Ecole Polytechnique - Univ. Nantes ENITIAA Nantes Fac. Sc. et Techn - Univ. Nantes IUT Saint-Nazaire - Univ. Nantes LCPC	Division Eau BIA GEPEA Lab. Thermocinétique Lab. Thermocinétique GEPEA GEPEA GEPEA Division Eau	UMR 6144 UMR 6607 UMR 6607 UMR 6144 UMR 6144 UMR 6144
Michel Denis Agnès Ahmed Hassan Denis Jérémy Francis Véronique Jean-Pierre	LEGRET LOURDIN MONTILLET OULD EL MOCTAR PEERHOSSAINI PONCELET PRUVOST QUEMENEUR RUBAN SCHLUMPF	HDR HDR HDR HDR HDR	DR LCPC CR MC PR PR MC PR Emérite DR LCPC MC	LCPC INRA Nantes IUT Saint-Nazaire - Univ. Nantes Ecole Polytechnique - Univ. Nantes Ecole Polytechnique - Univ. Nantes ENITIAA Nantes Fac. Sc. et Techn - Univ. Nantes IUT Saint-Nazaire - Univ. Nantes LCPC IUT Saint-Nazaire - Univ. Nantes	Division Eau BIA GEPEA Lab. Thermocinétique Lab. Thermocinétique GEPEA GEPEA Division Eau GEPEA	UMR 6144 UMR 6607 UMR 6607 UMR 6144 UMR 6144 UMR 6144 UMR 6144
Michel Denis Agnès Ahmed Hassan Denis Jérémy Francis Véronique Jean-Pierre Camille	LEGRET LOURDIN MONTILLET OULD EL MOCTAR PEERHOSSAINI PONCELET PRUVOST QUEMENEUR RUBAN SCHLUMPF SOLLIEC	HDR HDR HDR HDR HDR HDR	DR LCPC CR MC PR PR PR PR Emérite DR LCPC MC MA	LCPC INRA Nantes IUT Saint-Nazaire - Univ. Nantes Ecole Polytechnique - Univ. Nantes Ecole Polytechnique - Univ. Nantes ENITIAA Nantes Fac. Sc. et Techn - Univ. Nantes IUT Saint-Nazaire - Univ. Nantes LCPC IUT Saint-Nazaire - Univ. Nantes Ecole des Mines de Nantes	Division Eau BIA GEPEA Lab. Thermocinétique Lab. Thermocinétique GEPEA GEPEA Division Eau GEPEA GEPEA GEPEA	UMR 6144 UMR 6607 UMR 6144 UMR 6144 UMR 6144 UMR 6144 UMR 6144

Je tiens à remercier en premier lieu mon directeur de thèse, Bertrand GARNIER, pour la qualité de son encadrement, pour les trois ans qu'il a passé à suivre mon travail, à m'aider à résoudre les nombreux problèmes d'ordre techniques, expérimentaux, théoriques auxquels nous avons été confrontés, autant d'embuches semées sur la longue route sinueuse qu'est la thèse ! Je tiens tout particulièrement à saluer sa passion pour son travail, et à le remercier vivement pour le savoir qu'il m'a transmis ainsi que pour sa sympathie et la motivation qu'il a su me transmettre.

Je remercie de la même façon mon co-directeur de thèse, Brahim BOUROUGA, pour le suivi de mon travail et pour ses conseils et critiques sur mon travail. C'est notamment avec lui que j'avais effectué auparavant mon stage de Master, et je sais qu'il m'a soutenu pour continuer dans une thèse, et appuyé pour que ma candidature soit acceptée.

Je remercie par la même occasion le directeur actuel du LTN, Didier DELAUNAY, pour sa disponibilité, sa sympathie et les conseils qu'il m'a prodigué, ainsi que le précédent directeur du laboratoire, Hassan PEERHOSSAINI, pour m'avoir accepté au sein du laboratoire pour effectuer ma thèse. Je remercie par la même occasion Michel SIWAK directeur de Polytech'Nantes, ainsi que Yves LECOINTE président de l'Université de Nantes. Je suis aussi reconnaissant envers le Conseil Général de Loire Atlantique qui m'a permis de financer ma thèse pendant trois ans grâce au prix Atlanthèse dont j'ai été bénéficiaire.

Je voudrais adresser mes sincères remerciements aux chercheurs qui ont accepté de faire partie de mon jury : Jean-Christophe BATSALE (Professeur à l'ENSAM de Bordeaux) et Najib LARAQUI (Professeur à l'Université Paris 10) qui ont accepté d'être mes rapporteurs, Jean-Pierre BARDON (Professeur émérite à l'Université de Nantes), Abderrahim BOUDENNE (Maître de Conférences à l'Université Paris 12) et Jean-Marc GOYHENECHE (Ingénieur-Chercheur au CEA-CESTA) qui ont bien voulu assister à ma soutenance en tant qu'examinateurs.

Je tiens à remercier chaleureusement toute l'équipe du LTN :

- Les enseignants-chercheurs : Bruno « mihel » AUVITY, Cathy CASTELAIN, Jérome BELLETTRE, Philippe BEN ABDALLAH, Nicolas BOYARD (l'expert en Bourgogne), Gilberto DOMINGUEZ, Emilie GADOIN (j'ai un t-shirt de métal pour toi !), Christophe JOSSET, Thierry LEMENAND, Dominique DELLA-VALLE, Ahmed OULD-EL-MOCTAR, Laetitia PEREZ, Vincent SOBOTKA, Yann FAVENNEC, Tomasz JURKOWSKI.
- Le SEF et le personnel technique : Gwenaël « Gwenou » BIOTTEAU (tu prends l'apéro ?), Christophe « Boboz le chef des écrous de 5 » LE BOZEC (pétanque ou palet ?), Nicolas « la boule » LEFEVRE (let there be rock !), Jérome « Jairômeuh » DELMAS (qui habite à Narreubonneuh), Michel « le vrai michel » JEZEGOU, Benjamin « mon petit benjamin » ANGELETTI (tuning, guitare, paintball, tatoo, dirt,... t'as tout essayé en fait !), Olivier GIBOULOT, Dominique LAFON, Nicole LANGLOIS (j'arrive à faire des soudures à ultrasons !).
- La cellule administrative et le service informatique : Marie-Jane MOREAU, Brigitte ROUSSEAU (je te pique une ramette ! t'aurais pas le pass des fois ?), Nathalie ROBERT (euh l'imprimante marche po... merci pour mon PC aussi !), Muriel SPANEVELLO.

Un big MERCI à tous mes collègues thésards, dans le désordre : David « dadou » HAMADI (un pti bab ? un pti poker ? vivement Las Vegas !), Clément « clem » LEGOFF (futur-maire de St Cadou), Matthieu « ti' chat » THOMAS (pourquoi t'es parti à Toulouse... bon bah « à la convivialité quand même ! »), Xavier « xav » ADURIZ (le roi du barbecue et de la bonne franquette, t'aurai du être caviste ! Biz à Julie !), Julien SARRAZIN (Necrophagist !!), Guillaume « cointxo » DELACOURT, Emilien GUILLOT (vive les manips !), Yanneck WIELHORSKI, Vincent « la feuille » FEUILLET, Ronan LE GOFF,

Mathieu ROISIN (Vendée en force), Hakim MOHAND-KACI, Yahia LASBET, Hassan MOKRANI (mon collègue de bureau !), Jianfeng LU (mon collègue de bureau chinois qui s'est fait voler sa valise...), Omar MOKRANI, Vincent MELOT, Brahim TIMITE, Cédric LEBLOND (le dieu des maths), Cédric DURANDAL, Bourassia BEN-SAAD, François BOULOC, Victorin CHEGNIMONHAN, Jérémie « jérem » DREVILLON (la réincarnation de Django Reinhardt ! Sinon Poitiers ça jazz ?), Bakri ABDUL HAY, Mahmoud KHALED, Charbel HABCHI, Mojtaba JARRAHI, Léonardo PACHECO, Bezeid DEDDY (85 en force !), spéciale dédicace au baby-foot (dadou saura pourquoi !), Salah-Eddine AZZOUZ.

Un remerciement tout particulier à Yvon JARNY et Jean-Luc BAILLEUL enseignantschercheurs et respectivement directeurs des départements TE à Polytech' et GTE à l'IUT de Nantes pour m'avoir confié deux postes d'ATER qui m'ont permis d'étoffer mon expérience en enseignement et aussi de terminer ma thèse en ayant un support financier.

Je voudrais remercier toute l'équipe du département TE de Polytech', étant moi-même diplomé du département (Big salut à tous mes potes de promo, Isibeut 2004 for ever !), je peux témoigner de leur sympathie et de leur pédagogie de qualité. Je remercie tout particulièrement Didier LOUVET (l'irremplaçable Mr Méca), Nadège BROSSET, Françoise MOQUET, Xavier BEZIER, Jean GARDAHAUT (un super prof de sport). Je tiens de plus à remercier René LE GALL et Yves SCUDELLER du département Sciences des Matériaux, Yvan LEMEUR à la scolarité, et de manière générale tout le personnel de l'école (Daniel PINEL à l'imprimerie), les enseignants, la scolarité, l'administration, le personnel d'entretien, le personnel du RU, les gardiens (comment ça Mr BARIBEAU il est 21h45 ?)...

A tous mes potes de lycée et de saint-naz : Max et Annick (c'est pour quand ce gamin ?), Rapha et Marie (c'est pour quand cette maison ?), Benj et Jess, Toto, Jobil, Glen, David, Jibees, Thib, Fred, Christophe « teignasse », David « roucasse », Antonin, Clémence, Florent+Maud+Richard et Nicole, et tous les autres ! Un gros bisou à toutes mes copines : Nolwenn (t'as fait ?), Coranie, Valérie, Malya (ma tite truie !), Elena, Johanne, Amélie « el moineau », Caro « flocon », Solène, Anaïs, Marion...

A tous mes potes zicos et tous les groupes avec qui j'ai joué : Jérem (et Alizée), Chris, Gilles et Pierre de Kerifern, Mich, Fañch et Guigui, Hugs, Jérome « panzerchybre » (et Virginie), Fab « thanks for the add » (et Natcha) et Jacotte « comme une cocotte » de Tryskhell, Nico et Manu d'Ultra Vomit, Victor de Morzhol, Sephiroth, Yersinia Pestis, Korpiklaani, Turisas, Jimy et Atrocious Devoured, et tous les autres !

Un gros HAIL à tous mes potes métalleux : Seb Wacken, Camille, Romain, Marion, Dany et Antho, Paul, Ben, Thomason...

La team Adrexo : Yohan et Catherine, Samira, Lucien, Christian (Mortician !!) et Fred.

Je termine ces remerciements par les plus importants : ma maman, Roselyne, sans qui cette thèse n'aurai jamais été, merci ma ptite maman, pour ton soutien, ta gentillesse, ta tendresse, et tout le reste, BISOUSSSSS. Mon pti frère Vinz « poupy » (tu prends l'apéro ?) et toute ma famille qui m'ont soutenu et encouragé, même s'ils ne comprenaient pas toujours le sujet de ma thèse ! Je ne vais pas citer tout le monde, j'aurai trop peur d'oublier des noms, alors merci à tous !

A la mémoire de mon cousin Franck BLANCHARD, mon papy François CHAPELLE et mon beau-père Jean-Pierre JAULIN...

Table des matières

Nomenclature	17
Liste des figures	19
Liste des tableaux	27
Introduction générale	31
CHAPITRE I	37

Etat de l'art sur la réalisation de matériaux composites bons conducteurs de chaleur et sur l'analyse de la résistance thermique d'interface

inclusion/matrice	37
I.1. Réalisation de matériaux composites bons conducteurs de chaleur	38
I.1.1. Matériaux composites à matrice polymère (PMCs)	39
I.1.1.1. Généralités	39
I.1.1.2. Les matrices : thermoplastiques ou thermodurcissables	40
I.1.1.3. Facteurs affectant la conductivité thermique effective	41
I.1.2. Matériaux composites à matrice métallique (MMCs)	43
I.1.2.1. Définition des matériaux composites à matrice métallique	43
I.1.2.2. Conductivités thermiques de composites à matrice métallique	44
I.1.2.3. Procédés de fabrication	45
I.1.2.4. Intérêt de l'utilisation des composites à matrice métallique	46

I.1.3. Modélisation de la conductivité effective – Prise en compte de <i>R_i</i>	_ 47
I.1.3.1. Modèles de prédiction de la conductivité thermique	_ 47
I.1.3.2. Modèles incluant la prise en compte de <i>R_i</i>	_ 49
I.2. La résistance thermique d'interface dans les composites	_ 52
I.2.1. Rôle de la résistance thermique d'interface inclusions/matrice, <i>R_i</i>	_ 52
I.2.2. Valeurs de résistance thermique d'interface inclusion/matrice déduites de mesures de la conductivit effective	té _ 53
I.2.3. Mesure de la résistance thermique d'interface par microscopie thermique	_ 54
I.3. Synthèse bibliographique	_ 58
CHAPITRE II	59

Etude de la résistance thermique d'interface entre fils métalliques et						
atrice en polymère 5	9					
1. Principe de mesure 6	0					
2. Modèle thermique6	1					
II.2.1. Description du problème thermique 6	1					
II.2.2. Résolution par la méthode des quadripôles6	3					
II.2.3. Estimation des paramètres à partir de températures simulées 6	6					
3. Dispositif expérimental6	7					
II.3.1. Description du dispositif de mesure 6	7					
II.3.2. Etalonnage des ponts de mesure 7	0					
4. Conception et réalisation des échantillons 7	3					
II.4.1. Composites à matrice thermodurcissable (Epoxy) 7	'3					
II.4.1.1. Dimensionnement des échantillons 7	3					
II.4.1.2. Réalisation des échantillons 7	5					
II.4.1.3. Calcul des biais sur la mesure de la résistance thermique d'interface introduits par les pertes	10					
II.2.1. Description du probleme thermique						

II.4.2. Composites à matrice thermoplastique (EVA-PP)	_ 82
II.4.2.1. Conception des échantillons	_ 82
II.4.2.1.a. Matrice de type EVA	_ 82
II.4.2.1.b. Matrice de type PP	84
II.4.2.2. Calcul des biais sur la mesure de la résistance thermique d'interface introduits par les pertes axiales	_ 85
II.5. Etude de sensibilité	_ 87
II.6. Etude de reproductibilité, résidus de l'estimation et erreurs sur les paramètres estimés _	91
II.6.1. Etude de reproductibilité	_ 91
II.6.2. Résidus lors de l'estimation	_ 93
II.6.3. Calcul d'erreur sur les paramètres estimés	_ 95
II.7. Résultats expérimentaux : effets de la température initiale et du diamètre des fils sur R _i	100
II.7.1. Composites à matrice thermodurcissable (Epoxy)	100
II.7.1.1. Mesure de la résistance thermique d'interface	100
II.7.1.2. Etude thermoélastique	102
II.7.2. Composites à matrice thermoplastique (EVA-PP)	104
II.7.2.1. Mesure de la résistance thermique d'interface en fonction de la température	104
II.7.2.2. Etude de l'effet de la taille des inclusions	107
II.7.2.3. Mesure de la rugosité des fils de nickel à l'aide d'un profilomètre optique	108
II.8. Conclusions	109
II.8. Conclusions	109 111
CHAPITRE III1	111

Etude de la résistance thermique d'interface à l'échelle microscopique dans les matériaux composites bons conducteurs de chaleur à matrice métallique

	111
III.1. Contexte	112
III.2. Principe de mesure	113

III.3. Modèle thermique	114
III.3.1. Hypothèses du modèle	114
III.3.1.1. Effet de la distribution du flux de chaleur incident	115
III.3.1.2. Effet des échanges convectifs à la surface de l'échantillon	117
III.3.2. Modèle à une seule inclusion pour la mesure de <i>R_i</i> à micro-échelle	119
III.4. Dispositif expérimental	122
III.5. Premiers essais	125
III.6. Effet de la proximité d'autres inclusions	127
III.6.1. Etude analytique 1D	127
III.6.2. Etude numérique 3D	129
III.6.3. Conclusions	135
Conclusions et perspectives	137
IV.1. Conclusions générales	137
IV.2. Perspectives et travaux futurs	140
IV.2.1. Mesure de la résistance thermique d'interface dans les composites à matrice polymère	140
IV.2.2. Mesure de la résistance thermique d'interface avec une technique microscopique dans les d à matrice métallique	composites 141
IV.2.3. Validation possible des résultats des différentes méthodes de mesure utilisées	142
CHAPITRE V	145
Annexes	145
V.1. Méthode d'inversion de Gaver-Stehfest	145
V.2. Propriétés des différents constituants	147
V.2.1. Résine thermodurcissable : époxy	147

V.2.2. Résines thermoplastiques : EVA et PP	148
V.2.3. Fils de nickel	149
V.3. Calcul des tensions des ponts de Wheatstone	_ 150
V.4. Etalonnage des ponts de Wheatstone des échantillons fils de nickel/polymères	_ 151
V.5. Etude de reproductibilité	_ 154
V.6. Comparaison des conductivités thermiques estimées des polymères	_ 163
V.7. Résidus lors de l'estimation	_ 165
V.8. Etude de l'erreur sur les paramètres estimés	_ 169
V.9. Etude de l'interface nickel/époxy sous microscope	_ 173
V.10. Mesure de la rugosité des fils de nickel	_ 175
V.11. Mesure du retrait chimique de la résine époxy	_ 179
V.12. Estimation de la pression de compression lors de la fabrication des échantillons à ma	trice
polypropylène	_ 183
Bibliographie	_ 187
Liste des travaux	_ 199

Nomenclature

Caractères latins

Désignation	Unités
diffusivité thermique	$m^2.s^{-1}$
capacité thermique	J.kg ⁻¹ .K ⁻¹
rayon de l'inclusion	μm
longueur du fil	mm
résistance thermique d'interface	$m^2.K.W^{-1}$
tension de déséquilibre	V
tension d'alimentation	V
puissance électrique	W
paramètre de Laplace	
fonctions de Bessel d'ordre j	
impédance complexe	$K.W^{-1}$
déplacement	μm
densité de flux du laser	$W.m^{-2}$
coefficient d'échange	$W.m^{-2}.K^{-1}$
écartement	μm
distance interface/point de mesure	μm
surface	m ²
	Désignation diffusivité thermique capacité thermique rayon de l'inclusion longueur du fil résistance thermique d'interface tension de déséquilibre tension d'alimentation puissance électrique paramètre de Laplace fonctions de Bessel d'ordre j impédance complexe déplacement densité de flux du laser coefficient d'échange écartement distance interface/point de mesure surface

Symboles grecs

Symbole	Désignation	Unités
α_{m}	coefficient thermique de dilatation	K ⁻¹
δ	résidu	°C
3	erreur avec intervalle de confiance à 95%	%
φ	diamètre	μm
λ	conductivité thermique	$W. m^{-1} K^{-1}$

ρ	masse volumique	kg.m ⁻³
ν	coefficient de Poisson	
Т	température moyenne expérimentale	°C
T _a	température moyenne analytique	°C
θ_{m}	température moyenne complexe	°C
Φ	flux	W
φ	densité de flux	W.m ⁻²

Indices et exposants

Symbole	Désignation
Ni	fil de nickel
Р	polymère
ep	matrice époxy
EVA	éthylène-acétate de vinyle
РР	polypropylène
i	initial(e)
j	indice temporel
RMS	Root Mean Square
t	transversale
eff	effective

Liste des figures

•	Figure I-1 : Comparaison entre modèles de conductivité effective et expérimentation	49
•	Figure I-2 : Poids des facteurs B, C et D dans la variation de la conductivité effective	Е,
	pour des valeurs égales des facteurs – Filip et al.[51]	51
•	Figure I-3 : dispositif expérimental [111]	56
•	Figure I-4 : Fibre d'aluminium et lieux de mesure des déphasages de température [111]	56
•	Figure I-5 : Analyse sous MEB de l'interface aluminium/PBT – [111]	57
•	Figure II-1 : Principe de mesure de la résistance d'interface R _i entre fil de nickel	et
	matrice polymère	60
•	Figure II-2 : Schématisation en coupe de l'échantillon	62
•	Figure II-3 : Vue en coupe de l'échantillon et schématisation des transferts thermiqu	ıes
	sous la forme d'un réseau d'impédances	63
•	Figure II-4 : Schéma de la procédure d'estimation	65
•	Figure II-5 : Pont de Wheatstone et pile (à gauche) - enceinte cylindrique refroidie po	our
	les échantillons d'époxy (au centre) - enceinte parallélépipédique refroidie par plaq	lne
	froide pour les échantillons de thermoplastiques (à droite)	67
•	Figure II-6 : Schéma du circuit d'alimentation complet – détail du transistor	68
•	Figure II-7 : Comparaison de l'évolution de la tension U pour le transistor et pour	un
	interrupteur simple – agrandissements de la montée en tension	68
•	Figure II-8 : Vue d'ensemble du dispositif de mesure de R _i entre fil métallique et matri	ice
	en polymère	69
•	Figure II-9 : Température moyenne du fil de nickel et puissance électrique dissipée	; –
	résine époxy avec fil de nickel de diamètre 26,9µm	70
•	Figure II-10 : Etalonnage de l'échantillon d'époxy avec le fil de nickel 26,9µm	71
•	Figure II-11 : Etalonnage de l'échantillon d'EVA avec le fil de nickel 55,8µm	72
•	Figure II-12 : Etalonnage de l'échantillon de PP avec le fil de nickel 26,9µm	72
•	Figure II-13 : Schéma et dimensions des échantillons de composite époxy/nickel	73
•	Figure II-14 : Représentation des transferts thermiques au sein d'un échantillon	de

	composite74
•	Figure II-15 : Moule pour échantillons de composite en position fermée (en haut) et
	ouverte (en bas) – détail du bouchon supérieur (en bas à droite) 76
•	Figure II-16 : Pesée des constituants (à gauche) – élimination des bulles d'air de la résine
	sous cloche à vide (au centre) – injection à la seringue (à droite)77
•	Figure II-17 : Echantillons réalisés (fil de nickel + résine époxy) - de haut en bas fils de
	diamètre 26,9 , 55,8 et 122,9µm78
•	Figure II-18 : Mise en évidence de l'effet des pertes axiales sur le champ de température
	dans le fil de nickel 79
•	Figure II-19 : Schéma des géométries modélisées par éléments finis - à gauche cas 1D
	sans pertes axiales, à droite cas 2D avec température imposée79
•	Figure II-20 : Agrandissement du maillage au bord de l'échantillon, à la frontière
	fil/matrice – affichage de la qualité du maillage80
•	Figure II-21 : Comparaison entre le champ de température analytique (modèle thermique
	1D) et les champs de température obtenus avec la modélisation par éléments finis - fil de
	$26,9\mu m - R_i = 0,5.10^{-5} m^2.K.W^{-1}$ 81
•	Figure II-22 : (a) Schéma du moule avant la mise en place de la résine – (b) Echantillon de
	composite fils de nickel/EVA (de bas en haut : fil de diamètre 26,9µm, 55,8µm et
	122,9µm)83
•	Figure II-23 : Différentes étapes de fabrication de l'échantillon de PP équipé de trois fils
	de nickel de diamètre 26,9 , 55,8 et 122,9µm84
•	Figure II-24 : Température à cœur du polypropylène et résistances électriques des fils de
	nickel de 26,9 et 55,8µm lors de la fabrication d'un échantillon de polypropylène (PP)
	avec fils tendus de nickel85
•	Figure II-25 : Schéma de la nouvelle géométrie modélisée par éléments finis86
•	Figure II-26 : Sensibilités de la température aux paramètres pour l'échantillon fil de
	nickel/époxy – $\Delta t=10ms$ - $\Delta T=2^{\circ}C$ - R _i =10 ⁻⁵ m ² .K/W - $\lambda_{ep}=0,224$ W.m ⁻¹ .K ⁻¹ - $\phi_{Ni}=26,9\mu$ m
	- T _i =20°C88
•	Figure II-27 : Sensibilités réduites – fil de nickel 26,9 μ m dans époxy – $\Delta T=2^{\circ}C$ 89
•	Figure II-28 : Sensibilités réduites – fil de nickel 55,8 μ m dans époxy – Δ T=2°C 89
•	Figure II-29 : Sensibilités réduites – fil de nickel 122,9 μ m dans époxy – $\Delta T=2^{\circ}C$ 90

•	Figure II-30 : Sensibilités de la température à R_i et λ_{ep} pour l'échantillon fil de
	nickel/époxy – $\Delta t=10ms$ - $\Delta T=2^{\circ}C$ - R _i =10 ⁻⁵ m ² .K/W - $\lambda_{ep}=0,224$ W.m ⁻¹ .K ⁻¹ - $\phi_{Ni}=26,9\mu$ m
	- T _i =20°C90
•	Figure II-31 : Résidus de l'estimation entre la température expérimentale et la température
	calculée pour le fil 26,9µm dans l'époxy et pour Ti=20°C – fig. (a) à (e)94
•	Figure II-32 : Résidus de l'estimation entre la température expérimentale et la température
	calculée pour le fil 55,8µm dans l'époxy et pour Ti=20°C – fig. (f) à (j)94
•	Figure II-33 : Résidus de l'estimation entre la température expérimentale et la température
	calculée pour le fil 122,8µm dans l'époxy et pour Ti=20°C – fig. (k) à (o)94
•	Figure II-34 : Représentation des termes de la matrice de variance-covariance W pour le
	fil de nickel de 26,9µm dans l'époxy – test n°1, T _i =20°C, Δt =10ms99
•	Figure II-35 : Résistance thermique d'interface en fonction de la température pour les trois
	diamètres de fils de nickel101
•	Figure II-36 : Evolution de R _i en fonction du diamètre du fil de nickel et de la température
	initiale pour l'époxy101
•	Figure II-37 : Dépendance de R_i en fonction de la température pour l' $\rm EVA-fil$ de 55,8 μm
	105
•	Figure II-38 : Dépendance de R_i en fonction de la température pour le PP et pour les trois
	diamètres de fil de nickel106
•	Figure II-39 : Evolution de R_i en fonction du diamètre du fil de nickel et de la température
	initiale pour le PP107
•	Figure III-1 : Composite cuivre/particules sphériques de carbone vitreux 113
•	Figure III-2 : Principe du dispositif de mesure par microsonde de nickel114
•	Figure III-3 : Amplitude de température et déphasage à $\delta^*=50$ pour une source ponctuelle
	(P), gaussienne (G) et uniforme (U)116
•	Figure III-4 : Modèle physique 2D axisymétrique 117
•	Figure III-5 : Déphasage de température pour h=0118
•	Figure III-6 : Ecart de déphasage de température entre le cas B=0 (i.e. h=0) et le cas B=10 ⁻
	⁴ (i.e. h≠0)118
•	Figure III-7 : Schéma de la géométrie utilisée pour le modèle analytique 119
•	Figure III-8 : Déphasage de température en fonction de la distance (rayon de l'inclusion

L=125µm)	121
Figure III-9 : Principe de la mesure de R _i par microsonde thermique – Vue latéra	le de la
tête de la microsonde thermique (à droite)	122
Figure III-10 : Schéma du dispositif de mesure de R _i à micro-échelle	123
Figure III-11 : Vue globale du dispositif de mesure par microsonde thermique	e semi-
intrinsèque	124
Figure III-12 : Dispositif de mesure par microsonde thermique semi-intrinsèque	124
Figure III-13 : Visualisation de la mesure par caméra - à gauche : vue de haut à tr	avers la
lame dichroïque avec le spot laser - à droite : vue latérale du contact fil de	e nickel
25µm/cuivre	125
Figure III-14 : Evolution des tensions V_c et V_m à 0,1 Hz	125
Figure III-15 : Modèle 1D cartésien à une (I) et à deux inclusions (II)	127
Figure III-16 : Procédure de calcul du biais sur la mesure de R _i	128
Figure III-17 : Déphasage de température en x=L+M en fonction de l'écartement	E entre
les couches de carbone ($R_i=10^{-4} \text{ m}^2\text{K/W}$, L=125µm, M=21µm) - géométrie cartésie	enne (a)
et sphérique (b) - f=1Hz	128
Figure III-18 : Modélisation 3D sur code éléments finis – détail des deux inclus	 sions (à
droite)	130
Figure III-19 : Déphasages obtenus avec le modèle éléments finis pour deux ind	clusions
écartées de E=1000µm, à f=1Hz	132
Figure III-20 : Biais sur l'estimation de R _i engendrée par la proximité d'une inclu	sion, en
fonction de l'écartement et pour différentes fréquences $-R_i=10^{-5}m^2$.K.W ⁻¹ $-M=$	62,5µm
	135
Figure III-21 : Schéma des deux inclusions	135
Figure III-22 : soudés par ultrasons sur le composite cuivre/carbone – vue de dessu	s et vue
latérale	136
Figure IV-1 : Validation du dispositif de microscopie à l'aide des échantillon	s fil de
nickel/polymère	142
Figure V-1 : Cp de l'EVA obtenu par DSC en fonction de la température	148
Figure V-2 : Etalonnage de l'échantillon d'époxy avec le fil de 26,9µm	151
Figure V-3 : Etalonnage de l'échantillon d'époxy avec le fil de 55,8µm	152

•	Figure V-4 : Etalonnage de l'échantillon d'époxy avec le fil de 122,9µm	152
•	Figure V-5 : Etalonnage de l'échantillon d'EVA avec le fil de nickel 55,8µm	153
•	Figure V-6 : Etalonnage de l'échantillon de PP avec le fil de nickel 26,9µm	153
•	Figure V-7 : Etalonnage de l'échantillon de PP avec le fil de nickel 55,8µm	154
•	Figure V-8 : Etalonnage de l'échantillon de PP avec le fil de nickel 122,9µm	154
•	Figure V-9 : Comparaison des conductivités thermiques de l'époxy estimées pour les	trois
	diamètres de fil de nickel	163
•	Figure V-10 : Comparaison des conductivités thermiques de l'EVA estimées pour le fi	il de
	55,8µm	164
•	Figure V-11 : Comparaison des conductivités thermiques du PP estimées pour les	trois
	diamètres de fil de nickel	164
•	Figure V-12 : Conductivités thermiques du PP HV-252 estimées, mesurées en pla	que
	chaude gardée par Le Goff [123] et les résultats de Le Bot [124]	165
•	Figure V-13 : Résidus de l'estimation entre la température expérimentale et la tempéra	ture
	calculée pour le fil 26,9µm dans l'époxy et pour Ti=35°C – fig. (a) à (e)	166
•	Figure V-14 : Résidus de l'estimation entre la température expérimentale et la tempéra	ture
	calculée pour le fil 55,8µm dans l'époxy et pour Ti=35°C – fig. (f) à (j)	166
•	Figure V-15 : Résidus de l'estimation entre la température expérimentale et la tempéra	ture
	calculée pour le fil 122,8µm dans l'époxy et pour Ti=35°C – fig. (k) à (o)	166
•	Figure V-16 : Résidus de l'estimation entre la température expérimentale et la tempéra	ture
	calculée pour le fil 26,9µm dans l'époxy et pour Ti=50°C – fig. (a) à (e)	167
•	Figure V-17 : Résidus de l'estimation entre la température expérimentale et la tempéra	ture
	calculée pour le fil 55,8µm dans l'époxy et pour Ti=50°C – fig. (f) à (j)	167
•	Figure V-18 : Résidus de l'estimation entre la température expérimentale et la tempéra	ture
	calculée pour le fil 122,8µm dans l'époxy et pour Ti=50°C – fig. (k) à (o)	167
•	Figure V-19 : Résidus de l'estimation entre la température expérimentale et la tempéra	ture
	calculée pour le fil 26,9µm dans le PP et pour Ti=20°C – fig. (a) à (e)	168
•	Figure V-20 : Résidus de l'estimation entre la température expérimentale et la tempéra	ture
	calculée pour le fil 55,8µm dans le PP et pour Ti=20°C – fig. (f) à (j)	168
•	Figure V-21 : Résidus de l'estimation entre la température expérimentale et la tempéra	ture
	calculée pour le fil 122,8 μ m dans le PP et pour Ti=20°C – fig. (k) à (o)	168

• Figure V-22 : Résidus de l'estimation entre la température expérimentale et la température

	calculée pour le fil 55,8µm dans l'EVA et pour Ti=20°C – fig. (a) à (e)	_169
•	Figure V-23 : Sensibilités aux paramètres connus – fil 26,9µm	_170
•	Figure V-24 : Sensibilités aux paramètres connus – fil 55,8µm	_170
-	Figure V-25 : Sensibilités aux paramètres connus – fil 122,9µm	_171
•	Figure V-26 : Termes de la matrice de variance-covariance W pour le fil 26,9µm	_171
•	Figure V-27 : Termes de la matrice de variance-covariance W pour le fil 55,8µm	_172
•	Figure V-28 : Termes de la matrice de variance-covariance W pour le fil 122,9µm	_172
•	Figure V-29 : Clichés obtenus sous microscope optique – fil de 55,8 μ m – à gauche	e sans
	polissage, à droite après polissage	_173
•	Figure V-30 : Fil de 122,9µm observé sous microscope optique après polissage di	amant
		_174
•	Figure V-31 : Fil de 122,9µm observé sous MEB après un bref polissage diamant	_174
•	Figure V-32 : Profil obtenu après mesure sous profilomètre optique – fil de 55,8 μ m _	_175
•	Figure V-33 : Schéma du profilomètre optique – ouverture et pente admissible	_176
•	Figure V-34 : Schéma représentant la partie utile du profil du fil de nickel pour une	pente
	admissible maximale de 7°	_176
•	Figure V-35 : Repère local (O,x,y') issu du profil moyen	_177
•	Figure V-36 : Relevé profilométrique sur le fil de 55,8µm - Tracé du profil r	noyen
	correspondant à la fenêtre utile obtenu à l'aide de Matlab	_177
•	Figure V-37 : Moule pour mesure de retrait – (a) $\frac{1}{4}$ de moule vue de dessus – (b) $\frac{1}{2}$ n	noule
	vu de profil	_180
•	Figure V-38 : Profil obtenu avec le profilomètre optique pour un échantillon de	résine
	époxy d'épaisseur 1mm à t=340min après mélange.	_180
•	Figure V-39 : Evolution de l'épaisseur de la résine époxy lors de sa réticulation -	noule
	de profondeur 1mm	_181
•	Figure V-40 : Evolution de l'épaisseur de la résine époxy lors de sa réticulation -	noule
	de profondeur 1,5mm	_182
•	Figure V-41 : Evolution de l'épaisseur de la résine époxy lors de sa réticulation - r	noule
	de profondeur 2mm	_182
•	Figure V-42 : Moule et dispositif de serrage utilisé pour la fabrication des échantille	ons de
	PP	_183
•	Figure V-43 : Dispositif de mesure de raideur des ressorts par comparateur	_184

• Figure V-44 : Mesure de la compression des deux ressorts à l'aide d'un comparateur _185

Liste des tableaux

•	Tableau I-1 : Conductivité thermique transversale effective $\lambda_{t,eff}$ de quelques
	thermoplastiques chargés conducteurs de chaleur – Garnier [23]40
•	Tableau I-2 : Conductivité thermique transversale effective $\lambda_{t,eff}$ de quelques
	thermodurcissables chargés conducteurs de chaleur – Bigg [25]41
•	Tableau I-3 : Propriétés de MMCs à forte conductivité thermique et faible coefficient de
	dilatation – Zweben [53] 44
•	Tableau I-4 : Résistance d'interface matrice/particule estimée - R_i en 10^{-5} m ² K/W
	(moyenne des 12 points de mesure, cf. Figure I-4) – Dupuis et Garnier [111] 57
•	Tableau II-1 : Résultats de l'estimation avec les fichiers de températures simulées 66
•	Tableau II-2 : Résumé des lois d'étalonnage de forme T=A+B*V/U, des coefficients de
	corrélations et des résidus maximum pour tous les échantillons de composites73
•	Tableau II-3 : Calcul de la longueur des fils - ϕ_{ep} =16mm - h=5W.m ⁻² .K ⁻¹ -
	$\Phi_{axial} / \Phi_{radial} < 10^{-3} $
•	Tableau II-4 : Ecarts de température à l'instant final et erreurs sur l'estimation des
	paramètres générées par les effets de bords pour l'époxy – $T_i=20^{\circ}C$, $\Delta t=10ms$, $\Delta T=2^{\circ}C$ 81
•	Tableau II-5 : Ecarts de température à l'instant final et erreurs sur l'estimation des
	paramètres générées par les effets de bords pour l'EVA et le PP - Ti=20°C, Δt=10ms,
	ΔT=2°C86
•	Tableau II-6 : Ecarts de température à l'instant final et erreurs sur l'estimation des
	paramètres générées par les effets de bords pour le PP avec le nouveau modèle – $T_i=20^{\circ}C$,
	$\Delta t=10 \text{ms}, \Delta T=2^{\circ}\text{C}, h=5 \text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ 87
•	Tableau II-7 : Coefficients de corrélation entre R_i et λ_{ep} en fonction de la température
	initiale pour les échantillons d'époxy91
•	Tableau II-8 : Etude de reproductibilité pour les trois échantillons époxy/fil de nickel à
	20°C92
•	Tableau II-9 : Effet de la durée de chauffage sur les valeurs estimées - époxy/fil nickel

	55,8μm93
•	Tableau II-10 : Comparaison entre les résidus δ_{RMS} de la méthode inverse (cas n°1 des
	tableaux de l'annexe V.5 pour Δt=10ms) et les sensibilités S calculées avec les valeurs de
	R_i et λ_{ep} estimées - rapports S/ δ_{RMS} associés95
•	Tableau II-11 : Liste des données expérimentales et des incertitudes relatives associées
	utilisées pour le calcul de l'erreur sur les paramètres estimés96
•	Tableau II-12 : Erreurs sur les paramètres estimés pour l'époxy – cas n°1, Δt=10ms98
•	Tableau II-13 : Erreurs sur les paramètres estimés pour le PP – cas n°1, Δt=10ms98
•	Tableau II-14 : Erreurs sur les paramètres estimés pour l'EVA – cas n°1, ∆t=10ms99
•	Tableau II-15 : $R_i [10^{-5} m^2. K. W^{-1}]$ et erreurs associées vs. ϕ_{Ni} et T pour l'époxy100
•	Tableau II-16 : Pentes $dR_i/d\phi_{Ni}$ [10 ⁻⁷ m ² .K.W ⁻¹ .µm ⁻¹] pour l'époxy 102
•	Tableau II-17 : Décollement u_{ep} - u_{Ni} (µm) en fonction de la température et du diamètre du
	fil de nickel102
•	Tableau II-18 : Résistance thermique [10 ⁻⁵ m ² .K.W ⁻¹] de la couche d'air résultant de la
	dilatation différentielle à l'interface nickel-époxy en supposant une pression de contact
	nulle à 20°C103
•	Tableau II-19 : $R_i [10^{-5} m^2. K. W^{-1}]$ mesurée vs. ϕ_{Ni} et T pour l'époxy 103
•	Tableau II-20 : Pentes $[10^{-7} m^2.W^{-1}]$ issues des mesures (dR_i/dT) et du modèle
	thermoélastique (dR _{air} /dT)104
•	Tableau II-21 : $R_i [10^{-5} m^2. K. W^{-1}]$ et erreurs associées vs. ϕ_{Ni} et T pour l'EVA 105
•	Tableau II-22 : $R_i [10^{-5} m^2. K. W^{-1}]$ et erreurs associées vs. ϕ_{Ni} et T pour le PP 106
•	Tableau II-23 : Pentes $dR_i/d\phi_{Ni} [10^{-7} \text{ m}^2.\text{K.W}^{-1}.\mu\text{m}^{-1}]$ pour le PP107
•	Tableau II-24 : Rugosités mesurées sur des fils de nickel à l'aide d'un profilomètre
	optique108
•	Tableau III-1 : Comparaison des propriétés thermophysiques de quelques céramiques,
	métaux et MMCs112
•	Tableau III-2 : Valeurs de r* au-delà desquelles l'amplitude et la phase de θ_U et θ_G sont
	identiques à celles de θ_P à 1% près – Dupuis et al. [118] 116
•	Tableau III-3 : Déphasages de température mesurés et valeurs calculées de la RTC
	inclusion/matrice126
•	Tableau III-4 : Erreur ε_R (en %) sur la mesure de R _i inclusion-matrice (R _i =10 ⁻⁴ m ² K/W,

	L=125µm, M=21µm)	129
•	Tableau III-5 : déphasages (°) obtenus avec les deux modèles en M=125µm - E=1000	μm
	- f en Hz et R _i en m ² K/W	131
•	Tableau III-6 : erreurs en % sur l'estimation de R _i engendrées par la proximité d'	une
	inclusion pour différentes fréquences, en fonction de l'écartement E entre les d	eux
	inclusions et de la valeur de la résistance thermique d'interface $R_i - M$ et E en μm et R	_i en
	m ² K/W	133
•	Tableau V-1 : Propriétés thermophysiques des matériaux utilisés à 20°C	147
•	Tableau V-2 : Conductivité thermique de l'époxy en fonction de la température	147
•	Tableau V-3 : Chaleur spécifique de l'époxy en fonction de la température	147
•	Tableau V-4 : Chaleur spécifique de l'EVA en fonction de la température	149
•	Tableau V-5 : Mesure des diamètres des fils de nickel – résultats moyennés sur 10mesu	ıres
		149
•	Tableau V-6 : Résultats de l'estimation de R _i et λ_{ep} – fil 26,9µm – Epoxy	155
•	Tableau V-7 : Résultats de l'estimation de R _i et λ_{ep} – fil 55,8µm – Epoxy	156
•	Tableau V-8 : Résultats de l'estimation de R _i et λ_{ep} – fil 122,9µm – Epoxy	157
•	Tableau V-9 : Résultats de l'estimation de R _i et λ_{ep} – fil 55,8µm – EVA	158
•	Tableau V-10 : Résultats de l'estimation de R _i et λ_{ep} – fil 26,9µm – PP	160
•	Tableau V-11 : Résultats de l'estimation de R _i et λ_{ep} – fil 55,8µm – PP	161
•	Tableau V-12 : Résultats de l'estimation de R _i et λ_{ep} – fil 122,9µm – PP	162
-	Tableaux V-13 : Rugosités mesurées sur la circonférence des fils de nickel	178
•	Tableau V-14 : Rugosités mesurées sur des fils de nickel dans le sens axial	179
•	Tableau V-15 : Retraits mesurés à différentes positions x (à partir du bord du moule)	sur
	résine époxy pour trois profondeurs de moule P	183

Introduction générale

Le développement des technologies liées à l'industrie des matériaux composites est depuis plusieurs décennies en plein essor, et il se caractérise notamment par l'émergence de nouvelles familles de matériaux. De tels progrès sont majoritairement issus d'applications spécifiques, et découlent en particulier de demandes liées à l'amélioration des performances des systèmes industriels, civils et militaires.

La famille de matériaux qui a retenu toute notre attention est celle des composites bons conducteurs de chaleur. En effet, ils sont de plus en plus utilisés, notamment grâce au développement des industries de la télécommunication et de l'informatique. De nombreuses applications industrielles et commerciales sont de nos jours associées à ces matériaux, on peut ainsi citer des secteurs comme les transports avec les trains, les voitures (échangeur de chaleur, capot moteur, piles à combustible, les véhicules électriques), l'électronique et l'électrotechnique (composants, électrodes, drains thermiques, circuits imprimés), l'industrie du packaging, les secteurs de pointe comme l'aérospatiale (les avions, les antennes, les navettes spatiales), et également l'industrie du bâtiment.

Rappelons que l'on peut définir un matériau composite comme étant l'assemblage de deux (comme la plupart des composites) ou plusieurs matériaux destiné à améliorer les propriétés thermophysiques du matériau principal, la matrice. Dans le cas des composites bons conducteurs de chaleur, on cherche à associer les propriétés des deux phases, inclusions et matrice, pour conférer à l'ensemble des propriétés thermophysiques spécifiques, principalement une meilleure conductivité thermique. On peut aussi parfois trouver d'autres propriétés cibles, comme le coefficient de dilatation thermique par exemple, ou bien la densité.

Parmi les différentes sous-familles de composites bons conducteurs de chaleur, nous en avons sélectionné deux, les PMCs et les MMCs, qui sont destinées à des applications à température restant dans une gamme proche de l'ambiant. En effet, depuis les années 1940, le développement de l'industrie pétrolière a engendré un essor considérable des composites constitués de matières plastiques (PMCs). De tels matériaux sont aujourd'hui couramment utilisés et ne cessent d'être améliorés, à fortiori pour ce qui est de l'augmentation de la conductivité effective, point faible des polymères. La seconde catégorie concerne les matériaux composites à matrice métallique (MMCs), ils apparaissent environ vers les années 1970 (même si de nombreux essais et prototypes sont antérieurs à cette date). Cette industrie est donc elle aussi très jeune, mais on s'est rapidement aperçu de l'étendue de ce type de matériaux, avec l'apparition de demandes nouvelles liées à la recherche de propriétés spécifiques notamment sur le plan thermique.

Les améliorations de ces matériaux sont fortement liées aux facteurs qui rentrent en compte dans leur conception et leur fabrication, facteurs qui ont une influence majeure sur les propriétés finales. On relève dans un premier temps des facteurs inhérents aux matériaux constituant le composite, à savoir leur nature, leur taille, leur forme, etc., cependant il faut de plus tenir compte de facteurs externes comme par exemple les procédés de fabrication, les conditions de mise en œuvre (température, pression)... On se rend compte finalement que des matériaux de type PMCs n'ont pas encore aujourd'hui des performances thermiques, ce qui restreint leur utilisation généralisée dans l'industrie. En effet, les polymères non chargés ont une conductivité entre 0,15 et 0,3 W.m⁻¹K⁻¹. Comme le montre ultérieurement notre étude bibliographique, il apparait qu'en incorporant des charges conductrices, l'augmentation de la conductivité thermique n'est que d'un facteur 10, c'est-à-dire jusqu'à 2 à 3 W.m⁻¹K⁻¹ avec des taux de charge très élevés avoisinant parfois 50% en masse. Des gains d'un facteur 20 à 30 permettrait d'obtenir des conductivités effectives de l'ordre de 6 W.m⁻¹K⁻¹ et justifierait leur emploi dans un certain nombre d'applications.

Certains travaux de la littérature montrent que dans les composites bons conducteurs de chaleur, quels qu'ils soient, le contact entre inclusions et matrice joue un rôle important surtout pour des taux de charge élevés, c'est-à-dire lorsque le rapport surface/volume des inclusions devient élevé. On retrouve dans la littérature des travaux sur la mesure de la conductivité effective des composites, mesures qui associées à des modèles thermiques permettent de déterminer la résistance thermique d'interface R_i en présupposent cependant une microstructure donnée. Si l'on veut mieux maitriser les résistances thermiques aux interfaces au sein des matériaux composites, il faut être capable d'effectuer des mesures à l'échelle locale, i.e. à l'échelle des inclusions, et ce notamment afin de pouvoir étudier l'effet

d'éventuels traitements de surface sur les inclusions ou l'ajout de surfactant dans la matrice polymère.

La raison principale qui explique le peu de travaux liés à la résistance thermique d'interface inclusion/matrice que l'on trouve dans la littérature est la grande difficulté qui réside dans la réalisation de telles mesures. En effet, la taille des inclusions (quelques microns à quelques centaines de microns) nécessite la mise en œuvre de moyens expérimentaux adaptés aux petites échelles associés à une métrologie très performante.

L'objectif majeur de cette thèse est l'analyse de la résistance thermique d'interface inclusion/matrice dans les composites bons conducteurs de chaleur. En fait, les travaux effectués ont permis de mener à bien un ensemble de cinq objectifs concernant d'une part les techniques de mesure de R_i et d'autre part l'effet de différents facteurs sur la valeur de R_i .

Sur le plan des techniques de mesures, il s'agira au cours de cette thèse de :

1. mettre au point un dispositif de mesure de résistance thermique d'interface (R_i) avec une technique éprouvée.

La résistance thermique d'interface est difficile à mesurer avec des dispositifs de type microscope thermique. Cependant, les progrès récents avec des dispositifs à micro-échelle adaptés permettent d'ores et déjà d'obtenir des mesures. Celles-ci nécessitent néanmoins d'être validées. Une technique de type fil chaud associée à une procédure d'estimation de paramètres et en maitrisant tous les nombreux aspects métrologiques (problèmes de sensibilité, biais de mesure, calcul d'erreur) sera développée afin de mesurer les valeurs de R_i entre une matrice polymère et des fils métalliques de diamètre de l'ordre de quelques dizaines de microns. Ces mesures correspondent, et se limitent, au cas des fibres (apparentées ici à des fils). L'intérêt est d'obtenir ainsi des mesures fiables avec une technique éprouvée.

2. mettre au point un dispositif de mesure de R_i à micro-échelle.

Lors de travaux précédents au Laboratoire de Thermocinétique de Nantes, un dispositif de mesure de résistance thermique d'interface avait été mis au point en développant une microsonde thermique assurant de très faibles résistances de contact parasites, Dupuis [1]. Des mesures de R_i à micro-échelle avaient été obtenues dans un polymère thermoplastique

comportant des inclusions en aluminium dont l'une était chauffée par un faisceau laser modulé. Il s'agira de continuer à développer cette méthode de mesure à micro-échelle en l'appliquant au cas des composites à matrice métallique. De plus faibles valeurs de R_i sont attendues cependant, les valeurs de résistance de contact parasites entre sonde et matrice devraient être également diminuées (mesure par thermocouple semi-intrinsèque) et par ailleurs le contraste thermique (sensibilité à la mesure de R_i) devrait être amélioré en raison de la conductivité plus importante de la matrice. Par ailleurs, les travaux de Dupuis n'utilisait que des modèles thermiques mono-inclusions lors de la mesure locale de R_i. Dans ce travail, on a utilisé un modèle numérique 3D à plusieurs inclusions et ceci en régime périodique établi en utilisant des grandeurs complexes. Ceci permet d'estimer les biais de mesure dus à la présence d'inclusions dans le voisinage de celle qui est chauffée par le faisceau laser.

Sur le plan des mesures de résistance thermique d'interface en tant que telles, il s'agira de :

3. mesurer l'effet du diamètre des inclusions sur la valeur de R_i .

Dans le domaine des matériaux composites, la mise au point de modèles thermiques de prédiction de la conduction effective nécessite la connaissance des résistances thermiques d'interface entre phases, notamment lorsque la conductivité effective devient typiquement plus de trois fois supérieure à celle de la matrice. Or, on constate que dans les modèles thermiques prenant en compte R_i , on ne tient pas compte de l'effet de la taille des inclusions sur R_i , ceci est dû bien sûr à la difficulté d'obtenir des mesures de R_i . Dans le cadre de ce travail, et avec notamment le dispositif de mesure de type fil chaud développé, on cherchera à étudier la dépendance de R_i avec la taille des inclusions.

4. mesurer la dépendance de la *R_i* avec la température.

Les composites bons conducteurs de chaleur sont destinés à être utilisés dans des assemblages avec des gradients de température. Il est ainsi intéressant d'étudier l'effet de la température sur les résistances thermiques d'interface entre inclusion et matrice. Sur le plan expérimental, il suffira de thermaliser l'échantillon à analyser.

5. effectuer ces mesures avec deux familles de polymère (thermoplastique et thermodurcissable).

Les résines thermodurcissables et thermoplastiques ont des conditions de fabrication très

différentes, notamment la température de mise en forme, qui est très élevée pour les thermoplastiques (150 à 200°C) et supérieure à leur température d'utilisation. Ce n'est pas toujours le cas des résines thermodurcissables. Il en résulte des conditions de contact inclusion/matrice très différentes avec en particulier lors du chauffage du composite avec une résine époxy, un décollement du polymère autour des inclusions métalliques.

6. tenter de valider les mesures de R_i .

Il est possible de valider des résultats expérimentaux de deux manières différentes, soit en les comparant avec les résultats de modèles analytiques lorsqu'il en existe, ou bien en ayant recours à plusieurs dispositifs expérimentaux capables d'effectuer le même type de mesure mais avec des méthodes différentes. Afin de valider l'effet de la température sur R_i dans le cas de la résine thermodurcissable utilisée, nous effectuerons une étude thermoélastique analytique pour vérifier les résultats expérimentaux.

Ce manuscrit se divise en trois chapitres. Dans le premier chapitre, nous présenterons une étude bibliographique dédiée à la réalisation de matériaux composites bons conducteurs de chaleur. Nous nous intéresserons aux deux familles principales de ces matériaux, les PMCs et les MMCs, matériaux composites à matrice respectivement polymère et métallique, et aux modèles thermiques permettant de prédire leur conductivité thermique effective. Une seconde partie mettra en exergue l'importance de la résistance thermique d'interface dans les composites et s'intéressera aux dispositifs de microscopie thermique permettant sa mesure, ainsi qu'aux principaux résultats de mesure de R_i issus de la littérature.

Le deuxième chapitre sera consacré à la mise au point d'un dispositif de mesure de R_i , associé à une procédure d'estimation de paramètres, entre des fils métalliques et une matrice en polymère (résine thermodurcissable ou thermoplastique). Le principe de mesure, ainsi que le modèle thermique développé à l'aide de la méthode des quadripôles et les différents éléments du dispositif expérimental y seront détaillés. Un intérêt tout particulier sera porté sur la métrologie associée au dispositif, avec notamment une étude de la sensibilité de la température aux paramètres estimés, l'étude des biais de mesures et un calcul d'erreur sur les paramètres estimés. Les principaux résultats tels que la dépendance de R_i avec la taille des fils et la température initiale seront étudiés et discutés.

Finalement, nous consacrerons un dernier chapitre sur le développement d'un dispositif expérimental de mesure R_i entre inclusion et matrice à micro-échelle dans des matériaux composites à matrice métallique. Des premières mesures seront réalisées entre des inclusions sphériques de carbone dans une matrice en cuivre à l'aide d'une microsonde semi-intrinsèque. La résolution d'un modèle thermique 3D par éléments finis sera notamment proposée dans le but d'étudier le plus fidèlement possible l'effet de la proximité d'autres inclusions sur la mesure de R_i entre une inclusion et la matrice.

Enfin nous conclurons ce document en faisant la synthèse des travaux réalisés et en évoquant les travaux futurs et les perspectives de recherche.
Etat de l'art sur la réalisation de matériaux composites bons conducteurs de chaleur et sur l'analyse de la résistance thermique d'interface inclusion/matrice

Ce chapitre vise à introduire le contexte dans lequel s'est effectué cette thèse, à savoir la conception et la mise au point de matériaux composites bons conducteurs de chaleur. Dans la première partie, nous nous intéresserons aux aspects conception, fabrication et applications de ces matériaux, en définissant notamment les types de composites étudiés, ainsi qu'aux différents facteurs influençant la conductivité thermique effective. Nous discuterons brièvement des modèles thermiques qui ont été développés dans le but de prédire les propriétés thermophysiques des matériaux hétérogènes, et notamment de ceux qui prennent en compte une résistance thermique d'interface.

Dans la seconde partie, nous insisterons sur l'importance de la résistance thermique d'interface, R_i , qui est un des facteurs clés de la mise au point des composites bons conducteurs de chaleur. Finalement, une étude bibliographique portera sur les diverses méthodes utilisées pour obtenir la résistance thermique d'interface entre inclusion et matrice. On présentera notamment les résultats obtenus par mesure de conductivité effective ou par des techniques de type microscopie thermique.

I.1. Réalisation de matériaux composites bons conducteurs de chaleur

La définition d'un matériau composite est somme toute assez large, et peut être énoncée comme étant l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux destiné à améliorer ou rectifier un défaut d'un élément structurel spécifique – Kelly [2]. Une autre définition plus large, proposée par Evans et al. [3], définit un composite comme étant le mélange de deux ou plusieurs phases, qui ont été intimement liées entre elles à une échelle suffisamment petite pour que le résultat soit considéré comme étant un matériau à part entière.

On retrouve de nombreuses études sur les matériaux composites et leurs propriétés thermophysiques, la grande partie de ces travaux s'intéressant plutôt aux aspects mécaniques (résistance à la rupture, adhésion, résistance aux chocs et aux fissures, résistance à la fatigue...) Kelly [2], Wen [4], Neubauer et al. [5], Guo et al. [6]. Certains auteurs se sont quant à eux intéressés à l'aspect thermique – De Araujo et Rosenberg [7], Bhattacharya et Chaklader [8], Srivastava et Singh [9], Luo et al. [10], Hanada et al. [11] – thermomécanique – Barber [12], [13], McGrath et al. [14] – ou encore thermoélectrique – Mamunya et al. [15], Boudenne et al. [16] – ces travaux étant destinés à la conception de matériaux composites que l'on qualifie de « bons conducteurs de chaleur ». Cette famille de composites est assez jeune, sa naissance est à relier avec l'essor de l'industrie de la plasturgie et le développement de secteurs de pointe comme l'aérospatiale ou la microélectronique. On distingue de nos jours quatre grandes familles de composites dans le domaine des composites « bons conducteurs de chaleur » – Zweben [17] :

- > Les composites à matrice polymère : PMCs (Polymer Matrix Composites)
- > Les composites à matrice métallique : MMCs (Metal Matrix Composites)
- Les composites à matrice céramique : CMCs (Ceramic Matrix Composites)
- Les composites carbone/carbone : CCCs (Carbon/Carbon Composites)

Les deux derniers types de composites (CMCs et CCCs) ne seront pas évoqués par la suite. Ils sont plutôt dédiés à des utilisations à température élevée et sortent du cadre de cette thèse, l'analyse thermique des interfaces inclusion/matrice étant déjà en soi une problématique difficile à une température proche de l'ambiant. Ainsi, dans ce qui suit, on présentera les travaux relatifs à la réalisation de composites de type PMCs ou MMCs avec la recherche d'une conductivité effective élevée et de plus éventuellement la recherche d'un faible coefficient de dilatation thermique.

I.1.1. Matériaux composites à matrice polymère (PMCs)

I.1.1.1. Généralités

Les matériaux plastiques sont largement employés dans de nombreuses applications industrielles du fait de leur facilité de mise en forme, de leur faible densité et de leur coût modéré. Une restriction à leur utilisation est leur faible conductivité thermique. L'idée de mélanger plusieurs matériaux¹, afin de réaliser un composite, permet de réunir en un seul matériau les caractéristiques des différents constituants. Ainsi, le mélange d'un polymère et d'un métal peut par exemple, sous certaines conditions, combiner les propriétés avantageuses de la conduction de la chaleur pour le métal et de la résistance au choc pour le polymère.

Les domaines industriels concernés par le développement de ces matériaux sont nombreux, on peut citer entre autres l'automobile (échangeur de chaleur, capot moteur, piles à combustible, les véhicules électriques), l'électronique et l'électrotechnique (composants, électrodes, drains thermiques, circuits imprimés), l'industrie du packaging, et dans des secteurs de pointe comme l'aéronautique et l'aérospatiale (les avions, les antennes, les navettes spatiales) – Zweben [17].

Il existe un nombre relativement important de travaux dédiés aux polymères chargés conducteurs de chaleur dont notamment quelques ouvrages : Bhattacharya [18], Enikolopyan [19], Miles et Rostami [20], Rothon [21], Godovsky et Privalko [22] et ceci principalement dans les années 1985 à 1995. On a pu se rendre compte que la difficulté de réaliser des polymères conducteurs de chaleur dépend de la nature du matériau de base et croît dans l'ordre suivant : encres, adhésifs, mastics, caoutchoucs, thermodurcissables et

¹ Une alternative à l'ajout de particules conductrices dans le plastique consiste à rendre les polymères intrinsèquement conducteurs en créant dans leur molécule des groupes d'atomes qui délocalisent les électrons et les rendent mobiles le long de la chaîne de polymère. Mais pour des raisons notamment de coût et de stabilité dans le temps, ces matériaux sont finalement très peu utilisés.

thermoplastiques. Les cinq premières classes de polymères thermiquement conducteurs sont technologiquement matures, la dernière est encore au stade de développement. Nous nous sommes focalisés sur les deux dernières catégories, les thermoplastiques et les thermodurcissables dont la production en volume est majoritaire au sein des polymères.

I.1.1.2. Les matrices : thermoplastiques ou thermodurcissables

Dans la littérature, on trouve plusieurs réalisations de polymères bons conducteurs de chaleur. Les deux tableaux suivants présentent les conductivités thermiques obtenues avec des composites à matrice respectivement thermoplastique et thermodurcissable.

$\begin{array}{c} Matrice \\ (\lambda_{t,m}\!\!/ W.m^{-1}K^{-1}) \end{array}$	Charge $(\lambda_{t,c}/ W.m^{-1}K^{-1})$	Forme	Taille μm	charge % vol.	$\begin{array}{c} \lambda_{t,eff} \\ W.m^{-1}K^{-1} \end{array}$	Ref.
PE (0,26)	graphite (210)	poudre	12	30	1,8	Agari [24]
PE (0,26)	Cu (390)	poudre	3,3	30	1,25	Agari [24]
PE (0,26)	Al ₂ O ₃ (33)	poudre	9 à 65	33	0,75	Agari [24]
PP (0,26)	Al (220)	fibre	100/1250	15	0,72	Bigg [25]
PP (0,26)	Al (220)	fibre	100/1250	18,3	2,2	Bigg [25]
PE (0,47)	CaC0 ₃ (4,7)	poudre	18,5	47	1,25	Barta [26]
PC (0,19)	C(210)	fibre	8/ 3000	44	0,5	Srivastava [9]
PE (0,50)	Al (220)	poudre	40 à 80	33	3,6	Tavman [27]
PC (0,2)	VGCF (20)	fibre	0,2/50	13	0,3	Macedo [28]
PP (0,2)	VGCF (20)	fibre	0,2/50	15	1,8	Macedo [28]
PP (0,2)	PAN (17)	fibre	7/200	15	1,1	Macedo [28]
PBT (0,24)	Al (160)	fibre	90/2000	45	2,2	Dupuis [1]

Tableau I-1 : Conductivité thermique transversale effective $\lambda_{t,eff}$ de quelques thermoplastiques chargés conducteurs de chaleur – Garnier [23]

PC-polycarbonate, PE-polyéthylène, PP-polypropylène, PAN-polyacrylonitrile,

VGCF-vapor grown carbon fibers, PBT-polybutylène terephtalate

Comme on le verra dans la section suivante, les conductivités effectives transversales dépendent de nombreux facteurs, d'où la relative dispersion des résultats. Néanmoins, on peut constater que le facteur d'augmentation de la conductivité par rapport à la matrice reste inférieur à 10 avec une conductivité effective de seulement quelques W.m⁻¹K⁻¹. Des progrès sont nécessaires pour justifier l'emploi de ce type de composite lorsqu'un bon transfert

thermique est requis. L'amélioration du contact entre inclusion et matrice est notamment une des voies possibles d'amélioration.

$\begin{array}{c} \text{Matrice} \\ (\lambda_{t,m'} \text{ W.m}^{-1}\text{K}^{-1} \\ & \overset{1}{}) \end{array}$	Charge $(\lambda_{t,c} / W.m^{-1}K^{-1})$	Forme	Taille μm	charge % vol.	$\begin{array}{c} \lambda_{t,eff} \\ W.m^{-1}K^{-1} \end{array}$	Ref.
Epoxy (0,244)	Cu (383)	sphère	100	40,8	0,82	De Araujo [7]
Epoxy (0,244)	Cu (383)	sphère	100	57,7	1,37	De Araujo [7]
Epoxy (0,244)	Cu (383)	sphère	46	39,1	0,86	De Araujo [29]
Epoxy (0,244)	Cu (383)	sphère	46	55,2	1,36	De Araujo [29]
Epoxy (0,244)	Ag (420)	sphère	27	55,7	1,33	De Araujo [30]
Epoxy (0,244)	Au (315)	sphère	37	50	1,36	De Araujo [30]
Epoxy (0,244)	Acier inox (16,3)	sphère	92	56,7	1,27	De Araujo [7]
Epoxy (0,152)	Al (220)	sphère	2	37,7	0,66	Nieberlein[31],[32]
Caoutchouc silicone (0,189)	Al (220)	sphère	1200	27	0,41	Hamilton [33]
Epoxy (0,244)	Etain (61,7)	sphère	46	54,2	1,33	De Araujo [7]
Epoxy (0,152)	Al (220)	fibre	-	29,8	0,50	Katz [34]

Tableau I-2 : Conductivité thermique transversale effective $\lambda_{t,eff}$ de quelques thermodurcissables chargés conducteurs de chaleur – Bigg [25]

I.1.1.3. Facteurs affectant la conductivité thermique effective

La conception et la mise au point de composites bons conducteurs de chaleur sont principalement conditionnées par le choix des éléments structurels, matrice et charges. Les charges utilisées dans ces types de composites sont généralement constituées de particules de noir de carbone ou de métal (aluminium, argent, nickel, or...), éventuellement des fibres de carbone ou de métal, par exemple d'aluminium, de cuivre (voir Tableau I-1). Les propriétés du composite ainsi formé ne dépendent pas seulement de la nature de ces particules, mais aussi des interactions particules/matrice et bien évidemment de la nature de la matrice ellemême. Il faut à ce titre distinguer, sur certains aspects, les deux familles de composites bons conducteurs de chaleur que nous avons étudiées, à savoir les MMCs et les PMCs. En effet, les types de matrice de ces deux familles diffèrent de part leurs gammes de propriétés thermophysiques et les procédés de fabrication et de mise en forme utilisés.

On peut ainsi, dans un premier temps et d'une manière globale, classer les facteurs influant sur la conductivité transversale effective $\lambda_{t,eff}$ de ces composites bons conducteurs de chaleur, et ce en trois catégories :

- ➢ la nature de la matrice,
- > la nature, la taille, la forme et la fraction volumique des inclusions et,
- le procédé de fabrication.

Notons que dans le cas des PMCs, le troisième point (fabrication) peut être scindé en deux catégories influant sur les propriétés du composite qui sont :

- les conditions de mise en œuvre (intensité du mélangeage, température...) et,
- la mise en forme (procédé de moulage, forme de la buse d'injection).

Certains facteurs sont limités par des considérations économiques (nature des inclusions et de la matrice), structurelles (encombrement, résistance) ou encore fonctionnelles (conductivité électrique, résistance à la corrosion). A ce titre, lors de la création d'un composite, on cherche à corriger certains défauts de la matrice, en veillant à ne pas dégrader les propriétés originelles de celle-ci. Par exemple, dans le cas des PMCs, on cherchera à conserver les bonnes propriétés mécaniques (résistance aux chocs), la bonne tenue aux attaques chimiques ou encore à assurer une faible densité. Il faut donc essayer autant que possible de travailler avec des fractions volumiques de charges assez faibles afin de ne pas dénaturer la matrice.

Finalement, afin d'obtenir un composite bon conducteur de chaleur avec une $\lambda_{t,eff}$ élevée, il ressort de la bibliographie un certain nombre de pistes, dont :

- les charges métalliques sont préférables, elles permettent d'obtenir les composites avec à la fois les plus fortes valeurs de conductivité thermique et électrique – Sussman [35];
- une conductivité de la charge plus de cent fois supérieure à celle de la matrice n'apporte pas d'améliorations significatives à la conductivité effective du composite – Bigg [36];
- l'inclusion devrait avoir (par ordre de préférence) une forme de type : agrégat, fibre, ruban, plaquette (« flake »), poudre ;
- ➤ la charge devrait être de type polydisperse Miller [37] ;
- > la durée et l'intensité de mélangeage doivent avoir des valeurs intermédiaires, afin

d'obtenir un mélange uniforme sans briser ou déformer les inclusions - Bigg [38].

- de meilleurs résultats sont obtenus avec le mélange de deux polymères non miscibles entre eux, la charge (notamment le noir de carbone) étant dispersée à l'interface ou au sein d'un des deux polymères – Sumita et al. [39];
- l'emploi de tensioactifs ou de traitements de surface permet d'améliorer les propriétés mécaniques et la conductivité électrique des thermoplastiques chargés Bigg et Bradbury [40], DiBenedetto [41], Bourban et al. [42] et est susceptible d'accroître λ_{t.eff};
- la taille des inclusions peut avoir un effet sur λ_{t,eff} notamment via l'influence de la résistance thermique de contact inclusion/matrice Hasselman et Johnson [43], Every et al. [44], Hasselman et Donaldson [45], Cheng et Torquato [46];
- les transferts thermiques dépendent de la nature de l'interface inclusion/matrice à fortiori à taux de charge élevé Hartmann et al. [47], Dupuis et al. [48], Duschlbauer et al. [49], Jiajun et Xiao-Su [50], Filip et al. [51].

I.1.2. Matériaux composites à matrice métallique (MMCs)

I.1.2.1. Définition des matériaux composites à matrice métallique

Le développement des MMCs est en grande partie issu du domaine militaire – Miracle [52]. Une définition de ces matériaux qui soit à la fois simple, claire et admise par la communauté scientifique n'existe pas, pour la bonne raison que l'on peut parler de MMCs pour une grande variété de matériaux tels que les alliages eutectiques à solidification orientée, les alliages renforcés par dispersion d'oxyde, les alliages eutectiques forgés de type Al-Si, les aciers perlitiques, les alliages lamellaires à deux phases (gamma TiAl)... Evans [3] définit un MMC comme une association physique de plusieurs matériaux et considère notamment que le renfort doit être clairement inventorié dans l'historique du procédé de fabrication. Il est alors possible d'inclure parmi les MMCs des composites métal-métal comme par exemple Cu-Mo ou Cu-W, et tous les métaux à renfort (carbone, SiC, diamant...). Par contre des matériaux comme les alliages eutectiques, ou les aciers forgés sont alors exclus puisque les différentes phases sont issues d'un matériau homogène et naissent de la solidification, la précipitation ou

encore les traitements thermiques qui en ont lieu.

I.1.2.2. Conductivités thermiques de composites à matrice métallique

De nombreuses applications actuelles comme les transports (voiture, train), l'énergie, l'aérospatiale, l'industrie du bâtiment, etc., ont été favorisées pas les propriétés fonctionnelles de ces matériaux, en particulier les propriétés mécaniques (dureté, limites élastiques, limite à la rupture, résistance accrue à la fatigue) mais aussi les bonnes propriétés thermiques et les caractéristiques électriques - Miracle [52]. Ainsi, aujourd'hui une grande diversité de MMCs ont vu le jour, voir Tableau I-3.

Zweben [55]				
Matrice	Forme de charge	$\begin{array}{c}\lambda_{l,eff}*\\W.m^{-1}K^{-1}\end{array}$	$\lambda_{t,eff}^{**}$ W.m ⁻¹ K ⁻¹	α K ⁻¹
Aluminium	-	218	218	23
Cuivre	-	400	400	17
Diamant CVD ¹	-	1100-1800	1100-1800	1-2
HOPG ²	-	1300-1700	10-25	-1
Graphite naturel	-	150-500	6-10	-
Tungsten	Cuivre	157-190	157-190	5,7-8,3
Cuivre	Fibre Carbone	300	200	6,5-9,5
Cuivre	Particule SiC	320	320	7-10,9
Cuivre	Fibre Carbone	400-420	200	0,5-16
Aluminium	Graphite flake ³	400-600	80-110	4,5-5
Aluminium	Particule Diamant	550-600	550-600	7-7,5
Aluminium	Particules Diamant et SiC	575	575	5,5
Cuivre	Particule Diamant	600-1200	600-1200	5,8
Cobalt	Particule Diamant	>600	>600	3
Argent	Particule Diamant	400-600	400-600	5,8
Magnésium	Particule Diamant	550	550	8

Tableau I-3 : Propriétés de MMCs à forte conductivité thermique et faible coefficient de dilatation – 7wahan [53]

* $\lambda_{l,eff}$: cond. th. eff. dans la direction des particules - ** $\lambda_{l,eff}$: cond. th. eff. transversale

¹ Chemical Vapor Deposition ² Highly-Oriented Pyrolytic Graphite

³ Un flake est un type d'inclusion qui se présente sous forme de morceaux fins et plats, en lamelles, en général de forme rectangulaire.

Même si les principaux MMCs sont fabriqués à base d'aluminium (70% du marché) ou de cuivre (25% du marché), on peut aussi trouver dans l'industrie d'autres métaux couramment utilisés : Ag, Be, Co, Fe, Mg, Ni, Ti – [54], Rittner [55] et [56]. Les renforts associés les plus utilisés sont nombreux ; même si en volume les plus importants sont les SiC, Al_2O_3 et TiC, on peut fréquemment trouver les renforts suivants : B_4C , BeO, C, graphite, Mo, NbC, TaC, TiB, TiBl₂, W et WC – Rittner [55].

I.1.2.3. Procédés de fabrication

Les procédés d'obtention des composites à matrice métallique sont assez complexes et dépendent de leur type. La majeure partie des MMCs est de type homogène (alliages, aciers eutectiques), c'est-à-dire qu'il est difficile de distinguer les deux phases après fabrication. On retrouve parmi cette classe les alliages qui sont obtenus à chaud par dispersion d'oxydes ou par adjonction d'un pourcentage d'un second matériau (chrome, carbone, titane...); on y inclut aussi les MMCs qui sont obtenus suite à la formation de précipités lors de la solidification, ou lors de changements de phase induits par des traitements thermiques.

On voit depuis quelques années apparaitre de nouveaux MMCs, que l'on peut qualifier d'hétérogènes, dans lesquels les deux phases sont nettement séparées : Cu/C (fibres, sphères, poudres), Cu/Diamant (particules), Cu/SiC (particules), Al/Graphite (flake), Mg/Diamant, Al/SiC (particules) – voir Tableau I-3. En général, on obtient ces derniers en pulvérisant sous vide le métal à chaud sur les inclusions, le tout étant ensuite pressé à chaud pour reformer le massif. Ce type de fabrication nuit aux propriétés thermophysiques de la matrice. Par exemple, la conductivité thermique du cuivre d'un composite cuivre/carbone est après fabrication 10% plus faible que celle du cuivre massif initial. Ceci s'explique par la présence de pores et d'impuretés dans le métal – Duschlbauer [49].

Une méthode de fabrication économique est proposée par Karayannis et Moutsatsou [57] : le métal de base (Fe ou Ni) est récupéré sous forme de poudre à partir de rebuts d'outillages métalliques par un procédé de dissolution (réaction de réduction en présence de HCl) /extraction-cristallisation par réaction chimique. La poudre ainsi obtenue est mélangée avec les inclusions (céramique en poudre), l'ensemble est ensuite pressé à froid et chauffé à 1200°C en présence d'azote. Enfin, on peut citer une méthode performante, GPIM¹, utilisée par Battabyal et al. [58]. Le composite est ici formé par infiltration dans un réacteur à parois froides. Les particules de diamant sont disposées au fond d'un moule de graphite, et le métal (Al) est placé au dessus. Ce dernier passe à l'état liquide grâce à un dispositif de chauffage sous vide, et s'infiltre dans la couche de poudre de diamant sous 8MPa en présence d'argon. Le composite est ensuite démoulé après solidification du métal. Ce procédé permet d'obtenir des résistances d'interface très faibles entre particules et matrice ($R_i \approx 5.10^{-9}$ m².K.W⁻¹).

I.1.2.4. Intérêt de l'utilisation des composites à matrice métallique

Les applications majeures de ces matériaux évolués à fortes ou très fortes conductivités thermiques sont les packagings et les assemblages utilisés en électronique et en microélectronique – Ryals [59]. En effet, de part leur conductivité thermique, les métaux sont d'excellents matériaux pour l'évacuation de la chaleur dissipée dans les composants électroniques. Leur principal désavantage est que leurs coefficients de dilatation thermique $(15.10^{-6} \le \alpha \le 25.10^{-6} \text{ K}^{-1})$ sont 2 à 8 fois supérieurs à celui des céramiques (alumine, béryllium, nitride d'aluminium) ou des semi-conducteurs (silicium, arsenic de gallium) utilisés dans l'électronique $(3.10^{-6} \le \alpha \le 7.10^{-6} \text{ K}^{-1})$ – Zweben [17]. Ceci induit des contraintes thermomécaniques locales au niveau des interfaces en contact au sein des assemblages multicouches.

Lorsque l'on ajoute des particules, notamment de carbone, de carbure de silicium ou de diamant, dans la matrice métallique, on obtient un MMC avec un coefficient de dilatation 3 à 4 fois plus faible que celui du métal pur avec en outre une densité moindre – Zweben [17]. Cependant, l'un des inconvénients de la présence de ces particules est l'obtention d'une conductivité thermique du composite généralement inférieure à celle de la matrice. Cet effet est dû à la présence d'une résistance thermique d'interface inclusion/matrice induite par la présence d'impuretés à l'interface, l'absence de réactivité entre constituants... Cette R_i devient d'autant plus importante que le taux de charge est élevé.

¹ Gas Pressure Infiltration Method

I.1.3. Modélisation de la conductivité effective – Prise en compte de R_i

I.1.3.1. Modèles de prédiction de la conductivité thermique

La prédiction de la conductivité thermique équivalente des matériaux hétérogènes représente un enjeu important dans de nombreux domaines d'applications où la maîtrise des transferts de chaleur dans les matériaux composites est essentielle. En ce qui concerne la réalisation de matériaux chargés bons conducteurs de chaleur, l'existence de modèles prédictifs satisfaisants permettrait d'optimiser ces composites, en effectuant par exemple les meilleurs choix possibles de forme, taille, orientation, distribution spatiale, fraction volumique et conductivité thermique des inclusions.

La littérature contient de nombreux modèles théoriques de propriétés équivalentes (conductivité thermique effective) des milieux hétérogènes à deux phases, mais leur validation expérimentale est presque toujours absente, voir impossible. On publie périodiquement des articles ou ouvrages de synthèse sur les modèles plus utilisés ou récents – Progelhof et al. [60], Bigg [25] et [36], Torquato [61] et [62]. Cependant, les avancées dans ce domaine sont lentes et limitées car la conductivité effective dépend d'une manière complexe de la morphologie et de la microstructure des matériaux. Comme on le verra par la suite, les performances prédictives actuelles des modèles sont plutôt décevantes, et ne permettent pas de prédire de façon satisfaisante les propriétés thermiques des composites conducteurs de chaleur.

Parmi la littérature, on peut distinguer deux classes de modèles de prédiction de la conductivité thermique :

- les modèles ab initio, déterministes ou stochastiques ;
- les modèles physiques.

Les modèles « *ab initio* » ne tiennent pas compte de la distribution réelle des phases du matériau, ceci étant très difficile à mesurer et à exploiter. Au lieu de cela, des modèles simplifiés de distribution sont alors utilisés. On peut alors distinguer deux types de méthode : déterministes ou statistiques.

- Les méthodes déterministes supposent que la distribution des phases est régulière et qu'elle est connue avant le calcul thermique. Qu'il s'agisse de méthodes de prise de moyenne – Quintard et Whitaker [63] – ou d'homogénéisation – Auriault et Royer [64], on considère la microstructure du milieu comme étant spatialement périodique. Les méthodes auto cohérentes remplacent le milieu hétérogène par un « milieu effectif » ayant les mêmes propriétés macroscopiques, tout en moyennant les flux et les champs de température – Bruggeman [65], Staicu et al. [66].
- Les méthodes statistiques introduisent une attribution stochastique des points du milieu à l'une ou l'autre des deux phases – Nicolai et De Baerdemaeker [67]. Les méthodes statistiques peuvent être :
 - probabilistes par l'utilisation des fonctions de probabilité multiples pour l'attribution simultanée de n points entre les différentes phases, ces fonctions étant dépendantes de la distance entre les points ;
 - variationnelles, conduisant à des bornes supérieures ou inférieures pour $\lambda_{t,eff}$;
 - de type percolant, permettant d'établir la loi régissant une propriété près du seuil de percolation – Dani et Ogale [68].

Les modèles physiques macroscopiques ne nécessitent pas une connaissance détaillée de la structure du composite. Dans les relations proposées, les paramètres sont des données macroscopiques relatives à chacune des phases : conductivité, fraction volumique ou autre grandeur plus facile à mesurer que $\lambda_{t.eff}$. On distingue deux variantes de modèles : empiriques ou semi-empiriques. Les modèles empiriques contiennent des paramètres ajustables et impliquent des mesures de $\lambda_{t.eff}$. Les relations empiriques – Lewis et Nielsen [69], Agari et Uno [70], Agari et al. [71] – permettent ainsi d'effectuer des corrélations, mais pas de la prédiction. Les modèles semi-empiriques ne contiennent pas de paramètres ajustables. Les modèles asymétriques – par exemple Maxwell-Eucken (1932) – ont l'avantage de mieux prendre en compte le fait que l'une des phases soit continue et l'autre disperse et sont donc mieux adaptés au cas des polymères chargés. Pour éviter la prise en compte détaillée de la microstructure, de nombreux modèles se contentent d'établir des bornes inférieures et supérieures : les modèles de Wiener (1912-série/parallèle), de Hashin et Shtrikman [72], Hatta et Taya [73]...

La Figure I-1 présente la comparaison entre des données expérimentales et la prédiction

par cinq modèles physiques – Garnier [23]. Comme l'ont déjà signalé Agari et Uno [70], il apparaît que les modèles physiques existants sont inadéquats pour la prédiction de la conductivité effective, et ce, lorsque le taux de charge est élevé (i.e. lorsque $\lambda_{t,eff}/\lambda_{matrice} > 3$). D'autre part, nous savons que les modèles *ab initio* requièrent la connaissance précise de la microstructure, paramètre qui est difficile à connaitre.



Figure I-1 : Comparaison entre modèles de conductivité effective et expérimentation (PBT+ fibre d'aluminium – Dupuis [1]) – Garnier [23]

On peut en conclure que les modèles actuels ne sont pas adaptés pour la prédiction de la conductivité thermique des polymères fortement chargés.

I.1.3.2. Modèles incluant la prise en compte de R_i

Peu de modèles thermiques intègrent la résistance d'interface entre inclusions et matrice. La majeure partie des modèles rencontrés dans la littérature la néglige, ou bien la considère comme constante et indépendante de la nature du composite (phases, morphologie, microstructure...) et des contraintes thermomécaniques qu'il subit. Cependant, on peut tout de même citer quelques travaux récents qui s'intéressent à l'influence de R_i dans les composites bons conducteurs de chaleur :

> Duschlbauer et al. [49] ont étudié des MMCs cuivre/carbone avec un modèle de

cellules élémentaires basé sur les éléments finis et un modèle analytique de type Mori-Tanaka. Ces travaux montrent que, pour des fibres de carbone continues, la R_i a un effet important sur la conductivité effective transversale, alors que la conductivité axiale n'est pas affectée. Dans le cas des fibres courtes, il est montré que des arrangements décalés (en quinconce) améliorent les conductivités effectives transversale et surtout axiale.

- ➢ Jiajun et Xiao-Su [50] ont effectué une comparaison entre différents modèles thermiques (Maxwell, Bruggeman, Every...) utilisés pour prédire la conductivité effective de PMCs AlN/PI¹. Ils proposent leur propre modèle prenant en compte à la fois R_i et la forme des inclusions. Il ressort de cette étude que la conductivité effective décroit avec l'augmentation de R_i . Pour une valeur critique de R_i , la conductivité du composite peut être plus faible que celle de la matrice seule, et décroit lorsque le taux de charge augmente.
- ▶ Filip et al. [51] se sont intéressés aux conditions permettant d'obtenir des PMCs bons conducteurs, i.e. avec une conductivité effective λ_{eff} au moins trois fois supérieure à celle du polymère, à base d'inclusions sphériques fortement conductrices de rayon a. L'étude bibliographique pointe vers les lacunes des modèles thermiques qui sont limités au niveau géométrique, physique, et qui ne fonctionnent que pour de faibles taux de charges et de faibles conductivités effectives. Des simulations par éléments finis (cellules élémentaires de dimensions $2a \times 2a \times 2b$) ont été réalisées sur une large gamme de conductivité adimensionnelle $E = \lambda_{eff} \lambda_{matrice}$ afin d'étudier l'influence sur les variations de E, de l'écartement entre les inclusions B (=b/a-1), de la résistance d'interface adimensionnelle C (= R_i . $\lambda_{matrice}/a$, et du rapport des conductivités D (= $\lambda_{inclusion}/\lambda_{matrice}$), cf. Figure I-2. Lorsque les trois paramètres B, C et D sont égaux, le poids de C (donc de R_i) sur la variation de E est constant (\approx 45%), alors que le poids de l'écartement B est fort aux faibles conductivités ($\approx 40\%$), et faible aux fortes conductivités ($\approx 15\%$). Ces travaux montrent ainsi l'importance de l'effet de la R_i sur la conductivité globale dans les composites fortement chargés.

¹ Poudre de nitride d'aluminium / matrice polyimide de type PMR (KH304)



Figure I-2 : Poids des facteurs B, C et D dans la variation de la conductivité effective E, pour des valeurs égales des facteurs – Filip et al.[51]

Finalement, il apparait que les modèles thermiques permettant de prédire la conductivité effective des composites ne sont pas encore bien adaptés pour la prédiction des propriétés des composites fortement chargés et ayant des charges non-sphériques. Dans la plupart des cas ils ne conviennent qu'à des configurations bien précises (géométries, fractions volumiques, distributions des phases...).

La solution qui parait être aujourd'hui la plus générale est la simulation numérique basée sur les éléments finis. Cette méthode permet notamment d'étudier l'effet de la résistance d'interface entre inclusions et matrice de manière simple et peu couteuse. Cette solution permet de plus de travailler dans n'importe quelle plage de propriétés thermophysiques et/ou de paramètres. Le défaut majeur de cette solution est qu'elle ne permet pas véritablement de faire de la prédiction, ceci venant du fait que les microstructures sont simplifiées voire idéalisées. Elle se contente plutôt de donner des tendances relatives à l'effet de certains paramètres sur les propriétés effectives du composite, et ne permet pas encore de traiter des cas réels.

I.2. La résistance thermique d'interface dans les composites

I.2.1. Rôle de la résistance thermique d'interface inclusions/matrice, R_i

La résistance thermique d'interface constitue une barrière au transfert de chaleur entre la matrice et les inclusions. Dans certains cas, elle peut constituer une couche isolante autour des inclusions de sorte qu'elles ne participent plus aux transferts de chaleur – Torquato et Rintoul [74].

La résistance thermique d'interface R_i dépend de nombreux paramètres parmi lesquels on peut citer la nature des deux phases (conductivité thermique, diffusivité), la morphologie (taille, forme), la microstructure, la nature de l'interface (rugosité, présence de fluide interstitiel), la pression de contact, la macroconstriction, la réactivité entre les deux phases... Certaines tendances ont été observées et étudiées :

- l'influence de R_i augmente avec le taux volumique d'inclusions, elle sera donc importante pour des composites fortement chargés – Jiajun et Xiao-Su [50];
- pour une même fraction volumique, lorsque la taille caractéristique des inclusions (diamètre par exemple) diminue, les effets de *R_i* augmentent car on accroit le rapport surface/volume des inclusions – Hasselman et Donaldson [45];
- dans le même sens, l'utilisation de fibres courtes par rapport à des fibres longues augmente la part de R_i dans les transferts thermiques, ceci en rajoutant des surfaces en contact supplémentaires aux extrémités des fibres – Duschlbauer et al. [49].

D'une manière générale, il est possible d'intervenir sur l'interface entre inclusions et matrice en ayant recours à des traitements de surface parfois complexes (comme l'ensimage) sur les inclusions organiques ou de type céramique – Bourban et al. [42], DeBeneditto [41], Idicula [75] – ou sur les inclusions métalliques et les autres types d'inclusions non réactives (carbone, diamant...) via l'utilisation de surfactants : sodium, bromide – Guo [76] – cuivre, titane – Neubauer [5], Costanza [77] – nickel – Shrestha [78], Chen [79]. Friedrich [80], montre qu'un traitement par plasma sur un polymère (PET, PC, PS, PMMA...) peut

engendrer des réactions chimiques à l'interface avec un métal (potassium, aluminium et chrome). Ces divers traitements améliorent l'adhésion à l'interface, et diminuent de ce fait la barrière thermique – Neubauer [5] – et les réactions chimiques (diffusion, cristallisation) qui peuvent détériorer l'interface – Shao [81], Yu [82]. Cependant, aucun de ces travaux ne fournit de valeur précise de la résistance thermique d'interface R_i qui quantifie la barrière thermique, il est donc impossible d'établir des corrélations exactes entre le traitement ou le surfactant utilisé et la conductivité thermique effective du composite.

L'influence de tous ces facteurs passe inévitablement par une quantification de R_i . Celle-ci ne peut s'effectuer que par une mesure de type locale si l'on veut par exemple étudier précisément l'effet de la taille, de la rugosité, des traitements de surface sur R_i .

I.2.2. Valeurs de résistance thermique d'interface inclusion/matrice déduites de mesures de la conductivité effective

Les mesures de R_i sont très délicates, en particulier du fait de la petite taille des particules (diamètre compris entre quelques dizaines à quelques centaines de microns). Les valeurs de R_i inclusion/matrice sont généralement déduites indirectement de la mesure de la conductivité thermique effective des composites – Jiajun [50]. Cependant, ceci présuppose que la distribution des inclusions corresponde à des situations particulières pour lesquelles il existe des modèles de prédiction de la conductivité thermique effective (inclusions suffisamment espacées, régulièrement distribuées ...). De tels travaux sur les phénomènes thermiques aux interfaces sont plutôt rares :

- Hasselman et Johnson [43] obtiennent une R_i de 10⁻⁶ m².K.W⁻¹ entre des fibres de carbone et une matrice en verre de type aluminoborosilicate.
- Hartmann et al. [47] ont mesuré des résistances thermiques entre grains dans une couche mince de diamant CVD (Chemical Vapor Deposited) comprises entre 10⁻⁹ et 10⁻⁸ m².K.W⁻¹.
- Laurent et al. [83] indiquent un ordre de grandeur de 10⁻⁸ m².K.W⁻¹ pour des interfaces entre grains métalliques.
- Macedo et Ferreira [28] ont utilisé des composites à matrice polymère (PC-

polycarbonate ou PP-polypropylène) et des fibres de carbone (VGCFs-vapor grown carbon fibers ou PAN-polyacrylonitrile) et ont obtenu les valeurs suivantes : $1,3.10^{-4}$ m².K.W⁻¹ pour le composite VGCF-PC, $4,6.10^{-7}$ m².K.W⁻¹ pour le VGCF-PP et $1,9.10^{-6}$ m².K.W⁻¹ pour le PAN-PP.

- Smith et al.[84] ont caractérisé des céramiques denses et ont mesuré entre grains des valeurs de *R_i* de 0,9.10⁻⁸ m².K.W⁻¹ pour l'alumine, 0,7.10⁻⁸ m².K.W⁻¹ pour la magnésie et 1,2.10⁻⁸ m².K.W⁻¹ pour un oxyde d'étain.
- Battabyal et al. [58] ont obtenu une R_i de l'ordre de 5.10⁻⁹ m².K.W⁻¹ dans un composite Al-diamant préparé par infiltration sous pression¹.

I.2.3. Mesure de la résistance thermique d'interface par microscopie thermique

Depuis deux décennies, les méthodes d'analyse thermique à micro et nano-échelles se sont considérablement développées et diversifiées – McDonald [85], Lee [86], Christofferson et al. [87]. Ces techniques permettent d'accéder à des mesures de température ou de propriétés thermiques avec une résolution spatiale micrométrique voir sub-micrométrique dans les systèmes électroniques ou dans les matériaux composites performants utilisés dans l'aéronautique.

Le premier dispositif thermique à champ proche – Williams et Wickramasinghe [88] – est apparu peu de temps après la mise au point du microscope à effet tunnel (STM²). Compte tenu du couplage entre informations topographique et thermique et d'autre part de la limitation aux matériaux métalliques, cette méthode est de moins en moins utilisée et ce, au profit d'autres techniques telle que la microscopie à force atomique (AFM) dans laquelle l'élément clé du microscope est la microsonde thermique – Nakabeppu et al. [89] (bilame métallique), Majumdar et al. [90] et [91], Zhou et al. [92] et [93] (microthermocouple sous forme de fil ou de couche mince), Dinwiddie et al. [94].

¹ GPIM: Gas pressure infiltration method

² Scanning Tunneling Microscope

Ces dispositifs de mesure dont certains ont fait l'objet de commercialisation, sont déjà utilisés pour l'examen des champs de température ou le contrôle non destructif de la qualité des matériaux composites (détections de défauts) – Balageas [95], Deom et al. [96]. Pourtant, les problèmes de résistance thermique au niveau du contact microsonde thermique/échantillon font que les grandeurs mesurées sont généralement peu fiables et ne permettent pas de quantifier de manière satisfaisante les propriétés thermiques ou les phénomènes d'interface. Des progrès récents, en intégrant un contre chauffage dans la microsonde, permettent en principe de s'affranchir de la résistance de contact sonde/matériau mais pour l'instant les résultats obtenus en pratique sont encore trop imprécis – Nakabeppu et al. [97]. Ces dernières années, la modélisation thermique de l'interaction entre sonde et objet à analyser a fait l'objet de nombreux travaux afin de pouvoir exploiter quantitativement les images thermiques – Majumdar [98], Gomès et al. [99] – mais, les phénomènes d'interface restent difficilement prévisibles.

La microscopie acoustique à balayage a été développée principalement pour analyser les défauts dans des matériaux céramiques – Nongaillard et al. [100] – et les travaux plus récents couplés avec des mesures par photoréflexion en font un très bon outil d'analyse thermoélastique – Cretin [101] et [102] – les résultats restant cependant assez qualitatifs (cartographie des contrastes thermiques et thermoacoustiques).

La technique de mesure par photoréflexion (i.e. sans contact) est une autre voie d'analyse thermique à micro-échelle – Rosencwaig et al. [103], Lepoutre et al. [104], Claeys et al. [105], Gagliano et al. [106]. Les problèmes de contact sonde-matériau y sont moindres en raison de la détection qui se fait par voie optique. Cependant, la méthode nécessite un dépôt métallique, en particulier pour assurer une réflexion suffisante du faisceau sonde, qui est assez épais, quelques centaines de nm, ce qui peut affecter le champ de température que l'on mesure. Burzo et al. [107] soulignent le biais introduit par une épaisseur trop importante du dépôt (généralement en or) effectué sur la surface à analyser. La photoréflexion permet tout de même d'obtenir une cartographie thermique avec des mesures bien plus précises que ne le permettent les techniques microscopiques à champ proche, et constitue actuellement une des techniques les plus performantes pour la caractérisation thermique à micro-échelle.

A l'aide de la photoréflexion, des mesures de R_i aux joints de grains ont été obtenues dans une couche mince en aluminium par Meyer-Berg et al. [108] et dans un échantillon de diamant CVD (Chemical Vapor Deposited) par Hartmann et al. [47]. Des travaux comparables ont été menés dans du nitrure d'aluminium (AlN) par Lepoutre [109] et Pelissonnier [110] qui n'ont pu que chiffrer l'ordre de grandeur de la résistance thermique d'interface au niveau des joints de grains compte tenu de sa faible valeur (10^{-7} m².K/W).

A notre connaissance, il n'existe pas de valeurs de R_i inclusion/matrice dans les composites à matrice polymère qui ont été obtenues par une méthode de microscopie thermique, hormis les précédents travaux effectués par Dupuis et al. [111] au LTN¹, sur des composites PBT²/Al. Dans ces travaux, les échantillons de composites sont coupés perpendiculairement à la direction des fibres d'aluminium et la surface libre est ensuite recouverte d'un dépôt de nickel d'épaisseur égale à 14nm. Ce dépôt en contact avec un fil de platine de diamètre en pointe égal à 2µm permet de relever le déphasage du champ de température autour des inclusions, et ceci par rapport au faisceau laser modulé qui vient exciter thermiquement une des inclusions, cf. Figure I-3 et Figure I-4. La valeur de R_i est ensuite déduite de ces mesures en utilisant différents modèles thermiques décrivant les transferts de chaleur entre inclusion et matrice, cf. Tableau I-4.



Figure I-3 : dispositif expérimental [111]

Figure I-4 : Fibre d'aluminium et lieux de mesure des déphasages de température [111]

¹ Laboratoire de Thermocinétique de Nantes

² PolyButylène Terephthalate

Finalement, la valeur de R_i entre fibres d'aluminium et PBT qui a été retenue, avec le modèle le plus élaboré (2D cylindrique) avec un intervalle de confiance de 95% et en pondérant les valeurs en fonction des fréquences, est égale à (3,8±0,6).10⁻⁵ m².K.W⁻¹. Cette valeur qui est assez élevée, est encadrée par deux valeurs issues de travaux antérieurs d'Orain et al. (R_i =10⁻⁷ m²K/W entre une couche mince de cuivre déposée sur de l'aluminium) et de Williamson et al. (R_i =10⁻³ m²K/W pour un contact entre des échantillons d'acier et d'aluminium). Une explication de la valeur obtenue est issue de la visualisation de l'interface matrice/particule sous MEB qui montre la présence de zones de décollement d'épaisseur maximale de l'ordre du micromètre, cf. Figure I-5.

Tableau I-4 : Résistance d'interface matrice/particule estimée - R_i en 10^{-5} m²K/W (moyenne des 12
points de mesure, cf. Figure I-4) – Dupuis et Garnier [111]

f, Hz	Modèle sphérique	Modèle 1D cylindrique	Modèle 2D cylindrique
0,1	49	1,6	3,6
0,2	24	1,9	3,0
0,5	15	2,8	3,3
1	18	4,9	5,2
2	14	5,3	5,4



Figure I-5 : Analyse sous MEB de l'interface aluminium/PBT – [111]

I.3. Synthèse bibliographique

Nous avons introduit dans cette revue bibliographique le contexte de cette thèse concernant l'analyse de la résistance thermique d'interface entre inclusion et matrice dans les matériaux composites bons conducteurs de chaleur. Après avoir présenté les deux familles de composites étudiées, PMCs et MMCs, à la fois d'un point de vue composition, caractéristiques thermophysiques, fabrication et applications, nous avons montré que de nombreux facteurs influent sur leur conductivité effective. Il existe beaucoup de travaux dans littérature qui s'intéressent au calcul de cette conductivité effective des composites. Dans ces modèles, la modélisation de la résistance thermique d'interface entre inclusion et matrice est indépendante de la taille des inclusions et de la température d'utilisation du composite, R_i est ainsi considérée comme constante.

La seconde partie a montré le faible nombre de résultats expérimentaux sur les mesures de R_i entre inclusion et matrice. De plus, nous avons pu constater que la plupart des résultats sont déduits de mesures de conductivité effectives associés à des modèles thermiques qui ne correspondent pas forcément aux microstructures réelles. Enfin, on a pu voir que quelques rares dispositifs actuels de microscopie thermique permettent des premières mesures de R_i entre inclusion et matrice à l'échelle locale, mais qu'elles nécessitent d'être validées.

Etude de la résistance thermique d'interface entre fils métalliques et matrice en polymère

Dans la première partie de ce chapitre, nous aborderons la description d'un dispositif de mesure de résistance thermique d'interface entre un fil de nickel et une matrice en polymère par une méthode de type fil chaud associée à une technique d'estimation de paramètres. Après une présentation du principe de mesure, nous évoquerons le modèle thermique utilisé dans l'algorithme d'estimation de paramètres, puis nous consacrerons une partie à la description du dispositif expérimental ainsi qu'au dimensionnement et à la réalisation des échantillons. Une étude de sensibilité sera utilisée afin d'ajuster au mieux les paramètres expérimentaux.

Enfin, dans les derniers paragraphes, nous étudierons la reproductibilité de nos mesures et nous estimerons l'erreur issue de l'estimation en tenant compte de celles sur les propriétés thermiques et géométriques des échantillons. Ainsi, une attention toute particulière a été portée sur les aspects métrologiques. Il en résultera des mesures de résistance thermique d'interface (R_i) fil/polymère en fonction du diamètre du fil et de la température initiale. Dans le cas d'un polymère de type résine thermodurcissable, les dépendances de la résistance thermique d'interface avec la température seront confrontées avec celles de résistances thermiques de couches d'air dont l'épaisseur correspond au décollement calculé par un modèle thermoélastique.

II.1. Principe de mesure

La méthode de mesure que nous proposons dans ce chapitre est une méthode macroscopique permettant de mesurer R_i , la résistance thermique d'interface, entre un fil métallique tendu (symbolisant une inclusion de type fibre) et une matrice polymère environnante. Il ne s'agit pas ici d'effectuer des mesures locales, mais d'estimer la R_i par le biais d'une méthode de type fil chaud.

Afin de réaliser ces mesures de R_i entre fil et matrice, des échantillons de composites ont été réalisés à partir de fils de nickel de diamètres 26,9 , 55,8 et 122,9 µm tendus dans une matrice en polymère (thermodurcissable ou thermoplastique). L'échantillon ainsi réalisé est placé dans une des branches d'un pont de Wheatstone, et un double échelon de tension permet de chauffer le fil de nickel par effet Joule. Le dispositif permet d'enregistrer la température moyenne *T* du fil et la puissance électrique P_0 passant dans celui-ci via deux mesures de tension : les tensions de déséquilibre *V* et d'alimentation *U* du pont de Wheatstone, cf. Figure II-1.



Figure II-1 : Principe de mesure de la résistance d'interface R_i entre fil de nickel et matrice polymère

L'étalonnage en température, c'est-à-dire la relation qui relie T au rapport V/U, est réalisé en alimentant le circuit avec une tension U faible et en faisant varier la température de l'échantillon entre 20 et 50°C à l'aide d'une enceinte alimentée par un bain thermostaté. Finalement, on obtient la résistance thermique d'interface par une méthode inverse minimisant l'écart (méthode des moindres carrés) entre le champ de température mesuré T et champ de température T_a obtenu à l'aide d'un modèle thermique adéquat dont la résolution est effectuée en utilisant la méthode des quadripôles.

II.2. Modèle thermique

II.2.1. Description du problème thermique

Un certain nombre d'hypothèses ont été effectuées afin de simplifier le problème, toutefois en prenant soin de ne pas biaiser les mesures :

- les modes de transfert radiatifs et convectifs sont négligeables ;
- les propriétés thermiques et les caractéristiques géométriques restent constantes au cours du chauffage (pas de dépendance avec la température), de plus les matériaux sont considérés isotropes ;
- ➢ le contact thermique entre fil et matrice est imparfait et peut être pris en compte dans les modèles thermiques en utilisant la notion de résistance thermique d'interface R_i (saut de température proportionnel au flux traversant − R_i étant le coefficient de proportionnalité − et égalité des flux de part et d'autre de l'interface);
- les transferts de chaleur sont monodimensionnels (1D cylindrique). En pratique, il y a des pertes axiales aux extrémités des fils chauffants. Ces effets sont rendus négligeables en utilisant des fils suffisamment longs compte tenu de leur diamètre, ce point sera détaillé dans la section II.4 qui concerne la conception des échantillons;
- ➤ la profondeur de pénétration thermique δ est faible. Pour un chauffage de durée Δt=10ms et un polymère de diffusivité thermique a_P≈10⁻⁷m².s⁻¹, on obtient δ = √a_p.Δt ≈ 30 à 40µm alors que la couche de polymère autour du fil est de 3 à 8mm. La matrice peut alors être considérée comme un milieu semi-infini.

La modélisation de notre problème thermique est finalement relativement simple, et se résume à écrire l'équation de la chaleur en 1D en coordonnées cylindriques dans les deux

milieux (1-fil de nickel et 2-matrice polymère), cf. Figure II-2.



Figure II-2 : Schématisation en coupe de l'échantillon

A *t*=0s, on suppose l'ensemble comme étant à la température initiale T_i . Pour *t*>0 le fil dissipe dans le polymère une puissance volumique homogène P_0 sur toute sa longueur *L*.

On obtient ainsi le système d'équation suivant :

$$\frac{1}{r}\frac{\partial}{r}\left(r\frac{\partial T_{j}}{\partial r}\right) - \frac{1}{a_{j}}\frac{\partial T_{j}}{\partial t} = \frac{P_{j}}{\lambda_{j}} \quad ; \qquad j = 1,2$$
(II.1)

Pour le fil de nickel, milieu 1, on a :

$$\underline{t=0} \quad : \qquad T_1(r) = T_i \tag{II.2}$$

$$\underline{r=0} : -\lambda_1 \frac{\partial T_1}{\partial r} = 0$$
(II.3)

$$P_1 = P_0 \tag{II.4}$$

Pour la matrice en polymère, milieu 2, on a :

$$\underline{t=0} : T_2(r) = T_i$$
(II.5)

$$\underline{r \to \infty}: \qquad T_2 \to T_i \tag{II.6}$$

$$P_2 = 0$$
 (II.7)

Pour l'interface, on a :

$$\underline{r = r_1} : \qquad -\lambda_1 \frac{\partial T_1}{\partial r} \bigg|_{r_1} = \frac{T_2 - T_1}{R_i}$$
(II.8)

$$\underline{r = r_1} : \qquad -\lambda_1 \frac{\partial T_1}{\partial r}\Big|_{r_1} = -\lambda_2 \frac{\partial T_2}{\partial r}\Big|_{r_1}$$
(II.9)

II.2.2. Résolution par la méthode des quadripôles

La résolution de notre modèle thermique peut être menée par la méthode des quadripôles, [112], dont nous allons ici citer les principaux résultats intéressants. Rappelons que cette méthode permet de résoudre des problèmes décrits par l'équation de la chaleur, dans des géométries simples, et de donner une solution analytique. Ceci convient tout à fait à notre système, et permet notamment d'utiliser une procédure d'estimation (minimisation par somme des moindres carrés de l'écart entre la solution analytique et les données expérimentales) pour déterminer les paramètres que nous cherchons (résistance thermique).

Les échantillons de composites utilisés peuvent se schématiser sous la forme d'un réseau d'impédances et de résistances de la manière suivante :



Figure II-3 : Vue en coupe de l'échantillon et schématisation des transferts thermiques sous la forme d'un réseau d'impédances

Les notations de la Figure II-3 correspondent aux paramètres suivants :

- 1 fil de nickel
- 2 matrice en polymère
- 3 résistance thermique d'interface R_i
- p paramètre de Laplace

 $\theta_m(p)$ – représente la température moyenne complexe du fil de nickel – dépend du paramètre de Laplace

- P₀ représente la puissance électrique dissipée dans le fil
- R l'impédance de la résistance thermique d'interface entre nickel et polymère
- Z11, Z12 impédances qui caractérisent le fil de nickel
- Z_{∞} l'impédance de la matrice polymère (hypothèse de milieu semi-infini)

En utilisant la méthode des quadripôles, [112] p.147, la température moyenne du fil de

nickel, exprimée dans l'espace de Laplace (en coordonnées cylindriques), est :

$$\theta_m(p,R_i) = \frac{P_0}{p} \cdot Z \tag{II.10}$$

où l'impédance globale du système Z s'écrit sous la forme :

$$\frac{1}{Z} = \frac{1}{Z_{12}} + \frac{1}{Z_{11} + R + Z_{\infty}}$$
(II.11)

avec les impédances Z₁₁ et Z₁₂ qui correspondent au fil de nickel et qui ont pour expression :

$$Z_{12} = \frac{1}{\rho_1 . c_1 . \pi . r^2 . L. p}$$
(II.12)

$$Z_{11} = \frac{1}{2.\pi . \lambda_1 . L} \frac{I_0 \left(r \sqrt{\frac{p}{a_1}} \right)}{r \sqrt{\frac{p}{a_1} . I_1 \left(r \sqrt{\frac{p}{a_1}} \right)}} - Z_{12}$$
(II.13)

avec
$$R = \frac{R_i}{2.\pi . r.L}$$
 (II.14)

Etant donné que les dimensions de la matrice polymère sont grandes en comparaison du diamètre du fil de nickel, elle peut être approximée par une couche cylindrique semiinfinie dont l'impédance est donnée par la formule suivante :

$$Z_{\infty} = \frac{1}{2.\pi . \lambda_2 . L} \frac{K_0 \left(r \sqrt{\frac{p}{a_2}} \right)}{r \sqrt{\frac{p}{a_2}} . K_1 \left(r \sqrt{\frac{p}{a_2}} \right)}$$
(II.15)

L'inversion de Laplace de la température moyenne du fil est effectuée à l'aide de la méthode de Gaver-Stehfest, cf. annexe V.1, et aboutit à l'expression suivante :

$$T_{a}(t,R_{i}) = \frac{\ln(2)}{t} \sum_{j=1}^{J} V_{j} \,\theta_{m}(\frac{j \cdot \ln(2)}{t},R_{i}) \quad avec \ J = 10 \ ou \ 20$$
(II.16)

Une fois le modèle thermique calculé, il suffit d'utiliser une méthode de type méthode du simplexe (l'algorithme est codé sous Matlab® et utilise la fonction « fminsearch¹ ») pour rechercher les valeurs des paramètres à estimer R_i (résistance thermique d'interface) et λ_p (conductivité thermique du polymère) qui minimisent l'écart, calculé en utilisant la somme des moindres carrés, cf. eq. (II.17), entre le champ de température expérimental et le champ de température analytique.

$$S(R_i, \lambda_p) = \sum_{j=1}^{N} \left[T_{analytique}(j, R_i, \lambda_p) - T_{exp \, \acute{e}rimentale}(j) \right]^2$$
(II.17)

Le paramètre le plus intéressant est ici la résistance thermique d'interface, R_i , paramètre qui est la clé de notre étude. Cependant, il convient d'estimer également la conductivité de la matrice en polymère afin de tenir compte de l'étude de sensibilité, cf. section II.5, qui prédit une forte sensibilité à λ_p et donc des erreurs importantes si on utilise une valeur de λ_p mesurée par ailleurs et comportant des biais de mesure.



Figure II-4 : Schéma de la procédure d'estimation

¹ La fonction « fminsearch » utilise la méthode de recherche directe « Nelder-Mead simplex algorithm » [125]. Cette méthode est robuste puisqu'elle n'utilise pas de gradients, elle permet ainsi d'estimer distinctement plusieurs paramètres même s'ils sont fortement corrélés. Si *n* est la dimension du vecteur *x* (vecteur comprenant les paramètres) dont dépend la fonction f(x), le simplex correspondant est une figure géométrique de dimension *n* (*n*+1 sommets) et de volume non nul. Chaque sommet est associé à une valeur de la fonction *f* en ce nouveau point est créé dans ou hors du simplex. La valeur de la fonction *f* en ce nouveau point est comparée avec celles des autres sommets et un des sommets est remplacé par ce point, créant ainsi un nouveau simplex. On itère de la sorte jusqu'à ce que la taille du simplex soit inférieure à la tolérance sur la fonction *f* que l'on s'est fixée, on obtient alors la valeur cible de *x* qui minimise *f*.

II.2.3. Estimation des paramètres à partir de températures simulées

Nous avons crée des fichiers de mesures simulées à l'aide du modèle thermique analytique en imposant des valeurs de résistance thermique d'interface et de conductivité thermique du polymère. Ces fichiers ont été utilisés par la suite en entrée du programme d'estimation que nous avons conçu sous Matlab® afin de tester son bon fonctionnement. Il s'agit donc de vérifier que l'on retrouve bien les paramètres initialement fixés, et de tester l'influence du bruit de mesure.

Dans un premier temps, nous avons créé à l'aide du modèle analytique de la section II.2.2 un fichier, sans bruit de mesure, avec la température et la puissance électrique correspondantes à un échauffement de 2°C pendant 10ms (durée de chauffage expérimentale – 1000 pas de temps ont été pris sur cette durée) pour l'échantillon d'époxy avec le fil de 26,9µm à 20°C et en fixant R_i à deux niveaux, $0,5.10^{-5}m^2$.K.W⁻¹ et $5.10^{-5}m^2$.K.W⁻¹ (valeurs reflétant l'ordre de grandeur des résultats expérimentaux obtenus). Ce fichier est utilisé en entrée du programme d'estimation comme s'il s'agissait d'un fichier de mesure. Les paramètres (R_i et λ_p) sont ensuite estimés par le programme afin de retrouver l'évolution de température correspondante. On répète la même procédure en ajoutant un bruit de distribution normale d'amplitude RMS égale à 0,01°C (cette valeur correspond au résidu RMS moyen δ_{RMS} obtenu lors des mesures de R_i présentées dans le Tableau V-6 de l'annexe V.5) sur l'évolution de température obtenue à l'aide du modèle analytique. Le Tableau II-1 résume les valeurs calculées par le programme d'estimation.

	R_i , 10 ⁻⁵ m^2 .K.W ⁻¹	$\lambda_{PP} (W.m^{-1}.K^{-1})$	δ _{RMS} , °C
Valeurs imposées	0,5	0,2	-
Sans le bruit	0,50000	0,2000	-
Avec le bruit	0,50414	0,2001	0,01
Ecart avec la référence, %	0,83	0,05	-
Valeurs imposées	5	0,2	-
Sans le bruit	5,0000	0,2000	-
Avec le bruit	5,0203	0,2009	0,01
Ecart avec la référence, %	0,4	0,45	-

Tableau II-1 : Résultats de l'estimation avec les fichiers de températures simulées

En comparant les valeurs obtenues à l'aide du programme d'estimation avec et sans bruit de mesure, on constate d'une part le bon fonctionnement de l'algorithme grâce à une estimation fidèle des paramètres imposées et d'autre part la faible sensibilité au bruit de mesure, les erreurs engendrées par ce bruit étant inférieures à 1%.

II.3. Dispositif expérimental

II.3.1. Description du dispositif de mesure

Dans la section II.1, on a décrit le principe de mesure de R_i , il s'agit ici de préciser les éléments électriques et thermiques utilisés dans le dispositif de mesure.



Figure II-5 : Pont de Wheatstone et pile (à gauche) – enceinte cylindrique refroidie pour les échantillons d'époxy (au centre) – enceinte parallélépipédique refroidie par plaque froide pour les échantillons de thermoplastiques (à droite)

L'échantillon fil de nickel/polymère est inséré dans une branche d'un pont de Wheatstone qui a été dimensionné d'après la résistance électrique du fil de nickel. Le pont, constitué de résistances très peu inductives (réf. CADDOCK MP930-1%), est disposé sur une plaque froide régulée en température par un bain thermostaté à 20°C. L'échantillon de composite est quant à lui placé dans une enceinte cylindrique (pour les échantillons d'époxy) ou parallélépipédique (pour les échantillons d'EVA-Ethylène Acétate de Vinyle et de PP-polypropylène) régulée par un deuxième bain thermostaté à température ajustable entre 20 et 80°C, cf. Figure II-5.



Figure II-6 : Schéma du circuit d'alimentation complet – détail du transistor



Figure II-7 : Comparaison de l'évolution de la tension U pour le transistor et pour un interrupteur simple – agrandissements de la montée en tension

En ce qui concerne le dispositif électrique, une pile alimente le pont entre les nœuds 1 et 3, voir Figure II-6. Une résistance variable R est placée entre la pile et le pont afin de régler l'intensité parcourant le circuit et donc la puissance électrique dissipée dans le fil de nickel. La fermeture du circuit est pilotée par un transistor Mosfet VISHAY IRFP460LCPBF. Ce composant est très réactif, c'est-à-dire que ses temps d'ouverture et de fermeture sont très faibles, soit 95ns pour le temps total de montée et 83ns pour le temps total de chute, [113], il est ainsi utilisé comme interrupteur dans notre circuit.

La Figure II-7 illustre justement le comportement du circuit (mesure de la tension *U*, tension d'alimentation du pont) pour le transistor et pour un interrupteur classique. On remarque ainsi que la montée est plus longue lorsque l'on utilise un interrupteur simple et que de plus celui-ci provoque des perturbations électriques. Ceci justifie l'emploi du transistor qui présente de plus l'avantage d'être pilotable via un générateur d'impulsion (ceci permet de commander la fermeture et l'ouverture automatiquement avec une durée de fermeture paramétrable). Notons que la montée en tension avec le transistor ne correspond pas au temps annoncé par le constructeur, la majeure partie de ce temps de montée étant dû à un retard imputable à la pile. Ceci pourrait éventuellement être évité en utilisant un circuit auxiliaire dans lequel la pile débiterait du courant, on utiliserait alors un système de commutation adapté pour basculer sur le circuit principal, mais nous n'avons pas essayé de développer ce système.



Figure II-8 : Vue d'ensemble du dispositif de mesure de R_i entre fil métallique et matrice en polymère

Le transistor utilisé est, comme nous l'avons évoqué, piloté par à un générateur d'impulsion Tektronix PG201 qui génère un échelon de tension entre les bornes A et C du composant (cf. Figure II-6) correspondant à la tension de seuil du transistor – comprise entre 2 et 4V. Les tensions U entre les nœuds 1 et 3 et V entre 2 et 4 sont mesurées à l'aide de deux sondes différentielles Tektronix ADA400A reliées à un oscilloscope Tektronix TDS5052, cf. Figure II-8.



Figure II-9 : Température moyenne du fil de nickel et puissance électrique dissipée – résine époxy avec fil de nickel de diamètre 26,9µm

Lors d'une expérience, on enregistre donc finalement un fichier de mesure contenant la température moyenne du fil de nickel en fonction du temps (elle est ensuite déduite de l'étalonnage à partir des tensions U et V mesurées) et la puissance électrique parcourant le fil (calculée à partir de U et R_4 , respectivement la tension d'alimentation du pont et la résistance électrique du fil), cf. Figure II-9.

II.3.2. Etalonnage des ponts de mesure

L'étalonnage en température du dispositif de mesure, c'est-à-dire la relation qui relie T au rapport V/U (ce rapport est proportionnel à la variation de la résistance électrique du fil R_4 , cf. annexe V.3, c'est à dire proportionnel à son échauffement), est réalisé en alimentant le circuit avec une tension U très faible et en faisant varier la température de l'échantillon à l'aide de l'enceinte alimentée par un bain thermostaté. La température est relevée à la surface de

l'échantillon grâce à un thermocouple de type K relié à une boite froide et enregistrée par un Keithley 2000 équipée de cartes basse tension.

En fixant la résistance *R* (voir Figure II-6) à une valeur élevée (quelques centaines d'ohms), le courant *i* qui va parcourir le circuit sera très faible : par exemple pour le fil 55,8µm dans l'EVA (Ethylène Acétate de Vinyle) on obtient *i*≈10mA. En considérant alors l'équation (V.18) avec la tension correspondante à cet échantillon lors de l'étalonnage, U=20mV, on obtient une puissance électrique dissipée dans le fil égale à 6.10⁻⁵W. En utilisant cette puissance dans le modèle thermique analytique (§ II.2.2), on obtient un échauffement du fil de nickel tendu dans la résine EVA égal à 7.10⁻⁴ °C, on peut ainsi considérer que le chauffage lors de l'étalonnage est négligeable.

Un exemple de loi d'étalonnage est présenté pour les différentes résines polymères étudiées, cf. Figure II-10, Figure II-11 et Figure II-12, la totalité des courbes est portée en annexe V.3. Les fonctions donnant *T* en fonction du rapport *V/U* sont obtenues par régression linéaire. Les lois d'étalonnage permettront de calculer précisément la résistance électrique du fil de nickel R_4 et son coefficient en température associé α_{Ni} , valeurs qui sont difficiles à obtenir avec précision par mesure directe.



Figure II-10 : Etalonnage de l'échantillon d'époxy avec le fil de nickel 26,9µm



Figure II-11 : Etalonnage de l'échantillon d'EVA avec le fil de nickel 55,8µm



Figure II-12 : Etalonnage de l'échantillon de PP avec le fil de nickel 26,9µm

On a tracé, sur les courbes d'étalonnage, les températures issues des régressions obtenues, on vérifie de la sorte le bon accord entre les points expérimentaux et les régressions. On vérifie de plus que les coefficients de corrélation sont proches de 1 et que les résidus sont assez faibles (inférieurs à 1°C) et qu'ils ne présentent pas de signature caractéristique (ce qui pourrait notamment remettre en cause le choix du modèle linéaire de régression). L'ensemble des résultats d'étalonnage est résumé dans le Tableau II-2, les coefficients *A* et *B* étant respectivement l'ordonnée à l'origine et la pente des droites de régression, et δ_{MAX} étant le résidu maximum obtenu entre les températures mesurées et calculées avec les régressions.
	des residus maximum pour tous les échantitions de composites						
Matrice	$\phi_{Ni}, \mu m$	A, °C	B, ℃	CC	δ_{MAX}		
	26,9	17,43	1052,05	0,99962	0,4		
Epoxy	55,8	12,45	949,32	0,99994	0,2		
	122,9	10,94	1020,32	0,9999	0,3		
EVA	55,8	10,21	989,2	0,99982	0,6		
	26,9	17,71	987,76	0,99953	0,8		
PP	55,8	18,87	1016,54	0,99934	0,8		
	122,9	8,16	1145,68	0,99917	1		

Tableau II-2 : Résumé des lois d'étalonnage de forme T=A+B*V/U, des coefficients de corrélations etdes résidus maximum pour tous les échantillons de composites

II.4. Conception et réalisation des échantillons

II.4.1. Composites à matrice thermodurcissable (Epoxy)

II.4.1.1. Dimensionnement des échantillons

Les échantillons conçus se présentent sous la forme de cylindres de résine époxy au centre desquels un fil de nickel est tendu, symbolisant ainsi une inclusion de type fibre, cf. Figure II-13.



Figure II-13 : Schéma et dimensions des échantillons de composite époxy/nickel

Le dimensionnement des échantillons s'est effectué via l'étude des transferts thermiques au sein des matériaux et ceci en régime permanent.



Figure II-14 : Représentation des transferts thermiques au sein d'un échantillon de composite

L'excitation thermique du système est réalisée par effet Joule au sein du fil de nickel. En pratique, les transferts thermiques sont bidimensionnels, dans le fil métallique chauffant il y a ainsi un flux radial et un flux axial, cf. Figure II-14. Afin de réduire les pertes axiales, on a calculé la longueur L des fils nécessaire pour que le rapport flux axial sur flux radial reste inférieur à 10⁻³, cf. eq. (II.18).

$$\frac{\Phi_{axial}}{\Phi_{radial}} < 10^{-3} \tag{II.18}$$

Le flux axial peut être déterminé en utilisant les équations relatives aux ailettes de longueur infinie et en considérant un coefficient d'échange h entre le nickel et le milieu ambiant à température T_{ext} :

$$\Phi_{axial} = \varphi_{axial} \cdot S_{axial} = \frac{\Delta T}{R} S_{axial}$$
(II.19)

Avec:
$$\Delta T = T_{Ni} - T_{ext}$$
, $S_{axiale} = \frac{\pi \phi_{Ni}^2}{4}$, $R = \frac{1}{\lambda_{Ni}m}$, $m = \sqrt{\frac{h\pi \phi_{Ni}}{\lambda_{Ni}S_{axial}}}$

En développant ces équations, on peut donc écrire le flux axial sous la forme :

$$\Phi_{axial} = \frac{\pi \phi_{Ni}}{2} \sqrt{\lambda_{Ni} h \phi_{Ni}} \Delta T$$
(II.20)

On peut de plus écrire le flux radial en coordonnées cylindriques sous la forme :

$$\Phi_{radial} = \frac{2\pi\lambda_{ep}L}{\ln\left(\frac{\phi_{ep}}{\phi_{Ni}}\right)}\Delta T$$
(II.21)

En utilisant les équations (II.20) et (II.21) dans la condition (II.18), on aboutit finalement à :

$$\frac{\Phi_{axial}}{\Phi_{radial}} = \frac{\frac{\pi\phi_{Ni}}{2}\sqrt{\lambda_{Ni}h\phi_{Ni}}\Delta T}{\frac{2\pi\lambda_{ep}L}{\ln\left(\frac{\phi_{ep}}{\phi_{Ni}}\right)}\Delta T} = \frac{\phi_{Ni}\ln\left(\frac{\phi_{ep}}{\phi_{Ni}}\right)\sqrt{\lambda_{Ni}h\phi_{Ni}}}{4\lambda_{ep}L} < 10^{-3}$$
(II.22)

Il est alors possible en fixant un paramètre géométrique, par exemple ϕ_{ep} le diamètre externe de la résine, de déterminer la longueur *L* des échantillons :

$$L = \frac{\phi_{Ni} \ln\left(\frac{\phi_{ep}}{\phi_{Ni}}\right) \sqrt{\lambda_{Ni} h \phi_{Ni}}}{4\lambda_{ep} \frac{\Phi_{radial}}{\Phi_{axial}}}$$
(II.23)

En utilisant les propriétés thermophysiques fournies en annexe V.2, et les diamètres des fils de nickel utilisés, on obtient les dimensions présentées dans le Tableau II-3 (pour un diamètre extérieur de résine ϕ_{ep} =16mm, un coefficient d'échange h=5W.m⁻².K⁻¹ et un rapport $\Phi_{axial}/\Phi_{radial} < 10^{-3}$).

i detedui ii 5 : Editetti de ta tonguedi des jus	<i>yep</i> 10mm	<i>n on in in</i>	• axial 1 • raa	lial
ϕ_{Ni} , µm		26,9	55,8	122,9
L calculée, mm		21	46	156
L réelle, mm		25	50	161

Tableau II-3 : Calcul de la longueur des fils - $\phi_{ep}=16mm - h=5W.m^{-2}.K^{-1} - \Phi_{axial}/\Phi_{radial} < 10^{-3}$

II.4.1.2. Réalisation des échantillons

La préparation de ces échantillons est délicate, notamment à cause des problèmes d'injection et de retrait imputables aux polymères. A noter que dans le cas de l'époxy, qui est un polymère thermodurcissable, aucun apport de chaleur n'est nécessaire, il suffit de

mélanger les deux composants et d'attendre la polymérisation ; l'injection se fait donc à température ambiante. Trois phases de tests ont été nécessaires pour obtenir un procédé de fabrication fiable et des échantillons de bonne qualité. Nous avons, dans un premier temps, fabriqué des échantillons avec des fils supplémentaires de cuivre soudés perpendiculairement au fil de nickel, ces fils étant destinés à réaliser une mesure de type « trois fils ». Ce type de mesure permet théoriquement d'éliminer les effets de bord. Deux problèmes sont alors apparus : des problèmes d'ordre électrique (bruits de mesure importants, mauvais contact cuivre/nickel), et des problèmes de tenue en température. Les fils additionnels étant maintenus en contact avec le nickel à l'aide de laque d'argent, les dilatations entrainent un décollement de ces fils lors du chauffage. Cette solution a finalement été abandonnée au profit d'une méthode de mesure deux fils, plus facile à mettre en œuvre.



Figure II-15 : Moule pour échantillons de composite en position fermée (en haut) et ouverte (en bas) – détail du bouchon supérieur (en bas à droite)

Pour la réalisation des échantillons, nous avons fabriqué des moules en téflon afin de

faciliter le démoulage des échantillons. Ces moules sont constitués de deux parties parallélépipédiques usinées sur leur face interne et sur toute leur longueur de sorte à obtenir une cavité cylindrique une fois les deux parties accolées. Ils sont munis de bouchons aux extrémités qui permettent de fermer le moule et de centrer les fils. Le bouchon inférieur est plein, et le bouchon supérieur est percé pour l'évacuation de l'air et du surplus de résine. Un fil de cuivre de diamètre égal à 1,3mm est placé au centre de chaque bouchon et dépasse à l'intérieur du moule. Le fil de nickel est ensuite soudé à l'étain et tendu entre les deux fils de cuivre de chaque bouchon. La résine injectée remplit la totalité du moule de manière à recouvrir tout le fil de nickel ainsi que les bornes de cuivre soudés au fil, cf. Figure II-15.



Figure II-16 : Pesée des constituants (à gauche) – élimination des bulles d'air de la résine sous cloche à vide (au centre) – injection à la seringue (à droite)

Afin de pallier aux problèmes de fabrication (bulles, retrait, mauvais remplissage), il est possible d'intervenir dès la phase de préparation de la résine. Le mélange des deux composants (résine+catalyseur) ainsi effectué est placé sous cloche à vide pour retirer les bulles d'air, cf. Figure II-16. Le moule étant placé en position verticale, il suffit alors d'injecter la résine par le bas du moule et à faible débit à l'aide d'une seringue. Lorsque la résine commence à déborder du bouchon supérieur, on peut arrêter l'injection. Le système garantit ainsi un bon remplissage malgré le retrait chimique de la résine.



Figure II-17 : Echantillons réalisés (fil de nickel + résine époxy) – de haut en bas fils de diamètre 26,9, 55,8 et 122,9µm

La construction de trois moules a permis la fabrication en simultanée des trois échantillons, cf. Figure II-17. Tous les échantillons ont été réalisés à partir du même type de matrice (résine époxy HUNTSMAN bi-composant Araldite LY5052+Aradur 5052 mélangée en proportion 100g+38g) et de fils (fils de nickel étirés de chez GOODFELLOW de pureté 99%), et dans les mêmes conditions de fabrication, à savoir avec un même type de moule (moule cylindrique en téflon) et une même procédure d'injection et de polymérisation à température et pression identiques (moule en position verticale, injection à température ambiante par le bas et à débit faible).

II.4.1.3. Calcul des biais sur la mesure de la résistance thermique d'interface introduits par les pertes axiales

Dans ce paragraphe, nous nous intéressons à l'effet des pertes axiales par les extrémités des échantillons sur la température moyenne du fil de nickel. On cherche tout particulièrement à quantifier l'erreur sur l'estimation de R_i générée par cette perturbation de la température. Cette étude a été effectuée à l'aide de simulations par éléments finis. On montre aisément l'effet des pertes axiales en traçant la température du fil de nickel suivant son axe, cf. Figure II-18. Sans effet de bord, on obtient la température 1D, alors qu'avec des pertes aux extrémités, on peut voir la chute de température à l'aide du champ de température 2D.



Figure II-18 : Mise en évidence de l'effet des pertes axiales sur le champ de température dans le fil de nickel

Lors de la modélisation, on distingue deux cas, cf. Figure II-19 : un cas dans lequel les transferts sont purement monodimensionnels (pas de pertes axiales), et un second cas dans lequel les transferts sont bidimensionnels, une partie de la puissance volumique Q_V dissipée par le fil est perdue dans la résine aux bords et dans les fils de connexion de cuivre à température constante T_{ext} qui sont soudés aux extrémités.



Figure II-19 : Schéma des géométries modélisées par éléments finis – à gauche cas 1D sans pertes axiales, à droite cas 2D avec température imposée

A l'aide d'un code éléments finis (Comsol Multiphysics®), nous avons simulé l'effet de la condition imposée aux extrémités en construisant un modèle 2D axisymétrique similaire à la

Figure II-19. La géométrie se décompose en deux parties en contact imparfait (résistance d'interface R_i) qui représentent le fil de rayon r_{Ni} et la matrice de rayon r_{ep} (les deux domaines sont maillés séparément de manière à tenir compte des différences de taille, cf. Figure II-20). Les calculs ont été effectués avec un nombre d'éléments (triangles) égal à 70000.



Figure II-20 : Agrandissement du maillage au bord de l'échantillon, à la frontière fil/matrice – affichage de la qualité du maillage

A partir du modèle 2D, on se ramène à un modèle 1D en imposant tout simplement une condition de type flux nul aux extrémités des échantillons (condition adiabatique), le modèle 2D nécessitant quant à lui une condition de type température imposée (condition la plus pénalisante). On utilise les paramètres suivants qui sont propres à nos expérimentations pour paramétrer le modèle, à savoir : une durée de chauffage Δt =10ms (1000 pas de temps), une température initiale T_i =20°C et extérieure T_{ext} =20°C, et une puissance volumique dissipée dans le fil correspondante à une amplitude de chauffage du fil ΔT =2°C (cette puissance est obtenue via un programme de simulation utilisant le modèle thermique développé au paragraphe II.2.2). Les calculs ont été répétés pour des valeurs de résistance d'interface « à priori » englobant les valeurs estimées : R_i =0,5.10⁻⁵ et 5.10⁻⁵ m².K.W⁻¹.

Les modélisations par éléments finis fournissent le champ de température dans l'échantillon. La température moyenne du fil est intégrée sur tout le volume du fil. En effet, même si en 1D la température est isotherme dans le sens axial, en 2D il faut intégrer la

température sur toute la longueur afin de tenir compte des effets de bords. On peut finalement représenter l'écart de température entre le champ 1D et le champ 2D, cf. Figure II-21. Le champ de température calculé avec le modèle analytique (modèle cylindrique 1D) est aussi représenté, on remarque ainsi le bon accord entre celui-ci et le cas 1D obtenu par le code éléments finis. On constate de plus que le champ de température moyen 2D est plus faible que dans le cas 1D, ceci étant dû aux pertes par les bords.



Figure II-21 : Comparaison entre le champ de température analytique (modèle thermique 1D) et les champs de température obtenus avec la modélisation par éléments finis – fil de $26,9\mu m - R_i = 0,5.10^{-5}$ $m^2.K.W^{-1}$

On récupère maintenant les fichiers de température obtenus par éléments finis en les utilisant dans l'algorithme d'estimation afin de déterminer pour le cas 1D et pour le cas 2D les résistances d'interface correspondantes. L'écart entre ces deux R_i est ainsi obtenu en prenant pour référence la valeur de R_i du cas 1D, cf. Tableau II-4.

	$\phi_{\scriptscriptstyle Ni}$, $\mu m ightarrow$	26,9	55,8	122,9
T _{1D} -T _{2D} , °C	$R_i = 0.5.10^{-5} \text{ m}^2.\text{K}.\text{W}^{-1}$	0,034	0,022	0,008
	$R_i = 5.10^{-5} \text{ m}^2.\text{K}.\text{W}^{-1}$	0,042	0,025	0,008
$\Delta R_i, \%$	$R_i = 0.5.10^{-5} \text{ m}^2.\text{K}.\text{W}^{-1}$	3,6	6,5	4,8
	$R_i = 5.10^{-5} \text{ m}^2.\text{K}.\text{W}^{-1}$	4,2	5,3	3,8
$\Delta\lambda_{ep},\%$	$R_i = 0.5.10^{-5} \text{ m}^2.\text{K}.\text{W}^{-1}$	2,7	2,7	2,1
	$R_i = 5.10^{-5} \text{ m}^2.\text{K}.\text{W}^{-1}$	2,2	1,7	1,5

Tableau II-4 : Ecarts de température à l'instant final et erreurs sur l'estimation des paramètres générées par les effets de bords pour l'époxy – $T_i=20^{\circ}C$, $\Delta t=10ms$, $\Delta T=2^{\circ}C$

On remarque finalement que l'erreur sur l'estimation de la conductivité de la résine est faible, et ne dépasse pas 3% (ce qui correspond à la précision d'une mesure de type plaque chaude gardée). Par contre, l'estimation de la résistance d'interface peut être significativement perturbée par les pertes axiales, jusqu'à 6,5% d'erreur sur la valeur estimée.

II.4.2. Composites à matrice thermoplastique (EVA-PP)

II.4.2.1. Conception des échantillons

Ce type de composite, fil de nickel et matrice thermoplastique, ne peut pas être fabriqué de la même manière que précédemment, puisque la matrice nécessite une cuisson afin de la faire passer à l'état visqueux. Les deux matériaux utilisés sont d'une part de l'Ethylène-Acétate de Vinyle (EVA 2840) contenant 28 % d'acétate de vinyle et fourni par ELF ATOCHEM, et d'autre part du polypropylène (PP-HV252) fourni par SOLVAY. Les températures de transformation et donc de mise en forme sont différentes pour ces des deux matériaux, respectivement 140 et 170°C. Nous avons cherché à concevoir un protocole de fabrication simple, permettant de réaliser en une étape unique la fabrication des échantillons d'EVA et de PP comportant chacun trois fils de nickel de diamètres différents (26,9, 55,8 et 122,9µm).

II.4.2.1.a. Matrice de type EVA

Ce composite a été réalisé en collaboration avec le laboratoire CERTES (Paris XII) qui a fournit le matériau utilisé (EVA) et qui a réalisé la mise en forme de la résine. Pour ce faire, nous avons préparé deux moules identiques en trois parties : deux plaques en aluminium et un cadre en polymère renforcé en fibres de verre résistant à 200°C (Deltherm) utilisé pour y placer les fils de nickel et l'EVA. Deux parois latérales du cadre sont percées afin de loger et tendre les trois fils de nickel soudés entre des fils de cuivre, cf. Figure II-22 (a).



Figure II-22 : (a) Schéma du moule avant la mise en place de la résine – (b) Echantillon de composite fils de nickel/EVA (de bas en haut : fil de diamètre 26,9µm, 55,8µm et 122,9µm)

Les thermoplastiques se présentent en règle générale sous forme de granules de tailles variables (ici environ 3mm de diamètre). Une fois la mise en place des fils tendus de nickel effectuée, il suffit donc de placer les granules dans le moule et de porter l'ensemble au-delà du point de fusion du polymère. La dernière étape consiste à venir écraser l'excédent de polymère avec le couvercle en aluminium afin d'homogénéiser le remplissage du moule et de chasser les bulles d'air et l'excédent de polymère fondu. La préparation des fils tendus se fait en deux étapes : on place tout d'abord des fils de cuivre de gros diamètre (1,3mm) dans la partie en Deltherm qui est percée au même diamètre dans son plan médian horizontal. Ces fils sont maintenus par collage à l'extérieur du moule, cf. Figure II-22 (b). On vient ensuite souder à l'étain, entre deux fils de cuivre en vis-à-vis, un fil de nickel que l'on tend.

Sur cet échantillon d'EVA, nous n'avons finalement pas pu utiliser tous les fils (uniquement le fil de 55,8µm), et ce pour plusieurs raisons :

- la phase finale de compression du polymère est source de contraintes mécaniques et peut provoquer le sectionnement des fils de nickel (ici le fil de nickel de plus petit diamètre 26,9µm);
- la température de fusion du métal d'apport utilisé pour les soudures (mélange d'étain et de plomb) étant de l'ordre de 160°C, les fils peuvent se détacher et/ou ne plus être en contact avec les fils de cuivre lors de la cuisson, ceci étant la cause de bruits de mesures importants (cas du fil de diamètre 122,9μm).

II.4.2.1.b. Matrice de type PP

La matière première utilisée pour la fabrication de ces échantillons est issue de pièces carrées de polypropylène (PP-HV 252) de dimensions 63x63x3mm réalisées sur une presse à injecter à une température de 220°C et une pression de 300bars, cf. Figure II-23 à gauche. Nous avons pu grâce à ces pièces, réaliser les échantillons directement au laboratoire, en apportant quelques améliorations à notre procédé de fabrication.



Figure II-23 : Différentes étapes de fabrication de l'échantillon de PP équipé de trois fils de nickel de diamètre 26,9 , 55,8 et 122,9µm

Nous avons fabriqué un nouveau moule en aluminium, en deux parties identiques, avec une cavité interne, moule fermé, de dimensions 45x45x4mm. Les pièces de PP (une pour chaque partie du moule) sont redécoupées, cf. Figure II-23 à gauche, de sorte qu'elles s'emboitent parfaitement dans chaque moitié du moule. L'épaisseur de deux plaques de PP accolées étant 6mm, nous disposons de 2mm de surplus destiné au bon recouvrement des fils et au bon remplissage du moule, l'excédent étant évacué par le plan de joint.

On utilise des fils de nickel de diamètre 26,9, 55,8 et 122,9µm issus des mêmes bobines que pour les précédents échantillons en époxy. La différence est qu'ils ont été ici brasés à l'argent, et que les fils de cuivres de raccord ont un diamètre plus faible égal à 0,5mm. On assure ainsi une meilleure tenue en température, un meilleur contact électrique (grâce à la brasure) et on diminue de plus les contraintes mécaniques au niveau du raccord cuivre/fil de nickel grâce à des différences de diamètre plus faibles. Les fils sont ensuite disposés tendus dans le plan de joint du moule, cf. Figure II-23 au centre, et maintenus par de la bande adhésive en aluminium sur un mastic haute température d'épaisseur 2mm (celui-ci assure l'étanchéité du moule, il limite les pertes trop importantes de matière, permet l'évacuation de

l'air et du surplus de matière par des découpes aux angles, et autorise de par sa souplesse la compression du polymère). On referme alors le moule et on exerce une pression sur la partie supérieure à l'aide d'un système de ressorts, cf. annexe V.12. Le moule subit ensuite un cycle de cuisson à 180°C (voir Figure II-24) et le refroidissement est réalisé à l'air ambiant.



Figure II-24 : Température à cœur du polypropylène et résistances électriques des fils de nickel de 26,9 et 55,8µm lors de la fabrication d'un échantillon de polypropylène (PP) avec fils tendus de nickel

Un enregistrement de la température par un thermocouple à l'intérieur du moule, c'est-àdire au cœur du PP, ainsi que de la valeur des résistances électriques des fils de nickel (26,9 et 55,8µm) sont effectués pendant tout le cycle de cuisson, cf. Figure II-24. Ceci permet de contrôler la bonne tenue des fils et d'avoir des informations sur la vitesse de refroidissement du polymère. Finalement, après cinq essais, nous avons obtenus deux échantillons de bonne qualité, avec de bons contacts électriques et aucune bulle d'air près des fils.

II.4.2.2. Calcul des biais sur la mesure de la résistance thermique d'interface introduits par les pertes axiales

Une étude des pertes axiales a été réalisée de la même manière que précédemment pour les échantillons d'époxy (§ II.4.1.3), les longueurs des fils étant cette fois-ci différentes (de l'ordre de 30mm). Les calculs ont été effectués avec un nombre d'éléments finis (triangles) égal à 70000. On utilise les mêmes paramètres expérimentaux, à savoir : une durée de chauffage Δt =10ms, une température initiale T_i =20°C et extérieure T_{ext} =20°C, et une

puissance volumique dissipée dans le fil correspondante à une amplitude de chauffage du fil $\Delta T=2^{\circ}$ C (cette puissance est obtenue via un programme de simulation utilisant le modèle thermique développé au paragraphe II.2.2). Les calculs ont été répétés pour des valeurs de résistance d'interface « à priori » englobant les valeurs estimées : $R_i=0,5.10^{-5}$ et 5.10^{-5} m².K.W⁻¹. On obtient alors l'écart entre les R_i estimées à partir du cas 1D et du cas 2D pour les échantillons d'EVA et de PP (voir Tableau II-5).

80.000	s put tes effets de cot dis pour	1 2,11 00 00 1	1 1 ₁ 2 0 0,		ē
	$Matrice \rightarrow$	EVA	РР	РР	РР
	$\phi_{Ni}, \mu m \rightarrow$	55,8	26,9	55,8	122,9
T _{1D} -T _{2D} , °C	$R_i = 0.5.10^{-5} \text{ m}^2.\text{K.W}^{-1}$	0,029	0,029	0,038	0,043
	$R_i = 5.10^{-5} \text{ m}^2.\text{K.W}^{-1}$	0,032	0,034	0,041	0,044
$\Delta R_i, \%$	$R_i = 0.5.10^{-5} \text{ m}^2.\text{K}.\text{W}^{-1}$	4,6	12,3	12,8	36,4
	$R_i = 5.10^{-5} \text{ m}^2.\text{K.W}^{-1}$	6,2	3,8	10,1	20,4
$\Delta\lambda_{P},\%$	$R_i = 0.5.10^{-5} \text{ m}^2.\text{K.W}^{-1}$	3,5	2,5	4,9	11,9
	$R_i = 5.10^{-5} \text{ m}^2.\text{K.W}^{-1}$	1,5	1,9	2,5	8,5

Tableau II-5 : Ecarts de température à l'instant final et erreurs sur l'estimation des paramètres générées par les effets de bords pour l'EVA et le $PP - T_i = 20^{\circ}C$, $\Delta t = 10ms$, $\Delta T = 2^{\circ}C$

On remarque finalement que l'erreur sur l'estimation de la conductivité du polymère n'est pas très élevée, sauf pour le fil de 122,9 μ m. Le constat est le même pour l'erreur sur R_i , elle est assez faible pour les petits fils (26,9 et 55,8 μ m) et élevée pour le plus gros diamètre. C'est en effet le diamètre qui nécessite la plus grande longueur de fil, i.e. 156mm (cf. §II.4.1.1).



Figure II-25 : Schéma de la nouvelle géométrie modélisée par éléments finis

Notons que la condition aux extrémités des fils de nickel dans le cas des transferts 2D est

une température imposée, ce qui est très pénalisant puisqu'en réalité le fil de nickel est brasé sur un fil de cuivre dont une partie est dans la résine. Nous avons donc modifié notre modèle éléments finis afin de mieux représenter le cas réel, cf. Figure II-25. Nous avons donc rajouté le fil de cuivre, et avons modifié la condition à la limite en considérant un coefficient d'échange *h* entre la partie du fil de cuivre hors résine et l'air extérieur. La même condition est appliquée pour l'extérieur de la résine. Nous avons refait les calculs pour le PP, les résultats sont reportés dans le Tableau II-6. On remarque finalement que les erreurs obtenues avec le nouveau modèle diminuent légèrement, en moyenne moins 11% sur l'erreur sur R_i et moins 2,5% sur l'erreur sur λ_P .

$h=5W.m^{-2}.K^{-1}$						
	<i>Matrice</i> \rightarrow	PP	PP	PP		
	$\phi_{Ni}, \mu m \rightarrow$	26,9	55,8	122,9		
T _{1D} -T _{2D} , °C	$R_i = 0.5.10^{-5} \text{ m}^2.\text{K.W}^{-1}$	0,028	0,036	0,040		
	$R_i = 5.10^{-5} \text{ m}^2.\text{K.W}^{-1}$	0,032	0,0387	0,042		
$\Delta R_i, \%$	$R_i = 0.5.10^{-5} \text{ m}^2.\text{K.W}^{-1}$	10,6	11,0	31,4		
	$R_i = 5.10^{-5} \text{ m}^2.\text{K.W}^{-1}$	3,5	9,3	18,8		
$\Delta\lambda_{P},$ %	$R_i = 0.5.10^{-5} \text{ m}^2.\text{K.W}^{-1}$	2,4	4,7	11,3		
	$R_i = 5.10^{-5} \text{ m}^2.\text{K.W}^{-1}$	1,9	2,5	8,5		

Tableau II-6 : Ecarts de température à l'instant final et erreurs sur l'estimation des paramètres générées par les effets de bords pour le PP avec le nouveau modèle – $T_i=20^{\circ}C$, $\Delta t=10ms$, $\Delta T=2^{\circ}C$, $h=5Wm^{-2}V^{-1}$

II.5. Etude de sensibilité

Avant de débuter les mesures, nous avons effectué une étude de sensibilité de la température moyenne du fil de nickel aux deux paramètres connus ou estimés, de manière générale les paramètres p_k . Ce calcul de sensibilité a pour objet d'étudier la faisabilité de l'estimation des paramètres recherchés et également de choisir les valeurs des paramètres expérimentaux (ici la durée de chauffage) qui augmentent la sensibilité aux paramètres. Les sensibilités réduites ont été calculées d'après la formule(II.24), p_k étant les paramètres dont on cherche la sensibilité et *T* la température moyenne du fil de nickel calculée à l'aide du modèle thermique présenté précédemment (§II.2) :

$$X_{p_k}(^{\circ}C) = p_k \frac{\partial T}{\partial p_k}$$
(II.24)

Notons que dans tous les calculs de sensibilités et essais expérimentaux, un échauffement de seulement 2°C a été choisi. En effet, pour un chauffage de quelques degrés, les propriétés thermiques du nickel ne varient pas. En revanche, si l'on se reporte à l'annexe V.2, on s'aperçoit que la chaleur spécifique des polymères dépend nettement de la température. Par exemple pour la résine époxy utilisée $(Cp_{ep}(T)[J.kg^{-1}.K^{-1}] = 8.T[°C]+1140)$ et avec un échauffement de 10°C, on aura une variation de Cp de 7% environ. La méthode analytique employée pour calculer la température moyenne du fil de nickel ne permet pas de traiter les non-linéarités, il faut de ce fait s'assurer que les caractéristiques thermiques utilisées dans le modèle thermique restent quasi-constantes lors du chauffage. L'échauffement de seulement 2°C permet de limiter les variations de Cp à 1,5% environ, ce qui correspond à l'ordre de grandeur de la précision de mesure en calorimétrie différentielle (DSC).



Figure II-26 : Sensibilités de la température aux paramètres pour l'échantillon fil de nickel/époxy – $\Delta t=10ms - \Delta T=2^{\circ}C - R_i=10^{-5}m^2 \cdot K/W - \lambda_{ep}=0,224 W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1} - \phi_{Ni}=26,9\mu m - T_i=20^{\circ}C$

Sur la Figure II-26, nous avons tracé les sensibilités aux paramètres en fonction du temps pour une durée de chauffage de 10ms. On remarque que la sensibilité à la résistance thermique d'interface R_i est très faible. Les trois plus forte sensibilités, qui ne sont pas représentées ici, sont celles de la puissance électrique dissipée dans le fil (cependant elle est directement mesurée lors de nos expériences), de la longueur et du rayon du fil (la longueur du fil est mesurée avec un pied à coulisse numérique et le diamètre est mesuré avec précision à l'aide d'un microscope, cf. annexe V.2.3, et nous n'avons pas choisi de les estimer). On finalement choisi d'estimer en plus de R_i , la conductivité de la matrice polymère λ_p qui présente une sensibilité assez forte. Les figures II-24 à II-26 montrent l'évolution des sensibilités à R_i et à λ_p à une température de 20°C pour les échantillons fil de nickel/époxy en fonction de la durée de chauffage et pour des valeurs de R_i allant de 10⁻⁶ à 10⁻⁴ m².K.W⁻¹. On constate que les évolutions des sensibilités pour les trois diamètres de fil de nickel sont quasi-similaires. Les sensibilités à λ_{ep} sont supérieures à celles associées à R_i , notamment pour des durées de chauffage importantes. On a ainsi choisi un temps de chauffage petit (Δt =10ms) qui maximise la sensibilité à R_i pour la valeur intermédiaire de R_i (10⁻⁵ m².K/W). Des valeurs plus petites de Δt n'ont pas été choisies afin que la longueur de diffusion dans le polymère ($\delta \approx 30 \mu$ m) reste bien supérieure à celle des rugosités du fil de nickel.



Figure II-27 : Sensibilités réduites – fil de nickel 26,9µm dans époxy – ΔT =2°*C*



Figure II-28 : Sensibilités réduites – fil de nickel 55,8µm dans époxy – $\Delta T=2^{\circ}C$



Figure II-29 : Sensibilités réduites – fil de nickel 122,9µm dans époxy – ΔT =2°*C*

Pour la durée et l'amplitude de chauffage sélectionnées, il est maintenant possible de simuler l'évolution des sensibilités aux paramètres estimés durant une période de chauffage, (cf. Figure II-30).



Figure II-30 : Sensibilités de la température à R_i et λ_{ep} pour l'échantillon fil de nickel/époxy – $\Delta t=10ms - \Delta T=2^{\circ}C - R_i=10^{-5} m^2 K/W - \lambda_{ep}=0,224 W.m^{-1} K^{-1} - \phi_{Ni}=26,9\mu m - T_i=20^{\circ}C$

On s'aperçoit que les sensibilités aux deux paramètres ont une évolution semblable en valeur absolue, mais pas le même ordre de grandeur, la sensibilité à λ_{ep} étant en fin de chauffage presque un ordre de grandeur supérieure à la sensibilité à R_i . Il faut à ce stade estimer les coefficients de corrélation entre les deux paramètres.

A partir de la matrice de sensibilité X définie par l'équation (II.24), il est possible de calculer la matrice de covariance [114] :

$$COV \approx \begin{bmatrix} Var(p_1) & cov(p_1, p_2) \\ cov(p_1, p_2) & Var(p_2) \end{bmatrix} = \sigma^2 (X^t X)^{-1}$$
(II.25)

ainsi que le coefficient de corrélation entre deux paramètres estimés p_1 et p_2 :

$$\rho(p_1, p_2) = \frac{\operatorname{cov}(p_1, p_2)}{\sqrt{\operatorname{Var}(p_1).\operatorname{Var}(p_2)}}$$
(II.26)

Les coefficients de corrélation sont relativement élevés, cf. Tableau II-7. L'algorithme d'estimation (méthode du simplexe – fonction « fminsearch » de Matlab®) permet cependant d'obtenir les paramètres recherchés distinctement.

Tableau II-7 : Coefficients de corrélation entre R_i et λ_{ep} en fonction de la température initiale pour les échantillons d'époxy

T _i ,°C↓	$\phi_{Ni}, \mu m ightarrow$	26,9	55,8	122,9	
20		0,9835	0,9871	0,9891	
35		0,9829	0,9867	0,9889	
50		0,9824	0,9864	0,9887	

II.6. Etude de reproductibilité, résidus de l'estimation et erreurs sur les paramètres estimés

II.6.1. Etude de reproductibilité

Afin de tester la reproductibilité du dispositif de mesure de R_i , toutes les mesures ont été répétées cinq fois pour chaque niveau de température initiale, et ce pour chaque diamètre de fil et chaque type de matrice. Le Tableau II-8 présente les résultats de tous les essais réalisés avec les trois échantillons époxy/fils de nickel (26,9, 55,8 et 122,9µm) pour une température initiale de 20°C.

	_	_			
φ _{Ni}	Test	ΔΤ	R_i , 10 ⁻⁵	λ_{ep}	δ_{RMS}
μm	n°	°C	$m^{2}.K.W^{-1}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	°C
26,9	1	2,09	0,40	0,21	0,01
26,9	2	2,09	0,39	0,21	0,01
26,9	3	2,07	0,37	0,21	0,01
26,9	4	2,11	0,37	0,21	0,01
26,9	5	2,08	0,37	0,21	0,01
	Moyennes	2,09	0,38	0,21	0,01
		Ecart type	0,01	0,001	
55,8	1	2,14	0,55	0,20	0,01
55,8	2	2,15	0,55	0,20	0,01
55,8	3	2,14	0,56	0,20	0,01
55,8	4	2,15	0,59	0,22	0,01
55,8	5	2,15	0,59	0,22	0,01
	Moyennes	2,15	0,57	0,21	0,01
		Ecart type	0,02	0,01	
122,9	1	2,05	0,73	0,20	0,005
122,9	2	2,05	0,83	0,20	0,005
122,9	3	2,04	0,92	0,20	0,006
122,9	4	2,04	0,88	0,20	0,005
122,9	5	2,04	0,99	0,20	0,005
	Moyennes	2,05	0,87	0,20	0,005
		Ecart type	0,10	0,002	

Tableau II-8 : Etude de reproductibilité pour les trois échantillons époxy/fil de nickel à 20°C

La reproductibilité des mesures est très bonne. En effet, l'écart type sur R_i ne dépasse pas 12% de la valeur de R_i . L'annexe V.5 contient l'analyse de reproductibilité pour les autres températures (35 et 50°C) ainsi que pour les autres types de matrice (EVA et PP), la reproductibilité étant encore meilleure que pour l'époxy.

A noter que la mesure des conductivités thermiques est encore plus reproductible, quelque soit le type d'échantillon. La valeur moyenne obtenue pour l'époxy est très proche de celle obtenue par plaque chaude gardée (λ =0,224±0,06 W.m⁻¹.K⁻¹), la comparaison détaillée des conductivités thermiques obtenues étant l'objet de l'annexe V.6.

_	10010000			<i>J</i>		Providence and the second s	,.,.,
	T _i	Δt	Test	ΔT	R_i , 10 ⁻⁵	λ_{ep}	δ_{RMS}
	°C	(ms)	n°	°C	$m^{2}.K.W^{-1}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	°C
	20	5	1	2,11	0,52	0,21	0,007
	20	10	1	2,14	0,55	0,20	0,01
	20	15	1	2,12	0,56	0,20	0,005

Tableau II-9 : Effet de la durée de chauffage sur les valeurs estimées – époxy/fil nickel 55,8µm

Nous avons testé différentes durées de chauffage pour l'époxy, afin de valider notre choix. Sur le Tableau II-9, on vérifie ainsi assez bien que la mesure de la résistance thermique d'interface ne dépend pas de la durée du chauffage : lorsque l'on fait varier celle-ci, $\Delta t = 5$, 10 ou 15ms, la valeur obtenue de R_i n'en est que peu modifiée, au maximum 7%.

II.6.2. Résidus lors de l'estimation

Afin d'évaluer la qualité des mesures et de l'estimation, nous avons représenté l'évolution des résidus entre les températures mesurées et les températures calculées par le modèle thermique pour les trois échantillons d'époxy utilisés, et pour la température initiale $T_i=20^{\circ}$ C, cf. Figure II-31, Figure II-32 et Figure II-33. Les résidus pour les deux autres températures initiales et les autres matrices polymères sont présentées en annexe V.7. Le nombre de points de mesure de température est de 250 sur la durée de chauffage de 10ms.

On peut s'apercevoir que les résidus ne présentent dans ce cas pas de signature caractéristique, ils sont bien centrés autour de zéro et restent faibles, les valeurs de δ_{RMS} étant de l'ordre de 0,01°C, cf. Tableau II-8. A noter qu'il ne semble pas y avoir pour l'époxy de corrélation entre la valeur des résidus et le diamètre des fils de nickel (pour le PP, on remarque une légère augmentation des résidus avec la température, cf. annexe V.7).

On peut comparer les sensibilités avec les résidus de l'estimation. Il suffit en effet de recalculer les sensibilités aux paramètres estimés à l'aide de l'équation (II.24), en remplaçant les données « à priori » utilisées ($R_i=10^{-5}$ m².K/W et $\lambda_{ep}=0,224$ W.m⁻¹.K⁻¹) par les résultats obtenus lors de l'estimation. Nous avons uniquement effectué ce calcul pour l'époxy et pour les tests n°1 des tableaux de l'annexe V.5, et avons reporté les résultats dans le Tableau II-10.





Figure II-32 : Résidus de l'estimation entre la température expérimentale et la température calculée pour le fil 55,8µm dans l'époxy et pour $Ti=20^{\circ}C-fig.$ (f) à (j)

Figure II-33 : Résidus de l'estimation entre la température expérimentale et la température calculée pour le fil 122,8µm dans l'époxy et pour Ti=20°C – fig. (k) à (o)

Figure II-33

0,00

-0,03

0,03

0,00

-0,03

0,03

0,00

-0,03

0,03 0,00

-0,03

0,03

0,00

-0,03

0,000

0,005

t, s

0,010

Résidus, °C

(f)

(g)

(h)

(i)

(j)

T _i ,°C	φ _{Ni} , μm→	26,9	55,8	122,9
-	δ _{RMS} , °C	0,009	0,009	0,005
20	S_{Ri} , °C (S_{Ri}/δ_{RMS})	0,072 (8)	0,054 (6)	0,034 (7)
	$S_{\lambda ep}, ^{\circ}C (S_{\lambda ep}/\delta_{RMS})$	1,126 (122)	0,671 (78)	0,318 (64)
	δ _{RMS} , °C	0,005	0,005	0,002
35	S_{Ri} , °C (S_{Ri}/δ_{RMS})	0,087 (17)	0,068 (14)	0,059 (25)
	$S_{\lambda ep}$, °C ($S_{\lambda ep}/\delta_{RMS}$)	1,088 (209)	0,669 (139)	0,299 (125)
	δ_{RMS} , °C	0,011	0,009	0,007
50	S_{Ri} , °C (S_{Ri}/δ_{RMS})	0,12 (11)	0,098 (12)	0,088 (12)
	$S_{\lambda ep}, ^{\circ}C~(S_{\lambda ep}/\delta_{RMS})$	1,097 (98)	0,655 (77)	0,303 (41)

Tableau II-10 : Comparaison entre les résidus δ_{RMS} de la méthode inverse (cas n°1 des tableaux de l'annexe V.5 pour Δt =10ms) et les sensibilités S calculées avec les valeurs de R_i et λ_{ep} estimées - rapports S/ δ_{RMS} associés

Ce tableau présente, pour chaque niveau de température et chaque diamètre de fil de nickel, les résidus RMS de l'estimation, les sensibilités calculées avec les paramètres estimés $(R_i \text{ et } \lambda_{ep})$ et les rapports sensibilité sur résidus associés. On remarque en premier lieu que le rapport sensibilité sur résidu est satisfaisant pour l'estimation de R_i (6< S_{Ri}/δ_{RMS} <12), et très satisfaisant pour l'estimation de λ_{ep} (41< $S_{\lambda ep}/\delta_{RMS}$ <209). Ce résultat illustre les difficultés des mesures de résistance d'interface entre fil métallique et matrice polymère. En effet, il ne serait pas possible de garantir la validité des résultats pour des R_i trop faibles en particulier lorsque les résidus deviennent supérieurs aux coefficients de sensibilité.

II.6.3. Calcul d'erreur sur les paramètres estimés

Il s'agit de calculer l'erreur sur les paramètres estimés en tenant compte des erreurs liées à la mesure des températures et de celles liées aux caractéristiques géométriques et thermiques dont les valeurs sont utilisées dans le modèle thermique. La méthode de calcul d'erreur que nous avons utilisée est décrite dans la référence [115]. A partir des vecteurs correspondants aux paramètres à estimer, soient les β_j , on peut construire la matrice *X* dont les termes sont les coefficients de sensibilités associés à ces mêmes β_j . Rappelons que les coefficients de sensibilités réduits sont de manière générale définis d'après la formule suivante (ici *j* est le nombre *p* de paramètres estimés, soit *p*=2) :

$$X_{jk} = p_k \frac{\partial T_j}{\partial p_k} \tag{II.27}$$

La matrice X aura dans notre cas la structure suivante (sensibilités non réduites) :

$$\begin{bmatrix} X \end{bmatrix} = \begin{pmatrix} \partial T_1 / \partial R_i & \partial T_1 / \partial \lambda_p \\ \vdots & \vdots \\ \partial T_n / \partial R_i & \partial T_n / \partial \lambda_p \end{pmatrix}$$
(II.28)

Nous pouvons ensuite construire la matrice de variance-covariance des données W, qui regroupe toutes les erreurs, c'est-à-dire non seulement celles sur l'estimation, cf. eq.(II.30), mais aussi celles sur les données expérimentales (ou paramètres connus).

$$\begin{bmatrix} W \end{bmatrix}_{ii} = \left[\sigma^2 + \sum_k \left(\sigma_{m_k} \frac{\partial T_i}{\partial m_k} \right)^2 \right]^{-1}$$
(II.29)

L'indice *k* correspond au paramètre connu *m*, auquel on associe l'incertitude σ_m . On peut retrouver facilement l'écart-type σ lié aux résidus de température à partir des valeurs RMS, cf. eq.(V.19), en remplaçant (*n*) par (*n*-*p*), de sorte à retrouver la formulation générale de l'écart-type :

$$\sigma^{2} = \frac{\sum_{j=1}^{N} \left[T_{calculée}\left(j\right) - T_{mesurée}\left(j\right) \right]^{2}}{n-p}$$
(II.30)

Le Tableau II-11 rappelle les principaux paramètres qui ont été utilisés pour l'estimation de R_i et λ_p ainsi que les incertitudes liées à leur mesure.

le calcul de l'erreur sur les parametres estimes					
	Fil 26,9µm	Fil 55,8µm	Fil 122,9µm		
Données expérimentales	Inc	certitudes relatives	, %		
(ρ.Cp) _{ep}	1	1	1		
(p.Cp) _{Ni}	1	1	1		
$\lambda_{ m Ni}$	3	3	3		
ϕ_{Ni}	0,4	0,2	0,08		
L_{fil}	0,04	0,02	0,006		
Pélectrique	0,2	0,4	0,7		

 Tableau II-11 : Liste des données expérimentales et des incertitudes relatives associées utilisées pour le calcul de l'erreur sur les paramètres estimés

Les méthodes de type calorimétrie sont très précises d'où les faibles incertitudes sur les $(\rho.Cp)$, alors que la mesure de conductivité génère un peu plus d'erreur. Les incertitudes sur la longueur, le diamètre du fil et la puissance électrique passant dans celui-ci sont faibles et correspondent aux résolutions des appareils de mesure utilisés, à savoir respectivement un pied à coulisse numérique de résolution 0,01mm, un microscope équipé d'un dispositif de mesure précis à 0,1µm, et un oscilloscope numérique de résolution 1µV (la puissance électrique parcourant le fil de nickel étant dépendante de sa résistance électrique, l'erreur associée n'est pas la même pour chaque échantillon).

A partir des deux matrices X et W définies ci-avant et des incertitudes relatives du Tableau II-11, il est possible de calculer directement la matrice de variance-covariance totale, S, eq.(II.31), dont les termes diagonaux correspondent aux erreurs sur les paramètres estimés. Dans notre cas le terme S_{11} correspond à l'erreur sur R_i et le terme S_{22} correspond à l'erreur de λ_p .

$$[S] = \left([X]^T [W] [X] \right)^{-1}$$
(II.31)

Nous avons estimé l'erreur sur les paramètres estimés à partir des relevés des campagnes de mesure (cf. annexe V.5), pour les tests n°1 et pour la durée de chauffage Δt =10ms. Les résidus RMS n'évoluant quasiment pas en fonction des différents tests et des différentes températures initiales, pour un diamètre de fil donné, nous n'avons pas présenté ces calculs pour toutes les mesures effectuées.

On s'aperçoit que l'erreur finale sur R_i peut sembler assez élevée, jusqu'à 27% de la valeur nominale pour l'époxy, 28% pour le PP et 28% pour l'EVA. Cependant, les valeurs mesurées sont des résistances de contact et les coefficients de sensibilité sont faibles pour les interfaces métal/polymère. Les erreurs que nous présentons ici sont donc tout à fait acceptables. On observe une légère tendance au niveau des évolutions pour l'époxy, à savoir que plus le niveau de température est élevé, c'est-à-dire plus R_i est forte, plus l'erreur commise lors de l'estimation est faible. L'estimation de la conductivité thermique est elle de bonne qualité, avec au maximum une erreur commise de 2,8%. Ce paramètre est donc estimé avec une bonne précision, ce qui est logique puisque la sensibilité à λ_p est assez élevée, même pour la durée de chauffage sélectionnée, durée qui maximise la sensibilité à R_i et non celle à λ_p .

	r	- F,	
Fil 26,9µm	T _i =20°C	T _i =35°C	T _i =50°C
R_i , $10^{-5} m^2 K^{-1} W^{-1}$	0,40	0,56	0,46
$\epsilon_{\text{relative}}$ (%)	27	14	21
$\lambda_{ep}, W.m^{-1}.K^{-1}$	0,21	0,191	0,199
ε _{relative} (%)	2,7	1,8	2,3
Fil 55,8µm	T _i =20°C	T _i =35°C	T _i =50°C
R_i , $10^{-5} m^2 . K^{-1} . W^{-1}$	0,55	0,67	0,93
$\varepsilon_{\text{relative}}$ (%)	24	14	14
$\lambda_{ep}, W.m^{-1}.K^{-1}$	0,197	0,199	0,203
ε _{relative} (%)	2,3	1,7	2,3
Fil 122,9µm	T _i =20°C	T _i =35°C	T _i =50°C
R_i , $10^{-5} m^2 . K^{-1} . W^{-1}$	0,73	1,29	1,67
$\varepsilon_{\text{relative}}$ (%)	18	10	7
$\lambda_{ep}, W.m^{-1}.K^{-1}$	0,2	0,199	0,229
$\varepsilon_{\text{relative}}$ (%)	2,4	2,6	2,6

Tableau II-12 : Erreurs sur les paramètres estimés pour l'époxy – cas n°1, Δt =10ms

Tableau II-13 : Erreurs sur les paramètres estimés pour le PP – cas n°1, Δt =10ms

	-	_		
Fil 26,9µm	$T_i=20^{\circ}C$	T _i =35°C	T _i =50°C	T _i =65°C
R_i , $10^{-5} m^2 K^{-1} W^{-1}$	0,13	0,13	0,15	0,16
$\epsilon_{\text{relative}}$ (%)	26	26	28	26
$\lambda_{ep}, W.m^{-1}.K^{-1}$	0,271	0,286	0,270	0,265
$\epsilon_{\text{relative}}$ (%)	1,1	1,2	1,3	1,3
Fil 55,8µm	T _i =20°C	T _i =35°C	T _i =50°C	T _i =65°C
R_i , 10 ⁻⁵ m ² .K ⁻¹ .W ⁻¹	0,31	0,31	0,32	0,34
$\epsilon_{\text{relative}}$ (%)	14	16	16	22
$\lambda_{ep}, W.m^{-1}.K^{-1}$	0,290	0,291	0,282	0,264
$\epsilon_{\text{relative}}$ (%)	0,96	1,1	1,2	1,7
Fil 122,9µm	T _i =20°C	T _i =35°C	T _i =50°C	T _i =65°C
R_i , $10^{-5} m^2 K^{-1} W^{-1}$	0,64	0,66	0,69	0,72
$\epsilon_{\text{relative}}$ (%)	18	17	17	17
$\lambda_{ep}, W.m^{-1}.K^{-1}$	0,284	0,270	0,283	0,284
$\epsilon_{\text{relative}}$ (%)	2,5	2,5	2,7	2,8

Fil 55,8µm	T _i =20°C	T _i =40°C	T _i =50°C	T _i =60°C	T _i =70°C	
R_i , $10^{-5} m^2 K^{-1} W^{-1}$	0,29	0,32	0,33	0,32	0,35	
$\varepsilon_{\text{relative}}$ (%)	18	19	25	28	28	
$\lambda_{ep}, W.m^{-1}.K^{-1}$	0,220	0,206	0,203	0,201	0,180	
$\varepsilon_{\text{relative}}$ (%)	1,2	1,4	1,9	2	2,2	

Tableau II-14 : Erreurs sur les paramètres estimés pour l'EVA – cas n°1, Δt =10ms

Afin de quantifier le poids des erreurs commises sur la mesure de chaque paramètre utilisé dans le modèle thermique, nous avons représenté (Figure II-34) tous les termes qui sont sommés dans la matrice de variance-covariance W, cf. eq.(II.29).



Figure II-34 : Représentation des termes de la matrice de variance-covariance W pour le fil de nickel de 26,9 μ m dans l'époxy – test n°1, T_i=20°C, Δt =10ms

On constate que, dans le cas de l'époxy et du fil de nickel de diamètre 26,9µm, les résidus de l'estimation ont un poids deux fois plus fort que le terme lié au diamètre du fil en début de chauffage, et que cette tendance s'inverse en fin de chauffage, le terme lié au diamètre étant alors presque trois ordre de grandeur supérieur aux résidus. Tous les autres termes sont nettement négligeables. L'erreur sur l'estimation de R_i et λ_{ep} est donc dans ce cas principalement générée par l'erreur commise sur la mesure du diamètre du fil.

II.7. Résultats expérimentaux : effets de la température initiale et du diamètre des fils sur R_i

II.7.1. Composites à matrice thermodurcissable (Epoxy)

II.7.1.1. Mesure de la résistance thermique d'interface

Au total 45 essais ont été réalisés pour les trois niveaux de température initiale et pour les trois diamètres de fil de nickel. Chaque résultat du Tableau II-15 est la moyenne de cinq mesures, les erreurs de mesure étant la somme des résidus de l'estimation et des erreurs sur les grandeurs géométriques et thermophysiques, voir §II.6.3. Notons que les erreurs de mesure sont supérieures aux écarts-types dus à la dispersion des mesures de R_i , cf. annexe V.5.

<i>T</i> , °C ↓	$\phi_{\rm Ni}, \mu m \rightarrow$	26,9	55,8	122,9
20		0,38±0,10	0,57±0,14	0,87±0,13
35		$0,\!48\pm\!0,\!07$	0,69±0,10	$1,27 \pm 0,13$
50		0,53±0,11	0,90±0,13	1,63±0,12

Tableau II-15 : $R_i [10^{-5} m^2.K.W^{-1}]$ et erreurs associées vs. ϕ_{Ni} et T pour l'époxy

Les résultats de l'estimation des résistances d'interface fil de nickel/matrice époxy sont présentés dans le Tableau II-15. On a de plus tracé ces résultats sur la Figure II-35, où on remarque que R_i croit avec la température initiale de manière linéaire pour la plage de température étudiée, l'augmentation étant d'autant plus forte que le diamètre du fil de nickel est grand. Lorsque la température varie de 20 à 50°C, les valeurs de R_i sont multipliées par un facteur 1,4 , 1,6 et 1,9 respectivement pour les fils de diamètre 26,9 , 55,8 et 122,9µm. Par ailleurs, les pentes dR_i/dT des dépendances de R_i en fonction de la température T sont égales à 0,48 , 1,1 et 2,54.10⁻⁷ m².W⁻¹ pour les fils de diamètre 26,9 , 55,8 et 122,9µm.



Figure II-35 : Résistance thermique d'interface en fonction de la température pour les trois diamètres de fils de nickel

Les campagnes de mesures que nous avons effectuées permettent d'étudier l'influence de la taille des inclusions (diamètre des fils de nickel) sur la valeur de la résistance thermique d'interface.



Figure II-36 : *Evolution de* R_i *en fonction du diamètre du fil de nickel et de la température initiale pour l'époxy*

Nous nous sommes aperçus que R_i augmentait avec le diamètre de fil (cf. Figure II-36). Le Tableau II-6 reporte les pentes pour les trois niveaux de température. On peut ici supposer que la résistance thermique d'interface dépend aussi du diamètre des inclusions.

Tableau II-1	6 : Pentes $dR_i/d\phi_{Ni}$	$[10^{-7} m^2.K.W^{-1}.\mu m^{-1}] p$	our l'époxy
$T_i, \circ C \rightarrow$	20	35	50
$dR_i/d\phi_{ m Ni}$	0,50	0,83	1,14

Rappelons que les trois échantillons en époxy ont été fabriqués de manière identique avec la même résine et les mêmes conditions d'injection (température extérieure, moule...), on peut donc considérer que les pressions de contact initiales sont identiques. Ces évolutions peuvent donc être liées à l'état de surface des fils, ceux-ci étant obtenus par étirage, on peut supposer que leurs états de surface sont différents.

II.7.1.2. Etude thermoélastique

Nous avons cherché à interpréter les variations de la résistance thermique d'interface avec la température par l'étude des effets des dilatations différentielles entre le nickel et l'époxy. La résine époxy est mise en forme autour du fil de nickel à température ambiante (20°C). Lorsque l'échantillon est chauffé bien au-delà, le polymère se décolle du métal en raison de la dilatation thermique différentielle de ces deux matériaux. La théorie de la thermoélasticité, Timoshenko et Goodier [116] §150 eq.h ou Barber [13] eq.9, permet de calculer les déplacements u_m des deux milieux cylindriques en contact (considérés comme isothermes) en fonction du niveau de température et des propriétés thermophysiques des matériaux :

$$u_m = (1 + v_m) . \alpha_m . \frac{\phi}{2} . T_m , \quad m = Ni \ ou \ ep$$
(II.32)

où α_m est le coefficient de dilatation (α_{Ni} =13,3.10⁻⁶ K⁻¹, α_{ep} =97.10⁻⁶ K⁻¹), ν_m le coefficient de poisson (ν_{Ni} =0,312, ν_{ep} =0,35), ϕ le diamètre du fil et T_m le température.

Tubleau II	-17. Deconement	u _{ep} -u _{Ni} (µm) en fonctio	m de la lemperalare el du	alametre au jil de nickel
<i>T</i> , °C ↓	$\phi_{\rm Ni},\mu{ m m}$ $ ightarrow$	26,9	55,8	122,9
20		0	0	0
35		0,023	0,047	0,104
50		0,046	0,095	0,209

Tableau II-17 : Décollement u_{ep} - u_{Ni} (μ m) en fonction de la température et du diamètre du fil de nickel

Le Tableau II-17 présente les valeurs du décollement u_{ep} - u_{Ni} issu de la relation (II.32), en

supposant une pression de contact nulle à 20°C.

De ce décollement, il en résulte la présence d'une couche d'air dont on a calculé la résistance thermique, cf. Tableau II-18.

Tableau II-18 : Résistance thermique $[10^5 m^2.K.W^1]$ de la couche d'air résultant de la dilatation différentielle à l'interface nickel-époxy en supposant une pression de contact nulle à 20°C

<i>T</i> , °C ↓	$\phi_{\rm Ni}, \mu m \rightarrow$	26,9	55,8	122,9
20		0	0	0
35		0,09	0,18	0,39
50		0,17	0,35	0,78

Les valeurs sont à comparer avec celles issues des mesures thermiques de résistance d'interface, cf. Tableau II-19.

Tableau II-19 : R_i [10 m .K.W] mesuree vs. φ_{Ni} et 1 pour l'epoxy						
<i>T</i> , °C ↓	$\phi_{\rm Ni},\mu m$ $ ightarrow$	26,9	55,8	122,9		
20		0,38	0,57	0,87		
35		0,48	0,69	1,27		
50		0,53	0,90	1,63		

Tableau II-19 : R_i [10⁻⁵ m².K.W⁻¹] mesurée vs. ϕ_{Ni} et T pour l'époxy

Il apparait que les résistances d'interface mesurées thermiquement sont bien supérieures à celles calculées par le modèle thermoélastique pour la couche d'air, ceci résultant du fait que la résistance de contact nickel/polymère n'est pas nulle à 20°C. L'évaluation de cette résistance de contact est difficile. En effet, la topographie des surfaces en contact est difficile à analyser (surfaces cylindriques de petites dimensions). Par ailleurs, la pression de contact initiale n'est pas nulle, en effet lors de la mise en forme de la résine à 20°C, il y a un retrait d'origine chimique. L'annexe V.11 présente une mesure du retrait chimique à l'aide d'un profilomètre optique. Ainsi à 20°C, pour la résine époxy utilisée (Araldite LY5052+Aradur 5052) il est de 7,5% \pm 3,5%.

Compte tenu de la difficulté liée à la prédiction de la résistance d'interface, nous avons plutôt comparé les effets dus à l'augmentation de température. Si on suppose que la pression de contact est nulle à l'interface à 20°C (température de fabrication), on déduit de l'équation (II.32) les pentes des dépendances en température de la résistance thermique de la lame d'air

équivalente par l'expression :

$$\frac{dR_{air}}{dT} = \frac{\phi\left[\left(1+v_{ep}\right)\alpha_{ep}-\left(1+v_{Ni}\right)\alpha_{Ni}\right]}{2\lambda_{air}}$$
(II.33)

On obtient ainsi pour des fils de nickel de diamètre 26,9 , 55,8 et 122,9µm des valeurs de dR_{air}/dT égales respectivement à 0,59 , 1,22 et 2,70.10⁻⁷ m².W⁻¹. Ces valeurs sont ainsi très proches des pentes dR_i/dT obtenues lors des mesures précédentes de résistances d'interface, mais sont néanmoins légèrement plus faibles, cf. Tableau II-20.

Tableau II-20 : Pentes $[10^{-7} m^2 . W^1]$ issues des mesures (dR_i/dT) et du modèle thermoélastique (dR_{nin}/dT)

$\phi_{\rm Ni}, \mu m \rightarrow$	26,9	55,8	122,9			
Mesures thermiques	0,48	1,1	2,54			
Modèle thermoélastique	0,59	1,22	2,7			

II.7.2. Composites à matrice thermoplastique (EVA-PP)

II.7.2.1. Mesure de la résistance thermique d'interface en fonction de la température

Nous avons effectué des mesures sur des fils de nickel installés dans deux types de thermoplastiques :

- Ethylène-Acétate de Vinyle (EVA 2840) contenant 28% d'acétate de vinyle et fournit par ELF ATOCHEM ;
- Polypropylène (PP HV252) fourni par SOLVAY.

L'EVA est mis en forme à 140°C et le PP à 170°C. Ainsi, contrairement à la résine époxy étudiée précédemment, les résines thermoplastiques ont des températures de mise en forme supérieures à celle de leur utilisation (où sont effectuées les mesures thermiques). Il n'y aura ainsi pas de décollement entre le métal et la résine.

<i>T</i> , °C ↓	$(\phi_{\rm Ni}=55,8\mu{\rm m})$
20	0,29±0,05
40	0,32±0,06
50	0,33±0,08
60	0,33±0,09
70	0,34±0,10

Tableau II-21 : $R_i [10^{-5} m^2.K.W^{-1}]$ et erreurs associées vs. ϕ_{Ni} et T pour l'EVA

Le Tableau II-21 présente les résultats de 25 mesure de R_i avec des échantillons fils de nickel+EVA. Chaque résultat est la moyenne de cinq essais (toutes les mesures ont été rassemblées dans l'annexe V.5). Seuls les résultats pour le fil de nickel de diamètre 55,8µm ont pu être utilisés, en raison de difficultés de fabrication, cf. §II.4.2.1.a., les fils de diamètre 26,9 et 122,9µm ayant été sectionnés lors de la fabrication des échantillons.

Pour l'EVA, on remarque une très légère augmentation de R_i en fonction de T. R_i varie peu en effet, de 20°C à 70°C la valeur moyenne de R_i n'augmente que de 17% (soit 0,05.10⁻⁵ m².K.W⁻¹), ce qui est inférieur à la plage d'erreur moyenne (0,07.10⁻⁵ m².K.W⁻¹).



Figure II-37 : Dépendance de R_i en fonction de la température pour l'EVA – fil de 55,8 μ m

Pour les échantillons de polypropylène (PP), nous avons réalisé 60 mesures avec les trois diamètres de fil de nickel, les propriétés thermophysiques de ce matériau étant bien plus constantes (évolutions quasi-linéaires en fonction de la température), et le procédé de

fabrication, après plusieurs modifications, ayant permis de réaliser la mise en forme autour des fils sans les sectionner, cf. section II.4.2.1.a.

	<i>Tableau</i> 11 - 22 . 1	$\Lambda_i [IU M. \Lambda. W]$	et erreurs associees vs. φ_{Ni} et	I pour le FF
<i>T</i> , °C ↓	$\phi_{\rm Ni}, \mu m \rightarrow$	26,9	55,8	122,9
20		0,13±0,04	0,31±0,04	0,65±0,12
35		0,13±0,04	0,31±0,05	0,66±0,11
50		0,15±0,04	0,31±0,05	0,69±0,12
65		0,16±0,04	0,34±0,08	0,72±0,12

Tableau II-22 : $R_i [10^{-5} m^2 . K . W^1]$ et erreurs associées vs. ϕ_{Ni} et T pour le PP

On obtient pour le polypropylène, cf. Tableau II-22 et Figure II-38, une augmentation de R_i en fonction de la température, et ce, quel que soit le diamètre du fil de nickel. Notons que cette augmentation de R_i entre 20°C et 65°C représente 29, 11 et 12% respectivement pour les fils de 26,9 , 55,8 et 122,9µm.



Figure II-38 : Dépendance de R_i en fonction de la température pour le PP et pour les trois diamètres de fil de nickel

A 20°C, les résistances thermiques d'interface pour l'EVA sont plus faibles (mais très proches) que celle du PP, elles-mêmes étant plus faibles que celles de l'époxy. Les conditions de mise en forme (pression et température) et les caractéristiques des résines (viscosité notamment) sont assez différentes et probablement responsables de ces écarts. Les

échantillons d'époxy sont en effet fabriqués à pression atmosphérique, alors que l'on exerce une pression sur le moule dans les deux autres cas (cf. annexe V.12 pour le PP).

II.7.2.2. Etude de l'effet de la taille des inclusions

Nous nous sommes aperçus comme pour l'époxy que R_i augmentait avec le diamètre de fil, cf. Figure II-39. Les évolutions sont par contre ici quasiment identiques pour chaque niveau de température (légère augmentation de la pente d $R_i/d\phi_{Ni}$).



Figure II-39 : Evolution de R_i *en fonction du diamètre du fil de nickel et de la température initiale pour le PP*

Le Tableau II-23 reporte les pentes $dR_i/d\phi_{Ni}$ pour les différents niveaux de température étudiés pour le PP.

Tableau II-23 : Pentes $dR_i/d\phi_{Ni} [10^{-7} m^2.K.W^1.\mu m^{-1}]$ pour le PP							
Matrice	$T_i, \circ C \rightarrow$	20	35	50	65		
РР	$dR_i/d\phi_{ m Ni}$	0,54	0,55	0,56	0,58		

Pour le PP, les trois échantillons ont été réalisés d'un bloc, et ont donc subit la même pression de compression exercée par le couvercle et les ressorts, ce n'est donc ni dans un cas

ni dans l'autre ce paramètre qui est la cause des différences de R_i pour les trois diamètres de fil. Ces évolutions peuvent par contre être liées à l'état de surface des fils, ceux-ci étant obtenus par étirage, on peut supposer que leurs états de surface sont différents.

II.7.2.3. Mesure de la rugosité des fils de nickel à l'aide d'un profilomètre optique

Nous avons tenté de visualiser l'interface nickel/polymère dans le cas de l'époxy (un échantillon a été découpé en tranches) avec un microscope optique et avec un microscope électronique à balayage (MEB), cf. annexe V.9. Nous avons constaté que les clichés n'étaient pas exploitables, d'une part puisque lors de la découpe, le polymère recouvrait le fil de nickel et remplissait l'interface, et d'autre part puisqu'après polissage, le nickel qui est plus dur que le polymère se trouvait au dessus du plan du polymère, ce qui ne nous permettait pas de faire une mise au point sur l'interface.

Afin de mieux analyser l'état de surface aux interfaces, nous avons effectué des mesures de rugosité sur les fils de nickel, sur la circonférence et dans la longueur, à l'aide d'un profilomètre optique (UBM-OPTILAS) de longueur d'onde 780nm, de résolution horizontale 0,5µm et verticale 60nm et d'ouverture angulaire 55°. Le calibrage du profilomètre optique a été effectué en mesurant l'épaisseur de bandes étalons. Un coefficient correcteur multiplicateur de 1,17 a été obtenu sur la hauteur mesurée.

Le Tableau II-24 présente les rugosités des fils de nickel suivant deux directions, suivant leur axe et suivant leur circonférence. Ce tableau résulte de 37 mesures effectuées à l'aide du profilomètre optique, voir annexe V.10.

Tableau II-24 : Rugosités mesurées sur des fils de nickel à l'aide d'un profilomètre optique							
- φ _{Ni} , μm	26,9	55,8	122,9				
R _a (circonférence), μm	0,27	0,35	0,48				
R _a (axe), μm	0,14	0,17	0,14				
				4			

On remarque que la rugosité arithmétique mesurée sur la circonférence dépend du diamètre du fil de nickel et varie de 0,27 à 0,48 pour des fils allant de 26,9 à 122,9µm. Dans le sens axial, on constate que la rugosité est bien plus faible et qu'elle est quasi constante, environ
égale à 0,15 μ m, ceci étant assez normal puisque les fils sont obtenu par étirage à travers des filières.

La pression d'injection étant identique pour chaque échantillon, on peut supposer que plus les rugosités sont importantes, moins la résine pénètre dans les anfractuosités du fil. Ceci expliquerait alors pourquoi les valeurs de R_i avec le polypropylène sont plus importantes lorsque le diamètre de fil est grand.

II.8. Conclusions

Nous avons effectué des mesures de résistances thermiques d'interface entre des polymères et des fils métalliques (assimilables à des inclusions de type fibre) en réalisant des échantillons avec des fils de nickel tendus dans un moule avant la mise en place du polymère. Le chauffage du fil métallique est ici réalisé par effet Joule et la mesure de sa température est obtenue via le relevé de sa résistance électrique par le biais d'un pont de Wheatstone. La résistance d'interface fil métallique/matrice a été estimée en utilisant un modèle thermique analytique direct. Une analyse de sensibilité a de plus été réalisée afin d'optimiser la durée du chauffage (typiquement 10ms). Elle a permis de constater que la sensibilité des évolutions de température à R_i est faible.

Des essais ont été réalisés pour différents diamètres de fils de nickel (26,9, 55,8 et 122,9 μ m), différentes températures initiales et différents polymères. Les valeurs de résistance d'interface obtenues sont comprises entre de 0,1.10⁻⁵ et 1,7.10⁻⁵ m².K.W⁻¹. Nous avons pu observer que la résistance thermique d'interface augmente linéairement avec la température pour le thermodurcissable utilisé, et augmente, mais de façon non monotone, pour les thermoplastiques. Par ailleurs, la résistance d'interface varie avec le diamètre du fil, ce qui montre la non validité de l'hypothèse classique qui est utilisée dans les modèles de conductivité effective et qui consiste à considérer la même valeur de R_i quelle que soit la taille des inclusions.

Etude de la résistance thermique d'interface à l'échelle microscopique dans les matériaux composites bons conducteurs de chaleur à matrice métallique

Ce chapitre présente une étude sur la résistance thermique d'interface, R_i , entre inclusion et matrice dans un matériau composite bon conducteur de chaleur constitué de cuivre et d'inclusions sphériques de carbone vitreux de faible diamètre ($\approx 250 \mu$ m). La méthode développée s'intéresse à la caractérisation de R_i à l'échelle microscopique, c'est-à-dire à l'échelle des inclusions. Nous proposons en effet de mesurer localement R_i directement entre une inclusion et la matrice environnante à l'aide d'un dispositif expérimental qui utilise un laser modulé, une détection de température par thermocouple semi-intrinsèque, et un modèle thermique adapté. Les résultats expérimentaux obtenus donnent une première valeur de résistance thermique d'interface entre cuivre et carbone.

Une étude numérique sera développée afin d'étudier l'effet sur la mesure de R_i de la proximité d'autres inclusions. Cette étude est motivée par le fait qu'aux faibles fréquences, la profondeur de pénétration de l'onde thermique est grande et le modèle thermique à une inclusion n'est plus satisfaisant en raison de la proximité d'autres inclusions. On recherchera ainsi les valeurs des paramètres expérimentaux (localisation de la sonde de température, fréquences de modulation) qui permettent d'assurer la validité du modèle thermique mono-inclusion.

III.1. Contexte

Le développement de l'électronique et de la micro-électronique est de plus en plus confronté à des problématiques d'ordre thermique. En effet, la miniaturisation sans cesse accrue des composants et des appareils (téléphones, ordinateurs, GPS) augmente les puissances dissipées par unité de volume. Il en résulte souvent des contraintes thermiques qui peuvent engendrer des disfonctionnements en raison des dilatations différentielles entre les matériaux du même assemblage multicouche. Ces assemblages sont en effet généralement constitués de différents matériaux à faible coefficient de dilatation α tels les semi-conducteurs, les céramiques (circuits imprimés, processeurs), et à fort α comme certains métaux et alliages (systèmes de refroidissement, connectiques).

Une solution pour modifier le coefficient de dilatation d'un métal consiste à ajouter en son sein des particules à très faible α , Neubauer et al. [5]. On peut de cette manière diminuer le α du métal et ainsi l'adapter à celui d'une céramique, par exemple, tout en conservant de bonnes propriétés de transfert de chaleur. Le Tableau III-1 illustre les caractéristiques de quelques matériaux couramment utilisés dans l'électronique. Les cinq premières lignes correspondent aux matériaux purs, et les trois dernières lignes à des composites à matrice métallique (MMCs).

Matrice	Charge	Forme de charge	$\begin{array}{c} \lambda_{t,eff} \\ W.m^{-1}K^{-1} \end{array}$	α 10 ⁻⁶ K ⁻¹	Ref.
SiC	-	-	410	5,1	[117]
Silicium	-	-	150	4,1	[59]
Al	-	-	218	23	[53]
Cu	-	-	400	17	[53]
Diamant CVD ¹	-	-	1100-1800	1-2	[53]
Al	Diamant CVD	particule	550-600	7-7,5	[53]
Cu	Diamant CVD	particule	600-1200	5,8	[53]
Cu	Carbone	fibre	200	5,3	[53]

Tableau III-1 : Comparaison des propriétés thermophysiques de quelques céramiques, métaux et MMCs

¹ Chemical Vapor Deposition

On remarque que le cuivre pur, qui peut être utilisé comme puits de chaleur, a un coefficient de dilatation assez élevé, soit 3 à 4 fois celui du silicium ou carbure de silicium utilisé en électronique. L'ajout de particules de carbone ou de diamant CVD permet de ramener α à des valeurs proches de celles des matériaux tels que Si et SiC.

Cependant, l'ajout de particules peut parfois diminuer la conductivité effective du composite. Ainsi, en raison du mauvais mouillage du cuivre sur le carbone et de l'absence de réactivité entre les deux constituants, il en résulte généralement une résistance de contact aux interfaces. Notons que pour atteindre des α de l'ordre de 4 à 5 K⁻¹ avec une matrice en cuivre, il faut un taux volumique de charge relativement élevé, cf. Figure III-1, l'interface cuivre/carbone devenant alors très importante.



Figure III-1 : Composite cuivre/particules sphériques de carbone vitreux

III.2. Principe de mesure

Le dispositif conçu et présenté dans cette partie a pour objet la caractérisation de la résistance thermique d'interface R_i dans un composite entre une inclusion en carbone vitreux (Sigradur G) et la matrice en cuivre. A l'échelle des inclusions considérées dans notre travail, 50 à 300µm, l'équation de la chaleur reste valide, puisque le libre parcours moyen des particules de type électron ou phonon est bien plus faible. En effet à la température de 20°C, le libre parcours moyen est typiquement de 10nm pour les phonons dans les diélectriques ou

dans les semi-conducteurs et de 5 à 10nm pour les électrons dans les métaux (Majumdar et al. [91]). Par contre, du point de vue expérimental les problèmes sont différents par rapport au cas usuel macroscopique : la métrologie thermique à micro-échelle s'avère bien plus délicate à mettre en œuvre compte tenu d'une part de la faible taille nécessaire de l'excitation et du capteur thermique et d'autre part en raison des faibles élévations de température.

Nous avons développé un dispositif de mesure locale qui permet d'estimer R_i à l'aide de mesures thermiques, d'un modèle de transfert de chaleur et d'une procédure d'estimation de paramètres. Nous utilisons un faisceau laser modulé qui est focalisé sur la surface d'une inclusion et qui joue le rôle de source thermique. La détection du champ de température sur la surface de la matrice en cuivre est réalisée par effet thermoélectrique résultant du contact entre la matrice en cuivre et un fil de nickel de faible diamètre, $\phi_{Ni}=25\mu m$ (voir Figure III-2). Le déphasage entre la température mesurée en régime périodique établi et la tension sinusoïdale d'alimentation du laser permet d'estimer la valeur de la résistance thermique d'interface à l'aide d'un modèle thermique.



Figure III-2 : Principe du dispositif de mesure par microsonde de nickel

III.3. Modèle thermique

III.3.1. Hypothèses du modèle

Afin d'obtenir la R_i inclusion/matrice à partir des mesures de déphasage de température, il est indispensable de disposer d'un modèle décrivant les transferts thermiques dans le volume

de mesure illustré sur la Figure III-2. Il s'agit d'étudier les transferts thermiques dans deux milieux en contact imparfait et en régime périodique établi. Nous avons à ce titre considéré les deux hypothèses simplificatrices suivantes – Dupuis [118] :

- la zone de chauffage par faisceau laser est ponctuelle,
- les transferts de chaleur à la surface de l'échantillon sont négligeables (condition adiabatique).

La vérification de la première hypothèse est l'objet de la section III.3.1.1 et celle de la seconde, l'objet de la section III.3.1.2.

III.3.1.1. Effet de la distribution du flux de chaleur incident

Soit un milieu semi-infini dont la surface est chauffée par un faisceau laser focalisé et modulé à la fréquence f, la température T en tout point de ce milieu est caractérisée par une amplitude et une phase qui dépend de la position du point par rapport à la source de chaleur. L'amplitude de température et la phase correspondent respectivement au module et à l'argument de la température complexe θ qui est uniquement fonction de l'espace :

$$T = \Re\left(\theta. e^{i2\pi ft}\right) \tag{III.1}$$

Afin d'étudier l'effet de la taille du spot laser, nous avons calculé la température de surface d'un milieu semi-infini qui simule le matériau sans inclusion, une condition adiabatique étant considérée hors de la zone de chauffage. Le calcul de θ à la surface du milieu pour les distributions ponctuelle, uniforme et gaussienne du flux de chaleur incident a été réalisé avec des méthodes utilisant la transformation de Hankel pour une géométrie axisymétrique et en régime périodique établi, Carslaw et Jaeger [119].

Soient en grandeurs adimensionnelles :

- $\delta^* = (a/\pi f)^{1/2}/r_0$: la longueur réduite de diffusion thermique,
- $r^* = r / r_0$: la distance radiale dont l'origine est le centre du spot laser et,
- r_0 : une caractéristique de la taille du spot laser.

La Figure III-3 montre que les trois modèles de distribution ponctuelle, gaussienne et uniforme donnent des valeurs similaires de déphasages et d'amplitudes de température, lorsque r^* augmente au delà de $r^*=2$.



Figure III-3 : Amplitude de température et déphasage à $\delta^{*=50}$ pour une source ponctuelle (P), gaussienne (G) et uniforme (U)

Les valeurs minimales de r^* , au-delà desquelles l'amplitude et la phase calculées dans le cas de sources uniforme et gaussienne ne diffèrent que de 1% par rapport au cas de la source ponctuelle, sont présentées dans le Tableau III-2 en fonction de la longueur réduite de diffusion δ^* .

<u>64</u> 1	Uniform	ie	Gaussien	ne
ð*↓ -	Amplitude Phase		Amplitude	Phase
5	4,26	4,40	5,08	7,18
50	3,96	4,02	3,75	3,86
500	3,95	3,95	3,63	3,68

Tableau III-2 : Valeurs de r^{*} au-delà desquelles l'amplitude et la phase de θ_U et θ_G sont identiques à celles de θ_P à 1% près – Dupuis et al. [118]

Finalement pour nos calculs ultérieurs où $\delta^*=50$ ($a_{carbone}=6,2$ 10⁻⁶ m²s⁻¹, $r_0=10\mu m$ et f \leq 10Hz) et au delà d'une distance r^* supérieure à 4, on pourra considérer une source ponctuelle au lieu de la distribution réelle de flux de chaleur incident lors de la mise au point des modèles thermiques avec inclusion, ce qui simplifie les calculs sans introduire un biais significatif.

III.3.1.2. Effet des échanges convectifs à la surface de l'échantillon

La justification de la seconde hypothèse, c'est-à-dire l'étude de l'effet de la prise en compte des transferts de chaleur à la surface de l'échantillon, est l'objet de cette section. Il s'agit ici de comparer les déphasages de température entre le cas où la condition à la limite est adiabatique (h=0) et celui où elle est de troisième espèce ($h\neq 0$). Pour cette étude, nous avons considéré un seul milieu, l'étude paramétrique prenant en compte une large gamme de propriétés thermiques possibles, cf. Figure III-4.



Figure III-4 : Modèle physique 2D axisymétrique

En utilisant la transformée de Hankel et en considérant le régime comme étant périodique établi, on a pu obtenir l'expression suivante pour la température complexe à la surface de l'échantillon (z=0) considéré comme un milieu semi-infini:

$$\theta = \frac{Q}{\pi \lambda r_0} \int_0^\infty J_0(\beta r^*) J_1(\beta) (A + B + iC)^{-1} d\beta$$
(III.2)

avec:
$$2A^2 = \beta^2 + (\beta^4 + 4\delta^{*-4})^{\frac{1}{2}}$$
; $B = hr_0 / \lambda$ et $2C^2 = -\beta^2 + (\beta^4 + 4\delta^{*-4})^{\frac{1}{2}}$

où J_0 et J_1 sont des fonctions de Bessel, Q le flux de chaleur incident, r^* le rayon sans dimension ($r^*=r/r_0$), δ^* la longueur de diffusion sans dimension ($\delta^*=\delta/r_0=\sqrt{a/(\pi f)}/r_0$), f la fréquence, λ et a respectivement la conductivité et la diffusivité thermique.

La Figure III-5 présente le déphasage de température $\psi=\arg(\theta)$ en fonction de δ^* et r^* pour une condition adiabatique en z=0. Pour l'étude paramétrique, nous avons choisi $r_0=10\mu m$ et les valeurs de δ^* et *B* ont été considérées de manière à balayer une large gamme de valeurs des paramètres physiques f, a et h (0,1< f (Hz) <100 ; $10^{-4} < a$ (m²s⁻¹) < 10^{-6} et 0 < h (m²K/W) <10).



Figure III-5 : Déphasage de température pour h=0

La Figure III-6 présente l'écart de déphasage du champ de température entre le modèle avec condition adiabatique et celui avec condition de troisième espèce. Pour $r^*<30$ ($r_0=10\mu$ m donc pour $r<300\mu$ m), on constate que l'écart de déphasage $\Delta\psi$ reste inférieur à 0,1°, ce qui correspond typiquement à la résolution des appareils de détection synchrone. Ceci montre l'effet négligeable des échanges de chaleur sur les températures à la surface de l'échantillon en régime périodique.



Figure III-6 : Ecart de déphasage de température entre le cas B=0 *(i.e.* h=0*) et le cas* $B=10^4$ *(i.e.* $h\neq 0$ *)*

III.3.2. Modèle à une seule inclusion pour la mesure de R_i à micro-échelle

Les deux hypothèses étant validées, il s'agit ici de développer un modèle thermique correspondant aux transferts entre inclusion et matrice, cf. Figure III-2. Ce modèle sera par la suite utilisé dans notre procédure d'estimation (minimisation par somme des moindres carrés de l'écart entre la solution analytique et les données expérimentales) pour estimer les paramètres que nous cherchons (résistance thermique d'interface).



Figure III-7 : Schéma de la géométrie utilisée pour le modèle analytique

Sur la Figure III-7, on illustre la géométrie correspondante à une inclusion de carbone (1) de rayon L en contact imparfait avec une matrice de cuivre (2). Au centre, r=0, le chauffage de l'inclusion est assuré par une source ponctuelle de puissance q. Le contact imparfait entre le carbone et le cuivre est représenté par une résistance thermique d'interface R_i . La notation M correspond au lieu de la mesure du déphasage à partir de l'interface carbone/cuivre, c'est-à-dire à l'endroit ou la microsonde thermique est en contact avec le cuivre.

Notre problème, associé à la géométrie présentée, est décrit par l'équation de la chaleur en coordonnées sphériques, avec *j* indice du milieu (1=carbone, 2=cuivre) :

$$\frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial r} \left(r^2 \frac{\partial T_j}{\partial r} \right) - \frac{1}{a_j} \frac{\partial T_j}{\partial t} = 0 \quad ; \qquad j = 1, 2$$
(III.3)

En posant $T_j = \Re(\theta_j . e^{i\omega t})$, on obtient l'équation de la chaleur en complexe :

$$\frac{\partial^2 \theta_j}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial \theta_j}{\partial r} - \frac{i.\omega}{a_j} \theta_j = 0, \qquad j = 1,2$$
(III.4)

La solution type de cette équation est de la forme (solution obtenue avec le logiciel Maple):

$$\theta_j = \frac{A_j}{r} e^{(1+i)\frac{r}{\delta_j}} + \frac{B_j}{r} e^{-(1+i)\frac{r}{\delta_j}} \quad avec \quad \delta_j = \sqrt{\frac{2.a_j}{\omega}}, \quad j = 1, 2$$
(III.5)

Les valeurs de A_j et B_j dépendent des conditions aux limites :

 En *r*=0, la source modulée est ponctuelle, délivrant ainsi une puissance q (en fait Q=q.e^{iωt}) d'où la relation :

$$\lim_{r \to 0} \phi_1 = \lim_{r \to 0} \left(-4.\pi r^2 \frac{\partial \theta_1}{\partial r} \right) = \frac{q}{\lambda_1}$$
(III.6)

$$\theta_{1} = \frac{A_{1}}{r} e^{(1+i)\frac{r}{\delta_{1}}} + \frac{B_{1}}{r} e^{-(1+i)\frac{r}{\delta_{1}}}$$
(III.7)

donc :

$$B_1 = \frac{q}{4\pi\lambda_1} - A_1 \tag{III.8}$$

d'où :
$$\theta_{l} = \frac{A_{l}}{r} \left(e^{(l+i)\frac{r}{\delta_{l}}} - e^{-(l+i)\frac{r}{\delta_{l}}} \right) + \frac{q}{4\pi\lambda_{l}r} e^{-(l+i)\frac{r}{\delta_{l}}}$$
(III.9)

En r→∞, le milieu est semi-infini, donc A₂=0 dans l'équation (III.5) pour j=2 (la température est finie en r→∞):

$$\theta_2 = \frac{B_2}{r} e^{-(1+i)\frac{r}{\delta_2}}$$
(III.10)

ainsi :
$$\varphi_2 = -S\lambda_2 \frac{\partial \theta_2}{\partial r} = -4\pi L^2 \lambda_2 \left(-\frac{B_2}{L^2} e^{-(1+i)\frac{L}{\delta_2}} - \frac{(1+i)}{\delta_2} \frac{B_2}{L} e^{-(1+i)\frac{L}{\delta_2}} \right)$$
(III.11)

$$\varphi_2 = \beta \theta_2, \qquad avec \quad \beta = 4\pi L^2 \lambda_2 \left[\frac{1}{L} + \frac{(1+i)}{\delta_2} \right]$$
(III.12)

 A l'interface inclusion/matrice (*r=L*), on peut relier les températures et flux de part et d'autre par le système de deux équations :

$$\theta_1 = \theta_2 + R_i \varphi_2 \tag{III.13}$$

$$\varphi_1 = \varphi_2 \tag{III.14}$$

On a ici quatre équations (III.8), (III.12), (III.13) et (III.14) à quatre inconnues θ_1 , θ_2 , φ_1 et φ_2 . En combinant ces équations, on se ramène à un système de deux équations à deux inconnues (A_1 et B_2) :

$$A_{1}\left[e^{(1+i)\frac{L}{\delta_{1}}} - e^{-(1+i)\frac{L}{\delta_{1}}}\right] - B_{2}e^{-(1+i)\frac{L}{\delta_{2}}}\left(1 + \beta R_{i}\right) = -\frac{q}{4\pi\lambda_{1}}e^{-(1+i)\frac{L}{\delta_{1}}}$$
(III.15)

$$A_{1}4\pi\lambda_{1}\left[\left(\frac{1}{L}-\frac{1+i}{\delta_{1}}\right)e^{(1+i)\frac{L}{\delta_{1}}}-\left(\frac{1}{L}+\frac{1+i}{\delta_{1}}\right)e^{-(1+i)\frac{L}{\delta_{1}}}\right]-\beta\frac{B_{2}}{L^{2}}e^{-(1+i)\frac{L}{\delta_{2}}}=-qe^{-(1+i)\frac{L}{\delta_{1}}}\left(\frac{1}{L}+\frac{1+i}{\delta_{1}}\right) \quad (\text{III.16})$$

Le modèle analytique qui vient d'être présentée sera utilisée dans une procédure d'estimation, afin d'estimer à la résistance thermique d'interface R_i entre une inclusion de carbone et la matrice en cuivre et ceci uniquement à partir de mesures de déphasage de température.



Figure III-8 : Déphasage de température en fonction de la distance (rayon de l'inclusion $L=125 \mu m$)

Pour illustrer le modèle thermique, des évolutions des déphasages de température dans le composite carbone/cuivre ($\psi = \arg \theta_i$ avec i=1,2) ont été tracées pour différentes valeurs de

résistance d'interface et différentes fréquences, cf. Figure III-8. Dans les calculs, on a considéré les conductivités et diffusivités thermiques respectivement égales à 6,3 W.m⁻¹K⁻¹ et 6,2.10⁻⁶ m²s⁻¹ pour le carbone vitreux (Sigradur G) puis 360,9 W.m⁻¹K⁻¹ et 1,2.10⁻⁴ m²s⁻¹ pour le cuivre. On remarque que le déphasage varie linéairement avec la distance dans la matrice (le milieu étant semi infini) et d'une manière plus complexe dans l'inclusion. Les déphasages augmentent fortement avec la fréquence ou la valeur de la R_i inclusion/matrice.

III.4. Dispositif expérimental

L'excitation thermique de notre dispositif est réalisée à l'aide d'un laser Spectra-Physics Stabilite 2017 (laser argon-krypton de puissance maximale 15W) dont le faisceau est focalisé au centre d'une particule de carbone, avec un diamètre ajustable entre 1 et 10 µm. La modulation du faisceau est réalisée à l'aide d'un modulateur acousto-optique alimenté par une tension sinusoïdale. Nous avons fait varier la fréquence de modulation du chauffage entre 0,1 et 10Hz. La température est détectée grâce à une microsonde thermoélectrique. Pour éviter les biais liés à l'existence d'une résistance d'interface entre la sonde et la surface, on a mis au point une détection thermoélectrique semi-intrinsèque (cette technique étant similaire à celle développée par Borca-Tasciuc et Chen [120] pour la caractérisation des couches minces), consistant à mettre un fil métallique (nickel) au contact de la matrice conductrice en cuivre (Figure III-9).



Figure III-9 : Principe de la mesure de R_i par microsonde thermique – Vue latérale de la tête de la microsonde thermique (à droite)

D'une manière générale, un thermocouple semi-intrinsèque est constitué par le matériau sur lequel on souhaite relever la température et par un fil d'un second métal. Par rapport aux thermocouples classiques à deux fils, le capteur semi-intrinsèque comporte deux avantages : d'une part la section de passage de la chaleur le long de la liaison extérieure est moindre (un seul fil est nécessaire) et d'autre part la température mesurée est intermédiaire entre la température de paroi à mesurer et la température à l'extrémité du capteur, Bardon et al. [121].

L'originalité de la méthode de mesure de R_i inclusion/matrice que nous avons développée réside dans l'élimination de la faible résistance thermique de contact (RTC) parasite. Dans les dispositifs de microscopie thermique classique par contact (AFM, STM...), la RTC parasite microsonde/matériau est mal maîtrisée et peut être parfois supérieure à la R_i inclusion/matrice que l'on souhaite étudier.



Figure III-10 : Schéma du dispositif de mesure de R_i à micro-échelle

La microsonde thermique que nous avons fabriquée est constituée d'un fil de nickel de 25µm de diamètre enfilé dans un tube d'alumine qui sert d'isolant électrique et qui rigidifie l'extrémité du fil, cf. Figure III-9. La tension aux bornes de la microsonde est enregistrée en la connectant à une sonde différentielle Tektronix ADA400A reliée à un oscilloscope Tektronix TDS5052. La tension de modulation du laser est aussi enregistrée sur

l'oscilloscope, cf. schéma du dispositif Figure III-10 et vues détaillées Figure III-11 et Figure III-12.



Figure III-11 : Vue globale du dispositif de mesure par microsonde thermique semi-intrinsèque



Figure III-12 : Dispositif de mesure par microsonde thermique semi-intrinsèque

III.5. Premiers essais

On présente ici les premiers résultats de mesure de R_i inclusion/matrice. Ils ont été obtenus en focalisant le faisceau laser incident au centre d'une inclusion de carbone de rayon 125µm et en plaçant le fil de nickel en contact avec la matrice à une distance de 146µm par rapport au centre de l'inclusion, soit 21µm au-delà de l'interface, cf. Figure III-13.



Figure III-13 : Visualisation de la mesure par caméra - à gauche : vue de haut à travers la lame dichroïque avec le spot laser - à droite : vue latérale du contact fil de nickel 25µm/cuivre

Un oscilloscope Tektronix TDS5052 équipé d'une sonde différentielle ADA400A a permis de mesurer la tension de commande V_c du modulateur acousto-optique et la tension V_m du thermocouple cuivre/nickel (cf. Figure III-14).



Figure III-14 : Evolution des tensions V_c et V_m à 0,1 Hz

A 0,1Hz, l'amplitude des oscillations V_m est très faible (de l'ordre de 1µV) correspondant à une élévation de température d'environ 0,1°C. Le déphasage de température est analysé à partir des évolutions de V_m et V_c en effectuant une régression avec une fonction de la forme $V = V_0 + A.\sin(\omega t + \psi)$.

Le Tableau III-3 présente les mesures de déphasage $\psi_{m,i}$ réalisées pour cinq fréquences. Par la suite, on a soustrait à $\psi_{m,i}$ les valeurs $\psi_{z,i}$ de déphasages initiaux obtenus en focalisant le faisceau laser sur la jonction du thermocouple, l'échantillon étant une pièce en cuivre. Les déphasages $\psi_{z,i}$ proviennent du dispositif de mesure de tension ou de commande du faisceau laser. Finalement, le modèle décrit précédemment (cf. §III.3.2) a permis de calculer la valeur de R_i pour chaque fréquence à partir des déphasages de température $\psi_{m,l}-\psi_{z,i}$.

Tableau III-3 : Dephasag	es de tempera	ture mesures e	t valeurs calcule	es de la RIC inc	lusion/matrice
f_i , Hz	0,1	0,5	1	5	10
$\psi_{m,i},$ °	-18,2	-16,0	-14,4	-33,0	-43,2
$\psi_{z,i},$ °	-0,3	-5,2	-7,7	-20,4	-36,4
$\psi_{m,i}$ - $\psi_{z,i}$, °	-17,9	-10,8	-6,7	-12,5	-6,7
$R_i / 10^{-5} \text{m}^2.\text{K.W}^{-1}$	16,35	8,78	9,72	7,27	6,03

Tableau III-3 : Déphasages de température mesurés et valeurs calculées de la RTC inclusion/matrice

La valeur finale de R_i a été obtenue en minimisant la fonction S, somme des carrés des écarts entre déphasages mesuré ($\psi_{m,i}$ - $\psi_{z,i}$) et calculé ($\psi_{c,i}$):

$$S(R_i) = \sum_{k=1}^{5} f_k^2 \cdot \left[\Psi_{c,k} - \left(\Psi_{m,k} - \Psi_{z,k} \right) \right]^2$$
(III.17)

Un coefficient de pondération égal au carré de la fréquence a été introduit dans la fonction *S* afin de diminuer le poids des déphasages mesurés à basse fréquence. Ceci se justifie d'une part par le fait qu'à basses fréquences les déphasages sont faibles, l'erreur relative de mesure de déphasage devenant importante. D'autre part à basse fréquence, les mesures sont entachées de biais en raison de la présence d'autres inclusions dans le volume de mesure, la longueur de diffusion étant plus importante. En minimisant la fonction $S(R_i)$, on obtient finalement la valeur de R_i inclusion/matrice suivante : $R_i=6,11.10^{-5}$ m².K.W⁻¹.

III.6. Effet de la proximité d'autres inclusions

III.6.1. Etude analytique 1D

Comme le montre la Figure III-1, les particules de carbone sont relativement proches les unes des autres. Or, le modèle développé pour obtenir la R_i à l'interface est à particule unique. Afin d'étudier l'effet de la proximité d'autres particules sur la mesure de R_i entre inclusion et matrice, deux modèles multicouches, l'un avec inclusion unique et l'autre avec deux inclusions (cf. Figure III-15), ont été comparés. Une même valeur de R_i a été considérée pour toutes les interfaces cuivre-carbone. En x=0, un flux de chaleur est imposé et en x $\rightarrow\infty$ le milieu (cuivre) est semi-infini. Les déphasages de température ont été calculés en utilisant la méthode analytique décrite au §III.3.2, et en utilisant le schéma de calcul de la Figure III-16.



Figure III-15 : Modèle 1D cartésien à une (I) et à deux inclusions (II)

Deux configurations ont été étudiées : 1D cartésien (modèles I et II) puis 1D sphérique (modèles III à une inclusion et IV à deux inclusions concentriques). L'inclusion concentrique n'est pas représentative du cas réel mais elle permet d'évaluer le biais, certes par excès, une modélisation 3D restant à développer ultérieurement. Les propriétés thermophysiques des deux matériaux (cuivre et carbone vitreux) sont fournies en annexe V.2 dans le Tableau V-1.



Figure III-16 : Procédure de calcul du biais sur la mesure de R_i

La Figure III-17 montre l'effet de l'écartement E entre 2 couches de carbone (inclusions) sur le déphasage de température en x=L+M lorsque la fréquence est de 1 Hz. Les valeurs de Let M sont celles obtenues lors des séries de mesures. Lorsque E augmente, les déphasages calculés avec les modèles I (ou III) et II (ou IV) convergent vers la même valeur d'une manière non monotone.



Figure III-17 : Déphasage de température en x=L+M en fonction de l'écartement E entre les couches de carbone ($R_i=10^{-4} m^2 K/W$, $L=125 \mu m$, $M=21 \mu m$) - géométrie cartésienne (a) et sphérique (b) - f=1Hz

Afin de chiffrer les erreurs induites sur la mesure de R_i inclusion/matrice par la présence d'une particule voisine en configuration 1D cartésienne, le modèle II a été utilisé pour calculer les déphasages de température en x=L+M en fonction de l'écartement E et de la fréquence *f*. A l'aide de ces déphasages et du modèle I, on a estimé la valeur R_I . Le Tableau III-4 présente les erreurs relatives sur l'estimation de R_i définies par $\varepsilon_R = (R_i - R_I)/R_i * 100$. Un traitement similaire a été effectué en géométrie 1D sphérique.

	f, H	z (cas 1	D cartési	en)	f, Hz (cas 1D sphérique)					
E, µm	1	10	100	1000		1	10	100	1000	
500	-662	-470	-586	33		-3218	-3485	-10408	24	
1000	-979	-269	2,5	-0,1		-4758	-340	1	-0,1	
1500	-1081	-86	8,3	-0,3		-4227	-87	2,6	-0,1	
2000	-1082	-34	-0,7	-0,3		-2807	-25	0,1	-0,1	
3000	-942	0,5	-0,4	-0,3		-962	-0,8	0	-0,1	

Tableau III-4 : Erreur ε_R (en %) sur la mesure de R_i inclusion-matrice ($R_i=10^{-4} m^2 K/W$, $L=125 \mu m$, $M=21 \mu m$)

Les erreurs ε_R sont très importantes, surtout à basse fréquence. Par ailleurs, les valeurs ε_R en 1D sphérique sont plus faibles que celles en 1D cartésien à fréquence élevée. Ceci est dû au fait qu'en 1D cartésien il n'y a pas de phénomènes de macroconstriction contrairement au cas 1D sphérique. Ces premiers travaux montrent la nécessité d'effectuer dans le futur des mesures avec des fréquences d'un ou deux ordres de grandeur supérieurs (i.e. à 100 et 1000 Hz) et d'autre part de développer un modèle d'erreur plus adapté au cas traité (2D voir 3D) afin de mieux chiffrer les biais sur les mesures réalisées.

III.6.2. Etude numérique 3D

Afin d'améliorer la correspondance entre le modèle de prédiction de l'effet de la proximité des inclusions et la distribution réelle observée dans nos échantillons (cf. Figure III-1), nous avons développé un modèle éléments finis (à l'aide du logiciel Comsol Multiphysics®). Nous avons modélisé, en géométrie cartésienne 3D, deux inclusions de carbone de diamètre 250µm (diamètre moyen des billes de carbone de l'échantillon) en contact imparfait avec une matrice en cuivre. Une des inclusions est chauffée par le biais d'un élément de surface recevant un flux surfacique de valeur unitaire. La cellule élémentaire de calcul est ainsi composé d'un premier cube en cuivre contenant les deux inclusions, et d'un second volume extérieur, lui aussi en cuivre mais maillé plus grossièrement, et qui est utilisé afin de s'affranchir de l'éffet

des conditions de frontière extérieures (température imposée). La taille de l'ensemble est $(3\delta)^3$, δ étant la profondeur de pénétration ($\delta = \sqrt{a/\pi f}$) dans le cuivre pour le cas le plus pénalisant, c'est-à-dire pour une fréquence égale à 1Hz. On peut alors couper le volume en huit, grâce aux plans de symétrie et ainsi réduire les temps de calcul en ne modélisant qu'un huitième du volume initial, voir Figure III-18.



Figure III-18 : Modélisation 3D sur code éléments finis – détail des deux inclusions (à droite)

Le logiciel Comsol Script[®] a de plus été utilisé pour réaliser une étude paramétrique du modèle ainsi réalisé, en faisant varier la fréquence d'excitation f, l'écartement entre les deux inclusions E, la résistance d'interface cuivre/carbone R_i et la position du point de mesure M (distance entre l'interface inclusion chauffée/matrice et le point de mesure). Une des spécificités de notre modèle est qu'il travaille en régime périodique établi. En effet, l'équation de la chaleur pour ce problème peut s'écrire suivant une direction, par exemple suivant x, sous la forme :

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} - \frac{1}{a} \frac{\partial T}{\partial t} = 0$$
(III.18)

En posant $T = \Re e(\theta . e^{i\omega t})$, où θ est la température complexe, on obtient :

$$\lambda \frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} - i\omega \rho c \theta = 0 \tag{III.19}$$

On se ramène ainsi à un problème « stationnaire », puisque θ ne dépend pas du temps, il suffit alors de modifier les équations du code élément fini pour travailler en complexes. Sous Comsol®, l'équation régissant un domaine est définie par :

$$-\nabla(\lambda . \nabla T) = Q \tag{III.20}$$

où ∇ est l'opérateur gradient, λ la conductivité thermique du matériau et Q le terme source.

Par analogie, on constate qu'en remplaçant le terme source Q par l'expression $-\rho cj\omega T$, où ρ est la masse volumique, c la chaleur spécifique, j le nombre complexe, et $\omega = 2\pi f$ la pulsation, on se ramène à l'équation (III.19), T devenant alors la température complexe.

Les conditions aux frontières intérieures sont soit un contact imparfait (entre les inclusions et la matrice) soit un contact parfait (pour les deux volumes en cuivre). Les conditions aux frontières extérieures sont de type température nulle imposée au loin et isolation thermique pour les plans de symétrie. Le volume total est initialisé à une température nulle puisque l'on ne s'intéresse ici qu'au terme périodique. Le maillage comporte environ 50000 éléments tétraédriques.

La première phase de notre étude à consisté à vérifier le bon fonctionnement de notre modèle éléments finis avec le modèle analytique (utilisé par la suite pour estimer R_i à partir de la mesure du déphasage de température). A l'aide du code éléments finis, nous avons créé un modèle identique à celui présenté sur la Figure III-18, mais sans la deuxième inclusion. La comparaison entre les deux modèles a finalement porté sur les valeurs des déphasages obtenues, cf. Tableau III-5. On constate que les deux modèles concordent puisque l'écart maximum n'est que de 1% (pour une R_i de 10⁻⁴ m².K.W⁻¹et une fréquence de 1000Hz).

R _i en m R/W										
	Modè	le analytiq	ue	Modèle éléments finis						
$f \downarrow \setminus R_i \rightarrow$	10 ⁻⁷	10 ⁻⁶	10 ⁻⁵	10 ⁻⁴	$f \downarrow \setminus R_i \rightarrow$	10 ⁻⁷	10 ⁻⁶	10 ⁻⁵	10 ⁻⁴	
1	-2,6	-2,6	-2,7	-4,1	1	-2,5	-2,6	-2,7	-4,2	
10	-9,1	-9,2	-11	-24	10	-9	-9,1	-11	-25	
100	-38	-39	-52	-101	100	-38	-39	-52	-104	
1000	-178	-185	-213	-231	1000	-178	-185	-215	-234	

Tableau III-5 : déphasages (°) obtenus avec les deux modèles en $M=125\mu m$ - $E=1000\mu m$ - f en Hz et R_i en $m^2 K/W$

La seconde phase de notre étude a consisté à calculer le déphasage du champ de température, avec le modèle éléments finis à deux inclusions, et à utiliser ces valeurs dans le programme d'estimation (le modèle étant à une seule inclusion) pour estimer R_i . On a pu, par ce procédé, obtenir les biais sur les mesures de R_i engendrés par la présence de la deuxième inclusion (le schéma de calcul est identique à la Figure III-16 en remplaçant le modèle analytique à deux inclusions par le code éléments finis 3D à deux inclusions).



Figure III-19 : Déphasages obtenus avec le modèle éléments finis pour deux inclusions écartées de $E=1000\mu m$, à f=1Hz

La Figure III-19 représente la distribution du déphasage à partir du centre de l'inclusion chauffée, suivant la direction x (direction des deux inclusions). On constate que le déphasage en valeur absolue augmente avec la résistance d'interface. On voit de plus nettement les parties associées aux inclusions, et les sauts de déphasages liés aux effets des résistances de contact.

Les résultats que l'on obtient finalement en faisant varier l'écartement E, la fréquence f et la résistance d'interface R_i , montrent une influence très importante de l'inclusion voisine sur l'estimation de R_i , cf. Tableau III-6. Il apparait que le fait d'augmenter la fréquence de modulation du laser ne corrige pas forcément les biais, et que la fréquence optimale serait à priori 100Hz, ou bien comprise entre 100 et 1000Hz. On a calculé les biais sur R_i pour plusieurs localisation M de la microsonde de mesure, M étant la distance en microns entre l'interface inclusion/matrice et le point de contact sonde/cuivre.

<i>f</i> =1Hz	$E \downarrow \setminus R_i \rightarrow$	10 ⁻⁷	10 ⁻⁶	10 ⁻⁵	10 ⁻⁴]	f=10Hz	$E \downarrow \setminus R_i \rightarrow$	10 ⁻⁷	10 ⁻⁶	10 ⁻⁵	10 ⁻⁴
	62,5	-10727	-894	90	11	[62,5	-2962	-117	32	3
	80	-7335	-554	76	8			80	-1922	-12	21	2
	100	-4948	-315	52	5			100	-1201	60	14	2
	125	-3195	-139	34	3			125	-684	88	9	1
25	150	-2132	-33	23	2		25	150	-379	58	6	1
=31,	180	-1373	44	15	2		=31,	180	-169	37	4	0
-W	200	-1056	75	12	1		M=	200	-86	28	3	0
	250	-575	76	7	1			250	34	16	1	0
	300	-319	51	5	0			300	92	10	1	0
	500	-23	21	2	0			500	61	6	0	0
	1000	3	19	1	0			1000	82	8	1	0
	62,5	-23411	-1951	67	-59			62,5	-6903	-425	-4	-53
	80	-15358	-1358	43	16			80	-4400	-261	47	5
	100	-9888	-810	98	10			100	-2703	-91	29	3
	125	-6070	-427	63	6			125	-1537	26	17	2
Ń	150	-3926	-212	41	4		Ń	150	-896	90	11	1
=62	180	-2466	-66	26	3		=62	180	-471	67	7	1
Μ	200	-1852	-5	20	2		Μ	200	-298	50	5	1
	250	-956	85	11	1			250	-56	25	2	0
	300	-524	72	7	1			300	52	15	1	0
	500	-38	23	2	0			500	53	5	0	0
	1000	19	17	1	0			1000	71	7	1	0
	125	-25153	-2113	73	-60			125	-7440	-474	-4	-54
	150	-9573	-551	-87	-77			150	-2509	21	-54	-60
	180	-8208	-641	85	9			180	-2183	-39	24	3
125	200	-5839	-404	61	6		125	200	-1463	166	17	2
M=	250	-2773	-97	30	3		M=	250	-556	76	8	1
	300	-1463	34	16	2			300	-187	39	4	0
	500	-151	34	3	0			500	62	6	0	0
	1000	47	15	1	0			1000	51	5	0	0

Tableau III-6 : erreurs en % sur l'estimation de R_i engendrées par la proximité d'une inclusion pour différentes fréquences, en fonction de l'écartement E entre les deux inclusions et de la valeur de la résistance thermique d'interface $R_i - M$ et E en μm et R_i en $m^2 K/W$

CHAPITRE III

Page | 134

f=100Hz	$E \downarrow \setminus R_i \rightarrow$	10 ⁻⁷	10⁻⁶	10 ⁻⁵	10 ⁻⁴		f=1000Hz	$E \downarrow \setminus R_i \rightarrow$	10 ⁻⁷	10 ⁻⁶	10 ⁻⁵	10 ⁻⁴
	62,5	-465	67	8	6			62,5	29	5	4	-
	80	-169	37	4	4			80	-61	-6	-2	-17
	100	20	18	2	2			100	-77	-9	-4	-29
	125	62	6	1	1			125	-44	-5	-3	-18
25	150	5	1	0	0		25	150	-1	0	0	-3
=31.	180	-22	-2	0	0		=31,	180	45	5	2	10
M	200	-26	-3	0	0		M	200	71	8	4	16
	250	-19	-2	0	0			250	90	13	6	24
	300	-6	-1	0	0			300	74	15	7	27
	500	43	4	0	0			500	68	16	7	28
	1000	74	7	1	1			1000	68	16	7	28
	62,5	-1648	58	-26	-			62,5	-398	32	-120	-
	80	-889	90	13	10			80	-18	28	14	44
	100	-383	59	7	6			100	4	1	2	5
	125	-60	26	3	3			125	-70	-8	-3	-26
Ś	150	97	10	1	1		M=62,5	150	-57	-7	-3	-23
=62	180	17	2	0	0			180	-8	-1	-1	-5
E	200	-10	-1	0	0			200	23	3	1	4
	250	-30	-3	0	0			250	80	9	4	18
	300	-23	-2	0	0			300	91	13	6	24
	500	30	3	0	0			500	74	15	7	27
	1000	69	7	1	1			1000	74	15	7	27
	125	-1797	46	-27	-			125	-461	38	-118	-
	150	-211	-6	-47	-			150	-288	-84	-667	-
	180	-227	43	5	4			180	-43	-4	-2	-135
125	200	-35	24	3	2		=125	200	-66	-8	-4	-26
M=	250	31	3	0	0		M=	250	-9	-1	-1	-6
	300	-22	-2	0	0			300	57	7	3	13
	500	7	1	0	0			500	81	14	6	26
	1000	62	6	1	0			1000	83	14	6	25



Figure III-20 : Biais sur l'estimation de R_i engendrée par la proximité d'une inclusion, en fonction de l'écartement et pour différentes fréquences $-R_i=10^{-5}m^2.K.W^{-1}-M=62,5\mu m$

On constate que pour des R_i comprises entre 10⁻⁶ et 10⁻⁵m².K.W⁻¹ (ordre de grandeur des résultats expérimentaux), et pour les écartements *E* moyens rencontrés dans nos échantillons (typiquement 100-200µm, cf. Figure III-21), il est indispensable de travailler à des fréquences supérieures ou égales à 100Hz afin de minimiser le biais sur l'estimation de R_i dû à la présence d'autres inclusions, Figure III-20.



Figure III-21 : Schéma des deux inclusions

III.6.3. Conclusions

Le dispositif de mesure par simple contact a permis de s'assurer de la faisabilité des mesures locales de R_i inclusion/matrice. Sur le plan expérimental, malgré la mobilité de notre microsonde thermique (déplacement en 3D permettant des mesures à de multiples endroits), les difficultés liées à la fabrication de la sonde et à la réalisation du contact sonde/matrice

nous ont amenés à modifier notre dispositif de mesure. Afin de s'assurer du contact intime entre les deux parties du thermocouple semi-intrinsèque, nous avons testé un système de soudure par ultrasons. Les fils utilisés sont des fils nus de chromel de diamètre égal à 12µm. Le fil à souder est placé sur la matrice (la surface est préalablement isolée avec de la bande adhésive), une pointe en tungstène vient appuyer sur l'extrémité du fil et envoie des ultrasons au travers du fil. Il se produit un frittage (accroche atomique) au point de contact. Un point de colle cyanolite est ensuite déposé sur la soudure afin de la renforcer et d'éviter que la soudure ne casse lors des manipulations, cf. Figure III-22.



Figure III-22 : soudés par ultrasons sur le composite cuivre/carbone – vue de dessus et vue latérale

Finalement, l'étude numérique 3D effectuée a permis de quantifier l'erreur sur l'estimation de R_i due à la proximité d'une autre inclusion. Un modèle plus complet sera développé en prenant plusieurs autres inclusions à proximité. La distribution des inclusions pourra s'inspirer de celle observée sur nos échantillons en traitant les photographies que nous avons à disposition. Cette étude sera menée via le code éléments finis Comsol® qui comme nous l'avons montré permet de travailler en régime périodique établi à l'aide de variables complexes.

CHAPITRE IV

Conclusions et perspectives

IV.1. Conclusions générales

Nous avons présenté dans ce manuscrit, les travaux que nous avons effectués durant cette thèse, travaux qui portaient sur l'analyse de la résistance thermique d'interface entre inclusion et matrice dans des matériaux composites bons conducteurs de chaleur.

Nous avons dédié un premier chapitre à une étude bibliographique sur le thème de la réalisation de composites bons conducteurs de chaleur, principalement à matrice polymère (PMCs) et à matrice métallique (MMCs). Nous avons présenté les principaux modèles thermiques qui permettent de prédire leur conductivité thermique effective ainsi que les dispositifs de microscopie thermique permettant la caractérisation de propriétés thermiques à l'échelle locale. Nous avons montré l'importance de R_i sur la conductivité des composites et avons constaté que les seuls valeurs trouvées dans la littérature sont déduites de mesures de conductivité effective. Les mesures à l'échelle locale de résistance thermique d'interface entre inclusion et matrice sont à leur tout début. Elles sont rendues difficiles en raison de la présence des résistances thermiques parasites sonde/matrice pour les méthodes de mesure par contact.

Les objectifs de cette thèse sont directement corrélés avec cette étude bibliographique, nous avons cherché à ce titre à développer des techniques de mesure de résistance thermique d'interface et à étudier l'effet de différents facteurs sur la valeur de R_i . Ces recherches étaient motivées par la nécessité de disposer de valeurs de R_i inclusion/matrice pour la prédiction de la conductivité effective à l'aide de modèles thermiques, mais aussi par la volonté de contribuer à la conception, à la mise au point et au développement des composites bons conducteurs de chaleur.

Sur le plan des techniques de mesures de R_i , nous avons pu mettre au point deux dispositifs. Nous avons développé une méthode à l'aide d'une technique de mesure éprouvée : la technique de type fil chaud, que nous avons associée à une procédure d'estimation de paramètres. Cette méthode de mesure a été utilisée sur des échantillons dimensionnés et réalisés par nos soins à partir de fils métalliques (fils de nickel de diamètre de l'ordre de quelques dizaines de microns) tendus dans une matrice polymère dans le but de mesure la R_i entre le fil et la matrice environnante. Les valeurs obtenues sont comprises entre 0,1.10⁻⁵ et 1,7. 10⁻⁵ m².K.W⁻¹. Au préalable, nous avons cherché à maitriser les aspects métrologiques liés à cette méthode en nous intéressant notamment :

- aux calculs de sensibilités : ces calculs ont montré la forte sensibilité à la conductivité thermique de la matrice polymère et la faible sensibilité à *R_i*, et ont permis d'optimiser la durée de chauffage utilisée lors de nos essais, *Δt*=10ms, afin de faciliter l'estimation de *R_i*;
- à l'estimation des biais de mesure : nous avons calculé l'effet des pertes thermiques axiales dans les fils sur la valeur de *R_i* et avons montré qu'elles sont fortement dépendantes de la longueur des fils et peuvent conduire dans le cas le plus défavorable à une erreur de 30% sur l'estimation de *R_i*;
- et enfin au calcul de l'erreur sur R_i due aux biais de mesure sur les propriétés thermiques et géométriques des échantillons : ces calculs ont permis de montrer que l'erreur sur la mesure du diamètre des fils et les résidus de température (bruit de mesure) sont les principales sources d'erreur, mais que cependant l'erreur totale sur l'estimation de R_i ne dépasse pas 28%.

Nous avons en parallèle mis au point un dispositif de mesure de R_i à micro-échelle. Celuici avait été développé lors de travaux précédents au Laboratoire de Thermocinétique par Dupuis qui avait obtenu des valeurs de R_i entre une fibre d'aluminium et une matrice polymère thermoplastique de l'ordre de 4.10^{-5} m².K.W⁻¹. Il s'agissait de relever le déphasage de la température via une microsonde thermique près de l'interface inclusion/matrice, l'inclusion étant chauffée par un faisceau laser modulé. Nous avons adapté ce dispositif au cas des matériaux composites à matrice métallique. L'objectif ici était double, il s'agissait en effet de diminuer d'une part les résistances de contact parasites sonde/matrice en utilisant une microsonde semi-intrinsèque et d'augmenter d'autre part la sensibilité à R_i en ayant une matrice plus conductrice (sensibilité à la conductivité thermique de la matrice plus faible). Nous avons ainsi pu réaliser des premières mesures sur un composite à matrice en cuivre avec des inclusions sphériques en carbone vitreux de diamètre moyen égal 250µm et avons obtenu une valeur moyenne de R_i égale à 6,1.10⁻⁵ m².K.W⁻¹. Nous n'avons pas pu durant cette thèse effectuer toutes les mesures souhaitées en raison de problèmes d'ordre technique que nous avons rencontré (modulation acousto-optique du laser défectueuse). Nous avons développé un modèle numérique 3D à plusieurs inclusions afin d'étudier l'effet sur la valeur de R_i de la proximité d'autres inclusions. Nous avons ainsi montré avec les premiers résultats obtenus que pour les fréquences de modulation du laser auxquelles les essais expérimentaux ont été réalisés, i.e. de 0,1 à 10Hz, l'erreur peut être significative, par exemple jusqu'à 30% d'erreur sur les mesures à 10Hz. Nous avons finalement constaté que la fréquence optimale de modulation se situe entre 100Hz et 1000Hz, une étude paramétrique plus poussée serait néanmoins nécessaire pour affiner ce résultat.

Sur le plan des mesures de résistances thermiques d'interface, nous avons pu étudier divers facteurs. Grâce aux échantillons de composites à matrice polymère, pour lesquels nous avons utilisé trois diamètres de fils de nickel (26,9, 55,8 et 122,9 μ m), nous avons pu étudier la dépendance de R_i avec le diamètre des fils. Cette dépendance se traduit par une proportionnalité entre R_i et le diamètre de fil pour les deux types de matrice employés (époxy et polypropylène). On a pu de plus observer que ces coefficients de proportionnalité augmentaient avec la température pour les échantillons en époxy et restaient constant pour les échantillons en polypropylène. Nous avons simultanément effectué des mesures de rugosité sur les fils de nickel à l'aide d'un profilomètre optique et avons constaté que plus le diamètre est important, plus la rugosité (sur la circonférence) des fils est élevée. Ces mesures vont dans le même sens que la dépendance de R_i au diamètre des fils.

A l'aide d'un dispositif adapté permettant de thermaliser nos échantillons à matrice polymère, nous avons aussi pu étudier l'effet de la température sur la valeur de R_i et ce pour deux types de matrice polymère (thermodurcissable et thermoplastique). Nous avons constaté que R_i augmente de façon linéaire avec la température dans le cas de la résine thermodurcissable (époxy) et que la pente dR_i/dT est d'autant plus forte que le diamètre de fil

est grand. Dans le cas des deux polymères thermoplastiques (éthylène-acétate de vinyle et polypropylène), nous avons observé une augmentation non monotone de R_i avec la température. Cette différence de comportement en température est liée à la nature des deux matériaux employés. En effet, la résine époxy a un comportement thermoélastique que nous avons pu vérifier à l'aide d'un modèle thermomécanique proposé par Timoshenko et Goodier [116], à l'interface nickel/époxy on observe alors un décollement lié aux dilatations différentielles, ce qui explique l'augmentation linéaire de la valeur de R_i avec la température. Par contre, les thermoplastiques, qui sont formés à des températures supérieures à celles des mesures, restent en contact avec le fil lorsque l'échantillon est chauffé. On observe dans ce cas une légère augmentation de R_i qui pourrait s'apparenter à celle obtenue lors d'un déchargement, c'est-à-dire une augmentation de type exponentielle de R_i lorsque la pression de contact diminue.

IV.2. Perspectives et travaux futurs

IV.2.1. Mesure de la résistance thermique d'interface dans les composites à matrice polymère

La perspective principale découlant de ce travail, et plus particulièrement des résultats obtenus, serait d'étudier le comportement de la conductivité d'un matériau composite constitué des mêmes matériaux que ceux de notre étude (matrice polymère+fils métalliques). On pourrait plus particulièrement intégrer aux modèles de prédiction de la conductivité effective les dépendances de la résistance thermique d'interface avec la température et le diamètre des fils et ainsi montrer leur effet sur la variation de la conductivité.

Pour le dispositif de type fil chaud, nous avons retenu deux améliorations majeures :

 On a constaté un effet important des pertes axiales pour les échantillons de polypropylène. Afin de les réduire, nous proposons deux solutions : la première consiste à modifier nos échantillons en ajoutant des fils de mesure additionnels afin de réaliser des mesures « trois fils » qui permettrait de s'affranchir des effets d'ailettes aux extrémités des échantillons. Nous avons déjà expérimenté cette solution mais avons été confronté à des problèmes de fabrication et à des problèmes de bruit de mesure importants. La seconde alternative serait d'utiliser un modèle thermique plus adapté qui prendrait notamment en compte les pertes axiales. Ce modèle est en cours de développement et est dérivé du modèle numérique 2D utilisé pour le calcul des pertes axiales.

La sensibilité a *R_i* est faible. Tout en conservant le même dispositif de mesure utilisé, nous proposons de non plus travailler avec un chauffage sous forme de double échelon, mais cette fois-ci d'utiliser une méthode périodique (type 3ω) afin d'augmenter la sensibilité à *R_i*.

IV.2.2. Mesure de la résistance thermique d'interface avec une technique microscopique dans les composites à matrice métallique

Nous prévoyons de continuer à travailler sur les mesures de R_i à micro-échelle à l'aide du dispositif développé. En effet, en raison des divers problèmes techniques rencontrés, nous n'avons pas pu éprouver ce dispositif, nous avions notamment prévu d'utiliser un amplificateur à détection synchrone numérique afin de réaliser les mesures de déphasage entre le laser modulé et la sonde thermique en augmentant la fréquence de modulation du laser.

Des fils de mesure plus fins devraient être utilisés pour les prochains essais, de manière à réduire la taille du volume de mesure. A noter que nous avons de plus amélioré le contact sonde/échantillon qui était le point faible majeur de notre dispositif, en soudant directement les fils de mesure sur la matrice en cuivre à l'aide d'une soudeuse à ultrasons. Ce protocole a déjà été expérimenté et a permis d'augmenter de manière significative la qualité du contact.

Nous avons de plus en cours de développement une procédure d'estimation améliorée qui utilise cette fois-ci non pas le modèle thermique calculé avec la méthode des quadripôles, mais un modèle numérique 3D similaire à celui développé. Ce modèle permettra ainsi de tenir compte de la géométrie réelle, et aussi des transferts thermiques en trois dimensions. On devrait ainsi s'affranchir des biais générés sur la mesure de R_i par la proximité des autres inclusions.

Le dispositif pourra aussi être éprouvé sur d'autres échantillons de composites, avec notamment des particules de diamant et de carbure de silicium. Nous étudierons en parallèle l'effet des traitements de surfaces sur les inclusions (dépôts de molybdène, de chrome).

IV.2.3. Validation possible des résultats des différentes méthodes de mesure utilisées

Sur le plan expérimental, il était prévu de couper en tranches les échantillons de composite polymère/fils de nickel qui ont permis de faire des mesure de R_i à l'aide de la méthode de type fil chaud, et d'observer ces tranches sous des microscopes thermiques afin de comparer les valeurs de R_i , cf. Figure IV-1. Faute de temps, ces essais n'ont pas pu être réalisés dans le cadre de cette thèse et seront réalisés ultérieurement. Notons que nous avons tout de même effectué des tests préliminaires de découpes. Lors de ces tests, nous nous sommes aperçus que le nickel étant plus dur que le polymère, il se situait après polissage dans un plan supérieur à la matrice, et que de plus la résine venait recouvrir l'interface. L'observation au microscope (optique et électronique à balayage) n'a de fait pas permis d'analyser l'interface nickel/polymère puisqu'une observation de celle-ci s'est avérée impossible.



Figure IV-1 : Validation du dispositif de microscopie à l'aide des échantillons fil de nickel/polymère

Une autre voie possible de validation serait de réaliser la mesure de la température à l'aide d'un dispositif sans contact, et d'utiliser ces mesures dans notre procédure d'estimation pour déterminer R_i . On pourrait par exemple utiliser une méthode de photoréflexion, ou une caméra infrarouge (les résolutions spatiales actuelles allant jusqu'à quelques microns - 4 à 10µm).

Notons de plus que certaines caméras permettent de travailler en modulé, les fréquences de travail allant jusqu'à quelques centaines de hertz (400Hz), ce qui conviendrait tout à fait à notre méthode de mesure et à nos échantillons, cf. III.6.2.

Il serait de plus intéressant de réaliser un matériau composite à partir d'une des résines polymères employées (par exemple l'époxy) et des fils de nickel. A partir de la mesure de la conductivité effective, et de la connaissance du diamètre et de la fraction volumique des inclusions, il serait alors possible de remonter à la valeur de la résistance thermique d'interface, en utilisant un modèle de prédiction de la conductivité effective.
CHAPITRE V

Annexes

V.1. Méthode d'inversion de Gaver-Stehfest

Le principe de la méthode Gaver (1966), améliorée par Stehfest (1970) est d'utiliser la propriété suivante de la distribution de Dirac, valable pour n'importe quelle fonction f(t):

$$f(t) = \int_{0}^{\infty} \delta(t - \lambda) f(\lambda) d\lambda$$
 (V.1)

Une fonction Δ -convergente $\delta_N(t, \lambda)$ est une approximation de la distribution impulsionnelle de Dirac. Elle vérifie donc l'expression suivante :

$$\lim_{N \to \infty} (\delta_N(t,\lambda)) = \delta(t-\lambda) \tag{V.2}$$

La fonction Δ -convergente particulière choisie par Stehfest s'écrit :

$$\delta_N(t,\lambda) = \sum_{j=1}^N u_j \frac{1}{t} \exp\left(-\frac{a_j\lambda}{t}\right)$$
(V.3)

Les coefficients u_j et a_j doivent être optimisés afin de minimiser l'écart entre les transformées de Laplace de $\delta_N(t, \lambda)$ et de la fonction $\delta(t - \lambda)$:

$$2\sum_{j=1}^{N} u_j K_0 \left(2\sqrt{a_j \lambda} \sqrt{p} \right) \cong \exp(-\lambda p)$$
(V.4)

Lorsque l'optimisation est effectuée, la fonction f(t) peut alors être calculée grâce à l'équation (V.1), en remplaçant $\delta(t - \lambda)$ par $\delta_N(t, \lambda)$:

$$f(t) \cong \int_{0}^{\infty} \delta_{N}(t,\lambda) f(\lambda) d\lambda = \frac{1}{t} \sum_{j=1}^{N} u_{j} \int_{0}^{\infty} f(\lambda) \exp\left(-\frac{a_{j}\lambda}{t}\right) d\lambda$$
(V.5)

Le terme intégrale apparaissant dans le membre de droite est tout simplement «F» la transformée de Laplace de f pour $p = a_j / t$:

$$f(t) \cong \frac{1}{t} \sum_{j=1}^{N} u_j F\left(\frac{a_j}{t}\right)$$
(V.6)

La technique d'inversion fût proposée par Stehfest en 1970, ce qui permet d'écrire l'équation (V.6) sous la forme :

$$f(t) \cong \frac{\ln(2)}{t} \sum_{j=1}^{N} V_j F\left(\frac{j \ln(2)}{t}\right)$$
(V.7)

Ce résultat fait intervenir les coefficients optimisés suivants :

$$a_j = j.\ln(2) \tag{V.8}$$

$$V_j = \frac{u_j}{\ln(2)} \tag{V.9}$$

Les termes V_j sont donnés pas la relation suivante, pour une valeur entière de N :

$$V_{j} = (-1)^{j+N/2} \sum_{k=\text{int}((j+1)/2)}^{\min(N/2,j)} \frac{k^{N/2}(2k)!}{(N/2-k)!k!(k-1)!(j-k)!(2k-j)!}$$
(V.10)

Voici les premiers termes de cette série en simple (dix termes) et double (vingt termes) précision :

$V_1 = 1/12$	$V_1 = -5,511463844797178e-6$	$V_{11} = -2,870209211471027e11$
$V_2 = -385/12$	V ₂ = 1,523864638447972e-1	$V_{12} = 6,829920102815115e11$
$V_3 = 1279$	$V_3 = -1,174654761904762e2$	$V_{13} = -1,219082330054374e12$
$V_4 = -46871/3$	V ₄ = 1,734244933862434e4	$V_{14} = 1,637573800842013e12$
$V_5 = 505465/6$	$V_5 = -9,228069289021164e5$	$V_{15} = -1,647177486836117e12$
$V_6 = -473915/2$	$V_6 = 2,377408778710318e7$	$V_{16} = 1,221924554444226e12$
$V_7 = 1127735/3$	<i>V</i> ₇ = -3,494211661953704e8	$V_{17} = -6,488065588175326e11$
$V_8 = -1020215/3$	<i>V</i> ₈ = 3,241369852231879e9	$V_{18} = 2,333166532137059e11$
$V_9 = 328125/2$	$V_9 = -2,027694830723779e10$	$V_{19} = -5,091380070546738e10$
$V_{10} = -65625/2$	$V_{10} = 8,946482982379724e10$	$V_{20} = 5,091380070546738e9$

Propriétés des différents constituants V.2.

Les propriétés thermophysiques des matériaux utilisés sont plus ou moins dépendantes de la température. Le Tableau V-1 résume les valeurs pour les différents matériaux utilisés à 20°C. Le détail par matériau est ensuite présenté dans les sections suivantes.

1	1 / 1					
Matériau	Nickel	Epoxy	EVA	PP	Cuivre	Carbone
Densité, kg.m ⁻³	8908	1147	930	921	8920	1420
Conductivité thermique, W.m ⁻¹ .K ⁻¹	90	0,224	0,271	0,3	360,9	6,3
Chaleur spécifique, J.kg ⁻¹ .K ⁻¹	455	1300	2538	1622	380	710
Coefficient de dilatation thermique,10 ⁻⁶ K ⁻¹	13,3	97	-	-	-	-

Tableau V-1 : Propriétés thermophysiques des matériaux utilisés à 20°C

V.2.1. Résine thermodurcissable : époxy

Nous avons utilisé une résine époxy industrielle bi-composante (Araldite LY5052+Aradur 5052 fournie par HUNTSMAN). Ce polymère fait partie de la famille des thermodurcissables, c'est-à-dire qu'une fois polymérisé, l'échantillon ne peut plus être transformé, il conservera sa géométrie et ses propriétés thermophysiques. La composition massique est de 100g d'Araldite pour 38g d'Aradur. Une fois le mélange effectué (≈5min) et après élimination des bulles d'air (\approx 20min), on dispose d'environ 2 à 3h pour l'injecter dans le moule.

Des mesures de conductivité et de chaleur spécifique ont été effectuées sur un échantillon de résine similaire à celle employée (type époxy) d'épaisseur 29,3mm. La conductivité thermique a été obtenue par plaque chaude gardée. La mesure de la chaleur massique a été effectuée sur une DSC Pyris 1, l'appareil étant au préalable étalonné sur un saphir synthétique.

Tableau V-2 : Conductivité ther	mique de	l'époxy en	fonction d	de la temp	érature	
Température, °C			25	40)	55
Conductivité thermique, W.m ⁻¹ .K ⁻¹			0,22	0,22	26	0,224
Tableau V-3 : Chaleur spécifi	que de l'é	époxy en fo	onction de	la tempéra	ature	
Température, °C	20	25	30	40	50	55
Chaleur massique, J.kg ⁻¹ .K ⁻¹	1300	1340	1380	1460	1540	1580

Le Tableau V-3 illustre une nette dépendance de la chaleur spécifique à la température, les données expérimentales permettant d'établir une relation de type fonction affine, cf. eq. (V.11).

$$Cp_{ép}(T)[J.kg^{-1}.K^{-1}] = 8.T[°C] + 1140$$
 (V.11)

Notons que la méthode analytique utilisée pour calculer la température moyenne dans le fil de nickel ne permet pas de traiter les non-linéarités, c'est-à-dire les variations des paramètres de calculs en fonction de la température. Le *Cp* de la résine utilisé dans nos calculs a donc été évalué à la température moyenne de chauffage.

V.2.2. Résines thermoplastiques : EVA et PP

Les autres polymères sont quant à eux des thermoplastiques industriels, de l'EVA¹ 2840 fourni par ELF ATOCHEM et du polypropylène HV252 fourni par SOLVAY, qui peuvent être mis en forme à volonté en les amenant à leur température de fusion. On obtient par calorimétrie de la même manière que pour l'époxy la chaleur massique de l'EVA et du PP. Pour l'EVA, on ne peut pas obtenir de régression, l'évolution étant assez complexe (en raison des multiples composants chimiques qui réagissent avec la température), cf. Figure V-1.



Figure V-1 : Cp de l'EVA obtenu par DSC en fonction de la température

¹ Ethylène-Acétate de Vinyle contenant 28% d'acétate de vinyle

On utilisera ainsi les valeurs suivantes pour nos calculs :

Tableau V-4 : Chaleur spécifique de l'EVA en fonction de la température							
Température, °C	21	41	51	61	71		
Chaleur massique, J.kg ⁻¹ .K ⁻¹	2509	2992	3087	3162	3290		

La mesure effectuée sur un morceau de PP issu d'un des échantillons réalisés peut se

$$Cp_{PP}(T)[J.kg^{-1}.K^{-1}] = 7,80011.T[\circ C] + 1466,1079$$
(V.12)

Nous utiliserons donc directement cette corrélation expérimentale, la température étant ici la température moyenne lors du chauffage ($T_m = T_{init} + \Delta T/2$). La densité est quant à elle déduite du volume spécifique qui est fonction de la température et de la pression. Sa mesure a été réalisé à l'aide d'un dilatomètre à piston SWO PVT100, en refroidissement isobare à 5°C/min, de 260 à 30°C, pour une gamme de pressions allant de 20 à 160 Mpa. Il suit l'équation expérimentale suivante, cf. Le Goff et al. [122] :

$$V_{pp}\left[cm^{3}/g\right] = 1,077 + 4,225.10^{-4}T$$
 (V.13)

V.2.3. Fils de nickel

résumer par l'équation suivante :

Les fils de nickel utilisés (fils étirés de pureté 99% fournis par GOODFELLOW) sont eux issus de trois bobines indiquant des diamètres nominaux de 25, 50 et 125µm. Des échantillons ont été prélevés dans ces mêmes bobines et nous avons effectué des relevés de diamètre sous microscope (10 pour chaque fil) à l'aide d'un réticule et d'un appareil de mesure associé, l'ensemble ayant une résolution égale à 0,1µm.

Tableau V-5 : Mesure des diamètres des fils de nickel – résultats moyennés sur 10mesures						
ϕ_{Ni} constructeur, μ m	25	50	125			
ϕ_{Ni} mesuré, μ m	26,93	55,77	122,89			

V.3. Calcul des tensions des ponts de Wheatstone

Un pont de Wheatstone a été dimensionné et réalisé pour chaque échantillon (soit sept ponts différents). Rappelons que deux critères sont importants pour la réalisation d'un pont de Wheatstone, l'équilibrage du pont et sa sensibilité. Il faut s'assurer dans un premier temps que les quatre branches du pont ont une résistance électrique voisine (quasi identique), la résistance R_4 du fil de nickel étant la référence (résistance préalablement mesurée à 20°C par une méthode quatre fils à l'aide d'un Keithley 2000). Il faut dans un deuxième temps faire en sorte que le produit ($R_2.R_4$) soit proche mais légèrement supérieur au produit ($R_1.R_3$), ceci afin d'avoir un déséquilibre initial V_0 positif et voisin de 0 Volts. En effet, lors de l'élévation de la température moyenne du fil de nickel, le produit ($R_2.R_4$) augmentera, la tension de déséquilibre V augmentera proportionnellement, cf. eq.(V.17), et sera, grâce au réglage initial, strictement positive.

En se reportant à la Figure II-6 de la section II.3.1, et en utilisant les équations de l'électricité, nous pouvons expliciter de manière simple les tensions qui seront mesurées, à savoir la tension d'alimentation du pont U et la tension de déséquilibre V, en fonction des paramètres connus du pont comme la tension de la pile U_{pile} , la résistance de réglage de l'intensité R, la résistance du transistor R_T ...

$$U_{pile} = \left(R + R_{pont} + R_T\right).i \tag{V.14}$$

$$R_{pont} = \frac{1}{\frac{1}{R_1 + R_2} + \frac{1}{R_3 + R_4}}$$
(V.15)

$$U = R_{pont} \cdot i = \frac{R_{pont} \cdot U_{pile}}{R + R_{pont} + R_T}$$
(V.16)

$$V = V_{23} - V_{34} = R_2 \cdot i_2 - R_3 \cdot i_1 = \frac{U \cdot R_2}{R_1 + R_2} - \frac{U \cdot R_3}{R_3 + R_4} = U \cdot \left[\frac{R_2 \cdot R_4 - R_1 \cdot R_3}{(R_1 + R_2) \cdot (R_3 + R_4)}\right]$$
(V.17)

$$P_4 = \frac{U_j^2}{R_4}$$
 (V.18)

On voit clairement apparaitre dans l'eq.(V.17) le rapport V/U en fonction des résistances

connues du pont R_1 , R_2 et R_3 et de la résistance de l'échantillon R_4 . R_4 varie avec la température, puisque le fil de nickel est chauffé par effet Joule, il convient donc d'utiliser la formule suivante : $R_4 = R_4^{T_i} \left[1 + \alpha_{Ni} \cdot (T_j - T_i) \right]$, $R_4^{T_i}$ étant la valeur de la résistance électrique à la température initiale avant le chauffage. R_1 , R_2 et R_3 étant constantes. On mesure ainsi directement la variation de résistance de l'échantillon, donc sa température, par le biais de la mesure du rapport V/U.

V.4. Etalonnage des ponts de Wheatstone des échantillons fils de nickel/polymères

Nous avons reporté dans cette section toutes les lois d'étalonnage obtenues pour les trois types de matrice (époxy, EVA et PP) et pour les trois diamètres de fil de nickel (26,9, 55,8 et $122,9\mu m$).



Figure V-2 : Etalonnage de l'échantillon d'époxy avec le fil de 26,9µm



Figure V-3 : Etalonnage de l'échantillon d'époxy avec le fil de 55,8µm



Figure V-4 : Etalonnage de l'échantillon d'époxy avec le fil de 122,9µm



Figure V-5 : Etalonnage de l'échantillon d'EVA avec le fil de nickel 55,8µm



Figure V-6 : Etalonnage de l'échantillon de PP avec le fil de nickel 26,9µm



Figure V-7 : Etalonnage de l'échantillon de PP avec le fil de nickel 55,8µm



Figure V-8 : Etalonnage de l'échantillon de PP avec le fil de nickel 122,9µm

V.5. Etude de reproductibilité

Les mesures de résistances thermiques d'interface inclusion/matrice que nous avons effectuées sont rassemblées ici. Toutes les configurations étudiées ont fait l'objet de séries de cinq tests, afin d'étudier la reproductibilité des mesures. Pour chaque test, le tableau résume les principaux paramètres et résultats issus de l'estimation par la méthode inverse, à savoir la durée de chauffage programmée Δt , l'amplitude du chauffage ΔT , les deux paramètres estimés

	Tableau V-0	5 : Résultats de l	'estimation de l	$R_i et \lambda_{ep} - fil 26$	9µm – Epoxy	
T _i	Δt	Test	ΔT	R_i , 10 ⁻⁵	$\lambda_{ m ep}$	$\delta_{RMS}*$
°C	(ms)	n°	°C	$m^{2}.K.W^{-1}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	°C
20	5	1	2,03	0,34	0,20	0,01
20	5	2	2,04	0,31	0,20	0,01
20	5	3	2,06	0,30	0,19	0,01
20	5	4	2,06	0,29	0,19	0,01
20	5	5	2,06	0,40	0,20	0,01
		Moyennes	2,05	0,33	0,19	0,01
			Ecart type	0,04	0,004	
T _i	Δt	Test	ΔT	$R_i, 10^{-5}$	$\lambda_{ m ep}$	δ_{RMS}
°C	(ms)	n°	°C	$m^{2}.K.W^{-1}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	°C
20	10	1	2,09	0,40	0,21	0,01
20	10	2	2,09	0,39	0,21	0,01
20	10	3	2,07	0,37	0,21	0,01
20	10	4	2,11	0,37	0,21	0,01
20	10	5	2,08	0,37	0,21	0,01
		Moyennes	2,09	0,38	0,21	0,01
			Ecart type	0,01	0,001	
T _i	Λt	Test	۸T	R . 10 ⁻⁵	2	2
		1030	$\Delta 1$	$K_1, 10$	Nep	ORMS
°C	(ms)	n°	°C	$m^{2}.K.W^{-1}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	°C
°C 20	(ms) 15	<u>n°</u> 1	°C 1,98	$\frac{m^2.K.W^{-1}}{0.31}$	W.m ⁻¹ .K ⁻¹ 0,20	°C 0,01
°C 20 20	(ms) 15 15	<u>n°</u> 1 2	°C 1,98 1,98		W.m ⁻¹ .K ⁻¹ 0,20 0,20	°C 0,01 0,01
°C 20 20 20	(ms) 15 15 15	n° 1 2 3	°C 1,98 1,98 1,98	$ \begin{array}{r} R_{1}, 10 \\ m^{2}.K.W^{-1} \\ 0,31 \\ 0,31 \\ 0,31 \\ 0,31 \\ \end{array} $	W.m ⁻¹ .K ⁻¹ 0,20 0,20 0,20 0,20	0 _{RMS} °C 0,01 0,01 0,01
°C 20 20 20 20 20	(ms) 15 15 15 15	n° 1 2 3 4	°C 1,98 1,98 1,98 1,98 1,99	$\begin{array}{r} \text{K}_{\text{I}}, 10 \\ \hline \text{m}^2.\text{K}.\text{W}^{-1} \\ \hline 0,31 \\ 0,31 \\ 0,31 \\ 0,31 \end{array}$	W.m ⁻¹ .K ⁻¹ 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20	^o C 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01
°C 20 20 20 20 20 20	(ms) 15 15 15 15 15 15	n° 1 2 3 4 5	°C 1,98 1,98 1,98 1,99 1,99 1,98	$\begin{array}{r} R_{1}, 10 \\ \hline m^{2}.K.W^{-1} \\ 0,31 \\ 0,31 \\ 0,31 \\ 0,31 \\ 0,32 \end{array}$	W.m ⁻¹ .K ⁻¹ 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20	ORMS °C 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01
°C 20 20 20 20 20 20	(ms) 15 15 15 15 15 15	n° 1 2 3 4 5 Moyennes	°C 1,98 1,98 1,98 1,98 1,99 1,98 1,98	$\begin{array}{r} R_{1}, 10 \\ \hline m^{2}.K.W^{-1} \\ \hline 0,31 \\ 0,31 \\ 0,31 \\ 0,31 \\ 0,32 \\ \hline 0,31 \\ 0,31 \\ 0,31 \\ \hline 0,31 \\ 0,31 \\ \hline \end{array}$	W.m ⁻¹ .K ⁻¹ 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20	ORMS °C 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01
°C 20 20 20 20 20 20	(ms) 15 15 15 15 15 15	n° 1 2 3 4 5 Moyennes	°C 1,98 1,98 1,98 1,99 1,99 1,98 1,98 1,98	$\begin{array}{r} R_{1}, 10\\ \hline m^{2}.K.W^{-1}\\ \hline 0,31\\ 0,31\\ 0,31\\ 0,31\\ 0,32\\ \hline 0,32\\ \hline 0,31\\ 0,004\\ \end{array}$	Kep W.m ⁻¹ .K ⁻¹ 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20	ORMS °C 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01
°C 20 20 20 20 20	(ms) 15 15 15 15 15 15	n° 1 2 3 4 5 Moyennes	°C 1,98 1,98 1,98 1,99 1,99 1,98 1,98 Ecart type	$\begin{array}{r} R_{1}, 10 \\ \hline m^{2}.K.W^{-1} \\ 0,31 \\ 0,31 \\ 0,31 \\ 0,31 \\ 0,32 \\ \hline 0,31 \\ 0,31 \\ 0,32 \\ \hline 0,31 \\ 0,004 \\ \end{array}$	W.m ⁻¹ .K ⁻¹ 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20	ORMS °C 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01
°С 20 20 20 20 20 20	(ms) 15 15 15 15 15 15	n° 1 2 3 4 5 Moyennes Test	ΔT °C 1,98 1,98 1,98 1,99 1,98 1,98 1,98 Ecart type	$\begin{array}{c} R_{i}, 10\\ \hline m^{2}.K.W^{-1}\\ \hline 0,31\\ 0,31\\ 0,31\\ 0,31\\ 0,32\\ \hline 0,31\\ 0,32\\ \hline 0,31\\ 0,004\\ \hline \\ R_{i}, 10^{-5}\\ \end{array}$	$\begin{array}{c} \lambda_{ep} \\ \hline W.m^{-1}.K^{-1} \\ \hline 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ \hline 0,20 \\ 0,20 \\ \hline 0,20 \\ \hline 0,20 \\ \hline 0,002 \\ \hline \\ \lambda_{ep} \end{array}$	δ _{RMS} °C 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01
°С 20 20 20 20 20 20	(ms) 15 15 15 15 15 15 15 15 Δt (ms)	n° 1 2 3 4 5 Moyennes Test n°	°C 1,98 1,98 1,98 1,99 1,98 1,98 1,98 1,98 1,98 1,98 1,98 1,98 1,98 1,98 1,98 C	$\begin{array}{c} R_{i}, 10\\ \hline m^{2}.K.W^{-1}\\ 0,31\\ 0,31\\ 0,31\\ 0,31\\ 0,32\\ \hline 0,31\\ 0,004\\ \hline \\ R_{i}, 10^{-5}\\ m^{2}.K.W^{-1}\\ \end{array}$	$\frac{\lambda_{ep}}{W.m^{-1}.K^{-1}}$ 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,20 0,2	δ _{RMS} °C 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01
°С 20 20 20 20 20 20 20 20 20 35	(ms) 15 15 15 15 15 15 15 15 15 15	n° 1 2 3 4 5 Moyennes Test n° 1	°C 1,98 1,98 1,98 1,99 1,98 1,98 1,98 1,98 1,98 1,98 1,98 2,02	$\begin{array}{c} R_{i}, 10 \\ \hline m^{2}.K.W^{-1} \\ \hline 0,31 \\ 0,31 \\ 0,31 \\ 0,31 \\ 0,32 \\ \hline 0,31 \\ 0,004 \\ \hline \\ R_{i}, 10^{-5} \\ \hline m^{2}.K.W^{-1} \\ \hline 0,56 \\ \end{array}$	$\begin{array}{c} \lambda_{ep} \\ W.m^{-1}.K^{-1} \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,002 \\ \hline \\ \lambda_{ep} \\ W.m^{-1}.K^{-1} \\ 0,19 \\ \end{array}$	δ _{RMS} °C 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01
°С 20 20 20 20 20 20 20 20 20 20 20 20 20	(ms) 15 15 15 15 15 15 15 15 15 10 10 10	n° 1 2 3 4 5 Moyennes Test n° 1 2	°C 1,98 1,98 1,98 1,99 1,98 1,98 1,98 1,98 1,98 2,02 1,99	$\begin{array}{c} R_{i}, 10\\ \hline m^{2}.K.W^{-1}\\ \hline 0,31\\ 0,31\\ 0,31\\ 0,31\\ 0,32\\ \hline 0,31\\ 0,32\\ \hline 0,31\\ 0,004\\ \hline \\ R_{i}, 10^{-5}\\ \hline m^{2}.K.W^{-1}\\ \hline 0,56\\ 0,51\\ \hline \end{array}$	$\begin{array}{c} \lambda_{ep} \\ W.m^{-1}.K^{-1} \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,002 \\ \hline \\ \lambda_{ep} \\ W.m^{-1}.K^{-1} \\ 0,19 \\ 0,19 \\ 0,19 \\ \end{array}$	δ _{RMS} °C 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01
°С 20 20 20 20 20 20 20 20 20 20 20 20 20	(ms) 15 15 15 15 15 15 15 10 10 10 10 10		°C 1,98 1,98 1,98 1,99 1,98 1,98 1,98 1,98 1,98 2,02 1,99 1,99 1,99	$\begin{array}{c} R_{i}, 10 \\ m^{2}.K.W^{-1} \\ 0,31 \\ 0,31 \\ 0,31 \\ 0,31 \\ 0,32 \\ \hline 0,31 \\ 0,32 \\ \hline 0,31 \\ 0,004 \\ \hline \\ R_{i}, 10^{-5} \\ m^{2}.K.W^{-1} \\ \hline 0,56 \\ 0,51 \\ 0,38 \\ \hline \end{array}$	$\begin{array}{c} \lambda_{ep} \\ W.m^{-1}.K^{-1} \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,002 \\ \hline \\ \lambda_{ep} \\ W.m^{-1}.K^{-1} \\ 0,19 \\ 0,19 \\ 0,20 \\ \hline \end{array}$	δ _{RMS} °C 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01
°C 20 20 20 20 20 20 20 20 20 20	$\frac{(ms)}{15} \\ 15 \\ 15 \\ 15 \\ 15 \\ 15 \\ 15 \\ 10 \\ 10$		°C 1,98 1,98 1,98 1,99 1,98 1,98 1,98 1,98 2,02 1,99 1,99 1,98 2,02 1,99 1,99 1,99 2,02 1,99 2,02	$\begin{array}{c} R_{i}, 10 \\ m^{2}.K.W^{-1} \\ 0,31 \\ 0,31 \\ 0,31 \\ 0,31 \\ 0,32 \\ 0,31 \\ 0,004 \\ \hline \\ R_{i}, 10^{-5} \\ m^{2}.K.W^{-1} \\ 0,56 \\ 0,51 \\ 0,38 \\ 0,56 \\ 0,56 \\ \hline \end{array}$	$\begin{array}{c} \lambda_{ep} \\ W.m^{-1}.K^{-1} \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,002 \\ \hline \\ \lambda_{ep} \\ W.m^{-1}.K^{-1} \\ 0,19 \\ 0,19 \\ 0,20 \\ 0,19 \\ 0,20 \\ 0,19 \\ 0,19 \\ 0,20 \\ 0,19 \\$	δ _{RMS} °C 0,01
°С 20 20 20 20 20 20 20 20 20 20	(ms) 15 15 15 15 15 15 15 15 10 10 10 10 10 10 10 10 10	$ \begin{array}{r} n^{\circ} \\ 1 \\ 2 \\ 3 \\ 4 \\ 5 \\ Moyennes \end{array} $ $ Test \\ n^{\circ} \\ 1 \\ 2 \\ 3 \\ 4 \\ 5 \\ 5 \end{array} $	°C 1,98 1,98 1,98 1,99 1,98 1,98 1,98 1,98 2,02 1,99 1,99 2,02 1,99 2,02 1,99 2,02 1,99 2,02 2,09	$\begin{array}{c} R_{i}, 10\\ \hline m^{2}.K.W^{-1}\\ \hline 0,31\\ 0,31\\ 0,31\\ 0,31\\ 0,32\\ \hline 0,31\\ 0,32\\ \hline 0,31\\ 0,004\\ \hline \\ R_{i}, 10^{-5}\\ \hline m^{2}.K.W^{-1}\\ \hline 0,56\\ 0,51\\ 0,38\\ 0,56\\ 0,41\\ \hline \end{array}$	$\begin{array}{c} \lambda_{ep} \\ W.m^{-1}.K^{-1} \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,002 \\ \hline \\ \lambda_{ep} \\ W.m^{-1}.K^{-1} \\ 0,19 \\ 0,19 \\ 0,20 \\ 0,19 \\ 0,21 \\ \hline \\ 0,21 \\ \hline \end{array}$	δ _{RMS} °C 0,01
°C 20 20 20 20 20 20 20 20 20 20	$\frac{(ms)}{15} \\ 15 \\ 15 \\ 15 \\ 15 \\ 15 \\ 15 \\ 10 \\ 10$	$ \begin{array}{r} n^{\circ} \\ \hline n^{\circ} \\ \hline 1 \\ 2 \\ 3 \\ 4 \\ 5 \\ \hline Moyennes \\ \hline \end{array} $ $ \begin{array}{r} Test \\ n^{\circ} \\ \hline 1 \\ 2 \\ 3 \\ 4 \\ 5 \\ \hline Moyennes \\ \hline \end{array} $	°C 1,98 1,98 1,98 1,99 1,98 1,98 1,98 1,98 2,02 1,99 1,99 2,02 1,99 2,02 2,02 2,02 2,02 2,02 2,02 2,02 2,02 2,02 2,02	$\begin{array}{c} R_{i}, 10 \\ m^{2}.K.W^{-1} \\ 0,31 \\ 0,31 \\ 0,31 \\ 0,31 \\ 0,32 \\ \hline 0,31 \\ 0,004 \\ \hline \\ R_{i}, 10^{-5} \\ m^{2}.K.W^{-1} \\ 0,56 \\ 0,51 \\ 0,38 \\ 0,56 \\ 0,41 \\ \hline 0,48 \\ \hline \\ 0,48 \\ \hline \end{array}$	$\begin{array}{c} \lambda_{ep} \\ W.m^{-1}.K^{-1} \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,002 \\ \hline \\ \lambda_{ep} \\ W.m^{-1}.K^{-1} \\ 0,19 \\ 0,19 \\ 0,20 \\ 0,19 \\ 0,21 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ \hline \\ 0,20 \\ 0,20 \\ \hline 0,20 \\ \hline \\ 0,20 \\ \hline \\ 0,20 \\ \hline 0,20 \\ 0$	δ _{RMS} °C 0,01 0,005 0,005 0,005 0,005 0,005

 R_i et λ_{ep} , les résidus RMS de l'estimation δ_{RMS} et les moyennes et écarts types des paramètres.

T _i	Δt	Test	ΔΤ	$R_i, 10^{-5}$	λ_{ep}	δ_{RMS}
°C	(ms)	n°	°C	$m^{2}.K.W^{-1}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	°C
50	10	1	2,08	0,46	0,20	0,01
50	10	2	2,14	0,44	0,22	0,01
50	10	3	2,05	0,53	0,20	0,01
50	10	4	2,13	0,63	0,22	0,01
50	10	5	2,08	0,57	0,20	0,01
		Moyennes	2,10	0,53	0,21	0,01
			Ecart type	0,08	0,01	

Tableau V-7 : Résultats de l'estimation de R_i et λ_{ep} -fil 55,8 μ m – Epoxy

T_i	Δt	Test	ΔT	R_i , 10 ⁻⁵	$\lambda_{ m ep}$	$\delta_{\rm RMS}$
°C	(ms)	n°	°C	$m^{2}.K.W^{-1}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	°C
20	5	1	2,11	0,52	0,21	0,007
20	5	2	2,11	0,52	0,19	0,009
20	5	3	2,14	0,56	0,20	0,007
20	5	4	2,16	0,60	0,20	0,006
20	5	5	2,10	0,60	0,21	0,007
		Moyennes	2,12	0,56	0,20	0,007
			Ecart type	0,04	0,01	
T _i	Δt	Test	ΔΤ	R _i , 10 ⁻⁵	λ_{ep}	δ_{RMS}
°C	(ms)	n°	°C	$m^{2}.K.W^{-1}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	°C
20	10	1	2,14	0,55	0,20	0,01
20	10	2	2,15	0,55	0,20	0,01
20	10	3	2,14	0,56	0,20	0,01
20	10	4	2,15	0,59	0,22	0,01
20	10	5	2,15	0,59	0,22	0,01
		Moyennes	2,15	0,57	0,21	0,01
			Ecart type	0,02	0,01	
T _i	Δt	Test	ΔT	R_i , 10 ⁻⁵	λ_{ep}	δ_{RMS}
°C	(ms)	n°	°C	$m^{2}.K.W^{-1}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	°C
20	15	1	2,12	0,56	0,20	0,005
20	15	2	2,12	0,61	0,21	0,004
20	15	3	2,12	0,61	0,20	0,006
20	15	4	2,12	0,61	0,20	0,005
20	15	5	2,12	0,62	0,21	0,006
		Moyennes	2,12	0,60	0,20	0,005
			Ecart type	0,03	0,004	

T _i	Δt	Test	ΔΤ	R_i , 10 ⁻⁵	λ_{ep}	δ_{RMS}
°C	(ms)	n°	°C	$m^{2}.K.W^{-1}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	°C
35	10	1	2,08	0,67	0,20	0,01
35	10	2	2,07	0,77	0,22	0,00
35	10	3	2,09	0,74	0,21	0,01
35	10	4	2,08	0,62	0,19	0,01
35	10	5	2,07	0,65	0,20	0,01
		Moyennes	2,08	0,69	0,20	0,01
			Ecart type	0,06	0,01	
T _i	Δt	Test	ΔT	R_i , 10 ⁻⁵	λ_{ep}	$\delta_{\rm RMS}$
°C	(ms)	n°	°C	$m^{2}.K.W^{-1}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	°C
50	10	1	1,97	0,93	0,20	0,01
50	10	2	1,97	0,89	0,20	0,01
50	10	3	1,94	0,82	0,19	0,01
50	10	4	1,96	1,02	0,21	0,01
50	10	5	1,98	0,84	0,19	0,01
		Moyennes	1,96	0,90	0,20	0,01
		-	Ecart type	0,08	0,01	·

Tableau V-8 : Résultats de l'estimation de R_i et λ_{ep} -fil 122,9 μ m – Epoxy

Ti	Δt	Test	ΔT	R_i , 10 ⁻⁵	$\lambda_{ m ep}$	$\delta_{\rm RMS}$
°C	(ms)	n°	°C	$m^{2}.K.W^{-1}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	°C
20	5	1	2,08	0,97	0,19	0,008
20	5	2	2,08	0,96	0,19	0,008
20	5	3	2,11	0,91	0,20	0,006
20	5	4	2,09	0,88	0,20	0,007
20	5	5	2,10	1,13	0,22	0,006
		Moyennes	2,09	0,97	0,20	0,007
			Ecart type	0,10	0,01	
T_i	Δt	Test	ΔT	R_i , 10 ⁻⁵	$\lambda_{ m ep}$	δ_{RMS}
T₁ ℃	Δt (ms)	Test n°	ΔT °C	$R_i, 10^{-5}$ m ² .K.W ⁻¹	λ_{ep} W.m ⁻¹ .K ⁻¹	δ_{RMS} °C
$\frac{\overset{\text{T}_{i}}{\circ C}}{20}$	Δt (ms) 10	Test <u>n°</u> 1	ΔT °C 2,05	$\frac{R_{i}, 10^{-5}}{m^{2}.K.W^{-1}}$ 0,73	$\frac{\lambda_{ep}}{W.m^{-1}.K^{-1}}$ 0,20	δ _{RMS} °C 0,005
	Δt (ms) 10 10	Test n° 1 2	ΔT °C 2,05 2,05	$\begin{array}{c} R_{i}, 10^{-5} \\ \underline{m^{2}.K.W^{-1}} \\ 0,73 \\ 0,83 \end{array}$	$\begin{array}{c} \lambda_{ep} \\ \hline W.m^{-1}.K^{-1} \\ 0,20 \\ 0,20 \end{array}$	δ _{RMS} °C 0,005 0,005
	Δt (ms) 10 10 10	Test 1 3	ΔT °C 2,05 2,05 2,04	$\begin{array}{c} R_{i}, 10^{-5} \\ \underline{m^{2}.K.W^{-1}} \\ 0,73 \\ 0,83 \\ 0,92 \end{array}$	$\begin{array}{c} \lambda_{ep} \\ \hline W.m^{-1}.K^{-1} \\ \hline 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \end{array}$	$\frac{\delta_{RMS}}{^{\circ}C} \\ 0,005 \\ 0,005 \\ 0,006 \\ $
	Δt (ms) 10 10 10 10 10	Test n° 1 2 3 4	ΔT °C 2,05 2,05 2,04 2,04	$\begin{array}{c} R_{i}, 10^{-5} \\ \underline{m^{2}.K.W^{-1}} \\ 0,73 \\ 0,83 \\ 0,92 \\ 0,88 \end{array}$	$\begin{array}{c} \lambda_{ep} \\ \hline W.m^{-1}.K^{-1} \\ \hline 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ \end{array}$	$\begin{array}{c} \delta_{RMS} \\ ^{\circ}C \\ 0,005 \\ 0,005 \\ 0,006 \\ 0,005 \end{array}$
	Δt (ms) 10 10 10 10 10 10	Test <u>n°</u> 1 2 3 4 5	ΔT °C 2,05 2,05 2,04 2,04 2,04 2,04	$\begin{array}{c} R_{i}, 10^{-5} \\ \hline m^{2}.K.W^{-1} \\ \hline 0,73 \\ 0,83 \\ 0,92 \\ 0,88 \\ 0,99 \\ \end{array}$	$\begin{array}{c} \lambda_{ep} \\ \hline W.m^{-1}.K^{-1} \\ \hline 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ \end{array}$	$\begin{array}{c} \delta_{RMS} \\ ^{\circ}C \\ \hline 0,005 \\ 0,005 \\ 0,006 \\ 0,005 \\ 0,005 \\ 0,005 \end{array}$
T _i °C 20 20 20 20 20 20 20	Δt (ms) 10 10 10 10 10 10	$ Test n^{\circ} 1 2 3 4 5 Moyennes $	ΔT °C 2,05 2,05 2,04 2,04 2,04 2,04 2,05	$\begin{array}{c} R_{i}, 10^{-5} \\ m^{2}.K.W^{-1} \\ \hline 0,73 \\ 0,83 \\ 0,92 \\ 0,88 \\ 0,99 \\ \hline 0,87 \\ \end{array}$	$\begin{array}{c} \lambda_{ep} \\ \hline W.m^{-1}.K^{-1} \\ \hline 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ 0,20 \\ \hline 0,20 \\ 0,20 \\ \hline 0,20 \\ \hline 0,20 \\ \hline \end{array}$	$\begin{array}{c} \delta_{RMS} \\ \circ C \\ 0,005 \\ 0,005 \\ 0,006 \\ 0,005 \\ 0,005 \\ 0,005 \\ 0,005 \end{array}$

T _i	Δt	Test	ΔT	R_i , 10 ⁻⁵	λ_{ep}	δ_{RMS}
°C	(ms)	n°	°C	$m^{2}.K.W^{-1}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	°C
20	15	1	2,03	0,73	0,20	0,006
20	15	2	2,03	0,72	0,20	0,006
20	15	3	2,03	0,84	0,20	0,006
20	15	4	2,03	0,72	0,20	0,006
20	15	5	2,03	0,70	0,20	0,006
		Moyennes	2,03	0,7	0,20	0,006
			Ecart type	0,05	0,001	
T _i	Δt	Test	ΔT	R_i , 10 ⁻⁵	λ_{ep}	δ_{RMS}
°C	(ms)	n°	°C	$m^{2}.K.W^{-1}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	°C
35	10	1	2,10	1,29	0,20	0,002
35	10	2	2,10	1,24	0,20	0,002
35	10	3	2,10	1,25	0,20	0,002
35	10	4	2,09	1,36	0,20	0,002
35	10	5	2,09	1,24	0,20	0,003
		Moyennes	2,10	1,3	0,20	0,002
			Ecart type	0,05	0,002	
T _i	Δt	Test	ΔT	R_i , 10 ⁻⁵	λ_{ep}	δ_{RMS}
°C	(ms)	n°	°C	$m^{2}.K.W^{-1}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	°C
50	10	1	2,11	1,67	0,23	0,007
50	10	2	2,10	1,56	0,19	0,006
50	10	3	2,10	1,67	0,18	0,007
50	10	4	2,09	1,60	0,18	0,008
50	10	5	2,09	1,64	0,21	0,007
		Moyennes	2,10	1,6	0,20	0,007
			Ecart type	0,05	0,02	

Tableau V-9 : Résultats de l'estimation de R_i et λ_{ep} -fil 55,8 μ m – EVA

T _i	Δt	Test	ΔT	$R_i, 10^{-5}$	λ_{EVA}	δ_{RMS}
°C	(ms)	n°	°C	$m^{2}.K.W^{-1}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	°C
20	10	1	2,02	0,292	0,220	0,012
20	10	2	2,05	0,289	0,218	0,013
20	10	3	2,05	0,288	0,218	0,013
20	10	4	2,04	0,283	0,221	0,013
20	10	5	2,05	0,303	0,218	0,013
		Moyennes	2,04	0,291	0,219	0,013
			Ecart type	0,007	0,001	

T _i	Δt	Test	ΔT	R_i , 10 ⁻⁵	λ_{EVA}	δ_{RMS}
°C	(ms)	n°	°C	$m^{2}.K.W^{-1}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	°C
40	10	1	2,09	0,318	0,206	0,016
40	10	2	2,11	0,317	0,202	0,019
40	10	3	2,13	0,318	0,201	0,019
40	10	4	2,11	0,317	0,201	0,017
40	10	5	2,12	0,328	0,207	0,017
		Moyennes	2,11	0,320	0,203	0,018
			Ecart type	0,005	0,003	
T _i	Δt	Test	ΔΤ	R_i , 10 ⁻⁵	λ_{EVA}	δ_{RMS}
°C	(ms)	n°	°C	$m^{2}.K.W^{-1}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	°C
50	10	1	2,14	0,333	0,203	0,024
50	10	2	2,10	0,329	0,203	0,020
50	10	3	2,14	0,322	0,201	0,024
50	10	4	2,12	0,344	0,202	0,023
50	10	5	2,12	0,310	0,201	0,025
		Moyennes	2,13	0,328	0,202	0,023
		-	Ecart type	0,013	0,001	
Ti	Δt	Test	ΔΤ	$R_i, 10^{-5}$	$\lambda_{ m EVA}$	δ_{RMS}
°C	(ms)	n°	°C	$m^{2}.K.W^{-1}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	°C
60	10	1	2,14	0,324	0,201	0,025
60	10	2	2,13	0,328	0,198	0,027
60	10	3	2,18	0,323	0,202	0,028
60	10	4	2,12	0,332	0,198	0,026
60	10	5	2,17	0,336	0,196	0,027
		Moyennes	2,15	0,328	0,199	0,027
		2	Ecart type	0,006	0,002	,
			~ * *			
T _i	Δt	Test	ΔT	R_i , 10 ⁻⁵	λ_{EVA}	δ_{RMS}
°C	(ms)	n°	°C	$m^{2}.K.W^{-1}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	°C
70	10	1	2,20	0,347	0,180	0,028
70	10	2	2,19	0,319	0,181	0,030
70	10	3	2,22	0,341	0,183	0,031
70	10	4	2,23	0,353	0,179	0,033
	10					
70	10	5	2,16	0,343	0,184	0,029
70	10	5 Moyennes	2,16	0,343 0,340	0,184 0,181	0,029 0,030
70	10	5 Moyennes	2,16 2,20 Ecart type	0,343 0,340 0,013	0,184 0,181 0,002	0,029 0,030

	Tubicuu i	10. Resultuis a	e i estimation a	$e R_i e R_{ep} \int f f^2$	20,7µm 11	
T _i	Δt	Test	ΔT	R_i , 10 ⁻⁵	$\lambda_{ m PP}$	δ_{RMS}
°C	(ms)	n°	°C	$m^{2}.K.W^{-1}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	°C
20	10	1	2,10	0,127	0,271	0,005
20	10	2	2,11	0,125	0,270	0,004
20	10	3	2,11	0,125	0,270	0,005
20	10	4	2,13	0,126	0,269	0,005
20	10	5	2,10	0,125	0,270	0,006
		Moyennes	2,11	0,126	0,270	0,005
			Ecart type	0,001	0,001	
Ti	Δt	Test	ΔΤ	R_i , 10 ⁻⁵	λ_{PP}	δ_{RMS}
°C	(ms)	n°	°C	$m^{2}.K.W^{-1}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	°C
35	10	1	2,17	0,131	0,286	0,007
35	10	2	2,18	0,133	0,275	0,006
35	10	3	2,19	0,126	0,285	0,008
35	10	4	2,18	0,132	0,285	0,006
35	10	5	2,18	0,133	0,265	0,008
		Moyennes	2,18	0,131	0,279	0,007
			Ecart type	0,003	0,009	
T _i	Δt	Test	ΔT	R_i , 10 ⁻⁵	$\lambda_{ m PP}$	δ_{RMS}
°C	(ms)	n°	°C	$m^2.K.W^{-1}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	°C
50	10	1	2,17	0,145	0,270	0,012
50	10	2	2,17	0,147	0,275	0,013
50	10	3	2,19	0,150	0,285	0,013
50	10	4	2,21	0,145	0,281	0,013
50	10	5	2,19	0,145	0,279	0,013
		Moyennes	2,18	0,146	0,278	0,012
			Ecart type	0,002	0,006	
T _i	Δt	Test	ΔΤ	R_i , 10 ⁻⁵	λ_{PP}	δ_{RMS}
°C	(ms)	n°	°C	$m^{2}.K.W^{-1}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	°C
65	10	1	2,15	0,162	0,265	0,018
65	10	2	2,15	0,161	0,298	0,015
65	10	3	2,14	0,167	0,251	0,017
65	10	4	2,15	0,167	0,260	0,017
65	10	5	2,12	0,161	0,252	0,017
		Moyennes	2,14	0,163	0,265	0,017
			Ecart type	0,003	0,019	

Tableau V-10 : Résultats de l'estimation de R_i et $\lambda_{\acute{e}p}$ -fil 26,9 μ m – PP

Т.	۸t	Test	۸T	P_{10}^{-5}	3	δουκα
		1051		$K_1, 10$	$\mathbf{M} = \mathbf{M} \mathbf{M}$	ORMS
<u> </u>	(ms)	<u> </u>	<u> </u>	111 ⁻ .K.W	M. III .K	
20	10	1	2,08	0,309	0,290	0,008
20	10	2	2,10	0,306	0,283	0,007
20	10	3	2,09	0,310	0,288	0,008
20	10	4	2,09	0,304	0,272	0,007
20	10	5	2,09	0,307	0,288	0,007
		Moyennes	2,09	0,307	0,284	0,007
			Ecart type	0,002	0,007	
T _i	Δt	Test	ΔΤ	$R_i, 10^{-5}$	λ_{PP}	δ_{RMS}
°C	(ms)	n°	°C	$m^{2}.K.W^{-1}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	°C
35	10	1	2,06	0,305	0,291	0,010
35	10	2	2,08	0,310	0,280	0,011
35	10	3	2,06	0,293	0,295	0,011
35	10	4	2,07	0,300	0,302	0,011
35	10	5	2,06	0,324	0,304	0,011
		Moyennes	2,06	0,306	0,294	0,011
		2	Ecart type	0,012	0,009	ŕ
T _i	Δt	Test	ΔΤ	R_i , 10 ⁻⁵	λ_{PP}	δ_{RMS}
°C	(ms)	n°	°C	$m^{2}.K.W^{-1}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	°C
50	10	1	2,11	0,320	0,282	0,012
50	10	2	2,08	0,317	0,279	0,010
50	10	3	2,11	0,297	0,277	0,012
50	10	4	2,08	0.317	0,272	0.011
50	10	5	2,12	0,312	0,281	0,012
		Moyennes	2,10	0,313	0,278	0,011
		5	Ecart type	0,009	0,004	,
				,	,	
T _i	Δt	Test	ΔΤ	R_i , 10 ⁻⁵	λ_{PP}	δ_{RMS}
°C	(ms)	n°	°C	$m^{2}.K.W^{-1}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	°C
65	10	1	2,12	0,337	0,264	0,018
65	10	2	2,05	0,343	0.259	0,018
65	10	3	2,09	0,341	0,266	0,018
65	10	4	2,11	0,335	0,260	0,017
65	10	5	2,08	0,356	0,264	0,020
		Movennes	2.09	0.342	0,263	0.018
					0,405	0,010
		wioyennes	Ecart type	0,008	0.003	0,010

Tableau V-11 : Résultats de l'estimation de R_i et λ_{ep} *- fil 55,8µm – PP*

	1 doredu V	12. Resultats de	i estimation ac	$K_l Cl R_{ep}$ fill	22,9µm 11	
T _i	Δt	Test	ΔT	$R_i, 10^{-5}$	λ_{PP}	δ_{RMS}
°C	(ms)	n°	°C	$m^{2}.K.W^{-1}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	°C
20	10	1	2,11	0,643	0,284	0,011
20	10	2	2,12	0,638	0,270	0,012
20	10	3	2,11	0,655	0,276	0,011
20	10	4	2,09	0,649	0,285	0,012
20	10	5	2,11	0,645	0,276	0,010
		Moyennes	2,11	0,646	0,278	0,011
			Ecart type	0,006	0,006	
Ti	Δt	Test	ΔΤ	$R_i, 10^{-5}$	λ_{PP}	δ_{RMS}
°C	(ms)	n°	°C	$m^{2}.K.W^{-1}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	°C
35	10	1	2,05	0,663	0,270	0,010
35	10	2	2,05	0,675	0,272	0,010
35	10	3	2,02	0,679	0,276	0,011
35	10	4	2,02	0,651	0,271	0,011
35	10	5	2,00	0,650	0,285	0,017
		Moyennes	2,03	0,664	0,275	0,012
			Ecart type	0,013	0,006	
T _i	Δt	Test	ΔT	$R_i, 10^{-5}$	$\lambda_{ m PP}$	δ_{RMS}
°C	(ms)	n°	°C	$m^2.K.W^{-1}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	°C
50	10	1	2,07	0,691	0,283	0,014
50	10	2	2,09	0,694	0,278	0,013
50	10	3	2,12	0,680	0,282	0,014
50	10	4	2,09	0,694	0,271	0,015
50	10	5	2,11	0,683	0,280	0,014
		Moyennes	2,10	0,688	0,279	0,014
			Ecart type	0,006	0,005	
T _i	Δt	Test	ΔΤ	R_i , 10 ⁻⁵	λ_{PP}	δ_{RMS}
°C	(ms)	n°	°C	$m^{2}.K.W^{-1}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	°C
65	10	1	2,07	0,716	0,284	0,015
65	10	2	2,13	0,717	0,272	0,019
65	10	3	2,11	0,719	0,276	0,016
65	10	4	2,16	0,745	0,283	0,018
65	10	5	2,15	0,717	0,269	0,017
		Moyennes	2,12	0,723	0,277	0,017
			Ecart type	0,013	0,007	

Tableau V-12 : Résultats de l'estimation de R_i et λ_{ep} -fil 122,9 μ m - PP

*Cette colonne fournit les résidus RMS (<u>Root Mean Square</u>) entre le champ de température expérimental moyen dans le fil de nickel et le champ de température moyen estimé par la méthode des quadripôles. Ils sont calculés d'après la formule suivante :

$$\delta_{RMS} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{n} \left[T_{calculée}(j) - T_{mesurée}(j) \right]^{2}}{n}}$$
(V.19)

V.6. Comparaison des conductivités thermiques estimées des polymères

Nous nous sommes intéressés dans ce paragraphe aux conductivités thermiques des matrices polymères qui ont été obtenues avec la procédure d'estimation de paramètres. Nous avons ainsi tracé sur la Figure V-9 pour l'époxy, sur la Figure V-10 pour l'EVA et sur la Figure V-11 pour le PP les valeurs de conductivité obtenues pour chaque échantillon (c'est-à-dire chaque diamètre de fil de nickel) et pour chaque température initiale. Nous avons de plus reporté pour chaque point (qui correspond à la moyenne sur cinq valeurs) l'erreur calculée, cf. §II.6.3.



Figure V-9 : Comparaison des conductivités thermiques de l'époxy estimées pour les trois diamètres de fil de nickel

On remarque que la conductivité de l'époxy varie peu avec la température. La valeur moyenne obtenue étant 0,201 W.m⁻¹.K⁻¹. Si l'on compare cette valeur à la mesure effectuée par plaque chaude gardée pour cette plage de température, λ =0,224±0,06 W.m⁻¹.K⁻¹, on constate le bon accord entre les deux valeurs. On peut supposer que l'écart provient de l'interaction nickel/époxy lors de la polymérisation qui peut localement modifier les propriétés thermophysiques de l'époxy autour du fil.



Figure V-10 : Comparaison des conductivités thermiques de l'EVA estimées pour le fil de 55,8µm



Figure V-11 : Comparaison des conductivités thermiques du PP estimées pour les trois diamètres de fil de nickel

Ma conductivité thermique de l'EVA semble diminuer légèrement avec la température, cependant nous n'avons ici que peut de valeurs estimées, les autres échantillons n'ayant pas

pu être utilisés.

Pour le polypropylène, la conductivité n'évolue pas beaucoup, la valeur moyenne étant $0,277 \text{ W.m}^{-1}$.K⁻¹, et on s'aperçoit que les plages d'erreur se recoupent pratiquement dans tous les cas (hormis pour le fil de 55,8µm à 35°C). Ceci prouve que les valeurs sont cohérentes d'un échantillon à l'autre et que l'algorithme d'estimation fonctionne correctement. On peut finalement comparer ces valeurs obtenues avec la littérature, cf. Figure V-12. On remarque que nos valeurs, pour la gamme de température étudiée, sont comprises entre les valeurs obtenues par Le Goff et Le Bot.



Figure V-12 : Conductivités thermiques du PP HV-252 estimées, mesurées en plaque chaude gardée par Le Goff [123] et les résultats de Le Bot [124]

V.7. Résidus lors de l'estimation

Nous présentons ici les résidus de l'estimation entre les températures mesurées et les températures calculées par le modèle thermique pour les autres températures initiales et pour les autres matrices polymères.



	0,03 -		
(f)	0,00	mulummulummulummulummulummulum	vMMMMM
	-0,03		
	0,03		
(g)	0,00	Muhamman	MMrthM
	-0,03 -		
	° 0,03 ∱		
(h)	o,00 snp	Ann wanter warden warden and a second	MMMMM
Rési	-0,03		
	0,03		
(i)	0,00	MMLMMMMMMMMMMMMMMMMMMMMMMMMMMMMMMMMMMMM	www.
(1)	-0,03 -		
	0,03		
(\mathbf{i})	0,00	mulum/www.www.mum/www.	MMMMMM
0)	-0,03	- .	
	0,	000 0,005	0,010
Fig	ure V-14	t, s	

Figure V-13 : Résidus de l'estimation entre la température expérimentale et la température calculée pour le fil 26,9 μ m dans l'époxy et pour $Ti=35^{\circ}C-fig.$ (a) à (e)

Figure V-14 : Résidus de l'estimation entre la température expérimentale et la température calculée pour le fil 55,8 μ m dans l'époxy et pour $Ti=35^{\circ}C-fig.$ (f) à (j)

Figure V-15 : Résidus de l'estimation entre la température expérimentale et la température calculée pour le fil 122,8µm dans l'époxy et pour $Ti=35^{\circ}C-fig.$ (k) à (o)



Figure V-17 : Résidus de l'estimation entre la température expérimentale et la température calculée pour le fil 55,8µm dans l'époxy et pour $Ti=50^{\circ}C-fig.$ (f) à (j)

Figure V-18 : Résidus de l'estimation entre la température expérimentale et la température calculée pour le fil 122,8µm dans l'époxy et pour Ti=50°C - fig. (k) à (o)



Résidus,

(h)

(i)

(j)

0,00

-0,03

0,03 0,00

-0,03

0,03

0,00

-0,03

0,000

0,005

t, s

0,010

$$\begin{array}{c} (a) & \begin{array}{c} 0,03 \\ 0,00 \\ -0,03 \\ 0,00 \\ 0,03 \\ 0,00 \\ 0,03 \\ 0,00 \\ 0,005 \\ 0,010 \\ \end{array} \right)$$

$$\begin{array}{c} (f) & \begin{array}{c} 0,03 \\ 0,00 \\ -0,03 \\ (g) & \begin{array}{c} 0,03 \\ 0,00 \\ -0,03 \\ (g) & \begin{array}{c} 0,03 \\ 0,00 \\ -0,03 \\ (g) & \begin{array}{c} 0,03 \\ 0,00 \\ -0,03 \\ (g) & \begin{array}{c} 0,03 \\ 0,00 \\ -0,03 \\ (g) & \begin{array}{c} 0,03 \\ 0,00 \\ -0,03 \\ (g) & \begin{array}{c} 0,03 \\ 0,00 \\ -0,03 \\ (g) & \begin{array}{c} 0,03 \\ 0,00 \\ -0,03 \\ (g) & \begin{array}{c} 0,03 \\ 0,00 \\ -0,03 \\ 0,000 \\ -0,03 \\ 0,000 \\ 0,005 \\ 0,010 \\ t, s \end{array} \right)$$

Figure V-21

Figure V-19 : Résidus de l'estimation entre la température expérimentale et la température calculée pour le fil 26,9 μ m dans le PP et pour $Ti=20^{\circ}C-fig.$ (a) à (e)

Figure V-20 : Résidus de l'estimation entre la température expérimentale et la température calculée pour le fil 55,8 μ m dans le PP et pour $Ti=20^{\circ}C-fig.$ (f) à (j)

Figure V-21 : Résidus de l'estimation entre la température expérimentale et la température calculée pour le fil 122,8µm dans le PP et pour $Ti=20^{\circ}C-fig.$ (k) à (o)



V.8. Etude de l'erreur sur les paramètres estimés

Afin de comparer la contribution des différents paramètres sur l'erreur lors de l'estimation, nous avons tracé l'évolution des coefficients de sensibilité définis par l'équation (II.27), pour les trois échantillons fil de nickel/époxy et pour les cas utilisés pour le calcul de l'erreur à 20°C (tests n°1, cf. V.5.).



Figure V-23 : Sensibilités aux paramètres connus – fil 26,9µm



Figure V-24 : Sensibilités aux paramètres connus – fil 55,8µm



Figure V-25 : Sensibilités aux paramètres connus – fil 122,9µm

On remarque que selon le diamètre, la température moyenne du fil est plus sensible à certains paramètres. Pour le fil de 26,9 μ m, on remarque que la température est très sensible au diamètre du fil, les autres paramètres n'ayant qu'une influence minime. On peut effectuer le même constat pour les deux autres diamètres, avec de plus une sensibilité plus importante à la puissance électrique et au produit (ρ .C_p) du nickel pour le fil de 55,8 et au produit (ρ .C_p) du nickel pour le fil de 122,9 μ m.



Figure V-26 : Termes de la matrice de variance-covariance W pour le fil 26,9µm

Afin de quantifier le poids des termes utilisés lors du calcul de l'erreur sur nos paramètres

estimés, à savoir les erreurs sur les paramètres connus les plus influents (cf. étude des sensibilités) et l'erreur sur les données expérimentales (résidus de la méthode inverse), nous avons représenté pour chaque diamètre de fil de nickel les termes de la matrice de variancecovariance W, cf. eq.(II.29), associés aux termes ayant les sensibilités les plus importantes. La Figure V-26 permet de constater que, dans ce cas, les résidus de la méthode inverse ont un poids bien plus faible que le terme lié au diamètre du fil. L'erreur sur l'estimation de R_i et λ_{ep} est donc principalement générée par l'erreur commise sur la mesure du diamètre du fil.



Figure V-27 : Termes de la matrice de variance-covariance W pour le fil 55,8µm



Figure V-28 : Termes de la matrice de variance-covariance W pour le fil 122,9µm

On remarque pour le fil de 55,8µm, que le terme lié à la puissance est négligeable, et que

les résidus de la méthode inverse sont la plus forte cause d'erreur, même si le terme lié au diamètre est presque du même ordre de grandeur. Il se peut, étant donné que chaque échantillon dispose de son propre pont de Wheatstone, que dans ce cas-ci, les perturbations électriques aient pu influencer le champ de température de manière plus importante, ce qui se répercute sur les résidus.

Lorsque le fil devient suffisamment gros, ici pour 122,9 μ m, on s'aperçoit que le paramètre qui prime est le produit (ρ . C_p) du nickel suivi de peu par le terme relatif au diamètre. Dans ce dernier cas, on note de plus que les résidus sont bien en dessous du niveau des autres termes, dans ce cas la méthode inverse n'est pas responsable de l'erreur sur les paramètres estimés.

V.9. Etude de l'interface nickel/époxy sous microscope

Nous avons fabriqué des échantillons de composite (fil de nickel/époxy) afin de les découper perpendiculairement à l'axe du fil, afin d'observer sous microscope optique et sous microscope électronique à balayage (MEB) l'interface nickel/époxy. La découpe des échantillons est effectuée avec une machine de tronçonnage de précision (Secotom-10 de Struers) et la face utile est ensuite polie par une méthode de type polissage diamanté (drap de polissage Taffeta tissé 100% laine + suspension diamantée de 2 et 1µm).



Figure V-29 : Clichés obtenus sous microscope optique – fil de 55,8 μ m – à gauche sans polissage, à droite après polissage

On s'aperçoit sur les clichés de la Figure V-29 que, lors de la découpe, la résine qui est plus tendre que le nickel recouvre une partie du fil, d'où l'intérêt du polissage. Cependant celui-ci peut fausser la planéité de la surface, déformer l'interface, et même la combler de débris de résine. On remarque par exemple sur la Figure V-30, que la mise au point s'effectue sur le fil, et qu'en arrière plan la résine est floue. Dans ce cas, l'interface n'est pas visualisable.



Figure V-30 : Fil de 122,9µm observé sous microscope optique après polissage diamant

Finalement le microscope optique ne permet pas de visualiser précisément l'interface, notamment à cause des problèmes de contraste et de grossissement. Nous avons donc essayé d'utiliser cette fois ci un MEB avec un des échantillons, cf. Figure V-31. On remarque l'influence du polissage, avec une tendance au recouvrement sur la partie supérieure de la section du fil, et à l'inverse, un décollement du bourrelet de résine sur la partie inférieure.



Figure V-31 : Fil de 122,9µm observé sous MEB après un bref polissage diamant

Il est difficile de localiser l'éventuelle présence de décollements à l'interface sur ce type d'échantillon. En effet le nickel peut agir comme un catalyseur dans la zone voisine de l'interface et peut notamment modifier la microstructure du polymère. De telles observations ne nous permettent donc pas de corréler le diamètre des fils avec l'état de surface à l'interface.

V.10. Mesure de la rugosité des fils de nickel

Nous avons effectué des mesures de rugosité sur les fils de nickel, sur leur circonférence, à l'aide d'un profilomètre optique (UBM-OPTILAS) de longueur d'onde 780nm, de résolution horizontale 0,5µm et verticale 60nm et d'ouverture angulaire 55°. Le profil type que l'on obtient alors, cf. Figure V-32, présente deux parties : la première est le support sur lequel est fixé le fil (hauteur moyenne $\approx 4\mu$ m), la seconde est le fil de nickel (1250µm < x < 1300µm). On remarque de plus aux abords du fil des creux qui sont dus à des aberrations optiques.



Figure V-32 : Profil obtenu après mesure sous profilomètre optique – fil de 55,8µm

Le calibrage du profilomètre optique a été vérifié en mesurant l'épaisseur de bandes étalons. Un coefficient correcteur multiplicateur de 1,17 a été obtenu sur la hauteur mesurée.

Etant donné que le profilomètre va balayer un profil cylindrique, nous ne pourrons pas utiliser la totalité du relevé de rugosité de la figure précédente. L'ouverture angulaire est le premier facteur qui limite les mesures sur les cotés du fil. Le second facteur est la pente admissible par le profilomètre (7°), pente au dessus de laquelle les mesures sont faussées.



Figure V-33 : Schéma du profilomètre optique – ouverture et pente admissible

Il convient donc de tenir compte du facteur le plus pénalisant lorsque l'on sélectionne la zone du profil du fil qui doit être utilisée pour calculer les rugosités. Le schéma suivant illustre la sélection de la portion utile du profil, portion qui équivaut à une fenêtre angulaire φ de 14° (deux fois la pente admissible) :



Figure V-34 : Schéma représentant la partie utile du profil du fil de nickel pour une pente admissible maximale de 7°

Il faut de plus tenir compte du profil moyen du fil, qui est circulaire, et que le logiciel d'acquisition ne peut pas évaluer. Un programme a été conçu sous Matlab® pour calculer, à partir du profil brut, les coordonnées du profil moyen (centre et rayon) par minimisation (somme des moindres carrés). Il permet ensuite d'estimer la rugosité arithmétique du fil comme étant l'écart entre le profil expérimental et le profil moyen calculé :

$$Ra = \frac{1}{L} \int_{0}^{L} |y'| dx \qquad (V.20)$$

Le schéma suivant explicite le paramètre y'issu du profil moyen :



Figure V-35 : Repère local (O,x,y') issu du profil moyen



Figure V-36 : Relevé profilométrique sur le fil de 55,8µm – Tracé du profil moyen correspondant à la fenêtre utile obtenu à l'aide de Matlab

37 mesures ont été réalisées sur des fils de nickel (les fils ont été retournés entre les mesures afin d'étudier la rugosité à différents endroits) issus des mêmes bobines que les fils de nos échantillons, cf. Tableaux V-13. Dans ce tableau on a reporté le diamètre calculé par le programme à partir du profil de rugosité, ainsi que l'abscisse *Xo* et l'ordonnée *Yo* du centre du fil. Sont portés à titre indicatif le nombre de points de mesure ainsi que la fenêtre angulaire utile. La fenêtre utile est illustrée sur la Figure V-36.

Tableau	ıx V-13 :	Rugosité	es mesur	rées sur l	la circon	férence a	des fils d	e nickel	
				Fil <i>ø</i> =	26,9µm	l			
	n°l	n°2	n°3	n°4	n°5	n°6	n°7	n°8	Moyennes
$\phi_{calcul\acutee},\mu{ m m}$	29,1	27,1	25,6	35,3	31,6	28,7	32,6	34,8	30,6
X ₀ , μm	16,8	13,3	13,0	14,5	14,0	13,3	14,8	13,5	14,1
Y ₀ , μm	14,4	13,9	13,2	17,8	16,1	14,5	16,1	17,8	15,5
φ, °	14,9	13,9	13,5	14,8	14,7	13,1	13,3	13,3	13,9
R _a , μm	0,23	0,17	0,24	0,37	0,21	0,24	0,31	0,38	0,27
Nombre de points	16	14	13	19	17	14	16	17	16
	Fil <i>φ</i> =55,8µm								
	n°l	<i>n</i> °2	n°3	n°4	n°5	n°6	n°7	n°8	Moyennes
$\phi_{calcul\acutee},\mu\mathrm{m}$	45,3	44,7	45,1	63,6	79,3	74,7	75,4	68,3	62,0
X ₀ , μm	28,3	28,3	28,8	28,8	30,0	28,0	29,0	28,0	28,6
Υ ₀ , μm	22,8	22,5	23,0	32,5	41,0	39,4	40,8	35,3	32,2
φ, °	13,4	13,6	13,5	14,1	13,9	13,9	13,8	14,4	13,8
R _a , μm	0,11	0,07	0,16	0,58	0,47	0,38	0,48	0,54	0,35
Nombre de points	22	22	22	32	39	37	37	35	31
				Fil ø=1	<i>22</i> ,9µn	1			
	n°l	n°2	n°3	n°4	n°5	n°6	n°7	n°8	Moyennes
$\phi_{calcul\acute{e}},\mu\mathrm{m}$	100,0	100,4	96,7	132,5	132,2	131,4	130,7	133,1	119,6
X ₀ , μm	63,5	57,0	60,5	57,3	63,0	58,0	60,8	57,5	59,7
Y ₀ , μm	50,4	50,2	49,3	67,6	67,0	67,0	66,5	67,4	60,7
φ, °	13,9	13,8	13,8	14,2	14,0	14,1	13,9	13,9	14,0
R _a , μm	0,59	0,47	0,47	0,49	0,34	0,60	0,45	0,40	0,48
Nombre de points	49	49	47	66	65	65	64	65	59

Des mesures ont été réalisées aussi suivant la longueur des fils, le profilomètre fournissant alors directement les valeurs des rugosités arithmétiques, cf. Tableau V-14.

Tableau V-14 : Rugosties mesurees sur des fits de nicket dans le sens axiat													
$\phi_{Ni}, \mu m$	26,9 55,8							122,9					
R _a , μm	0,15	0,09	0,18	0,17	0,12	0,20	0,15	0,18	0,13	0,12	0,11	0,15	0,17
$\overline{R_a}$, μm		0,14				0,17					0,14		

Tableau V-14 : Rugosités mesurées sur des fils de nickel dans le sens axial

V.11. Mesure du retrait chimique de la résine époxy

Il est intéressant de connaitre la perte volumique liée au retrait chimique de la résine lors de sa phase de réticulation. En effet, celle-ci peut être un des paramètres permettant de remonter à la pression initiale de contact entre le fil de nickel et la résine. Une méthode simple, pour accéder à cette valeur, consiste à placer un échantillon de résine fraichement préparée dans un moule de profondeur connue et de mesurer à l'aide d'un profilomètre optique l'évolution de l'épaisseur en fonction du temps. Le fournisseur de la résine époxy (HUNTSMAN) prédit des temps de polymérisation de l'ordre de 10h à température ambiante, et de 7 à 8h pour des couches minces de l'ordre de 0,5mm.

Nous avons usinés trois moules cylindriques de profondeurs 1, 1,5 et 2mm et de diamètres intérieurs respectifs 20, 30 et 40mm¹, cf. Figure V-37. Pour chaque expérience, un volume de résine est préparé très précisément (mélange massique sur balance précise à 10⁻⁴ gramme) et immédiatement placé sous cloche à vide, l'ensemble de la préparation prenant environ 25min. La résine est ensuite coulée dans le moule à l'aide d'une seringue. Après quelques minutes d'acclimatation (étalement et mise en température), les mesures débutent.

¹ Ces diamètres correspondent à un rapport rayon sur profondeur de 10, cette condition étant imposée afin de s'affranchir des effets des bords des moules, ou effets de ménisque.



Figure V-37 : Moule pour mesure de retrait – (a) ¹/₄ de moule vue de dessus – (b) ¹/₂ moule vu de profil

Le profilomètre optique mesure l'évolution de la surface supérieure de la résine, surface qui au départ dépasse légèrement du moule. Il faut donc étendre la zone de balayage pour mesurer également la hauteur du bord du moule, hauteur qui tient lieu de référence, cf. Figure V-38. La différence entre ces deux niveaux fournit la variation relative de l'épaisseur de la résine. Il suffit donc de rajouter la profondeur de la cavité (mesurée au palmer, précis à 10⁻² mm) pour obtenir l'épaisseur totale.



Figure V-38 : Profil obtenu avec le profilomètre optique pour un échantillon de résine époxy d'épaisseur 1mm à t=340min après mélange.

On remarque sur la Figure V-38 plusieurs zones caractéristiques : le front de résine pour
7mm<x<27mm, la gorge destinée au surplus de résine pour 3mm<x<5mm et 30mm<x<32mm (à noter que le profilomètre perd ici la mise au point) et le reste du profil en trait noir épais qui représente la partie supérieure de référence du moule (on remarque ici une légère inclinaison liée à l'usinage).

On peut, à partir des profils obtenus aux instants t (cf. Figure V-38) représenter l'évolution de l'épaisseur de la résine pour une ou plusieurs abscisses x données. Les mesures ont finalement été effectuées pour les trois épaisseurs de résine, 1, 1,5 et 2mm, nous avons pu ainsi tracer leurs évolutions en fonction du temps, cf. Figure V-39 à Figure V-41. Les épaisseurs au temps initial et final n'étant pas forcément accessibles (il faut notamment enlever les bulles d'air de la résine avant de l'injecter dans le moule), une régression de type décroissance exponentielle a été utilisée pour chaque courbe (les équations figurent sur les graphes) afin d'accéder à ces valeurs.



Figure V-39 : Evolution de l'épaisseur de la résine époxy lors de sa réticulation – moule de profondeur 1mm



Figure V-40 : Evolution de l'épaisseur de la résine époxy lors de sa réticulation – moule de profondeur 1,5mm



Figure V-41 : Evolution de l'épaisseur de la résine époxy lors de sa réticulation – moule de profondeur 2mm

Nous avons calculé, à partir de ces évolutions, le retrait en trois abscisses distinctes dans la partie centrale du front de résine (partie non perturbée par les effets de bord), cf. Tableau V-15.

pour irois projonacurs de modie 1				
1	x, mm	12	18	23
1	Retrait, %	7,9	8,8	7,6
15	x, mm	11	19	24
1,3	Retrait, %	10,4	6,7	9,6
2	x, mm	11	24	34
	Retrait, %	5,6	5,6	5,1
	1 1,5 2	$ \begin{array}{c} $	$ \begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	$ \begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$

Tableau V-15 : Retraits mesurés à différentes positions x (à partir du bord du moule) sur résine époxypour trois profondeurs de moule P

Les retraits obtenus ne semblent à priori pas dépendre de l'épaisseur initiale de résine. On remarque qu'ils sont assez importants, on relève en moyenne 8,1 , 8,9 et 5,4% pour 1, 1,5 et 2mm d'épaisseur de résine.

V.12. Estimation de la pression de compression lors de la fabrication des échantillons à matrice polypropylène

Le dispositif que nous avons conçu pour fabriquer les échantillons de composite à matrice polypropylène sont représentés sur la Figure V-42. A gauche, on peut voir le dispositif ouvert avec les deux parties du moule en aluminium. A droite, l'ensemble est monté avec la plaque métallique noire sur laquelle vienne presser les deux ressorts. Ils sont guidés par deux tiges filetées et on règle la force de serrage au moyen de deux écrous papillons.



Figure V-42 : Moule et dispositif de serrage utilisé pour la fabrication des échantillons de PP

La raideur des ressorts a au préalable été mesurée à l'aide d'un dispositif simple que nous avons réalisé, voir Figure V-43. Un support métallique rigide est fixé à une table. Ce support est percé en son extrémité libre de sorte qu'une tige puisse y coulisser verticalement. On installe un des ressorts sur la tige dont la tête vient comprimer celui-ci. Un boulon muni de rondelles est vissé en bas de la tige et constitue ainsi un plateau sur lequel on vient poser des poids fendus. Un comparateur de résolution 0,01mm vient mesurer la position verticale de la tête de la tige en son sommet. On mesure ainsi la compression du ressort pour différents poids (de 0,5 à 3kg) et on trace son évolution en fonction de la force correspondante au poids posé, cf. Figure V-44.



Figure V-43 : Dispositif de mesure de raideur des ressorts par comparateur



Figure V-44 : Mesure de la compression des deux ressorts à l'aide d'un comparateur

L'inverse de la pente moyenne des deux droites obtenues fournit raideur moyenne des ressorts, soit K=5,034N/mm. Nous avons mesuré à l'aide d'un réglet la hauteur des ressorts avant et après la cuisson des échantillons, et avons obtenus une différence moyenne d'allongement de $\Delta h=1,6$ mm. La force qui s'applique sur la matrice de polymère est donc de 16N ($F=2.K.\Delta h$). On en déduit aisément la pression de compression en divisant la force de compression par la surface de polymère qui est pressée, c'est-à-dire la surface des plaques de polymère, soit S=45x45mm². Finalement on obtient une pression de compression de 8kPa.

Bibliographie

[1] **Dupuis, T.** *Effet de la constriction à l'interface matrice/inclusions sur la conduction thermique dans les polymères chargés.* Thèse de doctorat de l'Ecole Polytechnique de l'Université de Nantes, 14 déc. 2001.

[2] Kelly, A. Concise Encyclopedia of Composite Materials. Oxford : Pergamon Press, 1988.

[3] A. Evans, C. S. Marchi, A. Mortensen. *Metal matrix composites in industry: an introduction and a survey.* Dordrecht, Pays-Bas : Kluwer Academic Publishers, 2003.

[4] Wen, J. Physical Properties of Polymers Handbook. [éd.] J. E. Mark. New York : Springer, 2007. pp. 487-495.

[5] E. Neubauer, G. Korb, C. Eisenmenger-Sittner, H. Bangert, S. Chotikaprakhan, D. Dietzel, A. M. Mansanares, B. K. Bein. The influence of mechanical adhesion of copper coatings on carbon surfaces on the interfacial thermal contact resistance. *Thin Solid Films*. Elsevier, 2003, Vol. 433, pp. 160-165.

[6] P. Guo, X. Chen, X. Gao, H. Song, H. Shen. Fabrication and mechanical properties of well-dispersed multiwalled carbon nanotubes/epoxy composites. *Composites Science and Technology*. 2007, Vol. 67-15/16, pp. 3331-3337.

[7] *The thermal conductivity of epoxy-resin/metal-powder composite materials from 1.7 to 300K.* **F. F. T. de Araujo, H. M. Rosenberg.** 1976, J. Phys. D: Appl. Phys., Vol. 9, p. 665.

[8] S. K. Bhattacharya, A. C. D. Chaklader. Review on metal-filled plastics. Part 2. Thermal properties. *Polym.-Plast. Technol. Eng.* 1983, Vol. 20-1, pp. 35-59.

[9] *Thermal behaviour of high performance conducting composites.* S. Srivastava, R. P. Singh. 1997, Journal of Materials Science Letters, Vol. 16, pp. 276–277.

[10] R. Luo, T. Liu, J. Li, H. Zhang, Z. Chen, G. Tian. Thermophysical properties of carbon/carbon composites and physical mechanism of thermal expansion and thermal

conductivity. Carbon. 2004, Vol. 42-14, pp. 2887-2895.

[11] Thermal properties of diamond particle-dispersed Cu composites. K. Hanada, K. Matsuzaki, T. Sano. 2004, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 153-154, pp. 514-518.

[12] The influence of interface thermal contact resistance on the heat transfer performance of prestressed Duplex tube. **Barber, J. R.** 1986, Int. J. Heat Mass Transfer, Vol. 29-5, pp. 761-767.

[13] Nonuniqueness and stability for heat conduction through a duplex heat exchanger tube. **Barber, J. R.** 1986, Journal of Thermal Stresses, Vol. 9, pp. 69-78.

[14] L. M. McGrath, R. S. Parnas, S. H. King, J. L. Schroeder, D. A. Fischer, J. L. Lenhart. Investigation of the thermal, mechanical, and fracture properties of alumina–epoxy composites. *Polymer*. 2008, Vol. 49-4, pp. 999-1014.

[15] Electrical and thermal conductivity of polymers filled with metal powders. Y. P.
Mamunya, V. V. Davydenko, P. Pissis, E. V. Lebedev. s.l.: Elsevier, 2002, European Polymer Journal, Vol. 38, pp. 1887-1897.

[16] Electrical and thermal behavior of polypropylene filled with copper particles. A.
Boudenne, L. Ibos, M. Fois, J. C. Majesté, E. Géhin. s.l. : Elsevier, 2005, Composites-Part A: applied science and manufacturing, pp. 1-10.

[17] *High performance thermal management materials*. **Zweben, C.** 3, s.l. : Electonics Cooling, sept. 1999, Vol. 5.

[18] **Bhattacharya, S. K.** *Metal-Filled Polymers - Properties and Applications.* New York : Marcel Dekker, 1986.

[19] Enikolopyan, N. S. Filled polymers I: Science and Technology. Heidelberg: Advances in Polymer Science, Springer, 1990.

[20] I. S. Miles, S. Rostami. *Multicomponent Polymer Systems*. Singapore : Polym. Sci. Techn. Series, Longman Sci. and Technical, 1992.

[21] Rothon, R. Particulate-Filled Polymer Composites. London : Polym. Sci. Techn. Series, Longman Sci. and Technical, 1995.

[22] Y. K. Godovsky, V. P. Privalko. *Thermal and electrical conductivity of polymer materials*. Heidelberg : Advances in Polymer Sci. vol. 119, Springer, 1995.

[23] Garnier, B. HDR : Nantes : s.n.

[24] Estimation on thermal conductivities of filled polymers. Y. Agari, T. Uno. 1986, J.Appl. Polym. Sci., Vol. 32-7, pp. 5705-5712.

[25] Bigg, D. M. Thermally conductive polymer compositions. *Polymer Composites*. 1986, Vol. 7-3, pp. 125-140.

[26] Study of thermophysical and mechanical properties of particulate composite polyethylene-CaCO3. S. Barta, J. Bielek, P. Dieska. 1998, pp. 1525-1530.

[27] Thermal and mechanical properties of aluminum powder-filled high-density polyethylene composites. Tavman, I. H. 1996, Journal of Applied Polymer Science, Vol. 62-12, pp. 2161 - 2167.

[28] **F. Macedo, J. A. Ferreira.** Thermal contact resistance evaluation in polymer-based carbon fiber composites. *Review of scientific instruments*. American Institute of Physics, January 2003, Vol. 14-1, pp. 828-830.

[29] F. F. T. de Araujo, K. W. Garrett, H. M. Rosenberg. 1976. ICCM Proc. Intl. Conf. Comp. Mater. Vol. 2, p. 568.

[30] F. F. T. de Araujo, H. M. Rosenberg. Jan. 1976. NTIS AD-A024963.

[31] Nieberlein, V. A. 1978. IEEE Trans. Comp., Hyb. Manuf. Tech., CHMT-1. p. 172.

[32] V. A. Nieberlein, B. Steverding. 1977, J. Mater. Sci., Vol. 12, p. 1685.

[33] R. L. Hamilton, O. K. Crosser. Ind. Eng. Chem. Fundam. 1962, Vol. 1, p. 187.

[34] H. S. Katz, J. V. Milewski. *Handbook of Fillers Reinforcements*. New York : Van Nostrand Reinhold, 1978.

[35] **Sussman, V.** *Handbook of Fillers for Plastics*. Ed. by Harry S. Katz and John V. Milewski. NewYork : Van Nostrand Reinhols Company, 1987. pp. 245-270.

[36] **Bigg, D. M.** *Thermal-conductivity of heterophase polymer compositions.* ed. Godovsky ans Privalko, Advance in Polymer Science. Heidelberg : Springer-Verlag Berlin, 1995.

[37] Bounds for effective electrical, thermal, and magnetic properties of heterogeneous materials. Miller, M. N. 1969, Vol. 10-11, pp. 1988-2004.

[38] An investigation of the effect of carbon-black structure, polymer morphology, and processing history on the electrical-conductivity of carbon-black-filled thermoplastics. **Bigg**, **D. M.** 1984, J. Rheology, Vol. 28, pp. 501-516.

[39] **M. Sumita, K. Sakata, S. Asai, M. Miyasakak, H. Nakagowa.** Dispersion of fillers and the electrical-conductivity of polymer blends filled with carbon-black. *Polymer Bulletin*. Springer Verlag, 1991, Vol. 25-2, pp. 265-271.

[40] **D. M. Bigg, E. J. Bradbury.** Conductive polymeric composites from short conductive fibers. *Polymers Sci. Technology.* 1981, Vol. 15, pp. 23-28.

[41] Tailoring of interfaces in glass fiber reinforced polymer composites: a review.DiBenedetto, A. T. s.l. : Elsevier, 2001, Materials Science and Engineering, Vol. A302, pp. 74-82.

[42] **P-E. Bourban, L. Carlsson, J. P. Mercier, J-A. E. Manson.** *Matériaux Composites* à *Matrice Organique - Constituants, procédés, propriétés.* [éd.] Collection Traité des matériaux 15. s.l. : Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, 2004.

[43] Effective conductivity of composites with interfacial thermal resistance. D. P. H.Hasselman, L. Johnson. 1987, J. Composite Materials, Vol. 21, pp. 508-515.

[44] **A. Every, Y. Tzou, D. Hasselman, R. Raj.** The effect of particle-size on the thermalconductivity of zns diamond composites. *Acta Metallurgica et Materiala (UK)*. 1992, Vol. 40-1, pp. 123-129.

[45] Thermal Conductivity of Vapor-Liquid-Solid and Vapor-Solid Silicon Carbide Whisker-Reinforced Lithium Aluminosilicate Glass-Ceramic Composites. D. P. H.
Hasselman, K. Y. Donaldson. 1996, J. Am. Ceram. Soc., Vol. 79-3, pp. 742-748.

[46] Effective Conductivity of Periodic Arrays of Spheres With Interfacial Resistance. H. Cheng, S. Torquato. 1997. Proc. R. Soc. London, Ser. A. Vol. 453, pp. 145-161.

[47] J. Hartmann, M. Costello, M. Reichling. Influence of thermal barriers on heat flow in high quality chemical capor deposited diamond. *Physical Review Letters*. The American Physical Society, 1998, Vol. 80-1, pp. 117-120. [48] *Predicting, measuring and tailoring the transverse thermal conductivity of composites from polymer and metal.* **F. Danes, B. Garnier, T. Dupuis.** 2003, Int. J. Thermophysics, Vol. 24-3, pp. 771-784.

[49] Numerical simulation of thermal conductivity of MMCs: effect of thermal interface resistance. D. Duschlbauer, H. J. Böhm, H. E. Petterman. Vienna, Austria : Materials Science and Technology, August 2003, Vol. 19, pp. 1107-1114.

[50] **W. Jiajun, Y. Xiao-Su.** Effects of interfacial thermal barrier resistance and particle shape and size on the thermal conductivity of AIN/PI composites. s.l. : Composites Sciences and Technology, 2004, Vol. 64, pp. 1623-1628.

[51] Effective Conductivity of a Composite in a Primitive Tetragonal Lattice of Highly Conducting Spheres in Resistive Thermal Contact with the Isolating Matrix. C. Filip, B. Garnier, F. Danes. s.l. : ASME, 2007, Journal of Heat Transfer, Vol. 129.

[52] *Metal matrix composites - From science to technological significance*. **Miracle, D. B.** s.l. : Elsevier, 2005, Composites science and technology, Vol. 65, pp. 2526-2540.

[53] "Revolutionary" new thermal management materials. Zweben, C. s.l.: Electronics Cooling, 2005, Vol. 11-2, pp. 36-37.

[54] **Metal-Powder-Report.** Metal matrix composites soar towards commercialisation. *http://www.metal-powder.net.* [En ligne] Nov. 2007. http://www.metal-powder.net/news/2007/071031_GKN.asp.

[55] **Rittner, M.** *Metal matrix composites in the 21st century: markets and opportunities.* Norwalk : CT: BCC Research, Inc., 2000.

[56] *Expanding world markets for MMCS*. **Rittner, M.** 2001, International journal of powder metallurgy, Vol. 37-5, pp. 37-38.

[57] Fabrication of MMCs from metal and alloy powders produced from scrap. V. G. Karayannis, A. K. Moutsatsou. s.l.: Elsevier, 2006, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 171, pp. 295-300.

[58] **M. Battabyal, O. Beffort, S. Kleiner, S. Vaucher, L. Rohr.** Heat transport across the metal-diamond interface. *Diamond and related materials*. Elsevier, 2008, doi:10.1016/j.diamond.2008.01.023.

[59] Graphite Fiber Reinforced Al and Cu Alloys for Thermal Management Applications, Technical Brief. Ryals, M. 1999, Electronics Cooling, Vol. 5-1.

[60] **R. C. Progelhof, J. L. Throne, R. R. Ruetsch.** Methods for predicting the thermal conductivity of composite systems: a review. *Polymer Engineering and Science*. 1976, Vol. 16-9, pp. 615-625.

[61] *Bounds on the thermal conductivity of disordered heterogeneous media*. **Torquato, S.** Honolulu : s.n., march 1987. Proc. ASME-JSME Th. Eng. Joint Conf. Vol. 2, pp. 359-367.

[62] **Torquato, S.** *Random Heterogeneous Materials: microstructure and macroscopic properties.* New York : Springer, 2002.

[63] Single-phase flow in porous-media - the effect of local heterogeneities. M. Quintard,S. Whitaker. 1987, J. Méc. Th. Appl., Vol. 6-5, pp. 691-726.

[64] Double conductivity media - a comparison between phenomenological and homogenization approaches. L. Auriault, P. Royer. 1993, Int. J. Heat Mass Transfer, Vol. 36-10, pp. 2613-2621.

[65] **Bruggeman, D. A. G.** Calculation of various physics constants in heterogenous substances - Dielectricity constants and conductivity of mixed bodies from isotropic substances. *Annalen Der Physik.* 1932, Vol. 24-7, pp. 636-664.

[66] Evaluation de la conductivité thermique équivalente à partir de la microstructure réelle : application à un composite CERMET UO2-Mo avec prise en compte de la fissuration et du décollement des inclusions d'UO2. D. Staicu, M. Beauvy, M. Laurent, V. Georgenthum. Arcachon : Elsevier, 1999. Proc. Ann. Conf. Société Française de Thermique. pp. 405-410.

[67] *A variance propagation algorithm for the computation of heat conduction under stochastic conditions.* **B. M. Nicolaï, J. De Baerdemaeker.** 1999, International Journal of Heat and Mass Transfer, Vol. 42, pp. 1513-1520.

[68] **A. Dani, A. Ogale.** Percolation in short-fiber composites: Cluster statistics and critical exponents. *Composites Sci. Technol.* 1997, Vol. 57, pp. 1355-1361.

[69] Dynamic mechanical properties of particulate-filled composites. T. B. Lewis, L. E. Nielsen. 1970, J. Appl. Polymer Sci., Vol. 14, pp. 1449-1471.

[70] Thermal-conductivity of polymer filled with carbon materials - effect of conductive particle chains on thermal-conductivity. **Y. Agari, T. Uno.** 1985, J. Appl. Polymer Sci., Vol. 30, pp. 2225-2235.

[71] *Thermal conductivity of a polymer composite*. **Y. Agari, A. Ueda, S. Nagai.** 1993, J. Appl. Polym. Sci., Vol. 49-9, pp. 1625-1634.

[72] *A variational approach to theory of effective magnetic permeability of multiphase materials.* **Z. Hashin, S. Shtrikman.** 1962, J. Appl. Phys., Vol. 33-10, pp. 3125-3131.

[73] Thermal conductivity of coated filler composites. H. Hatta, M. Taya. 1985, J. Appl. Phys., Vol. 59-6, pp. 1851-1860.

[74] S. Torquato, M. Rintoul. Effect of the interface on the properties of composite media. *Phys. Rev. Lett.* 1995, Vol. 75, pp. 4067-4070.

[75] M. Idicula, A. Boudenne, L. Umadevi, L. Ibos, Y. Candau, S. Thomas. Thermophysical properties of natural fibre reinforced polyester composites. [éd.] Elsevier. *Composites Science and Technology*. 2006, Vol. 66, pp. 2719-2725.

[76] C. Guo, Y. Zuo, X. Zhao, J. Zhao, J. Xiong. Effects of surfactants on electrodeposition of nickel-carbon nanotubes composite coatings. *Surface & Coatings Technology*. Elsevier, 2008, Vol. 202, pp. 3385-3390.

[77] Influence of Ti coatings on the fatigue behaviour of Al-matrix MMCs. Part I: fatigue tests and materials characterization. G. Costanza, R. Montanari, F. Quadrini, A. Sili. s.l. : Elsevier, 2005, Composites: Part B, Vol. 36, pp. 439-445.

[78] **N. K. Shrestha, T. Takebe, T. Saji.** Effet of particle size on the co-deposition of diamond with nickel in presence of a redox-active surfactant and mechanical property of the coatings. *Diamond & Related Materials*. Elsevier, 2006, Vol. 15, pp. 1570-1575.

[79] L. Chen, L. Wang, Z. Zeng, J. Zhang. Effect of surfactant on the electrodeposition and wear resistance of Ni-Al2O3 composite coatings. *Materials Science & Engineering A*. Elsevier, 2006, Vol. 434, pp. 319-325.

[80] J. F. Friedrich, W. E. S. Unger, A. Lippitz, I. Koprinarov, G. Kühn, St. Weidner, L. Vogel. Chemical reactions at polymer surfaces interacting with gas plasma or with metal atoms - their relevance to adhesion. *Surface & Coatings Technology*. Elsevier, 1999, Vol.

116-119, pp. 772-782.

[81] W. Z. Shao, V. V. Ivanov, L. Zhen, Y. S. Cui, Y. Wang. A study of graphitization of diamond in copper-diamond composite materials. *Materials letters*. Elsevier, 2003, Vol. 58, pp. 146-149.

[82] Interfacial reaction during the fabrication of Ni60Nb40 metallic glass particlesreinforced Al based MMCs. P. Yu, L. C. Zhang, W. Y. Zhang, J. Das, K. B. Kim, J. Eckert. s.l. : Elsevier, 2007, Materials Science & Engineering A, Vol. 444, pp. 206-213.

[83] Transfert thermique dans les matériaux hétérogènes : propriétés équivalentes. M. Laurent, M. Lostie, D. Staicu. s.l. : Journée d'Automne Soc. Française Métallurgie et Matériaux, Nov. 25-27, 1997.

[84] Thermal resistance of grain-boundaries in alumina, ceramics and refractories. D.S.
Smith, S. Fayette, S. Grandjean, C. Martin, R. Telle, T. Tonnessen. 2003, J. Am. Ceram.
Soc., Vol. 86, pp. 105-111.

[85] *Photoacoustic, photothermal, and related techniques: a review.* McDonald, F. A. 1986, Can. J. Phys., Vol. 64-9, pp. 1023–1029.

[86] A survey on thermal measurement techniques for micro/nanoscale structures. Lee, J.
S. Matsushima, Miyagi, Japan : s.n., 17-21 April 2005. 6th World Conf. Exp. Heat Transfer, Fluid Mech., and Thermodynamics. com KL-8.

[87] Microscale and Nanoscale Thermal Characterization Techniques. J. Christofferson,
K. Maize, Y. Ezzahri, J. Shabani, X. Wang, A. Shakouri Baskin. Le Caire, Egypte : s.n.,
3-6 janvier 2007. International Conference on Thermal Issues in Emerging Technologies:
Theory and application. pp. 3-9.

[88] C. C. Williams, H. K. Wickramasinghe. Scanning thermal profiler. *Appl. Phys. Lett.* 1986, Vol. 49-23, pp. 1587-1589.

[89] **O. Nakabeppu, M. Chandrachood, Y. Wu, J. Lai, A. Majumdar.** Scanning thermal imaging microscopy using composite cantilever probes. *Appl. Phys. Lett.* 1995, Vol. 66-6, pp. 694-696.

[90] A. Majumdar, J. Lai, M. Chandrachood, O. Nakabeppu, Y. Wu, Z. Shi. Thermal imaging by atomic force microscopy using thermocouple cantilever probes. *Rev. Sci. Instrum.*

1995, Vol. 66-6, pp. 3584-3592.

[91] Scanning thermal microscopy at nanometer scales: a new frontier in experimental heat transfer. A. Majumdar, K. Luo, Z. Shi, J. Varesi. 1996, Experimental Heat Transfer, Vol. 9, pp. 83-103.

[92] Generic scanned-probe microscope sensors by combined micromachining and electron-beam litography. H. Zhou, A. Midha, G. Mills, S. Thoms, S. K. Murad, J. M. R. Weaver. 1998, J. Vac. Sci. Technol. B, Vol. 16-1, pp. 54-58.

[93] Recent progress in the functionalization of atomic force microscope probes using electron-beam nanolithography. H. Zhou, G. Mills, B. K. Chong, A. Midha, L. Donaldson, J. M. R. Weaver. 1999, J. Vac. Sci. Technol. A, Vol. 17-4, pp. 2233-2239.

[94] **R. B. Dinwiddie, R. J. Pylkki, P. E. West.** Thermal conductivity contrast imaging with a scanning thermal microscope. *Thermal conductivity*. 1993, Vol. 22, pp. 668-677.

[95] Balageas, D. Nantes : s.n., 16-17 mai 1990. Colloque annuel SFT. pp. 103-131.

[96] *Micrometer photoacoustic imaging by photodeformation: application to carboncarbon composites.* **A. Deom, D. Boscher, D. Balageas.** Baltimore, MD, USA : s.n., 1990. Photoacoustic and Photothermal Phenomena II. Proceedings of the 6th International Topical Meeting. pp. 13-16.

[97] Scanning thermal microscopy for quantitative thermal measurements. O. Nakabeppu,
K. Tokita, Y. Miyata, T. Kanda. Matsushima, Miyagi, Japan : 6th World Conference on Experimental Heat Transfer, Fluid mechanics and Thermodynamics, 17-21 avril 2005. com.
9-b-15.

[98] **Majumdar, A.** Scanning thermal microscopy. *Annual Review of Materials Science*. 1999, Vol. 29, pp. 505-585.

[99] A.C. scanning thermal microscopy: tip-sample interaction and buried defects modellings. S. Gomès, N. Trannoy, F. Depasse, P. Grossel. 2000, Int. J. Therm. Sci., Vol. 39, pp. 526-531.

[100] A new focusing method for nondestructive evaluation by surface acoustic wave. B.
Nongaillard, M. Ourak, J. M. Rouvaen, M. Houze, E. Bridoux. 1984, J. Appl. Phys., Vol. 55-1, pp. 75-79.

[101] Cretin, B. Condensed Matter News. 1999, Vol. 7-2,3, pp. 13-18.

[102] —. Scanning near-field thermal and thermoacoustic microscopy: performances and limitations. *Superlattices and Microstructures*. Elsevier, 2004, Vol. 35, pp. 253-268.

[103] A. Rosencwaig, J. Opsal, W. L. Smith, D. L. Willenborg. Detection of thermal waves through optical reflectance. *Appl. Phys. Lett.* 1985, Vol. 46-11, pp. 1013-1015.

[104] F. Lepoutre, J. Lefebvre, T. Lhermitte, L. Ainouch, P. Delpech, P. Forge, S. Hirschi, J. L. Joulaud. Mesures thermiques microscopiques. *Rev. Gén. Therm.* 1996, Vol. 35, pp. 344-354.

[105] W. Claeys, S. Dilhaire, D. Lewis, T. Phan, C. Rauzan, E. Schaub. Paris : s.n., 15 janvier 1997. Journée d'étude SFT La Thermique à l'Echelle Micronique et Submicronique. pp. 1-13.

[106] **O. Gagliano, J. J. Serra, S. Benet, M. Commandre.** Paris : s.n., 24 jan 2001. Journée SFT Méthodologie thermique : développements récents. pp. 1-7.

[107] Influence of the metallic absorption layer on the quality of thermal conductivity measurements by the transient thermo-reflectance method. M. G. Burzo, P. L. Komarov, P. E. Raad. Paris, France : s.n., 24-27 september 2001. 7th Therminic Workshop, Int. Workshop on Thermal Investigations of ICs and systems. pp. 260-265.

[108] G. Meyer-Berg, R. Osiander, P. Korpiun, P. Kakoschke, H. Joswig. Optical Science. 1992, Vol. 69, pp. 711-713.

[109] *Diffusion thermique et de porteurs de courant au voisinage d'un joint de grain.* **Lepoutre, F.** 1993, J. Phys. III, France 3, pp. 1531-1549.

[110] **Pelissonnier, C.** *Approche thermique et microstructurale multi-échelles du nitrure d'aluminium polycrtistallin.* Thèse de Doctorat, Ecole Nat. Sup. Mines, Paris, France : s.n., 1996.

[111] Thermal contact resistance between matrix and particle in composite materials measured by a thermal microscopic method using a semi-intrinsic thermocouple. **B. Garnier**,

T. Dupuis, J. Gilles, J. P. Bardon, F. Danès. Grenoble, France : Elsevier, 18-23 août 2002. 12th Int. Heat Transfer Conf. pp. 9-14.

[112] D. Maillet, S. Andre, J. C. Batsale, A. Degiovanni, C. Moyne. *Thermal quadrupoles*. Chichester : Wiley, 2000.

[113] **VISHAY, International Rectifier -.** *Notice transistor IRFP460LCPbF.* s.l.: http://www.irf.com/, 19-12-2003.

[114] Specific inverse problems in heat transfer. B. Rémy, J. L. Battaglia, C. La Niliot.
Aussois (Alpes françaises): Eurotherm Winter School, METTI 2005, 16-21 janvier 2005, Vol. 1, Lectures.

[115] Estimation of contact resistance between the materials of double-layer sample using the laser flash method. N.D. Miloševic, M. Raynaud, K.D. Maglic. s.l. : Inverse Problems in Engineering, 2002, Vol. 10-1, pp. 85-103.

[116] S. P. Timoshenko, J. N. Goodier. *Theory of Elasticity, 3rd ed.* New York : McGraw-Hill, 1970.

[117] *Mineralex France*. [En ligne] 2004. http://www.mineralex.fr/carbure-de-silicium.html.

[118] Thermal contact resistance between filler and matrix in thermoplastic composite measured by thermal microscopy. T. Dupuis, C. Larzabal, B. Garnier, A. Lahmar, J. P. Bardon, F. Danes. [éd.] Pise publ. ETS. Heidelberg, Allemagne : 3rd European Thermal Science Conference, 10th sept. 2000. pp. 133-138.

[119] H. Carslaw, J. C. Jaeger. Conduction of Heat in Solids, 2nd ed. s.l.: Clarendon Press, Oxford, 1959.

[120] **T. Borca-Tascuic, G. Chen.** Thin-film thermophysical property characterization by scanning laser thermoelectric microscope. s.l. : International Journal of Thermophysics, 1998, Vol. 9-2, pp. 557-567.

[121] J. P. Bardon, M. Raynaud, Y. Scudeller. Mesures par contact des températures de surface. *Rev. Gén. Therm. (HS95).* 1995, Vol. 34, pp. 15-35.

[122] Study and modeling of heat transfer during the solidification of semi-crystalline polymers. R. Le Goff, G. Poutot, D. Delaunay, R. Fulchiron, E. Koscher. 2005, International Journal of Heat and Mass Transfer, Vol. 48, pp. 5417-5430.

[123] Le Goff, Ronan. Etude et modélisation des transferts thermiques lors de la solidification de pièces injectées en polymère semi-cristallin chargé de fibres. Université de Nantes : Thèse de Doctorat, 2006.

[124] Le Bot, Philippe. *Comportement thermique des semi-cristallins injectés -Application à la prédiction des retraits*. Université de Nantes : Thèse de Doctorat, 1998.

[125] Convergence properties of the Nelder-Mead simplex method in low dimensions. J. C. Lagarias, J. A. Reeds, M. H. Wright, P. E. Wright. s.l. : Society for Industrial and Applied Mathematics, 1998, SIAM J. Optim., Vol. 9-1, pp. 112-147.

[126] Use of genetic algorithms for simultaneous estimation of thin films thermal conductivity and contact resistances. S. Orain, Y. Scudeller, S. Garcia, T. Brousse. 2001, International Journal of Heat and Mass Transfer, Vol. 44, pp. 3973-3984.

[127] Modélisation du transfert thermique dans un isolant microporeux. J. Gilles, J-M.Goyhénèche, F. Enguehard. Lyon : s.n., 15-17 mai 2000. Congrès français de Thermique (SFT). pp. 511-516.

Liste des travaux

<u>PUBLICATIONS EN CONGRES INTERNATIONAUX AVEC COMITE DE</u> LECTURE ET ACTES :

CHAPELLE E., GARNIER B., NEUBAUER E., BOUROUGA B.

« Caractérisation de la résistance thermique de contact entre inclusion et matrice dans les composites à matrice métallique », Proc. Journées Internationales de Thermique, Tanger Maroc, Vol. 2, pp 175-178, 15 au 17 nov. 2005.

AZZOUZ S.E., CHAPELLE E., BOUROUGA B., CHAOUI K.

« Etude théorique du contact intermittent : influence de la fréquence et du coefficient de partage de la période sur le transfert thermique à l'interface », Proc. Journées Internationales de Thermique, Tanger Maroc, Vol. 1, pp 5-8, 15 au 17 nov. 2005.

CHAPELLE E., GARNIER B., DUPUIS T., DANES F., BOUROUGA B.

«Thermal contact resistance measurement between conductive particles and matrix in polymer composites», 29th International Thermal Conductivity Conference (ITCC) - 17th International Thermal Expansion Symposium(ITES), 24 au 27 juin 2008, Birmingham-Alabama (USA), pp 202-209, ed. J.R. Koenig and H. Ban, DEStech Publications, Lancaster 2008.

CHAPELLE E., GARNIER B., BOUROUGA B.

« Interfacial thermal resistance measurement between metallic wire and polymer for the modeling of the effective thermal conductivity of heat conductive polymer matrix composites », soumis à l'International Journal of Thermal Sciences (IJTS) le 12 décembre 2008.

AUTRES PUBLICATIONS :

CHAPELLE E., GARNIER B., NEUBAUER E., BOUROUGA B.

« Analyse à micro-échelle de la résistance thermique de contact entre inclusion et matrice dans les matériaux composites bons conducteurs de chaleur », Acte au Congrès Français de Thermique, Ile de Ré, 16 au 19 mai, pp 825-830, ed. SFT Paris, 2006.

CHAPELLE E., GARNIER B., BOUROUGA B.

« Résistance thermique d'interface entre inclusion métallique et matrice dans les composites à matrice polymère », Acte au Congrès Français de Thermique, Toulouse, 16 au 19 mai, pp 41-46, ed. SFT Paris, 2008.

CHAPELLE E., GARNIER B., DEDDY B., BOUDENNE A., BOUROUGA B.

« Résistance thermique de contact entre inclusion métallique et matrice dans les composites à matrice thermoplastique », Acte au Congrès Français de Thermique, Vannes, 26-29 mai 2009, soumis et accepté, 2009.