



HAL
open science

Thermal and thermomechanical characterisation of carbon and ceramic fibers at very high temperature

Christophe Pradere

► **To cite this version:**

Christophe Pradere. Thermal and thermomechanical characterisation of carbon and ceramic fibers at very high temperature. Engineering Sciences [physics]. Arts et Métiers ParisTech, 2004. English. NNT : 2004ENAM0021 . pastel-00001547

HAL Id: pastel-00001547

<https://pastel.hal.science/pastel-00001547v1>

Submitted on 16 Jan 2006

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers
Centre de Bordeaux

THÈSE

présentée pour obtenir le titre de

DOCTEUR
de
L'ÉCOLE NATIONALE SUPÉRIEURE
D'ARTS ET MÉTIERS

Spécialité : Mécanique - Energétique

par

Christophe PRADERE

Ingénieur de l'Ecole Polytechnique de l'Université de Nantes

CARACTERISATION THERMIQUE ET THERMOMECHANIQUE
DE FIBRES DE CARBONE ET CERAMIQUE
A TRES HAUTE TEMPERATURE

Soutenue le 28 septembre 2004 devant le jury composé de

MM.	J.C.	BATSALE	Professeur à l'ENSAM, Bordeaux	
	P.	DELHAES	Directeur de recherche au CRPP, Pessac	Rapporteur
	S.	DILHAIRE	Maître de conférence au CPMOH, Bordeaux	
	J.M.	GOYHENECHÉ	Ingénieur-Chercheur, CEA, Pessac	
	D.	MAILLET	Professeur à l'INPL, Nancy	Rapporteur
	R.	PAILLER	Ingénieur de recherche CNRS, Pessac	
	D.	ROCHAIS	Ingénieur-Chercheur, CEA, Monts	
	F.	SALIN	Professeur au CELIA, Bordeaux	Président

A Natacha,

REMERCIEMENTS

Tout d'abord je tenais à remercier J.R. Puigalli, Directeur du TREFLE-ENSAM, pour m'avoir accueilli au sein de son unité de recherche. Ensuite, je remercie A. Guette, Directeur du LCTS où j'ai réalisé l'ensemble des travaux présentés dans la thèse.

Je tiens à remercier F. Salin, Professeur au CELIA et directeur du jury, pour avoir accepté de juger ce travail et pour avoir apporté sa contribution d'opticien aux débats.

Je tiens à remercier P. Delhaes, Directeur de recherche au CRPP et rapporteur de ce travail, pour l'intérêt qu'il a manifesté sur l'aspect matériau développé dans le mémoire.

De plus, je tiens à remercier tout particulièrement D. Maillet, Professeur à l'INPL et également rapporteur de ce travail, pour les discussions très enrichissantes que l'on a pu avoir sur tous les problèmes liés à l'estimation par méthode inverse.

Ensuite, mes remerciements s'adresseront aux personnes qui ont suivi de près ou de loin ce travail, il s'agit de :

J.C. Batsale, Professeur à l'ENSAM et Directeur de thèse, que je remercie pour sa disponibilité de tout instant, la passion et l'intérêt pour la recherche qu'il m'a transmis mais également pour son souci de m'aider dans l'après thèse, merci beaucoup.

J.M. Goyhénèche, Ingénieur-chercheur au CEA et encadrant de la thèse, que je remercie énormément pour sa présence au quotidien, sa rigueur qui m'a permis d'avoir une démarche de recherche claire et construite, la confiance qu'il a eu en moi et je lui donne rendez vous à la section pelote de « Bordaleko Euskal Etxea ».

R. Pailler, Ingénieur de recherche CNRS et encadrant de la thèse, que je remercie pour sa vision dans tout ce qui touche à la conception et au prédimensionnement des dispositifs expérimentaux ainsi que dans l'intérêt qu'il a eu dans les différents résultats obtenus lors des caractérisations.

S. Dilhaire, Maître de conférence au CPMOH et encadrant de la thèse, que je remercie pour ce qu'il m'a apporté en optique mais également pour ses compétences et sa pédagogie dans tous les domaines de la physique et finalement pour son aide dans l'après thèse.

D. Rochais, Ingénieur-chercheur au CEA et encadrant de la thèse, que je remercie pour l'intérêt qu'il a manifesté pour ce travail, cela malgré la distance, mais également pour les remarques toujours constructives qu'il a proposé durant ces trois années et finalement pour sa relecture assidue de ce mémoire.

Finalement, un petit coucou à toutes les personnes rencontrées durant ces trois années et qui ont œuvré tant sur le plan professionnel qu'en dehors à faire de ces années des années de bonheur : Mécaced, Dom et la dilatation, Gérald et la diffusivité, Will et la victoire à la pala, la Soum et le protège dent, Luis alias mac gyver,...

Un dernier remerciement et pas des moindres s'adresse à ma femme qui a participé de la manière la plus extraordinaire possible à mon travail et à mon équilibre, je crois que cela fait un bon bilan thermique...

TABLE DES MATIERES

<i>Introduction générale</i>	14
------------------------------------	----

I^{ERE} PARTIE

DETERMINATION

DES PROPRIETES THERMOMECHANIQUES

Chapitre 1

Coefficient de dilatation transverse 19

I. Techniques existantes de mesure de la dilatation transverse de fibres.....	20
A. Définitions usuelles des coefficients de dilatation transverse.....	20
B. Mesures de la dilatation transverse aux échelles micrométriques	21
1. <i>Méthode indirecte sur fils (un millier de fibres enrobées dans une matrice)</i>	<i>21</i>
2. <i>Méthode directe sur monofilament.....</i>	<i>22</i>
3. <i>Travaux réalisés par Tzeng et Sheaffer.....</i>	<i>22</i>
C. La diffraction.....	24
1. <i>Représentation physique du phénomène</i>	<i>24</i>
2. <i>Diffraction de Fraunhofer à travers une fente</i>	<i>26</i>
3. <i>Etude de sensibilité aux paramètres du modèle à une fente</i>	<i>28</i>
4. <i>Détermination de la taille d'une fente.....</i>	<i>29</i>
D. Analyse détaillée des méthodes basées sur l'approximation de la fente	30
1. <i>Limites expérimentales en termes de résolution</i>	<i>30</i>
2. <i>Problèmes liés à l'utilisation classique du modèle à travers une fente</i>	<i>31</i>

3. Synthèse des facteurs limitant la précision des mesures réalisées jusqu'à présent	32
II. Présentation du dispositif expérimental	33
A. Caractéristiques du dispositif expérimental développé.....	33
1. Enceinte et système de chauffage	33
2. Mesure de la température	34
3. Système de contrôle mécanique.....	34
4. Laser et capteur optique.....	34
B. Procédure expérimentale et logiciels associés	34
1. Démarche générale	35
2. Etalonnage de la fibre	35
3. Régulation de la tension mécanique.....	35
4. Acquisition des figures de diffraction mesurées.....	36
5. Identification des coefficients de dilatation	36
III. Méthode originale proposée dans cette étude	37
A. Présentation de la méthode	37
B. Prise en compte de la géométrie réelle des fibres	38
1. Problème lié à la rugosité	38
2. Développement d'un modèle phénoménologique.....	40
C. Développement analytique d'une méthode autorégressive	42
1. Développement en série de Taylor	42
2. Expression analytique en fonction de la position de la figure de diffraction	43
D. Résolution matricielle en vue de l'estimation par méthode inverse	44
1. Principe de la méthode inverse	44
2. Méthode d'estimation de type Gauss - Markov.....	45
3. Etude de sensibilité.....	45
4. Détermination de l'erreur sur l'estimation numérique.....	46
E. Conséquences sur la définition usuelle des coefficients de dilatation.....	47
1. Définition du coefficient de dilatation différentiel	48
2. Formules de conversion du coefficient de dilatation différentiel.....	48
F. Validation de la méthode d'estimation	49
1. Influence du bruit de mesure	50
2. Influence des paramètres expérimentaux.....	51
3. Influence de l'incertitude de mesure sur x_0 et D	53
4. Influence de la géométrie réelle de la fibre.....	54
G. Avantages et inconvénients de la nouvelle méthode	55

IV. Optimisation par la recherche et le traitement de l'erreur expérimentale puis validation du dispositif et de la méthode d'estimation développée.....	56
A. Sensibilité des systèmes de mesure utilisés	56
1. <i>Stabilisation de la contrainte mécanique appliquée à la fibre.....</i>	<i>56</i>
2. <i>Mise en évidence de la sensibilité maximale du capteur C-MOS.....</i>	<i>57</i>
3. <i>Influence du nombre de points de moyenne avant acquisition.....</i>	<i>58</i>
B. Précautions expérimentales assurant la fiabilité des mesures	59
1. <i>Présentation du problème</i>	<i>59</i>
2. <i>Sélection sous critère permettant de cibler les points aberrants</i>	<i>60</i>
C. Résolution des mesures	60
D. Validation sur un filament de tungstène	61
1. <i>Présentation des résultats expérimentaux.....</i>	<i>62</i>
2. <i>Comparaison des coefficients calculés avec ceux de la littérature.....</i>	<i>63</i>
V. Conclusion	64

Chapitre 2

Coefficient de Poisson 65

I. Méthodes classiques de détermination du coefficient de Poisson.....	66
A. Définition usuelle du coefficient de Poisson	66
B. Méthodes de mesures existantes du coefficient de Poisson.....	67
1. <i>Méthodes de mesures sur matériaux composites</i>	<i>67</i>
2. <i>Méthode proposée par Krucinska sur monofilaments à la température ambiante</i>	<i>68</i>
II. Méthode proposée	72
A. Présentation du principe de la méthode	72
B. Méthodes développées pour la mesure de la dilatation thermique longitudinale	73
1. <i>Méthodes issues de la littérature.....</i>	<i>73</i>
2. <i>Méthode proposée et validée au LCTS par C. Sauder</i>	<i>74</i>
III. Adaptation des méthodes en vue d'une mesure de l'effet Poisson	76
A. Passage d'une mesure de dilatation thermique longitudinale à une sollicitation mécanique longitudinale	76
1. <i>Modifications expérimentales</i>	<i>76</i>
2. <i>Influence des propriétés mécaniques à très haute température des fibres</i>	<i>77</i>

B. Modifications engendrées sur la mesure de dilatation thermique transverse.....	78
1. <i>Technique de mesure</i>	78
2. <i>Influence du comportement plastique des fibres à très haute température</i>	78
3. <i>Limite de détection du capteur C-MOS</i>	79
4. <i>Calcul de l'erreur finale sur le coefficient de Poisson</i>	81
IV. Résultats des premières mesures sur fibres.....	82
A. Validation sur un filament de tungstène	82
1. <i>Comparaison avec les valeurs issues de la littérature</i>	82
V. Conclusion.....	84

II^{EME} PARTIE

DETERMINATION

DES PROPRIETES THERMIQUES

Chapitre 3

Capacité thermique massique à pression constante 86

I. Méthodes usuelles de détermination de la capacité thermique	87
A. Définition de la capacité thermique des solides.....	87
1. <i>Capacité thermique à volume constant</i>	87
2. <i>Capacité thermique à pression constante</i>	87
3. <i>Relation entre la capacité thermique à volume et à pression constante</i>	88
B. Capacité thermique à volume constant des solides à très haute température.....	90
1. <i>Loi de Dulong et Petit</i>	90
2. <i>Théorie selon Einstein</i>	90
3. <i>Théorie de Debye</i>	92
C. Méthodes de mesures connues de la capacité thermique	93
1. <i>Calorimètre de Berthelot</i>	93
2. <i>Calorimètre différentiel</i>	94
3. <i>Méthode en courant pulsé et modulé</i>	95

II. Proposition d'une méthode de type AC.....	96
A. Présentation et caractéristiques du dispositif expérimental	96
1. Principe de mesure.....	96
2. Description du banc de mesure.....	97
3. Installation de la fibre.....	98
4. Mesure de la température.....	99
5. Système d'excitation et de chauffage de la fibre.....	99
6. Système de détection.....	99
7. Détermination du déphasage.....	100
8. Alignement de la fibre.....	102
9. Procédure expérimentale et logiciels associés.....	103
B. Modélisation du comportement thermique de la fibre	105
1. Bilan du système thermique à étudier.....	105
2. Détermination des paramètres nécessaires à la modélisation.....	106
3. Démarche de la modélisation et estimation du déphasage.....	108
C. Influence sur le déphasage des paramètres variables présents dans le modèle thermique.....	109
1. Influence des propriétés physiques à $T = 1450$ et 2358 K pour le tungstène ...	109
2. Influence des propriétés physiques pour $T = 2021$ K sur une fibre de carbone	111
3. Influence de l'amplitude du signal modulé.....	112
4. Synthèse sur les diverses influences et hypothèses pour la résolution analytique.....	113
D. Développement des modèles analytiques d'identification.....	113
1. Résolution de l'équation de l'énergie pour une modulation sur l'intensité.....	113
2. Résolution de l'équation de l'énergie pour une modulation sur la tension.....	116
3. Analyse des modèles obtenus.....	118
III. Mesure de la résistivité électrique des fibres.....	119
A. Méthodes existantes dans la littérature	119
B. Présentation de la méthode proposée	120
1. Problèmes liés aux matériaux étudiés.....	120
2. Description du système de mesure créé.....	120
3. Calcul et analyse de l'erreur de mesure.....	120
4. Validation sur un filament de tungstène.....	120
IV. Evaluation de l'incertitude et validation de la méthode de mesure de la capacité thermique.....	121
A. Calcul de l'incertitude de mesure à partir des modèles analytiques.....	122
1. Incertitude du modèle avec modulation sur la tension.....	122
2. Estimation du niveau d'incertitude des paramètres sur un exemple expérimental.....	123

B. Validation du dispositif de mesure et de la méthode d'estimation	125
1. Comparaison des mesures obtenues sur un filament de tungstène avec la littérature.....	125
2. Comparaison des mesures obtenues sur la fibre céramique Nextel 720.....	126
3. Répétitivité des mesures sur une fibre de carbone.....	127
4. Répétabilité des mesures sur une fibre de carbone.....	127
V. Conclusion	129

Chapitre 4

Diffusivité thermique longitudinale 130

I. Méthodes de mesures de la diffusivité longitudinale et de la conductivité thermique sur fibres.....	131
A. Mesure par contact	131
B. Mesure par méthodes optiques.....	134
1. Effet mirage	134
2. Microscopie par photoréflexion.....	134
C. Mesure par méthode photothermique.....	135
1. Méthode flash	135
2. Méthode périodique en amplitude et en phase.....	135
II. Proposition d'une méthode photothermique en phase à très haute température sur monofilament	138
A. Présentation du dispositif de mesure.....	138
1. Principe de la méthode de mesure	138
2. Description du dispositif expérimental	139
B. Caractéristiques expérimentales du dispositif développé dans cette étude.....	140
1. Système optique d'excitation localisé par focalisation d'un faisceau laser	140
2. Contrôle de la focalisation à l'aide d'un système d'imagerie	141
3. Détermination de la réponse en température.....	141
4. Procédure expérimentale et logiciel associé.....	142
III. Développement d'une méthode d'identification de la diffusivité thermique longitudinale.....	144
A. Modélisation par éléments finis du transfert de chaleur dans une fibre subissant une excitation laser modulée localisée.	144

1. Bilan du système thermique à étudier	144
2. Cas favorable où la conductivité thermique dépasse $50 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$	147
3. Cas extrême où la conductivité thermique est égale à $1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$	149
4. Influence de l'anisotropie du matériau	153
5. Influence du diamètre des fibres	155
6. Influence du diamètre du faisceau de focalisation.....	156
7. Conclusion.....	158
B. Résolution analytique 1D.....	159
1. Modèle avec flux imposé et température mesurée supposée ponctuelle	160
2. Modèle avec flux imposé et température intégrée sur la surface mesurée	163
3. Etude de sensibilité aux paramètres du modèle développé.....	164
4. Conclusion et présentation du principe d'estimation	168
C. Estimation par méthode inverse	169
1. Etude de sensibilité aux paramètres à identifier.....	170
2. Développement d'une méthode inverse directe de type Gauss-Markov	173
3. Influence du bruit de mesure et amélioration avec prise en compte de la covariance	174
4. Validation de la méthode à partir de 100 signaux bruités générés aléatoirement	175
IV. Validation de la méthode.....	179
A. Influence des paramètres expérimentaux sur la mesure de la température complexe	179
1. Focalisation et puissance du faisceau laser sur la fibre.....	179
2. Résolution spatiale due à la taille de la zone de détection	181
B. Evaluation de l'incertitude et validation sur un filament de tungstène.....	183
1. Erreur liée à la mesure des composantes de la température complexe	183
2. Comparaison des mesures avec la littérature	184
V. Conclusion	190

III^{EME} PARTIE

CARACTERISATION DES FIBRES

Chapitre 5

Fibres étudiées 192

I. Généralités sur le carbone.....	193
II. Paramètres structuraux.....	194
A. Détermination des paramètres.....	194
B. Texture	196
III. Les fibres étudiées dans la thèse	198
A. Fibres ex-cellulose	198
B. Fibres ex-PAN.....	200
C. Fibres ex-brai	201
IV. Propriétés connues des fibres étudiées.....	204
A. Données fournisseurs	204
B. Valeurs mesurées par C. Sauder [1].....	204
D. Propriétés du monocristal	206
V. Fibres issues du programme Européen VaFTeM.....	208
A. Fibres Céramiques	208
B. Fibres de carbone	208
VI. Photographies MEB de la section des différentes fibres	209
VII. Conclusion.....	212

Chapitre 6

Mesures sur les différentes fibres 213

I. Mesure du coefficient de dilatation transverse	214
A. Fibres de carbone issues du programme Européen VaFTeM	214
1. C1	214
2. C2	215
3. C3	215
4. C4	216
5. C6	217
B. Synthèse sur les fibres de carbone du programme VaFTeM	218
C. Fibres céramiques.....	219
1. Fibre Nextel 720 avec dépôt de carbone.....	219
2. Fibre SiC Hi-Nicalon	220
D. Fibres de carbone à caractériser dans le cadre de la thèse	221
1. Fibre TC2	221
2. XN05 traitée à 2200°C.....	222
3. Fibre PANEX 33.....	223
4. Fibre P100.....	224
E. Synthèse concernant les fibres de la thèse.....	225
II. Premières mesures du coefficient de Poisson.....	226
A. Fibre de carbone quasi-isotrope, XN05 traitée à 2200°C	226
III. Mesure de la résistivité électrique	229
A. Présentation des résultats obtenus pour les différentes fibres.....	229
1. TC2 brute et traitée à 2200°C.....	230
2. XN05 brute et traitée à 2200°C.....	230
3. Panex 33 brute, traitée à 1600 et 2200°C.....	231
4. Fibre P100 brute	231
IV. Mesure de la capacité thermique massique à pression constante.....	232
A. Présentation des résultats obtenus pour les différentes fibres de carbone	232
1. TC2 brute et traitée à 2200°C.....	232
2. XN05 traitée à 2200°C.....	233
3. Panex 33 brute, traitée à 1600°C et 2200°C.....	234
4. Fibre P100 brute	234

V. Mesure de la diffusivité et calcul de la conductivité thermique longitudinale.....	235
A. Présentation des résultats obtenus pour les différentes fibres.....	235
1. Fibre P100 brute	236
2. TC2 brute et traitée à 2200°C.....	238
3. XN05 brute	240
4. Panex 33 brute, traitée à 1600 et 2200°C.....	240
B. Comparaison conductivité thermique et résistivité électrique	242
VI. Conclusion	245
<i>Conclusion générale</i>	246
Annexes.....	250
ANNEXE A. Mesure de température	250
ANNEXE B. Logiciels développés pour les différentes mesures	262
ANNEXE C. Capacité thermique	266
ANNEXE D. Diffusivité thermique.....	273
Liste des principales notations	279
Bibliographie.....	283

Introduction générale

Les matériaux composites carbone / carbone utilisés dans l'industrie aéronautique, spatiale et dans l'armement (illustrations ci-dessous) sont soumis à des conditions drastiques, essentiellement dues aux fortes *contraintes mécanique* et *thermique* subies lors de leur utilisation.



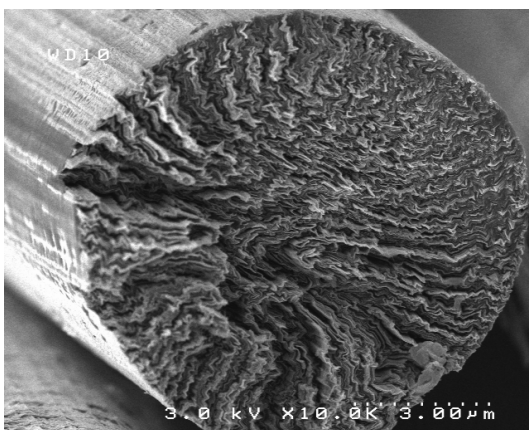
Frein: Boeing B767-300



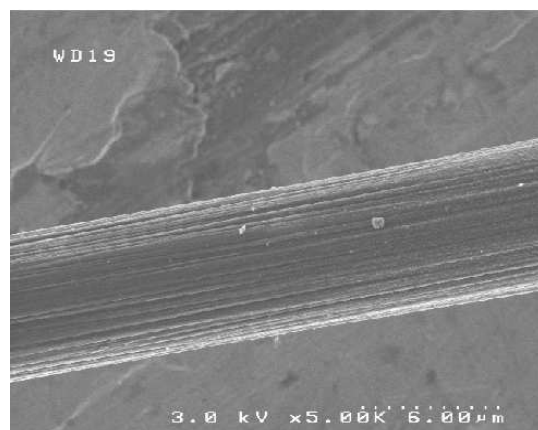
Divergent SEPCARB® (moteur RL-10B-2)

Dans ces conditions, il est indispensable de bien connaître l'ensemble des propriétés physiques des composites et de leurs constituants (fibre + matrice). Le but recherché est d'optimiser leur élaboration à l'aide de modélisations, pour finalement améliorer leurs performances.

Actuellement, de nombreux dispositifs de caractérisation des matériaux aux échelles macroscopiques existent. Par conséquent, les propriétés des composites ou de la matrice sont facilement accessibles et relativement bien connues. En revanche, les propriétés des fibres, dont la dimension caractéristique est d'environ $10\ \mu\text{m}$ (illustration ci-dessous), sont nettement plus difficiles à obtenir et quasiment inexistantes, notamment à très haute température.



Section fibre de carbone P100 de $10\ \mu\text{m}$ de diamètre

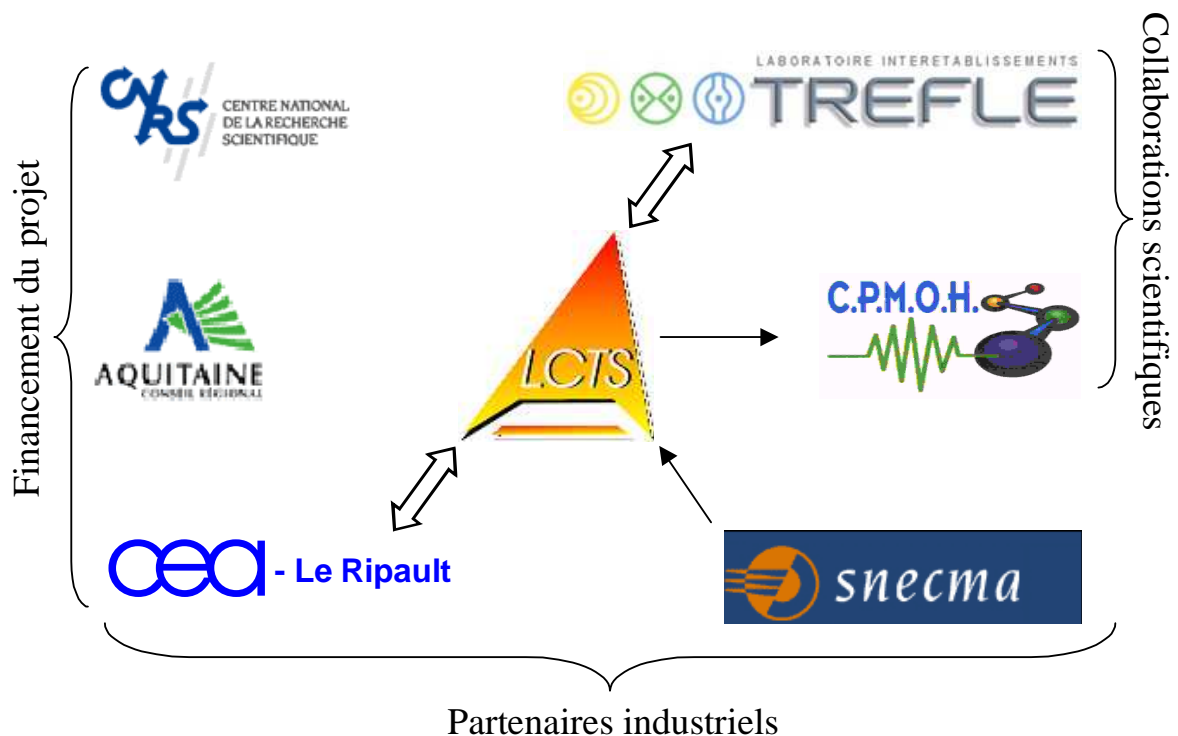


Vue longitudinale de la fibre P100

Dans ce but, deux types de caractérisations sont effectués pour obtenir les propriétés des fibres. Soit par méthodes indirectes où, à partir des mesures sur fils ou matériaux composites, les propriétés des fibres sont déduites par l'intermédiaire de modèles, soit par méthodes directes sur monofilament. L'inconvénient des méthodes indirectes vient de l'application de modèles pas toujours fidèles et complètement représentatifs de la réalité. A l'inverse les méthodes directes permettent d'accéder aux propriétés intrinsèques de la fibre.

Ainsi, l'objectif de ce travail peut être présenté. Il s'agit de mettre en œuvre un dispositif capable de mesurer les propriétés thermiques et thermomécaniques à très haute température de fibres unitaires micrométriques. Le développement d'un tel dispositif fait appel à de nombreuses connaissances : thermique, mécanique, optique (échelle micrométrique), matériaux et méthodes inverses.

Cette pluridisciplinarité a conduit à établir une collaboration entre différents pôles industriels et de recherche pouvant être schématisée de la façon suivante :



Ce travail, réalisé au Laboratoire des Composites ThermoStructuraux, a été suscité par le CEA et intéresse d'un point de vue des résultats les deux partenaires industriels du laboratoire : le Commissariat à l'Energie Atomique et le groupe Snecma qui apportent notamment leurs connaissances dans le domaine des matériaux. La bourse de thèse a été financée par le CNRS (également partenaire du LCTS) et le CEA. Ce dernier, ainsi que la Région Aquitaine ont contribué au financement du dispositif expérimental. De plus, les collaborations scientifiques ont eu lieu avec le laboratoire TRansfert Ecoulement Fluide et Energétique dont je dépends, qui apporte ses connaissances en thermique et en méthodes inverses, et avec le Centre de Physique Moléculaire Optique et Hertzienne qui intervient en

matière d'optique. Finalement, cette étude complète le travail de thèse réalisé au LCTS par C. Sauder [1] sur : « Relation Microstructure / Propriétés à haute température dans les fibres et matrices de carbone ».

Les principales difficultés de cette étude sont liées à : (i) la taille des fibres ($\approx 10 \mu\text{m}$), (ii) la gamme de température qui s'échelonne de 700 à 2800 K, (iii) leur caractère anisotrope et (iv) leur diversité en terme de propriétés physiques : module d'Young variant de 50 à 700 Gpa, conductivité thermique allant de 1 à 1000 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, résistivité électrique variant de 1 à $50\cdot 10^{-6} \Omega\cdot\text{m}$.

Tout en s'inscrivant dans la continuité des recherches réalisées au laboratoire, ce travail permettra de fournir **les premières mesures à très haute température** du *coefficient de dilatation transverse*, du *coefficient de Poisson*, de la *capacité thermique* massique à pression constante et de la *diffusivité thermique* longitudinale. Afin d'obtenir ces données expérimentales, les recherches ont conduit :

- ⇒ Au développement de dispositifs et de méthodes de mesures permettant la caractérisation de fibres (carbone et céramique).
- ⇒ A l'élaboration de méthodes originales d'identification des propriétés physiques couplées à une estimation des paramètres via les méthodes inverses.
- ⇒ A l'optimisation des méthodes expérimentales et théoriques par la recherche d'erreurs et la quantification de l'incertitude.
- ⇒ A la validation systématique sur des matériaux dits de références ou par le biais de méthodes de mesures différentes.
- ⇒ A la caractérisation d'un grand nombre de fibres dont les propriétés thermiques et thermomécaniques étaient pas connues jusqu'à présent.

Ce mémoire se décompose en trois parties indépendantes permettant au lecteur de se référer au domaine qui l'intéresse.

La première partie relative à la détermination des propriétés thermomécaniques se décompose en deux chapitres. Le premier sera consacré au coefficient de dilatation transverse. Les techniques existantes de mesure de la dilatation transverse seront décrites ainsi que le dispositif expérimental développé. Puis, la méthode nouvelle proposée dans cette étude sera présentée et validée après une optimisation du système par la recherche et le traitement de l'erreur de mesure. Dans le second chapitre, la détermination du coefficient de Poisson sera effectuée à partir de la méthode développée précédemment.

La deuxième partie axée sur la détermination des propriétés thermiques et électriques sera constituée de deux chapitres. Tout d'abord, le troisième chapitre destiné à la capacité thermique massique à pression constante montrera qu'aucune méthode sur fibre n'existe dans

la littérature. La méthode de type AC associée à une méthode originale de mesure de la résistivité électrique seront présentées. Ensuite, une validation sur deux matériaux de référence sera réalisée. Dans le quatrième chapitre, la mesure de la diffusivité thermique longitudinale sera abordée. La méthode de mesure de type photothermique en amplitude et en phase sera présentée. Puis, la méthode d'identification ainsi qu'une validation seront détaillées.

Finalement, la troisième partie consacrée aux résultats des différentes caractérisations se décomposera en deux chapitres. Le cinquième chapitre présentera les fibres étudiées alors que le sixième regroupera l'ensemble des mesures obtenues.

Afin de faciliter la lecture, chaque chapitre débutera par une introduction décrivant rapidement la problématique et une conclusion résumant les points essentiels à retenir. De la même façon, certaines parties assez longues (modélisation, développements analytiques, présentation de méthodes...) seront ponctuées par une présentation de la problématique et une synthèse ou une analyse critique.

I^{ERE} PARTIE

DETERMINATION

DES PROPRIETES THERMOMECHANIQUES

Chapitre 1

Coefficient de dilatation transverse

Une des particularités des matériaux composites carbone-carbone ou carbone-résine utilisés dans l'industrie aéronautique et spatiale est qu'ils subissent de forts gradients thermiques et d'importantes contraintes mécaniques. Ainsi, il est intéressant de bien connaître les propriétés thermomécaniques de ces matériaux composites pour assurer leur fiabilité. Cependant, connaître les propriétés d'une fibre unitaire semble encore plus intéressant puisqu'elles permettront de mettre en œuvre des modèles de comportement et des modélisations numériques.

Dans ce chapitre, les méthodes existantes dans la littérature et datant des années 80 seront présentées. Dans un premier temps, une **discussion basée sur un calcul d'erreur montrera les difficultés** rencontrées par les auteurs en terme de **précision de la mesure**. De la même façon, les **limites expérimentales et théoriques** de ces dernières seront mises en évidence. Puis, le **dispositif expérimental** développé sera présenté **en s'attachant particulièrement aux difficultés techniques** inhérentes à des mesures à des échelles micrométriques à très haute température (1000 à 3000 K). Dès lors, la méthode développée dans cette étude sera décrite. Cette méthode **innovante**, basée sur une **estimation autorégressive par méthode inverse** permet **d'améliorer la précision des résultats d'un facteur 7 à 17**. Ensuite, une partie basée sur une étude paramétrique et de sensibilité montrera la grande robustesse de cette méthode et conduira à sa validation. Finalement, **un travail important de recherche d'erreurs expérimentales** ainsi que leurs influences sur la méthode d'estimation sera présenté.

I. TECHNIQUES EXISTANTES DE MESURE DE LA DILATATION TRANSVERSE DE FIBRES

Avant de décrire les techniques existantes pour la mesure de la dilatation thermique, il convient de bien définir cette grandeur. En effet, pour un matériau cylindrique comme les fibres, le coefficient de dilatation transverse représente la variation relative de diamètre lorsque ce dernier subit une élévation de température de 1 K. Ainsi, pour un matériau donné, selon son échelle caractéristique d'observation, les techniques et dispositifs de mesure seront sensiblement différents. Par exemple, prenons le cas d'un matériau isotrope comme le tungstène qui possède un coefficient moyen de dilatation transverse de $5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ et qui subit une variation de température de 200 K. Alors, la variation de sa longueur caractéristique sera de : **1 mm** pour une dimension caractéristique de **1 m**, **100 μm** pour une taille de **10 cm** et **10 nm** pour une taille de **10 μm** . Sachant que les fibres à étudier possèdent un diamètre moyen d'environ **10 μm** , la difficulté expérimentale inhérente à ce type de mesure apparaît clairement. En effet, seul un microscope électronique est aujourd'hui capable de mesurer directement des dimensions de l'ordre du nanomètre. Cependant, compte tenu des très hautes températures à atteindre dans notre étude, 2800 K, cette technique s'avère rapidement inexploitable. Ainsi, il faudra développer une méthode suffisamment sensible à des variations de l'ordre du nanomètre pour des matériaux définis à une échelle micrométrique. Seules les méthodes optiques basées sur la *diffraction* semblent les plus adaptées à ces configurations drastiques.

A. Définitions usuelles des coefficients de dilatation transverse

Contrairement à de nombreuses propriétés physiques, et indépendamment de l'échelle caractéristique d'observation, la dilatation thermique s'exprime selon différents coefficients en fonction du formalisme mathématique utilisé lors de calculs analytiques ou numériques. Ainsi, d'après M. Murat [2] et par analogie avec les coefficients de dilatation longitudinale usuellement utilisés dans la littérature, trois coefficients de dilatation transverse peuvent être définis.

Tout d'abord, le coefficient de dilatation transverse spécifique représente la variation relative de diamètre par rapport à la température ambiante :

$$\alpha_s(T_0, T) = \frac{d(T) - d(T_0)}{d(T_0)} \quad (1.1)$$

ce coefficient, exprimé en %, traduit la déformation géométrique transverse du matériau à une température donnée. Ensuite, le coefficient de dilatation transverse moyen, exprimé en K^{-1} , correspond à la dilatation spécifique divisée par l'écart de température par rapport à la température ambiante :

$$\alpha_M(T_0, T) = \frac{1}{T - T_0} \frac{d(T) - d(T_0)}{d(T_0)} \quad (1.2)$$

Finalement, le coefficient de dilatation transverse vrai, également exprimé en K^{-1} , représente la dérivée du diamètre absolu du matériau en fonction de la température, divisée par le diamètre à la température ambiante :

$$\alpha_v(T_0, T) = \frac{1}{d(T_0)} \frac{d[d(T)]}{dT} \quad (1.3)$$

De manière générale, il faut retenir que le calcul de ces différents coefficients s'effectue à partir de la connaissance de la variation **absolue du diamètre** des matériaux, en fonction de la température.

B. Mesures de la dilatation transverse aux échelles micrométriques

Peu de références bibliographiques existent sur les mesures du coefficient de dilatation transverse à l'échelle micrométrique sur monofilaments et à très haute température. De plus, les auteurs restent plutôt vagues sur la méthode d'identification utilisée ainsi que sur la précision obtenue. Globalement, deux grandes catégories de méthodes sont présentes dans la littérature. Il s'agit des méthodes indirectes pour lesquelles les mesures sont réalisées directement sur un matériau composite et les méthodes directes réalisées sur monofilament.

1. Méthode indirecte sur fils (un millier de fibres enrobées dans une matrice)

Dans cette catégorie, un matériau micro¹ ou mini² composite est caractérisé. Les mesures sont effectuées sur le matériau global autour de la température ambiante comme le montrent : E. Menessier et al. [3], G. Wagoner et al. [4] et H.G. Van Schooneveld et al. [5]. C'est à l'aide d'un modèle susceptible d'être suffisamment représentatif de la liaison fibre-matrice, que la dilatation transverse du monofilament est extraite. Ce dernier peut être, par exemple, une loi de mélange du type :

$$\alpha_{Composite} = V_{Fibre} \alpha_{Fibre} + V_{Matrice} \alpha_{Matrice} \quad (1.4)$$

De la même façon, des mesures à haute température (< 1200 K), sous MET³ ont pu être réalisées par J.F. Villeneuve [6] et F. Rozploch et al. [7]. Une dernière technique proposée par R.C. Fanning et al. [8], consiste à utiliser un dilatomètre à quartz.

Si l'avantage de ces méthodes réside dans l'obtention de valeurs moyennes représentatives des propriétés globales du matériau composite, elles ne permettent pas d'accéder directement aux propriétés intrinsèques du monoconstituant (fibres). De plus, l'inconvénient majeur de ces techniques est qu'il existe deux sources d'erreurs. La première, classique est due aux incertitudes de mesures, la seconde est attribuée au modèle utilisé pour déduire les propriétés du monoconstituant.

Ces remarques suffisent à montrer tout l'intérêt de la mesure directe sur monofilament.

¹ Une fibre enrobée dans une matrice

² Une centaine ou un millier de fibres enrobées dans une matrice

³ Microscope Electronique en Transmission

2. Méthode directe sur monofilament

Les mesures par méthode directe sont beaucoup plus difficiles à mettre en œuvre, puisqu'elles s'effectuent sur des fibres de diamètre 10 μm .

Compte tenu de l'échelle d'observation, seules les méthodes optiques sont susceptibles d'atteindre les résolutions souhaitées (quelques nm).

Dans la littérature, deux techniques différentes sont principalement utilisées. Il s'agit de la microscopie électronique et de la diffraction d'un faisceau laser. La première méthode a notamment été proposée par M. Trinquescoste et al. [9] qui utilisaient un microscope à électron (MEB¹) pour mesurer la dilatation transverse. Cependant, cette méthode reste peu précise et ne permet pas de dépasser des températures de 1800°C.

En revanche, les méthodes basées sur la diffraction d'un faisceau laser et proposées par : A.J. Perry et al. [10], M.P. Sheaffer [11] et S.S. Tzeng [12], sont plus utilisées et semblent bien appropriées pour ce type de mesures.

3. Travaux réalisés par Tzeng et Sheaffer

Dans ces deux articles [11-12], le principe de mesure consiste à déterminer, grâce à la diffraction d'un faisceau laser sur la fibre, le diamètre absolu (d_0) à la température ambiante, puis à chauffer la fibre (par effet Joule) à la température T pour mesurer, par la même technique, la variation de diamètre ($d_T - d_0$) ; ceci afin de déduire le coefficient de dilatation transverse spécifique (1.1) défini précédemment.

La méthode d'estimation repose sur la détection du minimum de la figure de diffraction mesurée, ce qui permet de calculer les diamètres en supposant que la géométrie de la fibre est identique à une fente rectangulaire². Dans l'article de Tzeng, la détection s'effectue à l'aide d'un capteur CCD composé de 3456 photodiodes dont la surface individuelle de détection est de 10 μm^2 ce qui lui offre une bonne résolution spatiale pour la mesure. Malheureusement, Tzeng ne donne pas la précision qu'il obtient lors des mesures du diamètre absolu des fibres. Cependant, l'observation (figure 1.1), d'une mesure du coefficient de dilatation transverse spécifique (1.1) effectuée sur une fibre de carbone (AMOCO, P75s) présentée dans l'article et correspondant au cas produisant la plus faible dispersion des résultats entraîne une incertitude d'environ 20 % sur ce dernier.

¹ Microscope Electronique à Balayage

² Voir paragraphe C. 4 : Détermination de la taille d'une fente

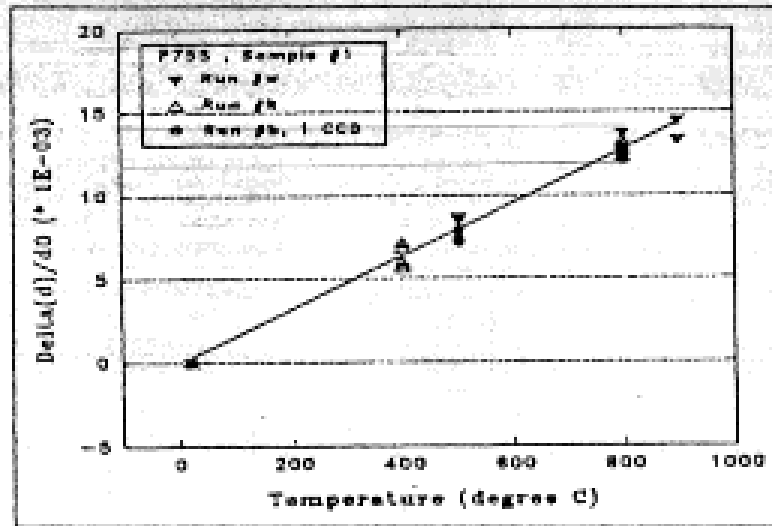


figure 1.1 : Mesures réalisées par Tzeng sur une fibre de carbone, P75s (AMOCO), de 10 μm de diamètre [12].

Les travaux réalisés par Tzeng sont très satisfaisants et il sera montré¹ que dans les conditions expérimentales utilisées par l'auteur et même si l'incertitude n'est pas fournie dans l'article, les résultats sont, dans le cas présenté (fibre P75s), cohérents avec la sensibilité attendue. Cette dernière est d'ailleurs un facteur limitant pour une meilleure discrétisation de la gamme de température à parcourir (figure 1.1) où le pas minimum de température entre deux mesures est de 400 K. D'autres résultats fournis dans l'article montrent que pour certaines fibres, dont la structure est anisotrope, les résultats obtenus sont plus dispersés.

De la même façon, les travaux réalisés par Sheaffer qui utilise une caméra pour la mesure de la figure de diffraction produisent une incertitude de mesure supérieure, avec une plus grande dispersion des résultats (figure 1.2) lorsque la fibre est anisotrope.

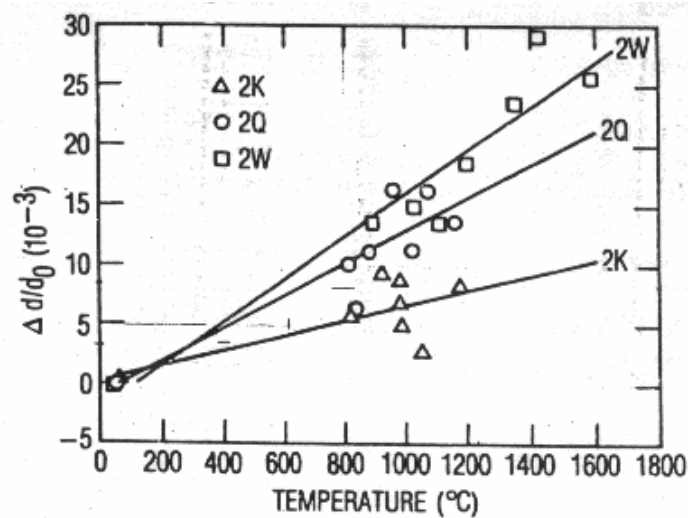


figure 1.2 : Mesures effectuées par Sheaffer sur la fibre P55, [11].

¹ Voir paragraphe D. Analyse détaillée des méthodes basées sur l'approximation de la fente

L'auteur n'indique pas non plus l'erreur de mesure et la sensibilité minimale de son système de mesure. En revanche, il évoque des phénomènes de rotation de la fibre « twist » par rapport à sa direction longitudinale. Ce qui explique notamment la dispersion importante observée (figure 1.2). Dans ce cas, la résolution spatiale de la caméra n'étant pas connue, il n'est pas possible de vérifier la pertinence des résultats obtenus, résultats pour lesquels un tableau récapitulatif sur un certain nombre de fibres de carbone est présenté. Ainsi qu'une validation sur un filament de tungstène où les résultats obtenus sont en accord avec la littérature et présentent un écart d'environ 8 %.

Quelle que soit la technique utilisée, le principe général de chacune de ces méthodes est le même. Il consiste à alimenter électriquement la fibre de carbone afin de la porter, par effet Joule, à une certaine température T . Le contrôle de la température est effectué par un pyromètre optique. Ensuite, le diamètre de la fibre est mesuré à T_0 puis à $T_0 + \Delta T$, ce qui permet de déduire le coefficient de dilatation transverse par estimation des diamètres absolus mesurés à chacune des températures T .

Le détail, concernant la méthode d'identification¹ utilisée, sera discuté plus tard. En revanche, il faut noter que, quels que soient les auteurs, il semble que la technique expérimentale fondée sur la diffraction d'un faisceau laser, apparaît comme étant bien appropriée au cas des fibres de carbone et pour la résolution souhaité (quelques nm). Cependant, les méthodes développées ici, même si elles semblent reproductibles (dispersion inférieure à 8 %) ne permettent pas de travailler avec des écarts de températures suffisamment faibles (100 ou 200 K) pour garantir la linéarité de la dilatation transverse avec la température.

C. La diffraction

Le phénomène optique engendrant la diffraction peut être présenté comme le résultat d'une interaction électromagnétique entre un faisceau laser incident dirigé vers la fibre et la surface de cette dernière. Cette interaction entraîne la dispersion du faisceau dans le plan d'incidence du laser. Le faisceau ainsi diffracté forme une figure de diffraction qui peut être projetée sur un plan perpendiculaire au sens de propagation du faisceau. Cependant, de nombreux phénomènes de diffusion, de réflexion ou d'absorption accompagnent la diffraction.

1. Représentation physique du phénomène

D'après A. Mayer [13], la diffraction engendre un certain nombre de phénomènes, qu'il convient de bien identifier, afin de s'affranchir de leurs éventuelles influences tant sur la mesure que sur les modèles représentant ce phénomène (figure 1.3).

¹ La validité et la précision des méthodes d'identification proposées par les auteurs seront discutées paragraphe II

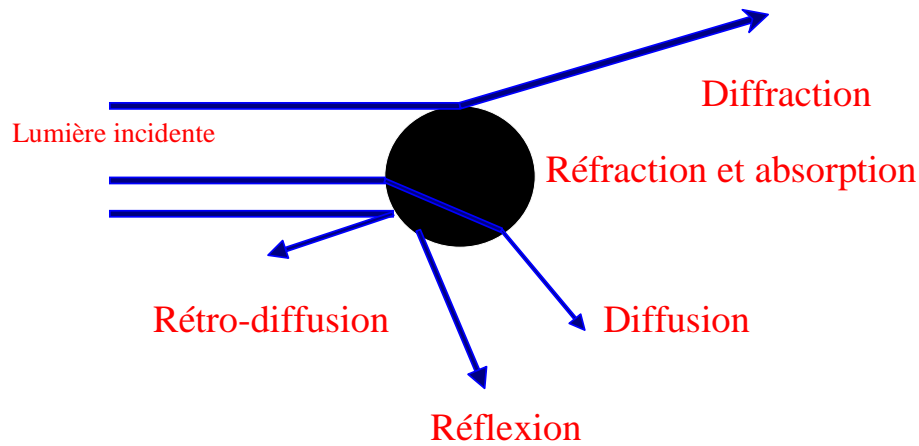


figure 1.3 : Représentation complète du phénomène de diffraction.

Ces phénomènes optiques peuvent être classés en trois catégories : (i) la diffraction du faisceau incident, (ii) la réflexion diffuse issue des interactions entre le faisceau et les bords de la fibre et (iii) un phénomène d'absorption et de ré-émission de l'onde incidente.

Dans un premier temps, il convient de prouver, dans le cas des fibres de carbone, que l'influence du phénomène d'absorption et de ré-émission est négligeable. Pour cela, un calcul visant à montrer que la luminance en face arrière est nulle peut être effectué. En considérant que la luminance en face arrière L_e de la fibre peut être exprimée en fonction de la luminance incidente L_0 , du coefficient d'absorption K_a et de l'épaisseur l du milieu traversé par le rayonnement, la relation suivante peut être écrite (loi de BEER) :

$$L_e = L_0 \exp(-K_a l) \quad (1.5)$$

avec :

$$K_a = \frac{4\pi k}{\lambda} \quad (1.6)$$

sachant que le coefficient d'absorption s'exprime en fonction de l'indice d'absorption d'une fibre de carbone et de la longueur d'onde du faisceau laser. D'après P. Gagnaire et al. [14], la valeur du coefficient d'absorption peut être prise égale à $1.4 \mu\text{m}$. Le calcul effectué à la longueur d'onde du faisceau laser ($\lambda = 488 \text{ nm}$) montre que l'onde est absorbée au bout de $0.2 \mu\text{m}$. Cela prouve que le matériau est opaque, et que par conséquent, le phénomène d'absorption et de ré-émission est à ignorer.

En revanche, les phénomènes de réflexions diffuses sur les bords de la fibre, peuvent être à l'origine d'un signal parasite présent sur les signaux mesurés, cela pour différents types de fibres. Une variation importante de ce phénomène en fonction du diamètre et de la nature des fibres est à noter. En effet, plus le diamètre est faible, plus les phénomènes de réflexions augmentent. Il s'agit d'une interaction électromagnétique entre le faisceau laser et ceux émis par les bords de la fibre.

2. Diffraction de Fraunhofer à travers une fente

D'après E. Hecht [15], il apparaît que selon la valeur du nombre de Fresnel défini par la relation suivante :

$$N_F = \frac{d^2}{\lambda D} \quad (1.7)$$

avec : d , taille de la fente ou de l'objet diffractant, λ , longueur d'onde du faisceau laser incident et D , distance entre l'objet diffractant et le plan de projection de la figure de diffraction, la diffraction peut être représentée par différents modèles basés sur la théorie électromagnétique.

Ainsi, lorsque les auteurs utilisent la *diffraction de Fraunhofer* à travers une *fente*, ils font deux hypothèses majeures (figure 1.4) : (i), *le nombre de Fresnel N_F est inférieur à 0.1* et (ii) *la géométrie des fibres* peut être approchée par une *fente rectangulaire de taille d* .

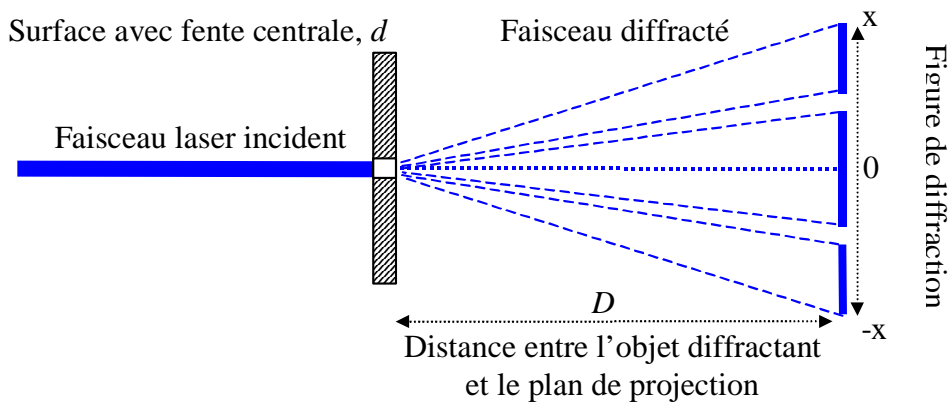


figure 1.4 : Figure de diffraction à travers une fente, diffraction de Fraunhofer.

La première hypothèse est toujours facile à vérifier. En effet, considérons un faisceau laser de 488 nm de longueur d'onde¹ et supposons que le diamètre des fibres de carbone est d'environ 10 μm . Dans ce cas, la distance minimale de projection de la figure de diffraction doit être supérieure à 2 mm. A l'inverse, si l'on considère que le plan de projection est fixe et situé à 1 m de l'objet diffractant (fibre), le diamètre maximum de fibre à ne pas dépasser est de 220 μm . La deuxième est plus difficile à garantir puisque la géométrie des fibres de carbone est circulaire avec en plus des rugosités de surface.

Ainsi, en supposant ces hypothèses vérifiées et en considérant que la figure de diffraction projetée (figure 1.4) représente le module carré de la transformée de Fourier de l'éclairement dans le plan de l'objet étudié. Dans le cas simple d'une fente, l'expression analytique résultante de cette transformée s'écrit :

¹ Laser utilisé lors des caractérisations

$$I(d, D, \lambda, I_0, x) = I_0 \left(\frac{\sin(u)}{u} \right)^2 \quad (1.8)$$

où :

$$u(d, D, \lambda, x) = \frac{\pi d}{\lambda} \frac{x}{\sqrt{x^2 + D^2}} \quad (1.9)$$

Une représentation adimensionnée (I/I_0) selon x de cette transformée pour une fente de largeur $d = 10 \mu\text{m}$ et $d = 11 \mu\text{m}$, à une distance $D = 1 \text{ m}$, pour un laser de longueur d'onde $\lambda = 488 \text{ nm}$ peut être réalisée (figure 1.5).

L'observation de l'intensité diffractée montre que la diffraction est symétrique par rapport au zéro qui représente la direction d'incidence du faisceau laser. De plus, elle est décomposée en différents ordres ou lobes séparés par des minima, le pic central représentant le lobe de diffraction d'ordre 0 et ainsi de suite. De même, le maximum d'amplitude de chacun des ordres décroît exponentiellement au fur et à mesure que ce dernier s'élève (sens croissant des x). Ainsi, pour D et λ fixés, une variation de $1 \mu\text{m}$ du diamètre entraîne un déplacement de tous les points de la figure de diffraction. La détermination de la dilatation transverse passe d'une part par la détection de ce déplacement et d'autre part par la corrélation entre la variation de diamètre et le déplacement à proprement dit.

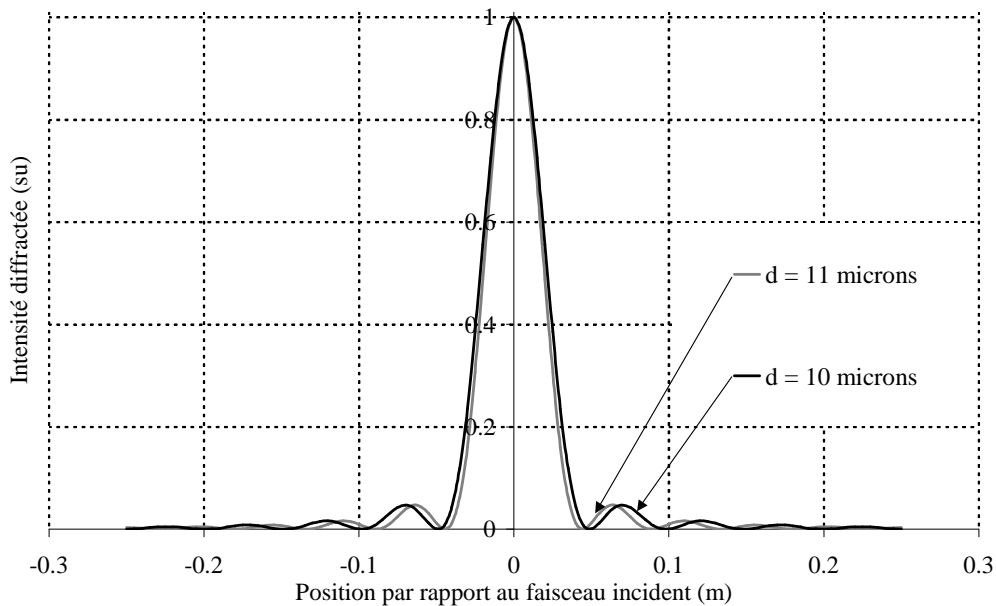


figure 1.5 : Figure de diffraction à travers une fente de largeur 10 et 11 μm .

Supposons maintenant que la géométrie de la fibre se rapproche plus d'un rectangle opaque. Dans ce cas, la figure de diffraction résultante représente la différence entre une composante continue et celle représentative d'une fente. Ainsi, le module au carré de la transformée de Fourier de l'éclairement s'exprimera comme la somme d'un sinus cardinal carré (1.8) et d'un Dirac (composante continue), (figure 1.6).

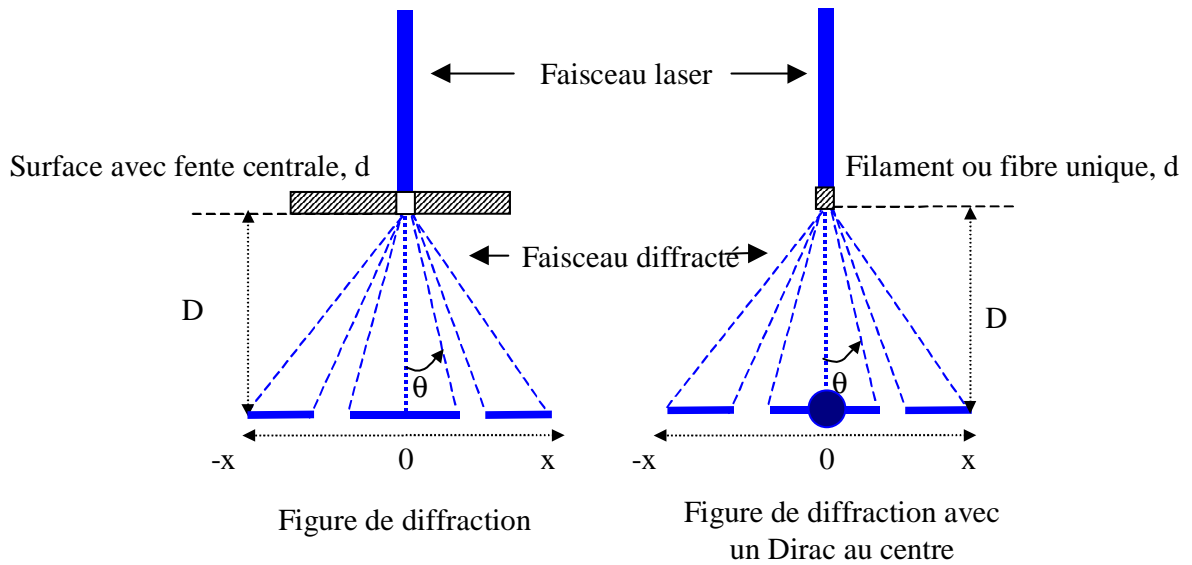


figure 1.6 : (a) figure de diffraction à travers une fente rectangulaire. (b) figure de diffraction d'un rectangle opaque de même dimension d que la fente.

Par conséquent et dans ces conditions (c'est-à-dire loin de la zone centrale), il n'apparaît aucune différence entre la figure de diffraction résultante d'une fente rectangulaire ou d'un rectangle opaque. Il sera montré par la suite, que le problème lié à la géométrie de la fibre est plus complexe que cette simple différence.

3. Etude de sensibilité aux paramètres du modèle à une fente

Généralement, toute méthode expérimentale de détermination de grandeurs physiques à partir d'un modèle analytique tel que celui proposé (1.8) nécessite une étude de sensibilité aux paramètres présents dans le modèle, J.V. Beck [16].

Lorsque la formulation analytique de la fonction pour laquelle la sensibilité doit être calculée est connue, cette dernière peut s'exprimer selon la formule suivante :

$$S_{\beta} = \beta \frac{\partial F(\beta)}{\partial \beta} \quad (1.10)$$

à partir de cette expression et en prenant comme formulation pour $F(\gamma)$ l'écriture analytique de la formule (1.8), les sensibilités aux paramètres d et D peuvent être calculées. La sensibilité à la longueur d'onde ne sera pas prise en compte car le dispositif était déjà équipé d'un laser Argon dont la longueur d'onde est fixée et vaut 488 nm. Tous calculs effectués, les expressions analytiques des sensibilités aux deux paramètres sont obtenues :

$$S_d = 2 \lambda \left(\frac{\sin(2u)}{2u} - \frac{\sin u^2}{u^2} \right) \quad (1.11)$$

$$S_D = \frac{2\lambda^3}{(\pi d x)^2} (\sin u^2 + u \sin 2u) \quad (1.12)$$

ainsi que leurs représentations (figure 1.7) :

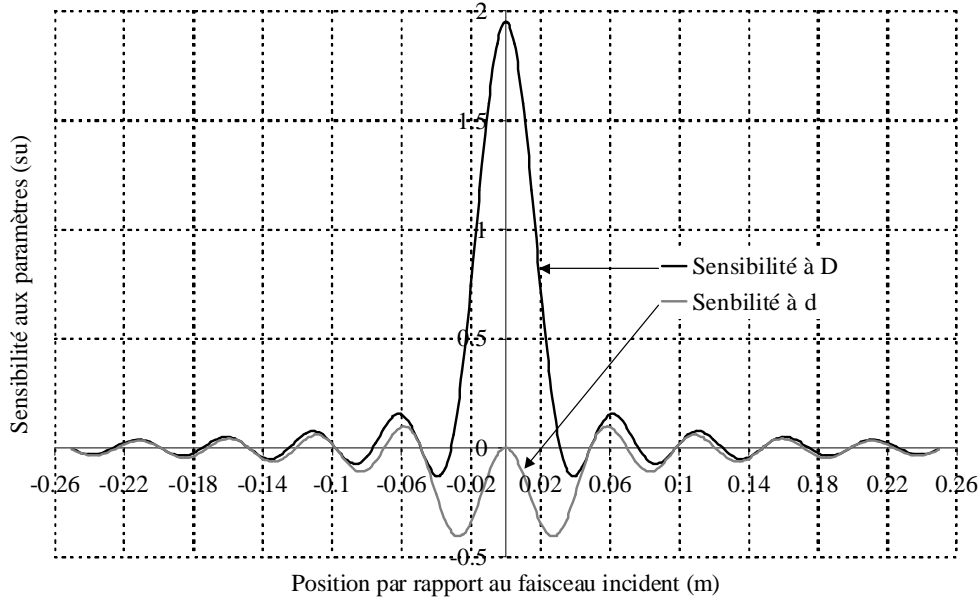


figure 1.7 : Sensibilité de la figure de diffraction à travers une fente aux paramètres d et D .

Ces calculs de sensibilités réalisés pour $D = 1$ m, $d = 10$ μm , $\lambda = 488$ nm et pour x variant de -25 à 25 cm montrent d'une part que les deux paramètres sont corrélés et d'autre part que leurs sensibilités diminuent au fur et à mesure que l'on s'éloigne de la position $x = 0$ m. De plus, la sensibilité du modèle à ces paramètres est nulle au niveau des extrema alors qu'elle présente un maximum situé au niveau des points d'inflexions.

4. Détermination de la taille d'une fente

Il est possible d'estimer la taille de la fente à partir d'une corrélation simple entre la valeur absolue du diamètre de la fibre et la distance entre les minima du $n^{\text{ième}}$ lobe de la figure de diffraction. Cette relation, qui découle du calcul visant à annuler la dérivée par rapport à $u(d, D, \lambda, x)$ (1.9) de l'expression (1.8) s'écrit, pour une température T donnée, par l'intermédiaire d'une relation géométrique :

$$d = \frac{2n\lambda D}{X_n} \quad (1.13)$$

cette relation nécessite de connaître avec une grande précision la distance X_n , exprimée en m, séparant les minima du lobe de diffraction d'ordre n . C'est cette méthode d'identification qui est utilisée dans les articles présentés précédemment.

D. Analyse détaillée des méthodes basées sur l'approximation de la fente

Cette analyse a pour but de mettre en évidence la sensibilité expérimentale apportée par ce genre de méthodes. A partir de l'expression (1.1) du coefficient de dilatation transverse spécifique, les méthodes issues de la littérature¹, basées sur la diffraction de Fraunhofer à travers une fente et décrite précédemment, sont appliquées. Dans ce cas, l'incertitude se résume à l'expression suivante où deux erreurs apparaissent, la première liée à la détermination du diamètre absolu et la seconde liée à la variation relative :

$$\frac{e_{\Delta d_0/d_0}}{\Delta d_0/d_0} = \frac{e_{d_0}}{d_0} + \frac{e_{\Delta d_0}}{\Delta d_0} \quad (1.14)$$

1. Limites expérimentales en termes de résolution

A partir de l'expression analytique (1.8), la figure de diffraction est calculée selon les paramètres suivants : diamètre $d = 10 \mu\text{m}$, distance entre fibre et capteur $D = 1 \text{ m}$, longueur d'onde du faisceau laser est fixée à $\lambda = 488 \text{ nm}$ et seul le premier ordre correspondant à $n = 1$ est observé. Pour estimer le diamètre d'après l'approximation (1.13), il faut être capable de mesurer la distance X_l entre la position $x = 0$ et celle qui annule l'intensité diffractée. Supposons maintenant, que le signal soit mesuré avec un capteur identique à ceux utilisés dans les articles issus de la littérature, composé de 1024 photodiodes avec une résolution spatiale par pixel de $25 \mu\text{m}$. La représentation (figure 1.8) du signal théorique mesuré par le capteur peut être effectuée.

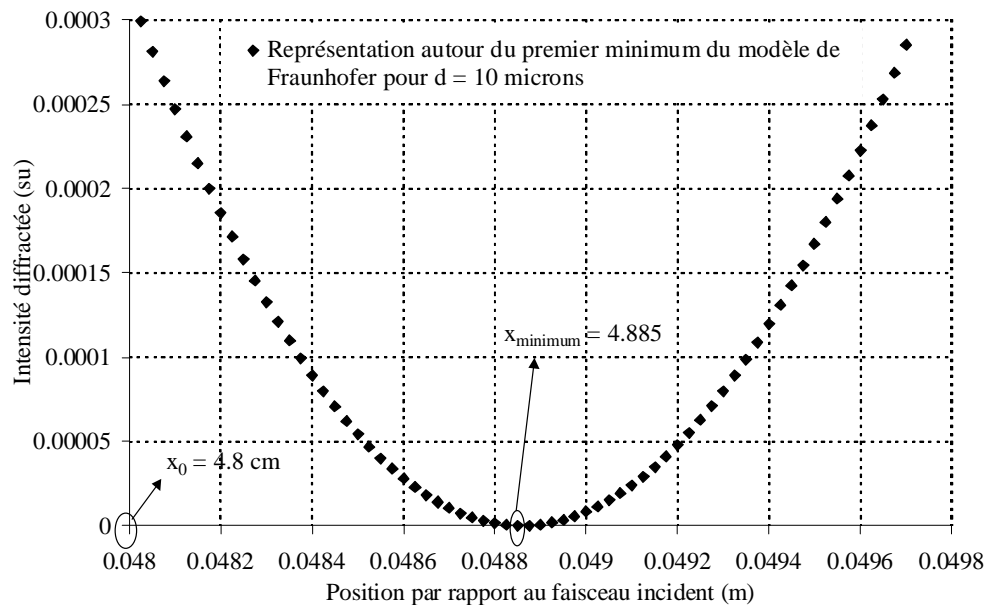


figure 1.8 : Minimum de la figure de diffraction calculé pour une fibre de diamètre $10 \mu\text{m}$.

¹ Voir paragraphe B. Méthodes de mesures de la dilatation transverse aux échelles micrométriques

Dans ces conditions, la position x_{minimum} correspondant au minimum d'intensité de la figure diffractée vaut 4.885 cm alors que la position initiale x_0 entre le faisceau laser et le capteur vaut 4.8 cm. Dès lors, une première difficulté expérimentale apparaît. Il semble évident que la résolution spatiale offerte par le capteur, est largement suffisante pour détecter avec précision la position du minimum ; en revanche, il faut être capable de mesurer avec une incertitude identique la distance x_0 , ce qui semble être plus difficile. En considérant que la distance x_0 est mesurable avec une précision d'environ 1 mm et qu'au niveau du capteur la précision minimale correspond à la taille d'un pixel (25 μm), l'incertitude totale sera de $\pm 1025 \mu\text{m}$. Ainsi, à partir de l'expression (1.13), en prenant pour valeur $X_l = 4.885 \pm 0.1025 \text{ cm}$, le calcul du diamètre peut être effectué et permet d'obtenir $d = 9.989 \mu\text{m} \pm 2.05 \%$. Ensuite, d'après la définition (1.2) du coefficient de dilatation moyen (sa valeur est fixée à $10 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) il est possible de calculer la variation de diamètre engendrée par différents écarts de température (2^{ème} ligne tableau 1.1) :

ΔT (K)	50	100	200	400	600	800	1000
Δd (nm)	5	10	20	40	60	80	100
ΔX_l (μm)	24.39	48.8	97.4	194.4	291.1	387.3	483.2
e_{d_0/d_0} (%)	2.05	2.05	2.05	2.05	2.05	2.05	2.05
$e_{\Delta X_l/\Delta X_l}$ (%)	103	51	26	13	9	6	5
$e_{(\Delta d/d_0)/(\Delta d/d_0)}$ (%)	104.6	53.3	27.7	14.9	10.6	8.5	7.2

tableau 1.1 : Comparaison erreurs réelles et estimées.

En utilisant l'expression (1.13), la variation de position du minimum X_l de la figure de diffraction vue par le capteur peut être estimée. Dès lors, connaissant la résolution spatiale minimale du capteur (ici 25 μm), l'erreur sur l'estimation de cette variation puis du coefficient de dilatation transverse peut être calculée (tableau 1.1).

Les résultats fournis par ce petit calcul permettent de mieux appréhender la difficulté rencontrée par les auteurs des travaux présentés précédemment. En effet, un écart de température inférieur à 400 K conduit à des erreurs de mesures d'environ 50 %. De plus, lorsque les écarts sont situés autour de 600-800 K, l'erreur est d'environ 10 %, ce qui explique les dispersions importantes observées dans la littérature. En effet, il faut préciser que dans cet exemple, l'incertitude liée au bruit de mesure certainement très élevé lorsque le signal tend vers zéro (minimum local) diminue la résolution spatiale. En plus, l'incertitude sur la mesure de la température n'a pas été prise en compte.

2. Problèmes liés à l'utilisation classique du modèle à travers une fente

Une autre précaution concerne la validité du modèle à travers une fente lorsque celui ci est appliqué au cas d'une fibre circulaire. En effet, certains auteurs comme A.J. Perry et al. [10] et P. Gagnaire et al. [14], ont montré que la position des extrema de la figure de diffraction était différente de celle donnée par la théorie classique à travers une fente. Pour cela, ils réalisent un calcul basé sur la théorie électromagnétique de la diffusion

d'une onde incidente plane par un cylindre circulaire, absorbant et optiquement isotrope. La résolution complète donnée par M. Kerker [17] et H.C. Van de Hulst [18] ne sera pas présentée ici. Concernant cette modélisation, il faut retenir que le plan de polarisation de l'onde électromagnétique (faisceau laser) est prépondérant. En effet, l'utilisation d'un mode électrique transverse (TE) engendrera une forte dépendance aux caractéristiques optiques du matériau. En revanche, un mode magnétique transverse (TM) donne des résultats quasi indépendants des propriétés optiques. De plus, les auteurs montrent que l'estimation en mode (TM) à l'aide de la représentation (1.8) à travers une fente, engendre une surestimation allant de 2 à 6 % du diamètre absolu de la fibre. Ainsi, ils proposent des lois linéaires permettant de corriger cette erreur. D'après P. Gagnaire, la loi de correction est du type :

$$d_{cor} = \frac{d - 0.227}{1.036} \quad (1.15)$$

Par conséquent, ces remarques mettent en évidence une source supplémentaire d'erreur qui limite l'utilisation du modèle à travers une fente lorsque les mesures du diamètre absolu sont réalisées à partir de l'expression (1.13). De plus, il est également délicat d'appliquer uniquement cette correction qui ne prend pas en compte la géométrie réelle des fibres.

3. Synthèse des facteurs limitant la précision des mesures réalisées jusqu'à présent

De manière générale, une étude basée sur la détermination du coefficient de dilatation transverse, à partir de points particuliers de la figure de diffraction à travers une fente (minima, maxima, points d'inflexions), a été réalisée lors d'une étude précédente par C. Pradère [19]. Les conclusions obtenues montraient les limites de ces méthodes où la localisation d'un nombre limité de points particuliers engendre obligatoirement une erreur importante. En outre, la sensibilité du modèle à travers une fente¹ à la variation de dimension montre qu'il serait préférable de travailler sur les points d'inflexion des lobes de la figure de diffraction plutôt que sur les minima ou maxima locaux. De plus, dans les articles étudiés, les auteurs utilisent un capteur composé d'un millier de photodiodes pour finalement ne se servir que d'un seul point de mesure.

Ensuite, le deuxième problème vient de l'approximation concernant la géométrie réelle de la fibre. En effet, il a été montré par Gagnaire [14] que le simple fait de considérer la fibre non plus comme une fente rectangulaire, mais comme un cylindre, engendre une modification de la figure de diffraction. Cette modification entraîne des erreurs de mesures du diamètre de la fibre d'environ 6 % lorsque l'estimation est réalisée à partir de l'expression (1.13).

*En conclusion, il faut retenir que la méthode basée sur le **la diffraction d'un faisceau laser** est la plus **appropriée à ce type de mesure**. Cependant, l'utilisation de **points particuliers** du signal mesuré (*extrema*) **n'est pas très optimisée**. De la même façon, l'**approximation** conduisant à supposer **la fibre comme un rectangle ou un cylindre opaque** n'est pas suffisamment **représentative de la réalité** et conduit à des **erreurs de mesures**.*

¹ Voir paragraphe C. 3 : Etude de sensibilité aux paramètres du modèle à une fente

II. PRESENTATION DU DISPOSITIF EXPERIMENTAL

Avant de détailler le dispositif expérimental utilisé ici, il convient de préciser que ce dernier a été réalisé par C. Sauder [1] dans le cadre d'une thèse (soutenue en 2001) sur la caractérisation mécanique de fibres de carbone à très haute température. Ainsi, les appareils nécessaires et propres à la détermination du coefficient de dilatation transverse ont été directement implantés sur le dispositif déjà existant.

A. Caractéristiques du dispositif expérimental développé

Une photographie (figure 1.9) présente une vue générale du dispositif de caractérisation de propriétés thermomécaniques.



figure 1.9 : Photographie du dispositif de caractérisation thermomécanique.

1. Enceinte et système de chauffage

De part les propriétés électriques inhérentes aux fibres de carbone, le chauffage direct par effet Joule via une alimentation stabilisée est utilisé car il est bien approprié aux exigences expérimentales. Compte tenu des caractéristiques géométriques des fibres ($L = 50$ mm et $d = 10$ μm) il permet de maintenir une température homogène dans ces dernières dans les directions longitudinales et radiales (annexe A.1). De plus, les fibres de carbone, sensibles à une atmosphère oxydante dès 500°C sont placées sous vide secondaire ($\approx 10^{-3}$ Pa). Dans ces conditions, des températures avoisinant 2500°C sont atteintes. Un dernier point concerne l'enceinte entourant la fibre. Cette dernière est constituée de hublots

transparents en verre de silice (90 % de transmission entre 1 et 3 μm), de qualité optique $\lambda/10$ et traités antireflet autour de 500 nm pour l'utilisation d'un laser Argon.

2. Mesure de la température

Sur une telle gamme de température (1000 à 2800 K) et sur une échelle micrométrique, peu de méthodes par contact seraient intéressantes, notamment pour des problèmes de résistance thermique de contact. Ainsi, c'est assez naturellement qu'une méthode pyrométrique a été envisagée. Cependant, afin de s'affranchir de problèmes d'étalonnage dus à l'émissivité des matériaux, l'utilisation d'un pyromètre bichromatique (annexe A.2) couplé à un système optique de visée et fonctionnant entre les longueurs d'ondes allant de [0.7 à 1.07 μm] a été retenu.

3. Système de contrôle mécanique

Pour limiter les mouvements de la fibre lors des essais, un capteur de force HBM 5N insensible à la pression de travail est intégré directement dans l'enceinte sous vide. Ce dernier est placé sur un support à position réglable par un système d'alignement manuel interne dans les trois directions de l'espace. L'enceinte est elle-même disposée sur un support qui permet son alignement. Un passage de translation permet d'exercer le déplacement (sans rompre le vide) d'une tige d'acier reliée à une table de déplacement micrométrique à moteur continu fixée sur le bâti.

4. Laser et capteur optique

Comme cela a été présenté, la diffraction est utilisée pour la mesure du coefficient de dilatation transverse. Pour cela, un laser Argon multimode filtré sur la longueur d'onde de 488 nm sert à la mesure. Le faisceau ainsi diffracté est collecté par un capteur CMOS sensible dans le visible. Ce dernier est composé de 1024 photodiodes de 24.8 μm^2 de surface de détection, ce qui donne une longueur totale de détection de 25.4 mm. La barrette de détection est commandée par une alimentation électronique qui permet de régler : le temps de balayage de l'ensemble du capteur, le temps d'acquisition de chaque pixel et le gain. La barrette de détection nécessite un positionnement spatial très précis, en translation : le long de la figure de diffraction, selon l'axe d'incidence du laser, selon l'axe de la fibre et en rotation autour de la direction de propagation de l'onde diffractée.

B. Procédure expérimentale et logiciels associés

La procédure expérimentale complète et détaillée ne sera pas présentée. Pour cela, il est conseillé de se référer au guide d'utilisation complet réalisé par D. Jehl [20], lors d'un stage effectué durant cette étude, et qui explique : la méthode de mesure développée, les caractéristiques des appareils, la procédure expérimentale de mesure, l'utilisation du logiciel d'acquisition, d'identification des mesures et finalement le traitement des données. En

revanche, afin de faciliter la compréhension du déroulement d'un essai, une trame générale peut être dressée.

1. Démarche générale

Le schéma global (figure 1.10) illustre les principaux appareils de pilotage et de mesures nécessaires à la détermination du coefficient de dilatation transverse. Les mesures sont réalisées automatiquement à l'aide d'un logiciel développé sous Labview (Annexe B.1) durant cette étude.

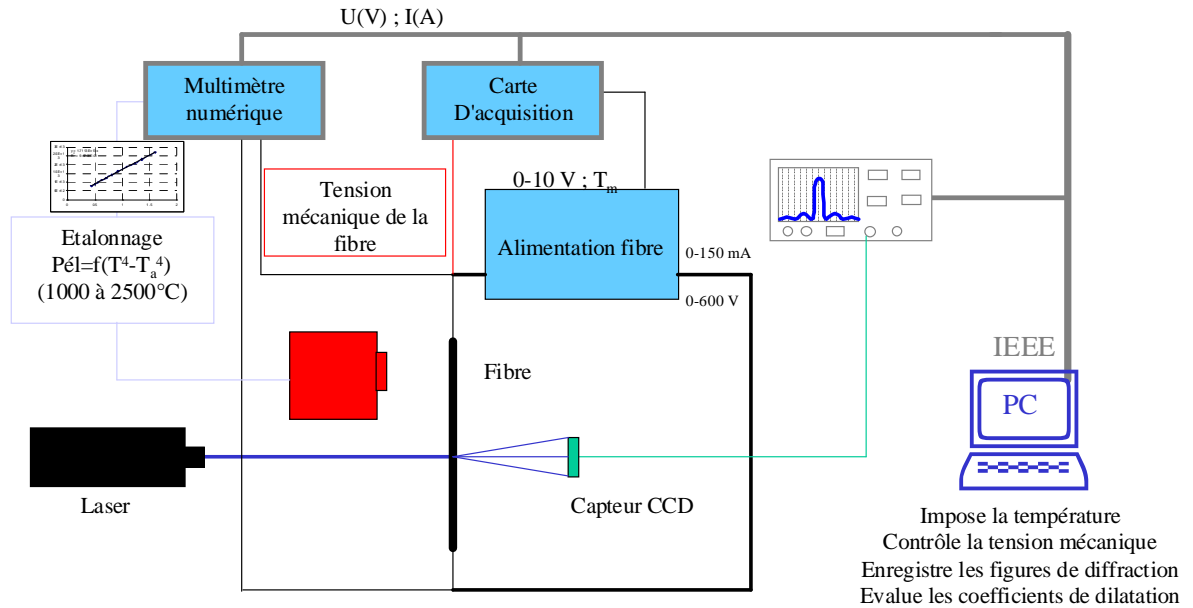


figure 1.10 : Schéma décrivant les appareils nécessaires à la mesure.

2. Etalonnage de la fibre

Dans un premier temps, l'étalonnage (logiciel présenté annexe B.2) en température de la fibre est réalisé à l'aide du pyromètre bichromatique. La puissance électrique injectée dans la fibre est tracée en fonction de l'écart de température lié aux pertes par rayonnement, selon la loi suivante :

$$P_{\text{électrique}} = f(T^4 - T_a^4) \quad (1.16)$$

Sous certaines conditions (Annexe A.3), la loi est valable et peut être extrapolée jusqu'à la température ambiante à partir des mesures réalisées entre 1000 et 2500 K.

3. Régulation de la tension mécanique

La régulation de la tension mécanique appliquée à la fibre est réalisée automatiquement (logiciel en annexe B.3). Les paramètres d'entrées nécessaires au bon fonctionnement du logiciel sont les suivants : le module d'Young, E_0 (Gpa) de la fibre, la contrainte, σ_0 (Mpa) à appliquer, la section, S (m²), la longueur de jauge L_0 (m) de cette

dernière et la complaisance C du système. A partir de ces grandeurs et à l'aide de la formule suivante, le déplacement et l'équivalent force à appliquer peuvent être calculés :

$$\Delta L = \sigma_0 \left(\frac{L_0}{E_0} + CS \right) \quad (1.17)$$

Ensuite, la procédure de régulation s'effectue en mesurant la valeur de la force et en ajustant le déplacement (positivement ou négativement) pour maintenir la fibre à la force de consigne déterminée à partir de l'expression (1.17).

4. Acquisition des figures de diffraction mesurées

Avant d'effectuer l'acquisition des figures de diffraction, il convient d'effectuer le réglage du capteur C-MOS. Idéalement, la figure de diffraction observée (figure 1.11) doit présenter les caractéristiques suivantes : (i) le maximum doit se situer à gauche de l'écran (lorsque le détecteur se situe à droite du laser), (ii) la partie descendante doit occuper les deux tiers de l'écran, (iii) le niveau moyen minimum doit représenter 30 à 40 % de l'amplitude maximale.

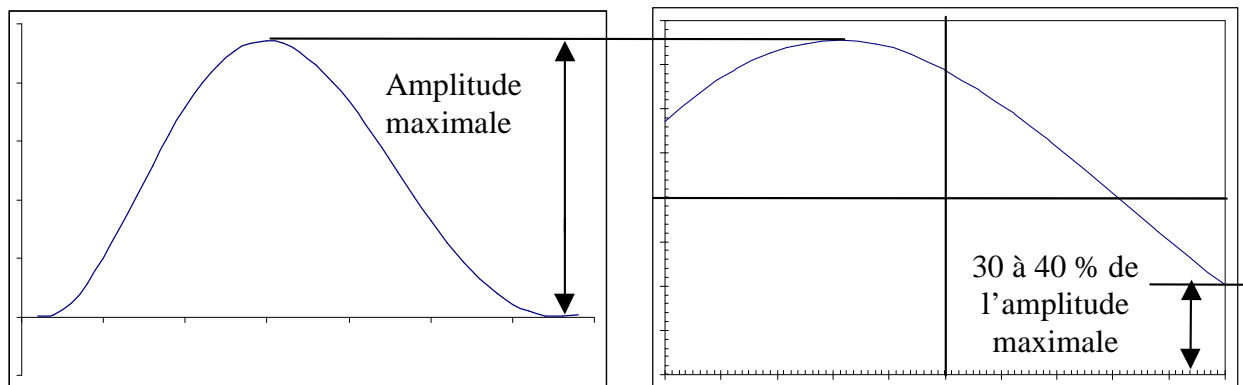


figure 1.11 : Réglage optique optimal du système de détection.

L'acquisition des figures de diffraction expérimentales s'effectue à l'aide du logiciel « mesure du coefficient de dilatation » (annexe B.1).

5. Identification des coefficients de dilatation

Finalement, lorsque les mesures ont été réalisées, seule la phase d'identification reste à effectuer. Compte tenu des nombreuses contraintes liées à l'identification, cette dernière ne peut s'effectuer simultanément avec la mesure. Ainsi, un logiciel dédié uniquement à cette étape a pu être développé (annexe B.4).

III. METHODE ORIGINALE PROPOSEE DANS CETTE ETUDE

A. Présentation de la méthode

Les méthodes basées sur la recherche d'un point particulier du signal ou sur l'utilisation d'une méthode inverse bâtie sur l'approximation à travers une fente ne sont pas suffisamment satisfaisantes pour être utilisées en l'état. Par contre, chacune des méthodes présentées contient un élément intéressant. En effet, idéalement il faut d'une part suivre la variation de position, ***non plus d'un point particulier de la figure de diffraction, mais de tous les points de la figure mesurée*** à l'aide du capteur. A cela, il faut ***associer une méthode numérique d'estimation de type « méthode inverse »*** susceptible de traiter un grand nombre de données. D'autre part, il faut disposer ***d'un modèle indépendant de la géométrie réelle des fibres***.

Ainsi, la nouvelle méthode développée dans cette étude est basée, non plus sur la mesure absolue des diamètres, mais sur ***l'identification directe des diamètres relatifs*** $\frac{d_{T+\Delta T} - d_T}{d_T}$

résultant de la détection du mouvement de ***l'ensemble des points de la figure de diffraction mesuré par le capteur*** entre la température T et $T+\Delta T$. En effet, cette variation est directement proportionnelle à la variation relative des diamètres de la fibre entre les mêmes températures. La représentation plus détaillée (figure 1.12) de ce principe permet de mieux comprendre la démarche proposée.

En effet, lorsque la fibre est portée à la température T , le diffraction, résultant de l'interaction électromagnétique avec le faisceau laser incident, engendre la figure et les franges de diffraction (trait en tirets). L'échauffement de la fibre induit une augmentation du diamètre. La fibre ainsi chauffée et toujours irradiée par le faisceau laser, va former une nouvelle figure de diffraction (trait en pointillés).

L'observation de ces figures de diffraction ainsi générées montre de nombreuses différences dues à la dilatation thermique ou plutôt à la variation du diamètre de la fibre. D'une part, un resserrement de la figure de diffraction à la température $T+\Delta T$ par rapport à celle à la température T est observé. Cela se traduit notablement par une variation de position des lobes (distance séparant deux minima) de la figure de diffraction. Cette variation est d'ailleurs d'autant plus importante que la distance par rapport au faisceau incident ($x = 0$ m) augmente. D'autre part, la taille des franges de la figure de diffraction diminue avec l'augmentation du diamètre de la fibre.

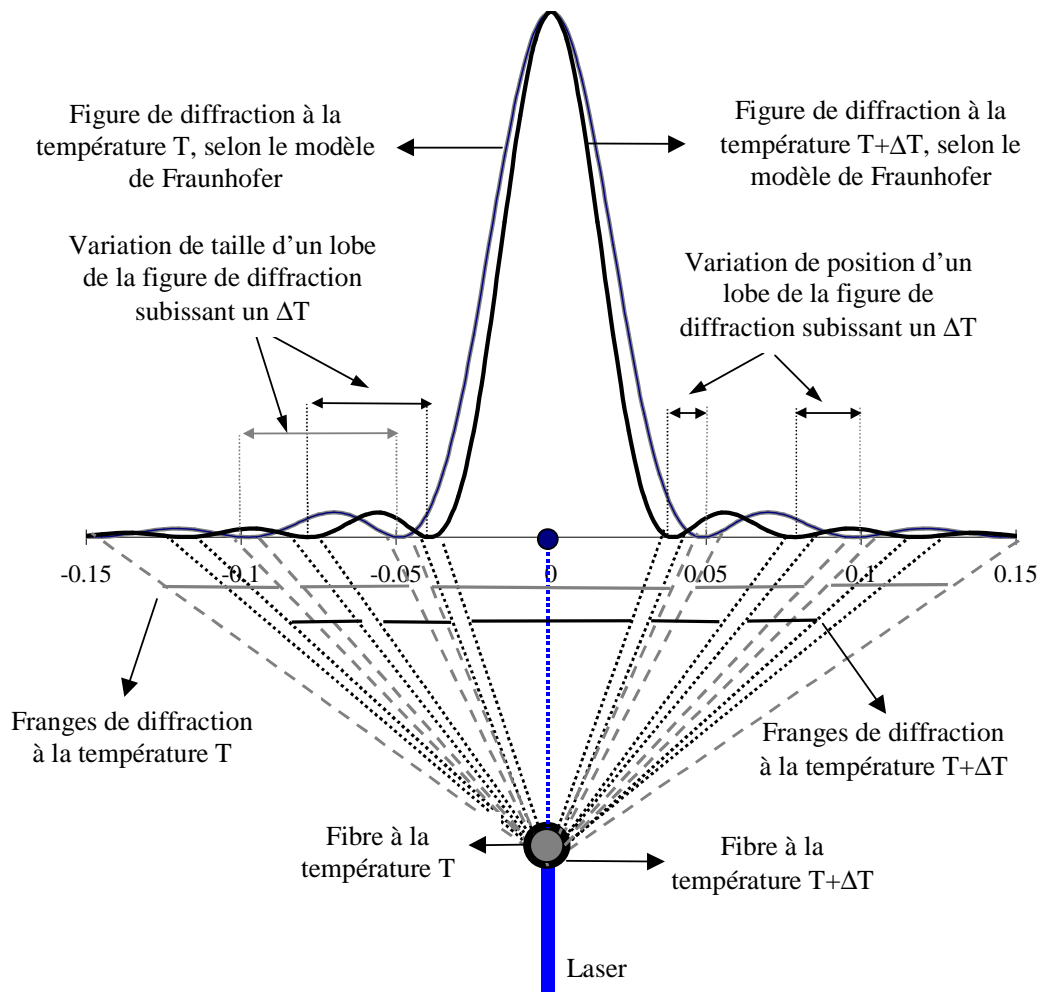


figure 1.12 : Méthode de mesure proposée dans cette étude.

Par conséquent, il n'y a pas que les extrema qui se déplacent lors de la dilatation thermique du matériau. Dès lors, il faut développer une méthode analytique susceptible de traduire ce déplacement engendré par la dilatation thermique ainsi que la géométrie réelle des fibres.

B. Prise en compte de la géométrie réelle des fibres

1. Problème lié à la rugosité

La mesure à l'aide de la diffraction d'un faisceau laser est une méthode non intrusive fortement dépendante de la surface du matériau. Par conséquent, il est naturel d'imaginer que les rugosités de surface présentes dans le matériau peuvent être la cause de sources secondaires de diffraction engendrées notamment par des phénomènes de réflexions diffuses intervenant sur les bords de la fibre.

Pour illustrer cela, une photographie MEB (figure 1.13) d'un filament de tungstène permet de mettre en évidence la présence de rugosités situées à la périphérie du matériau. De plus, les dimensions caractéristiques de ces défauts apparaissent comme étant bien inférieures à celle du matériau.

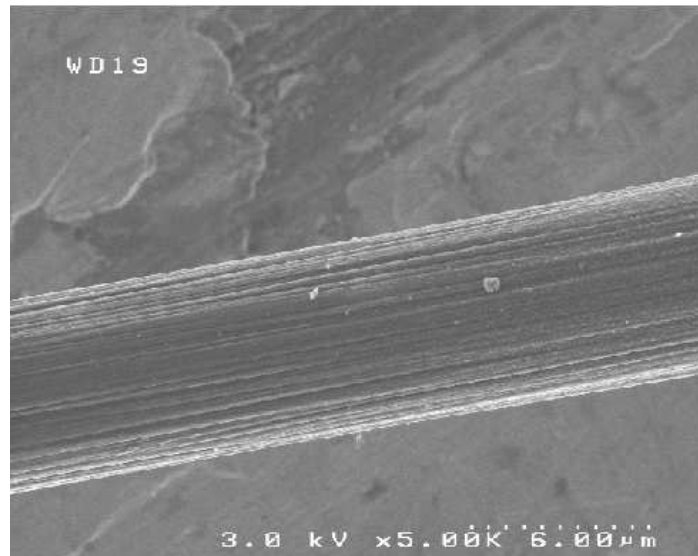


figure 1.13 : Photographie de la surface d'une fibre de tungstène ($d = 5 \mu\text{m}$).

D'autre part, la mesure des figures de diffraction d'un certain nombre de fibres (figure 1.14) renforce cette hypothèse.

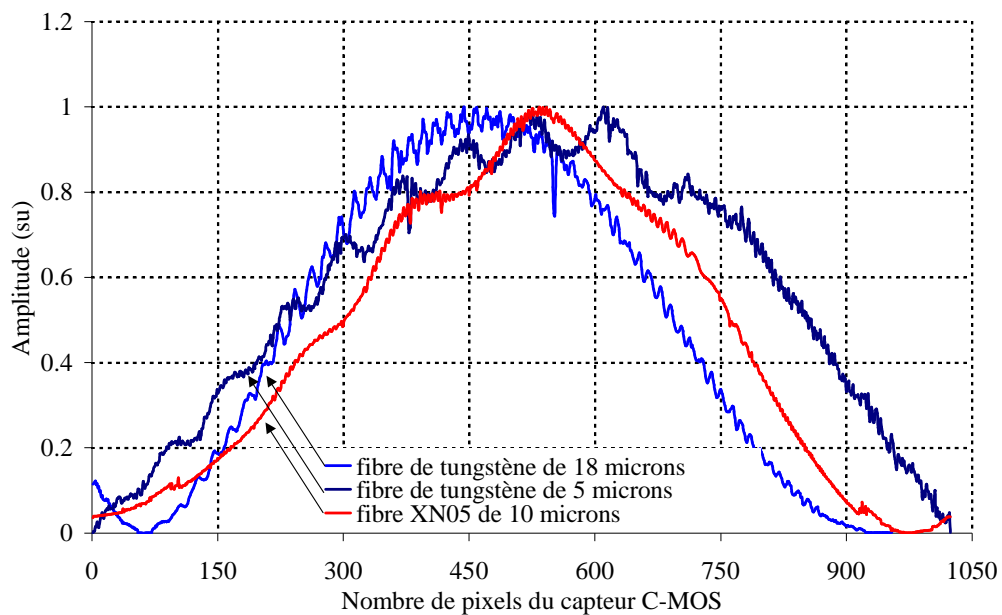


figure 1.14 : Mesure de la figure de diffraction sur différents types de fibres.

En effet, le cas présent montre bien que ; sur un même matériau (filament de tungstène), ayant deux diamètres différents (5 et $18 \mu\text{m}$), les figures de diffraction obtenues présentent des allures nettement différentes. Un autre exemple, sur une fibre de carbone XN05, confirme cette tendance avec l'apparition d'une figure encore différente. Ainsi, il faut être capable de reproduire à l'aide d'un modèle, ce type de figures de diffraction, pour ensuite prendre en compte ces phénomènes lors de l'estimation des coefficients de dilatation.

2. Développement d'un modèle phénoménologique

A partir des remarques précédentes sur la rugosité des matériaux étudiés (figure 1.14), le problème peut être décomposé selon le schéma suivant (figure 1.15). L'idée est de superposer plusieurs sources de diffraction. La première, correspond à la diffraction classique à travers une fente de dimension d . La seconde s'apparente à un modèle moins classique à N fentes de taille b séparées par une distance a .

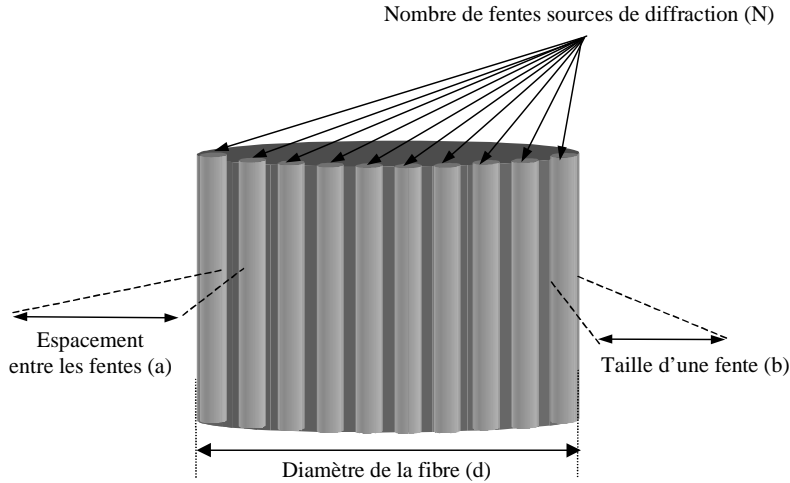


figure 1.15 : Schéma représentant la surface latérale d'une fibre.

Dans ce dernier cas, le module au carré de la transformée de Fourier de l'éclairement va s'écrire selon la formulation suivante [15] :

$$I_f(b, a, N, x) = \frac{1}{N^2} \left(\frac{\sin(N.w)}{\sin(w)} \right)^2 \left(\frac{\sin(v)}{v} \right)^2 \quad (1.18)$$

avec :

$$\begin{cases} v(b, D, \lambda, x) = \frac{\pi b}{\lambda} \sqrt{\frac{x^2}{x^2 + D^2}} \\ w(a, D, \lambda, x) = \frac{\pi a}{\lambda} \sqrt{\frac{x^2}{x^2 + D^2}} \end{cases} \quad (1.19)$$

Par conséquent, en poursuivant l'hypothèse que les fibres étudiées ont des rugosités de surfaces à des dimensions caractéristiques inférieures à celle de la fibre, il n'est pas surprenant de considérer, sur la figure de diffraction résultante, un couplage entre une diffraction principale représentative du diamètre de la fibre avec des diffractions secondaires typiques du défaut de surface de la fibre. Cela se traduit par un développement en série entre l'expression classique et l'expression à N fentes :

$$I_N(d, b, a, N, x) = \frac{1}{N^2} \left(\frac{\sin(N.w)}{\sin(w)} \right)^2 \left(\frac{\sin(v)}{v} \right)^2 + \left(\frac{\sin(u)}{u} \right)^2 \quad (1.20)$$

$$\text{avec : } u(d, D, \lambda, x) = \frac{\pi d}{\lambda} \sqrt{\frac{x^2}{x^2 + D^2}}, \text{ v et w issues de l'expression (1.19)} \quad (1.21)$$

Le modèle obtenu, de par sa nature, montre qu'il est difficile de mettre en œuvre une méthode numérique d'estimation visant à évaluer les termes (a, N, b) , par minimisation entre les signaux mesurés (figure 1.14) et le modèle théorique (1.20). En revanche, en ajustant manuellement ces différents paramètres, il est possible de reproduire l'allure donnée par les figures de diffraction mesurées. Les résultats obtenus et les valeurs ajustées sont représentés pour la fibre de carbone (figure 1.16) et pour le filament de tungstène de $5 \mu\text{m}$ (figure 1.17).

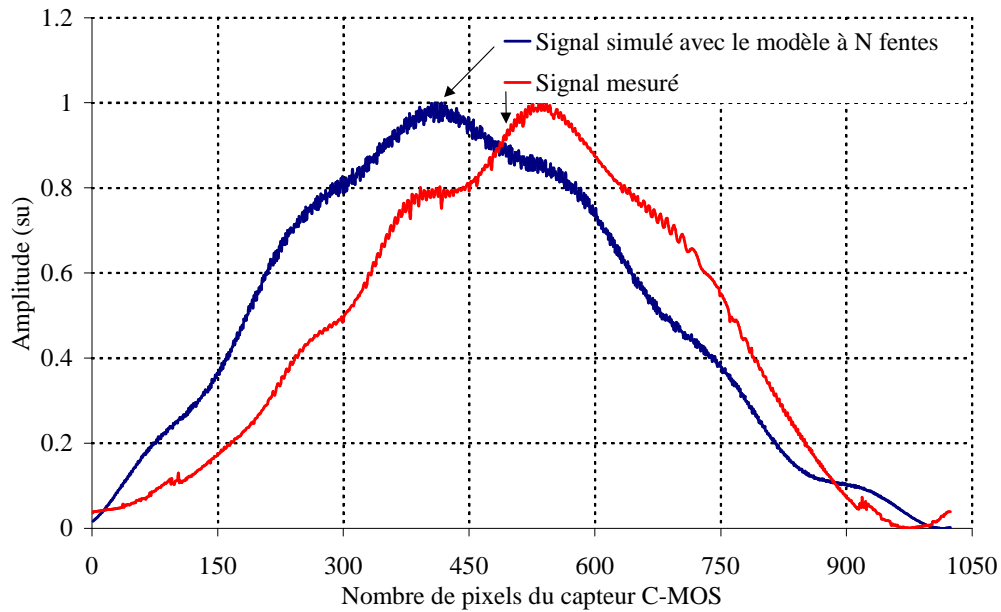


figure 1.16 : Superposition des signaux mesurés et calculés pour la fibre de carbone.

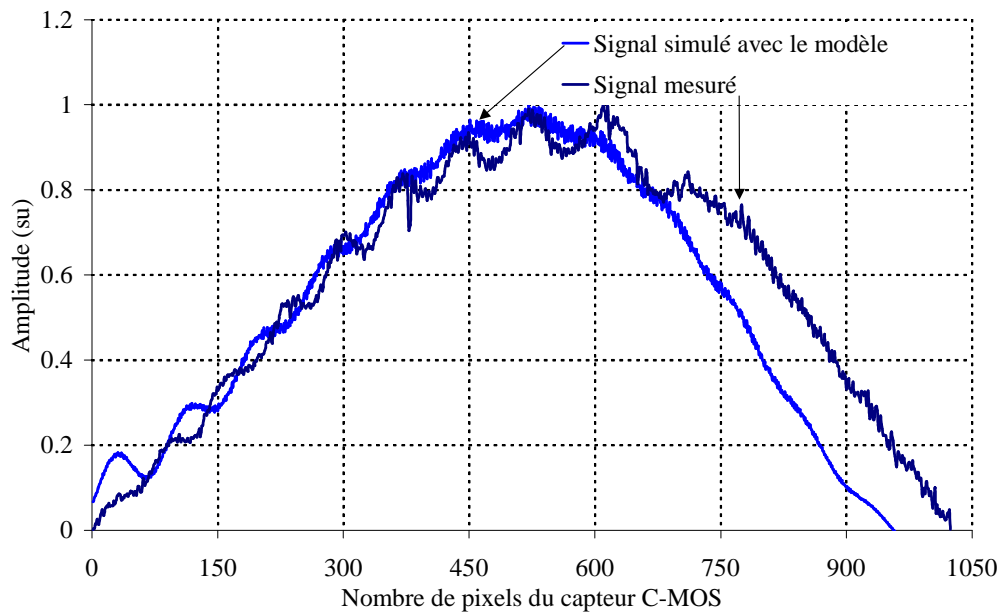


figure 1.17 : Superposition des signaux mesurés et calculés pour le filament de tungstène.

Ces représentations prouvent que le modèle développé permet de reproduire assez fidèlement des signaux similaires à ceux mesurés expérimentalement. Ainsi, à partir de ces simulations, l'influence de la morphologie des fibres lors de la mesure du coefficient de dilatation transverse peut être prise en compte.

*Ainsi, la démarche envisagée dans cette étude apparaît clairement. En effet, pour représenter au mieux la **diffraction à travers une fibre**, on peut supposer que la **figure de diffraction obtenue résulte d'une combinaison linéaire de fonctions (1.20) dépendantes** : de la **géométrie de la fibre** à des échelles diverses (**d, a et b**), de la **position x** sur le plan de projection de la **figure de diffraction** et finalement de la **distance D** entre la fibre et ce plan.*

C. Développement analytique d'une méthode autorégressive

1. Développement en série de Taylor

D'après les remarques effectuées précédemment, il est possible de définir une fonction plus générale notée I_{exp} qui résulte de la combinaison linéaire de fonctions élémentaires du même type que celle présentée (1.20) :

$$I_{exp}(u, v, w) = f(u) + g(v)h(w) \quad (1.22)$$

où : u , v et w s'expriment selon les relations (1.19) et (1.21). On notera que la diffraction à travers une fente représente ainsi le cas particulier où $g(v)$ et $h(w)$ sont nulles.

A partir de cette relation, et en supposant que la dilatation thermique induite par une élévation de température, engendre un faible déplacement ($< 100 \mu\text{m}$) de la figure de diffraction, un développement asymptotique au premier ordre peut être écrit :

$$\begin{aligned} I_{exp}(u_{T+\Delta T}, v_{T+\Delta T}, w_{T+\Delta T}) &= f(u_{T+\Delta T}) + g(v_{T+\Delta T})h(w_{T+\Delta T}) = \\ &A(f(u_T) + g(v_T)h(w_T)) + \\ &A\left(\frac{\Delta d}{d_T}d_T \frac{\partial f(u_T)}{\partial d} + \frac{\Delta b}{b_T}b_T \frac{\partial g(v_T)}{\partial b}h(w_T) + \frac{\Delta a}{a_T}a_T \frac{\partial h(w_T)}{\partial a}g(v_T)\right) + B \end{aligned} \quad (1.23)$$

En posant l'hypothèse, qu'indépendamment de la dimension de la fibre, de ces défauts ou des rugosités, les variations relatives des grandeurs associées sont très peu différentes lorsque le matériau se dilate :

$$\frac{\Delta d}{d_T} \approx \frac{\Delta b}{b_T} \approx \frac{\Delta a}{a_T} \quad (1.24)$$

puis, d'après les expressions (1.19) et (1.21) des fonctions élémentaires u , v et w , le calcul généralisé valable pour chacune d'elles peut être écrit :

$$\beta_T \frac{\partial G(\gamma_T)}{\partial \beta} = \beta_T \frac{\partial G(\gamma_T)}{\partial x} \frac{\partial x}{\partial \gamma} \frac{\partial \gamma}{\partial \beta} = \frac{\partial G(\gamma_T)}{\partial x} \frac{x(x^2 + D^2)}{D^2} \quad (1.25)$$

où : (i) β peut s'exprimer avec : a , b et d , (ii) γ peut s'écrire selon les fonctions : u , v et w et (iii) G peut être remplacée par les fonctions élémentaires : f , g et h .

Ainsi, à partir de toutes ces considérations, l'expression (1.23) devient :

$$\begin{aligned}
 I_{\text{exp}}(u_{T+\Delta T}, v_{T+\Delta T}, w_{T+\Delta T}) &= f(u_{T+\Delta T}) + g(v_{T+\Delta T})h(w_{T+\Delta T}) = \\
 &A(f(u_T) + g(v_T)h(w_T)) + \\
 &A \frac{\Delta d}{d_T} \frac{x(x^2 + D^2)}{D^2} \left(\frac{\partial f(u_T)}{\partial x} + \frac{\partial g(v_T)}{\partial x} h(w_T) + \frac{\partial h(w_T)}{\partial x} g(v_T) \right) + B = \\
 &A \left(I_{\text{exp}}(u_T, v_T, w_T) + \frac{\Delta d}{d_T} \frac{x(x^2 + D^2)}{D^2} \frac{\partial I_{\text{exp}}(u_T, v_T, w_T)}{\partial x} \right) + B
 \end{aligned} \tag{1.26}$$

Ce qui permet d'obtenir la relation générale permettant d'estimer à l'aide de la diffraction d'un faisceau laser, la variation relative de diamètre d'une fibre subissant une dilatation thermique :

$$I_{\text{exp}}(d_{T+\Delta T}, x) = A \left(I_{\text{exp}}(d_T, x) + \frac{\Delta d}{d_T} \frac{x(x^2 + D^2)}{D^2} \frac{\partial I_{\text{exp}}(d_T, x)}{\partial x} \right) + B \tag{1.27}$$

où : le signal mesuré de l'intensité diffractée à la température T et $T+\Delta T$ représente des combinaisons linéaires de fonctions élémentaires. Ainsi, trois paramètres apparaissent : l'amplitude A du signal, la variation relative de diamètre entre les températures T et $T+\Delta T$ du diamètre de la fibre $R = \Delta d/d_T$ et l'offset éventuel du signal B .

Dès lors, la méthode d'identification peut être considérée comme **autorégressive** puisqu'elle dépend uniquement des **signaux mesurés expérimentalement** et des **paramètres à estimer**.

2. Expression analytique en fonction de la position de la figure de diffraction

A partir de l'expression (1.27), et par intégration sur toute l'étendue spatiale du capteur, le résultat final est obtenu :

$$\begin{aligned}
 \int_{x_0}^{x_0+L} \frac{D^2}{x(x^2 + D^2)} I_{\text{exp}}(d_{T+\Delta T}, x) dx &= \int_{x_0}^{x_0+L} A \frac{D^2}{x(x^2 + D^2)} I_{\text{exp}}(d_T, x) dx + \\
 &+ A \frac{\Delta d}{d_T} (I_{\text{exp}}(d_T, x_0 + L) - I_{\text{exp}}(d_T, x_0)) + \int_{x_0}^{x_0+L} B \frac{D^2}{x(x^2 + D^2)} dx
 \end{aligned} \tag{1.28}$$

L'analyse de cette relation montre que ce modèle ne dépend que des intensités diffractées à une température T et $T+\Delta T$ ainsi qu'à la position du capteur par rapport à la fibre et finalement aux trois paramètres à identifier : A , $A.\Delta d/d_T$ et B . Désormais, seule la méthode d'estimation de ces paramètres reste à mettre en œuvre.

D. Résolution matricielle en vue de l'estimation par méthode inverse

Compte tenu de la formulation de l'expression (1.27), les méthodes numériques d'inversion semblent tout à fait adaptées. En effet, résoudre cette équation revient à minimiser au sens des moindres carrés la différence entre le signal mesuré à la température T et $T+\Delta T$. De cette minimisation les paramètres optimisés : A , R et B seront déduits. Cependant, il est utopique d'utiliser ce type de méthode si la sensibilité du système aux paramètres à estimer est faible ou corrélée.

1. Principe de la méthode inverse

Quels que soient les algorithmes de minimisation utilisés, le principe général de la méthode numérique décrit par A. André et al. [21] repose sur la minimisation au sens des moindres carrés de l'écart entre une fonction expérimentale F_{exp} mesurée et une fonction théorique calculée F_{th} :

$$J = \sum_i (F_{exp}(x_i) - F_{th}(x_i, \beta))^2 \quad (1.29)$$

Minimiser cette somme revient à annuler sa dérivée par rapport à chacun des paramètres β :

$$\frac{\partial J}{\partial \beta_j} = -2 \sum_i \frac{\partial F_{th}}{\partial \beta_j} (F_{exp}(x_i) - F_{th}(x_i, \beta)) = 0 \quad (1.30)$$

Ainsi, le coefficient de sensibilité S_j par rapport à chacun des paramètres β_j peut être défini :

$$S(x_i, \beta_j) = \frac{\partial F_{th}(x_i, \beta)}{\partial \beta_j} \quad (1.31)$$

Le système non linéaire à résoudre dépend directement des coefficients de qui jouent un rôle fondamental dans les techniques d'inversion puisqu'elles conditionnent les valeurs estimées des paramètres. En utilisant le formalisme matriciel pour ce système, le remplissage des matrices s'effectue de la façon suivante :

$$\beta = \begin{Bmatrix} \beta_1 \\ \vdots \\ \beta_m \end{Bmatrix}, F_{exp} = \begin{Bmatrix} F_{exp}(x_1) \\ \vdots \\ F_{exp}(x_n) \end{Bmatrix}, S = \begin{Bmatrix} S(x_1, \beta_1) & \cdots & S(x_1, \beta_m) \\ \vdots & \vdots & \vdots \\ S(x_n, \beta_1) & \cdots & S(x_n, \beta_m) \end{Bmatrix} \quad (1.32)$$

Avec ces notations matricielles, la somme J (1.29) devient :

$$J = (F_{exp} - F_{th})^t \cdot (F_{exp} - F_{th}) \quad (1.33)$$

et annuler sa dérivée par rapport aux paramètres β revient à écrire :

$$\frac{\partial J}{\partial \beta_j} = 0 \quad \Rightarrow \quad S^t \cdot (F_{exp} - F_{th}) = 0 \quad (1.34)$$

Dans le cas linéaire où l'on peut écrire $F_{th} = S \cdot \beta$, la matrice de sensibilité ne dépend pas des paramètres, il est alors facile d'inverser la relation et d'obtenir :

$$\beta = (S^t \cdot S)^{-1} \cdot S^t \cdot F_{exp} \quad (1.35)$$

2. Méthode d'estimation de type Gauss - Markov

A partir des calculs effectués précédemment de l'expression linéaire (1.27) et en utilisant le résultat (1.35) donné par la résolution de la minimisation au sens des moindres carrés, le système mis sous forme matricielle peut s'écrire de la façon suivante :

$$\beta = \begin{Bmatrix} A \\ AR \\ B \end{Bmatrix}, \quad F_{exp} = \begin{Bmatrix} \int_{x_0}^{x_0+\Delta x_1} \frac{D^2}{x(x^2+D^2)} I_{exp}(d_{T+\Delta T}, x) dx \\ \vdots \\ \int_{x_0}^{x_0+\Delta x_i} \frac{D^2}{x(x^2+D^2)} I_{exp}(d_{T+\Delta T}, x) dx \\ \vdots \\ \int_{x_0}^{x_0+L} \frac{D^2}{x(x^2+D^2)} I_{exp}(d_{T+\Delta T}, x) dx \end{Bmatrix},$$

$$S = \begin{Bmatrix} \int_{x_0}^{x_0+\Delta x_1} \frac{D^2}{x(x^2+D^2)} I_{exp}(d_T, x) dx & (I_{exp}(d_T, x_0+\Delta x_1) - I_{exp}(d_T, x_0)) & I \\ \vdots & \vdots & \vdots \\ \int_{x_0}^{x_0+\Delta x_i} \frac{D^2}{x(x^2+D^2)} I_{exp}(d_T, x) dx & (I_{exp}(d_T, x_0+\Delta x_i) - I_{exp}(d_T, x_0)) & I \\ \vdots & \vdots & \vdots \\ \int_{x_0}^{x_0+L} \frac{D^2}{x(x^2+D^2)} I_{exp}(d_T, x) dx & (I_{exp}(d_T, x_0+L) - I_{exp}(d_T, x_0)) & I \end{Bmatrix} \quad (1.36)$$

Dès lors, la méthode est complètement décrite et seule sa sensibilité aux paramètres à caractériser reste à vérifier.

3. Etude de sensibilité

Dans le cas étudié ici, aucune expression théorique n'est utilisée. Par conséquent, la sensibilité est calculée directement à partir de la matrice des sensibilités du système inverse à résoudre. Plus simplement, cela correspond aux différentes colonnes de l'expression (1.36). Le résultat obtenu (figure 1.18) montre que contrairement au modèle à travers une fente¹, les deux paramètres à estimer ne sont pas corrélés.

¹ Voir paragraphe I. C. 3 : Etude de sensibilité aux paramètres du modèle à une fente

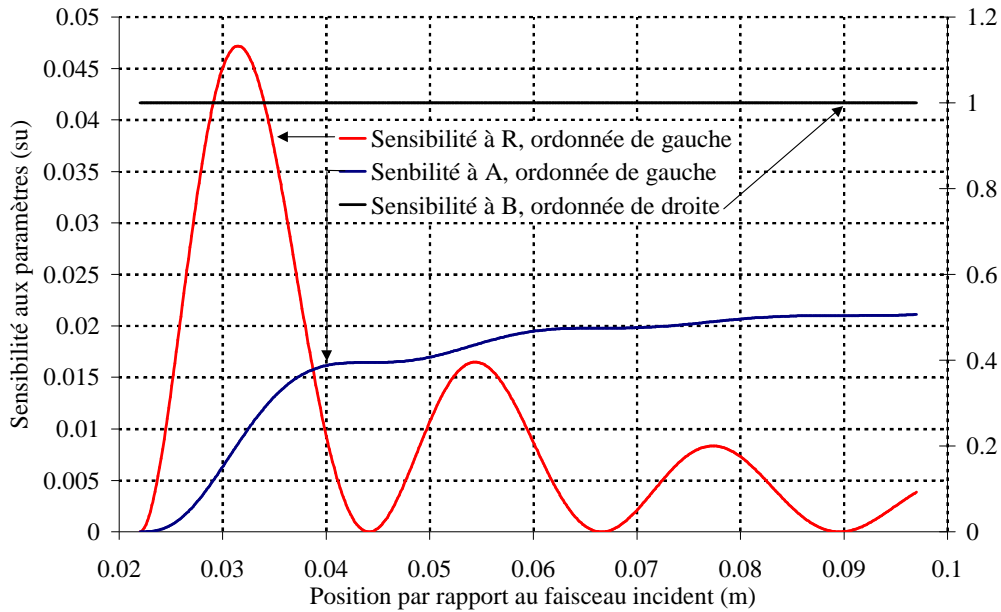


figure 1.18 : Sensibilité aux paramètres du modèle A, $R = \Delta d/d$ et B.

La sensibilité à la variation relative des diamètres diminue au fur et à mesure que l'on s'éloigne du lobe central. A l'inverse, la sensibilité à l'amplitude augmente lorsque la position par rapport au faisceau incident croît. Par conséquent, en théorie, il est préférable de travailler vers les premiers ordres de la figure de diffraction afin de bénéficier du maximum de sensibilité au paramètre R et d'une bonne sensibilité à l'amplitude. Cependant, expérimentalement un compromis devra être trouvé entre la sensibilité du dispositif à détecter une variation de diamètre, et celle donnée par la méthode d'identification. Dès lors, l'hypothèse de travailler sur les ordres ± 1 ou 2 semble tout à fait raisonnable en terme de sensibilité à l'estimation. L'ordre 0 étant éliminé d'office car son niveau d'intensité est très important (Dirac), ce qui expérimentalement entraîne la saturation du capteur.

4. Détermination de l'erreur sur l'estimation numérique

L'erreur commise lors de l'identification numérique est difficilement exprimable car le bruit de mesure n'est pas facilement quantifiable. Par contre, une étude statistique de sensibilité du capteur, a permis de montrer que le bruit varie inversement proportionnellement au signal. Ce résultat est pris en compte dans le calcul numérique, en pondérant la matrice des sensibilités par l'inverse du signal mesuré. Cette technique [21] permet de connaître à un facteur près, l'erreur due à l'identification. Sachant que la covariance du vecteur à identifier s'exprime de la façon suivante :

$$\text{cov}(\beta) = [X' (\text{cov}(\mathcal{E}))^{-1} X]^{-1} \quad (1.37)$$

on a alors, à une constante près la relation suivante :

$$k \text{cov}(\beta) = [X' (k \text{cov}(\mathcal{E}))^{-1} X]^{-1} \quad (1.38)$$

l'erreur s'exprimant en racine carrée de la covariance, la relation suivante peut être établie, à une constante près :

$$e\left(\frac{\Delta d}{d}\right) = k \left[\frac{e\left(A \frac{\Delta d}{d}\right)}{\left(A \frac{\Delta d}{d}\right)} - \frac{e(A)}{A} \right] \quad (1.39)$$

La difficulté est d'évaluer la constante k afin de pouvoir déterminer approximativement l'erreur sur le paramètre estimé. Pour cela, sachant que le paramètre A qui représente l'amplitude du signal doit être égal à 1 lorsque la mesure est correctement effectuée, il est possible de déterminer la valeur de la constante multiplicative en effectuant la différence entre l'amplitude évaluée numériquement et celle ayant pour valeur idéale $A = 1$. Le calcul ainsi défini a été testé à l'aide de signaux générés pour lesquels l'erreur sur l'estimation attendue était connue. Pour cela une erreur réelle de 0.12 % a été introduite dans les signaux. L'erreur évaluée en appliquant l'expression (1.39) est donnée à 0.15 %. Un plus grand nombre d'essais ont été réalisés (tableau 1.2). Les résultats obtenus sont toujours très proches avec en plus l'avantage de légèrement surestimer l'erreur.

Erreur réelle (%)	0.12	1.1	5.2	10
Erreur estimée (%)	0.15	1.3	6	12

tableau 1.2 : Comparaison erreurs réelles et estimées.

En conclusion, l'estimation des erreurs commises lors d'une mesure sera identifiée grâce au calcul de la dispersion. L'erreur sur le paramètre estimé permet de vérifier que le bruit de mesure n'est pas trop important ou que l'écart de température choisi est raisonnable (ni trop faible, ni trop élevé). En pratique, les 3 signaux mesurés à la température T et ceux mesurés à la température $T+\Delta T$ sont utilisés pour identifier 9 coefficients de dilatation dont la valeur moyenne, l'erreur moyenne sur l'estimation et la dispersion sont retournés. La combinaison de ces derniers permet de prendre en compte tous les cas où un éventuel problème de mesure est survenu.

E. Conséquences sur la définition usuelle des coefficients de dilatation

Certes, la méthode d'identification présente l'avantage d'estimer directement la variation relative des diamètres entre deux températures T et $T+\Delta T$, mais il faut pouvoir calculer les coefficients classiques de dilatation à partir de ce paramètre. Deux possibilités sont envisageables ; (i) soit il faut utiliser des formules de conversion en introduisant le coefficient de dilatation différentiel, pour remonter aux coefficients définis dans la littérature, (ii) soit la température T est fixée à la température ambiante T_0 et dans ce cas, l'estimation donne directement le coefficient de dilatation spécifique (1.2). L'avantage de cette dernière

est sa simplicité de mise en œuvre, l'inconvénient majeur résulte de la perte du nombre de valeurs identifiées.

1. Définition du coefficient de dilatation différentiel

La grandeur estimée obtenue correspond à la pente de la droite passant respectivement par les points d'abscisses et d'ordonnées suivants : $a[d_T, T]$ et $b[d_{T+\Delta T}, T+\Delta T]$. Par conséquent, il est logique de considérer la mesure à la température médiane $T+\Delta T/2$. Ainsi, la définition du *coefficient de dilatation transverse différentiel* apparaît naturellement et s'écrit de façon analogue au coefficient de dilatation vrai (1.3) avec comme référence non plus la température ambiante T_0 , mais une température quelconque T :

$$\alpha_d(T) = \frac{1}{d_T} \frac{d[d_T]}{dT} \quad (1.40)$$

A partir des constatations précédentes sur le choix d'une température médiane et par discrétisation de l'expression (1.40), le coefficient de dilatation différentiel peut être exprimé sous la forme :

$$\alpha_d(T) \approx \frac{1}{d_{T+\Delta T/2}} \frac{d_{T+\Delta T} - d_T}{\Delta T} \quad (1.41)$$

Le diamètre $d_{T+\Delta T/2}$ peut être calculé en fonction de ceux aux températures T et $T+\Delta T$:

$$d_{T+\Delta T/2} = d_T + \frac{\Delta d}{2} = d_{T+\Delta T} - \frac{\Delta d}{2} \quad (1.42)$$

avec :

$$\frac{\Delta d}{2} \approx \frac{d_{T+\Delta T} - d_T}{2} \quad (1.43)$$

En combinant la formulation (1.41) avec les expressions (1.42) et (1.43), la dilatation différentielle peut être exprimée :

$$\alpha_d\left(T + \frac{\Delta T}{2}\right) = \frac{2}{\Delta T} \frac{R}{2+R} \quad (1.44)$$

où :

$$R = \frac{d_{T+\Delta T} - d_T}{d_T} \quad (1.45)$$

L'avantage de ce calcul est d'exprimer la dilatation différentielle en fonction de R qui est le paramètre estimé à l'aide de la méthode d'identification mise en œuvre.

2. Formules de conversion du coefficient de dilatation différentiel

L'utilisation d'un tel coefficient est dénuée de sens si elle ne permet pas une transcription comparable avec les coefficients usuellement utilisés. Ainsi, un calcul simple

permet à partir des définitions (1.40) et (1.44) et par intégration entre T_0 et T d'extraire des valeurs de la dilatation différentielle, le diamètre à la température T :

$$d(T) = d_0 \exp \left[\int_{T_0}^T \alpha_d(T) dT \right] \quad (1.46)$$

Ainsi, les formules de conversion s'expriment à partir des relations classiques¹ (1.1), (1.2) et (1.3) des coefficients de dilatation transverse. Pour cela, le diamètre à la température T est remplacé par l'expression (1.46) fonction de la dilatation transverse différentielle et du diamètre à la température ambiante, ce qui donne :

$$\checkmark \text{ Coefficient de dilatation transverse spécifique : } \alpha_s(T, T_0) = \exp \left[\int_{T_0}^T \alpha_d(T) dT \right] - 1 \quad (1.47)$$

$$\checkmark \text{ Coefficient de dilatation transverse moyen : } \alpha_M(T, T_0) = \frac{\exp \left[\int_{T_0}^T \alpha_d(T) dT \right] - 1}{T - T_0} \quad (1.48)$$

$$\checkmark \text{ Coefficient de dilatation transverse vrai : } \alpha_v(T, T_0) = \alpha_d(T) \exp \left[\int_{T_0}^T \alpha_d(T) dT \right] \quad (1.49)$$

Ces formulations permettent, à partir de l'évaluation des grandeurs relatives de calculer les coefficients de dilatation issus de la littérature. De plus, il n'est désormais plus nécessaire d'évaluer le diamètre absolu à la température ambiante, ce qui limite fortement l'erreur de mesure commise.

F. Validation de la méthode d'estimation

A ce stade de l'étude, un principe de mesure et une méthode d'identification associée ont été développés. Cependant, avant de confronter cette méthode d'estimation à des signaux mesurés expérimentalement, il convient d'effectuer une première série de tests visant à valider cette dernière à partir de signaux simulés. Pour cela, il est envisagé d'utiliser le modèle à une fente (1.8) et à N fentes (1.20) pour générer des signaux dont les caractéristiques sont parfaitement connues. L'ajout d'un biais sur les signaux ainsi générés permet de quantifier l'influence de ce dernier sur la précision de l'estimation.

¹ Voir paragraphe I, partie A : Définitions usuelles des coefficients de dilatation transverse

1. Influence du bruit de mesure

Dans un premier temps, les signaux vont être bruités à l'aide d'un bruit aléatoire à moyenne nulle selon un rapport variable entre l'amplitude du signal et le niveau de bruit. Les paramètres de calcul, nécessaires au modèle (1.8) sont les suivants : $D = 1$ m, $d = 10 \mu\text{m}$, $\alpha_M = 10 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, $\Delta T = 100$ K. L'identification quant à elle, sera réalisée sur le premier ordre des figures de diffraction ainsi générées. Dans ces conditions et en prenant un rapport signal sur bruit de 10, la représentation graphique (figure 1.19) permet de visualiser les signaux à identifier :

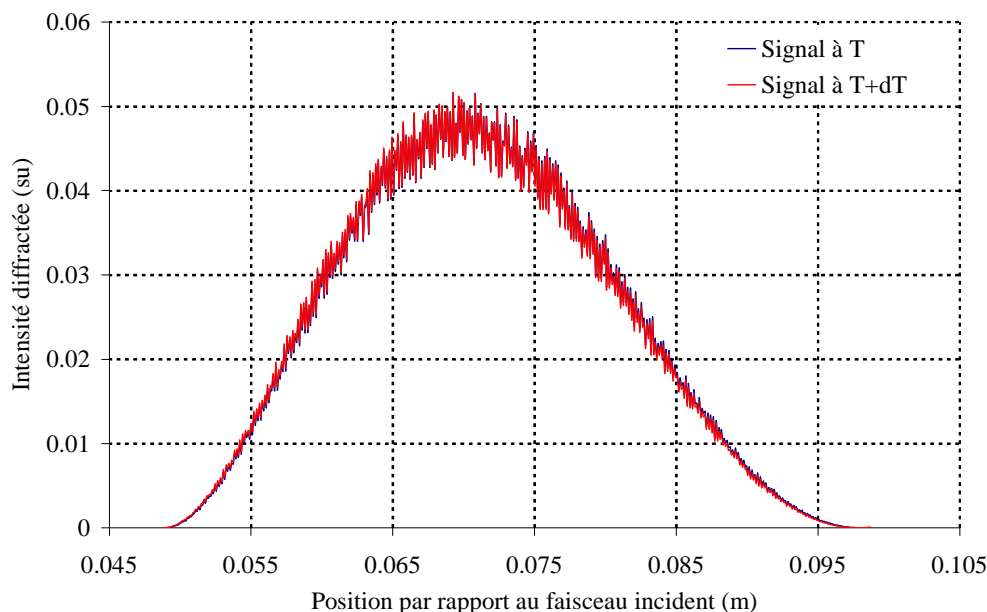


figure 1.19 : Signaux générés pour un rapport signal à bruit de 10.

Dans les conditions définies ci-dessus et indépendamment du rapport signal sur bruit introduit, la variation relative de diamètre à obtenir lors de l'identification est $R = 10^{-3}$. Ainsi, les calculs menés pour différents rapports signaux à bruit (tableau 1.3), montrent que la précision de la méthode décroît à mesure que le rapport signal à bruit augmente.

	$(\Delta d/d)_{\text{théorique}} = 1 \cdot 10^{-3}$			
S/B	5	10	100	1000
$(\Delta d/d)_{\text{calculé}} \cdot 10^3$	1.384	1.241	1.029	1.005
ε (%)	38.4	24.1	2.9	0.5

tableau 1.3 : Résultats de l'estimation pour différents rapports signaux à bruit.

Ce résultat, tout à fait logique, s'explique notamment par la composition de la matrice de sensibilité qui est constituée des signaux mesurés. Par conséquent, des précautions expérimentales seront à prendre pour se trouver plutôt avec un rapport signal à bruit supérieur

à 100. Il sera montré plus tard que l'influence du bruit de mesure sur les signaux mesurés reste faible, d'autant plus que ces derniers sont traités (moyenne, filtre passe bas...) afin de minimiser son influence.

2. Influence des paramètres expérimentaux

De part la définition même du phénomène de diffraction, la mesure peut notamment s'effectuer à différentes positions entre la fibre et le capteur. En effet, deux distances caractéristiques qui sont ; la distance entre la fibre et le capteur (D) et la position entre le faisceau incident et le capteur (x_0) apparaissent. Pour cela, la méthode d'estimation a été testée avec les conditions de simulations suivantes : $d = 10 \mu\text{m}$, $\alpha_M = 10.10^{-6} \text{ K}^{-1}$, $\Delta T = 100 \text{ K}$ et pour des distances D variants de 0.25 à 1 m et en se plaçant sur les ordres 1, 2 et 3 de la figure de diffraction. Les résultats obtenus pour l'amplitude sont reportés (figure 1.20) et pour la variation relative de diamètre (figure 1.21).

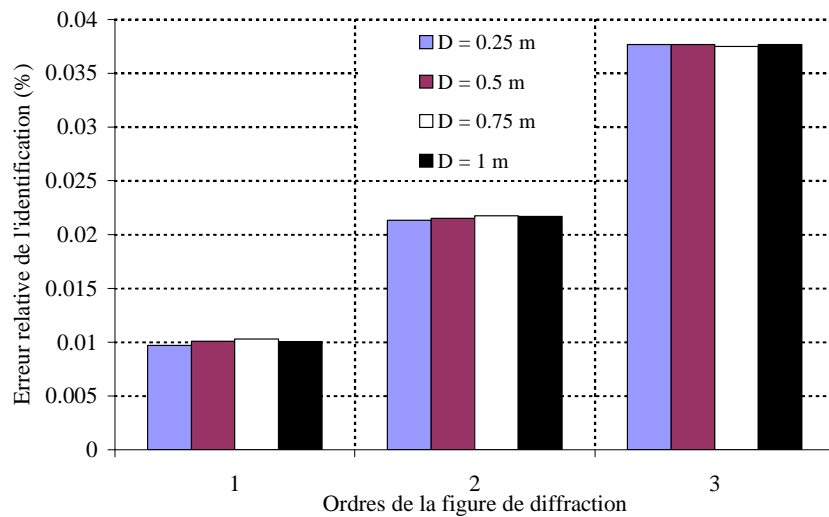


figure 1.20 : Erreur relative sur l'estimation de l'amplitude A à différentes distances D et x_0 .

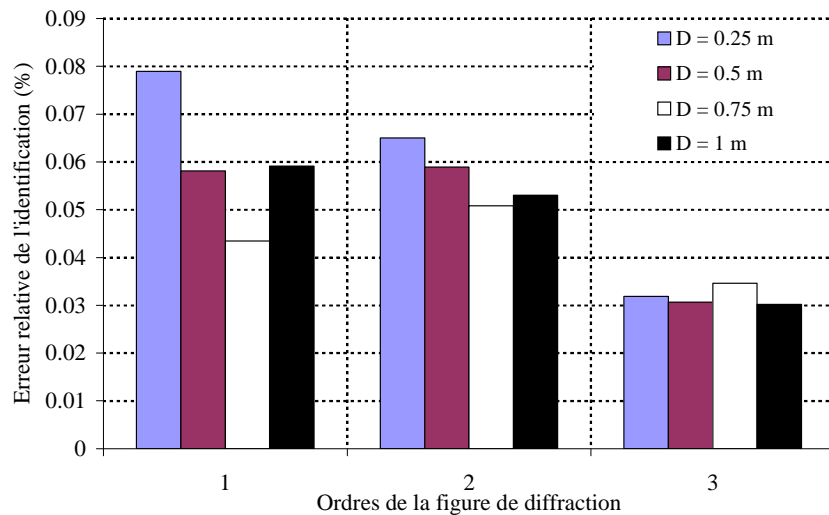


figure 1.21 : Erreur relative sur l'estimation de la variation relative des diamètres $R = \Delta d/d$ à différentes distances D et x_0 .

De manière générale et même si les estimations ont été réalisées sur des signaux non bruités, l'erreur sur l'estimation des deux paramètres est assez faible.

Concernant l'erreur commise sur l'amplitude, une tendance très nette apparaît. En effet, la sensibilité de la méthode d'identification est indépendante de la distance D , c'est-à-dire de la distance entre la fibre et le capteur. En revanche, l'erreur augmente lorsque l'ordre de la figure de diffraction augmente. Cela signifie que la méthode est moins sensible lorsque la distance entre le faisceau laser et le capteur augmente.

L'erreur commise sur l'estimation de la variation relative des diamètres présente une évolution plus particulière. Il semblerait que la sensibilité à l'estimation de ce paramètre augmente avec l'ordre de la figure de diffraction. De plus, pour l'ordre le plus élevé (3), l'estimation semble insensible à la variation de distance D . Par contre, cela ne semble pas être le cas pour les ordres 1 et 2, où la sensibilité décroît à mesure que cette dernière augmente. Malgré tout, ce sont les positions expérimentales optimales, susceptibles de fournir un maximum de sensibilité du système de détection qui fixeront ces paramètres. En revanche, il est bon de garder en mémoire que la méthode d'identification est également dépendante de ces paramètres géométriques (D et x_0).

De la même façon, l'influence du nombre de points présents dans les signaux à identifier peut être testée. Les résultats (tableau 1.4) montrent que l'erreur décroît exponentiellement lorsque le nombre de points augmente.

$(\Delta d/d)_{\text{théorique}} = 1.10^{-3}$	N = 200	N = 400	N = 600	N = 800	N = 1000
$(\Delta d/d)_{\text{calculé}} \cdot 10^3$	0.9981	0.9988	0.999	0.9992	0.99922
ε (%)	0.187	0.120	0.097	0.085	0.078

tableau 1.4 : Estimation pour des signaux constitués d'un nombre différent de points.

Même si l'erreur sur l'estimation est extrêmement faible quel que soit le nombre de points, une tendance peut être dégagée. En effet, dans le cas présent, l'asymptote horizontale représentative de l'erreur minimale lorsque N tend vers l'infini, est quasiment atteinte à partir de 600 points. Par conséquent, lors des mesures, il sera préférable de rester au dessus de cette limite.

Finalement, l'influence de l'écart de température entre les deux signaux peut être étudiée (tableau 1.5).

S/B = 1000	$\Delta T = 1$ K	$\Delta T = 10$ K	$\Delta T = 100$ K	$\Delta T = 1000$ K
$(\Delta d/d)_{\text{théorique}} \cdot 10^3$	0.01	0.1	1	10
$(\Delta d/d)_{\text{calculé}} \cdot 10^3$	0.009884	0.098841	0.988085	9.871807
ε (%)	1.156	1.159	1.192	1.282

tableau 1.5 : Estimation pour différents écarts de températures.

Les résultats obtenus prouvent que même si l'erreur reste faible, une augmentation variant avec l'écart de température peut être constatée. Par conséquent, il sera préférable de ne pas dépasser des variations de 200 à 300 K. Une dernière remarque concernant ce calcul consiste à indiquer que ce résultat était prévisible. En effet, le calcul analytique¹ étant basé sur un développement en série de Taylor du signal à la température $T + \Delta T$ en fonction de celui à T , si l'écart entre ces derniers devient trop grand (fort ΔT), alors l'hypothèse même de notre démonstration sera plus ou moins valable.

3. Influence de l'incertitude de mesure sur x_0 et D

L'expression analytique du modèle développé (1.27), fait intervenir les variables de positions x_0 et D du capteur. Par conséquent lors d'un essai, la mesure de ces derniers sera forcément entachée d'une certaine erreur ou incertitude. Ainsi, il convient de tester son influence sur celle commise lors de l'estimation des paramètres. Pour cela, des conditions de simulation proches de celles obtenues expérimentalement sont appliquées : $d = 10 \mu\text{m}$, $\alpha_M = 10 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, $\Delta T = 100 \text{ K}$, D exacte égale à 1 m et en se plaçant sur l'ordre 1 où la valeur de x_0 vaut 4.8 cm. Ensuite, la grandeur x_0 est entachée d'une certaine erreur allant de -10 à 10 %. Dès lors, le tracé (figure 1.22), de l'incertitude de mesure obtenue en fonction de l'erreur relative peut être présenté :

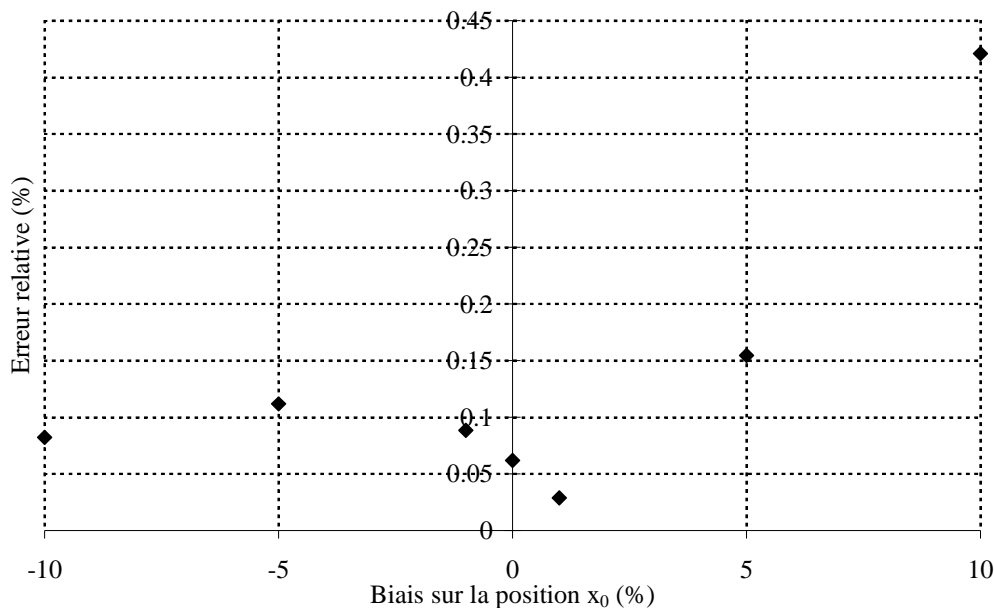


figure 1.22 : Erreur relative sur l'estimation de la variation relative des diamètres

Les résultats obtenus montrent que l'incertitude minimale se situe autour des valeurs exactes de D et x_0 . Par contre, l'erreur sur x_0 semble augmenter lorsqu'on la surestime.

¹ Paragraphe II, partie B : Développement analytique d'une méthode autorégressive

4. Influence de la géométrie réelle de la fibre

Il a été montré¹ qu'à partir de l'allure réelle de la figure de diffraction mesurée sur différentes fibres (figure 1.14), il était possible de développer un modèle phénoménologique capable de reproduire les signaux mesurés (figure 1.16 et 1.17) cela à partir de trois paramètres a , b et d . De plus, la méthode d'identification, basée sur une combinaison linéaire de fonctions élémentaires est valable lorsqu'on suppose que toutes les paramètres (a , b et d) se dilatent selon la même déformation transverse. Ainsi, il est intéressant de tester l'incertitude obtenue lorsque cette hypothèse n'est plus vérifiée. Pour cela, 4 simulations (figure 1.23) peuvent être réalisées avec les paramètres suivants : $d = 10 \mu\text{m}$, $a = 2 \mu\text{m}$, $b = 0.1 \mu\text{m}$, $N = 15$, $\alpha_M = 10 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, $T_a = 300 \text{ K}$ et $\Delta T = 1000 \text{ K}$.

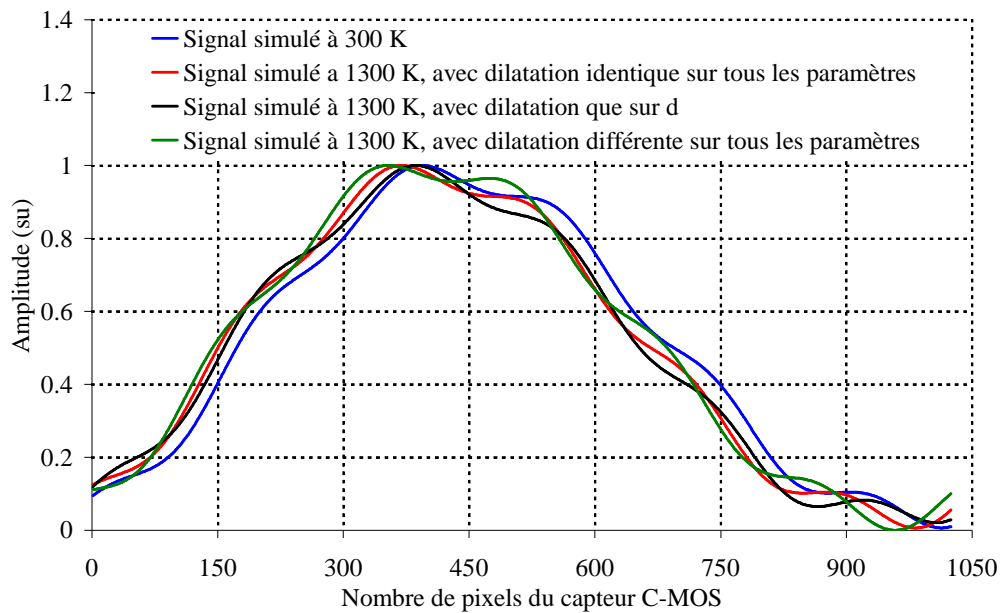


figure 1.23 : Simulations représentatives de la dilatation thermique à travers une fibre.

A partir de ces simulations, les identifications à partir de l'expression analytique (1.27) et avec la méthode inverse (1.35) peuvent être réalisées, et sont représentées au tableau 1.6 :

$(\Delta d/d)_{\text{théorique}} = 1 \cdot 10^{-2}$	$\Delta d/d = \Delta b/b = \Delta a/a = 10^{-2}$	$\Delta d/d = 10^{-2}$ $\Delta b/b = \Delta a/a = 0$	$\Delta d/d = 10^{-2}$ $\Delta a/a = 2 \cdot 10^{-2}$ $\Delta b/b = 0.3 \cdot 10^{-2}$
$(\Delta d/d)_{\text{calculé}} \cdot 10^2$	1.0021	1.03	0.977
$\epsilon (\%)$	0.21	3	2.25

tableau 1.6 : Estimation au delà des hypothèses du modèle (1.27).

Ces résultats, très intéressants montrent d'une part que la méthode développée permet d'estimer la variation relative des diamètres avec une très bonne précision ($\epsilon < 0.21 \%$).

¹ Voir III.B et C

D'autre part, ces calculs montrent que même lorsqu'on se place en dehors de l'hypothèse du modèle (1.27), c'est-à-dire en supposant que la dilatation n'est pas uniforme pour toutes les sources de diffraction (d , b et a) l'erreur sur la variation relative des diamètres restent inférieures à 3 % quelle que soit l'hypothèse considérée. En effet, si l'on suppose que la variation relative des paramètres représentatifs des rugosité est nulle, l'incertitude est de 3 %. A l'inverse, en supposant que les coefficients de dilatation sont différents selon l'échelle caractéristique, l'erreur sur la dilatation principale ($\Delta d/d$) est d'environ 2 %.

Ainsi, ces simulations permettent de montrer que le modèle développé est adapté aux différentes géométries prises par les fibres de carbone à étudier. De plus, il met en évidence le caractère plutôt secondaire des rugosités de surface lors de l'estimation de la dilatation spécifique principale de la fibre.

G. Avantages et inconvénients de la nouvelle méthode

A ce stade de la démarche de mesure développée, les premiers avantages liés à la nouvelle méthode proposée peuvent être présentés :

- ⇒ L'originalité du développement analytique proposé permet de travailler avec un modèle autorégressif basé uniquement sur des grandeurs mesurables.
- ⇒ Ce développement fait apparaître directement la variation relative des diamètres entre deux températures de mesures, ce qui implique une diminution de l'erreur de mesure et une augmentation du nombre de valeurs identifiées.
- ⇒ L'utilisation de l'ensemble du signal mesuré, par l'intermédiaire du capteur couplé à une méthode d'estimation numérique augmente considérablement le nombre de points de mesure qui passe de 1 dans les travaux antérieurs à 1024 dans notre cas.
- ⇒ La partie consacrée à la validation de la méthode d'estimation a permis de montrer que la résolution théorique de cette méthode était 10 à 20 fois supérieure à celles existantes dans la littérature. De plus, la sensibilité aux paramètres de positionnement comme D et x_0 est très faible.
- ⇒ La méthode développée, basée sur des combinaisons linéaires de fonctions élémentaires permet d'obtenir des résultats cohérents pour la dilatation transverse des fibres de carbone de géométries non circulaires avec des rugosités de surface.

Finalement, le seul inconvénient vient du bruit de mesure qui induit une erreur forte lorsqu'il est trop important. Ainsi, il faudra essayer d'optimiser au maximum la mesure et le dispositif associé pour limiter l'ensemble des phénomènes perturbateurs associés à ce type de mesure.

IV. Optimisation par la recherche et le traitement de l'erreur expérimentale puis validation du dispositif et de la méthode d'estimation développée

Dans cette partie, il convient d'effectuer l'étude non exhaustive des différentes sources d'erreurs possibles lors d'une mesure. En effet, elles peuvent être de plusieurs ordres : liées à un phénomène physique, à une erreur de mesure, à une mauvaise sensibilité du capteur ou plus simplement à la validité du modèle. Ainsi, chacune de ces sources a été étudiée afin d'optimiser la mesure et son erreur associée. Le but étant également, de connaître les limites, en terme de sensibilité, de la technique et du dispositif de mesure.

A. Sensibilité des systèmes de mesure utilisés

Ici, deux démarches de recherche d'erreurs sont explorées. La première concerne l'estimation de l'erreur commise expérimentalement lorsque la stabilisation mécanique de la fibre est mal assurée. La seconde concerne le capteur C-MOS de mesure de la figure de diffraction.

1. Stabilisation de la contrainte mécanique appliquée à la fibre

Concernant la stabilisation mécanique de la fibre, il est difficile de prévoir à l'aide d'un modèle, l'erreur engendrée par des mouvements ou des vibrations de la fibre lors des essais. Pour cela, la méthode suivante a été choisie. La fibre (XN05) a été portée à une température T de 1400 K. Puis, elle a été tendue manuellement jusqu'à une contrainte mécanique représentant un allongement de 0.01 %. Ensuite, cinq acquisitions de la figure de diffraction ont été réalisées. La fibre subit une élévation de température de 200 K induisant une dilatation longitudinale qui va détendre la fibre. La fibre est retendue à la même contrainte qu'avant dilatation, et cinq autres figures de diffraction, à cette température sont enregistrées. L'identification entre les figures de diffraction relevées pour chacune des températures montre (tableau 1.7) que la dispersion obtenue entre la valeur moyenne et l'écart type est de l'ordre de 20 % sur 25 valeurs estimées.

	1600 1	1600 2	1600 3	1600 4	1600 5
1400 1	2.57E-04	3.04E-04	3.07E-04	3.80E-04	4.25E-04
1400 2	3.65E-04	4.93E-04	4.16E-04	4.89E-04	3.65E-04
1400 3	4.55E-04	4.83E-04	5.07E-04	5.79E-04	4.23E-04
1400 4	5.92E-04	5.20E-04	5.44E-04	5.16E-04	5.13E-04
1400 5	5.93E-04	4.16E-04	4.16E-04	3.65E-04	5.21E-04
	Valeur moyenne (Rm)				4.50E-04
	Ecart type (sRm)				9.19E-05
	Dispersion (%) = sRm/Rm				20.4%

tableau 1.7 : Estimation pour différents écarts de températures.

La même opération réalisée en utilisant le programme de stabilisation de la contrainte mécanique par régulation en temps réel va nettement améliorer la dispersion. En effet, cette dernière va alors chuter de 20 à environ 3 %. Ceci montre l'importance, d'une bonne maîtrise de la tension mécanique, appliquée à la fibre.

2. Mise en évidence de la sensibilité maximale du capteur C-MOS

Dans un premier temps, il convient à partir de l'expression (1.2) du coefficient de dilatation transverse moyen, de calculer l'ordre de grandeur des variations Δd de diamètre en fonction de la température appliquée. Pour cela, le coefficient de dilatation transverse sera fixé à $10 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, le diamètre de la fibre à $10 \text{ }\mu\text{m}$ et la température variera de 50 à 400 K, (tableau 1.8).

Température imposée ΔT (K)	50	100	200	300	400
Δd (nm)	5	10	20	30	40

tableau 1.8 : Variations relatives de diamètre en fonction de l'écart de température.

A partir de ces résultats, Il s'agit de montrer quelles sont les variations minimales de diamètre, susceptibles d'engendrer une variation suffisante de la figure de diffraction. Ceci, en sachant que la résolution spatiale minimale assimilable à la limite inférieure de détection du capteur, correspond à la taille d'une photodiode ($\approx 25 \text{ }\mu\text{m}$). Pour respecter ce principe, il faut pouvoir optimiser les paramètres expérimentaux réglables, à partir de ceux imposés lors d'un essai. Dans notre cas, seuls le diamètre de la fibre et la longueur d'onde du faisceau laser sont figés, alors que les variables comme : les distances D et x_0 entre la fibre et le capteur ainsi que l'écart de température ΔT entre chaque mesure peuvent varier. Pour cela, à partir de l'expression (1.8) du modèle, un calcul de la variation de position de la figure de diffraction (Δx) permet d'obtenir la relation suivante :

$$\Delta x = -x \left[\frac{x^2 + D^2}{D^2} \right] \alpha_M(T) \Delta T \quad (1.50)$$

Dans cette relation, x représente la position du capteur par rapport au faisceau laser, D la distance entre la fibre et le capteur, α_M le coefficient de dilatation transverse moyen et ΔT la variation de température imposée à la fibre. Cette relation montre que la sensibilité est, indépendante du diamètre de l'échantillon et de la longueur d'onde du faisceau laser. En revanche, la figure de diffraction (1.8) dépend du diamètre de la fibre. En se plaçant dans une configuration expérimentale donnée : $d = 10 \text{ }\mu\text{m}$, $\alpha_M = 10 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, ΔT variant de 50 à 400 K, $D = 1 \text{ m}$ et en se positionnant sur l'ordre 1 où la valeur de x_0 vaut 4.8 cm, la représentation simultanée (figure 1.24) de la figure de diffraction (ordonnée de gauche) et des variations de positions résultant des différents écarts de température imposés (ordonnée de droite) permet de vérifier si le capteur sera suffisamment sensible lors de la mesure.

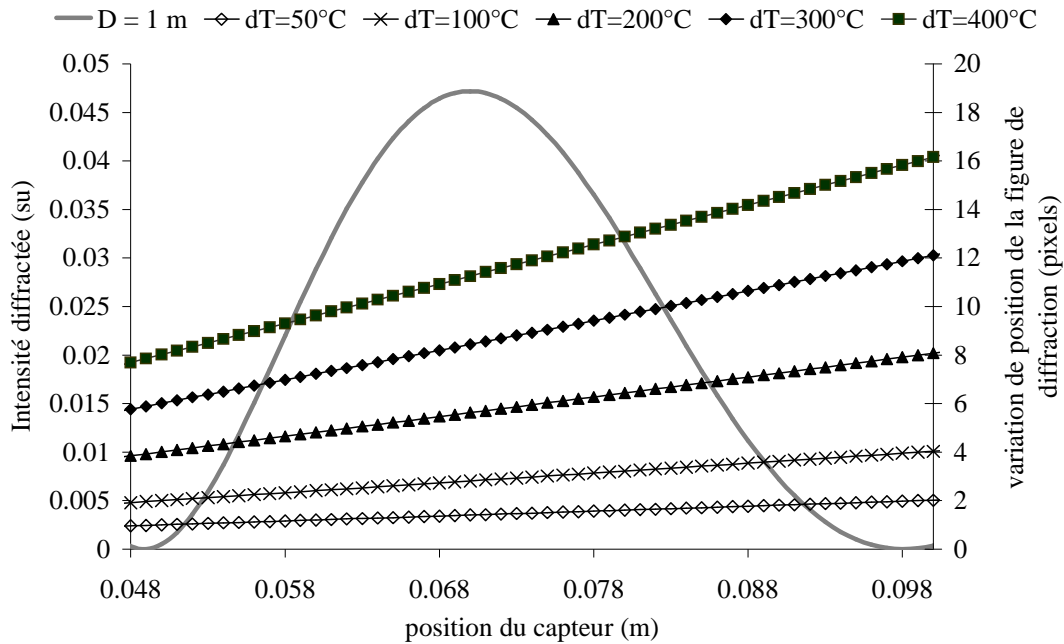


figure 1.24 : Sensibilité du capteur C-MOS pour une configuration fixée.

Dans cette représentation, la variation Δx (μm) de position de la figure de diffraction a été adimensionnée par la taille d'un pixel ($\approx 25 \mu\text{m}$) ce qui permet de lire directement son déplacement en pixels. Il faut noter que la variation Δx est monotone croissante en fonction de la position x par rapport au faisceau. De la même façon, et indépendamment de l'abscisse x , cette variation est d'autant plus importante que l'écart de température ΔT augmente. Cette exemple montre bien que dans cette configuration il serait délicat d'effectuer les mesures avec un écart de température de 50°C , puisque cela induit des variations allant de 1 à 2 pixels sur la figure de diffraction.

Finalement, ce calcul de sensibilité permet de fabriquer selon les configurations expérimentales des abaques visant à optimiser les paramètres de positionnement du capteur (D et x_0) mais également l'écart de température à imposer à la fibre (ΔT).

3. Influence du nombre de points de moyenne avant acquisition

Comme cela a été décrit dans la partie concernant la procédure expérimentale de mesure, les figures de diffraction sont visualisées à l'aide d'un oscilloscope numérique, où elles subissent un certain nombre de moyennes avant d'être transmises à l'ordinateur. En effet, l'opération de moyennage des signaux avant acquisition est rapidement coûteuse en temps lorsque le nombre de points de moyenne augmente. Typiquement, ce temps passe de 2 minutes pour 256 points de moyenne à 20 minutes pour 4096. Sachant, qu'une expérience classique entraîne, une trentaine d'enregistrements des signaux, la durée totale passe de 1 heure dans le premier cas à 10 heures pour le deuxième, soit dix fois plus. Par conséquent, il convient de tester l'influence en terme de précision et de répétitivité de la mesure lorsque le nombre de points de moyenne avant acquisition varie. Pour cela, des

mesures sur une fibre de carbone HTA 5191 3K pour la gamme complète de température et pour différents nombre de points de lissage : 256, 512, 1024 et 4096 ont été réalisées (figure 1.25).

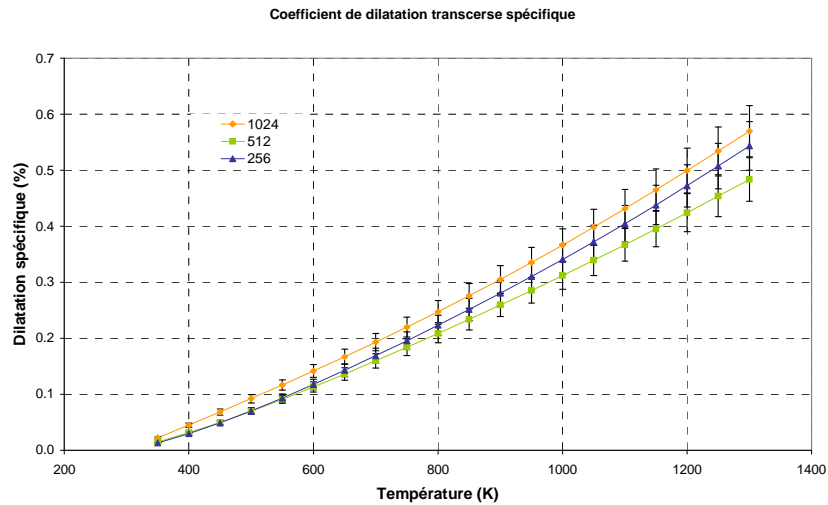


figure 1.25 : Influence du nombre de moyennes avant acquisition des signaux sur la fibre C2 (HTA 5191 3K) sur une gamme de température allant de 300 à 1300 K.

Ici, les signaux mesurés ont été enregistrés cinq fois pour chacune des températures. Par conséquent, les résultats obtenus après identification représentent la valeur moyenne calculée sur 25 estimations du paramètre R . Les résultats présentés montrent le coefficient de dilatation spécifique (%) calculé pour les différents cas. Il faut noter que quel que soit le nombre de points d'acquisitions utilisés avant enregistrement des signaux, le coefficient de dilatation spécifique reste identique pour toutes les températures, cela aux erreurs de mesures près. Par conséquent, le signal sera moyenné sur 256 points avant acquisition. Dans ces conditions, le temps réel d'une mesure sera de l'ordre de 1 heure.

B. Précautions expérimentales assurant la fiabilité des mesures

1. Présentation du problème

Lors des essais, un grand nombre de mesures à chacune des températures (5 en général) sont effectuées. Par conséquent, lors de l'identification, réalisée entre deux températures, les paramètres estimés seront au nombre de 25. Cela permet d'effectuer une analyse statistique simple sur les valeurs ainsi identifiées. Classiquement, un calcul permet de trouver la dispersion, exprimée en %, en divisant l'écart type et la valeur moyenne. Dans ces conditions, seules la valeur moyenne (calculée à partir de 25 estimations) et la dispersion sont conservées. Sachant que le nombre de grandeurs ainsi calculées, sur la gamme complète de température est d'environ 50 à 100, il est tout à fait envisageable d'exclure les individus mal évalués. En effet, lorsque sur les 25 estimations, une d'entre elles correspond à une mesure aberrante due à un éventuel phénomène perturbateur, c'est l'ensemble des résultats qui sera

biaisé lors du calcul de la valeur moyenne créant ainsi une hausse significative de la dispersion. Pour éviter ce type de biais et pour conserver l'avantage d'avoir un grand nombre de valeurs estimées, une procédure d'exclusion des points aberrants a été mise en œuvre.

2. Sélection sous critère permettant de cibler les points aberrants

En effet, à partir des remarques précédentes il semble facile de construire un algorithme visant à éliminer les points aberrants lors du calcul de la valeur moyenne, tout en gardant un indicateur traduisant la fiabilité ou le poids de cette dernière. L'algorithme d'exclusion des points aberrants peut être décrit à partir de : (i) N , le nombre de signaux enregistrés à chacune des températures T_0 à T_M , (ii) N^2 , le nombre d'identifications possibles entre deux températures, (iii) R_i , la $i^{\text{ème}}$ valeur estimée sur les N^2 identifications possibles, (iv) \bar{R} , la valeur moyenne sur les N^2 identifications possibles, (v) d , la dispersion calculée pour les N^2 identifications possibles et (vi) d_{limite} , la dispersion maximale autorisée. En effet, ce test calcule la valeur moyenne et la dispersion sur les N^2 valeurs identifiées. Si la dispersion obtenue est inférieure à la dispersion limite imposée par l'utilisateur, alors la valeur moyenne, la dispersion et le nombre N^2 sont retournés. Le cas échéant, un test permet d'exclure les I valeurs aberrantes puis de recalculer les nouvelles valeurs pour la moyenne et la dispersion. Ceci est réalisé tant que la dispersion reste supérieure à la limite imposée. Au final, la valeur moyenne, la dispersion et le nombre (N^2-I) de points retenus sont enregistrés. De manière générale, la limite de dispersion est fixée à 15 %, et la dispersion initiale dépasse rarement 5 % sur 25 valeurs estimées. En conclusion, cette procédure s'apparente plus à une sécurité supplémentaire permettant au manipulateur de pouvoir juger la pertinence des résultats.

C. Résolution des mesures

Toutes ces études visant à contrôler les erreurs expérimentales où d'identification permettent de quantifier la résolution obtenue lors des mesures. Cette dernière, dépend du bruit de mesure mais peut être estimée pour chaque type de fibre et pour chaque température. En effet, le travail d'optimisation a surtout permis de détecter les sources d'erreurs pour ensuite les limiter lors des essais. Ainsi, même si la résolution finale dépend de l'ensemble de ces différentes sources d'erreur : (i) sensibilité des systèmes de mesures et (ii) rugosités de surface. En pratique, elle est surtout limitée par la précision obtenue lors de l'identification par méthode inverse qui découle directement de la qualité des figures de diffraction enregistrées à l'aide du capteur.

Ainsi, lors d'une mesure, 5 signaux par température sont relevés, permettant par la même d'estimer la dispersion et le bruit de mesure présent sur les signaux. Pour cela, on part du principe qu'à une même température, la variation relative entre chaque signaux mesurés doit être nulle. Dès lors, en effectuant une identification du paramètre R entre tous les signaux mesurés, il est possible d'obtenir une matrice 5*5 représentative de la variation minimale détectable par la mesure et l'identification (tableau 1.9) :

	300 1	300 2	300 3	300 4	300 5
300 1	2.77E-15	1.68E-05	-6.44E-06	2.28E-05	2.52E-05
300 2	-1.68E-05	-1.74E-15	-2.34E-05	6.00E-06	8.40E-06
300 3	6.32E-06	2.32E-05	1.48E-15	2.91E-05	3.16E-05
300 4	-2.28E-05	-6.04E-06	-2.95E-05	3.53E-15	2.38E-06
300 5	-2.52E-05	-8.44E-06	-3.19E-05	-2.38E-06	1.59E-16

tableau 1.9 : Valeurs identifiées à la température ambiante sur 5 signaux enregistrés.

La matrice obtenue est antisymétrique ce qui est normal puisque les termes diagonaux représentent le signal i identifié avec lui même. Pour estimer la sensibilité, la valeur maximale représentative des signaux où le bruit de mesure est maximum est conservée pour définir la résolution spatiale de la mesure. Ici, il s'agit de $R = 3.16.10^{-5}$, ce qui permet de calculer le Δd minimum susceptible d'être vu par le système de détection et d'identification. Pour cela, en considérant une fibre de diamètre 10 μm , et d'après le définition de R , le calcul suivant est réalisé :

$$R = \frac{\Delta d}{d} = 3.16.10^{-5} \quad (1.51)$$

$$\Rightarrow \Delta d = 31.6.10^{-11} = 0.316 \text{ nm}$$

Dans cet exemple, la résolution spatiale obtenue est d'environ **300 pm**. Ce dernier est assez représentatif de la résolution moyenne généralement obtenue sur les différentes fibres mesurées.

D. Validation sur un filament de tungstène

A ce stade de l'étude, la robustesse, la fiabilité, à la fois théorique et expérimentale de la méthode d'estimation ainsi que du dispositif expérimental ont largement été prouvées. Ainsi, il convient de réaliser l'étape ultime visant à valider les mesures du coefficient de dilatation transverse obtenus, par comparaison avec un matériau modèle bien connu par ailleurs. Pour effectuer cette validation, le choix d'un matériau isotrope comme un filament de tungstène, semble tout à fait approprié. En effet, ce choix présente de multiples avantages qui sont indépendants de l'échelle caractéristique d'observation, filament de quelques microns ou matériau massif. De plus, le caractère isotrope de ce dernier autorise la comparaison entre la dilatation thermique transverse et longitudinale qui sont identiques.

Ainsi, la phase de validation va se décomposer en trois parties ; la première sera consacrée à la présentation des résultats expérimentaux obtenus à l'aide du dispositif et de la méthode d'identification développée. Puis, à partir de ces résultats et par l'utilisations des formules de conversions mises en œuvres, une comparaison directe des coefficients de dilatation transverse spécifique sera présentée. Finalement, la répétitivité des mesures sera montrée en

superposant les résultats obtenus après différentes campagnes de mesures sur un même monofilament de tungstène.

1. Présentation des résultats expérimentaux

Une campagne de mesure sur un filament de tungstène de $18 \mu\text{m}$ pour une gamme de température allant de l'ambiante à 2000 K avec un écart de température de 200 K entre chaque mesure a été réalisée.

La configuration expérimentale pour le positionnement du capteur est la suivante : distance $D = 1.21 \text{ m}$ entre la fibre et le capteur, mesure sur le 1^{er} ordre de la figure de diffraction ($x_0 = 3.3 \text{ cm}$). Concernant l'acquisition des signaux, les paramètres sont : 5 acquisitions par température, 256 moyennes avant acquisition, 3 mesures effectuées sur la même fibre.

Enfin, l'identification est réalisée avec les paramètres suivants : 886 points pour la figure de diffraction, 70 points pour le lissage, une dispersion limite égale à 15 %. Dans ces conditions, la dilatation différentielle et son erreur associée, obtenue après identification entre les signaux mesurés aux différentes températures, est représentée en fonction de cette dernière (figure 1.26).

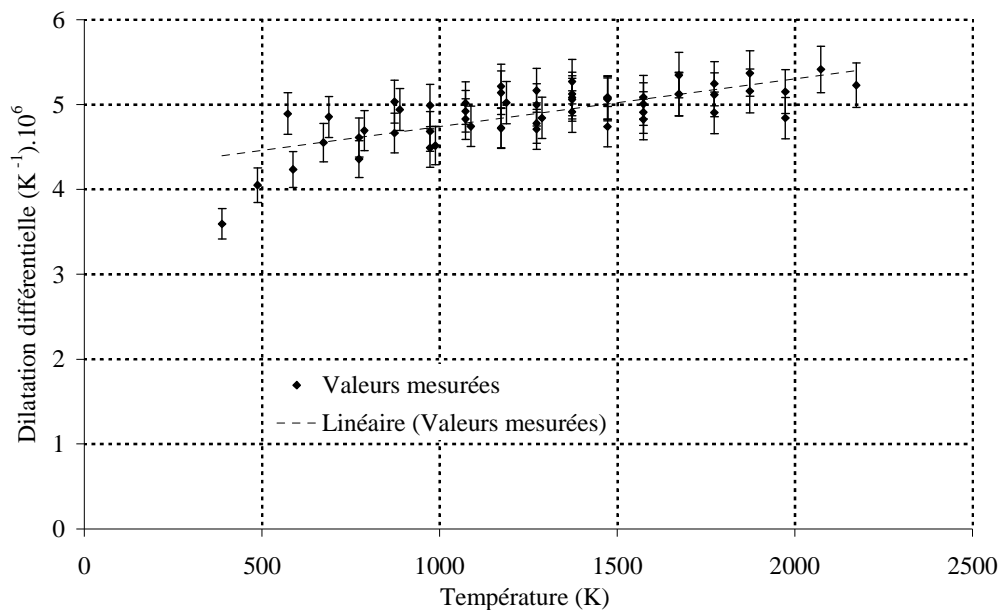


figure 1.26 : Dilatation différentielle obtenue sur un filament de tungstène de $18 \mu\text{m}$.

A partir des valeurs mesurées, une interpolation linéaire peut être réalisée. Excepté à basse température où les valeurs, erreur comprise, ne passent pas par la droite d'interpolation, l'ensemble des résultats oscillent autour de cette droite. Dès lors, la procédure de calcul des coefficients de dilatation transverse à partir des formules de conversion peut être réalisée. Ce calcul est effectué à partir de la droite de régression, mais aussi pour les droites interpolées à partir des points représentant les erreurs minimale et maximale engendrées par chacun d'eux (figure 1.26).

2. Comparaison des coefficients calculés avec ceux de la littérature

Ici, seul le coefficient de dilatation transverse spécifique (%) sera présenté. Les mesures issues de la littérature proviennent de données fournies par J. P. Morniroli [22]. Les résultats obtenus (figure 1.27), sur un filament de tungstène de $18\ \mu\text{m}$, sont en parfait accord avec ceux fournis par la littérature, sur un matériau massif. Il semblerait que nos mesures sous-estiment légèrement le coefficient de dilatation spécifique à basse température. Cela s'explique simplement à partir de l'extrapolation vers les basses températures des valeurs de températures obtenues lors de l'étalonnage. De manière générale, et en considérant l'erreur de mesure obtenue sur les valeurs identifiées, le dispositif expérimental, la méthode d'identification ainsi que l'utilisation des formules de conversion sont validées.

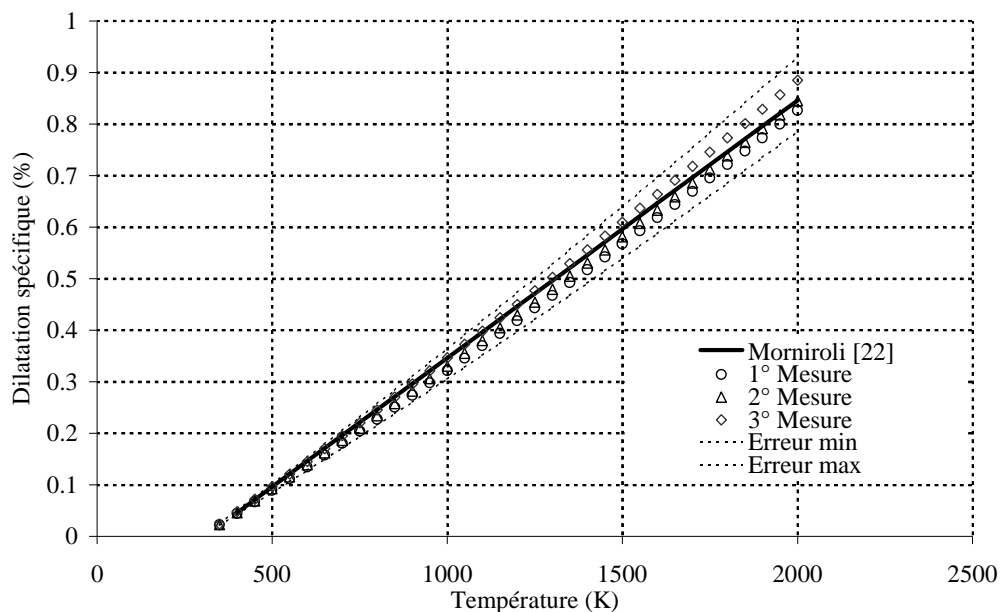


figure 1.27 : Comparaison du coefficient de dilatation spécifique (%) obtenu sur un filament de tungstène de $18\ \mu\text{m}$, avec celle fournie dans la littérature pour un matériau massif.

Un dernier point concernant la validation de la répétitivité des mesures reste à vérifier. Pour cela, trois campagnes de mesure sur un filament de tungstène identique au précédent ont également été réalisées (figure 1.27).

Il faut noter que la superposition, aux erreurs de mesures près, des différentes campagnes d'essais prouvent la répétitivité des mesures. De la même façon, la bonne adéquation avec les résultats fournis par la littérature est encore une fois confirmée.

Dans cet exemple, la résolution spatiale calculée avec la procédure décrite précédemment est de **1 nm**, ce qui donne une incertitude de mesure d'environ **6 %** pour les valeurs identifiées avec un **faible écart de température (100 K)**, alors qu'elle se situe autour de **2 %** lorsque ce dernier atteint **500 K**.

V. Conclusion

Dans ce chapitre, les limites expérimentales des méthodes précédemment développées dans la littérature ont pu être mises en évidence. Pour cela, une discussion fondée sur une recherche pertinente d'erreurs à partir d'une simple étude de sensibilité a permis de prouver que la résolution offerte par les dispositifs développés dans la littérature pouvait atteindre le même ordre de grandeur que les variations à mesurer.

Puis, la méthode **originale** développée dans cette étude a été largement décrite. Cette méthode **basée sur une estimation autorégressive par méthode inverse** permet **d'améliorer la précision des résultats d'un facteur 10**. De plus, une procédure inhérente à la méthode autorégressive, a permis le développement d'un calcul analytique susceptible de fournir, à partir des paramètres estimés, les coefficients usuellement utilisés dans la littérature. Cela, sans perdre le gain de précision offert par notre méthode.

Ensuite, une importante étude concernant la quantification des erreurs expérimentales et théoriques a permis d'obtenir un système de mesure complètement optimisé. Ainsi, les limites absolues de l'outil de mesure développé ont été estimées. De manière générale, **la résolution spatiale sur la mesure du diamètre est d'environ 300 pm**.

De plus, la **mesure** du coefficient de dilatation transverse d'un **filament de tungstène**, a permis d'obtenir des **résultats en parfait accord avec ceux fournis dans la littérature**, sur du tungstène massif. Par conséquent, l'ensemble de ces résultats autorise la validation à la fois du dispositif de mesure mais également de la méthode inverse autorégressive développée.

Une étude visant à caractériser la dilatation transverse d'un très grand nombre de fibres de carbone et céramique sera présentée (chapitre 6). Les perspectives liées à l'utilisation du dispositif seront détaillées dans la conclusion générale. Cependant, une **première évolution** du dispositif concerne la **mesure du coefficient de Poisson**. Cette mesure encore **plus délicate** semble tout à fait **possible** compte tenu de la **résolution** et des **performances atteintes** par notre système de mesure.

Chapitre 2

Coefficient de Poisson

Dans ce chapitre, la détermination du coefficient de Poisson à très haute température sera réalisée à **partir du système de mesure et de la méthode d'identification développés au chapitre précédent**. Dans un premier temps, une méthode proposée par I. Krucinska et al. [23] sera commentée. A travers ce travail, un certain nombre de points importants seront dégagés. Tout d'abord une étude de sensibilité montrera la difficulté inhérente à ce type de mesures lorsque les **sollicitations mécaniques** imposées à la fibre **sont faibles** (allongement inférieur à 0.1 %). Puis, les **difficultés** liées à la **structure souvent anisotrope** dans la section transverse des fibres seront discutées. Ensuite, les modifications expérimentales nécessaires pour cette mesure seront décrites et **les méthodes de mesure de la déformation longitudinale** présentées. En effet, la mesure du coefficient de Poisson résulte du **couplage** entre la détermination de la **déformation transverse et longitudinale**. De part les **propriétés mécaniques à très haute température** des fibres de carbone, comportement **viscoélastique puis plastique**, on verra que certaines **précautions sont nécessaires**. Finalement, une **validation sur un filament de tungstène** montrera la limite expérimentale de ce type de mesure. Pour cela, un calcul d'erreur permettra de fixer ces limites en fonction des fibres étudiées.

I. METHODES CLASSIQUES DE DETERMINATION DU COEFFICIENT DE POISSON

La mesure du coefficient de Poisson peut être réalisée par analogie avec la mesure du coefficient de dilatation transverse. Lors d'une mesure visant à déterminer la dilatation thermique d'un matériau et indépendamment de l'échelle d'observation, le principe consiste à suivre les variations géométriques de ce dernier lorsqu'il subit une contrainte thermique (élévation de température). La détermination du coefficient de Poisson consiste quant à elle à mesurer les variations géométriques d'un matériau subissant une *contrainte mécanique*, allongement de ce dernier selon une direction particulière.

A. Définition usuelle du coefficient de Poisson

On considère un échantillon de forme cylindrique et de diamètre d très inférieur à sa longueur L (cas d'une fibre). En supposant que la fibre est isotrope transverse, que ces propriétés mécaniques sont linéaires dans le domaine élastique et que la section est quasi circulaire, le coefficient de Poisson peut être défini selon l'expression :

$$\nu = -\frac{\varepsilon_T}{\varepsilon_L} = -\frac{\Delta d/d}{\Delta L/L} \quad (2.1)$$

Cette relation montre que le coefficient de Poisson représente le rapport entre les déformations transverses (ε_T) et longitudinales (ε_L). Dans ce cas, les déformations peuvent s'exprimer comme la variation relative des grandeurs géométriques selon les directions de sollicitation et d'observation. Précisons que pour une fibre, la sollicitation mécanique se fera dans le sens longitudinal (L) et l'observation selon le sens transverse (d), (figure 2.1).

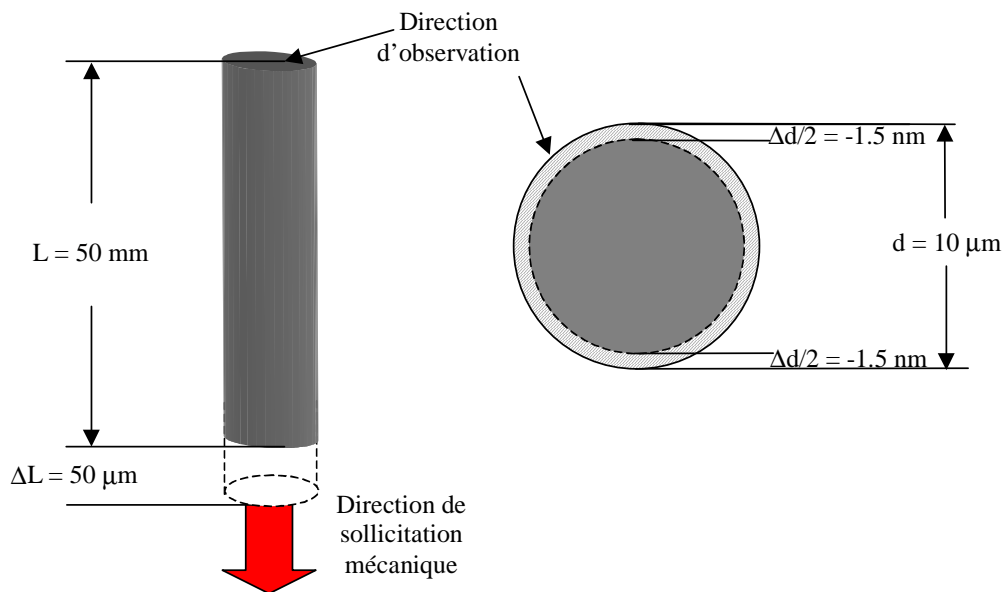


figure 2.1 : Schéma expliquant la définition du coefficient de Poisson.

Dès lors, le problème posé par ce type de mesures apparaît clairement. En effet, en considérant que les échelles caractéristiques dans chacune des directions sont d'environ 50 mm pour L et de seulement 10 μm pour d , il est évident, dans ces conditions, que la difficulté expérimentale se résume à la détermination de la déformation transverse. Ainsi, compte tenu des travaux réalisés au chapitre 1, où un outil de caractérisation du coefficient de dilatation transverse a été développé, l'évolution vers la détermination du coefficient de Poisson semble tout à fait envisageable.

B. Méthodes de mesures existantes du coefficient de Poisson

Le facteur qui limite les mesures du coefficient de Poisson aux échelles microniques sur fibre unitaire est justement la difficulté à réaliser des mesures de dilatation transverse. Comme cela a été montré dans le chapitre consacré à la détermination de la dilatation transverse, où déjà peu de références bibliographiques à très haute température ont été trouvées. Concernant la mesure du coefficient de Poisson, seulement une référence de I. Krucinska et al. [23] sur monofilaments et à température ambiante a pu être obtenue. Cependant, un certain nombre de travaux ont été réalisés sur des matériaux composites. Même si l'intérêt de ces méthodes indirectes est plutôt d'ordre mécanique que thermomécanique et que le but de notre étude est la caractérisation sur monofilaments, il convient de les présenter brièvement.

1. Méthodes de mesures sur matériaux composites

La particularité des matériaux composites C/C est qu'ils requièrent une bonne connaissance des propriétés mécaniques (module d'élasticité, module d'Young...) de la fibre et de la matrice. La détermination des propriétés liées à la matrice ont fait l'objet d'un grand nombre d'études réalisées par G.D. Dean et al. [24] et M. Schragger et al. [25] et ne seront pas discutées ici. En revanche, l'étude de la réponse à une sollicitation mécanique, dans le cas des fibres transverses isotropes est bien plus complexe puisque cela nécessite la détermination de cinq constantes élastiques indépendantes comme le montre R. Smith [26]. De plus, ces études se limitent souvent à la détermination du module D'Young et de cisaillement, c'est notamment le cas des travaux de C. Sauder [1] et R. Pampuch [27]. En effet, les évaluations directes des propriétés thermomécaniques (Module d'Young transverse, coefficient de dilatation transverse et de Poisson...) sur monofilaments sont difficiles à mettre en œuvre en raison des faibles valeurs de diamètres.

Jusqu'à présent, les auteurs ont surtout utilisé des techniques indirectes qui, à partir de la relation entre les modules d'élasticités et les constantes de raideur permettent sous certaines conditions une description des performances mécaniques des fibres, W.N. Reynolds [28] et W. Rüland [29]. Sinon, des techniques basées sur les ultrasons, à partir de matériaux composites unidirectionnels renforcés par des fibres selon des fractions volumiques variables, permettent une analyse de toutes les raideurs élastiques. L'application de modèles théoriques fondés sur les propriétés de la phase, de la concentration et de la géométrie sert à déduire la rigidité des fibres. C'est notamment ce que propose G.D. Dean et al [24] qui incorporent, dans

les équations issues de la théorie de Z. Hashin [30], les résultats obtenus expérimentalement à l'aide d'une méthode ultrasonique pulsée en transmission. Une méthode similaire proposée par R. Smith [26], basée expérimentalement sur une technique ultrasonique en immersion et théoriquement sur le modèle de J.E. Ashton et al.[31] et L.E. Behrens [32]-[33], permet de déterminer le coefficient élastique de raideur C_{13} pour en déduire le coefficient de Poisson. Le problème ici est lié à la faible sensibilité du coefficient de raideur par rapport à la propagation ultrasonique, ce qui entraîne une dispersion importante des résultats ($\approx 20\%$).

En conclusion, cette brève revue bibliographique concernant les méthodes indirectes appliquées aux matériaux composites met en évidence plusieurs points. Tout d'abord, les résultats obtenus pour le coefficient de Poisson sont corrélés d'une part avec l'incertitude (souvent forte) de mesure des modules élastiques et d'autre part avec la validité des modèles théoriques servant à remonter aux paramètres. Cela renforce d'autant plus l'idée de travailler avec des méthodes directes sur monofilament.

2. Méthode proposée par Krucinska sur monofilaments à la température ambiante

Même si l'article proposé par Krucinska et al. [23] est le seul vraiment intéressant sur la mesure du coefficient de Poisson et malgré que l'étude soit limitée à la température ambiante, il faut souligner la clarté et la rigueur affichées ici. En effet, les auteurs ont pour une fois, réalisé une étude théorique d'analyse d'erreur d'après H.D. Young [34] qui permet d'exprimer l'erreur maximale obtenue à partir de la connaissance de l'erreur sur chacune des grandeurs présentes dans l'expression (2.1) du coefficient de Poisson :

$$\frac{e_v}{\nu} = \sqrt{\left(\frac{e_{\Delta d}}{\Delta d}\right)^2 + \left(\frac{e_d}{d}\right)^2 + \left(\frac{e_{\Delta L}}{\Delta L}\right)^2 + \left(\frac{e_L}{L}\right)^2} \quad (2.2)$$

Ainsi, à partir de la résolution expérimentale de chacun de leurs capteurs (déplacement et CCD), ils ont pu déterminer l'erreur maximale commise lors des mesures. Avec les configurations expérimentales présentées au tableau 2.1 et en appliquant la formule (2.2), ils obtiennent une incertitude maximale de 5.7 % sur le coefficient de Poisson mesuré.

L (mm)	50	e_L (mm)	0.1	e_L/L (%)	0.20
ΔL (mm)	300	$e_{\Delta L}$ (μm)	5	$e_{\Delta L}/\Delta L$ (%)	1.67
d (μm)	8	e_d (μm)	0.08	e_d/d (%)	1.00
Δd (nm)	18.6	$e_{\Delta d}$ (nm)	1	$e_{\Delta d}$ (%)	5.38

tableau 2.1 : Erreur sur les paramètres de mesure du coefficient de Poisson [23].

L'analyse des incertitudes attachées à la déformation longitudinale semble expérimentalement faisable. En revanche une incertitude maximale de 1 nm sur la variation de diamètre représente, selon l'approximation à travers une fente qui est la méthode utilisée ici, une variation de 8 μm pour le premier minimum, de 15 μm pour le second et de 25 μm pour le

troisième. Par conséquent, il faut avoir un système de détection dont la résolution spatiale est de l'ordre de la dizaine de microns. Malheureusement, les auteurs ne précisent ni le type de détecteur utilisé (on sait juste qu'il s'agit de cellules photosensibles), ni la méthode utilisée pour localiser un minimum dans un signal certainement bruité cela avec une précision de 10 μm . De plus, les auteurs se servent, de l'approximation à travers une fente, sur une fibre. On a vu¹ que la détermination du diamètre d'une fibre avec cette approximation entraîne une erreur pouvant aller jusqu'à 6 % sur des fibres de petit diamètre. Ici encore, se pose la question relative à une détermination du diamètre absolu de la fibre.

Concernant, les résultats obtenus, les auteurs ont caractérisé trois fibres dont les propriétés mécaniques et géométriques sont assez similaires (tableau 2.2).

Fibres de carbone étudiées	Diamètre moyen d (μm)	Contrainte à rupture σ (Gpa)	Module d'Young E (Gpa)	Allongement maximum ε (%)
38/III	8.22	2.74	196.7	1.39
WS/2/3	7.68	4.70	224	2.1
Safril	7.61	3.03	194.2	1.56

tableau 2.2 : Fibres caractérisées dans l'article de Krucinska [23].

Voici (tableau 2.3) les valeurs moyennes obtenues pour le coefficient de Poisson en fonction de l'allongement appliqué à la fibre.

Elongation ΔL (mm)	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
38/III	0.26	0.27	0.3	0.28	—	—	—
WS/2/3	—	0.24	0.28	0.28	0.28	0.26	0.28
Safril	0.26	0.27	0.29	0.29	—	—	—

tableau 2.3 : Valeurs moyennes du coefficient de Poisson obtenues dans l'article de Krucinska, pour différentes fibres et à différentes elongations [23].

Ces résultats montrent que : (i) le coefficient de Poisson varie peu pour les trois fibres, (ii) l'hypothèse d'un comportement linéaire dans le domaine élastique semble respecter et (iii) malgré la précision affichée des mesures, ils n'ont pas déterminé le coefficient de Poisson à $\Delta L = 0.3$ mm pour la fibre WS/2/3. Un dernier point abordé par les auteurs concerne le caractère anisotrope dans le plan des fibres de carbone. En effet, à l'aide d'un système de rotation des fibres autour de l'axe longitudinal, les auteurs ont pu déterminer les diamètres absolus à différents allongements et à différentes positions angulaires. Dès lors, le coefficient de Poisson a pu être calculé.

¹ Voir chapitre 1.1.D.2 : Problèmes liés à l'utilisation classique du modèle à travers une fente.

De manière générale, les coefficients de Poisson obtenus à différents allongements sont en désaccord avec l'hypothèse selon laquelle les fibres de carbone peuvent être considérées comme un matériau linéaire dans le domaine élastique. Cela étant, les mesures effectuées à des positions angulaires allant de 100 à 160° montrent que le diamètre absolu de la fibre augmente lorsque l'allongement appliqué devient plus important.

Pour expliquer ces résultats, les auteurs proposent (figure 2.2) une représentation en diagramme polaire des diamètres absolus mesurés à différentes positions angulaires et à différentes contraintes mécaniques.

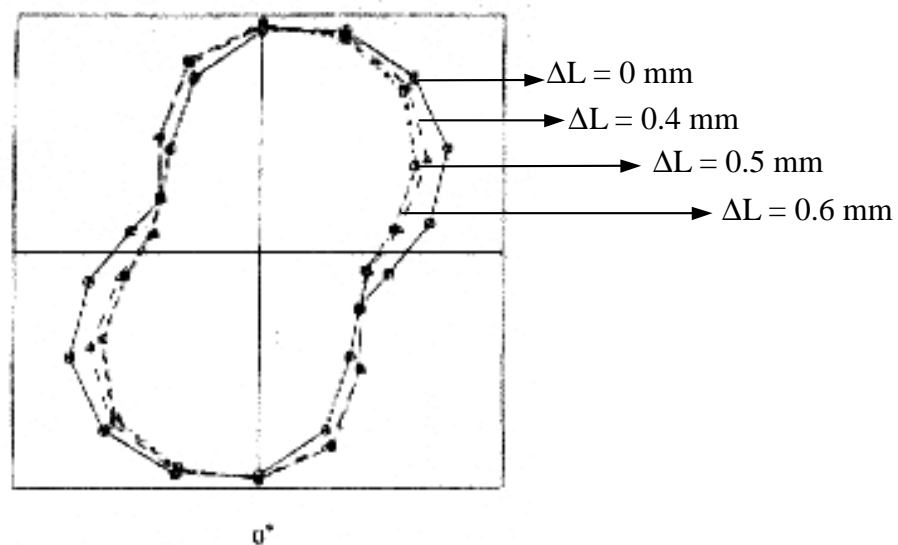


figure 2.2 : Diagramme polaire des diamètres absolus obtenus par Kruczka à différents allongements [23].

Ainsi, lorsque la contrainte appliquée devient trop importante lors des mesures, un phénomène supplémentaire à la simple contraction s'ajoute. Il s'agit d'une rotation de la section de la fibre selon la normale. Etant donné que la valeur du diamètre initial est fixe, la rotation de la section de la fibre ainsi engendrée va se répercuter sur la mesure en créant une « augmentation locale apparente du diamètre », ce qui est contraire à la théorie. Pour limiter l'influence de ce phénomène, les auteurs calculent une valeur moyenne du coefficient de Poisson par rapport à toutes les positions angulaires (dernière ligne du tableau représenté figure 2.2). De plus, une analyse statistique à partir de la variance des mesures obtenues leur permet de confirmer (intervalle de confiance 0.01) que le coefficient de Poisson est bien constant quel que soit l'allongement, lorsque les mesures sont réalisées dans le domaine élastique du matériau. Par conséquent, le coefficient de Poisson final représentera également la valeur moyenne obtenue pour différents allongements. Finalement, une campagne de mesure réalisée sur un panel de 25 fibres de chacun des trois types caractérisés (tableau 2.2) montre (tableau 2.4) que les coefficients de Poisson sont assez proches et qu'une grande dispersion finale est obtenue ($\approx 50\%$).

Elongation ΔL (mm)	Super moyenne	Ecart type
38/III	0.27	0.13
WS/2/3	0.26	0.12
Safril	0.28	0.18

tableau 2.4 : Valeurs de la super moyenne¹ du coefficient de Poisson obtenues dans l'article de Krucinska, pour différentes fibres.

Pour conclure, l'analyse détaillée de cet article montre que plusieurs points importants peuvent être dégagés. D'après I. Krucinzka et al., (i) la technique de diffraction laser est la seule à offrir une bonne précision de mesure du coefficient de Poisson ($\approx 6\%$), (ii) la mesure selon différentes positions angulaires prouve l'anisotropie de la section droite de ces fibres de carbone. Cependant, un calcul de la valeur moyenne du diamètre absolu des différentes positions angulaires montre que le coefficient de Poisson est quasi constant quel que soit l'allongement. Ce qui confirme bien l'hypothèse d'un comportement élastique linéaire des fibres de carbone. Un dernier point concerne les résultats obtenus sur les fibres caractérisées. La « super moyenne¹ » calculée est très proche pour les différentes fibres. En revanche, l'écart type résultant de 25 caractérisations par fibre est important et conduit à une dispersion finale d'environ 50 %.

¹ Terminologie employée par les auteurs.

II. METHODE PROPOSEE

A. Présentation du principe de la méthode

La méthode développée ici est basée sur l'identification simultanée des déformations longitudinale et transverse de la fibre (figure 2.3) :

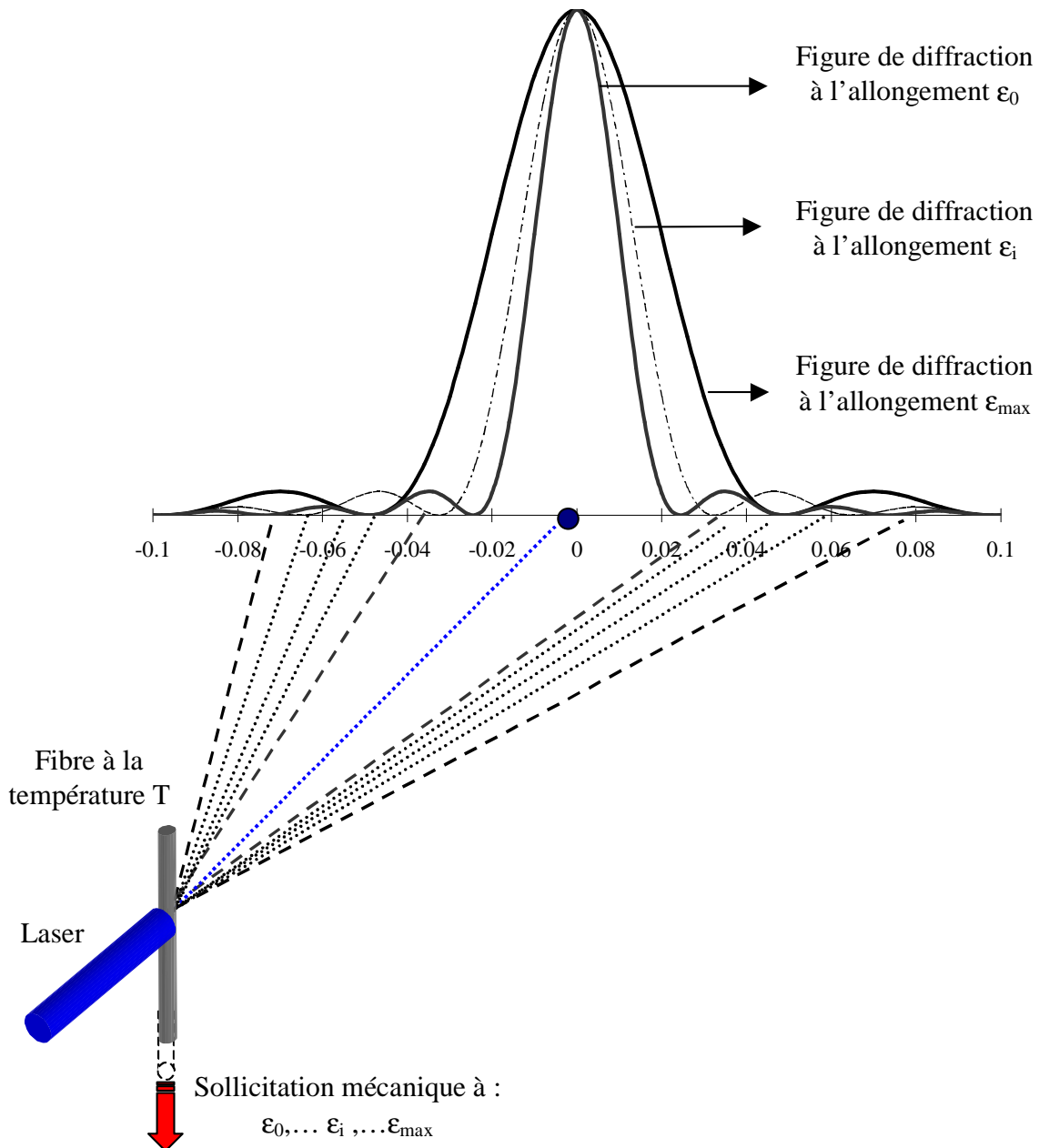


figure 2.3 : Principe de la méthode de mesure proposée dans cette étude.

Pour cela, la fibre est portée à une température d'essai (T) où différentes sollicitations mécaniques vont être imposées. En effet, en relation avec l'allongement maximum supporté par la fibre ($\approx \sigma_{\max}$), une gamme de contraintes longitudinales est déterminée et, pour chacune d'elles, une mesure de la figure de diffraction résultante est réalisée. En effet, sachant que le coefficient de Poisson est constant quel que soit l'allongement pour un matériau dont le

comportement est linéaire dans le domaine élastique, il est judicieux d'effectuer le plus grand nombre de mesures à l'intérieur de ce dernier. Ainsi, grâce à la méthode de mesure du coefficient de dilatation transverse développée au chapitre précédent, un grand nombre de résultats pourront être calculées (environ une trentaine). Cela permettra d'obtenir une valeur moyenne du coefficient suffisamment représentative. Ensuite, ces étapes seront réitérées sur toute la gamme de température imposée. Cependant, il faut également mesurer la déformation longitudinale appliquée à la fibre. Pour cela, il convient de présenter les différentes techniques existantes

B. Méthodes développées pour la mesure de la dilatation thermique longitudinale

1. Méthodes issues de la littérature

Les techniques qui permettent la mesure du coefficient de dilatation longitudinal α_l à haute température peuvent être divisées en deux catégories : (i) les techniques indirectes par enrobage dans une matrice. Ces dernières ne permettent pas, le plus souvent, de dépasser 500°C et nécessitent l'application d'une loi de mélange sensible à la qualité de la liaison fibre-matrice, comme le montrent Menessier et al. [3] et Wagoner et al. [4], (ii) les techniques directes sur mèche par TMA (Thermo-Mechanical Analysis) et celles sur fibre unitaire plus difficiles à mettre en œuvre. Une technique développée par Degas et al. [35] est présentée (figure 2.4). Elle permet une mesure jusqu'à 500°C.

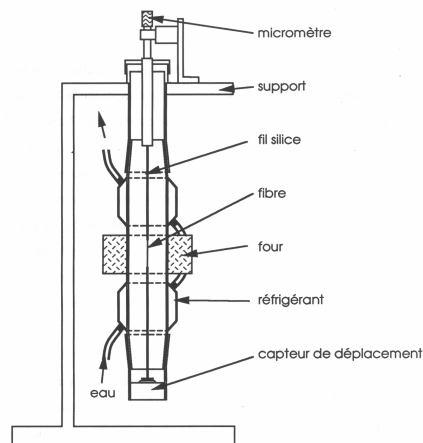


figure 2.4 : Méthode de mesure proposée par Degas et al. [35].

Les extrémités de la fibre à étudier sont collées à des fils en verre de silice qui sont placés dans une enceinte sous atmosphère neutre. La fibre est chauffée de façon homogène à l'aide d'un four. Puis, de part et d'autre de ce four, des réfrigérants permettent d'abaisser rapidement la température le long des fils. L'extrémité inférieure de la fibre supporte une électrode qui vient en regard d'une seconde solidaire de l'enceinte créant ainsi un condensateur. La variation de la distance entre les deux électrodes modifie la surtension d'un circuit oscillant

dans lequel est inséré le condensateur ainsi formé. La sensibilité minimale de mesure de ce système est d'environ $0.1 \mu\text{m}$. Une technique similaire, R. C. Fanning et al. [8] et Yasuda et al. [36], est utilisée pour effectuer des mesures jusqu'à 1000°C . Une technique plus récente développée par Trinquécoste et al. [9] permet d'atteindre de très hautes températures (figure 2.5). Ce système permet d'imposer une "flèche" au filament à l'aide d'une épingle. Ce dernier étant chauffé par effet Joule sous vide secondaire. Le principe de mesure consiste à déterminer sous microscope la variation de la flèche DS_T pour en déduire la variation de longueur du filament. L'inconvénient majeur de cette technique est son manque de précision.

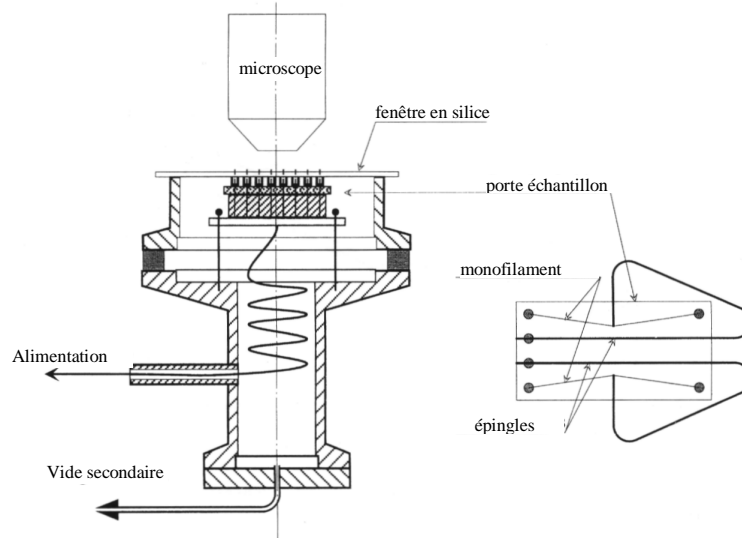


figure 2.5 : Méthode de mesure proposée par Trinquécoste et al. [9]

2. Méthode proposée et validée au LCTS par C. Sauder

Comme on a pu le voir, très peu de mesures de dilatation thermique longitudinale à très haute température ont été effectuées sur les fibres de carbone. La technique développée par C. Sauder [1] s'apparente à la méthode présentée précédemment et développée par Degas et al. [35]. Le principe de mesure consiste à appliquer à la température ambiante une contrainte mécanique négligeable de l'ordre de quelques MPa ($\approx 0.01\%$ d'allongement) à une fibre de longueur L . Ensuite, la fibre va être chauffée à une température T , ce qui va engendrer une dilatation longitudinale. Pour mesurer la variation de longueur ΔL , la valeur de la contrainte est alors contrôlée et maintenue constante à l'aide d'un capteur de force asservi à une table de déplacement micrométrique. Il ne reste donc plus qu'à mesurer le déplacement imposé pour maintenir cette contrainte constante à chaque température d'essai. Le déplacement correspond à la dilatation longitudinale de la fibre sous l'effet de la température. Cette opération est rendue d'autant plus précise que l'acquisition informatique permet d'accroître le rapport signal/bruit. Pour valider cette technique, un essai a été effectué sur un fil de tungstène de $18 \mu\text{m}$. Le résultat obtenu (figure 2.6) montre que les valeurs mesurées

sont très proches de celles calculées à partir du polynôme de dilatation du tungstène (données SETARAM).

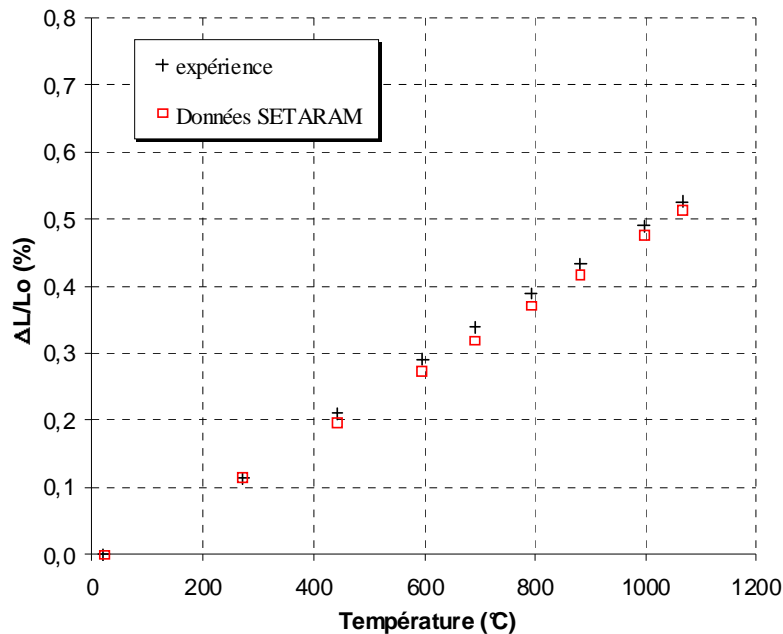


figure 2.6 : Déformation longitudinale obtenue par C. Sauder [1] sur un filament de tungstène de 18 μm , comparaison avec des données SETARAM.

Cependant, il faut rester prudent sur certains points. En effet, C. Sauder [1] utilise le chauffage par effet Joule ce qui présente l'avantage de pouvoir atteindre facilement des températures bien plus élevées que celles obtenues dans un four. Cependant, comme il a été démontré (annexe A.1) le chauffage par effet Joule engendre un gradient de température, dû aux pertes par conduction, entre la zone où la fibre est parfaitement isotherme et les mors : ce dernier pouvant représenter le quart de la longueur totale de la fibre. Dans ces conditions, la validité des mesures locales (uniquement dans la zone isotherme) avait été soulignée, alors que la détermination des propriétés globales (zone isotherme, plus le gradient) comme la résistivité électrique ou la dilatation longitudinale engendrait des erreurs plus importantes surtout sur des fibres ayant une conductivité élevée à basse température ($< 1000\text{ K}$), ce qui est le cas du tungstène. De plus, la mesure de température est également réalisée par pyrométrie (annexe A.2), et toujours selon l'étude présentée, l'extrapolation vers les basses températures dans le cas du tungstène engendre des erreurs pouvant atteindre 15 % sur la température (annexe A.3). Finalement, l'observation des résultats (figure 2.6) montre que la présence d'un gradient important ainsi que l'erreur induite par une extrapolation à basse température semblent ne pas affecter les résultats. En pratique, de part le comportement linéaire de la déformation longitudinale, il semblerait que chacune de ces sources d'erreurs se compensent plus ou moins. En effet, la présence du gradient entraîne une sous estimation de la température réelle et du coefficient de dilatation longitudinal.

Ces considérations sont importantes, mais il faut retenir que la plupart des fibres de carbone étudiées ne présentent pas ce profil puisque leur conductivité à basse température est plutôt faible et que la zone de gradient ne dépasse pas 2 % de la longueur totale. En conclusion, l'utilisation de cette méthode pour imposer une sollicitation mécanique et pour mesurer la déformation longitudinale en vue d'une mesure du coefficient de Poisson semble complètement envisageable.

III. ADAPTATION DES METHODES EN VUE D'UNE MESURE DE L'EFFET POISSON

Globalement, peu de changements vont être induit sur les méthodes lors d'une mesure du coefficient de Poisson. C'est surtout le couplage de deux techniques de mesures qui engendre une identification simultanée qu'il faut maîtriser. La démarche générale résulte directement du principe de mesure déjà développé précédemment. Il faut également préciser que contrairement aux travaux réalisés par I. Kruczynka et al. [23], où seul le coefficient de Poisson à la température ambiante avait été déterminé, une gamme complète de température allant jusqu'à 2500 K va être réalisée dans notre étude. Par conséquent, pour des soucis de fiabilité et pour limiter les risques de dégradations liés à des cycles successifs de contraintes mécaniques appliquées à la fibre à une température, une démarche inverse sera réalisée. En effet, il s'agira d'imposer une contrainte mécanique à la fibre puis de parcourir la gamme de température où les figures de diffraction seront enregistrées et la contrainte maintenue constante. Ensuite, une nouvelle contrainte sera appliquée et la gamme de température à nouveau parcourue dans les mêmes conditions, contrainte maintenue constante quelle que soit la température, et ainsi de suite. De l'ensemble de ces mesures, le coefficient de Poisson à une température pourra être déduit par identification entre les signaux mesurés à différentes contraintes. De plus, les coefficients de dilatation longitudinal et transverse en fonction de la température et pour une contrainte mécanique fixée pourront également être déterminés.

A. Passage d'une mesure de dilatation thermique longitudinale à une sollicitation mécanique longitudinale

1. Modifications expérimentales

Lors d'une mesure de dilatation thermique longitudinale, le but est de mesurer le déplacement engendré par une sollicitation thermique du matériau. Alors que pour le coefficient de Poisson, il faut avec une précision identique appliquer une contrainte mécanique au matériau. De plus, le coefficient de Poisson qui est défini dans le domaine élastique peut être déterminé sur l'étendue complète de ce domaine, sans pour autant aller jusqu'à la rupture ou l'endommagement du matériau. Par conséquent, il faudra connaître, pour chacune des fibres étudiées, la contrainte maximale autorisée ainsi que le module d'Young à la température ambiante. Une fois ces grandeurs connues, la gamme d'allongement à appliquer à la fibre peut être définie. Cependant, d'après C. Sauder [1], lorsque la

température augmente, le module d'Young diminue également (figure 2.7), ce qui engendre une augmentation de la déformation longitudinale lorsque la contrainte imposée reste constante. Par conséquent, il faut nécessairement mesurer la déformation longitudinale.

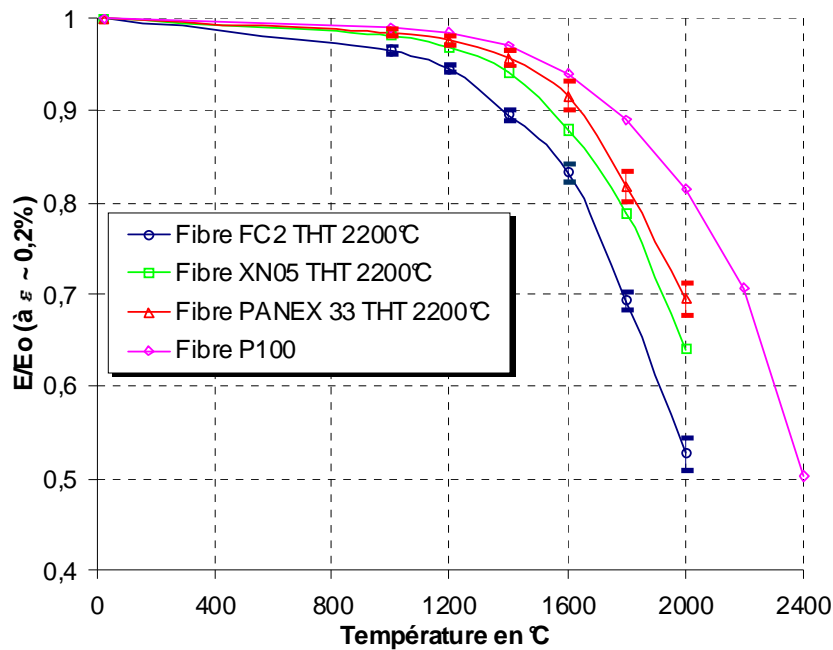


figure 2.7 : Evolution du rapport des modules (E/E_0) de différentes fibres de carbone en fonction de la température [1].

2. Influence des propriétés mécaniques à très haute température des fibres

L'influence des propriétés mécaniques à haute température est un point important. En effet, d'après C. Sauder [1], les propriétés mécaniques des fibres de carbone ont un comportement linéaire élastique jusqu'à 1500 K environ. C'est le cas (figure 2.8) de la fibre XN05 pour laquelle l'auteur a réalisé des essais de traction monotone.

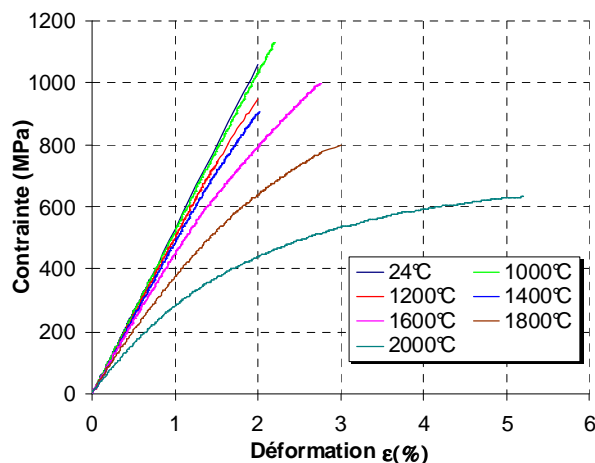


figure 2.8 : Traction de la fibre XN05 traitée à 2200°C à différentes températures [1].

Les résultats obtenus montrent que le comportement mécanique est linéaire dans le domaine élastique où $T < 1500$ K alors qu'il devient non linéaire avec un comportement ductile au delà de cette température. Par conséquent, lors des mesures il sera préférable de rester dans le domaine élastique où le coefficient de Poisson est défini (2.1). Cependant, des mesures réalisées au delà de la température limite d'élasticité permettront certainement de mettre en évidence la transition vers le domaine de déformation plastique.

B. Modifications engendrées sur la mesure de dilatation thermique transverse

1. Technique de mesure

Concernant la mesure de la déformation transverse, aucune modification n'est apportée à la méthode de mesure. Le seul changement interviendra sur l'ordre de grandeur des variations à mesurer et sur le signe mathématique des résultats obtenus. En effet, ici la déformation transverse ne s'apparente plus à une dilatation, mais à une contraction de la section de la fibre. Par conséquent, il faut retenir que la mesure du coefficient de Poisson n'induit pas de difficultés supplémentaires lorsque la mesure de la déformation transverse est bien maîtrisée. En revanche, les propriétés mécaniques des fibres à haute température montrent (figure 2.9 et 2.10) qu'il existe une transition allant d'un comportement linéaire élastique à un comportement viscoélastique puis viscoplastique. Ainsi, il faut tester son influence sur la déformation transverse afin de ne pas induire d'erreur sur le coefficient de Poisson.

2. Influence du comportement plastique des fibres à très haute température

Des mesures du coefficient de dilatation transverse moyen en fonction de la température et pour différentes contraintes ont été effectuées (figure 2.9).

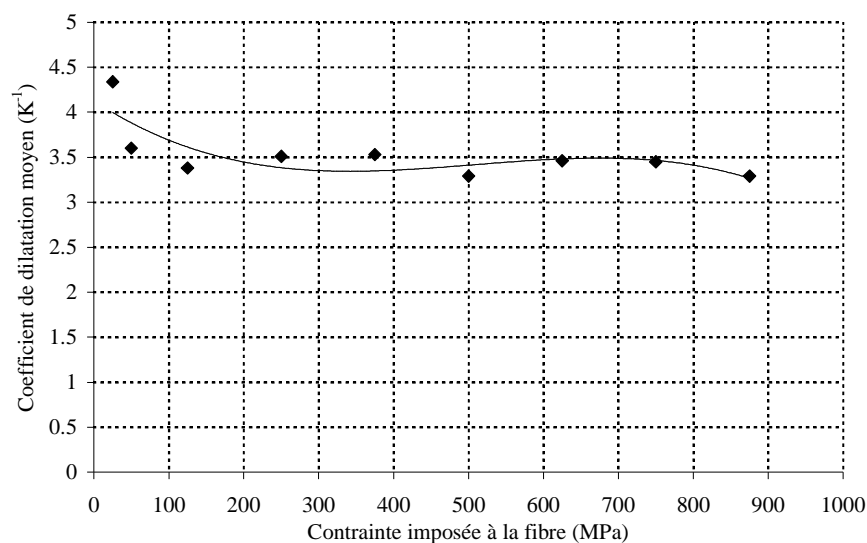


figure 2.9 : Variation du coefficient de dilatation moyen calculé pour T allant de 300 à 2200 K, en fonction de l'allongement ; résultats obtenus sur une fibre XN05 traitée à 2200°C.

Les résultats obtenus montrent que le coefficient de dilatation moyen diminue pour tendre vers une asymptote lorsque la contrainte appliquée dépasse 100 MPa. Ce phénomène résulte du couplage de l'effet Poisson qui à basse température ($T < 1500$ K) engendre une contraction de la section de la fibre lorsque la contrainte augmente et du passage vers le domaine plastique à très haute température (figure 2.10).

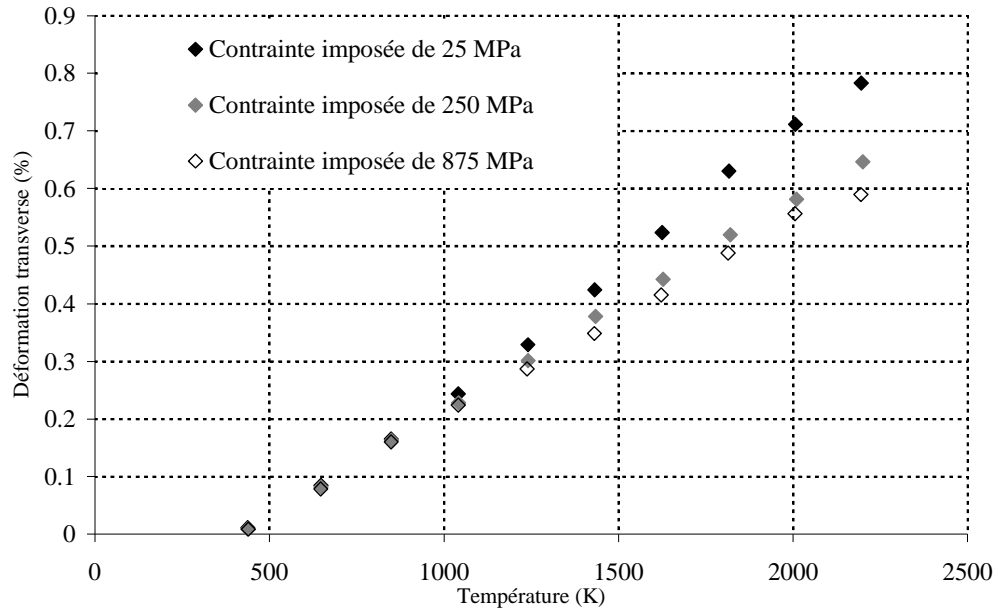


figure 2.10 : Déformation transverse de la fibre XN05 en fonction de la température et à différentes contraintes.

En effet, l'observation du coefficient de dilatation spécifique en fonction de la température et pour différentes contraintes met bien en évidence la non linéarité obtenue entre 1000 et 1500 K. Ce dernier chute de manière significative lorsque la contrainte mécanique devient importante. Ces résultats sont comparables à ceux obtenus (figure 2.9) par traction monotone où, l'augmentation de la déformation longitudinale avec la température, lorsque la contrainte mécanique reste constante, avait déjà été mise en évidence. Cette hausse importante de la déformation longitudinale va automatiquement se répercuter sur la déformation transverse.

3. Limite de détection du capteur C-MOS

Dans un premier temps, il convient à partir de l'expression (2.1) du coefficient de Poisson, de calculer l'ordre de grandeur des variations Δd de diamètre en fonction de la déformation longitudinale appliquée. Pour cela, le coefficient de Poisson sera fixé à 0,3, le diamètre de la fibre à 10 μm et la déformation variera de 0,01 à 2 %, (tableau 2.5).

A partir de ces résultats et pour de faibles déformations ($< 0,1$ %), les variations relatives de diamètre sont de l'ordre du nanomètre. Dès lors, il faut relier ces variations à celles engendrées sur la figure de diffraction. Ceci en sachant que, la résolution spatiale minimale de détection du capteur, correspond à la taille d'une photodiode (≈ 25 μm),

Déformation longitudinale $\Delta L/L$ (%)	0.01	0.025	0.05	0.075	0.1	0.5	1	1.5	2
Δd (nm)	0.3	0.75	1.5	2.25	3	15	30	45	60

tableau 2.5 : Variations relatives de diamètre en fonction de la déformation longitudinale imposée pour un coefficient de Poisson égal à 0.3.

alors que des variables comme : les distances D et x_0 entre la fibre et le capteur ainsi que la déformation longitudinale $\Delta L/L$ entre chaque mesure peuvent varier. Pour cela, à partir de l’expression du modèle à travers une fente, un calcul de la variation de position de la figure de diffraction (dx) permet d’obtenir la relation suivante :

$$dx = -x \left[\frac{x^2 + D^2}{D^2} \right] \nu \frac{\Delta L}{L} \tag{2.3}$$

Dans cette relation, x représente la position du capteur par rapport au faisceau laser, D la distance entre la fibre et le capteur, ν le coefficient de Poisson moyen et $\Delta L/L$ la déformation longitudinale imposée à la fibre. Cette relation montre que la sensibilité est, indépendante du diamètre du matériau et de la longueur d’onde du faisceau laser. En revanche, la figure de diffraction dépend du diamètre de la fibre. En se plaçant dans une configuration expérimentale donnée : $d = 10 \mu\text{m}$, $\nu = 0.3$, $\Delta L/L$ variant de 0.01 à 2 %, $D = 1 \text{ m}$ et en se positionnant sur l’ordre 1 où la valeur de x_0 vaut 4.8 cm, la représentation simultanée (figure 2.11) de la figure de diffraction (ordonnée de gauche) et des variations de positions résultants des différentes déformations imposés (ordonnée de droite) permet de vérifier si le capteur sera suffisamment sensible lors de la mesure :

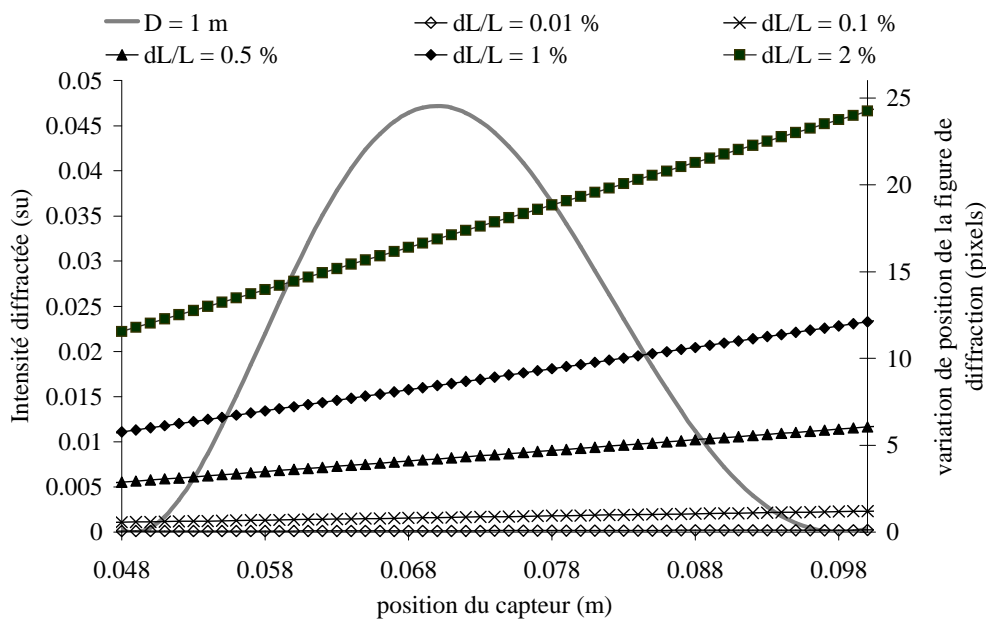


figure 2.11 : Sensibilité du capteur C-MOS pour une configuration expérimentale fixée.

Dans cette représentation, la variation dx (μm) de position de la figure de diffraction a été adimensionnée par la taille d'un pixel ($\approx 25 \mu\text{m}$) ce qui permet de lire directement son déplacement en pixels. Il faut noter que cette variation est monotone croissante en fonction de la position x par rapport au faisceau laser. De la même façon, et indépendamment de l'abscisse x , cette variation est d'autant plus importante que la déformation $\Delta L/L$ augmente.

Cet exemple permet de déduire plusieurs points. Tout d'abord le calcul à 0.01 % de déformation induit une variation de la figure de diffraction inférieure à 0.3 pixel ce qui prouve que le système de détection est insensible aux variations induites par ce niveau de contrainte. Par conséquent, ce niveau de contrainte pourra être pris comme référence, c'est-à-dire comme niveau minimum n'engendrant pas une variation identifiable s'apparentant à une variation du coefficient de Poisson. Ensuite, une déformation de 0.1 % engendre des variations de positions de la figure de diffraction d'environ 1 pixel, ce qui est suffisant pour une bonne estimation de la déformation transverse.

En conclusion, cette étude a permis de montrer que la valeur de référence lors des mesures du coefficient de Poisson sera prise égale à 0.01 % de déformation longitudinale. Ensuite, pour limiter l'incertitude des résultats, il serait idéal de pouvoir travailler avec des matériaux dont la contrainte à rupture dépasse 0.1 % d'allongement.

4. Calcul de l'erreur finale sur le coefficient de Poisson

A partir des remarques effectuées sur la sensibilité minimale développée par le système de détection, il convient de reporter ces résultats sur un calcul d'erreur. En effet, connaissant la résolution minimale de la méthode d'estimation¹ de la déformation transverse ($e_{\Delta d/d} \approx 3.10^{-5}$) et celle liée à la déformation longitudinale ($e_{\Delta L} \approx 1 \mu\text{m}$), il est possible d'estimer l'incertitude de mesure obtenue en fonction de l'allongement appliqué à la fibre. Pour cela, et afin de se comparer avec la littérature, la formule du calcul d'erreur (2.2) développée par I. Kruncinzka sera utilisée, (tableau 2.6) avec un coefficient de Poisson égal à 0.3, un diamètre de $10 \mu\text{m}$ et une longueur de fibre de 50 mm

$\Delta L/L$ (%)	0.01	0.025	0.05	0.075	0.1	0.5	1	1.5	2
ΔL (μm)	5	12.5	25	37.5	50	250	500	750	1000
$R = \Delta d/d$	0.00003	0.000075	0.00015	0.000225	0.0003	0.0015	0.003	0.0045	0.006
eL/L (%)	1	1	1	1	1	1	1	1	1
$e\Delta L/\Delta L$ (%)	20.00	8.00	4.00	2.67	2.00	0.40	0.20	0.13	0.10
eR/R (%)	100.00	40.00	20.00	13.33	10.00	2.00	1.00	0.67	0.50
$e\nu/\nu$ (%)	101.99	40.80	20.42	13.63	10.25	2.27	1.43	1.21	1.12

tableau 2.6 : Variations de l'erreur commise sur l'estimation du coefficient de Poisson en fonction de la déformation longitudinale imposée au matériau.

¹ chapitre 1.IV.D : Résolution des mesures.

Ce calcul est intéressant car il permet de bien appréhender la mesure et les capacités du système de mesure en terme de sensibilité. Le calcul mené avec la formule proposée par Kruncinzka montre qu'à un allongement équivalent (0.5 %), l'erreur estimée est de 2 % avec notre méthode de mesure contre 7 %. Il faut surtout regarder l'erreur commise sur l'estimation de la déformation transverse. En effet, à 0.01 % d'allongement, cette dernière est de 100 %, ce qui prouve que notre système de mesure est incapable de détecter les variations induites par un allongement aussi faible. Par conséquent, cela autorise à utiliser comme référence la figure de diffraction mesurée pour cet allongement. De la même façon, il apparaît que les mesures réalisées avec une déformation inférieure à 0.1 % seront entachées d'une erreur d'environ 20 %, alors qu'au delà, l'erreur moyenne se situe autour de 1.5 %. Ainsi, pour les fibres dont la contrainte à rupture correspond à 0.3 % d'allongement (fibre de carbone P100), l'incertitude de mesure sera assez importante. En revanche l'étude de fibres dont l'allongement à rupture dépasse 0.5 % (fibres de carbone XN05 et PANEX 33 par exemple) sera nettement plus fiable.

IV. RESULTATS DES PREMIERES MESURES SUR FIBRES

A. Validation sur un filament de tungstène

1. Comparaison avec les valeurs issues de la littérature

Afin de valider notre méthode ainsi que le dispositif de mesure, des essais sur un filament de tungstène ont été réalisés. Les résultats obtenus (figure 2.12) à la température ambiante montrent que pour une déformation inférieure à 0.25 %, les résultats sont en accords avec la littérature [37], alors qu'ils s'éloignent au delà. D'une part, comme la plupart des métaux, le tungstène est considéré comme ayant un domaine élastique linéaire qui devient plastique à partir de 0.2 % d'allongement. Par conséquent, le coefficient de Poisson n'est plus défini au delà. C'est pourquoi, lors des mesures une augmentation importante du coefficient est constatée.

En revanche, en terme d'erreur de mesure, il apparaît clairement que pour le plus faible allongement appliqué (0.05 %), la dispersion est importante (environ 16 %) alors qu'elle se situe autour de 7 % jusqu'à 0.2 % d'allongement et chute de manière importante (2 à 3 %) au delà. Cela s'explique par le fait que pour un allongement trop important, il y a un couplage entre l'effet Poisson et la déformation plastique, ceci augmente fortement les déformations transverse, 2 nm à 0.05 % contre 30 nm à 0.45 %, ce qui permet alors de les mesurer avec beaucoup plus de précision. Finalement, les mesures obtenues sont proches de celles obtenues dans la littérature et que les valeurs estimées ainsi que l'incertitude associée est en accord avec les études d'estimation de l'erreur présentée dans ce chapitre.

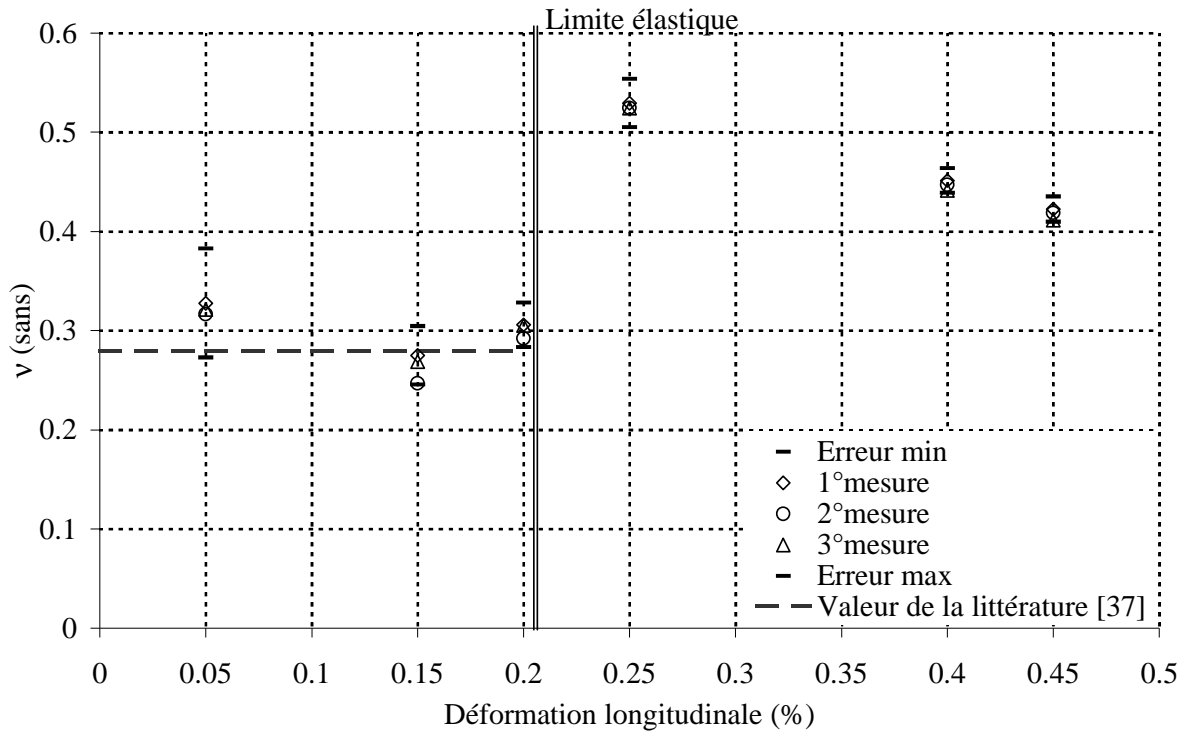


figure 2.12 : Comparaison du coefficient de Poisson mesuré sur un filament de tungstène avec les valeurs issues de la littérature.

Un dernier point concerne la vérification de la répétitivité des mesures. Pour cela (figure 2.12), trois mesures ont été réalisées sur un même filament de tungstène. Les résultats montrent qu'aux erreurs de mesures près ($\approx 7\%$), les coefficients de Poisson sont identiques.

V. Conclusion

L'étude de la sensibilité des mesures de déformation transverse a permis de montrer que la résolution atteinte est d'environ 300 pm sur la mesure de la variation de diamètre des fibres. Un calcul d'erreur (tableau 2.6) montre que, même avec cette résolution, l'estimation du coefficient de Poisson effectuée pour des contraintes mécaniques (déformation longitudinale) inférieures à 0.1 % d'allongement peut atteindre 40 % d'erreur. En revanche, au delà de cette valeur l'incertitude de mesure est d'environ 10 % et va diminuer jusqu'à 1 % lorsque l'allongement imposé vaut 1 %.

Les mesures réalisées, à la température ambiante, sur un filament de tungstène ont permis de valider cette méthode avec une incertitude moyenne d'environ 7 %.

Des mesures supplémentaires et notamment à très haute température seront présentées au chapitre 6. Ces mesures plutôt nouvelles et rares devront être prises avec précaution, car les échelles sont tellement faibles que certains phénomènes souvent secondaires à l'échelle macroscopique peuvent devenir prépondérants. Ainsi, une première perspective liée à cet outil de caractérisation sera l'étude plus théorique des phénomènes mécaniques mis en jeu.

II^{EME} PARTIE

DETERMINATION

DES PROPRIETES THERMIQUES

Chapitre 3

Capacité thermique massique à pression constante

Le but de ce chapitre est de présenter le **dispositif de mesure** et la **méthode d'identification développés** pour déterminer la capacité thermique massique à pression constante et à très haute température de fibres de quelques microns de diamètre. Dans un premier temps, une définition thermodynamique macroscopique de la capacité thermique sera réalisée, ce qui permettra notamment de bien comprendre la différence théorique et expérimentale entre la capacité thermique à volume et à pression constante. Puis, une approche statistique présentant les modèles harmoniques développés par Einstein ou Debye sera décrite. Ensuite, une étude non exhaustive de quelques systèmes de mesure de la capacité thermique **montrera qu'aucune méthode expérimentale de mesure existe à très haute température** sur monofilaments. Dès lors, la présentation complète du dispositif créé dans cette étude et du **principe de mesure**, basé sur une **méthode de type AC**, sera réalisée. Une étape importante de modélisation du transfert de chaleur en régime périodique avec prise en compte de l'évolution avec la température des propriétés physiques comme la résistivité ou l'émissivité permettra de mettre en place les hypothèses nécessaires au calcul analytique visant à obtenir une relation directe entre la capacité thermique et les grandeurs mesurables. Cette relation fait notamment intervenir **la résistivité électrique** du matériau. Pour cela, une **méthode originale de mesure** de cette grandeur a également été développée. Finalement, dans le but de définir, **la justesse, la sensibilité et la reproductibilité** des mesures ainsi que la validité du modèle développé, une **validation sur un matériau de référence (filament de tungstène)** et sur une **fibre céramique** seront réalisées.

I. METHODES USUELLES DE DETERMINATION DE LA CAPACITE THERMIQUE

Dans un premier temps, il est nécessaire de bien appréhender les définitions ainsi que les techniques de mesure existantes pour caractériser la capacité thermique qui représente l'énergie nécessaire à une 1 mole ou 1 kg d'un matériau pour élever sa température de 1 K. Par conséquent, selon l'état thermodynamique de ce dernier, deux capacités peuvent être définies.

A. Définition de la capacité thermique des solides

1. Capacité thermique à volume constant

D'après la 1^{ère} loi de Joule et en considérant que la variation d'énergie interne du matériau ne dépend que de la température, la capacité thermique molaire à volume constant s'écrit :

$$C_V(T) = \left(\frac{\partial U}{\partial T} \right)_V = T \left(\frac{\partial S}{\partial T} \right)_V \quad (3.1)$$

En connaissant la masse molaire du matériau, la capacité thermique massique correspondante est déterminée :

$$c_V(T) = \frac{C_V(T)}{M} \quad (3.2)$$

où M représente la masse molaire du matériau en question. Expérimentalement, il est toujours difficile de garder le volume du matériau constant. Cela explique que cette grandeur est plutôt utilisée lors des calculs.

2. Capacité thermique à pression constante

Une autre définition concerne la capacité thermique à pression constante. Cette dernière représente, d'après la 2^{ème} loi de Joule, la variation d'enthalpie en fonction de la température et à pression constante :

$$C_P(T) = \left(\frac{\partial H}{\partial T} \right)_P = T \left(\frac{\partial S}{\partial T} \right)_P \quad (3.3)$$

Contrairement à son homologue, la capacité thermique à pression constante est la grandeur mesurée expérimentalement puisqu'il est plus facile de maintenir la pression constante lors des essais. De la même façon, on s'intéressera plutôt à la capacité thermique massique à pression constante :

$$c_P(T) = \frac{C_P(T)}{M} \quad (3.4)$$

3. Relation entre la capacité thermique à volume et à pression constante

A partir de relations thermodynamiques macroscopiques et plus particulièrement les relations de Maxwell, un certain nombre de définitions entre ces deux grandeurs peuvent être établies selon G. Grimvall [38]. La plus connue est la suivante :

$$C_p(T) - C_v(T) = VT \beta^2 K_T \quad (3.5)$$

où V est le volume molaire du matériau ($\text{m}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$), T la température (K), β le coefficient de dilatation volumique (K^{-1}) et K_T le module élastique à température constante (Pa). Cette relation peut s'écrire également :

$$C_p(T) - C_v(T) = A C_p^2 T \quad (3.6)$$

où A représente la constante de Nernst-Linderman supposée indépendante de T sur une large gamme de température $T > \theta_D$. A partir de cette expression, le paramètre thermodynamique de Gruneisen γ_G peut également être mis en évidence :

$$C_p(T) = C_v (1 + \beta \gamma_G T) \quad (3.7)$$

De la même façon, un raisonnement effectué sur les modules élastiques et sur les compressibilités permet d'écrire que :

$$K_T - K_S = \frac{V \beta^2 T}{C_p} \quad (3.8)$$

De plus, les modules élastiques massifs obéissent à la loi suivante :

$$K_S - K_T = K_S K_T (K_T - K_S) \quad (3.9)$$

la combinaison des équations (3.8) et (3.9) donne :

$$K_S = K_T (1 + \beta \gamma_G T) \quad (3.10)$$

Ce qui permet par comparaison entre les expressions (3.7) et (3.10) d'exprimer les modules élastiques en fonction des capacités thermiques et des coefficients de compressibilité :

$$\frac{C_p}{C_v} = \frac{K_S}{K_T} = \frac{K_T}{K_S} \quad (3.11)$$

Cela implique que le paramètre de Gruneisen peut s'écrire de la façon suivante :

$$\gamma_G = \frac{\beta V K_T}{C_v} = \frac{\beta V K_S}{C_p} \quad (3.12)$$

Par conséquent, et à partir des relations (3.7) et (3.10), on peut conclure en disant que :

$$C_p > C_v \text{ et } K_S > K_T \quad (3.13)$$

Par exemple, pour un matériau isotrope comme l'aluminium, il est possible de mesurer la capacité thermique massique à pression constante ainsi que le module élastique isentropique défini selon la relation suivante :

$$K_S = \frac{c_{11} + 2c_{12}}{3} \quad (3.14)$$

puis de calculer la capacité thermique massique à volume constant ainsi que le module élastique massif à température constante à partir des relations (3.11) et (3.12). Les résultats obtenus (figure 3.1) confirment ceux donnés par l'expression (3.13).

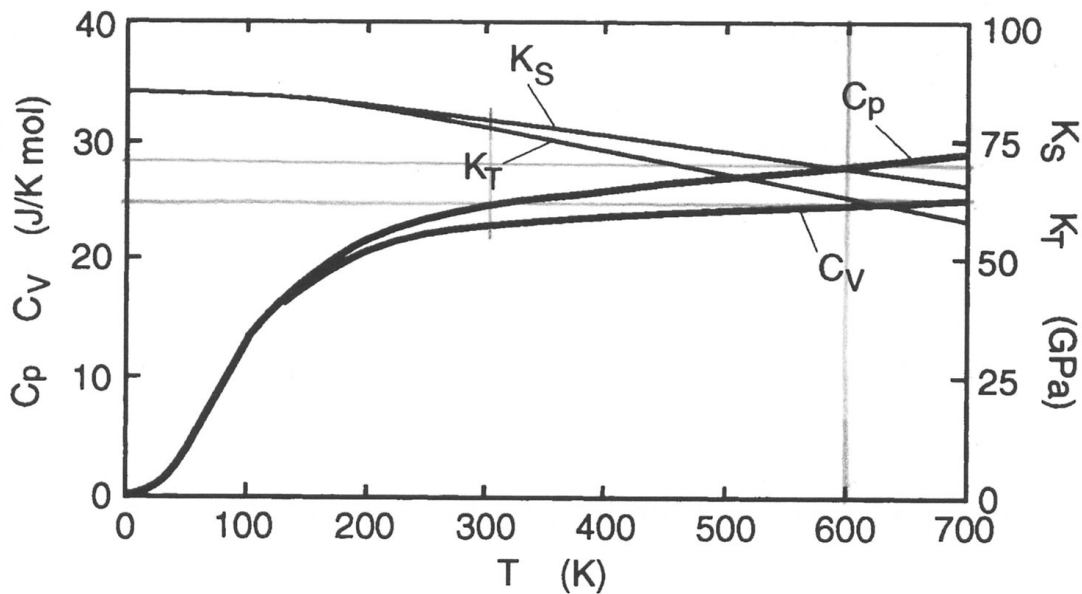


figure 3.1 : Représentation selon Grimvall [38] des capacités thermiques molaires.

Ce qu'il faut retenir de cette définition de la capacité thermique est qu'il existe deux types de capacité thermique : la capacité thermique molaire, rapportée au nombre de mole du système et la capacité thermique massique rapportée à la masse du système. Puis, d'après le premier principe de la thermodynamique il apparaît deux capacités thermique selon l'état du système : soit ce dernier est maintenu à volume ou à pression constante. Ce qui permet de définir la capacité thermique molaire à pression ou à volume constant (C_P et C_V) et la capacité thermique massique à pression ou à volume constant (c_P et c_V). De plus, on notera que c'est la capacité thermique à pression constante qui sera mesurée alors que son homologue sera plutôt utilisée dans les calculs. Finalement, d'après l'expression (3.5) la capacité thermique massique ou molaire à pression constante est toujours supérieure à la capacité thermique massique ou molaire à volume constant. Cela s'explique par le fait qu'à pression constante, les propriétés élastiques (modules, dilatation,...) interviennent et changent les modes de vibration du réseau.

B. Capacité thermique à volume constant des solides à très haute température

Dans cette partie, un certain nombre de modèles harmoniques de la capacité thermique à volume constant sont présentés. Il faut noter, que cette présentation n'est pas complètement détaillée, le but est d'expliquer le principe des modèles et surtout de présenter l'expression théorique de la capacité thermique à volume constant. En pratique, ils serviront à comprendre les résultats mesurés sur les fibres de carbone et tout particulièrement les éventuels effets anharmoniques liés d'une part à la gamme de température étudiée (modes optiques de vibration) mais également aux propriétés structurales très variées (défauts, porosité...).

1. Loi de Dulong et Petit

En 1819, Dulong et Petit [39] ont publié leur résultat de mesure de la capacité thermique à pression constante et à la température ambiante de treize éléments du tableau périodique. De ces résultats, ils conclurent que le produit de la masse atomique avec la capacité thermique à pression constante de tous ces matériaux était quasiment égal à $6 \text{ cal.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$ (soit $25.08 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$). La justification théorique de cette loi a été démontrée en 1871 par Boltzmann à partir de son théorème sur l'équipartition de l'énergie. Une description détaillée de ce théorème est fournie par C. Kittel [40]-[41]. Cependant, une rapide description peut être effectuée en considérant que l'énergie associée à un oscillateur linéaire et harmonique s'exprime comme la somme de l'énergie cinétique et potentielle :

$$E = \frac{p^2}{2m} + \frac{m\omega^2 q^2}{2} \quad (3.15)$$

où : p représente la vitesse du système, m la masse, ω la fréquence angulaire, q la distance par rapport à la position d'équilibre et E l'énergie totale de l'oscillateur. D'après ce théorème, chacun des degrés de liberté contribue en $k_B T/2$ à l'énergie d'une particule au repos. En considérant qu'un oscillateur à trois dimensions possèdent six degrés de liberté, son énergie interne à l'équilibre thermique sera de $3k_B T$. Sachant que chaque élément est constitué de N_A atomes, son énergie interne totale sera de $3N_A k_B T$. Par conséquent, d'après la 1^o loi de Joule, sa capacité thermique molaire à volume constant vaudra :

$$C_V = \left(\frac{\partial E}{\partial T} \right)_V = 3 N_A k_B \quad (3.16)$$

Or, le produit du nombre d'Avogadro par la constante de Boltzmann est égal à la constante des gaz parfaits qui vaut $24.94 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$, ce qui est très proche de la constante trouvée expérimentalement par Dulong et Petit. *Cependant, cette théorie n'est pas vérifiée pour les matériaux comme les métalloïdes dont font partie le carbone et le diamant.*

2. Théorie selon Einstein

Le modèle proposé par Einstein [42] en 1907 consiste à supposer que tous les atomes d'un réseau se comportent comme $3N_A$ oscillateurs harmoniques indépendants

avec une même fréquence ω_E de vibration. En accord avec les résultats obtenus par Planck, qui considère que l'énergie n'a pas un spectre continu, mais égale à $h\nu$, ce qui permet d'obtenir à une température T , l'énergie moyenne pour un oscillateur :

$$\bar{\epsilon} = \frac{h\nu}{\exp\left(\frac{h\nu}{k_B T}\right) - 1} \quad (3.17)$$

D'après l'hypothèse d'Einstein, l'énergie moyenne totale correspond à $3N_A$ fois l'énergie d'un oscillateur. Par conséquent la capacité thermique à volume constant selon Einstein s'exprime, d'après la 1^o loi de Joule, sous la forme :

$$C_{VE}(\omega_E, T) = 3N_A k_B \left(\frac{\theta_E}{T}\right)^2 \frac{\exp\left(\frac{\theta_E}{T}\right)}{\left(\exp\left(\frac{\theta_E}{T}\right) - 1\right)^2} \quad (3.18)$$

où : N_A représente le nombre d'Avogadro (mol^{-1}), $\hbar = \frac{h}{2\pi}$, avec h : constante de Planck (J.s), k_B représente la constante de Boltzmann (J/K). L'avantage de ce modèle est sa simplicité puisqu'il ne dépend que d'un seul paramètre, la température d'Einstein, $\theta_E = \frac{\hbar\omega_E}{k_B}$. De plus,

il a permis de corrélérer les mesures de capacité thermique du diamant, ce qui n'était pas le cas du modèle classique de Dulong et Petit [39]. En outre, ce modèle ne prend pas en compte les effets anharmoniques à haute température (gamme de température étudiée). Une représentation de ce modèle pour un monocristal de graphite de masse atomique égale à 12 et pour différentes températures d'Einstein peut être effectuée (figure 3.2).

Il apparaît que la capacité thermique massique à volume constant tend vers une asymptote égale à $3R/m$ lorsque la température tend vers l'infini. Ce comportement asymptotique sera atteint plus ou moins rapidement selon la température d'Einstein du matériau. Par conséquent, il sera intéressant de déterminer les températures d'Einstein des différentes fibres de carbone mesurées, cela pour comprendre l'importance des paramètres structuraux sur la capacité thermique. En effet, la fréquence de vibration du réseau atomique dépend de la vitesse du son des différents modes de vibration. Cette dernière est également fonction des modules élastiques et de la masse volumique.

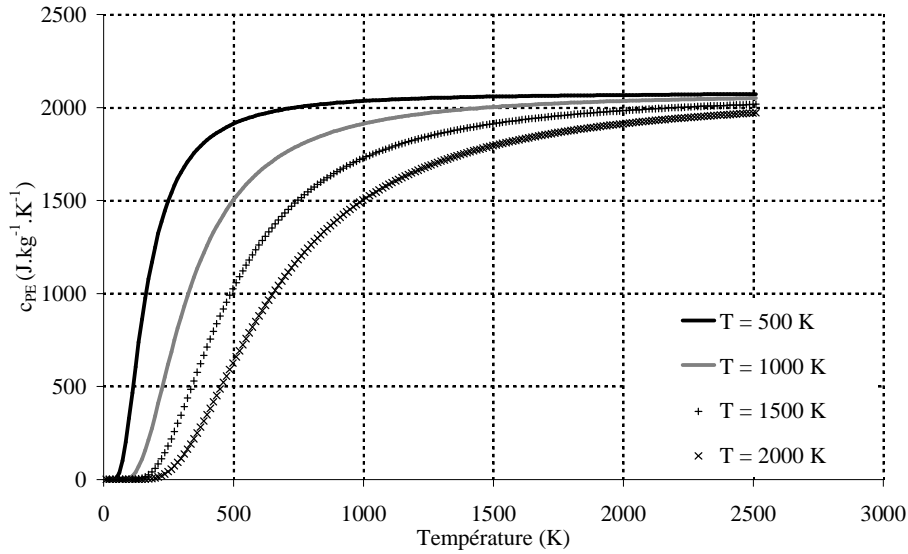


figure 3.2 : Représentation du modèle d'Einstein à différentes températures.

3. Théorie de Debye

La théorie de Debye [43] a été introduite en 1912, peu après le modèle proposé par Einstein. Son modèle considère les vitesses du son constantes quels que soient les modes de vibration des phonons et suppose que les fréquences de vibration sont linéaires pour tous les nombres d'ondes. Dans ces conditions, la capacité thermique molaire à volume constant s'écrit :

$$C_{VD}(\omega_D, T) = 9 N_A k_B \left(\frac{\theta_D}{T} \right)^3 \int_0^{\frac{\theta_D}{T}} \frac{x^4 e^x}{(e^x - 1)^2} dx \quad (3.19)$$

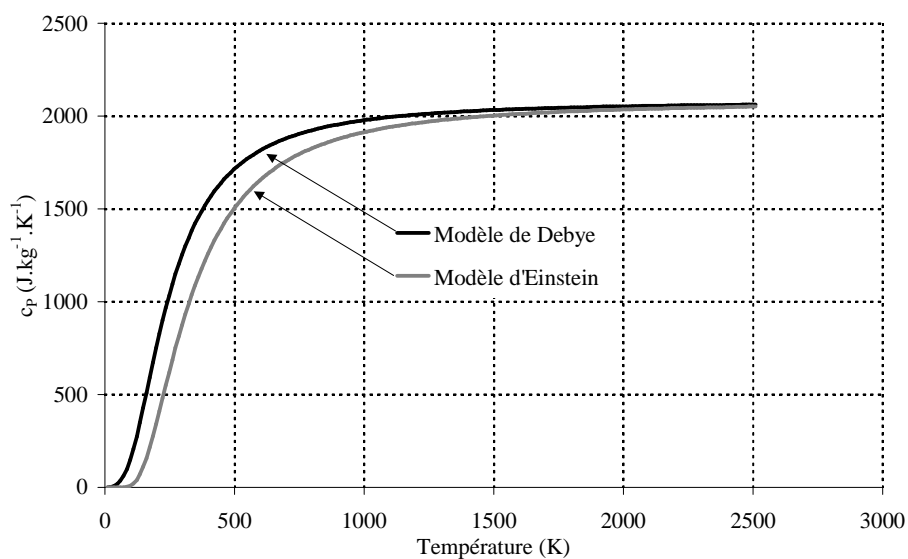


figure 3.3 : Superposition de la capacité thermique massique à volume constant selon le modèle d'Einstein et de Debye.

où : θ_D représente la température de Debye qui traduit le maximum de fréquence de vibration du réseau. Ainsi, à partir de ce modèle, de celui d'Einstein et pour une même température de 1000 K, l'évolution (figure 3.3) des capacités thermiques massiques à volume constant pour un monocristal de graphite peuvent être superposées.

Les résultats obtenus montrent que le modèle de Debye tend vers la même asymptote égale à $3R/M$ que le modèle proposé par Einstein. En revanche, le comportement à basse température ($T < \theta_E = \theta_D = 1000$ K) est assez différent selon le modèle utilisé. De manière générale, pour que les deux modèles se superposent parfaitement, il faut prendre $\theta_D = 0.77 \theta_E$.

A partir de ces modèles, de l'expression (3.5) de la capacité thermique massique à pression constante et des mesures obtenues sur différentes fibres de carbone, on tentera de fournir une explication au comportement à haute température de la capacité thermique mesurée. Un travail similaire à partir du modèle de Debye a été réalisé par K. Edagawa et al. [44] qui ont montré une différence importante entre la capacité thermique massique à pression constante entre un cristal parfait et un quasi cristal.

C. Méthodes de mesures connues de la capacité thermique

Le but de cette partie n'est pas d'effectuer une étude bibliographique non exhaustive des différentes techniques de calorimétrie existantes. L'intérêt est surtout de montrer le principe de mesure de la capacité thermique à travers la description d'un des plus anciens calorimètres (Berthelot). Ensuite, la technique de calorimétrie différentielle sera présentée car des mesures comparatives sur fibres broyées ont pu être effectuées jusqu'à 1000 K au CEA Le Ripault. Finalement, la méthode en courant pulsé sera présentée.

1. Calorimètre de Berthelot

D'après R. Faucher [45], la mesure de capacité thermique à l'aide d'un calorimètre de Berthelot, peut s'expliquer à partir du schéma de principe suivant :

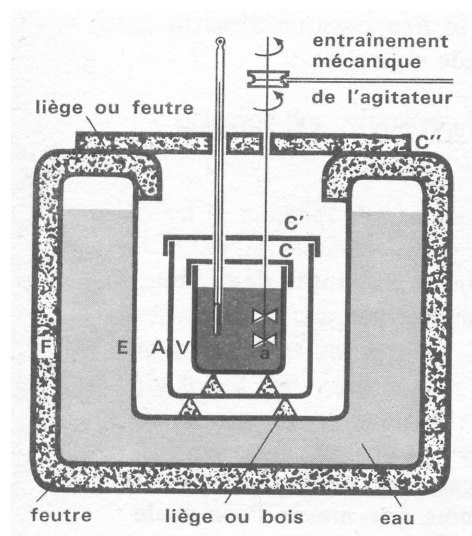


figure 3.4 : Schéma de principe du calorimètre de Berthelot [45].

Le vase calorimétrique V est en platine ou en laiton, poli extérieurement pour atténuer le rayonnement. Pour réduire les pertes de chaleur par conduction, il repose sur trois pointes de liège (isolant thermique) à l'intérieur d'un deuxième vase A poli intérieurement et extérieurement. Ainsi, A réfléchit vers V les faibles quantités de chaleur que ce dernier peut lui transmettre et réfléchit également la chaleur qui lui parvient de l'extérieur. Il est isolé thermiquement par trois pointes. Une enceinte E à doubles parois entoure les vases. Elle contient une masse importante d'eau interposée entre le calorimètre et le milieu ambiant. Cette eau, dont la température ne peut varier que lentement, contribue à maintenir le calorimètre dans des conditions fixes et connues pendant la durée d'une mesure. L'enceinte E est protégée par une épaisse couche d'isolant. Des couvercles C , C' et C'' complètent l'installation pour limiter les pertes par convection. Finalement, des ouvertures sont prévues pour le passage d'un thermomètre et d'un agitateur entraîné mécaniquement.

La méthode de mesure est simple et consiste à plonger dans l'eau du calorimètre (de masse m_{eau}) initialement à la température T_i , un corps chauffé (de masse m_{corps}) à une certaine température T puis de mesurer la température d'équilibre T_{eq} . Ensuite, par un simple bilan thermique considérant que la quantité de chaleur cédée par le corps chaud est égale à la quantité de chaleur absorbée par l'eau froide, la capacité thermique massique est estimée :

$$c_p = \frac{m_{eau} c_{p\ eau} (T_{eq} - T_i)}{m_{corps} (T - T_{eq})} \quad (3.20)$$

Cet exemple est la façon la plus simple de présenter et de mesurer la capacité thermique massique des solides. Il montre également l'importance de maîtriser les flux de chaleur (flux absorbé par l'échantillon, pertes de chaleur...) pour obtenir une mesure fiable.

2. Calorimètre différentiel

La méthode consiste à placer un échantillon dans une capsule réfractaire de faible conductivité thermique. Cette dernière est positionnée dans un four où la température est maintenue constante. La mesure de la température de l'échantillon s'effectue à l'aide d'un thermocouple placé à proximité. La capsule contenant l'échantillon à caractériser est étalonnée en déterminant son évolution en fonction de la température lorsque cette dernière est vide et lorsque un matériau, dont la capacité thermique est bien connue, est placé à l'intérieur. Ensuite, l'échantillon à caractériser est placé dans une capsule identique à la précédente. Dès lors, les deux capsules vont subir une même rampe de température au cours du temps, et l'évolution simultanée des températures de l'échantillon de référence et du matériau à caractériser vont être enregistrées. De ces enregistrements, connaissant les capacités thermiques de la capsule et du matériau étalon, la capacité thermique à mesurer est déduite selon la formule :

$$c_{Pmes} = \frac{m_{étalon} c_{Pétalon}}{m_{mes}} \frac{\Delta t_{mes} / \Delta T_{mes} - \Delta t_{réf} / \Delta T_{réf}}{\Delta t_{étalon} / \Delta T_{étalon} - \Delta t_{réf} / \Delta T_{réf}} \quad (3.21)$$

Certains auteurs comme Boggs [46] et Smith [47] font l'apologie de cette technique de mesure, mais de manière générale, l'incertitude de mesure produite est assez importante pour des raisons liées aux problèmes thermiques de chauffage des échantillons ou au rapport des conductivités entre la capsule et l'échantillon. L'avantage de ce type de méthode est de pouvoir traiter des matériaux de faibles dimensions (poudres), c'est ce qu'a pu effectuer L. Wang et al. [48] sur des nanoparticules. L'inconvénient réside dans le système de chauffage qui ne permet pas d'atteindre les très hautes températures (2500 K).

3. Méthode en courant pulsé et modulé

Cette méthode est très intéressante pour des matériaux conducteurs électriques et de petites tailles. Initialement, cette technique a été proposée par A. Avramescu [49] et a été modifiée par la suite par H. Baxter [50], A. M. Nathan [51], R. C. Strittmater et al. [52] et R. E. Taylor et al. [53]. De ce dernier article, un schéma de principe (figure 3.5) peut être représenté.

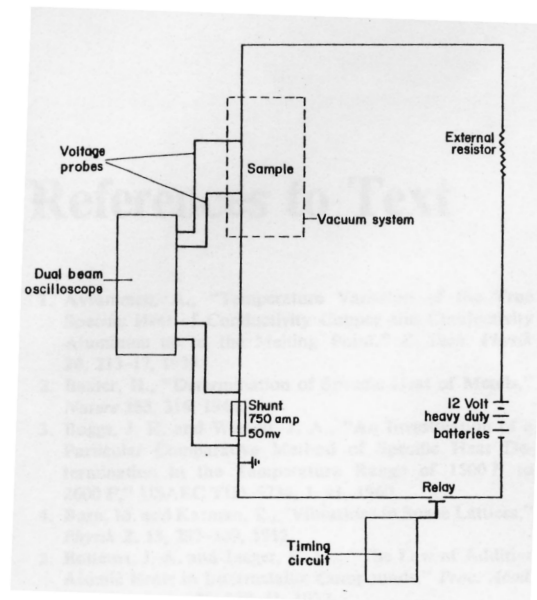


figure 3.5 : Schéma de principe d'une méthode de type courant pulsé [53].

La méthode consiste en un chauffage rapide d'un échantillon placé dans une enceinte sous vide poussé. L'échantillon est couplé à un circuit électrique constitué d'une alimentation électrique, d'une résistance variable, d'une résistance fixe et d'un circuit permettant de générer d'importantes variations d'intensité pendant un certain temps (impulsion). Ensuite, ils réalisent une mesure simultanée : de l'intensité parcourant l'échantillon, de la tension aux bornes de ce dernier et de la résistance spécifique à chaque intervalle de temps. De ces mesures, la capacité thermique massique à pression constante est déduite par l'intermédiaire du modèle suivant :

$$c_p = \frac{U I (d\rho_E/dT)}{m(d\rho_E/dt)} \quad (3.22)$$

où : U tension électrique aux bornes de l'échantillon, I intensité électrique parcourant l'échantillon, ρ_E la résistivité électrique de l'échantillon, $d\rho_E/dT$ coefficient de température de la résistivité électrique à la température T et $d\rho_E/dt$ représente le taux de variation de la résistivité en fonction du temps.

Une méthode de type AC à la température ambiante sur des verres oxydés a également été développée par S. Inaba et al. [54]. L'échantillon est placé dans une enceinte où il effectue un chauffage par lampe halogène modulé à l'aide d'un hacheur électromécanique. La réponse en température est mesurée à l'aide de thermocouples. La capacité thermique est ensuite déduite à l'aide d'un modèle en amplitude. *Au vu de cette présentation succincte de quelques méthodes de mesures de la capacité thermique, les remarques suivantes peuvent être effectuées : (i) les méthodes actuelles ne sont pas adaptables directement sur monofilaments, (ii) il semble difficile avec ces méthodes d'atteindre des températures avoisinant les 2500 K.*

II. PROPOSITION D'UNE METHODE DE TYPE AC

Dans cette partie, le dispositif de mesure sera présenté ainsi qu'une brève description de la procédure expérimentale à suivre lors des essais et finalement les logiciels développés pour caractériser les fibres avec la plus grande répétitivité et justesse possible.

Ensuite, une étape de modélisation par éléments finis du système thermique permettra de mettre en évidence l'influence de la variation avec la température de l'ensemble des grandeurs physiques sollicitées lors de telles mesures. Finalement, cette modélisation conduira à la détermination des hypothèses qui serviront de base à la résolution analytique complète en vue de l'identification de la capacité thermique massique à pression constante.

A. Présentation et caractéristiques du dispositif expérimental

1. Principe de mesure

La méthode développée (figure 3.6) est basée sur un chauffage par effet Joule de la fibre à étudier. Pour cela, l'échantillon est placé dans une enceinte où un vide secondaire est réalisé. Le principe de la mesure consiste à créer une variation d'enthalpie du système à l'équilibre en faisant circuler un courant ou une tension électrique modulée ($I(t)$ ou $U(t)$) autour d'une valeur moyenne (I_m ou U_m) servant par ailleurs à chauffer la fibre à la température T_m . Ensuite, la mesure à différentes fréquences, du déphasage entre la réponse en température ($T(t)$) et l'excitation électrique est réalisée. Cette évolution est linéaire, ce qui permet d'estimer la pente. Puis, la capacité thermique massique à pression constante est déterminée à partir d'un modèle analytique direct liant les propriétés électriques, la masse et la pente mesurée.

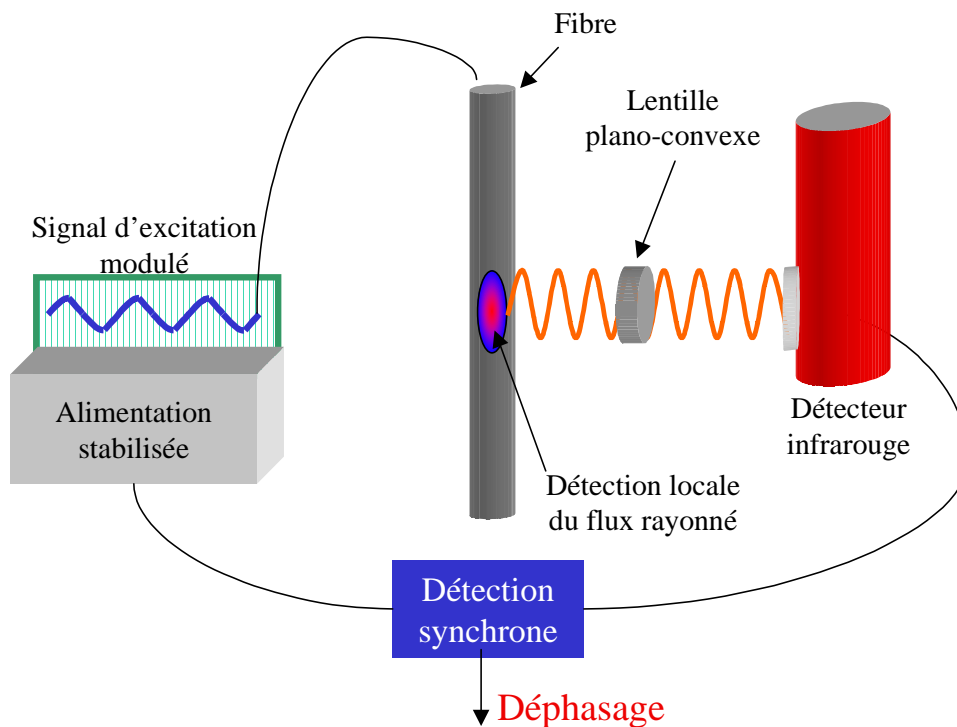


figure 3.6 : Principe de mesure de la capacité thermique.

Les appareils de mesures utilisés sont : une alimentation stabilisée pilotable en intensité ou en tension pour l'excitation, un pyromètre bichromatique pour la mesure de la température moyenne, un détecteur infrarouge focalisé dans la zone isotherme du filament pour la réponse en température modulée et un amplificateur à détection synchrone pour extraire l'amplitude et la phase entre l'excitation électrique et la réponse radiative périodique. Les principaux avantages de cette technique sont :

- ⊖ de pouvoir travailler avec des monofilaments de quelques microns de diamètre,
- ⊖ grâce au système de chauffage par effet Joule, des températures avoisinant les 2500 K peuvent être atteintes.
- ⊖ L'excitation modulée permet d'obtenir une température complexe qui possède deux composantes, l'une liée à l'amplitude et l'autre à la phase. La résolution du problème thermique complet montrera l'importance de travailler plutôt en phase qu'en amplitude,
- ⊖ de plus, le fait de travailler sur la pente de la tangente du déphasage en fonction de la fréquence améliore la précision des mesures.

2. Description du banc de mesure

Une photographie (figure 3.7) présente une vue générale du dispositif de caractérisation thermique et plus particulièrement la partie dédiée à la capacité thermique. Sur cette photographie, plusieurs ensembles différents apparaissent. Tout d'abord, (a) : le bâti du dispositif qui ne sera pas décrit ici, (b) : l'ensemble constitué de la fibre et du système de

chauffage associé ainsi que l'enceinte entourant celle-ci, (c) : le pyromètre bichromatique qui sert à mesurer la température moyenne de la fibre, (d) : le système permettant de déplacer la fibre et l'enceinte pour assurer un bon alignement de l'ensemble par rapport au système de détection composé des lentilles plano convexes (e) et du détecteur infrarouge (f).

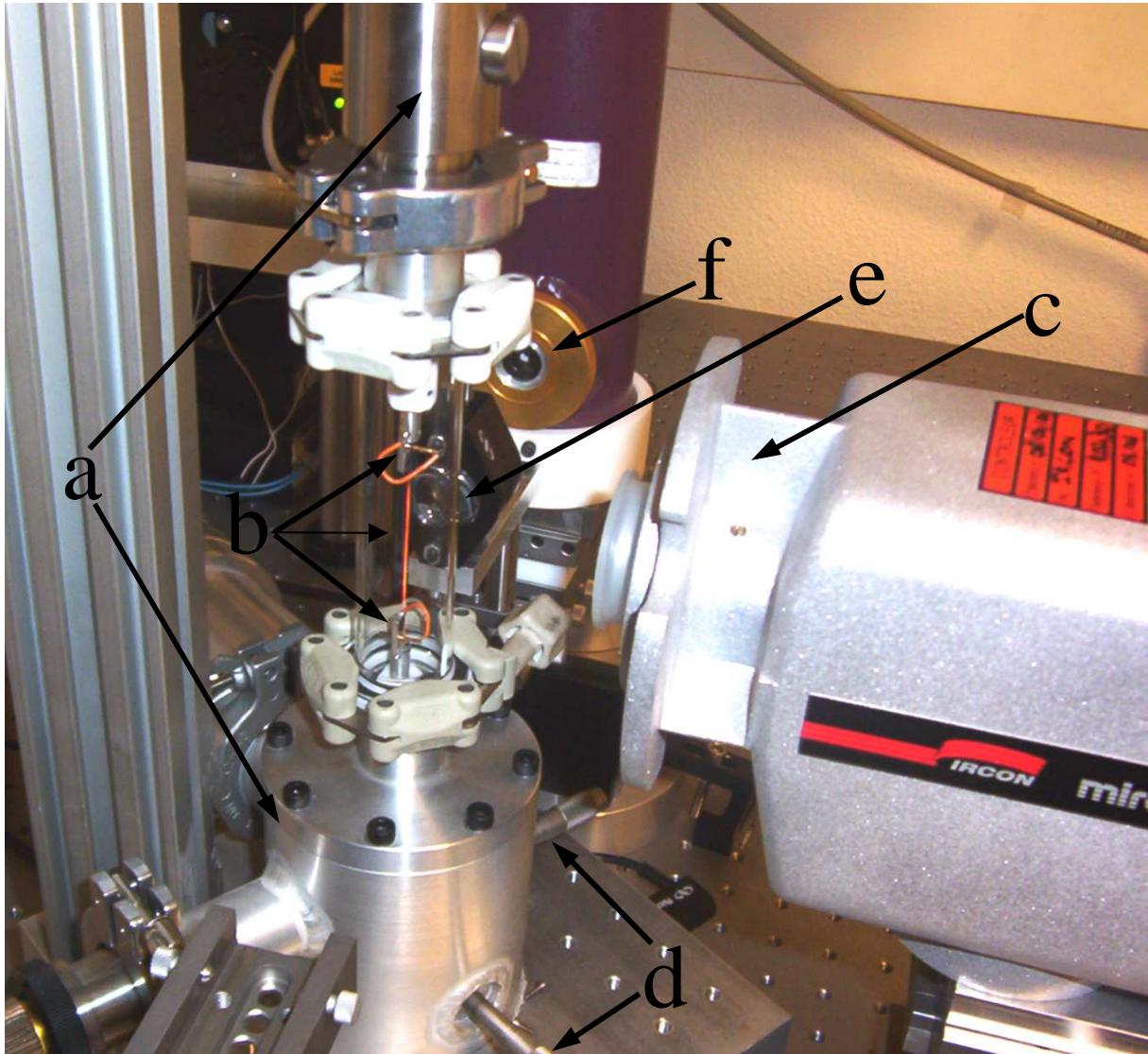


figure 3.7 : Photographie du dispositif de caractérisation thermique.

3. Installation de la fibre

Comme cela est observable (figure 3.7), la fibre est située à l'intérieur du dispositif où un vide secondaire (10^{-4} Pa) est réalisé. Les fibres sont des matériaux fragiles et de très petite taille. Par conséquent, des précautions particulières doivent être prises lors de la préparation et l'installation. Les échantillons sont montés sur des supports en graphite fixés à des cadres qui permettent de sélectionner des longueurs de jauge différentes (figure 3.8).

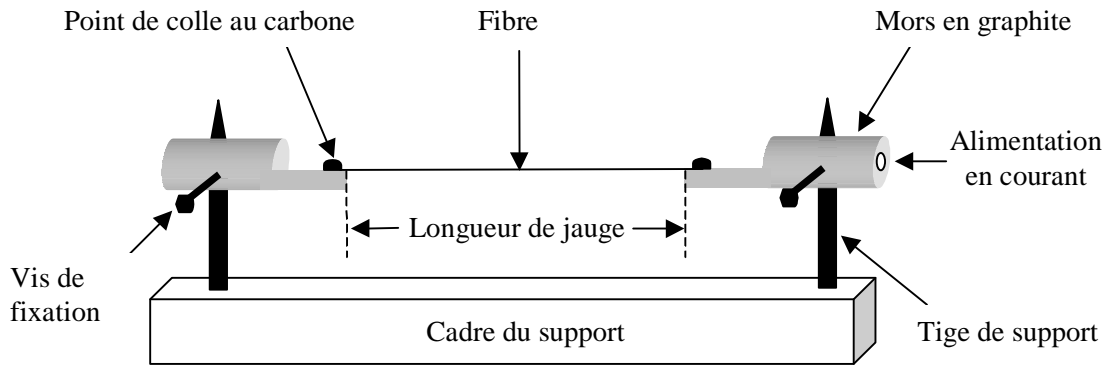


figure 3.8 : Système de fixation de la fibre.

Ensuite, à l'aide du cadre, l'ensemble fibre + mors en graphite est placé à l'intérieur du dispositif. Puis l'enceinte coulissante est refermée. L'enceinte utilisée pour la mesure de la capacité thermique est cylindrique (diamètre 25 mm) en verre de silice, ce qui permet un maximum de transmission de l'onde rayonnée (90 %) dans la gamme de longueur d'onde étudiée (1 à 3 μm).

4. Mesure de la température

La mesure de température est réalisée à l'aide d'un pyromètre bichromatique IRCON (annexe A.2) qui fonctionne entre les longueurs d'ondes allant de [0.7 à 1.7 μm]. Ce pyromètre est couplé à un système optique de lentilles afin d'obtenir une tache de visée d'environ 200 μm . Ceci est largement suffisant pour mesurer le flux rayonné par les fibres d'une dizaine de microns, sur une gamme de température allant de 1000 à 3000 K avec une sensibilité de 1 K et une erreur absolue de 2 à 4 %.

5. Système d'excitation et de chauffage de la fibre

Le chauffage de la fibre est effectué par effet Joule, en alimentant par un courant électrique (figure 3.7) l'ensemble constitué des mors en graphite et de la fibre. Les fils d'alimentation électrique passent au travers de système étanches (f) pour être reliés à une alimentation stabilisée E.T.A.T.. La mesure de la capacité thermique nécessite une modulation autour de la valeur moyenne du courant ou de la tension circulant dans la fibre. Ainsi, l'alimentation stabilisée est couplée à la référence interne d'un l'amplificateur à détection synchrone. Cela permet de générer des signaux sinusoïdaux synchronisés, où l'amplitude et la fréquence de modulation peuvent être contrôlées.

6. Système de détection

La détection de la réponse en température émise par la fibre suite à l'excitation électrique modulée est réalisée à l'aide d'un détecteur infrarouge HAMAMATSU. La cellule photosensible en PbSn, de surface 1 mm^2 est refroidie par azote liquide. Le flux absorbé est transmis à un pré amplificateur à gain variable qui permet d'obtenir un signal en

volt visualisable à l'aide d'un oscilloscope. Compte tenu des faibles dimensions caractéristiques des fibres étudiées et pour s'assurer de toujours travailler dans une zone isotherme, le détecteur est couplé à un système optique confocal constitué de deux lentilles plano convexes en BaCF₂. L'ensemble, dont la position initiale est située au milieu de la fibre peut se déplacer le long de la fibre. Concernant les lentilles utilisées, le matériau choisi (BaCF₂) assure un maximum de transmission (95 %) dans la gamme de longueur d'onde étudiée (1 à 3 μm). Les distances focales sont respectivement de 25 et 50 mm, ce qui permet d'obtenir une tâche de visée d'environ 500 μm de diamètre. Cette dernière est d'une part suffisamment petite pour toujours être dans une zone isotherme et d'autre part suffisamment grande pour ne pas être perturbée par d'éventuels mouvements de la fibre et pour offrir un bon rapport signal sur bruit. L'allure (figure 3.9) des signaux expérimentaux de la tension électrique d'excitation et de la réponse en température du détecteur infrarouge est représentée :

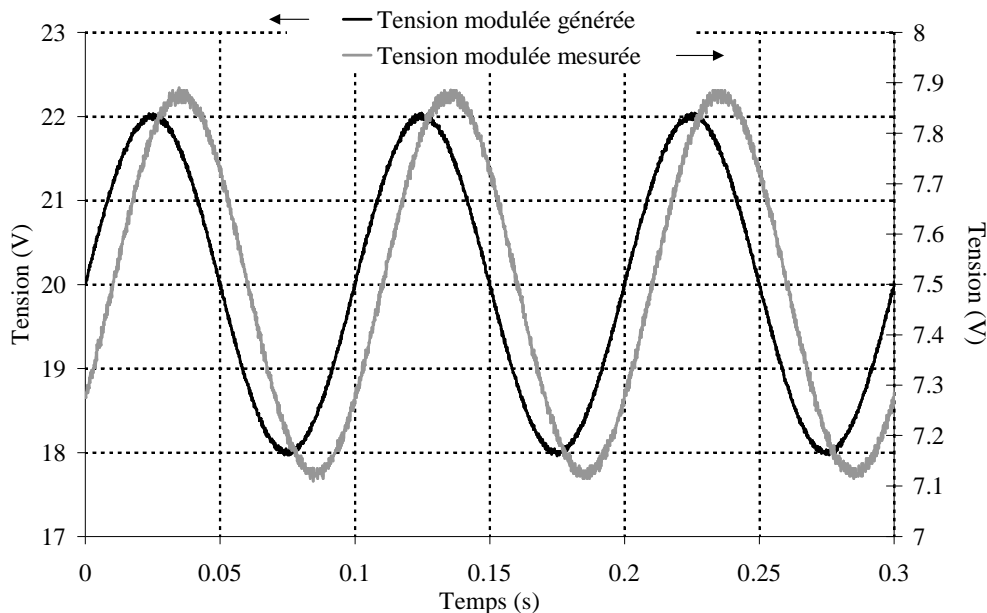


figure 3.9 : Exemple de signaux mesurés sur une fibre de tungstène à 1500 K.

Les signaux obtenus ont été mesurés à une température moyenne d'environ 1500 K et à une fréquence d'excitation de 10 Hz. Il faut effectivement noter que le rapport signal sur bruit est correct, ce qui n'engendrera qu'une faible erreur lors de la mesure du déphasage.

7. Détermination du déphasage

Le déphasage est déterminé entre le signal sinusoïdal d'excitation électrique réalisé à l'aide de l'alimentation stabilisée couplé avec la référence interne de l'amplificateur à détection synchrone Stanford Research et la réponse en température mesurée avec le détecteur infrarouge. La sensibilité de la détection synchrone est de 0,1° avec une erreur absolue inférieure à 1°. Cependant, une différence subsiste entre le signal d'entrée de

l'alimentation qui correspond à la référence interne de la détection synchrone, et le signal de sortie de l'alimentation qui entre dans la fibre. En effet, l'alimentation se comporte comme un circuit électrique de type RC, ce qui induit un déphasage dépendant de la fréquence, mais toujours identique à une fréquence donnée, entre le signal d'entrée et de sortie.

Par conséquent, des mesures du déphasage entre la référence interne de la détection synchrone et la sortie de l'alimentation ont été effectuées (figure 3.10) sur la gamme de fréquence utilisée lors des essais (f variant de 4 à 50 Hz) :

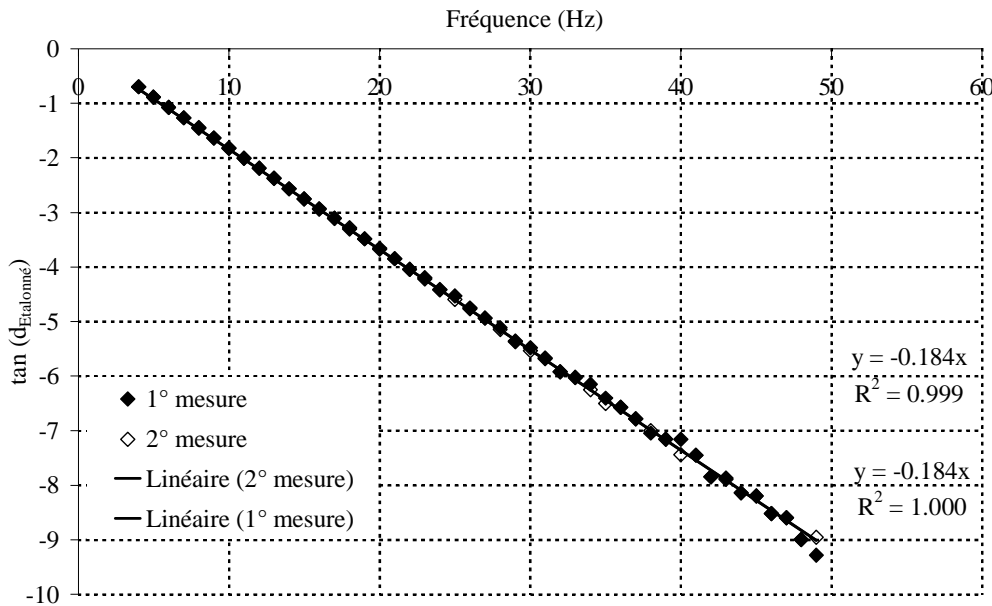


figure 3.10 : Tangente du déphasage obtenu entre la référence interne de la détection synchrone et la sortie de l'alimentation stabilisée.

Pour déterminer le déphasage exact lors des essais, la procédure est la suivante : (i) la mesure du déphasage entre le détecteur et la référence interne est estimée, (ii) la tangente exacte du déphasage est calculée à l'aide de celle étalonnée (figure 3.10), (iii) ce calcul est réalisé selon la formule suivante :

$$\tan(d_{\text{exact}}) = \frac{\tan(d_{\text{Mesuré}}) - \tan(d_{\text{Étalonné}})}{1 + \tan(d_{\text{Étalonné}})\tan(d_{\text{Mesuré}})} \quad (3.23)$$

Un exemple de pentes mesurées à différentes températures peut être présenté (figure 3.11) :

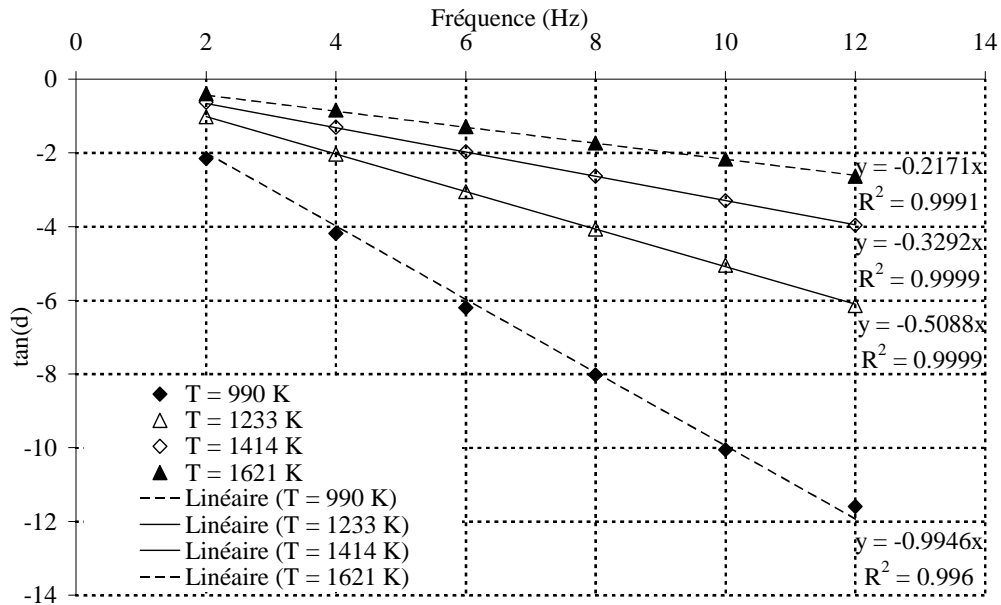


figure 3.11 : Pentés mesurées à différentes températures sur un filament de tungstène ($d = 18 \mu\text{m}$).

Dans un premier temps, on constate que la tangente du déphasage varie linéairement avec la fréquence et que son ordonnée à l'origine est nulle. De plus, la pente est décroissante lorsque la température augmente. Finalement, l'observation des coefficients de corrélation montre que la dispersion relative aux mesures de déphasage est très faible.

8. Alignement de la fibre

Sachant qu'il est impossible d'installer la fibre à la même position, d'une mesure à l'autre et pour éviter d'effectuer systématiquement le réglage optique de l'ensemble lentille + détecteur, un système de déplacement sous vide de la fibre (f) et du dispositif complet (g) a été imaginé (figure 3.7). En effet, les platines de déplacement micrométriques situées à l'intérieur de l'enceinte vont permettre l'alignement selon la verticale de la fibre (figure 3.12 (a) et (b)) qui est fixée à une des extrémités. Lorsque ce réglage est réalisé, une double platine micrométrique située sous le dispositif va permettre le déplacement de cet ensemble (figure 3.12 (c) et (d)), pour placer la fibre au foyer objet du système composé des deux lentilles confocales et du détecteur infrarouge.

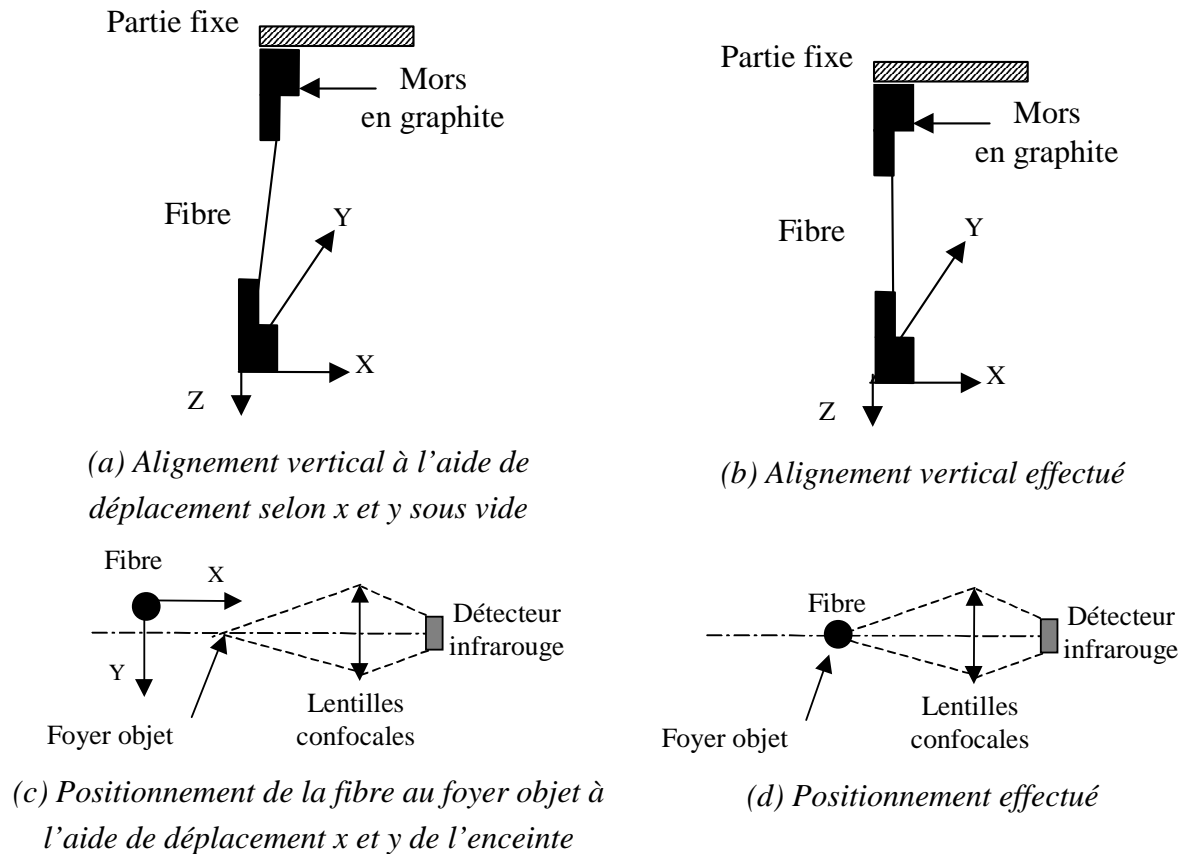


figure 3.12 : Alignement vertical et horizontal de la fibre.

La procédure expérimentale mise en œuvre pour s'assurer de la validité de l'alignement ne sera pas décrite ici.

9. Procédure expérimentale et logiciels associés

La description complète de la procédure expérimentale a fait l'objet d'un guide d'utilisation rédigé par G. Grandclaudon [55]. Seule la démarche générale et les principales phases de la mesure peuvent être rapidement décrits. Globalement, la mesure de la capacité thermique peut être schématisée (figure 3.13) où les principaux appareils de mesure ainsi que les connexions de types analogique ou IEEE sont représentées.

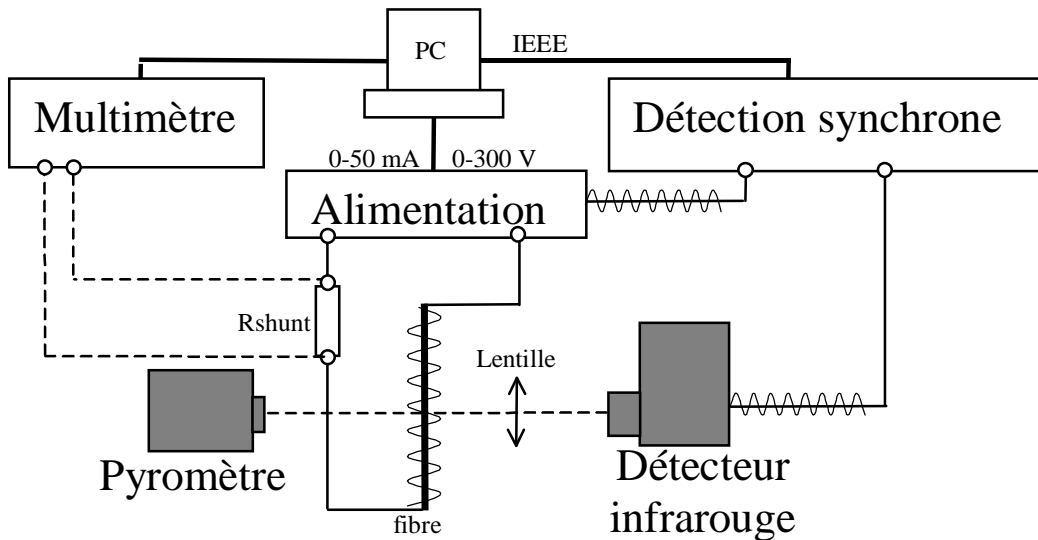


figure 3.13 : Schéma décrivant le déroulement d'un essai à partir du logiciel développé.

Pour cela, on suppose que la fibre est déjà installée et que le vide est effectué. Ensuite, à l'aide du logiciel « Etalonnage », (annexe B.2) l'étalonnage entre la puissance dissipée par effet Joule et la température obtenue dans la zone isotherme est effectué. Cette phase nécessite l'utilisation du pyromètre et du multimètre numérique. Dès lors, le logiciel « Mesure du c_p » (annexe B.5) peut être exécuté. Ce logiciel va imposer, via une communication IEEE et à partir du polynôme d'étalonnage obtenu, la tension de l'alimentation stabilisée nécessaire pour obtenir la température de mesure T_m . A ce stade, il va mesurer les propriétés électriques de la fibre (I_m et U_m) via le multimètre numérique. Puis, la procédure de détermination de la pente entre la tangente du déphasage et la fréquence d'excitation va être exécutée. Ensuite, il calcule la capacité thermique massique à pression constante et à la température T_m selon le modèle analytique développé ultérieurement. Cette opération sera répétée sur toute la gamme de température désirée par l'utilisateur.

Pour conclure cette partie, il est important de rappeler les points importants développés. Tout d'abord, nous avons vu que le dispositif créé permet d'atteindre grâce, au chauffage par effet Joule réalisé avec une alimentation stabilisée et au vide secondaire de bonne qualité, des températures allant jusqu'à 2500 K. Le couplage de ce type de chauffage avec un générateur de signaux modulés permet de générer des signaux d'excitation de très bonne qualité. La mesure de la réponse en température à l'aide d'un détecteur infrarouge focalisé sur la fibre à l'aide d'un système optique de lentilles confocales assure une bonne qualité des signaux (figure 3.9) et garantit la mesure du déphasage dans la zone isotherme de la fibre. L'utilisation d'un amplificateur à détection synchrone pour estimer les déphasages permet une grande précision des mesures. Finalement, des logiciels développés réalisent automatiquement les mesures qui fournissent directement la capacité thermique.

B. Modélisation du comportement thermique de la fibre

Dans un premier temps, il est important d'effectuer une modélisation complète du système thermique (figure 3.14) afin de bien appréhender les transferts thermiques mis en jeu dans ce processus de mesure ainsi que l'influence de la variation avec la température des grandeurs physiques telles que la résistivité électrique, l'émissivité et la capacité thermique du matériau.

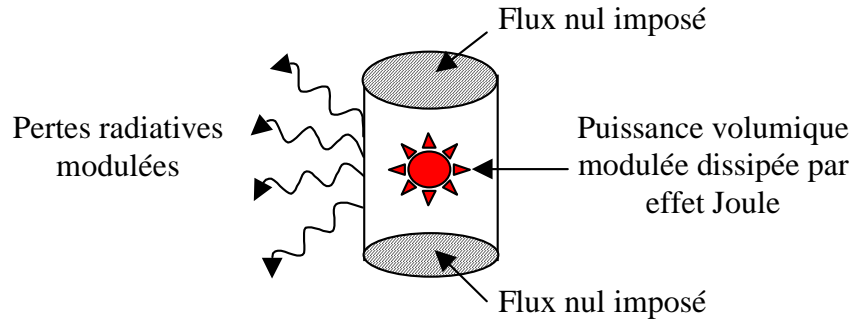


figure 3.14 : Schéma présentant le transfert thermique dans la fibre.

1. Bilan du système thermique à étudier

A partir de la représentation (figure 3.14), un bilan thermique en régime périodique établi effectué, dans la partie isotherme du monofilament, considéré comme un corps thermiquement mince, est réalisé. Ce bilan thermique s'écrit :

$$m c_p(T) \frac{dT(t)}{dt} = P_J(T, t) - \varepsilon(T) \sigma S_p (T(t)^4 - T_a^4) \quad (3.24)$$

On notera que comme le matériau est porté à très haute température et placé sous vide secondaire seules les pertes par rayonnement sont prises en compte avec l'hypothèse que le matériau se comporte comme un corps gris et Lambertien. De plus, le terme source est volontairement noté $P_J(T, t)$ car expérimentalement l'alimentation stabilisée peut être pilotée soit en intensité auquel cas la puissance dissipée par effet Joule sera notée :

$$P_{JI}(T, t) = \rho_E(T, t) \frac{L}{S} I(t)^2 \quad (3.25)$$

soit en tension, et dans ce cas la puissance s'exprimera :

$$P_{JU}(T, t) = \frac{S}{L} \frac{U(t)^2}{\rho_E(T, t)} \quad (3.26)$$

De part la forte non linéarité du système, due aux pertes par rayonnement couplées avec la dépendance par rapport à la température des propriétés physiques, il convient d'effectuer une modélisation complète par éléments finis de ce système. En effet, Le but ici est de dégager les hypothèses les plus simples et les plus réalistes en vue d'une résolution analytique de l'expression (3.24). Suite à la remarque effectuée sur la puissance dissipée par effet Joule, toutes les simulations à venir seront réalisées à tension imposée et à courant imposé. En effet,

pour les matériaux comme les fibres de carbone dont la résistivité est assez importante (semi conducteur) il sera préférable d'imposer la tension électrique. A l'inverse sur les fibres conductrices comme le tungstène, il vaut mieux travailler avec l'intensité qui est la grandeur la plus importante lors des mesures. De la même façon, la sensibilité à l'identification sera meilleure avec la formule sur l'intensité.

2. Détermination des paramètres nécessaires à la modélisation

La modélisation portera à la fois sur un filament de tungstène et sur une fibre de carbone dont les propriétés sont proches d'un monocristal de graphite. D'après l'expression (3.24), trois grandeurs doivent être maîtrisées et être choisies de manière réaliste. Il s'agit de l'émissivité, de la capacité thermique et de la résistivité électrique. Concernant les deux dernières, que ce soit pour le tungstène ou pour le graphite, les valeurs en fonction de la température sont connues. La capacité thermique massique à pression constante sera choisie d'après E A. Brandes [56] pour le tungstène et selon I. E. Campbell [57] pour le matériau carboné (figure 3.15).

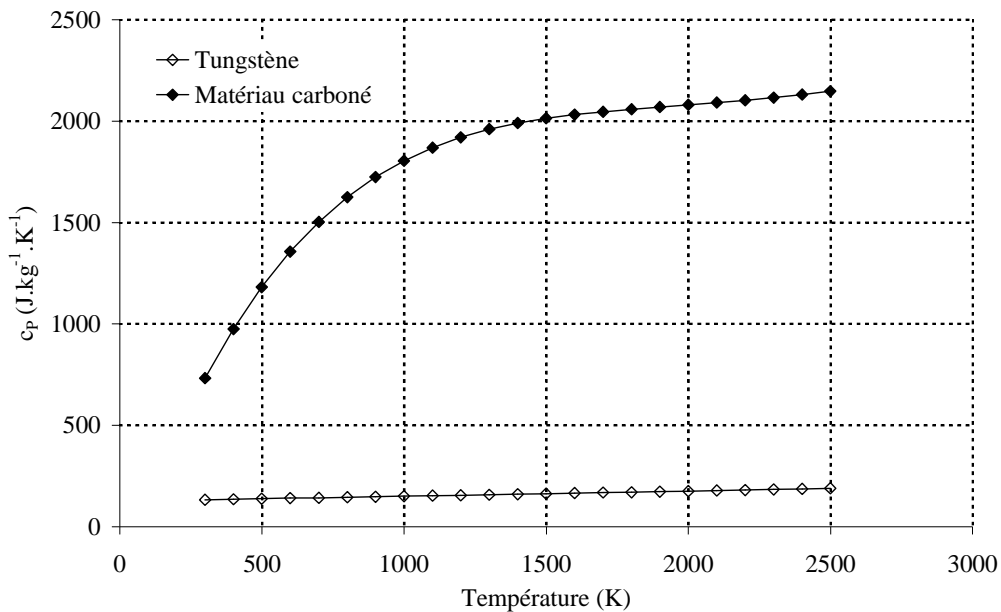


figure 3.15 : Capacité thermique massique à pression constante utilisée pour la modélisation.

La résistivité électrique quant à elle sera choisie d'après le handbook [58] pour le tungstène et selon M. S. Dresselhaus et al. [59] pour la fibre de carbone (figure 3.16).

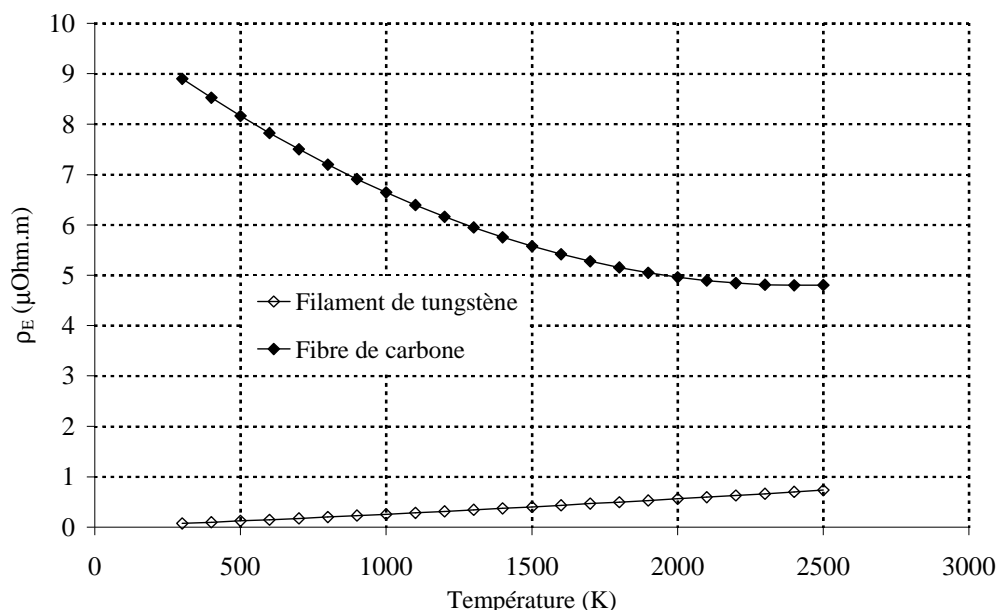


figure 3.16 : Résistivité électrique utilisée pour la modélisation.

En ce qui concerne l'émissivité, il faut prendre des précautions particulières. Pour le tungstène, les valeurs de l'émissivité à une température donnée et pour différentes longueurs d'ondes sont extraites du handbook [58] et sont reportées en annexe C.1. La démarche suivante a été adoptée : (i) l'émissivité est considérée comme monochromatique et hémisphérique, (ii) la longueur d'onde a été choisie à la température maximale donnée à l'aide de la 1^{ère} loi de Wien et (iii) sa valeur est reportée en fonction de la température pour être finalement interpolée à l'aide d'un polynôme d'ordre 3. Pour le matériau carboné, des mesures de la puissance électrique en fonction de la température ont été réalisées en régime permanent sur la fibre Panex 33, ce qui permet d'extraire l'émissivité en fonction de la température à partir de la relation suivante :

$$P_J(T_m) = \varepsilon(T_m) \sigma S_p (T_m^4 - T_a^4) \quad (3.27)$$

Les résultats obtenus (annexe C.2) permettent d'obtenir un polynôme d'ordre 2 pour l'évolution de l'émissivité en fonction de la température (K). Les émissivités ainsi déterminées sont représentées (figure 3.17). Pour l'ensemble des grandeurs physiques utilisées comme données d'entrées dans la modélisation, les polynômes associés sont récapitulés (tableau 3.1).

T (K)	Tungstène	Matériau carboné
$c_p(T)$	$1000.[1.264.10^{-1} + 2.249.10^{-5} T + 1.006.10^{-9} T^2 - 68.8/T^2]$	$8.4008.10^{-11} T^4 + 7.8168.10^{-7} T^3 - 2.6488.10^{-3} T^2 + 4.0093 T - 2.5366.10^2$
$\rho_E(T)$	$2.543.10^{-14} T^2 + 2.2978.10^{-10} T$	$9.0902.10^{-13} T^2 - 4.4068.10^{-9} T + 1.014.10^{-5}$
$\varepsilon(T)$	$1.9955.10^{-11} T^3 + 7.3755.10^{-8} T^2 + 8.0173.10^{-5} T$	$-2.2662.10^{-8} T^2 + 1.8692.10^{-4} T + 5.474.10^{-1}$

tableau 3.1 : Polynôme en fonction de la température des grandeurs physiques nécessaires à la modélisation.

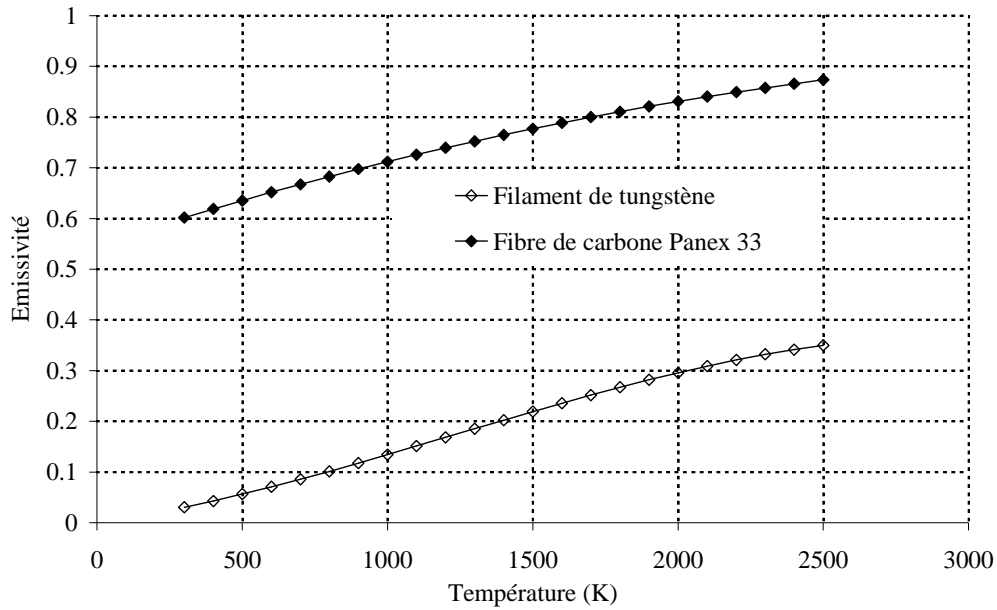


figure 3.17 : Emissivité utilisée pour la modélisation.

3. Démarche de la modélisation et estimation du déphasage

La modélisation du système est effectuée à l'aide du logiciel FlexPDE. Pour cela, il suffit de définir une géométrie, de fournir les conditions aux limites, le bilan thermique et les variables à discrétiser (la température et le temps). Ensuite, il faut fixer une variation sinusoïdale autour de la valeur moyenne de l'intensité ou de la tension électrique :

$$\begin{cases} I(t) = I_m + \Delta I \sin(\omega t) \\ U(t) = U_m + \Delta U \sin(\omega t) \end{cases} \quad (3.28)$$

On rappelle que la valeur moyenne de la tension ou de l'intensité va fixer la valeur moyenne de la température du matériau. Dans les simulations effectuées, la composante oscillante représente 10 % de la valeur moyenne. Ensuite, la température de surface au cours du temps est enregistrée. Les résultats obtenus à différentes fréquences (figure 3.18) vont être utilisés pour estimer le déphasage qui est extrait à partir d'une transformée complexe de Fourier permettant d'obtenir la valeur complexe de la 1^{ère} harmonique du signal modulé. Dès lors, la série de tests pour différentes conditions peut être réalisée.

Pour les simulations, le diamètre des fibres sera pris égal à 18 μm pour le filament de tungstène contre 7.35 μm pour la fibre de carbone. La longueur de fibre sera prise égale à 1 mm dans les deux cas. Concernant le filament de tungstène deux températures moyennes seront étudiées ($T_{m1} = 1450 \text{ K}$ et $T_{m2} = 2358 \text{ K}$) alors que pour la fibre de carbone, une seule température moyenne de 2021 K sera simulée. La gamme de fréquence s'échelonnait entre 2 et 12 Hz, avec un intervalle de 2 Hz entre chacun des relevés. Finalement, 5 cas seront considérés : (i) ϵ , ρ_E et c_P variables avec la température, (ii) ϵ , ρ_E et c_P constants et pris à la valeur moyenne de température (T_m), (iii) ϵ , ρ_E variables avec la température et c_P égale à sa

valeur à T_m , (iv) ϵ , c_p variables avec la température et ρ_E égale à sa valeur à T_m et (v) c_p , ρ_E variables avec la température et ϵ égale à sa valeur à T_m .

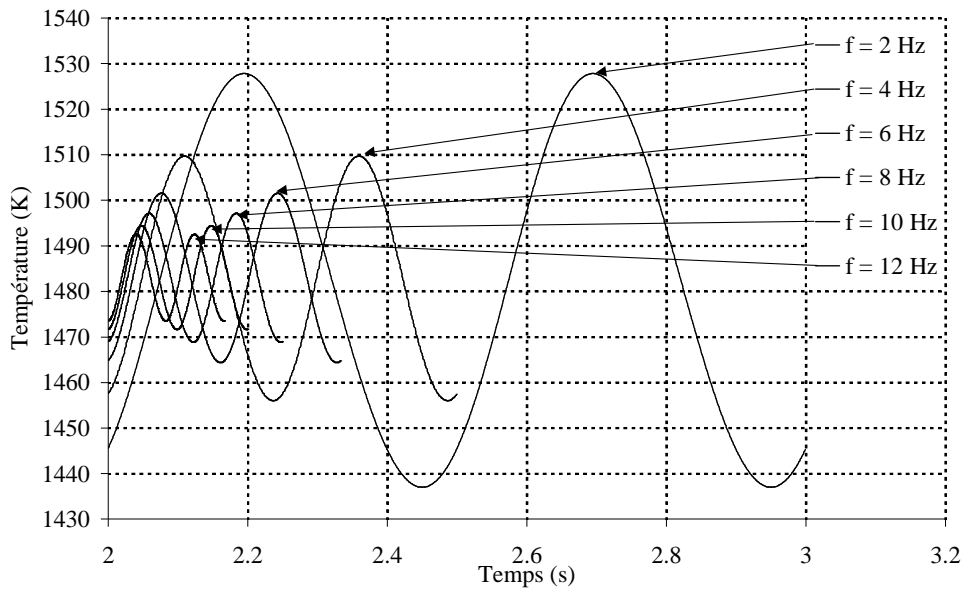


figure 3.18 : Signaux simulés à différentes fréquences avec modulation de 10 % sur l'intensité électrique.

C. Influence sur le déphasage des paramètres variables présents dans le modèle thermique

1. Influence des propriétés physiques à $T = 1450$ et 2358 K pour le tungstène

La modélisation, effectuée selon la procédure décrite précédemment permet d'obtenir la valeur absolue des pentes en fonction des différents cas (figure 3.19) :

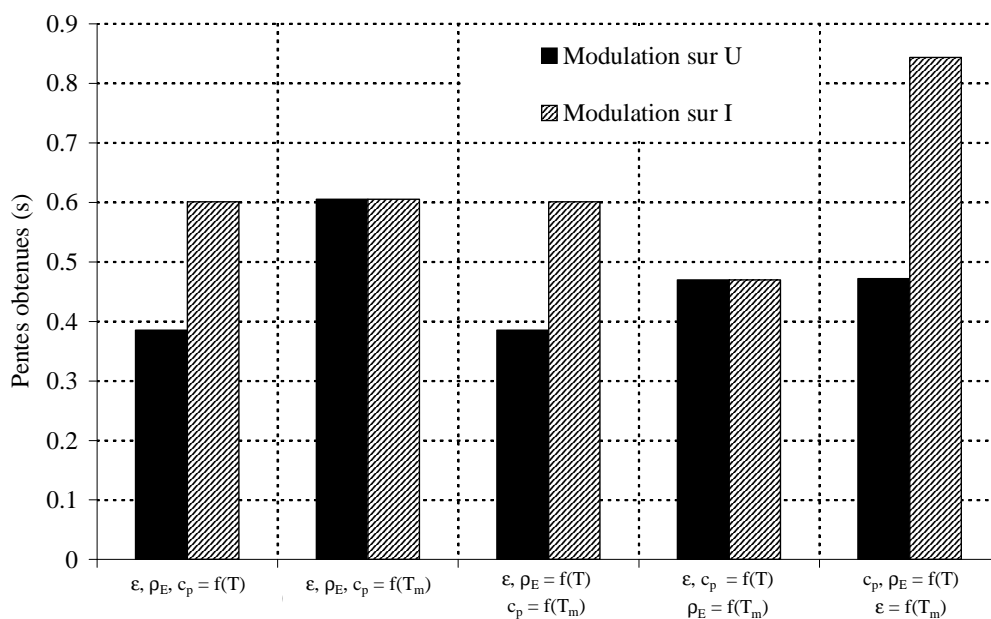


figure 3.19 : Pentes obtenues sur le filament de tungstène à 1450 K.

Avant de commenter ces résultats, il convient de préciser que de manière générale, le cas où tous les paramètres varient avec la température est le plus représentatif de la réalité. La comparaison des pentes du déphasage obtenues pour toutes ces simulations montre que :

- ⇒ Lorsque tous les paramètres varient avec la température (i), une différence d'environ 35 % existe entre une modulation s'effectuant sur U ou sur I . A l'inverse, si l'on considère les paramètres constants (ii), aucune différence n'est constatée entre les deux types de modulations. En revanche la comparaison entre les cas (i) et (ii) montre une différence de 37 % sur U .
- ⇒ L'observation du cas (iii) où seul c_p est constant montre aucune différence par rapport au cas (i). Ce qui permet de supposer un c_p constant avec la température.
- ⇒ Le cas (iv) où seule ρ_E est constante montre que la pente est identique quelle que soit la modulation. La comparaison avec le cas (i) nous montre que la pente est surestimée (28 %) sur U et sous estimée (28 %) sur I .
- ⇒ Finalement, le cas (v) où seule ε est constante fait apparaître une différence importante selon la modulation (44 %). La comparaison avec le cas (i) montre que la pente est surestimée sur U (18 %) et sur I (28 %).

Cette étude montre que pour un matériau bon conducteur électrique et de faible émissivité, il est préférable de travailler avec une modulation sur I . Dans ce cas, il n'est pas nécessaire de prendre en compte la dépendance par rapport à la température des propriétés physiques. A l'inverse, une modulation sur U nécessite cette prise en compte. De plus, il n'est pas bon de tenir uniquement compte de la dépendance en température de l'émissivité ou de la résistivité électrique, cela quelle que soit la modulation. En revanche, la capacité thermique peut tout à fait être constante. Le même matériau est étudié à plus haute température (figure 3.20) :

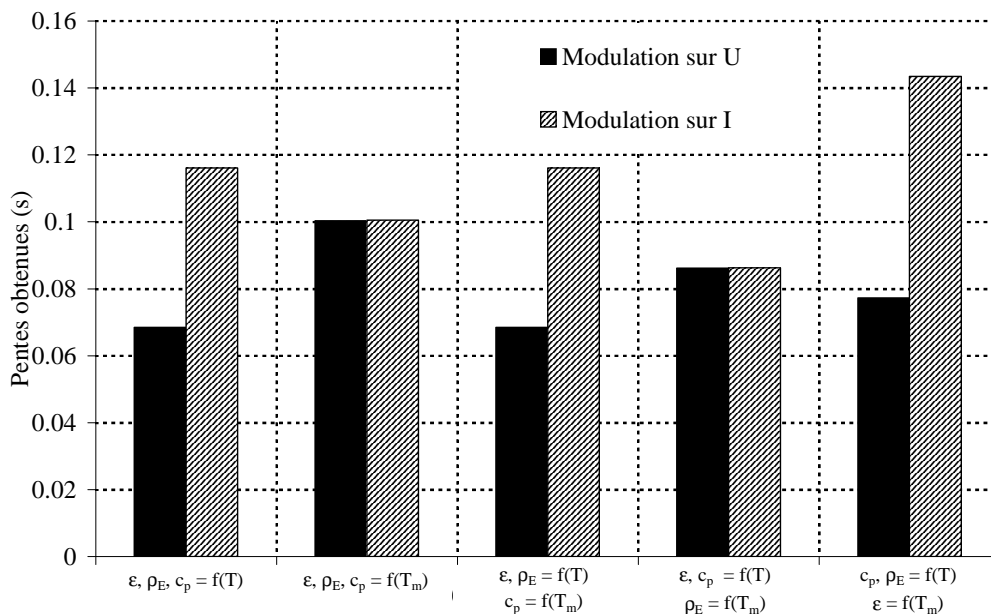


figure 3.20 : Pentes obtenues sur le tungstène à 2358 K selon les différentes configurations.

L'interprétation est *identique* à la précédente, *sauf* pour la modulation sur l'intensité où une différence d'environ 15 % apparaît entre la simulation avec tous les paramètres variables et celle avec tous les paramètres constants.

De manière générale, il est obligatoire de prendre en compte la variation avec la température des propriétés physiques lorsque des matériaux conducteurs faiblement émissifs sont caractérisés. De plus, il serait préférable de moduler sur l'intensité puisque les pentes simulées sont quasiment *deux fois* supérieures à celles obtenues sur U , ce qui augmente selon le même facteur la sensibilité expérimentale.

2. Influence des propriétés physiques pour $T = 2021\text{ K}$ sur une fibre de carbone

Il est également intéressant d'effectuer une étude identique sur une fibre de carbone, (figure 3.21) :

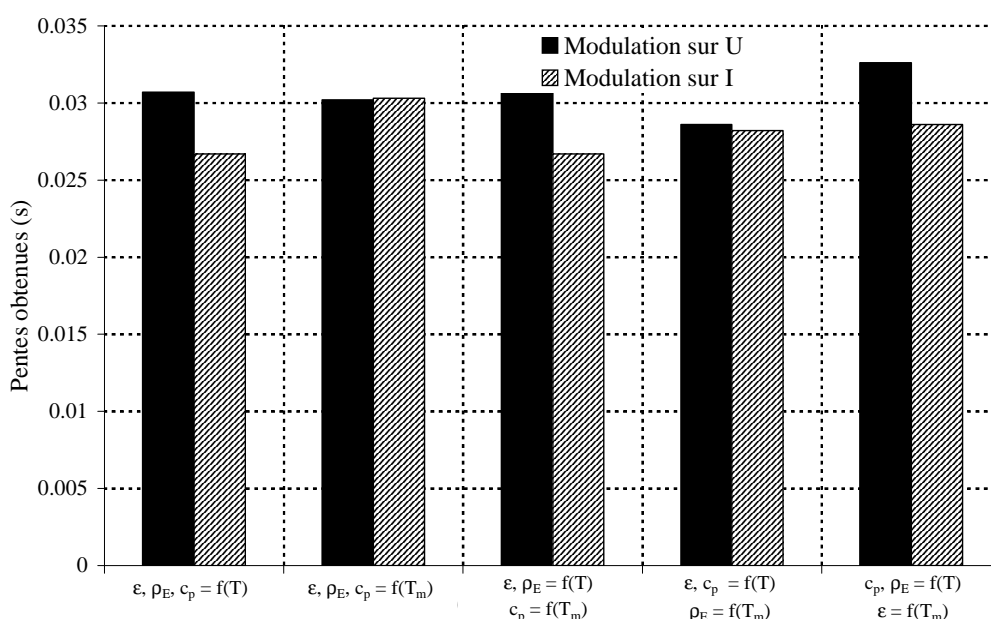


figure 3.21 : Pentes obtenues sur une fibre de carbone à 2021 K pour les différentes configurations.

Contrairement au tungstène, le carbone qui peut être considéré comme un semi conducteur, conduit à des résultats assez différents. Concernant la modélisation pour le cas (i), la logique précédente est inversée puisque la pente sur U est supérieure à son homologue. La comparaison des cas (i) et (ii) montre que la pente sur U est quasiment identique (2 % d'écart) lorsque les propriétés sont supposées constantes ou pas. Par contre, ce n'est pas le cas de l'intensité pour laquelle une différence d'environ 12 % est à noter. De manière générale la dépendance à la température des propriétés physiques est moins marquée sur ce matériau. C'est encore le cas de la capacité thermique où aucune différence n'est constatée. Finalement, même si la fibre de carbone semble moins sensible à cette prise en compte, il sera préférable de traiter le problème à partir du cas le plus réaliste, à savoir le cas (i). Il faut également noter

que pour ce matériau et contrairement au tungstène, il sera plus judicieux de travailler avec une modulation sur la tension électrique.

3. Influence de l'amplitude du signal modulé

Un dernier point concerne l'influence de l'amplitude de modulation du signal d'excitation. Lors des expériences, l'amplitude est calculée en prenant un certain pourcentage de la valeur moyenne. Ainsi, il est important de vérifier jusqu'à quel pourcentage de modulation, le déphasage obtenu à une fréquence donnée reste identique, cela indépendamment du type de modulation utilisé. Pour cela, des simulations : pour la fibre de carbone, à la température moyenne de 2021 K, à deux fréquences (2 et 12 Hz) et pour des modulations allant de 1 à 50 % autour de la valeur moyenne ont été réalisées. Les résultats obtenus (tableau 3.2) montrent le déphasage calculé ainsi que l'écart de température engendré :

$T_m = 2021 \text{ K}$						
$f = 2\text{Hz}$	ΔI (%)	1	5	10	25	50
	d (rad)	-3.05	-3.05	-3.07	-3.15	-3.53
	ΔT (K)	8.91	44.33	88.27	218.73	436.82
	ΔU (%)	1	5	10	25	50
	d (rad)	-3.5	-3.51	-3.53	-3.69	-4.38
	ΔT (K)	10.25	50.95	101.21	248.43	486.14
$f = 12\text{Hz}$	ΔI (%)	1	5	10	25	50
	d (rad)	-17.73	-17.74	-17.78	-18.04	-18.91
	ΔT (K)	8.49	42.42	84.7	210.7	418
	ΔU (%)	1	5	10	25	50
	d (rad)	-20.15	-20.17	-20.23	-20.62	-21.74
	ΔT (K)	9.65	48.2	96.17	237.73	460.85

tableau 3.2 : Déphasage et variation de température obtenus pour différents pourcentages de modulation (U et I), à différentes fréquences.

De manière générale et indépendamment du type de modulation, l'écart de température à un pourcentage de modulation fixé, est d'autant plus important que la fréquence de modulation est faible, ce qui est tout à fait logique. En revanche, l'observation des déphasages calculés montre que lorsque la modulation dépasse 10 %, la valeur de ce dernier n'est plus constante, cela est indépendamment du type de modulation et de la fréquence étudiée. En prenant comme déphasage de référence celui obtenu avec 1 % de modulation, un calcul d'erreur relative peut être mené. Ce calcul montre bien que l'écart reste inférieur à 1 % lorsque l'amplitude de la modulation ne dépasse pas 10 %. Cet écart peut atteindre 25 % lorsque le pourcentage de modulation vaut 50. *Finalement, il semblerait préférable de ne pas moduler à*

une amplitude supérieure à 10 % de la valeur moyenne. Idéalement, la valeur expérimentale sera fixée à 5 %, ce qui correspond à une variation de température de quelques dizaines de K.

4. Synthèse sur les diverses influences et hypothèses pour la résolution analytique

L'étude de l'influence de tous les paramètres inclus dans le système thermique à résoudre montre qu'il est **préférable** de tenir compte de la **dépendance avec la température de l'émissivité et de la résistivité électrique**. En revanche, la **capacité thermique** peut être considérée comme **constante et égale à sa valeur moyenne**.

De plus, il sera important d'effectuer des amplitudes de **modulation** du signal d'excitation toujours **inférieures à 10 %** de sa valeur moyenne.

Enfin, il faut **adapter**, autant que possible, le **type d'excitation** en fonction des **propriétés électriques des matériaux**. En effet, il sera préférable de moduler en intensité lorsque ces derniers sont de bons conducteurs électriques, alors qu'une modulation sur la tension sera utilisée le cas échéant. Par conséquent, il est important d'adapter le modèle analytique à la situation utilisée.

Ainsi, à partir de ces remarques, les hypothèses nécessaires pour la résolution analytique peuvent être posées :

- La masse, m (kg) du matériau est constante quelle que soit T
- La capacité thermique massique à pression cte, c_p ($\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$) est indépendante de T
- La section du matériau, S (m^2) est indépendante de T
- La longueur du matériau, L (m) est indépendante de T
- L'amplitude de modulation (ΔI ou ΔU) reste inférieure à 10 % de sa valeur moyenne
- La réponse en température est de la forme : $T(t) = T_m + \Delta T \sin(\omega t + d)$
- La résistivité électrique, ρ_E ($\Omega.\text{m}$) s'écrit : $\rho_E(T, t) = \rho_{Em} + \Delta\rho_{Em} \Delta T \sin(\omega t + d)$
- L'émissivité du matériau, ε est de la forme : $\varepsilon(T, t) = \varepsilon_m + \Delta\varepsilon_m \Delta T \sin(\omega t + d)$
- σ : constante de Stefan ($\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-4}$)
- La surface latérale du matériau, S_p (m^2) est indépendante de T

D. Développement des modèles analytiques d'identification

Comme cela a été démontré, il est nécessaire de différencier une excitation en intensité modulée d'une excitation en tension modulée. Par conséquent, il convient de résoudre le bilan thermique selon ces deux cas.

1. Résolution de l'équation de l'énergie pour une modulation sur l'intensité

A partir du système thermique (3.24) et en prenant une sollicitation en courant modulé de la forme :

$$I(t) = I_m + \Delta I \sin(\omega t) \quad (3.29)$$

En posant les hypothèses décrites précédemment sur les grandeurs du système et en supposant que la réponse à une telle excitation est de la forme :

$$T(t) = T_m + \Delta T \sin(\omega t + d) \quad (3.30)$$

le bilan thermique (3.24) s'écrit :

$$mc_p \frac{d[T_m + \Delta T \sin(\omega t + d)]}{dt} = \frac{L}{S} [(\rho_{Em} + \Delta\rho_{Em} \Delta T \sin(\omega t + d))(I_m + \Delta I \sin(\omega t))^2] - \sigma S_p [(\varepsilon_m + \Delta\varepsilon_m \Delta T \sin(\omega t + d))(T_m + \Delta T \sin(\omega t + d))^4 - T_a^4] \quad (3.31)$$

Dans ce bilan, on distingue la puissance dissipée par effet Joule (P_J) des pertes par rayonnement (P_R) :

$$P_R(T, t) = \sigma S_p [(\varepsilon_m + \Delta\varepsilon_m \Delta T \sin(\omega t + d))(T_m + \Delta T \sin(\omega t + d))^4 - T_a^4] \quad (3.32)$$

$$P_J(T, t) = \frac{L}{S} [(\rho_{Em} + \Delta\rho_{Em} \Delta T \sin(\omega t + d))(I_m + \Delta I \sin(\omega t))^2] \quad (3.33)$$

Chacune de ces relations peut être simplifiée par linéarisation. Ces calculs sont effectués (annexe C.3) pour le flux rayonné et (annexe C.4) pour la puissance dissipée par effet Joule. Tous calculs réalisés, l'expression finale des pertes par rayonnement vaut :

$$P_R(T, t) \approx \sigma S_p (\varepsilon_m (T_m^4 - T_a^4) + (4\varepsilon_m T_m^3 + \Delta\varepsilon_m (T_m^4 - T_a^4)) \Delta T \sin(\omega t + d)) \quad (3.34)$$

$$\begin{aligned} \varepsilon_m &= \varepsilon(T_m) \\ \text{avec :} \quad \Delta\varepsilon_m &\approx \left[\frac{d\varepsilon(T)}{dT} \right]_{T_m} \end{aligned} \quad (3.35)$$

et celle de la puissance dissipée par effet Joule vaut :

$$P_J(T, t) \approx \frac{L}{S} [\rho_{Em} I_m^2 + 2\rho_{Em} I_m \Delta I \sin(\omega t) + \Delta\rho_{Em} I_m^2 \Delta T \sin(\omega t + d)] \quad (3.36)$$

$$\begin{aligned} \rho_{Em} &= \rho_E(T_m) \\ \text{avec :} \quad \Delta\rho_{Em} &\approx \left[\frac{d\rho_E(T)}{dT} \right]_{T_m} \end{aligned} \quad (3.37)$$

Dès lors, la résolution de l'équation (3.24) peut s'effectuer. Pour cela, le régime permanent est séparé du régime périodique. Les résultats obtenus pour le régime permanent sont :

$$\frac{\rho_{Em} I_m^2 L}{S} = \sigma S_p \varepsilon_m (T_m^4 - T_a^4) \quad (3.38)$$

Alors que pour le régime périodique, on a :

$$mc_p \frac{\partial [\Delta T \sin(\omega t + d)]}{\partial t} = \frac{L}{S} [2 \rho_{Em} I_m \Delta I \sin(\omega t) + \Delta \rho_{Em} I_m^2 \Delta I \sin(\omega t + d)] - \sigma S_p (4 \varepsilon_m T_m^3 + \Delta \varepsilon_m (T_m^4 - T_a^4)) \Delta T \sin(\omega t + d) \quad (3.39)$$

On définit des variables complexes sous la forme :

$$\begin{aligned} T(t) &= \bar{T}_s e^{i\omega t} ; \bar{T}_s = \Delta T e^{id} \\ I(t) &= \Delta I e^{i\omega t} \end{aligned} \quad (3.40)$$

que l'on remplace dans l'équation (3.39) pour obtenir :

$$i\omega mc_p \bar{T}_s = \frac{2L}{S} \rho_{Em} I_m + \left(\frac{L}{S} \Delta \rho_{Em} I_m^2 - \sigma S_p (4 \varepsilon_m T_m^3 + \Delta \varepsilon_m (T_m^4 - T_a^4)) \right) \bar{T}_s \quad (3.41)$$

ainsi, la température complexe peut être déduite :

$$\bar{T}_s = \frac{\frac{2L}{S} \rho_{Em} I_m}{\sigma S_p [\varepsilon_m (T_m^4 - T_a^4)]' - \frac{L}{S} \Delta \rho_{Em} I_m^2 + i\omega mc_p} \quad (3.42)$$

avec :

$$[\varepsilon_m (T_m^4 - T_a^4)]' = \left[\frac{d[\varepsilon(T)(T^4 - T_a^4)]}{dT} \right]_{T_m} = (4 \varepsilon_m T_m^3 + \Delta \varepsilon_m (T_m^4 - T_a^4)) \quad (3.43)$$

Le calcul de l'argument de la température complexe (3.42) conduit à la tangente du déphasage :

$$tg(d) = \frac{-\omega mc_p}{\sigma S_p [\varepsilon_m (T_m^4 - T_a^4)]' - \frac{L}{S} \Delta \rho_{Em} I_m^2} \quad (3.44)$$

Or, d'après l'égalité (3.38) du régime permanent entre les pertes rayonnées et la puissance dissipée par effet Joule, on obtient :

$$tg(d) = \frac{-\omega mc_p}{\left[\frac{\rho_{Em} I_m^2 L}{S} \right]' - \frac{\Delta \rho_{Em} I_m^2 L}{S}} \quad (3.45)$$

Le calcul du terme dérivée conduit à :

$$tg(d) = \frac{-\omega S m c_p}{2 I_m' I_m \rho_{Em} L} \quad (3.46)$$

sachant que :
$$\frac{\rho_{Em} L}{S} = R_m \quad \text{et} \quad U_m = R_m I_m \quad (3.47)$$

L'expression finale de la capacité thermique massique à pression constante lorsque l'excitation est réalisée à l'aide d'un courant modulé est déduite :

$$c_p(T) = \frac{-I_m' U_m tg(d)}{\pi m f} \quad (3.48)$$

2. Résolution de l'équation de l'énergie pour une modulation sur la tension

A partir de l'expression (3.24) du système thermique et en prenant une sollicitation en tension modulée de la forme :

$$U(t) = U_m + \Delta U \sin(\omega t) \quad (3.49)$$

A partir des hypothèses posées précédemment et en supposant que la réponse à une telle excitation est de la forme :

$$T(t) = T_m + \Delta T \sin(\omega t + d) \quad (3.50)$$

Le bilan thermique (3.24) s'écrit :

$$mc_p \frac{d[T_m + \Delta T \sin(\omega t + d)]}{dt} = \frac{S}{L} \left[\frac{(U_m + \Delta U \sin(\omega t))^2}{(\rho_{Em} + \Delta \rho_{Em} \Delta T \sin(\omega t + d))} \right] - \sigma S_p \left[(\varepsilon_m + \Delta \varepsilon_m \Delta T \sin(\omega t + d)) (T_m + \Delta T \sin(\omega t + d))^4 - T_a^4 \right] \quad (3.51)$$

A partir de la relation précédente, le développement des pertes par effet Joule (P_J) et par rayonnement (P_R) est effectué. Le calcul concernant les pertes par rayonnement est identique à celui développé (annexe C.3). Son expression finale est donnée par la relation (3.29). En revanche, pour la puissance dissipée par effet Joule, seules les termes liés à la première harmonique sont conservés, ce qui conduit au résultat suivant :

$$P_J(T, t) \approx \frac{S}{L} \frac{U_m^2 + 2U_m \Delta U \sin(\omega t)}{\rho_{Em} + \Delta \rho_{Em} \Delta T \sin(\omega t + d)} \quad (3.52)$$

$$\rho_{Em} = \rho_E(T_m)$$

avec :

$$\Delta\rho_{Em} \approx \left[\frac{d\rho_E(T)}{dT} \right]_{T_m} \quad (3.53)$$

La résolution de l'équation (3.51) s'effectue en séparant le régime permanent du régime périodique. Pour le régime permanent on a :

$$\frac{U_m^2 S}{\rho_{Em} L} = \sigma S_p \varepsilon_m (T_m^4 - T_a^4) \quad (3.54)$$

et pour le régime périodique :

$$m c_p \frac{\partial(\Delta T \sin(\omega t + d))}{\partial t} = \frac{S}{L} \frac{U_m^2 + 2U_m \Delta U \sin(\omega t)}{\rho_{Em} + \Delta\rho_{Em} \Delta T \sin(\omega t + d)} - \sigma S_p \left[\varepsilon_m (T_m^4 - T_a^4) + (4\varepsilon_m T_m^3 + \Delta\varepsilon_m (T_m^4 - T_a^4)) \Delta T \sin(\omega t + d) \right] \quad (3.55)$$

On définit des variables complexes sous la forme :

$$T(t) = \bar{T}_s e^{i\omega t} ; \bar{T}_s = \Delta T e^{id}$$

$$U(t) = \Delta U e^{i\omega t} \quad (3.56)$$

que l'on remplace dans l'équation (3.55) pour obtenir :

$$i\omega \rho_{Em} m c_p \bar{T}_s = \frac{2S}{L} U_m \Delta U - \sigma S_p \left[\varepsilon_m \Delta\rho_{Em} (T_m^4 - T_a^4) + \rho_{Em} (4\varepsilon_m T_m^3 + \Delta\varepsilon_m (T_m^4 - T_a^4)) \right] \bar{T}_s \quad (3.57)$$

ce qui permet de déduire l'expression de la température complexe :

$$\bar{T}_s = \frac{\frac{2S}{L} U_m \Delta U}{\sigma S_p \left[\varepsilon_m \rho_{Em} (T_m^4 - T_a^4) \right]' + i\omega \rho_{Em} m c_p} \quad (3.58)$$

où :

$$\left[\varepsilon_m \rho_{Em} (T_m^4 - T_a^4) \right]' = \left[\frac{d \left[\varepsilon(T) \rho_E(T) (T_m^4 - T_a^4) \right]}{dT} \right]_{T_m}$$

$$\left[\frac{d \left[\varepsilon(T) \rho_E(T) (T_m^4 - T_a^4) \right]}{dT} \right]_{T_m} = \varepsilon_m \Delta\rho_{Em} (T_m^4 - T_a^4) + \rho_{Em} (4\varepsilon_m T_m^3 + \Delta\varepsilon_m (T_m^4 - T_a^4)) \quad (3.59)$$

Le calcul de l'argument de l'expression (3.58) conduit à la tangente du déphasage :

$$tg(d) = \frac{-\omega \rho_{Em} m c_p}{\sigma S_p \left[\varepsilon_m \rho_{Em} (T_m^4 - T_a^4) \right]'} \quad (3.60)$$

En substituant le dénominateur par l'expression (3.54) du régime permanent, on obtient :

$$tg(d) = \frac{-\omega \rho_{Em} m c_p}{\left[\frac{U_m^2 S}{L} \right]} \quad (3.61)$$

Le calcul du terme dérivée conduit à :

$$tg(d) = \frac{-\omega \rho_{Em} L m c_p}{2 U_m' U_m S} \quad (3.62)$$

or :

$$\frac{\rho_{Em} L}{S} = R_m \quad et \quad U_m = R_m I_m \quad (3.63)$$

Ce qui permet d'obtenir l'expression finale de la capacité thermique massique à pression constante lorsque l'excitation se fait à partir d'une tension modulée :

$$c_p(T) = \frac{-U_m' I_m tg(d)}{\pi m f} \quad (3.64)$$

3. Analyse des modèles obtenus

Que ce soit pour l'expression (3.48) obtenue lorsque la modulation est effectuée sur le courant, ou pour l'expression (3.64) obtenue lorsque la modulation est réalisée sur la tension, un terme est identique. Il s'agit du rapport entre la tangente du déphasage (mesurée à l'aide d'un amplificateur à détection synchrone) et le produit entre la fréquence de modulation et la masse du matériau :

$$K(f) = \frac{tg(d)}{\pi m f} \quad (3.65)$$

Ce terme qui est uniquement fonction de la fréquence d'excitation, permet d'estimer la gamme de fréquence à utiliser lors des essais. En effet, il est clair que lorsque la fréquence tend vers 0, la tangente du déphasage tend vers 0, ce qui implique que le déphasage d sera nul. A l'inverse, si la fréquence tend vers l'infini, la tangente du déphasage tendra également vers l'infini, et le déphasage d tendra vers $\pi/2$. Compte tenu de l'allure de la fonction tangente, qui tend rapidement vers l'infini lorsque d tendra vers $\pi/2$, il est préférable de travailler à basse fréquence ou une erreur de mesure du déphasage ne sera pas amplifiée par le calcul de la tangente de ce dernier.

De plus, la masse de la fibre doit être mesurée. Etant donnée les faibles grandeurs géométriques de cette dernière, sa masse est très faible ($\approx 3 \mu\text{g}$) ce qui rend l'utilisation d'un système de pesé délicate. C'est pourquoi, une méthode indirecte, visant à estimer séparément la masse volumique ρ (kg.m^{-3}) par pycnométrie à hélium et le volume de la fibre à la

température ambiante est envisagée. Pour cela, il faut estimer leur longueur et leur section. La longueur L des fibres lors des essais est d'environ 50 mm. Par conséquent, un simple réglet suffit pour effectuer la mesure avec une précision suffisante. En revanche, les diamètres sont d'environ (10 μm) et leur section ne sont pas toujours parfaitement cylindriques. Ainsi, une méthode d'analyse d'image permet, à partir d'une mesure au MEB de la section droite d'une fibre, de déterminer la surface équivalente, (annexe C.5).

Ensuite, l'intensité électrique circulant dans la fibre doit être évaluée. Cette mesure est simple, puisque l'intensité est la même dans tout le circuit électrique. Pour cette détermination, la tension électrique aux bornes d'une résistance shunt placée en série de la fibre est mesurée.

Un autre point important concerne la **mesure de la tension électrique** dans la **zone isotherme** du matériau. En effet, il a été montré (annexe A.1) que selon la conductivité thermique du matériau et la température de l'essai, un gradient de température se crée entre la zone effectivement isotherme et les mors en graphite (où la température reste égale à T_a). Il est clair que la présence de ce gradient n'affecte pas l'intensité circulant dans le système. En revanche, la tension électrique présente aux bornes de ce système est complètement différente de la tension réelle de la zone isotherme puisque dans ces conditions le bilan thermique en régime permanent s'exprime :

$$\lambda_L(T) S \frac{dT(x)}{dx} = UI - \varepsilon(T) \sigma S_p (T(x)^4 - T_a^4) \quad (3.66)$$

Cela prouve qu'une mesure globale de la tension, (c'est-à-dire aux bornes du système complet) va engendrer une surévaluation de la tension et donc, d'après les expressions (3.48) et (3.64), de la capacité thermique massique à pression constante.

Ainsi, il faut être capable, de mesurer avec précision et dans la zone isotherme la tension électrique nécessaire à l'identification. Plus généralement, mesurer cette tension revient à estimer la résistivité électrique du matériau en fonction de la température.

III. MESURE DE LA RESISTIVITE ELECTRIQUE DES FIBRES

A. Méthodes existantes dans la littérature

Encore une fois, peu de références et de travaux sur la mesure de la résistivité électrique de fibres de carbone ont été réalisés à très haute température. A ma connaissance, seule l'évolution de la résistivité électrique de fibre VGCF traitées à différentes températures a été étudiée (figure 3.22) par J. Heremans et al. [60].

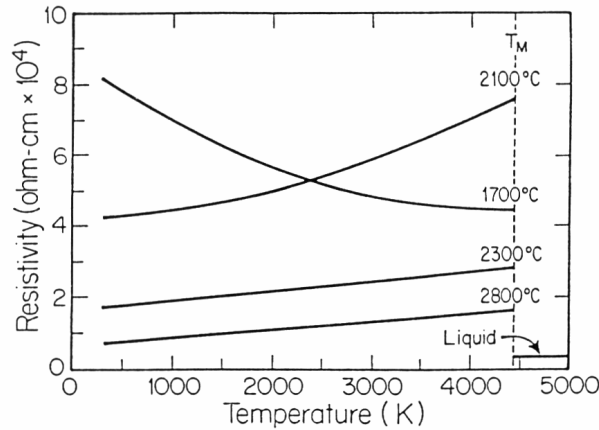


figure 3.22 : Résistivité électrique des fibre VGCF à très haute température et pour différents traitements thermiques [60].

La méthode utilisée par F.P. Bundy et al. [61] consiste à chauffer la fibre par effet Joule et à faire circuler un courant pulsé à fréquence extrêmement élevée. La température en fonction de la fibre en fonction du temps a été déterminée à partir de l'énergie dissipée lors des pulses et des capacités thermiques fournies pour un matériau massif de graphite. Les auteurs font l'hypothèse que toute l'énergie dissipée par le courant pulsé est transformée en énergie thermique.

Une autre méthode est celle proposée par C. Sauder [1] qui utilise également le chauffage par effet Joule pour donner un certain niveau de température à la fibre. Ensuite, il utilise un bilan thermique réalisé en régime permanent entre la puissance dissipée par effet Joule et les pertes par rayonnement. En supposant que les fibres étudiées ont une longueur importante (L variant de 50 à 75 mm), il considère que les pertes par conduction sont faibles et les néglige.

B. Présentation de la méthode proposée

CETTE PARTIE EST RETIREE DU MEMOIRE POUR CAUSE DE CONFIDENTIALITE. DEPOT DE BREVET EN COURS¹.

1. *Problèmes liés aux matériaux étudiés*
2. *Description du système de mesure créé*
3. *Calcul et analyse de l'erreur de mesure*
4. *Validation sur un filament de tungstène*

Afin de tester la validité de notre nouvelle méthode, un filament de tungstène est un excellent candidat. En effet, d'après les remarques faites (annexe A.1), le

¹ Cependant, des précisions pouvant être apportées oralement.

tungstène est un des matériaux où la conductivité thermique à moyenne température est suffisamment importante pour créer une zone de gradient importante qui ne peut être considérée comme négligeable devant la zone isotherme. Pour prouver la validité de notre méthode, des mesures ont été réalisées sur un filament de tungstène de 80 mm et de 18 μm de diamètre de la température ambiante à 2300 K (figure 3.23) :

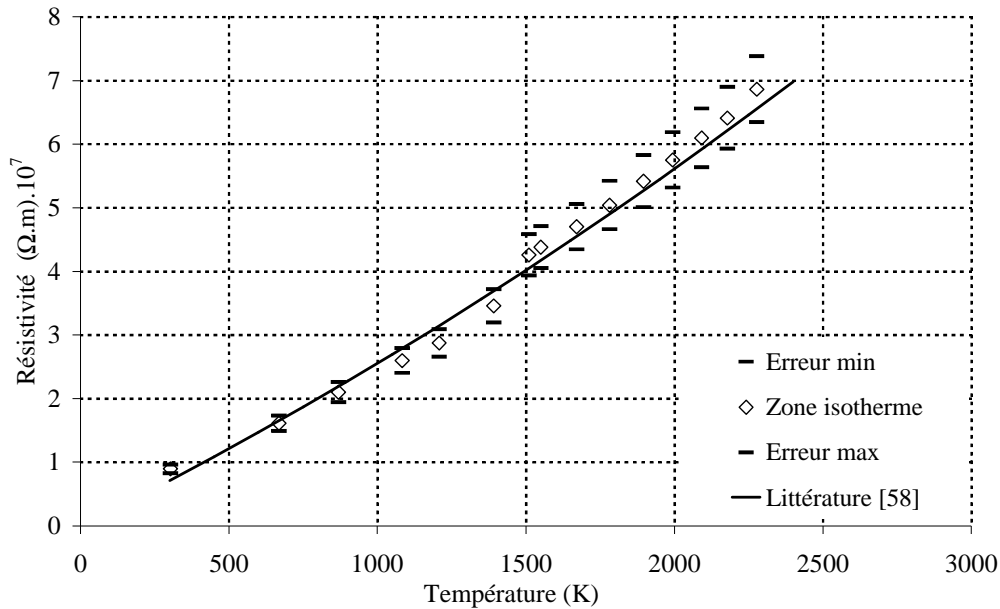


figure 3.23 : Mesure de la résistivité d'un filament de tungstène.

La méthode proposée conduit à des résultats en bon accord avec ceux fournis dans la littérature, Handbook. [58].

IV. EVALUATION DE L'INCERTITUDE ET VALIDATION DE LA METHODE DE MESURE DE LA CAPACITE THERMIQUE

Cette partie, consacrée à la validation du dispositif de mesure et de la méthode d'identification développée est très importante. En effet, lors de la mesure de propriétés physiques des matériaux, il est nécessaire que l'instrument développé possède un certain nombre de qualités. Tout d'abord, l'appareil doit être *juste*, ce qui signifie que de part sa construction, il répond exactement à sa définition. En d'autres termes et dans notre cas, il faut être capable de mesurer des capacités thermiques massiques à pression constante qui soient les plus proches possibles de celles obtenues sur un matériau dit de référence. Ici, un filament de tungstène a été choisi. Ensuite, l'appareil de mesure doit être *fidèle* ou *répétitif*, c'est-à-dire que dans les mêmes conditions de mesure (Température, pression...) il doit fournir des résultats identiques. Cette phase essentielle traduit, le degré de confiance et d'une certaine façon l'erreur de mesure inhérente au système. Un dernier point concerne la *sensibilité*, qui représente la capacité du dispositif à mesurer de faibles variations de la grandeur à estimer à l'aide d'un système pour lequel cette variation est importante, donc facilement détectable et

forcément moins sujette à des erreurs de mesure. Cependant, la sensibilité n'a pas intérêt à être augmentée sans limite dans le but d'améliorer la précision des mesures. Car cela entraînerait un degré de sensibilité tel que la fidélité ne serait plus assurée (hausse du bruit de mesure).

A. Calcul de l'incertitude de mesure à partir des modèles analytiques

Dans un premier temps, un calcul d'incertitude liée à la mesure de toutes les grandeurs présentes dans le modèle analytique d'estimation de la capacité thermique permet d'évaluer la sensibilité de ce dernier. Même si deux types de modèles ont été développés, l'un basé sur une excitation en courant modulé et l'autre en tension modulée, le calcul d'erreur portera uniquement sur ce dernier, cela pour plusieurs raisons. Tout d'abord, la plupart des fibres étudiées ont des résistances électriques assez importantes. Cela implique que lors du chauffage par effet Joule, les courants électriques qui les traversent soient faibles (≈ 10 mA) alors que les tensions électriques seront plutôt élevées (≈ 100 à 300 V). De plus, l'alimentation stabilisée ne permet pas d'effectuer avec suffisamment de précision des modulations en intensité parcourant la fibre. Comme cela sera montré par la suite, ce problème est pénalisant lorsque les mesures sont réalisées sur des matériaux conducteurs électriques comme le tungstène.

1. Incertitude du modèle avec modulation sur la tension

Un calcul classique d'erreur permet d'obtenir, à partir de l'expression (3.64) de la capacité thermique massique à pression constante lorsque l'excitation est effectuée par modulation de la tension électrique aux bornes de la fibre, la relation suivante :

$$\frac{\Delta c_p}{c_p} = \frac{\Delta I_m}{I_m} + \frac{\Delta U'_m}{U'_m} + \frac{\Delta m}{m} + \frac{\Delta p}{p} \quad (3.67)$$

Dans cette formule il faut distinguer les grandeurs mesurées directement sur le dispositif comme : l'intensité I_m , la dérivée de la tension U'_m , la température moyenne de l'essai T_m et la pente p de la tangente du déphasage en fonction de la fréquence de celles mesurées par ailleurs comme la masse m de l'échantillon. En supposant qu'il y a conservation de la masse du matériau quelle que soit la température, elle peut être évaluée uniquement à la température ambiante par la relation suivante :

$$m = \rho_a V_a = \rho_a S_a L_a \quad (3.68)$$

où : ρ_a représente la masse volumique de l'échantillon mesurée par pycnométrie hélium à la température ambiante, S_a la section transverse de la fibre mesurée à la température ambiante à l'aide d'un logiciel d'analyse d'images MEB développé par D. Jehl [20], (annexe C.5) et L_a la longueur de la fibre.

De la même façon, le calcul de l'incertitude sur la dérivée de la tension à la température moyenne de mesure peut être effectué en considérant que l'évolution de la tension électrique est quadratique, ce qui donne :

$$\frac{\Delta U'_m}{U'_m} = 2 \left(\frac{\Delta a}{a} + \frac{\Delta T_m}{T_m} \right) + \frac{\Delta b}{b} \quad (3.69)$$

où : a représente le coefficient d'ordre 2, b le coefficient d'ordre 1 du polynôme de la tension en fonction de la température et T_m la température moyenne de la mesure.

Finalement, le calcul de l'incertitude sur l'intensité est donné par :

$$\frac{\Delta I_m}{I_m} = \frac{\Delta R_{shunt}}{R_{shunt}} + \frac{\Delta U_{shunt}}{U_{shunt}} \quad (3.70)$$

où : R_{shunt} représente la valeur de la résistance shunt placée en série du système et U_{shunt} représente la tension mesurée aux bornes de cette résistance. Dès lors, il ne reste plus qu'à évaluer le niveau d'incertitude de chacun de ces paramètres.

2. Estimation du niveau d'incertitude des paramètres sur un exemple expérimental

Ce calcul d'erreur va être mené à partir de mesures réalisées sur une fibre de carbone et à une température de 1800 K. Tout d'abord, l'incertitude sur la masse de la fibre peut être calculée. Il faut noter que l'incertitude sur cette grandeur est constante car elle est indépendante de la température. La masse volumique est mesurée avec 1 % d'incertitude (données dispositif) sur un lot de plusieurs milliers de fibres, la section de la fibre à caractériser est mesurée (annexe C.5) avec 2 % d'incertitude et la longueur (≈ 50 mm) est mesurée avec 0.5 mm d'erreur, ce qui donne une incertitude de 1 %. Au final, l'erreur de mesure sur la **masse** de la fibre, déterminée à la température ambiante, sera d'environ **4 %**. L'erreur sur la dérivée du polynôme de tension est évaluée en estimant l'incertitude sur les coefficients de ce dernier. Pour cela, à chaque température, la valeur moyenne, l'écart type et la somme du nombre (N_{mes}) de tensions mesurées sont enregistrés. Cela permet d'estimer le bruit (figure 3.24) de mesure présent sur chacun des points enregistrés.

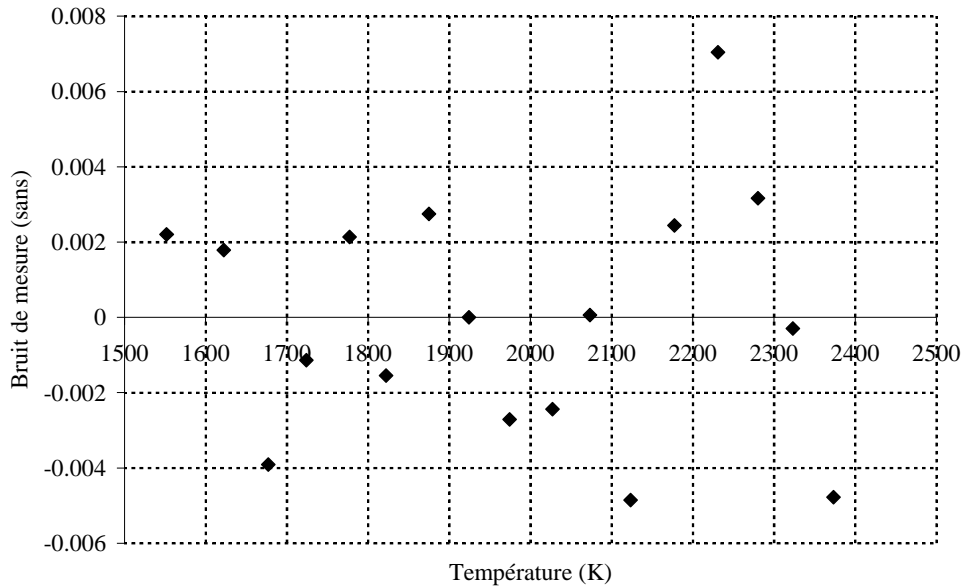


figure 3.24 : Bruit de mesure estimé lors des mesures de tension électrique

Ensuite, les coefficients du polynôme d'ordre 2 ainsi que leurs incertitudes sont estimés par méthode inverse non itérative :

$$\beta = (X^T \cdot X)^{-1} \cdot X^T \cdot Y$$

et

$$\text{Var}(\beta) = (X^T \cdot X)^{-1} \cdot \sigma_B^2 \quad (3.71)$$

$$\text{avec : } X = \begin{bmatrix} T_0^2 & T_0 & 1 \\ \vdots & \vdots & \vdots \\ T_i^2 & T_i & 1 \\ \vdots & \vdots & \vdots \\ T_N^2 & T_N & 1 \end{bmatrix}; Y = \begin{bmatrix} U_0 \\ \vdots \\ U_i \\ \vdots \\ U_N \end{bmatrix}; \beta = \begin{bmatrix} a \\ b \\ c \end{bmatrix}$$

Par conséquent, l'incertitude obtenue est de 0.1 % sur le coefficient a , 0.6 % sur le coefficient b et 0.5 % sur le coefficient c . L'incertitude sur la température est extraite des caractéristiques fournies par le fabricant du pyromètre, et peut être estimée à 2 %. Par conséquent, l'incertitude sur la **dérivée de la tension électrique** atteint environ **5 %**. De la même façon, l'incertitude sur la **pente** entre la tangente du déphasage et la fréquence peut être estimée. Sa valeur à 1800 K est estimée à **0.08 %**. Puis, l'incertitude sur l'intensité peut être calculée. Sachant que la valeur de la résistance shunt est de 5 k Ω est que l'erreur de mesure est de 0.1 Ω , que la tension moyenne à 1800 K est de 70 V avec une incertitude de mesure de 0.01 V, on obtient une erreur finale de **0.016 % sur l'intensité**.

Enfin, l'incertitude sur la capacité thermique mesurée à la température de 1800 K atteint une valeur d'environ 9 %.

B. Validation du dispositif de mesure et de la méthode d'estimation

Maintenant que le dispositif, la méthode d'identification et le calcul des incertitudes de mesures ont été abordés, il reste à valider les mesures obtenues sur un matériau de référence comme le tungstène. En outre, la répétitivité et la reproductibilité seront également testées sur une fibre de carbone.

1. Comparaison des mesures obtenues sur un filament de tungstène avec la littérature

Dans un premier temps, une série de quatre mesures a été effectuée sur un même filament de tungstène. Les résultats obtenus sont reportés (figure 3.25) et sont superposés avec un certain nombre de mesures extraites des articles de Y.S. Touloukian et al. [62], [63] et [64] réalisées sur du tungstène massif.

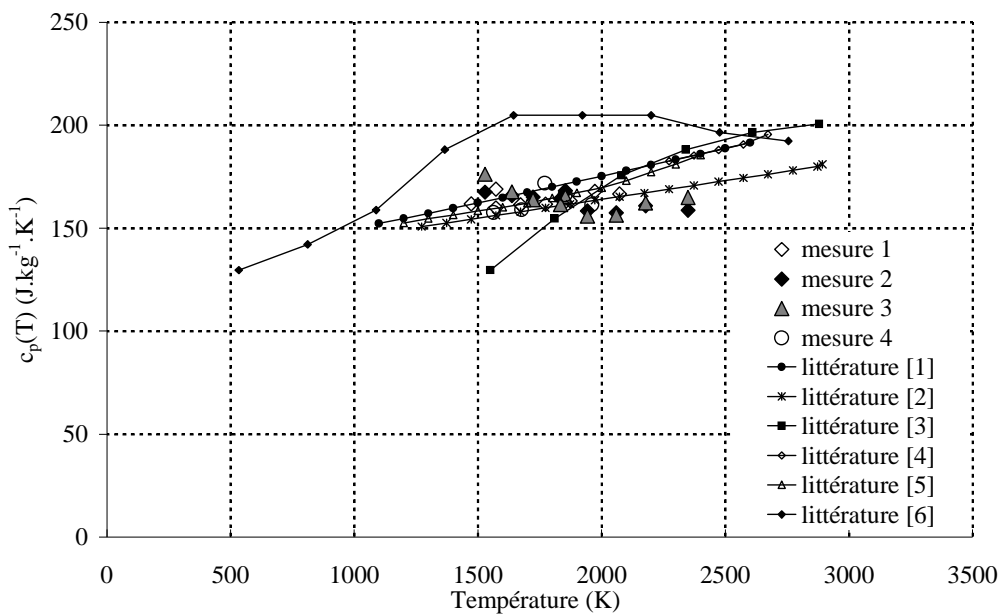


figure 3.25 : Mesure de la capacité thermique massique à pression constante d'un filament de tungstène et comparaison avec des valeurs mesurées dans la littérature.

A première vue, il apparaît une dispersion assez importante entre les différentes mesures issues de la littérature. Cela s'explique notamment par la composition chimique assez différente pour les différents matériaux de tungstène utilisés. De plus, les méthodes de mesure sont également assez différentes et chacune d'elles produit une sensibilité et une justesse de mesure différente. En revanche, l'observation des résultats obtenus à l'aide de notre dispositif montre qu'ils ne sont pas trop éloignés (< 10 %) des résultats issus de la littérature. En effet, la dispersion des résultats entraîne une variation de la capacité thermique massique à pression constante qui n'est pas parfaitement monotone croissante. En revanche, l'observation (figure 3.28) de la superposition des quatre mesures effectuées montre tout de même que les résultats sont répétitifs, cela aux erreurs de mesure près.

Malgré tout, il faut souligner que le tungstène est vraiment un mauvais candidat pour des mesures de capacité thermique avec cette méthode. Compte tenu de ses propriétés électriques et thermiques, le chauffage par effet Joule engendre un gradient assez important (annexe A.1) et comme cela a déjà été remarqué, il **serait plus favorable d'effectuer un pilotage en intensité plutôt qu'en tension.** Ainsi, une seconde validation a été réalisée sur une fibre céramique plus proche des fibres de carbone, qui sont les matériaux à caractériser dans cette étude.

2. Comparaison des mesures obtenues sur la fibre céramique Nextel 720

Les mesures effectuées (figure 3.26) sur cette fibre sont comparées avec les résultats fournis par W. D. Kingery et al. [65]. Cette fibre extrêmement isolante électrique à bénéficier d'un dépôt de pyrocarbone (épaisseur < 100 nm) autour de sa section pour permettre d'utiliser le chauffage par effet Joule.

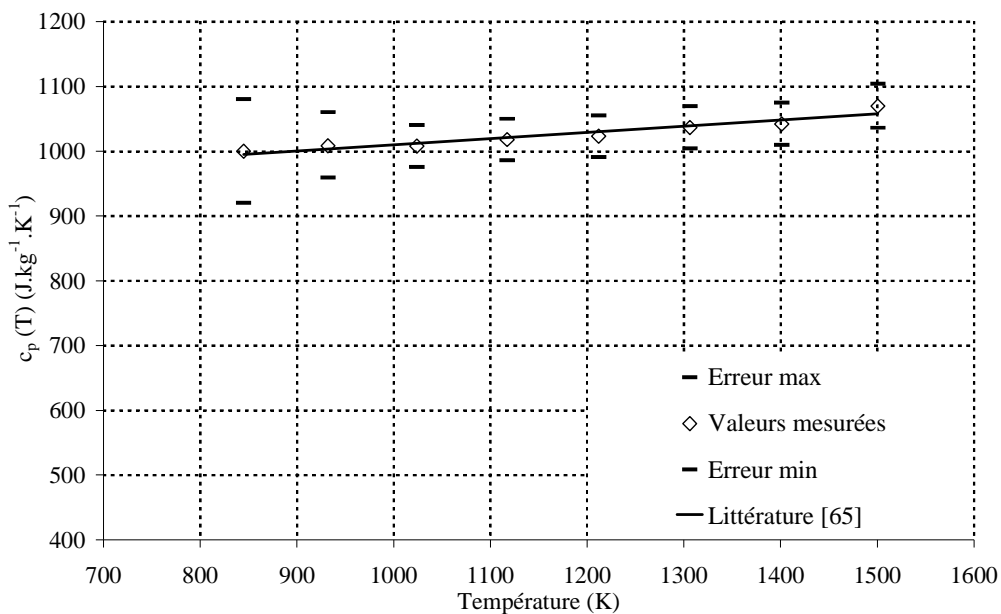


figure 3.26 : Mesure de la capacité thermique massique à pression constante d'une fibre céramique (Nextel 720) et comparaison avec des valeurs mesurées dans la littérature.

Les résultats obtenus sont en parfait accord avec ceux fournis dans la littérature [65] et permettent de dégager plusieurs points. Tout d'abord, il faut souligner que **l'incertitude de mesure** ne dépasse pas **8 % à $T = 800$ K**, c'est-à-dire dans la partie où les mesures sont réalisées avec l'incertitude maximale. De la même façon et jusqu'à 1500 K, **l'incertitude se situe autour de 3 %.**

Finalement, cet exemple est extrêmement intéressant et montre que :

- ⇒ Le modèle en tension est complètement adapté lorsque les matériaux à caractériser sont plutôt des isolants électriques.

- ⇒ Le dépôt de pyrocarbone réalisé ne perturbe pas les mesures lorsque son épaisseur reste faible devant la dimension caractéristique de la fibre, ici une centaine de nanomètres pour une fibre de 14 μm de diamètre.
- ⇒ Par conséquent, sur le dispositif développé, il est possible de caractériser des matériaux isolants électriques malgré le type de chauffage utilisé.

3. Répétitivité des mesures sur une fibre de carbone

Tout d'abord, un test de répétitivité a été réalisé sur une fibre de carbone. Les résultats obtenus (figure 3.27) montrent une justesse très correcte du dispositif de mesure.

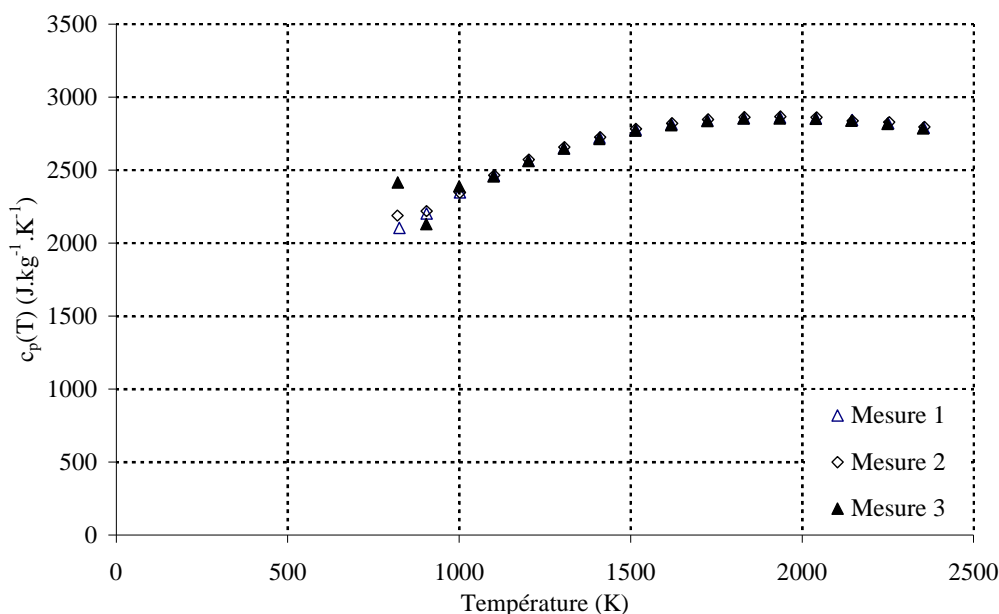


figure 3.27 : Mesures montrant la répétitivité sur une fibre de carbone.

En effet, excepté à basse température, où le détecteur infrarouge est en limite de détection, (signal moyen de 200 mV avec une amplitude de modulation d'environ 20 mV pour une gamme allant jusqu'à 12 V), **les mesures réalisées sont parfaitement répétitives** avec un écart **inférieur à 1 %**. Il sera montré plus loin que les résultats obtenus sur les fibres de carbone sont dans la continuité de ceux mesurés jusqu'à 1000 K à l'aide d'un calorimètre différentiel à balayage (DSC).

4. Répétabilité des mesures sur une fibre de carbone

Un dernier point reste à vérifier, il concerne la répétabilité des mesures. En effet, le procédé d'élaboration des fibres de carbone engendre une **différence importante de diamètre entre les fibres d'une même « famille »** de précurseur. Par conséquent, **il est indispensable de mesurer systématiquement le diamètre des fibres caractérisées**. Compte

tenu de l'incertitude de mesure associée à la détermination de la section transverse des fibres, il convient de vérifier que la capacité thermique massique à pression constante obtenue est identique, (figure 3.28).

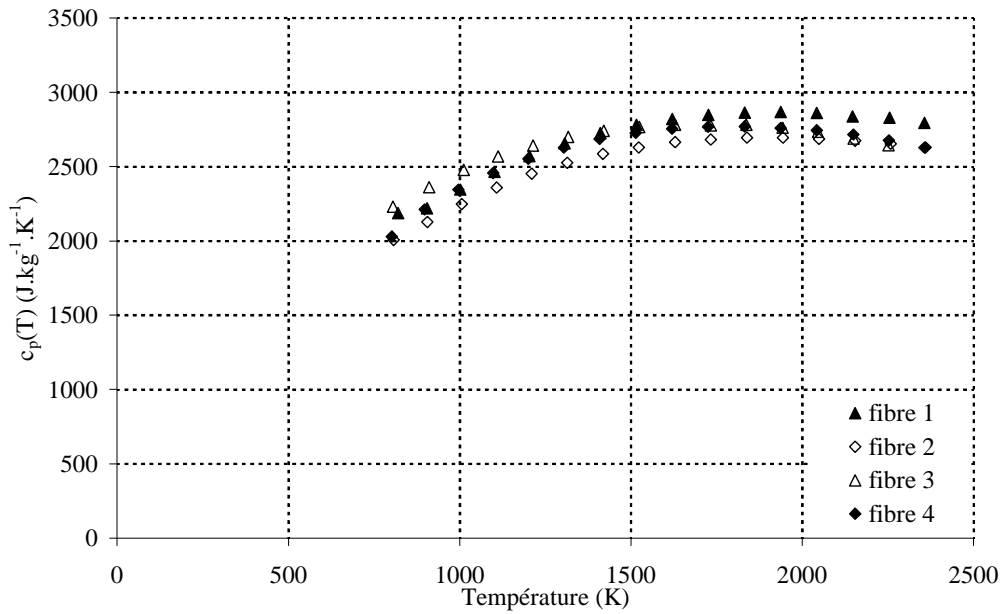


figure 3.28 : Mesure de la capacité thermique massique sur quatre fibres issues du même procédé de fabrication.

Les résultats obtenus montrent que la capacité thermique massique à pression constante est identique et que l'écart observé dépend uniquement de l'incertitude de mesure de la section de chacune des fibres dont les diamètres mesurés sont : 12.14 μm pour la 1^{ère} fibre, 9.24 μm pour la 2^{ème} fibre, 9.53 μm pour la 3^{ème} fibre et 11.18 μm pour la 4^{ème} fibre.

V. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons expliqué la *démarche utilisée* pour concevoir le **tout premier dispositif de mesure de la capacité thermique massique à pression constante sur fibres micrométriques et à très haute température**. Les principales caractéristiques du dispositif peuvent être résumées : (i) le **chauffage par effet Joule** de la fibre, placée sous vide secondaire, permet **d'atteindre des températures de 2500 K**, (ii) l'utilisation de **systèmes optiques** permet de répondre aux **exigences associées aux échelles micrométriques des matériaux**.

Dans un premier temps, le principe de mesure, basé sur **une méthode de type AC** a été décrit. Cette méthode consiste à effectuer une variation d'énergie interne de la fibre par modulation de la tension électrique aux bornes de cette dernière. Ensuite, en mesurant le déphasage entre la réponse en température et la tension électrique, **la capacité thermique est calculée à l'aide d'un modèle analytique**. Ce dernier a pu être développé grâce aux résultats fournis à l'aide d'une modélisation par éléments finis du transfert de chaleur dans la fibre. Cette modélisation a mis en évidence **l'importance de prendre en compte la dépendance par rapport à la température de l'émissivité et de la résistivité électrique**. De plus, cette dernière doit être déterminée précisément. Pour cela, **une méthode originale de mesure de la résistivité a également été développée**.

Ensuite, une **validation** satisfaisante sur un **filament de tungstène** a été présentée. De la même façon, les mesures réalisées sur une **fibre céramique** (Nextel 720) sont en parfait accord avec la littérature. De plus, la **répétitivité** ainsi que la **reproductivité** ont pu être démontrées. Un **calcul d'incertitude** a montré que cette dernière était toujours **inférieure à 9 %** et pouvait **atteindre 3 % sur la fibre céramique**.

Enfin, un certain nombre de caractérisations sur des fibres aux propriétés physiques différentes seront présentées au chapitre 6 où l'on verra tout l'intérêt de ce type de dispositif pour classer les diverses fibres selon leurs propriétés thermiques.

Chapitre 4

Diffusivité thermique longitudinale

Tout d'abord, une **revue bibliographique** permettra de montrer que de **nombreuses techniques et méthodes** de mesures ont été établies à la **température ambiante** et que **seule une méthode à moyenne température (< 800 K) existe**. Ainsi, la technique **développée à très haute température** dans cette étude sera basée sur une méthode photothermique modulée. Les **difficultés supplémentaires** rencontrées dans notre cas, sont liées à la **gamme de température** parcourue ainsi qu'aux **matériaux étudiés**. Dans ces conditions, il est important d'**intégrer les difficultés** relatives aux très hautes températures à toutes les étapes du développement de la méthode d'identification : **modélisation, résolution analytique et méthode inverse**.

Enfin, les **paramètres expérimentaux** influant sur la précision de la mesure seront dégagés et traités, ce qui conduira à une **évaluation de l'erreur de mesure**. Puis, une **validation** sera effectuée sur **deux matériaux** aux propriétés thermiques différentes : **filament de tungstène** (bon conducteur thermique) et **fibre céramique** (isolant thermique).

I. METHODES DE MESURES DE LA DIFFUSIVITE LONGITUDINALE ET DE LA CONDUCTIVITE THERMIQUE SUR FIBRES

Dans cette partie, une revue bibliographique des différentes techniques de mesure de la diffusivité thermique pour des matériaux de faibles dimension ($< \text{mm}$) est abordée. Trois catégories de méthodes sont utilisées pour ce type de mesure. Au sein de ces catégories, deux familles existent : la première correspond aux méthodes par contact : l'excitation thermique ou la mesure du champ de température nécessite l'utilisation de capteur intrusif, alors que la seconde est de nature non intrusive. Concernant ces dernières, deux classes ont été distinguées : il s'agit des méthodes dites optiques et des méthodes photothermiques. Bien que ces deux techniques font appel à des composants optiques (laser, objectifs de microscope...), les méthodes qualifiées « d'optiques » concernent celles qui étudient les variations des propriétés optiques à la surface des matériaux (réflectivité pour les méthodes de microscopie photothermique) ou du fluide présent au voisinage de la surface (effet mirage).

A. Mesure par contact

Bien qu'un certain nombre de méthodes indirectes originales sur matériaux composites existent, par exemple : C. Blanco et al. [66] qui utilisent un microscope thermique à force atomique (S_{Th}M) ou G. Cahill [67] qui propose une méthode AC avec détermination de la conductivité à partir de la 3^{ème} harmonique (méthode 3ω) du signal, seules les techniques directes sur monofilament seront présentées. Tout d'abord, les techniques développées à très basse température (5 à 300 K) sur fibres par L. Piraux et al. [68] et J. P. Issi et al. [69] seront présentées. Ces dernières utilisent un potentiomètre thermique (figure 4.1), qui permet de calculer la conductivité thermique d'après la loi de Fourier.

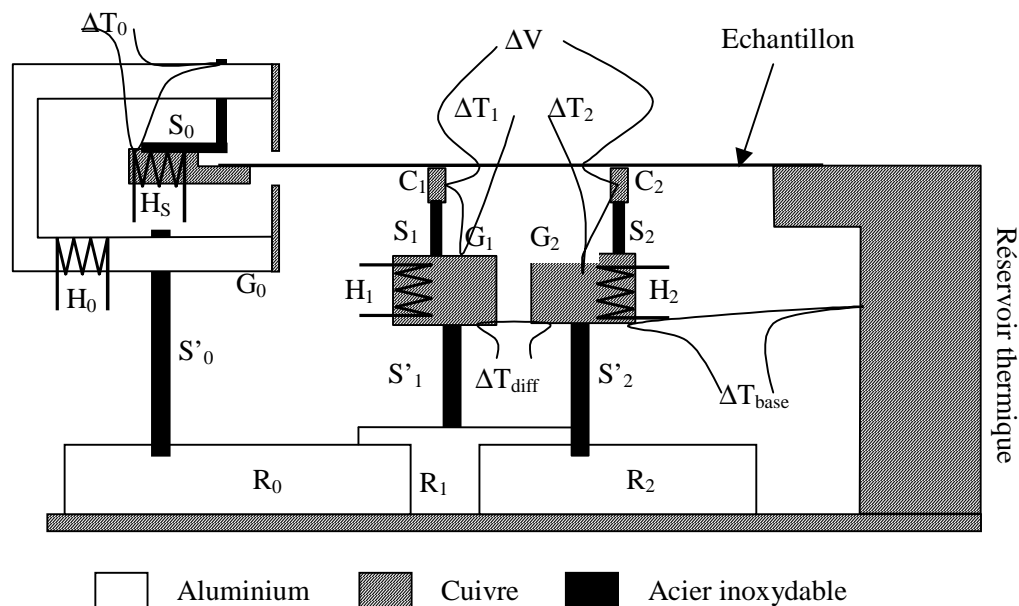


figure 4.1 : Représentation schématique selon Issi du potentiomètre thermique [69].

Pour cela, il est nécessaire de connaître la densité de flux dissipé dans la fibre, et de mesurer par thermocouple le gradient de température entre deux points. Bien entendu, les auteurs utilisent de nombreuses précautions pour limiter l'ensemble des pertes du système (conduction, effet Joule, rayonnement...). Cependant, cette technique me semble être difficilement transposable à très haute température où d'une part des problèmes de carburation entre les électrodes et la fibre pourraient apparaître, et d'autre part, il semble difficile de maîtriser les résistances thermiques et électriques de contact.

Une autre technique similaire est proposée par D. X. Zhang et al. [70] à la température ambiante dont le schéma (figure 4.2) est le suivant :

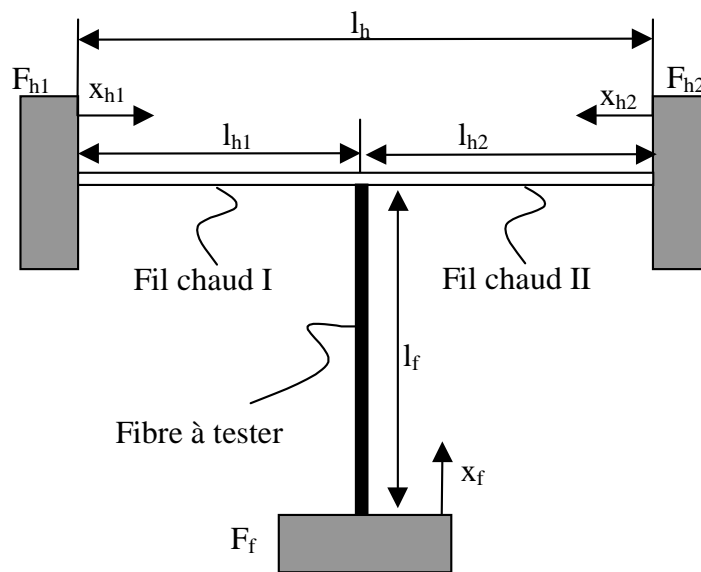


figure 4.2 : Représentation schématique du modèle physique selon Zhang [70].

L'auteur annonce que la température à la jonction du fil chaud, dépend uniquement de la conductivité thermique de celui-ci, de la fibre à tester, du flux généré dans le fil chaud et des coefficients de transfert entre ces fibres et l'ambiante. Ainsi, il résout l'équation de la chaleur en 1D pour les deux types de fibres considérées comme des corps thermiquement minces et par mesure du flux généré dans le fil chaud et de sa température moyenne, il en déduit la conductivité thermique. Cependant, l'auteur montre que, même si cette méthode s'applique à tous types de fibres (isolantes électriques), elle est peu sensible lorsque la conductivité thermique de la fibre à tester est faible. De manière générale, ces méthodes basées sur la connaissance du flux semblent difficiles à mettre en œuvre car les bilans thermiques à résoudre sont couplés avec trop de phénomènes perturbateurs (pertes, résistance thermique et électrique de contact...). Ainsi, une dernière méthode proposée par S. Kawabata [71] et T. Yamane et al. [72]-[73], fondée sur une méthode calorimétrique de type AC semble déjà bien plus réalisable d'autant plus qu'elle est moins sujette à des perturbations (figure 4.3) :

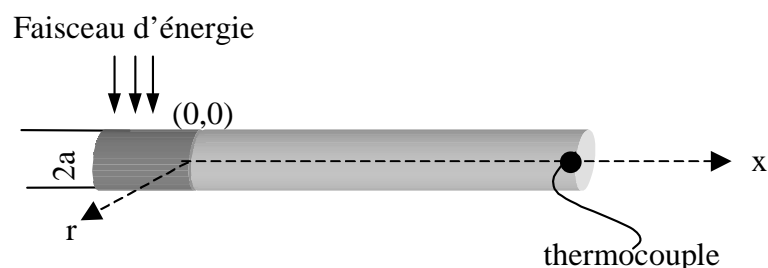


figure 4.3 : Représentation schématique du principe de mesure selon Yamane [72].

Dans cet article, l'auteur utilise un appareillage commercial (Sinku-Riko Inc., type PIT-1) pour lequel la construction est expliquée par, I. Hatta et al. [74]. L'énergie modulée déposée sur la demi surface de la fibre provient d'une lampe halogène couplée avec un chopper. L'ensemble se déplace le long de la fibre. La mesure de la réponse en température modulée est réalisée à l'aide d'un thermocouple Chromel-Alumel de 12.5 μm de diamètre collé, avec de la laque d'argent, sur la fibre. Les mesures sont réalisées à très basse fréquence (< 1 Hz) et sur une gamme de température allant jusqu'à 800 K. Le modèle utilisé est en 1D avec prise en compte des pertes et identification sur le module de la température périodique enregistrée. Ensuite, les auteurs ont mesuré la capacité thermique massique à pression constante à l'aide d'un DSC pour en déduire la conductivité pour différentes fibres et dont voici les résultats :

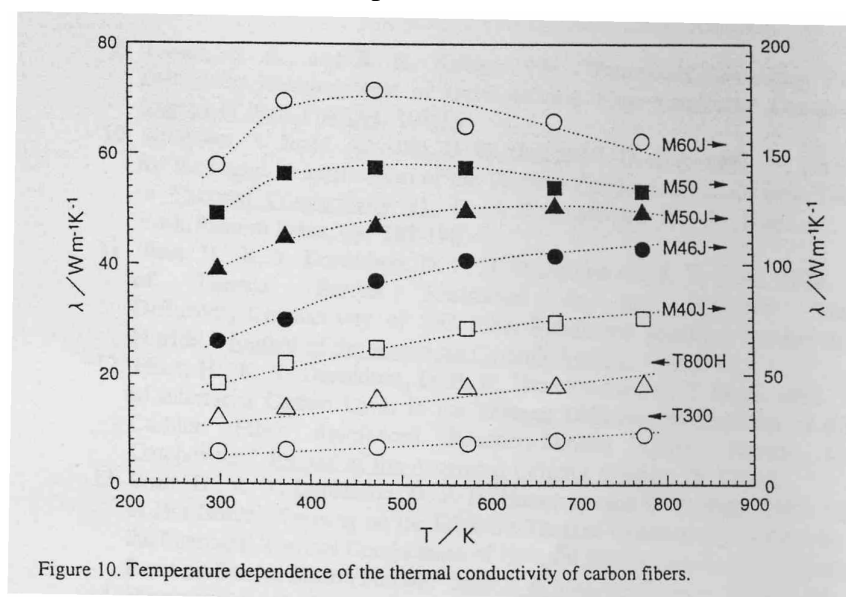


Figure 10. Temperature dependence of the thermal conductivity of carbon fibers.

figure 4.4 : Conductivité thermique mesurée sur différentes fibres par Yamane [73].

Cet article très intéressant est le seul où les mesures ont été réalisées à moyenne température sur un nombre important de fibres. Cependant, les auteurs ne parlent pas d'éventuels problèmes liés au contact entre la fibre, le thermocouple et la laque d'argent, ce qui rend la méthode difficilement utilisable à très haute température.

B. Mesure par méthodes optiques

1. Effet mirage

Cette technique, dont la représentation schématique (figure 4.5) montre le principe, a été notamment développé par A. Rosencwaig [75]-[76]-[77], J. H. Barkyoub et al. [78] et A. Salazar [79]-[80] :

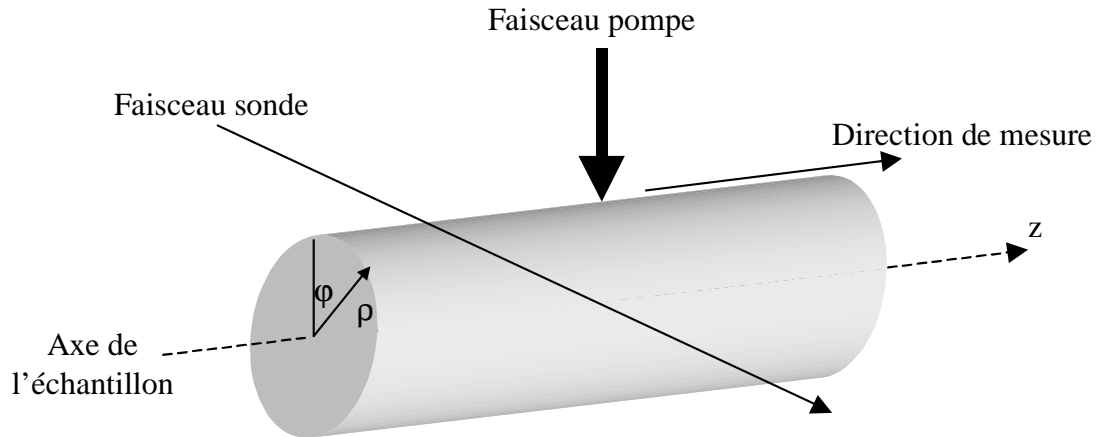


figure 4.5 : Principe de la mesure par effet mirage d'après Barkyoub [78].

Dans cette méthode, développée à la température ambiante, les auteurs viennent exciter localement la fibre à l'aide d'un faisceau laser de puissance focalisé sur l'échantillon à caractériser (faisceau pompe). Ce faisceau est modulé à faible fréquence (< 100 Hz) pour produire une onde thermique synchronisée qui va diffuser le long de la fibre. Ensuite, un second laser dit « laser sonde » de faible puissance (He-Ne) est dirigé perpendiculairement à la surface de manière à l'effleurer. Le principe consiste à mesurer la déflexion de ce laser produite par le gradient thermique présent au sein du fluide entourant la fibre. Finalement, en faisant varier la distance entre ces deux lasers, un profil d'amplitude et de phase permet de déterminer la conductivité et la diffusivité thermique. Comme le soulignent les auteurs, le désavantage de ce genre de technique est la difficulté expérimentale liée à l'alignement optique des faisceaux laser, du détecteur et de la fibre.

2. Microscopie par photoréflexion

Cette technique, utilisée par J. Jumel et al. [81]-[82] à température ambiante et également développée jusqu'à 1000°C par H. Le Houëdec [83], consiste à étudier la dépendance par rapport à la température du facteur de réflexion des matériaux. Le principe de mesure est identique à celui décrit précédemment en ce qui concerne le « laser pompe ». En revanche, le « faisceau sonde », mis en contact avec la surface du matériau à caractériser va être réfléchi. La modulation de la puissance dissipée par le faisceau pompe va induire une variation du coefficient de réflexion qui va engendrer une modulation du flux lumineux du faisceau laser sonde qui est collecté à l'aide d'une photodiode. Les auteurs montrent que le

module du flux lumineux périodique mesuré par le capteur dépend fortement des propriétés optiques du matériau. Par conséquent, ils soulignent l'intérêt de travailler plutôt avec le déphasage qui est uniquement lié aux propriétés thermiques. Cependant, cette technique fortement dépendante du coefficient de réflexion nécessite dans le cas de matériaux carbonés, comme les fibres, de les enrober afin d'effectuer un polissage de la surface pour obtenir une réflexion correcte. Par conséquent, elle semble difficilement adaptable à très haute température, sur le dispositif créé pour la mesure de la capacité thermique massique à pression constante.

C. Mesure par méthode photothermique

1. Méthode flash

La méthode flash est sans doute une des techniques les plus connues pour déterminer la diffusivité thermique de matériau. Le principe développé par W. J. Parker et al [84] consiste à irradier la face avant d'un échantillon en envoyant une énergie pulsée pendant un temps court devant le temps caractéristique de diffusion du matériau. Ensuite, la réponse en température au court du temps (thermogramme) est mesurée sur la face arrière. Cette mesure peut s'effectuer soit par contact (thermocouples) soit par l'intermédiaire d'un détecteur focalisé sur la surface. Finalement, un certain nombre de méthodes d'identification existent et peuvent être appliquées pour estimer la diffusivité [85]. Cette technique a été appliquée sur des matériaux composites à base de fibres par A.J. Whittaker et al. [86]-[87], D. M. Liu [88], H. J. Lee [89] et D. Demange et al. [90]. Le but n'est pas de détailler ces articles qui ne concernent pas les mesures directes, mais de présenter cette technique qui permettra par la suite (chapitre 5) de comparer les résultats obtenus.

2. Méthode périodique en amplitude et en phase

Les méthodes présentées ici sont des techniques sans contact qui consistent à exciter localement le matériau à l'aide d'un faisceau laser modulé et, contrairement aux méthodes optiques présentées précédemment, à mesurer directement la réponse en température de l'échantillon.

Tout d'abord, une technique assez différente de la plupart des méthodes périodiques connues dans la littérature est celle utilisée par V. Drach et al. [91].

En effet (figure 4.6), l'auteur analyse la distribution stationnaire du champ de température d'un fagot de fibres qui subissent une excitation laser linéique (diode laser, Coherent S67-500C-100-T), à l'aide d'une caméra infrarouge (AEGAIS), sensible aux longueurs d'ondes allant de 2 à 5 μm avec une résolution en température de 0.07 K à l'ambiante.

A partir du champ de température mesuré, il déduit l'évolution linéaire de l'amplitude en fonction de la position par rapport à l'excitation à partir d'un modèle 1D prenant en compte les pertes par rayonnement et par convection.

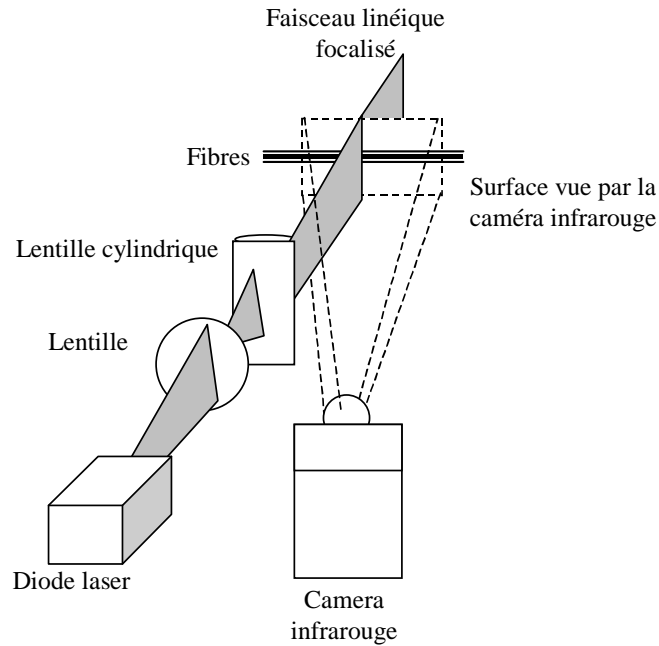


figure 4.6 : Principe de la mesure périodique en phase proposée par Drach [91].

D'autres méthodes plus courantes, sont celles qu'utilisent M. Oksanen et al. [92]-[93] pour caractériser des fibres SiC. Un schéma (figure 4.7) permet de présenter le principe de mesure :

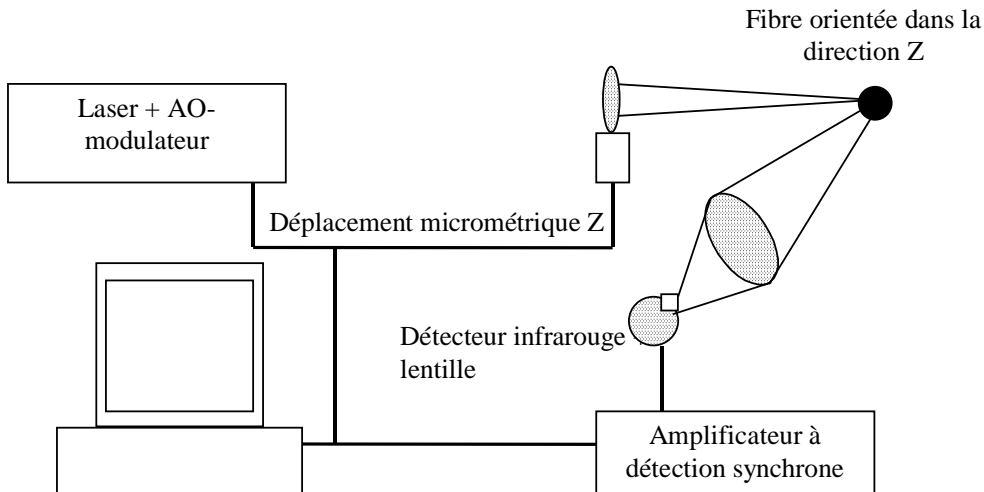


figure 4.7 : Principe de la mesure par périodique en phase proposée par Oksanen [92].

La différence principale entre les méthodes optiques et celles en émission vient de la résolution spatiale qui devient moins grande lorsqu'on travaille avec des détecteurs couplés à des systèmes optiques. Dans cet article, Oksanen utilise un détecteur EG&G Judson (J15D12-M204-S025U) où la surface de détection est de $25 \mu\text{m}$, ceci couplé avec une lentille planoconvexe en Germanium dont le diamètre et la distance focale sont de 50 mm . Dans ces conditions, il obtient une résolution spatiale d'environ $13 \mu\text{m}$ pour la détection de la température périodique. En revanche, pour la focalisation du faisceau laser, il utilise une lentille convergente de 250 mm ce qui lui donne une tâche focale de rayon $100 \mu\text{m}$. Il

présente des mesures de phases obtenues sur une fibre SiC-C (Textron SCS-6), (figure 4.8), où il montre clairement que le déphasage varie linéairement avec la position à partir d'une zone trois fois supérieure à la taille du rayon du faisceau focalisé.

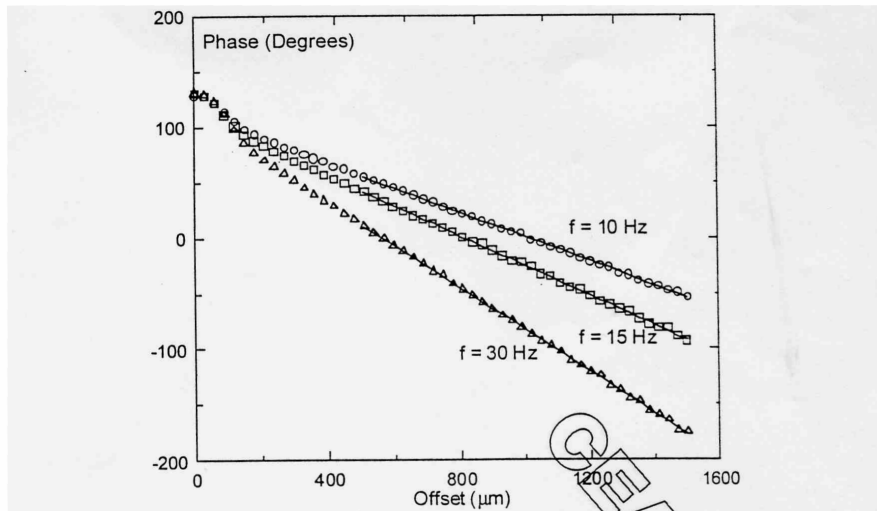


Figure 2. Photothermal phase vs. heating and detection area, centre offset measured on Textron SCS-6 fibre at different modulation frequencies (10, 15, and 30 Hz).

figure 4.8 : Phases mesurées par Oksanen [92] sur une fibre SiC-C (Textron SCS-6).

Finalement, il valide la méthode sur un filament de platine de 100 µm de diamètre et propose des mesures sur un certain nombre de fibres SiC à la température ambiante.

Enfin, une méthode assez similaire proposée par J. F. Bisson et al. [94] qui utilise (figure 4.9), un microscope infrarouge composé d'un objectif Cassegrain (distance de travail 13 mm, ouverture numérique NA = 0.25) et une lentille ZnSE de 130 mm de distance focale couplé à un détecteur HgCdTe (modèle Judson J15 2-12 µm). Dans ces conditions, il obtient une résolution spatiale de 26 µm pour la détection de la température modulée.

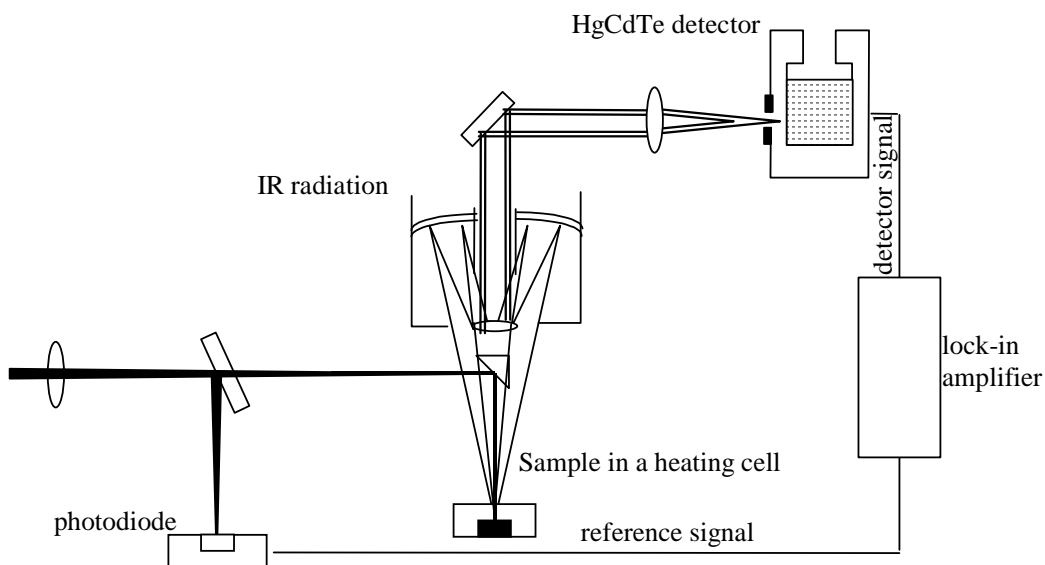


figure 4.9 : Schéma de principe de la méthode proposée par Bisson [94].

Cependant, malgré cette bonne résolution, l'auteur [95], [96] et [97] explique que l'utilisation d'un objectif de microscope travaillant à la limite de diffraction engendre un couplage fort entre le signal « thermique » mesuré et la présence de franges de diffraction. De plus, il semblerait que lorsque la longueur de diffusion est courte (matériau isolant), des non linéarités engendrées par une forte élévation de température à l'endroit de l'impact laser viennent perturber les profils d'amplitude. Finalement, le couplage des phénomènes d'émission non linéaires et des problèmes de diffraction se répercutent sur les profils de phase.

II. PROPOSITION D'UNE METHODE PHOTOTHERMIQUE EN PHASE A TRES HAUTE TEMPERATURE SUR MONOFILAMENT

La revue bibliographique présentée à la partie précédente a permis de montrer qu'un nombre important de travaux mettant en œuvre des méthodes de mesure diverses et variées de la diffusivité thermique existent. Cependant la plupart de ces travaux se déroulent à la température ambiante et pas toujours sur des matériaux microniques comme les fibres de carbone. Ainsi, compte tenu de la difficulté de mise en œuvre de certaines techniques, comme les mesures par contact ou par méthodes optiques (effet mirage, microscopie photothermique), notre choix s'est porté sur les méthodes photothermiques en émission. Dans cette partie, le principe de mesure de la méthode développée sera détaillé puis une description succincte du dispositif de mesure sera effectuée. Les principales caractéristiques, comme la focalisation ou la détection, liées à ce genre de techniques seront expliquées. Finalement, la procédure expérimentale globale ainsi que les logiciels associés à cette caractérisation seront abordés.

A. Présentation du dispositif de mesure

Le dispositif de mesure utilisé pour déterminer la diffusivité thermique est le même que celui dédié à la mesure de la capacité thermique massique à pression constante. C'est pourquoi, les parties communes à ces deux mesures comme : (i) le système de chauffage (ii) le système de vide (iii) la mesure de la température et (iv) l'installation de la fibre ne seront pas reprises ici. Le lecteur est invité à se reporter au chapitre 3.II.A.

1. Principe de la méthode de mesure

Le principe de la méthode de mesure développée pour déterminer la diffusivité thermique longitudinale est présenté (figure 4.10). Il repose sur une excitation locale (1 à 2 μm) modulée du matériau à caractériser, ici une fibre ($d \approx 10 \mu\text{m}$ et $L \approx 50 \text{ mm}$), créant ainsi un déséquilibre thermique. Ce dernier va engendrer un gradient de température dans le sens longitudinal de la fibre. La mesure de l'amplitude et/ou de la phase entre la réponse en température modulée $T(t)$ le long de ce gradient et le signal d'excitation va

permettre d'obtenir une relation simple. De cette relation et à partir d'une méthode d'identification appropriée, la diffusivité thermique peut être estimée.

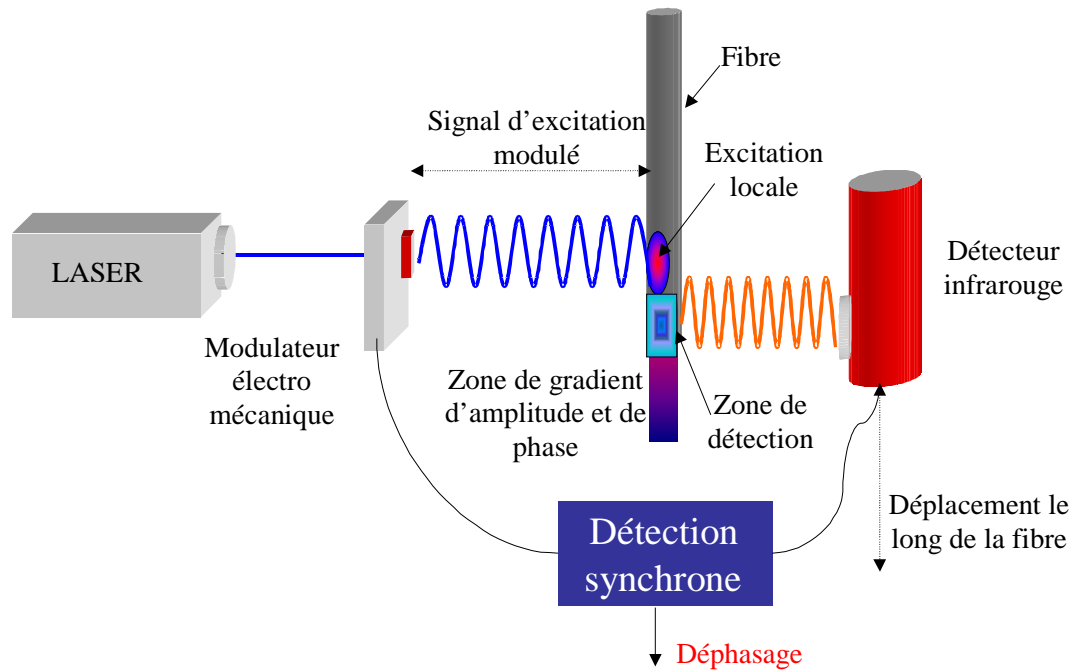


figure 4.10 : Schéma du principe de mesure de la diffusivité thermique longitudinale.

Comme cela est indiqué sur le schéma, l'excitation thermique locale est effectuée via un laser modulé à l'aide d'un obturateur électromécanique. Le faisceau est ensuite focalisé grâce à un objectif de microscope. La réponse en température est réalisée à l'aide d'un détecteur infrarouge focalisé sur la fibre à l'aide d'un système de lentilles confocales. Le signal enregistré est transmis à une détection synchrone qui permet d'obtenir, l'amplitude et la phase, de la réponse en température.

2. Description du dispositif expérimental

Une photographie (figure 4.11), du dispositif expérimental de mesure de la diffusivité thermique est présentée. Il est possible de distinguer un certain nombre d'appareils : (a) représente le bâti du dispositif, (b) est l'enceinte entourant la fibre, (c) représente l'objectif de microscope permettant la focalisation du faisceau laser (d) modulé à l'aide d'un obturateur électromécanique (e), la mesure de la température absolue est réalisée à l'aide du pyromètre bichromatique (f) alors que la réponse du flux radiatif modulé est effectuée par le détecteur infrarouge (g) couplé au système de lentilles confocales (h). Un certain nombre de platines de déplacement micrométriques permettent d'obtenir un réglage optique : (i) et (i') permettent de réaliser l'alignement vertical de la fibre ainsi que le positionnement de l'enceinte au point focal de l'objectif de microscope, les platines (j) servent au réglage du détecteur infrarouge au foyer image alors que la platine (j') assure le déplacement vertical du détecteur le long de la fibre et la platine (k) permet de tendre la fibre

selon sa direction longitudinale. Finalement, l'ensemble constitué d'une caméra (l) couplée à une lentille convergente (l') permet de reformer l'image du faisceau laser focalisé sur la fibre.

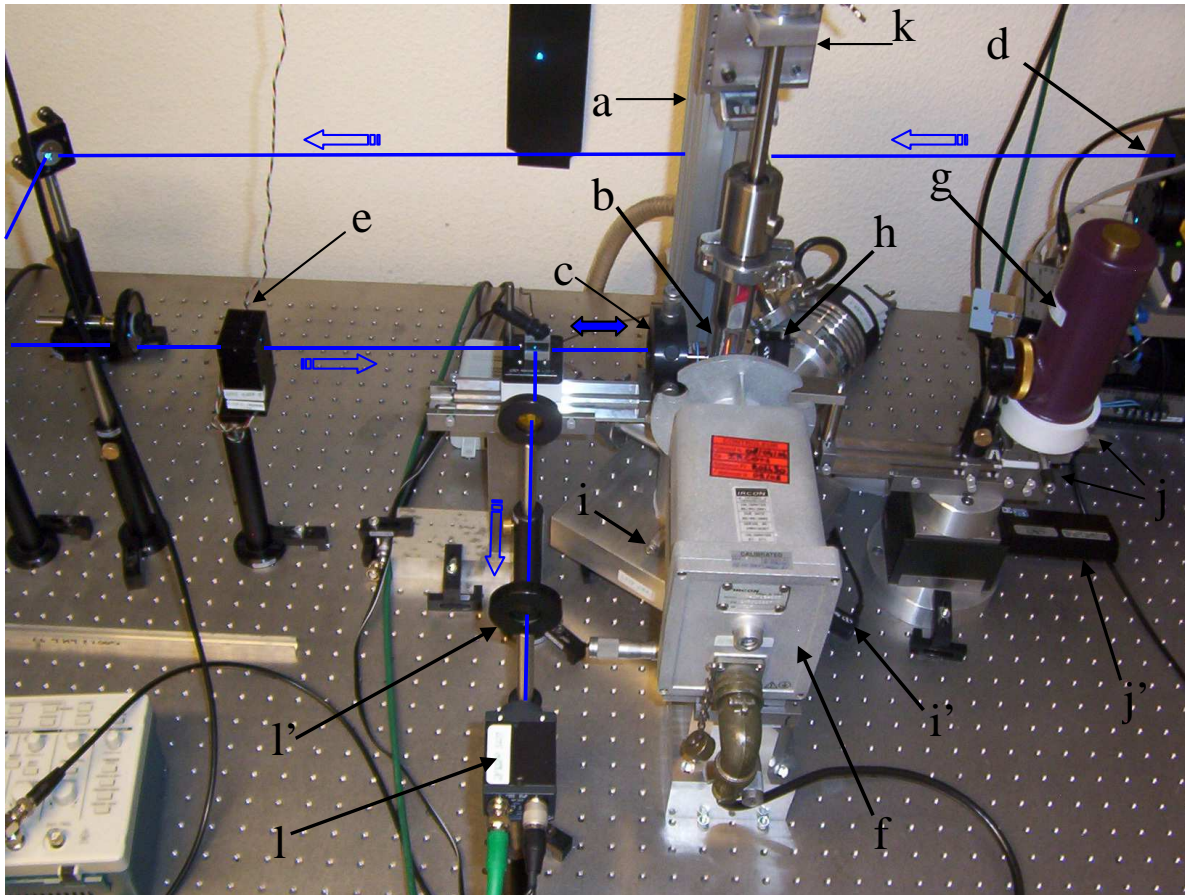


figure 4.11 : Photographie du dispositif de mesure de la diffusivité thermique longitudinale.

Dès lors, une description plus détaillée des points essentiels à la réalisation des mesures dans les meilleures conditions expérimentales sera décrite.

B. Caractéristiques expérimentales du dispositif développé dans cette étude

La nouveauté instrumentale qui accompagne et distingue la mesure de la diffusivité thermique par rapport à celle de la capacité thermique réside dans l'ajout de systèmes optiques qui permettent d'obtenir les résolutions spatiales nécessaires lors de la caractérisation de matériaux microniques comme les fibres de carbone.

1. Système optique d'excitation localisé par focalisation d'un faisceau laser

L'excitation locale est réalisée à l'aide d'un laser argon multimode (Melles Griot) à puissance variable allant jusqu'à 200 mW. Un jeu de miroirs permet un alignement optique optimal entre le faisceau laser et la fibre. Ce dernier est modulé grâce à un obturateur électromécanique (O.L.I), dont la gamme de fréquence s'échelonne de 0.1 à 50 Hz. Le faisceau est ensuite séparé en passant à travers un cube dont l'utilité sera décrite ultérieurement. Finalement, le faisceau est focalisé par l'intermédiaire d'un objectif de

microscope (Olympus) de grandissement (50X) avec une distance de travail de 16 mm environ. Cette distance, déjà importante pour ce type d'objectif est un inconvénient pour la conception de l'enceinte entourant la fibre puisque son encombrement doit nécessairement être inférieur à cette distance de travail.

La précision et la qualité de la focalisation sont des paramètres importants pour garantir une certaine justesse des mesures. Pour cela, deux systèmes de contrôle de cette dernière sont utilisés.

2. Contrôle de la focalisation à l'aide d'un système d'imagerie

Le premier est très simple et consiste à placer un écran derrière la fibre. Lorsque le faisceau est focalisé, l'image observée en face arrière de la fibre est similaire à une « éclipse solaire ». La seconde méthode consiste à reformer sur une caméra (Sony) associée au cube séparateur et à une lentille convergente l'image de la fibre « vue » par l'objectif de microscope. Ces méthodes peuvent être schématisées (figure 4.12) :

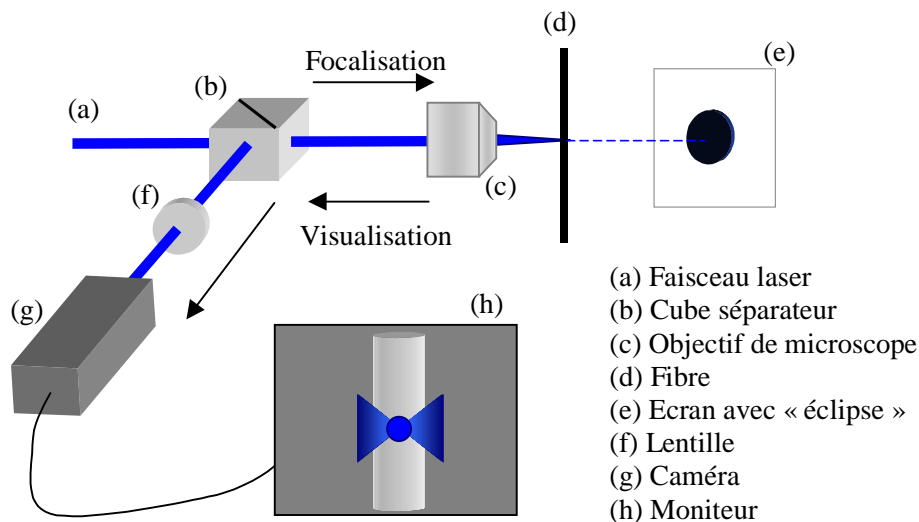


figure 4.12 : Schématisation des systèmes de contrôle de la focalisation.

Lors des essais, l'écran placé en face arrière de la fibre est remplacé par le détecteur qui mesure la réponse en température. Ainsi, c'est le système d'imagerie qui sert à contrôler en permanence la focalisation qui peut notamment être perturbée par des vibrations parasites.

3. Détermination de la réponse en température

La détection de la réponse en température émise par la fibre suite à l'excitation électrique modulée est réalisée à l'aide d'un détecteur infrarouge HAMAMATSU. La cellule photosensible en PbSn, de surface 1 mm² est refroidie par azote liquide. Le flux absorbé est transmis à un pré amplificateur à gain variable qui permet d'obtenir un signal en volt visualisable à l'aide d'un oscilloscope. Compte tenu des faibles dimensions caractéristiques des fibres étudiées et pour s'assurer de toujours travailler dans une zone isotherme, le détecteur est couplé à un système optique confocal constitué de deux lentilles

plano convexes en BaCF_2 . L'ensemble, dont la position initiale est située au milieu de la fibre peut se *déplacer le long de la fibre, avec un pas de l'ordre de $0.1 \mu\text{m}$* . Concernant les lentilles utilisées, le matériau choisi (BaCF_2) assure un maximum de transmission (95 %) dans la gamme de longueur d'onde étudiée (1 à $3 \mu\text{m}$). Les distances focales sont respectivement égales à 25 mm et 200 mm, ce qui permet d'obtenir *une tâche de visée d'environ $125 \mu\text{m}$ de diamètre*. Cette dernière est d'une part suffisamment petite pour assurer une résolution spatiale adéquate (cas des fibres à faibles longueurs de diffusion) et d'autre part suffisamment grande pour offrir un bon rapport signal à bruit. Une représentation (figure 4.13) des signaux expérimentaux du signal d'excitation fourni par le faisceau laser ainsi que la réponse en température mesurée à l'aide du détecteur infrarouge est effectuée :

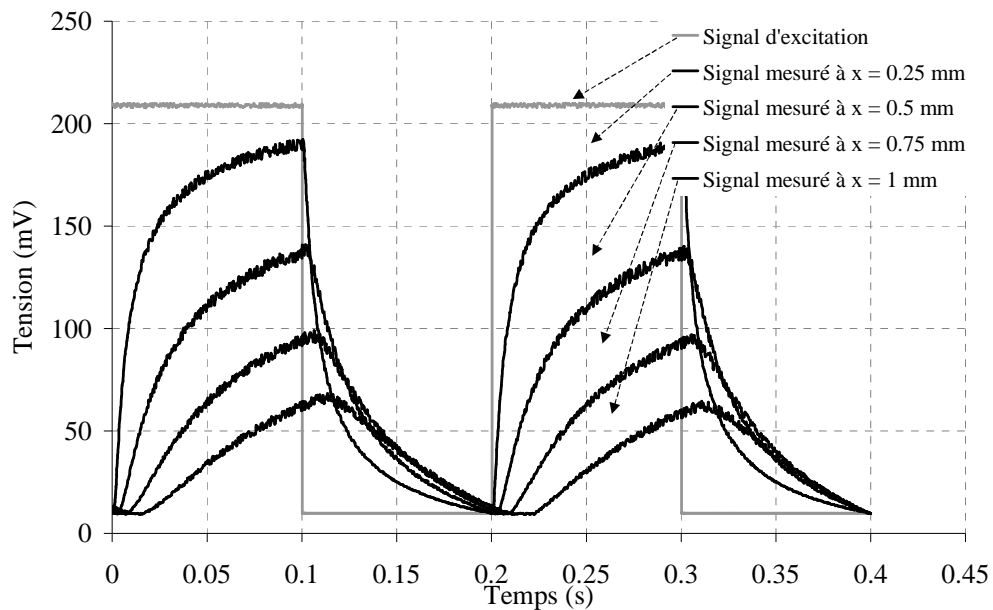


figure 4.13 : Exemple de signaux mesurés à différentes positions par rapport à l'excitation.

L'observation des différents signaux mesurés montre que l'utilisation des méthodes de mesure en émission où le flux modulé rayonné par la fibre est intégré sur une longueur de fibre d'environ $125 \mu\text{m}$ permet d'obtenir un bon rapport signal à bruit permettant de travailler avec l'amplitude ou la phase.

4. Procédure expérimentale et logiciel associé

Un guide d'utilisation du dispositif de caractérisation de la diffusivité thermique a été réalisé par G. Grandclaude et al. [98]. Ici, seule une description sommaire de cette procédure est réalisée. La phase de réglage de la focalisation du faisceau laser est à effectuer par l'utilisateur à chaque température de mesure. Ensuite, pour une température donnée, l'utilisation du logiciel « mesure de la diffusivité » permet de parcourir une gamme de fréquence et de relever pour chacune d'elle le profil d'amplitude et de phase le long de la fibre (figure 4.14 et 4.15). Le pas utilisé ici est de $100 \mu\text{m}$ entre chaque relevé sur une étendue

spatiale allant de -2 à 2 mm. Finalement, ces données sont transférées vers un logiciel où l'estimation de la diffusivité est réalisée.

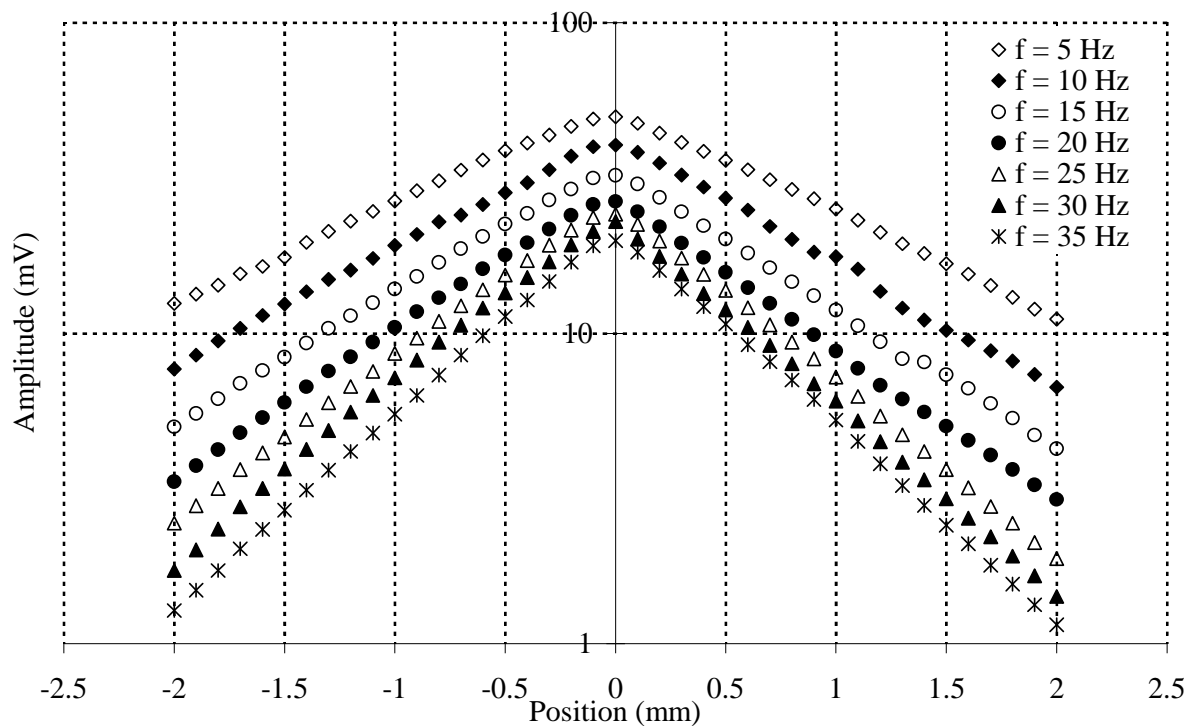


figure 4.14 : Amplitude mesurée en fonction de la position par rapport à l'excitation et pour différentes fréquences sur la fibre P100 à 1500 K.

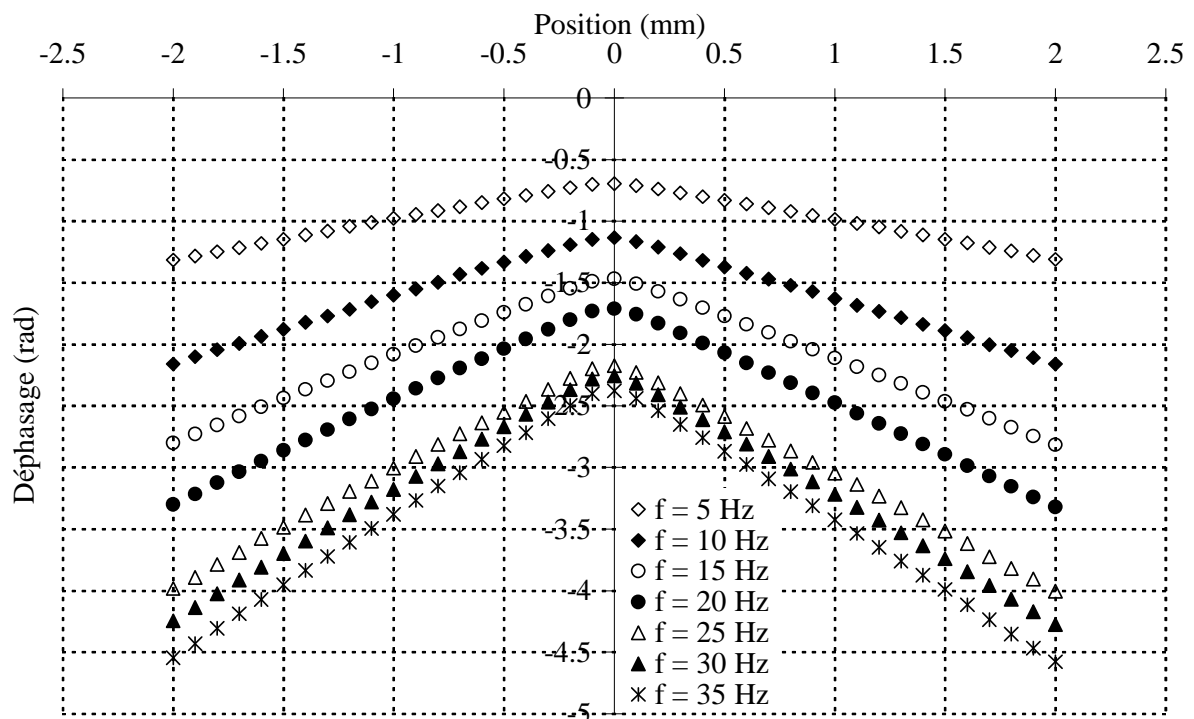


figure 4.15 : Déphasage mesuré en fonction de la position par rapport à l'excitation et pour différentes fréquences sur la fibre P100 à 1500 K.

III. DEVELOPPEMENT D'UNE METHODE D'IDENTIFICATION DE LA DIFFUSIVITE THERMIQUE LONGITUDINALE

Dans cette partie consacrée au développement d'une méthode d'identification, plusieurs étapes seront décrites. Une première phase de modélisation du transfert thermique dans la zone où le faisceau laser est focalisé servira à montrer que cette dernière est le siège d'un transfert thermique selon les trois directions de l'espace et pour lequel le fort échauffement local (en plus du chauffage moyen de la fibre par effet Joule) va engendrer une non linéarité en fonction de la température des propriétés physiques du matériau. Le but est de montrer qu'indépendamment des caractéristiques du système (conductivité thermique, anisotropie du matériau...) cette zone reste toujours de dimension négligeable devant les longueurs de diffusion de l'onde thermique. Dès lors, au delà de cette zone le transfert de chaleur peut être considéré comme unidirectionnel et un modèle 1D suffit pour caractériser le système. Ensuite, à partir du modèle développé, une méthode d'estimation des paramètres peut être mise en place.

A. Modélisation par éléments finis du transfert de chaleur dans une fibre subissant une excitation laser modulée localisée.

De part les dimensions caractéristiques des fibres étudiées ($L = 50 \text{ mm}$ et $d = 10 \text{ }\mu\text{m}$), ces dernières peuvent être considérées comme un milieu semi-infini. La répartition énergétique du faisceau laser servant à l'excitation locale est considérée comme gaussienne et surfacique.

1. Bilan du système thermique à étudier

Un schéma (figure 4.16) du problème thermique à traiter est représenté.

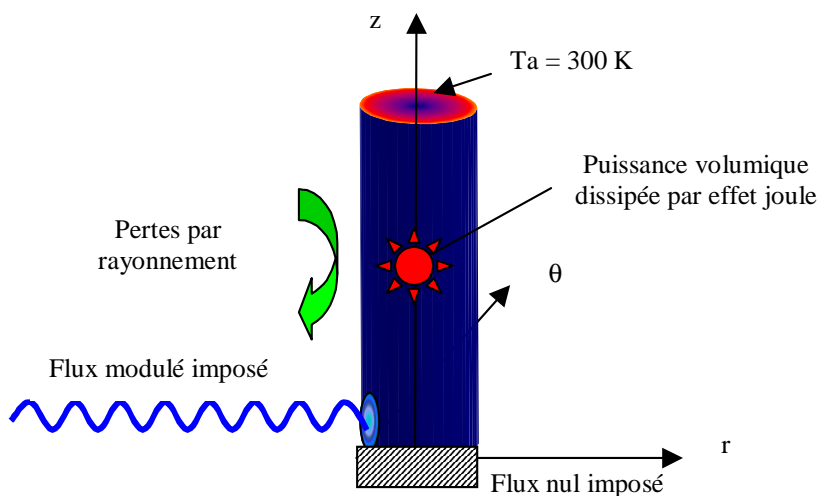


figure 4.16 : Schéma du système thermique 3D à résoudre.

Compte tenu du système de chauffage, un terme source représenté par une puissance volumique dissipée par effet Joule doit être pris en compte. De la même façon, les mesures sont effectuées à très haute température et le matériau est placé dans une enceinte sous vide secondaire, ce qui nécessite la prise en compte des pertes par rayonnement. De plus, l'excitation se produit au centre de la fibre considérée comme infiniment longue ce qui permet de fixer un plan de symétrie. Dans ces conditions, le système thermique en coordonnées cylindriques s'écrit :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{\lambda_r}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial T(r, z, t)}{\partial r} \right) + \lambda_L \frac{\partial^2 T(r, z, t)}{\partial z^2} + q = \rho c_p \frac{\partial T(r, z, t)}{\partial t} \\ -\lambda_L \frac{\partial T(r, z, t)}{\partial z} \Big|_{z=0} = 0 \\ T(r, z=L, t) = T_a \\ -\lambda_r S \frac{\partial T(r, z, t)}{\partial r} \Big|_{r=d/2} = \varepsilon \sigma S_p \left[T(d/2, z, t)^4 - T_a^4 \right] - \Phi(d/2, z, t) \\ T(r, z, t=0) = T_{perm}(r, z) = T_{perm}(z) \end{array} \right. \quad (4.1)$$

avec :

$$\Phi(r = d/2, z, t) = P_{fibre} e^{-\left(\frac{z^2}{0.5d_{fg}}\right)} \left[\frac{1 + \sin(\omega t)}{2} \right] \quad (4.2)$$

$$P_{fibre} = (1 - R_{\acute{e}flec}) P_{laser}$$

où : P_{fibre} représente la fraction réelle $1 - R_{\acute{e}flec}$ de la puissance P_{laser} fournie par le laser et absorbée par la fibre et d_{fg} correspond au diamètre du faisceau focalisé.

La résolution d'un tel problème est réalisée en séparant le régime permanent lié au système de chauffage par effet Joule du régime périodique établi. Concernant ce dernier, une séparation des variables permet d'exprimer la température comme la somme de deux composantes, l'une moyenne T_m et l'autre modulée \tilde{T} . Finalement le système se décompose de la façon suivante :

$$\begin{aligned} T(r, z, t) &= T_{perm}(r, z) + T_m(r, z) + \tilde{T}(r, z, t) \\ &= T_0(r, z) + \tilde{T}(r, z, t) \end{aligned} \quad (4.3)$$

En s'intéressant uniquement au régime périodique établi, 2 sous systèmes peuvent être écrits ; l'un lié à la composante moyenne (4.5) et l'autre lié à la composante oscillante (4.6) :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{\lambda_T}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial T_0(r, z)}{\partial r} \right) + \lambda_L \frac{\partial^2 T_0(r, z)}{\partial z^2} + q = 0 \\ -\lambda_L \frac{\partial T_0(r, z)}{\partial z} \Big|_{z=0} = 0 \\ T_0(r, z=L) = T_a \\ -\lambda_T S \frac{\partial T_0(r, z)}{\partial r} \Big|_{r=d/2} = \varepsilon \sigma S_p [T_0(d/2, z)^4 - T_a^4] - \frac{P_{fibre}}{2} e^{-\left(\frac{z^2}{0.5 d_{fg}}\right)} \end{array} \right. \quad (4.4)$$

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{\lambda_T}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial \tilde{T}(r, z, t)}{\partial r} \right) + \lambda_L \frac{\partial^2 \tilde{T}(r, z, t)}{\partial z^2} = \rho c_p \frac{\partial \tilde{T}(r, z, t)}{\partial t} \\ -\lambda_L \frac{\partial \tilde{T}(r, z, t)}{\partial z} \Big|_{z=0} = 0 \\ \tilde{T}(r, z=L, t) = T_a \\ -\lambda_T S \frac{\partial \tilde{T}(r, z, t)}{\partial r} \Big|_{r=d/2} = 4 \varepsilon \sigma S_p T_0^3 \tilde{T}(d/2, z, t) - \frac{P_{fibre}}{2} e^{-\left(\frac{z^2}{0.5 d_{fg}}\right)} \sin(\omega t) \\ \tilde{T}(r, z, t=0) = T_0(r, z) \end{array} \right. \quad (4.5)$$

Dans le cadre de cette étude, seule la résolution de la composante oscillante (4.6) sera réalisée. La température périodique peut être décomposée en fonction de la température complexe (4.7) et les pertes par rayonnement peuvent être décomposées suivant (4.8), ce qui conduit à l'écriture du nouveau système (4.9) :

$$\tilde{T}(r, z, t) = \bar{T} e^{i\omega t} \text{ où } \bar{T} \text{ est complexe} \quad (4.6)$$

Les pertes par rayonnement dont l'expression est la suivante ont été linéarisées :

$$T(r, z, t)^4 = T_0^4 + \bar{T} e^{i\omega t} [4T_0^3 + 6T_0^2 \bar{T} e^{i\omega t} + 4T_0 \bar{T}^2 e^{2i\omega t} + \bar{T}^3 e^{3i\omega t}] \quad (4.7)$$

En considérant que seule la première harmonique de la température modulée est regardée, l'expression finale du système à discrétiser est donnée par :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{\lambda_r}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial \bar{T}(r, z)}{\partial r} \right) + \lambda_L \frac{\partial^2 \bar{T}(r, z)}{\partial z^2} = \rho c_p i \omega \bar{T} \\ -\lambda_L \frac{\partial \bar{T}(r, z)}{\partial z} \Big|_{z=0} = 0 \\ \bar{T}(r, z = L) = 0 \\ -\lambda_r S \frac{\partial \bar{T}(r, z)}{\partial r} \Big|_{r=d/2} = 4 \varepsilon \sigma T_0^3 S_p \bar{T} - \frac{P_{\text{fibre}}}{2} e^{-\left(\frac{z^2}{0.5 d_{fg}}\right)} \end{array} \right. \quad (4.8)$$

Finally, *ce système a été résolu à l'aide du logiciel éléments finis FlexPde* qui présente l'avantage de pouvoir résoudre un grand nombre de cas physiques non linéaires et cylindriques en un minimum de temps.

Ainsi, les principaux points qui différencient les fibres à caractériser sont : (i) leur conductivité qui peut varier de 1 à 1000, (ii) leur anisotropie, entre la direction longitudinale (z) et radiale (r), dont le rapport est supposé varier de 1 à 100, (iii) leur diamètre qui typiquement s'échelonne de 5 à 20 μm , (iv) leur température qui variera de 500 à 2200 K et finalement (v) la taille du faisceau focalisé qui s'échelonne de 1 à 20 μm .

L'ensemble de ces configurations représentatives de cas expérimentaux réels ont été testées avec les valeurs suivantes pour les paramètres supposés « constants » : $d_{fg}^1 = 2 \mu\text{m}$, $P_{\text{fibre}} = 1 \text{ mW}$, $\varepsilon = 1$, $\rho = 2260 \text{ kg.m}^{-3}$ et $c_p = 2000 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$.

De ces simulations, le profil en phase et en amplitude le long de la direction z seront visualisées, le but étant de vérifier d'une part si une méthode d'identification 1D suffira pour l'estimation de la diffusivité longitudinale et d'autre part si la taille de la zone de détection² (125 μm), avec une résolution spatiale lors des déplacements de 0.1 μm permettra une bonne mesure du déphasage et de l'amplitude. En effet, il est obligatoire d'avoir une longueur de diffusion ($L_{\text{dif}} = \sqrt{\frac{a}{\pi f}}$) supérieure à la taille de la zone de détection. Le paramètre qui permet cet ajustement est la fréquence des excitations qui, pour une diffusivité donnée, va augmenter la longueur de diffusion lorsqu'elle tend vers 0.

2. Cas favorable où la conductivité thermique dépasse $50 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$

Dans un premier temps, les cas favorables où le transfert de chaleur pourra être supposé unidirectionnel peuvent être exclus. C'est notamment le cas des fibres dont la conductivité est grande. Pour cela, une simulation (figure 4.17) permettant d'obtenir le profil d'amplitude et de phase de la température complexe, à la température ambiante et à 2000 K, pour un matériau isotrope dont la conductivité est égale à $50 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ avec une fréquence de modulation de 50 Hz (cas le plus défavorable, faible longueur de diffusion) est réalisée.

¹ Voir B. 2 : Système optique d'excitation localisé par focalisation d'un faisceau laser

² Voir B.3 : Détermination de la réponse en température

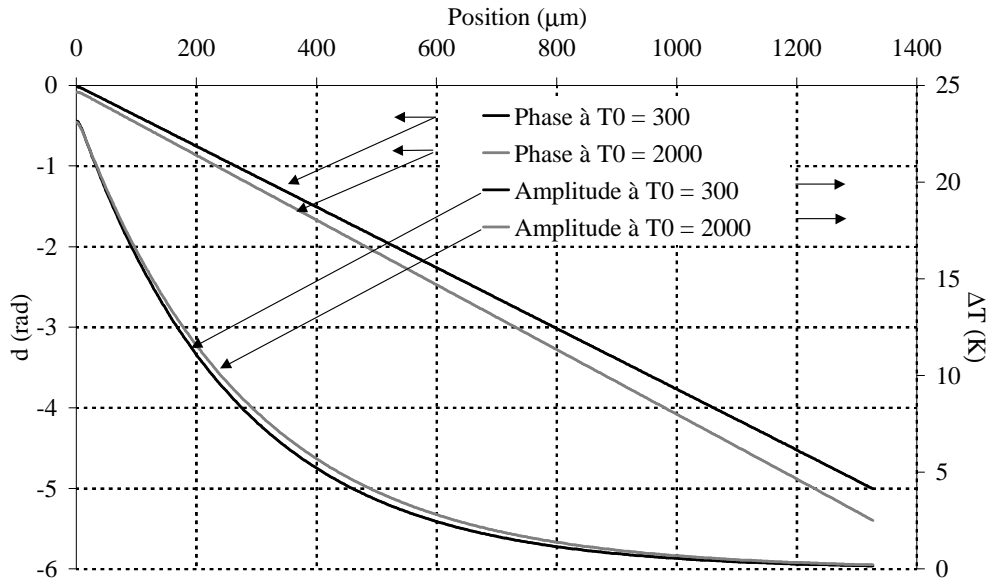


figure 4.17 : Amplitude et phase selon z , pour une fibre isotrope avec :
 $\lambda_L = 50 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, $f = 50 \text{ Hz}$, $T_0 = 300$ et 2000 K .

Les résultats obtenus montrent que le profil d'amplitude (ordonnée de droite) décroît exponentiellement¹ et atteint un minimum à une distance d'environ 1.2 mm, ce qui représente cinq fois la longueur de diffusion. Cette distance reste quasi inchangée lorsque l'influence des pertes par rayonnement est prise en compte. L'évolution du profil de phase est linéaire et l'influence liée à l'excitation locale est faible. La longueur de la zone où le transfert est tridimensionnel peut être vérifiée à l'aide d'un calcul de la dérivée numérique de la phase par rapport à la position (figure 4.18) :

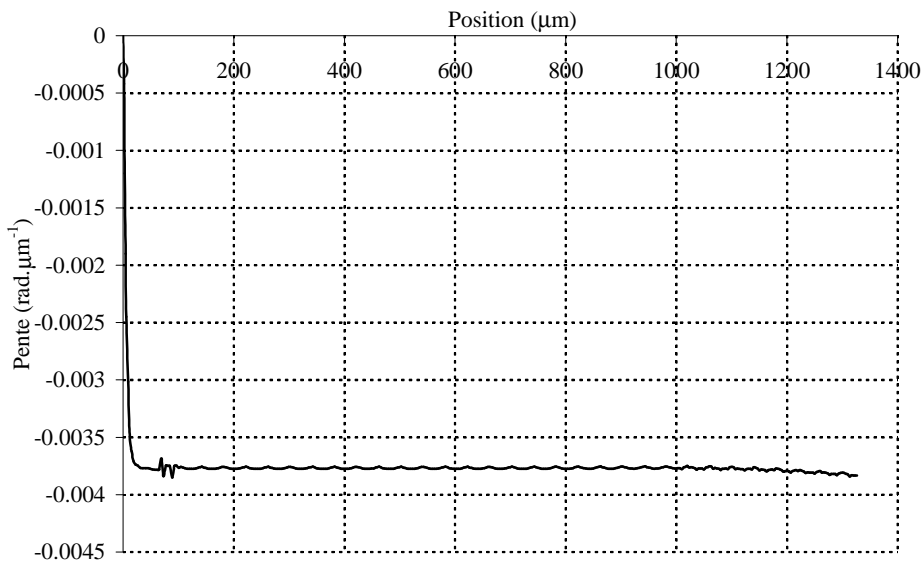


figure 4.18 : Evolution de la pente du déphasage par rapport à la position en fonction de z .

¹ Par la suite, les profils d'amplitude seront tracés en échelle semi logarithmique.

Dans ce cas, il apparaît clairement que le déphasage en fonction de la position suit une loi linéaire puisque la pente calculée tend vers une asymptote horizontale assez rapidement et que la zone affectée par l'excitation locale est d'environ $20 \mu\text{m}$, ce qui est extrêmement faible devant la longueur de diffusion. Finalement, cela confirme bien que pour les fibres conductrices, le transfert de chaleur peut être considéré comme 1D selon z . Dès lors, l'ensemble des simulations seront réalisées pour des cas plus critiques afin de déterminer les limites théoriques et les conditions expérimentales optimisées.

3. Cas extrême où la conductivité thermique est égale à $1 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$

Ici, on s'intéresse à un cas extrême où la conductivité du matériau isotrope est très faible avec des simulations générées pour des températures moyennes de 300 et 2000 K. Dans un premier temps, les profils en amplitude et en phase permettront de mettre en évidence la variation de la longueur de diffusion qui s'avère être légèrement supérieure à la limite fixée par la taille de notre zone de détection. Puis, à partir du calcul des dérivées numériques des différents profils, il sera montré qu'il est facile de détecter expérimentalement cette limite. Finalement, l'étude de cette dérivée, appliquée au cas de l'amplitude montre que cette dernière est moins sensible à la taille de la zone de détection.

La première simulation (figure 4.19) réalisée à une fréquence de modulation de 50 Hz montre que la longueur maximale pour laquelle l'amplitude du signal est détectable expérimentalement se situe autour de $180 \mu\text{m}$ lorsque la température moyenne vaut 300 K. Sur cette même distance, la phase évolue linéairement avec une différence de pente évidente selon l'importance de la température moyenne.

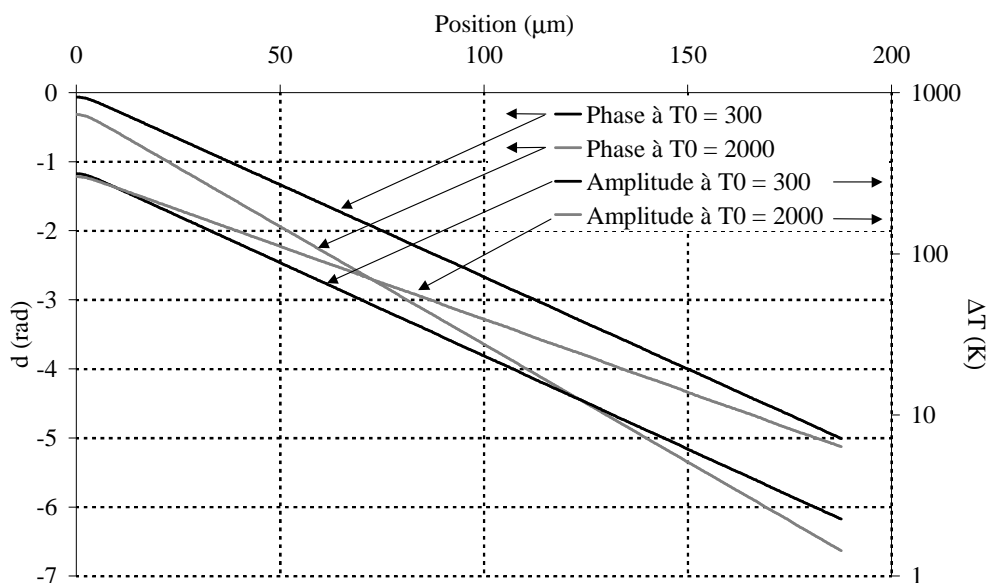


figure 4.19 : Amplitude et phase selon z , pour une fibre isotrope avec $\lambda_L = 1 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, $f = 50 \text{ Hz}$, $T_0 = 300$ et 2000 K .

Dans ces conditions, le fait d'intégrer la réponse en température modulée sur une distance de 125 μm avec un pas de 2 μm lors du déplacement conduit respectivement aux évolutions suivantes (figure 4.20 et 4.21) des profils de phase et d'amplitude.

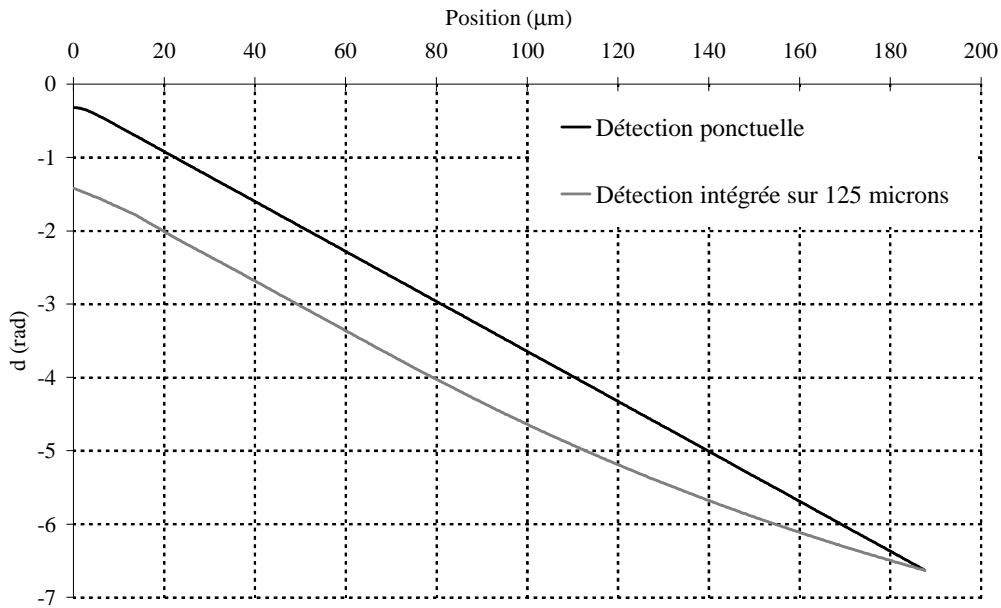


figure 4.20 : Phase selon z avec une détection ponctuelle et intégrée sur 125 μm pour une fibre isotrope avec : $\lambda_L = 1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, $f = 50 \text{ Hz}$, $T_0 = 2000 \text{ K}$.

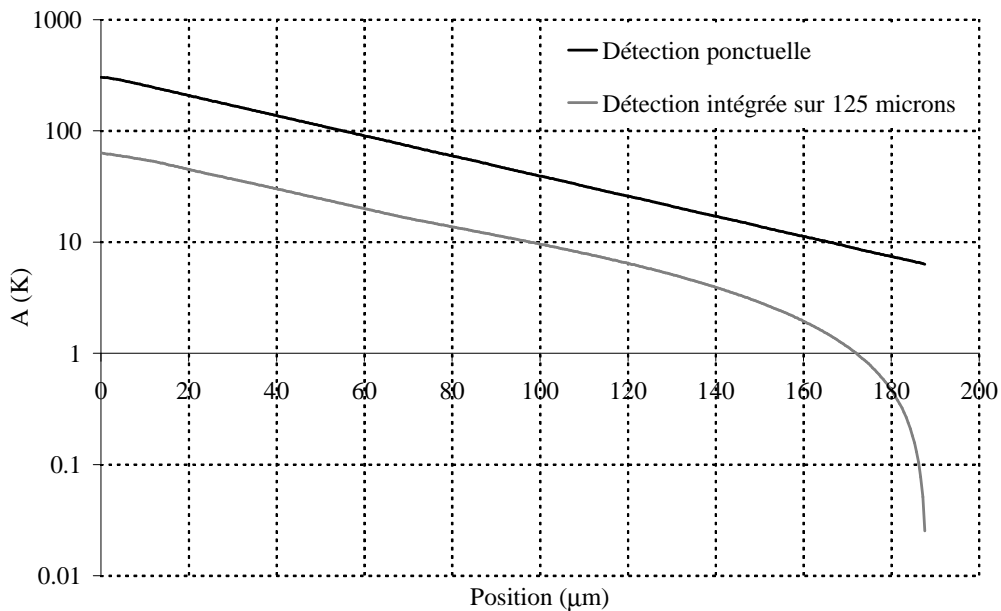


figure 4.21 : Amplitude selon z avec une détection ponctuelle et intégrée sur 125 μm pour une fibre isotrope avec : $\lambda_L = 1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, $f = 50 \text{ Hz}$, $T_0 = 2000 \text{ K}$.

Le résultat attendu met en évidence les difficultés existantes lorsque la zone de détection est de l'ordre de grandeur de la longueur de diffusion thermique. En effet, l'évolution du profil de

phase (figure 4.20) change lorsque la température modulée est intégrée sur 125 μm puisqu'il apparaît une diminution de l'ordonnée à l'origine et une évolution non linéaire à partir de 50 μm . De la même façon, ces remarques sont transposables au profil en amplitude (figure 4.21). En revanche, sur ce dernier, ces non linéarités apparaissent autour de 100 μm . Afin de confirmer cette tendance et dans le but d'instaurer une méthode de détection du problème, un calcul de la dérivée numérique entre deux points consécutifs des deux profils peut être effectué. Les résultats obtenus (figure 4.22 et 4.23) confirment ces remarques.

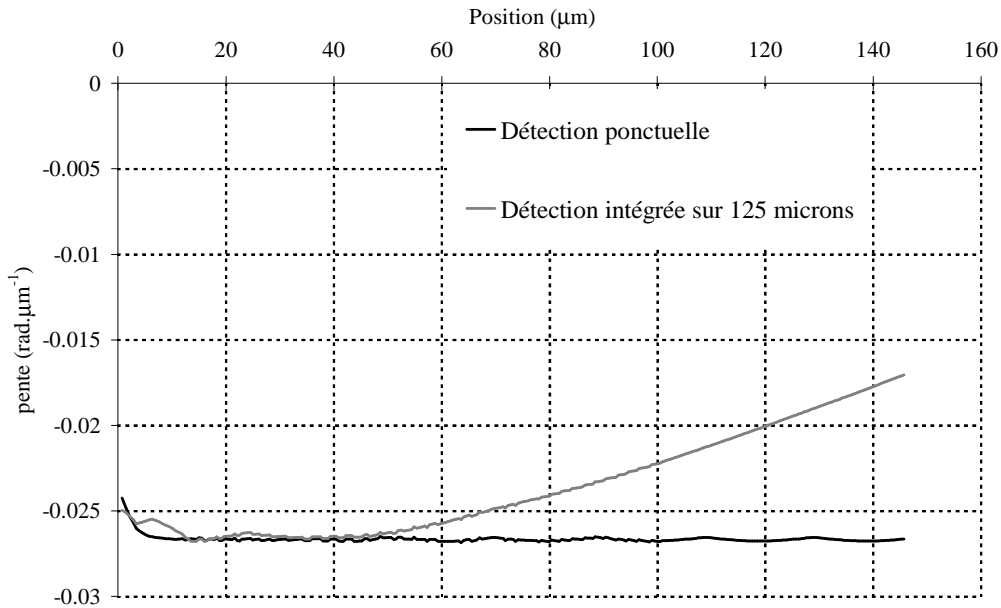


figure 4.22 : Dérivée numérique de la phase selon z , pour une fibre isotrope avec :
 $\lambda_L = 1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, $f = 50 \text{ Hz}$, $T_0 = 2000 \text{ K}$.

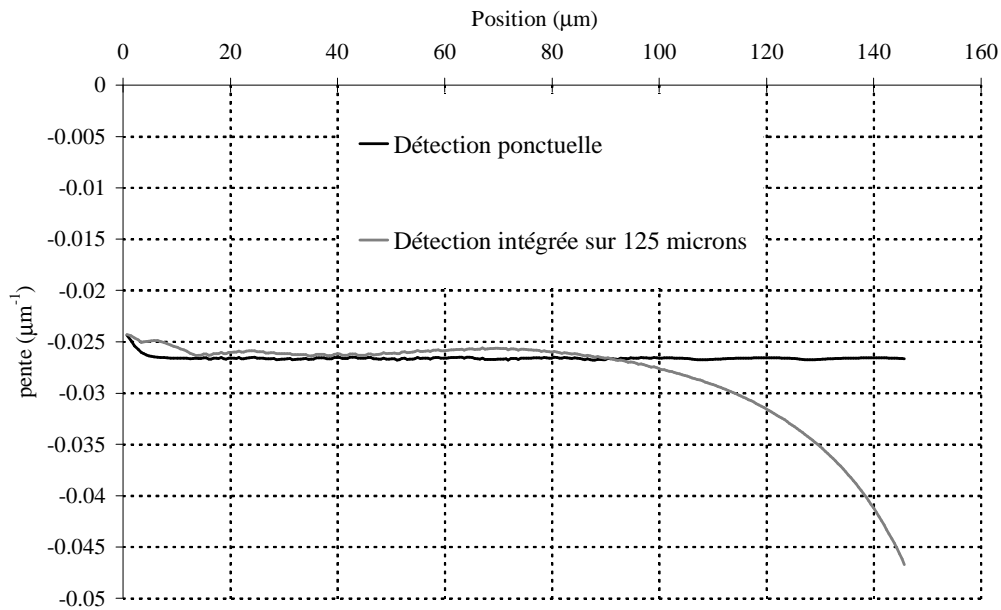


figure 4.23 : Dérivée numérique de l'amplitude selon z , pour une fibre isotrope avec :
 $\lambda_L = 1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, $f = 50 \text{ Hz}$, $T_0 = 2000 \text{ K}$.

En effet, les pentes obtenues lorsque la température modulée est considérée comme ponctuelle, ou lorsqu'elle est intégrée, sont respectivement égales sur la phase et sur l'amplitude. En revanche, il est clair que la longueur où l'évolution des profils peut être considérée comme asymptotique et donc égale à la pente, est différente.

Par conséquent, il faut retenir que si le fait d'intégrer la température modulée mesurée est un avantage pour la qualité du signal (bon rapport signal sur bruit), cela diminue la résolution spatiale et peut conduire à des difficultés lorsque les matériaux sont des isolants thermiques, pour lesquels la longueur de diffusion est faible. Cependant, il faut noter que pour ce cas extrême où la conductivité thermique est de $1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, avec une fréquence de modulation de 50 Hz (maximum possible expérimentalement), la résolution spatiale reste suffisante pour obtenir une évolution linéaire des profils d'amplitude et de phase.

Finalement, une dernière simulation effectuée à une fréquence d'excitation de 5 Hz peut être présentée (figure 4.24).

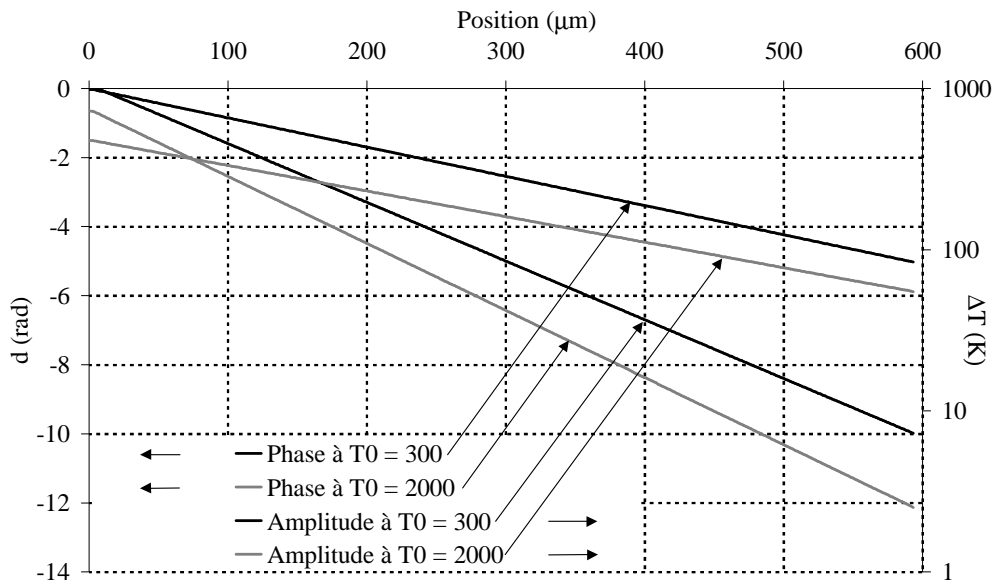


figure 4.24 : Amplitude et phase selon z , pour une fibre isotrope avec :

$$\lambda_L = 1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}, f = 5 \text{ Hz}, T_0 = 300 \text{ et } 2000 \text{ K}.$$

Le but de cette simulation est de montrer l'effet des pertes par rayonnement lorsque la conductivité thermique du matériau et la fréquence d'excitation sont faibles. En effet, l'observation du profil d'amplitude fait apparaître une baisse significative de la température au point d'impact du laser. De plus, les pertes semblent jouer un rôle de lissage ou d'étalement de l'onde thermique qui, à une distance égale à $400 \mu\text{m}$ est faible ($< 10 \text{ K}$) lorsque $T_0 = 300 \text{ K}$, alors qu'elle est encore de 60 K pour le cas où $T_0 = 2000 \text{ K}$. Tout se passe comme si le mode classique de transfert de chaleur par diffusion se transforme en un mode de propagation, ce qui augmente significativement la longueur de diffusion.

4. Influence de l'anisotropie du matériau

La forte diversité structurale et texturale des fibres de carbone implique systématiquement des degrés d'anisotropie différents. C'est d'ailleurs le cas pour un monocristal de graphite qui présente une forte anisotropie entre la direction parallèle (longitudinale) et celle perpendiculaire (transverse) aux plans de graphène. Dans le cas présent, cette anisotropie est d'autant plus pénalisante que l'excitation laser s'effectue perpendiculairement à la direction longitudinale des fibres. Par conséquent, le flux apporté par l'excitation laser va avoir tendance à rapidement être évacué selon cette même direction, ce qui augmentera la taille de la zone de transfert de chaleur tridimensionnelle avec une orientation des lignes de flux selon l'axe longitudinal z , (figure 4.25 et 4.26).

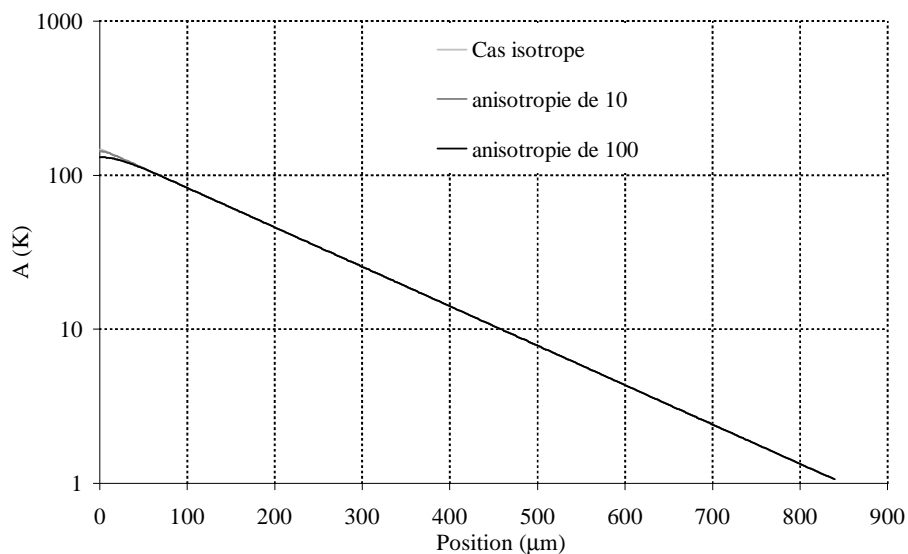


figure 4.25 : Amplitude selon z , pour un rapport d'anisotropie λ_L/λ_T variable avec :

$$\lambda_L = 10 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}, f = 25 \text{ Hz et } T_0 = 700 \text{ K.}$$

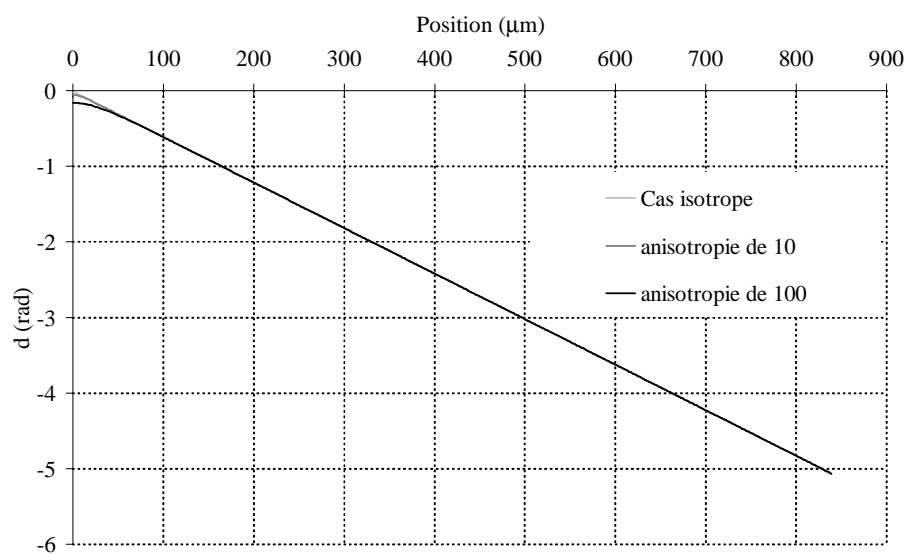


figure 4.26 : Phase selon z , pour un rapport d'anisotropie λ_L/λ_T variable avec :

$$\lambda_L = 10 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}, f = 25 \text{ Hz et } T_0 = 700 \text{ K.}$$

En effet, l'inclinaison des lignes de flux se traduit sur le profil d'amplitude par une évolution quasi constante de la température de la surface opposée à l'excitation. Cette évolution est d'autant plus marquée que le rapport d'anisotropie λ_L/λ_T est grand.

En revanche, lorsque l'anisotropie est inférieure à 100, l'influence de la composante transverse du tenseur de conductivité est faible et la taille de cette zone devient proche du cas isotrope classique. Cela peut d'ailleurs être illustré (figure 4.27 et 4.28), en comparant par l'intermédiaire du calcul de la dérivée numérique, les résultats obtenus pour le cas isotrope et pour celui dont le rapport d'anisotropie est de 100.

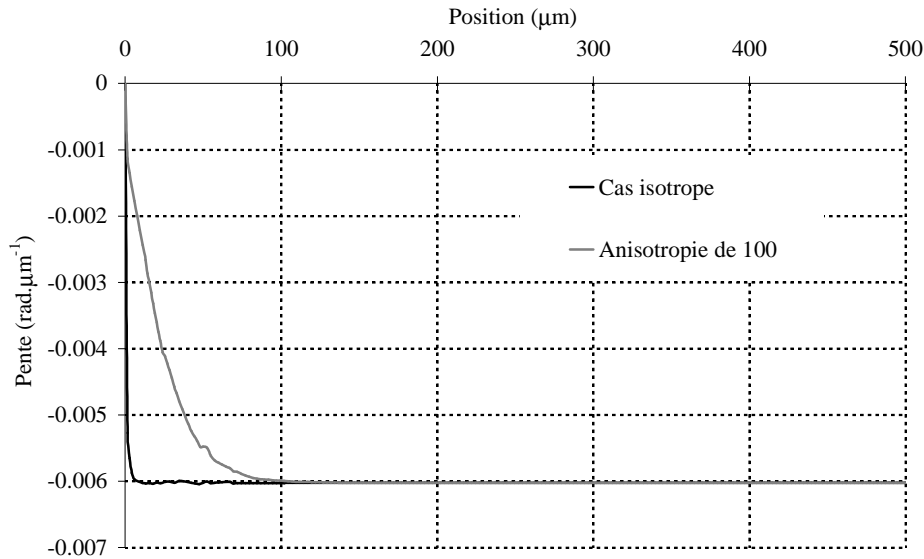


figure 4.27 : Comparaison de la dérivée numérique de la phase selon z , pour un rapport d'anisotropie λ_L/λ_T de 100 et pour le cas isotrope avec : $\lambda_L = 10 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, $f = 25 \text{ Hz}$ et $T_0 = 700 \text{ K}$.

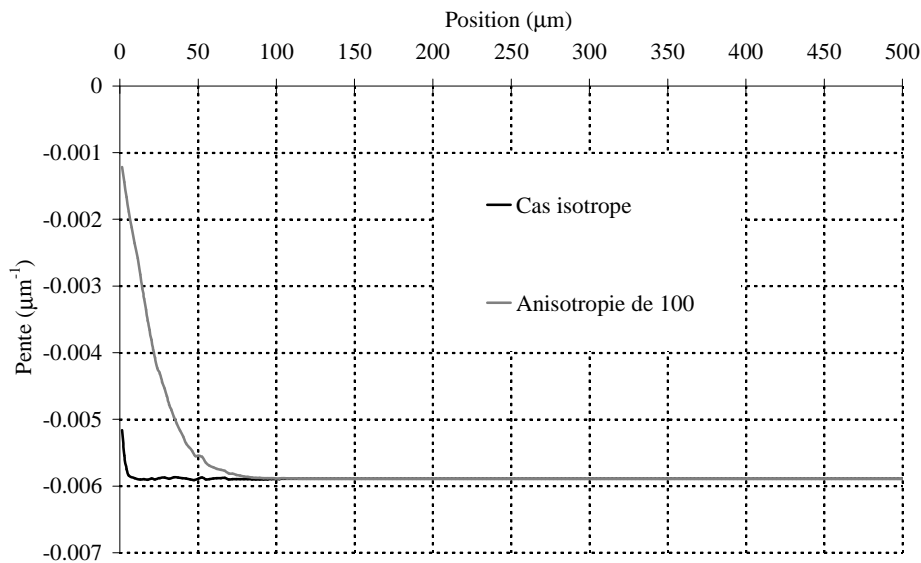


figure 4.28 : Comparaison de la dérivée numérique de l'amplitude selon z , pour un rapport d'anisotropie λ_L/λ_T de 100 et pour le cas isotrope avec : $\lambda_L = 10 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, $f = 25 \text{ Hz}$ et $T_0 = 700 \text{ K}$.

Finalement, l'étude de l'influence de l'anisotropie sur le champ de température présent dans la fibre fait ressortir un certain nombre de points importants qu'il convient de décrire :

- ⇒ Tout d'abord, l'anisotropie est un facteur important qui corrèle fortement la diffusion longitudinale et radiale montrant par là même que son estimation est accessible par cette méthode de mesure, surtout lorsque la fréquence de modulation est importante.
- ⇒ Cette propriété structurale n'influe pas sur la longueur de diffusion longitudinale du matériau qui reste pilotée par sa diffusivité respective mais joue un rôle de barrière thermique à la propagation de l'onde dans la direction transverse. Pour maintenir un transfert de chaleur unidirectionnel sur une distance suffisamment importante, il faudra, pour ce type de fibres travailler à basse fréquence (< 25 Hz).
- ⇒ Malgré tout, le cas simulé est plutôt rare car il allie à la fois une forte anisotropie et une faible conductivité longitudinale. En effet la plupart des fibres « dites » de faible conductivité ($< 10 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) sont plutôt isotropes.

5. Influence du diamètre des fibres

Le but de cette partie est de montrer que l'influence du diamètre des fibres sur le transfert de chaleur tridimensionnel est négligeable. Pour cela, une gamme de diamètres allant de 5 à 20 μm a été choisie et les profils en amplitude (figure 4.29) et en phase (figure 4.30) de la température modulée sont représentés.

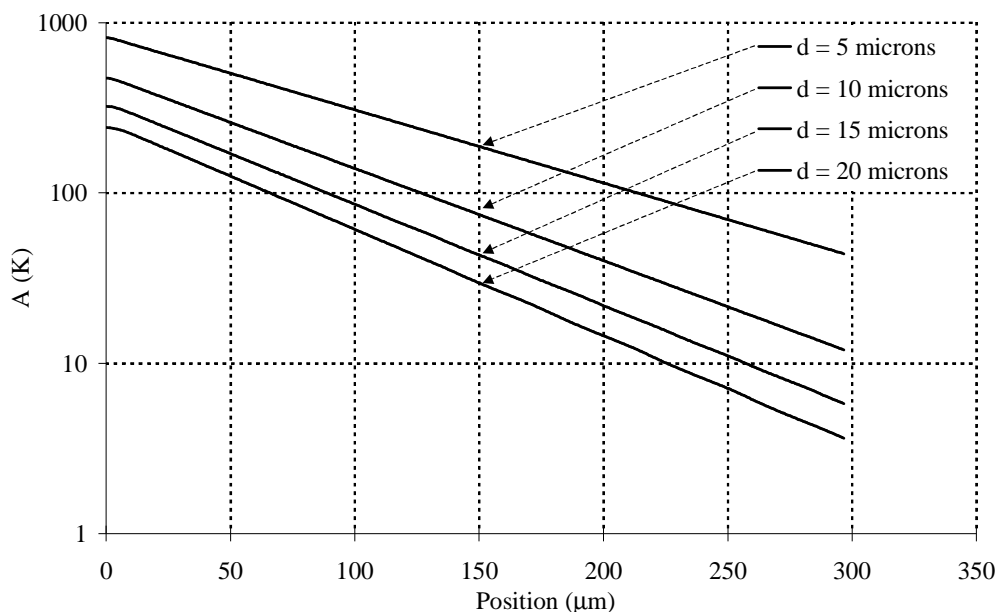


figure 4.29 : Amplitude selon z , pour une fibre isotrope avec : $\lambda_L = 1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, $f = 20 \text{ Hz}$, $T_0 = 2000 \text{ K}$ et un diamètre variable.

Les résultats obtenus pour une faible conductivité thermique, à une fréquence moyenne et pour une température élevée font essentiellement ressortir l'influence du diamètre sur le flux

échangé par rayonnement par la surface extérieure de la fibre. En effet, à la position $z = 0$ où l'amplitude est maximale, il apparaît une importante chute de ce maximum lorsque le diamètre de la fibre augmente passant ainsi de 800 K pour un diamètre de 5 μm à 250 K lorsque le diamètre est de 20 μm . En revanche, lorsque le diamètre augmente, la zone où le transfert est tridimensionnel augmente mais reste toujours négligeable devant la longueur maximale de diffusion.

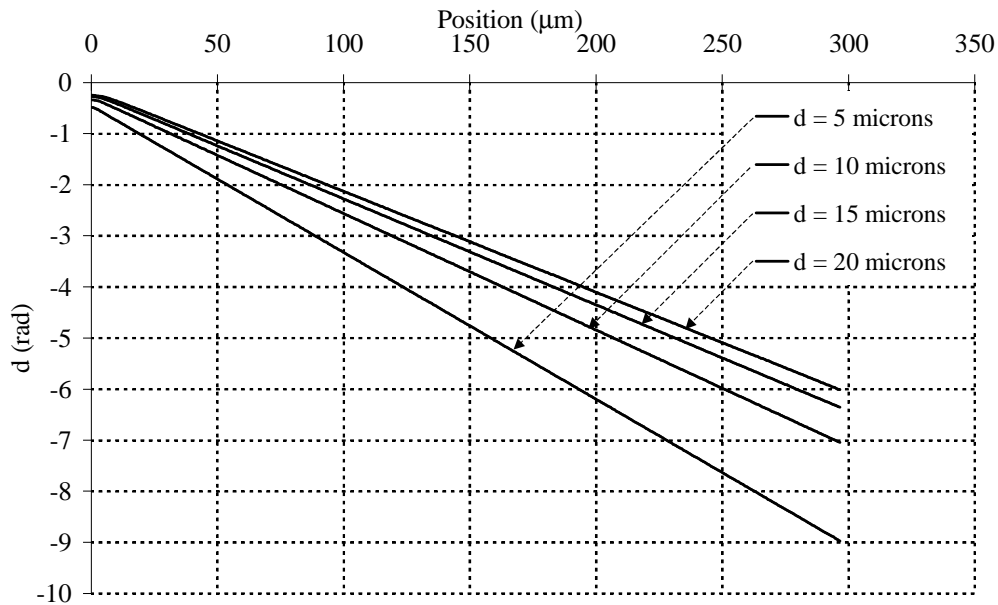


figure 4.30 : Phase selon z , pour une fibre isotrope avec : $\lambda_L = 1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, $f = 20 \text{ Hz}$, $T_0 = 2000 \text{ K}$ et un diamètre variable.

De la même façon, toutes ces remarques peuvent être appliquées à l'évolution du profil de phase qui varie inversement proportionnellement à son homologue. En effet, l'augmentation des pertes par rayonnement couplée à une hausse du diamètre va créer une diminution (en valeur absolue) de la pente entre la phase et la position par rapport à l'excitation. De plus, l'observation de la phase au voisinage de l'excitation montre une extension de la zone où le transfert est tridimensionnel lorsque le diamètre de la fibre augmente. Ce résultat est logique puisque la résistance thermique dans la direction transverse dépend d'une part de la conductivité thermique mais également de l'épaisseur.

Enfin, la taille du matériau à caractériser n'influe pas sur la mesure des profils d'amplitude et de phase. Seules les pentes vont être affectées par l'augmentation de la surface d'échange, ce qui favorise les pertes de chaleur par rayonnement avec le milieu environnant.

6. Influence du diamètre du faisceau de focalisation

Un dernier point concerne les aspects liés à la focalisation du faisceau laser dont la taille est typiquement de 1 à 2 μm sur une fibre dont le diamètre varie entre 5 et 20 μm . Cette opération est assez difficile lorsque le diamètre des fibres est très faible. De plus,

un certain nombre de vibrations du système peuvent engendrer des mouvements de la fibre par rapport au point focal de l'objectif de microscope. Ainsi, il convient de tester l'influence d'une mauvaise focalisation sur les profils d'amplitude et de phase de la température périodique. Pour cela, les cas correspondants à des tailles différentes de faisceau, allant de 1 à 20 μm , ont été générés. Les résultats obtenus sont présentés (figure 4.31) pour le profil d'amplitude et (figure 4.32) pour le profil de phase.

Concernant le profil en amplitude, l'influence d'une mauvaise focalisation est importante pour l'échauffement et peu importante pour la résolution spatiale. En effet, lorsque le faisceau est bien focalisé avec un rayon de la gaussienne égal à 1 μm , l'échauffement local est très important (250 K) et la décroissance exponentielle de l'amplitude est très marquée. En revanche, lorsque la taille du rayon du faisceau gaussien atteint 20 μm , l'échauffement local est divisé par 20, ce qui est normal puisque augmenter la taille du rayon, revient à diminuer la densité de puissance apportée. De la même façon, une augmentation de la taille de la zone perturbée sera engendrée par une mauvaise focalisation.

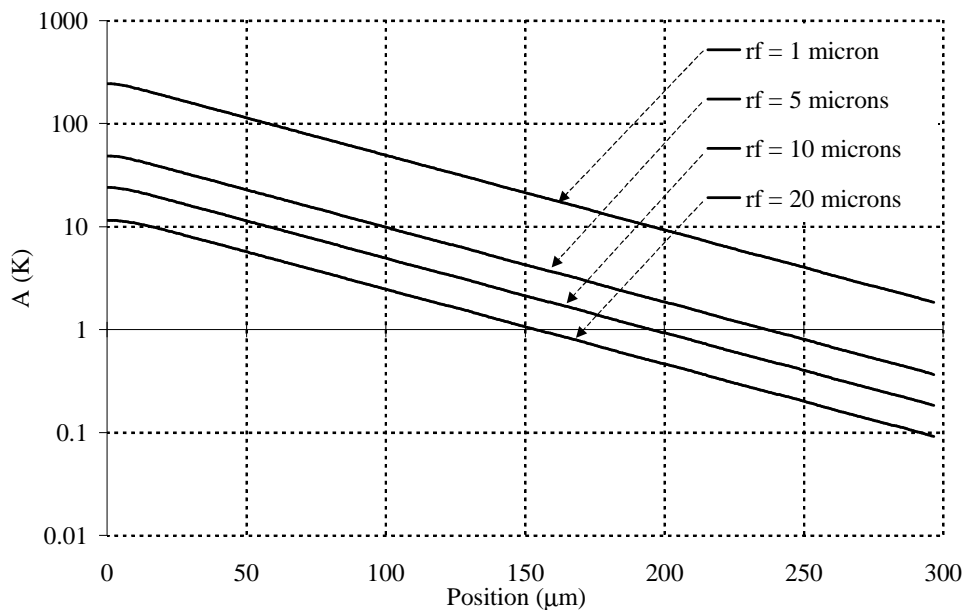


figure 4.31 : Amplitude selon z , pour une fibre isotrope avec : $\lambda_L = 1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, $f = 20 \text{ Hz}$, $T_0 = 2000 \text{ K}$ et un rayon du faisceau focalisé variable.

Pour le profil de phase, ce phénomène est plus marqué avec une évolution constante de la phase sur la face opposée à l'excitation. En revanche, au delà de cette distance, l'augmentation du rayon du faisceau gaussien n'influe pas sur la valeur de la pente entre la phase et la position.

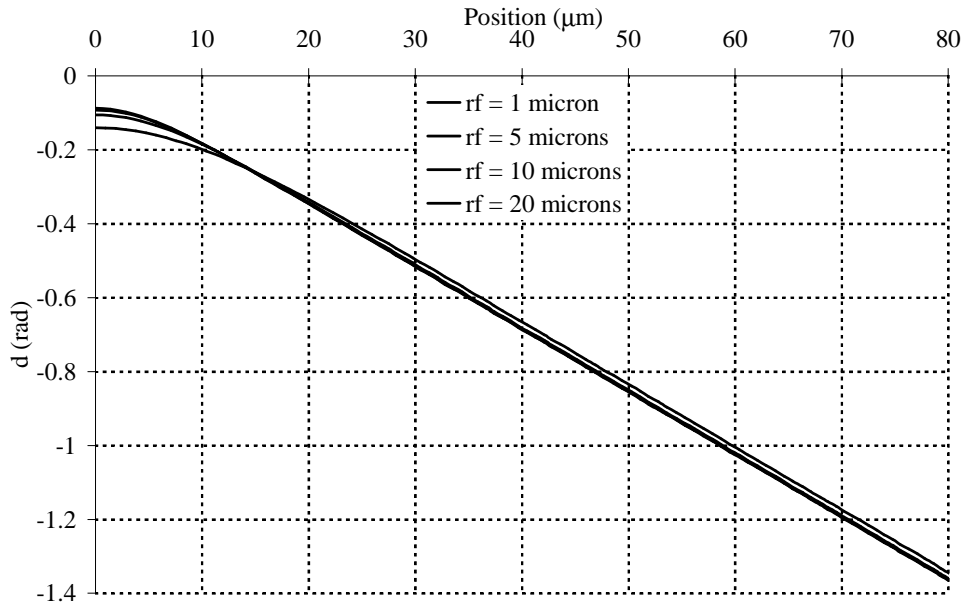


figure 4.32 : Phase selon z , pour une fibre isotrope avec : $\lambda_L = 1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, $f = 20 \text{ Hz}$, $T_0 = 2000 \text{ K}$ et un rayon du faisceau focalisé variable.

Enfin, il est important de travailler à la limite de focalisation lorsque les matériaux sont isotropes transverses. Ceci, pour ne pas augmenter la zone où le gradient de phase dans le sens longitudinal est quasiment nul. De même, lorsque les matériaux sont bons conducteurs, il faut garantir un échauffement local suffisant, surtout à très haute température où le fond continu matérialisé par la température moyenne est important.

7. Conclusion

Pour finaliser cette étude riche en informations et révélatrice des problèmes posés par certains matériaux, deux catégories de paramètres peuvent être distinguées. Dans la première, il s'agit de classer ceux qui n'influencent pas ou peu sur les résultats obtenus lors des simulations :

⇒ **Le diamètre des fibres** n'influe pas sur l'évolution linéaire entre le déphasage et la position par rapport à l'excitation. Ce dernier agira sur l'influence des pertes subies par le matériau, ceci en raison de la variation de la surface d'échange entre la fibre et le milieu environnant. Cela se traduira par une forte diminution, à la fois de l'amplitude du signal résultant de l'excitation mais également de la pente du profil de phase, lorsque les pertes et par conséquent le diamètre des fibres augmentent.

⇒ **La dimension du faisceau laser focalisé** sur la fibre et supposé gaussien, n'est pas un facteur dont l'influence est grande surtout sur le profil de phase. En revanche, plus le rayon de la gaussienne est petit, plus la densité de puissance apportée au système sera grande et la zone où le transfert est tridimensionnel sera petite devant la longueur de diffusion.

⇒ **La température moyenne de la fibre** n'a pas d'influence négative sur la diffusion de la chaleur au sein de la fibre. Au contraire, il a été montré que lorsque la température devenait importante, les pertes jouaient un rôle d'homogénéisation de l'onde thermique en « lissant » le profil d'amplitude, créant ainsi une diminution significative de l'amplitude maximale au niveau du point de focalisation et en propageant cette onde au delà de la simple limite de diffusion.

Dans la seconde catégorie, il faut classer les paramètres pour lesquels des précautions seront nécessaires. C'est notamment le cas des fibres dont :

⇒ **La conductivité thermique est faible** ($\approx 1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) puisque la résolution spatiale, inhérente à la taille de la zone de détection, engendre une non linéarité sur les profils d'amplitude et de phase. Cependant, le cas qui a été traité (figure 4.22 et 4.23) est déjà extrême et il sera toujours possible de diminuer la fréquence d'excitation pour avoir une longueur de diffusion au moins 2 fois supérieure à $125 \mu\text{m}$. Le seul problème lié à la diminution de la fréquence vient de l'augmentation de l'influence des pertes par rayonnement.

⇒ **L'anisotropie** entre la conductivité thermique dans la direction longitudinale et transverse est également un point important qui peut engendrer des non linéarités sur une distance d'environ $100 \mu\text{m}$ par rapport à l'excitation laser (figure 4.27 et 4.28) pour les cas les plus extrêmes ($\lambda_L/\lambda_T = 100$ et $\lambda_L = 10 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$).

FINALEMENT, DE L'ENSEMBLE DE CES RESULTATS ET POUR QUASIMENT TOUTES LES CONFIGURATIONS SIMULEES, LE TRANSFERT DE CHALEUR PEUT ETRE SUPPOSE UNIDIRECTIONNEL AU DELA DE LA ZONE PERTURBEE PAR L'EXCITATION LASER LOCALISEE. EN EFFET, CETTE DERNIERE, SOUVENT INFERIEURE A $20 \mu\text{m}$ EST NEGLIGEABLE DEVANT LA LONGUEUR DE DIFFUSION QUI PEUT FACILEMENT ATTEINDRE PLUSIEURS MILLIMETRES. DE MEME, LORSQUE LES FIBRES SONT TRES ANISOTROPES, CETTE ZONE NE DEPASSE PAS $100 \mu\text{m}$, CE QUI PERMETTRA TOUJOURS DE DIMINUER LA FREQUENCE DE MODULATION POUR OBTENIR UNE LONGUEUR DE DIFFUSION PLUSIEURS FOIS SUPERIEURE A CETTE LIMITE.

B. Résolution analytique 1D

A travers un grand nombre de simulations, il a été prouvé que l'utilisation d'un modèle 1D était légitime. Cependant, la configuration expérimentale propre au système de détection de la réponse en température (figure 4.33) implique que la mesure de cette dernière s'effectue sur une longueur fonction du grandissement du système optique (lentilles confocales).

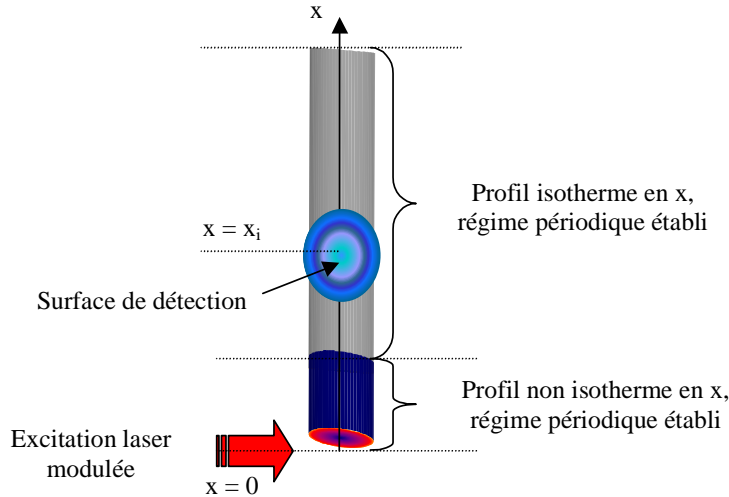


figure 4.33 : Schéma du système thermique périodique 1D à résoudre.

Pour tester l'influence d'une telle détection sur la méthode développée, deux résolutions analytiques seront effectuées : la première consiste à supposer que la température mesurée est ponctuelle, la seconde consistera à intégrer cette réponse selon l'intervalle représenté par la taille de la zone de détection.

1. Modèle avec flux imposé et température mesurée supposée ponctuelle

Un modèle 1D en régime périodique établi (figure 4.33) peut suffire dans notre configuration expérimentale, pour identifier la diffusivité thermique. L'approche analytique consiste à supposer la source d'excitation comme un flux imposé à la fibre et à traiter la mesure du déphasage comme ponctuelle ou intégrée sur l'ensemble de la zone visée. Dans ce premier cas, le bilan thermique à résoudre s'écrit :

$$\left\{ \begin{array}{l} \lambda \frac{\partial^2 T(x,t)}{\partial x^2} - \frac{h p (T(x,t) - T_a)}{S} = \rho c_p \frac{\partial T(x,t)}{\partial t} \\ \text{en } x=0 : -\lambda_L \frac{\partial T(x,t)}{\partial x} \Big|_0 = \varphi_0 + \Delta\varphi_0 \sin(\omega t) \\ \text{quand } x \rightarrow \infty, T(x,t) \text{ est finie} \\ T(x,0) = T_{perm}(x) \end{array} \right. \quad (4.9)$$

La résolution de ce système (annexe D.1) consiste à décomposer le système d'équation (4.9) en une composante moyenne et oscillante.

La résolution respective des sous systèmes conduit aux expressions suivantes des températures pour la composante moyenne :

$$T_m(x) = T_{perm} + \frac{\varphi_0}{\lambda_L S H} e^{-Hx} \quad (4.10)$$

avec :

$$H = \frac{4 \varepsilon \sigma F T_m^3 p}{\lambda S} \quad (4.11)$$

puis pour la composante modulée :

$$\tilde{T}(x,t) = \bar{T} e^{i\omega t} = \left(\frac{\Delta\varphi_0}{\alpha(a,Q,f)\lambda_L} e^{-\alpha(a,Q,f)x} \right) e^{i\omega t} \quad (4.12)$$

avec les relations suivantes pour cette dernière :

$$\begin{aligned} \alpha(a,Q,f) &= \alpha_R + i\alpha_i \\ \alpha_R(a,Q,f) &= \frac{1}{\sqrt{a}} \sqrt{Q + \sqrt{(Q)^2 + (\pi f)^2}} \\ \alpha_i(a,Q,f) &= \frac{1}{\sqrt{a}} \sqrt{-Q + \sqrt{(Q)^2 + (\pi f)^2}} \\ Q &= \frac{h p}{2 \rho c_p S} \end{aligned} \quad (4.13)$$

De l'expression (4.12) de la température complexe de la composante modulée, les calculs du déphasage (4.15) et de l'amplitude (ou module) (4.16) peuvent être effectués, ce qui conduit à l'expression suivante du déphasage :

$$d(a,Q,f,x) = -\alpha_i(a,Q,f)x - K_u(a,Q,f) \quad (4.14)$$

où :

$$K_u(a,Q,f) = \arctan\left(\frac{\alpha_i}{\alpha_R}\right) \quad (4.15)$$

Une cartographie (figure 4.34) du déphasage à différentes fréquences relatives à la gamme complète du modulateur électromécanique et pour différentes positions peut être présentée.

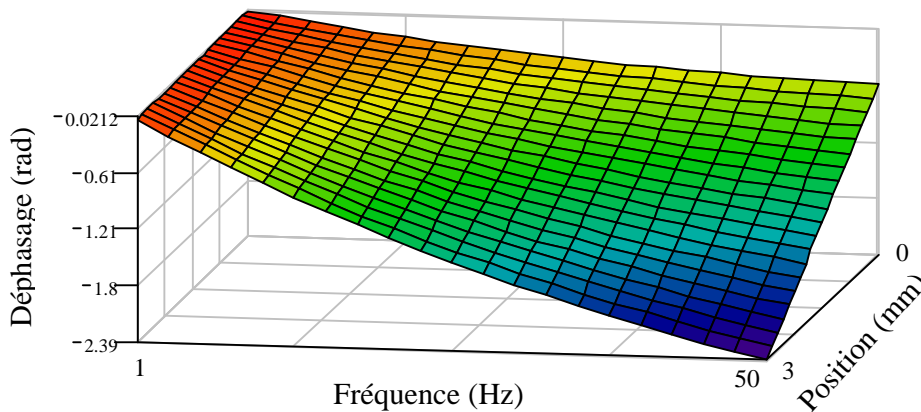


figure 4.34 : Schéma du système thermique périodique 1D à résoudre.

Sur ce tracé, l'évolution linéaire du déphasage en fonction de la position est mise en évidence, avec une augmentation de la pente de ce dernier lorsque la fréquence augmente. De même, il faut noter une évolution en racine carré du déphasage par rapport à la fréquence. De la même façon, à partir de l'expression analytique suivante de l'amplitude résultant du calcul du module de la température complexe :

$$A(a, Q, f, x) = K_v(a, Q, f) e^{-\alpha_R(a, Q, f)x} \quad (4.16)$$

où :

$$K_v(a, Q, f) = \frac{\Delta\varphi_0}{\lambda_L \sqrt{\alpha_R^2 + \alpha_i^2}} \quad (4.17)$$

une représentation sous forme de cartographie (figure 4.35) peut être réalisée :

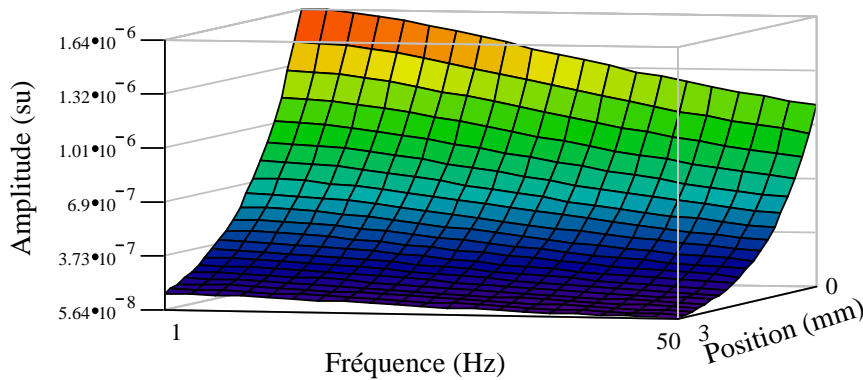


figure 4.35 : Schéma du système thermique périodique 1D à résoudre.

Ce tracé met bien en évidence la décroissance exponentielle de l'amplitude lorsque la distance par rapport à l'excitation laser augmente. Cette décroissance est d'autant plus rapide que la fréquence de modulation de l'excitation augmente. De même, une augmentation de cette fréquence entraîne une diminution du niveau moyen de l'amplitude.

Ce premier calcul fait apparaître la possibilité de travailler en utilisant soit le **déphasage** (4.14), soit l'**amplitude** (4.16) de la température modulée. Même si de manière générale, les méthodes proposées dans la littérature utilisent ces deux méthodes, il est possible de bâtir une **troisième méthode** issue de l'expression (D.10) qu'il convient de rappeler ici :

$$\begin{cases} \alpha_R^2 - \alpha_i^2 = H \\ \alpha_R \alpha_i = \frac{\pi f}{a} \end{cases} \quad (4.18)$$

Cette dernière est très intéressante puisqu'elle permet de s'affranchir de la présence des pertes lorsqu'on effectue le produit entre la composante réelle et imaginaire de la

température modulée et à l'inverse, d'isoler les pertes lorsqu'on travaille sur la différence au carré. Par conséquent, la disponibilité de ces trois méthodes va permettre une confrontation visant à retenir la plus performante et la mieux adaptée à nos conditions de mesures.

2. Modèle avec flux imposé et température intégrée sur la surface mesurée

La résolution d'un tel problème est identique au cas ponctuel, il suffit juste d'intégrer les réponses en température obtenues respectivement pour la composante moyenne (4.10) et pour la composante modulée (4.12), le long de la zone de détection L_d (annexe D.2). Il convient de rappeler que cette longueur d'environ 125 μm résulte du grandissement du système optique constitué de lentilles confocales qui sont placées entre la fibre et le détecteur infrarouge. Dans ces conditions, l'expression de la température moyenne devient :

$$T_m(x) = T_{perm} + \frac{\varphi_0}{\lambda_L S H} \frac{(1 - e^{-\alpha L_d})}{\alpha L_d} e^{-Hx} \quad (4.19)$$

et celle de la température modulée s'écrit :

$$\tilde{T}(x,t) = \bar{T} e^{i\omega t} = \frac{\Delta\varphi_0 e^{-\alpha_R x}}{\lambda_L [(\alpha_R^2 - \alpha_i^2) + 4\alpha_R^2 \alpha_i^2]} (R + iS) e^{i\omega t} \quad (4.20)$$

avec les relations suivantes pour R et S :

$$\begin{aligned} R &= [ab - cd] e^{-\alpha_R L_d} \\ S &= [-ac - bd] e^{-\alpha_R L_d} \\ a &= (\alpha_R^2 - \alpha_i^2) \cos(\alpha_i x) - 2\alpha_i \alpha_R \sin(\alpha_i x) \\ b &= \cos(\alpha_i L_d) - 1 \\ c &= (\alpha_R^2 - \alpha_i^2) \sin(\alpha_i x) + 2\alpha_i \alpha_R \cos(\alpha_i x) \\ d &= \sin(\alpha_i L_d) \end{aligned} \quad (4.21)$$

Avec toujours les mêmes expressions que celles obtenues dans le cas ponctuel (4.13) pour α_i et α_R . Ce qui permet d'exprimer la composante propre au déphasage :

$$d(a, Q, L_d, f, x) = -\alpha_i(a, Q, f)x - K_w(a, Q, f, L_d) \quad (4.22)$$

$$K_w(a, Q, L_d, f) = \text{arctg} \left[\frac{1 - \beta^2 + 2K\beta}{K - 2\beta - K\beta^2} \right]$$

où :

$$K = \frac{\cos(\alpha_i L_d) - 1}{\sin(\alpha_i L_d)} \quad (4.23)$$

$$\beta = \frac{\alpha_i}{\alpha_R}$$

et celle liée à l'amplitude :

$$A(a, Q, L_d, f, x) = K_x(a, Q, L_d, f) e^{-\alpha_R(a, Q, f)x} \quad (4.24)$$

avec :

$$K_x(a, Q, L_d, f) = \frac{\Delta\varphi_0}{\lambda} \sqrt{\frac{e^{-2\alpha_R L_d} - 2\cos(\alpha_i L_d) e^{-\alpha_R L_d} + 1}{(\alpha_i^2 + \alpha_R^2)^2 + 4\alpha_i^2 \alpha_R^2}} \quad (4.25)$$

Il faut noter que l'intégration de la température complexe n'apporte **aucune modification à la pente de l'expression linéaire du déphasage** puisque la grandeur, fonction de la taille de la zone de détection, se retrouve uniquement dans le terme représentatif de l'ordonnée à l'origine. Concernant l'expression de **l'amplitude**, le terme présent dans **l'exponentielle n'est pas modifié**. Seule la constante multiplicative va être modifiée par la prise en compte de l'intégration. De la même façon, **la méthode** combinant les **composantes réelle et imaginaire** issues de la relation (4.18) **n'est pas modifiée**.

Désormais, seul le modèle prenant en compte l'intégration de la température complexe sera conservé, car ce dernier est beaucoup plus fidèle à la réalité.

Ainsi, trois méthodes sont disponibles pour identifier la diffusivité thermique. Sachant que la modélisation effectuée précédemment n'a pas permis de plébisciter deux de ces méthodes (amplitude et phase), il est nécessaire de tester la sensibilité de ces trois modèles selon les configurations expérimentales propres au dispositif de mesure développé.

3. Etude de sensibilité aux paramètres du modèle développé

Dans un premier temps, la sensibilité au déphasage de la température périodique va être étudiée. Le calcul est réalisé à partir de l'expression (4.22) du déphasage intégré et selon la formule déjà présentée¹. Le déphasage est caractérisé par trois paramètres qui sont : la diffusivité a , les pertes par rayonnement Q et la longueur de la zone intégrée L_d , et par deux variables : la position par rapport à l'excitation z et la fréquence de modulation f de l'excitation. Par conséquent, la sensibilité sera représentée sous forme de cartographies dont l'abscisse et l'ordonnée représentent respectivement la position et la fréquence.

SENSIBILITE DU DEPHASAGE DE LA TEMPERATURE COMPLEXE

Tout d'abord, la sensibilité par rapport à la diffusivité peut être représentée (figure 4.36) sur une gamme de fréquence et une position allant respectivement de 1 à 50 Hz et de 0 à 3 mm :

¹ $S_\beta = \beta \frac{\partial F(\beta)}{\partial \beta}$.

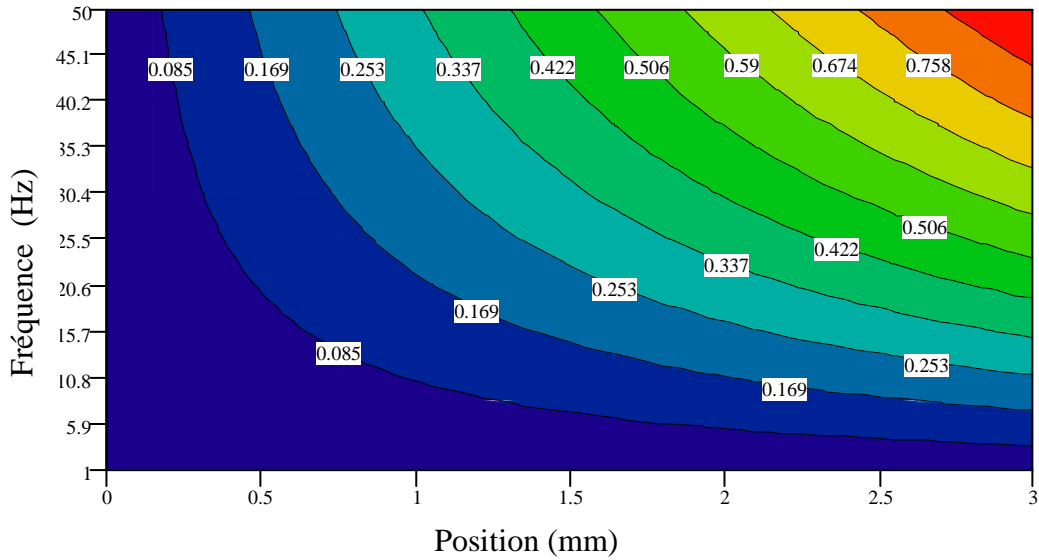


figure 4.36 : Sensibilité à la diffusivité pour le déphasage de la température complexe.

Cette cartographie montre que la sensibilité à la diffusivité est faible lorsque la mesure est effectuée à basse fréquence ($f < 10$ Hz) cela quel que soit l'éloignement par rapport à l'excitation. De la même façon, et indépendamment de la fréquence, la sensibilité sera minimale pour des faibles distances ($x < 0.5$ mm). En revanche, la sensibilité à la diffusivité sera maximale dès lors que la position et la fréquence sont grandes.

Dans les mêmes conditions, la sensibilité du déphasage par rapport aux pertes est représentée (figure 4.37) :

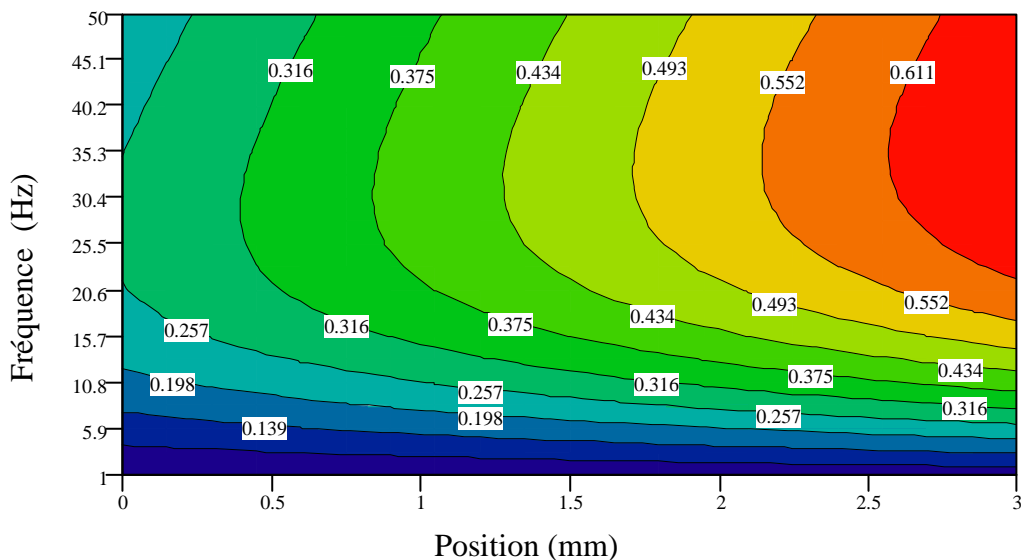


figure 4.37 : Sensibilité aux pertes pour le déphasage de la température complexe.

La cartographie de cette sensibilité est plus intéressante puisqu'il apparaît à basse fréquence ($f < 10$ Hz), que le déphasage n'est pas sensible aux pertes quelle que soit la position.

A l'inverse, pour des fréquences plus élevées, la sensibilité aux pertes dépend essentiellement de la position par rapport à l'excitation.

Finalement, la représentation de la sensibilité par rapport à la longueur de la zone de détection (figure 4.38) montre que cette dernière est constante quelle que soit la position avec une tendance à augmenter constamment quand la fréquence augmente.

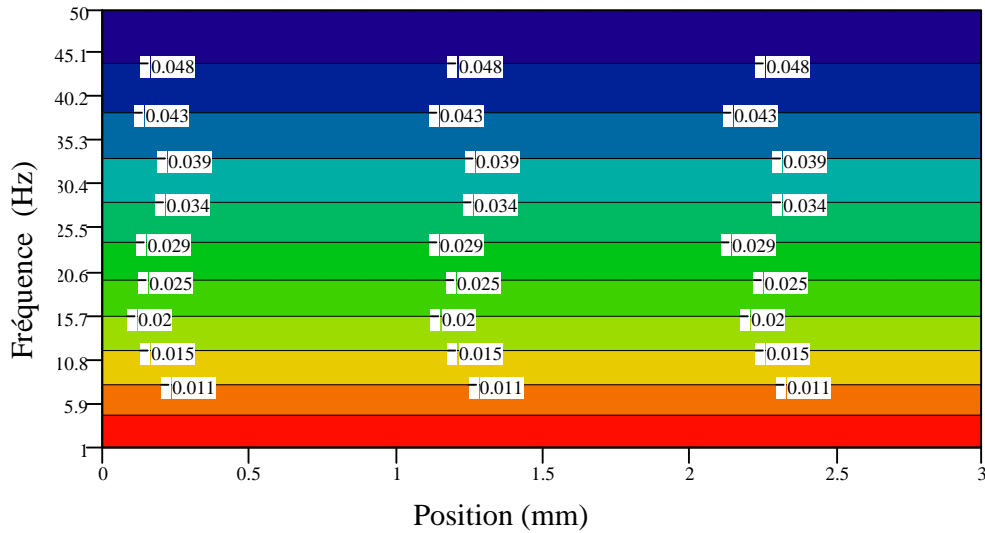


figure 4.38 : Sensibilité à la longueur de détection pour le déphasage de la température complexe.

Cette étude où les résultats étaient prévisibles en ce qui concerne la sensibilité à la diffusivité et à la longueur de détection permet de bien visualiser les conditions expérimentales à adopter lors des essais. Par contre, la sensibilité aux pertes met en évidence une corrélation avec la diffusivité pour les basses fréquences.

SENSIBILITE DE L'AMPLITUDE DE LA TEMPERATURE COMPLEXE

Une étude similaire peut être réalisée sur le modèle en amplitude.

Dans un premier temps, l'influence de la sensibilité à la diffusivité est tracée (figure 4.39) :

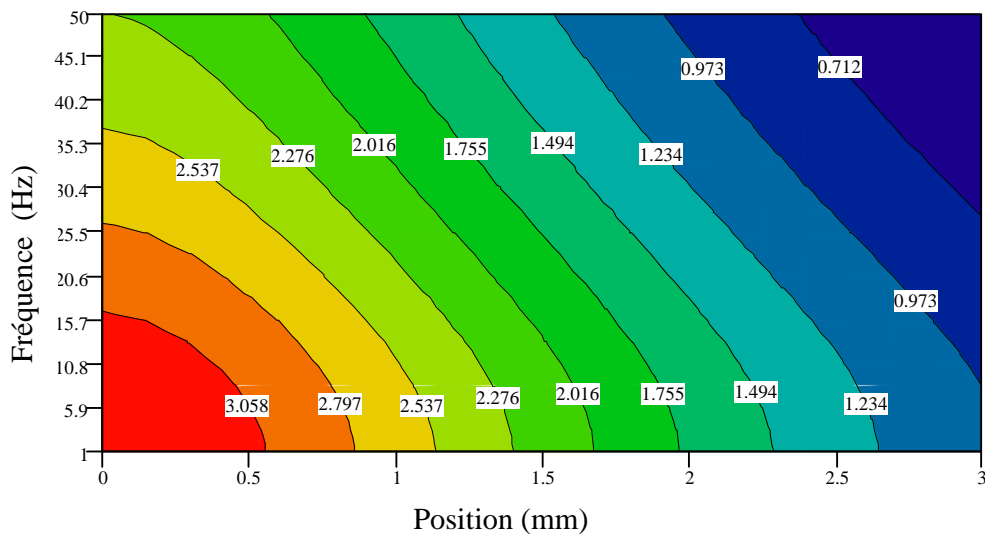


figure 4.39 : Sensibilité à la diffusivité pour l'amplitude de la température complexe.

Contrairement à son homologue (phase), la sensibilité à la diffusivité de l'amplitude est maximale lorsque la position et la fréquence sont inférieures à 0.5 mm et 15 Hz, alors qu'elle devient minimale lorsque ces grandeurs augmentent. Par contre, l'allure quasiment concentrique de cette sensibilité permet de réaliser des mesures sur une gamme de fréquence et de position assez étalée tout en conservant une sensibilité constante.

La représentation de la sensibilité aux pertes (figure 4.40) présente le même comportement que pour la diffusivité :

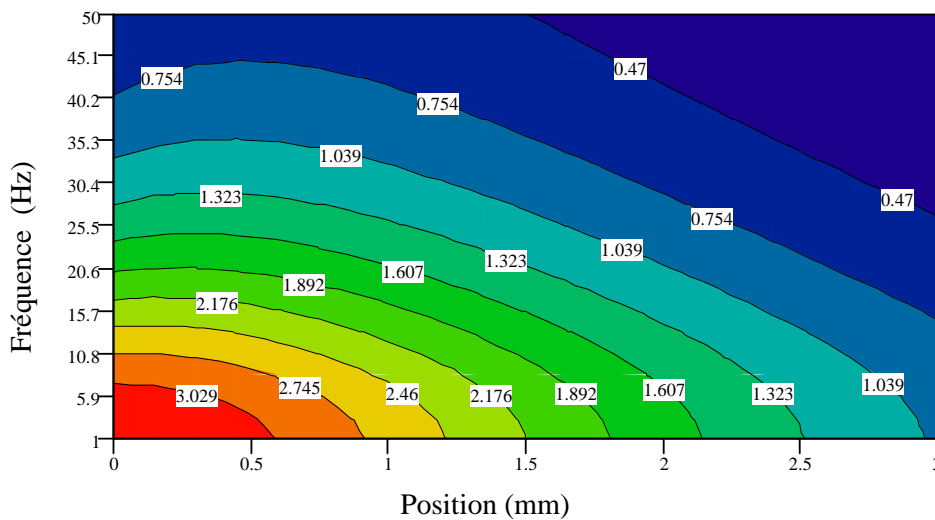


figure 4.40 : Sensibilité aux pertes pour l'amplitude de la température complexe.

En effet, la sensibilité est maximale au voisinage de l'excitation, ce qui est normal puisque en ces points, la température est également maximale, favorisant ainsi les échanges par rayonnement. Par contre, au delà de cette zone, cette sensibilité reste importante à basse fréquence cela indépendamment de la position et devient minimale loin de l'excitation et à haute fréquence.

Finalement, la sensibilité à la taille de la zone de détection est représentée (figure 4.41) :

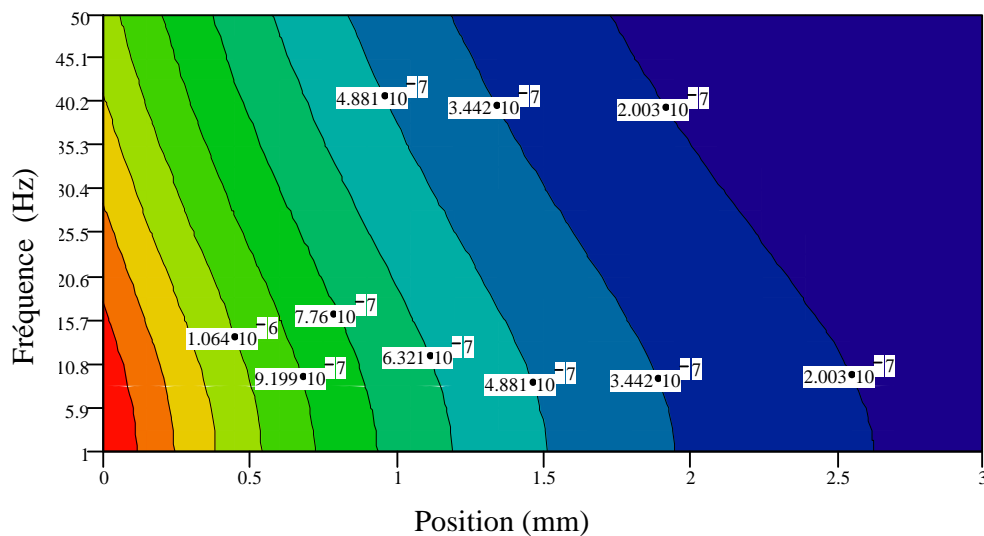


figure 4.41 : Sensibilité à la longueur de détection pour l'amplitude de la température complexe.

Contrairement à son homologue, sur ce modèle en amplitude, la sensibilité à L_d est moins dépendante de la fréquence (quasi constante). En revanche, elle est maximale au voisinage de l'excitation (zone de plus grande pente) alors qu'elle devient minimale pour x grand.

En conclusion, la méthode qui consisterait à utiliser directement les expressions complètes du déphasage ou de l'amplitude ne semble pas très judicieuse. D'une part, la présence dans les modèles du terme correspondant à l'ordonnée à l'origine où l'on trouve une dépendance par rapport à la longueur de détection, qui en pratique, n'est pas connue très précisément serait pénalisant. D'autre part, l'étude de sensibilité entre les différents paramètres de ces modèles fait apparaître une forte corrélation entre la sensibilité à la diffusivité et aux pertes. Par contre, il est intéressant de noter que les sensibilités entre ces deux modèles sont en oppositions. En effet, que ce soit pour les pertes ou pour la diffusivité, lorsque la sensibilité est maximale sur l'amplitude celle du déphasage est minimale. En revanche, un compromis devra être trouvé expérimentalement puisque la mesure est effectuée à l'aide d'un amplificateur à détection synchrone où les deux composantes sont importantes pour obtenir une mesure de qualité.

4. Conclusion et présentation du principe d'estimation

Dans cette partie, un modèle permettant de décrire le transfert de chaleur 1D de la température modulée intégrée sur une longueur représentative de la taille de la zone de détection a été développé. Ce dernier se décompose en deux systèmes, l'un lié au déphasage et l'autre à l'amplitude de la température complexe. Une première étude de sensibilité sur l'expression complète de ces modèles a permis de montrer une forte corrélation entre ces derniers, cela indépendamment des paramètres. De plus, le paramètre L_d dont la grandeur est connue avec peu de précision et pour lequel une identification par méthode inverse est difficile (voir étude de sensibilité) intervient uniquement dans l'ordonnée à l'origine des deux modèles. Par conséquent, l'estimation sera réalisée en utilisant uniquement la pente du déphasage ou du terme exponentiel de l'amplitude. Ce choix est justifié par de multiples raisons qu'il convient de préciser :

- ⇒ Tout d'abord, la pente ne dépend pas de L_d (surface de détection).
- ⇒ Son calcul ne nécessite pas de connaître avec précision le déplacement absolu selon z , mais seulement un déplacement relatif.
- ⇒ Seule une mesure relative de la température complexe est nécessaire, il suffit seulement que la phase et l'amplitude soient rapportées à la même référence.

Ainsi, la démarche expérimentale sera de mesurer le déphasage en fonction de z pour une fréquence f_0 donnée, puis de calculer la pente $\alpha_i(a, Q, f_0)$ entre le déphasage et la position ainsi que le logarithme de la pente $\alpha_r(a, Q, f_0)$ de l'amplitude avec la position puis de réitérer cette opération pour différentes fréquences, f variant de 0 à N . Ensuite, une minimisation au sens des moindres carrés entre les pentes déterminées aux différentes

fréquences et les expressions analytiques de la pente du déphasage (4.22) et de l'amplitude (4.24) permettra d'identifier simultanément les pertes Q et la diffusivité thermique a , ceci pour une température donnée.

C. Estimation par méthode inverse

Cette partie est consacrée au développement d'une méthode d'estimation de la diffusivité thermique et des pertes, cela à partir de l'expression des pentes de chacun des modèles développés (amplitude ou phase) qu'il convient de rappeler brièvement. Pour la pente du déphasage qui évolue linéairement avec la position, sa formulation est :

$$\alpha_i(a, Q, f) = \frac{l}{\sqrt{a}} \sqrt{-Q + \sqrt{Q^2 + (\pi f)^2}} \quad (4.26)$$

alors que pour l'amplitude, il faut exprimer son logarithme en fonction de la position pour obtenir l'expression suivante de la pente :

$$\alpha_R(a, Q, f) = \frac{1}{\sqrt{a}} \sqrt{Q + \sqrt{Q^2 + (\pi f)^2}} \quad (4.27)$$

avec :

$$Q = \frac{4 \varepsilon \sigma T_m^3 p}{\rho c_p S} \quad (4.28)$$

Chacune de ces expressions est composée des deux paramètres à estimer et d'une variable représentée par la fréquence des excitations.

Finalement, pour le produit des deux, la relation s'écrit :

$$\begin{cases} \alpha_R^2 - \alpha_i^2 = H \\ \alpha_R \alpha_i = \frac{\pi f}{a} \end{cases} \quad (4.29)$$

avec :

$$H = \frac{4 \varepsilon \sigma T_m^3 p}{\lambda S} \quad (4.30)$$

Dans un premier temps, la sensibilité aux paramètres va être étudiée. Ainsi, à partir des relations (4.26), (4.27) et (4.29) un calcul analytique basé sur l'expression déjà définie¹ permet d'obtenir les sensibilités suivantes, pour le modèle en déphasage :

$$\begin{aligned} S_{\alpha_{i_a}} &= -0.5 \alpha_i(a, Q, f) \\ S_{\alpha_{i_Q}} &= -0.5 \frac{Q}{\sqrt{Q^2 + (\pi f)^2}} \alpha_i(a, Q, f) \end{aligned} \quad (4.31)$$

¹ $S_{\beta} = \beta \frac{\partial F(\beta)}{\partial \beta}$.

pour le modèle en amplitude :

$$\begin{aligned} S\alpha_{Ra} &= -0.5 \alpha_R(a, Q, f) \\ S\alpha_{RQ} &= 0.5 \frac{Q}{\sqrt{Q^2 + (\pi f)^2}} \alpha_R(a, Q, f) \end{aligned} \quad (4.32)$$

et pour le modèle couplé :

$$S\alpha_i \alpha_{Ra} = \frac{\pi f}{a} \quad (4.33)$$

1. Etude de sensibilité aux paramètres à identifier

L'observation des expressions (4.31), (4.32) et (4.33) permet de déduire que la sensibilité à la diffusivité sera d'autant plus faible que cette dernière est grande et qu'à l'inverse, la sensibilité aux pertes sera d'autant plus importante que ces dernières seront élevées. Cependant, il est intéressant d'étudier le rapport entre la sensibilité aux pertes et à la diffusivité. Pour cela, trois cas sont testés pour une même diffusivité thermique longitudinale ($a = 2.212 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$), avec une variation des pertes choisie de sorte que l'ensemble de la gamme de température soit couverte (600, 1200 et 2000 K), et les grandeurs suivantes pour les termes présents dans l'expression (4.28) des pertes : $\varepsilon = 1$, $d = 10 \text{ } \mu\text{m}$, $\rho = 2260 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$ et $c_p = 2000 \text{ J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$.

Tout d'abord, la sensibilité du modèle (4.29) sur la diffusivité peut être présentée (figure 4.42) :

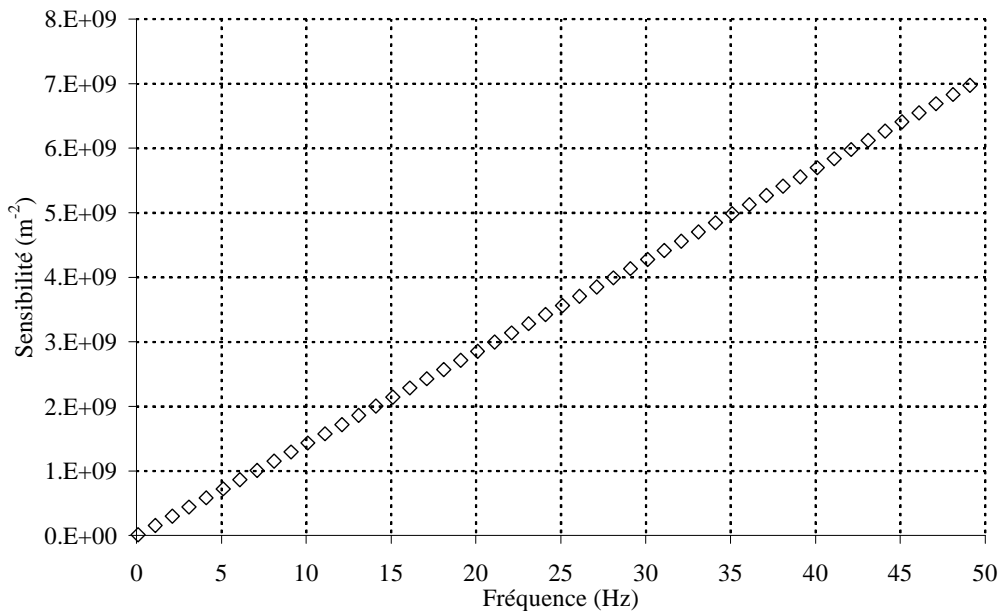


figure 4.42 : Sensibilité pour $a = 2.212 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ du modèle (4.29).

En effet, ce modèle insensible aux pertes, va présenter la même sensibilité pour tous les cas. Il faut noter que sa sensibilité très importante varie linéairement avec la fréquence.

De la même façon, le résultat du premier calcul (figure 4.43) pour une température de 600 K, ce qui correspond à des pertes égales à 2.168 s^{-1} peut être présenté :

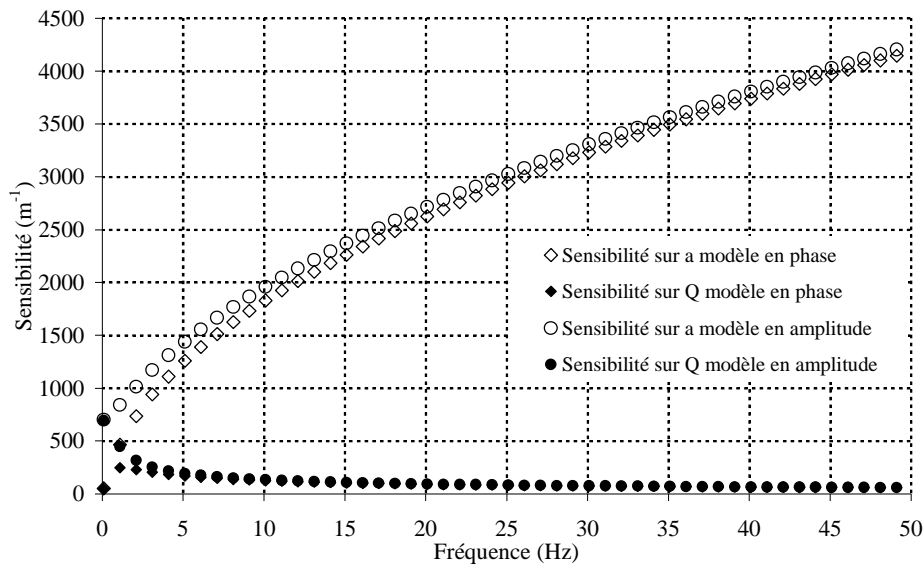


figure 4.43 : Sensibilité des pentes des modèles en amplitude et en phase pour de faibles pertes, $Q = 2.168 \text{ s}^{-1}$ avec $T_m = 600 \text{ K}$ et $a = 2.212 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$.

Il apparaît clairement que la sensibilité à la diffusivité est quasiment équivalente pour les deux modèles, ce qui est normal puisque d'après leurs formulations analytiques, lorsque $Q \rightarrow 0$, ils sont égaux. La même remarque peut être effectuée en ce qui concerne la sensibilité aux pertes. En revanche, la sensibilité à la diffusivité est beaucoup plus importante que celle liée aux pertes, et aucune corrélation entre ces deux paramètres existe. Ensuite, le calcul mené (figure 4.44) pour une température de 1200 K, ce qui correspond à $Q = 17.341 \text{ s}^{-1}$ peut être présenté :

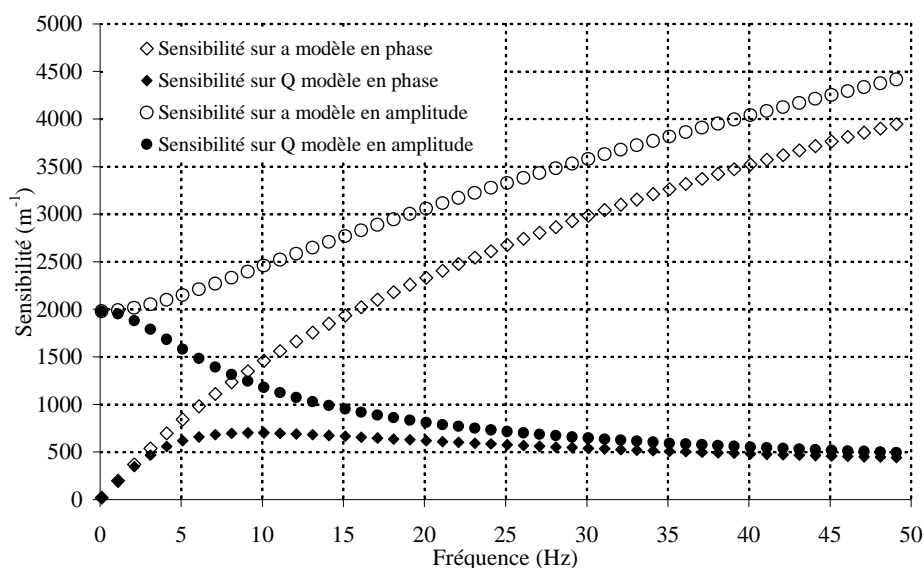


figure 4.44 : Sensibilité des pentes des modèles en amplitude et en phase pour des pertes moyennes, $Q = 17.341 \text{ s}^{-1}$ avec $T_m = 1200 \text{ K}$ et $a = 2.212 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$.

Il faut noter que l'augmentation des pertes creuse l'écart de la sensibilité à la diffusivité entre les 2 modèles. La sensibilité aux pertes reste toujours faible et une corrélation à basse fréquence ($f < 4$ Hz) apparaît sur les deux modèles, avec une plus grande dépendance sur le modèle représentatif du déphasage. Finalement, le calcul mené (figure 4.45) pour une température de 2000 K, ce qui correspond à des pertes égales à 80.283 s^{-1} peut être présenté :

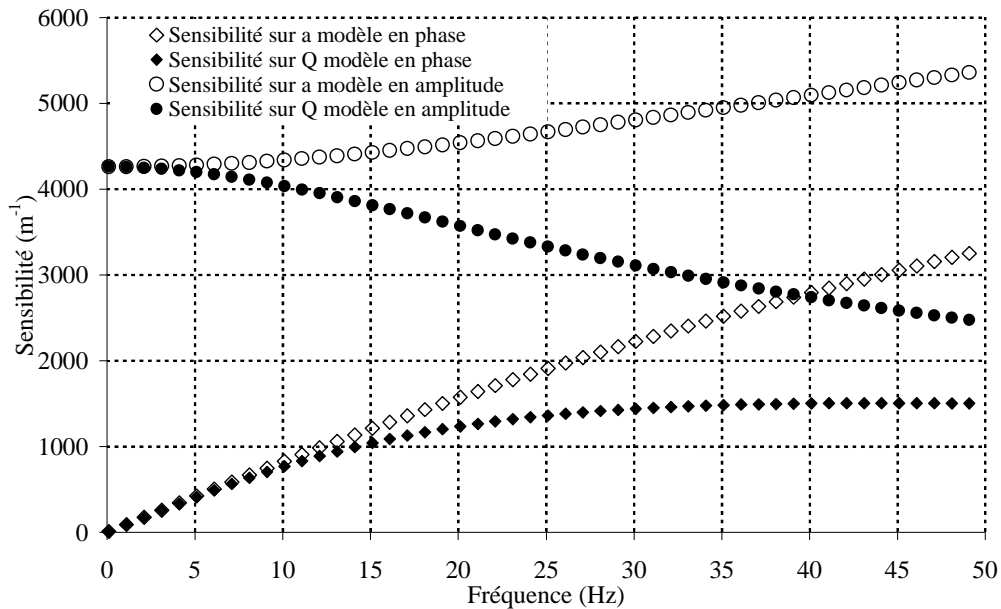


figure 4.45 : Sensibilité des pentes des modèles en amplitude et en phase pour d'importantes pertes, $Q = 80.283 \text{ s}^{-1}$ avec $T_m = 2000 \text{ K}$ et $a = 2.212 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$.

Là encore, la sensibilité à la diffusivité est plus importante pour l'amplitude. Une nette diminution du rapport entre la sensibilité à la diffusivité et aux pertes est visualisable. En outre, la corrélation déjà présente pour des pertes moyennes s'accroît et atteint 7 Hz pour le déphasage alors qu'elle se situe autour de 5 Hz pour l'amplitude.

Cette étude de sensibilité montre que les modèles développés présentent une bonne sensibilité au paramètre principal à identifier, la diffusivité thermique.

En revanche, si la sensibilité aux pertes est négligeable à moyenne température et même si elle reste toujours inférieure à son homologue quelle que soit la température, elle demeure plus importante à très haute température avec l'apparition d'une corrélation à basse fréquence. Cela pourrait être un handicap lorsque les matériaux à caractériser sont très isolants ou fortement anisotropes puisque la mesure s'effectuera nécessairement à basse fréquence (pour augmenter la longueur de diffusion). Ainsi, il faudra éventuellement affecter plus de poids au modèle en amplitude moins sensible à cette corrélation.

Finalement, le modèle (4.29) couplant l'amplitude et le déphasage semble être le plus robuste et le plus adapté aux mesures à très haute température où les pertes Q deviennent importantes. En effet, ce dernier indépendant des pertes présente la sensibilité la plus importante.

2. Développement d'une méthode inverse directe de type Gauss-Markov

La méthode inverse développée ici et dont le principe général a déjà été commenté¹ est basée sur une minimisation au sens des moindres carrés entre les mesures de pentes effectuées sur le déphasage ou sur l'amplitude de la température complexe et les expressions analytiques (4.26), (4.27) et (4.29). Concernant cette dernière, l'inversion est directe puisque le système est linéaire. En revanche, pour les deux premières, et de part leur ressemblance au signe près, le calcul sera développé pour une seule configuration correspondant au cas du déphasage, soit :

$$\alpha_i(a, Q, f) = \frac{1}{\sqrt{a}} \sqrt{-Q + \sqrt{Q^2 + (\pi f)^2}} \quad (4.34)$$

Il est possible simple d'inverser cette relation pour l'exprimer sous forme matricielle. Tout calcul effectué, la fonction théorique F_{th} représentée par la fréquence peut être exprimée par rapport à la matrice des sensibilités X et aux paramètres à estimer β :

$$\begin{Bmatrix} \pi^2 f_0^2 \\ \vdots \\ \pi^2 f_i^2 \\ \vdots \\ \pi^2 f_N^2 \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} \alpha_i^4(f_0) & 2\alpha_i^2(f_0) \\ \vdots & \vdots \\ \alpha_i^4(f_i) & 2\alpha_i^2(f_i) \\ \vdots & \vdots \\ \alpha_i^4(f_N) & 2\alpha_i^2(f_N) \end{bmatrix} \cdot \begin{Bmatrix} a^2 \\ aQ \end{Bmatrix} \quad (4.35)$$

L'expression théorique correspond au vecteur composé des fréquences utilisées lors de mesure, la matrice des sensibilités représente les pentes déterminées expérimentalement alors que le vecteur paramètre regroupe la diffusivité et les pertes. Lorsque l'estimation est effectuée sur l'amplitude, seule la deuxième colonne de la matrice des sensibilités est modifiée en étant multipliée par -1 . Ensuite, d'après le principe de la méthode inverse² et plus particulièrement des équations (1.23), (1.24) et (1.25), le système suivant à résoudre peut être obtenu :

$$\beta = (X^T \cdot X)^{-1} \cdot X^T \cdot F_{exp} \quad (4.36)$$

Dès lors, la méthode d'estimation directe (ou non itérative) est en place et une première remarque peut être effectuée concernant la matrice des sensibilités. En effet, cette dernière est composée des pentes mesurées expérimentalement qui seront nécessairement entachées d'erreur. Par conséquent, l'estimation sera biaisée et l'incertitude sur les paramètres sera

¹ Voir Chapitre 1, partie II. C. 1 : principe de la méthode inverse

² Voir Chapitre 1, partie II. C. 1 : principe de la méthode inverse

importante. C'est pourquoi, il est préférable de pondérer cette matrice par la covariance relative à la dispersion des pentes mesurées.

3. Influence du bruit de mesure et amélioration avec prise en compte de la covariance

La difficulté liée à la présence d'un bruit de mesure lors de l'estimation par méthode inverse n'est pas un problème théorique, puisque dans ce cas, l'expression classique (4.36) s'écrit,

$$\beta = (X^T \cdot cov^{-1} \cdot X)^{-1} \cdot X^T \cdot cov^{-1} \cdot F_{exp} \quad (4.37)$$

mais vient de la méconnaissance de la répartition souvent aléatoire de ce bruit sur les mesures. Or, dans la configuration expérimentale présente, il est possible d'exploiter la symétrie des mesures de pentes (amplitude ou phase) par rapport à la position centrale matérialisée par l'excitation laser. Pour illustrer ce propos, une représentation (figure 4.46) du déphasage mesuré à une fréquence de 35 Hz peut être effectuée.

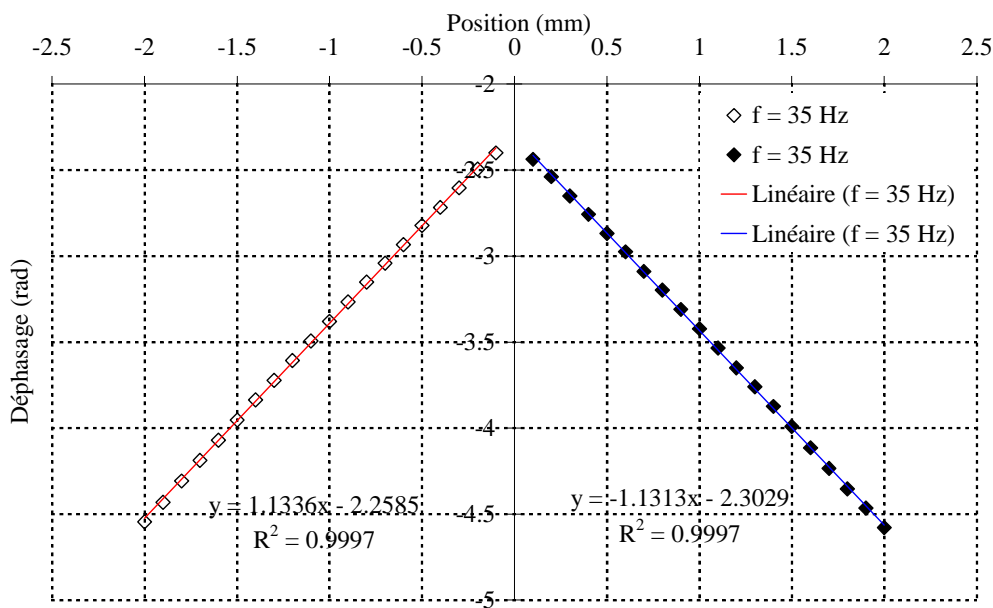


figure 4.46 : Pentes mesurées du déphasage à une même fréquence de part et d'autre de l'excitation laser à 1500 K sur la fibre P100.

Dans ces conditions, l'écart relatif obtenu entre la pente à droite et à gauche est de -0.206 %. Ainsi, en répétant cette opération sur toutes les pentes mesurées aux différentes fréquences, la dispersion est obtenue (figure 4.47).

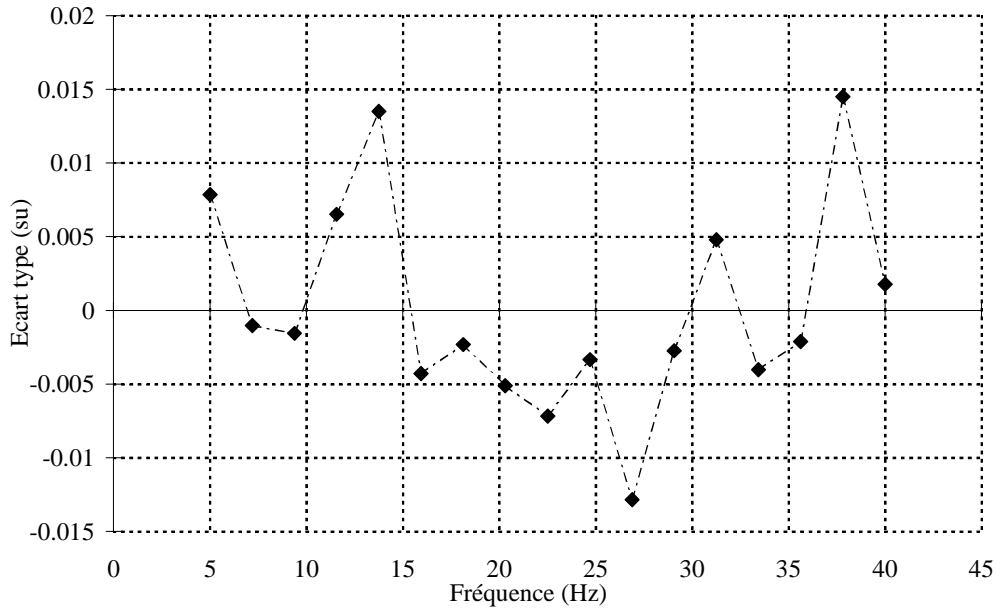


figure 4.47 : Dispersion calculée sur la gamme complète de fréquence, sur les pentes mesurées de part et d'autre de l'excitation laser à 1500 K sur la fibre P100.

Cette dernière est supposée représenter l'écart type σ_B des mesures obtenues en chaque point. Dès lors, en supposant que ce bruit n'est pas corrélé d'une fréquence à l'autre, il est possible de construire la matrice diagonale des covariances :

$$cov = \begin{bmatrix} \sigma_B(f_0)^2 & 0 & \dots & 0 \\ 0 & \ddots & \ddots & \vdots \\ \vdots & \ddots & \ddots & 0 \\ 0 & \dots & 0 & \sigma_B(f_N)^2 \end{bmatrix} \quad (4.38)$$

4. Validation de la méthode à partir de 100 signaux bruités générés aléatoirement

Afin de valider la méthode développée, les pentes du déphasage (4.26), de l'amplitude (4.27) et du produit des deux (4.29) ont été calculées à partir des valeurs suivantes pour les paramètres des deux modèles : $a = 2.212 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, $Q = 80.283 \text{ s}^{-1}$ et f variant de 1 à 50 Hz avec un échantillonnage sur 20 intervalles. Ensuite, un bruit de mesure à moyenne variable (nulle ou pas), généré aléatoirement avec un écart type σ_B compris entre ± 0.04 est ajouté aux pentes simulées. Cette opération a été réalisée pour 100 simulations afin d'avoir un résultat suffisamment représentatif, le 69^{ième} cas est présenté (figure 4.48). Puis, ces réalisations ont été identifiées par la méthode inverse classique (4.36) et par celle qui prend en compte la variance du bruit de mesure (4.37). De ces estimations, l'erreur relative entre les résultats obtenus et ceux générés (donc connus) a pu être calculée à la fois sur la diffusivité et sur les pertes. Finalement, la distribution du nombre de points en fonction de l'erreur relative exprimée en (%) a été calculée et peu être représentée.

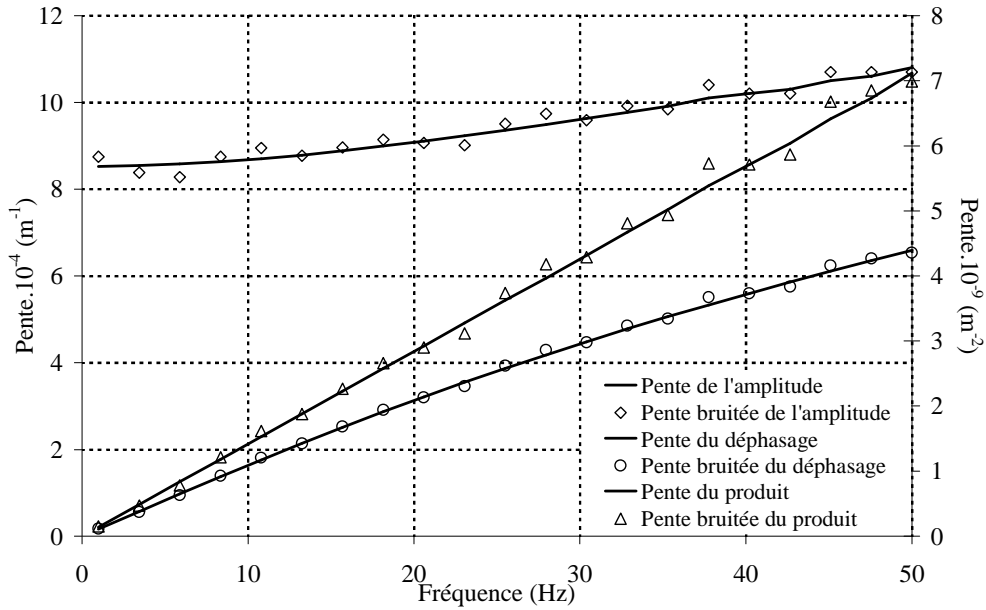


figure 4.48 : Superposition des pentes générées avec et sans bruit pour le modèle en amplitude, en phase et sur le produit des deux.

L'analyse de la distribution obtenue sur **la diffusivité et pour le modèle en phase** (figure 4.49) montre l'importance de travailler avec une méthode d'estimation qui intègre l'écart type du bruit de mesure. En effet, l'erreur relative dans le cas (4.36) peut atteindre 20 % avec un fort étalement de la distribution. Si l'on considère un niveau de confiance de 95 %, il apparaît que l'erreur oscille entre $\pm 10 \%$, ce qui représente trois fois le bruit de mesure (σ_B). Pour la méthode (4.37), avec prise en compte de la covariance, les résultats se situent entre $\pm \sigma_B$.

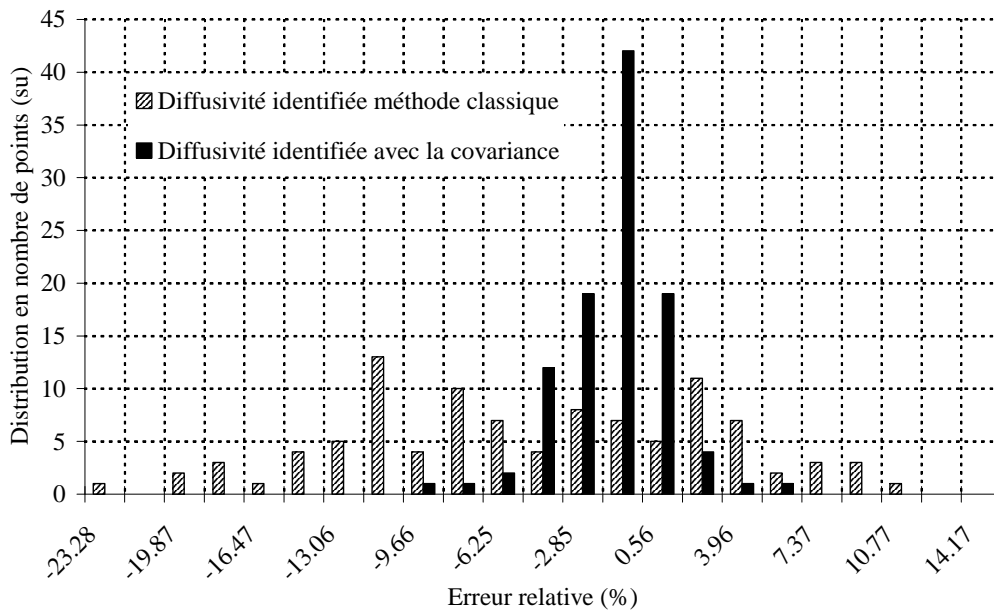


figure 4.49 : Superposition de la distribution des erreurs relatives de la diffusivité obtenues sur 100 générations pour le modèle en phase avec la méthode inverse classique (4.36) et avec prise en compte de la covariance (4.37).

L'estimation **des pertes** (figure 4.50) conduit à la même remarque concernant la différence de précision entre les deux méthodes d'estimation. Cependant, l'écart type de l'erreur passe à $\pm 4. \sigma_B$ pour la méthode (4.36) et à $\pm 1.5. \sigma_B$ pour la méthode (4.37). Ce résultat est logique puisque, comme cela avait été montré dans l'étude de sensibilité (figure 4.45), le modèle est moins sensible aux pertes, même quand ces dernières sont élevées.

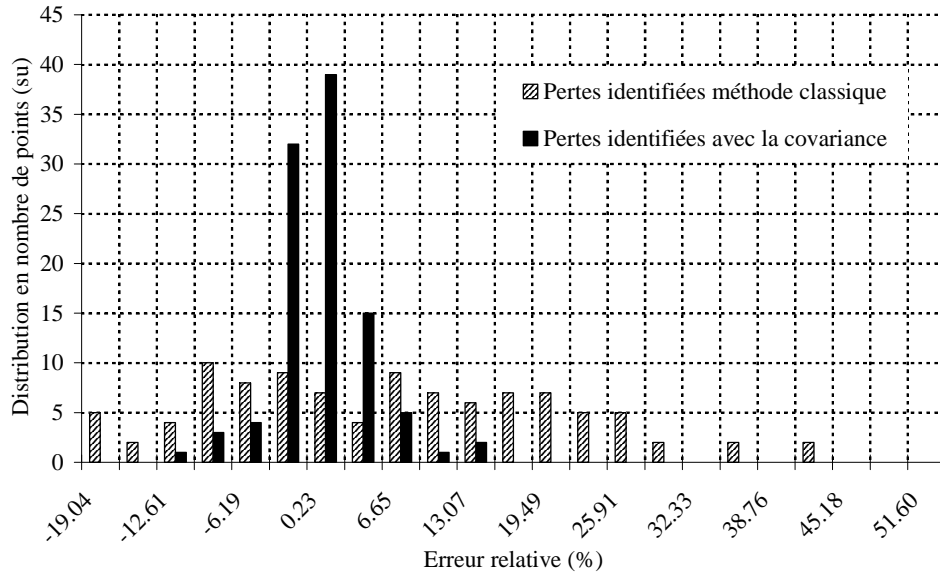


figure 4.50 : Superposition de la distribution des erreurs relatives des pertes obtenues sur 100 générations pour le modèle en phase avec la méthode inverse classique (4.36) et avec prise en compte de la covariance (4.37).

Les calculs menés sur **le modèle en amplitude** (figure 4.51 pour la diffusivité et 4.52 pour les pertes) nous amènent à la même conclusion concernant les méthodes d'estimations.

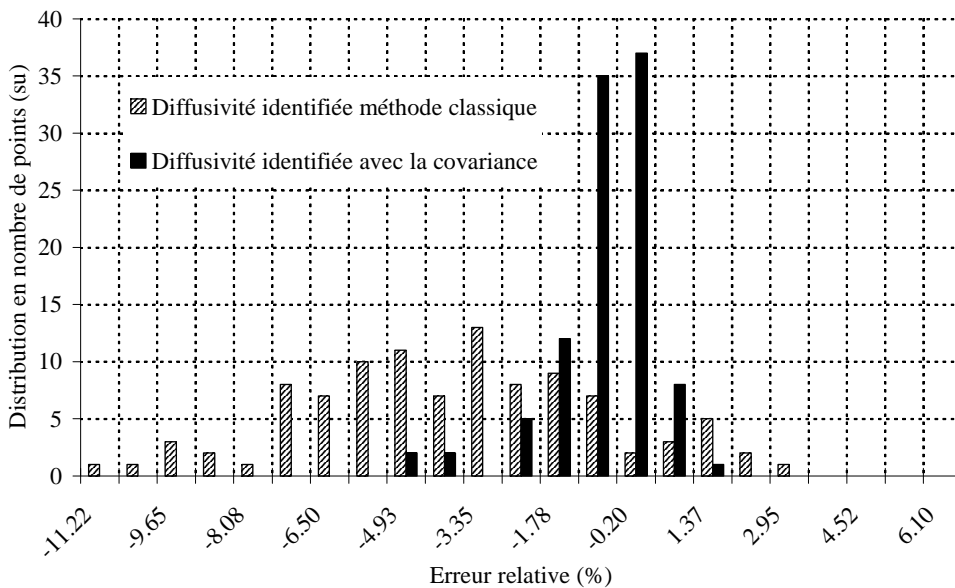


figure 4.51 : Superposition de la distribution des erreurs relatives de la diffusivité obtenues sur 100 générations pour le modèle en amplitude avec la méthode inverse classique (4.36) et avec prise en compte de la covariance (4.37).

En revanche, l'écart type de l'erreur est inférieur à celui obtenu sur le modèle en phase puisqu'il se situe autour de $\pm 0.5 \cdot \sigma_B$ pour la diffusivité et $\pm \sigma_B$ en ce qui concerne les pertes.

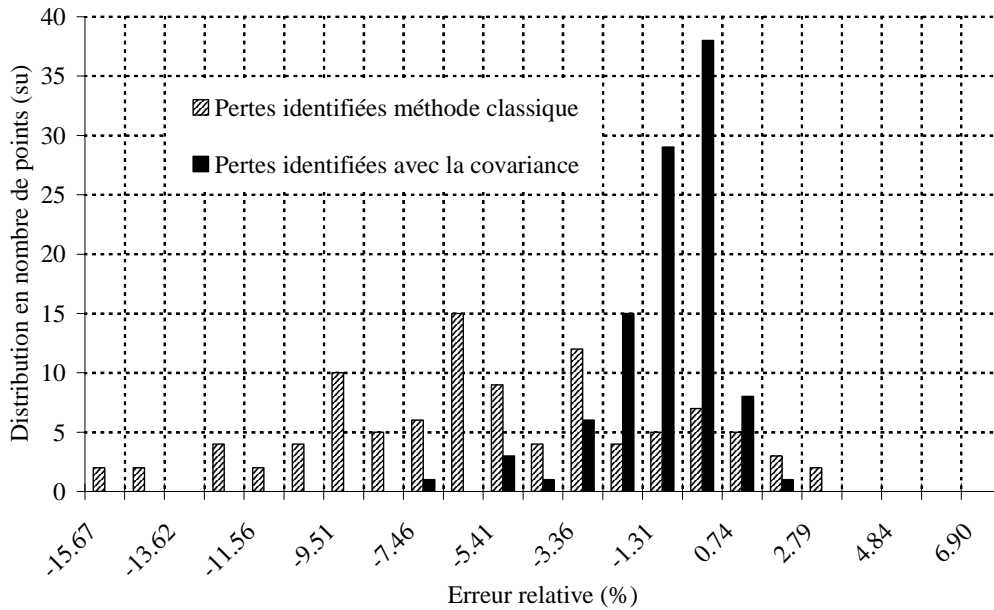


figure 4.52 : Superposition de la distribution des erreurs relatives des pertes obtenues sur 100 générations pour le modèle en amplitude avec la méthode inverse classique (4.36) et avec prise en compte de la covariance (4.37).

Finalement, le calcul mené sur **le modèle du produit entre l'amplitude et la phase**, (figure 4.53) vient confirmer tout l'intérêt de ce dernier.

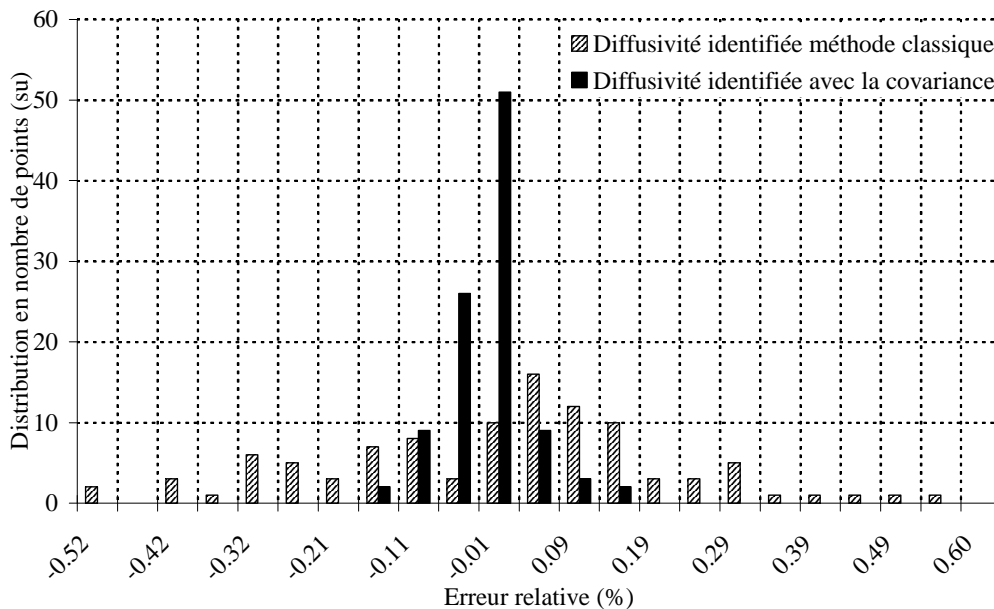


figure 4.53 : Superposition de la distribution des erreurs relatives des pertes obtenues sur 100 générations pour le modèle du produit avec la méthode inverse classique (4.36) et avec prise en compte de la covariance (4.37).

En effet, dans ce cas, pour la méthode classique, l'erreur ne dépasse pas $\pm \sigma_B / 10$ alors que pour la méthode incluant la covariance, l'erreur est inférieure à $\pm \sigma_B / 80$.

En conclusion, cette étude vient étoffer les résultats fournis par l'étude de sensibilité. Ils montrent que, même lorsque les pertes sont importantes ($T = 2000 \text{ K}$), il est possible d'estimer la diffusivité en utilisant la méthode du produit qui semble être théoriquement la meilleure. De manière générale, la diffusivité est estimée avec une meilleure précision grâce à la pondération, par la variance du bruit de mesure, de la matrice des sensibilités.

Ce bruit est évalué en utilisant la symétrie par rapport à l'excitation des mesures effectuées. L'observation de la distribution de l'erreur relative obtenue lors des simulations montre également, que le modèle en amplitude est un peu plus précis que celui en phase.

Cependant, il faudra encore comparer ces modèles sur un cas réel. En effet, expérimentalement le profil d'amplitude risque d'être plus sensible aux perturbations diverses comme une variation d'intensité du faisceau laser par exemple.

IV. VALIDATION DE LA METHODE

Avant de présenter les mesures, il convient de finaliser l'étude théorique et de modélisation en illustrant les propos tenus jusqu'à présent. Pour cela, l'influence des paramètres expérimentaux comme la puissance du faisceau laser sera démontrée ainsi que la problématique liée à la résolution spatiale du détecteur.

A. Influence des paramètres expérimentaux sur la mesure de la température complexe

1. Focalisation et puissance du faisceau laser sur la fibre

La puissance fournie par le faisceau laser peut être un paramètre important, qu'il convient de bien maîtriser pour ne pas perturber ou fausser les mesures. En effet, dans l'article de J. F. Bisson [96], l'auteur mettait en évidence l'influence des non linéarités induites par un chauffage trop important sur les profils de phase, (figure 4.54) :

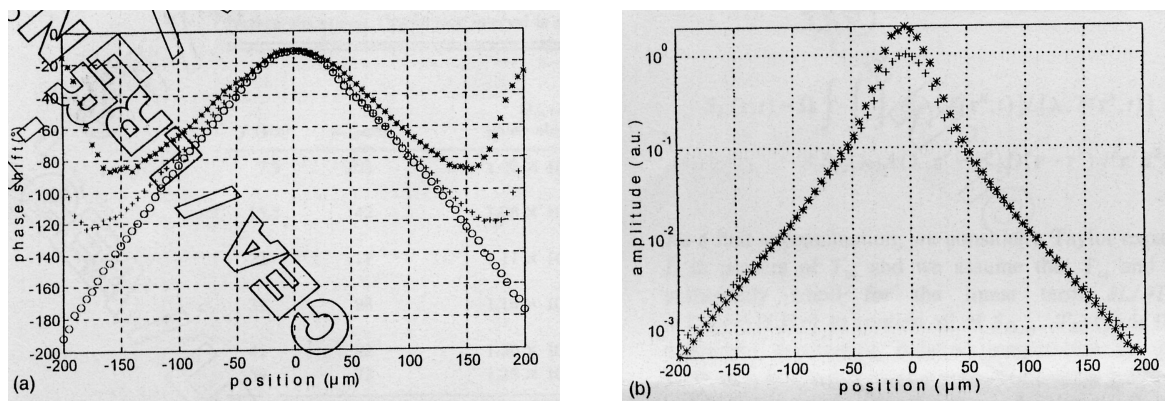


figure 4.54 : Mesure de l'amplitude et de la phase pour différentes puissances du faisceau laser focalisé, par Bisson [96].

Comme en témoignent les profils d'amplitude (figure 4.54) mesurés et adimensionnés par l'auteur, l'influence des non linéarités est transparente. En revanche, l'observation du profil de phase fait apparaître un relèvement important du déphasage mesuré. Ce phénomène est d'autant plus accentué que la puissance de chauffe est importante et conduit à une variation de la pente du déphasage dans le cas le plus extrême. Ainsi, il est clair que cette influence sera d'autant plus importante en présence de matériaux isolants et aux basses fréquences (faibles longueurs de diffusion + fort échauffement local).

C'est pourquoi, un exemple avec des puissances du faisceau laser focalisé différentes, pour une fréquence de modulation de 5 Hz et pour un déplacement de 25 μm entre deux relevés est traité (figure 4.55) pour l'amplitude et (figure 4.56) pour le déphasage.

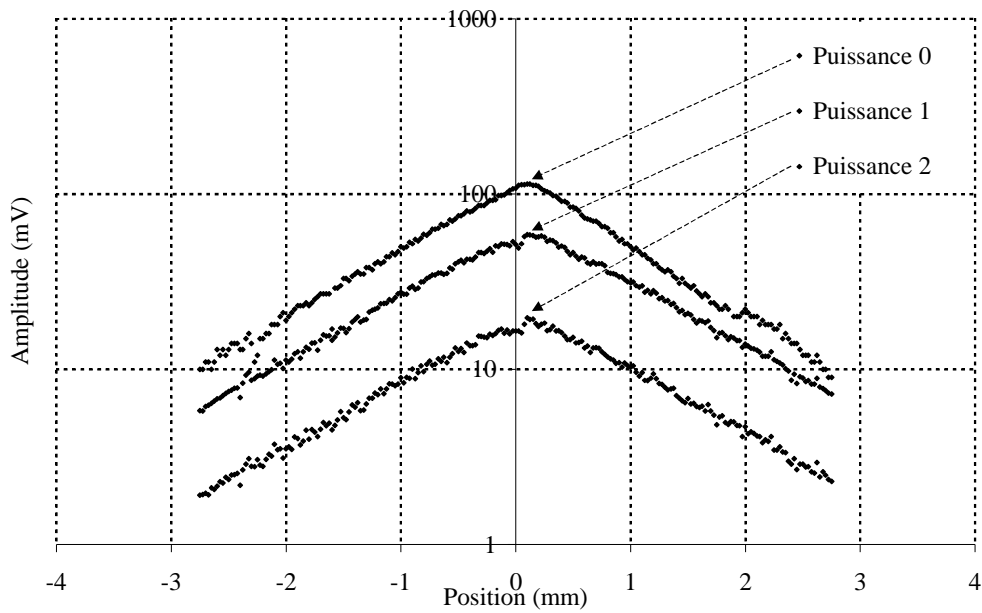


figure 4.55 : Mesure de l'amplitude pour différentes puissances du faisceau laser.

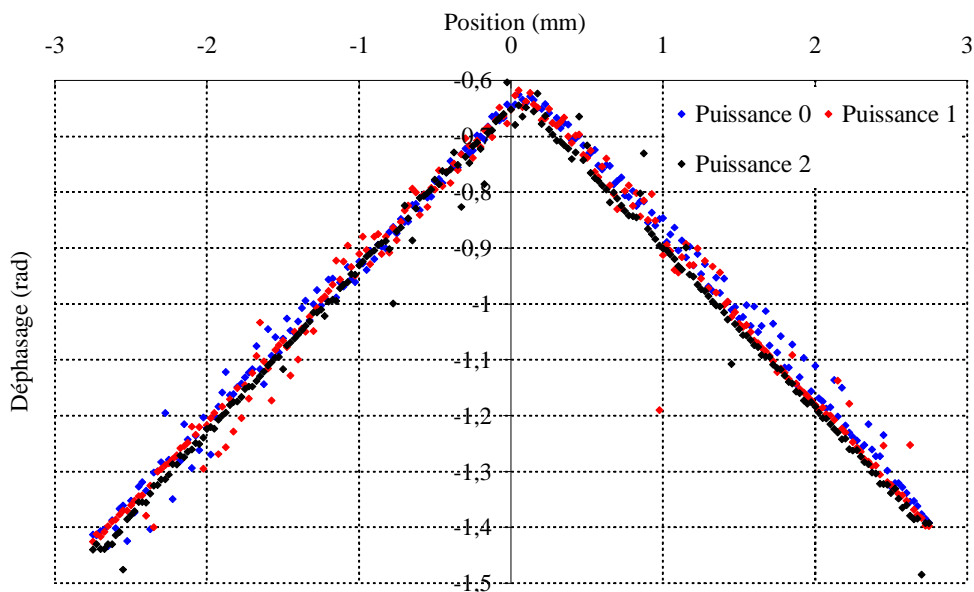


figure 4.56 : Mesure du déphasage pour différentes puissances du faisceau laser.

Les profils de phase enregistrés font état de la variation de puissance affectée à la fibre lors des différentes simulations. Dans cet exemple, l'observation des profils de phase montre que les pentes obtenues sont identiques. En revanche, lorsque la puissance fournie par le faisceau est plus importante, le bruit de augmente. Par conséquent, il sera toujours primordial de travailler au minimum de puissance susceptible de fournir un bon rapport signal sur bruit et d'éviter les éventuelles non linéarités.

2. Résolution spatiale due à la taille de la zone de détection

De la même façon, les mesures sur fibres isolantes et fortement anisotropes sont représentées (figure 4.57 et 4.58) pour $T = 1200\text{ K}$ et $f = 40\text{ Hz}$:

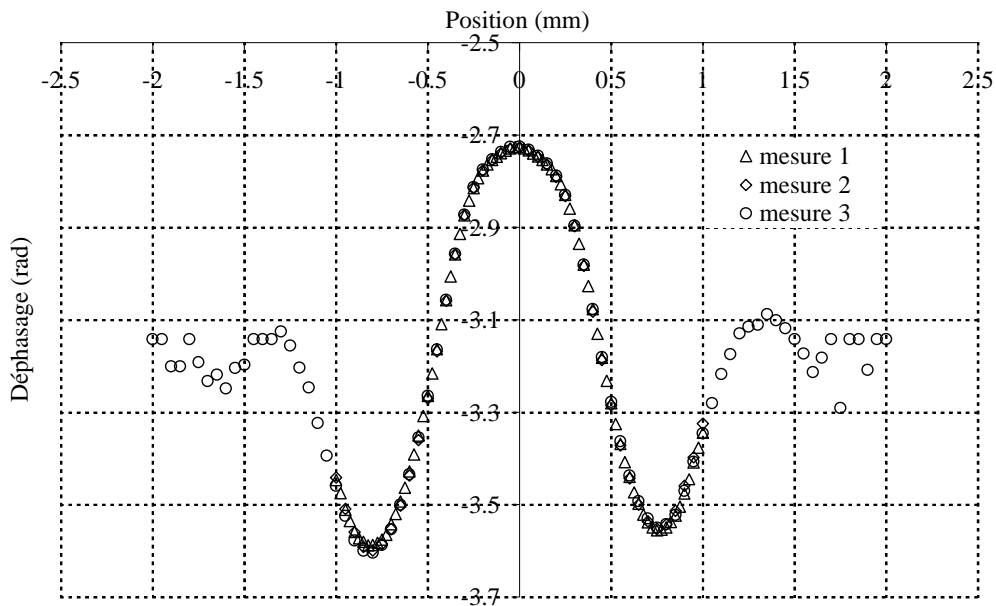


figure 4.57 : Mesure du déphasage pour une fibre isolante et fortement anisotrope.

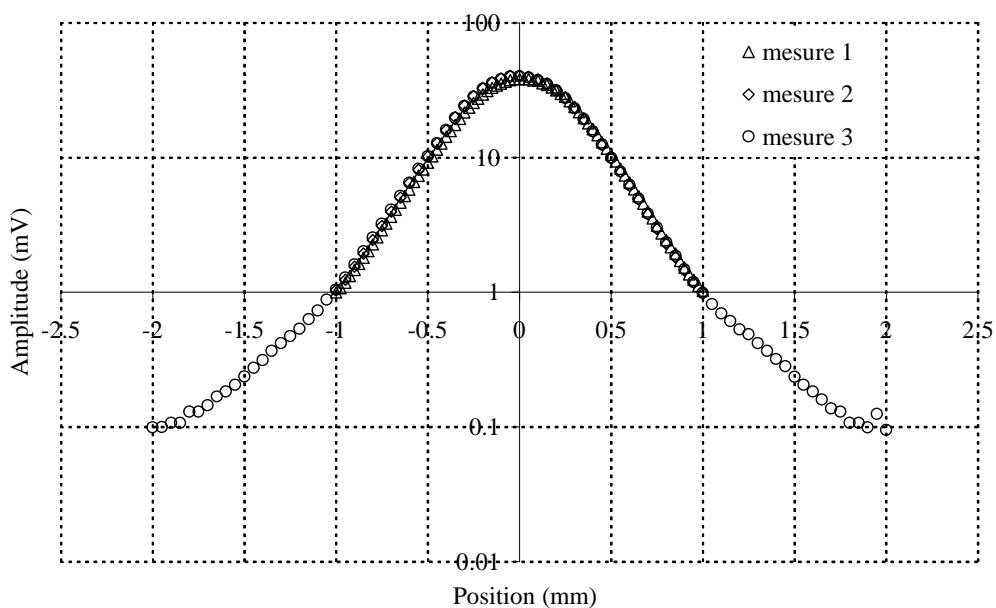


figure 4.58 : Mesure de l'amplitude pour une fibre isolante et fortement anisotrope.

Dans un premier temps, il faut souligner la répétitivité des mesures que ce soit sur le profil de phase ou sur l'amplitude. Il faut également noter que pour la 3^{ème} mesure, la limite de détection a été mise en évidence. En effet, à partir de 1.5 mm le signal est bruité avec une valeur de déphasage qui oscille autour de π .

Ensuite, cet exemple permet de bien mettre en évidence la difficulté expérimentale et théorique rencontrée. En effet, l'observation du profil de phase permet de mettre en évidence d'une part la zone liée à l'anisotropie de cette fibre puisque un changement de pente est observé autour de 250 μm et d'autre part la corrélation liée à la fin de la longueur de diffusion.

Pour illustrer ces propos, la dérivée numérique du profil peut être tracée (figure 4.59) :

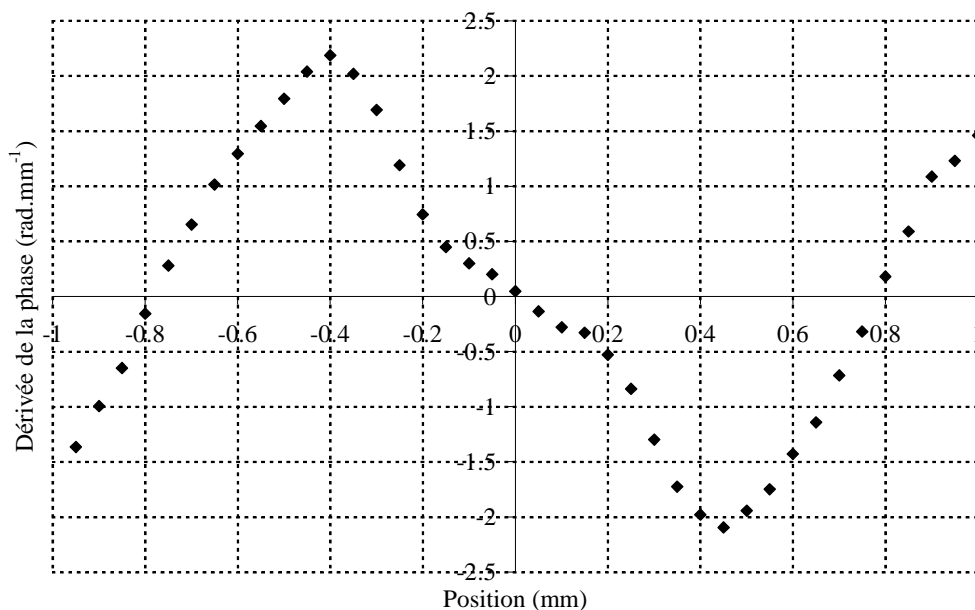


figure 4.59 : Dérivée numérique du déphasage.

En effet, sur ce tracé aucun comportement asymptotique n'apparaît, ce qui signifie que l'évolution du déphasage n'est pas linéaire. Par conséquent, la similitude avec les simulations réalisées est claire. Dans ce cas, il est certain que la pente sera forcément sous estimée, ce qui conduira à une surestimation de la diffusivité. En effet, le point d'inflexion (situé à 0.4 mm) ne représente pas obligatoirement la limite asymptotique réelle.

De la même façon, l'analyse de la courbe d'amplitude (figure 4.58) peut être effectuée. L'observation du profil montre une rupture de pente située autour de 1 mm pour la 3^{ème} mesure avec une évolution bien plus linéaire en dessous. Pour illustrer cela, il faut à nouveau s'intéresser à la dérivée numérique où les phénomènes sont plus exacerbés (figure 4.60).

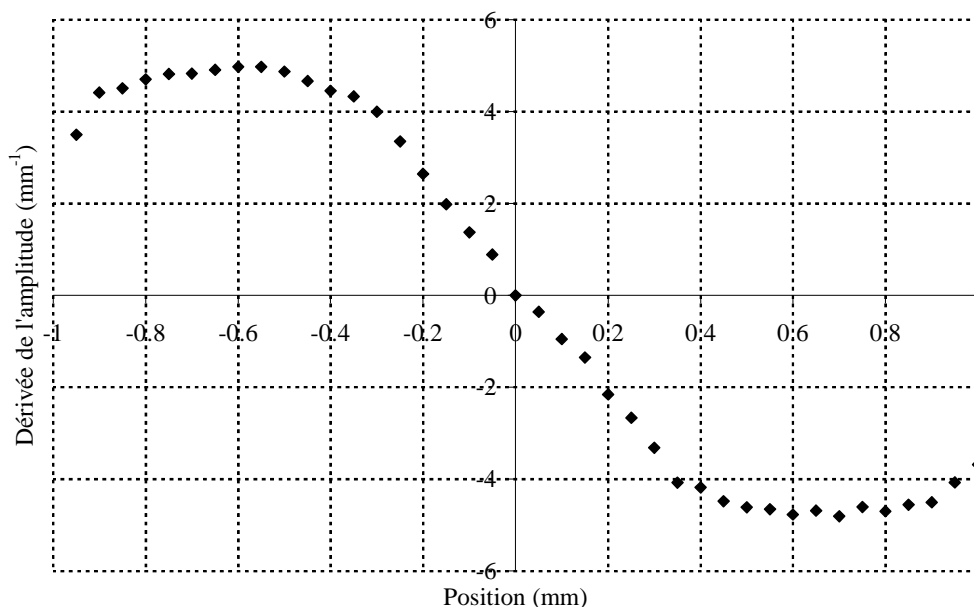


figure 4.60 : Dérivée numérique de l'amplitude.

En effet, sur ce tracé et contrairement à la dérivée calculée sur le déphasage, une limite asymptotique, traduisant une évolution linéaire du logarithme de la pente de l'amplitude apparaît. Cela confirme les hypothèses fournies lors de la phase de simulation. De plus, cela met en évidence l'intérêt de travailler plutôt en amplitude lorsque les fibres sont très isolantes ou fortement anisotrope. En effet, ici il est certain que la pente obtenue dans la zone où le comportement asymptotique est présent sera juste, aux erreurs de mesures près.

B. Evaluation de l'incertitude et validation sur un filament de tungstène

1. Erreur liée à la mesure des composantes de la température complexe

L'erreur de mesure du déphasage ou de l'amplitude est extrêmement faible. En effet, l'usage de la détection synchrone permet d'intégrer les signaux mesurés sur plusieurs dizaines de périodes. Dans ces conditions, la sensibilité de la mesure peut être estimée à 0.1° sur la phase et à $10 \mu\text{V}$ sur l'amplitude. De la même façon, l'usage d'une platine de déplacement micrométrique de sensibilité égale à $0.1 \mu\text{m}$ permet d'atteindre des précisions excellentes. L'erreur est calculée pour chaque configuration de mesure. Cependant un ordre de grandeur peut être fixé. Soit une mesure du déphasage située autour de 25° , une amplitude autour de 100 mV et un déplacement de $50 \mu\text{m}$, le calcul d'erreur conduit à 1.6% . Il faut retenir que l'erreur est essentiellement induite par la dissymétrie existante entre les mesures de pente de part et d'autre de l'excitation.

Ainsi, les logiciels d'identification développés sélectionnent les pentes de chaque côté de l'excitation puis calculent la différence relative entre elles. Cette différence est considérée comme l'écart type du bruit de mesure et sert d'une part à remplir les termes diagonaux de la matrice des covariances utilisées lors de l'estimation et d'autre part à évaluer l'incertitude

finale en considérant que cette dernière correspond à la moyenne de l'écart type du bruit de mesure. *De manière générale l'incertitude est inférieure à 5 %.*

2. Comparaison des mesures avec la littérature

Dans cette partie, nous allons procéder à une *double validation*, la première réalisée sur une *fibre céramique* Nextel 720 très *isolante thermique* et pour laquelle les valeurs issues de la littérature [65] sur le matériau massif sont bien connues. La seconde concernera la validation sur un *filament de tungstène* plutôt *bon conducteur thermique* et pour lequel les valeurs sur un matériau massif sont également bien connues [63].

Vu les difficultés mises en évidence sur les matériaux isolants lors des simulations ou lors de l'étude de sensibilité, cet exemple va surtout permettre de confronter les trois méthodes d'identification développées jusqu'à présent.

Ainsi, pour la fibre céramique, les profils de phase mesurés à différentes fréquences et pour une température de 1200 K peuvent être présentés (figure 4.61) :

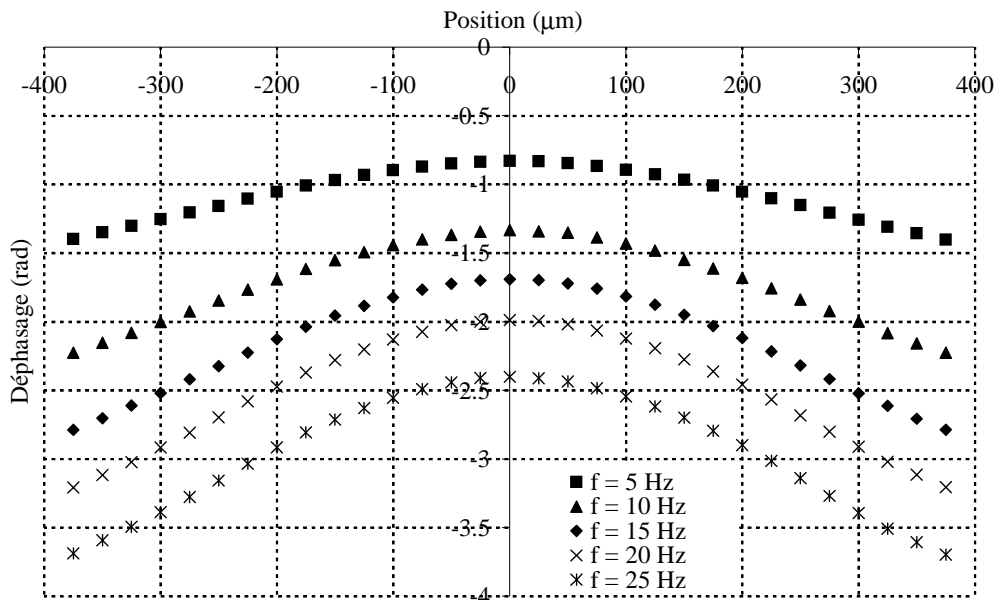


figure 4.61 : Déphasage obtenu sur la fibre Nextel 720 à $T = 1200$ K.

Sur ces mesures, seule une zone située entre ± 200 μm ne suit pas une évolution linéaire. Cela vient du caractère plutôt isolant thermique de cette fibre dans le sens transverse. Sinon, les valeurs mesurées suivent une évolution parfaitement linéaire avec une bonne symétrie de part et d'autre de l'excitation laser.

Pour confirmer ce comportement, la dérivée numérique pour une fréquence donnée (ici 15 Hz) et située en milieu de gamme de mesure peut être calculée et représentée (figure 4.62). Il apparaît clairement une limite asymptotique située autour de ± 0.004 $\text{rad}\cdot\mu\text{m}^{-1}$ qui représente la pente du déphasage. A partir de la détermination des différentes pentes à toutes les fréquences, la diffusivité thermique peut être estimée avec le modèle en phase (4.26).

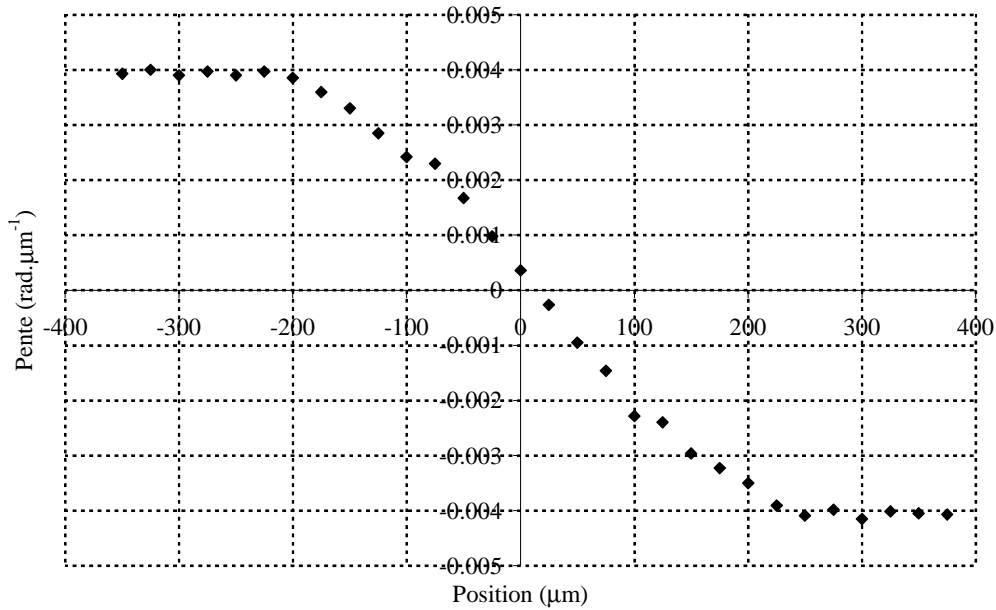


figure 4.62 : Dérivée numérique de la phase, fibre Nextel 720 à $T = 1200\text{ K}$ et $f = 15\text{ Hz}$.

De la même façon, les profils obtenus pour l'amplitude peuvent être représentés (figure 4.63) en échelle semi logarithmique :

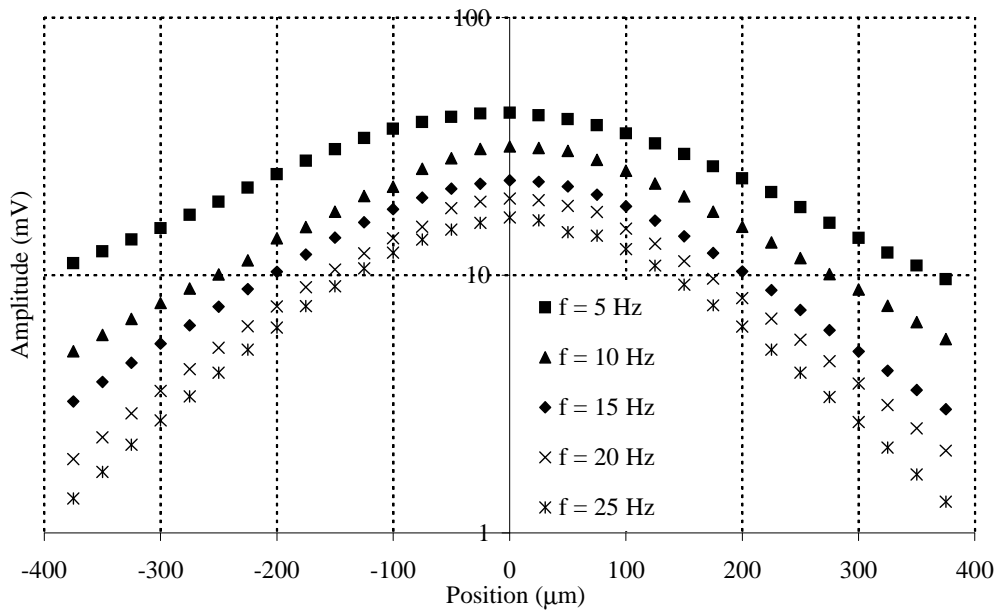


figure 4.63 : Amplitude obtenue sur la fibre Nextel 720 à $T = 1200\text{ K}$ et $f = 15\text{ Hz}$.

Pour les différentes fréquences, la variation est linéaire au delà de la zone centrale comprise entre $\pm 200\ \mu\text{m}$.

Tout comme précédemment, la dérivée numérique du profil peut être calculée et représentée pour une fréquence de 15 Hz située en milieu de gamme (figure 4.64). L'observation de ce tracé permet d'extraire la valeur de la pente aux différentes fréquences en vue d'une estimation de la diffusivité thermique à l'aide du modèle (4.27) en amplitude.

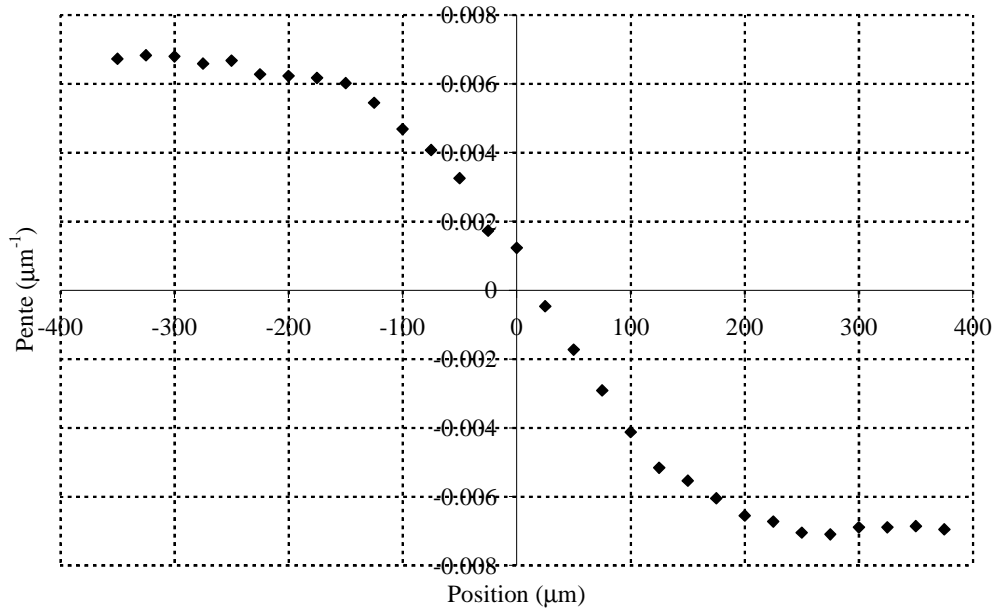


figure 4.64 : Dérivée numérique de l'amplitude, fibre Nextel 720 à $T = 1200\text{ K}$ et $f = 15\text{ Hz}$.

Finalement, à partir des pentes du déphasage et de l'amplitude calculées aux différentes fréquences, la diffusivité peut être estimée à l'aide du modèle couplé (4.29). Ainsi, il est possible de superposer les résultats obtenus selon les différentes méthodes d'identification (figure 4.65) :

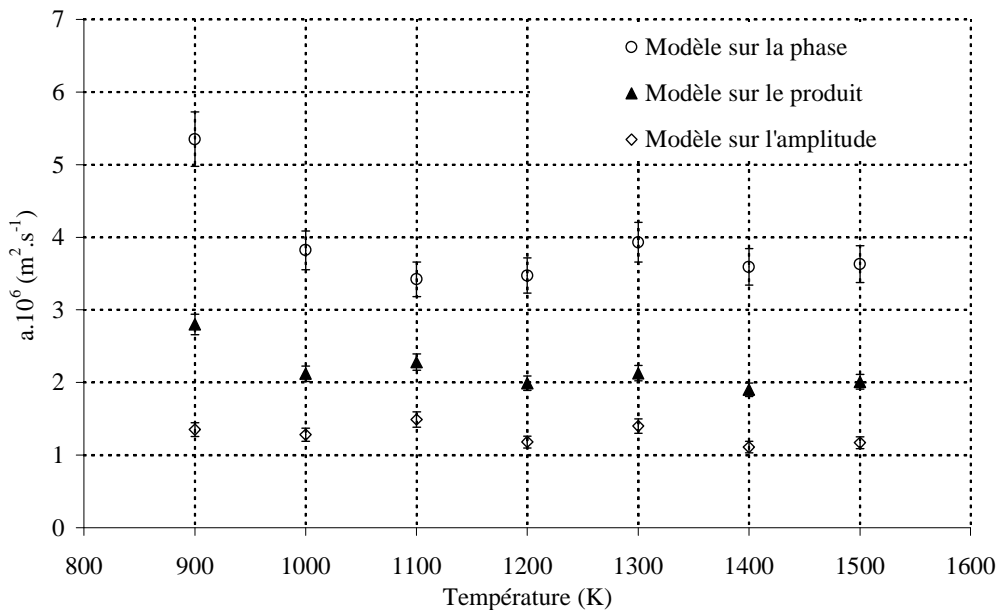


figure 4.65 : Mesure de la diffusivité thermique longitudinale obtenue sur la fibre céramique Nextel 720, comparaison des trois méthodes développées.

Le résultat obtenu est très intéressant puisqu'il montre que les trois méthodes fournissent des résultats différents en valeur absolue avec une évolution identique en fonction de la température. En effet, l'identification réalisée avec le modèle en phase produit les résultats les

plus élevés, le modèle en amplitude donne les valeurs les plus faibles, alors que le couplage des deux se situe au milieu.

La seule incertitude, inférieure à 7 % pour les modèles en amplitude et en phase, et inférieure à 4 % pour le modèle couplé, ne suffit pas à expliquer la différence. En effet, en calculant le rapport entre la diffusivité thermique obtenue avec le modèle en phase (valeurs maximales) et celui du produit (valeur moyenne), puis entre ce dernier et le modèle en amplitude (valeurs minimales) il apparaît que ces valeurs sont quasiment constantes pour toute la gamme de température avec des valeurs respectives de 1.7 et 1.78, ce qui représente une différence d'environ 70 %.

Finalement, il est difficile de comprendre l'origine de cette différence et seule une comparaison avec les valeurs issues de la littérature permettra de retenir la meilleure méthode. Cependant, les valeurs mesurées dans la littérature [65] sont celles de la conductivité thermique. Ainsi, cette dernière peut être calculée à partir de la relation suivante, $\lambda = a \rho c_P$, liant : la diffusivité thermique (mesurée ici), la capacité thermique massique (mesurée au chapitre 3) et la masse volumique (déterminée par pycnométrie à Hélium). Les résultats obtenus sont présentés (figure 4.66) :

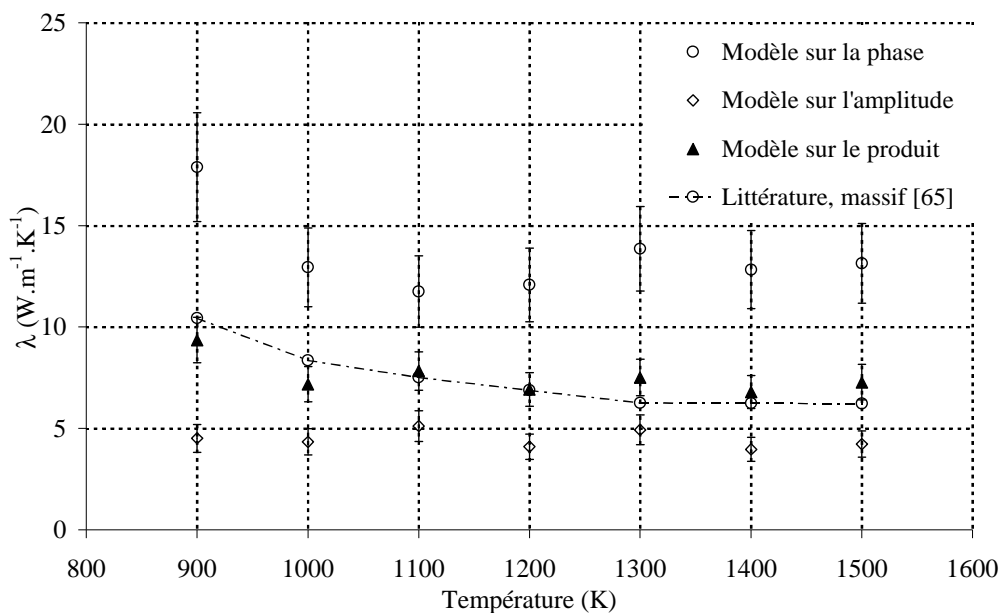


figure 4.66 : Mesure de la conductivité thermique longitudinale obtenue sur la fibre céramique Nextel 720, comparaison avec la littérature, Kingery [65].

Il apparaît clairement que seule la méthode basée sur le produit est proche de la littérature. Si la différence entre les trois modèles est difficile à expliquer, la plus grande fiabilité du modèle couplé est logique. En effet, il a déjà été montré que la sensibilité à la diffusivité était deux

fois supérieure aux deux autres modèles¹ et que l'estimation par méthode inverse sur des signaux bruités était bien plus précise².

Par conséquent, cela autorise la validation du dispositif de mesure et de la méthode d'identification basée sur le produit. Ainsi, pour la suite des mesures, seule cette méthode servira à l'identification.

Pour conclure cette validation, la mesure de la diffusivité thermique longitudinale sur un filament de tungstène a pu être réalisée. Les résultats, satisfaisants et obtenus avec la méthode du produit sont présentés (figure 4.67) :

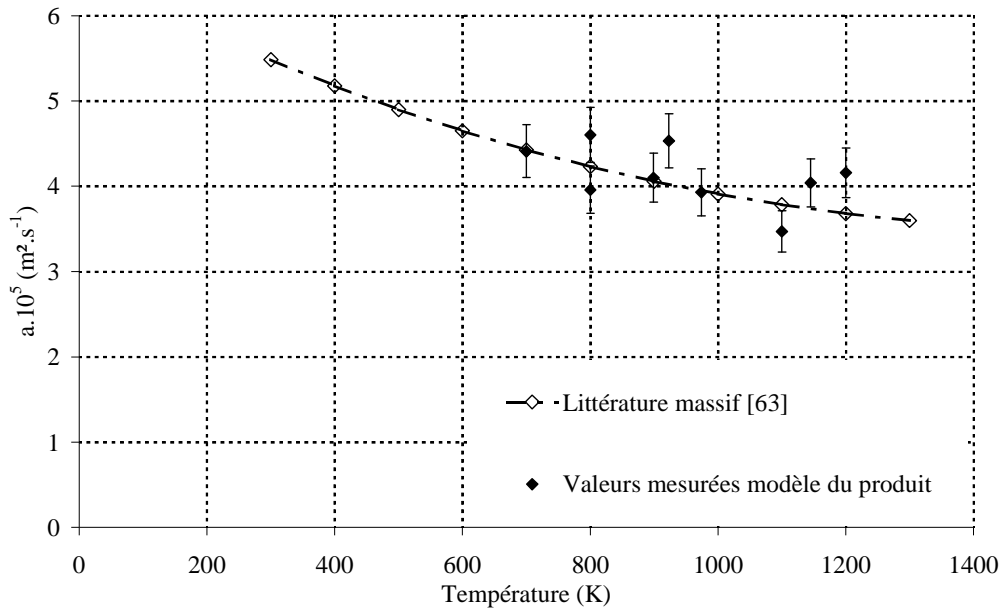


figure 4.67 : Mesure de la diffusivité thermique longitudinale obtenue sur un filament de tungstène, comparaison avec la littérature, Touloukian [63].

De la même façon que précédemment, les profils de phase et d'amplitude à $T = 1100$ K peuvent être représentés (figure 4.68 et 4.69).

L'observation des profils montre que leur évolution est linéaire avec une grande distance de travail (2.5 mm) qui témoigne de la diffusivité importante quelle que soit la fréquence.

Finalement, cette validation a permis de tester deux cas bien différents, ce qui prouve la bonne qualité des mesures lorsque le matériau est isolant thermique, $\lambda = 6 \text{ W.m}^{-1}.K^{-1}$ et lorsqu'il est conducteur thermique $\lambda = 150 \text{ W.m}^{-1}.K^{-1}$. Ainsi, cela devrait permettre de mesurer sans trop de difficultés les différentes fibres de carbone à étudier au chapitre 6.

¹ Voir paragraphe C.1 : Etude de sensibilité aux paramètres à identifier

² Voir paragraphe C.4 : Validation de la méthode à partir de 100 signaux bruités générés aléatoirement

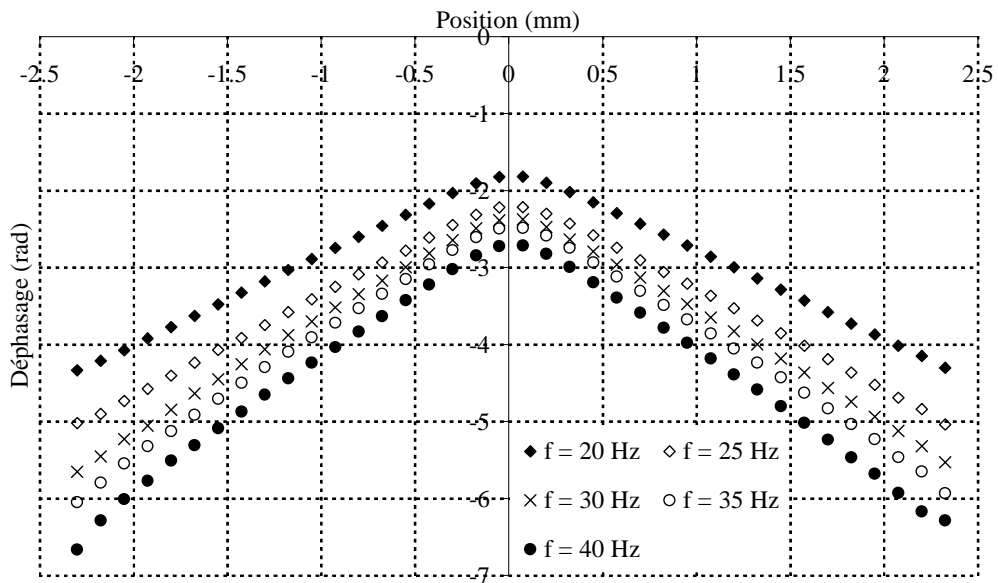


figure 4.68 : Déphasage obtenu sur le filament de tungstène à $T = 1100$ K.

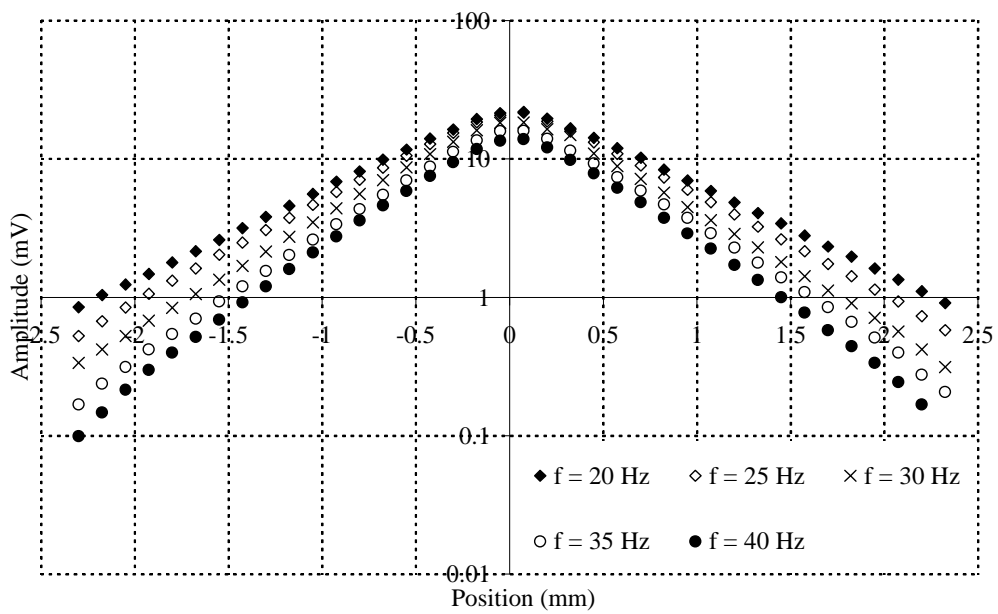


figure 4.69 : Amplitude obtenue sur le filament de tungstène à $T = 1100$ K.

V. Conclusion

Si la **méthode photothermique modulée** utilisée dans cette étude est assez **classique**, la **gamme de température parcourue (800 à 2200 K)** constitue une **difficulté à part entière**. Ainsi, les **modélisations** du problème thermique ont permis de montrer que dans ces **configurations extrêmes**, lorsque les matériaux sont **isolants et à forte anisotropie**, il était nécessaire de **travailler à basse fréquence** pour limiter les phénomènes de convolution entre la zone où le transfert de chaleur était tridimensionnel et la fin de la longueur de diffusion de l'onde thermique.

Trois méthodes d'identification de la diffusivité thermique ont été **développées**. Les **deux premières, classiques** utilisent **indépendamment l'amplitude** et la **phase** de la température modulée mesurée. La **troisième, indépendante des pertes** résultent du **produit entre l'amplitude et la phase de la température modulée**.

L'étude de sensibilité, ainsi qu'une **validation numérique et expérimentale des trois méthodes** ont permis de montrer que la **troisième méthode basée sur le produit** était : la plus sensible à la diffusivité, la moins sensible au bruit de mesure et finalement la seule à fournir des résultats comparables à ceux mesurés dans la littérature sur des matériaux massifs.

En effet, les **validations expérimentales** ont pu être effectuées sur deux matériaux de **conductivité thermique bien différente**. La première est réalisée sur une **fibre céramique**, la Nextel 720, pour laquelle la conductivité thermique est de l'ordre de **6 W.m⁻¹.K⁻¹**. Cela a permis de **lever le doute** sur la **difficulté** à effectuer des **mesures sur les matériaux isolants**. En effet, ce problème lié à la **résolution spatiale** du système optique de détection avait été souligné lors de l'**étape de modélisation** du problème thermique. Ensuite, la deuxième validation sur un **filament de tungstène** a également permis de montrer la **qualité** des mesures **d'amplitude et de phase** ainsi que la **cohérence** des **diffusivités** estimées **par méthode inverse** sur un **bon conducteur thermique** ($\lambda \approx 150 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$). De plus, un **calcul d'incertitude** a permis de montrer la **précision des valeurs mesurées** qui restent **inférieures à 5 %** pour la **diffusivité thermique**. Ce résultat a d'ailleurs pu être confirmé lors des validations.

Enfin, les comparaisons réalisées sur la **conductivité thermique** de la fibre Nextel 720 ont permis de montrer que le **couplage des mesures** : de la **diffusivité thermique**, de la **capacité thermique massique** (voir chapitre 3) et des **mesures de la masse volumique** (pycnométrie à Hélium) **conduisent** à une valeur de **conductivité thermique identique à la littérature**, cela avec une **incertitude inférieure à 12 %**.

Finalement, l'ensemble de ce travail conduira (**chapitre 6**) à un certain nombre de **caractérisations** sur des fibres de carbone aux propriétés physiques différentes. Ceci permettra de **dégager les limites expérimentales et théoriques de la méthode développée**.

III^{EME} PARTIE

CARACTERISTATION DES FIBRES

Chapitre 5

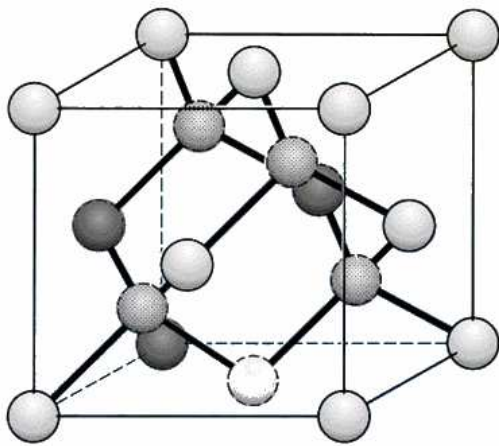
Fibres étudiées

C'est en 1879 qu'Edison fut le premier à trouver une application aux fibres de carbone en tant que filaments d'ampoules électriques. Ces dernières étaient alors obtenues par carbonisation de fibres de bambou. Aujourd'hui, les fibres de carbone sont élaborées à partir de trois principaux précurseurs carbonés classés par ordre croissant de rendement en carbone : (i) cellulose, (ii) Polyacrylonitrile (PAN) et (iii) Brai (résidu du pétrole ou de la houille, brai synthétique). Depuis vingt ans, leur consommation a été multipliée par 10 dans le monde. De part leur faible densité et leurs excellentes propriétés mécaniques, ces fibres sont très utilisées dans les composites Carbone/Polymère (ski, raquettes de tennis, planches de surf, industrie aéronautique...) mais aussi dans les composites C/C (industrie aéronautique et spatiale, industrie chimique, freins pour la compétition automobile...).

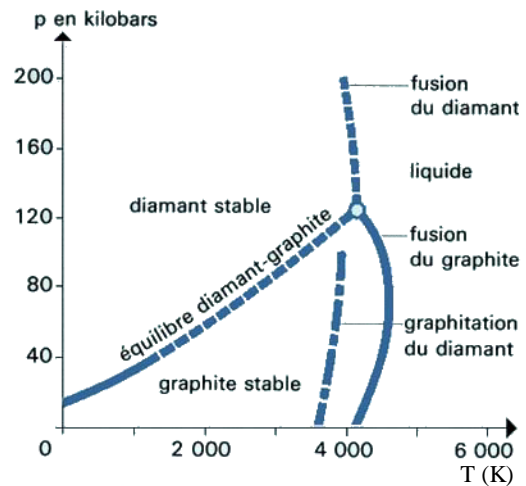
Cette partie, inspirée des travaux bibliographiques réalisés par C. Sauder [1] vise à **familiariser le lecteur aux matériaux carbonés** et à **justifier les principaux objectifs de ce travail**. Si leur utilisation a fortement augmenté, la **diversité structurale du carbone** en fait un des matériaux les plus variés qui existe. Ainsi, à partir de généralités sur le carbone et plus particulièrement sur le monocristal de graphite, les **procédés d'élaboration** et les **propriétés structurales** des principales fibres étudiées seront présentées. Ensuite, les fibres issues du programme Européen VaFTeM auquel nous avons participé durant cette étude seront brièvement présentées. Finalement, deux fibres céramiques pour lesquelles il est toujours intéressant de valider les résultats seront décrites.

I. GENERALITES SUR LE CARBONE

De par sa configuration électronique ($1s^2 2s^2 2p^2$) le carbone peut former 3 types de liaisons : sp , sp^2 et sp^3 . Les deux formes cristallines usuelles du carbone sont le graphite (hybridation sp^2) et le diamant (hybridation sp^3). Le diamant (figure 5.1a) possède une structure cubique construite à partir de motifs tétraédriques associés à l'hybridation sp^3 des orbitales atomiques (un atome central entouré de quatre autres atomes, situés aux sommets d'un tétraèdre). Cette forme cristalline est métastable à température ambiante, le graphite étant la forme stable aux températures et pressions ordinaires (figure 5.1b).



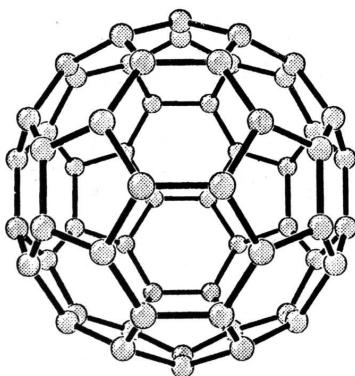
(a) Maille cristallographique du diamant



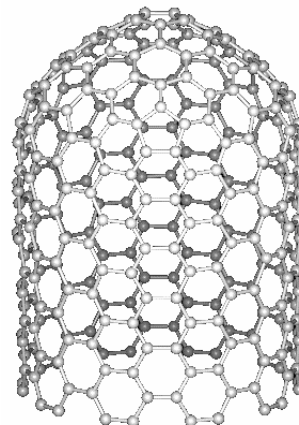
(b) Diagramme de phase du carbone

figure 5.1 : Propriétés structurales [1].

D'autres formes du carbone ont été découvertes plus récemment, telle la molécule C_{60} ou fullerène (figure 5.2a) constituée d'hexagones et de pentagones (hybridation $sp^{2+\epsilon}$) ce qui lui confère une forme sphérique. Une autre structure est le nanotube (figure 5.2b).



(a) Fullerène C_{60}



(b) Nanotubes

figure 5.2 : Forme récentes de carbone [1].

Schématiquement, le nanotube est un cylindre de structure graphitique (courbé comme un rouleau de fil de fer grillagé) et fermé aux deux extrémités par un chapeau de type fullerène. Du fait de l'absence de défaut, ces tubes sont beaucoup moins fragiles que les fibres de carbone et pourraient donc les remplacer pour renforcer des matériaux composites à partir du moment où les coûts de fabrication chuteront (encore 10 à 1000 fois plus cher que les fibres de carbone classiques). Les fibres et les matrices de carbone, ont une structure dérivée du graphite, et sont des carbones turbostratiques, B.E. Warren [99]. La fibre issue du précurseur cellulose est utilisée pour ses propriétés d'isolant thermique, H. Plaisantin [100]. La fibre organique PAN est la plus vendue et permet l'obtention de fibres à haute résistance mécanique (HT : $E = 150-300$ GPa, $\sigma_R = 3000-7100$ MPa). Les fibres de haut module (HM, $E = 400-950$ GPa, $\sigma_R = 2000-3000$ MPa) sont pour la plupart obtenues à partir du filage et de la carbonisation/graphitisation de brais mésophasiques. Les caractéristiques mécaniques de différentes fibres commerciales, Edie [101] sont présentées (figure 5.3).

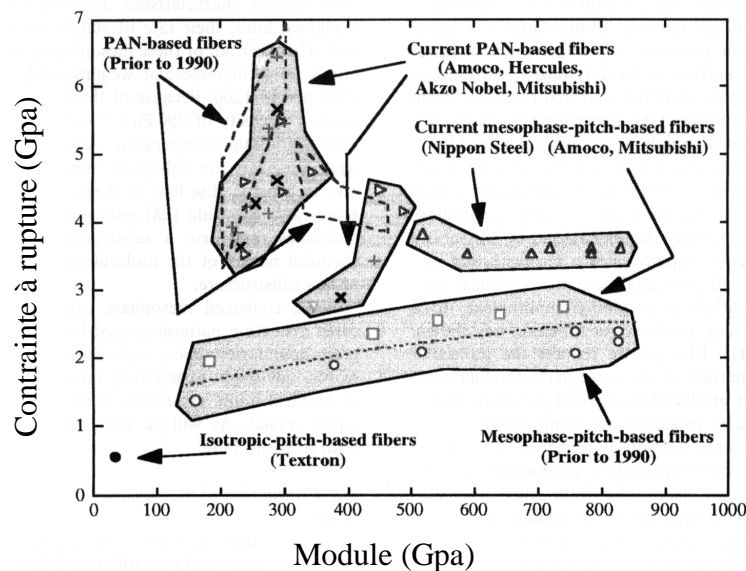


figure 5.3 : Propriétés mécaniques de fibres vendues dans le commerce [101].

II. PARAMETRES STRUCTURAUX

A. Détermination des paramètres

Certaines fibres ont une structure graphitique mais la plupart ont une structure de type turbostratique avec des distances d_{002} supérieures ou voisines de 340 pm et des couches non planes (ondulées). De manière générale, la distance d_{002} est déterminée par DRX (diffractométrie des rayons X) grâce à la formule $d = 2\lambda \sin\theta$ avec λ , longueur d'onde du faisceau incident et θ , angle de Bragg de la réflexion 002. Le domaine cohérent permet de décrire la structure à l'échelle nanométrique, L_a et L_c définissant sa taille, Z ($^\circ$) étant un paramètre d'orientation de ces domaines cohérents par rapport à l'axe de la fibre.

L'association des domaines cohérents au sein de la fibre constitue une unité texturale de base dont une représentation (figure 5.4) a été donnée par Guigon [102] pour des fibres ex-PAN.

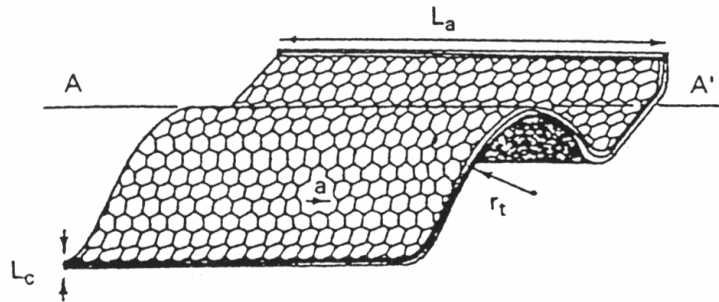


figure 5.4 : Représentation selon Guigon d'une unité texturale de base [102].

Pour déterminer les valeurs de L_a , L_c et Z deux techniques peuvent être utilisées : la diffraction des rayons X et la microscopie électronique en transmission (MET). En diffraction des rayons X, L_c est calculée grâce à la formule de Scherrer, $L_c = 0.9 \lambda / B \cos \theta$, où λ est la longueur d'onde du faisceau incident, θ l'angle de diffraction de la réflexion 002 et B la largeur à mi-hauteur de cette bande 002. L_a est calculée de la même façon grâce à la réflexion (110). En MET, ces valeurs sont déterminées statistiquement en mesurant un nombre important des largeurs et longueurs de domaines cohérents sur les clichés obtenus. La technique de mesure de Z (°) en RX a été décrite par Ruland [103] (figure 5.5).

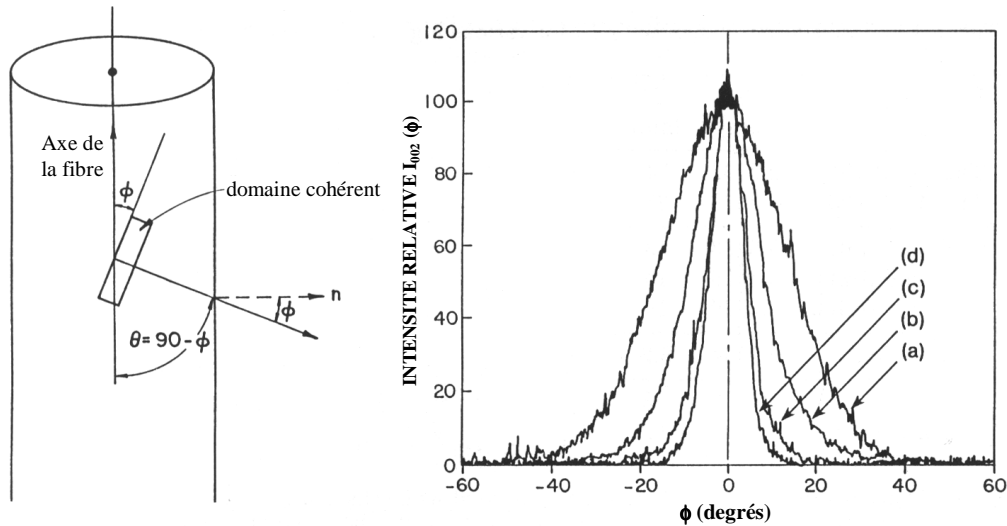


figure 5.5 : Méthode de mesure des longueurs cohérentes selon Ruland [103].

Cette méthode consiste à mesurer la distribution $I(\phi)$ de l'intensité de la raie 002 en fonction de l'angle ϕ d'orientation des plans de graphène (ou des domaines cohérents) par rapport à l'axe de la fibre. Dans ce cas, Z désigné par angle d'orientation représente la largeur à mi hauteur de la fonction de distribution $I(\phi)$. En MET, le paramètre d'orientation Z est déterminé par diffraction à aire sélectionnée (DEAS). Un cliché est obtenu par un balayage

azimutal de l'anneau de Debye-Scherrer 002. Sachant que la distribution le long de l'anneau est décrite par une gaussienne, la largeur à mi hauteur fournit une valeur du même type que Z ($^{\circ}$).

B. Texture

Dans une fibre de carbone les domaines cohérents s'assemblent pour former des unités texturales de base qui sont plissées et froissées (structure en nappes ondulées). La texture d'une fibre représente l'arrangement de ces unités suivant l'axe et les deux directions transverse de la fibre. Les lieux où les unités texturales de base se plient où se divisent, sont couramment appelés "désinclinaisons" (désorientations) pour ne pas les confondre avec les dislocations dans les matériaux cristallins. De grandes désorientations sont souvent à l'origine de la présence de pores (figure 5.6).

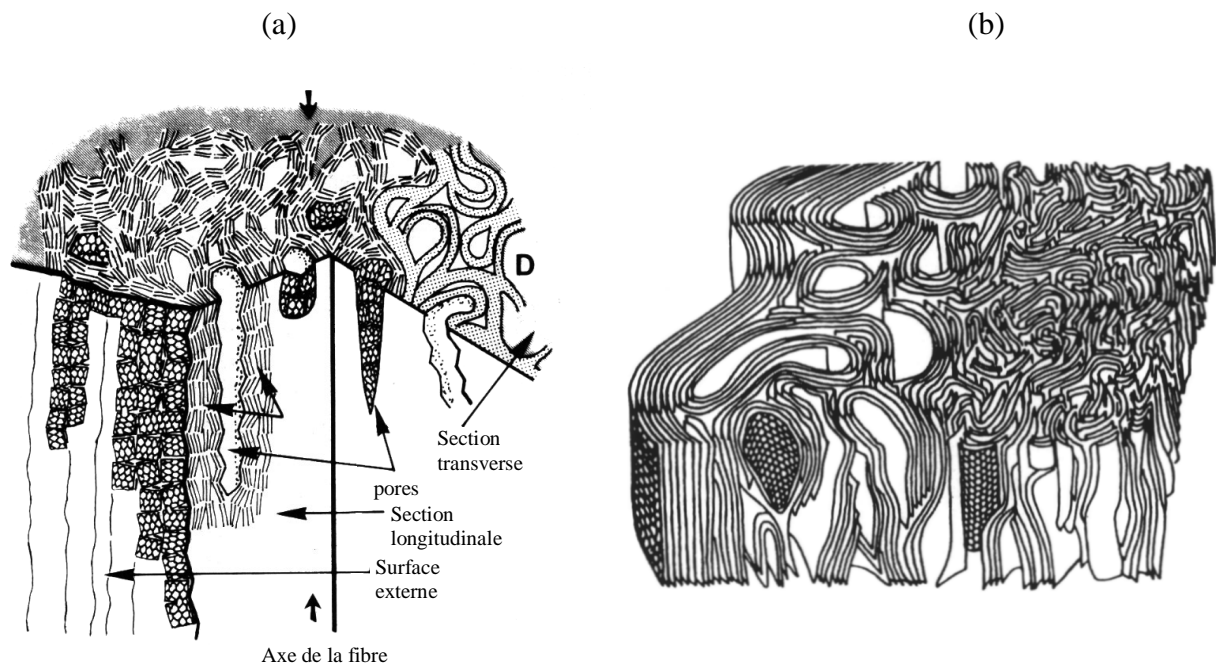


figure 5.6 : Mise en évidence de la structure poreuse des fibres de carbone due à la désorientation, (a) [102] et (b) [104].

De la même façon, le rôle du précurseur dans la structure finale d'une fibre de carbone est important. C'est notamment à partir de ce dernier que les fibres peuvent être distinguées. La fibre ex-cellulose est une fibre dite "isotrope" si elle n'a subi aucun traitement à haute température sous tension. Cela signifie que les domaines cohérents sont de très faible dimension et que la texture de ces fibres est isotrope dans les 2 directions transverses et quasi-isotrope dans la direction longitudinale (axe de la fibre) ce qui explique leur faible module d'élasticité. La texture d'une fibre PAN haute résistance est plus complexe. En première approche les feuillets sont associés les uns aux autres formant un ensemble de feuilles

froissées et pliées (avec parfois de faibles rayons de courbure) qui s'orientent préférentiellement suivant l'axe de la fibre en formant des pores principalement longitudinaux. Dans le sens transverse, perpendiculaire à l'axe de la fibre, les fibres ex-PAN présentent parfois une texture mieux définie près de la surface (texture concentrique) qu'au cœur où elle est aléatoire. Les fibres ex-PAN de haut module peuvent quant à elles être décrites par le modèle présenté (figure 5.7).

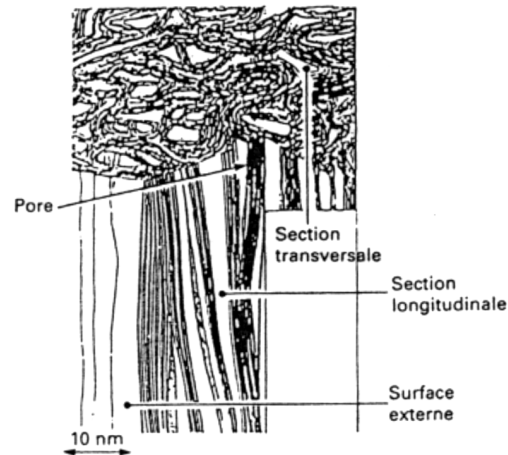


figure 5.7 : Représentation structurale d'une fibre ex PAN, [102].

La texture de ces fibres est plus régulière avec des feuillets moins pliés, froissés, et mieux alignés suivant l'axe. Dans le sens transverse, la texture est moins homogène vers la surface où ces feuillets sont très peu pliés et alignés parallèlement. Ces fibres présentent des densités assez faibles (entre 1.7 et 2g/cm³) ce qui s'explique par leur caractère turbostratique et la présence de pores allongés.

Les fibres ex-brai anisotropes sont souvent considérées comme des fibres graphite quand elles ont été graphitisées à très haute température (3000°C) pendant une longue durée. Ceci se confirme notamment, par l'apparition en DRX de la raie 112 qui traduit un ordre tridimensionnel. Les feuillets sont très alignés suivant l'axe de la fibre et très peu ondulés. Les pores sont moins nombreux et de plus petite taille (un modèle est présenté figure 5.8).

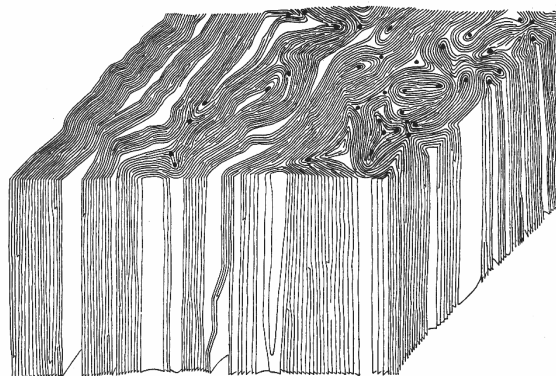


figure 5.8 : Modèle de structure d'une fibre ex brai anisotrope selon Bourrat et al. [105].

La texture dans le sens radial peut varier énormément (figure 5.9). Cette texture peut avoir un rôle non négligeable sur les propriétés physiques de ces fibres.

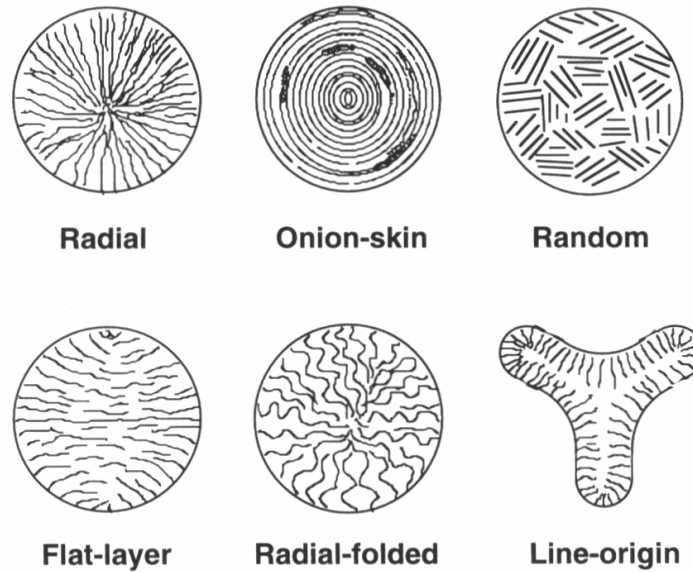


figure 5.9 : Différentes textures dans le sens radial des fibres de carbone selon Edie [106].

Les propriétés de l'ensemble de ces fibres seront fortement dépendantes de leur structure (d_{002} , L_a , L_c , et Z).

III. LES FIBRES ETUDIÉES DANS LA THESE

A. Fibres ex-cellulose

De multiples précurseurs de type cellulosique peuvent être employés. Le plus utilisé est sans doute la soie artificielle appelée couramment rayonne, cellulose synthétique de formule chimique $(C_6H_{10}O_5)_n$. Le processus de fabrication décrit par Cory [107] se décompose en trois étapes : (i) Décomposition thermique (figure 5.10) : tout d'abord l'eau adsorbée est éliminée de la rayonne par un traitement à 100°C (stade 1). Ce traitement thermique entraîne une perte de masse d'environ 12 %. De $150\text{-}240^\circ\text{C}$ (stade 2), l'élimination de groupements hydroxyles et d'hydrogène permet la formation de liaison $C=C$ et $C=O$ en position équatoriale de préférence. De 240 à 400°C (stades 3a à 3c) la dégradation thermique commence produisant : des goudrons suite à la formation de molécules de type pyranose et furanose, de l'eau et des gaz CO , CO_2 . Enfin au delà de 400°C chaque unité de cellulose se divise en résidus contenant quatre atomes de carbone qui s'assemblent pour former un polymère carboné conduisant à une structure de type graphitique. La perte de masse est d'environ 70 %. Pour améliorer le rendement et la vitesse de dégradation et d'après Shindo et al. [108] et Strong [109], des atmosphères réactives peuvent être employées (air, HCl ,...). (ii) Carbonisation : la carbonisation peut être réalisée sous atmosphère inerte dans une gamme de températures de $900\text{-}1500^\circ\text{C}$ et pour des temps très courts (moins d'une minute parfois).

D'autres atmosphères telle que HCl, peuvent également être utilisées. L'application d'une tension pendant la carbonisation permet d'accroître le degré d'orientation préférentielle et donc d'augmenter les propriétés mécaniques de la fibre, notamment le module d'élasticité longitudinal, Bacon [110]. Le rendement global est alors de 20-25 %. (iii) Graphitisation : pour améliorer les propriétés des fibres ex-cellulose souvent limitées par le précurseur, les traitements à haute température ont parfois été effectués sous tension, par exemple à 2800°C pendant quelques secondes, [111]-[112]. Des modules d'élasticité élevés (~ 500 GPa) peuvent alors être obtenus cela pour un coût très important.

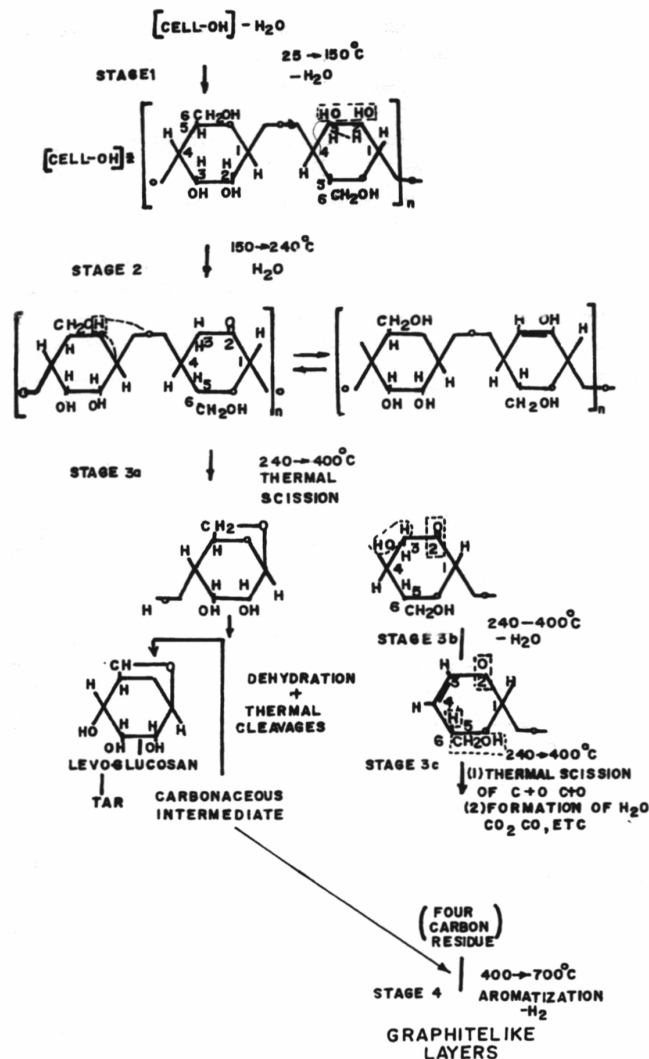


figure 5.10 : Processus de fabrication des fibres ex celluloses [107].

Ici, nous étudierons une fibre fournie par Snecma Moteurs. Elle se présente sous forme de tissu référencé "TC2". Lors de l'élaboration, la pyrolyse a été effectuée à 1200°C pendant quelques minutes. Ce tissu est composé de fils cylindriques de 2000 fibres légèrement torsadés (quelques dizaines de tours par mètres). Des fils sont extraits du tissu dans le sens chaîne, et ont un titre de 103 tex (mesuré). Par la suite, les fils sont désensimés, des monofilaments peuvent ainsi être extraits sans peine. Cette fibre sera référencée TC2.

B. Fibres ex-PAN

Pour permettre le filage, 10 à 30 % en masse de PAN sont dissoutes avec des solvants polaires tels que le thiocyanate de sodium, l'acide nitrique ou le diméthylacetamide. Deux procédés existent pour le filage. Le premier est le filage à sec qui s'effectue dans une chambre chaude où l'extraction du solvant est réalisée. Le second, proposé par Ram et al. [113], est le procédé par filage humide dans un bain coagulant permettant l'extraction du solvant (figure 5.11) :

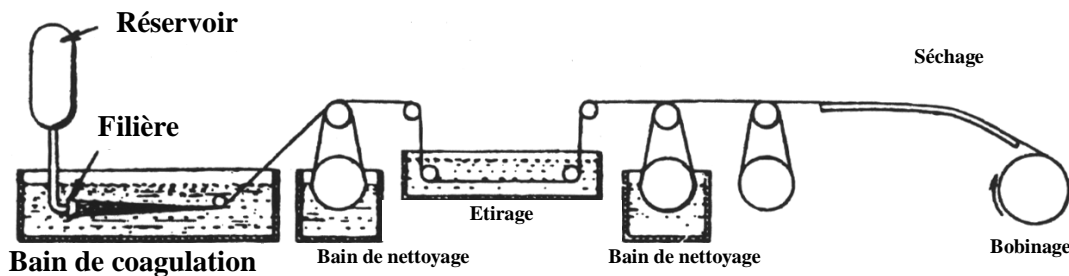


figure 5.11 : Procédé de filage humide [113].

Le passage forcé de la solution de PAN dans les capillaires tend à orienter la structure polymérique parallèlement à la direction du flux. L'utilisation de solvant rend ces deux procédés coûteux.

Une troisième méthode expérimentale consiste à plastifier le PAN sous pression par addition d'eau afin d'obtenir un matériau homogène tendre filable sans utilisation de solvant, [114]. Le processus de stabilisation est la conversion du polymère filé en un produit infusible afin qu'il puisse supporter sans modification de morphologie l'élévation de température postérieure. Il doit se faire en s'assurant que l'orientation des chaînes polymériques ne sera pas perdue. Pour cela, le procédé décrit sur la figure 5.12 est utilisé :

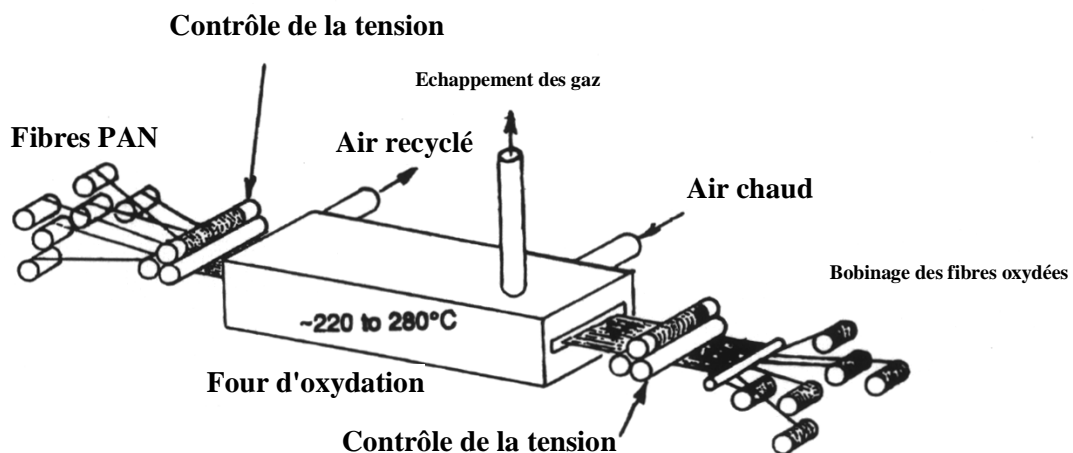


figure 5.12 : Processus de stabilisation [114].

La fibre de PAN est traitée à l'air dans une gamme de températures allant de 230 à 280°C. Une tension est appliquée pour maintenir l'orientation préférentielle. C'est durant cette étape qu'a lieu la formation de cycles hexagonaux par les groupes nitriles et la déshydrogénation. L'oxydation introduit de l'oxygène qui sert de lien entre les groupes. Le polymère obtenu est alors stabilisé.

Une fois stabilisée la fibre PAN est carbonisée entre 1000 et 1500°C sous atmosphère neutre pendant quelques minutes, [106]. Lors de cette étape, les éléments hétérogènes sont éliminés sous forme de CH₄, H₂, CO, CO₂, H₂O, NH₃... Un matériau principalement formé de réseaux hexagonaux de carbone désordonnés est alors obtenu. La masse de la fibre chute approximativement de moitié pendant ces étapes (rendement en masse de carbone autour de 45 %), la fibre passe d'un diamètre initial de 35 µm à un diamètre final de 7 µm environ.

La fibre obtenue n'est pas graphitisable et son module d'élasticité se situe dans une gamme intermédiaire $E \sim 250$ GPa. La contrainte à rupture peut atteindre 7000 MPa. Un traitement thermique à des températures supérieures (THT) favorise l'alignement des plans graphitiques suivant l'axe de la fibre et permet ainsi d'augmenter légèrement le module ($E \sim 400$ GPa) mais pas la contrainte à rupture qui chute. Un traitement à haute température sous tension mécanique permet, comme pour les fibres de cellulose, d'augmenter plus largement son module ($E > 500$ GPa).

Dans cette étude, la fibre choisie est une fibre commerciale ZOLTEK. Son identification est PX33TW0048-N11. La fibre a subi une pyrolyse autour de 1350°C pendant quelques minutes. Elle se présente sous la forme d'un fil continu plat de 48000 fibres ensimées sans torsion dont le titre est de 3500 tex (donnée fournisseur). La fibre a, lors de son élaboration, subi un traitement de surface. L'ensimage est facilement éliminé par une immersion dans l'eau chaude et des monofilaments peuvent ainsi être facilement extraits. Cette fibre est désignée sous le terme PANEX 33.

C. Fibres ex-brai

Les précurseurs utilisés sont constitués de brais, qui sont un mélange de nombreuses espèces aromatiques condensées généralement isotropes. Ils ont l'avantage de donner naissance, par chauffage à 350°C, à un état cristal liquide, la mésophase de carbone. Une émulsion constituée d'un brai mésophasique au sein d'un liquide isotrope est alors obtenue (figure 5.13). Les brais naturels sont des résidus de la distillation de pétrole ou de houille. Des brais synthétiques possédant un taux de mésophase plus ou moins important ont été obtenus par Dumont [115] à partir de différentes matières organiques. L'intérêt vient de l'apparition d'une orientation préférentielle de l'état liquide de ces brais naturels quand ils sont chauffés autour de 350°C suffisamment longtemps.

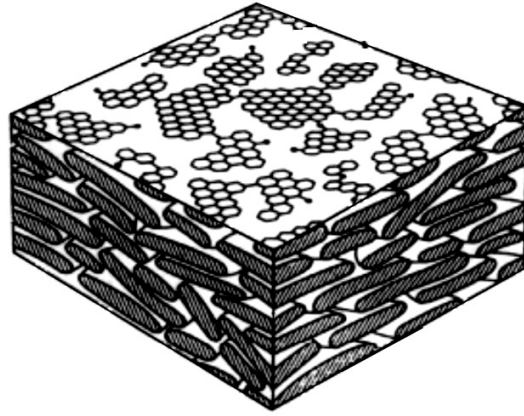


figure 5.13 : Schéma d'un brai mésophasique, [1].

Les sphères de Brooks et Taylor constituant le brai mésophasique présentent une bonne stabilité thermique. C'est un cristal liquide composé de très grandes unités d'hydrocarbures aromatiques. Un produit 100 % mésophasique peut être obtenu d'après Azami [116] en utilisant un gaz inerte pour agiter le brai pendant la polymérisation thermique. D'autres procédés, proposés par Diefendorf et al. [117] et Hutchenson et al. [118] basés sur l'extraction par solvant, permettent de produire un brai 100% mésophasique. Suivant le procédé, des distributions de masses molaires des unités aromatiques très différentes ont été obtenues.

Le procédé utilisé pour le filage du précurseur brai (figure 5.14) permet d'obtenir, selon la forme et les mouvements de l'agitateur du précurseur avant le passage dans les capillaires, des textures transverses de différents types.

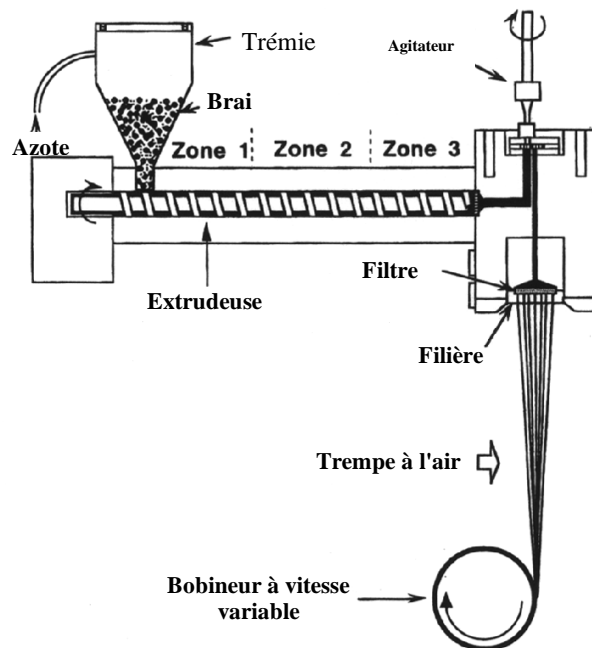


figure 5.14 : Procédé de filage des fibres ex brai d'après Zimmer et al. [119].

Lors de la phase de stabilisation il n'est pas nécessaire d'appliquer une tension mécanique. En effet, contrairement au précurseur PAN, la relaxation est peu importante alors que l'orientation préférentielle est déjà très importante. Les fibres de précurseurs brai sont donc stabilisées par exposition sous air entre 230 et 280°C selon un processus similaire à celui utilisé pour les fibres ex-PAN. Une fois stabilisée, la fibre ex-brai est traitée entre 1500 et 3000°C sous atmosphère neutre sans tension mécanique. Ceci a pour effet d'éliminer la quasi totalité des éléments volatils hétérogènes comme pour la fibre ex-PAN. Durant ce traitement, une amélioration de l'orientation préférentielle ainsi qu'un accroissement de L_c , et L_a est constaté. Ainsi, il est possible d'obtenir des fibres de très haut module appelées quelque fois à tort "fibre de graphite" de par leur ordre tridimensionnel (figure 5.15). Cependant, des fibres de bas module peuvent être aussi obtenues en utilisant un brai isotrope comme précurseur. L'ensemble de ces procédés conduit à un rendement de 70 à 80 % ce qui est bien supérieur au rendement pour les deux autres types de fibres.

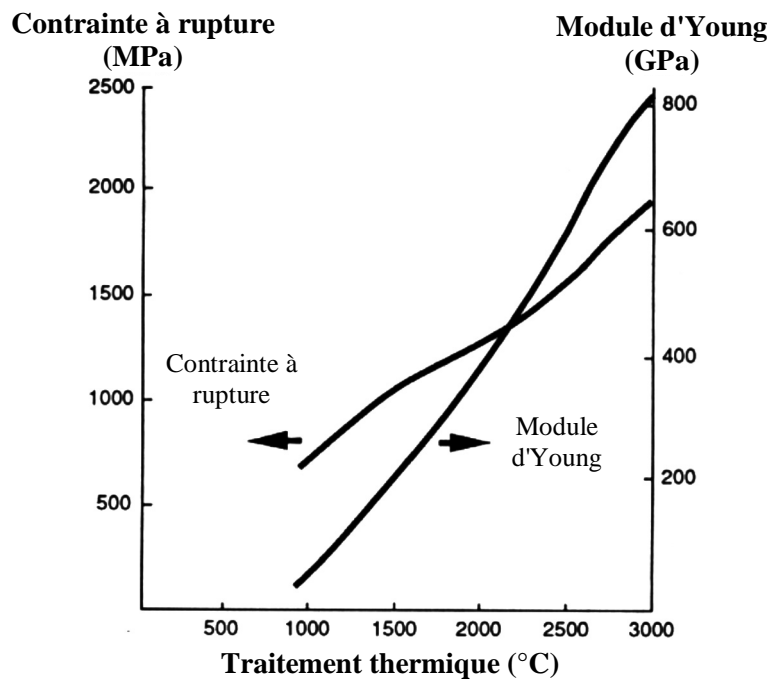


figure 5.15 : Propriétés mécaniques fibres ex brai en fonction du traitement thermique [1].

Dans cette étude, deux types de fibres ex brai seront étudiées : une fibre **ex-brai anisotrope**, la Thornel P100 de Union Carbide (aujourd'hui AMOCO Performance Products) qui a été très largement étudiée par Huang et al. [120]- [121], Villeneuve [6] et Endo [122]. Cette fibre a subi un traitement thermique à haute température (graphitisation). Elle se présente sous forme d'un fil continu plat de 2000 fibres ensimées sans torsion dont le titre est de 315 tex (mesuré). L'ensimage est éliminé par traitement à 600°C sous air pendant quelques minutes. Cette fibre est désignée sous le terme P100. Puis, une fibre **ex-brai isotrope** produite par Nippon Graphite Fiber, son titre est de 410 tex (donnée fournisseur). Lors de

l'élaboration, la carbonisation a été effectuée aux alentours de 1800°C pendant quelques minutes. Elle se présente sous la forme d'un fil continu plat de 3000 fibres ensimées sans torsion. L'ensimage est éliminé par traitement à 400°C pendant quelques minutes. Cette fibre est désignée dans cette étude par l'appellation XN05.

IV. PROPRIETES CONNUES DES FIBRES ETUDIEES

A. Données fournisseurs

Pour chacune des fibres décrites précédemment, les propriétés physiques données par les fournisseurs peuvent être présentées (tableau 5.1).

Propriétés	TC2	PANEX 33	P100	XN05
Module d'Young longitudinal (GPa)	≈ 30	≈ 235	≈ 690	54
Contrainte à rupture en MPa	≈ 1200	3100	2100	1180
Densité	1.5 – 1.9	1.79 – 1.85	2.15	1.65
Diamètre moyen (µm)	≈ 6,5	≈ 7	≈ 11	≈ 10
Titre (tex)	103	3500	315	410
Ensimage	Oui	Oui	Oui	Oui
Traitement de surface	Non	Oui	?	?

tableau 5.1 : Propriétés physiques des fibres étudiées, données par les fournisseurs.

Dès lors, il est possible de faire un lien entre les propriétés physiques, comme le module d'Young où la densité avec l'organisation texturale des fibres. En effet, la fibre XN05 a un module et une densité très éloignée de celle d'un monocristal de graphite ($E = 1000 \text{ Gpa}$ et $\rho = 2.26 \text{ g.cm}^{-3}$). De la même façon, il apparaît que la fibre P100 possède des propriétés plus proches de celles d'un monocristal, ce qui traduit une structure graphitique avancée.

B. Valeurs mesurées par C. Sauder [1]

⇒ Paramètres structuraux à la température ambiante

	d_{002} (pm)	L_c (nm)	L_a (nm)	Z (°)	Densité (g/cm ³)	V_p (%) *
TC2	371,0	1	-	-	1,99	2,8
PANEX 33	349,0	1,9	-	24,3	1,76	19,1
XN05	349,0	1,8	-	30	1,61	26
P100	338,8	10,6	26	6,4	2,15	4,1

* Porosité non accessible par pycnométrie Hélium

tableau 5.2 : Paramètres structuraux obtenus [1].

		d_{002} (pm)	L_c (nm)	Z(°)	Densité	V_p (%) *
TC2	Brute	371	1	N.D	1,99	2,8
	THT 1600°C	368	1,1	N.D	1,59	23
	THT 2200°C	356	1,4	N.D	1,37	35,8
PANEX 33	Brute	349	1,9	24,5	1,75	18,9
	THT 1600°C	345	2,4	23	1,77	18,7
	THT 2200°C	343	4,2	19	1,96	11,5
XN05	Brute	349	1,8	30	1,61	26,0
	THT 2200°C	345	3,5	30	1,63	25,7

N.D. : Non déterminée

* Porosité non accessible par

pycnométrie Hélium

tableau 5.3 : Evolution des Paramètres structuraux après traitement thermique [1].

⇒ Propriétés mécaniques à la température ambiante

FIBRES ($L_0 = 50\text{mm}$ sauf P100)		Module d'Young ($\epsilon \sim 0,2\%$)	Facteur f	Contrainte à rupture moyenne	Allongement à rupture	Module de Weibull	Facteur d'échelle ($V_0=1\text{mm}^3$)
		E (GPa) (<i>écart type</i>)		σ_R (MPa) (<i>écart type</i>)	ϵ_R (%) (<i>écart type</i>)		σ_0
		$E_e = E_0 (1+f.\epsilon)$			m		
TC2	brute	34 (2)	0	880 (150)	2,6 (0,41)	7,2	389
	THT 1600°C	35 (2)	0	670 (123)	1,95 (0,35)	6,6	262
	THT 2200°C	33 (2)	0	720 (160)	2,15 (0,45)	5,2	230
PANEX 33	brute	230 (12)	20	2420 (500)	1,05 (0,22)	5,9	930
	THT 1600°C	253 (16)	21	3050 (650)	1,21 (0,26)	5	960
	THT 2200°C	297 (14)	23	2107 (405)	0,71 (0,13)	5,1	650
XN05	brute	52 (1)	0	1060 (180)	2,07 (0,34)	7,2	530
	THT 2200°C	53 (1)	0	980 (200)	1,88 (0,37)	7	510
P100 *		690 *	N.D.	2200 *	0,3 *	N.D.	N.D.

N.D. : Non déterminée

* Données fournisseur ($L_0 = 25 \text{ mm}$)

tableau 5.4 : Résultats des tests de traction à température ambiante [1].

Température	Fibre PANEX 33 THT 2200°C					Fibre FC2 THT 2200°C				
	E/E ₀ (%)	σ _R (MPa)	ε _R (%)	m	σ ₀ * (MPa)	E/E ₀ (%)	σ _R (MPa)	ε _R (%)	m	σ ₀ * (MPa)
24°C	100	2107 (405)	0,71 (0,13)	5,1	660	100	720 (160)	2,16 (0,45)	5,1	230
1000°C	98,5 (0,4)	2292 (410)	0,80 (0,14)	6,5	950	96,6 (0,4)	789 (103)	2,39 (0,31)	8,3	390
1200°C	97,7 (0,5)	2401 (540)	0,86 (0,18)	5,2	890	94,6 (0,4)	756 (118)	2,32 (0,38)	ND	ND
1400°C	95,7 (0,8)	2386 (507)	0,85 (0,18)	5,4	810	89,5 (0,6)	825 (116)	2,68 (0,36)	ND	ND
1600°C	91,6 (1,6)	2359 (520)	0,91 (0,23)	5,4	800	83,2 (1,0)	821 (114)	5,41 (1,75)	7,9†	390
1800°C	81,8 (1,7)	2857 (611)	1,53 (0,44)	5,6	1020	69,4 (1,0)	605 (72)	12 (6,7)	ND	ND
2000°C	69,5 (1,8)	2348 (443)	3,71 (1,84)	5,9†	850	52,7 (1,7)	371 (39)	12,7 (6,1)	10†	200

* V₀= 1mm³

ND : Non déterminée

() écart type

E₀ : Module à température ambiante

E : module à la température T

† Valeurs non significatives puisque la rupture n'est plus de type fragile mais plastique

tableau 5.5 : Evolution des propriétés mécaniques avec la température d'essai pour les fibres PANEX 33 et TC2 traitées à 2200°C [1].

C. Propriétés du monocristal

Avant de présenter les résultats concernant les différentes fibres étudiées, il convient de présenter les résultats connus pour un monocristal de graphite. Pour cela, une présentation sommaire de la structure graphitique est nécessaire. En effet, le graphite représente la forme cristalline stable du carbone dans les conditions usuelles de température et de pression. Il est formé de plans parallèles d'atomes de carbone disposés suivant des hexagones réguliers partageant toutes leurs arêtes et leurs sommets (figure 5.16a). Les deux possibilités d'organisation naturelle de ces plans résultent donc de deux distributions spatiales : l'une est de type ABAB (figure 5.16b) ce qui correspond au système cristallin hexagonal, l'autre ABCABC (figure 5.16c) correspond au système cristallin rhomboédrique. Les distances C-C dans les feuillets sont de 142.1 pm et les distances entre chaque feuillet est de 335.4 pm. Sa masse volumique théorique est de 2.26 g.cm⁻³. Même si le graphite existe sous forme naturelle, il reste difficilement exploitable industriellement car il se trouve lié à différents minéraux. Par conséquent, le graphite est plutôt exploité par une voie artificielle qui permet d'obtenir un matériau encore plus pur que le graphite existant à l'état naturel. La méthode consiste à porter un carbone non graphitisé (mais graphitisable) à de très hautes températures, ce qui entraîne l'élimination des impuretés et des défauts.

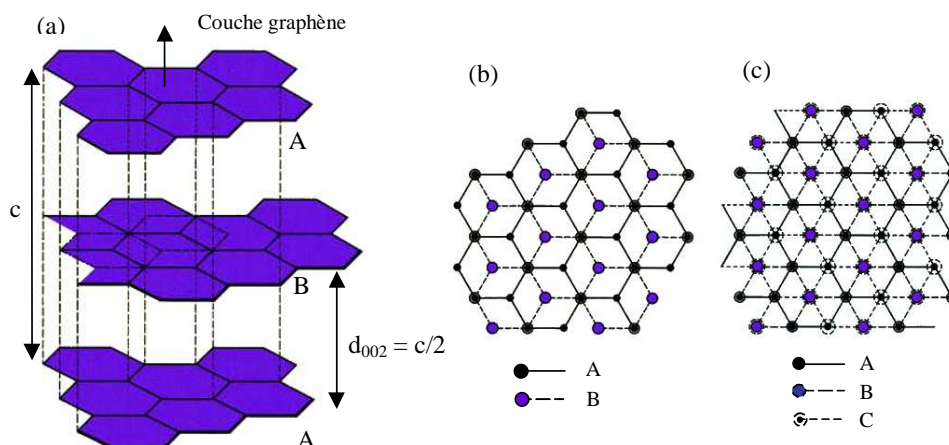


figure 5.16 : Structure graphitique [1].

Le traitement thermique d'un produit très pur tel que le coke de pétrole, utilisé dans la production d'électrodes de graphite, permet alors d'obtenir un graphite microcristallin aux propriétés variables suivant les conditions d'élaboration.

De la même façon, la forte anisotropie structurale du monocristal de graphite se répercute sur ses propriétés mécaniques et physiques à la température ambiante (tableau 5.6).

	Parallèlement au plan	Perpendiculairement au plan
Module élastique (GPa)	~ 1000	~ 36
Conductivité thermique ($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{°C}^{-1}$)	~ 2000	~ 7
Coefficient de dilatation (K^{-1})	de -1 à $-1.5\cdot 10^{-6}$	$\sim 2.7\cdot 10^{-5}$
Résistivité ($\Omega\cdot\text{m}$)	$\sim 4\cdot 10^{-7}$	$\sim 1\cdot 10^{-4}$

tableau 5.6 : Quelques propriétés du graphite monocristallin à 300 K [1].

Dès lors, il est clair que les propriétés dans le sens longitudinal et transverse sont très différentes ce qui se répercute directement (figure 5.17) sur les évolutions des coefficients de dilatation longitudinale α_a , donnée par Nelson [123], et transverse α_c , donnée par Morgan [124].

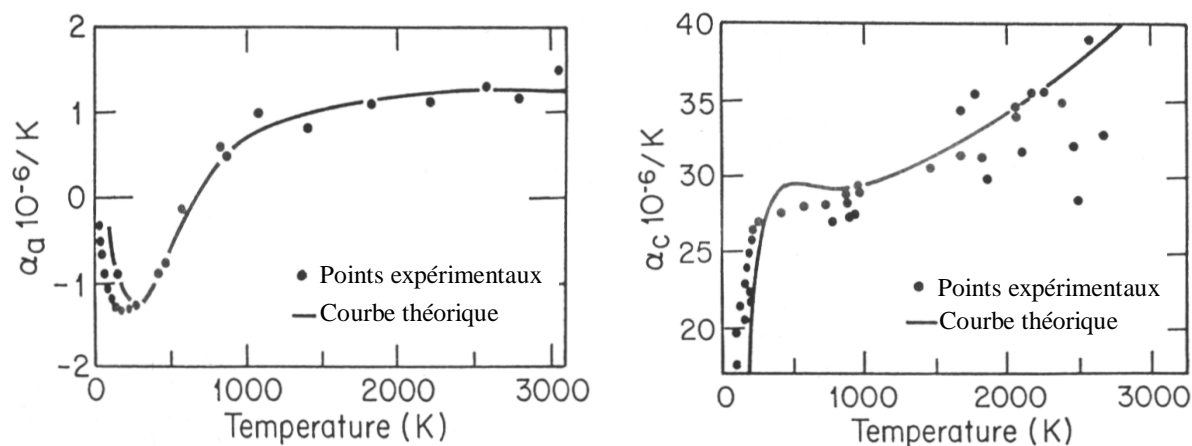


figure 5.17 : Coefficients de dilatation du monocristal de graphite [123] et [124].

La contraction observée à basse température dans la direction a (dans les plans) s'explique par le fait qu'à basse température, l'allongement du réseau cristallin dans la seule direction c (important de part les liaisons du type Van der Waals liant deux couches adjacentes) produit une contraction latérale (effet Poisson) qui est plus grande que la dilatation thermique au sein des plans cristallins. Lorsque la température augmente, la dilatation thermique dans les plans du réseau devient plus importante que la contraction de Poisson d'après Pacault et al. [125].

V. FIBRES ISSUES DU PROGRAMME EUROPEEN VAFTEM¹

Ce projet européen a pour objectif la validation de méthodes de caractérisation (mécanique, thermique et thermomécanique) de fibres de carbone et céramique. Dans le cadre de ce projet, notre travail *a concerné uniquement la mesure des coefficients de dilatation thermique (longitudinal et transverse) jusqu'à 1500 K, de fibres carbone et céramiques [20]*. Ainsi, seule la fibre céramique Nextel 720 sera conservée ultérieurement pour valider les mesures des propriétés thermiques.

A. Fibres Céramiques

Les principales caractéristiques fournies par les partenaires du programme VaFTeM et relatives aux fibres céramiques sont regroupées au tableau 5.7 :

	Nom	Fabricant	Nombre de fibres par fil	Diamètre moyen de la fibre (μm)	Densité linéaire (tex)	Densité ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)
Fibres céramiques	Al_2O_3 N720	3 M	400	10 - 12	167	3.40
	SiC Hi - Nicalon	Nippon Carbon Co	500	14	200	2.74

tableau 5.7 : Présentation des caractéristiques des fibres céramiques données par le fournisseur.

B. Fibres de carbone

De la même façon, les principales caractéristiques des fibres de carbone à caractériser pour le programme VaFTeM sont regroupées au tableau 5.8 :

¹ VaFTeM pour : Validation of Fiber Testing Methods

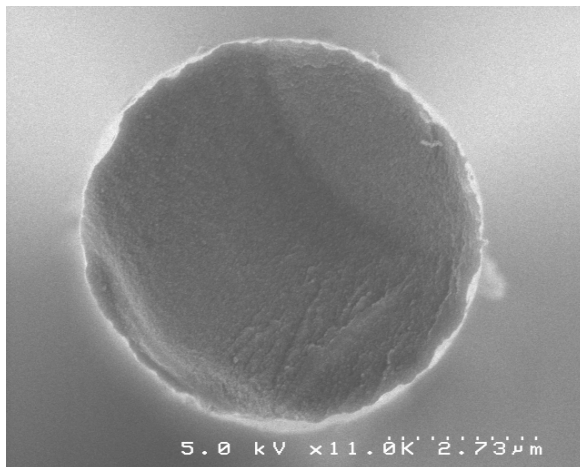
	Nom	Fabricant	Nombre de fibres par fil	Diamètre moyen approché de la fibre (μm)	Densité linéaire (tex)	Densité ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)
Fibres de carbone	C1 – Tenax HTA 5131 3k	Tenax	3000 ensimées	7	200	1.77
	C2 – Tenax HTA 5131 12k	Tenax	12000 ensimées	7	800	1.77
	C3 – Tenax HTA 5411 24k	Tenax	24000 non ensimées	7	1600	1.77
	C4 – RB1 0.72k	SPS	720 ensimées	9 - 11	160	1.8
	C5 – RB2 ST 2k	SPS	2000 ensimées	5 - 7	370	1.99
	C6 – Tenax HTA 5131 6k	Tenax	6000 ensimées	7	400	1.75

tableau 5.8 : Présentation des caractéristiques des fibres de carbone données par le fournisseur

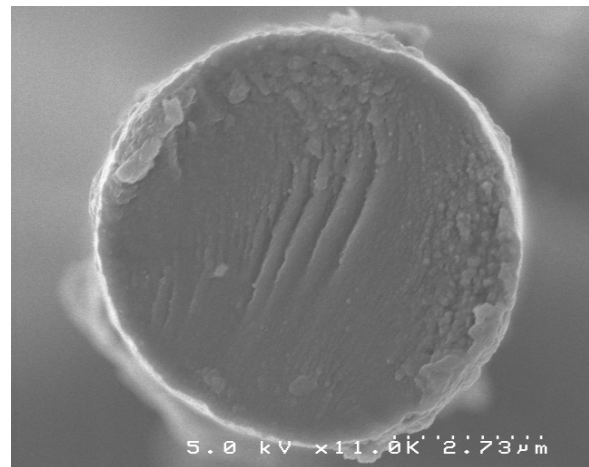
On notera que la fibre référencée C5 est identique à la fibre TC2 déjà présentée, on la désignera uniquement TC2 par la suite.

VI. PHOTOGRAPHIES MEB DE LA SECTION DES DIFFÉRENTES FIBRES

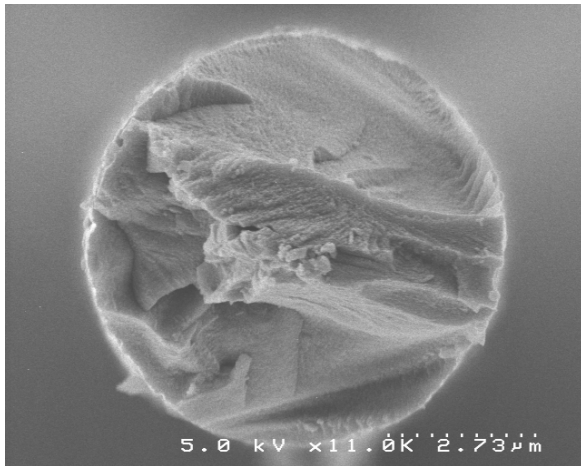
Compte tenu de la grande diversité texturale des différentes fibres (voir figure 5.9), il est intéressant d'illustrer l'allure des sections de toutes les fibres (figure 5.18).



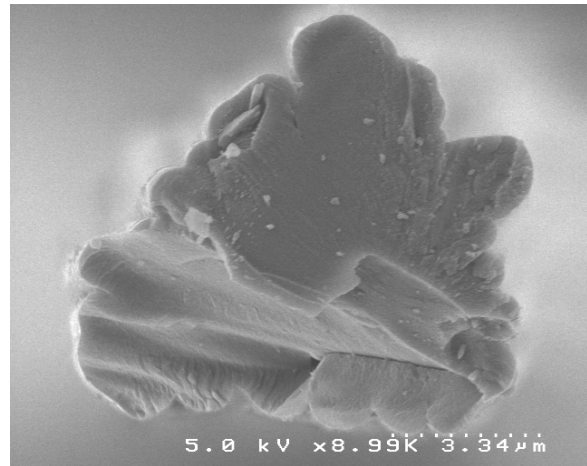
(a) Fibre C1



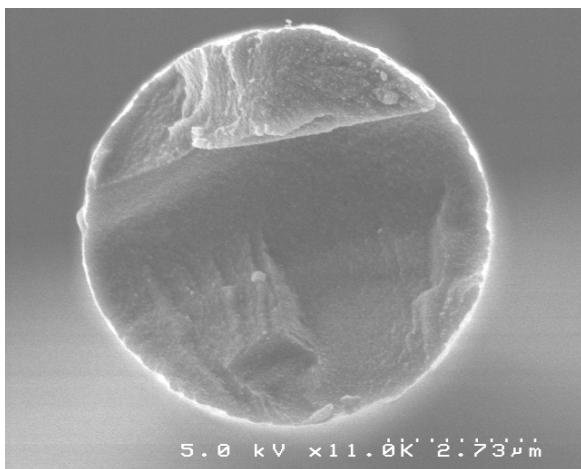
(b) Fibre C2



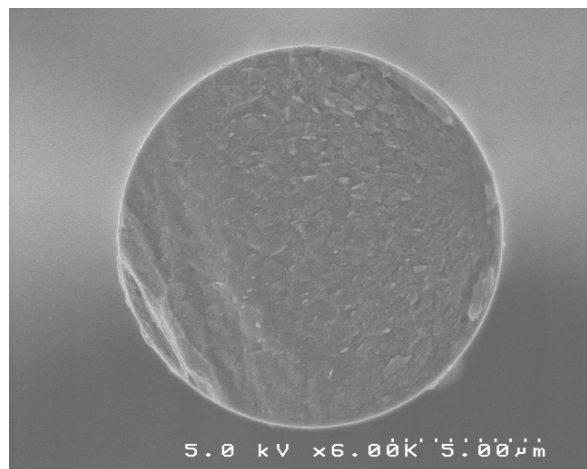
(c) Fibre C3



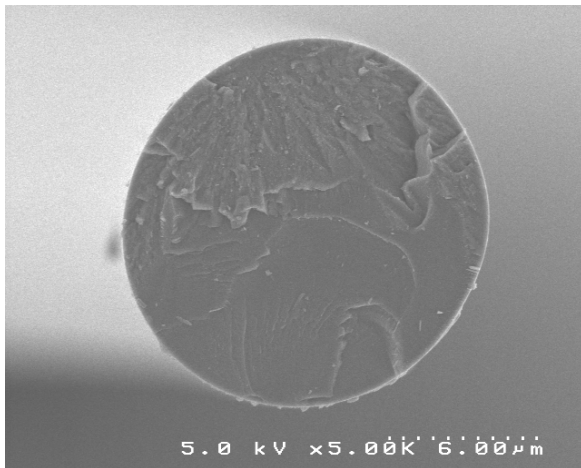
(d) Fibre C4



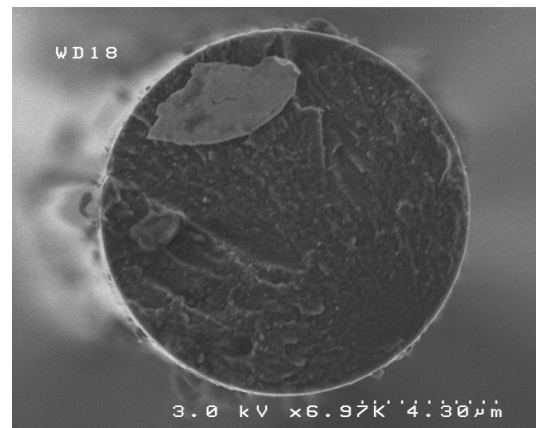
(e) Fibre C6



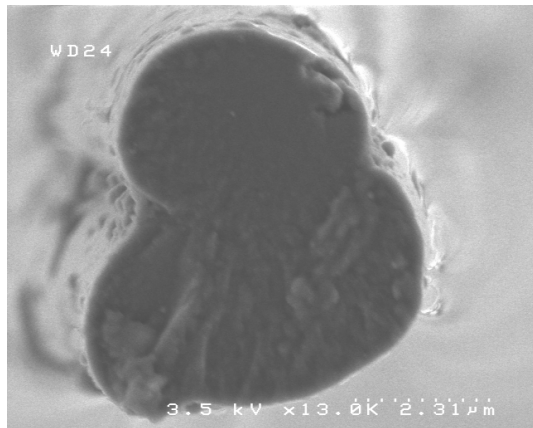
(f) Fibre Nextel 720



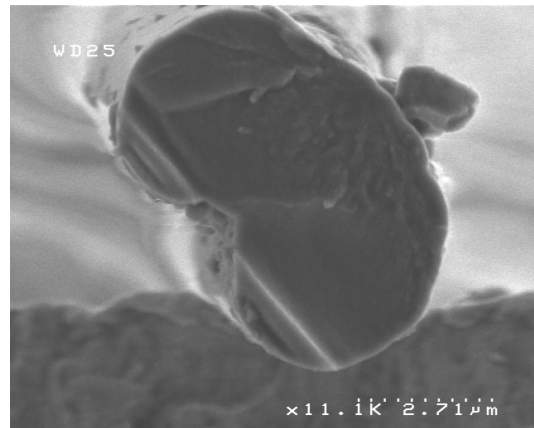
(g) Fibre Hi-Nicalon



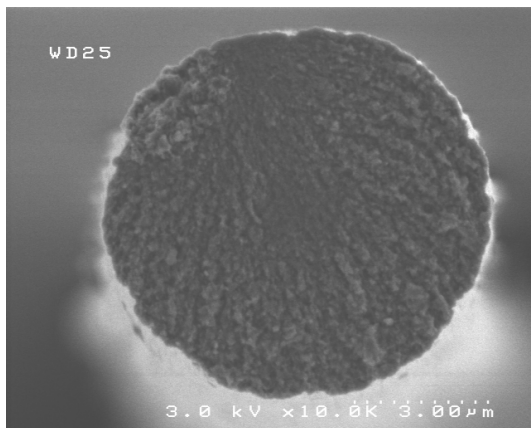
(h) Fibre XN05



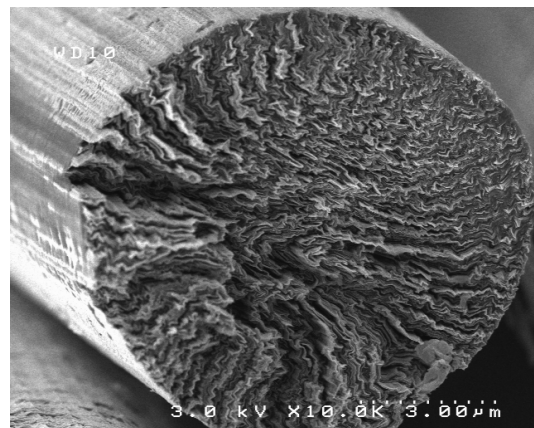
(i.1) Fibre TC2



(i.2) Fibre TC2



(j) Fibre PANEX 33



(j) Fibre P100

figure 5.18 : Photographie MEB de la coupe transverse des différentes fibres.

VII. CONCLUSION

*Cet état de l'art **non exhaustif** sur les matériaux carbonés et plus particulièrement les **fibres de carbone** permet d'expliquer les raisons d'une telle **diversité structurale**. En effet, cette dernière **résulte** principalement de **l'association** de trois points : **nature du précurseur, processus de fabrication et température de pyrolyse**. Ainsi, comme en témoignent le schéma (figure 5.9) et les photographies MEB (figure 5.18), **un grand nombre de textures peuvent être générées** lors de l'élaboration.*

*Dès lors, toute **l'importance** de disposer de banc de **mesures** susceptibles de **classifier** ces fibres selon leur propriétés **mécaniques, thermomécaniques et thermiques** apparaît.*

Chapitre 6

Mesures sur les différentes fibres

Cette dernière partie, consacrée à la mesure des différentes fibres est le résultat de l'ensemble des développements expérimentaux et théoriques détaillés dans les deux précédentes parties. Les caractérisations ont été regroupées par grandeurs physiques, permettant ainsi de comparer les fibres entre elles. Cependant, comme les propriétés structurales propres à chaque fibre (anisotropie,...) se répercutent de manière différente sur les propriétés physiques, une synthèse située à la fin de chaque partie permettra de souligner les principaux résultats.

A l'issue de ces caractérisations thermomécaniques, électriques et thermiques, nous tenterons de fournir une sorte de « caryotype » pour les différentes fibres étudiées.

I. MESURE DU COEFFICIENT DE DILATATION TRANSVERSE

Pour une plus grande clarté, seules les mesures du coefficient de dilatation spécifique ont été représentées. En effet, à partir de cette évolution, il est possible de calculer le coefficient de dilatation moyen et vrai. De la même façon, pour mettre en évidence les fibres anisotropes, le coefficient de dilatation longitudinal a été superposé.

A. Fibres de carbone issues du programme Européen VaFTeM

Dans un premier temps, l'ensemble des mesures effectuées dans le cadre du programme Européen VaFTeM seront présentées. Les fibres fournies ont des températures d'élaboration d'environ 1200°C, ce qui explique que les mesures n'ont pas été réalisées au delà, sinon le matériau se serait transformé. D'après les principales caractéristiques reportées (tableau 5.4), les fibres référencées C1, C2, C3 viennent du même fabricant (Tenax), ont la même masse volumique (1770 kg.m⁻³), seul le nombre de fibres par fil change. Par conséquent, on peut s'attendre à obtenir des résultats identiques. De la même façon, la fibre C6 de chez (Tenax) n'est pas très différente puisque sa masse volumique est de 1750 kg.m⁻³. Ensuite, les fibres C4 et TC2 dont le fabricant est (SPS), ont des géométries assez particulières (figure 5.18), ce qui risque de fortement compromettre les mesures de diffraction qui résultent d'un phénomène de surface.

1. C1

Sur cette fibre, deux mesures du coefficient de dilatation transverse spécifique ont été réalisées ainsi qu'une mesure du coefficient de dilatation longitudinale, (figure 6.1). On rappelle que la dilatation spécifique exprimée en % correspond à la déformation du matériau.

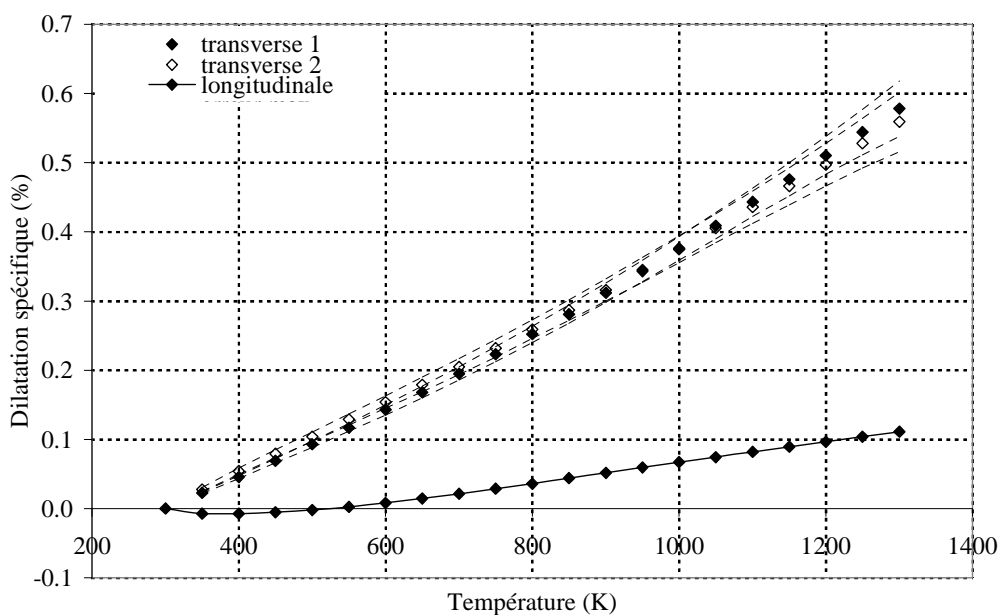


figure 6.1 : Dilatations spécifiques transverse et longitudinal de la fibre C1.

Tout d'abord, les courbes de dilatation sont très reproductibles puisque les valeurs sont identiques sur toute la gamme de température. Ensuite, les résultats obtenus montrent que la déformation transverse est supérieure à la dilatation longitudinale, ce qui traduit une certaine anisotropie de la fibre. Le rapport d'anisotropie varie avec la température et peut être estimé à 5 à 1200 K. Finalement, cette fibre se dilate peu, puisque sa déformation transverse reste inférieure à 0.6 % à 1300 K.

2. C2

Les résultats obtenus (figure 6.2) sur la fibre C2 présentent une moins grande reproductibilité mais restent toujours identiques aux erreurs de mesure près.

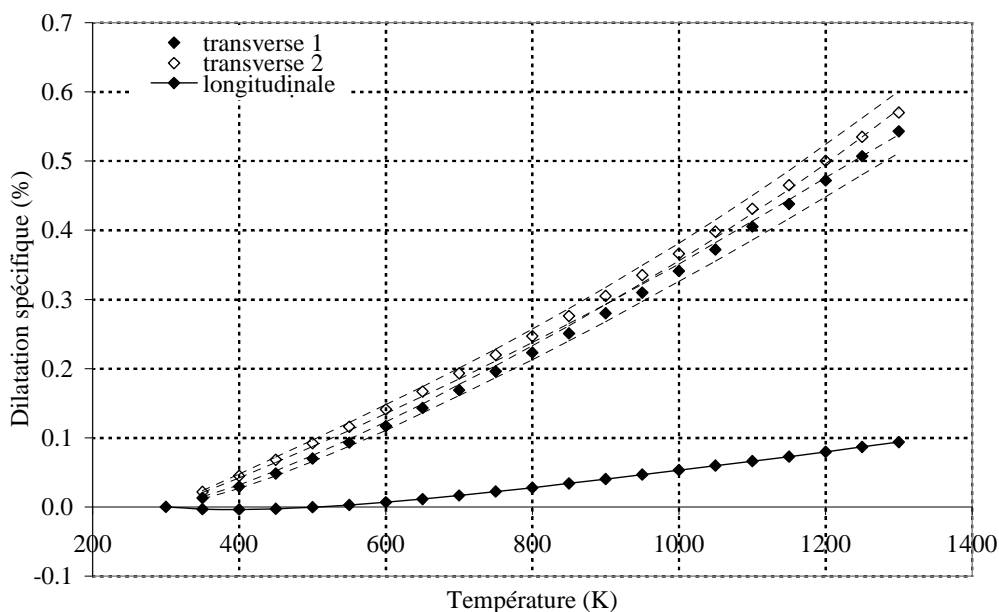


figure 6.2 : Dilatations spécifiques transverse et longitudinal de la fibre C2.

Comme pour la fibre C1, cette fibre, légèrement plus anisotrope (rapport égal à 6.26 à 1200 K), présente la même déformation transverse que la précédente : 0.5 % à 1200 K.

3. C3

Concernant la fibre C3, les résultats obtenus (figure 6.3) sont assez reproductibles. Il faut noter que les points issus de la première mesure sont un peu éloignés par rapport à ceux mesurés lors du deuxième essai. Dans ce cas, la valeur de la déformation à 1200 K est d'environ 0.57 %, contre 0.52 % pour la deuxième mesure. Lors des précédentes mesures (fibre C1 et C2) les valeurs obtenues étaient d'environ 0.5 %. Ce qu'il faut souligner, c'est que grâce au calcul d'erreur, il est facile de comprendre ce résultat. En effet, pour la 1^{ère} mesure, l'incertitude est de 10 %, alors qu'elle se situe autour de 4 % pour la 2^{ème} mesure. Par conséquent, avec la méthode développée, même si la valeur absolue d'une mesure n'est pas

parfaite, la détermination de l'erreur donne un écart type fiable. De plus, le rapport d'anisotropie relevé ici est légèrement plus faible (4.6 à 1200 K).

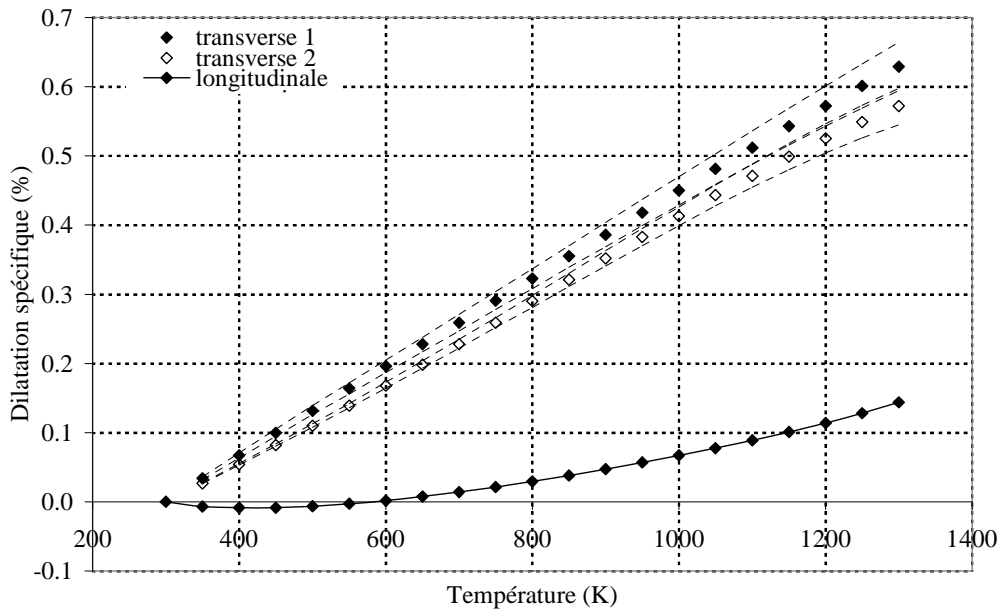


figure 6.3 : Dilatations spécifiques transverse et longitudinal de la fibre C3.

Finalement, les mesures effectuées sur les fibres C1, C2 et C3 confirment que ces trois fibres ont des propriétés thermomécaniques identiques (aux incertitudes près) et que le procédé de filage où plutôt la quantité de fibres par fil n'est pas un facteur qui se répercute sur les propriétés thermomécaniques.

4. C4

Les mesures effectuées sur la fibre C4, pour laquelle il convient de reporter à nouveau son image MEB (figure 6.4) sont extrêmement intéressantes :

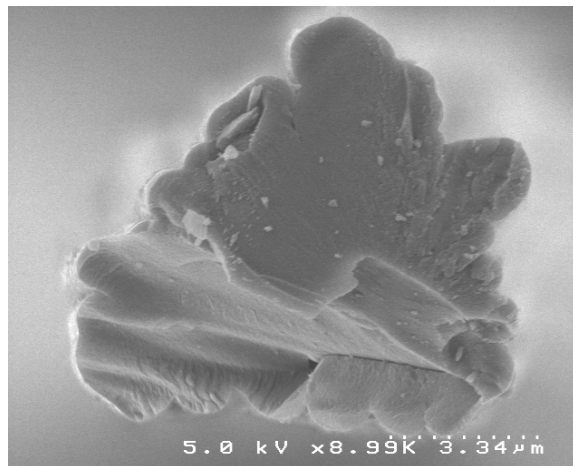


figure 6.4 : Photographie MEB de la section de la fibre C4.

En effet, compte tenu de la géométrie de cette fibre, il semble difficile d'effectuer des mesures à l'aide du phénomène de diffraction pour lequel les interactions électromagnétiques entre le faisceau laser et la surface de la fibre interviennent. Cependant, les résultats issus de la 1^{ère} et 2^{ème} mesure (figure 6.5) montrent que pour une position fixe du faisceau sur la surface de la fibre, les mesures sont répétitives. Par contre, en réalisant une rotation de 180° de la fibre par rapport à l'axe longitudinal (mesure transverse 180), les valeurs mesurées sont différentes. Par conséquent, il semble difficile de vouloir caractériser ce type de fibres sans effectuer des mesures à différentes positions angulaires entre le faisceau incident et la fibre.

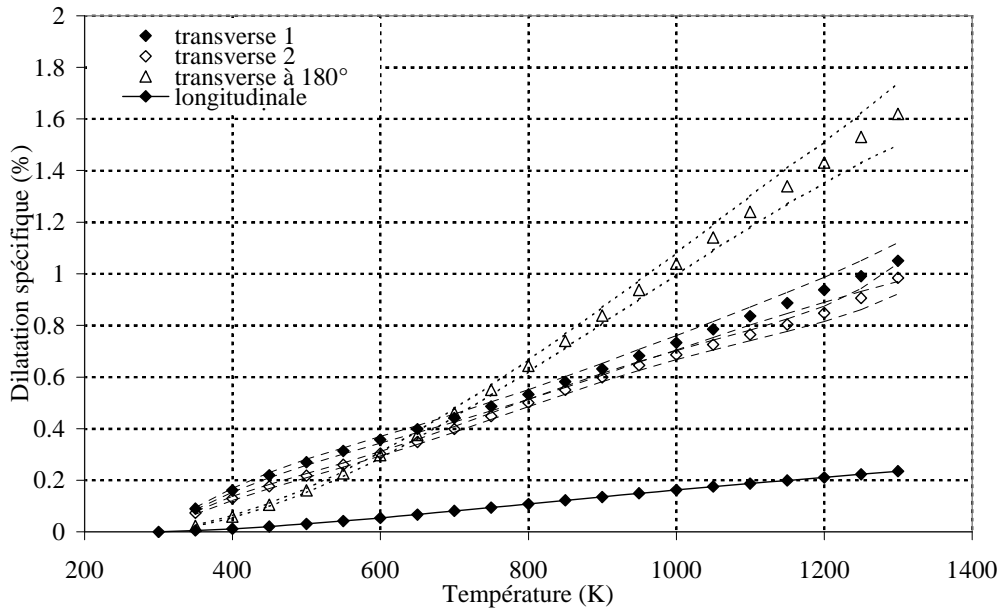


figure 6.5 : Dilatations spécifiques transverse et longitudinal de la fibre C4.

Malheureusement, il n'est pas possible à l'heure actuelle d'inclure un système de rotation des mors de fixation de la fibre. En effet, ce dispositif de mesure sert à des caractérisations mécaniques et ne peut pas être modifié. Cependant, cette évolution apporterait des renseignements supplémentaires notamment pour les fibres dont l'anisotropie existe dans les directions (r, θ) . Cela permettrait certainement de mieux comprendre les problèmes liés aux contraintes mécaniques locales lorsque ces fibres sont enrobées dans une matrice. En effet, de par la géométrie et d'après les remarques faites par I. Krucinska [23] ou P. Gagnaire [14], il ne serait pas impossible d'avoir des dilatations locales apparentes très importantes, voire même des phénomènes de striction induits par la géométrie.

5. C6

Finalement, les résultats obtenus sur la fibre C6 (figure 6.6), pour laquelle seule la masse volumique diffère par rapport aux fibres C1 à C3, montrent que la dilatation longitudinale est assez similaire alors que la dilatation transverse est légèrement supérieure, 0.6 % à 1200 K contre 0.51 % pour les autres fibres. Cela entraîne une augmentation du rapport d'anisotropie qui passe à 7.38 à 1200 K. Cependant, il faut noter la reproductibilité

parfaite sur cette fibre puisqu'un écart inférieur à 1 % est obtenu à partir de 600 K. Globalement et en tenant compte de l'ensemble des incertitudes de mesures obtenues sur les fibres Tenax, il apparaît que la dilatation est identique.

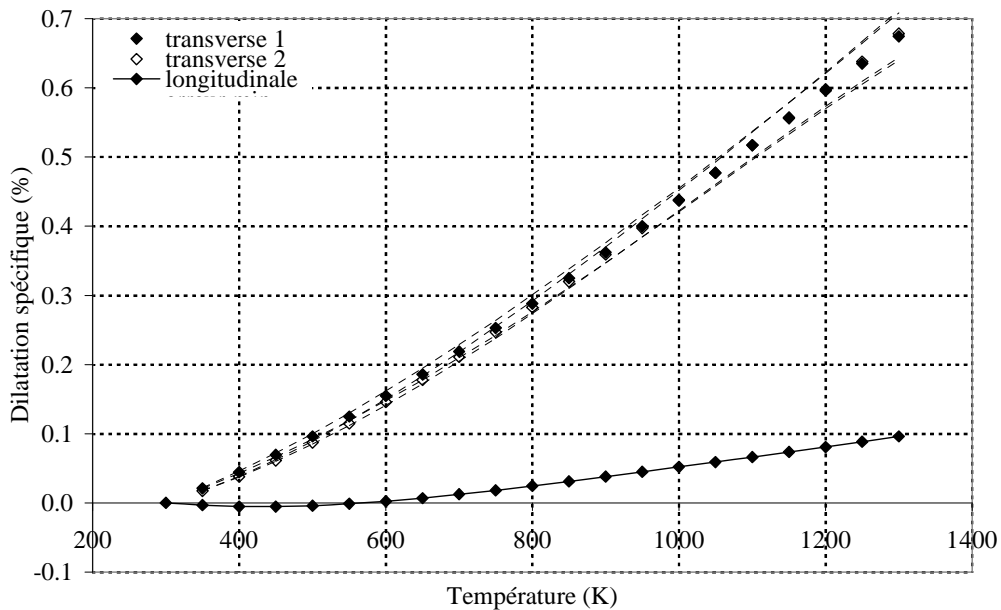


figure 6.6 : Dilatations spécifiques transverse et longitudinal de la fibre C6.

B. Synthèse sur les fibres de carbone du programme VaFTeM

Les coefficients de dilatation transverse spécifique obtenus sur ces fibres sont reportés sous forme d'histogramme (figure 6.7), à $T = 1000$ K, ainsi que l'incertitude de mesure calculée pour chacun des points.

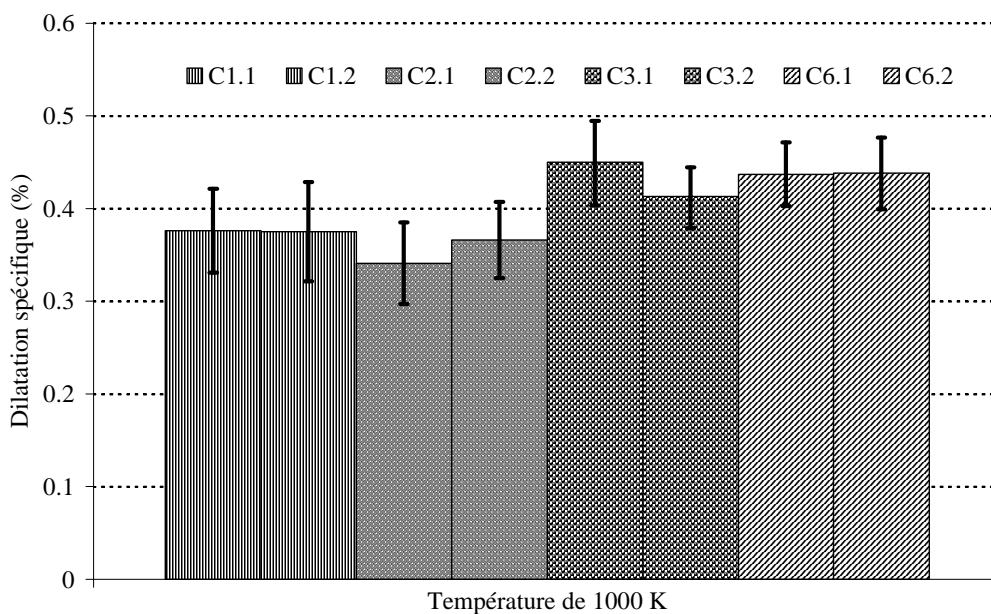


figure 6.7 : Dilatation spécifique transverse à 1000 K, fibres C1, C2, C3 et C6.

Cette représentation a le mérite de mettre en évidence la bonne qualité des mesures mais surtout de l'évaluation de l'incertitude qui a fait l'objet d'un travail important¹. Ainsi, il apparaît qu'à 1000 K, le coefficient de dilatation spécifique moyen sur les 4 fibres est d'environ 0.4 %, ce qui représente (avec $d \approx 7 \mu\text{m}$), une variation de diamètre égale à 28 nm. La précision moyenne est d'environ 4 %, ce qui donne une résolution spatiale des mesures d'environ 1 nm. Pour ces mesures, la valeur est trois fois supérieure à la résolution limite annoncée (0.3 nm) à cause tout simplement du bruit de mesure.

C. Fibres céramiques

Une autre campagne de mesures a été réalisée sur des fibres céramiques qui présentent l'avantage d'être parfaitement isotropes, ce qui permet d'apporter une validation supplémentaire à celle déjà effectuée¹ sur un filament de tungstène. Cependant, l'intérêt de ces mesures est double. En effet, une des limitations du dispositif de mesure est le système de chauffage utilisé (effet Joule), ce qui limite les mesures au cas des fibres électriquement conductrices. Ainsi, dans l'exemple qui va suivre sur la fibre Nextel 720, très isolante électrique, un dépôt de pyrocarbone (épaisseur $< 100 \text{ nm}$) a été effectué à la surface de cette dernière permettant de la chauffer jusqu'à des températures de 1300 K. Finalement, une fibre Hi-nicalon dont les propriétés sont bien connues dans la littérature a également été mesurée.

1. Fibre Nextel 720 avec dépôt de carbone

Les résultats obtenus (figure 6.8) montrent que les dilatations spécifiques transverse et longitudinale sont quasiment identiques :

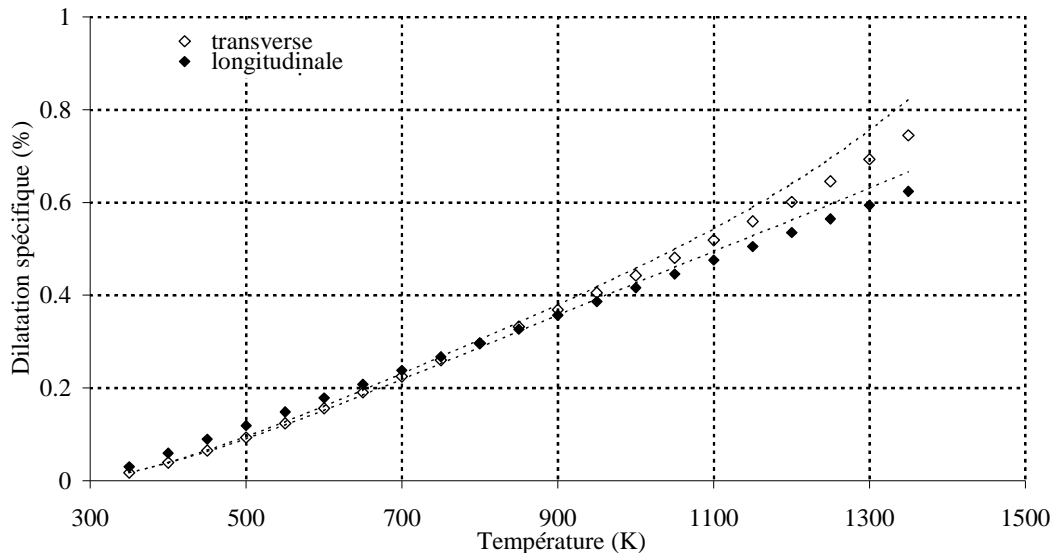


figure 6.8 : Dilatations spécifiques transverse et longitudinal de la fibre céramique Nextel 720.

¹ Voir chapitre 1. IV : Optimisation par la recherche et le traitement de l'erreur expérimentale puis validation du dispositif et de la méthode d'estimation.

En effet, l'influence du dépôt semble faible devant la dilatation principale imputable au matériau brut. Même s'il est difficile d'extraire de l'incertitude de mesure la part relative au dépôt, il est facile de montrer à l'aide d'un calcul que cette influence peut rapidement devenir non négligeable lorsque l'épaisseur du dépôt augmente. Pour cela, considérons que le coefficient de dilatation moyen du dépôt est proche de celui du monocristal de graphite (figure 5.17) dont la valeur est $30 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ à 1000 K. A la température de 1300 K où les valeurs sont plus éloignées (figure 6.8), cela correspond à une variation relative de diamètre de 0.04. En prenant une épaisseur de dépôt de 100 nm, l'augmentation de cette dernière serait de 4 nm (avec $d \approx 10 \text{ }\mu\text{m}$). Sachant que la déformation longitudinale est estimée à 0.6 %, que le matériau est isotrope, la variation de diamètre attendue serait de 60 nm. En effectuant le rapport entre la contribution du dépôt et la variation attendue, un écart de 6.5 % est obtenu. Sachant que l'écart observé entre la déformation longitudinale et transverse est de 15 % à 1300 K, que l'incertitude de mesure est estimée à 10 %, il semble que la différence est induite par la contribution du dépôt.

Cette constatation montre que de nombreuses études pourraient être réalisées à partir de cette configuration. Ainsi, il serait possible de mettre en évidence à partir de quelle épaisseur le dépôt n'influe pas, cela sans connaître la dilatation propre au dépôt. Ou, à l'inverse, à partir de la connaissance des coefficients de dilatation des matériaux, substrat et dépôt, d'estimer avec une précision proche du nanomètre l'épaisseur de ce dernier, cela à très haute température.

2. Fibre SiC Hi-Nicalon

Une dernière mesure relative au programme Européen peut être présentée. Il s'agit de caractériser la fibre Hi-Nicalon (figure 6.9) :

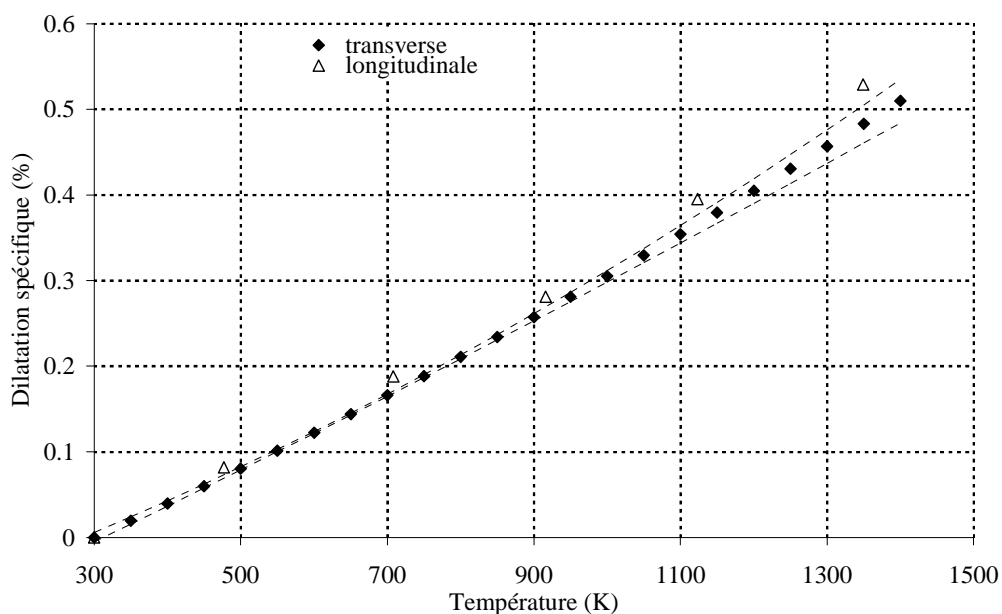


figure 6.9 : Dilatations spécifiques transverse et longitudinal de la fibre céramique Hi-Nicalon.

Ces mesures reflètent parfaitement l'isotropie de ce matériau pour lequel les coefficients de dilatation spécifique transverse et longitudinal sont identiques sur toute la gamme de température, avec un léger écart en fin de gamme.

En conclusion, même si les mesures réalisées dans le cadre de ce programme n'ont pas été réalisées à très haute température, elles auront permis d'éprouver le dispositif, la méthode d'estimation et les logiciels associés. De plus, un certain nombre de phénomènes intéressants comme ceux détectés sur les fibres où la géométrie n'est pas circulaire (C4) ou celui mettant en évidence l'influence d'un dépôt de surface sur les fibres (Nextel 720) montrent que ce dispositif, utilisé pour déterminer la dilatation transverse, pourrait évoluer pour servir à d'autres types de caractérisations.

D. Fibres de carbone à caractériser dans le cadre de la thèse

Les caractérisations relatives aux fibres prévues dans le cadre de la thèse peuvent être présentées. Il a été montré (chapitre 5) que ces fibres ont été retenues pour leur diversité structurale qu'il s'agissait de mettre en évidence lors des nombreuses caractérisations qui vont suivre.

1. Fibre TC2

Tout d'abord, les résultats obtenus sur la fibre référencée TC2 peuvent être présentés (figure 6.10) à titre indicatif.

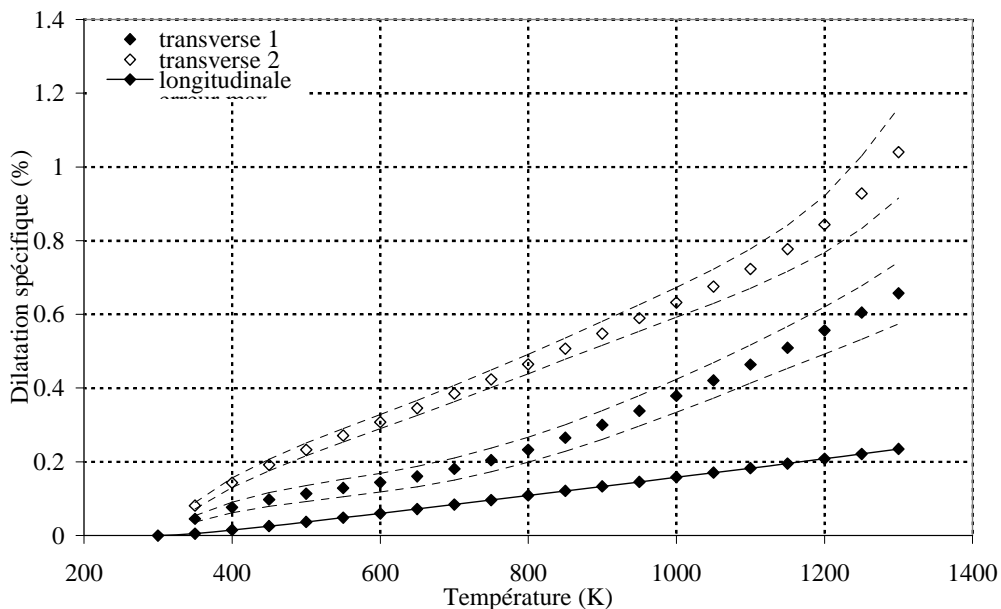


figure 6.10 : Dilatations spécifiques transverse et longitudinal de la fibre TC2.

En effet, cette fibre dont la géométrie de surface (figure 6.11) est comparable à un trèfle ou à un haricot est apparentée à la fibre C4. Pour ce type de fibres, il semble difficile de fournir un coefficient de dilatation sans effectuer les mesures à différentes positions angulaires.

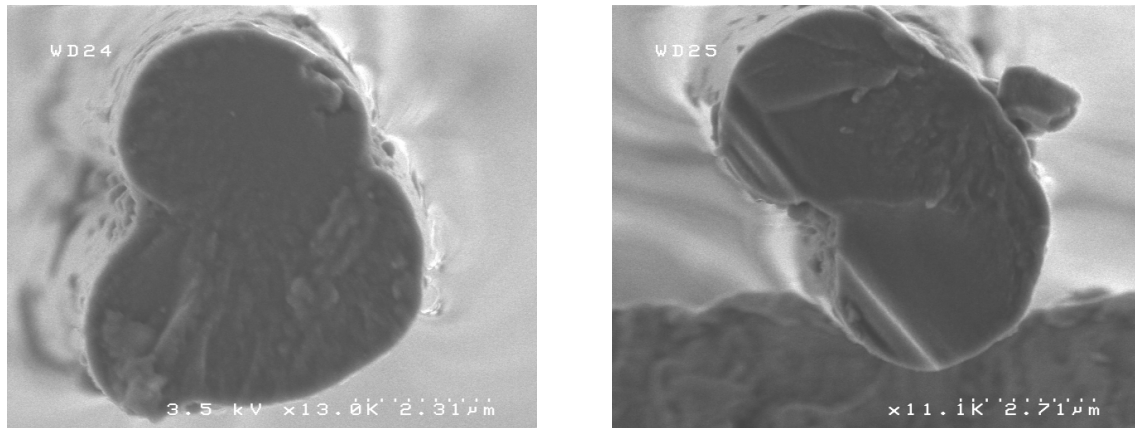


figure 6.11 : Photographie MEB de la section de la fibre TC2.

De plus, les mesures obtenues (figure 6.10) sont encore moins répétitives que celles déjà effectuées sur la fibre C4. Ici, le bruit de mesure lié aux « défauts » de surface est encore plus important que précédemment et entraîne une dispersion des mesures pouvant atteindre 50 %. De plus, lorsque la température avoisine 1000-1500 K, des phénomènes de rotation de la fibre par rapport à l'axe longitudinal apparaissent et se traduisent par une chute ou une augmentation brutale du coefficient de dilatation transverse induit par un décalage de la position absolue de la fibre par rapport à la référence. Il faut retenir que le dispositif de mesure n'est pas adapté à ce genre de fibres. Une solution expérimentale envisageable serait d'utiliser deux barrettes de détection, ce qui permettrait de détecter les rotations de la fibre.

2. XN05 traitée à 2200°C

Les mesures effectuées sur la fibre XN05 traitée à 2200°C (figure 6.12) confirment le caractère quasi isotrope de cette dernière.

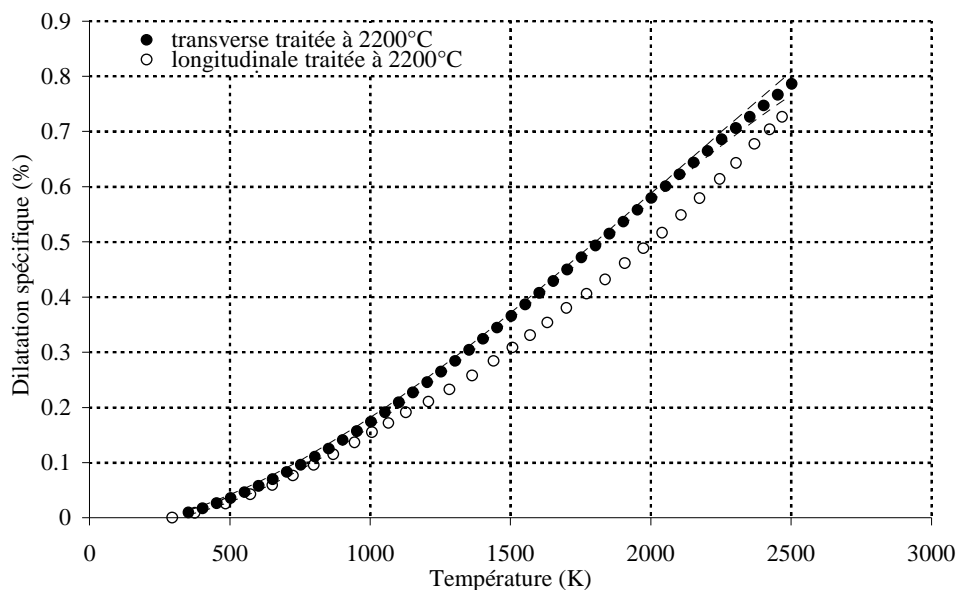


figure 6.12 : Dilatations spécifiques transverse et longitudinale de la fibre XN05.

3. Fibre PANEX 33

Des mesures ont également été effectuées sur des fibres anisotropes pour lesquelles un traitement thermique améliore l'orientation des plans. Cela se traduit (figure 6.13) par une variation de la dilatation transverse.

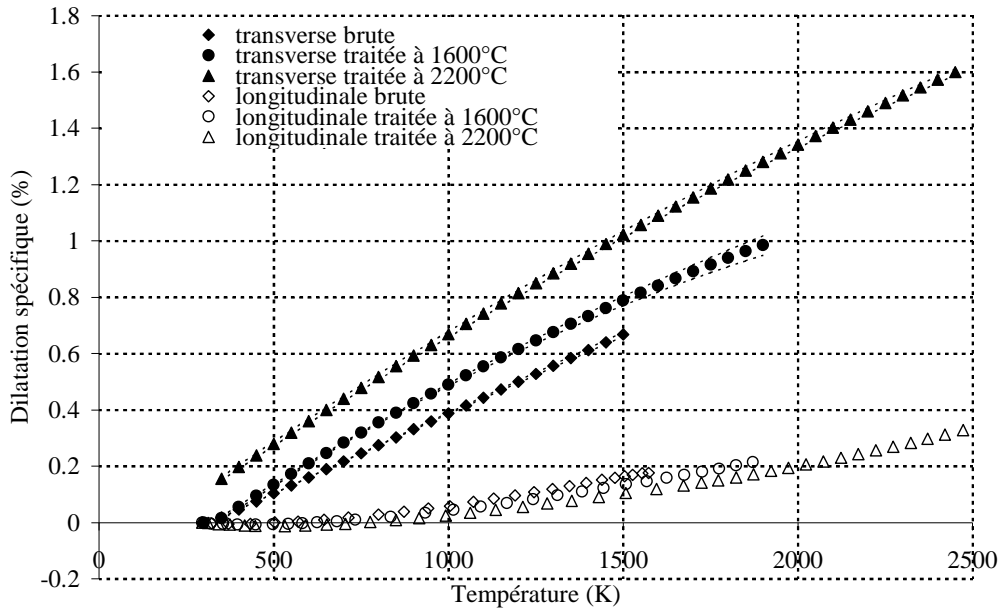


figure 6.13 : Dilatations spécifiques transverse et longitudinal de la fibre Panex 33.

La déformation longitudinale diminue avec le traitement thermique ; on notera que cette dernière est négative à basse température avec un passage à zéro qui s'effectue à 500 K pour la fibre brute et à 700 K pour la fibre traitée à 2200°C. Ce phénomène, logique sur un monocristal de graphite, est connu sur ce type de fibre. Il résulte des interactions de type Van der Waals qui produisent une contraction latérale (effet Poisson) qui est plus grande que la dilatation thermique au sein des plans cristallins. Lorsque la température augmente, la dilatation thermique dans les plans du réseau devient plus importante que la contraction de Poisson d'après Pacault et al. [125].

De plus, il apparaît clairement que le traitement thermique augmente le coefficient de dilatation transverse spécifique, alors que dans le même temps, la déformation longitudinale va diminuer.

Par conséquent, cela augmente l'anisotropie des fibres, ce qui est effectivement caractéristique d'une amélioration de la structure (réorientation). Pour illustrer ce propos (figure 6.14), le calcul du degré d'anisotropie, défini comme la valeur absolue du rapport entre la déformation transverse et la déformation longitudinale est réalisé. Ce rapport est ensuite représenté en échelle logarithmique en fonction de la température.

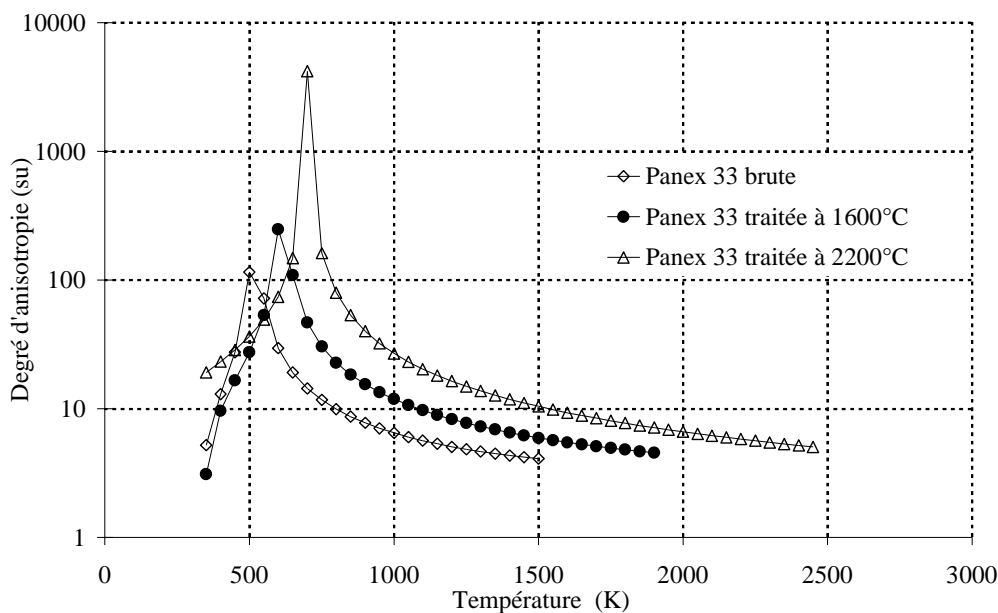


figure 6.14 : Degré d'anisotropie de la fibre Panex 33, pour les différents traitements thermiques.

Une première remarque concerne le maximum de ce rapport qui théoriquement est infini puisque $\varepsilon_L \rightarrow 0$. En pratique, les points de mesure ne passent pas forcément exactement en zéro, ce qui explique que les valeurs calculées ne soient pas infinies.

Cependant, cette représentation nous révèle que le degré d'anisotropie décroît lorsque la température augmente, cela indépendamment du traitement thermique. En revanche, cette décroissance est d'autant plus rapide que la température de traitement est grande, ce qui traduit l'avancement du degré d'anisotropie qui augmente également avec la température de traitement thermique. En effet, pour $T = 1000$ K, le rapport vaut : (i) 7 pour la fibre brute, (ii) 12 pour la traitée à 1600°C et (iii) 27 pour la traitée à 2220°C. De la même façon, la température où le rapport entre la déformation transverse et longitudinale est infini se décale vers les hautes températures lorsque la température de traitement thermique augmente.

En conclusion, cet exemple illustre bien tout l'intérêt de l'apport de notre méthode de mesure du coefficient de dilatation transverse sur la connaissance des paramètres thermostructuraux des fibres de carbone.

4. Fibre P100

Une dernière mesure, effectuée sur la fibre P100, également réputée pour être fortement anisotrope, car sa structure est proche d'un monocristal est présentée (figure 6.15). Les résultats obtenus sont très répétitifs, avec une erreur légèrement plus importante à très haute température où la déformation transverse atteint 1.7 %. De la même façon, une représentation en échelle logarithmique du rapport d'anisotropie peut être illustrée (figure 6.16).

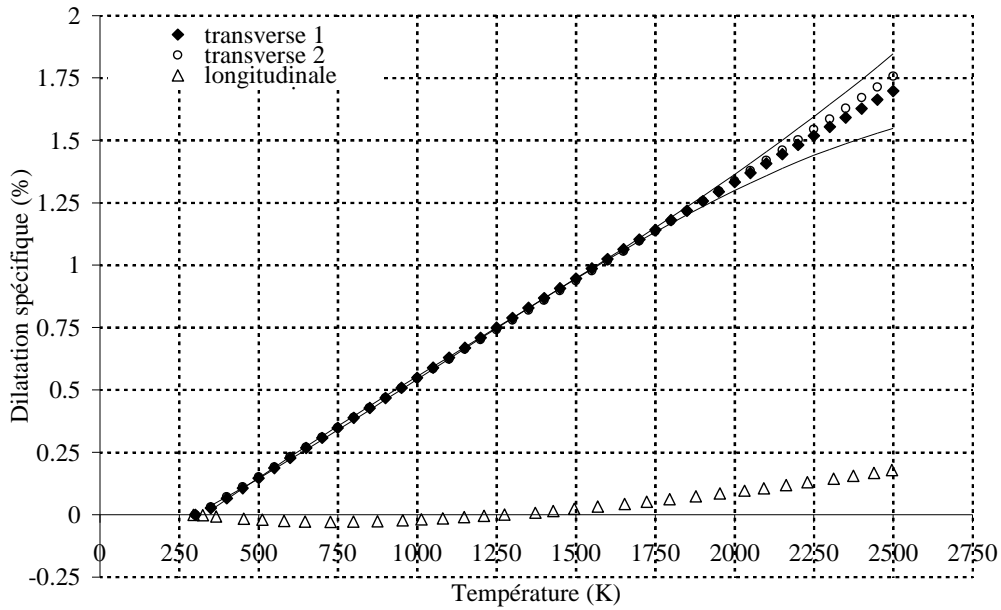


figure 6.15 : Dilatations spécifiques transverse et longitudinal de la fibre P100.

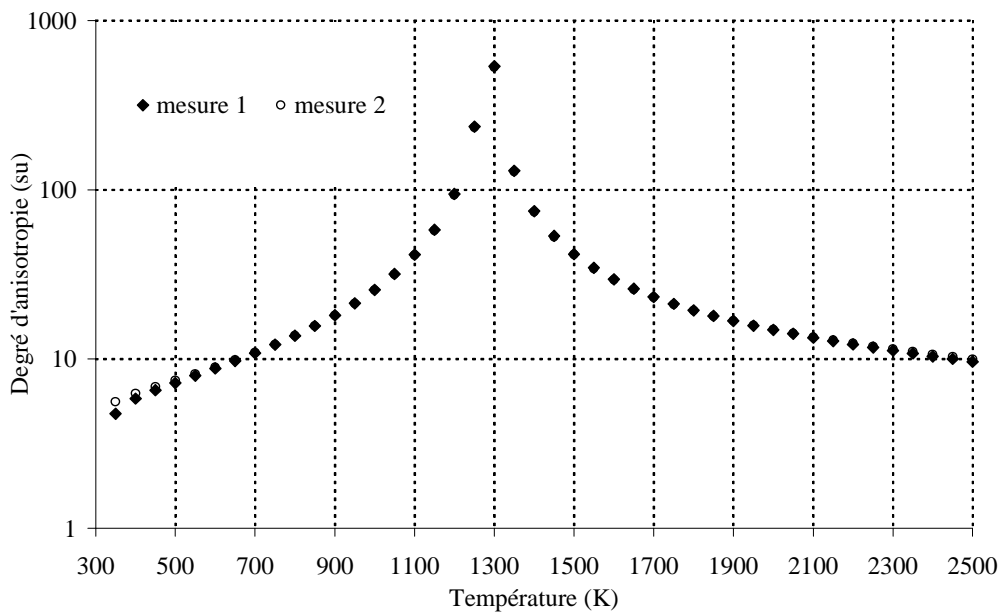


figure 6.16 : Degré d'anisotropie de la fibre P100.

Ce résultat montre toujours une diminution du rapport d'anisotropie lorsque la température augmente, avec une valeur de 10 à très haute température (2500 K). De plus, ce rapport semble assez symétrique de part et d'autre de la température où la déformation longitudinale passe par zéro.

E. Synthèse concernant les fibres de la thèse

L'ensemble de ces mesures nous donne accès aux paramètres structuraux associés aux diverses fibres de carbone. Bien entendu, la mesure des coefficients de dilatation

transverse à très haute température avec une telle précision et une bonne connaissance de l'incertitude constitue une avancée forte. Cependant, c'est le couplage entre les mesures de la déformation longitudinale et transverse qui permet d'apporter des éléments de réponse. En effet, il a été démontré que pour les fibres anisotropes, la déformation longitudinale était négative jusqu'à une certaine température, variable selon le type de fibres et la température de traitement thermique. De plus, les représentations (6.14 et 6.16) ont permis de traduire la variation d'anisotropie en fonction de la température, et de montrer que la température où la déformation longitudinale passe par zéro correspondait à la valeur où le degré d'anisotropie était maximum (théoriquement infini).

II. PREMIERES MESURES DU COEFFICIENT DE POISSON

Dans cette partie, seulement une fibre a pu être caractérisée. Il s'agit de la fibre XN05 qui, de part son isotropie et son fort allongement avant rupture était une bonne candidate.

A. Fibre de carbone quasi-isotrope, XN05 traitée à 2200°C

Pour cette fibre, les mesures ont été réalisées sur une gamme de température allant de 300 à 2300 K. Pour chaque température, le coefficient de Poisson a été mesuré pour des déformations longitudinales allant de 0.05 à 1.75 %. Malgré la précision affichée pour la mesure de la déformation transverse, les résultats sont assez dispersés, notamment pour de faibles déformations longitudinales. Sachant que pour ces fibres, les déformations étaient élastiques linéaires, le coefficient de Poisson a été calculé en traçant la déformation transverse en fonction de la déformation longitudinale. Cela permet d'obtenir une droite dont la pente représente le coefficient de Poisson moyen. Les valeurs mesurées à différentes températures ainsi que la valeur moyenne calculée sont reportées (figure 6.17, 6.18 et 6.19).

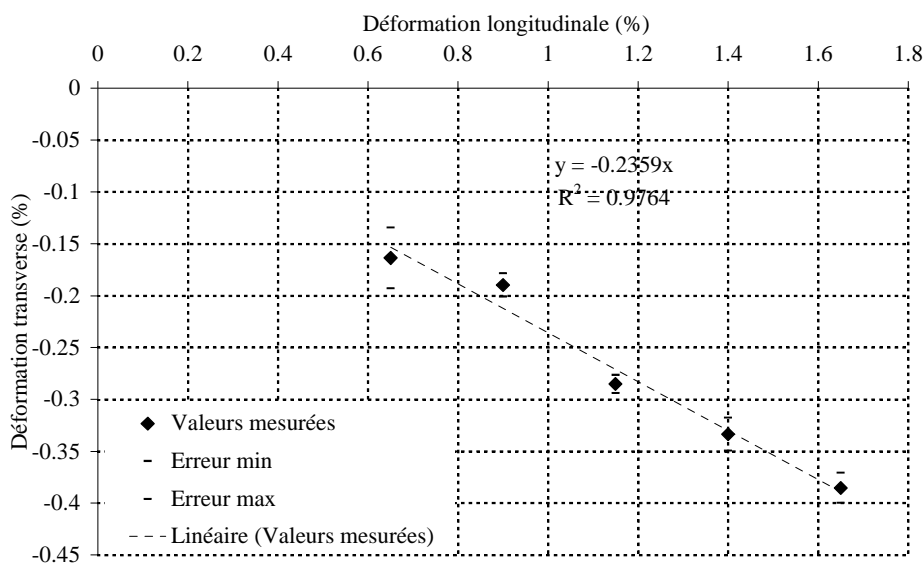


figure 6.17 : Déformation transverse en fonction de la déformation longitudinale de la fibre XN05 traitée à 2200°C, à $T = 300$ K.

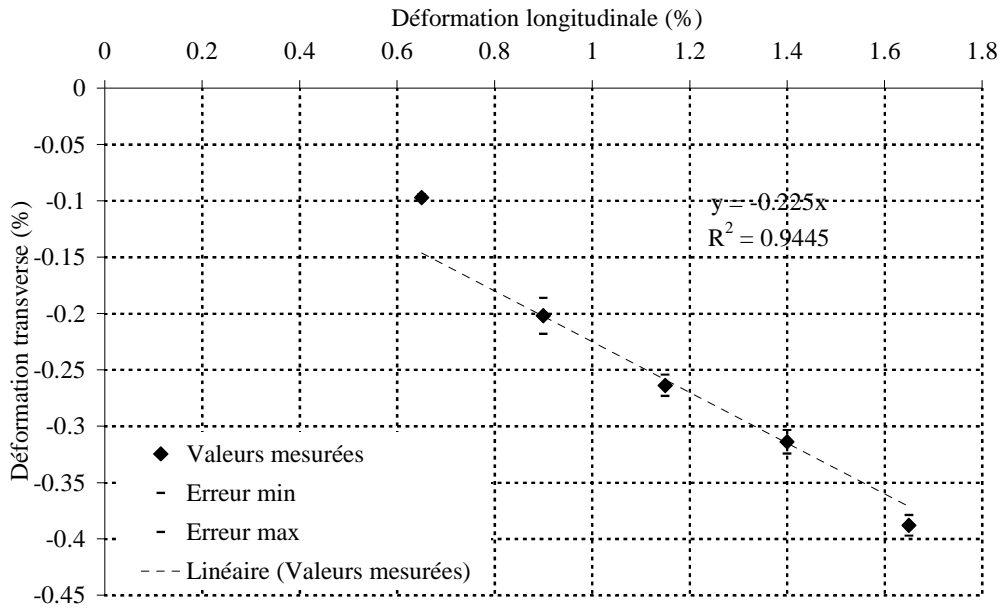


figure 6.18 : Déformation transverse en fonction de la déformation longitudinale de la fibre XN05 traitée à 2200°C, à $T = 1300$ K.

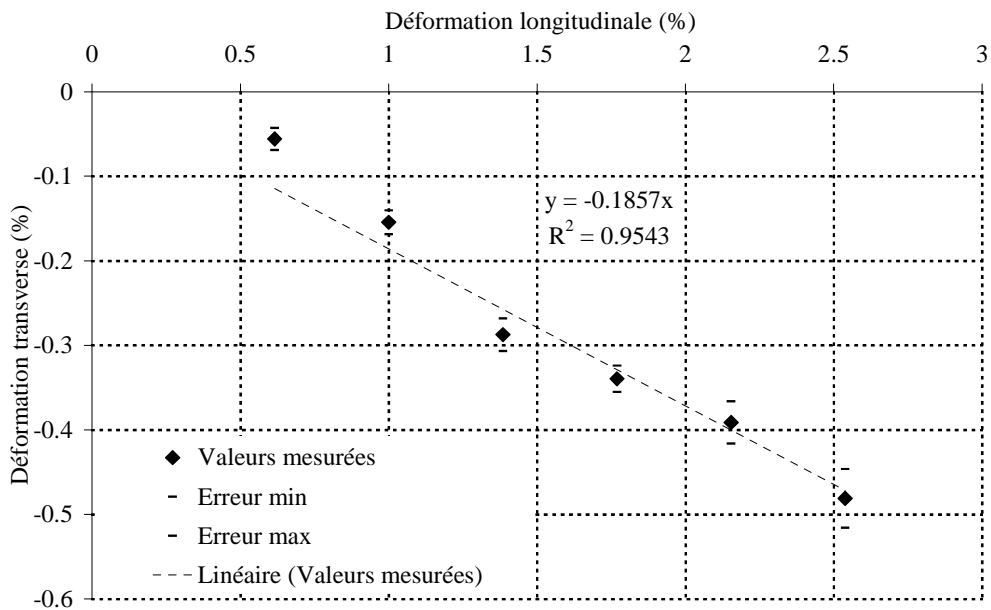


figure 6.19 : Déformation transverse en fonction de la déformation longitudinale de la fibre XN05 traitée à 2200°C, à $T = 2300$ K.

A partir de ces résultats, l'évolution du coefficient de Poisson en fonction de la température peut être tracée (figure 6.20).

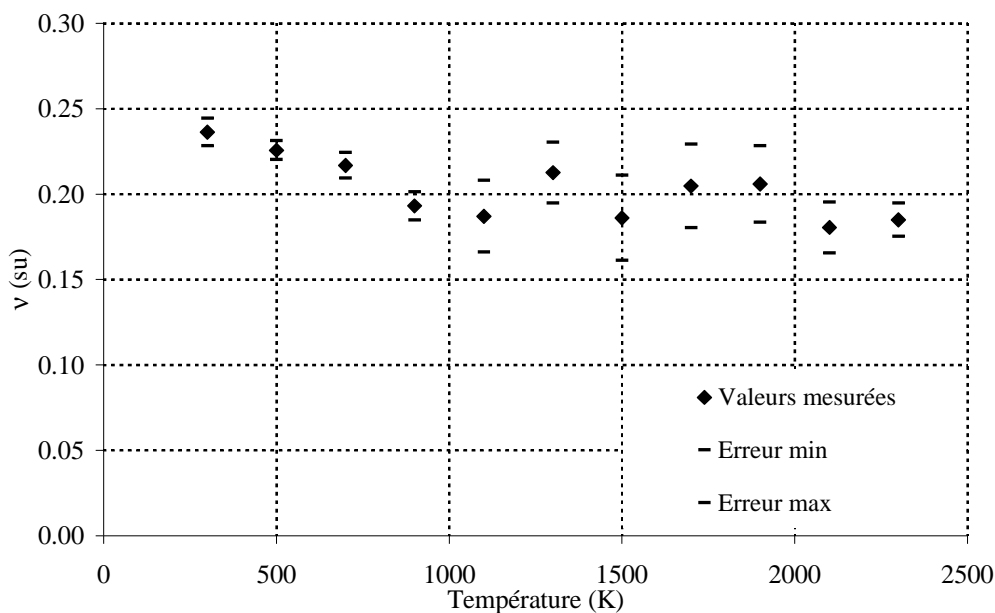


figure 6.20 : Coefficient de Poisson de la fibre XN05 traitée à 2200°C en fonction de la température.

Cette illustration révèle que le coefficient de Poisson, relativement constant, oscille autour de 0.2. Cependant, une décroissance est à noter entre 300 et 700 K, où l'on voit le coefficient de Poisson passer de 0.23 à 0.2 avec un comportement asymptotique qui semble être atteint. En conclusion, ce résultat démontre la faisabilité des mesures du coefficient de Poisson et plus particulièrement de la déformation transverse, cela indépendamment des incertitudes (10 %). Pour renforcer la cohérence des résultats, le tracé (figure 6.21) de la variation de volume de la fibre à la température ambiante par exemple peut être effectué :

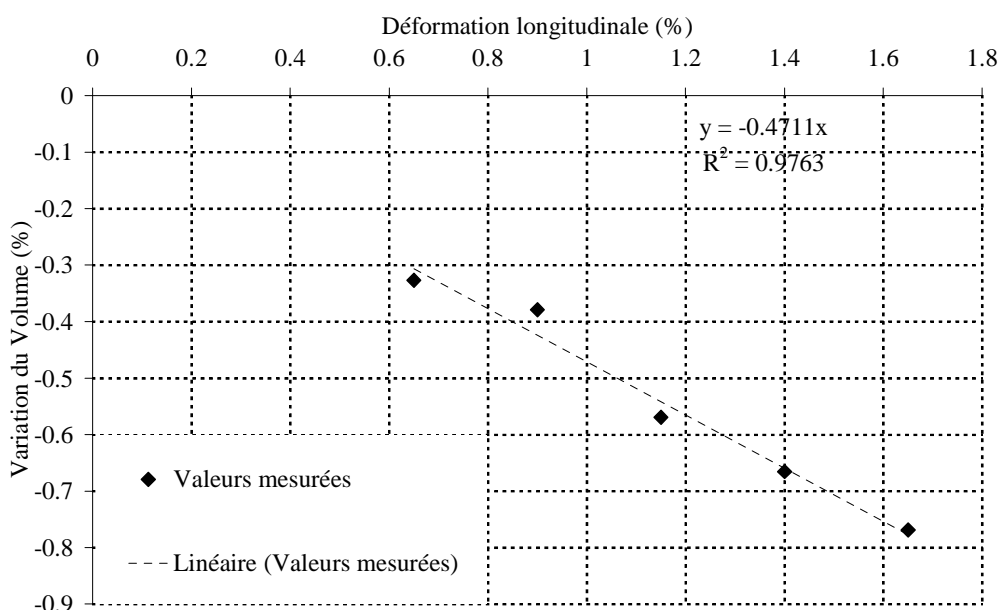


figure 6.21 : Variation du volume de la fibre XN05 traitée à 2200°C en fonction de la déformation longitudinale appliquée.

Il apparaît que le volume décroît linéairement lorsque la déformation longitudinale augmente. Lorsque cette dernière est de 1.75 %, la variation du volume se situe autour de 0.8 %, ce qui est tout à fait cohérent.

En conclusion, ces mesures du coefficient de Poisson constituent une première tentative à très haute température nécessitant une étude plus importante. Cependant, les résultats obtenus sur la fibre XN05 traitée à 2200°C sont très encourageants et laissent entrevoir des perspectives plutôt favorables. Un calcul du coefficient de Poisson à partir des courbes de diffraction des rayons X et de la connaissance des modules élastiques d'un monocristal de graphite est en cours. Il devrait permettre d'obtenir une valeur « théorique » à la température ambiante pour cette fibre quasi isotrope.

III. MESURE DE LA RESISTIVITE ELECTRIQUE

Pour les besoins liés aux mesures de la capacité thermique massique à pression constante, une méthode originale de mesure de la résistivité électrique a été développée. Le principal but était de pouvoir caractériser les fibres très conductrices pour lesquelles un gradient thermique dû aux pertes par conduction apparaît entre la zone isotherme de la fibre et les mors de fixation (qui reste à la température ambiante). Ce phénomène a déjà été souligné pour un filament de tungstène¹ et il est quasiment inexistant sur la plupart des fibres de carbone, au moins sur la gamme de température étudiée (1000-2500 K). ***Seule la fibre P100 est à prendre avec précautions car, de par sa fragilité, il n'a pas été possible d'effectuer ces mesures sans voir la fibre se casser lors des manipulations. Par conséquent, les valeurs de résistivité représentées (figure 6.25) sont forcement surestimées.*** En effet, les pertes par conduction vont engendrer une surestimation de la puissance dissipée par effet Joule aux bornes de la fibre.

A. Présentation des résultats obtenus pour les différentes fibres

Les mesures de résistivité électrique présentées ci-dessous ne seront pas ***commentées individuellement***. Les fibres sont ***présentées de la plus isolante (TC2) à la plus conductrice (P100)***. En effet, la résistivité électrique est une grandeur qui dépend surtout de l'organisation structurale de la fibre et du paramètre L_a . Ainsi, comme nous l'avons montré au chapitre 5, les fibres ont pu être classées de la moins organisée à la plus organisée. Il apparaît que la fibre P100 est celle qui se rapproche le plus d'un monocristal de graphite alors que la fibre TC2, non graphitisable, présente de nombreux défauts. Par conséquent, cette même logique se retrouve lors des mesures de la résistivité électrique.

Il faut cependant noter que quel que soit l'organisation structurale de la fibre, un ***traitement thermique diminue la résistivité***.

¹ Voir chapitre 3.III.B.4 : Validation sur un filament de tungstène

1. TC2 brute et traitée à 2200°C

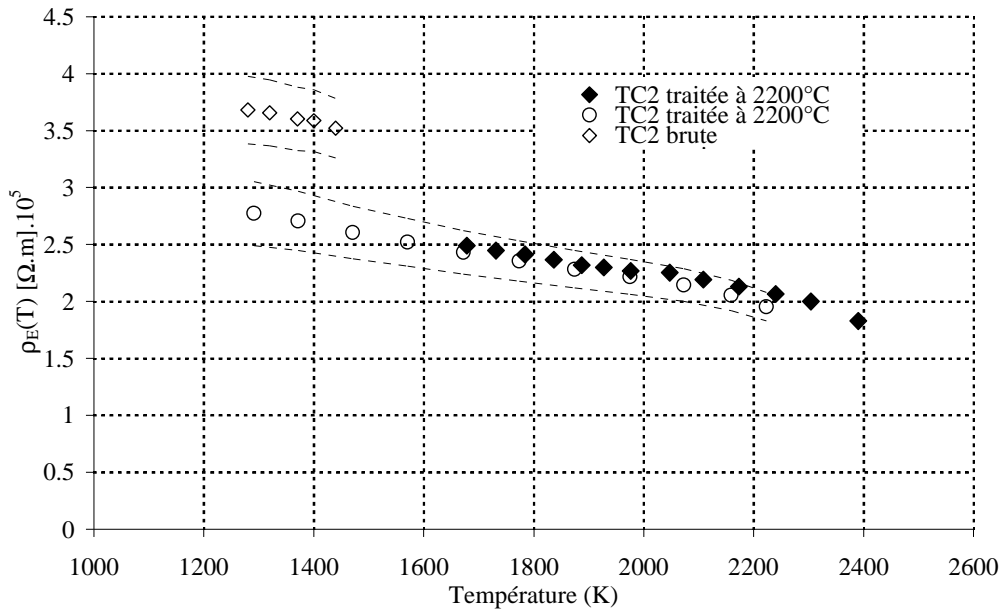


figure 6.22 : Mesure de la résistivité électrique de la fibre TC2.

2. XN05 brute et traitée à 2200°C

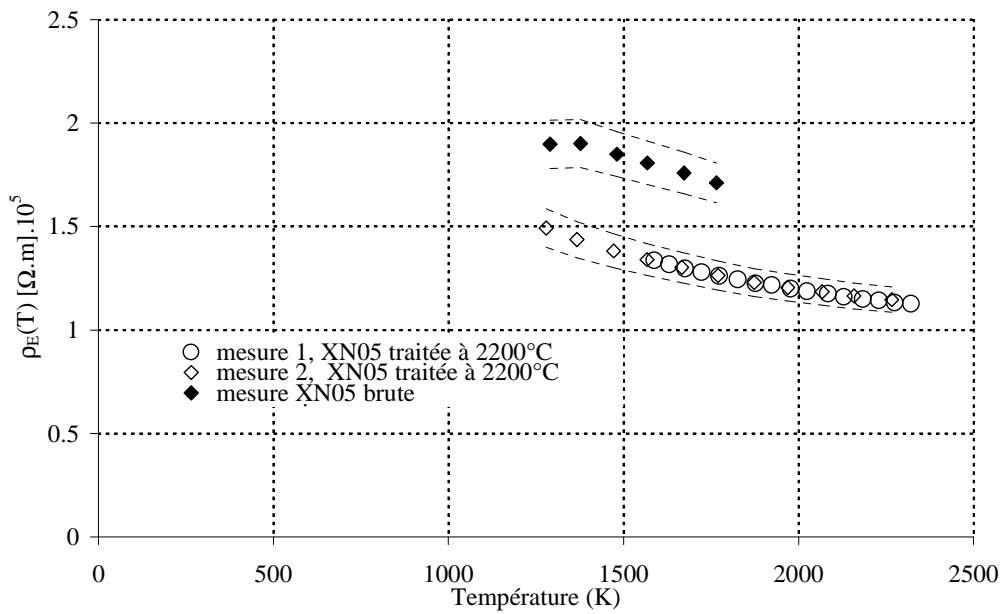


figure 6.23 : Mesure de la résistivité électrique de la fibre XN05.

3. Panex 33 brute, traitée à 1600 et 2200°C

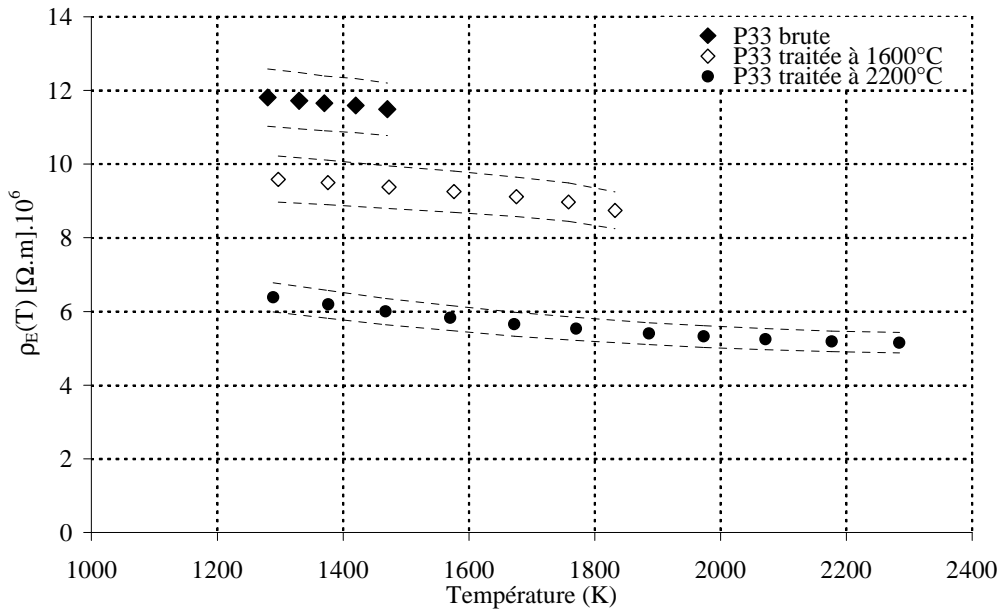


figure 6.24 : Mesure de la résistivité électrique de la fibre Panex 33.

4. Fibre P100 brute

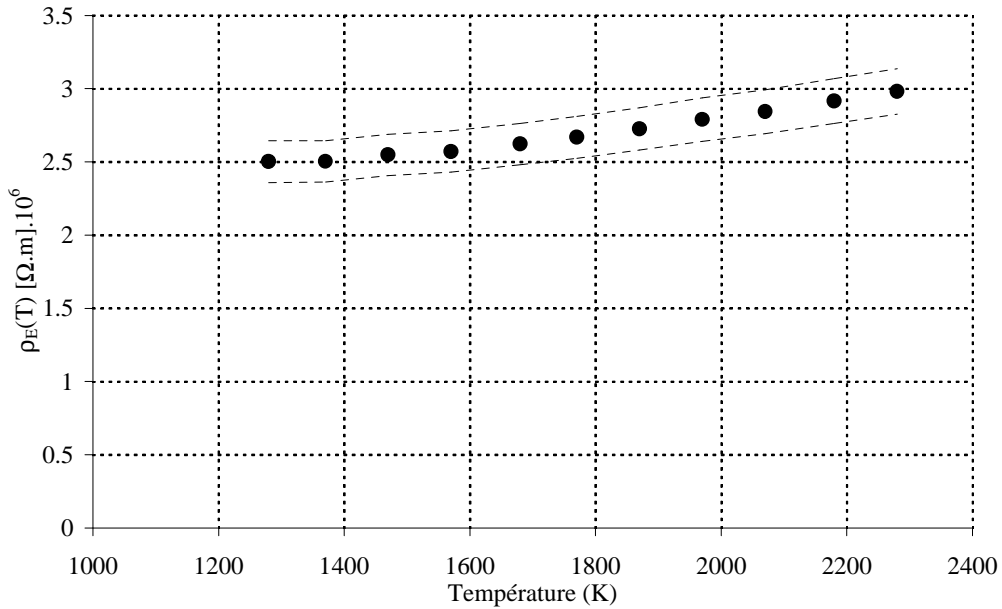


figure 6.25 : Mesure de la résistivité électrique de la fibre P100.



La mesure de la résistivité électrique de la fibre P100 n'a pas pu être effectuée dans les conditions optimales. Par conséquent, même si les valeurs ne sont pas trop éloignées de la réalité (différence < 20 %), elles ne sont pas justes.

IV. MESURE DE LA CAPACITE THERMIQUE MASSIQUE A PRESSION CONSTANTE

LES MESURES DE LA CAPACITE THERMIQUE SONT LES PREMIERES REALISEES SUR MONOFILAMENT A TRES HAUTE TEMPERATURE. CES MESURES SONT **DIFFICILES A INTERPRETER** CAR DE NOMBREUX PARAMETRES INTERVIENNENT¹. AINSI, POUR TENTER DE FOURNIR UNE EXPLICATION PARALLELE (VIA LA THEORIE), **DES CALCULS DE DYNAMIQUE MOLECULAIRE** (COLLABORATION AVEC P. CHANTRENNE²) SONT EN COURS. LE BUT EST D'INTEGRER LES PARAMETRES STRUCTURAUX QUI DIFFERENCIENT LES FIBRES, CELA A L'ECHELLE DE LA MAILLE ELEMENTAIRE POUR CALCULER LES CAPACITES THERMIQUES.

A. Présentation des résultats obtenus pour les différentes fibres de carbone

Pour l'ensemble des représentations, une courbe représentant les valeurs obtenues sur un monocristal de graphite est ajoutée à titre indicatif, Touloukian [63]. Cependant, il faut garder à l'esprit que les fibres sont des matériaux carbonés, et qu'en aucun cas elles ne peuvent être assimilées à un monocristal, .

1. TC2 brute et traitée à 2200°C

Sur la représentation (figure 6.26), deux types de mesures sur la fibre traitée à 2200°C, ont pu être effectuées ; l'une à l'aide du dispositif développé dans cette étude et l'autre par calorimétrie différentielle à balayage³ (DSC III Setaram) jusqu'à 1000 K, (D. Rochais au CEA Le Ripault). Pour cette dernière, les fibres ont été broyées.

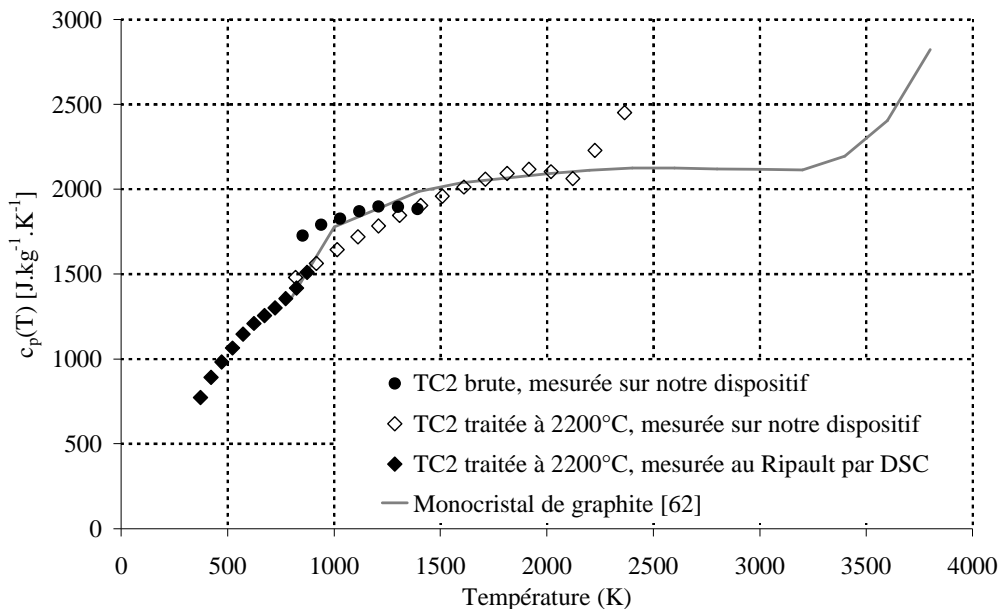


figure 6.26 : Capacité thermique massique à pression constante de la fibre TC2

¹ Voir chapitre 3.I.A.3 : Relation entre la capacité thermique à volume et à pression constante

² INSA Lyon, Centre de Thermique de Lyon (CETHIL).

³ Principe de mesure expliqué au chapitre 3.I.C.2.

Les résultats obtenus montrent que sur la fibre traitée à 2200°C, les mesures effectuées sur un dispositif et une gamme de mesure différents sont en accord avec celles mesurées sur notre dispositif. Ce résultat est d'autant plus satisfaisant que la température de « jonction » correspond à la sensibilité limite de notre détecteur infrarouge et que par conséquent, les points de mesure sont entachés d'une incertitude plus grande ($\approx 10\%$).

Le c_p de la fibre brute est légèrement supérieur à celui de la fibre traitée. Autour de 1200 K, il semble atteindre une asymptote égale à la valeur du c_p de la fibre traitée. Cette dernière présente le même comportement avec une limite asymptotique atteinte autour de 2000 K, puis une augmentation importante va apparaître, avec une évolution linéaire pour atteindre la valeur de $2500 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à 2400 K. Ce comportement atypique ressemble fortement à celui du monocristal de graphite.

Concernant les limites asymptotiques observées, elles peuvent être assimilées, selon Einstein et pour un comportement harmonique, à la fréquence maximale de vibration des atomes du réseau. Ainsi, pour ces fibres, deux températures d'Einstein (ou de Debye) peuvent être proposées. La première se situerait autour de 1200 K (fibre brute), la seconde autour de 2000 K (fibre traitée) avec pour cette dernière un comportement anharmonique dû aux modes optiques de vibration des phonons au delà.

2. XN05 traitée à 2200°C

La fibre XN05 traitée à 2200°C, dont la masse volumique est estimée à 1610 kg.m^{-3} , présente un c_p bien supérieur à celui du monocristal (figure 6.27).

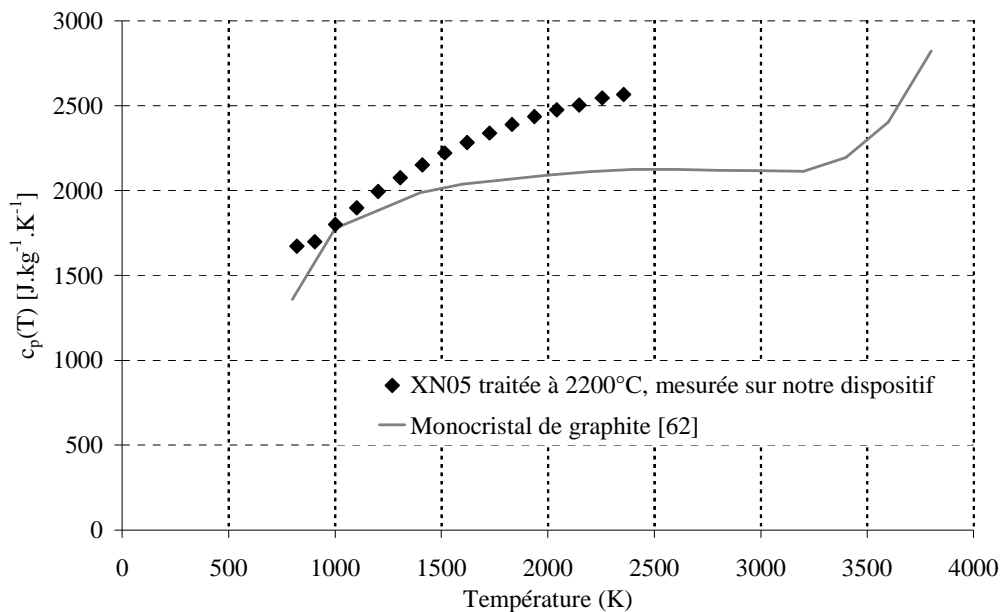


figure 6.27 : Capacité thermique massique à pression constante de la fibre XN05.

L'évolution est monotone croissante et aucune limite asymptotique ne semble être atteinte.

3. Panex 33 brute, traitée à 1600°C et 2200°C

Les mesures effectuées sur la fibre Panex 33 (figure 6.28) sont intéressantes :

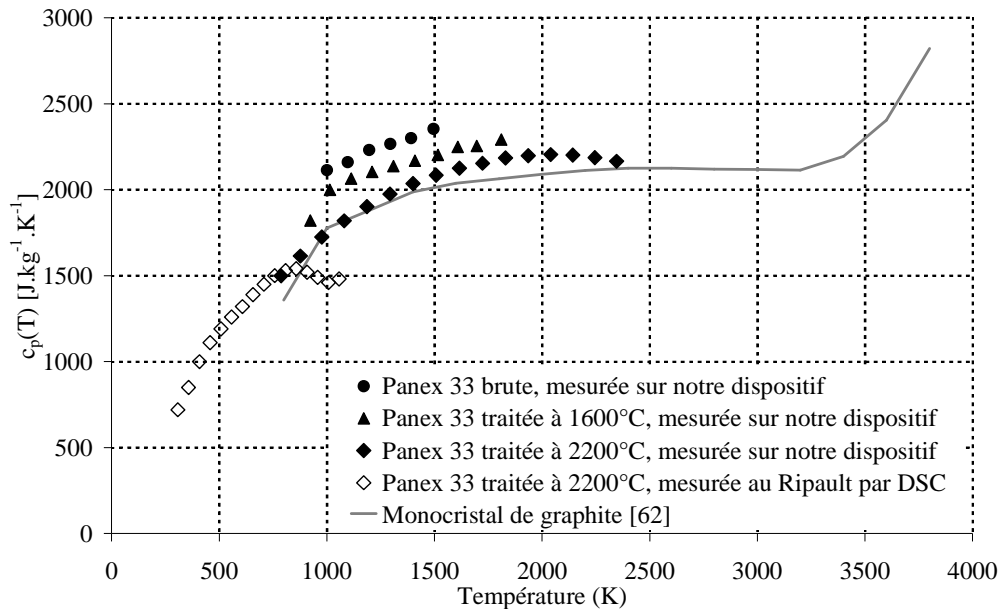


figure 6.28 : Capacité thermique massique à pression constante de la fibre Panex 33.

En effet, la fibre brute ($\rho = 1750 \text{ kg.m}^{-3}$), puis traitée à 1600°C ($\rho = 1770 \text{ kg.m}^{-3}$) et à 2200°C ($\rho = 1820 \text{ kg.m}^{-3}$) ont été caractérisées sur notre dispositif. De plus, la fibre traitée à 2200°C a également été mesurée par DSC. Tout comme pour la fibre TC2, les mesures effectuées sur deux dispositifs différents sont en accord.

Ensuite, l'influence du traitement thermique est bien mise en évidence puisqu'une diminution du c_p est révélée lorsque la température de traitement augmente. Cela s'explique surtout par une augmentation de la masse volumique (baisse de la porosité) et par une augmentation des longueurs de cohérence qui conduisent à une augmentation de la conductivité thermique de la fibre.

En revanche, sur cet exemple, les effets anharmoniques apparaissent sur la fibre traitée à 2200°C, alors que les deux autres ont une évolution linéaire.

4. Fibre P100 brute

Finalement, la fibre P100 a été mesurée (figure 6.29). Ces valeurs sont à prendre avec précaution et sont fournies à titre indicatif.

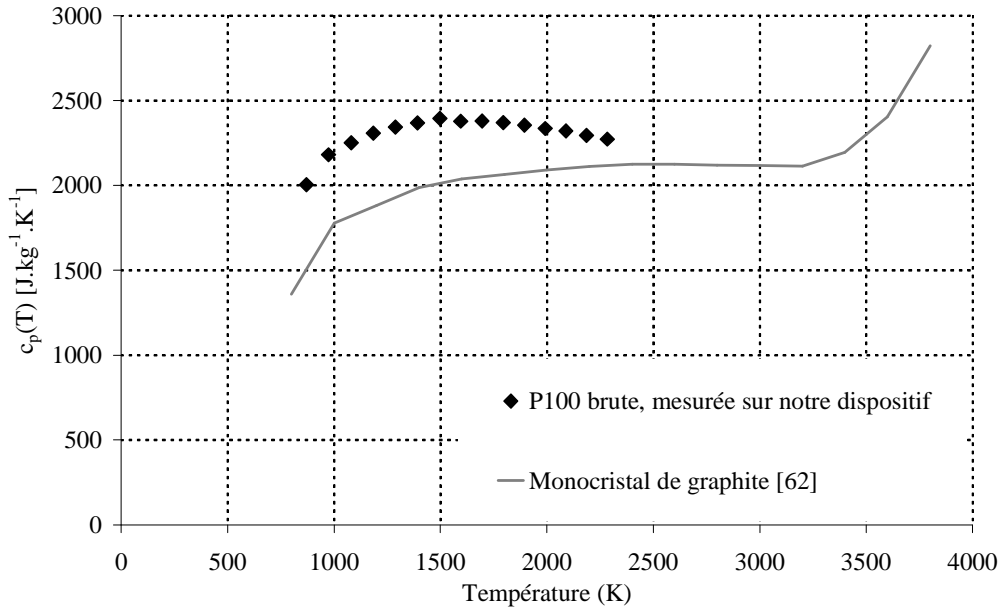


figure 6.29 : Capacité thermique massique à pression constante de la fibre P100.



La capacité thermique de la fibre P100 fait appelle à des mesures de résistivité électriques réalisées dans des conditions difficiles. Par conséquent, même si les valeurs ne sont pas trop éloignées de la réalité (différence < 20 %), elles ne sont pas justes.

V. MESURE DE LA DIFFUSIVITE ET CALCUL DE LA CONDUCTIVITE THERMIQUE LONGITUDINALE

A part les mesures réalisées par Yamane [73]¹ jusqu'à 800 K, aucune mesure de la diffusivité thermique sur monofilament et à très haute température n'existe dans la littérature.

A. Présentation des résultats obtenus pour les différentes fibres

Pour l'instant et comme cela a été démontré lors des modélisations² et confirmé avec la validation sur un filament de tungstène, **les fibres dont la conductivité est importante (P100) sont plus faciles à caractériser**. Les mesures effectuées sur les fibres **plus isolantes** (XN05 et TC2) ainsi que sur les fibres **fortement anisotropes** (Panex 33) sont à prendre **avec plus de précautions**. Cependant, la difficulté n'est pas **très différente** de celle rencontrée lors de la **validation sur la fibre céramique Nextel 720**, pour laquelle les résultats obtenus étaient en **parfait accord** avec ceux déjà mesurés dans la **littérature**.

¹ Voir chapitre 4.I.A : Mesure par contact

² Voir chapitre 4.III.A.2 : cas favorable où la conductivité dépasse 50 W.m⁻¹.K⁻¹

1. Fibre P100 brute

Une fois n'est pas coutume, les mesures réalisées sur la fibre P100 sont présentées (figure 6.30).

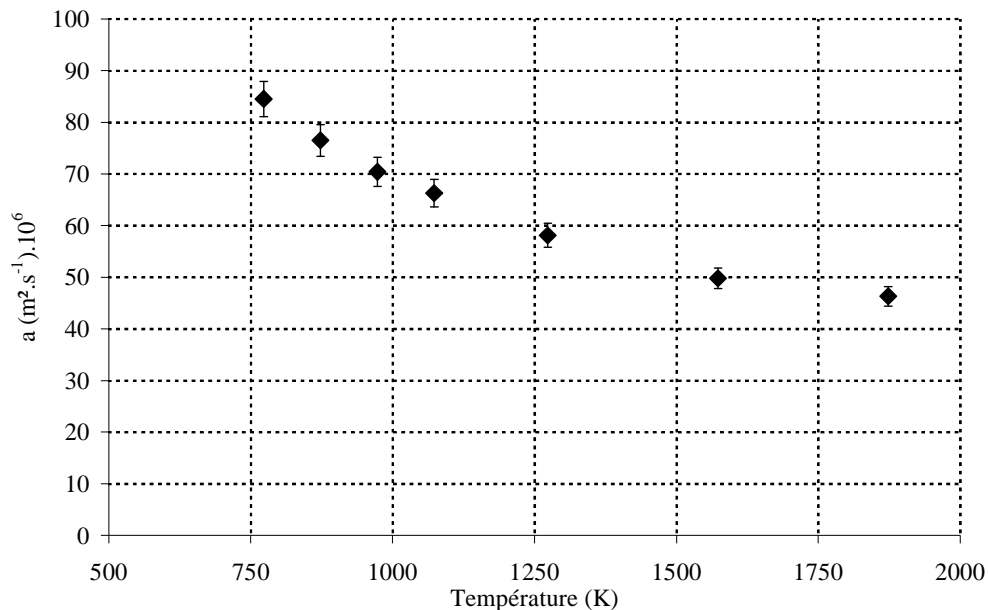


figure 6.30 : Mesure de la diffusivité thermique longitudinale de la fibre P100 brute.

La diffusivité longitudinale mesurée montre que cette dernière a tendance à décroître lorsque la température augmente, passant ainsi de $8.5 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ pour $T = 750 \text{ K}$ à $4.5 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ pour $T = 1900 \text{ K}$ où un comportement asymptotique semble atteint.

A partir de ces mesures et de celles de la capacité thermique, la conductivité thermique longitudinale peut être calculée.

Pour cela, il est nécessaire de connaître la masse volumique et la capacité thermique massique à pression constante. La masse volumique de la fibre, mesurée par pycnométrie hélium, est très proche du monocristal de graphite puisqu'elle vaut $2150 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$.

Même si les mesures du coefficient de dilatation transverse et longitudinal ont été effectuées précédemment, la variation de volume avec la température est extrêmement faible et peut raisonnablement être négligée. Pour illustrer cela, le calcul a été effectué sur cette fibre à partir des mesures de dilatation (figure 6.15), ce qui permet d'obtenir le résultat suivant (figure 6.31).

Il apparaît que la variation de masse volumique se situe autour de 2.5 % à 1900 K, ce qui est faible. De plus, compte tenu des mesures de dilatation obtenues, ce résultat représente la variation la plus importante de toutes les fibres mesurées. Par conséquent, il est tout à fait légitime de considérer uniquement la masse volumique à la température ambiante, en incluant cette incertitude sur la conductivité thermique calculée.

De plus, comme les mesures de la capacité thermique sont surestimées (gradient thermique) sur cette fibre, la valeur sera prise égale à celle du monocristal, hypothèse raisonnable compte tenu de la structure quasi graphitique de cette fibre.

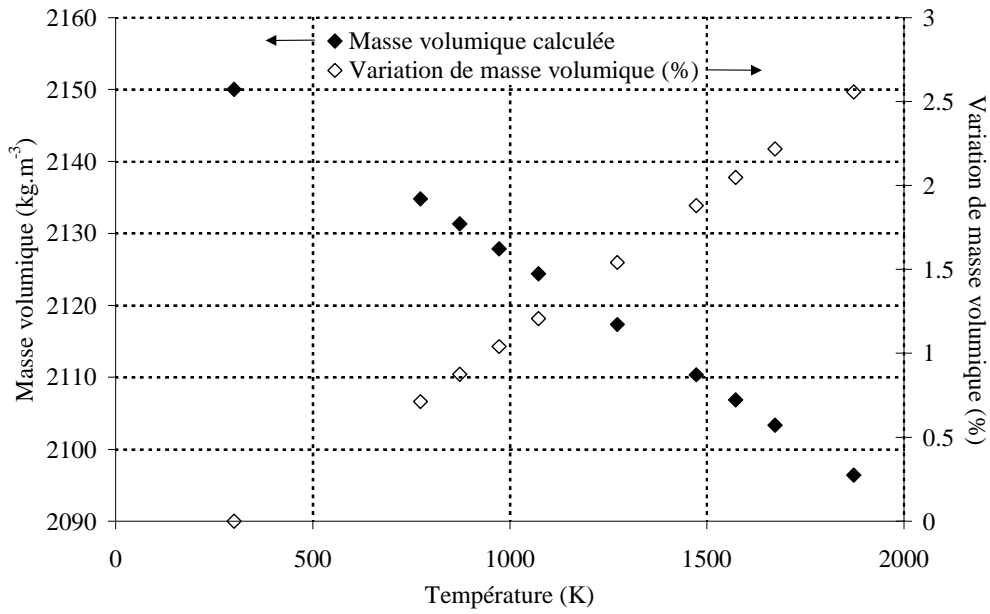


figure 6.31 : Masse volumique de la fibre P100 en fonction de la température.

Finalement, les résultats obtenus pour la conductivité thermique peuvent être présentés (figure 6.32) :

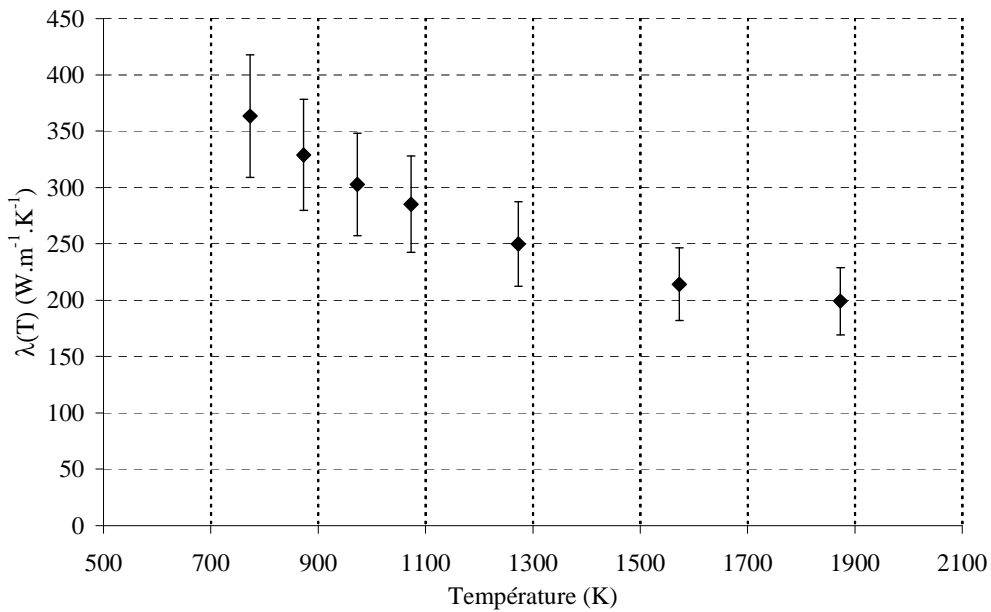
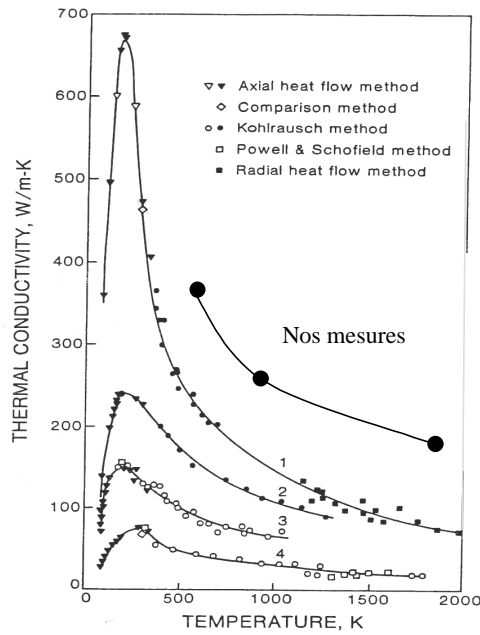


figure 6.32 : Conductivité thermique longitudinale calculée.

Ce résultat est en accord avec les mesures effectuées par Lutcov et al. [126] sur des matériaux massifs de carbone de différentes masse volumique (figure 6.33) :



The temperature dependence of the thermal conductivity (κ_a and κ_c) of graphites with mass densities of $\rho_m = 2.0 \text{ g/cm}^3$ and 2.1 g/cm^3 (for $THT = 2400^\circ\text{C}$) using various high temperature measurement techniques described by Lutcov et al. [1970]: curve 1 gives $\kappa_a(T)$ for $\rho_m = 2.1 \text{ g/cm}^3$; curve 2 gives $\kappa_a(T)$ for $\rho_m = 2.0 \text{ g/cm}^3$; curve 3 gives $\kappa_c(T)$ for $\rho_m = 2.1 \text{ g/cm}^3$; curve 4 gives $\kappa_c(T)$ for $\rho_m = 2.0 \text{ g/cm}^3$

figure 6.33 : Mesure de la diffusivité thermique longitudinale obtenue sur la fibre P100 brute.

2. TC2 brute et traitée à 2200°C

Les résultats obtenus (figure 6.34) montrent que la diffusivité est croissante avec la température quelle que soit la température de traitement thermique de la fibre. De plus, la diffusivité thermique varie à l'inverse de la capacité thermique déjà mesurée (figure 6.26). En effet, la diffusivité de la fibre brute est plus faible que celle de la fibre traitée à 2200°C.

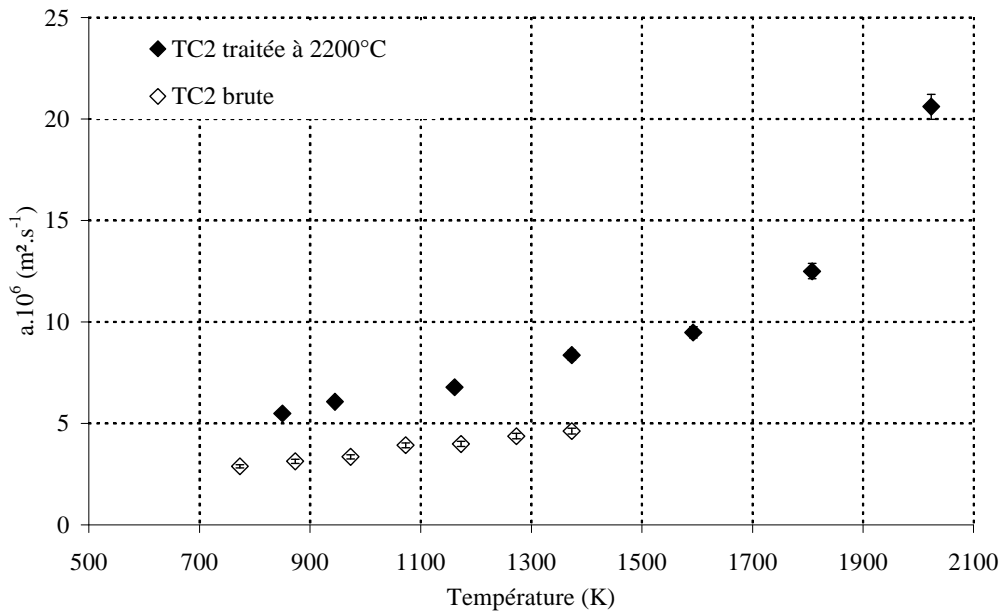


figure 6.34 : Mesure de la diffusivité thermique longitudinale de la fibre TC2 brute et traitée à 2200°C.

Ainsi, à partir de la connaissance de la masse volumique, de la diffusivité thermique et de la capacité thermique, la conductivité thermique longitudinale peut être calculée (figure 6.35).

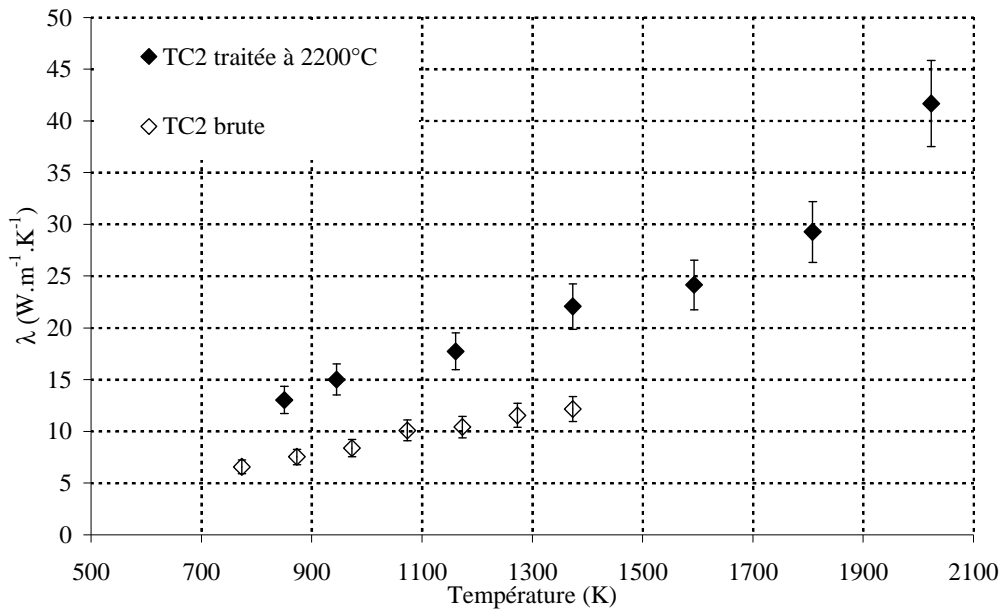


figure 6.35 : Calcul de la conductivité thermique longitudinale de la fibre TC2 brute et traitée à 2200°C.

Les résultats viennent confirmer l'influence du traitement thermique sur l'augmentation de la conductivité thermique qui à 1400 K passe d'un maximum de $12 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour la fibre brute à $22 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour la fibre traitée à 2200°C. De plus, ces résultats sont à comparer avec ceux déjà obtenus par Yamane [73] jusqu'à 800 K (figure 6.36) :

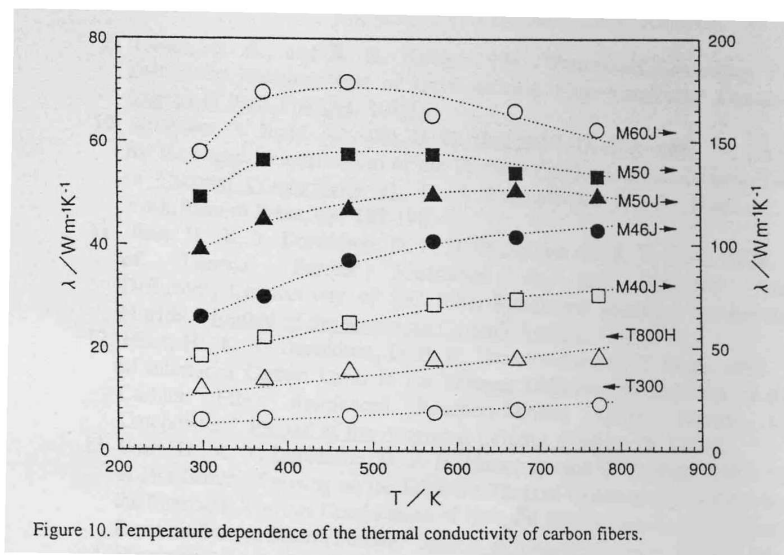


figure 6.36 : Conductivité thermique mesurée sur différentes fibres par Yamane [73].

En effet, Yamane montre que pour les fibres dont la conductivité thermique est inférieure à $100 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ l'évolution est monotone croissante et peut être approchée par une droite.

Ainsi, la fibre TC2 brute a une conductivité thermique longitudinale qui s'apparente à la fibre T300 mesurée par Yamane. De la même façon, la fibre traitée à 2200°C peut être comparée à la fibre T800 H.

3. XN05 brute

Ici, les valeurs mesurées de la diffusivité et celles de la conductivité thermique longitudinale calculées sont superposées (figure 6.37) :

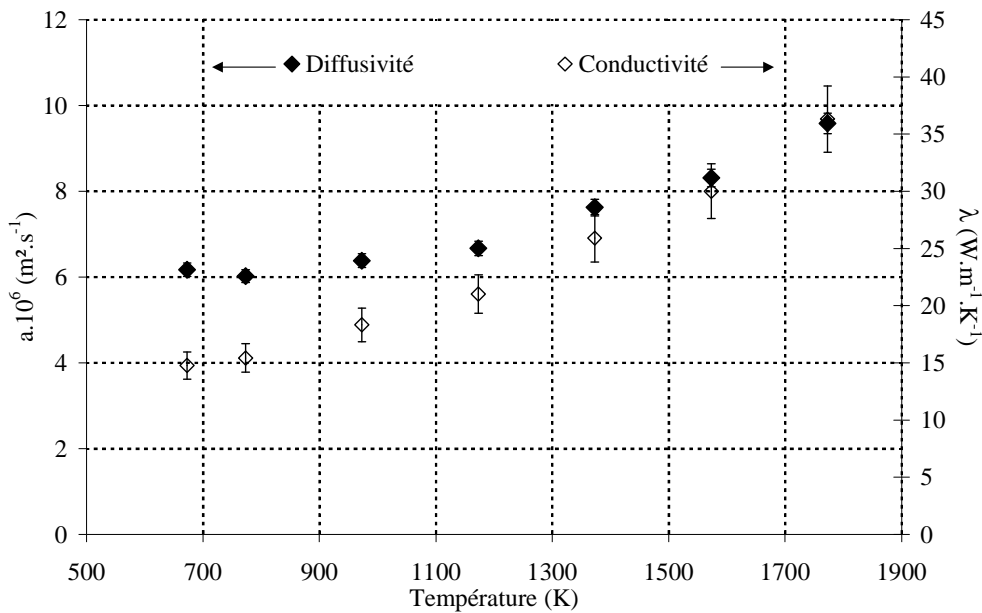


figure 6.37 : Mesure de la diffusivité et calcul de la conductivité thermique longitudinale de la fibre XN05 brute.

La conductivité obtenue montre que la fibre est peu conductrice (pour une fibre de carbone) puisque le maximum de conductivité atteint ne dépasse pas $40 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$. De la même façon que précédemment, le comportement est monotone croissant jusqu'à 1800 K.

4. Panex 33 brute, traitée à 1600 et 2200°C

Finalement, les fibres Panex 33 ont été caractérisées, les résultats des mesures de la diffusivité thermique sont représentés (figure 6.38). Les résultats, bien qu'assez dispersés sont cohérents puisqu'ils mettent en évidence l'augmentation de la diffusivité lorsque la température du traitement thermique augmente. Il faut noter que cette tendance est toujours en accord avec les mesures de la capacité thermique massique à pression constante pour laquelle le traitement thermique diminue la valeur.

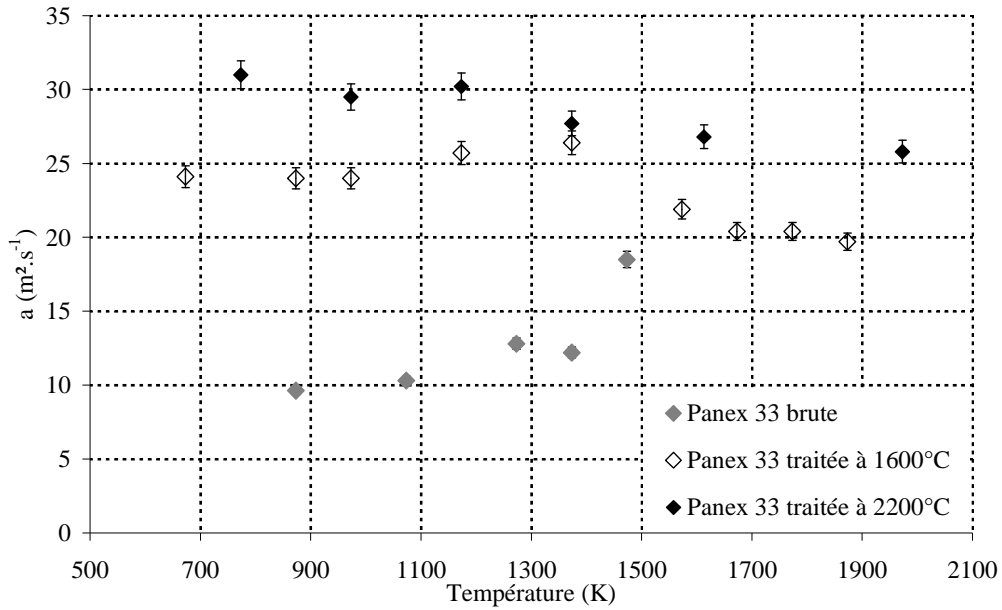


figure 6.38 : Mesure de la diffusivité thermique longitudinale de la fibre Panex 33 brute, traitée à 1600°C et à 2200°C.

Le calcul de la conductivité (figure 6.39) vient confirmer le caractère plutôt conducteur de ces fibres lorsqu'un traitement thermique est effectué.

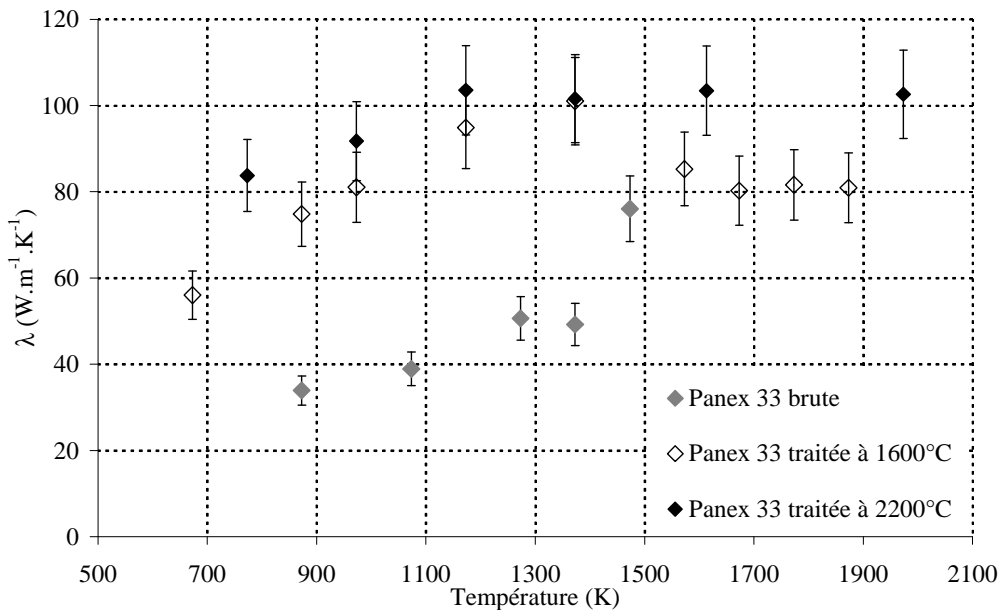


figure 6.39 : Calcul de la conductivité thermique longitudinale de la fibre Panex 33 brute, traitée à 1600°C et à 2200°C.

En effet, pour la fibre brute, un comportement similaire à la fibre XN05 et TC2 est observable, avec une variation monotone croissante de la conductivité thermique.

A l'inverse, sur la fibre traitée à 1600°C, une évolution monotone croissante est observée jusqu'à 1400 K où la conductivité atteint un maximum de $100 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, puis une décroissance intervient jusqu'à 1600 K où un comportement asymptotique avec une conductivité thermique égale à $80 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ apparaît.

Finalement, la fibre traitée à 2200°C a également une évolution monotone croissante jusqu'à 1200 K où une limite asymptotique, avec une valeur de conductivité égale à $105 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ semble être atteinte. Les mesures obtenues sur ces fibres semblent assimilables aux mesures obtenues par Yamane (figure 6.36) sur les fibre M50.

En conclusion, les mesures de conductivité thermique effectuées sur les différentes fibres de carbone permettent de confirmer l'influence des paramètres structuraux sur les valeurs de la conductivité thermique.

En effet, il apparaît que moins la fibre est organisée, plus la conductivité thermique est basse, cela quelle que soit la température de mesure. Ainsi, les fibres peuvent être classées de la moins conductrice thermique à la plus conductrice : TC2, XN05, Panex 33 et P100.

De plus, quelle que soit l'organisation structurale de la fibre (graphitisable ou pas), le traitement thermique va engendrer une augmentation de la conductivité thermique. Ce résultat peut être observé sur les fibres TC2 et Panex 33.

De la même façon, lorsque les fibres ont une conductivité thermique faible (donc beaucoup de défauts), l'évolution de cette dernière avec la température est monotone croissante et quasi linéaire, c'est le cas pour la fibre TC2, XN05 et Panex 33 brute.

A l'inverse, lorsque la fibre est plutôt conductrice, l'évolution de la conductivité thermique est croissante jusqu'à une certaine température, dépendante de l'organisation, pour ensuite décroître très rapidement au delà et finalement atteindre une limite asymptotique à très haute température. C'est le cas des fibres Panex 33 traitées à 1600 et 2200°C, et de la fibre P100 pour laquelle la décroissance est permanente sur la gamme de mesure.

B. Comparaison conductivité thermique et résistivité électrique

A partir des mesures de conductivité thermique et de résistivité électrique en fonction de la température et pour les différentes fibres, il est possible de tracer simultanément la résistivité et la conductivité pour une même température (figure 6.40). En effet, il semble évident qu'une analogie entre les propriétés thermiques et électriques peut être effectuée. De plus, ces dernières semblent complètement corrélées avec la structure graphitique des différentes fibres étudiées. Il est intéressant de constater que ces deux grandeurs sont inversement proportionnelles. En effet, si dans le cas des métaux, une relation simple donnée par la loi de Wiedemann-Franz-Lorenz peut être appliquée, pour les matériaux semi conducteurs comme les fibres de carbone, la relation n'est pas aussi simple. Ainsi, grâce à nos mesures, une relation empirique comparable à celle déjà fournie par Yamane et al. [127] à la température ambiante, va pouvoir être réalisée en température.

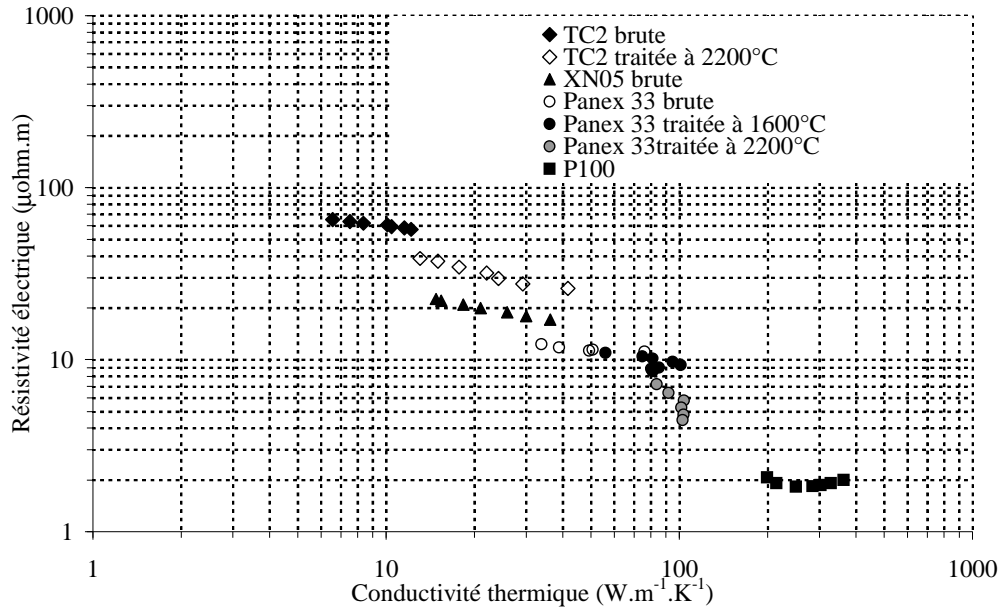


figure 6.40 : Relation entre la résistivité électrique et la conductivité thermique pour les fibres de carbones étudiées.

Ces résultats peuvent être comparés à ceux obtenus par Yamane et al. [127], (figure 6.41) :

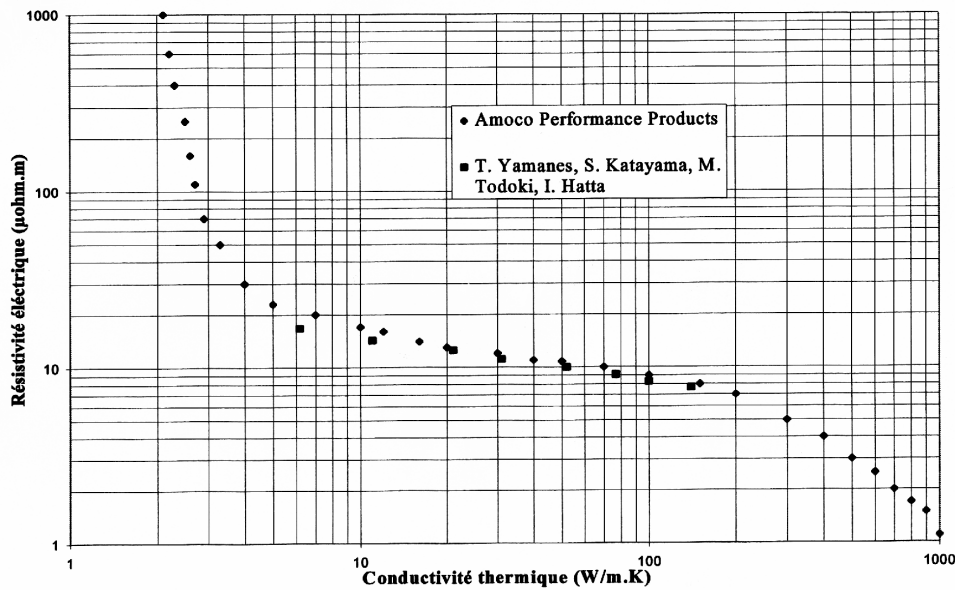


figure 6.41 : Relation empirique entre la résistivité électrique et la conductivité thermique pour des fibres de carbones à la température ambiante, Yamane et al. [127].

Ces résultats, très intéressants montrent que les rapports entre la résistivité et la conductivité thermique sont du même ordre de grandeur que ceux fournis par Yamane et al. [127] à la température ambiante. En effet, dans la gamme de conductivité allant de 10 à 100 $W.m^{-1}.K^{-1}$, ce rapport est situé autour de 10.

Cependant, il est difficile de comparer directement ces résultats puisque la gamme de température est différente. Par conséquent, il est plus judicieux de sélectionner les mesures en fonction de la température de mesure. C'est ce que nous avons réalisé (figure 6.42) où les valeurs de résistivité électrique et de conductivité thermique pour chacune des fibres aux températures de 800 et 1400 K ont été prélevées ainsi que les valeurs extrapolées à 300 K :

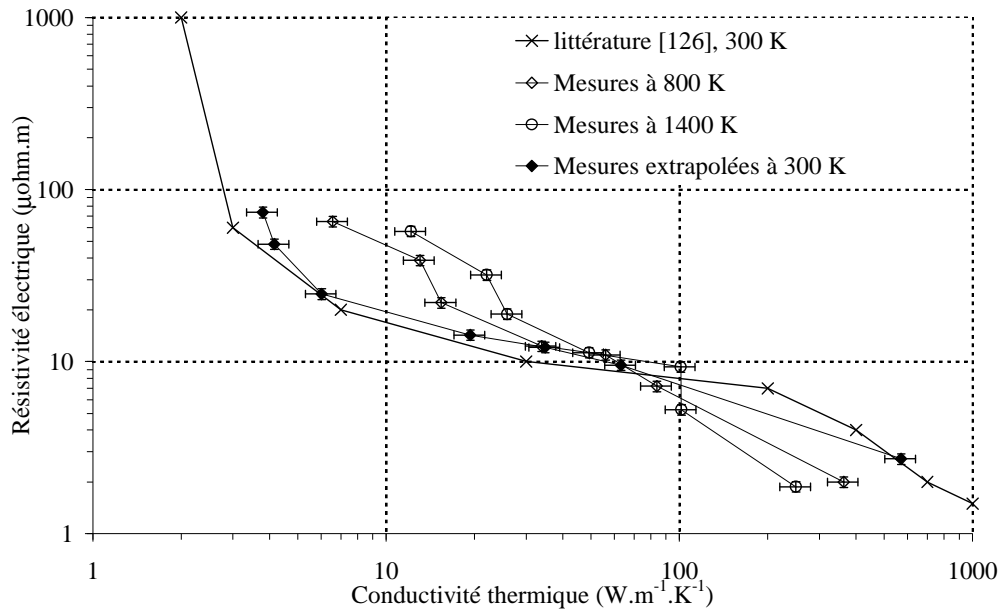


figure 6.42 : Relation entre la résistivité électrique et la conductivité thermique pour les fibres de carbones étudiées à différentes températures.

Cette représentation montre d'une part que les valeurs mesurées puis extrapolées jusqu'à la température ambiante ne sont pas trop éloignées de celles obtenues dans la littérature. Ce résultat intéressant confirme les remarques effectuées précédemment. En effet, il apparaît que les valeurs mesurées sur les fibres peu conductrices sont légèrement surestimées. A l'inverse, la valeur mesurée sur la fibre P100 est déjà plus proche de la littérature. De même, la décroissance linéaire observable pour les fibres dont la conductivité dépasse $100 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ résulte du manque de valeurs. En pratique, il aurait fallu caractériser une fibre dont la conductivité se situe autour de $200 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$.

Un dernier point concerne l'évolution de ce tracé lorsque la température de mesure des fibres augmente. En effet, il semble que les fibres faiblement conductrices se décalent vers la droite, traduisant ainsi une hausse de la conductivité avec la température. A l'inverse, la fibre fortement conductrice (P100) se décale vers la gauche, ce qui traduit une baisse de la conductivité lorsque la température augmente.

VI. CONCLUSION

Concernant les caractérisations thermomécaniques, la contribution à la connaissance des paramètres structuraux des fibres est indéniable. Tout d'abord, la mesure des coefficients de dilatation transverse à très haute température avec une telle précision et une bonne connaissance de l'incertitude constitue une avancée forte. D'une part, nous avons fourni un grand nombre de mesures sur une grande variété de fibres. Ensuite, la comparaison entre la dilatation thermique longitudinale et transverse a permis de classer les différentes fibres selon leur degré d'anisotropie.

Les mesures du coefficient de Poisson constituent une première tentative à très haute température. Même si cela nécessite une étude plus importante, les résultats obtenus sur la fibre XN05 traitée à 2200°C sont très encourageants et laissent entrevoir des perspectives plutôt favorables.

Les mesures de la capacité thermique sont **les seules réalisées** sur monofilament à très haute température. Ces mesures sont **difficiles à interpréter** car de nombreux paramètres interviennent. Ainsi, pour tenter de fournir une explication parallèle (via la théorie), **des calculs de dynamique moléculaire** (collaboration avec P. Chantrenne) sont en cours. Le but est d'intégrer les paramètres structuraux qui différencient les fibres, cela à l'échelle de la maille pour calculer les capacités thermiques. En tout cas, les mesures montrent que plus la masse volumique est faible (structure éloignée du monocristal), plus la capacité thermique s'éloigne des valeurs déjà mesurées sur un monocristal massif.

Enfin, les premières mesures à très haute température de la diffusivité ont permis de calculer la conductivité thermique longitudinale. La représentation (6.40) montre que les valeurs obtenues permettent de classer les fibres par analogie avec la résistivité électrique. En effet, il apparaît que plus la fibre est isolante thermique, plus sa résistivité est importante, et inversement. De plus, la comparaison des résultats avec ceux obtenus à température ambiante par Yamane [127] a permis de fournir une nouvelle loi empirique, à très haute température, entre la résistivité électrique et la conductivité thermique des fibres.

Enfin, même si peu de mesures ont pu être effectuées, car ce travail arrive en fin de thèse, et compte tenu de la dispersion existante sur certaines fibres (comme la Panex 33), les résultats obtenus sont cohérents avec ceux de la littérature (figure 6.42).

Conclusion générale

Ce travail, motivé par un besoin industriel et dont l'objectif était de déterminer les propriétés thermiques et thermomécaniques de fibres micrométriques de carbone à très haute température a été concluant. Ce mémoire, volumineux, témoigne des nombreux sujets abordés et de leurs difficultés propres. En effet, fournir des **résultats de mesures** à de *telles échelles* et sur une *telle gamme de température* a demandé un investissement important notamment en ce qui concerne la **modélisation** des phénomènes, le **développement de méthodes d'identification** stables, l'**optimisation expérimentale** et la **recherche d'erreurs**. Cette phase essentielle et souvent galvaudée permet, lorsqu'elle est menée à bien, une *bonne connaissance des limites expérimentales* des dispositifs et des méthodes d'identification. C'est pourquoi, tout au long de ce travail, l'objectif visé n'était pas de faire des mesures, mais *d'obtenir un système de mesure juste, fidèle et sensible*. Pour cela, la philosophie propre aux « inverseurs » : utiliser un maximum de points de mesure, estimer le bruit de mesure, vérifier la sensibilité aux paramètres à identifier, nous a été précieuse dans cette quête.

En plus de ce travail important de développement de méthodes de mesures, un effort particulier a été fait pour réaliser un maximum de caractérisations susceptibles d'apporter une connaissance précise des propriétés thermiques et thermomécaniques. En effet, la diversité structurale des fibres de carbone en fait des matériaux isotropes à fortement anisotropes, isolants à bons conducteurs thermiques..., ce qui a permis **d'éprouver les méthodes développées** et surtout de **quantifier les tendances structurales essentiellement supposées jusqu'à présent**.

Concernant la première partie relative à la détermination des **propriétés thermomécaniques** des fibres, la difficulté peut se résumer à la mise en œuvre de méthodes susceptibles de **détecter** avec précision des **variations de l'ordre de quelques nanomètres** sur des matériaux dont la **dimension caractéristique est d'environ 10 μm** . Une méthode de mesure fondée sur le *la diffraction*, couplée à une *méthode inverse autorégressive* basée sur une *combinaison de fonctions élémentaires*, a permis d'atteindre une **sensibilité du système** de mesure d'**environ 300 pm**. Cette méthode permet de réaliser indifféremment des **mesures** du *coefficient de dilatation transverse* et du *coefficient de Poisson* des fibres.

Pour le coefficient de dilatation transverse, de nombreuses mesures ont pu être effectuées sur des fibres aussi diverses que : le carbone, le tungstène et les céramiques. Ces dernières, isotropes et aux propriétés bien connues par ailleurs, ont surtout valeur de validation de la méthode. A l'inverse, celles obtenues sur les fibres de carbone sont relativement nouvelles et

permettent d'une part d'accéder à la valeur de la dilatation transverse et d'autre part de mettre en évidence d'une manière originale le degré d'anisotropie à très haute température des différentes fibres.

De plus, les nombreuses études menées dans le cadre de validation ou d'optimisation par recherche d'erreurs ont révélé des perspectives d'utilisations différentes du système de mesure :

Le modèle phénoménologique développé pour qualifier l'influence des rugosités de surface des fibres sur la méthode d'estimation pourrait être perfectionné pour quantifier précisément : la géométrie de surface, la taille des rugosités, leur nombre et leur répartition spatiale.

L'étude de la fibre céramique Nextel 720 (très isolante électrique) et pour laquelle un dépôt de quelques centaines de nanomètres a été effectué pour permettre son chauffage par effet Joule a également apporté une nouvelle perspective. En effet, il s'avère possible de déterminer soit la dilatation transverse propre au dépôt, soit à l'inverse d'estimer l'épaisseur de ce dernier.

Finalement, les mesures effectuées sur les fibres à géométrie « bizarre » ont montré tout l'intérêt d'améliorer le dispositif en incluant un système de rotation de la fibre autour de son axe longitudinal. Cela permettrait une caractérisation polaire de la section transverse, donnant ainsi accès à des propriétés encore plus locales.

Concernant le coefficient de Poisson qui aurait pu faire partie des perspectives, nous avons démarré une étude de faisabilité. Cette dernière s'est illustrée par une validation sur un filament de tungstène à la température ambiante. Cette validation a permis d'une part de retrouver la valeur issue de la littérature et d'autre part de mettre en évidence la transition élastique-plastique caractéristique des métaux et située autour de 0.2 %. Ensuite, des études menées sur la fibre XN05 traitée à 2200°C (*quasi isotrope*) ont permis d'effectuer les premières mesures à très haute température (2300 K). Cela a notamment permis de détecter la transition entre le domaine élastique et viscoélastique/viscoplastique située autour de 1500 K, déjà révélée par des caractérisations mécaniques. Les perspectives associées à ce travail préliminaire semblent importantes, tant sur le plan expérimental que sur le plan théorique (modèle de comportement mécanique).

Concernant la deuxième partie dont le but était de déterminer la *conductivité thermique longitudinale* des fibres, la *difficulté* se trouve dans la *dimension caractéristique* des matériaux à mesurer et dans la *gamme de température* à balayer (800 à 2500 K). Le principe des méthodes de détermination des propriétés thermiques, nécessite souvent la génération d'une excitation (ou perturbation) du système thermique à l'équilibre. Cette perturbation, susceptible de créer un transfert de chaleur transitoire permet d'extraire les propriétés physiques. Ainsi, la *difficulté* liée aux *échelles micrométriques* a engendré une complication essentiellement expérimentale que nous avons *résolue* par l'utilisation de *méthodes optiques*.

Les *températures* étudiées contribuent à de *fortes non linéarités* par l'intermédiaire des pertes par rayonnement qu'il a également fallu *inclure dans les modélisations thermiques*.

Tout d'abord, le chapitre sur la capacité thermique massique à pression constante a permis de développer le premier dispositif de mesure sur monofilament et à très haute température. De part le nombre important de caractérisations, l'influence de la structure cristalline, du traitement thermique et surtout de la masse volumique sur les valeurs de capacité thermique obtenues ont été mis en évidence.

Ainsi, l'intérêt de ce type de mesure est double. D'une part, cela constitue une première étape dans l'évaluation de la conductivité thermique. D'autre part, cela nous renseigne sur le comportement vibratoire des fibres de carbone à très haute température. Si la première étape a été pleinement exploitée dans ce travail pour calculer la conductivité thermique des différentes fibres caractérisées, la deuxième étape n'a pu être abordée que partiellement, et les résultats obtenus ne sont pas suffisamment aboutis pour être présentés dans cette étude. Ainsi, les perspectives associées à cette partie sont nombreuses et surtout d'ordre théorique :

Des calculs de dynamique moléculaire, évoqués dans ce travail (mais non présentés) sont certainement une première voie pour fournir des explications aux valeurs mesurées et surtout à la tendance observée, à savoir l'augmentation de la capacité thermique massique à pression constante lorsque la masse volumique des fibres diminue.

Le couplage de la connaissance des valeurs de la dilatation thermique avec les mesures de la capacité thermique devrait permettre une interprétation énergétique traduisant ainsi les modes de vibration et les interactions entre les atomes du réseau. En effet, lors des caractérisations, l'influence de la structure des différentes fibres a pu être mise en évidence, avec notamment un comportement quasi harmonique et donc proche du modèle d'Einstein (ou Debye) lorsque la structure des fibres se rapproche de celle du monocristal. Alors que les effets anharmoniques semblent prépondérants si la structure s'éloigne de celle du monocristal de graphite.

L'étude de la diffusivité thermique longitudinale a conduit à l'obtention des premières mesures à très haute température ($T > 800$ K). La méthode photothermique modulée en amplitude ou en phase développée avait déjà été étudiée dans la littérature à température ambiante mais pas toujours sur des matériaux micrométriques. Ainsi, nous avons montré que la présence des pertes par rayonnement était plutôt un atout en terme de mesure. En effet, cela contribue à un « étalement » de l'onde thermique qui se traduit par une augmentation de la longueur de diffusion.

En terme d'estimation des paramètres (diffusivité thermique et pertes), trois méthodes d'identification de la diffusivité thermique ont été développées. Les deux premières, classiques utilisent indépendamment l'amplitude et la phase de la température modulée mesurée. La troisième, indépendante des pertes résultent du produit entre l'amplitude et la phase de la température modulée.

L'étude de sensibilité, ainsi qu'une validation numérique et expérimentale des trois méthodes ont permis de montrer que la troisième méthode basée sur le produit était : la plus sensible à la diffusivité, la moins sensible au bruit de mesure et finalement la seule à fournir des résultats comparables à ceux mesurés dans la littérature sur des matériaux massifs.

En effet, les validations expérimentales ont pu être effectuées sur deux matériaux de conductivité thermique bien différente. La première est réalisée sur une fibre céramique, la Nextel 720, pour laquelle la conductivité thermique est de l'ordre de $6 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Cela a permis de lever le doute sur la difficulté à effectuer des mesures sur les matériaux isolants. En effet, ce problème lié à la résolution spatiale du système optique de détection avait été souligné lors de l'étape de modélisation du problème thermique. Ensuite, la deuxième validation sur un filament de tungstène a également permis de montrer la qualité des mesures d'amplitude et de phase ainsi que la cohérence des diffusivités estimées par méthode inverse sur un bon conducteur thermique ($\lambda \approx 150 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$). De plus, un calcul d'incertitude a permis de montrer la précision des valeurs mesurées qui restent inférieures à 5 % pour la diffusivité thermique. Ce résultat a d'ailleurs pu être confirmé lors des validations.

Finalement, les caractérisations effectuées sur les différentes fibres ont permis de calculer les conductivités thermiques. Cela a notamment permis de prouver que la conductivité thermique longitudinale variait dans le même sens que la résistivité électrique. En effet, les fibres dont la résistivité électrique est la plus faible sont celles où la conductivité thermique est la plus grande, et inversement. De plus, la comparaison des résultats avec ceux obtenus à température ambiante par Yamane [127] devrait permettre de fournir une nouvelle loi empirique, à très haute température, entre la résistivité électrique et la conductivité thermique des fibres.

En conclusion générale, il faut souligner que ce travail à caractère plutôt expérimental a conduit à l'obtention d'un très grand nombre de résultats souvent inédits. Ces derniers, cohérents d'une propriété physique à l'autre (dilatation, capacité thermique, conductivité...) constituent une base pour une recherche peut être plus fondamentale visant à déterminer l'énergie potentielle (ou modes de vibrations) à partir des caractérisations effectuées dans ce travail aux échelles micrométriques et à très haute température.

ANNEXES

ANNEXE A. Mesure de température

1. VALIDATION DE L'HYPOTHESE SELON LAQUELLE LA FIBRE EST ISOTHERME

Les fibres étudiées peuvent être considérées comme des *corps thermiquement minces* puisque leur longueur avoisine **50 mm** alors que leur diamètre est d'environ **10 μm** . Même dans ces conditions, des gradients thermiques sont présents lorsque : la conductivité thermique est importante (sens longitudinal) ou à l'inverse, lorsque cette dernière est faible (sens radial).

Il faut souligner que l'ensemble des *mesures* est réalisé au *milieu de la fibre* et très *localement* : *dilatation transverse* ($< 1 \text{ mm}$), *capacité thermique* ($< 500 \mu\text{m}$) ou *diffusivité thermique* ($< 5 \text{ mm}$). Puis, les mesures de dilatation transverse sont réalisées de 300 à 2500 K, alors que les mesures des propriétés thermiques vont de 700 à 2500 K.

De plus, il faut tenir compte de *l'incertitude de mesure du pyromètre* qui est estimée entre **2 et 4 %** de la température absolue. Par conséquent, dans le *sens longitudinal*, le matériau sera considéré comme *isotherme* dans la zone où la *température varie entre 96 et 98 %* de la *température maximale* (au centre, à $z = 25 \text{ mm}$). Compte tenu du système de chauffage utilisé, des températures parcourues, du système de fixation des fibres et de la symétrie, le problème thermique à résoudre peut être schématisé (figure A.1) de la façon suivante :

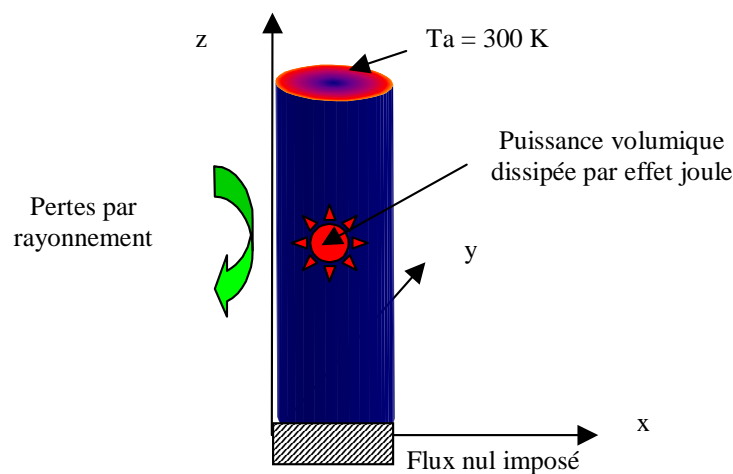


figure A.1 : Schéma du problème thermique à traiter.

ECRIURE DU PROBLEME THERMIQUE

A partir du schéma (figure A.1), le système thermique peut s'écrire :

$$\left\{ \begin{array}{l} \lambda_T \left[\frac{\partial^2 T(\rho, z)}{\partial \rho^2} + \frac{1}{\rho} \frac{\partial T(\rho, z)}{\partial \rho} \right] + \lambda_L \frac{\partial^2 T(\rho, z)}{\partial z^2} + q = 0 \\ -\lambda_T S \frac{\partial T(\rho, z)}{\partial \rho} \Big|_{\rho=d/2} = \varepsilon \sigma S_p [T(R, z)^4 - T_a^4] \\ -\lambda_T S \frac{\partial T(\rho, z)}{\partial \rho} \Big|_{\rho=0} = 0 \\ -\lambda_L S \frac{\partial T(\rho, z)}{\partial \rho} \Big|_{z=0} = 0 \\ T(\rho, L) = T_a \end{array} \right. \quad (\text{A.1})$$

La résolution de ce système a été effectuée à l'aide du logiciel FlexPde et en considérant les paramètres suivants.

PARAMETRES DE LA MODELISATION

De part leur diversité structurale, les matériaux carbonés ont des conductivités très variables. Ainsi, le but de cette modélisation est de prouver que dans les cas les plus critiques, les fibres étudiées peuvent être considérées isothermes dans la zone de mesure. Ainsi, d'après les valeurs de conductivité (figure A.2) données par Lutcov et al. [126], il apparaît qu'entre 300 et 500 K, la valeur peut tout à fait atteindre $500 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ alors qu'elle peut être supérieure à $100 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ jusqu'à 2000 K.

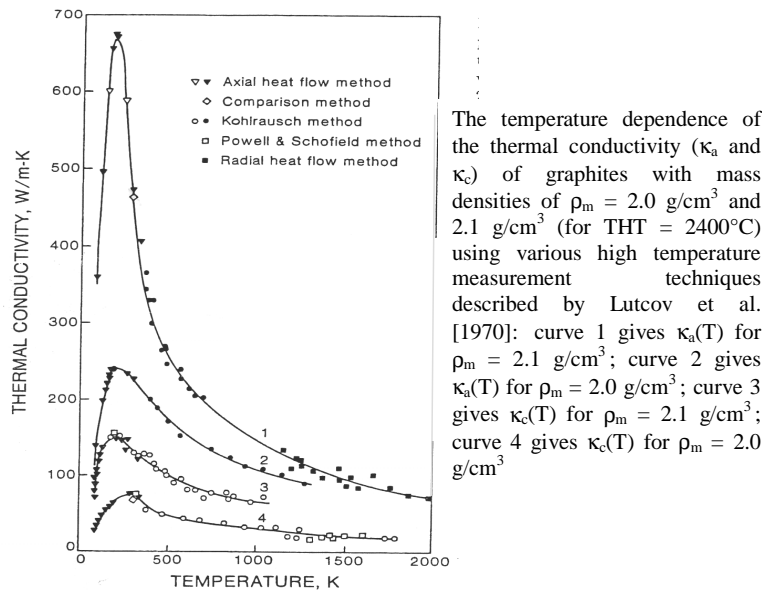


figure A.2 : Conductivité thermique de matériaux carbonés massifs, [126].

De la même façon (figure A.3), les valeurs données par Yamane [73] montrent que la conductivité thermique ne dépasse pas $200 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ et peut atteindre des valeurs très faibles ($1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$).

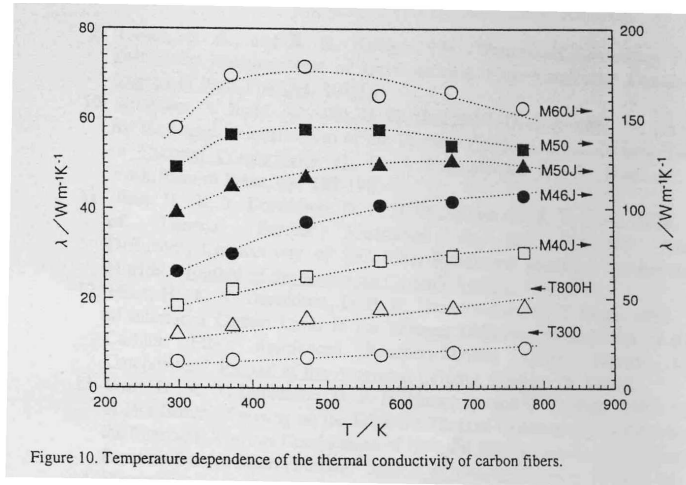


figure A.3 : Conductivité thermique mesurée sur différentes fibres par Yamane [73].

Dans ces conditions, il est possible de définir une gamme de valeurs de conductivités susceptible d'être suffisamment représentative de la réalité. Pour les simulations dans le sens longitudinal, les valeurs retenues sont : 20 , 80 , 200 et $500 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Concernant la simulation dans le sens radial, les valeurs suivantes seront prises : 1 et $20 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$.

Les fibres de carbone peuvent être considérées comme un corps noir (*émissivité égale à 1*). Finalement, les profils seront calculés sur la gamme de température suivante : 500 , 1000 , 1500 et 2000 K .

RESULTAT SENS RADIAL

Les résultats obtenus sont représentés (figure A.4) pour $T = 2000 \text{ K}$:

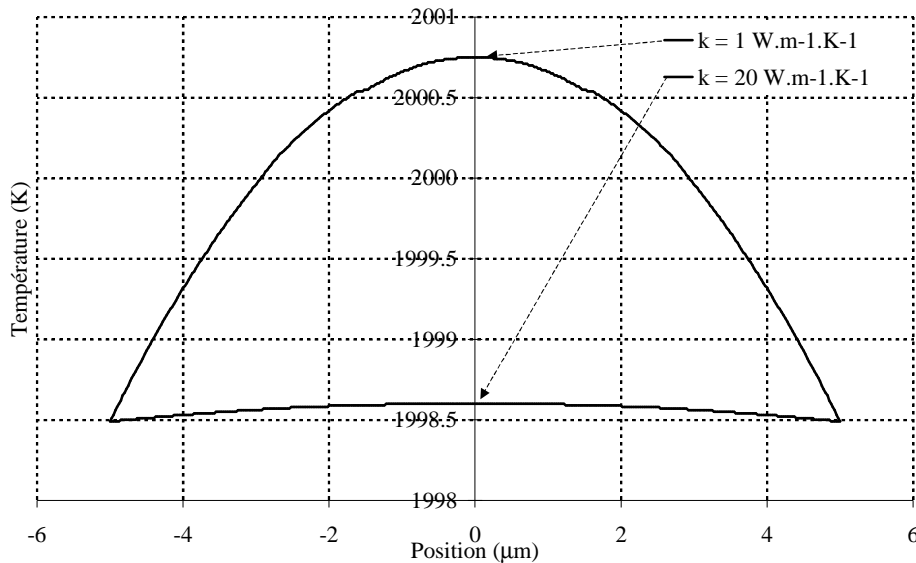


figure A.4 : Profil de température dans le long du diamètre de la fibre à $T = 2000 \text{ K}$.

Sur ce tracé, il est clair que la fibre peut être *considérée comme isotherme* puisque la différence de *température* est *d'environ 2 K* entre le centre et la surface extérieure de la fibre pour la *plus faible des conductivités* ($1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$). Ainsi, il n'est pas nécessaire d'étendre cette étude à des températures inférieures où l'on est certain que comme les pertes par rayonnement seront plus faibles, la fibre sera encore plus isotherme dans le sens radial.

RESULTAT SENS LONGITUDINAL

Pour le cas longitudinal, les simulations obtenues aux différentes températures et pour les différentes conductivités sont représentées (figure A.5, A.6, A.7 et A.8) :

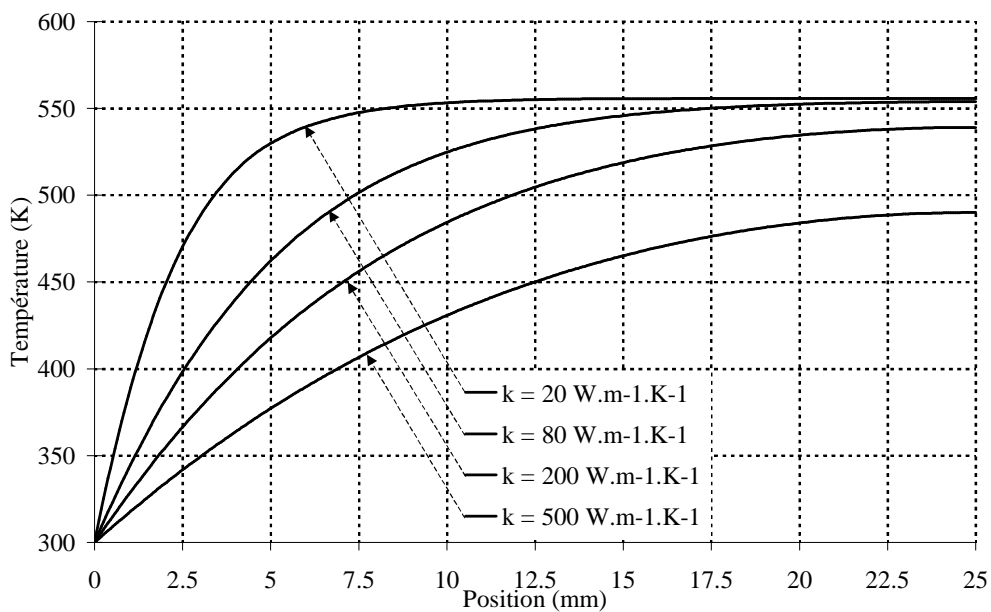


figure A.5 : Profil de température dans la direction longitudinale de la fibre à 500 K.

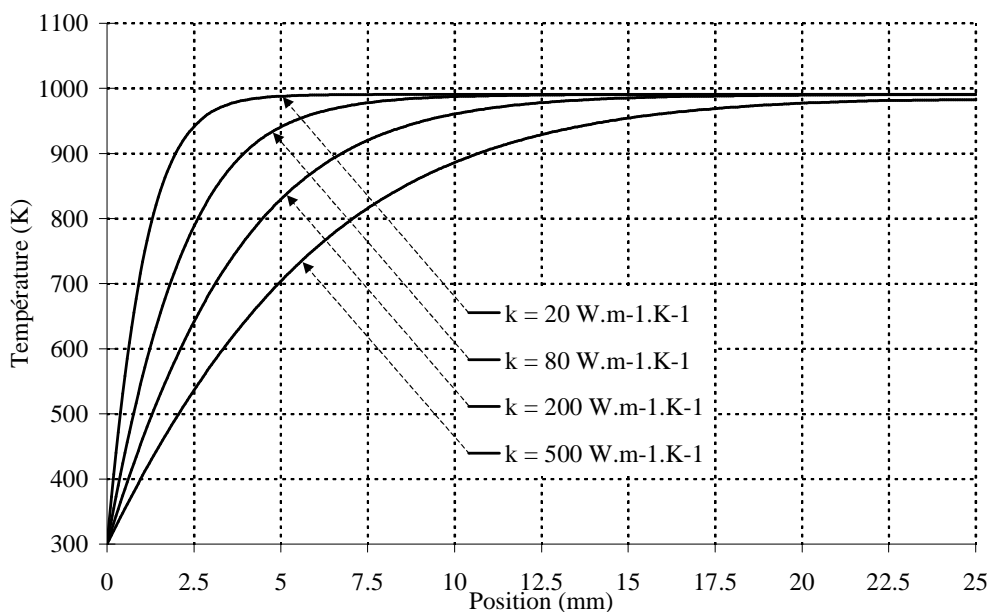


figure A.6 : Profil de température dans la direction longitudinale de la fibre à 1000 K.

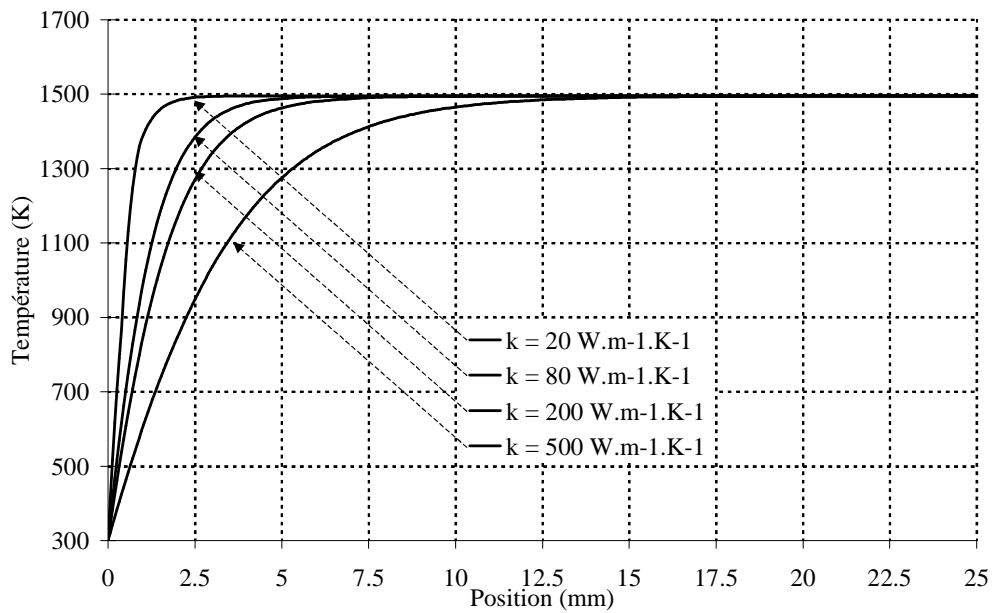


figure A.7 : Profil de température dans la direction longitudinale de la fibre à 1500 K.

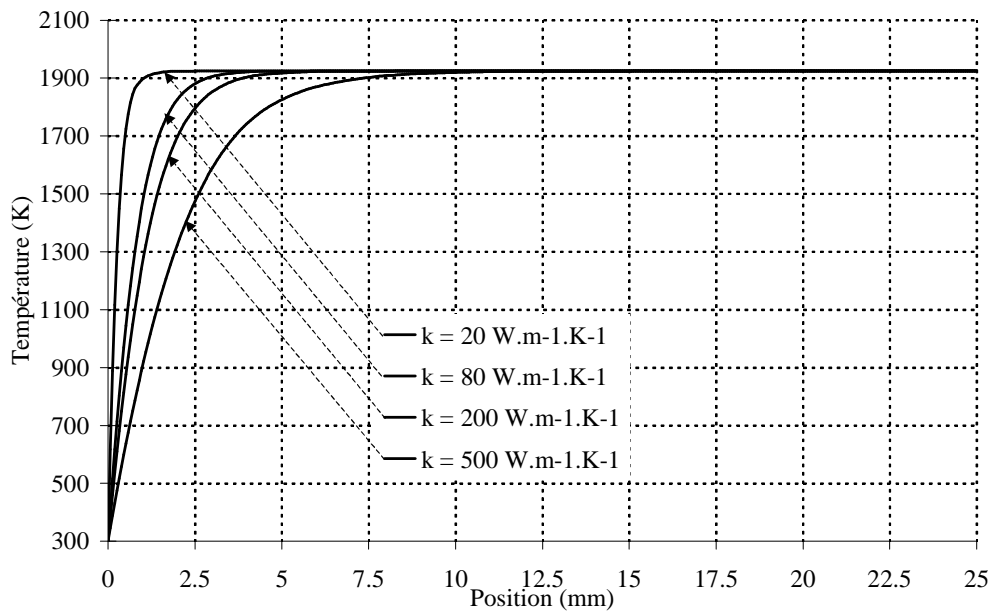


figure A.8 : Profil de température dans la direction longitudinale de la fibre à 2000 K.

Il apparaît que la fibre n'est jamais parfaitement isotherme et que la longueur du gradient thermique est assez importante pour beaucoup de configurations. Ainsi, plus la température moyenne de la fibre est basse, plus l'influence du gradient thermique est importante.

A partir de ces simulations et en considérant que la température est supposée constante lorsque sa variation est inférieure à 2 %¹ de la valeur maximale (au centre à $z = 25$ mm), un tableau récapitulatif de la longueur du gradient exprimée en millimètre peut être présenté :

	T = 500 K	T = 1000 K	T = 1500 K	T = 2000 K
$\lambda_L = 20 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$	8.6	3.6	1.7	1
$\lambda_L = 80 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$	16.6	7.4	3.9	2.7
$\lambda_L = 200 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$	19.9	12.2	5.4	3.7
$\lambda_L = 500 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$	21	17.5	10.6	6.9

tableau A.1 : longueur du gradient thermique en millimètre.

Sachant que les mesures du coefficient de dilatation transverse sont effectuées jusqu'à 500 K, il apparaît que même pour une conductivité importante ($500 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$), la zone isotherme est estimée à 4 mm, ce qui représente environ 4 fois la distance de travail.

De la même façon, les mesures des propriétés thermiques (capacité et diffusivité) débutent vers 700 K. Dans le cas extrême où $\lambda = 500 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, la zone isotherme est estimée entre 4 et 7.5 mm, ce qui est supérieur aux distances de travail nécessaires (500 μm pour la capacité et 5 mm pour la diffusivité thermique).

Finalement, quelle que soit la température et la conductivité thermique, la température peut être considérée comme isotherme lorsque les mesures sont effectuées localement (qq mm).

En revanche, pour des mesures réalisées sur toute la longueur de la fibre comme : la dilatation longitudinale ou la résistivité électrique, les incertitudes de mesures seront importantes surtout lorsque l'on se trouve à moyenne température et pour des fibres conductrices. Pour illustrer cela, le rapport entre la longueur de la zone isotherme et la longueur totale de la fibre peut être présenté (tableau A.2) :

	T = 500 K	T = 1000 K	T = 1500 K	T = 2000 K
$\lambda_L = 20 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$	34 %	14 %	7 %	4 %
$\lambda_L = 80 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$	66 %	30 %	16 %	11 %
$\lambda_L = 200 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$	80 %	49 %	22 %	15 %
$\lambda_L = 500 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$	84 %	70 %	42 %	28 %

tableau A.2 : Pourcentage du gradient thermique.

En conclusion et de manière générale, les fibres étudiées peuvent être considérées comme *isothermes dans les sens radial*. Dans le *sens longitudinal*, la zone isotherme est suffisamment *importante (> 4 mm)* pour les mesures *réalisées localement (< 5 mm)*.

¹ Voir remarque sur le pyromètre au paragraphe 1

En revanche, les mesures des propriétés sur *toute la longueur de la fibre*, comme la *dilatation longitudinale* ou la *résistivité électrique* seront plus délicates et engendreront une *incertitude de mesure*.

2. MESURE DE LA TEMPERATURE A L'AIDE D'UN PYROMETRE BICHROMATIQUE

L'utilisation d'un pyromètre bichromatique est intéressante lorsque la valeur de l'émissivité de la source émettrice n'est pas connue. Le principe de mesure consiste à calculer la température réelle de la source à partir de la luminance à deux longueurs d'ondes.

Ainsi, pour une longueur d'onde λ , il est possible de définir la relation suivante entre la luminance du corps noir à la température T_λ dite « Température de luminance » et celle émise par la surface à sa température vraie :

$$L^0(\lambda, T_\lambda) = \varepsilon(d, \lambda, T_v) L^0(\lambda, T_v) \quad (\text{A.2})$$

où : $\varepsilon(d, \lambda, T_v)$ est l'émissivité spectrale directionnelle.

En introduisant la relation de Planck, la luminance s'exprime :

$$L^0(\lambda, T) = \frac{C_1 \lambda^{-5}}{\exp\left(\frac{C_2}{\lambda T}\right) - 1} \quad (\text{A.3})$$

où : $C_1 = 2hc^2$ et $C_2 = hc/k$, avec : h , constante de Planck, c , célérité des ondes électromagnétiques dans le vide et k , constante de Boltzmann.

Ici, il ne s'agit pas d'effectuer un calcul de rayonnement complet, mais juste d'expliquer l'intérêt d'une mesure par pyrométrie bichromatique. Ainsi, on peut simplifier la relation (A.2) à l'aide de la loi de Wien en considérant que le terme unité peut être négligé devant le terme en exponentiel.

Dans ces conditions, l'expression (A.2) s'écrit :

$$L^0(\lambda, T) = C_1 \lambda^{-5} \exp\left(-\frac{C_2}{\lambda T}\right) \quad (\text{A.4})$$

En remplaçant les luminances de la relation (A.2), par son expression (A.3), le calcul suivant peut être mené :

$$C_1 \lambda^{-5} \exp\left(-\frac{C_2}{\lambda T_\lambda}\right) = \varepsilon \left[C_1 \lambda^{-5} \exp\left(-\frac{C_2}{\lambda T_v}\right) \right] \quad (\text{A.5})$$

ce qui permet d'obtenir la relation finale :

$$\frac{1}{T_v} - \frac{1}{T_\lambda} = \frac{\lambda}{C_2} \ln(\varepsilon) \quad (\text{A.6})$$

L'inconvénient de cette expression est qu'il est nécessaire de connaître l'émissivité du matériau, sinon, la température vraie T_V ne peut pas être calculée.

Ainsi, si on calcule l'expression (A.6) pour deux longueurs d'ondes et si on considère que l'émissivité est différente pour ces deux mêmes longueurs d'onde, on obtient le système suivant :

$$\begin{cases} \frac{I}{T_V} - \frac{I}{T_{\lambda_1}} = \frac{\lambda_1}{C_2} \ln(\varepsilon_1) \\ \frac{I}{T_V} - \frac{I}{T_{\lambda_2}} = \frac{\lambda_2}{C_2} \ln(\varepsilon_2) \end{cases} \quad (\text{A.7})$$

En effectuant la différence entre ces deux équations, il est possible d'exprimer la température vraie de la surface émettrice en fonction des autres paramètres :

$$T_V = \frac{\frac{I}{\lambda_1} - \frac{I}{\lambda_2}}{\frac{I}{\lambda_1 T_{\lambda_1}} - \frac{I}{\lambda_2 T_{\lambda_2}} + \frac{I}{C_2} \ln\left(\frac{\varepsilon_1}{\varepsilon_2}\right)} \quad (\text{A.8})$$

Lorsque les matériaux à mesurer peuvent être considérés comme des surfaces grises (cas des fibres de carbone) le terme comprenant le rapport des émissivités s'annule. A l'inverse, lorsque les mesures sont effectuées sur le tungstène, il suffit de fixer le rapport des émissivités selon une constante donnée par le fabricant du pyromètre.

3. ETALONNAGE DE LA TEMPERATURE DE LA FIBRE ET EXTRAPOLATION VERS LES BASSES TEMPERATURES

En régime permanent, le bilan en terme de flux du système thermique s'écrit :

$$\frac{d}{dx} \left(\lambda(T) \frac{dT}{dx} \right) - \varepsilon(T) \frac{\sigma p}{S} (T^4 - T_a^4) + \rho_E(T) \frac{I^2}{S^2} = 0 \quad (\text{A.9})$$

En supposant que la zone de gradient est faible et que la résistivité électrique ainsi que la conductivité thermique sont constantes tout au long de la fibre, l'expression (A.9) devient :

$$\frac{d^2 T}{dx^2} - A(T^4 - T_a^4) + B = 0 \quad (\text{A.10})$$

$$A = \frac{\varepsilon \sigma p}{\lambda S} \quad (\text{A.11})$$

avec :

$$B = \frac{\rho_E I^2}{\lambda S^2} = 0$$

Par conséquent, en exprimant la différence de température liée au rayonnement en fonction de la puissance dissipée par effet Joule, l'expression devient :

$$(T^4 - T_a^4) = \frac{I}{A} \left[B + \frac{d^2 T}{dx^2} \right] \quad (\text{A.12})$$

En première remarque, il apparaît possible d'estimer l'émissivité des fibres. Pour cela, les pertes par conduction aux extrémités sont exprimées de la façon suivante :

$$\Phi_{\text{perdu conduction}} = 2 \lambda S \left[a(T_a^5 - T_m^5) - b(T_a - T_m) \right]^{0.5} \quad (\text{A.13})$$

avec :

$$a = \frac{2}{5} A \quad (\text{A.14})$$

$$b = 2AT_a^4 + 2B$$

Ce qui permet d'obtenir la relation suivante pour l'émissivité :

$$\varepsilon = \frac{\rho_E L I^2 - 2 \lambda S^2 \left[a(T_a^5 - T_m^5) - b(T_a - T_m) \right]^{0.5}}{\sigma p L S (T_a^4 - T_m^4)} \quad (\text{A.15})$$

Une deuxième remarque concerne la dépendance de l'émissivité par rapport à la température. En effet, pour une température donnée, il est possible de supposer l'émissivité constante quelque soit la longueur d'onde (surface grise). En revanche, il n'est pas raisonnable de considérer que l'émissivité est identique pour toutes les températures.

Par conséquent, il est clair que l'allure de la courbe d'étalonnage dépend pour toutes les températures, de la loi représentative de l'évolution de l'émissivité avec cette dernière alors qu'à basse température, l'extrapolation dépend essentiellement de la conductivité thermique. Pour illustrer cela, un exemple de valeurs simulées sur une fibre de tungstène est représenté (figure A.9) :

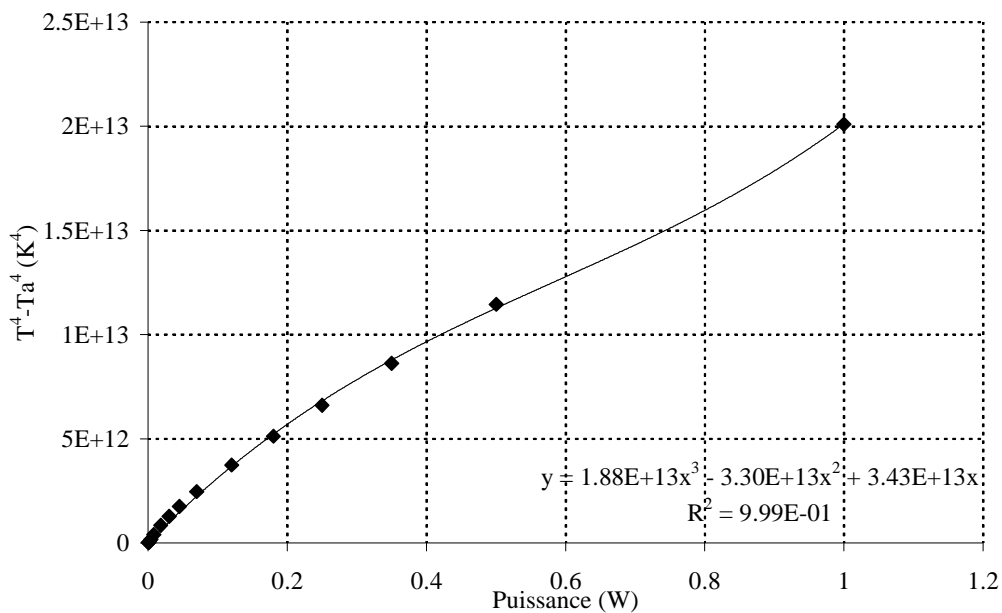


figure A.9 : Tracé de la puissance électrique dissipée en fonction de l'écart de température lié au rayonnement pour une simulation sur un filament de tungstène.

Ce tracé illustre bien ces phénomènes. Cependant, l'interpolation polynomiale réalisée sur les points permet de déduire la température de mesure en fonction de la puissance électrique dissipée dans la fibre. En pratique, la gamme de fonctionnement du pyromètre s'échelonne entre 1300 et 3000 K. Par conséquent, les points relevés ne représentent pas toute la courbe (figure A.10).

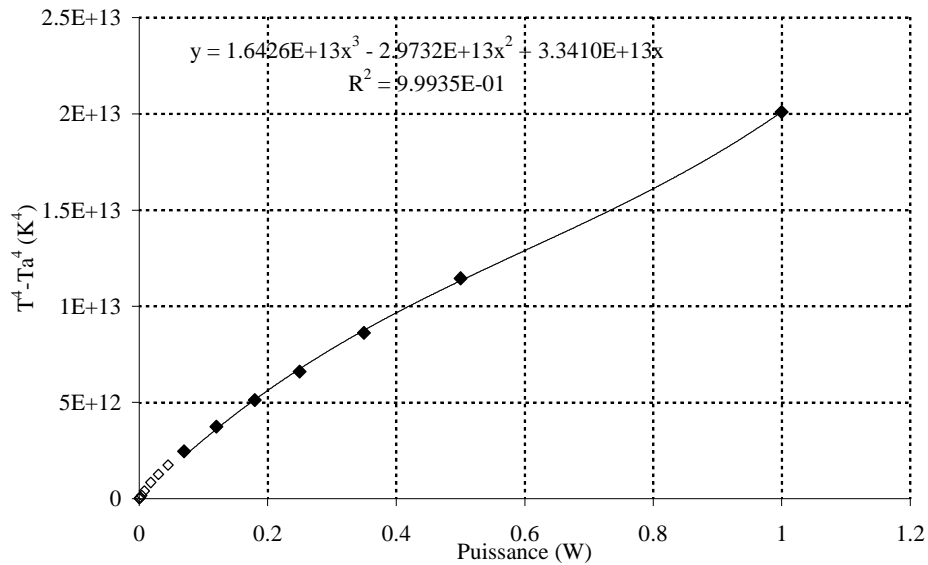


figure A.10 : Superposition de la puissance électrique dissipée en fonction de l'écart de température lié au rayonnement pour une simulation sur un filament de tungstène avec interpolation sur la gamme de mesure du pyromètre.

Dans ces conditions et selon le type de régression utilisée, d'une part les points de mesures ne seront pas correctement représentés et d'autre part, l'extrapolation vers les basses températures sera réalisée avec une erreur plus ou moins importante. Pour illustrer cela, une représentation de l'erreur commise entre la température réelle (simulée) et celle obtenue à l'aide de 4 lois différentes (linéaire, polynôme d'ordre 2, 3 et 4) est représentée (figure A.11) :

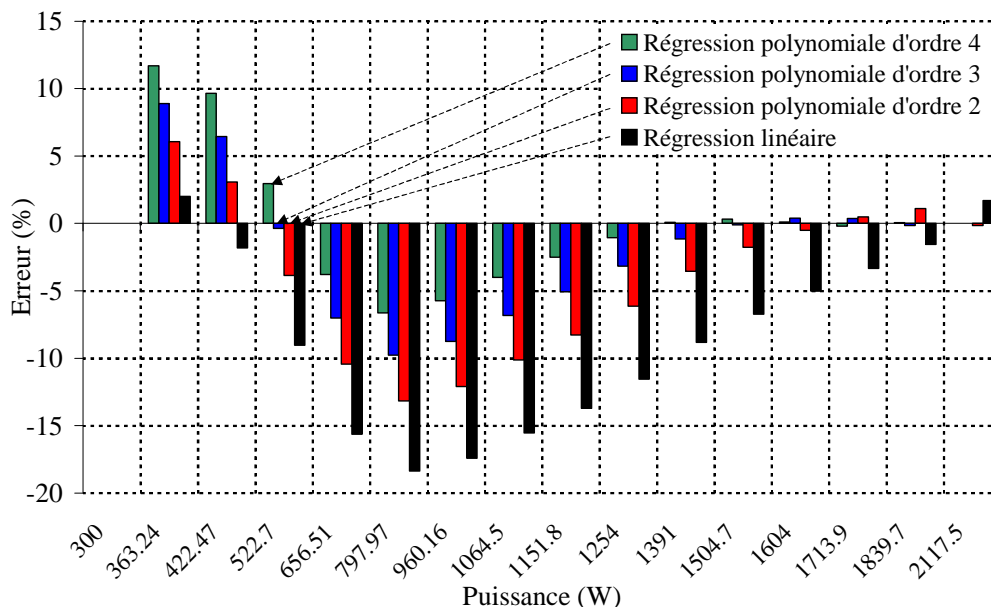


figure A.11 : Erreur entre la température réelle et celle donnée par différentes régressions.

Tout d'abord, il apparaît clairement que sur la gamme de mesure du pyromètre (à partir de 1254 K), un certain écart entre la température réelle et celle issue de l'étalonnage existe selon la loi utilisée. En effet, pour une loi linéaire, l'erreur est quasi permanente alors que pour des lois polynomiales, l'erreur est très faible.

De la même façon entre 522.7 et 1254 K la température est sous estimée et l'erreur peut atteindre 18 % lorsque la loi est linéaire. Encore une fois, l'erreur sera plus faible avec une régression polynomiale.

En dessous de 522.7 K, la température est surestimée lorsque la régression est de type polynomiale, alors que l'erreur reste faible avec une loi linéaire.

Par conséquent, il sera préférable d'utiliser une loi polynomiale qui ne produit pas d'erreurs sur la gamme qui nous intéresse (1300-2500 K) et pour laquelle l'extrapolation jusqu'à 500 K produit l'erreur la plus faible.

Une dernière remarque concerne les fibres étudiées qui sont plutôt assimilables à des corps noirs et pour lesquelles les variations d'émissivité avec la température sont plus faibles (figure A.12). En effet, avec une régression linéaire, il apparaît une légère surestimation à très haute température (0.5 %, pour le dernier point de mesure) et une sous estimation (4.5 % pour le premier).

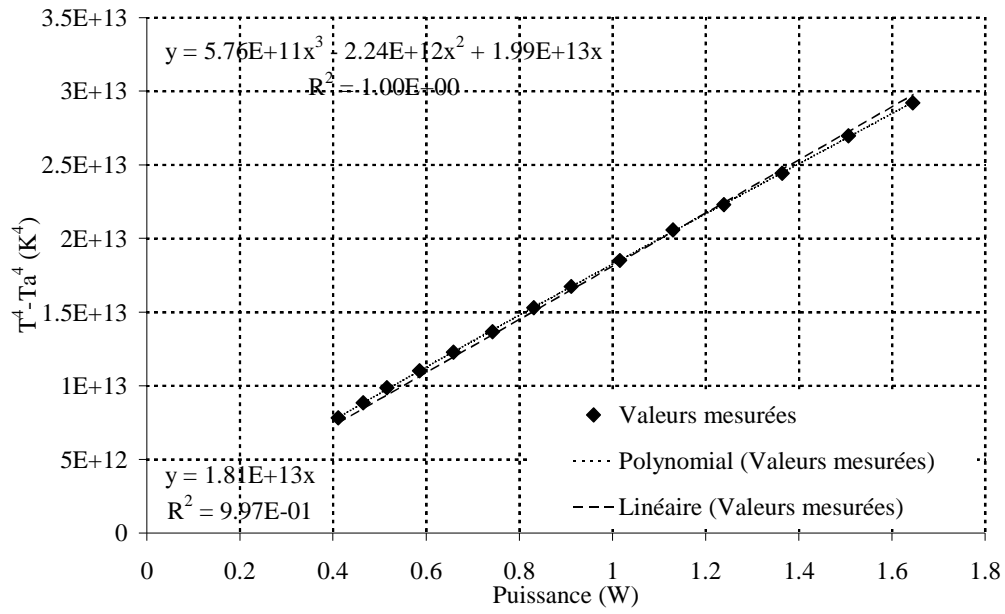


figure A.12 : Tracé de la puissance électrique dissipée en fonction de l'écart de température lié au rayonnement pour une mesure sur une fibre de carbone.

ANNEXE B. Logiciels développés pour les différentes mesures

1. MESURE DU COEFFICIENT DE DILATATION TRANSVERSE

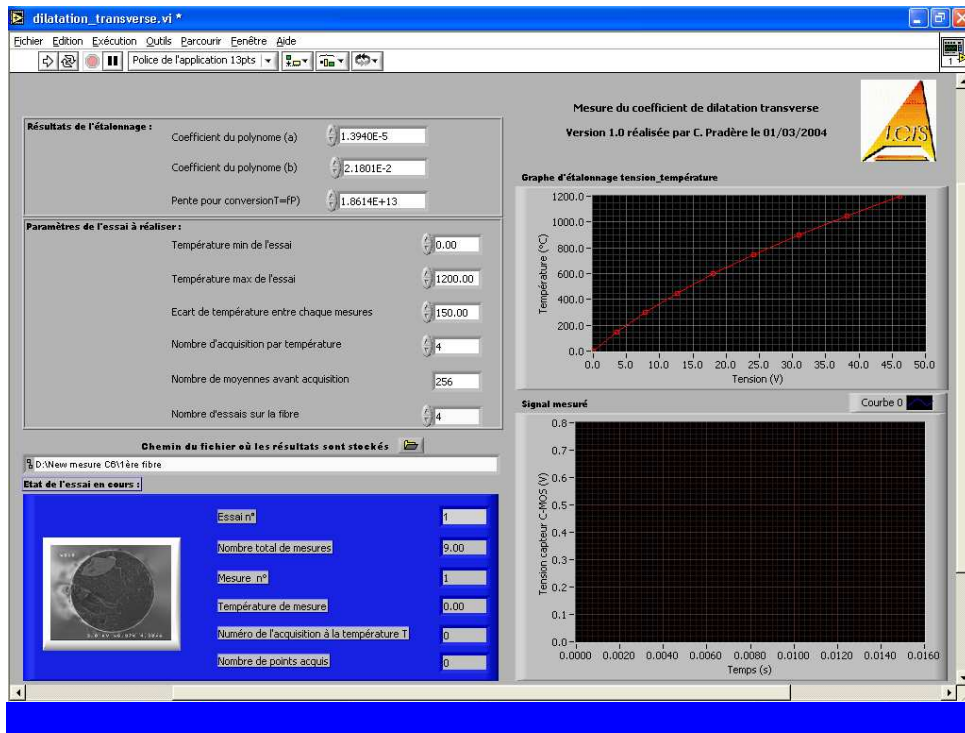


figure B.1 : Face avant du logiciel de mesure du coefficient de dilatation transverse.

2. Etalonnage des fibres

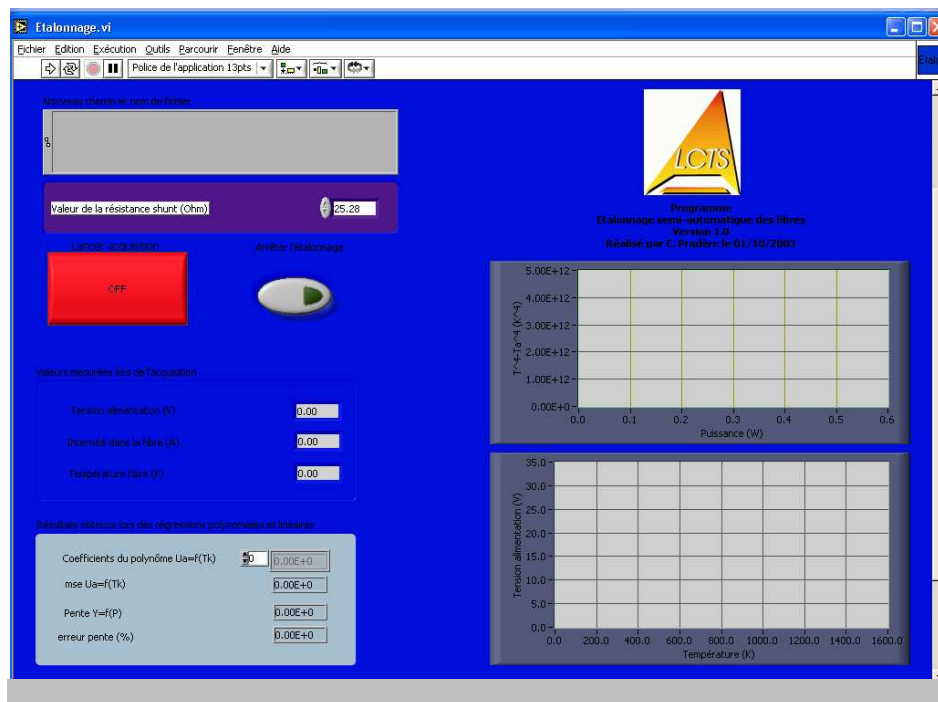


figure B.2 : Face avant du logiciel d'étalonnage.

3. Régulation de la tension mécanique

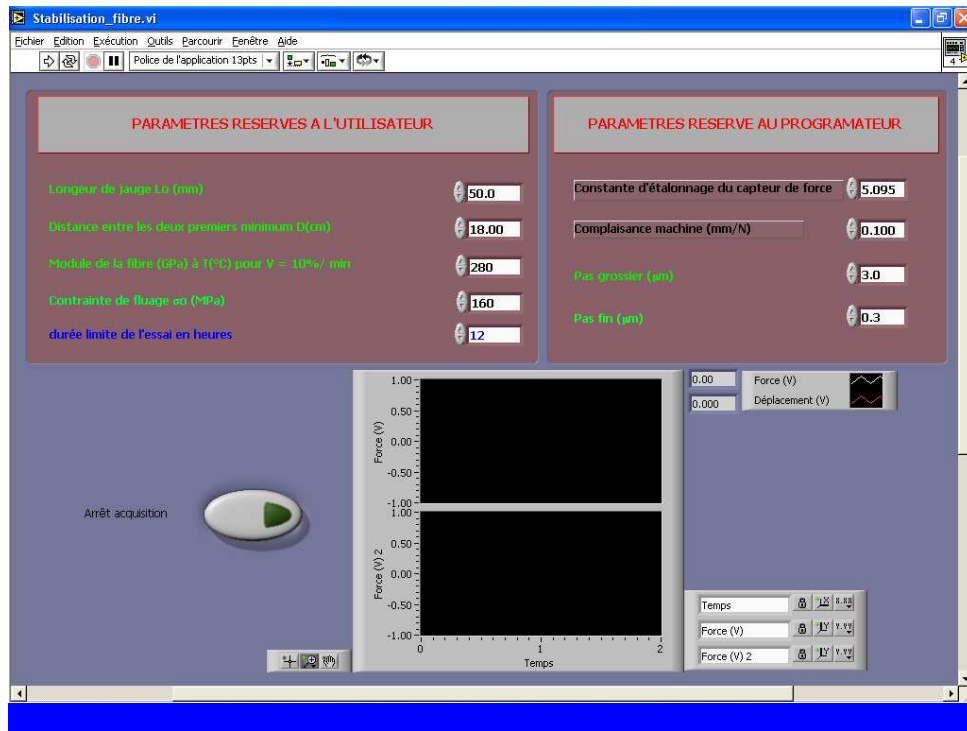


figure B.3 : Face avant du logiciel de stabilisation de la contrainte mécanique.

4. Identification du coefficient de dilatation transverse

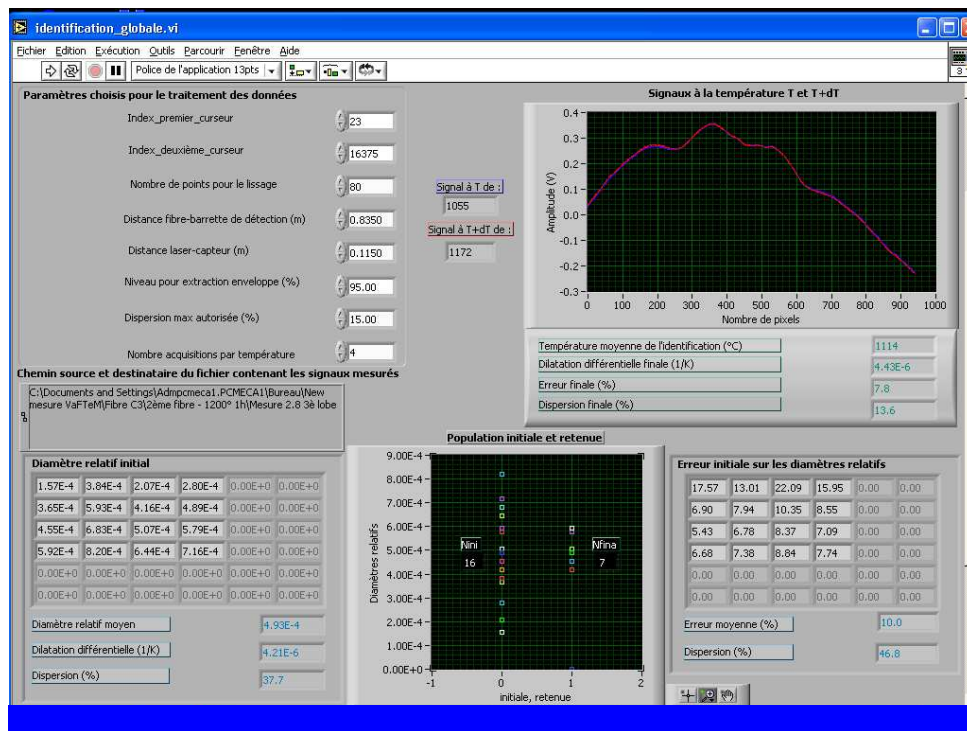


figure B.4 : Face avant du logiciel d'identification du coefficient de dilatation transverse.

5. Identification de la capacité thermique massique à pression constante

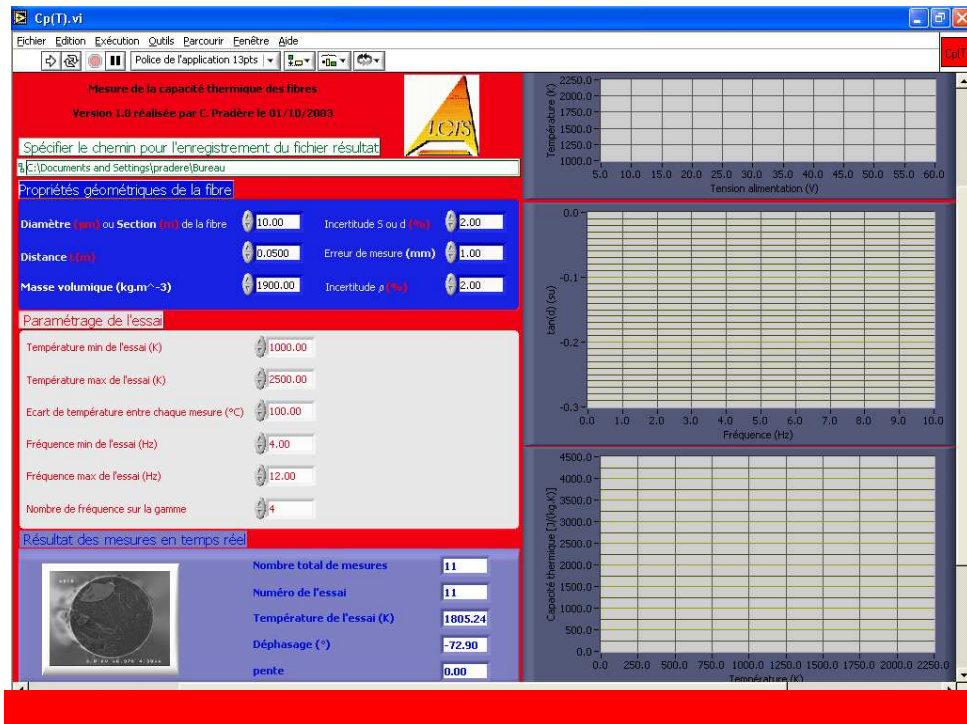


figure B.5 : Face avant du logiciel d'identification et de mesure de la capacité thermique.

6. MESURE ET IDENTIFICATION DE LA RESISTIVITE ELECTRIQUE

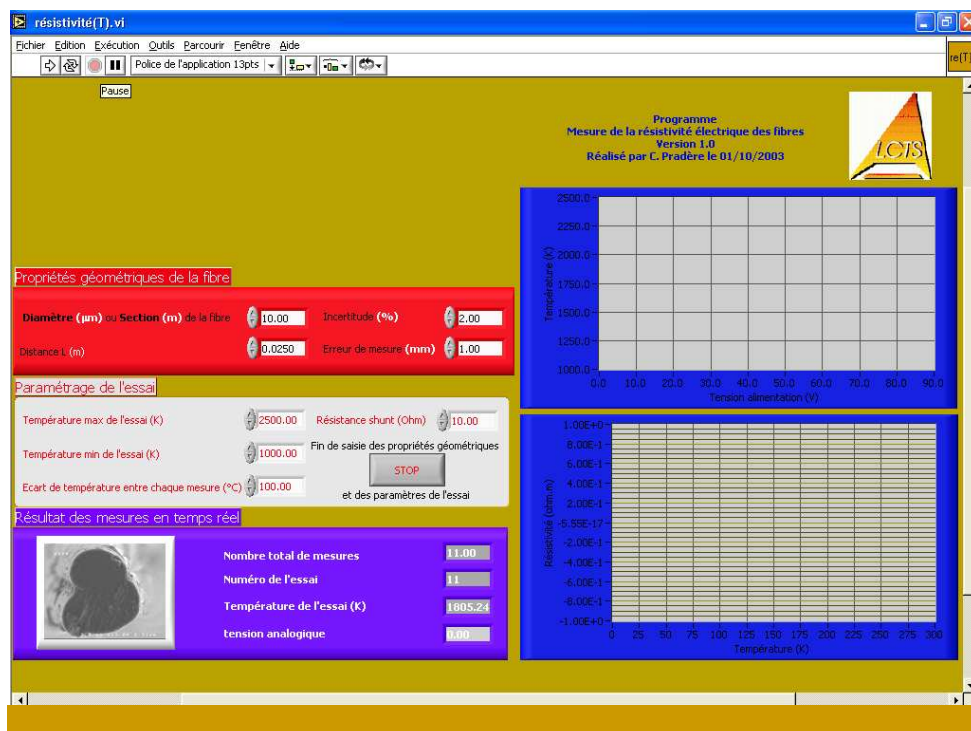


figure B.6 : Face avant du logiciel d'identification et de mesure de la résistivité électrique.

7. MESURE DE LA DIFFUSIVITE THERMIQUE

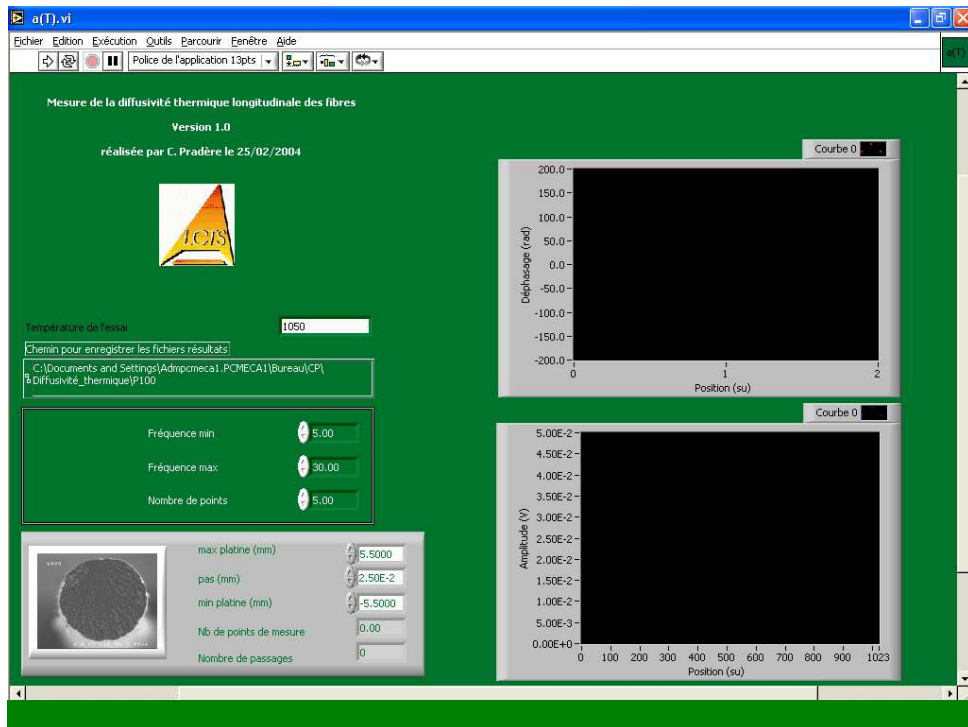


figure B.7 : Face avant du logiciel de mesure de la diffusivité thermique.

ANNEXE C. Capacité thermique

1. VALEUR DES EMISSIVITES POUR LE TUNGSTENE [58]

T(K)	$\lambda=0.25$	$\lambda=0.3$	$\lambda=0.35$	$\lambda=0.4$	$\lambda=0.5$	$\lambda=0.6$
1600	0.448	0.482	0.478	0.481	0.469	0.455
1800	0.442	0.478	0.476	0.477	0.465	0.452
2000	0.436	0.474	0.473	0.474	0.462	0.448
2200	0.429	0.47	0.47	0.471	0.458	0.445
2400	0.422	0.465	0.466	0.468	0.455	0.441
2600	0.418	0.461	0.464	0.464	0.451	0.437
2800	0.411	0.456	0.461	0.461	0.448	0.434
T(K)	$\lambda=0.7$	$\lambda=0.8$	$\lambda=0.9$	$\lambda=1$	$\lambda=1.1$	$\lambda=1.2$
1600	0.444	0.431	0.413	0.39	0.366	0.345
1800	0.44	0.425	0.407	0.385	0.364	0.344
2000	0.436	0.419	0.401	0.381	0.361	0.343
2200	0.431	0.415	0.396	0.378	0.359	0.342
2400	0.427	0.408	0.391	0.372	0.355	0.34
2600	0.423	0.404	0.386	0.369	0.352	0.338
2800	0.419	0.4	0.383	0.367	0.352	0.337
T(K)	$\lambda=1.3$	$\lambda=1.4$	$\lambda=1.5$	$\lambda=1.6$	$\lambda=1.8$	$\lambda=2$
1600	0.322	0.3	0.279	0.263	0.234	0.21
1800	0.323	0.302	0.282	0.267	0.241	0.218
2000	0.323	0.305	0.288	0.273	0.247	0.227
2200	0.324	0.306	0.291	0.278	0.254	0.235
2400	0.324	0.309	0.296	0.283	0.262	0.244
2600	0.325	0.31	0.299	0.288	0.269	0.251
2800	0.325	0.313	0.302	0.292	0.274	0.259
T(K)	$\lambda=2.2$	$\lambda=2.4$	$\lambda=2.6$			
1600	0.19	0.175	0.164			
1800	0.2	0.182	0.174			
2000	0.209	0.197	0.175			
2200	0.218	0.205	0.194			
2400	0.228	0.215	0.205			
2600	0.236	0.224	0.214			
2800	0.245	0.233	0.224			

2. VALEUR DES EMISSIVITES POUR LA FIBRE DE CARBONE

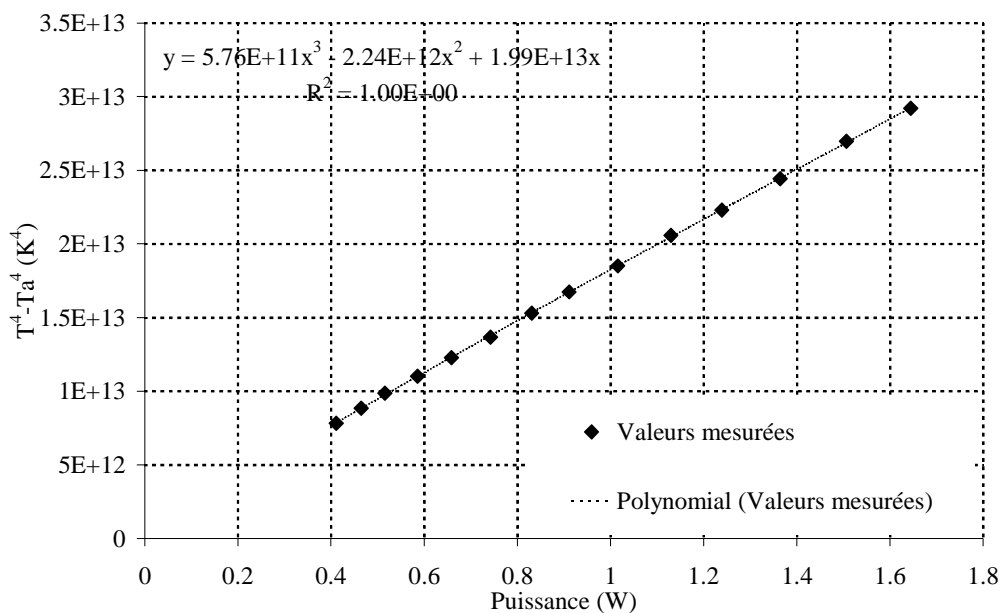


figure C.1 : Puissance électrique en fonction de la température liée au rayonnement.

A partir du résultat de l'étalonnage entre la puissance électrique dissipée par effet Joule et la température mesurée dans la zone isotherme à l'aide du pyromètre (figure C.1), l'émissivité peut être calculée à l'aide de la formule (A.12). Les résultats obtenus sont présentés (figure C.2) :

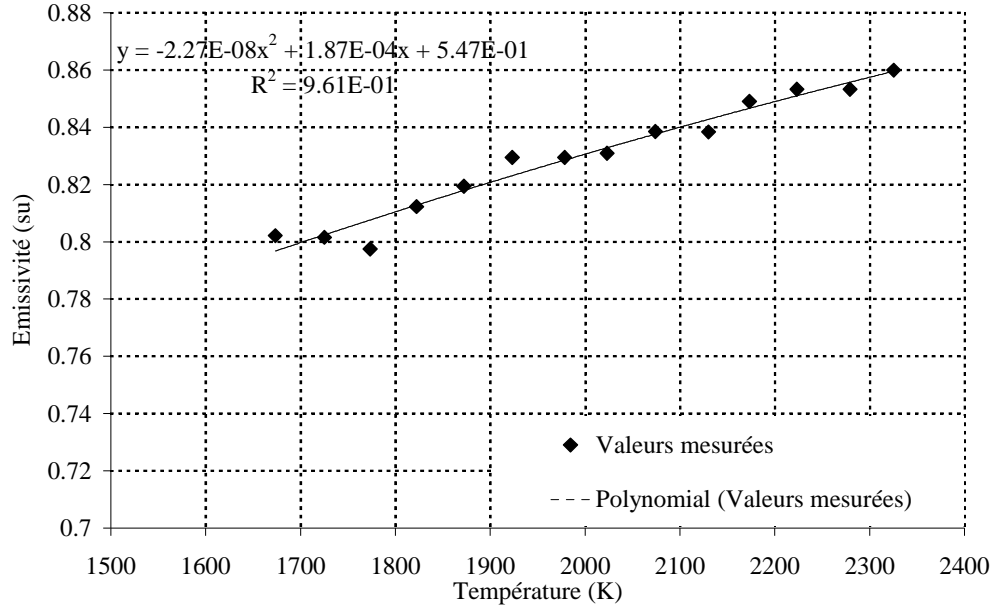


figure C.2 : Emissivité mesurée sur une fibre de carbone.

3. LINEARISATION DU FLUX RAYONNE

A partir de l'expression générique des pertes par rayonnement :

$$P_R(T, t) = \sigma S_p \left((\varepsilon_m + \Delta\varepsilon_m \Delta T \sin(\omega t + d)) \left((T_m + \Delta T \sin(\omega t + d))^4 - T_a^4 \right) \right) \quad (C.1)$$

le terme lié aux températures peut être développé :

$$P_R(T, t) = \sigma S_p (\varepsilon_m + \Delta\varepsilon_m \Delta T \sin(\omega t + d)) \left[(T_m^4 - T_a^4) + (4T_m^3 + 6T_m^2 \Delta T \sin(\omega t + d) + 4T_m \Delta T^2 \sin^2(\omega t + d) + \Delta T^3 \sin^3(\omega t + d)) \Delta T \sin(\omega t + d) \right] \quad (C.2)$$

En supposant que le terme entre crochets peut s'écrire de la façon suivante :

$$P_R(T, t) = h_R(T, t) \Delta T \sin(\omega t + d) \quad (C.3)$$

Sachant que $h_R(T,t)$ varie périodiquement, que ses oscillations sont faibles : on suppose que ce terme est constant et égal à sa valeur moyenne sur une période. Ce qui se traduit analytiquement par la relation :

$$h_R \approx \frac{1}{T} \int_0^T (4T_m^3 + 6T_m^2 \Delta T \sin(\omega t + d) + 4T_m \Delta T^2 \sin^2(\omega t + d) + \Delta T^3 \sin^3(\omega t + d)) dt \quad (C.4)$$

Or, l'intégrale sur une période de la fonction sinus et sinus à la puissance trois est nulle, par conséquent, il ne reste que les termes constants et ceux liés au sinus carré, ce qui donne :

$$h_R \approx 4T_m^3 + 2T_m \Delta T^2 = 4T_m^3 \left[1 + \frac{2 \Delta T^2}{T_m^2} \right] \quad (C.5)$$

Compte tenu des gammes de températures étudiées de 1000 à 2800 K, et des faibles variations en amplitude de la température (≈ 50 K), le rapport au carré entre l'amplitude et la valeur moyenne de la température est toujours petit devant 1, d'où la nouvelle formulation de la puissance rayonnée :

$$P_R(T,t) = \sigma S_p (\varepsilon_m + \Delta \varepsilon_m \Delta T \sin(\omega t + d)) (T_m^4 - T_a^4) + 4T_m^3 \Delta T \sin(\omega t + d) \quad (C.6)$$

Une fois développé, ce terme s'écrit :

$$P_R(T,t) = \sigma S_p \varepsilon_m (T_m^4 - T_a^4) + \sigma S_p (4 \varepsilon_m T_m^3 + \Delta \varepsilon_m (T_m^4 - T_a^4)) \Delta T \sin(\omega t + d) + 4 \sigma S_p \Delta \varepsilon_m T_m^3 \Delta T^2 \sin^2(\omega t + d) \quad (C.7)$$

Pour les mêmes raisons que précédemment le terme d'ordre 2 peut être négligé, ce qui permet d'obtenir l'expression finale des pertes par rayonnement :

$$P_R(T,t) = \sigma S_p (\varepsilon_m (T_m^4 - T_a^4) + (4 \varepsilon_m T_m^3 + \Delta \varepsilon_m (T_m^4 - T_a^4)) \Delta T \sin(\omega t + d)) \quad (C.8)$$

4. LINEARISATION PUISSANCE DISSIPÉE PAR EFFET JOULE LORSQUE LA MODULATION EST SUR I

Un calcul similaire peut être effectué sur les pertes par effet Joule, soit :

$$P_J(T,t) = \frac{L}{S} [(\rho_{Em} + \Delta \rho_{Em} \Delta T \sin(\omega t + d)) (I_m^2 + 2I_m \Delta I \sin(\omega t) + \Delta I^2 \sin^2(\omega t))] \quad (C.9)$$

Ce qui conduit, après développement à l'expression suivante :

$$P_J(T, t) = \frac{L}{S} \rho_{Em} I_m^2 + \frac{L}{S} [2 \rho_{Em} I_m + \rho_{Em} \Delta I \sin(\omega t)] \Delta I \sin(\omega t) + \frac{L}{S} [\Delta \rho_{Em} I_m^2 + 2 I_m \Delta \rho_{Em} \Delta I \sin(\omega t) + \Delta \rho_{Em} \Delta I^2 \sin^2(\omega t)] \Delta T \sin(\omega t + d) \quad (C.10)$$

En supposant que l'on ne s'intéresse qu'à la première harmonique du signal d'excitation et que les termes entre crochets sont variables, mais que leurs variations sont petites et qu'elles sont égales à leur valeur moyenne sur une période, on a :

$$A = \frac{I}{T} \int_0^T \rho_{Em} I_m^2 dt = \rho_{Em} I_m^2 \quad (C.11)$$

$$B = \frac{I}{T} \int_0^T [2 \rho_{Em} I_m + \rho_{Em} \Delta I \sin(\omega t)] dt = 2 \rho_{Em} I_m \quad (C.12)$$

$$C = \frac{I}{T} \int_0^T (\Delta \rho_{Em} I_m^2 + 2 I_m \Delta \rho_{Em} \Delta I \sin(\omega t) + \Delta \rho_{Em} \Delta I^2 \sin^2(\omega t)) dt = \Delta \rho_{Em} I_m^2 \quad (C.13)$$

Dans ces conditions, l'expression finale de la puissance dissipée par effet Joule est :

$$P_J(T, t) = \frac{L}{S} [\rho_{Em} I_m^2 + 2 \rho_{Em} I_m \Delta I \sin(\omega t) + \Delta \rho_{Em} I_m^2 \Delta T \sin(\omega t + d)] \quad (C.14)$$

5. MESURE DE LA SECTION DES FIBRES

Les paragraphes suivants visent à expliquer le protocole de mesure établi [20]. Le logiciel adopté est décrit ainsi que le principe de la méthode.

⇒ Support informatique du protocole

Le logiciel utilisé pour l'établissement de ce protocole est un programme de traitement informatique d'images, *ImageJ* version 1.29. Il est disponible gratuitement et sans inscription à l'adresse Internet suivante : <http://rsb.info.nih.gov/ij/download.html>. La méthode mise au point utilise une commande spécialement programmée pour l'application permettant d'automatiser au maximum la procédure.

⇒ Description du protocole

A partir du cliché MEB d'une fibre pris perpendiculairement à sa direction longitudinale, le principe de la méthode consiste à séparer la section du reste de la photo, par seuillage binaire de l'image initialement codée en 8 bits à 256 niveaux de gris. Une fois cette

opération réalisée, il suffit d'effectuer un comptage automatique des N pixels représentant la section, puis de multiplier ce résultat par la surface S_p d'un pixel en micromètre carré (surface déterminée à partir de l'échelle de la photo). On obtient ainsi l'aire $A = N \cdot S_p$ de la section de la fibre, puis son diamètre équivalent $d = \sqrt{\frac{4A}{\pi}}$. La figure C.3 schématise les deux étapes principales de la procédure.

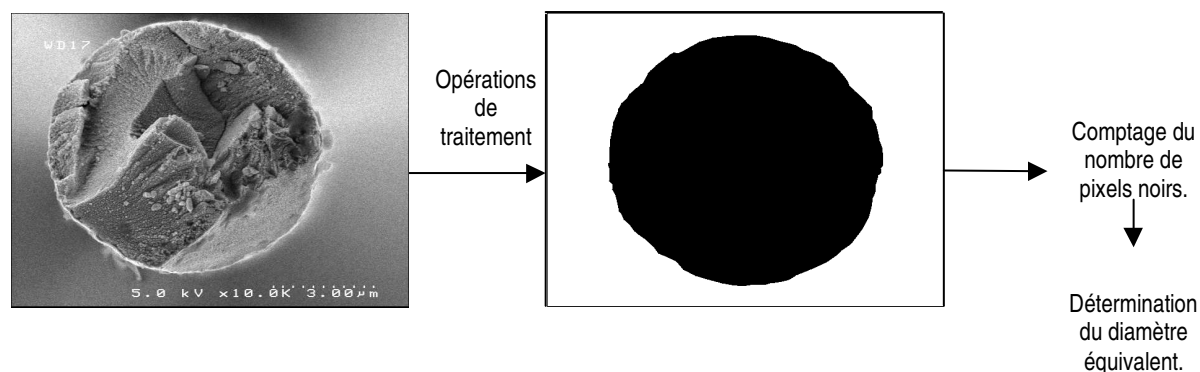


figure C.3 : Etapes de la procédure.

Les opérations de traitement de l'image, le comptage du nombre de pixels noirs ainsi que le calcul du diamètre équivalent sont réalisés de manière semi-automatique. A l'issue de l'exécution de la procédure, un encadrement relativement proche du diamètre équivalent est obtenu, $d_{\min} < d < d_{\max}$.

⇒ Evaluation de la méthode

L'encadrement provenant de la dilatation et de l'érosion de la première découpe est intéressant d'une part pour sa faible « longueur » ; en moyenne, les écarts entre d_{\max}/d_{\min} et d représentent respectivement 0.5 – 0.7 % de la valeur de d (voir tableau 2-1). D'autre part, cet encadrement permet de s'affranchir d'éventuelles erreurs commises lors du découpage de la section, car cette opération peut s'avérer délicate (défauts de contraste liés aux effets de bord). Cependant, il reste suffisamment large pour que d'autres mesures de diamètre équivalent d , réalisées à partir de la même photo, restent incluses dans cet encadrement. En effet, comme le montrent les valeurs d'écart type et de dispersion (tableau C.1), la reproductibilité de la méthode est satisfaisante.

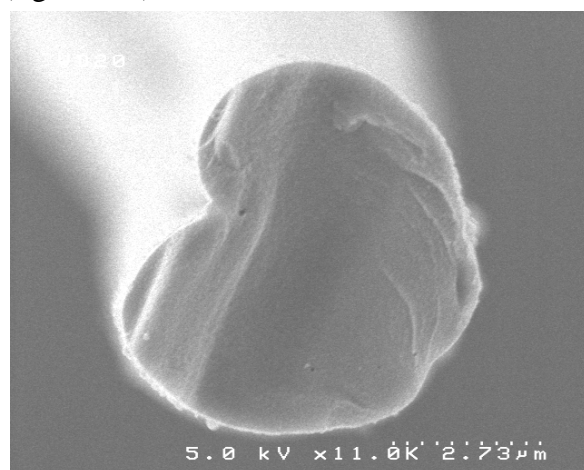
	XN05 1	XN05 2	XN05 3	XN05 4
1^{ère} mesure $d_{\min} < d < d_{\max}$ (μm)	9.97<10.02<10.08 -0.50% +0.60%	12.64<12.72<12.79 -0.63% +0.55%	12.86<12.93<13 -0.54% +0.54%	12.4<12.48<12.56 -0.64% +0.64%
Autres Mesures de d sur les mêmes photos	10.02	12.72	12.93	12.48
	10.01	12.71	12.93	12.49
	9.98	12.72	12.91	12.48
	10	12.71	12.93	12.48
	10.04	12.72	12.92	12.49
Ecart type (μm)	0.02	0.01	0.01	0.01
Dispersion (%)	0.22	0.04	0.07	0.04

tableau C.1 : Reproductibilité des mesures

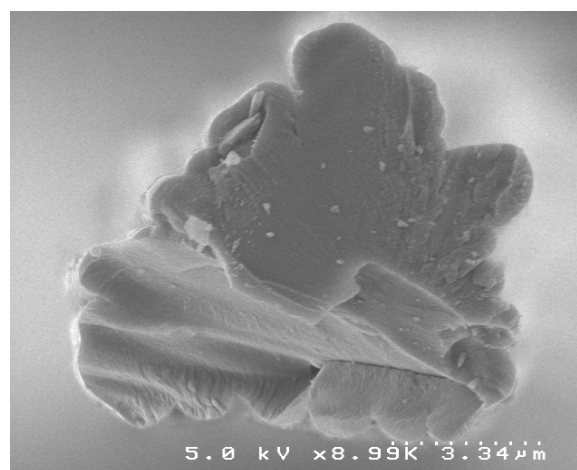
Sur cinq mesures effectuées sur une même photo, la dispersion reste largement inférieure à 0.5 %, ce qui assure une très bonne répétitivité de la méthode.

⇒ Avantages et inconvénients d'une telle méthode

Outre le fait que cette méthode offre une précision relativement bonne, le principal avantage réside dans la complète indépendance des calculs du diamètre équivalent avec la forme de la section de la fibre ; ce point est intéressant lorsqu'on désire déterminer l'aire d'une section de fibre non circulaire comme par exemple les fibres de carbone TC2 ou C4 (figure C.4).



Fibre de carbone TC2



Fibre de carbone C4

figure C.4 : Exemple de fibres à section non circulaire.

Cependant, même si la majeure partie de la méthode est automatisée, la première étape concernant la découpe reste délicate quant à la détection du contour exact de la section. On admet alors que l'encadrement obtenu permet de pallier les erreurs de découpe.

Enfin, concernant la prise de la photo en microscopie à balayage, il est relativement difficile d'obtenir une photographie de la section réelle ; il n'existe pas de moyen permettant de s'assurer que la photo est prise à 90 ° par rapport à la direction longitudinale, mis à part le jugement personnel de l'expérimentateur. Cette incertitude peut engendrer une erreur de mesure. Pour remédier à cette erreur, il faut prendre des photos de telle manière que l'effet de bord (contour brillant d'un cylindre porté sous le MEB) soit le plus homogène possible tout autour de la section.

ANNEXE D. Diffusivité thermique

1. RESOLUTION DU SYSTEME DANS LE CAS PONCTUEL AVEC FLUX IMPOSE

Soit le système à résoudre pour lequel on considère que l'on est en régime périodique établi :

$$\left\{ \begin{array}{l} \lambda_L \frac{\partial^2 T(x,t)}{\partial x^2} - \frac{h p (T(x,t) - T_a)}{S} = \rho c_p \frac{\partial T(x,t)}{\partial t} \\ \text{en } x = 0 : -\lambda_L \frac{\partial T(x,t)}{\partial x} \Big|_0 = \varphi_0 + \Delta\varphi_0 \sin(\omega t) \\ \text{quand } x \rightarrow \infty, T(x,t) \text{ est finie} \\ T(x,0) = T_{perm}(x) \end{array} \right. \quad (D.1)$$

La température peut se décomposer en deux parties, l'une liée à la composante moyenne et l'autre à la composante oscillante :

$$T(x,t) = T_m(x) + \tilde{T}(x,t) \quad (D.2)$$

Dans ces conditions, le système lié à la composante moyenne s'écrit :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{d^2 T_m(x)}{dx^2} - \frac{h p (T_m(x) - T_a)}{\lambda_L S} = 0 \\ \text{en } x = 0 : -\lambda_L \frac{dT_m(x)}{dx} \Big|_0 = \varphi_0 \\ \text{quand } x \rightarrow \infty, T_m(x) \text{ est finie} \end{array} \right. \quad (D.3)$$

et celui lié à la composante oscillante s'exprime :

$$\left\{ \begin{array}{l} \lambda_L \frac{\partial^2 \tilde{T}(x,t)}{\partial x^2} - \frac{h p \tilde{T}(x,t)}{S} = \rho c_p \frac{\partial \tilde{T}(x,t)}{\partial t} \\ \text{en } x = 0 : -\lambda_L \frac{\partial \tilde{T}(x,t)}{\partial x} \Big|_0 = \Delta\varphi_0 \sin(\omega t) \\ \text{quand } x \rightarrow \infty, \tilde{T}(x,t) \text{ est finie} \\ \text{Régime périodique établi} \end{array} \right. \quad (D.4)$$

Dans un premier temps, le système (D.2) propre à la composante moyenne peut être résolu. Pour cela, le changement de variable suivant est effectué, $\theta(x) = T_m(x) - T_a$. Ce qui permet d'exprimer le nouveau système de la façon suivante :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{d^2 \theta(x)}{dx^2} - \frac{h p \theta(x)}{\lambda_L S} = 0 \\ \text{en } x = 0 : -\lambda_L \frac{d\theta(x)}{dx} \Big|_0 = \varphi_0 \\ \text{quand } x \rightarrow \infty, \theta(x) \text{ est finie} \end{array} \right. \quad (\text{D.5})$$

En posant : $H = \frac{h p}{\lambda_L S}$, et en prenant en compte les conditions aux limites, la solution du système est :

$$T_m(x) = T_{perm}(x) + \frac{\varphi_0}{\lambda_L S H} e^{-Hx} \quad (\text{D.6})$$

Dès lors, la résolution du système (D.4) lié à la composante oscillante peut être réalisée en supposant que cette dernière peut s'exprimer de la façon suivante : $\tilde{T}(x,t) = \bar{T}(x)e^{i\omega t}$, le système devient :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{d^2 \bar{T}(x)}{dx^2} - \left(\frac{h p}{\lambda_L S} + \frac{i \omega}{a} \right) \bar{T}(x) = 0 \\ \text{en } x = 0 : -\lambda_L \frac{d\bar{T}(x)}{dx} \Big|_0 = \Delta \varphi_0 \\ \text{quand } x \rightarrow \infty, \bar{T}(x) \text{ est finie} \\ \text{Régime périodique établi} \end{array} \right. \quad (\text{D.7})$$

En posant : $H = \frac{h p}{\lambda_L S}$, $\alpha^2 = \left(H + i \frac{\omega}{a} \right)$ et en prenant en compte les conditions aux limites, la solution du système est :

$$\bar{T}(x) = \frac{\Delta \varphi_0}{\alpha \lambda_L} e^{-\alpha x} \quad (\text{D.8})$$

avec : $\alpha^2 = H + i \frac{\omega}{a} = (\alpha_R + i \alpha_i)^2 = \alpha_R^2 - \alpha_i^2 + 2 \alpha_R \alpha_i i$ (D.9)

$$\Rightarrow \left\{ \begin{array}{l} \alpha_R^2 - \alpha_i^2 = H \\ 2 \alpha_R \alpha_i = \frac{\omega}{a} \end{array} \right. \quad (\text{D.10})$$

La résolution du système d'équations (D.10) conduit aux expressions suivantes :

$$\begin{cases} \alpha_R(a, Q, f) = \frac{1}{\sqrt{a}} \sqrt{Q + \sqrt{Q^2 + (\pi f)^2}} \\ \alpha_i(a, Q, f) = \frac{1}{\sqrt{a}} \sqrt{-Q + \sqrt{Q^2 + (\pi f)^2}} \\ Q = \frac{h p}{2 \rho c_p S} \end{cases} \quad (\text{D.11})$$

Finalement, l'expression complète de la température oscillante est :

$$\tilde{T}(x, t) = \bar{T}(x) e^{i\omega t} \quad (\text{D.12})$$

avec :

$$\bar{T}(x) = \frac{\Delta\varphi_0}{\lambda_L} e^{-\alpha_R x} \frac{X - iY}{(\alpha_R^2 + \alpha_i^2)} \quad (\text{D.13})$$

et :

$$\begin{aligned} X &= \alpha_R \cos(\alpha_i x) + \alpha_i \sin(\alpha_i x) \\ Y &= \alpha_R \sin(\alpha_i x) - \alpha_i \cos(\alpha_i x) \end{aligned} \quad (\text{D.14})$$

Ainsi, l'amplitude de la température complexe peut être calculée :

$$A(a, Q, f, x) = \|\bar{T}(x)\| = \frac{\Delta\varphi_0}{\lambda_L (\alpha_R^2 + \alpha_i^2)} e^{-\alpha_R x} \sqrt{X^2 + Y^2} \quad (\text{D.15})$$

avec :

$$\begin{aligned} X^2 &= \alpha_R^2 \cos^2(\alpha_i x) - 2\alpha_i \alpha_R \sin(\alpha_i x) \cos(\alpha_i x) + \alpha_i^2 \sin^2(\alpha_i x) \\ Y^2 &= \alpha_i^2 \cos^2(\alpha_i x) + 2\alpha_i \alpha_R \sin(\alpha_i x) \cos(\alpha_i x) + \alpha_R^2 \sin^2(\alpha_i x) \end{aligned} \quad (\text{D.16})$$

et :

$$\sqrt{X^2 + Y^2} = \sqrt{\alpha_R^2 + \alpha_i^2} \quad (\text{D.17})$$

ce qui permet d'obtenir :

$$A(a, Q, f, x) = K_v(a, Q, f) e^{-\alpha_R(a, Q, f)x} \quad (\text{D.18})$$

avec :

$$K_v(a, Q, f) = \frac{\Delta\varphi_0}{\lambda_L \sqrt{\alpha_R^2 + \alpha_i^2}} \quad (\text{D.19})$$

De la même façon, le déphasage de la température complexe peut être calculé :

$$\text{tg}(d) = -\frac{Y}{X} = -\frac{\alpha_R \sin(\alpha_i x) + \alpha_i \cos(\alpha_i x)}{\alpha_R \cos(\alpha_i x) - \alpha_i \sin(\alpha_i x)} \quad (\text{D.20})$$

en posant $\beta = \frac{\alpha_i(a, Q, f)}{\alpha_R(a, Q, f)}$ et en mettant le cosinus en facteur, l'expression suivante est

obtenue :

$$\operatorname{tg}(d) = -\frac{\tan(\alpha_i x) + \beta}{1 - \beta \tan(\alpha_i x)} \quad (\text{D.21})$$

ce qui permet d'obtenir :

$$d(a, Q, f, x) = -\alpha_i(a, Q, f)x - K_u(a, Q, f) \quad (\text{D.22})$$

avec :

$$K_u(a, Q, f) = \arctan(\beta) = \arctan\left(\frac{\alpha_i(a, Q, f)}{\alpha_R(a, Q, f)}\right) \quad (\text{D.23})$$

2. RESOLUTION DU SYSTEME DANS LE CAS INTEGRE AVEC FLUX IMPOSE

Lorsque la mesure de la température est réalisée à l'aide d'un système optique, comme un détecteur infrarouge, la température ne peut plus être considérée comme ponctuelle. Dans ces conditions, la température complexe (D.8) va s'exprimer :

$$I_{\bar{T}} = \int_x^{x+L_d} \bar{T}(u) du = \frac{\Delta\varphi_0}{\lambda} \int_x^{x+L_d} \frac{e^{-\alpha u}}{\alpha} du = -\frac{\Delta\varphi_0}{\lambda_L} (e^{-\alpha L_d} - 1) \frac{e^{-\alpha x}}{\alpha^2} \quad (\text{D.24})$$

En remplaçant α selon l'expression (D.9), la température intégrée peut s'exprimer sous forme complexe :

$$I_{\bar{T}} = -\frac{\Delta\varphi_0 e^{-\alpha_R x}}{\lambda_L} \frac{(\alpha_R^2 - \alpha_i^2) + 2\alpha_R^2 \alpha_i i}{((\alpha_R^2 - \alpha_i^2)^2 + 4\alpha_R^2 \alpha_i^2)} [R' + iS'] \quad (\text{D.25})$$

avec :

$$\begin{cases} R' = e^{-\alpha_R L_d} [\cos(\alpha_i x)(\cos(\alpha_i L_d) - e^{\alpha_R L_d}) - \sin(\alpha_i x)\sin(\alpha_i L_d)] \\ S' = e^{-\alpha_R L_d} [\sin(\alpha_i x)(\cos(\alpha_i L_d) - e^{\alpha_R L_d}) - \cos(\alpha_i x)\sin(\alpha_i L_d)] \end{cases} \quad (\text{D.26})$$

ce qui permet d'obtenir :

$$I_{\bar{T}} = -\frac{\Delta\varphi_0 e^{-\alpha_R x}}{\lambda_L ((\alpha_R^2 - \alpha_i^2)^2 + 4\alpha_R^2 \alpha_i^2)} [R + iS] \quad (\text{D.27})$$

avec :

$$\begin{cases} R = (\alpha_R^2 - \alpha_i^2)R' - 2\alpha_R \alpha_i S' \\ S = (\alpha_R^2 - \alpha_i^2)S' + 2\alpha_R \alpha_i R' \end{cases} \quad (\text{D.28})$$

Ainsi, à partir de l'expression (D.27), l'amplitude et le déphasage de la température intégrée peuvent être calculés.

Dans un premier temps, le calcul sur l'amplitude sera mené :

$$A(a, Q, L_d, f, x) = \|I_{\bar{T}}\| = -\frac{\Delta\varphi_0 e^{-\alpha_R x}}{\lambda_L ((\alpha_R^2 - \alpha_i^2)^2 + 4\alpha_R^2 \alpha_i^2)} \sqrt{R^2 + S^2} \quad (\text{D.29})$$

$$\text{où :} \quad R^2 + S^2 = \left((\alpha_R^2 - \alpha_i^2)^2 + 4 \alpha_R^2 \alpha_i^2 \right) [R'^2 + S'^2] \quad (\text{D.30})$$

Sachant que l'expression (D.26) peut se décomposer de la façon suivante :

$$\begin{cases} R' = [ab - cd] e^{-\alpha_r L_d} \\ S' = [bc + ad] e^{-\alpha_r L_d} \end{cases} \quad (\text{D.31})$$

$$\text{avec :} \quad \begin{cases} a = \cos(\alpha_i x) \\ b = \cos(\alpha_i L_d) - 1 \\ c = \sin(\alpha_i x) \\ d = \sin(\alpha_i L_d) \end{cases} \quad (\text{D.32})$$

Pour réaliser le calcul du terme entre crochets de l'expression (D.30), il faut d'abord élever au carré les termes de l'expression (D.31), qui devient :

$$\begin{cases} R'^2 = [a^2 b^2 - 2abcd + c^2 d^2] e^{-2\alpha_r L_d} \\ S'^2 = [b^2 c^2 - 2abcd + a^2 d^2] e^{-2\alpha_r L_d} \end{cases} \quad (\text{D.33})$$

La somme de ces deux termes donne :

$$R'^2 + S'^2 = [(a^2 + c^2)(b^2 + d^2)] e^{-2\alpha_r L_d} \quad (\text{D.34})$$

$$\text{avec :} \quad \begin{cases} X = (a^2 + c^2) = \cos^2(\alpha_i x) + \sin^2(\alpha_i x) = 1 \\ Y = (b^2 + d^2) = 1 - 2 \cos(\alpha_i L_d) e^{\alpha_r L_d} + e^{2\alpha_r L_d} \end{cases} \quad (\text{D.35})$$

$$\text{ce qui permet d'obtenir :} \quad R'^2 + S'^2 = e^{-2\alpha_r L_d} - 2 \cos(\alpha_i L_d) e^{-\alpha_r L_d} + 1 \quad (\text{D.36})$$

Au final, en injectant ce résultat dans l'expression (D.30) puis en remplaçant cette dernière dans l'expression (D.29) l'amplitude est obtenue :

$$A(a, Q, L_d, f, x) = -\frac{\Delta \varphi_0}{\lambda_L} \sqrt{\frac{e^{-2\alpha_r L_d} - 2 \cos(\alpha_i L_d) e^{-\alpha_r L_d} + 1}{\left((\alpha_R^2 - \alpha_i^2)^2 + 4 \alpha_R^2 \alpha_i^2 \right)}} e^{-\alpha_r x} \quad (\text{D.37})$$

Il est intéressant de noter que le fait d'intégrer la température mesurée ne perturbe pas la pente de l'amplitude, seule l'ordonnée à l'origine est affectée.

De la même façon, le calcul sur le déphasage peut être mené :

$$\text{tg}(d(a, Q, L_d, f, x)) = -\left(\frac{S}{R} \right) = D \quad (\text{D.38})$$

En tenant compte des expressions (D.29) et (D.32), le déphasage s'exprime :

$$D = -\frac{(\alpha_R^2 - \alpha_i^2)[bc + ad] + 2 \alpha_R \alpha_i [ab - cd]}{(\alpha_R^2 - \alpha_i^2)[ab - cd] - 2 \alpha_R \alpha_i [bc + ad]} \quad (\text{D.39})$$

A partir de cette expression et en mettant le terme $a d \alpha_r^2$ en facteur, la formule s'écrit :

$$D = - \frac{(1 - \beta^2)[1 + K \tan(\alpha_i x)] + 2\beta[K - \tan(\alpha_i x)]}{(1 - \beta^2)[K - \tan(\alpha_i x)] - 2\beta[1 + K \tan(\alpha_i x)]} \quad (\text{D.40})$$

avec :

$$\begin{cases} K = \frac{b}{d} = \frac{\cos(\alpha_i L_d) - 1}{\sin(\alpha_i L_d)} \\ \beta = \frac{\alpha_i(a, Q, f)}{\alpha_r(a, Q, f)} \end{cases} \quad (\text{D.41})$$

En regroupant les termes liés à la tangente, l'expression devient :

$$D = - \frac{\frac{(1 - \beta^2) + 2\beta K}{K(1 - \beta^2) - 2\beta} + \tan(\alpha_i x)}{1 - \frac{(1 - \beta^2) + 2\beta K}{K(1 - \beta^2) - 2\beta} \tan(\alpha_i x)} \quad (\text{D.42})$$

en posant :

$$\tan(K_w) = \frac{(1 - \beta^2) + 2\beta K}{K(1 - \beta^2) - 2\beta} \quad (\text{D.43})$$

on obtient :

$$D = -\tan(K_w + \alpha_i x) \quad (\text{D.44})$$

Ce qui permet finalement d'exprimer le déphasage :

$$d(a, Q, L_d, f, x) = -\alpha_i(a, Q, f)x - K_w(a, Q, f, L_d) \quad (\text{D.45})$$

Encore une fois, le fait d'intégrer la température complexe mesurée n'influe pas sur l'expression de la pente du déphasage. Seule l'ordonnée à l'origine est affectée.

LISTE DES PRINCIPALES NOTATIONS

Variable	Désignation	Unité
a	Diffusivité thermique	$[m^2.s^{-1}]$
a	Distance entre deux fentes secondaires	[m]
A	Paramètre représentant l'amplitude du signal	[sans]
B	Paramètre représentant l'offset du signal	[sans]
b	Taille d'une fente secondaire	[m]
c_{ii}	Module élastique dans la direction ii	[GPa]
c_P	Capacité thermique massique à pression constante	$[J.kg^{-1}.K^{-1}]$
C_P	Capacité thermique molaire à pression constante	$[J.mol^{-1}.K^{-1}]$
c_V	Capacité thermique massique à volume constant	$[J.kg^{-1}.K^{-1}]$
C_V	Capacité thermique molaire à volume constant	$[J.mol^{-1}.K^{-1}]$
C_{VD}	Capacité thermique molaire à volume constant selon Debye	$[J.mol^{-1}.K^{-1}]$
C_{VE}	Capacité thermique molaire à volume constant selon Einstein	$[J.mol^{-1}.K^{-1}]$
d	Diamètre de la fibre	[m]
D	Distance entre la fibre et la barrette de détection	[m]
d₀	Diamètre de la fibre à la température ambiante T ₀	[m]
d_{cor}	Diamètre corrigé de la fibre avec la formule de Gagnaire	[m]
d_{fg}	Diamètre du faisceau gaussien	[m]
d_T	Diamètre de la fibre à la température T	[m]
d_{T+ΔT}	Diamètre de la fibre à la température T+ΔT	[m]
dx	Variation de position de la figure de diffraction	[m]
e_v	Incertitude sur le coefficient de Poisson	[sans]
e_{Δd}	Incertitude sur la variation relative du diamètre de la fibre	[m]
e_{ΔL}	Incertitude sur la variation relative de la longueur de la fibre	[m]
e_d	Incertitude sur la mesure du diamètre de la fibre	[m]
e_L	Incertitude sur la mesure de la longueur de la fibre	[m]
F	Facteur de forme	[sans]
f	Fréquence de modulation	[Hz]
h	Constante de Planck, $6.6255.10^{-34}$	[J.s]
H	Terme de pertes lié au rayonnement	$[m^{-2}]$
I₀	Intensité diffractée incidente	[sans]
I_m	Intensité moyenne	[A]
J	Somme au sens des moindres carrés	[sans]
k	Indice d'absorption	[sans]
K_a	Coefficient d'absorption de la fibre	$[m^{-1}]$
k_B	Constante de Boltzmann, $1.3806.10^{-23}$	$[J.K^{-1}]$
κ_S	Compressibilité isentropique	$[Gpa^{-1}]$
K_S	Module massif isentropique	[GPa]
κ_T	Compressibilité isotherme	$[GPa^{-1}]$
K_T	Module massif isotherme	[GPa]
l	Épaisseur du milieu traversé	[m]
L	Longueur de la fibre	[m]
L₀	Luminance à l'entrée du système	$[W.m^{-2}.sr^{-1}]$
L_d	Longueur de la zone de détection	[m]
L_e	Luminance à la sortie du système	$[W.m^{-2}.sr^{-1}]$
M	Masse molaire	$[kg.mol^{-1}]$

Liste des principales notations

m	Masse	[kg]
m_{corps}	Masse du corps plongé dans le calorimètre	[kg]
m_{eau}	Masse de l'eau présente dans le calorimètre	[kg]
m_{étalon}	Masse du matériau étalon	[kg]
m_{mes}	Masse du matériau mesuré	[kg]
n	Indice de lobe de la figure de diffraction	[sans]
N	Nombre de fentes	[sans]
N_a	Nombre d'Avogadro, $6.0222 \cdot 10^{23}$	[mol ⁻¹]
N_F	Nombre de Fresnel	[sans]
p	Pente de la tangente du déphasage en fonction de la fréquence	[rad.s]
p	Périmètre de la fibre	[m]
P	Pression du matériau	[Pa]
P_{élec}	Puissance électrique dissipée par effet Joule	[W]
P_{fibre}	Puissance reçue par la fibre	[W]
P_{laser}	Puissance fournie par le laser	[W]
Q	Pertes dues au rayonnement	[s ⁻¹]
q	Puissance volumique dissipée par effet Joule	[W.m ⁻³]
R	Paramètre représentant la variation relative du diamètre à T+ΔT et T	[sans]
R_{éfléc}	Coefficient de réflexion	[sans]
S	Section de la fibre	[m ²]
S_β	Sensibilité au paramètre β	[sans]
S_D	Sensibilité à la position entre la fibre et le capteur	[sans]
S_d	Sensibilité au diamètre	[sans]
S_P	Surface extérieure de la fibre	[m ²]
t	Temps	[s]
T	Température	[K]
\tilde{T}	Composante oscillante de température	[K]
T₀	Température ambiante	[K]
T_a	Température ambiante	[K]
T_{éq}	Température à l'équilibre	[K]
T_i	Température initiale	[K]
T_m	Température moyenne	[K]
T_{perm}	Température du régime permanent	[K]
U	Energie interne d'un système	[J]
U_m	Tension moyenne	[V]
V	Volume du matériau	[m ³]
V_{Fibre}	Fraction volumique de fibre	[sans]
V_{Matrice}	Fraction volumique de matrice	[sans]
x,y,z	Coordonnées cartésiennes	[sans]
x₀	Position initiale du capteur	[m]
x_{minimum}	Position correspondant au minimum d'intensité diffractée	[m]
X_n	Distance séparant les minima d'ordre n	[m]

Symboles grecs

α_d	Coefficient de dilatation transverse différentiel	[K ⁻¹]
α_{Composite}	Coefficient de dilatation transverse moyen du composite	[K ⁻¹]
α_{Fibre}	Coefficient de dilatation transverse moyen de la fibre	[K ⁻¹]
α_M	Coefficient de dilatation transverse moyen	[K ⁻¹]

α_{Matrice}	Coefficient de dilatation transverse moyen de la matrice	[K ⁻¹]
α_S	Coefficient de dilatation transverse spécifique	[sans]
α_V	Coefficient de dilatation transverse vrai	[K ⁻¹]
β	Coefficient de dilatation volumique	[sans]
δd	Variation du diamètre de la fibre	[m]
Δd	Diamètre à la température (T+ΔT) moins le diamètre à T	[m]
Δd_0	Diamètre à la température T moins le diamètre à T ₀	[m]
$\Delta \Phi_0$	Composante modulée de la densité de puissance	[W.m ⁻²]
ΔL	Variation relative de longueur	[m]
ΔT	Ecart de température	[K]
$\Delta T_{\text{étalon}}$	variation de temps du matériau étalon	[K]
$\Delta t_{\text{étalon}}$	variation de temps du matériau étalon	[s]
ΔT_{mes}	variation de temps du matériau mesuré	[K]
Δt_{mes}	variation de temps du matériau mesuré	[s]
$\Delta T_{\text{réf}}$	variation de temps du matériau de référence	[K]
$\Delta t_{\text{réf}}$	variation de temps du matériau de référence	[s]
ϵ	Emissivité totale hémisphérique	[sans]
ϵ_L	Déformation longitudinale	[%]
ϵ_T	Déformation transverse	[%]
γ_G	Paramètre thermodynamique de Gruneisen	[sans]
Φ_0	Composante constante de densité de puissance	[W.m ⁻²]
λ	Longueur d'onde du laser	[m]
λ_L	Conductivité thermique dans le sens longitudinal	[W.m ⁻¹ .K ⁻¹]
λ_T	Conductivité thermique dans le sens transverse	[W.m ⁻¹ .K ⁻¹]
λ_x	Conductivité thermique selon x	[W.m ⁻¹ .K ⁻¹]
λ_y	Conductivité thermique selon y	[W.m ⁻¹ .K ⁻¹]
λ_z	Conductivité thermique selon z	[W.m ⁻¹ .K ⁻¹]
ν	Coefficient de Poisson	[sans]
θ_D	Température de Debye	[K]
θ_E	Température d'Einstein	[K]
ρ	Masse volumique	[kg.m ⁻³]
ρ_E	Résistivité électrique	[Ω.m]
σ	Constante de Boltzmann	[W.m ⁻² .K ⁻⁴]
σ_{max}	Contrainte à rupture maximale	[Pa]
ω	Pulsation des modulations	[rad.s ⁻¹]
ω_D	fréquence de vibration selon Debye	[rad.s ⁻¹]
ω_E	fréquence de vibration selon Einstein	[rad.s ⁻¹]

Fonctions et opérateurs spéciaux

$\alpha_i(\mathbf{a}, \mathbf{Q}, \mathbf{f})$	Pente de la partie imaginaire de la température complexe	[m ⁻¹]
$\alpha_R(\mathbf{a}, \mathbf{Q}, \mathbf{f})$	Pente de la partie réelle de la température complexe	[m ⁻¹]
$\phi(\mathbf{x}, \mathbf{y}, \mathbf{z}, \mathbf{t})$	Flux imposé par le faisceau laser	[W]
$A(\mathbf{a}, \mathbf{Q}, \mathbf{f}, \mathbf{x})$	Amplitude cas de la température ponctuelle	[K]
$A(\mathbf{a}, \mathbf{Q}, \mathbf{L}_d, \mathbf{f}, \mathbf{x})$	Amplitude cas de la température intégrée	[K]
A	Constante de Nersnt - lindemann	[mol.J ⁻¹]

Liste des principales notations

$\mathbf{d}(\mathbf{a}, \mathbf{Q}, \mathbf{f}, \mathbf{x})$	Déphasage cas de la température ponctuelle	[rad]
$\mathbf{d}(\mathbf{a}, \mathbf{Q}, \mathbf{L}_d, \mathbf{f}, \mathbf{x})$	Déphasage cas de la température intégrée	[rad]
\mathbf{F}_{exp}	Fonction expérimentale	[sans]
$\mathbf{FraunNf}$	Fonction théorique du modèle créé	[sans]
\mathbf{F}_{th}	Fonction théorique	[sans]
$\mathbf{I}(\mathbf{d}, \mathbf{D}, \lambda, \mathbf{I}_0, \mathbf{x})$	Intensité diffractée à travers une fente	[sans]
\mathbf{I}'_m	Dérivée de l'intensité à la température moyenne	[A.K ⁻¹]
$\mathbf{I}_{\text{exp}}(\mathbf{d}_T, \mathbf{x})$	Intensité diffractée mesurée à la température T	[sans]
$\mathbf{I}_{\text{exp}}(\mathbf{d}_{T+\Delta T}, \mathbf{x})$	Intensité diffractée mesurée à la température T+ΔT	[sans]
\mathbf{I}_f	Fonction théorique d'un modèle à N fentes	[sans]
$\mathbf{P}_J(\mathbf{T}, \mathbf{t})$	Pertes par effet Joule	[W]
$\mathbf{P}_{JI}(\mathbf{T}, \mathbf{t})$	Pertes par effet Joule exprimée selon l'intensité	[W]
$\mathbf{P}_{JU}(\mathbf{T}, \mathbf{t})$	Pertes par effet Joule exprimée selon la tension	[W]
$\mathbf{P}_R(\mathbf{T}, \mathbf{t})$	Pertes par rayonnement	[W]
\mathbf{S}	Entropie d'un système	[J]
$\mathbf{u}(\mathbf{d}, \mathbf{D}, \lambda, \mathbf{x})$	Angle en coordonnées cartésiennes du faisceau diffracté	[sans]
\mathbf{U}'_m	Dérivée de la tension à la température moyenne	[V.K ⁻¹]

BIBLIOGRAPHIE

- [1] C. Sauder, "Caractérisation mécanique de filaments à très haute température", thèse de doctorat, n°2477, Université de Bordeaux 1, 2001.
- [2] M. Murat, "Dilatométrie", Techniques de l'Ingénieur, Vol. P1, n° P1280.
- [3] E. Menessier, J.P. Dumont, A. Guette, R. Pailler, L. Rabardel, R. Naslain, "Axial and radial coefficients of thermal expansion of carbon fibers in the 20-430°C temperature range as derived from the thermal Expansion of 1-D-C-SiO₂ (B₂O₃) composites. Ceram. Eng. Sci. Proc., Vol. 10, n° 9-10, p 1426-1439, 1989.
- [4] G. Wagoner et R. Bacon, "Elastic and thermal expansion Coefficients of various carbon fibers", In extended abstracts of the 19th Biennial Conference on Carbon, p 296-297, 1989.
- [5] H.G. Van Schooneveld et R.J. Diefendorf, "Transverse thermal expansion characteristics in carbon fibers and their composites, In proceeding of the Baden-Baden Carbon Conference, p 606-607, 1980.
- [6] J.F. Villeneuve, « Etude de la dilatation thermique et du comportement thermocinétique en traction et torsion de quelques fibres céramiques monofilamentaires », thèse de doctorat, n°661, Université de Bordeaux 1, 1997.
- [7] F. Rozploch, W. Marciniak, "Radial thermal expansion of carbon fibers", High Temperature – High pressure, Vol. 18, p 585-587, 1986.
- [8] R.C. Fanning, J.N. Fleck, 10th Biennial Conference on Carbon, p 47, 1971.
- [9] Trinquescoste M., Carlier J.L., Derré A., Delhaes P. et Chadeyron P., "High temperature thermal and mechanical properties of high tensile carbon single filaments", Carbon, Vol. 34, n° 7, p 923-929, 1996.
- [10] A.J. Perry, B. Ineichen and B. Eliasson, « Fibre diameter measurement by laser diffraction », Journal of Materials Science, Vol. 9, p 1376-1378, 1974.
- [11] P.M. Sheaffer, « Transverse expansion of individual carbon and graphite filaments », 18th Biennale Conference on Carbon, Worcester, p 20, 1986.

- [12] S.S. Tzeng and R.J. Diefendorf, "Transverse properties of carbon fibers: Thermal expansion", 22nd Biennial conference on carbon, p 16-21, 1995.
- [13] A. Mayer, "Théorie de diffusion électronique tridimensionnelle par matrices de transfert et fonctions de Green appliquée à la simulation du Microscope à Projection de Fresnel", thèse de doctorat, n°1881, Faculté des sciences de Namur, soutenu le 18 décembre 1998.
- [14] P. Gagnaire, P. Delhaes et A. Pacault, "Analyse des images optiques observées par diffraction d'un faisceau laser sur des fibres de carbone", Journal de chimie-physique, Vol. 84, n° 11/12, p 1407-1417, 1987.
- [15] E. Hecht, "Optics", second edition, by Addison-Wesley Publi, chapitre 10, p 392-394, 1987.
- [16] J.V. Beck, K.J. Arnold, "Parameter estimation in engineering and science", John Wiley & Sons, New York, 1997.
- [17] M. Kerker, "The scattering of light and other electromagnetic radiations", Academic Press, 1969.
- [18] H.C. Van de Hulst, "Light scattering by small particles", Wiley, 1957.
- [19] C. Pradere, "Mesure du coefficient de dilatation transverse de fibres à température ambiante", stage DEA, Laboratoire des Composites ThermoStructuraux, Bordeaux, 2001.
- [20] D. Jehl, C. Pradère, J. M. Goyhénèche et M. P. Kovacs, "Caractérisation thermomécaniques de fibres de carbone", Rapport stage de fin d'études, Laboratoire des Composites ThermoStructuraux, Bordeaux, Réf Obsys : STEC-03-0002, 2003.
- [21] A. André et D. Maillet, "Méthode flash et estimation de paramètres", école d'hiver METTI 99, Vol. 2, ateliers, p 21-23.
- [22] J.P. Morniroli, "données thermodynamiques des principaux métaux et métalloïdes", Techniques de l'Ingénieur, Vol. M1-I.
- [23] I. Krucinska, T. Stypka, "Direct measurement of the axial poisson's ratio of single carbon fibres", Composites Science and Technology, Vol. 41, p 1-12, 1991.

- [24] G.D. Dean, P. Turner, "The elastic properties of carbon fibers and their composites", *Composites*, Vol. 4, p 173, 1973.
- [25] M. Schrage, J. Carey, "Viscoelastic behaviour of boron fibre-epoxy resin composites", *Polymer Engng Sci*, Vol. 10, p 369, 1970.
- [26] R. Smith, "Ultrasonic elastic constants of carbon fibres and their composites", *J. Appl. Phys.*, Vol. 43, p 2555, 1972.
- [27] R. Pampuch, "Carbon fibres", *Academy of Mining and Metallurgy Publishers, Krakow*, p 2555, 1986.
- [28] W.N. Reynolds, "Proc. 3rd Conf. Industrial Carbon and Graphite", *Society of Chemical Industry*, p 145, 1970.
- [29] W. Rüländ, "Relation between preferred orientation and Young's modulus of carbon fibres", *Appl. Polym. Symp.*, Vol. 9, p 293, 1969.
- [30] Z. Hashin, B.W. Rosen "The elastic moduli of fiber reinforced materials", *J. Appl. Mech.*, Vol. 31, p 223, 1964.
- [31] J.E. Ashton, J.C. Halpin and P.H. Petit "Primer on composite materials analysis", *Technometric, Stamford, CT*, p 77, 1969.
- [32] L.E. Behrens, "Elastic constants of filamentary composites with hexagonal symmetry", *J. Acoust. Soc. Am.*, Vol. 45, p 1567, 1969.
- [33] L.E. Behrens, "Elastic constants of composite materials", *J. Acoust. Soc. Am.*, Vol. 45, p 102, 1969.
- [34] H.D. Young, "Statistical Treatment of Experimental Data", *McGraw-Hill., New York*, p 20, 1962.
- [35] P. Degas, J.C. Micaud et R. Schilll, "Techniques de mesure adaptées aux fibres de carbone et à leur Composites", *BIST n°155* , p 43-52, 1971.
- [36] E. Yasuda, Y. Tanabe, H. Machino, A. Takaku, "Thermal expansion behaviour of various types of carbon fibers up to 1000°C", *In extended abstracts of the annual meeting of the japan Ceramic society, Nagoya*, p 77, 1987.

- [37] C. Tallaron, "Comportement fragile ductile du tungstène", réf à compléter.
- [38] G. Grimvall, "Thermophysical properties of materials" Elsevier, 1999.
- [39] P. L. Dulong and A. T. Petit, Ann. Chim., Vol. 10, p 395-413, 1819.
- [40] C. Kittel, "Introduction to solid state physics", John Wiley and Sons, Inc, p 49-125, 1963.
- [41] C. Kittel, "Elementary solid state physics", John Wiley and Sons, Inc, p 49-25, 1962.
- [42] A. Einstein, "The Plank's theory of radiation and the theory of specific heat", Ann. Physik, Vol. 22, n° 4, p 180-190, 1907.
- [43] P. Debye, "The theory of specific heat", Ann. Physik., Vol. 39, n° 4, p 789-839, 1912.
- [44] K. Edagawa, K. Kajiyama, R. Tamura and S. Takeuchi, "High-temperature specific heat of quasicrystals and a cristal approximant", Mat Sci and Eng, Vol. A312, p 293-298, 2001.
- [45] R. Faucher, "Physique classe de seconde", Hatier, 1966.
- [46] J. H. Boggs and J. A. Wiebelt, "An investigation of a particular comparative method of specific heat determination in the temperature range of 1500 F to 2600 F", USAEC TID-5734, p 1-91, 1960.
- [47] C. S. Smith, "A simple method for thermal analysis permitting quantitative measurements of specific and latent heats", Trans. AIME, Vol. 137, p 1936, 1940.
- [48] L. Wang, Z. Tan, M. S. Meng, A. Druzhinina, R.A. Varushchenko and G. Li, "Heat capacity enhancement and thermodynamic properties of nanostructured amorphous SiO₂", J of non-crystalline solids, Vol. 296, p 139-142, 2001.
- [49] A. Avramescu, "Temperature variation of the true specific heat of conductivity copper and conductivity aluminium up to the melting point", Z. Tech. Physik, Vol. 20, p 213-17, 1939.
- [50] H. Baxter, "Determination of specific heat of metals", Nature, Vol. 153, p 316, 1944.
- [51] A. M. Nathan, "A dynamic method for measuring the specific heat of metals", J. Appl. Phys., Vol. 22, p 234-5, 1951.

- [52] R. C. Strittmater, G. J. Pearson and G. C. Danielson, "Measurements of specific heat by a pulse method", Proc. Iowa Acad. Sci., Vol. 64, p 466-70, 1964.
- [53] R. E. Taylor and R. A. Finch, "The specific heats and resistivities of molybdenum, tantalum and rhenium", J. Less-common Metals., Vol. 6, p 283-94, 1956.
- [54] S. Inaba, S. Oda and K. Morinaga, "Heat capacity of oxide glasses measured by AC calorimetry", J of Non-crystalline solids, Vol. 306, p 42-49, 2002.
- [55] G. Grandclaude, C. Pradère et J.M. Goyhénèche, "Guide d'utilisation du dispositif de mesure de propriétés thermiques, partie I : mesure de la capacité thermique massique à pression constante", Rapport interne, Laboratoire des Composites ThermoStructuraux, Bordeaux, 2004.
- [56] E A. Brandes, "Smithells metals reference book", Butterworth and Co, 1983.
- [57] I. E. Campbell and E. M. Sherwood, "High temperature materials and technology", John Wiley and Sons, Inc, p 200, 1967.
- [58] D.R. Lide, "CRC Handbook of chemistry and physics", CRC Press Inc, 78th edition, 1997-98.
- [59] M. S. Dresselhaus, G. Dresselhaus, K. Sugihara, I. L. Spain, H.A. Goldberg, "Graphite fibers and filaments", Springer Series in Materials Science 5, 1988.
- [60] J. Heremans, C. H. Olk, G. L. Eesley, J. Steinbeck, G. Dresselhaus, "Observation of Metallic Conductivity in liquid Carbon", Phys. Rev. Lett., Vol. 60, n° 5, p 452-455, 1988.
- [61] F. P. Bundy, H. M. Strong, Jr. Wentdorf, R. H. (1973) : In Walker Jr, P.L. Throver P.A. (eds), "Chemistry and physics of carbon", Marcel Dekker, New York, Vol. 10, p 213.
- [62] Y. S. Touloukian, E.H. Buyco, "Specific heat, nonmetallic solids", N. Y., thermophysical properties of matter, Vol. 5, p 1a-17a, 1970.
- [63] Y. S. Touloukian, (editor) "Thermophysical properties of high temperature solid materials", MacMillan Co., Vol. 1, 2, 3, 4, 5, 6, p 1-8500, 1967.
- [64] Y. S. Touloukian, (editor) "Recommended values of the thermophysical properties of eight alloys, major constituents and their oxides", TPRC Rept. 16, p 323-46, 1966.

- [65] W. D. Kingery, H. K. Bowen, D. R. Uhlmann, "Introduction to ceramics, second edition", John Wiley & Sons, 1977.
- [66] C. Blanco, S.P. Appleyard and B. Rand, "Study of carbon fibres and carbon-carbon composites by scanning thermal microscopy", *J of Microscopy*, Vol. 205, p 21-32, 2002.
- [67] D. G. Cahill, "Thermal conductivity measurement from 30 to 750 K : the 3ω method", *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 61, n° 2, p 802-808, 1990.
- [68] L. Piraux, B. Nysten, A. Haquenne and J.P. Issi, "The temperature variation of the thermal conductivity of benzene-derived carbon fibers", *Solid state communications*, Vol. 50, n° 8, p 697-700, 1984.
- [69] J. P. Issi and B. Nysten, "Thermal conductivity on carbon fibers : experimental techniques and structural studies", *International Symposium on Carbon*, Vol. I, p 510-513, 1990.
- [70] X. Zhang, S. Fujiwara and M. Fujii, "Short-hot-wire method for the measurement of the thermal conductivity of a fine fibre", *High Temperatures-High Pressures*, Vol. 32, p 493-500, 2000.
- [71] S. Kawabata, "Measurements of anisotropic mechanical property and thermal conductivity of single fiber for several high performance fibers", *Proceedings of the 4th Japan-US Conference on Composite Materials – Washington*, Technomic Publishing Co. Inc., Lancaster, p 253-262, 1988.
- [72] T. Yamane, S. Katayama, M. Todoki and I. Hatta, "Thermal diffusivity measurement of single fibers by an ac calorimetric method", *Journal of Applied of Physics*, Vol. 80, n° 8, p 4358-4365, 1996.
- [73] T. Yamane, S. Katayama, M. Todoki and I. Hatta, "The measurement of thermal conductivity of carbon fibers", *Journal of Wide Bandgap Materials*, Vol. 7, p 294-305, 2000.
- [74] I. Hatta, H. Yao, R. Kato and A. Maesono, *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 56, p1643, 1996.
- [75] A. Rosencwaig, "Thermal wave microscopy with photoacoustics", *Journal of Applied Physics*, Vol. 51, n° 4, 1979.

- [76] J. Opsal, A. Rosencwaig, D.L. Willenborg, "Thermal waves detection and thin film thickness measurement with laser beam deflection", *Applied Optics*, Vol. 22, n° 20, 1983.
- [77] A. Rosencwaig, J. Opsal, D.L. Willenborg, "Detection of thermal waves through optical reflectance", *Applied Physics Letters*, Vol. 46, n° 11, 1985.
- [78] J.H. Barkyoumb, D.J. Land, "Thermal diffusivity measurements of thin wires and fibers using a dual-laser photothermal technique", *Proceedings of the 22th Thermal Conductivity Conference*, p 646-654, 1994.
- [79] A. Sanchez-Lavega, A. Salazar, "Thermal diffusivity measurements in opaque solids by the mirage technique in the temperature range from 300 to 1000 K", *Journal of Applied Physics*, Vol. 76, n° 3, 1994.
- [80] A. Salazar and A. Sanchez-Lavega, "Measurements of the thermal diffusivity tensor of polymer-carbon fiber composites by photothermal methods", *International Journal of Thermophysics*, Vol. 19, n° 2, p 625-636, 1998.
- [81] J. Jumel, F. Lepoutre, J. P. Roger, G. Neuer, M. Cataldi and F. Enguehard, "Microscopic thermal characterization of composites", *Review of scientific instruments*, Vol. 74, n° 1, p 537-539, 2003.
- [82] J. Jumel et F. Lepoutre, "Etude des propriétés thermiques de composites carbone/carbone par photoréflexion. Contribution à l'étude des propriétés thermoélastiques des matériaux par photodéformation", rapport de DEA Mécanique et Matériaux, 1999.
- [83] H. Le Houëdec, D. Rochais, F. Enguehard, J. Jumel, F. Lepoutre, "Microscopic thermal characterization at temperatures up to 1000°C by photoreflectance microscopy", *Superlattices and Microstructures*, sous presse.
- [84] W. J. Parker, R. J. Jenkins, C. P. Butler and G. L. Abbot, "Flash method", *J. Appl. Phys.*, Vol. 32, n° 9, p 1679-1684, 1961.
- [85] C. Pradère, "Mesure de la diffusivité thermique à très basse température", rapport de stage, CEA Le Ripault, Monts, 1999.
- [86] A.J. Whittaker, R. Taylor and H. Tawil, "Thermal transport properties of carbon_carbon fibre composites, I: Thermal diffusivity measurements", *Proc.R.Soc.Lond.*, Vol. 430. p 167-181, 1990.

- [87] A.J. Whittaker, M. Allit and D. G. Onn, "A technique for rapid determination of the thermal conductivity of ceramic fibers", Proceedings of the 21th Thermal Conductivity Conference, p 187-198, 1990.
- [88] D. M. Liu, "Effect of temperature on measuring the thermal diffusivity of ceramic of different specimen thickness by using a laser-pulse method", Materials Science and Engineering, Vol. B47, p 191-196, 1997.
- [89] H. J. Lee and R. E. Taylor, "Thermophysical properties of carbon/graphite fibers and MOD-3 fiber-reinforced graphite", Carbon, Vol. 13, p 521-527, 1975.
- [90] D. Demange, P. Beauchene, M. Bejet and R. Casulleras, "Mesure de la diffusivité thermique selon les deux directions principales d'un matériau", Revue générale de thermique, Vol. 36, p 755-770, 1997.
- [91] V. Drach, H. P. Ebert and J. Fricke, "Noncontact determination of the thermal conductivity of fibres", High Temperatures-High Pressures, Vol. 32, p 337-346, 2000.
- [92] M.Oksanen, R.Scholz, "On the longitudinal thermal diffusivity of SIC-based fibres", Journal of Materials Science, letters 16, p 1092-1094, 1997.
- [93] M.Oksanen, R.Scholz, "Simple thermal wave method for the determination of longitudinal thermal diffusivity of SIC-based fiber", Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation, Vol. 17, edited by D.O. Thompson and D.E. Chimenti, plenum press, New York, 1998.
- [94] J. F. Bisson and D. Fournier, "Application of infrared microscopy to thermal diffusivity measurement in refractories at various temperature", High Temperatures-High Pressures, Vol. 30, p 205-210, 1998.
- [95] J.F. Bisson, "Réalisation d'un diffusivimètre à haute résolution spatiale utilisant la thermographie Infra-rouge stimulée", Thèse de doctorat de Paris VI, 1999.
- [96] J. F. Bisson and D. Fournier, "The coupled influence of sample heating and diffraction on thermal diffusivity estimate with infrared photothermal microscopy", J of Appl Physics, Vol. 84, n° 1, p 38-42, 1998.

- [97] J. F. Bisson and D. Fournier, "Influence of diffraction on low thermal diffusivity measurements with infrared photothermal microscopy", *J of Appl Physics*, Vol. 83, n° 2, p 1036-1042, 1998.
- [98] G. Grandclaude, C. Pradère et J. M. Goyhénèche, "Guide d'utilisation du dispositif de mesures de propriétés thermiques, partie II : mesure de la diffusivité thermique longitudinale", Rapport interne, Laboratoire des Composites ThermoStructuraux, Bordeaux, 2004.
- [99] B. E. Warren, "X-Ray diffraction in random layer lattices", *The Physical Review*, Vol. 59, n° 9, p 693-698, 1941.
- [100] H. Plaisantin, "Etude de la carbonisation de fibres cellulosiques", Thèse Université Bordeaux I, 1999.
- [101] D. D. Edie, "The effect of processing on the structure and properties of carbon fibers", *Carbon*, Vol. 36, n° 4, p 345-362, 1998.
- [102] M. Guigon, "Relation entre la microtexture et les propriétés mécaniques et électriques des fibres de carbone ex-polyacrylonitrile", Thèse université technologique de Compiègne, 1985.
- [103] W. Ruland, "X-Ray studies on preferred orientation in carbon fibers". *J. Appl. Phys.*, Vol. 38, n° 9, p 3585-3589, 1967.
- [104] D. J. Johnson, "Structure property relationships in carbon fibers", *J. Phys. D: Appl. Phys.*, Vol. 20, n° 3, p 287-291, 1987.
- [105] X. Bourrat, E. J. Roche, J. G. Lanvin, "Structure of mesophase pitch fibers", *Carbon*, Vol. 28, p 435-446, 1990.
- [106] D. D. Edie, E. G. Stoner, "Effect of microstructure and shape on carbon fiber properties, in *Carbon-Carbon Materials and composites*", Buckley J. D. et Edie D. D., eds, chap. 3, p 41-70, Noyes Publications, Park Ridge, NJ, 1993.
- [107] M. T. Cory, U.S. Patent, 3, 508, 871, 1970.
- [108] A. Shindo, Y. Nakanishi, I. Sema, "Carbon fibers from cellulose fibers", *Appl. Polymer Symposia*, n° 9, p 271-284, 1969.

- [109] S. L. Strong, "Small-scale heat treatment of rayon precursors for stress-graphitization", Am. Chem. Soc., Div of Organic Coatings and Plastic Chemistry prepr., Vol. 31, p 426, 1971.
- [110] R. Bacon, W. H. Smith, "Tensile behavior of carbonised rayon filaments at elevated temperatures ", 2nd Conference on Industrial Carbon and graphite, London, p 203-213, 1965.
- [111] R. Bacon, W. A. Schalamon, J. Appl. Polym. Sci., Appl. Polym. Symp., Vol. 9, p 285, 1969.
- [112] R. Bacon, "Carbon fibers from rayon precursors", Chemistry and physics of carbon, Vol. 9, Walker P.L., and Thrower, P.A., eds., Marcel Dekker, New York, p 1-102, 1973.
- [113] M. J. Ram and J. P. Riggs, Process for production of acrylic filaments. U.S. Patent 3 657 409, 1972.
- [114] D. D. Edie, R. J. Diefendorf, "Carbon fiber manufacture", in Carbon-carbon materials and composites, Buckley J. D. et Edie D. D., eds, chap. 2, p 19-40, Noyes Publ., Park Ridge, NJ, 1993.
- [115] M. Dumont, "Composites C/C 3D densifier par impregnation/carbonisation de brai mésophasique", Thèse Université Bordeaux I, 2001.
- [116] K. Azami, S. Yamamoto, T. Yokono and Y. Sanada, "In-situ monitoring for mesophase formation processes of various pitches by means of high-temperature C-NMR, *Carbon*, Vol. 29, p 943-947, 1991.
- [117] D. M. Diefendorf and Riggs, "Forming optically anisotropic pitches". U.S. Patent 4 208 267, 1980.
- [118] K. W. Hutchenson, J. R. Roebbers and M. C. Thies, "Fractionation of petroleum pitch by a supercritical fluid extraction, *Carbon*, Vol. 29, p 215, 1991.
- [119] J. E. Zimmer, J. L. White, "Disclinations in the Carbonaceous Mesophase", *Molec. Cryst. Liq. Cryst.*, Vol. 38, p 177-193, 1977.
- [120] Y. Huang, R. J. Young, "Microstructure and mechanical properties of pitch-based carbon fibres", *Journal of Materials Science*, Vol. 29, p 4027-4036, 1994.

- [121] Y. Huang, R. J. Young, "Effect of fibre microstructure upon the modulus of PAN-based carbon fibres", *Carbon*, Vol. 33, n° 2, p 97-107, 1995.
- [122] M. Endo, Physical Thesis, University of Orleans, 1975.
- [123] J. B. Nelson and D. P. Riley, "The thermal expansion of graphite from 15°C to 800°C :Part I. Experimental", *Proc. Phys. Soc., London*, Vol. 57, 1945.
- [124] W. C. Morgan, "Thermal expansion coefficients of graphite crystals", *Carbon*, Vol. 10, p 73-79, 1972.
- [125] A. Pacault, "Les Carbones", Tome 2, Masson & Cie, 1965.
- [126] A. I. Lutcov, V. I. Vol. ga, B. K. Dymov, *Carbon*, Vol. 8, p 753, 1970.
- [127] T. Yamane, S. Katayama, M. Todoki, I. Hatta, Proceeding advisory comitee on standardisation of carbon phenolic – test method ans specifications, Elisabethton Tennesse, rapport Nasa Grant NAG 8-545, 1990.

CARACTERISATION THERMIQUE ET THERMOMECHANIQUE DE FIBRES DE CARBONE ET CERAMIQUE A TRES HAUTE TEMPERATURE

RESUME: Ce travail, motivé par un besoin industriel, a pour objectif de déterminer les propriétés thermiques et thermomécaniques de fibres micrométriques de carbone et céramique à très haute température (1000-3000 K). Afin de fournir des mesures à de telles échelles et sur une telle gamme de température, notre étude a porté sur : la modélisation des phénomènes, le développement de méthodes d'identification stables, l'optimisation expérimentale et la recherche d'erreurs. En plus de ce travail important de développement de méthodes de mesures, un effort particulier a consisté à réaliser un maximum de caractérisations susceptibles d'apporter une connaissance précise des propriétés thermiques et thermomécaniques (inconnues jusqu'à présent) des fibres de carbone.

Dans la première partie, relative à la détermination des propriétés thermomécaniques des fibres, la difficulté peut se résumer à la mise en œuvre de méthodes susceptibles de détecter avec précision, à très haute température, des variations de l'ordre de quelques nanomètres sur des matériaux dont la dimension caractéristique est d'environ 10 μm . La méthode développée permet de réaliser indifféremment des mesures du coefficient de dilatation transverse et du coefficient de Poisson.

Dans la deuxième partie, on détermine d'une part la capacité thermique massique à pression constante à l'aide d'une méthode analytique et d'autre part la diffusivité thermique longitudinale par méthode inverse, ce qui nous permet d'estimer la conductivité thermique. Dans les deux cas, la difficulté liée aux échelles micrométriques et aux très hautes températures se répercute sur l'expérimentation, sur les modélisations et sur le développement de méthodes d'identifications.

Mots-clés: *coefficient de dilatation transverse, coefficient de Poisson, capacité thermique, résistivité électrique, diffusivité thermique, conductivité thermique, fibres, carbone, céramique, très haute température, méthode inverse.*

THERMAL AND THERMOMECHANICAL CHARACTERISATION OF CARBON AND CERAMIC FIBERS AT VERY HIGH TEMPERATURE

ABSTRACT: The main objective of this work is the determination of thermal and thermomechanical properties of micrometric carbon and ceramic fibers at very high temperature (1000-3000 K). In order to realise such measurements on thin body and on a wide temperature range, our efforts are directed towards: thermal modelisation of the phenomena, development of steady data processing method, experimental optimisation and estimation of error sources. Moreover, a lot of characterisation was realised (often unpublished) in way to supply accurate knowledge on thermal and thermomechanical properties of carbon fibers.

In the first part, relative to the determination of the thermomechanical properties of fibers, the difficulty came from the very low variation to measure (a few nanometers), on materials with a characteristic dimension of 10 μm . The method developed here allows both measurements: transverse coefficient of thermal expansion and Poisson ratio.

In the second part, the specific heat at constant pressure by an analytical model was first estimated and then the thermal diffusivity by a data processing method in way to calculate the thermal conductivity. In both cases, the difficulty due to the microscale of the material and the very high temperature have repercussions on the experimentation, the modelisation and the development of data processing methods.

Keywords: *transverse coefficient of thermal expansion, Poisson ratio, specific heat, electrical resistivity, thermal diffusivity, thermal conductivity, carbon, ceramic, fibers, very high temperature, inverse method.*

