



HAL
open science

Comportement thermoélectrique de matériaux composites pour applications aéronautiques

Yueguo Lin

► **To cite this version:**

Yueguo Lin. Comportement thermoélectrique de matériaux composites pour applications aéronautiques. Autre. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2013. Français. NNT : 2013ESMA0012 . tel-01196623

HAL Id: tel-01196623

<https://theses.hal.science/tel-01196623>

Submitted on 10 Sep 2015

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.

THÈSE

pour l'obtention du Grade de
DOCTEUR DE L'ÉCOLE NATIONALE SUPERIEURE DE MÉCANIQUE ET
D'AÉRONAUTIQUE
(Diplôme National – Arrêté du 7 août 2006)

École Doctorale : Sciences et Ingénierie en Matériaux, Mécanique, Énergétique et
Aéronautique
Secteur de Recherche : Mécanique des Solides, des Matériaux, des Structures et des Surfaces

Présentée par :

LIN Yueguo

Comportement thermoélectrique de matériaux composites pour applications aéronautiques

Directeur de Thèse : **Marie Christine LAFARIE-FRENOT**
Co-encadrant : **Marco GIGLIOTTI**

Soutenue le 04 Octobre 2013 devant la Commission d'Examen

– JURY –

Mr. Jinbo BAI	Directeur de recherches CNRS MSSMat, ECP, Paris	Rapporteur
Mr. Jacques CINQUIN	Ingenieur de recherche EADS IW Suresnes	Examineur
Mr. Lionel FLANDIN	Professeur des Universités LMOPS, Université de Savoie	Examineur
Mr. Marco GIGLIOTTI	Maître de Conférences HDR Université de Poitiers - ENSMA	Examineur
Mme. Marie Christine LAFARIE-FRENOT	Professeur des Universités Université de Poitiers - ENSMA	Examineur
Mr. Philippe OLIVIER	Professeur des Universités Université de Toulouse	Rapporteur
Mr. Mauro ZARRELLI	Chargé de recherches CNRS IMCB	Examineur

Remerciements

Cette étude est réalisée dans le **Département Physique et Mécanique des Matériaux (DPMM)** de l'Institut Pprime de l'Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique (ISAE-ENSMA). Je tiens à remercier toutes les personnes qui m'ont aidé de près comme de loin durant ma thèse et mes années d'études en France.

J'exprime ma reconnaissance à **M. Jean-Claude Grandidier**, directeur du Département Physique et Mécanique des Matériaux (DPMM), pour m'avoir accueilli au sein du laboratoire et permis de réaliser nos travaux dans les meilleures conditions. Je remercie également **Brigitte Vigner** et **Eliane Bonneau** et pour leur sympathie et leur accueil chaleureux au sein du secrétariat.

Je remercie également l'**Université d'Aviation Civile de Chine (CAUC)** pour m'avoir fait confiance pour effectuer ces travaux en France ainsi que le **Gouvernement Chinois (CSC)** pour le soutien financier qui est la base de la réussite de cette étude.

Je tiens à remercier et exprimer toute ma reconnaissance à mes deux directeurs de thèse, **Mme. Marie-Christine Lafarie-Frenot**, Professeur à l'Université de Poitiers, **M. Marco Gigliotti**, Professeur à l'ENSMA, pour leur encadrement scientifique, pour la qualité de ses connaissances et remarques dont ils m'ont fait profiter tout au long de mon travail, surtout **M. Marco Gigliotti**, je vous remercie beaucoup de m'aider sur la rédaction de ma thèse pour tous ces versions, sans vous ce n'est pas possible de finir ce travail.

Je voudrais exprimer ma plus grande gratitude à **M. Jinbo Bai**, Directeur de Recherche du CNRS au Laboratoire de MSSMat et **M. Philippe Olivier**, Professeur des Universités de Toulouse d'avoir accepté d'être rapporteurs de ce mémoire, et encore une fois à **M. Jacques Cinquin**, Ingénieur de recherche EADS IW Suresnes ; **M. Lionel Flandin**, Professeur des Universités LMOPS, Université de Savoie ; **M. Mauro Zarrelli**, Chargé de recherches CNRS, IMCB ; pour avoir acceptés de participer au jury. Je tiens à leur exprimer ma reconnaissance pour avoir consacré une partie de leur temps à évaluer ce travail.

Tous mes remerciements vont également à **M. Damien Marchand**, ingénieur électronique au LMPM pour son aide précieuse et pour m'avoir aidé de réaliser les essais électriques, et ainsi que **Mme. Anne-Laure Gorge** pour son aide de la formation de polissage et MEB, **M. Guillaume Benoit** pour son aide de la Camera Infrarouge et **M. David Mellier** pour son aide des essais tractions/compressives et essai DSC, **M. Médéric Morisset** pour son aide de la coupure des éprouvettes.

Je remercie l'ensemble des doctorants et stagiaires que j'ai rencontrés pendant ces quatre ans. Je tiens à remercier également tout le personnel administratif dont la participation m'a permis de réaliser ce travail.

Enfin, je tiens à remercier du fond du cœur ma femme **Shanshan Tian** et ma mignonne fille **Shangqing**, qui m'ont supporté, m'ont encouragé et m'ont accompagné pendant ces quatre années longues et difficiles.

SOMMAIRE

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE	i
CHAPITRE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE	1
1.1 Comportement thermoélectrique des matériaux et des stratifiés composites	1
1.1.1 Propriétés électriques	1
1.1.2 Couplage thermoélectrique	8
1.1.3 Principaux résultats obtenus par le DPMM-ENSMA dans le cadre du programme de recherche FNRAE-VICOMTHE.....	10
1.2 Emploi de NanoTubes de Carbone (NTCs) pour l'amélioration des propriétés thermoélectriques des matériaux et des stratifiés composites.....	16
1.2.1 Généralités sur les NTCs.....	16
1.2.2 Nanocomposites constitués par un mélange résine/NTCs et composites associés.....	19
1.2.3 Nanocomposites réalisés par greffage des NTCs sur les fibres et composites associés.....	23
1.3 Conclusion.....	26
CHAPITRE II : MATÉRIAUX ET MOYENS EXPÉRIMENTAUX.....	29
2.1 Matériaux	29
2.2 Essais de caractérisation du comportement électrique et thermoélectrique dans le sens longitudinal.....	31
2.3 Essais électriques dans le sens de l'épaisseur	36
2.4 Essais de conditionnement humide et mesure des conductivités électriques des éprouvettes vieillies humides	42
CHAPITRE III : ESSAIS ÉLECTRIQUES ET THERMOÉLECTRIQUES DANS LE SENS LONGITUDINAL	47
3.1 Mesure des résistances et des conductivités/résistivités électriques	47
3.1.1 Mesures de résistance électrique dans le sens longitudinal.....	47
3.1.2 Identification des conductivités/résistivités électriques : effet de charges NTCs	50
3.1.3 Identification des conductivités/résistivités électriques : effet de l'empilement des plis.....	53
3.1.4 Discussion des résultats.....	55
3.2 Mesures de température	56
3.2.1 Champ de température mesuré le long de trois lignes horizontales situées sur la surface des éprouvettes.....	57
3.2.2 Champ de température mesuré le long de trois lignes verticales situées sur la surface des éprouvettes.....	61
3.2.3 Suivi de l'évolution transitoire de la température de trois points situés sur la surface de l'éprouvette	65
3.2.4 Discussion des résultats des mesures	69
3.3 Evolution de la résistance électrique des éprouvettes en fonction de la température.....	70
3.4 Conclusions	73

CHAPITRE IV : ESSAIS ÉLECTRIQUES DANS LE SENS DE L'ÉPAISSEUR.....	77
4.1 Mesure de la résistance électrique dans le sens de l'épaisseur à travers la méthode « ponctuelle »	77
4.2 Mesure de la résistance électrique dans le sens de l'épaisseur à travers l'emploi d'un montage dédié	78
4.3 Identification de la conductivité/résistivité électrique dans le sens de l'épaisseur ...	83
4.4 Conductivité électrique dans le sens de l'épaisseur d'échantillons saturés en eau ...	95
4.5 Conclusions	100
CHAPITRE V : MODELISATION DU COMPORTEMENT THERMOELECTRIQUE	105
5.1 Modélisation du comportement thermoélectrique	105
5.1.1 Construction du modèle thermoélectrique couplé à partir de la thermodynamique des processus irréversibles (TIP) et implémentation dans ABAQUS	105
5.1.2 Implémentation sur ABAQUS	111
5.1.3 Développement d'un modèle thermoélectrique simplifié	111
5.1.4 Bilan sur la modélisation	111
5.2 Simulation des essais thermoélectriques sur éprouvettes et identification des paramètres du modèle thermoélectrique couplé	112
5.2.1 Emploi du modèle thermoélectrique simplifié pour l'identification du coefficient d'échange convectif	112
5.2.2 Emploi du modèle ABAQUS	118
5.3 Simulation des champs thermoélectriques dans des panneaux composites soumis au passage de courant ou à des impacts de foudre	130
5.3.1 Simulation du passage d'un courant électrique d'intensité intermédiaire (9A) à travers une section du panneau composite	134
5.3.2 Simulation d'un impact de foudre sur la surface du panneau composite....	137
5.4 Conclusions	143
CHAPITRE VI : CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES.....	147
RÉFÉRENCES :.....	153
Annexe I : Essais DSC.....	163
Annexe II : Conductivité et résistivité dans le sens de l'épaisseur.....	167

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

• **Contexte** : aéronautique : emploi de matériaux composites pour la réalisation de panneaux de fuselage.

Les matériaux composites – de par leurs propriétés spécifiques élevées – sont l’une des classes de matériaux permettant entre autre de fabriquer des structures plus légères pour une meilleure performance énergétique et une réduction conséquente des émissions de CO₂. *Les composites à matrice polymère renforcé par fibres de carbone (CFRP) sont de plus en plus utilisés dans l’industrie aéronautique civile pour la réalisation de parties structurales, et récemment également employés pour la réalisation de panneaux de fuselage.*

Au cours du vol, les structures de fuselage sont soumises à de multiples sollicitations : flexion, verticale et horizontale, torsion, pressurisation et efforts localisés, liés aux impacts et aux sollicitations d’atterrissage. Les matériaux composites (leur stratification, leur empilement) *peuvent être adaptés pour répondre de façon optimale à ces sollicitations*. D’autre part, le fuselage contient des parties de structure secondaire, qui ne sont pas utilisées dans des conditions particulièrement contraignantes : *c’est surtout pour ces parties que les industriels peuvent espérer gagner du poids en utilisant les matériaux composites.*

Pour donner un exemple, environ 53% en poids de l’airbus A350XWB et 25% en poids de l’Airbus A380 (caisson central de l’aile, nervures, parties de fuselage (Figs. 1 et 2) et presque 80% en volume (50% en poids) des structures du Boeing 787 Dreamliner (Fig. 3) sont réalisés en matériaux composites.

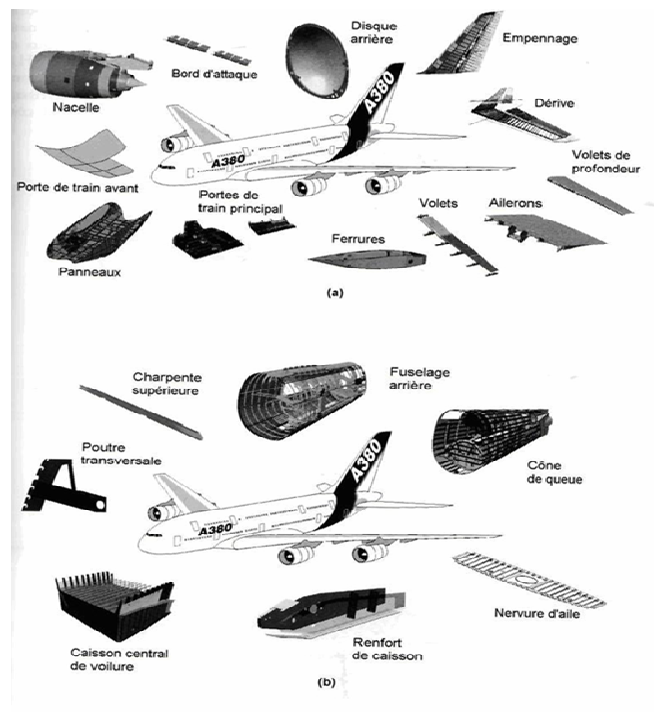


Figure 1 : Emploi de matériaux composites pour la réalisation de structures (primaires et secondaires de l’Airbus A380 : (a) applications de base et (b) nouvelles applications en matériaux composites [1].



Figure 2 : Structures primaires (aile et section de fuselage désassemblé) de l'Airbus A380 en matériaux composites CFRPs [2].

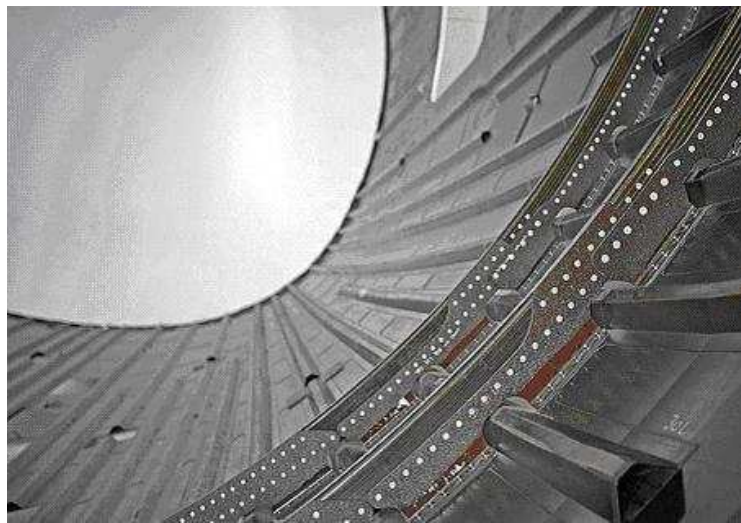


Figure 3 : Section de fuselage désassemblé du Boeing 787 Dreamliner, en matériaux composites [3].

• **Problématique** : sollicitations de nature électrique, foudre, retour de courant à la masse, couplage thermoélectrique, échauffement, vieillissement.

Bien que les avionneurs soient orientés vers la réalisation de structures *entièrement en composite*, l'intégration des CFRPs dans les constructions aéronautiques ne se fait pas sans difficultés : le fuselage – normalement soumis aux charges de la pressurisation – est souvent le siège de chocs/impacts (Fig. 4), particulièrement insidieux pour les composites, et est directement exposé à l'agression de l'environnement (température, humidité, liquides des circuits de refroidissement, ...).

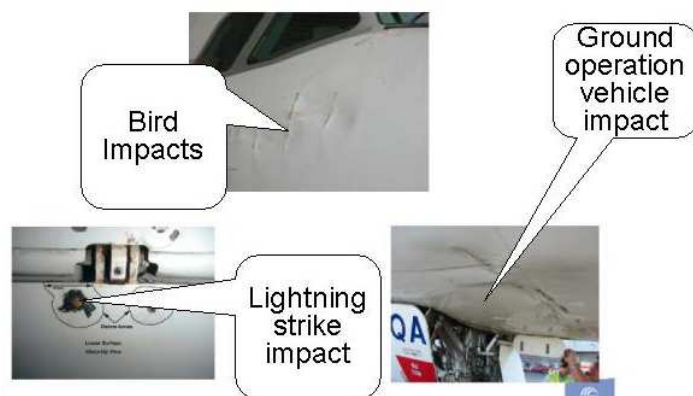


Figure 4 : Les principaux problèmes associés aux structures de fuselage en matériaux composites [1].

Le fuselage est aussi le siège de *sollicitations de nature électrique*, telles que celles liées au retour de courant à la masse et au foudroiement.

Les sollicitations « électriques » peuvent être dues à de l'électricité statique, aux courants de fuite ou encore aux impacts de la foudre. En règle générale, les courants électriques peuvent être catégorisés en trois types :

- courants électriques associées au foudroiement : courants de forte intensité (de l'ordre du kA) généralement appliqués pendant des temps très courts (de l'ordre du ns ou μ s). Lorsqu'un avion est foudroyé, son fuselage est parcouru par de forts courants électriques de quelques centaines de kA. La foudre peut avoir des conséquences mécaniques sur les structures de l'avion, provoquant la perforation des pièces et l'endommagement des systèmes embarqués. En outre, le courant de foudre peut se propager jusqu'aux structures internes et perturber leur fonctionnement,
- courants électriques « ordinaires » associés au fonctionnement des appareils électroniques installés dans l'avion, d'intensité relativement faible (de l'ordre de quelques A jusqu'à 10 A) et de fréquence élevée (jusqu'à 1 kHz),
- courants électriques dus à l'accumulation de charges d'électricité statique sur les surfaces du fuselage et qui se produisent principalement au niveau des interfaces entre les panneaux : ces courants ont généralement des niveaux très faibles et sont affectés par la géométrie et l'arrangement structural des interfaces et des panneaux.

Bien que des réseaux secondaires de câbles électriques et de grillages métalliques soient prévus afin de supporter ces charges, *l'action de courants de fuite, transitant à travers les jonctions boulonnés et rivetés, et les fortes différences de potentiel électrique selon leur épaisseur, conséquence du foudroiement, peuvent activer le couplage thermoélectrique (effet Joule, ...) et conduire à l'échauffement localisé des structures.*

Les phénomènes liés à ce type de couplage peuvent être particulièrement marqués dans les CFRPs – les matrices polymères étant électriquement et thermiquement quasi-isolants, le comportement thermoélectrique global du composite étant fortement anisotrope – et méritent d'être approfondis. L'intégration de micro et nano charges – en particulier les nanotubes de carbone (NTCs) – dans les résines polymères ou à l'interface fibre/matrice peut globalement améliorer ce comportement mais il s'agit d'une solution technologique qui nécessite encore d'être explorée en détail.

Objectif de la thèse :

Ce travail est consacré à la caractérisation du comportement thermoélectrique anisotrope de matériaux CFRPs – chargés et non chargés en NTCs. Cette caractérisation comprend :

- la mesure des valeurs de résistivité/conductivité électrique longitudinale et selon l'épaisseur du CFRP, leur évolution avec la température et l'effet des NTCs sur ces valeurs,
- la caractérisation des champs de température induits par les courants électriques (intensité, gradients ...) et l'effet des NTCs sur ces champs,
- l'identification des paramètres pour la modélisation du comportement thermoélectrique de ces matériaux et pour l'interprétation des essais,
- la caractérisation de l'effet d'un environnement humide sur les valeurs de résistivité/conductivité électrique du CFRP.

Ce mémoire est constitué de cinq chapitres :

- le premier chapitre est une étude bibliographique et présente l'état des connaissances sur le comportement thermoélectrique de CFRPs chargés et non-chargés,
- le deuxième chapitre présente les moyens et les techniques expérimentales utilisées au cours de cette thèse,
- le troisième chapitre présente les essais et mesures des propriétés thermoélectriques dans le sens longitudinal, l'estimation des champs de température (intensité, gradients) induits par le passage d'un courant électrique et l'effet des NTCs sur ces valeurs,
- le quatrième chapitre présente la caractérisation du comportement thermoélectrique dans la direction de l'épaisseur, l'effet des charges NTCs et d'un conditionnement humide sur ce comportement,
- le cinquième chapitre présente la mise en place de modèles couplés thermoélectriques, analytiques ou numériques (ABAQUS), pour la simulation des champs thermoélectriques (transitoires et stationnaires) pour l'interprétation des essais,
- enfin, le sixième chapitre présente les conclusions et perspectives de ce travail.

CHAPITRE I :
ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Ce chapitre présente une étude bibliographique non exhaustive concernant le comportement thermoélectrique de matériaux et de stratifiés composites, plus particulièrement de composites à fibres continus de carbone (CFRPs), et passe également en revue les principaux effets des nanocharges – telles que les NanoTubes de Carbone (NTCs) – sur ce comportement.

1.1 Comportement thermoélectrique des matériaux et des stratifiés composites

1.1.1 Propriétés électriques

Les matériaux composites sont constitués par un mélange renfort fibreux/matrice dans lequel généralement les fibres assurent la tenue mécanique – grâce à des valeurs de rigidité et de résistance spécifiques élevées – et la matrice qui permet la cohésion de la structure et le transfert de charge. Les Composites à Matrices Organiques (CMOs) représentent, aujourd’hui, un volume très important à l’échelle industrielle et – parmi les CMOs – les composites à matrice polymère (principalement therm durcissable) et à fibres longues de carbone (CFRPs) se sont imposés dans le secteur aéronautique. Du point de vue électrique les CFRPs sont constitués par des fibres de carbone électriquement conductrices et par des matrices polymères ayant un comportement quasi-isolant.

L’application d’un champ électrique statique (ou d’une différence de potentiel électrique) dans un milieu matériel engendre l’écoulement d’une charge électrique, le courant électrique : la relation entre la densité de courant électrique et le champ électrique (loi d’Ohm) – souvent linéaire – est caractérisée par la conductivité électrique du milieu, dont l’inverse est appelé résistivité électrique. La conductivité et la résistivité sont des propriétés du matériau, généralement dépendantes de la température. Le comportement des matériaux non conducteurs est souvent plus complexe, car ces matériaux peuvent présenter des phénomènes de polarisation et de magnétisation, dont les lois de comportement sont généralement complexes et fortement non linéaires ([4]).

La conductivité électrique du carbone et des matériaux à base de carbone dépend généralement du procédé de fabrication et du traitement thermique : par exemple, la résistivité du graphite isotrope est de l’ordre de $10^{-5} \Omega.m$, alors que le cuivre imprégné de graphite isotrope (utilisé habituellement pour la réalisation de contacts électriques) peut atteindre des valeurs de l’ordre de $10^{-6} \Omega.m$ ([5]). Comparativement, les métaux (par exemple l’argent, le cuivre, l’or et l’aluminium) ont une résistivité inférieure, d’environ $10^{-8} \Omega.m$. Les résines époxydes ont des valeurs de résistivité électrique de l’ordre de $10^{13} \Omega.m$: d’autres non conducteurs sont les verres ($10^{10} - 10^{14} \Omega.m$), le caoutchouc dur (environ $10^{13} \Omega.m$), les résines thermoplastiques (autour $10^{20} \Omega.m$), et le Teflon (jusqu’à $10^{24} \Omega.m$). Un aperçu assez exhaustif concernant les propriétés électriques des polymères des matériaux conducteurs à base de carbone peut être trouvé dans les références ([6]) et ([7]).

Les sollicitations électriques peuvent être statiques (courants continus) ou dynamiques (courants alternatifs) : il est souvent noté que les matériaux isolants ont une conductivité

électrique proportionnelle à la fréquence de la sollicitation, alors que les conducteurs ont une conductivité indépendante de la fréquence (Fig.1).

La Spectroscopie Diélectrique Dynamique (SDD) est une technique de mesure des propriétés diélectriques et de conduction électrique des matériaux, qui permet d'enregistrer les relaxations diélectriques des matériaux polymères et de les caractériser en fonction de la température et de la fréquence. La SDD permet de mesurer – entre autres – la conductivité électrique « réelle » d'un matériau, $\sigma'(\omega)$, exprimée par :

$$\sigma'(\omega) = \sigma(0) + \sigma(\omega) = \sigma_{DC} + \sigma_{AC} \quad (1)$$

où σ_{DC} et σ_{AC} représentent les conductivités électriques associées à un courant continu (DC), à fréquence nulle, et alternatif (AC), respectivement. La Fig.1 – illustrant des exemples de spectres isothermes d'évolution de $\sigma'(\omega)$ pour une résine RTM6, seule et chargée en nanotubes de carbone (NTCs) – montre que $\sigma'(\omega)$, pour un matériau isolant ou quasi-insolant, augmente de façon monotone en fonction de la fréquence du courant électrique et atteint son minimum pour des basses valeurs de fréquence (courant quasi-continu) : en outre les variations de $\sigma'(\omega)$ ne sont pas très grandes sur une plages de valeurs allant d'environ 10^{-1} à 10^3 Hz.

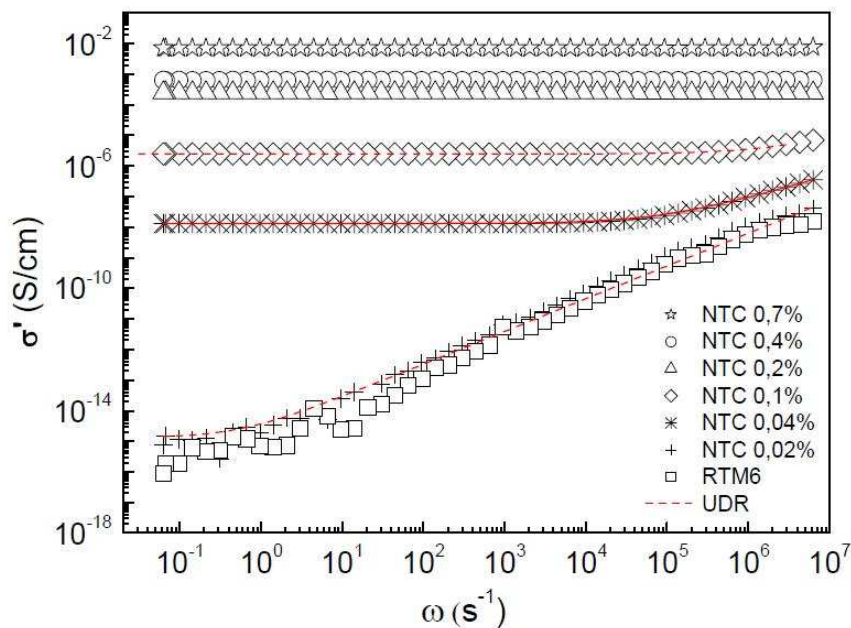


Figure 1 : Partie réelle $\sigma'(\omega)$ de la conductivité électrique d'une matrice époxy RTM6 et des ses composites ([8]).

La conductivité/résistivité électrique d'un matériau composite (mélange) peut être mesurée ou calculée à partir des méthodes d'homogénéisation, qui permettent de déterminer les propriétés effectives d'un milieu hétérogène à partir de celles de ses constituants. Des modèles effectifs d'homogénéisation des propriétés (mécaniques, thermiques, électriques et magnétiques ...) de matériaux composites fibreux ont été présentés et discutés – entre autres – par Hashin ([9]).

Les modèles d'homogénéisation pour les matériaux fortement hétérogènes tels que CFRPs, ont été discutés par Rajinder ([10]), qui a comparé les données expérimentales avec les simulations des modèles avec des résultats globalement satisfaisants.

Les modèles d'homogénéisation sont importants pour calculer – plus ou moins exactement – les propriétés d'un milieu homogène équivalent à partir de la connaissance de la microstructure mais également pour guider la conception et l'optimisation de matériaux ou de structures avec des propriétés données. La « loi des mélanges » représente le modèle d'homogénéisation le plus simple pour estimer les propriétés d'un milieu homogène équivalent, proposant des bornes (inférieures et supérieures) pour la conductivité équivalente du composite, σ_{eq} :

$$\frac{\sigma_f \sigma_m}{\sigma_m V_f + \sigma_f (1 - V_f)} \leq \sigma_{eq} \leq \sigma_f V_f + \sigma_m (1 - V_f) \quad (2)$$

où, σ_f est la conductivité des fibres, σ_m est la conductivité de matrice et V_f est la fraction volumique de fibres. Hashin et Shtrikman ([9]) ont raffiné le calcul de ces bornes en proposant les équations suivantes :

$$\sigma_f + \frac{(1 - V_f)}{\frac{1}{\sigma_m - \sigma_f} + \frac{V_f}{3\sigma_f}} \leq \sigma_{eq} \leq \sigma_m + \frac{V_f}{\frac{1}{\sigma_f - \sigma_m} + \frac{1 - V_f}{3\sigma_m}} \quad (3)$$

La Fig.2 illustre les bornes supérieures et inférieures des conductivités électriques du milieu homogène équivalent, calculées respectivement par la loi des mélanges et le modèle de Hashin et Shtrikman ([9]), en prenant – à titre d'exemple – σ_m égal à 0.2 (S/m) et σ_f égal à 1 (S/m). On peut noter que les courbes de modèle Hashin-Shtrikman sont plus serrées que celles données par la loi des mélanges.

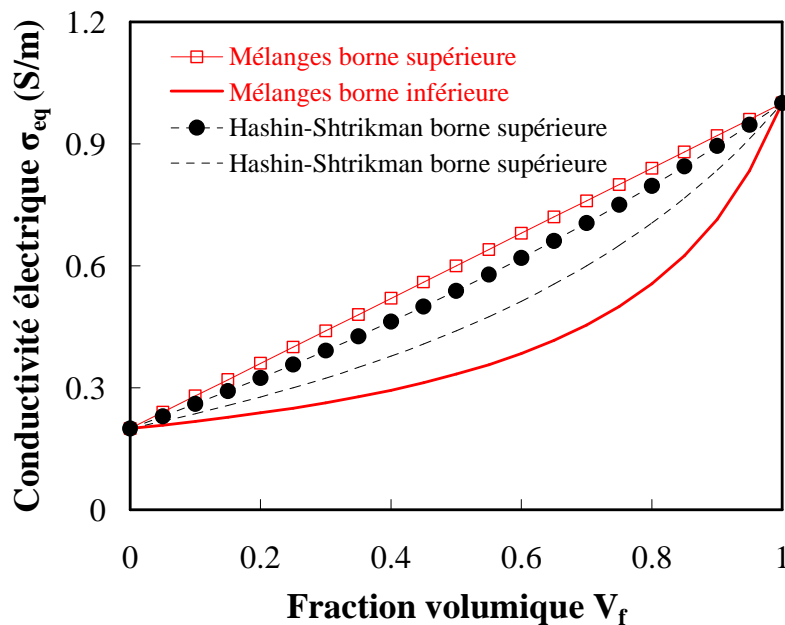


Figure 2 : Conductivité électrique équivalente (bornes supérieure et inférieure) pour un matériau composite homogène équivalent selon la loi des mélanges et le modèle Hashin et Shtrikman ([9]).

Les modèles d'homogénéisation donnent des résultats assez satisfaisants pour des matériaux composites renforcés par des particules conductrices (matériau quasi-isotrope équivalent) ; pour des composites CFRPs à fibres longues, les bornes supérieures et inférieures estiment –

avec une approximation souvent insatisfaisante – respectivement, la conductivité électrique selon la direction des fibres (conductivité longitudinale, σ_L) et la conductivité électrique transverse aux fibres (conductivité transverse, σ_T). Pour une fraction volumique de fibres égale à 0.6 (une valeur typique pour les CFRPs), σ_L et σ_T représentent respectivement, environ 65% et 40% de celle des fibres. Il faut noter que lorsque les valeurs de conductivité électrique de la matrice s'approchent de zéro, les modèles d'homogénéisation prédisent des valeurs de conductivité transverse proches de zéro, indépendamment des valeurs de la fraction volumique de fibres, V_f . Cette situation n'est pas observée expérimentalement : des modèles alternatifs sont alors mis en place pour la prédiction des conductivités transverses de composites à matrice quasi-isolante.

La théorie de la percolation est l'un de ces modèles : il est capable de prédire/illustrer – de façon plus ou moins détaillée, et avec plusieurs niveaux d'approximation – le processus physique de transition d'un état (non conducteur) vers un autre (conducteur) ([11]).

L'article de Lux ([12]), explique de manière assez exhaustive les mécanismes sur lesquels se base l'effet de percolation : la conductivité électrique des mélanges à matrice isolante ou quasi-isolante augmente considérablement et nettement à partir de valeurs assez bien définies de fraction volumique de l'élément conducteur. Ce phénomène peut dépendre de la géométrie et de la répartition des charges conductrices, des interactions charge/matrice et des procédés de fabrication du mélange, en particulier de la dispersion des charges dans la matrice.

Une présentation à la fois simple et raisonnable du phénomène de percolation est la suivante : lorsque les particules ou les charges conductrices ne sont pas en contact (en faibles fraction volumique, mauvaise dispersion), un comportement isolant a tendance à être statistiquement dominant et à caractériser la réponse macroscopique du milieu homogène équivalent ; lorsque les particules/charges entrent en contact, un réseau de percolation est établi, le comportement est globalement conducteur. L'apparition de ce réseau est soudaine, par conséquent l'augmentation de la conductivité électrique du mélange est drastique : la transition a lieu au-delà d'un seuil critique appelé *seuil de percolation*.

D'après les modèles de percolation simples la constante diélectrique, ϵ_{eq} , et la conductivité électrique, σ_{eq} , du milieu homogène équivalent suivent une loi de type puissance et peuvent être exprimées respectivement par les équations suivantes :

$$\epsilon_{eq} = |V_f - V_{sp}|^s \quad (4)$$

et

$$\sigma_{eq} = \sigma_f (V_f - V_{sp})^t \quad (5)$$

où V_{sp} est la fraction volumique de charges au seuil de percolation, s et t sont des exposants critiques, décrivant la fonctionnalité du système composite, souvent identifiés à travers des expériences. Les équations (4) et (5) sont valables pour $V_f > V_{sp}$. Le modèle de percolation est souvent utilisé pour décrire le comportement électrique de matériaux composites à fibre longues (composites renforcé par des fibres carbonées, par exemple), dans la direction transverse aux fibres : dans ce cas V_{sp} doit être identifié à travers des expériences, le paramètre t est souvent considéré constant et égal à 2.

La Fig.3 illustre la conductivité électrique équivalente d'un mélange en fonction de la fraction

volumique de la charge conductrice, selon la théorie de la percolation (avec $t = 2$, $V_{sp} = 0.5$ et $\sigma_f = 1 \text{ S/m}$) : les valeurs de conductivité électrique équivalente d'un milieu composite à matrice quasi-insolante peuvent être très faibles (voire nulles), mais pas pour toutes les valeurs de fraction volumique, ce qui est en accord avec l'observation expérimentale.

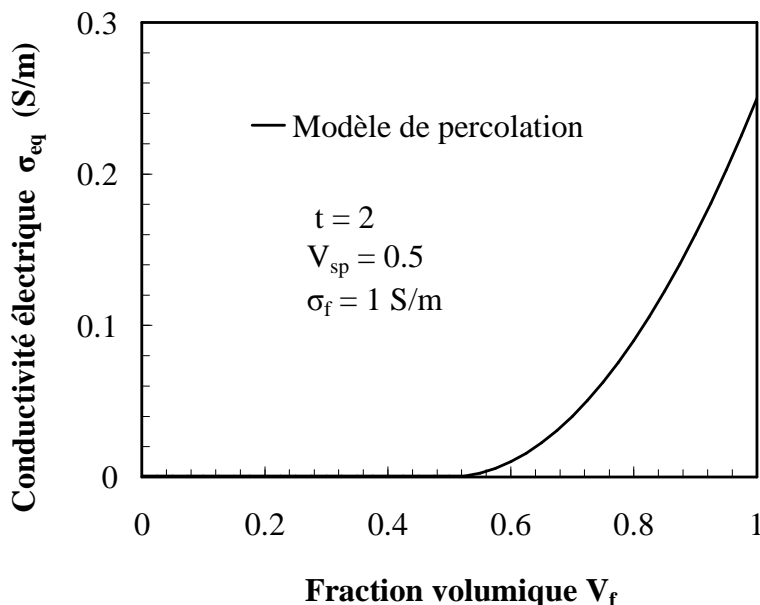


Figure 3 : Conductivité électrique équivalente selon la théorie de la percolation.

Les modèles de percolation, exprimés synthétiquement par les formules (4) et (5), sont supportés – entre autres – par des théories statistiques, géométriques et thermodynamiques, essayent d'expliquer sur une base physique bien fondée le comportement observé : on pourra citer les travaux de Lux et al. ([12]), de Kirkpatrick ([13]), prenant en compte la géométrie des charges conductrices et utilisant la notion de volume libre, et ceux de Flandin ([14]) basées sur des modèles de percolation statistique et donnant un sens physique bien clair aux exposants s et t apparaissant dans les équations (4) et (5). Pour des structures 3D des valeurs de s et t sont d'environ 0.7 et 2 respectivement, ont été calculées en bon accord avec l'expérience ([14]).

Entre les modèles thermodynamiques et physiques de percolation on pourra citer – entre autres – ceux de Miyasaka et al. ([15]), prenant en compte les interactions (forces de van der Waals, forces de Coulomb, forces de contact ...) entre charges et matrice et ceux de Schueler et al. ([16]), exploitant la physique des interactions fondamentales.

La conductivité électrique des CFRPs dépend fortement de l'orientation considérée (elle est donc anisotrope, Fig.4) : la conductivité longitudinale (dans le sens des fibres, σ_L) est généralement élevée et peut être estimée à travers des formules d'homogénéisation relativement simples (lois des mélanges, équation (1), borne supérieure), la conductivité transverse (transverse aux fibres, σ_T) est généralement très faible et peut être calculée à travers les modèles de percolation (équation (5)). La conductivité électrique selon la direction d'épaisseur (σ_E) est souvent du même ordre de grandeur que celle transverse (σ_T) mais peut être fortement affectée par la présence d'interfaces entre plis : souvent l'incertitude sur la dimension et la composition physico-chimique de ces interfaces est à l'origine des incertitudes sur les mesures de σ_E .

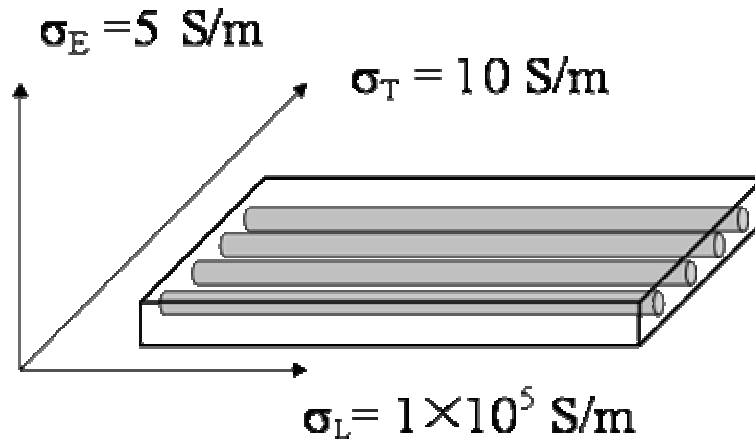


Figure 4 : Conductivité électrique anisotrope de matériaux composites CFRPs unidirectionnels ([17])

Des mesures de conductivité électrique dans des CFRPs unidirectionnels effectuées par Park et al. ([17]) (Fig.4) ont révélé une forte anisotropie de comportement (valeurs de σ_E et σ_T très faibles par rapport à σ_L) montrant en même temps que la conductivité électrique selon l'épaisseur est proche de celle transverse aux fibres : la faible conductivité dans les directions T et E est due aux faibles valeurs de conductivité de la matrice (comportement quasi-isolant).

Les mesures de conductivité électrique anisotrope effectuées par Todoroki et al. ([18]) dans des composites CFRPs unidirectionnels en fonction de la fraction volumique des fibres (Tableau 1) ont permis de mettre en évidence la forte dispersion associée à ces mesures et de corroborer – en moyenne – les prédictions des modèles d'homogénéisation.

Tableau 1 : Conductivité électrique de composites CFRPs unidirectionnels en fonction de la fraction volumique des fibres ([18]).

V_f	σ_L (S/m)	σ_E/σ_L	σ_T/σ_L
0.40	3700	1.8×10^{-4}	1.6×10^{-5}
0.47	4600	1.1×10^{-3}	2.2×10^{-4}
0.62	5500	3.7×10^{-2}	3.8×10^{-3}

Louis et al. ([19]) ont montré que la résistivité électrique selon l'épaisseur de matériaux CFRPs stratifiés (IM6/3501-6 et IM7G (12k) / E7T1-2) peut être fortement affectée par la présence d'interfaces entre couches (qui ont tendance à augmenter la dispersion des mesures) et par la stratification (séquence d'empilement) des plis élémentaires. Cela est partiellement lié au fait que les fibres conductrices ne sont pas parfaitement droites mais légèrement ondulées et – selon le niveau d'ondulation – ont tendance à établir plus ou moins de contacts électriques avec des fibres adjacentes.

Certains auteurs (entres autres [20] et [21]) ont proposé des modèles phénoménologiques fondés sur l'analogie avec les circuits électriques pour prédire les propriétés électriques des matériaux composites à fibres longues. Ces approches semi-empiriques sont alternatives aux méthodes d'homogénéisation classiques et sont souvent capables de capter la complexité du

comportement des CFRPs.

Ces recherches – en particulier les résultats des mesures effectuées par Louis et al. ([19]) – ont ouvert une réflexion concernant les notions de résistivité/conductivité pour les stratifiés composites CFRPs. Celle de résistivité/conductivité est une notion applicable à des milieux statistiquement homogènes et souvent difficilement extensibles à des milieux fortement hétérogènes et anisotropes telles que les CFRPs : par exemple, la grande variabilité des valeurs de fraction volumique, l'ondulation des fibres dans un pli élémentaire, la présence de couches de résine (souvent épaisses et souvent elles mêmes hétérogènes car chargées avec des nodules conducteurs) aux interplis et à la surface externe des stratifiés (« baves de matrice » conséquence du procédé de fabrication), la présence de formes d'endommagement très localisées (en particulier délaminage entre plis) rendent la notion de résistivité/conductivité parfois douteuse pour un stratifié composite. A cause de cette variabilité, les échantillons composites utilisés pour les mesures de résistivité/conductivité risquent souvent de ne pas être réellement représentatifs du comportement intrinsèque du matériau : il est dans ces cas plus judicieux de parler de résistance de la « structure », conçue comme la différence de potentiel électrique mesurée suite à l'application d'un courant électrique. Des mesures de changement de résistance électrique ont été employées pour le suivi de l'état d'endommagement de structures (principalement des plaques) stratifiées composites soumises à des charges monotones ou de fatigue ([22–29]).

Ces méthodes sont en quelque sorte alternative aux techniques non destructives plus classiques mais plus coûteuses et plus difficiles à mettre en place, telles que, par exemple, la radiographie X ou la thermographie infrarouge ([30], [31]).

Il s'agit de techniques prometteuses bien que le lien entre variation de résistance mesurée et endommagement (type, intensité) soit souvent difficile à établir et nécessite l'appui de simulations numériques relativement complexes ([27]). Park et Okabe et al. ([32]), Xia et al. ([33], [34]), Sevkate et al. ([35]), ont expliqué de façon assez exhaustive le lien entre variation de résistance électrique, déformation et endommagement (une forme de couplage « électromécanique ») pour des matériaux composites unidirectionnels sous chargement de traction uniaxiale : dans ce cas la rupture des fibres représente le principal mécanisme d'endommagement de la structure composite et peut être raisonnablement simulé en utilisant une approche de type Weibull.

La Fig.5 présente – à titre d'exemple – la relation entre la variation de résistance électrique (%) et la déformation appliquée proposée par Park et al. ([32]) pour un composite unidirectionnel sous traction monotone uniaxiale : cette relation prend en compte les phénomènes d'endommagement (rupture de fibres) ayant lieu pendant le chargement. Les équations du modèle ainsi que tous les paramètres de la simulation illustrative de Fig. 5 peuvent être trouvés dans la référence ([32]) : les principaux ingrédients de cette modélisation sont la rigidité et la résistance mécanique des fibres, cette dernière décrite par un modèle probabiliste de type Weibull.

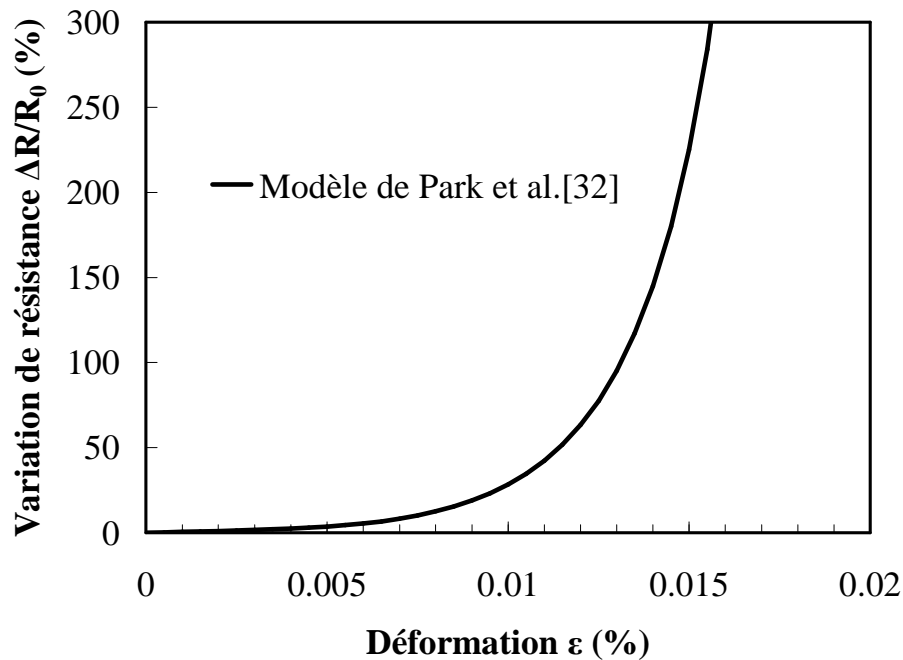


Figure 5 : Variation de résistance électrique en fonction de la déformation appliquée (et de la rupture des fibres) selon le modèle de Park et al. ([32]). Les équations du modèle ainsi que les paramètres de la simulation peuvent être trouvés dans la référence ([32]).

D'après la Fig.5 dans la première phase de chargement (jusqu'à environ $\epsilon \leq 0.006$) l'augmentation de la résistance électrique est principalement due à la déformation mécanique de l'échantillon (effet Jauge) : la rupture des fibres (progressive) entraîne dans la deuxième phase de chargement ($\epsilon > 0.006$) une variation assez brusque de la résistance électrique. Les changements de résistance électriques sont monotones, jusqu'à rupture.

La modélisation de Park et al. ([32]) est basée sur l'hypothèse que le courant circule principalement dans les fibres, conçues comme des « fils électriques conducteurs » : la rupture des fibres entraîne la perte du contact électrique par « rupture des fils ». La complexité des chemins de conduction et des mécanismes d'endommagement (fissuration matricielle, délaminage) ayant lieu dans une structure composite font en sorte que ces modèles sont difficilement applicables à des cas réels : dans ces cas, d'autres types modélisations – plus complexes (par exemple, modèles éléments finis) – doivent être utilisés.

1.1.2 Couplage thermoélectrique

Le couplage thermoélectrique représente et décrit l'interaction entre les champs thermiques et les champs électriques : ce couplage peut être « indirect » – dans ce cas les coefficients/paramètres des équations gouvernant un des deux champs sont affectés par l'autre et vice-versa – ou « direct » – dans ce cas les équations gouvernant les deux champs sont fortement couplées. Il n'est pas toujours possible de faire une distinction entre couplages directs et indirects et – en tout cas – cette distinction dépend de la façon dont les équations de la thermoélectricité sont formulées. L'approche thermoélectrique que nous proposons sera détaillée dans le Chapitre V.

Le couplage « indirect » dans les matériaux composites a été observé – entre autres – dans [36-39].

Des mesures de résistivité longitudinale ont été effectuées sur les fibres de carbone à différentes températures. Généralement ([36]) une dépendance de la résistance électrique des échantillons composites de la température de la forme :

$$R = R_0 (1 + \gamma \Delta T) \quad (6)$$

est proposée, où R_0 est la résistance électrique à une température de référence (T_0), ΔT la différence de température et γ est un coefficient phénoménologique dépendant du matériau et du type d'échantillon.

En effet, lorsque la température d'un conducteur augmente, l'agitation des atomes s'accroît, le nombre de collisions entre les électrons et les atomes se multiplie limitant le déplacement des électrons, la valeur du coefficient est alors positive. Pour les semi conducteurs c'est plutôt le contraire : la conductivité électrique a tendance à s'accroître faiblement avec la température, le coefficient est dans ce cas négatif (ce que la littérature anglosaxonne qualifie de « négative température coefficient », $\gamma = 4.32 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ dans ([40]). Gillet et al. ([40]) ont mesuré directement la résistivité des fibres de carbone en fonction de la température, mesurant une variation d'environ 5% sur une plage de comprise entre -60°C et 60°C .

Il a été montré par certains auteurs (Fig.6 [41]) que – lorsque un matériau composite est soumis à plusieurs boucles de montée en température et de refroidissement (cyclage thermique) – la conductivité électrique des composites subit un effet « d'hystérésis » et tend à devenir de moins en moins dépendante de la température. Lorsque l'effet de la température sur la résistivité est mesuré sur des échantillons composites (comme dans [40]) – le passage de courant engendrant un échauffement diffus de l'échantillon et son expansion thermique anisotrope – il n'est pas toujours facile de séparer la part de ΔR dérivant de la variation de résistivité électrique du matériau de celle associée à l'expansion thermique des échantillons.

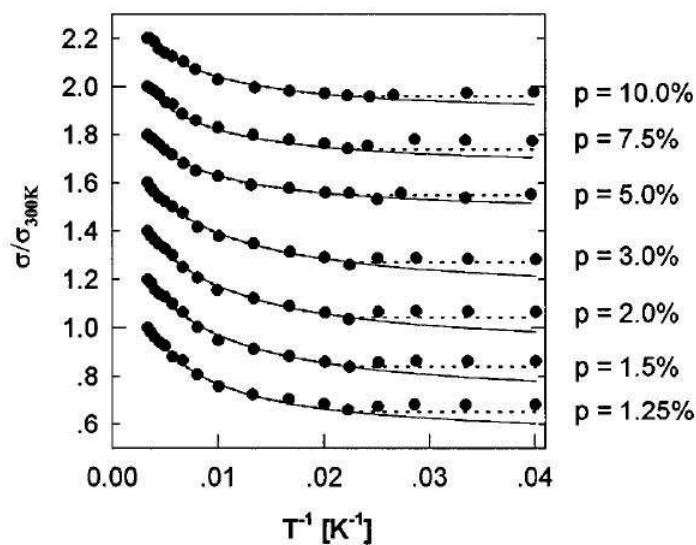


Figure 6 : Conductivité électrique en fonction de la température pour un matériau CFRPs ([41]).

En ce qui concerne le couplage « direct », certains auteurs ([40, 41]) ont mesuré un effet Seebeck (différence de potentiel électrique induite par un gradient de température) dans des matériaux composites à matrice béton renforcé par des fibres de carbone, mais pas dans des CFRPs.

Des champs magnétiques alternatifs peuvent induire des courants parasites de Foucault, qui peuvent à leur tour générer des phénomènes d'échauffement « par effet Joule » dans les conducteurs ou d'hystérésis diélectrique dans les non-conducteurs. Dans les CFRPs ces phénomènes ont été observés par Yarlagadda et al. ([42]) mais seulement pour des valeurs élevées des champs magnétiques injectés.

Des phénomènes d'échauffement par induction dans les CFRPs ont été également observés par Shridhar et al. ([43]). L'effet Joule dans les CFRPs a été observé – entre autres – dans les références [44] et [45].

L'effet Joule consiste en l'échauffement provoqué par la dissipation de puissance qui a lieu dans une résistance électrique traversée par un courant électrique d'intensité donnée – valeur constante si le courant est continu, valeur efficace s'il est alternatif. La puissance dissipée (ou sa densité, sa valeur par unité de volume) est intégrée directement dans l'équation de la chaleur en tant que terme source. Plus de détails sur l'effet Joule, incluant sa généralisation au cas tridimensionnel et anisotrope, seront fournis dans le Chapitre V.

Les phénomènes d'échauffement provoqués par des courants continus de forte intensité sur des plaques composites CFRPs (carbone/époxy) (32 plis, 152.4 mm× 152.4 mm× 4.5mm) ont été étudiés par Sierakowski et al. ([44,45]) : des élévations de température de 36°C et de 70°C ont été mesurées, respectivement, sur la surface d'échantillons unidirectionnels et croisés soumis à des courants continus de 25A et 50A pendant des durées relativement longues (environ 30 et 35 minutes, respectivement). Pour des stratifiés minces (8 plis, épaisseur d'environ 1.4mm) Gigliotti et al. ([46]) ont observé – en surface d'éprouvettes – des élévations de température plus importantes, égales à environ 70°C pour des stratifiés unidirectionnels, environ 180°C pour des stratifiés quasi-isotropes.

L'étude du couplage thermoélectrique ne peut pas négliger les phénomènes de conduction thermique ayant lieu dans le matériau ([46]) et les échanges convectifs entre le matériau solide et son environnement. Une vaste littérature existe à ce sujet, en particulier en ce qui concerne le transfert de chaleur par convection naturelle pour une plaque verticale dans un écoulement laminaire ([47-53]), ces aspects seront approfondis dans le Chapitre V.

1.1.3 Principaux résultats obtenus par le DPMM–ENSMA dans le cadre du programme de recherche FNRAE-VICOMTHE

Cette partie synthétise les principaux résultats obtenus par le Département Physique et Mécanique des Matériaux (DPMM), de l'Institut Pprime de l'ISAE – ENSMA dans le cadre du programme de recherche FNRAE-VICOMTHE (2008–2010). Plus de détails sur ces activités peuvent être trouvés dans les références [46], [54-56].

L'objectif du programme était de caractériser le couplage thermo-électro-mécanique dans des plaques composites CFRPs minces (épaisseur 1.4 mm) et en particulier d'estimer les élévations de température suite au passage de courants électriques de niveau intermédiaire (jusqu'à 10A,

1000Hz).

Dans le cadre de cette activité, des éprouvettes CFRPs (200 mm × 20 mm × 1.4 mm) UD [0]₈ et QI [45/90/-45/0]_s ont été découpées à partir de plaques composites et métallisées aux extrémités en utilisant le procédé de métallisation Prodec, consistant en un polissage chimique/mécanique des extrémités et en un processus d'électrodéposition d'une couche de cuivre d'épaisseur 50 μm (Fig.7a) : elles sont ensuite soumises à des courants électriques continus et alternatifs (jusqu'à 10 A, 1000 h) délivrés par un générateur de courant VP Electronique hautement stabilisé (Fig.7b) à travers un cadre isolant spécifiquement conçu (Fig.7c), permettant de maintenir les éprouvettes en position verticale.

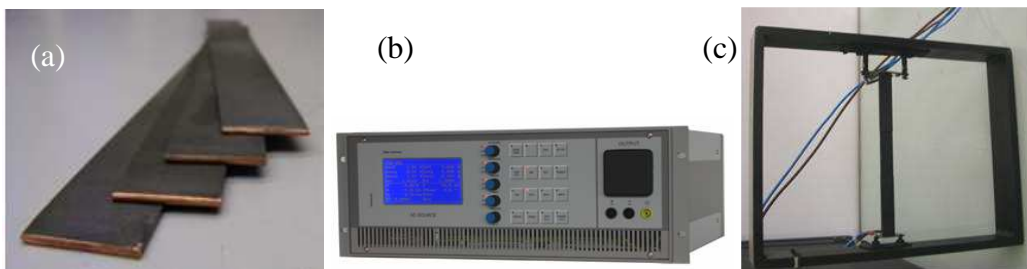
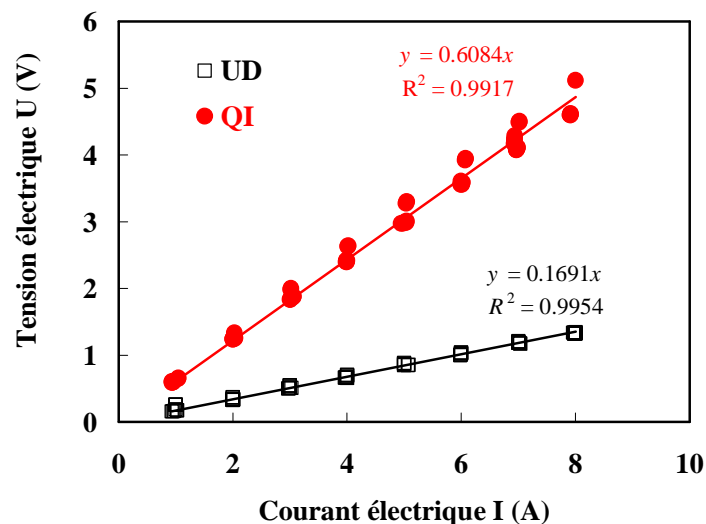
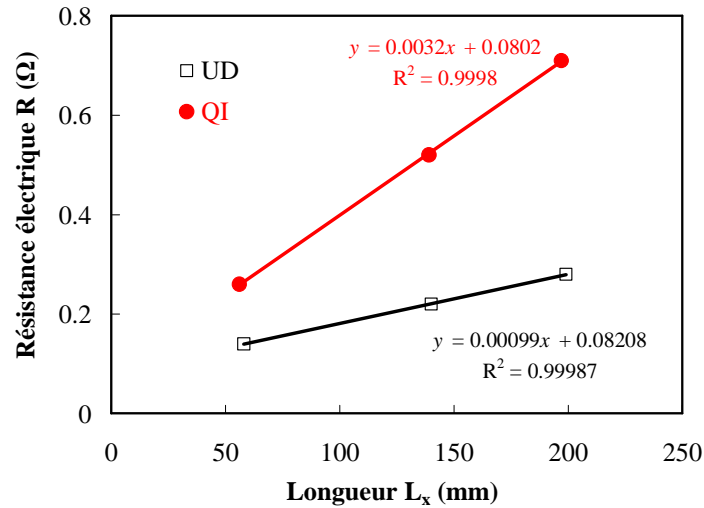


Figure 7 : (a) Eprouvettes CFRPs métallisées aux extrémités (procédé Prodec Metal) ; (b) générateur de courant ; (c) cadre isolant spécifiquement conçu pour les essais thermoélectriques [54].

Pendant la campagne d'essais thermoélectriques, des mesures de différence de potentiel électrique entre les extrémités des éprouvettes (tension électrique) en fonction du courant électrique continu injecté (Fig.8a) et des résistances électriques d'échantillons de différentes longueurs (Fig.8b) ont été effectuées.



(a)



(b)

Figure 8 : (a) Tension électrique mesurée entre les extrémités d'éprouvettes UD et QI en fonction du courant électrique injecté ; (b) résistance électrique d'éprouvettes UD et QI de différentes longueurs [46].

Les mesures de Fig.8 (b) ont permis d'établir que la résistance totale des éprouvettes, R_{tot} , peut s'écrire comme la somme d'une résistance de contact, R_c – dépendant de la nature du contact électrique et des électrodes en cuivre aux extrémités des éprouvettes – et une résistance intrinsèque des échantillons, R_s , qui est fonction de la résistivité des fibres :

$$R_{tot} = R_s + R_c = \rho_f \frac{L_x}{eL_y V_f} + R_c \quad (7)$$

La mesure de R_c est représentée par la valeur de R_{tot} en $L_x = 0$, soit – pour les deux échantillons (UD et QI) – par l'intersection des courbes en (Fig.8b) avec l'axe des ordonnées : dans ce cas $R_c = 0.08 \Omega$, valeur relativement basse qui explique l'absence d'échauffement localisé à proximité des extrémités.

La valeur de résistivité des fibres identifiée à partir de l'équation (7) est de $1.3 \times 10^{-5} \Omega.m$, pour les deux échantillons (UD et QI), valeur cohérente avec la résistivité électrique des fibres de carbone, ce qui laisse conclure que – pour ce type d'éprouvettes et d'électrodes – le courant électrique circule principalement dans les fibres de carbone. Les mesures de (Fig.8a) ont permis conclure – pour le matériau de l'étude – une faible dépendance de la résistance électrique à la température.

L'échauffement induit par le passage de courant électrique (effet Joule) a été estimé à travers des mesures des champs de température (intensité, gradients) par thermographie infrarouge sur la surface d'éprouvettes UD et QI (Fig.9) : pour un courant de 8A la température moyenne mesurée est d'environ 90°C pour les éprouvettes UD et d'environ 220 °C pour les QI. Des modèles thermoélectriques couplés numériques (ABAQUS), et analytiques simplifiés ont été mis en place pour l'interprétation des essais en particulier dans le régime transitoire. Ces modèles ont servi – entre autre – pour la conception d'essais optimaux de fatigue électromécanique.

Les (Fig.9a) et (Fig.9b) montrent l'évolution de la température de trois points (respectivement 1, 2 et 3 dans la figure) sur la surface d'éprouvettes UD et QI de longueur $L_x = 200$ mm, aux cours du temps pour différentes valeurs du courant continu injecté, par paliers de 1A, jusqu'à 8A. Les trois points sont alignés sur l'axe de l'éprouvette : le point 1 est situé au centre de l'éprouvette, les points 2 et 3 sont situés à une distance d'environ 37mm du centre.

Pour chaque valeur du courant électrique injecté la température suit une évolution transitoire jusqu'à atteindre un état thermique stationnaire, correspondant à l'équilibre entre la puissance thermique dissipée par effet Joule et les puissances thermiques échangées avec l'environnement par convection naturelle et par rayonnement.

Les températures mesurées aux points 1, 2 et 3 sont très proches, le champ de température sur la surface de l'échantillon est approximativement uniforme : la température maximale est mesurée systématiquement au point 2 (le point situé le plus en haut) à cause des phénomènes de convection ayant lieu dans une plaque placée verticalement.

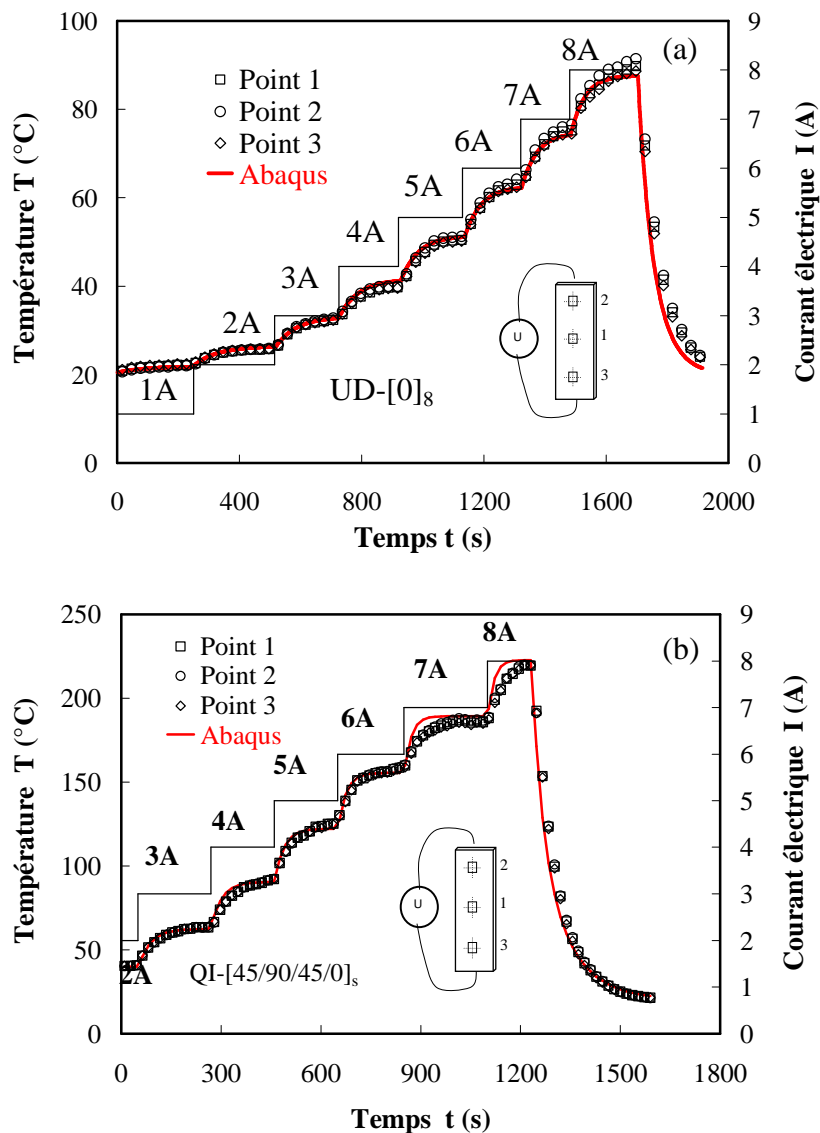


Figure 9 : Evolution de la température de trois points situés sur la surface d'éprouvettes aux cours du temps pour différentes valeurs du courant électrique continu injecté : (a) éprouvettes UD ; (b) éprouvettes QI [46][54].

Des essais de vieillissement humide, électrique et mécanique (fatigue électro-mécanique) ont été conduits sur des éprouvettes QI. Le vieillissement humide a été réalisé à travers le maintien d'éprouvettes QI préalablement séchées dans un environnement à 80 °C et 95% HR pendant plus de 3000h ; le vieillissement électrique a été réalisée en injectant un courant électrique continu et alternatif (d'intensité 6A) pendant 1000h. Le Tableau 2 présente les résistances électriques (moyennes) mesurées sur les éprouvettes après vieillissement : la variation relative de résistance par rapport à la référence (éprouvette vierge) est inférieure au 2%, ces conditions de vieillissement n'affectent pas les résistances électriques des éprouvettes et donc n'ont a priori aucun effet sur leur niveau d'échauffement suite à un passage de courant. Si on effectue la comparaison sur le paramètre intrinsèque identifié ρ_f , la résistivité des fibres, qui permet d'éliminer les dimensions géométriques des éprouvettes, les différences relatives entre les différents cas sont inférieures à 1%.

Tableau 2 : Résistance électrique mesurée sur éprouvettes QI vierges vieilles humides (80 °C, 95% HR pendant 3000h) et vieilles électriques (6A DC/AC 900Hz pendant 1000h)[55].

	R (Ω)	ΔR (%)
QI (Vierge)	0.6084	—
QI (Humide)	0.6078	- 0.10
QI (DC 6A)	0.5983	- 1.66
QI (AC 6A)	0.5978	- 1.74

Des essais de fatigue électro-mécanique ont été effectués en injectant le courant électrique dans l'éprouvette simultanément au cyclage mécanique, à travers un montage spécifiquement conçu (Fig.10).

La Fig.10 montre les moyens expérimentaux mis en œuvre pour la réalisation des essais de fatigue électromécanique. Une machine de traction Instron 1251 ($F_{\max} = 100$ kN) a été utilisée pour permettre le passage de courant pendant le cyclage mécanique (Fig.10a), équipée avec des mors spécifiques isolants électriquement (Fig.10b) et une pièce d'adaptation (Fig.10c) pour l'injection du courant et le maintien du contact électrique pendant l'essai : ces pièces d'adaptation sont réalisées avec un matériau hautement conducteur, montées directement entre les mors et assurent le contact mécanique et électrique grâce à la forme de ressort, permettant de s'adapter aux sollicitations imposées.

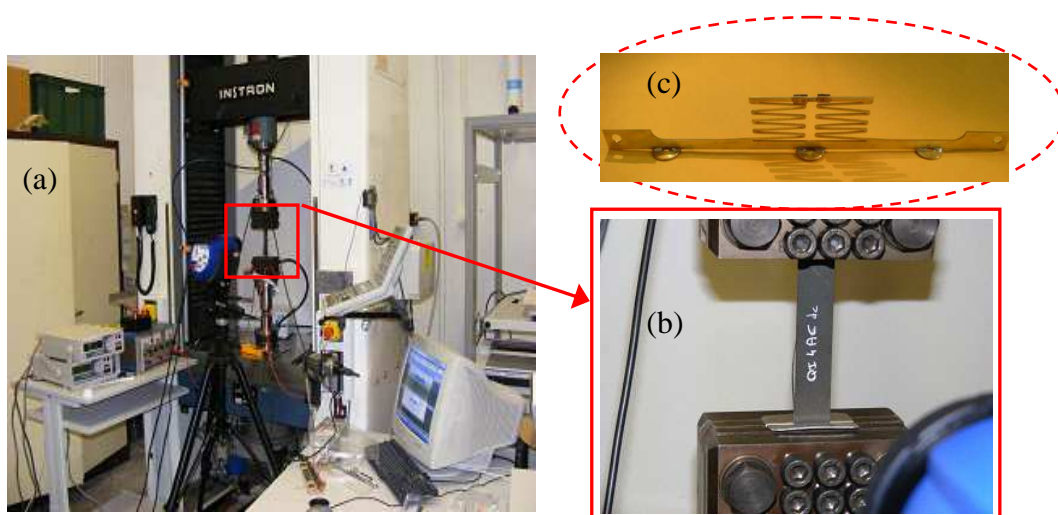


Figure 10 : Montage pour les essais de fatigue électro-mécanique : (a) machine de fatigue Instron 1251 ; (b) mors adaptés pour le passage de courant électrique ; (c) pièces d'adaptation [55][56].

Le Tableau 3 résume synthétiquement ces résultats, montrant que – nonobstant la dispersion des mesures – la valeur moyenne du nombre de cycles à rupture (pour une condition mécanique donnée) est affectée par le courant injecté dans les éprouvettes électrifiées.

Tableau 3 : Valeur moyenne, N_f , et dispersion (écart type) du nombre de cycles à rupture pour différentes conditions testées (fatigue électro-mécanique) [55][56].

Condition d'essai	$\overline{N_r}$
0 A	33 261
3 A DC	58 500
6 A DC	18 740
6 A AC 300 Hz	7 602
6 A AC 900 Hz	6 794

Pour interpréter correctement ces résultats, il est important de rappeler que des courants électriques de 3A et 6A induisent, respectivement, des élévations de température d'environ 60°C et 150°C pour des puissances dissipées d'environ 6W et 25W : la température a un effet important sur la durée de vie des éprouvettes.

Il a été montré ([56]) que les mécanismes de dégradation ayant lieu dans les éprouvettes soumises simultanément aux effets de la fatigue mécanique et du passage de courant ne sont pas différents de ceux des éprouvettes non électrifiées : en d'autres termes le passage de courant pendant le cyclage mécanique accélère (via la température) les cinétiques d'endommagement sans les modifier significativement.

1.2 Emploi de NanoTubes de Carbone (NTCs) pour l'amélioration des propriétés thermoélectriques des matériaux et des stratifiés composites

1.2.1 Généralités sur les NTCs

Le graphite est une espèce minérale constituée par des atomes de carbone arrangés en une structure hexagonale où chaque atome est lié à trois autres : il s'agit d'un bon conducteur (d'électricité et de chaleur), stable à température ambiante et à pression atmosphérique ; ses plans – dits « plans graphènes » – n'interagissent entre eux que par des forces de van der Waals attractives. La Fullerène est un nom générique donné à une molécule de carbone de forme sphérique, découverte en 1985 par Richard Smalley, Harold Kroto et Robert Curl [57] (prix Nobel de Chimie en 1996).

Dans l'histoire des NTCs, une date déterminante est certainement 1976 : en cette année Morinobu Endo synthétise des NTCs à partir de la décomposition du benzène, il les appellera « fibres de carbone ». En 1991 Iijima ([58]) dévoile ses observations de NTCs au TEM à haute résolution : il appelle d'abord ces structures « microtubules » puis – sous l'influence de la communauté scientifique – ces tubes prennent finalement le nom de nanotubes de carbone : ces structures étaient préparées en utilisant une technique de décharge par arc électrique ([59]).

Avec le Fullerène, les NTCs représentent une des formes allotropiques du carbone : la structure d'un NTC consiste en un enroulement d'une feuille de graphène autour d'elle-même, les observations TEM révèlent que certains tubes peuvent éventuellement être fermés à leurs extrémités par des « demi-fullerènes ». Généralement, deux types de nanostructures existent (Fig.11) : les « monoparois », ou monofeuillets, indiqués par la littérature anglo-saxonne par l'acronyme SWNT (Single Walled Carbon Nanotubes) et les « multiparois », ou multifeuillets, des assemblages concentriques de monofeuillets, MWNT (Multi Walled Carbon Nanotubes).

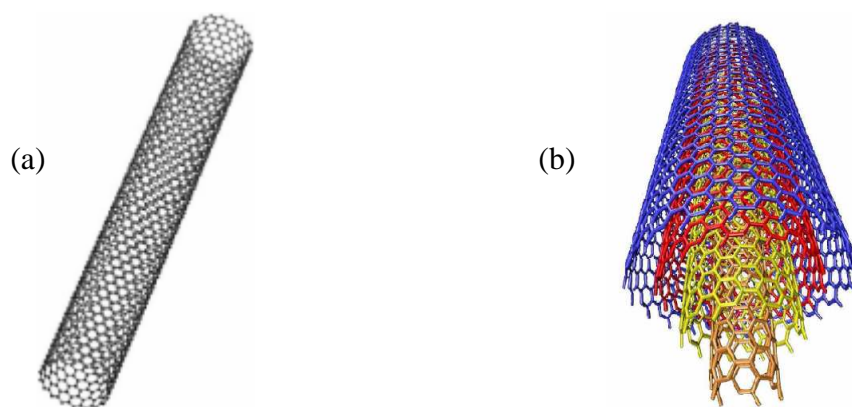


Figure 11 : NTCs « monoparoi » (a) et « muliparoi » (b) ([60]).

Une structure « monoparoi » peut être de type « zigzag » (axe du tube perpendiculaire à deux côtés opposés de l'hexagone), « armchair » (axe du tube parallèle à deux côtés opposés de l'hexagone) ou « chiral », comme illustré schématiquement dans la Fig.12.

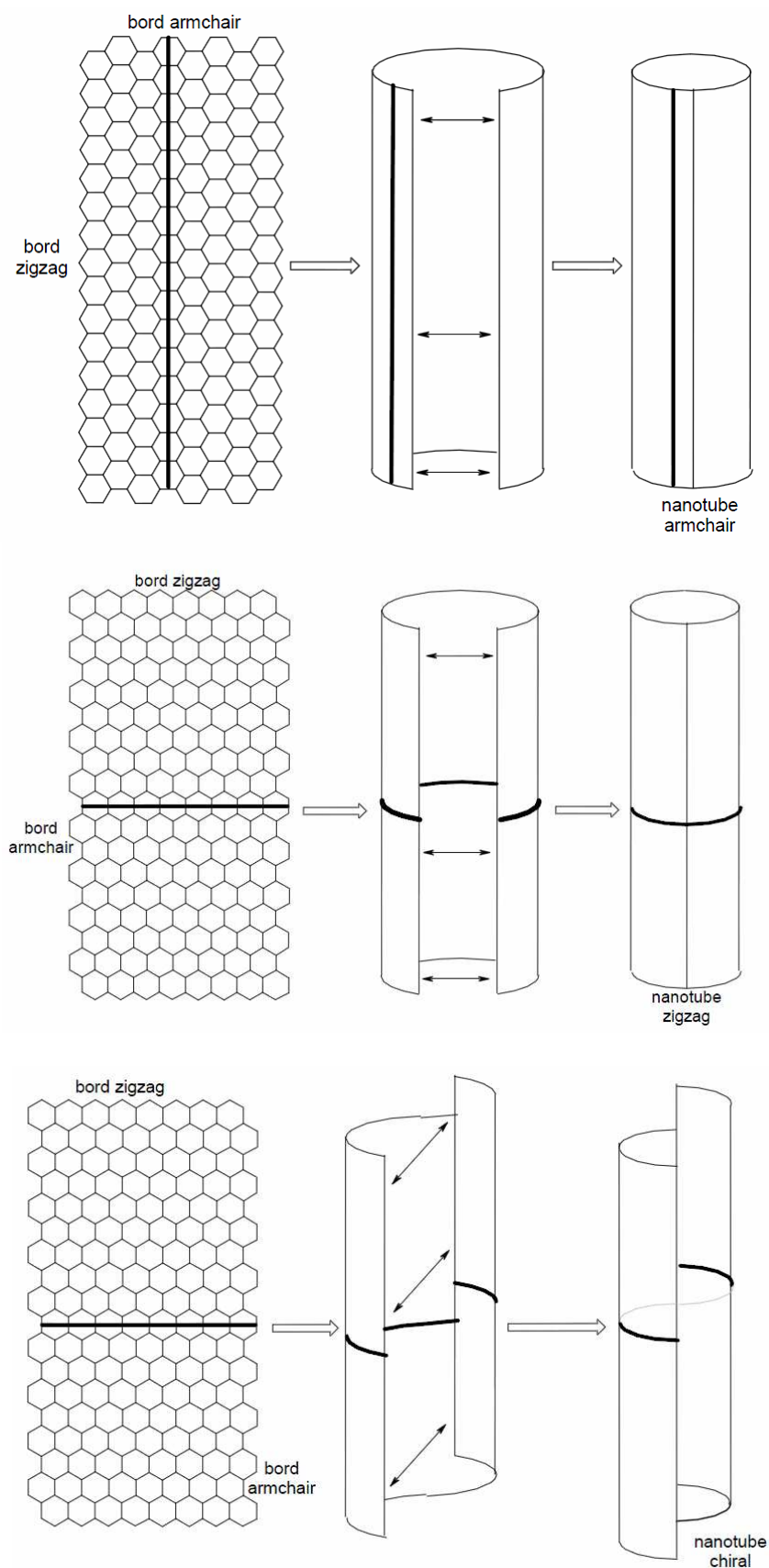


Figure 12 : Repliage de feuillets graphène pour former des structures « zigzag » (a), « armchair » (b) ou « chiral » (c) ([61])

Les nanotubes « multiparois » sont constitués de plusieurs tubes concentriques n'ayant pas la même chiralité et s'organisent en faisceaux compacts de tubes parallèles, dont la cohésion est assurée par les forces de van der Waals ([62]). La distance entre les couches dans les MWNTs est de l'ordre de 3 – 4 Å, ce qui est proche de la distance inter plans dans le graphite. Les nanotubes multicouches ont un diamètre variant avec le nombre de feuillets : entre 2 et 25 nm, pour une longueur allant de 20 à 80 µm.

Les différentes techniques et conditions de mise en œuvre, ainsi que les différentes formes des NTCs, jouent un rôle essentiel sur les propriétés physiques et mécaniques de NTCs. Les propriétés de deux types de NTCs (SWNT et MWNT) – extraites des références [63] et [64] – sont présentées dans le tableau 4 : il s'agit de propriétés tout à fait exceptionnelles, si comparées à celles de l'acier, par exemple.

Tableau 4 : Propriétés électriques et mécaniques de NTCs [63] [64].

Matériaux	SWNT	MWNT	Acier
Module Young E (GPa)	1 054	1 200	208
Contrainte rupture σ_R (GPa)	150	150	0.4
Densité ρ (g/cm ³)	0.8	1.8–2.6	7.8
Conductivité thermique λ (W/mK)	3 000 – 6 000		46
Conductivité électrique σ (S/m)	$10^5 - 10^7$		6×10^6

L'intégration des NTCs dans les matrices polymères ou céramiques peut donner lieu à une nouvelle génération de matériaux, les « matériaux multifonctionnels ou multi-matériaux » et, en règle générale – on doit faire une distinction entre :

- nanocomposites : composites à matrice polymère chargée de nanotubes de carbone (ou autres particules ayant une dimension nanométrique),
- composites classiques : composites à fibres courtes ou longues, n'ayant pas des dimensions nanométriques ([65]).

Pour l'intégration de nanotubes dans les composites, trois techniques peuvent être identifiées [66] :

- les NTCs sont additionnés à la matrice qui vient ensuite imprégner les fibres,
- les NTCs sont accrochés aux fibres et puis l'ensemble est imprégné par la matrice,
- les NTCs sont ajoutés aux composites à fibres longues déjà imprégnées de matrice.

Les deux premières méthodes sont les plus souvent utilisées.

1.2.2 Nanocomposites constitués par un mélange résine/NTCs et composites associés

Les nanotubes de carbone ont été intégrés dans différents types de polymères : thermoplastiques, thermodurcissables ou encore mixtes. La Fig.13 montre le procédé d'élaboration le plus utilisé : les NTCs sont d'abord additionnés à la matrice, le mélange vient ensuite imprégner les fibres.

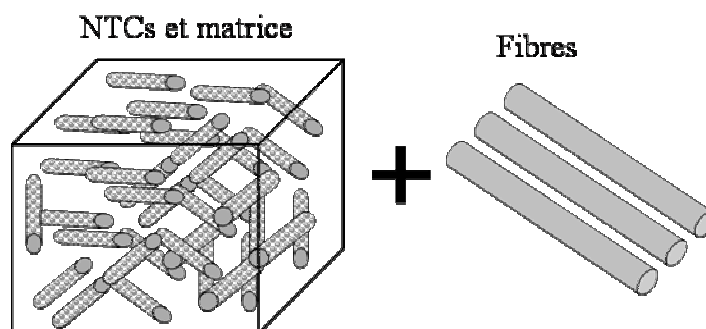


Figure 13 : Les matériaux composites chargés en NTCs peuvent être obtenus en intégrant d'abord les NTCs dans la résine, puis en imprégnant les fibres de ce mélange (illustration schématique).

Le procédé d'élaboration consistant en l'intégration des NTCs dans la matrice et la successive imprégnation des fibres est le plus utilisé, car il est facile à mettre en œuvre et les nanotubes de carbone peuvent être stockés dans la matrice en suspension. En ligne générale, la dispersion des NTCs dans la matrice peut être correctement contrôlée, quoique cela présente souvent des difficultés d'ordre pratique non négligeables liées à la viscosité de la résine. L'imprégnation des fibres peut se faire en utilisant le procédé RTM (Resin Transfer Molding), éventuellement assisté par le vide (VARTM) : avec ce procédé, le taux de fibres est relativement faible (au maximum 50%), en effet, la perméabilité des fibres longues aux NTCs agit comme un facteur défavorable à la pénétration des NTCs dans la totalité du volume de la pièce composite.

Le mélange NTCs/résine peut constituer une nouvelle matrice (matrice chargée, souvent indiquée comme « nanocomposite ») aux propriétés physiques et mécaniques intéressantes et être utilisé pour la réalisation de matériaux et stratifiés composites. Les propriétés électriques de matrices polymères ou céramiques, notoirement extrêmement faibles, peuvent être améliorées par des charges de NTCs (la conductivité électrique des NTCs individuels est de l'ordre de $10^5 - 10^7$ S/m, combinée avec leur rapport de forme très élevé – rapport longueur sur diamètre $l/d \approx 10^3$ et très basse densité) : en outre, les propriétés mécaniques (résistance à la traction, module de rigidité, contrainte à rupture) du mélange peuvent être globalement supérieures à celles de la matrice de départ. Les différentes techniques et conditions de mise en œuvre des NTCs, ainsi que leur topologie et leur structure, jouent un rôle sur les propriétés du mélange ([67]). Il a été démontré qu'une bonne dispersion des NTCs dans les matrices thermodurcissables permet d'atteindre des bonnes valeurs de conductivité électrique, même pour des fractions volumiques inférieures à 1%.

Il existe des nombreux procédés de dispersion des NTCs, selon l'état et le type du polymère : le mélange peut se faire avec le polymère à l'état fondu, ou à l'état liquide à basse viscosité, ou par

suspension dans une matrice (par exemple, polymère) dissoute dans un solvant, cette dernière méthode est notamment utilisée pour l'élaboration des élastomères. En général, les nanotubes sont d'abord traités par un procédé de Dépôt Chimique en phase Vapeur (CVD – Chemical Vapeur Deposition), puis dispersés dans la matrice et maintenus à une certaine température pendant quelques heures ([68], [69]).

La conductivité électrique des nanocomposites dépend fortement de la fraction de la phase conductrice. La Fig.14 illustre des mesures de conductivité électrique obtenues par Spectrométrie Diélectrique Dynamique (carrés) et par mesure directe (cercles). La variation de la conductivité électrique en fonction du taux de charges conductrice n'est pas linéaire : pour des faibles fractions volumiques, la conductivité reste très proche de celle de la matrice, lorsque le seuil de percolation est atteint, la conductivité augmente de façon drastique de plusieurs ordres de grandeur ; ce phénomène est bien connu et peut être raisonnablement expliqué par la théorie de la percolation. Pour des nanocomposites contenant des NTCs de type MWNTCs correctement dispersés le seuil de percolation peut être très faible, de l'ordre de 0.0025 wt% : toutefois, le seuil de percolation électrique est sensible à la forme géométrique de la phase conductrice, des tailles réduites et des grands rapports d'aspect favorisent généralement l'abaissement du seuil de percolation. Des mesures de conductivité électrique effectuées en utilisant des courants électriques continus ou alternatifs, à température ambiante, montrent que le seuil de percolation se situe environ à 0.04% de NTCs en masse (soit 0.025% en volume) ([71]). Au delà du seuil de percolation, la conductivité n'évolue pas beaucoup avec le taux de charges.

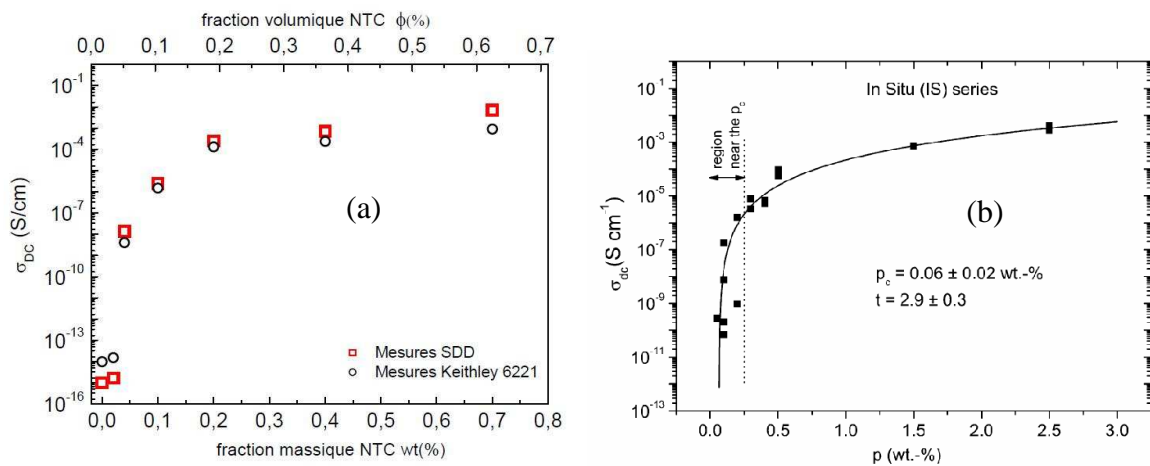


Figure 14 : (a) Conductivité électrique mesurée en fonction de la concentration massique et volumique de charges ([70]) ; (b) conductivité électrique et les prédictions d'un modèle de percolation ([71]).

La conductivité électrique d'un réseau de nanotubes dépend fortement de la morphologie du réseau et du nombre de points de contact entre les nanotubes. L'augmentation du rapport d'aspect des nanotubes tend à réduire le seuil de percolation et, pour des nanotubes droits et ondulés, la relation entre le seuil de percolation et le rapport d'aspect est approximativement logarithmique linéaire (Fig.15, [72]).

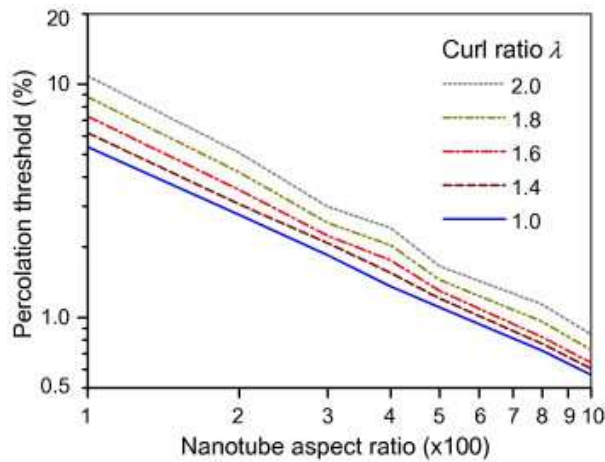


Figure 15 : Seuil de percolation en fonction du rapport d'aspect pour des nanocomposites (mélange NTCs/époxy) de forme différente ([72]).

A partir de mesures de résistance électrique dans le sens de l'épaisseur sur des feuilles de matrice zéolite chargée en nanotubes (dimension : 4Å), Tang et al. ([73]) ont pu identifier des phénomènes de super conductivité, à très basse température (à 0.445K la conductivité mesurée est de l'ordre de 320 S/cm, Fig.16) : ces mesures ont servi pour alimenter un modèle théorique et pour identifier les mécanismes physiques fondamentaux gouvernant la conductivité des réseaux de nanotubes.

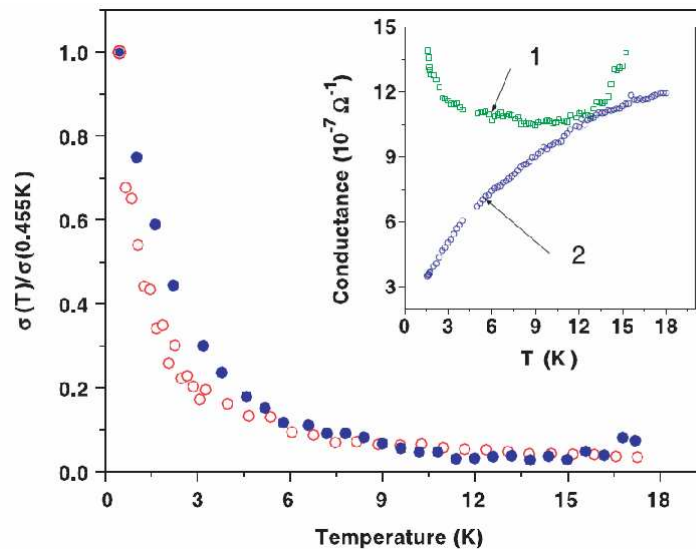


Figure 16 : Conductivité électrique en fonction de la température pour un réseau de nanotubes (dimension : 4Å) incorporé dans une matrice zéolite ([73]).

La conductivité électrique d'un réseau de nanotubes est liée à la conductivité intrinsèque des nanotubes – c'est la borne supérieure de la conductivité électrique de composites – à la conductivité de contact entre les nanotubes et à l'effet tunnel entre nanotubes suffisamment proches. Il a été montré ([74]) que la résistance globale d'un réseau de SWNTs est dominée par la résistance de contact entre les nanotubes : des calculs théoriques prédisent des valeurs de résistance de contact compris entre 100 kΩ et 3.4 MΩ, valeurs dépendantes principalement de la zone de contact atomique, de la longueur du contact, du diamètre des nanotubes.

La complexité des mécanismes inhérents à la résistance de contact est encore plus élevée lorsque les nanotubes de carbone sont dispersés dans une matrice : dans ce cas une mince couche isolante peut se développer en correspondance avec les points de contact entre les nanotubes, augmentant la résistance totale. Cette couche peut également inhiber l'effet tunnel si elle n'est pas suffisamment mince.

Dans des études sur la conductivité électrique de films minces NTCs/polymère, des conductivités électriques variant entre 10^{-5} à 10^{-2} S/m ont été mesurées pour une fraction volumique de charges inférieure au seuil de percolation : des valeurs de conductivité électrique comprises entre 0.01- 3480 S/m ont été mesurées pour des fractions volumiques dans la gamme 0.11% à 15% ([75]). Plusieurs auteurs ([76]) ont noté que la conductivité électrique de films composites minces est fortement affectée par l'effet tunnel : dans une étude récente Li et al. ([77]) ont conclu que la distance maximale entre nanotubes pour observer un effet tunnel dans un nanocomposite à base polymère ou céramique est d'environ 1.8 nm : ces auteurs ont aussi formulé l'hypothèse que la résistance de contact résulte de la somme d'une résistance de contact directe et d'une résistance de contact liée à l'effet tunnel.

Des travaux récents par Behnam et al. [78] ont montré que les propriétés électriques de nanocomposites sont fortement influencées par l'alignement des nanotubes de carbone dans la matrice : des champs électromagnétiques peuvent être utilisés pour aligner les nanotubes de carbone dans des films minces ou dans des matrices.

Pour des composites à fibres de verre et à matrice polymère (GFRP) renforcés par des NTCs (diamètre de 2.8nm) Gojny et al. ([68]) ont mesuré un seuil de percolation d'environ 0.1 wt% et une conductivité électrique d'environ 0.01 S/m pour une concentration en nano-particules de 0.5 wt%.

Faiella et al. [79] ont mesuré un seuil de percolation d'environ 0.05 wt% et une conductivité électrique d'environ 10^{-5} S/m dans une matrice époxy chargée (de 0.005% jusqu'à 0.1% en poids) en MWNTCs (diamètre 9.5 nm et longueur moyenne 1 μ m).

Les propriétés électriques des mélanges NTC/époxy et de leurs composites peuvent être affectées par la température et l'humidité. En général, l'absorption d'humidité produit un abaissement des propriétés mécaniques du polymère constituant le matériau composite et – en particulier – de sa température de transition vitreuse, T_g . Le module de rigidité et la résistance du matériau composite peuvent être affectés (dégradés) de façon importante par des teneurs d'humidité relativement faibles. La présence d'humidité dans le composite engendre des contraintes internes qui peuvent faciliter l'initiation de l'endommagement et favoriser la dégradation du matériau : la présence d'une interface supplémentaire entre les NTCs et les matrices polymères peut avoir un effet négatif sur la durabilité et le vieillissement du matériau. Dans la littérature on trouve peu de travaux concernant l'effet de l'environnement sur le comportement électrique et thermoélectrique de matériaux fonctionnels.

Barkoula et al. [80] ont mesuré en temps réel la résistance électrique de stratifiés CFRPs quasi-isotropes [(0/+45/-45/90)₂]s chargés en MWNTCs exposés à un environnement humide. En particulier, il est montré (Fig.17) que la résistance électrique, R, de ces composites évolue en fonction de la racine du temps d'exposition, quoique les valeurs de saturation soient comparables à celles des matériaux secs.

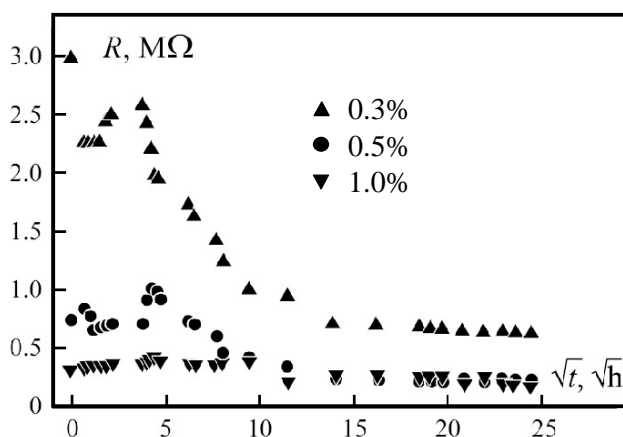


Figure 17 : Résistance électrique, R , en fonction de la racine du temps (a) l'époxy avec les NTCs: contenant massique 0.3% (▲), 0.5% (●), et de 1.0% (▼) ([80]).

Des recherches assez récentes (Cai et al, [81]) ont montré que la présence de nanotubes de carbones peut avoir un effet significatif sur la conductivité thermique de nano composites. Il faut toutefois souligner que l'amélioration des ces propriétés est dramatiquement affectée par le niveau de dispersion des NTCs dans la matrice ([82]).

1.2.3 Nanocomposites réalisés par greffage des NTCs sur les fibres et composites associés

L'infiltration des NTCs dans les résines est sévèrement limitée par la viscosité de celles-ci : par ailleurs, lorsque l'imprégnation a lieu, l'écoulement de la résine peut avoir tendance à aligner les NTCs dans la direction parallèle au sens des fibres, qui est la plus défavorable pour améliorer les performances de la matrice.

Une technique alternative consiste en l'accroche de NTCs directement sur la surface des fibres afin d'aligner les NTCs dans la direction radiale et assurer un renforcement optimal dans le sens transverse et de l'épaisseur ([83]).

Ces charges ont été utilisées comme renfort pour la réalisation de nouveaux types de composites, les FC-NTCs composites (« CF-CNTs composites » en anglais). La Fig.18 illustre schématiquement les étapes de réalisation de ces composites : les NTCs sont d'abord greffés aux fibres de carbone, puis l'ensemble est imprégné dans la matrice. Parmi les techniques utilisées pour favoriser la croissance des NTCs directement sur la surface des fibres on peut signaler la méthode de dépôt chimique en phase vapeur (CVD – Chemical Vapor Deposition) : c'est un moyen simple pour réaliser un greffage efficace, avec un bon contrôle de la taille et de l'orientation des NTCs ([82–83]).

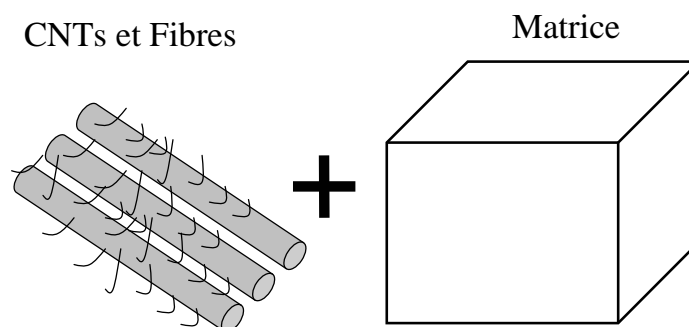


Figure 18 : Intégration des NTCs dans les matériaux composites : greffage préliminaire des fibres puis imprégnation dans la matrice (illustration schématique).

Les NTCs accrochés à la surface des fibres peuvent permettre la fixation des plis adjacents dans les stratifiés : les clusters des NTCs peuvent servir comme des « blocs de construction », en améliorant la résistance interlaminaire et la ténacité des interfaces, la ténacité à rupture du matériau. D'autre part, les essais de croissance des NTCs sur le graphite (fibres de carbone) nécessitent des conditions opératoires qui peuvent dégrader par oxydation les propriétés des fibres : des traitements de surface appropriés sont alors nécessaires. Comme il est difficile d'accrocher les NTCs directement sur la surface des fibres de carbone (la couche extérieure des fibres est plus ordonnée que son noyau) des procédés à sec pour augmenter la réactivité chimique de surface sont souvent mis en œuvre : dans ([84]) les NTCs sont accrochés sur la surface des fibres par un procédé CVD en utilisant un four tubulaire, leur croissance est contrôlée à l'aide de gaz vecteurs (Ar et H₂).

A travers l'augmentation du module de cisaillement et de la limite d'élasticité de la matrice polymère entourant l'interface fibre/matrice certains chercheurs [85] espèrent améliorer les propriétés physiques et mécaniques des composites, telles que La Contrainte Critique de Cisaillement Interfacial notée IFSS (Interfacial Shear Strength), la résistance au délaminage et à la fissuration matricielle et à la compression longitudinale.

Certains auteurs ([86], [87]) utilisent l'électrophorèse pour le dépôt de NTCs multi-paroi et mono-paroi sur les fibres de carbone : la résistance au cisaillement inter laminaires et la conductivité électrique de ces composites ont été améliorées d'environ 30% grâce à ce procédé.

La Fig.19 montre des images MEB avant (a) et après (b) greffage de NTCs sur la surface de fibres de carbone : la croissance des NTCs est assez uniforme.

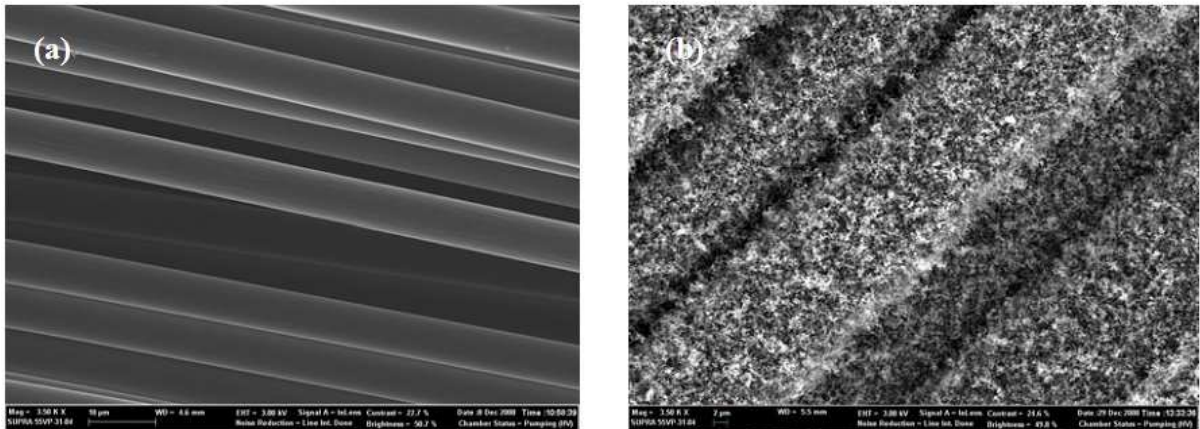


Figure 19 : (a) Images MEB des fibres de carbone avant greffage de NTCs ; (b) Images MEB de la surface de fibres de carbone T700 après greffage ([88]).

Des mesures de résistivité électrique ont été effectuées sur des « bouquets » de fibres en injectant des courants continus (Fig.20, [89]) montrant que la présence des NTCs peut avoir un effet bénéfique sur ces valeurs. Pas assez d'informations existent concernant la conductivité électrique transverse de ces matériaux : on peut imaginer que la densité de points de contact entre les fibres ainsi que le seuil de percolation des charges conductrices jouent un rôle important sur les propriétés électriques du composite.

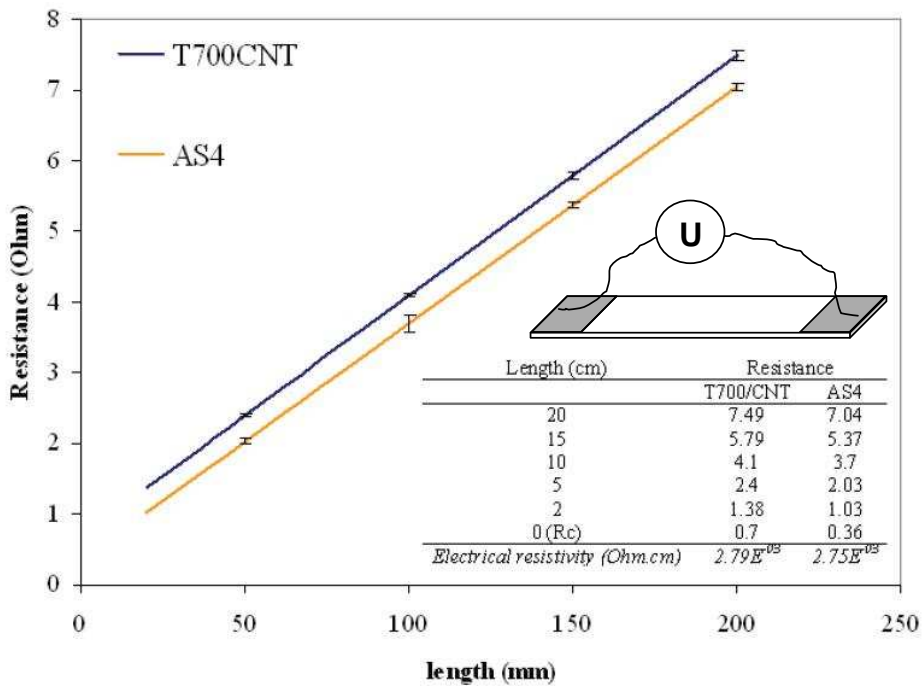


Figure 20 : Résistance électrique en fonction de la longueur d'un « bouquet » de fibres de type AS4 et T700 chargés en NTCs ([89]).

1.3 Conclusion

Dans ce chapitre, un certain nombre de travaux de littérature concernant le comportement électrique de matériaux composites chargés ou non de nanotubes de carbone (NTCs) a été passé en revue et discuté. Certaines notions élémentaires concernant les nanotubes de carbone, leur structure, leurs procédés de fabrication, leurs propriétés physiques, leurs applications ont été brièvement présentées, tout en indiquant les principales techniques d'intégration des NTCs au sein de matrices polymères ou de fibres de carbone pour la réalisation de nouveaux matériaux composites fonctionnels.

La littérature offre un grand nombre d'études à la fois expérimentales et théoriques concernant le comportement électrique de ces matériaux et sur l'effet des NTCs sur ce comportement : la majorité de ces travaux est consacrée à la mise en place et l'optimisation de procédés d'élaboration efficaces, c'est-à-dire, capables de garantir une bonne dispersion des NTCs au sein des polymères, d'abaisser le seuil de percolation et d'améliorer globalement les performances électriques et mécaniques du mélange. D'autres études sont consacrées à l'utilisation de matériaux fonctionnels pour le suivi de l'état de santé de structures composites pour applications industrielles : dans ce cas les courants électriques en jeu sont très faibles.

Par contre, on constate un manque assez important d'études sur le comportement thermoélectrique de ces matériaux, et en particulier sur la caractérisation des principaux phénomènes d'échauffement liés à la circulation de courants électriques d'intensité intermédiaire.

Le but de cette thèse est d'apporter une contribution à la caractérisation du comportement thermoélectrique de matériaux composites chargés ou non de NTCs : l'expérience gagnée dans le cadre d'un précédent programme de recherche effectué au laboratoire (projet VICOMTHE) est utilisée pour la mise en place et l'exploitation d'un protocole assez complet de caractérisation des propriétés thermoélectriques de ces matériaux et de l'anisotropie de ces propriétés.

CHAPITRE II :
MATÉRIAUX ET MOYENS
EXPÉRIMENTAUX

CHAPITRE II : MATÉRIAUX ET MOYENS EXPÉRIMENTAUX

L'objet de ce chapitre est de présenter les moyens expérimentaux utilisés pour la caractérisation du comportement thermoélectrique de matériaux composites chargés ou non en NTCs : les matériaux – leur procédé de fabrication, la préparation des éprouvettes, la métallisation des surfaces pour l'injection du courant – sont également présentés.

Le but des essais est de caractériser le comportement thermoélectrique (propriétés électriques et couplage thermoélectrique) dans le sens longitudinal (le sens des fibres pour les échantillons unidirectionnels), le comportement électrique (caractérisation des conductivités électriques) dans le sens de l'épaisseur, et l'effet d'un conditionnement humide sur ce dernier.

Le chapitre est ainsi organisé :

- la section 2.1 présente synthétiquement le matériau et son procédé de fabrication,
- la section 2.2 présente les éprouvettes et les méthodes expérimentales utilisées pour la réalisation des essais dans le sens longitudinal,
- la section 2.3 présente les éprouvettes et les méthodes expérimentales utilisées pour la réalisation des essais dans le sens de l'épaisseur,
- enfin, la section 2.4 présente les essais de conditionnement humide.

2.1 Matériaux

Le matériau étudié – fourni par le laboratoire MSSMat de l'Ecole Centrale de Paris – est un composite pré-imprégné aéronautique à matrice époxy M21 et à fibres longues de carbone T700GC 12K. La résine M21 est une matrice d'époxy « haute performance » pour application dans les structures aéronautiques et aérospatiales : elle présente une excellente tolérance aux dommages, en particulier aux impacts à haute énergie. Sa température de transition vitreuse (T_g) – mesurée par l'essai DSC – est d'environ $210 \pm 5^\circ\text{C}$ (voir Annexe I).

Les fibres de carbone ont un diamètre compris entre 5 et 15 micromètres : il s'agit de fibres de type Haut Module ($E = 250\text{GPa}$ et $\sigma_r = 5\,000\text{MPa}$) ([90]) utilisées généralement dans l'industrie aéronautique. La résistivité d'une fibre de type T700 est d'environ $2.5 \times 10^{-5} \Omega \cdot \text{m}$.

Tableau 5 : Propriétés des fibres de carbone T700 utilisées dans l'étude ([90]).

	densité (g/cm^3)	dtex (g/m)	Nombre de filaments	Section d'une fibre (μm^2)	Diamètre moyen (μm)
T 700 GC	1.8	0.81	12 000	33.2	6.5

La fraction volumique de fibres dans le matériau composite est d'environ 60%. Afin d'augmenter les propriétés électriques et mécaniques du composite final, des NTCs sont accrochés aux fibres de carbone à travers une méthode de dépôt chimique en phase vapeur (CVD – Chemical Vapor Deposition) : la Fig.21 montre des images MEB de NTCs accrochées

aux fibres (1% en masse de NTCs).

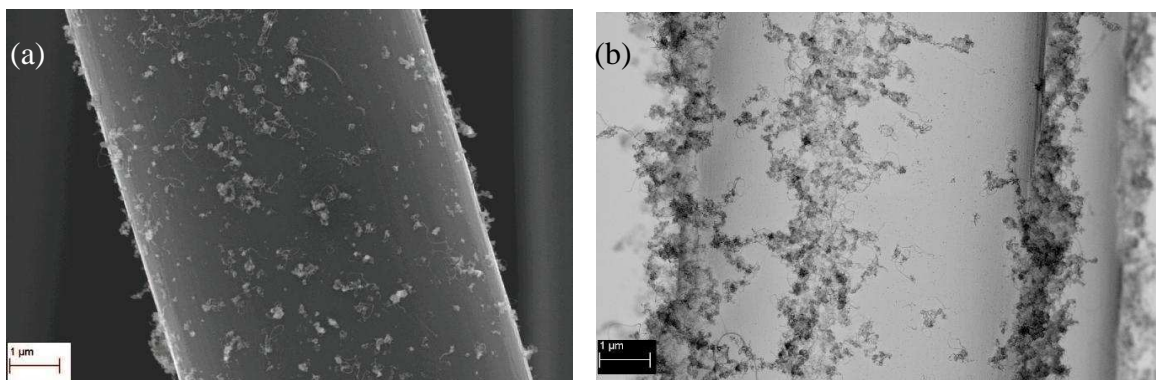


Figure 21 : Micrographies MEB de la surface de fibres T700 : on note les NTCs accrochés.

Les fibres sont ensuite imprégnées dans la matrice pour la réalisation de films/plis composites : les couches ainsi obtenues sont empilées en respectant la stratification demandée (stratifiés unidirectionnels $[0]_8$ et stratifiés croisés $[0/90]_4$ respectivement), les stratifiés sont soumis à un cycle de polymérisation en température et en pression, selon le schéma illustré dans la Fig.22). Les plaques ont été réalisées dans un moule de dimensions $180 \times 85 \text{ mm}^2$ suivant un cycle de cuisson optimisé : le palier de cuisson est d'environ 120 minutes, la rampe de montée en température est d'environ $3^\circ\text{C}/\text{min}$ à pression 7Bar, limitée par la puissance du four.

Finalement nous disposons de deux types de matériau : plaques de Types A (CFRPs chargés avec NTCs) et plaques de Type B (CFRPs non chargés en NTCs), pour référence.

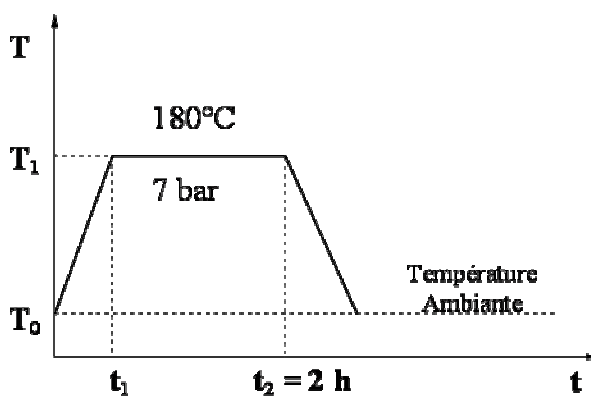


Figure 22 : Schéma de cycle de polymérisation utilisé pour la fabrication des plaques composites.

A partir des plaques ainsi réalisées, selon l'application et le type d'essais à réaliser, différents types d'échantillons sont réalisés :

- échantillons utilisés pour les essais de DSC (dimensions : $2\text{mm} \times 2\text{mm} \times 2\text{mm}$),
- échantillons utilisés pour les essais de caractérisation du comportement électrique et thermoélectrique dans le sens longitudinal (dimensions : $165\text{mm} \times 18\text{mm} \times 2\text{mm}$),
- échantillons utilisés pour la caractérisation du comportement électrique dans le sens de l'épaisseur et pour le conditionnement humide (différentes formes et dimensions).

2.2 Essais de caractérisation du comportement électrique et thermoélectrique dans le sens longitudinal

• Découpe des échantillons

La découpe des éprouvettes a été effectuée en utilisant une scie circulaire diamantée. La Fig.23 illustre le plan de découpe des éprouvettes à partir des plaques fournies par le laboratoire MSSMat : dans la réalisation des échantillons il est essentiel que les sections d'extrémité soient régulières pour pouvoir permettre la correcte réalisation d'électrodes en cuivre par électrodéposition. Ici et dans la suite du manuscrit L_x , L_y et e représentent, respectivement, la longueur, la largeur et l'épaisseur des éprouvettes,

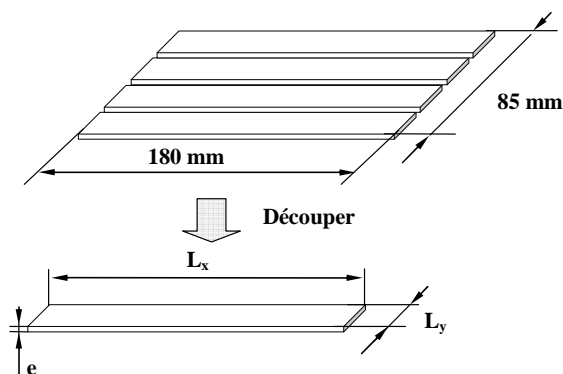


Figure 23 : Plan de découpe des éprouvettes à partir des plaques fournies par le laboratoire MSSMat, pour la réalisation des essais de caractérisation du comportement électrique et thermoélectrique dans le sens longitudinal.

Le Tableau 6 présente les différents types d'échantillons utilisés pour les essais.

Tableau 6 : Types et dimensions des éprouvettes utilisées.

Echantillon n.	Type + séquence d'empilement	Dimensions
#1	Type A	$L_x = 165 \text{ mm}$, $L_y = 18 \text{ mm}$, $e = 2 \text{ mm}$
#2	(avec NTC)	
#3	Type B	
#4	(sans NTC)	

• Réalisation des électrodes d'extrémité par électrodéposition de cuivre (procédé Prodec)

Les électrodes d'extrémité ont été réalisées en utilisant un procédé de métallisation industriel Prodec caractérisé par la réalisation d'un dépôt de cuivre d'épaisseur d'environ $60 \mu\text{m}$. La Fig.24 illustre schématiquement toutes les étapes du protocole expérimental associé à ce procédé : les extrémités des éprouvettes sont d'abord soumises à un polissage mécanique, puis à un polissage chimique, au but duquel les fibres sont « mises à nu ». Le polissage mécanique/chimique permet d'éliminer la mince couche de résine – résultant du procédé de

fabrication – située sur les surfaces d’extrémité, susceptible d’augmenter considérablement la résistance de contact entre l’échantillon et les fils électriques. Le vrai et propre procédé de métallisation est constitué par l’électrodéposition de plusieurs couches de cuivre, pour une épaisseur totale d’environ 50 – 60 μm : une mince couche d’or est également déposée pour assurer une bonne protection de l’électrode à la corrosion et à l’oxydation.

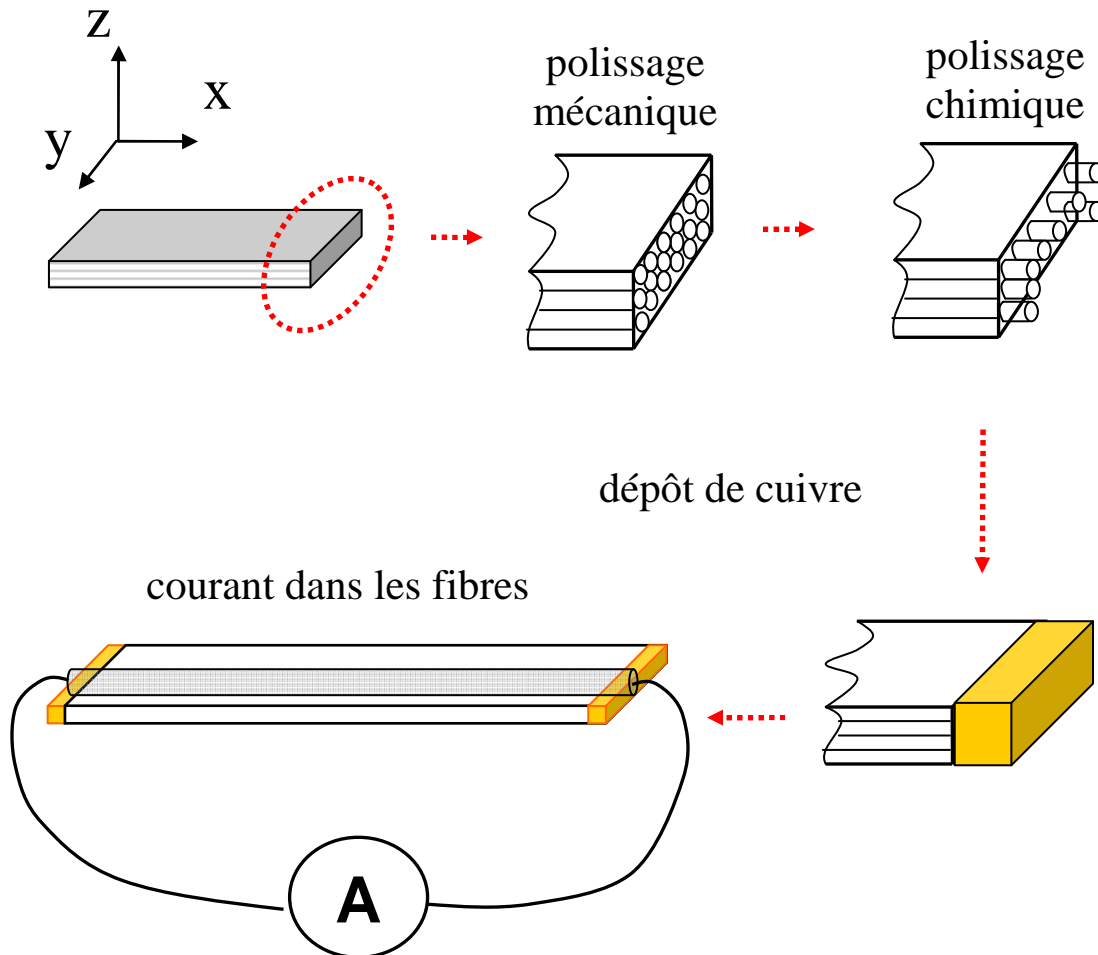


Figure 24 : Illustration schématique des étapes de réalisation du procédé de métallisation Prodec.

La Fig.25 illustre les éprouvettes composites et les électrodes d’extrémité réalisées par métallisation Prodec-Metal : on note la présence de la couche d’or en surface.

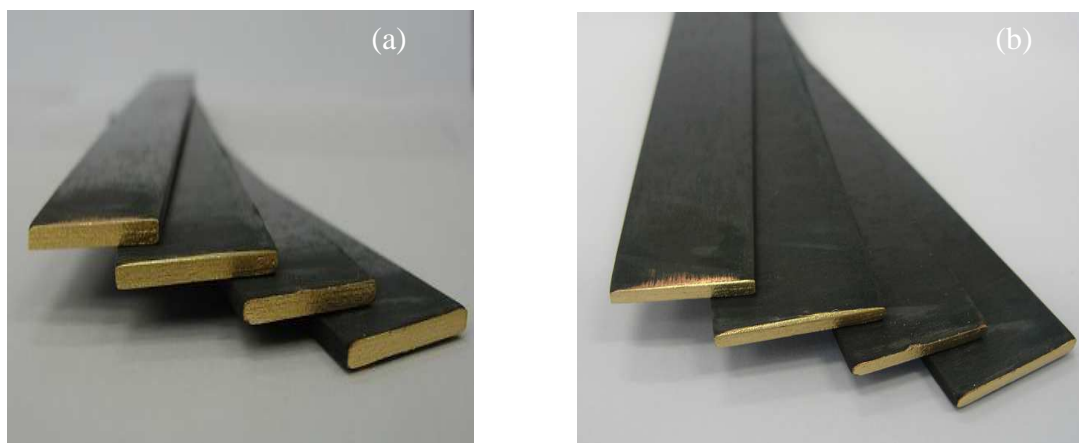


Figure 25 : Epreuves composites et électrodes d'extrémités réalisées par le procédé de métallisation Prodec.

La Fig.26 illustre une image par microscopie optique d'une tranche de l'échantillon, à proximité des électrodes d'extrémité : on peut noter que les métallisations en cuivre et or sont capables de mettre en contact les fils électriques directement avec les fibres de carbone.

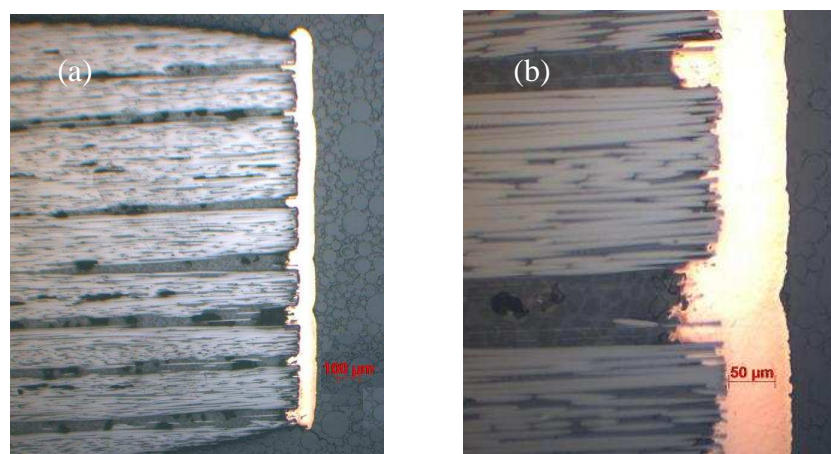


Figure 26 : Observation par microscopie optique d'une tranche de l'éprouvette, à proximité des métallisations en cuivre réalisées par le procédé Prodec.

Ce type de métallisation facilite l'injection du courant électrique dans l'éprouvette, en minimisant la résistance de contact, la puissance dissipée par effet Joule et par conséquent les augmentations de température (échauffements localisés) associés au passage de courant.

• **Montages pour la caractérisation du comportement électrique et thermoélectrique dans le sens longitudinal**

Pour la mesure de leur résistance électrique initiale (à partir de laquelle des valeurs de conductivité/résistivité peuvent être inférés), les éprouvettes sont disposées dans le montage expérimental illustré dans la Fig.27a et serrées avec une faible pression, nécessaire pour minimiser la résistance électrique de contact. Des courants électriques de faible intensité (de l'ordre du mA) sont injectés à travers un générateur de courant hautement stabilisé (Fig.27b) ; la résistance totale, R_{tot} , des échantillons est mesurée par la méthode « quatre points » –

permettant d'éliminer la mesure parasite de la résistance des fils – avec une précision de l'ordre du $\mu\Omega$.

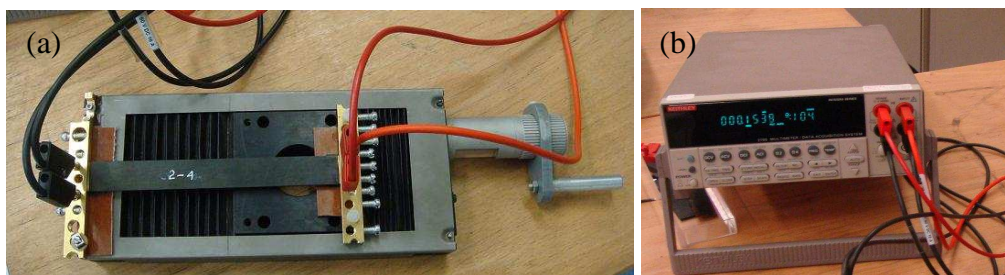


Figure 27 : Montage et instrumentation utilisés pour la mesure de la résistance initiale.

En vue de pouvoir injecter des courants électriques d'intensité « intermédiaire » (de l'ordre de l'A, jusqu'à 10A) et de pouvoir accéder à des niveaux importants de température pour l'étude du couplage thermoélectrique, un montage spécifique a été conçu et réalisé au laboratoire (Fig.28) : l'échantillon est installé en position horizontale, le courant électrique injecté à travers des électrodes cuivrées équipées avec des ressorts permettent d'appliquer une faible force de contact : cette force est nécessaire pour minimiser le contact électrique entre les électrodes du cadre et les extrémités métallisées des éprouvettes.

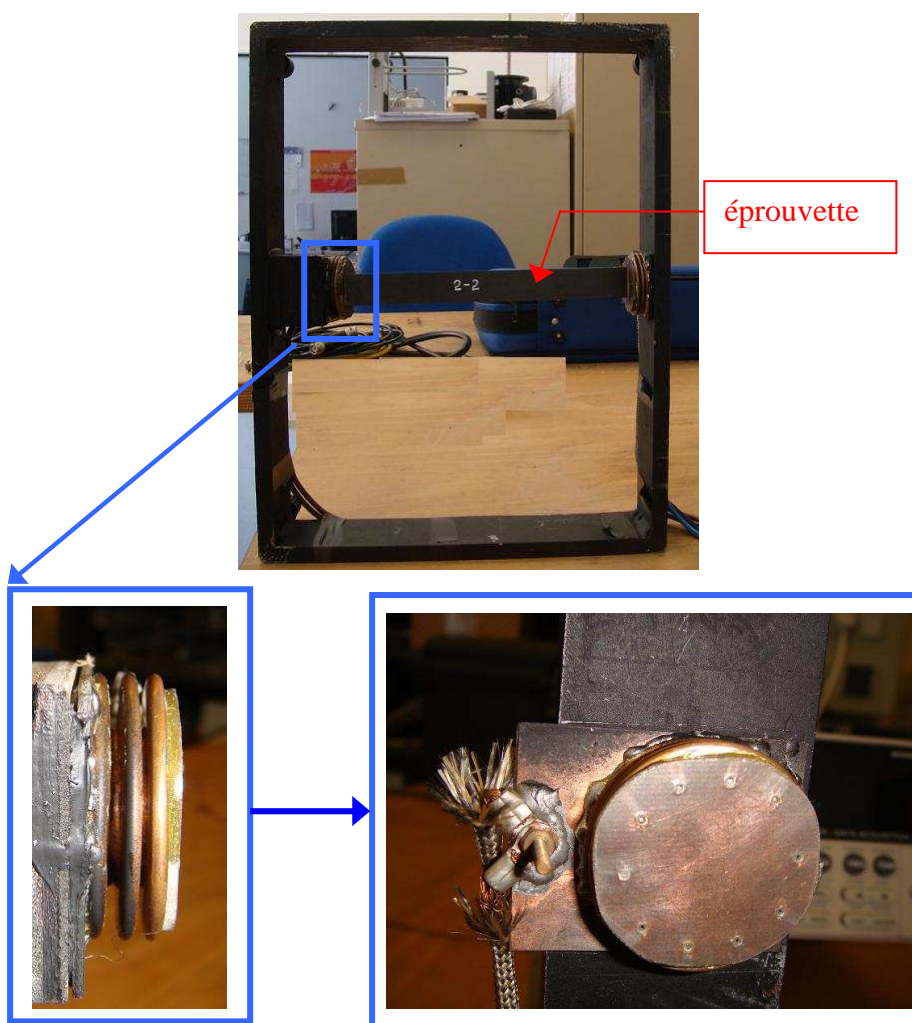


Figure 28 : Cadre utilisé pour la réalisation des essais thermoélectriques.

• Suivi électrique

L'acquisition des données se fait de deux manières différentes, la première via une carte d'acquisition analogique reliée à un ordinateur indépendant du contrôle de la machine, la seconde directement par l'alimentation électrique.

La Fig.29a montre l'alimentation de puissance linéaire utilisée dans ces essais pouvant délivrer un courant continu hautement stabilisé allant jusqu'à 10 A. La Fig.29b présente le boîtier d'acquisition analogique, utilisé pour mesurer la tension électrique : un voltmètre est également relié aux extrémités de l'échantillon afin de suivre la tension électrique en fonction de l'intensité de courant délivré. Un système de pilotage Labview permet de suivre l'évolution de tous les paramètres en temps réel.



Figure 29 : (a) Alimentation électrique hautement stabilisée ; (b) boîtier d'acquisition analogique pour la mesure de la tension électrique.

• Suivi thermique

Une caméra infrarouge SILVER 420M-C0301.420 – reliée à un PC d'acquisition – est utilisée pour la mesure de la température sur la surface des éprouvettes composites : les Figs. 30(a) et (b) illustrent le montage ainsi que le « corps noir » utilisé pour la calibration et l'étalonnage de la caméra.



Figure 30 : La caméra infrarouge, le montage et le « corps noir » utilisés pour la calibration et l'étalonnage de la caméra.

A travers ce dispositif, la température peut être mesurée en tout point de la surface d'un échantillon avec une précision de l'ordre de 1 °C et une résolution spatiale de 320 × 256 pixels (chaque pixel ayant une surface de 30 μm × 30 μm). Dans le but d'optimiser les mesures de température par thermographie infrarouge, les surfaces des éprouvettes ont été peintes en noir mat, augmentant l'émissivité de ces surfaces. Des précautions sont prises pour que le fond sur

lequel on observe l'image ou même les supports ne présentent pas de sources de rayonnement (le cadre de support doit être noir mat).

D'après le manuel d'utilisation, la caméra doit être placée à 500 mm environ de la source pour respecter les conditions optimales de fonctionnement avec les paramètres de réglage du fabricant. Le suivi thermographique est effectué à l'aide du logiciel d'acquisition Altair, permettant de post-traiter les images issues de l'observation thermographique.

2.3 Essais électriques dans le sens de l'épaisseur

Pour la caractérisation du comportement électrique dans le sens de l'épaisseur des échantillons, deux méthodes ont été testées : une méthode « ponctuelle » et une méthode employant un montage en compression spécifiquement conçu. Seulement la deuxième est retenue : dans les deux cas une tension électrique de moins de 0.1 mV est appliquée.

• Méthode « ponctuelle »

La méthode « ponctuelle » consiste à mesurer la résistance électrique dans le sens de l'épaisseur en correspondance avec des points situés à différents endroits de la surface de l'échantillon (Fig.31) : des couches de laque d'argent de forme circulaire sont déposées en chaque point. L'idée est de moyenniser ces mesures pour accéder à des mesures intrinsèques (résistivité du matériau) mais pour pouvoir également tester la variabilité des mesures au sein d'une même éprouvette.

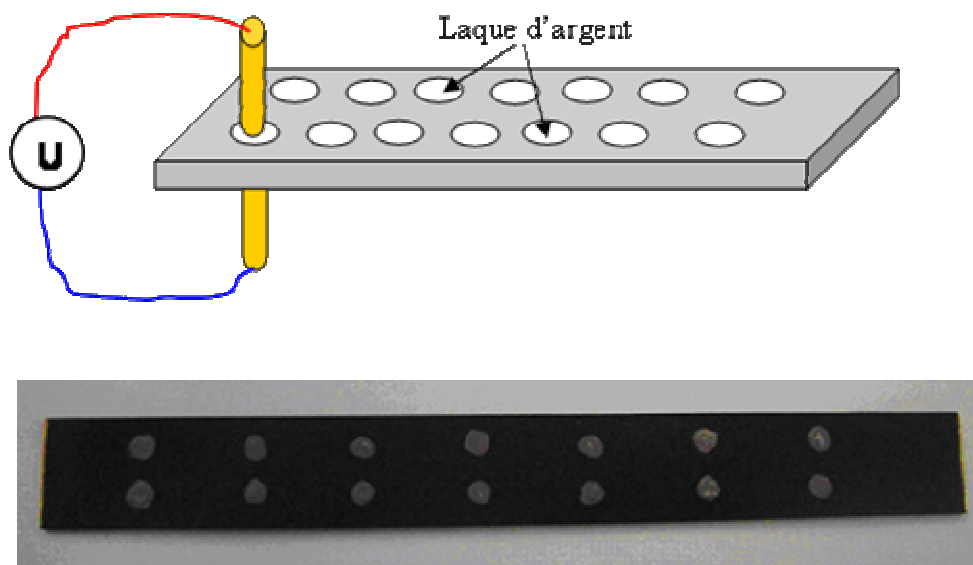


Figure 31 : Méthode « ponctuelle » pour la mesure de la résistance et de la résistivité/conductivité dans le sens de l'épaisseur.

Les points sont disposés entre deux électrodes « ponctuelles » (Fig.32a et 32b), dont la pression est contrôlée par un gaz.

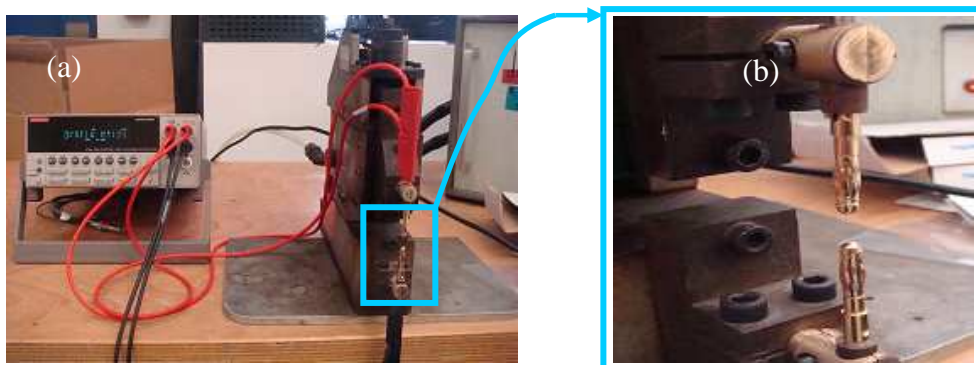


Figure 32 : Le montage utilisé pour effectuer des mesurer de résistance en employant a méthode « ponctuelle ».

Cette méthode a été finalement abandonnée pour deux raisons :

- la très forte dispersion associée aux mesures,
- l'incertitude sur le chemin effectivement parcouru par le courant électrique suite à une différence de potentiel appliquée entre les deux points de mesure.

Quelques détails supplémentaires seront fournis dans le Chapitre IV.

• **Méthode employant un montage en compression dédié**

La deuxième méthode utilise un montage en compression dédié, illustré dans la Fig.33 : le montage est placé dans une machine de traction INSTRON 1195 (Fig.33a) et constitué par des électrodes/plateaux métalliques polis jusqu'au μm (Fig.33b et 33c), permettant d'appliquer une pression homogène sur toute la surface des éprouvettes (Fig.33b).

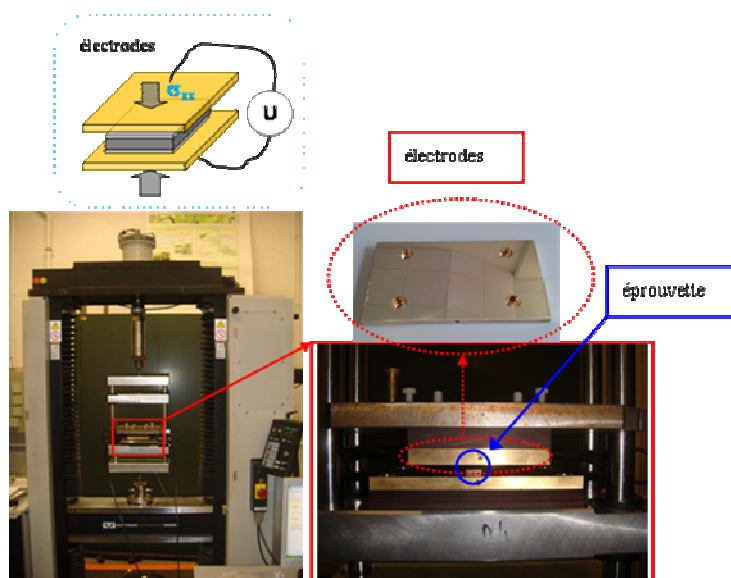


Figure 33 : (a) Machine de traction INSTRON 1195 sur laquelle le montage est placé ; (b) électrodes/plateaux en matériau métallique ; (c) détail du montage complet avec une éprouvette placée entre les deux plateaux/électrodes.

La machine de traction – pilotée en déplacement – exerce sur l'éprouvette un effort de

compression croissant, jusqu'à une valeur de déplacement de 0.15 mm, la contrainte de compression correspondante est représentée par la force de la machine divisée par la section de l'éprouvette.

La Fig.34 illustre le schéma du déplacement appliqué pendant un essai (en mm) et la contrainte compressive correspondante (en valeur absolue, en MPa). La vitesse de déplacement de la machine (en charge et en décharge) est fixée à 0.0015 mm/s.

Le logiciel d'acquisition des données – entièrement développée au DPMM – mesure simultanément tous les paramètres fondamentaux de l'essai – courant et tension électrique, température, humidité relative, force de la machine.

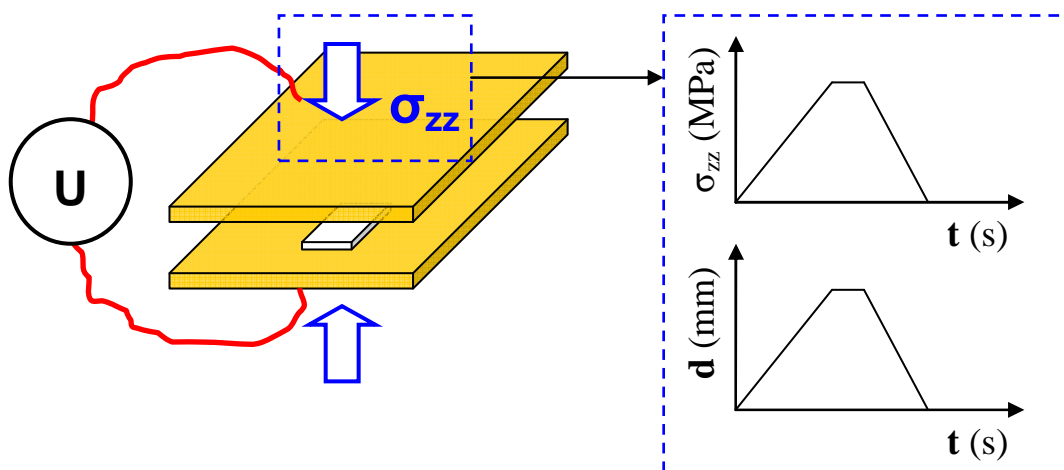


Figure 34 : Le schéma de déplacement de la machine et la contrainte compressive correspondante pendant un essai électrique.

• **Réalisation des éprouvettes**

Les échantillons pour les essais de conductivité électrique dans le sens de l'épaisseur sont découpés à partir de plaques de sorte à avoir une même épaisseur et différentes sections (voir Fig.35), et donc un rapport de forme (e/S) variable.

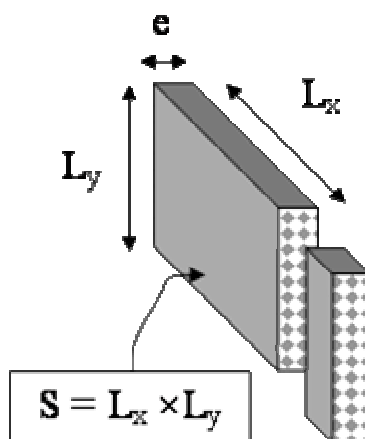


Figure 35 : Eprouvettes utilisées pour les mesures de conductivité électrique dans le sens de l'épaisseur.

Après découpe, un dépôt homogène de laque d'argent est appliqué sur la surface des éprouvettes (Fig.36) : un polissage est ensuite effectué sur les chants pour éliminer des résidus de laque ayant éventuellement coulés sur les bords.

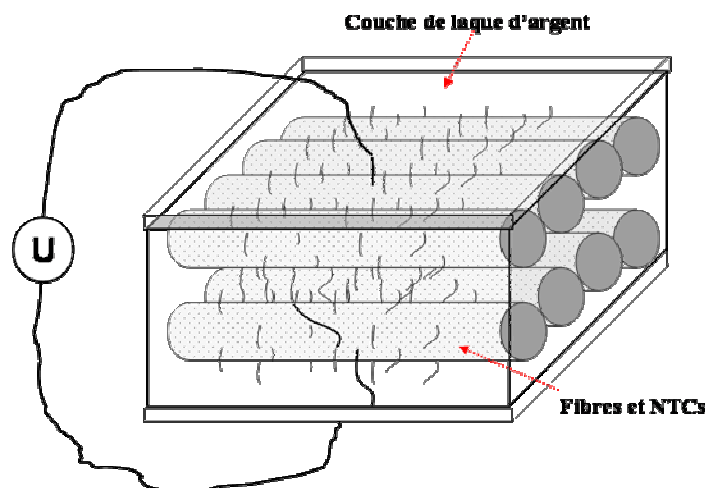


Figure 36 : Illustration schématique des éprouvettes et des contacts en laque d'argent utilisé pour les essais de conductivité dans le sens de l'épaisseur.

Pour les deux types d'échantillons (UD $[0]_8$, croisé CR $[0/90]_4$), le courant est appliqué dans la direction de l'épaisseur des plis, et de fait, il ne peut circuler qu'au travers les quelques contacts radiaux existants entre les fibres ou entre les NTCs accrochés aux fibres. Avec ces types d'éprouvettes, le courant – arrivant par les fils électriques – se distribue de façon homogène sur les deux électrodes de laque d'argent, obligeant le courant à passer dans la direction de l'épaisseur, suite à la différence de potentiel entre les deux électrodes.

La Fig.37 illustre des photos d'éprouvettes avec les dépôts de laque d'argent sur les surfaces supérieures et inférieures.



Figure 37 : Photos d'éprouvettes avec un dépôt de laque d'argent sur les surfaces supérieures et inférieures.

La Fig.38 illustre une observation par microscopie optique sur la tranche des éprouvette et à proximité des électrodes de laque d'argent : on peut noter la présence d'une mince couche de résine entre le dépôt et les fibres de carbone : par rapport au cas des éprouvettes longitudinales (les électrodes étaient directement en contact avec les fibres dans ce cas), cette couche est susceptible de produire une résistance de contact très important.

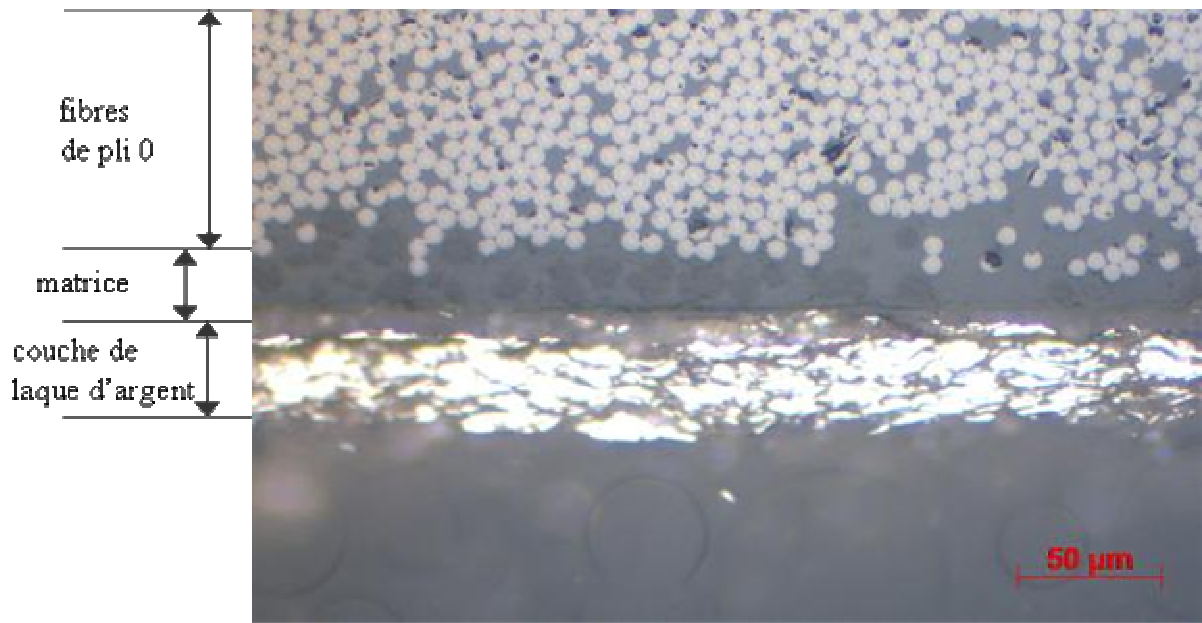


Figure 38 : Observations au microscope optique du contact entre la surface de l'éprouvette et le dépôt de laque d'argent.

- **Polissage pour observations microscopiques**

Les échantillons sont polis suivant les procédures détaillées dans cette section : cette étape de préparation s'avère essentielle pour les phases d'observations microscopiques successives. (Voyez la Fig. 39).

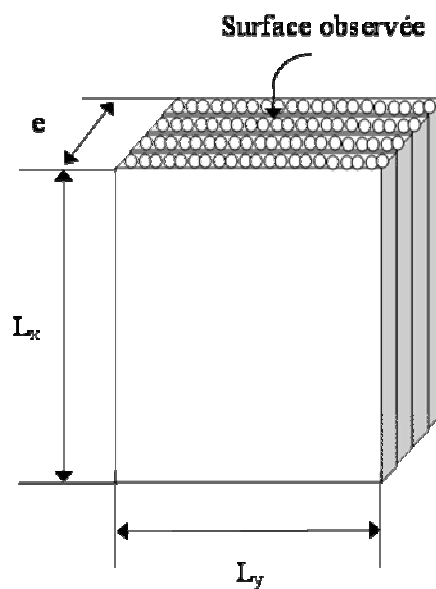


Figure 39 : Schéma d'une éprouvette et de la surface observée.

Un appareil de polissage de type Struers RotoForce - 4 (Fig. 40a) est utilisé : cet appareil permet de régler :

- la force d'appui (entre 30N et 400N) qui peut être appliqué sur un « porte échantillons » (qui peut contenir six échantillons au maximum) où sur un échantillon individuel,
- la vitesse de rotation du plateau (150 ou 300 tpm),
- le sens de rotation des porte-échantillons par rapport au plateau,
- la durée du polissage (jusqu'à 30 minutes).

Le porte-échantillons est illustré dans Fig. 40b : il peut supporter au maximum six échantillons de type cylindrique de diamètre allant jusqu'à 30mm.

Les éprouvettes sont généralement enrobées dans une résine polymérique (Fig. 40c) et ensuite montées sur le porte-échantillons pour le polissage automatique.



Figure 40 : Montage pour le polissage automatique.

Le protocole de polissage – dont les étapes sont détaillées dans le Tableau 7 – comprend une séquence d'étapes, de durée variable entre 1 et 30 mins. Dans lesquels différents types de draps et forces d'appui sont utilisés. Les éprouvettes sont polies en quatre étapes successives utilisant du papier abrasif de granulométries 1000 au spray diamante de 1 µm, correspondant à différentes vitesses de rotation du drap.

Tableau 7 : Différentes étapes du protocole de polissage automatique.

Etape	Papier Spray diamanté	Niveau de pression	Vitesse (tr./min)	Temps (min)
1	1000	100 N	150	2
2	4000	100 N	150	10
3	3 µm	100 N	150	10–15
4	1 µm	100 N	150	10–15

2.4 Essais de conditionnement humide et mesure des conductivités électriques des éprouvettes vieilles humides

Des mesures de conductivité électrique dans le sens de l'épaisseur sont effectuées sur éprouvettes séchées et vieilles humides : le protocole de vieillissement sera précisé dans le Chapitre V. La Fig.41 résume synthétiquement le protocole d'essai : les échantillons (dimensions 16mm×16mm×2mm) sont découpés à partir de plaques composites unidirectionnelles 8 plis et ensuite séchées dans un four sous vide, à 70°C. Après séchage les échantillons sont placés dans un environnement humide (HR = 85% T = 70°C). Après saturation, une couche de laque d'argent est déposée sur les surfaces inférieure et supérieure des échantillons, qui sont enfin placés dans le montage en compression pour les essais électriques.

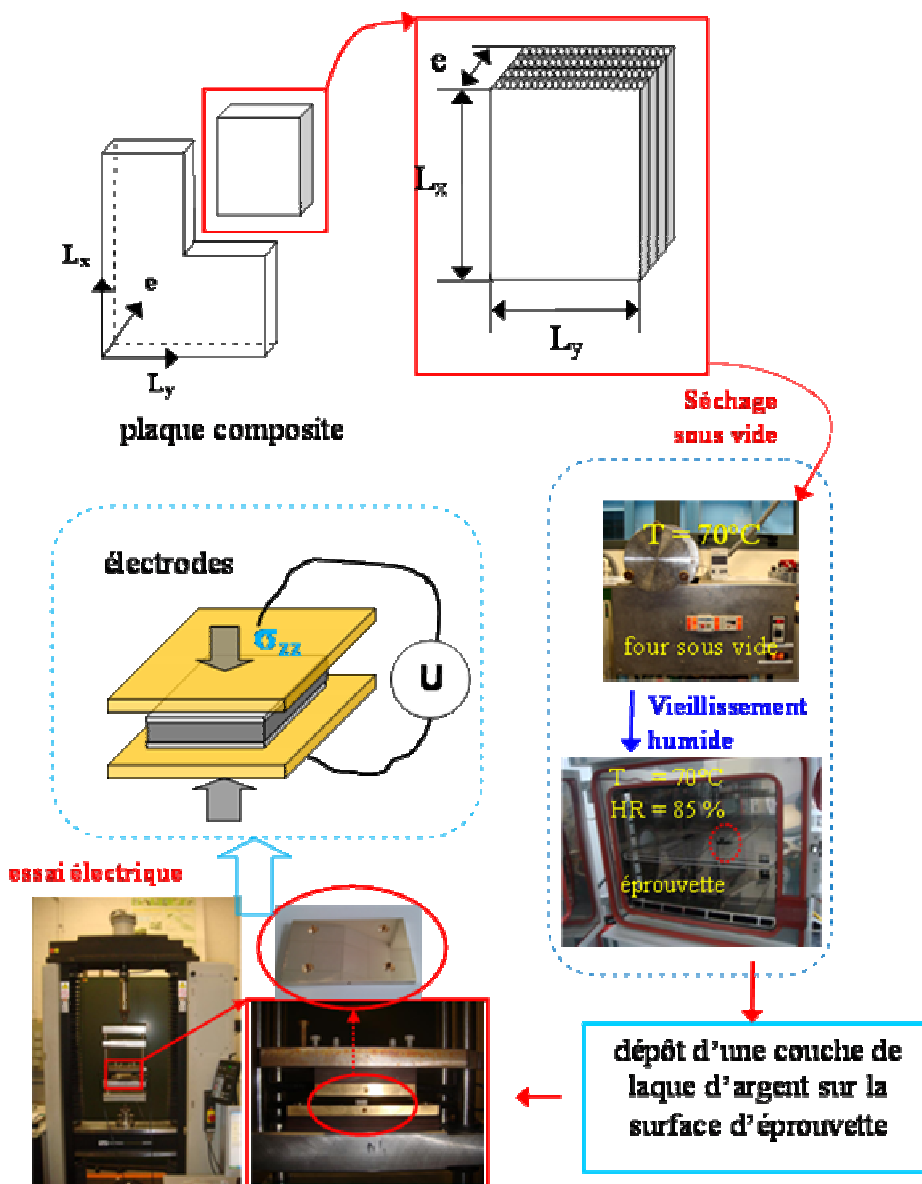


Figure 41 : Protocole d'essai pour la mesure de la conductivité électrique d'éprouvettes vieilles humides : découpe des éprouvettes → séchage à 70°C sous vide → vieillissement humide à 70°C et 85% HR → dépôt d'une couche de laque d'argent sur la surface → essai électrique.

Pendant les essais de désorption et d'absorption d'humidité, la masse des éprouvettes composites est mesurée à grâce à une balance électronique à haute précision METTLER (voyiez la Fig. 42a) : l'unité de mesure de la balance est le gramme, et le degré de précision est de 10^{-5} g.

Le four sous vide (Fig. 42b) permet d'atteindre des niveaux de pression d'environ 10^{-5} bars à température ambiante : les caractéristiques principales de l'enceinte sous vide – utilisée pour les essais de désorption d'eau – sont les suivantes :

- température maximale 200°C,
- niveau de vide proche de 2×10^{-5} bars,



Figure 42 : Image de la balance électronique (a), et du four sous vide (b).

Une enceinte SECASI (Fig. 43) contrôlée en température et en humidité est utilisée pour les essais d'absorption d'eau à haute température.

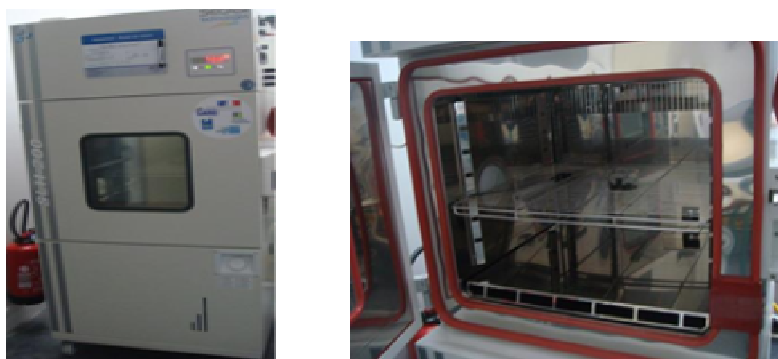


Figure 43 : Enceinte contrôlée en température et en humidité pour les essais de diffusion d'eau à haute température.

L'enceinte possède une porte vitrée en façade qui se referme avec 2 genouillères. La température de l'enceinte peut être réglée sur une plage allant de -50 °C à 200 °C, le niveau d'humidité relative maximal de l'enceinte est de 100% HR. Le chauffage de l'enceinte est assuré par une résistance électrique et l'air circule grâce à un ventilateur. Pour le refroidissement, le régulateur commande l'ouverture d'une électrovanne reliée à l'air comprimé ou à une bonbonne d'azote, pour les températures basses. La régulation en humidité se fait en pilotant un évaporateur composé d'une résistance au dessus de laquelle il se trouve un réservoir alimenté en eau distillée.

CHAPITRE III:

**ESSAIS ÉLECTRIQUES ET
THERMOÉLECTRIQUES DANS LE
SENS LONGITUDINAL**

CHAPITRE III : ESSAIS ÉLECTRIQUES ET THERMOÉLECTRIQUES DANS LE SENS LONGITUDINAL

Ce chapitre présente les mesures électriques et thermoélectriques dans le sens longitudinal d'éprouvettes de Type A, chargées en NTCs, et de Type B, non chargées en NTCs, mesures réalisées en utilisant les techniques expérimentales présentées dans le Chapitre II.

Ces essais ont pour but de déterminer l'effet des charges NTCs sur le comportement électrique et thermoélectrique des éprouvettes, pour deux types d'empilements différents, respectivement $[0]_8$ et $[0/90]_4$.

Le Chapitre est ainsi organisé :

- la section 3.1 présente la mesure des résistances et des conductivités/résistivités électriques dans le plan du pli composite à travers l'emploi d'éprouvettes longues,
- dans la section 3.2 la mesure du champ de température sur la surface des éprouvettes longues est abordée,
- la section 3.3 présente la mesure de la résistance électrique des éprouvettes en fonction de la température,
- enfin, la section 3.4 présente une discussion et des conclusions.

3.1 Mesure des résistances et des conductivités/résistivités électriques

3.1.1 Mesures de résistance électrique dans le sens longitudinal

Ces essais sont réalisés – à température ambiante – à l'aide des cadres (Fig.44) et des photos des montages expérimentaux présentés dans le chapitre II (Fig.27a et Fig.27b) : les mesures de résistance électrique sont effectuées en utilisant des faibles valeurs de courant électrique (de l'ordre du mA) pour éviter des phénomènes d'échauffement (diffus ou localisé) des éprouvettes.

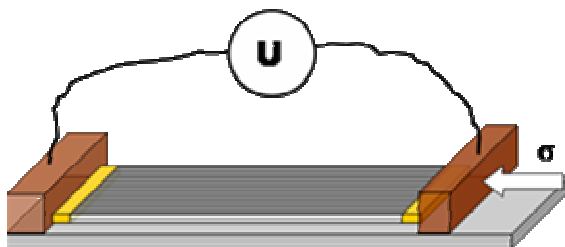


Figure 44 : Le schéma de la mesure de la résistance électrique initiale.

Les Tableaux 8 et 9 présentent les résultats des mesures, pour des échantillons de Type A et de Type B ($[0]_8$ et $[0/90]_4$), respectivement, précisant les dimensions des éprouvettes (4 éprouvettes par Type et par empilement).

Tableau 8 : Mesures de résistance électrique à température ambiante pour échantillons de Type A et dimensions des éprouvettes.

Type A		Épaisseur	Longueur	Largeur	Résistance
		e (mm)	L _x (mm)	L _y (mm)	R _{tot} (Ω)
[0] ₈	#1-1	2.11	163	18.35	0.1102
	#1-2	2.18	163	18.20	0.1108
	#1-3	2.18	163	18.92	0.1132
	#1-4	2.24	155	20.41	0.1055
[0/90] ₄	#3-1	2.11	165	18.17	0.2222
	#3-2	2.14	165	18.34	0.2166
	#3-3	2.11	165	17.79	0.2244
	#3-4	2.13	155	20.14	0.2154

Tableau 9 : Mesures de résistance électrique à température ambiante pour échantillons de Type B et dimensions des éprouvettes.

Type B		Épaisseur	Longueur	Largeur	Résistance
		e (mm)	L _x (mm)	L _y (mm)	R _{tot} (Ω)
[0] ₈	#2-1	2.10	165	19.45	0.1212
	#2-2	2.08	165	18.06	0.1268
	#2-3	2.09	165	18.02	0.1282
	#2-4	2.12	155	18.31	0.1192
[0/90] ₄	#4-1	2.07	165	18.08	0.2511
	#4-2	2.05	164	18.47	0.2361
	#4-3	2.08	164	18.15	0.2362
	#4-4	2.06	155	21.30	0.2292

On peut noter que les échantillons de Type A (avec NTCs) présentent – en moyenne – des résistances électriques plus faibles que celles des échantillons de Type B, indépendamment de l'empilement.

Dans le but de dépouiller correctement ces essais, la résistance totale des éprouvettes, R_{tot}, est écrite comme la somme d'une résistance de contact, R_c, dépendant de la nature et du matériau des électrodes d'extrémité, et d'une résistance longitudinale intrinsèque de l'éprouvette, R_L :

$$R_{tot} = R_L + R_c \quad (8)$$

A son tour, la résistance longitudinale intrinsèque, R_L, peut être exprimée par l'équation suivante :

$$R_L = \frac{\rho_L}{L_y \cdot e} L_x \quad (9)$$

dans laquelle ρ_L est la résistivité équivalente du composite dans le sens longitudinal, L_x, L_y et e représentent, respectivement, la longueur, la largeur et l'épaisseur totale de l'éprouvette. Finalement :

$$R_{\text{tot}} = \frac{\rho_L}{L_y \cdot e} L_x + R_c \quad (10)$$

Pour des éprouvettes de même largeur et de même épaisseur – sous l’hypothèse que R_c et ρ_L ne dépendent pas de L_x – l’équation (10) exprime une dépendance linéaire de la résistance totale en fonction de la longueur de l’éprouvette, dont le coefficient directeur permet d’identifier la résistivité équivalente, ρ_L , et la valeur en $L_x = 0$ permet d’identifier la résistance de contact, R_c . La Fig. 45 présente la mesure expérimentale de la résistance électrique longitudinale de 3 éprouvettes de type A avec différentes longueurs.

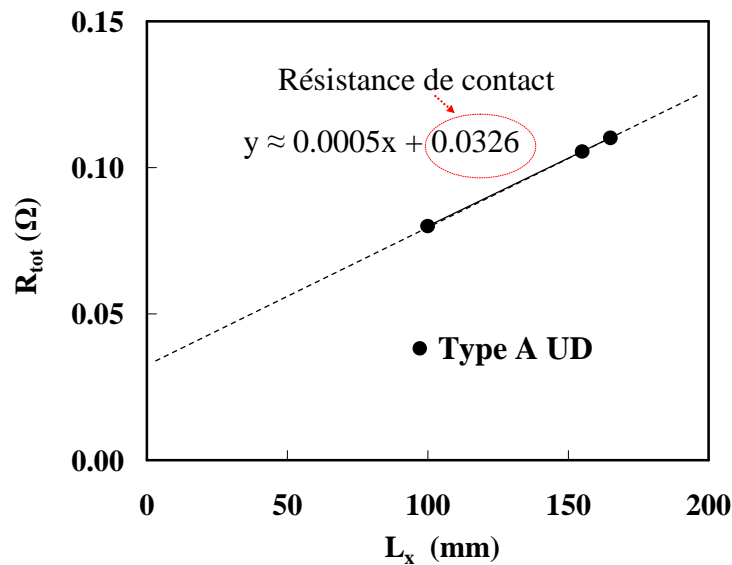


Figure 45 : Résistance électrique longitudinale de 3 éprouvettes de Type A avec même largeur, même épaisseur et différentes longueurs.

La valeur de R_{tot} en $L_x = 0$ – donnée par l’intersection de la courbe obtenue par régression linéaire des données expérimentales avec l’axe des ordonnées – permet d’identifier, dans ce cas, des résistances de contact d’environ 0.03 Ω, valeur comparable à celle trouvée dans une précédente campagne expérimentale (projet VICOMTHE) employant les mêmes types d’électrodes : on peut faire l’hypothèse que cette résistance soit la même pour des éprouvettes ayant approximativement la même largeur et la même épaisseur et que, notamment, soit la même pour toutes les éprouvettes testées. Dans ce cas, en soustrayant systématiquement la valeur identifiée de R_c des valeurs mesurées de R_{tot} , pour toutes les éprouvettes testées, les valeurs des résistances intrinsèques des éprouvettes, R_L peuvent être mesurées : la moyenne de ces valeurs est présentée – pour les différents échantillons – dans le tableau 10.

Tableau 10 : Résistance intrinsèque, R_L , d’éprouvettes de différent type et empilement.

Matériaux	[0] ₈	[0] ₈	[0/90] ₄	[0/90] ₄
	Type A	Type B	Type A	Type B
R_L (Ω)	0.08	0.09	0.19	0.22

A partir du tableau 10, les conclusions (partielles) suivantes peuvent être tirées :

- les éprouvettes de Type A (avec NTCs) présentent une résistance intrinsèque longitudinale systématiquement plus faible (d'environ 10%) des correspondantes éprouvettes de Type B (sans NTCs),
- les empilements de type $[0/90]_4$ présentent une résistance intrinsèque longitudinale qui est environ égale au double de celle mesurée sur empilements de type $[0]_8$: on note que le rapport entre les résistances mesurées dans des empilements $[0/90]_4$ est approximativement égal à l'inverse du rapport du nombre des plis à 0° présents dans les deux types d'échantillons.

Ces conclusions seront précisées dans les sections suivantes.

3.1.2 Identification des conductivités/résistivités électriques : effet de charges NTCs

En utilisant l'Eq. (9), la conductivité et la résistivité (l'inverse de la résistivité) intrinsèques longitudinales, notées respectivement σ_L et ρ_L peuvent être identifiées.

Le Tableau 11 résume toutes les mesures des résistivités et des conductivités électriques longitudinales pour les éprouvettes de Type A et de Type B et pour les deux empilements testés.

Tableau 11 : Résistivité et conductivité électrique longitudinale.

	Matériau	Résistivité	Conductivité	Matériau	Résistivité	Conductivité
	$[0]_8$	ρ_L ($\times 10^{-5} \Omega.m$)	σ_L ($\times 10^4 S/m$)	$[0/90]_4$	ρ_L ($\times 10^{-5} \Omega.m$)	σ_L ($\times 10^4 S/m$)
Type A	#1-1	1.91	5.24	#3-1	4.47	2.24
	#1-2	1.96	5.09	#3-2	4.45	2.25
	#1-3	2.10	4.76	#3-3	4.42	2.26
	#1-4	2.22	4.50	#3-4	5.16	1.94
Type B	#2-1	2.25	4.45	#4-1	5.01	2.00
	#2-2	2.20	4.54	#4-2	4.75	2.10
	#2-3	2.25	4.45	#4-3	4.74	2.11
	#2-4	2.25	4.45	#4-4	5.92	1.69

La Fig.46-47 et le tableau 12 illustrent l'influence des NTCs sur la conductivité et la résistivité électriques équivalentes longitudinales des éprouvettes UD $[0]_8$ et CR $[0/90]_4$.

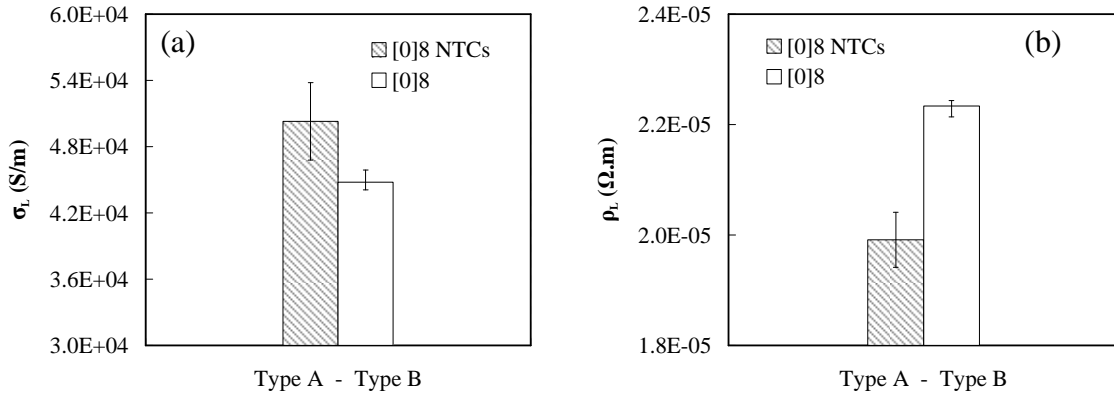


Figure 46 : (a) Conductivité et (b) résistivité électrique équivalente longitudinale d'éprouvettes UD $[0]_8$ de Type A et de Type B.

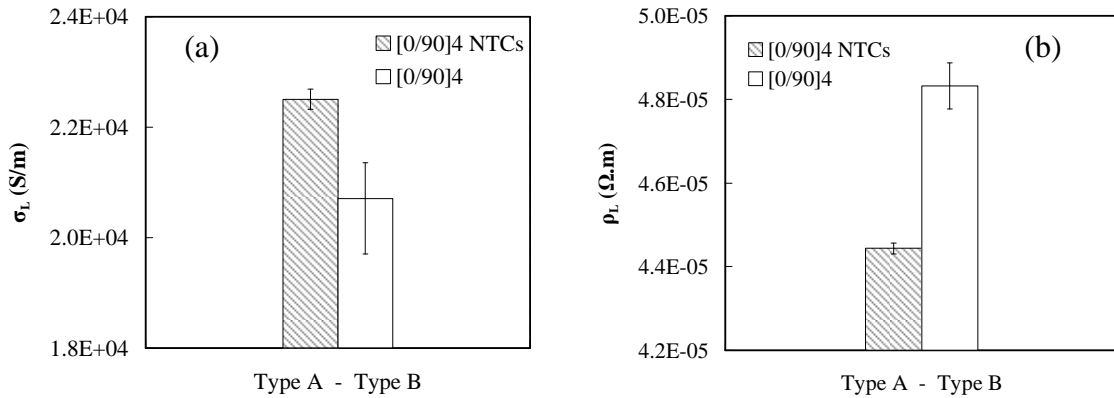


Figure 47 : (a) Conductivité et (b) résistivité électrique équivalente longitudinale d'éprouvettes UD $[0/90]_4$ de Type A et de Type B.

Pour les deux types d'empilement, en moyenne, l'effet des NTCs est d'augmenter (diminuer) les valeurs de conductivité (résistivité) électrique équivalente longitudinale d'environ 10 % (Tableau 12).

Tableau 12 : Conductivité et résistivité électrique d'éprouvettes de Type A et de Type B : tableau comparatif.

	Type A	Type B	$\frac{\sigma_B - \sigma_A}{\sigma_A} \times 100\%$
	σ_A ($\times 10^4 \text{ S/m}$)	σ_B ($\times 10^4 \text{ S/m}$)	
$[0]_8$	5.03	4.48	-11%
$[0/90]_4$	2.25	2.07	-8%
	Type A	Type B	$\frac{\rho_B - \rho_A}{\rho_A} \times 100\%$
	ρ_A ($\times 10^{-5} \text{ } \Omega \cdot \text{m}$)	ρ_B ($\times 10^{-5} \text{ } \Omega \cdot \text{m}$)	
$[0]_8$	1.99	2.23	12%
$[0/90]_4$	4.44	4.83	9%

En utilisant la « loi des mélanges » (borne supérieure, Eq. (2), Chapitre I) la conductivité électrique dans le sens longitudinal du pli unidirectionnel $[0]_8$ peut s'exprimer en fonction de la conductivité électrique de ses constituants élémentaires (fibres et matrice, σ_f et σ_m) et de la fraction volumique des fibres, V_f :

$$\sigma_{L,[0]} = \sigma_L = \sigma_f V_f + \sigma_m (1 - V_f) \quad (11)$$

Si la conductivité électrique de la matrice est beaucoup plus faible que celle des fibres, l'Eq. (11) peut se réécrire sous la forme simplifiée (approchée) :

$$\sigma_{L,[0]} \approx \sigma_f V_f \quad (12)$$

qui permet d'identifier – en connaissant la fraction volumique du pli unidirectionnel – les valeurs des conductivités et des résistivités électriques des fibres de carbone :

$$\sigma_f \approx \frac{\sigma_{L,[0]}}{V_f} \rightarrow \rho_f = \frac{1}{\sigma_f} \quad (13)$$

Ces valeurs sont comparées dans le Tableau 13 aux valeurs tirées de la littérature (en italique). Il est à noter que pour les fibres non chargées de NTCs, nos valeurs sont en très bon accord avec la fiche fournisseur ([91]). Dans notre cas, la présence des NTCs augmente, d'environ 12 % – la conductivité électrique apparente des fibres de carbones non chargées en NTCs.

Tableau 13 : Conductivité et résistivité électrique des fibres de carbone, identifiés à partir de mesures de résistance électrique de stratifiés unidirectionnelles $[0]_8$ dans le sens longitudinal.

Matériaux	Résistivité électrique ρ_f ($\Omega.m$)	Conductivité électrique σ_f (S/m)
Type A avec NTCs	$1.19 \times 10^{-5} (\pm 5 \times 10^{-7})$	$8.38 \times 10^4 (\pm 3 \times 10^3)$
<i>T700/NTCs [89]</i>	<i>$2.79 \times 10^{-5} [89]$</i>	<i>$3.58 \times 10^4 [89]$</i>
Type B sans NTCs	$1.34 \times 10^{-5} (\pm 1.3 \times 10^{-7})$	$7.46 \times 10^4 (\pm 4 \times 10^2)$
<i>T700S [91]</i>	<i>$1.60 \times 10^{-5} [91]$</i>	<i>$6.25 \times 10^4 [91]$</i>

3.1.3 Identification des conductivités/résistivités électriques : effet de l'empilement des plis

Les Figs. 48 et 49 permettent de comparer les conductivités (a) et les résistivités (b) électriques équivalentes longitudinales d'éprouvettes unidirectionnelles, $[0]_8$, et croisées, $[0/90]_4$, de Type A (Fig. 48) et de Type B (Fig. 49).

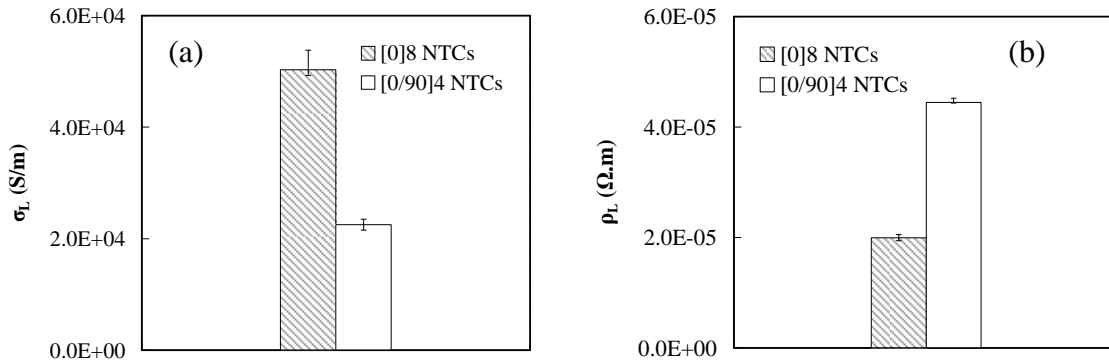


Figure 48 : (a) Conductivité et (b) résistivité électrique équivalente longitudinale d'éprouvettes unidirectionnelles, $[0]_8$, et croisées, $[0/90]_4$, de Type A.

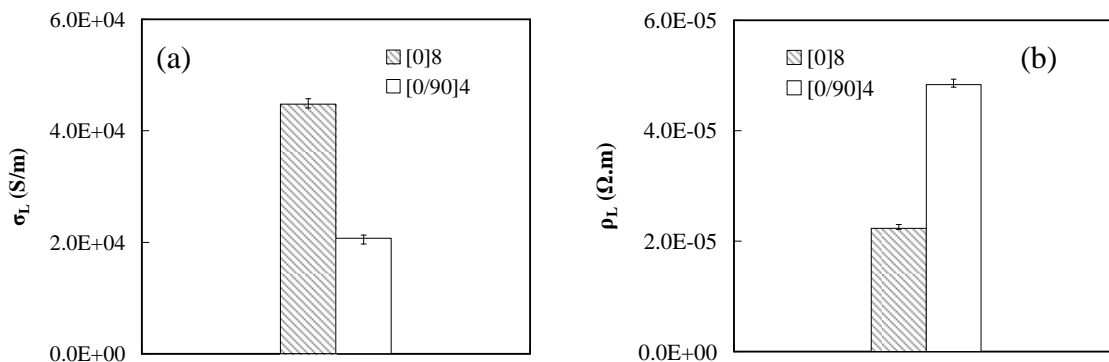


Figure 49 : (a) Conductivité et (b) résistivité électrique équivalente longitudinale d'éprouvettes unidirectionnelles, $[0]_8$, et croisées, $[0/90]_4$, de Type B.

Les valeurs des conductivités électriques d'éprouvettes unidirectionnelles, $[0]_8$ sont environ doubles de celles mesurées dans des éprouvettes croisées $[0/90]_4$: le rapport entre ces valeurs est approximativement égal à l'inverse du rapport entre le nombre total de plis unidirectionnels des deux éprouvettes (voir Tableau 14). Les plis 0° jouent un rôle essentiel sur les valeurs de résistivité (conductivité) équivalente dans le sens longitudinal de ce type d'échantillons : du moment que les électrodes sont directement en contact avec les fibres de carbone, le courant électrique a tendance à circuler dans les dernières comme si elles étaient des fils électriques. Le courant a donc tendance à ne passer que dans les plis 0° .

Tableau 14 : Conductivité et résistivité électrique d'éprouvettes $[0]_8$ et $[0/90]_4$: tableau comparatif.

	$[0]_8$	$[0/90]_4$	
	σ_L ($\times 10^4$ S/m)	σ_L ($\times 10^4$ S/m)	$\frac{\sigma_{L,[0/90]}}{\sigma_{L,[0]}}$
Type A	5.22	2.25	0.43
Type B	4.48	2.07	0.46
	ρ_L ($\times 10^{-5}$ Ω .m)	ρ_L ($\times 10^{-5}$ Ω .m)	$\frac{\rho_{L,[0/90]}}{\rho_{L,[0]}}$
Type A	1.99	4.41	2.2
Type B	2.23	4.82	2.2

En utilisant les mesures de conductivité/résistivité électrique dans le sens longitudinal d'éprouvettes de type croisé $[0/90]_4$ et la « loi des mélanges » (borne inférieure, Eq. (2), Chapitre I), l'identification de la conductivité (résistivité) transverse du pli unidirectionnel peut être tentée. Dans ce cas on peut écrire

$$\rho_{L,[0/90]} = \rho_L \frac{e_0}{e} + \rho_T \frac{e_{90}}{e} \rightarrow \rho_T = \frac{e}{e_{90}} \left(\rho_{L,[0/90]} - \rho_L \frac{e_0}{e} \right) \rightarrow \sigma_T = \frac{1}{\rho_T} \quad (14)$$

Les valeurs de σ_T (ρ_T) ainsi identifiées sont résumées dans le Tableau 15, et comparées à celles de la référence [17].

 Tableau 15 : Conductivité et résistivité électrique transverse du pli composite, identifiée à partir de mesures de résistance électrique dans le sens longitudinale de stratifiés $[0/90]_4$.

Matériaux	Résistivité électrique ρ_T (Ω .m)	Conductivité électrique σ_T (S/m)
Type A avec NTCs	7.14×10^{-5}	1.4×10^4
Type B sans NTCs	7.69×10^{-5}	1.3×10^4
<i>UD CFRP [17]</i>	1.25×10^{-2} [17]	0.8×10^2 [17]

Suite à cette identification le rapport d'anisotropie, σ_L/σ_T , dans le plan du pli unidirectionnel est égal à environ 4, valeur qui n'est pas en accord avec des données de littérature [17] et [18] pour un matériau composite de type carbone – époxy. Si on utilise la borne supérieure de la loi de mélanges pour l'identification de la conductivité transverse du pli UD, on trouve des valeurs négatives, résultat non physiquement admissible. Il semble donc que cette méthode d'identification des propriétés électriques transverses du pli UD à partir de celles de stratifiés croisés n'est pas concluante. Par contre, encore une fois, on note que la présence des NTCs augmente, d'environ 8% – la conductivité électrique transverse apparente du pli unidirectionnel.

3.1.4 Discussion des résultats

Dans ce type d'essai, à cause du type d'électrodes employées (directement en contact avec les fibres « à nu ») le courant a tendance à circuler principalement dans les fibres de carbone – qui se comportent du point de vue de la conduction comme des fils électriques.

Cela a deux conséquences majeures :

- l'impact des charges NTCs sur les propriétés électriques dans le sens des fibres (sens 0°) du pli unidirectionnel est relativement faible (incrément d'environ 10% sur les valeurs de conductivité) : l'augmentation du nombre et de la qualité des points de contact entre nanocharges n'a pas beaucoup d'effet dans la direction des fibres, le comportement électrique étant dominé par les fibres, les nanocharges étant principalement alignées dans la direction radiale (orthogonale aux fibres) (Fig. 50a),
- l'identification de la conductivité/résistivité transverse aux fibres – effectuée en utilisant la « loi des mélanges » appliquée à des éprouvettes croisées $[0/90]_4$, chargés en NTCs ou non – semble être fortement en contraste avec les données de littérature [17]. La configuration de l'éprouvette peut être considérée comme une des causes qui pourraient fausser cette identification : les électrodes étant en contact direct avec les fibres, le courant a tendance à circuler dans les fibres, dans les plis 0° , qui « monopolisent » les chemins de conduction électrique. Une mesure plus précise de la conductivité transverse pourrait être atteinte à travers des mesures directes sur des échantillons unidirectionnels 90° comme ceux illustrés schématiquement dans la (Fig. 50b).

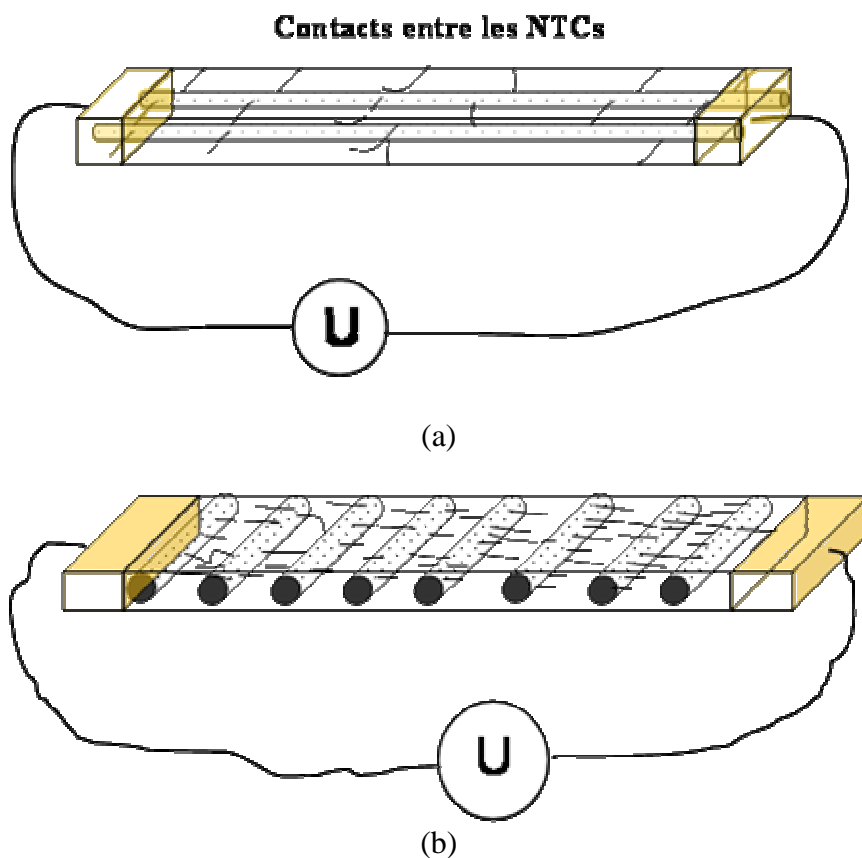


Figure 50 : Chemins de conduction électrique dans des plis unidirectionnels : (a) direction des fibres (0°) (b) direction transverse aux fibres (90°)

3.2 Mesures de température

Des mesures de température sont effectuées sur la surface des éprouvettes à l'aide des cadres et des montages expérimentaux présentés dans le chapitre II (Fig.28–30).

Les courants électriques (continus) sont injectés aux extrémités des éprouvettes par paliers de 1A, jusqu'à 9 A. Le suivi du champ de température au cours du temps est garanti par une camera infrarouge à haute résolution. Pour chaque niveau de courant électrique, un temps d'environ 900s est nécessaire pour atteindre l'équilibre thermique : l'enregistrement d'une image de température est effectué automatiquement par un système de pilotage LABVIEW en mesure d'1 image par seconde.

La Fig.51 illustre un exemple de champ de température restitué par la camera infrarouge.

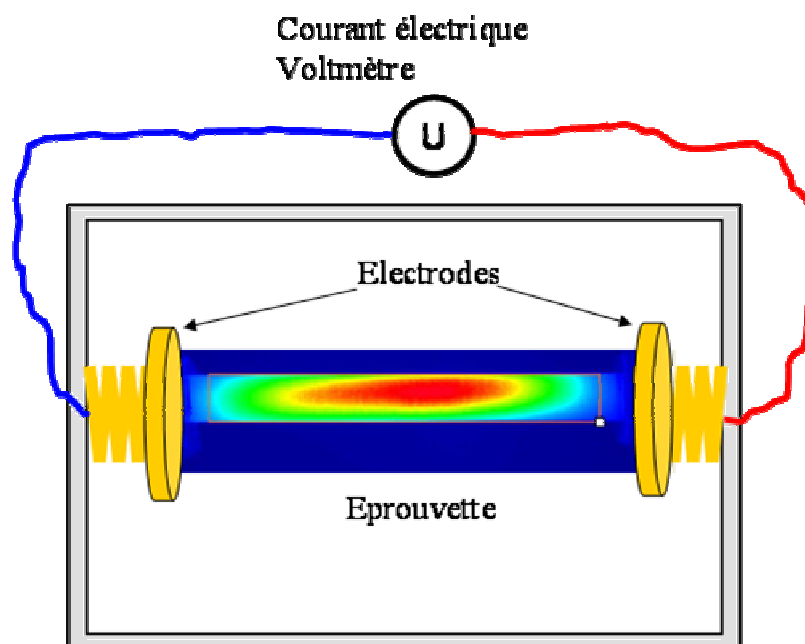


Figure 51 : Exemple de champ de température restitué par la camera infrarouge

L'éprouvette (de dimensions $\sim 165\text{mm} \times 18\text{mm} \times 2\text{mm}$) est placée horizontalement pour minimiser les effets induits par la convection naturelle (courants convectifs ascendants) observés dans une campagne d'essais précédente pour des éprouvettes placées verticalement (Fig. 7, Chapitre I).

Pour pouvoir dépouiller correctement ces essais, le suivi de température est effectué respectivement :

- selon trois lignes horizontales parallèles à l'axe de l'éprouvette,
- selon trois lignes verticales perpendiculaires à l'axe de l'éprouvette,
- sur trois points situés sur la surface, alignés selon l'axe de l'éprouvette.

3.2.1 Champ de température mesuré le long de trois lignes horizontales situées sur la surface des éprouvettes

Le champ de température bidimensionnel fourni par la camera infrarouge et par le logiciel d'acquisition ALTAIR peut être caractérisé le long de chemins choisis par l'utilisateur, selon des directions données. Dans le but de caractériser les gradients de température existant sur la surface des éprouvettes, les profils de température sont visualisés le long de trois lignes horizontales A, B et C situées sur la surface de l'éprouvette (Fig. 52) : la ligne A est située en correspondance avec l'axe de l'éprouvette, les deux autres à une distance d'environ 5.4 mm de celle-ci.

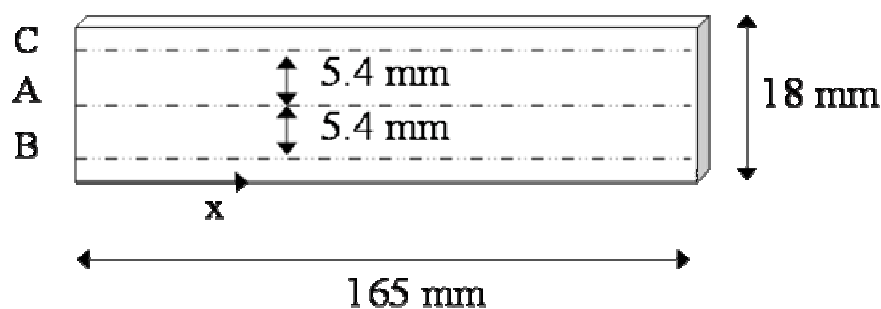
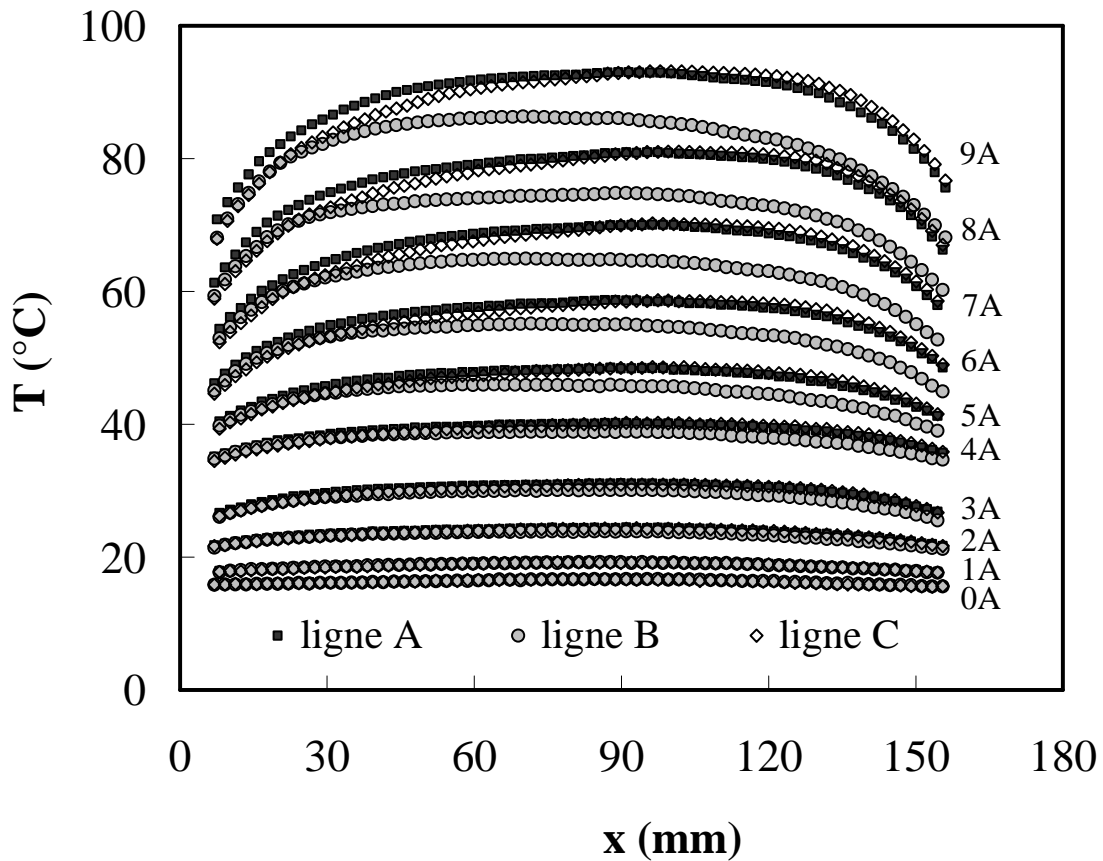
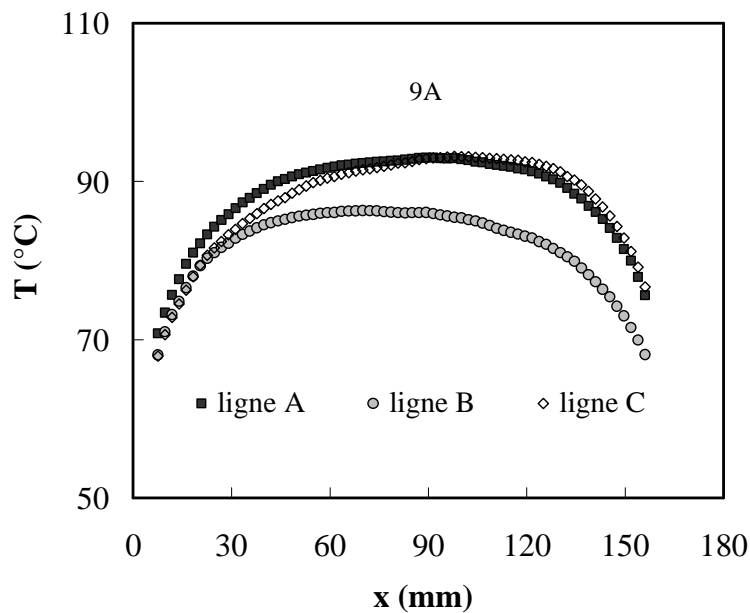


Figure 52 : Illustration schématique des trois lignes A, B et C horizontales situées sur la surface des éprouvettes et choisies pour visualiser les profils de la température.

La Fig.53a présente – pour une éprouvette de Type A $[0]_8$ – les profils de température en fonction de la distance (x) de l'extrémité gauche de l'éprouvette (voir Fig. 52) le long des trois lignes choisies pour différents valeurs du courant électrique injecté. La Fig. 53b présente les mêmes profils pour une seule valeur de courant (9A).



(a)



(b)

Figure 53 : (a) Profils de température le long des trois lignes A, B, C pour différentes valeurs du courant électrique injecté (b) profils de température à 9A (éprouvette unidirectionnelle $[0]_8$ de Type A).

On note que les profils de température ne sont pas uniformes et qu'ils présentent un maximum au centre de l'échantillon avec des valeurs plus faibles au niveau des contacts; en outre, les températures mesurées le long de la ligne B (ligne inférieure) sont systématiquement plus basses que celles mesurées le long des lignes A (ligne centrale) et C (ligne supérieure). On peut se poser des questions concernant l'origine de ces hétérogénéités : la convection naturelle peut jouer un rôle dans la mesure où des gradients de température « ascendants » sont relevés ; d'autre part on peut suspecter des différences de contact électrique aux extrémités et on peut également imaginer l'existence d'un flux de chaleur sortant de l'éprouvette, en direction des électrodes cuivrés, chaleur globalement absorbée par le cadre de support.

Pour une éprouvette unidirectionnelle $[0]_8$ de Type B les profils de température sont qualitativement similaires à ceux illustrés dans la Fig. 53. Pour comparaison, la Fig. 54 présente les profils de température (ligne A) mesurés à 9A pour des éprouvettes de Type A et de Type B : on note que la température moyenne mesurée sur l'éprouvette de Type B est plus élevée de celle mesurée sur les éprouvettes de Type A. En outre, pour les deux échantillons, le champ de température est approximativement uniforme sur une zone proche du centre de l'éprouvette, dont l'étendue est d'environ 80 mm (Fig. 54).

Les gradients sont concentrés dans une zone proche des électrodes d'extrémité : vraisemblablement ces gradients témoignent de l'existence d'un flux de chaleur sortant de l'éprouvette, en direction du cadre de maintien.

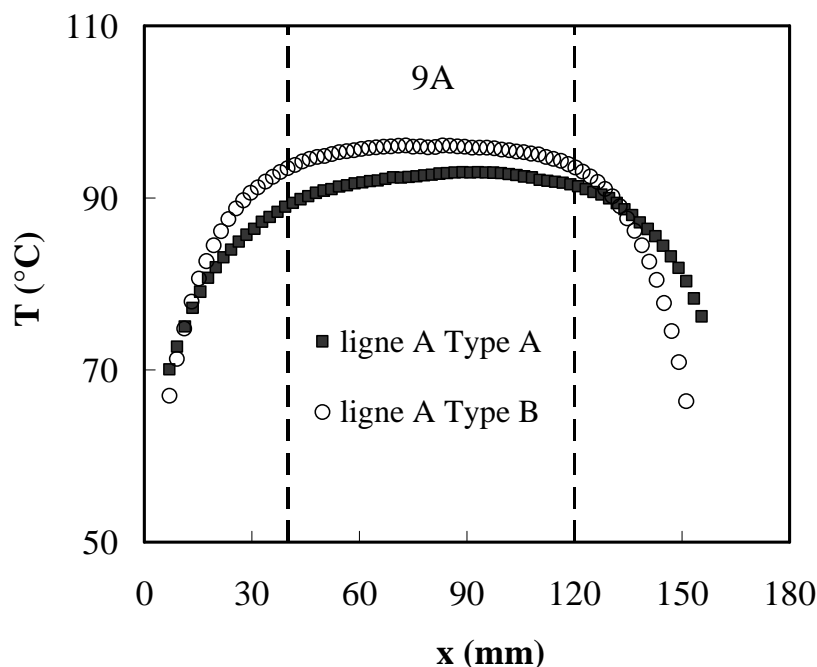
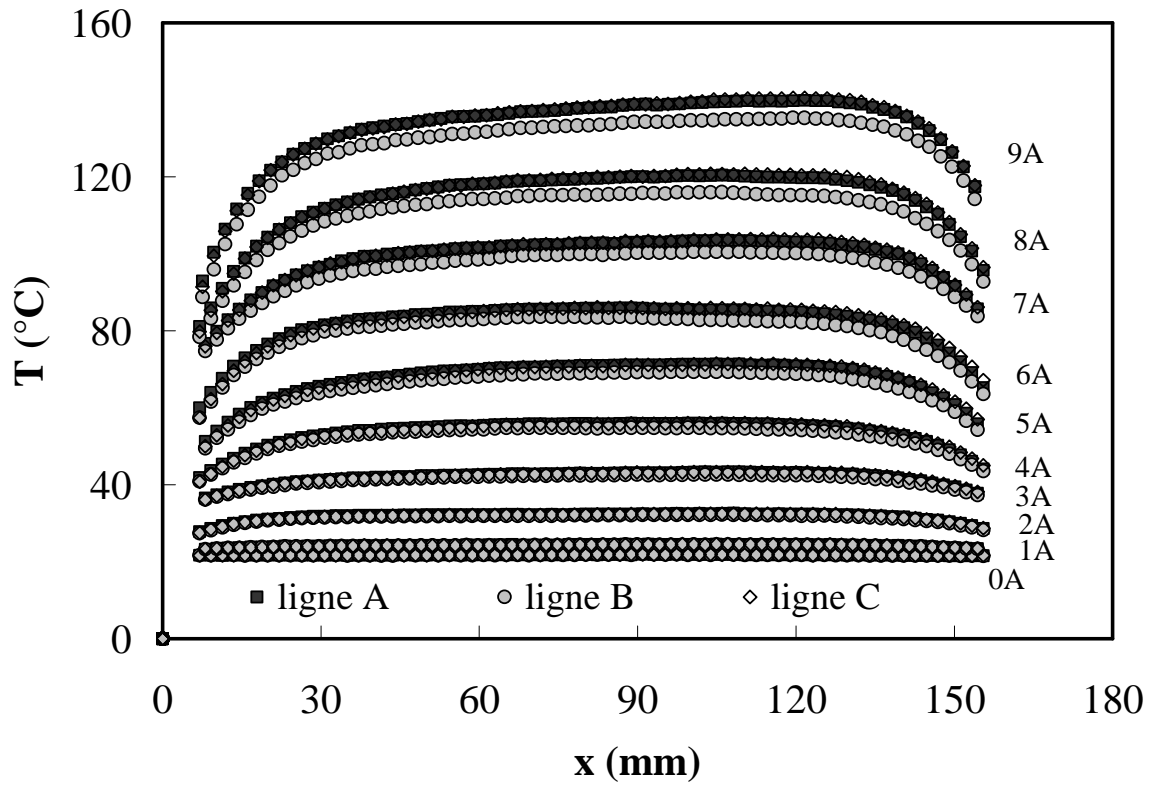
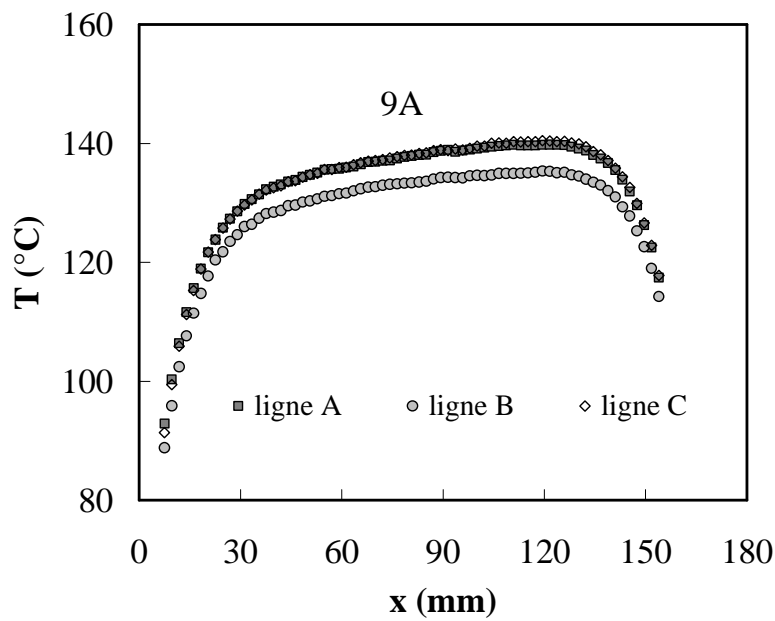


Figure 54 : Profil de température le long de la ligne A, à 9A, pour des éprouvettes unidirectionnelles $[0]_8$ de Type A et de Type B.

Les Fig.55 et Fig.56 – qualitativement similaires aux Fig.53 et 54 – concernent des éprouvettes croisés $[0/90]_4$ de Type A et de Type B. Des considérations analogues à celles effectuées pour les éprouvettes unidirectionnelles peuvent être effectuées dans ce cas.



(a)



(b)

Figure 55 : (a) Profils de température le long des trois lignes A, B, C pour différentes valeurs du courant électrique injecté (b) profils de température à 9A (éprouvette croisée $[0/90]_4$ de Type A)

Pour comparaison, la Fig. 56 présente les profils de température (ligne A) mesurés à 9A pour des éprouvettes croisées $[0/90]_4$ de Type A et de Type B, respectivement. On note que le profil de température est similaire dans les deux cas, la température moyenne mesurée sur l'éprouvette de type B étant plus élevée de celle mesurée sur les éprouvettes de Type A. On note, encore une fois comme dans le cas de configurations unidirectionnelles $[0]_8$, et pour les deux échantillons, que le champ de température est approximativement uniforme sur une zone proche du centre de l'éprouvette, dont l'étendue est d'environ 80 mm.

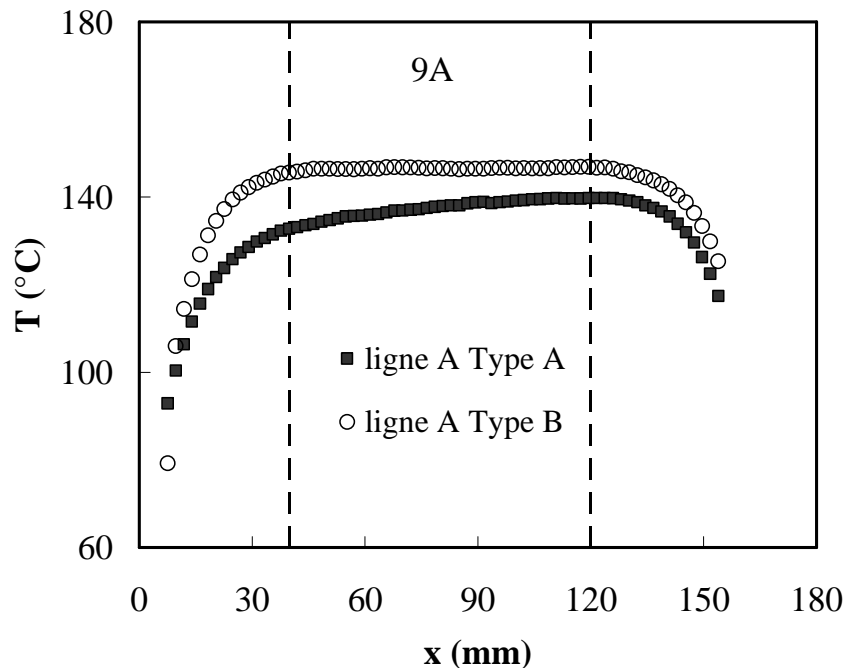


Figure 56 : Profil de température le long de la ligne A, à 9A, pour des éprouvettes croisées $[0/90]_4$ de Type A et de Type B.

3.2.2 Champ de température mesuré le long de trois lignes verticales situées sur la surface des éprouvettes

Les profils de température sont également visualisés le long de trois lignes verticales E, D et F situées sur la surface de l'éprouvette (Fig. 57) : la ligne D est située en correspondance avec l'axe symétrie de l'éprouvette, les deux autres à une distance d'environ 51 mm de celle-ci.

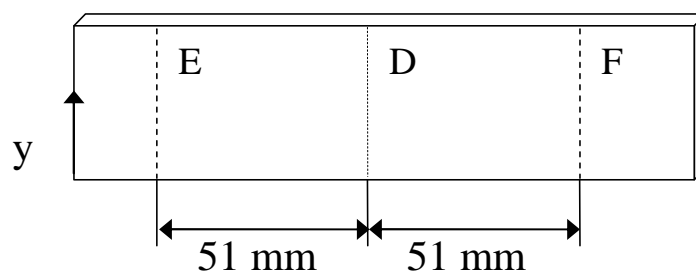
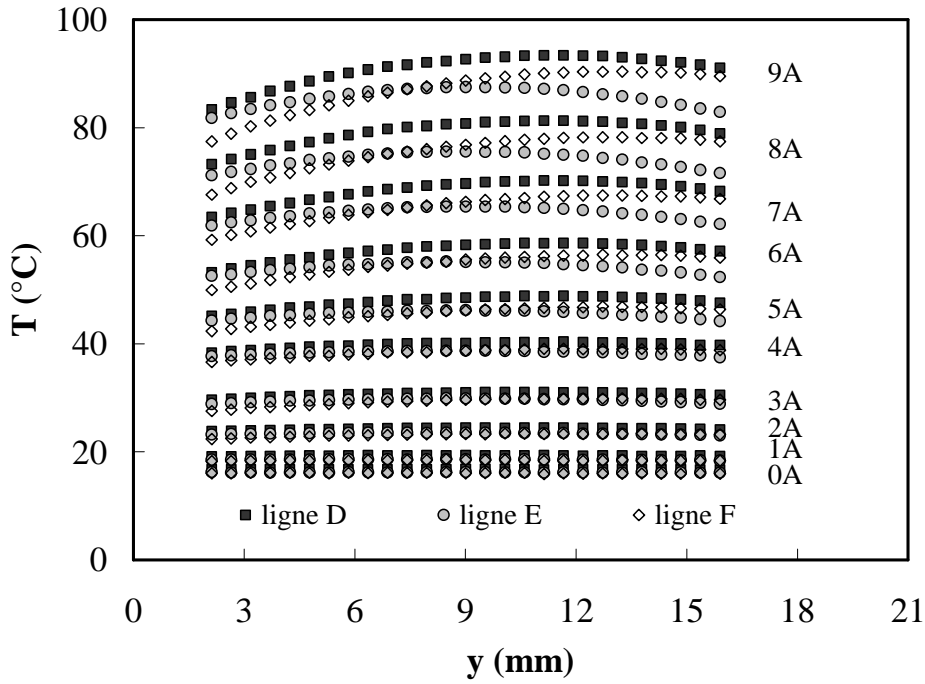


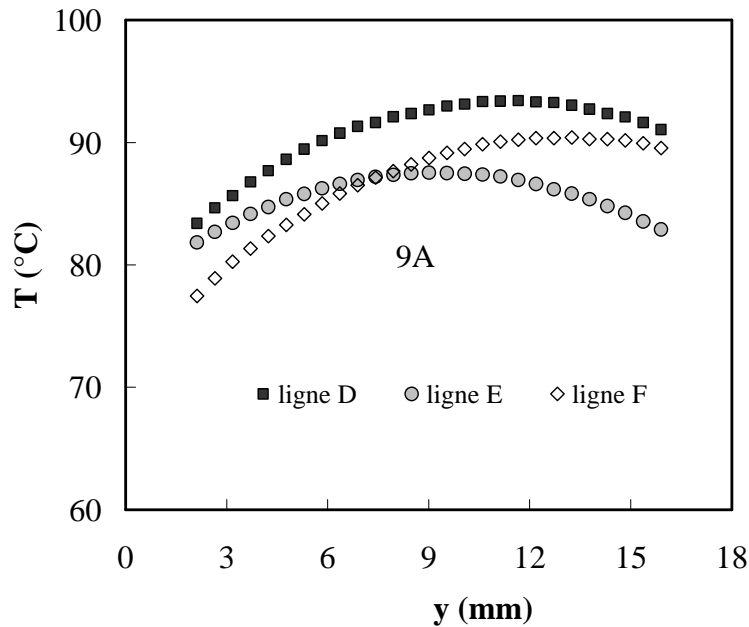
Figure 57 : Illustration schématique des trois lignes E, D et F verticales situées sur la surface des éprouvettes et choisies pour visualiser les profils de la température.

Les Figs. 58a et 59a présentent – pour des éprouvettes de Type A unidirectionnelles $[0]_8$ et croisées $[0/90]_4$ respectivement – les profils de température en fonction de la distance (y) de l’extrémité basse de l’éprouvette (voir Fig. 57) le long des trois lignes choisies pour différents valeurs du courant électrique injecté.

Les Figs. 58b et 59b présentent les mêmes profils pour une seule valeur de courant (9A), pour des éprouvettes de Type A unidirectionnelles et croisées.

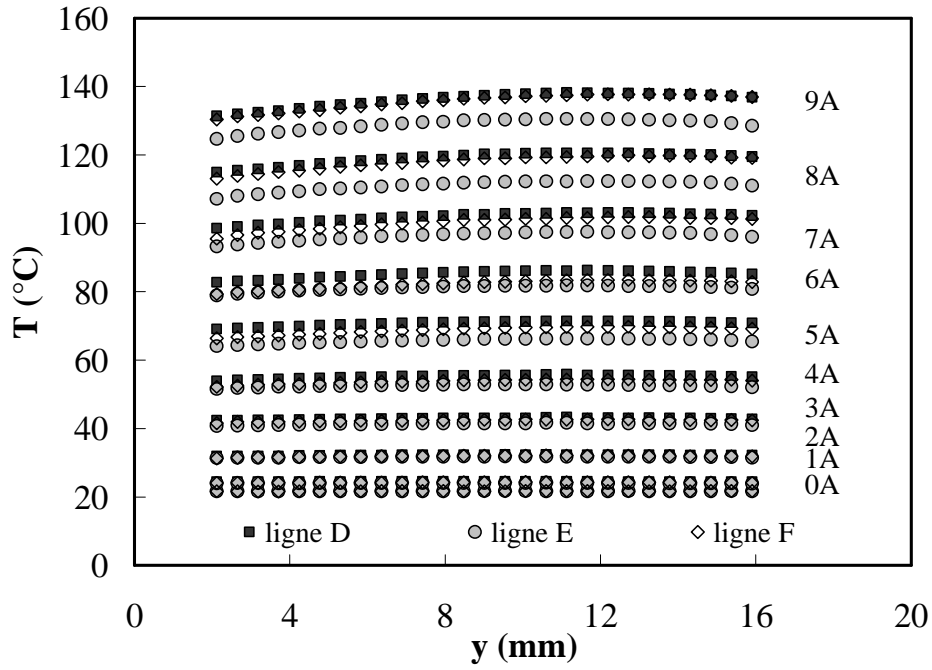


(a)

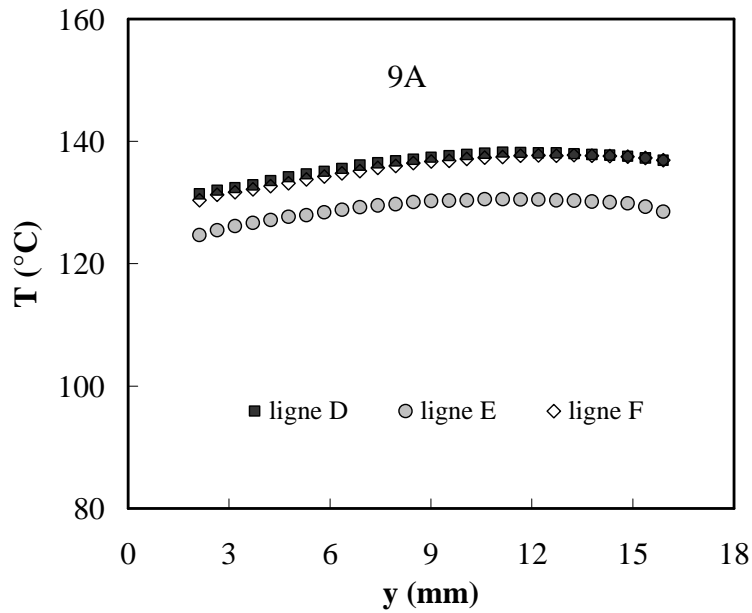


(b)

Figure 58 : Les profils de la température de trois lignes verticales sur la surface d’éprouvette Type A $[0]_8$ avec NTCs



(a)



(b)

Figure 59 : Les profils de la température de trois lignes verticales sur la surface d'éprouvette Type A $[0/90]_4$ avec NTCs

Enfin les comparaisons des profils de température pour des éprouvettes de Type A et de Type B unidirectionnelles (Fig. 60) et croisées (Fig. 61) montre une différence significative entre l'éprouvette de type B et l'éprouvette de Type A (la température de l'éprouvette B étant plus élevée que celle mesurée sur une éprouvettes de Type A).

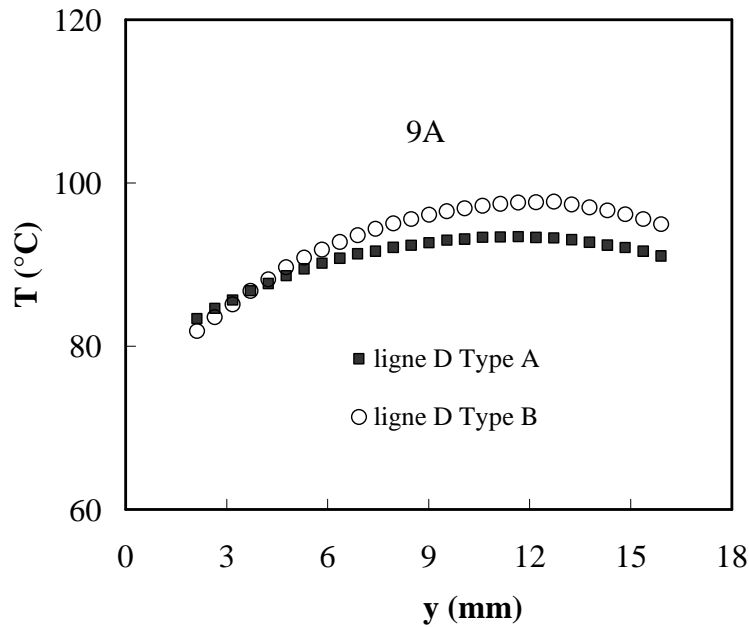


Figure 60 : Profil de température le long de la ligne D, à 9A, pour des éprouvettes unidirectionnelles [0]₈ de Type A et de Type B.

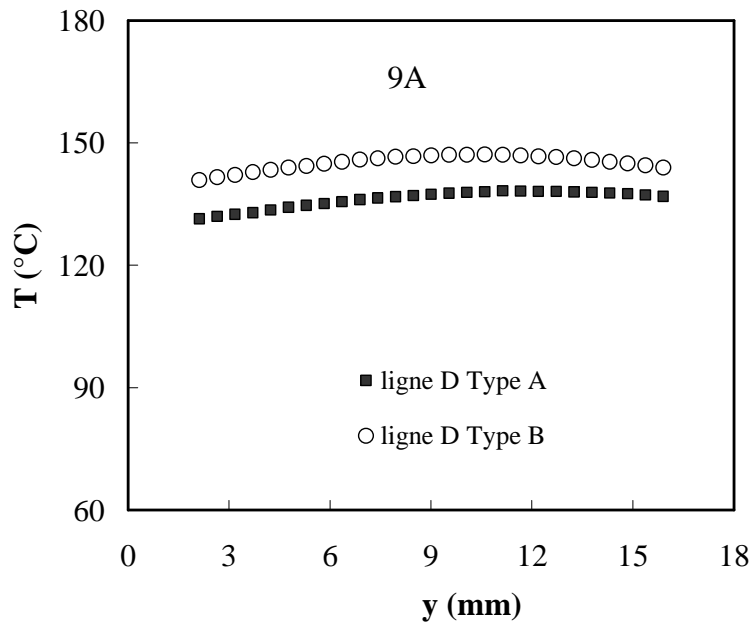


Figure 61 : Profil de température le long de la ligne D, à 9A, pour des éprouvettes croisées [0/90]₄ de Type A et de Type B.

Les gradients verticaux de température mesurés et illustrés dans cette section ne sont pas dus aux effets de un flux de chaleur sortant de l'éprouvette en direction du cadre de maintien, la convection naturelle qui aurait tendance à mettre en place des profils monotones de température associés à des courants ascensionnels de masse et de chaleur.

La présence de ces gradients peut être par contre liée à l'hétérogénéité des contacts électriques d'extrémité et probablement à l'anisotropie des propriétés thermiques et thermoélectriques (conductivité thermique et électrique) du matériau composite étudié.

3.2.3 Suivi de l'évolution transitoire de la température de trois points situés sur la surface de l'éprouvette

Dans le but de simplifier la lecture du champ de température mesuré, variant de façon assez complexe dans l'espace et dans le temps, trois points alignés sur l'axe horizontal de l'éprouvette (ligne A, Fig. 62) sont sélectionnés : le point 1 est situé au centre de l'éprouvette, les points 2 et 3 sont situés à une distance d'environ 51 mm du centre : la valeur « ponctuelle » de température représente en effet une moyenne effectuée sur trois rectangles de petites dimensions (contenant chacun environ 6 pixels) entourant les « points » de mesure. Le choix de ces points n'est pas aléatoire : en mesurant la température de ces points, l'hétérogénéité du champ de température selon la ligne A est suffisamment représenté, tout en éliminant les forts gradients observés à proximité des extrémités des éprouvettes.

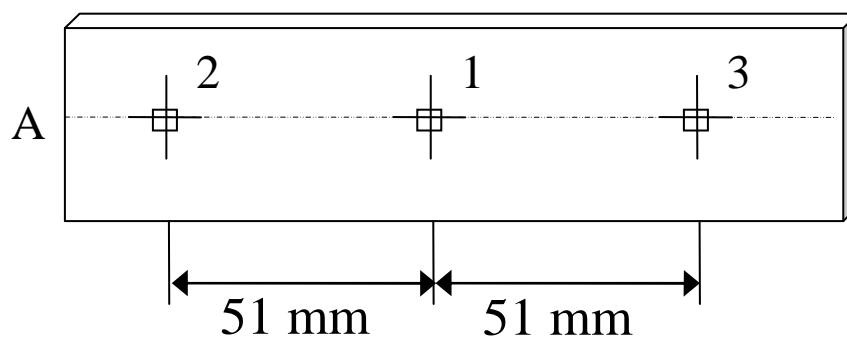


Figure 62 : Le schéma des positions de trois points choisis pour les mesures de température

Les Fig.63 et Fig.64 illustrent – en fonction du temps et pour différents niveaux de courant injecté – l'évolution de la température de trois points (1, 2, 3) situés sur la surface d'éprouvettes unidirectionnelles ($[0]_8$) de Type A et de Type B.

Pour chaque valeur de courant on note l'existence d'une phase transitoire suivie par une phase de stabilisation de la température. Les élévations de température sont liées à la puissance thermique dissipée par effet Joule : plus précisément, le palier de température observé exprime l'équilibre entre la puissance thermique dissipée et les puissances thermiques échangées avec l'environnement par rayonnement et par convection naturelle.

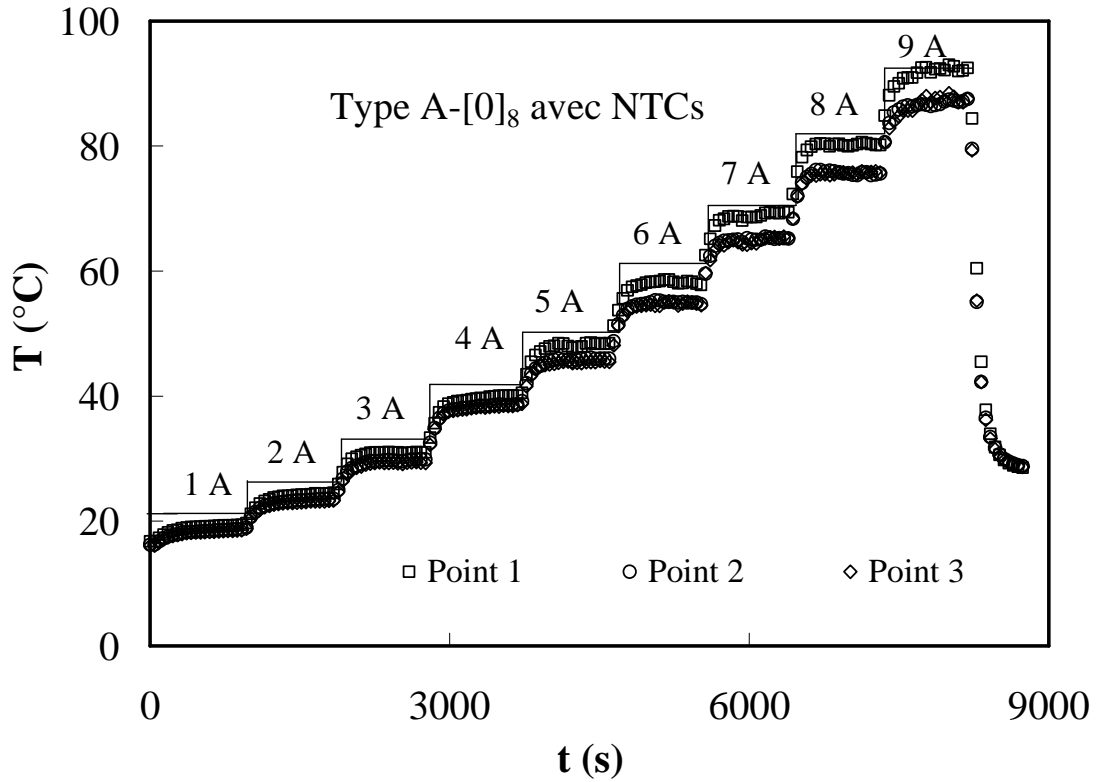


Figure 63 : Evolution temporelle de la température de trois points (1, 2, 3) situés sur la surface d'éprouvettes unidirectionnelles ($[0]_8$) de Type A (avec NTCs)

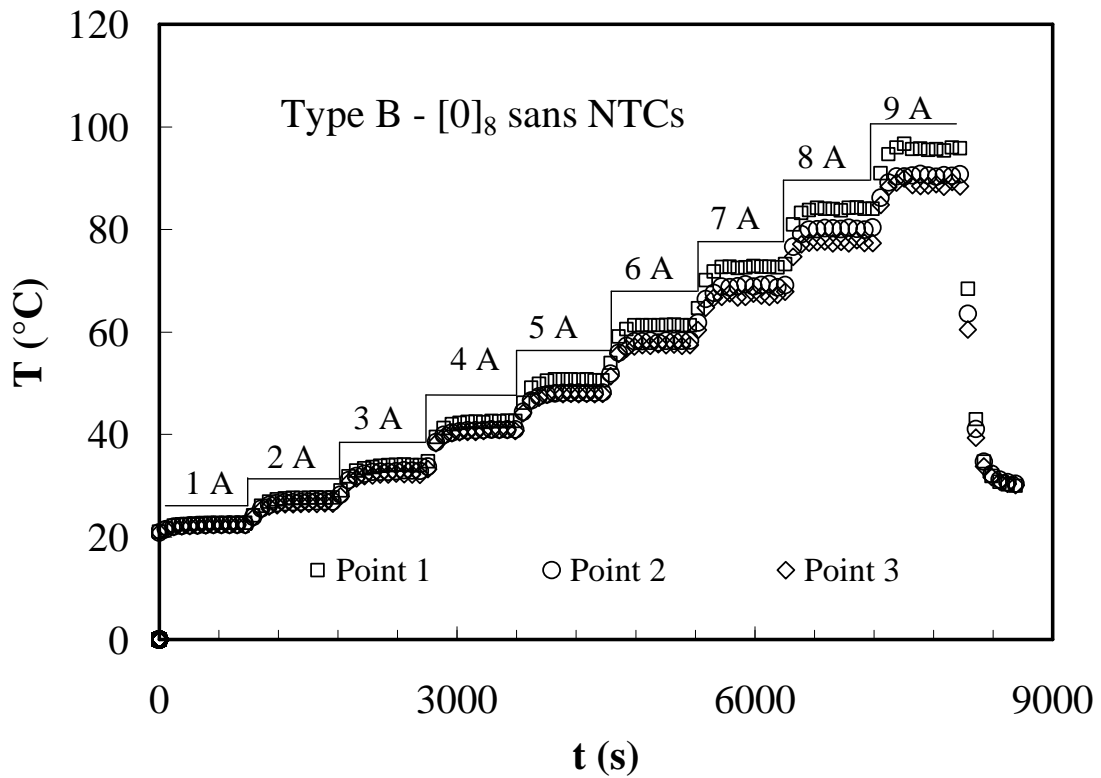


Figure 64 : Evolution temporelle de la température de trois points (1, 2, 3) situés sur la surface d'éprouvettes unidirectionnelles ($[0]_8$) de Type B (sans NTCs)

On note également que la température du point 1 est systématiquement supérieure à celle des points 2 et 3 : cela est dû à l'existence des gradients de température présentés dans la section 3.2.2. Les températures maximales atteintes au point 1 par les éprouvettes de Type A et de Type B sont, respectivement d'environ 93 °C et 98 °C, à 9A.

De façon analogue les Figs.65 et 66 illustrent – en fonction du temps et pour différents niveaux de courant injecté – l'évolution de la température de trois points (1, 2, 3) situés sur la surface d'éprouvettes croisées ($[0/90]_4$) de Type A et de Type B, respectivement.

Dans ce cas, les températures maximales atteintes au point 1 par les éprouvettes de Type A et de Type B sont, respectivement d'environ 140 °C et 150 °C, à 9A.

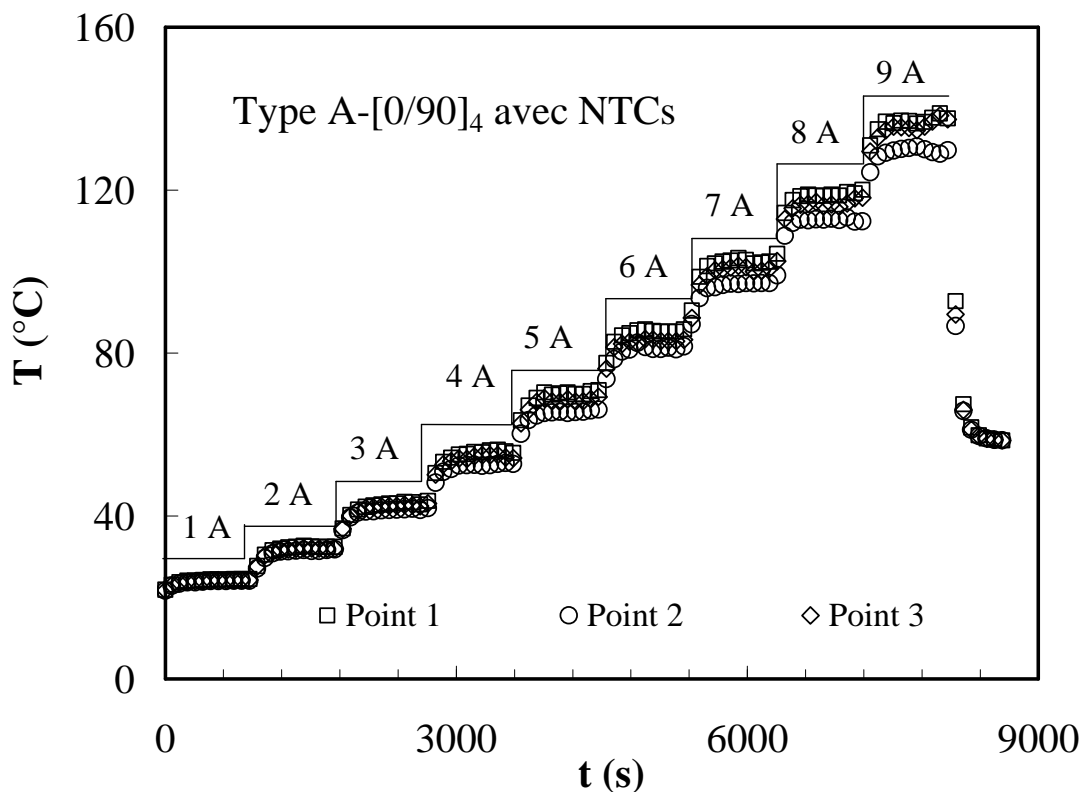


Figure 65 : Evolution temporelle de la température de trois points (1, 2, 3) situés sur la surface d'éprouvettes croisées ($[0/90]_4$) de Type A (avec NTCs)

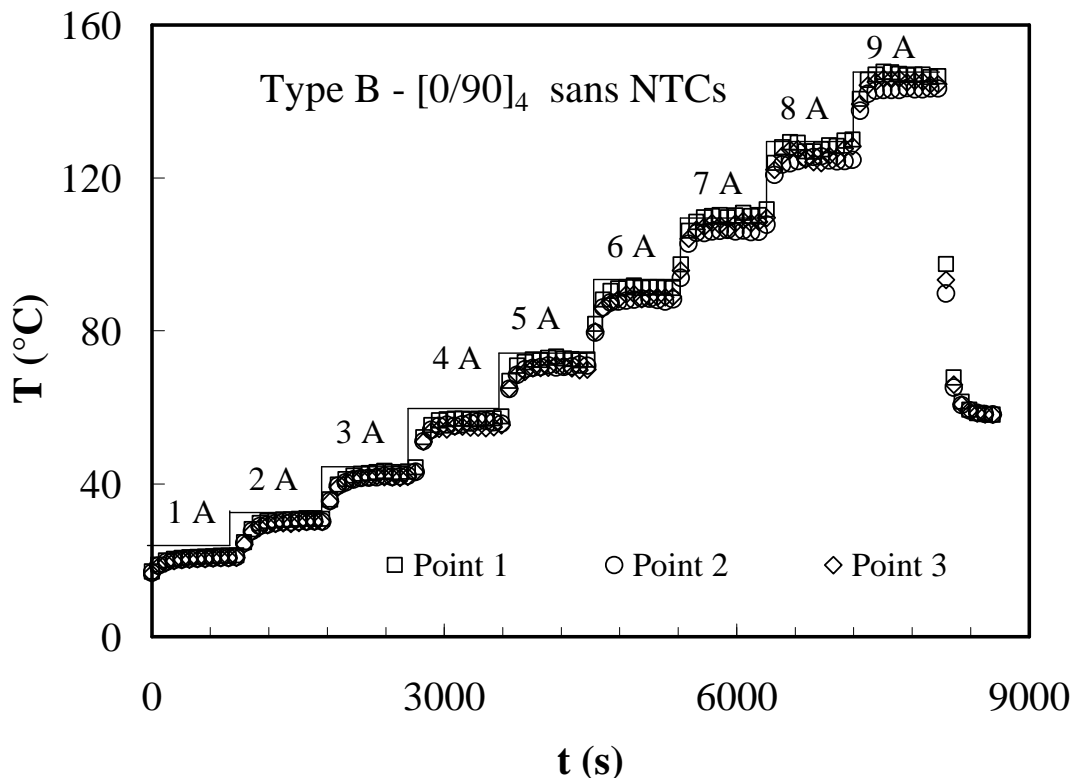


Figure 66 : Evolution temporelle de la température de trois points (1, 2, 3) situés sur la surface d'éprouvettes croisées ([0/90]₄) de Type B (sans NTCs)

Le tableau 16 résume – en fonction du courant injecté – les valeurs des températures maximales atteintes à la fin du palier de stabilisation et mesurées au point 1 pour les quatre éprouvettes testées. A première vue, la présence de NTCs a tendance à diminuer, sur toute la plage des courants testés, les valeurs des températures maximales d'environ 7 % en moyenne pour les éprouvettes unidirectionnelles ([0]₈) et d'environ 4 % en moyenne pour les croisées ([0/90]₄).

Tableau 16 : Températures maximales atteintes à la fin du palier de stabilisation et mesurées au point 1 pour les quatre éprouvettes testées, en fonction du courant injecté.

T _{max} (°C)	Type A		Type B	
	[0] ₈	[0/90] ₄	[0] ₈	[0/90] ₄
1	20.4	24.6	22.9	25.4
2	24.5	32.4	28.0	32.9
3	31.1	43.4	34.4	43.4
4	40.4	55.9	43.1	57.7
5	48.8	71.5	51.4	72.8
6	58.6	86.3	62.3	91.7
7	70.2	103.2	73.6	110.4
8	81.3	120.6	85.5	130.2
9	93.4	138.2	97.7	149.1

3.2.4 Discussion des résultats des mesures

Dans la Fig. 67 les valeurs moyennes des températures stabilisées (atteintes à la fin du palier) des points 1, 2 et 3 et la « dispersion » (le max et le min des trois mesures) sont représentées en fonction du courant injecté pour des éprouvettes $[0]_8$ et $[0/90]_4$ de Type A et de Type B.

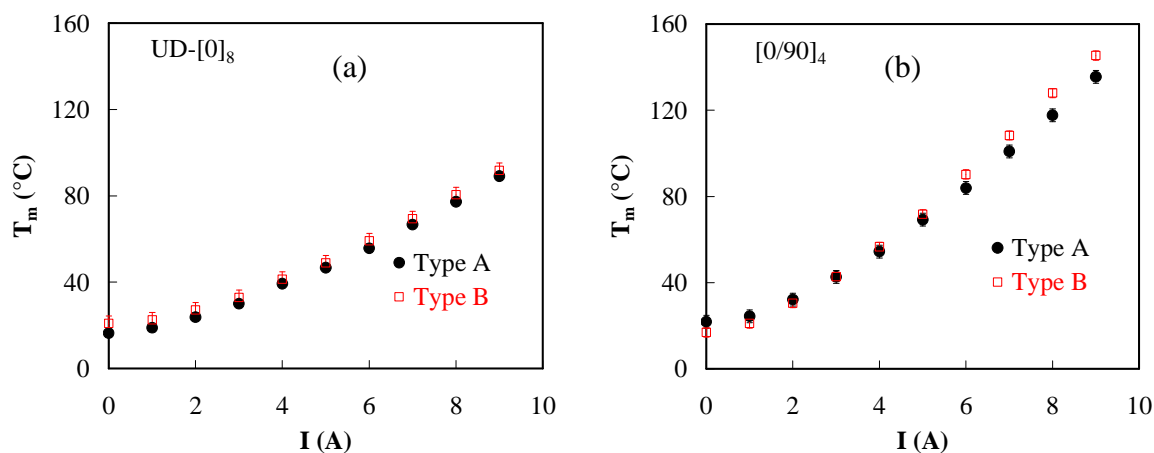


Figure 67 : Valeurs de température moyenne mesurées sur la surface d'éprouvettes (a) unidirectionnelles $[0]_8$ et (b) croisées $[0/90]_4$, de Type A et de Type B, en fonction du courant injecté.

Pour mieux interpréter ces mesures dans la Fig. 68 les écarts de température ($T_m - T_0$) où T_0 est la température initiale de l'essai sont tracés en fonction de P/S où P est la puissance électrique dissipée ($P = RI^2$) et S la section de passage du courant.

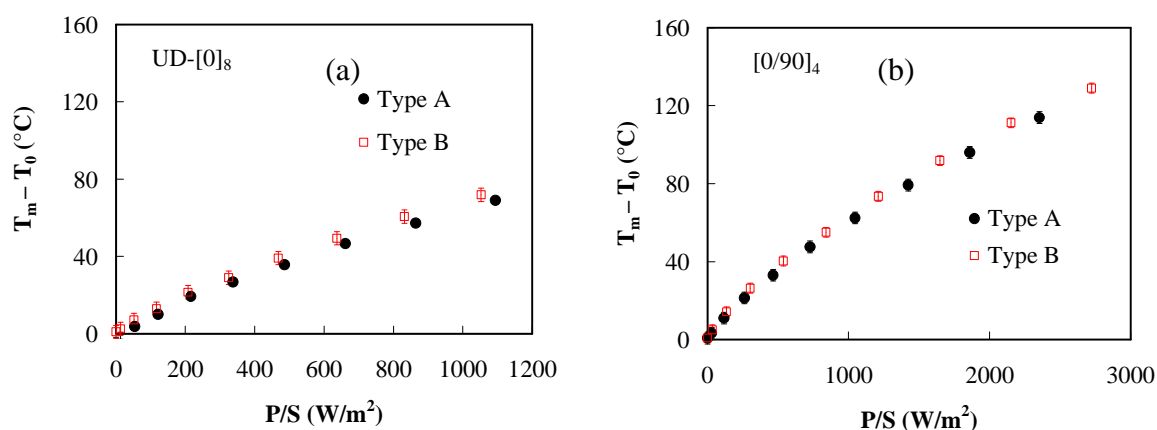


Figure 68 : Valeurs de température moyenne (et relative dispersion) mesurées sur la surface d'éprouvettes (a) unidirectionnelles $[0]_8$ et (b) croisées $[0/90]_4$, de Type A et de Type B, en fonction de la puissance électrique dissipée divisée par la section de passage du courant.

Cette représentation (Fig.68) permet d'éliminer les effets de la température initiale (légèrement différente dans les différents essais) et des différences dimensionnelles des éprouvettes (en particulier des sections de passage du courant), la section de passage du courant n'étant pas exactement la même pour toutes les éprouvettes testées. Les Figs. 68a et 68b permettent de

noter – pour les deux empilements testés – une différence entre les éprouvettes de Type A et de Type B : la température atteinte dans les éprouvettes avec les NTCs est légèrement inférieure à celle des autres éprouvettes, pour toutes les puissances électriques testées.

Une interprétation correcte de ces résultats nécessite la mise en place d'un modèle thermoélectrique couplé, qui puisse rendre compte des tendances observées. Cela sera l'objet du Chapitre V.

3.3 Evolution de la résistance électrique des éprouvettes en fonction de la température

La Fig. 69 illustre la tension électrique, U , mesurée entre les deux extrémités des éprouvettes en fonction du courant injecté pour toutes les éprouvettes testées. Les mesures sont effectuées en utilisant le même montage expérimental employé pour les mesures de température et présenté dans le Chapitre II (Fig. 28–30).

On constate sur la Fig. 69 que, pour un type d'éprouvette donné, il existe une excellente corrélation linéaire entre U et I (loi d'Ohm). Les pentes des régressions linéaires correspondent aux valeurs de résistance électrique des échantillons. La qualité de ces corrélations semble indiquer que ces valeurs dépendent faiblement de la température.

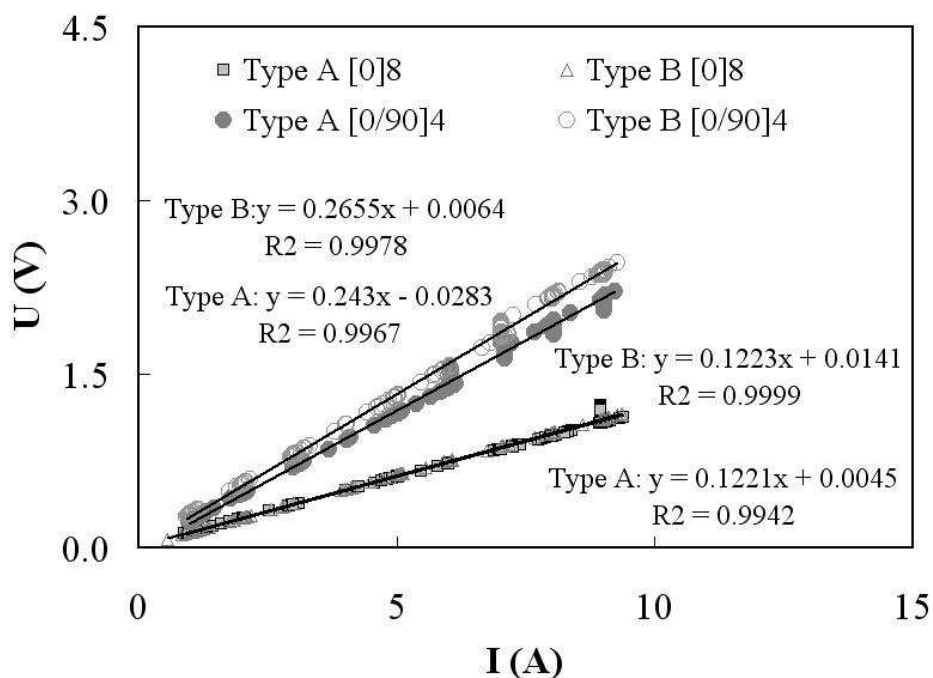


Figure 69 : Tension électrique mesurée entre les deux extrémités des éprouvettes en fonction du courant injecté

Les Fig. 70 et 71 illustrent des mesures directes de variation de résistance électrique avec la température, pour des éprouvettes de Type A et le Type B et pour les deux types d'empilement, respectivement.

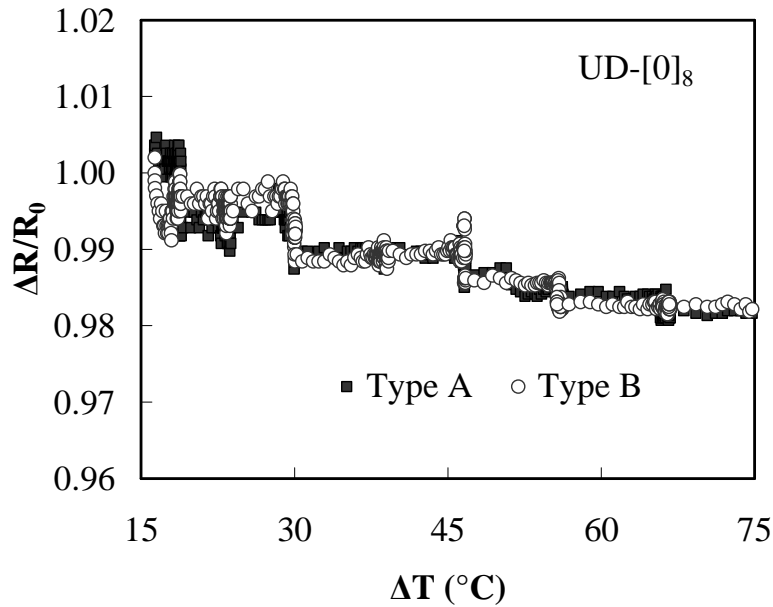


Figure 70 : Variation de la résistance électrique en fonction de la température d'éprouvettes UD [0]₈ (Type A et Type B)

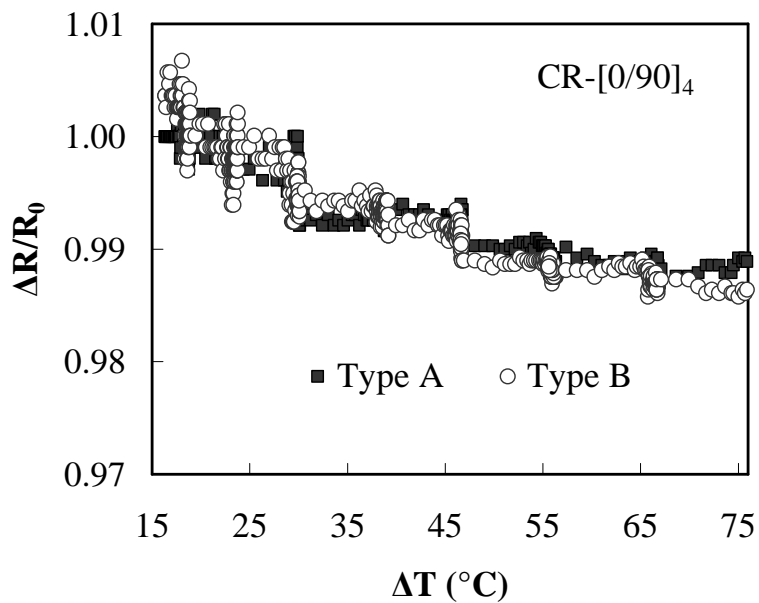


Figure 71 : Variation de la résistance électrique en fonction de la température d'éprouvettes CR [0/90]₄ (Type A et Type B)

La présence de légères discontinuités dans les courbes de Figs. 70–71 est liée au cadre de maintien utilisé pour effectuer les mesures (Fig. 28 Chapitre II) : dans ce cadre l'éprouvette est soumise à une légère pression – nécessaire au maintien du contact électrique au niveau des électrodes d'extrémité – tout en pouvant se dilater. Les « sauts » observés sont donc directement liés au repositionnement de l'éprouvette dans le cadre suite à la dilatation thermique générée par le passage du courant.

Pour un échantillon unidirectionnel de Type [0]₈, la variation relative de résistance électrique avec la température peut s'écrire sous la forme suivante :

$$\frac{\Delta R_L}{R_0} = \frac{\Delta \rho_L}{\rho_{L0}} + \frac{\Delta L_x}{L_{x0}} - \frac{\Delta L_y}{L_{y0}} - \frac{\Delta e}{e_0} = \frac{\Delta \rho_L}{\rho_{L0}} + \alpha_L \Delta T - 2\nu_{LT} \alpha_T \Delta T \quad (15)$$

où ν_{LT} représente le coefficient de Poisson (dans le plan LT) du pli unidirectionnel, α_L et α_T , respectivement, les coefficients d'expansion thermiques dans le sens longitudinal et transverse du pli unidirectionnel, qui peuvent être approximativement calculés partir des propriétés correspondantes des constituants élémentaires en utilisant le modèle de Shapery [92] :

$$\alpha_L = \frac{E_f \alpha_f V_f + E_m \alpha_m V_m}{E_f V_f + E_m V_m} \quad (16)$$

$$\alpha_T \approx (1 + \nu_f) \alpha_f V_f + (1 + \nu_m) \alpha_m V_m - \alpha_L \nu_{LT} \quad (17)$$

Dans l'Eq. 15 on peut noter la présence de deux termes : un terme directement lié à la variation de résistivité électrique intrinsèque du matériau et un terme associé à l'expansion thermique de l'échantillon suite aux variations de température et au passage du courant électrique.

Sur la Fig. 72, est représentée l'Eq. 15 (Modèle) en ne prenant en compte que l'expansion thermique suite au passage de courant, en supposant donc que la résistivité du matériau est constante dans la gamme des températures testées.

La comparaison entre les valeurs mesurées et ce modèle montre que cette hypothèse est justifiée.

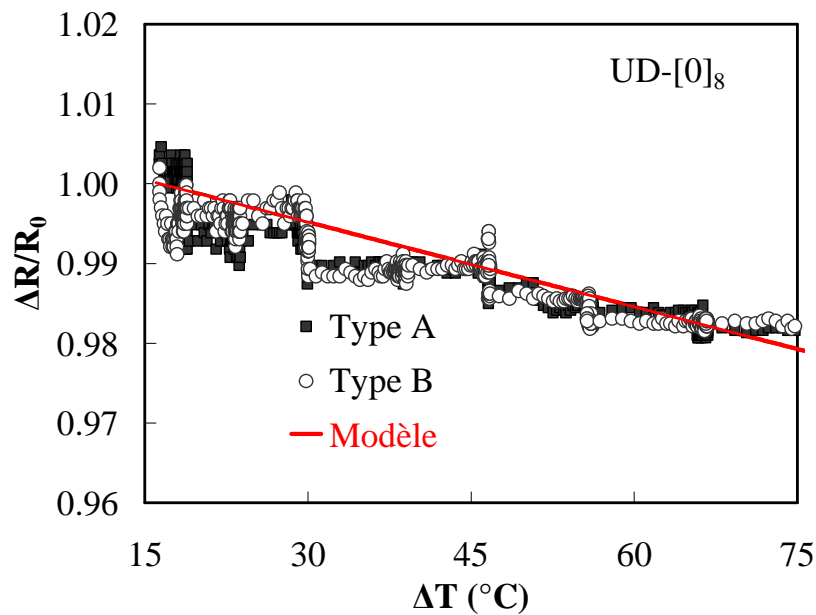


Figure 72 : Variation de résistance électrique en fonction de la température d'éprouvettes UD [0]₈ (Type A et Type B) et simulation d'un modèle ne prenant en compte que l'expansion thermique de l'échantillon suite au passage de courant.

3.4 Conclusions

Ce chapitre a été consacré à la caractérisation du comportement électrique et thermoélectrique dans le sens longitudinal de matériaux composites chargés (Type A) ou non (Type B) de NTCs.

La résistance électrique dans le sens longitudinal, R_L , d'échantillons unidirectionnels $[0]_8$ et croisés $[0/90]_4$ a été évaluée à travers des mesures de tension électrique entre les extrémités des éprouvettes. La mesure explicite des résistances de contact entre électrodes et éprouvettes et l'exploitation directe des mesures effectuées sur échantillons unidirectionnels $[0]_8$ a permis de déterminer les valeurs des résistivités/conductivités électriques du matériau dans le sens des fibres (ρ_L, σ_L) : la mesure de ces mêmes propriétés dans le sens transverse (ρ_T, σ_T) a été tentée à travers l'emploi d'échantillons croisés $[0/90]_4$ et de la loi des mélanges, avec des résultats assez douteux.

Dans ce type d'essai, principalement à cause du type d'électrodes choisis, le courant a tendance à circuler majoritairement dans les fibres de carbone, qui monopolisent les chemins de conceptions électriques.

La présence de charges NTCs produit l'abaissement (l'augmentation) des valeurs de résistivité (conductivité) électrique longitudinale, ρ_L (σ_L) d'environ 10 %.

L'échauffement induit par le passage de courant électrique (effet Joule) a été testé en mesurant par thermographie infrarouge le champ de température sur la surface d'éprouvettes unidirectionnelles $[0]_8$ et croisées $[0/90]_4$ de Type A et de Type B et en utilisant des courants électriques continus d'intensité intermédiaire (jusqu'à 9A).

A 9A, des températures maximales d'environ 95°C et de 145°C ont été mesurées, sur éprouvettes unidirectionnelles et croisées respectivement : la présence des NTCs a tendance à diminuer, sur toute la plage des courants testés, les valeurs des températures maximales d'environ 7% en moyenne pour les éprouvettes unidirectionnelles et d'environ 4% en moyenne pour les croisées.

Les champs de températures mesurés en surface d'éprouvettes présentent des gradients assez marqués à la fois dans la direction longitudinale que dans la direction transverse, dont l'allure n'est pas modifiée par la présence des NTCs. Pour l'interprétation de ces gradients la mise en place d'un modèle thermoélectrique couplé s'avère nécessaire.

Des faibles variations de résistance électrique avec la température ont été mesurées, pour des éprouvettes de Type A et le Type B. Il semblerait que ces variations soient principalement liées aux phénomènes d'expansion thermique associés au passage de courant.

CHAPITRE IV :

**ESSAIS ÉLECTRIQUES DANS LE SENS
DE L'ÉPAISSEUR**

CHAPITRE IV : ESSAIS ÉLECTRIQUES DANS LE SENS DE L'ÉPAISSEUR

Le but de ces essais est de déterminer la conductivité électrique selon l'épaisseur, paramètre σ_E , pour des éprouvettes unidirectionnelles $[0]_8$ et croisées $[0/90]_4$, de type A et de Type B.

Le Chapitre est ainsi organisé :

- la section 4.1 présente synthétiquement la mesure de la résistance électrique dans le sens de l'épaisseur à travers l'emploi de la méthode « ponctuelle »,
- la section 4.2 présente la mesure de la résistance électrique dans le sens de l'épaisseur à travers l'emploi d'un montage dédié,
- la section 4.3 présente l'identification de la conductivité/résistivité électrique dans le sens de l'épaisseur,
- la section 4.4 présente la mesure de la conductivité électrique dans le sens de l'épaisseur d'échantillons saturés en eau,
- enfin, la section 4.5 propose une discussion et des conclusions.

4.1 Mesure de la résistance électrique dans le sens de l'épaisseur à travers la méthode « ponctuelle »

La méthode « ponctuelle » consiste à mesurer la résistance électrique dans l'épaisseur du composite en différents endroits de la surface de l'échantillon (Fig. 73) : des couches de laque d'argent de forme circulaire sont déposées en chaque point. Cet essai donne la possibilité d'acquérir un grand nombre de mesures – qui peuvent être ensuite moyennées pour accéder à des valeurs intrinsèques de conductivité/résistivité du matériau – mais permet également de tester la variabilité des mesures au sein d'une même éprouvette.

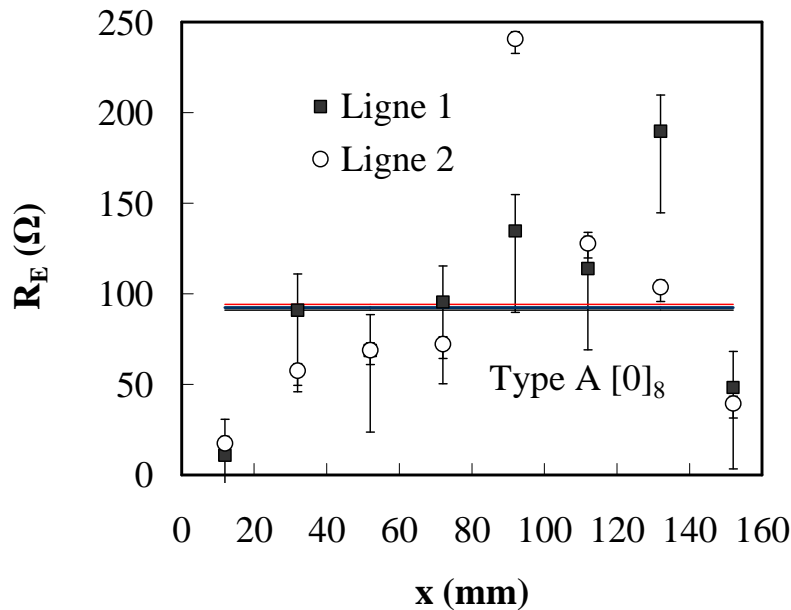
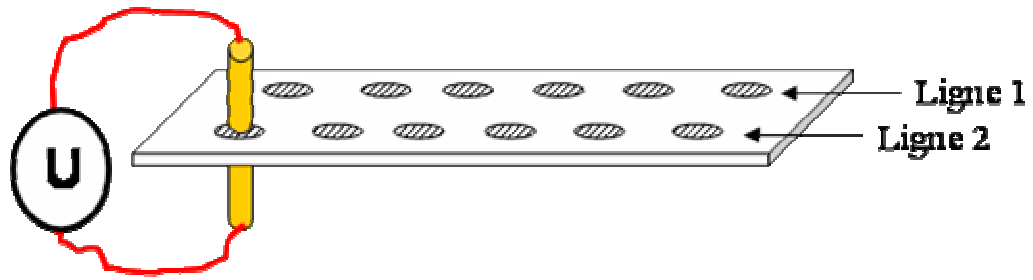


Figure 73 : Mesures de résistance électrique dans le sens de l'épaisseur à travers l'emploi de la méthode ponctuelle.

Cette méthode a été finalement abandonnée à cause de :

- la très forte dispersion associée aux mesures,
- l'incertitude sur le chemin effectivement parcouru par le courant électrique généré par une différence de potentiel appliquée entre les deux points de mesure, chemin qui ne se situe pas nécessairement le long de l'épaisseur de l'échantillon.

4.2 Mesure de la résistance électrique dans le sens de l'épaisseur à travers l'emploi d'un montage dédié

La deuxième méthode [93,110] utilise un montage en compression dédié, illustré dans le Chapitre II (La Fig. 33) : l'idée de cette mesure est schématisée dans la Fig. 74 : le courant appliqué dans la direction perpendiculaire aux fibres de carbone, de fait, ne peut circuler qu'au travers des quelques contacts radiaux existants entre les fibres ou entre les NTCs accrochés aux fibres. Avec ces types d'éprouvettes, le courant – arrivant par les fils électriques – se distribue de façon homogène sur les deux électrodes de laque d'argent, obligeant le courant à passer dans

la direction de l'épaisseur, suite à la différence de potentiel entre les deux électrodes. Le montage permet d'appliquer une pression homogène sur toute la surface des éprouvettes, permettant à son tour d'améliorer la qualité du contact électrique de surface, au niveau des électrodes en laque d'argent.

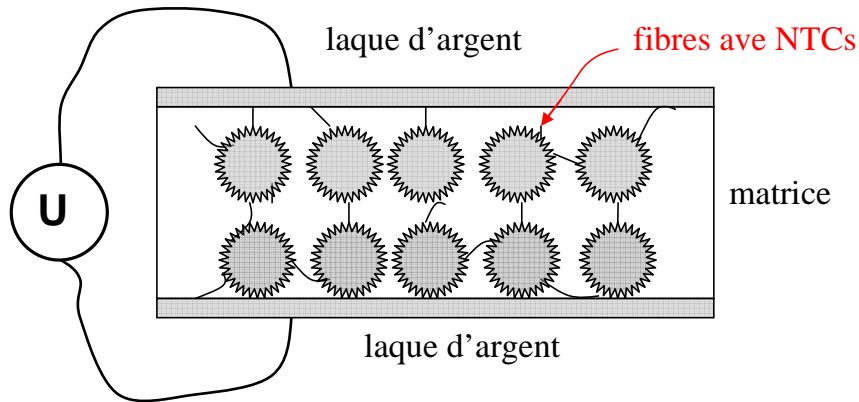


Figure 74 : Représentation schématique de l'essai pour la mesure de la conductivité électrique dans le sens de l'épaisseur.

La Fig.75 illustre le déplacement appliqué pendant un essai (en mm) : la vitesse de déplacement de la machine (en charge et en décharge) est fixée à 0.0015 mm/s.

Le logiciel d'acquisition des données – entièrement développé au DPMM – mesure simultanément tous les paramètres fondamentaux de l'essai – courant et tension électrique, température, humidité relative, force de la machine.

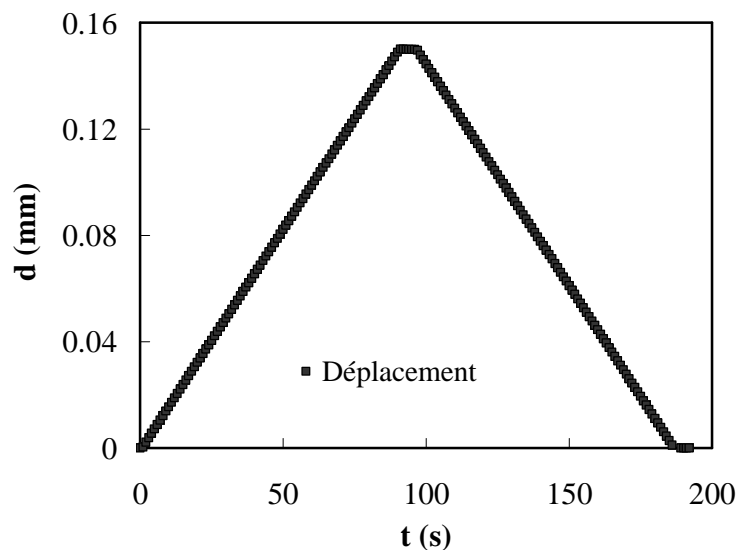


Figure 75 : Déplacement de la machine et force de compression correspondante pendant un essai électrique.

La Fig. 76 montre le résultat d'un essai pour une éprouvette $[0]_8$ de Type A *sans dépôt de laque d'argent sur les surfaces*, la résistance électrique mesurée dans le sens de l'épaisseur, R_E , représenté en fonction de la contrainte de compression σ appliquée. Deux essais (deux montées en compression consécutives) sont présentés. Au début de l'essai pour une contrainte nulle (pas

de contact entre les électrodes et l'éprouvette) la résistance électrique mesurée est très élevée : lorsque le contact électrique est atteint, dans ce cas pour une contrainte de compression de l'ordre de 2 MPa, la résistance électrique diminue jusqu'à une valeur « quasi-asymptotique », quasiment indépendante de la contrainte appliquée. Pendant la deuxième montée en charge, le contact électrique a tendance à se mettre en place plus facilement, pour des valeurs plus basses de la contrainte appliquée.

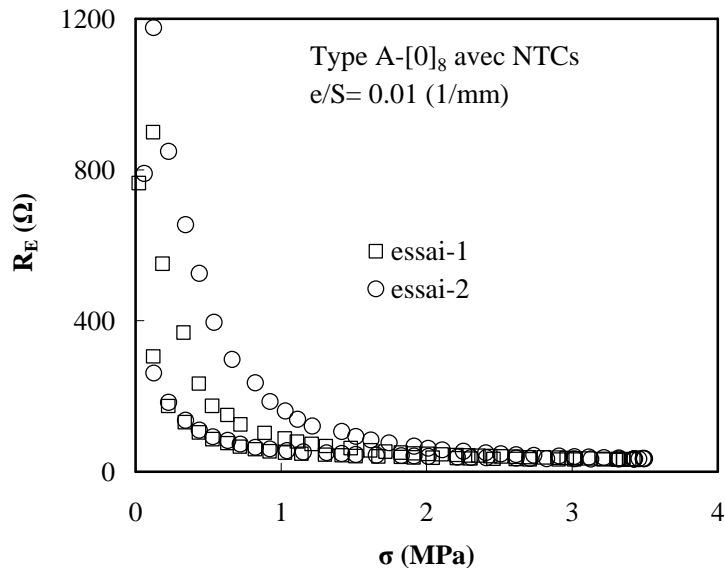


Figure 76 : Résistance électrique dans le sens de l'épaisseur, R_E , en fonction de la contrainte de compression σ appliquée pour une éprouvette [0]₈ de Type A sans dépôt de laque d'argent sur les surfaces.

La Fig. 77 montre le résultat d'un essai similaire, effectué sur une éprouvette [0]₈ de Type A avec un dépôt de laque d'argent sur les surfaces : la résistance électrique dans le sens de l'épaisseur, R_E , est encore une fois mesurée en fonction de la contrainte de compression σ appliquée. Cette fois-ci la présence de la laque d'argent fait en sorte que le contact se met en place pour des valeurs plus faibles (inférieures à 0.1 MPa) de la contrainte appliquée. La résistance électrique mesurée à partir du moment de l'établissement du contact (de l'ordre de 15 Ω) est quasiment indépendante de la contrainte appliquée : les faibles variations relevées sont liées aux variations de forme (changement de section, d'épaisseur) de l'éprouvette, associées au chargement mécanique appliqué.

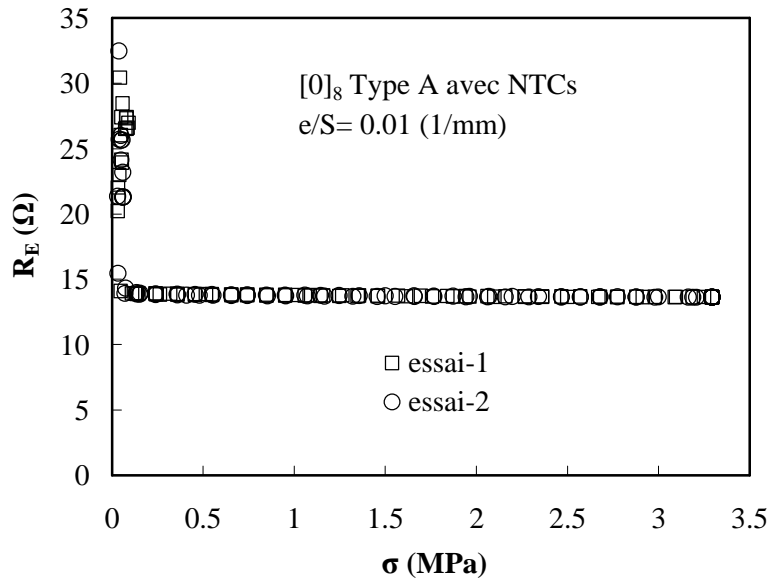


Figure 77 : Résistance électrique dans le sens de l'épaisseur, R_E , en fonction de la contrainte de compression σ appliquée pour une éprouvette [0]₈ de Type A avec dépôt de laque d'argent sur les surfaces.

Une mesure analogue est effectuée pour une éprouvette unidirectionnelle de Type B et illustrée dans la Fig.78. La résistance électrique mesurée dans le sens de l'épaisseur dans ce cas est significativement plus élevée (de l'ordre de 3 000 Ω , deux ordres de grandeur environ) de celle mesurée sur éprouvettes de Type A.

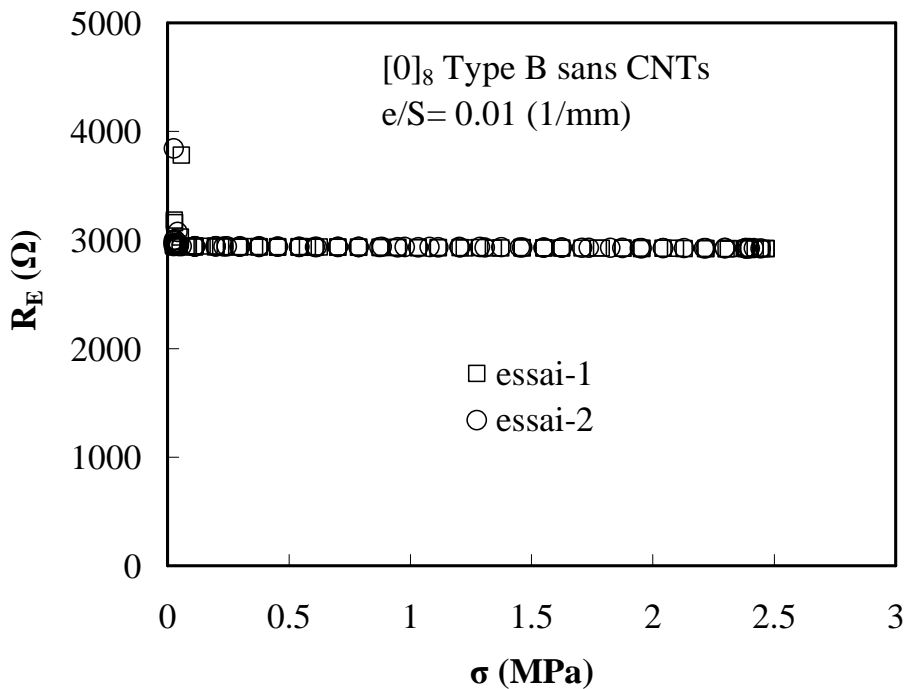


Figure 78 : Résistance électrique dans le sens de l'épaisseur, R_E , en fonction de la contrainte de compression σ appliquée pour une éprouvette [0]₈ de Type B.

La Fig. 79 illustre des mesures de R_E effectuées pour quatre configurations d'essai assez différentes, mises en place pour tester la répétabilité de ce type d'expérience. Les quatre conditions testées prévoient (Fig. 79) :

- l'essai d'une éprouvette posée sur le plan de chargement et tournée de 0° par rapport à ce plan (Essai – 1, Fig. 79a),
- l'essai d'une éprouvette posée sur le plan de chargement et tournée de 90° par rapport à ce plan (Essai – 2, Fig. 79b),
- l'essai d'une éprouvette posée sur le plan de chargement et tournée de 45° par rapport à ce plan (Essai – 3, Fig. 79c),
- l'emploi d'une contrainte de compression élevée, jusqu'à 3.5 MPa (Essai – 4).

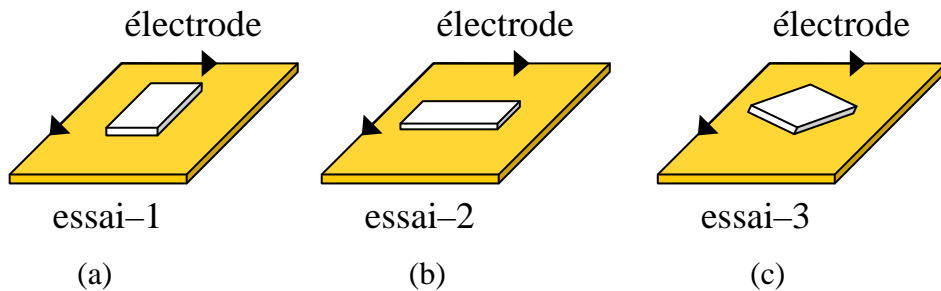


Figure 79 : Illustration schématique des quatre conditions d'essai utilisées pour tester la répétabilité de la mesure.

Dans les quatre cas (Fig.80) – pour une même éprouvette – la réponse du système est pratiquement la même. On note que – en atteignant des niveaux de contraintes de compression supérieures à 2.5 MPa – la résistance électrique mesurée continue à décroître. Le niveau de contraintes étant dans tous les cas assez faible par rapport à la résistance en compression du matériau, la diminution est progressive et quasiment linéaire, témoignant un comportement mécanique élastique. Une condition extrême dans laquelle la résistance électrique varierait brusquement suite à la rupture en compression de l'éprouvette n'a pas été observée.

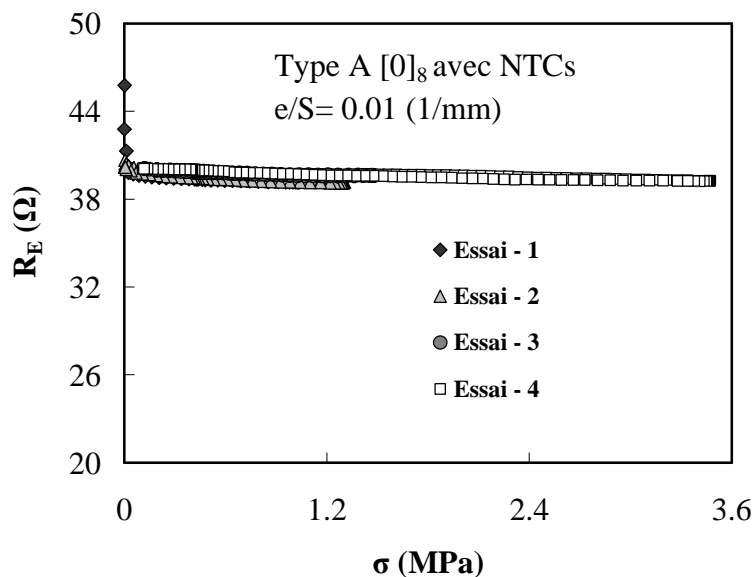


Figure 80 : Résistance électrique dans le sens de l'épaisseur, R_E , en fonction de la contrainte de compression σ appliquée pour une éprouvette $[0]_8$ de Type A pour quatre différentes conditions d'essai.

Des mesures de résistivité électriques analogues à celles illustrées dans les Figs. 76-80 sont effectuées pour des éprouvettes caractérisées par des facteurs de forme, e/S , différents.

En fait, la résistance électrique dans le sens de l'épaisseur de l'éprouvette peut être exprimée sous la forme :

$$R_E = R_c + \frac{\rho_E e}{S} \quad (18)$$

comme la somme d'une résistance de contact, R_c , associée aux électrodes en laque d'argent, et une résistance intrinsèque de l'échantillon, caractérisée par la résistivité du matériau selon la direction de l'épaisseur et affectée par les dimensions géométriques de l'éprouvette. La réalisation d'essais sur éprouvettes présentant différents facteurs de forme (e/S) permet d'identifier immédiatement la résistivité du matériau comme la pente de la courbe R_E en fonction de e/S et la résistance de contact, R_c comme l'intersection de la courbe avec l'axe des ordonnées.

Remarque :

Il est intéressant de noter que – à partir de l'Eq. (18) – la variation relative de résistance électrique, suite à une perturbation (par exemple une contrainte appliquée) peut s'écrire sous la forme :

$$\frac{\Delta R_E}{R_{E0}} = \frac{\Delta \rho_E}{\rho_{E0}} + \frac{\Delta e}{e_0} - \frac{\Delta S}{S_0} \approx \frac{\Delta \rho_E}{\rho_{E0}} + \epsilon_{zz} (1 - 2\nu) = \frac{\Delta \rho_E}{\rho_{E0}} + \frac{\sigma}{E} (1 - 2\nu) \quad (19)$$

En négligeant les variations de résistance associées aux variations de résistivité – qui sont sans doute minimales dans la plage des contraintes appliquées – les mesures illustrées dans les Figs. 76–80 permettraient d'identifier les propriétés mécaniques du matériau, notamment le module de rigidité en compression dans le sens de l'épaisseur; l'éprouvette dans ce cas se comportant comme une jauge de déformation.

4.3 Identification de la conductivité/résistivité électrique dans le sens de l'épaisseur

Dans la Fig.81, la résistance électrique dans le sens de l'épaisseur d'une éprouvette unidirectionnelle de Type A est illustrée en fonction du facteur de forme de l'éprouvette, e/S .

D'après l'Eq. (18) l'intersection de la courbe issue de la régression linéaire des points expérimentaux fournit la valeur de la résistance de contact, R_c , alors que la pente de la même courbe fournit directement la résistivité de l'éprouvette dans le sens de l'épaisseur, ρ_E (directement en $\Omega.m$ si R_E et e/S sont exprimés dans les bonnes unités). Les courbes sont tracées en utilisant des valeurs de R_E mesurées pour une valeur de contrainte de 1.5 MPa (valeur de contrainte pour toutes les éprouvettes testées) : la faible barre de dispersion illustrée dans la Fig.81 est liée aux valeurs maximales et minimales des contraintes pendant l'essai, pour chaque éprouvette.

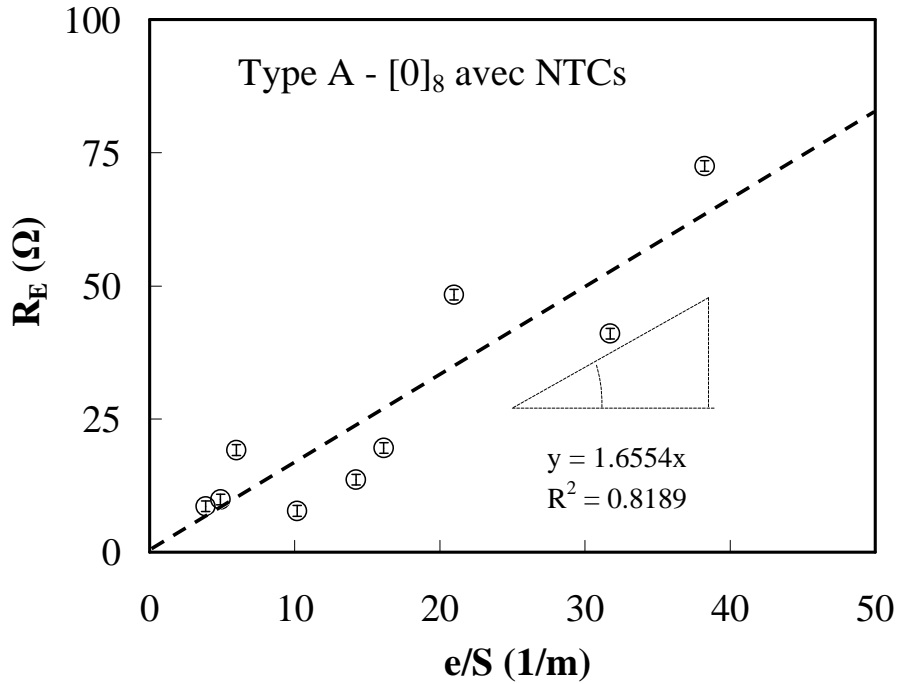


Figure 81 : Résistance électrique dans le sens de l'épaisseur, R_E , en fonction de l'épaisseur, e/S , pour un échantillon [0]₈ de Type A.

La Fig. 82 est analogue à la Fig. 81 pour une éprouvette unidirectionnelle de Type B.

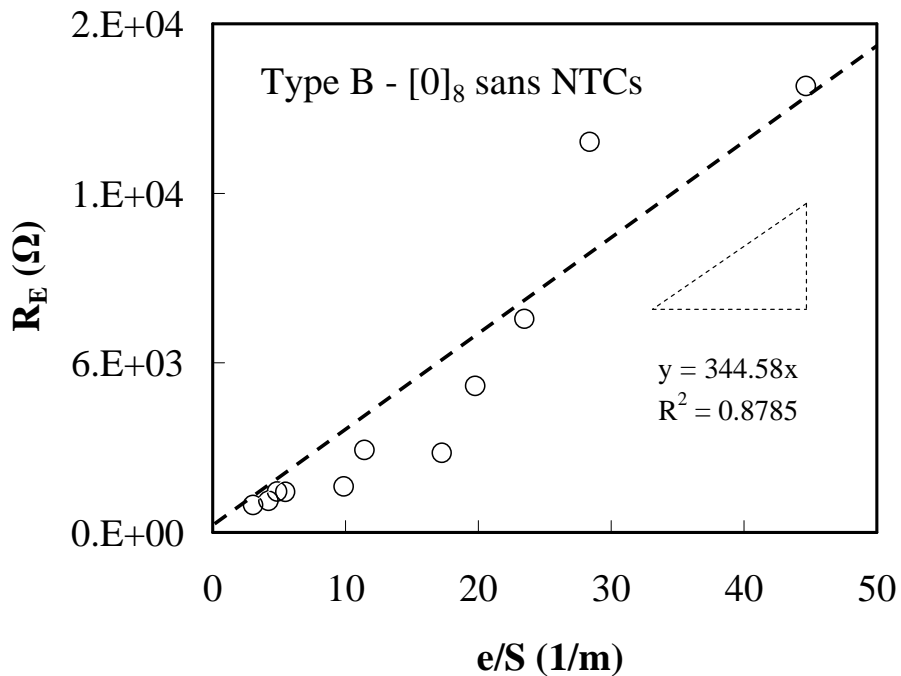


Figure 82 : Résistance électrique dans le sens de l'épaisseur, R_E , en fonction de l'épaisseur, e/S , pour un échantillon [0]₈ de Type B.

Dans les deux cas, la méthode conduit à une résistance de contact très faible par rapport aux résistances totales mesurées dans le sens longitudinal.

La comparaison des valeurs de résistivité obtenues par cette méthode pour les éprouvettes de Type B ($345 \Omega.m$) est de deux ordres de grandeur plus élevée que celle des éprouvettes de Type A ($1.6 \Omega.m$).

Par contre, dans les deux cas, les valeurs des coefficients de corrélation de la régression linéaire (environ 0,8) dénotent d'une relative dispersion des mesures, qui pourrait être liée à la surface de contact ou être intrinsèque au « matériau ».

Pour étudier plus en détail cette dispersion, trois différentes typologies d'éprouvettes conduisant à des surfaces de contacts différentes sont réalisées, à la fois pour le matériau de Type A et de Type B (trois éprouvettes pour chaque typologie).

Les trois typologies comprennent (Fig. 83) :

- une série d'éprouvettes de forme carrée de « faible » surface de passage du courant électrique ($7.1\text{mm} \times 7.1\text{mm} \approx 50\text{mm}^2$),
- une série d'éprouvettes de forme carrée de « forte » surface de passage du courant électrique ($15.2\text{mm} \times 15.2\text{mm} \approx 230\text{mm}^2$),
- une série d'éprouvettes de forme rectangulaire de « forte » surface de passage du courant électrique ($10\text{mm} \times 23\text{mm} \approx 230\text{mm}^2$),

La deuxième et la troisième série d'éprouvettes ont environ la même section de passage du courant. Ayant la même épaisseur nominale, les trois séries correspondent dans l'ordre à des valeurs décroissantes du facteur de forme, e/S .

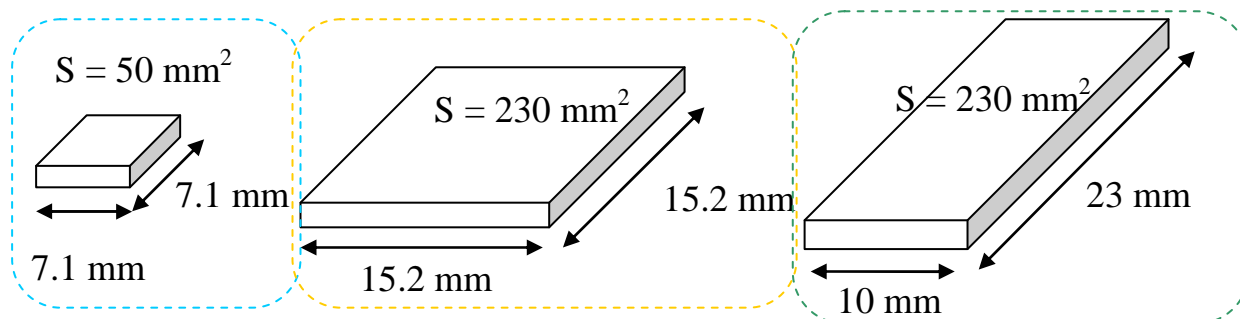


Figure 83 : Différente géométrie d'éprouvette

Les Figs. 84 et 85 analogues aux Figs. 81 et 82 pour des éprouvettes unidirectionnelles de Type A et Type B respectivement incorporent les mesures effectuées sur les trois séries d'éprouvettes présentées dans la Fig. 83.

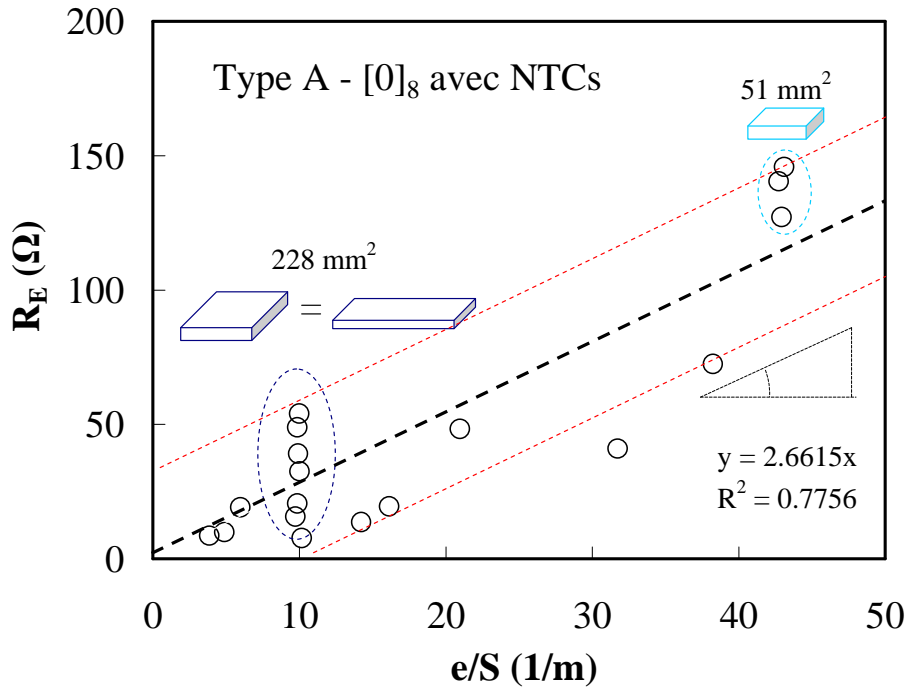


Figure 84 : Résistance électrique dans le sens de l'épaisseur, R_E , en fonction du facteur de forme de l'éprouvette, e/S , pour un échantillon $[0]_8$ de Type A. Etude de la dispersion des mesures.

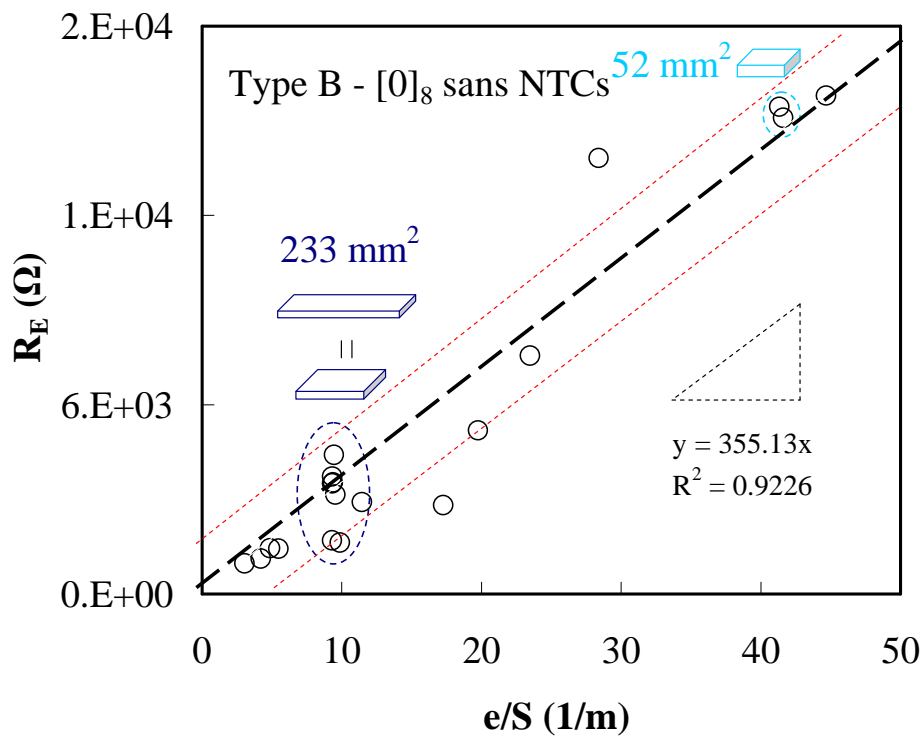


Figure 85 : Résistance électrique dans le sens de l'épaisseur, R_E , en fonction de du facteur de forme de l'éprouvette, e/S , pour un échantillon $[0]_8$ de Type B. Etude de la dispersion des mesures.

Dans les deux cas, la superposition des trois séries d'éprouvettes ne perturbe pas beaucoup les courbes obtenues par régression linéaire des points expérimentaux ni les valeurs des résistances de contact moyennes identifiées par le tracé de ces courbes.

Le Tableau 17 résume les valeurs de conductivité électrique mesurées dans des éprouvettes unidirectionnelles [0]₈ de Type A et de Type B, respectivement, à travers l'identification des pentes des courbes (Figs. 81–85).

Tableau 17 : Valeurs de conductivité électrique dans le sens de l'épaisseur identifiées dans des éprouvettes UD [0]₈ (Type A et Type B).

Matériaux	Conductivité électrique σ_E (S/m)
Type A avec NTCs	0.51 (± 0.26)
Type B sans NTCs	0.003 ($\pm 2 \times 10^{-3}$)

Par rapport aux conductivités/résistivités mesurées dans le sens longitudinal, cette fois-ci la présence des NTCs semble avoir un impact significatif sur ces valeurs : on note en effet une différence d'environ deux ordres de grandeur entre les deux configurations.

L'observation des dispersions expérimentales en fonction de la géométrie des échantillons pourrait être rapprochée des différences de surface de contact et/ou d'hétérogénéités matérielles.

En ce qui concerne la résistance de contact, il faut noter que le contact réel ne s'effectue pas sur toute la surface apparente du contact mais généralement en un certain nombre de points : le nombre et la taille de ces points dépendent de plusieurs facteurs tels que la contrainte de compression appliquée, la forme macroscopique des surfaces, leur structure microscopique ou encore les propriétés mécaniques du matériau du contact. La qualité du contact pourrait être également affectée par les minces couches de résine en surface des éprouvettes (Fig. 38 Chapitre II) qui n'ont pas été enlevées par polissage comme dans le cas des éprouvettes longitudinales.

La série d'éprouvettes à forte section de passage (faible facteur de forme) qui permet de tracer la bande de dispersion contenue entre les lignes en pointillés rouges dans les Figs. 84 et 85, semble liée à la nature et à la qualité des contacts électriques.

En ce qui concerne la dispersion intrinsèque du « matériau », elle peut être fortement affectée par l'hétérogénéité de l'empilement, en particulier par la présence de couches « interplis » de résine, à l'interface entre plis adjacents.

Dans le cas de la série d'éprouvettes à faible section de passage (fort facteur de forme), l'épaisseur et la typologie des couches n'est pas forcément la même pour toutes les éprouvettes testées. Cela rajoute une faible dispersion aux mesures (cercle en bleu pointillé dans les Figs. 84 et 85), et semble associée à la variabilité intrinsèque du « matériau » dans le sens de l'épaisseur.

Des observations par microscopie optique sur les tranches polies d'échantillons unidirectionnels $[0]_8$ de Type A et de Type B (Fig.86-87) témoignent en effet de la forte hétérogénéité du « matériau » unidirectionnel $[0]_8$ dans le sens de l'épaisseur. On remarque la présence de couches de polymère « isolantes » d'épaisseur variable qui pourraient expliquer les fortes dispersions des mesures de résistance électrique.

Par ailleurs la comparaison des Figs. 86 et 87 révèle des analogies morphologiques entre les deux types d'échantillons : la qualité et l'épaisseur des « interplis », le niveau de densité de fibres dans un pli unidirectionnel (fraction volumique), le nombre et le type de contacts entre fibres dans un même pli et entre plis adjacents sont environ les mêmes pour les deux configurations. La densité et le type de contacts électriques entre les NTCs présents dans les composites des échantillons de Type A pourraient sans doute expliquer les différences de conductivité mesurées, mais cette information échappe à l'observation par microscopie optique.

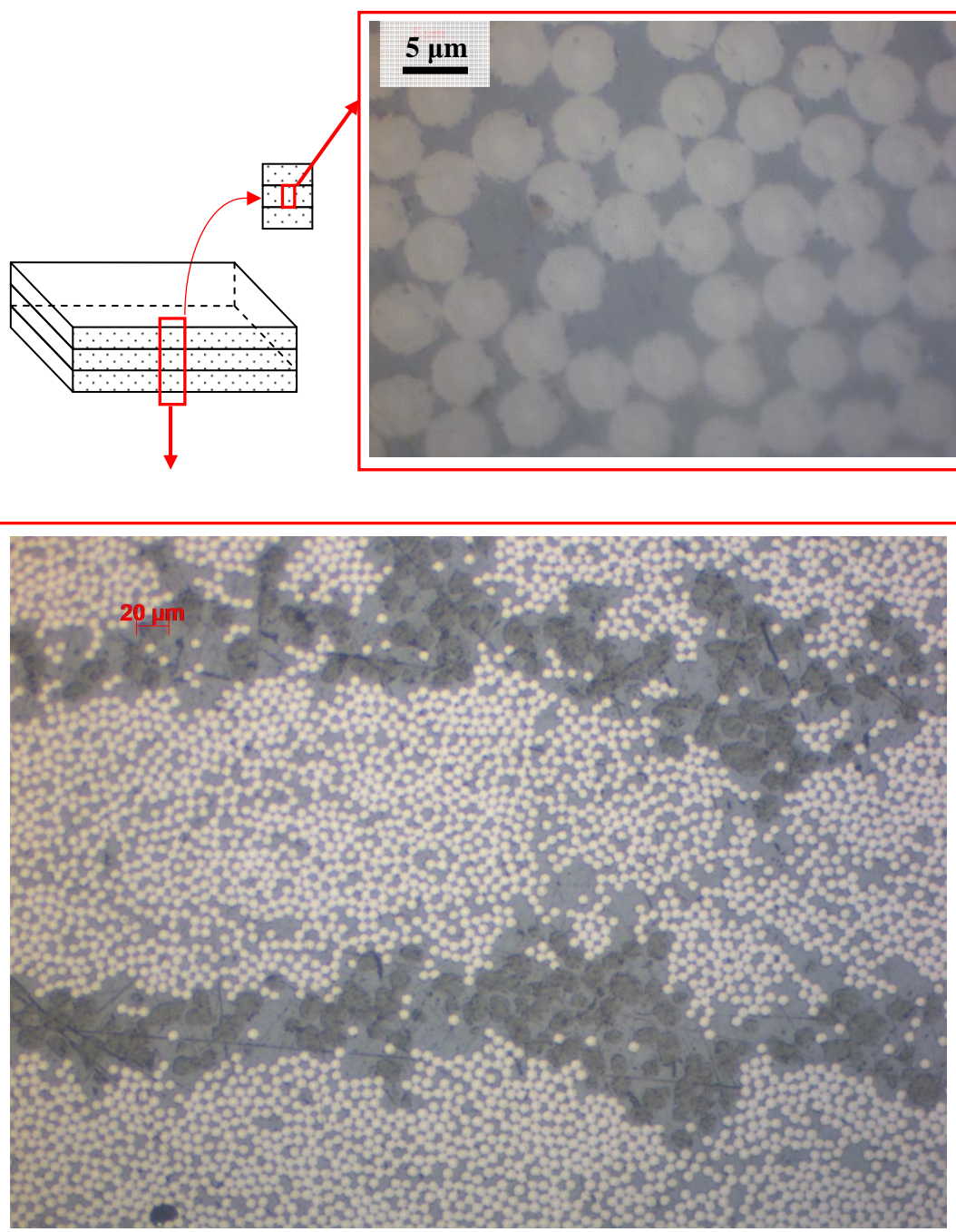


Figure 86 : Observations par microscopie optique des tranches des échantillons unidirectionnels $[0]_8$ de Type A (avec NTCs)

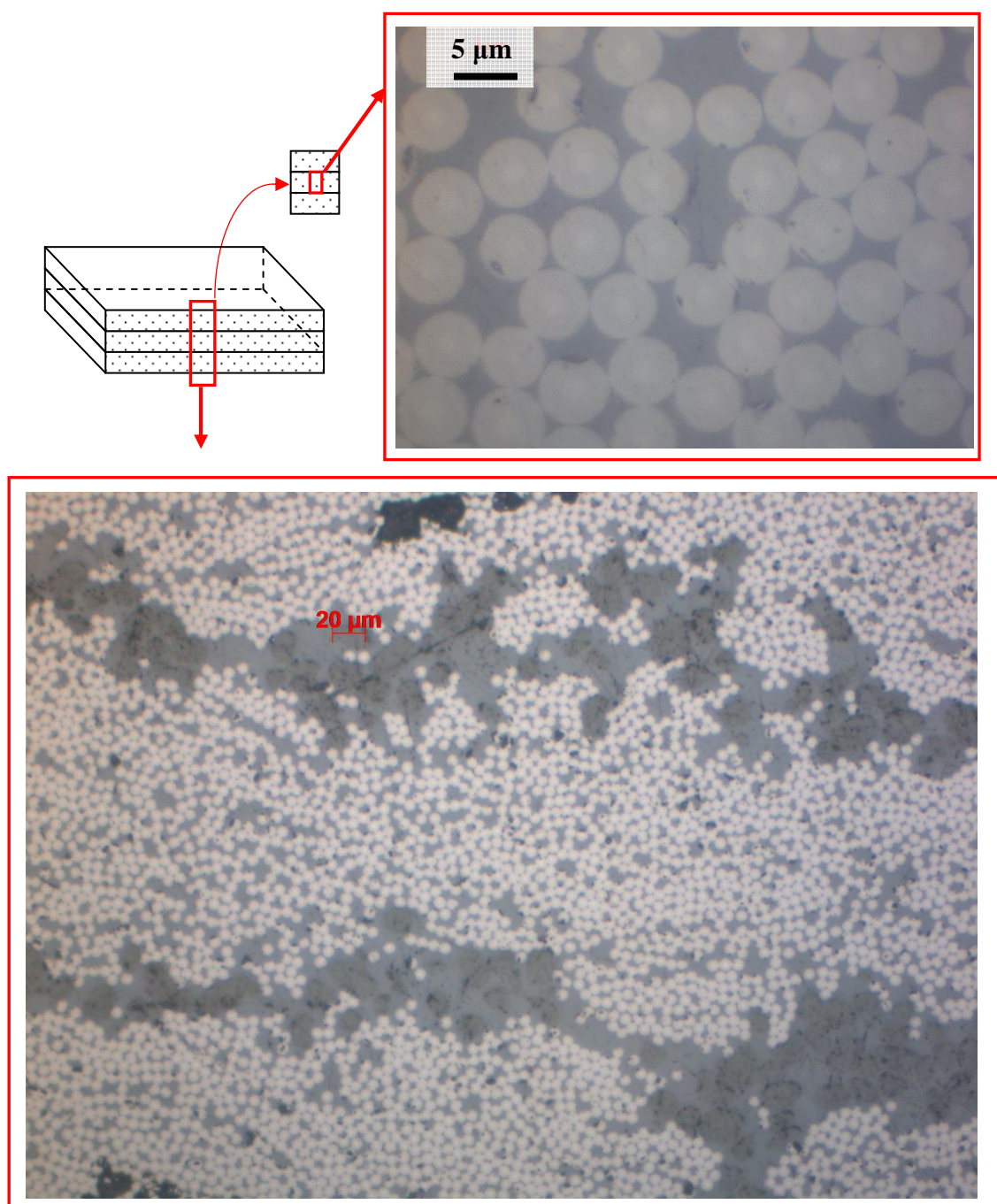


Figure 87 : Observations par microscopie optique des tranches des échantillons unidirectionnels [0]₈ de Type B (sans NTCs)

Les Figs. 88 et 89 sont analogues aux Figs. 81 et 82 pour des échantillons croisés $[0/90]_4$, et font référence à des matériaux de Type A et de Type B, respectivement.

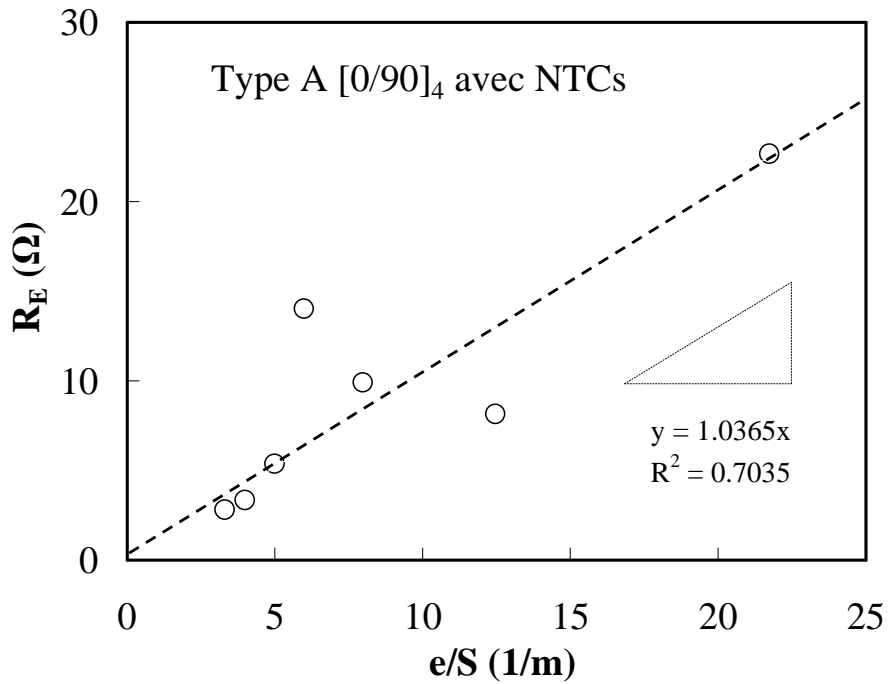


Figure 88 : Résistance électrique dans le sens de l'épaisseur, R_E , en fonction de du facteur de forme de l'éprouvette, e/S , pour un échantillon $[0/90]_4$ de Type B.

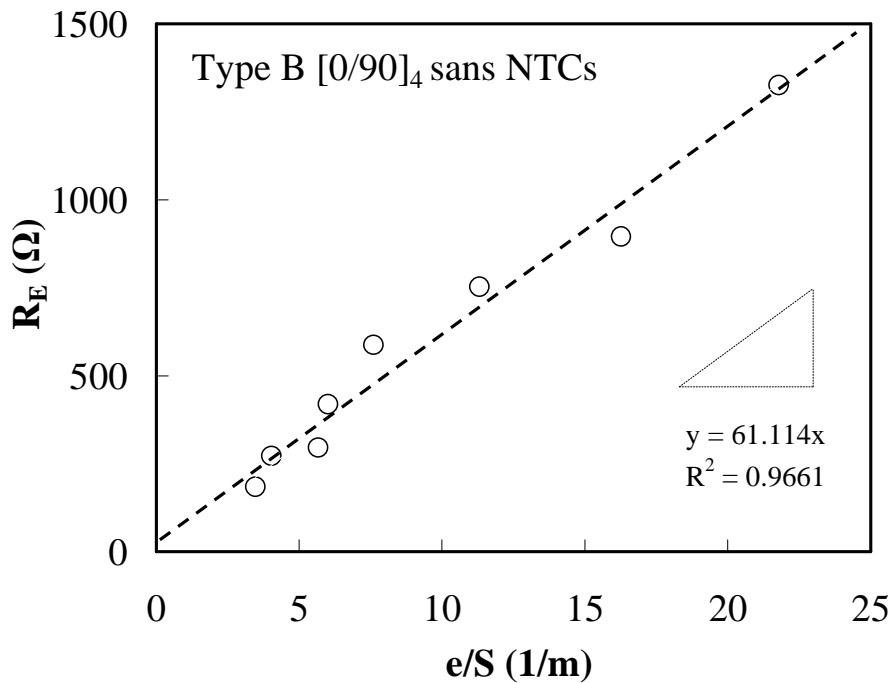


Figure 89 : Résistance électrique dans le sens de l'épaisseur, R_E , en fonction de du facteur de forme de l'éprouvette, e/S , pour un échantillon $[0/90]_4$ de Type B.

Par rapport aux Figs. 88 et 89 on note un niveau moindre de dispersion des mesures mais encore

une différence notable de résistance électrique entre éprouvettes de Type A et de Type B (d'au moins un ordre de grandeur).

Les valeurs de conductivité électrique dans le sens de l'épaisseur obtenues à partir des mesures de résistance des éprouvettes $[0/90]_4$ montrent clairement l'effet tout à fait significatif des NTCs – malgré la dispersion importante des mesures – la conductivité électrique des échantillons de Type A est environ 100 fois plus élevée que celle des échantillons de Type B.

Tableau 18 : Conductivité électrique dans le sens de l'épaisseur pour éprouvettes CR $[0/90]_4$ (Type A et Type B).

Matériaux	Conductivité électrique σ_E (S/m)
Type A avec NTCs	1.0 (± 0.5)
Type B sans NTCs	0.016 ($\pm 3 \times 10^{-3}$)

L'observation par microscopie optique des tranches polies des échantillons croisés $[0/90]_4$ de Type A et de Type B (Figs.90 et 91) conduit aux mêmes remarques qui ont été faites à partir des micrographies des échantillons $[0]_8$ (Figs.86 et 87) : on constate là encore la présence d'interplis de matrice, a priori électriquement quasi-isolants, qui doivent jouer un rôle primordial dans la caractèrè hétérogène de la conduction électrique dans ces matériaux.

Compte tenu des dispersions expérimentales importantes discutées ci-avant, il apparait sur la Fig. 92 que les valeurs de conductivité électrique dans le sens de l'épaisseur dépendent peu de l'empilement considéré : on peut penser que les valeurs obtenues pour les stratifiés croisés apparaissent plus élevées que celles des unidirectionnels (dans un rapport de $\times 2$ à $\times 5$), cette constatation doit être rapprochée des analogies structurelles de ces deux configurations.

Par contre les écarts très significatifs de conductivité entre les échantillons de Type A et de Type B (quel que soit l'empilement) ne peuvent pas être expliqués par ces seules observations, mais restent du même ordre de grandeur.

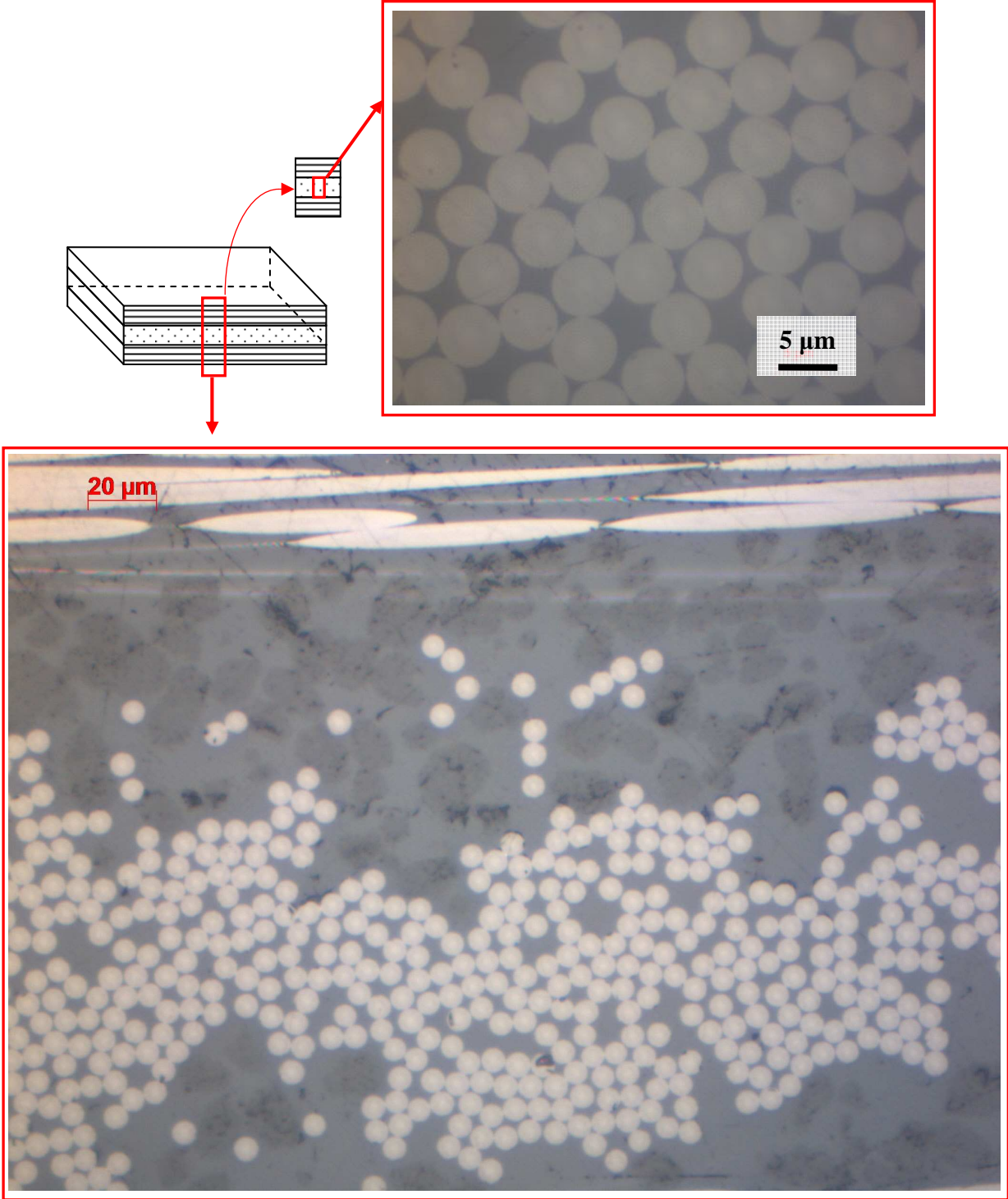


Figure 90 : Observations par microscopie optique des tranches des échantillons croisés $[0/90]_4$ de Type A (avec NTCs)

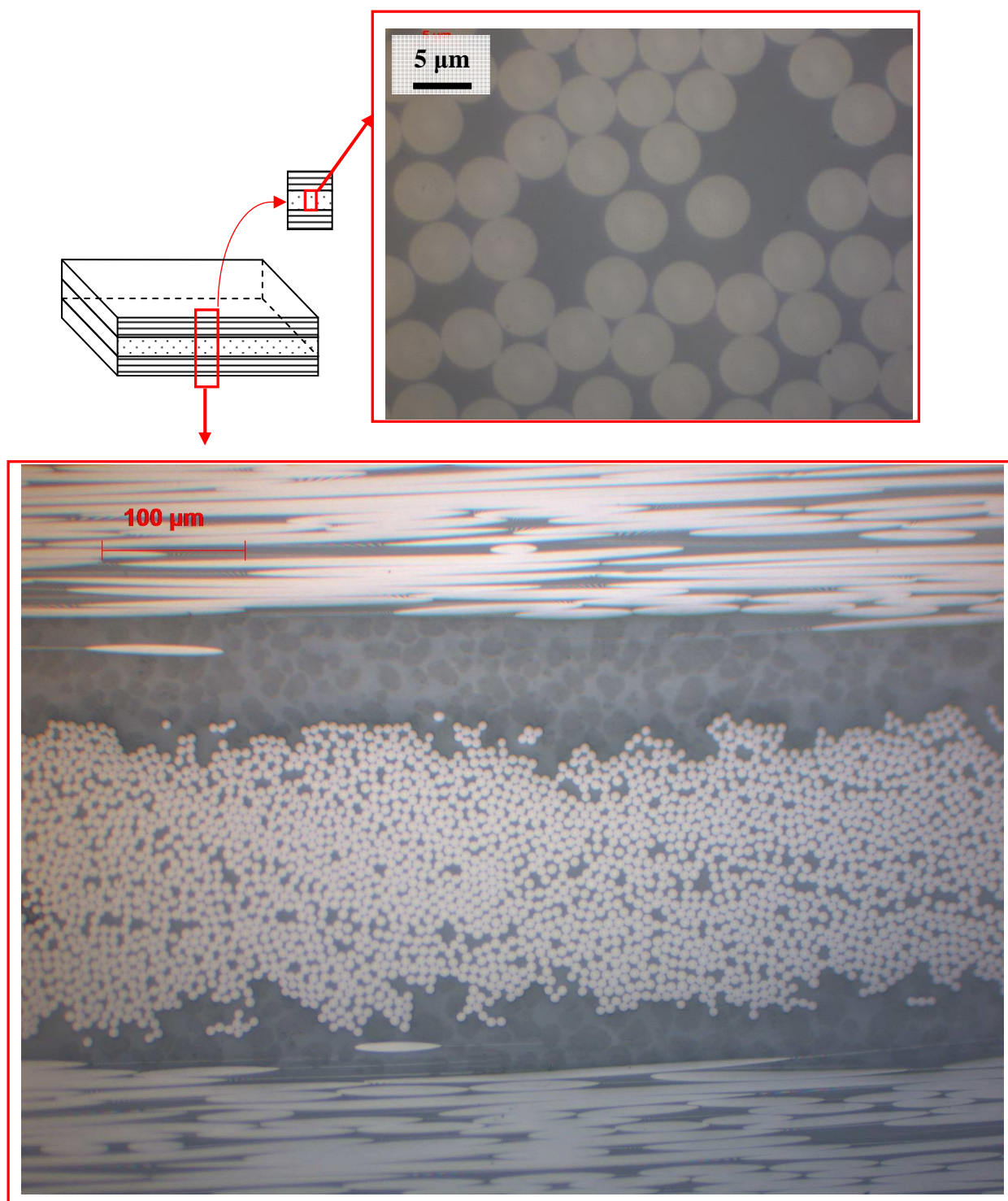


Figure 91 : Observations par microscopie optique des tranches des échantillons croisés [0/90]₄ de Type B (sans NTCs)

La Fig.92a et 92b permettent de comparer les valeurs de conductivité électrique des différents empilements, avec NTCs (Fig.92a) ou sans NTCs (Fig.92b).

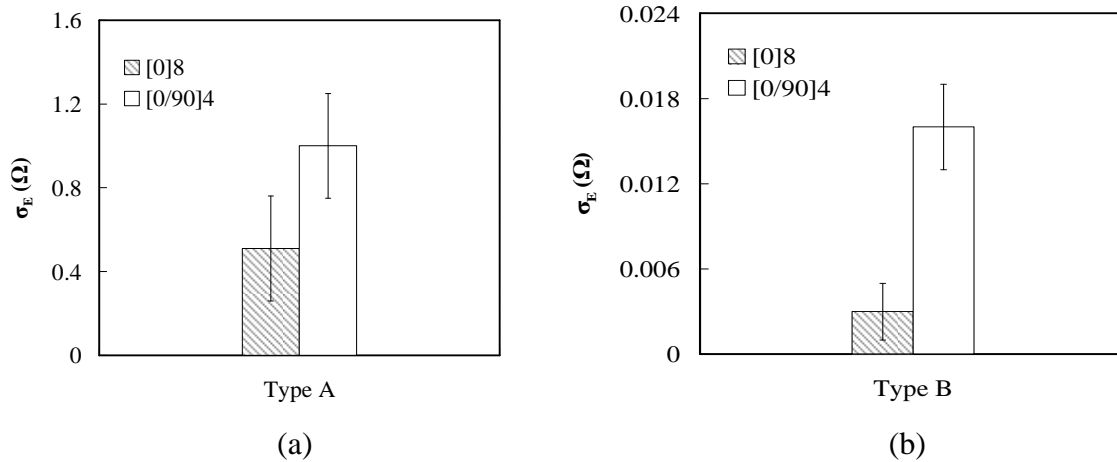


Figure 92 : Conductivité électrique des différents empilements : (a) avec NTCs et (b) sans NTCs.

4.4 Conductivité électrique dans le sens de l'épaisseur d'échantillons saturés en eau

Dans le but d'évaluer l'impact d'un conditionnement humide sur les propriétés électriques et thermoélectriques des matériaux composites de l'étude, des mesures de conductivité électrique selon l'épaisseur ont été effectuées sur éprouvettes humides (7 éprouvettes de UD Type A et 8 éprouvettes de UD Type B, $\sim 16\text{mm} \times 16\text{mm}$), en utilisant les protocoles de conditionnement et de mesure présentés dans le Chapitre II (Figs. 41–43).

Pendant la phase de séchage, les échantillons sont placés dans un four à une température de 70°C sous vide (niveau de vide proche de 2×10^{-5} Bars) pendant 40 jours et ont été pesés régulièrement à l'aide d'une balance électronique (voir aussi Chapitre II).

Pour les essais d'absorption, les éprouvettes sont placées dans une enceinte d'humidité présentée (Fig. 43, Chapitre II) à une température $T = 70^\circ\text{C}$ et avec $\text{HR} = 85\% \text{ HR}$.

Les pesées sont réalisées immédiatement après avoir sorti les éprouvettes de l'enceinte de conditionnement. La quantité d'eau relative absorbée, notée M_t (%) est définie par :

$$M_t = \frac{W_t - W_0}{W_0} \quad (20)$$

où W_0 et W_t représentent, respectivement, la masse de l'échantillon à l'état initial et à un instant t du conditionnement.

La (Fig.93) présente l'évolution de la variation de la masse relative (en %) des éprouvettes (Type A et Type B) en fonction du temps, pendant le séchage. On peut remarquer que la masse des éprouvettes diminue au cours du temps et qu'un état pseudo stationnaire est atteint après

environ 900 heures (état sec).

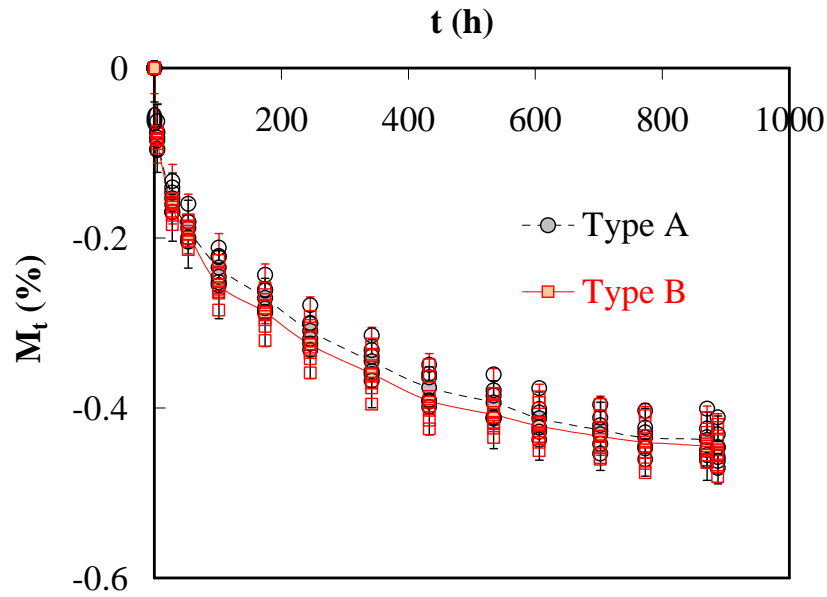


Figure 93 : Évolution de la masse des éprouvettes Type A et Type B en fonction du temps pendant les essais de désorption à 70°C sous vide.

La Fig.94 présente l'évolution de la masse des éprouvettes (Type A et Type B) en fonction du temps, pendant le conditionnement humide. La courbe a une allure pseudo-Fickien, un état saturé est atteint après environ 600h de conditionnement, puis le début d'une anomalie de sorption (reprise d'humidité après saturation) est visible à environ 1100 h de conditionnement.

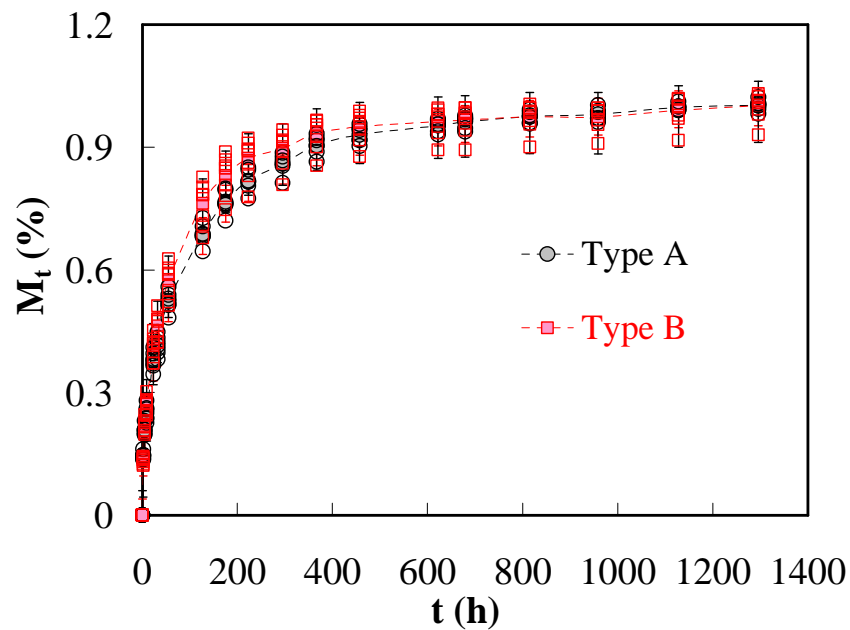


Figure 94 : Évolution de la masse des éprouvettes (Type A et Type B) en fonction de la racine du temps pendant les essais d'absorption d'eau.

Il faut noter que les deux échantillons (Type A et Type B) présentent – tant en désorption qu'en absorption – un comportement quasiment identique, compte tenu de la dispersion des mesures. Pour interpréter ces essais, et compte tenu de la dimension des éprouvettes, un modèle de diffusion Fickien unidirectionnel selon l'épaisseur peut être employé [94]. D'après ce modèle, pour une plaque d'épaisseur e , la masse relative d'eau absorbée, M_t/M_∞ (%), peut être exprimée, en fonction du temps t , par :

$$\frac{M_t}{M_\infty} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=1}^{n=\infty} \frac{1}{(2n+1)^2} \exp\left\{ \frac{-D_E (2n+1)^2 \pi^2 t}{e^2} \right\} \quad (21)$$

M_∞ étant la masse d'eau à saturation et D_E , le coefficient de diffusion d'eau dans le sens l'épaisseur de l'éprouvette. La comparaison des courbes expérimentales et des courbes simulées pour différentes valeurs des deux paramètres du modèle permettent d'identifier un jeu de paramètres convenable (Fig.95 et Fig.96), qui est donné dans le tableau 19.

Ces valeurs sont compatibles avec celles qu'on peut trouver dans la littérature pour un matériau similaire (tableau 19 [94][95]).

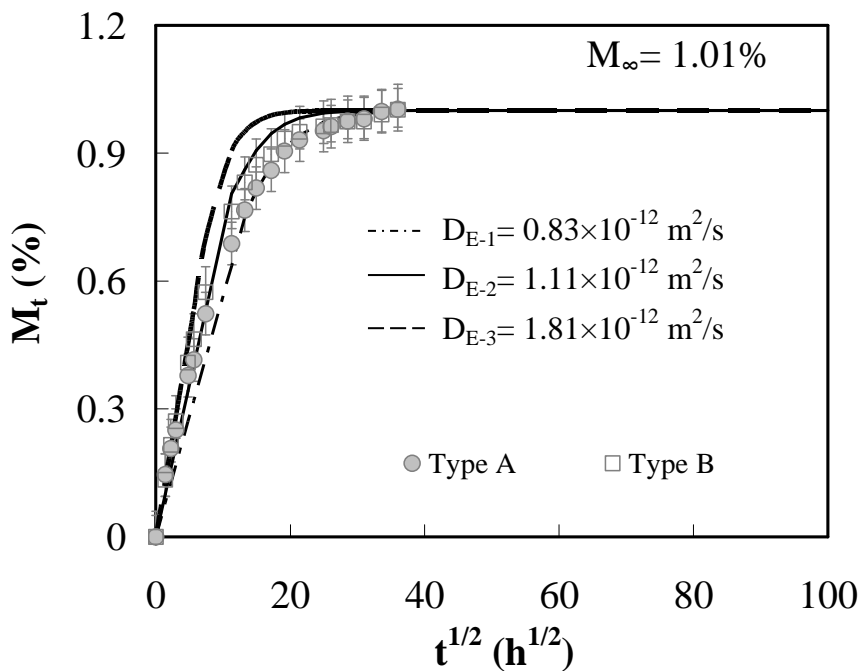


Figure 95 : Evolution de la masse d'eau dans les éprouvettes composites pendant les essais d'absorption en fonction de la racine du temps : comparaison numérique/expérimentale pour différentes valeurs du coefficient de diffusivité dans le sens de l'épaisseur, D_E .

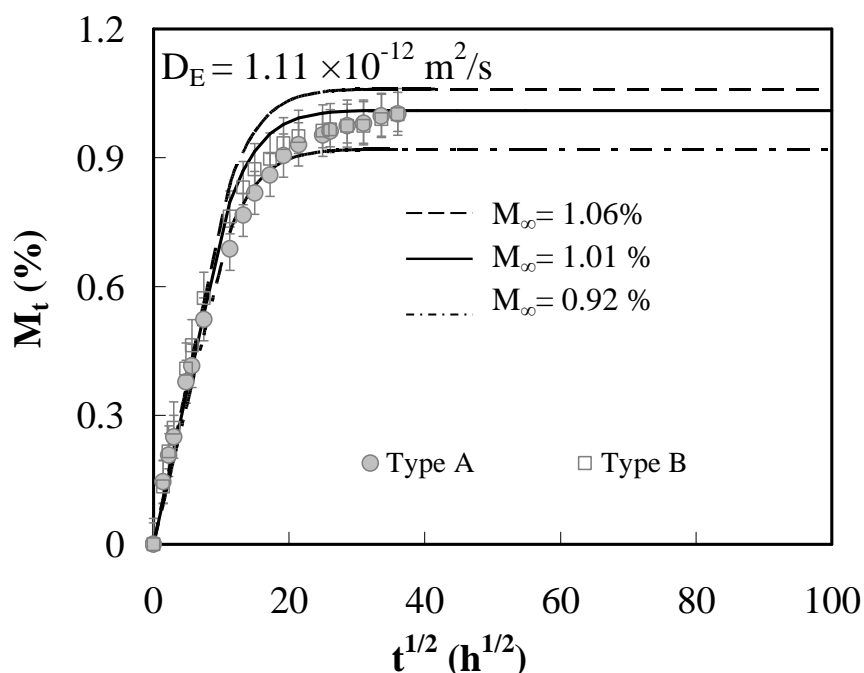


Figure 96 : Evolution de la masse d'eau dans les éprouvettes composites pendant les essais d'absorption en fonction de la racine du temps : comparaison numérique/expérimentale pour différentes valeurs de la masse d'eau à saturation, M_∞ .

Tableau 19 : Valeurs de M_∞ et D_E identifiées à partir des essais de diffusion et en utilisant le modèle de Fick et comparaison avec des données de littérature.

Composites	Condition	M_∞ (%)	D_E (m^2/s)
Résine (M21) FC (T700GC-12K)	$T = 70^\circ\text{C}$ HR = 85%	1.01% ($\pm 0.09\%$)	$1.11 \times 10^{-12} (\pm 0.7 \times 10^{-13})$
Résine (DGEBA-DDA) Fibre de Glass [94]	$T = 60^\circ\text{C}$ HR = 80%	0.48 [94]	1.5×10^{-12} [94]
résine (BMI) FC (M7-12K) [95]	$T = 70^\circ\text{C}$ Dans l'eau	1.5 [95]	1.34×10^{-12} [95]
BMI résine FC (M7-12K) [95]	$T = 70^\circ\text{C}$ Dans l'eau	1.5 [95]	1.22×10^{-12} [95]

Ensuite, les mesures de conductivité/résistivité électriques dans le sens de l'épaisseur sont effectuées en utilisant le protocole présenté dans la section 2.4 : le dépôt de laque d'argent est dans ce cas réalisé après saturation des éprouvettes, immédiatement avant l'essai, pour limiter au maximum des éventuels phénomènes de désorption. La Fig.97 illustre une mesure de résistance électrique pour une éprouvette unidirectionnelle $[0]_8$ de Type A saturée en eau : le comportement est le même que celui observé sur échantillons initiaux.

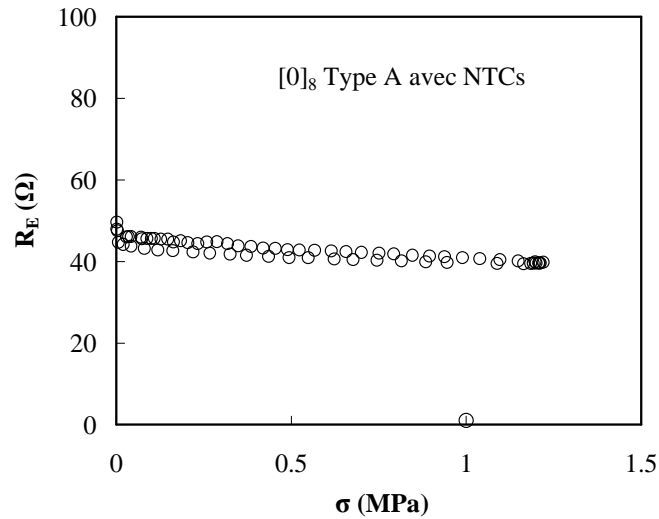
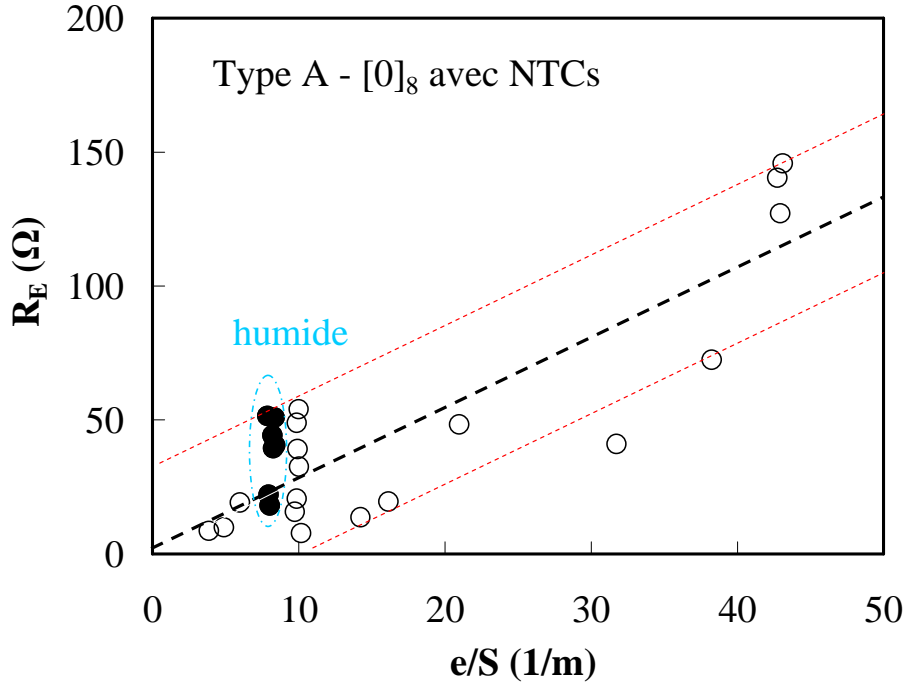


Figure 97 : Résistance électrique en fonction de la contrainte de compression appliquée pour une éprouvette unidirectionnelle [0]₈ de Type A.

Dans la Fig.98, les mesures de résistance électrique des éprouvettes saturées en humidité ont été superposées aux valeurs obtenues précédemment sur échantillons initiaux. On constate que les valeurs mesurées ne s'écartent pas significativement de la bande de dispersion tracée précédemment. Il semblerait donc que la présence d'humidité a un effet négligeable sur cette propriété électrique.



(a)

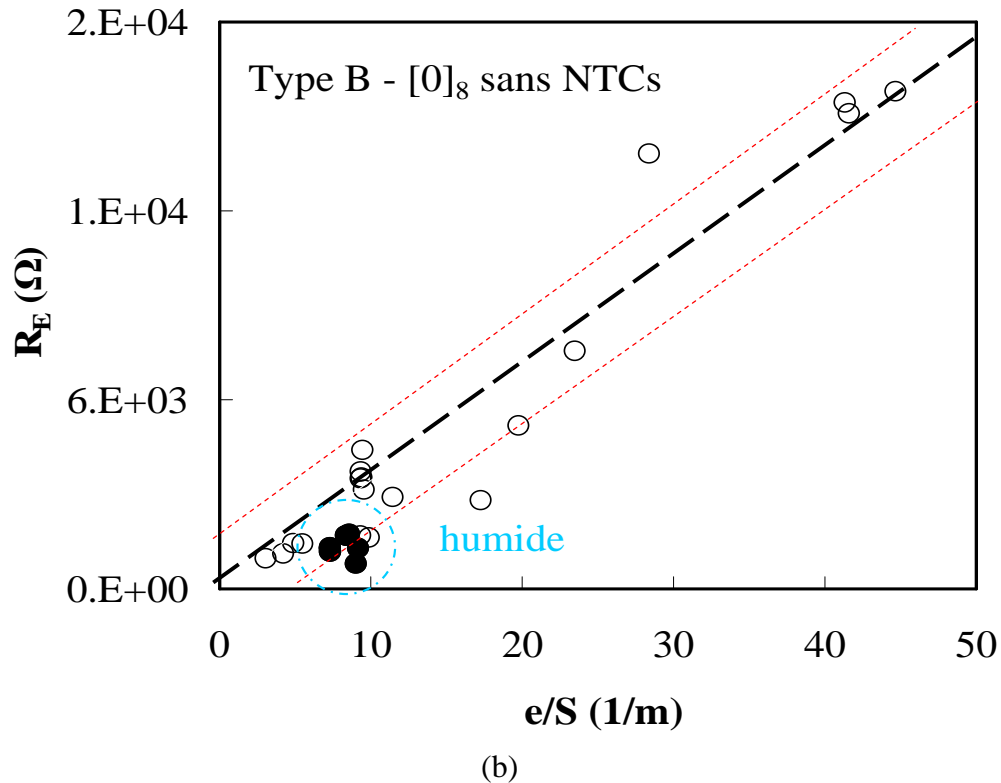


Figure 98 : Résistance électrique en fonction du facteur de forme (e/S) d'éprouvettes saturée en eau de (a) Type A et de (b) Type B.

4.5 Conclusions

Ce chapitre a été consacré à la caractérisation du comportement électrique et thermoélectrique dans le sens de l'épaisseur de matériaux composites chargés (Type A) ou non (Type B) de NTCs.

La résistance électrique dans le sens de l'épaisseur, R_E , d'échantillons unidirectionnels $[0]_8$ et croisés $[0/90]_4$ a été évaluée à travers des mesures de tension électrique effectuées en utilisant un montage dédié développé au laboratoire et des éprouvettes ayant différents rapports de forme, e/S (épaisseur/section de passage du courant). En exploitant directement les courbes des résistances électriques mesurées (R_E) en fonction du rapport de forme (e/S) les valeurs des résistivités/conductivités électriques du matériau dans le sens de l'épaisseur (ρ_E , σ_E) ont été identifiées.

L'analyse des résultats a permis de mettre en évidence une relative dispersion des mesures, qui n'est pas liée au montage expérimental, mais plutôt à l'hétérogénéité du matériau/structure composite dans le sens de l'épaisseur et à la présence de couches « interplis » de résine isolante à l'interface entre plis composites adjacents. L'hétérogénéité de la microstructure – confirmée par l'analyse d'images par microscopie optique – contribue à rendre douteuses les notions mêmes de conductivité et de résistivité dans le sens de l'épaisseur d'un composite stratifié.

Si on accepte cette notion, les valeurs identifiées de σ_E (ρ_E) sont fortement impactées par la présence des NTCs, une différence d'environ deux ordres de grandeur entre les deux

configurations (Type A et Type B) est notée.

Par contre, les valeurs identifiées de σ_E (ρ_E) ne sont pas impactées par la présence éventuelle d'humidité au sein des échantillons composites de Type A ou de Type B. Cela a été prouvé en effectuant des mesures de R_E sur échantillons saturés en eau à 70°C et 85% HR. On remarque que le comportement en diffusion de deux configurations testées (Type A et Type B) est identique, cela laisse supposer que la présence de NTCs n'a pas d'impact sur les mécanismes d'absorption d'eau.

CHAPITRE V :

**MODELISATION DU COMPORTEMENT
THERMOELECTRIQUE**

CHAPITRE V : MODELISATION DU COMPORTEMENT THERMOELECTRIQUE

Ce chapitre aborde la modélisation du comportement thermoélectrique couplé du matériau composite : cette modélisation est employée pour fournir une interprétation aux essais thermoélectriques présentés dans le Chapitre III et pour effectuer des premières simulations du comportement de structures de type aéronautique soumises à des chargements thermoélectriques réalistes.

Le Chapitre est ainsi organisé :

- la section 5.1 présente le développement du modèle thermoélectrique couplé sur la base de l'approche classique de la thermodynamique des processus irréversibles, son implémentation dans le code élément finis commercial ABAQUS et la mise en place d'un modèle simplifié, négligeant les phénomènes de conduction de la chaleur,
- dans la section 5.2, les modèles sont employées pour l'interprétation des essais thermoélectriques sur éprouvettes présentés au chapitre II et pour l'identification des paramètres physiques caractérisant le comportement thermoélectrique,
- enfin, dans la section 5.3, les modèles sont employés pour la mise en place de premières simulations du comportement de pièces structurales de type aéronautique soumises à des chargements thermoélectriques et pour animer une discussion autour de la dangerosité potentielle de ces types de chargements.

La représentation du comportement thermoélectrique d'un stratifié composite nécessite d'abord l'identification des lois de comportement du pli unidirectionnel élémentaire : les valeurs des conductivités/résistivités électriques du pli composite, identifiées aux Chapitres III et IV, sont directement utilisées dans les modèles pour alimenter les simulations. Les autres paramètres caractérisant le comportement thermoélectrique sont identifiés à partir de la confrontation avec les résultats expérimentaux.

5.1 Modélisation du comportement thermoélectrique

La modélisation du comportement thermoélectrique peut être abordée en utilisant les outils de la Thermodynamique des Processus Irréversibles (TIP). Les bases de ce formalisme peuvent être trouvées dans le livre de DeGroot et Mazur [96] : des développements récents se trouvent dans [97] et [98].

5.1.1 Construction du modèle thermoélectrique couplé à partir de la thermodynamique des processus irréversibles (TIP) et implémentation dans ABAQUS

L'écriture des équations de bilan représente le point de départ de cette approche : pour un champ physique (scalaire, vectoriel, ...) quelconque, $k(\mathbf{x}, t)$, dépendant de l'espace et du temps, la forme locale de bilan régissant l'évolution de $k(\mathbf{x}, t)$ au cours du temps est donnée par (voir Muller, [99])

$$\frac{\partial k}{\partial t} + \nabla \cdot (k\mathbf{v}) + \nabla \cdot \mathbf{j}_{\text{cond}}[K] = \sigma[K] \quad (22)$$

dans lequel $\nabla = \mathbf{i} \frac{\partial}{\partial x} + \mathbf{j} \frac{\partial}{\partial y} + \mathbf{k} \frac{\partial}{\partial z}$. $k(\mathbf{x}, t)$ représente la densité mathématique d'une propriété physique $K(t)$, dépendant uniquement du temps, dont $\sigma[K]$ indique la production (source) par unité de temps et de volume et $\mathbf{j}_{\text{cond}}[K]$ la densité de flux conductif. Muller [99] introduit une distinction entre une source intrinsèque $\sigma_v[K]$ et une source liée aux actions à distance $\sigma_s[K]$. En général on dit que $K(t)$ jouit de la propriété de conservation si

$$\sigma_v[K] = 0 \quad (23)$$

c'est-à-dire, si sa source intrinsèque est nulle.

L'Eq. 22 peut être re-écrite sous la forme suivante

$$\frac{\partial k}{\partial t} + \nabla \cdot \mathbf{j}_{\text{cond}}[K] = \sigma[K] \quad (24)$$

mettant en évidence la présence d'un flux total $\mathbf{j}[K]$, constitué par la somme du flux de conduction, $\mathbf{j}_{\text{cond}}[K]$, et d'un flux de convection, $\mathbf{j}_{\text{conv}}[K] = k\mathbf{v}$.

Une deuxième forme alternative pour l'Eq. 22 est la suivante

$$\frac{dk}{dt} + \nabla \cdot \mathbf{j}_{\text{cond}}[K] = \sigma[K] \quad (25)$$

exploitant la notion de dérivée totale

$$\frac{d}{dt} = \frac{\partial}{\partial t} + \mathbf{v}\nabla \quad (26)$$

Avant d'aborder la modélisation du couplage thermoélectrique, on considérera d'abord le cas de la conduction électrique, en l'absence d'effets thermiques. Dans un conducteur rigide, d'après l'Eq. 27, le bilan de la charge électrique par unité de volume, ρz (z représente la charge électrique par unité de masse), est exprimé par

$$\rho \frac{dz}{dt} + \nabla \cdot \mathbf{i} = 0 \quad (27)$$

Il est immédiat d'identifier le terme \mathbf{i} avec le flux de conduction de z (densité de courant de conduction) : \mathbf{i} représente le courant électrique par unité de surface. On note que – dans ce cas – la source de courant est nulle, on postule que le courant électrique ne peut pas être créé (ou détruit) dans un élément de matière.

L'équation de bilan de l'énergie interne (E) par unité de volume, ρe , s'écrit sous la forme

$$\rho \frac{de}{dt} = \mathbf{E} \cdot \mathbf{i} \quad (28)$$

dans laquelle \mathbf{E} représente le champ électrique. En l'absence d'effets thermiques, le flux d'énergie interne est nul, sa production (source) est représentée par le terme dissipatif $\mathbf{E} \cdot \mathbf{i}$.

L'équation de bilan de l'entropie (S) par unité de volume, ρs , peut s'écrire

$$\rho \frac{ds}{dt} - \nabla \cdot \left(\frac{\mu_e}{z_e} \frac{\mathbf{i}}{T} \right) = \left(\mathbf{E} - \nabla \frac{\mu_e}{z_e} \right) \cdot \frac{\mathbf{i}}{T} \quad (29)$$

dans laquelle μ_e est le potentiel chimique des électrons et z_e est la fraction massique des électrons. En comparant l'Eq. 25 avec l'Eq. 29 on peut facilement identifier le flux conductif d'entropie

$$\mathbf{j}_{\text{cond}}[S] = - \frac{\mu_e}{z_e} \frac{\mathbf{i}}{T} \quad (30)$$

et la production intrinsèque d'entropie

$$\sigma[S] = \sigma_v[S] = \left(\mathbf{E} - \nabla \frac{\mu_e}{z_e} \right) \cdot \frac{\mathbf{i}}{T} \quad (31)$$

Cette dernière équation suggère – pour un matériau homogène et isotrope – une relation linéaire entre flux et forces thermodynamiques du type

$$\left(\mathbf{E} - \nabla \frac{\mu_e}{z_e} \right) = \rho_e \mathbf{i} \quad (32)$$

dans laquelle ρ_e est la résistivité électrique du milieu. Or, pour des valeurs négligeables de $\nabla \frac{\mu_e}{z_e}$,

l'Eq. 32 prend la forme

$$\mathbf{E} = \rho_e \mathbf{i} \quad (33)$$

qui représente la loi d'Ohm. En utilisant l'expression 33 dans l'Eq. 31 la dissipation – le produit de la température et de la production intrinsèque d'entropie – prend la forme

$$T\sigma[S] = T\sigma_v[S] = \rho_e \mathbf{i}^2 \quad (34)$$

qui représente la dissipation par effet Joule. En considérant que dans un processus dissipatif la dissipation doit être toujours positive, l'exploitation de l'Eq. 34 permet de conclure que la résistivité d'un milieu est une quantité strictement positive. Pour un matériau homogène et anisotrope la quantité scalaire ρ_e est remplacée par un tenseur d'ordre deux ($\boldsymbol{\rho}$, tenseur de résistivité électrique) qui peut être supposé symétrique (d'après le postulat d'Onsager-Casimir, [96]) mais pas forcément diagonal.

Dans le cas de couplage thermoélectrique le bilan de l'énergie interne, Eq. 28, doit être enrichi d'un terme prenant en compte la conduction thermique. On a alors

$$\rho \frac{de}{dt} + \nabla \cdot \mathbf{q} = \mathbf{E} \cdot \mathbf{i} \quad (35)$$

Dans ce cas, le flux d'énergie interne est représenté par le flux de chaleur, \mathbf{q} .

Le nouveau bilan d'entropie – prenant en compte les échanges d'origine thermique – devient

$$\rho \frac{ds}{dt} + \nabla \cdot \left(\frac{\mathbf{q}}{T} - \frac{\mu_e}{z_e} \frac{\mathbf{i}}{T} \right) = \left(\mathbf{E} - \nabla \frac{\mu_e}{z_e} \right) \cdot \frac{\mathbf{i}}{T} - \frac{1}{T} \left(\frac{\mathbf{q}}{T} - \frac{\mu_e}{z_e} \frac{\mathbf{i}}{T} \right) \cdot \nabla T \quad (36)$$

dans lequel on reconnaît un terme flux d'entropie du type

$$\mathbf{j}[S] = \frac{\mathbf{q}}{T} - \frac{\mu_e}{z_e} \frac{\mathbf{i}}{T} \quad (37)$$

et un terme source (intrinsèque) d'entropie du type

$$\sigma[S] = \sigma_v[S] = \left(\mathbf{E} - \nabla \frac{\mu_e}{z_e} \right) \cdot \frac{\mathbf{i}}{T} - \frac{1}{T} \left(\frac{\mathbf{q}}{T} - \frac{\mu_e}{z_e} \frac{\mathbf{i}}{T} \right) \cdot \nabla T \quad (38)$$

En suivant une procédure classique dans le cadre de la thermodynamique des processus irréversibles [96-98], les équations d'évolution du courant électrique et du flux d'entropie – pour un milieu homogène et isotrope – sont obtenues en utilisant des expressions phénoménologiques du type

$$\mathbf{j}[S] = -L_{11} \nabla T + L_{12} \left(\mathbf{E} - \nabla \frac{\mu_e}{z_e} \right) \quad (39)$$

$$\mathbf{i} = -L_{21} \nabla T + L_{22} \left(\mathbf{E} - \nabla \frac{\mu_e}{z_e} \right) \quad (40)$$

dans lesquelles L_{11} , L_{12} , L_{21} et L_{22} sont les coefficients phénoménologiques d'Onsager et $L_{12} = L_{21}$, d'après les relations de symétrie d'Onsager-Casimir [96].

Les Eqs. 39-40 peuvent être re-écrites sous la forme (équivalente)

$$\mathbf{q} = -\lambda \nabla T + \left(\pi + \frac{\mu_e}{z_e} \right) \mathbf{i} \quad (41)$$

$$\left(\mathbf{E} - \nabla \frac{\mu_e}{z_e} \right) = \varepsilon \nabla T + \rho_e \mathbf{i} \quad (42)$$

qui introduit un nouveau jeu de coefficients phénoménologiques

$$\lambda = T \left(L_{11} - \frac{L_{12}L_{21}}{L_{22}} \right) \quad (43)$$

$$\pi = T \frac{L_{12}}{L_{22}} \quad (44)$$

$$\varepsilon = \frac{L_{21}}{L_{22}} \quad (45)$$

$$\rho_e = \frac{1}{L_{22}} \quad (46)$$

une combinaison linéaire des coefficients d'Onsager qui représentent, respectivement, la conductivité thermique (λ), le coefficient de Peltier (π), le coefficient de Seebeck (ε) et la résistivité électrique du milieu (ρ_e). Il faut noter que – d'après les relations de symétrie d'Onsager-Casimir ($L_{12} = L_{21}$) – il résulte $\pi = T\varepsilon$.

En utilisant les Eqs. 35-38 et les coefficients phénoménologiques (Eqs. 43-46), l'équation de bilan de l'énergie interne devient

$$\rho \frac{de}{dt} = \nabla \cdot (\lambda \nabla T) + \rho_e i^2 - \mathbf{i} \cdot (\nabla \pi)_T + \left(\frac{\pi}{T} - \frac{\partial \pi}{\partial T} \right) \mathbf{i} \cdot \nabla T \quad (47)$$

dans laquelle l'indice T indique que la température est fixée.

En définissant l'énergie interne du milieu comme le produit de la capacité spécifique à volume constant, c_v , et la température, l'équation de la chaleur devient

$$\rho \frac{dc_v T}{dt} = \nabla \cdot (\lambda \nabla T) + \rho_e i^2 - \mathbf{i} \cdot (\nabla \pi)_T + \left(\frac{\pi}{T} - \frac{\partial \pi}{\partial T} \right) \mathbf{i} \cdot \nabla T \quad (48)$$

qui remplace l'équation de la chaleur classique (équation de Fourier) en présence de couplage thermoélectrique. D'après l'Eq. 48, si la température est uniforme seulement l'effet Joule (terme $\rho_e i^2$) et l'effet Peltier (terme $\mathbf{i} \cdot (\nabla \pi)_T$) contribuent à la dissipation de chaleur. Si des gradients de température ont lieu, un terme supplémentaire $\left(\frac{\pi}{T} - \frac{\partial \pi}{\partial T} \right) \mathbf{i} \cdot \nabla T$ – normalement indiqué comme « dissipation de chaleur par effet Thompson » – intervient.

Pour un matériau homogène et anisotrope l'équation 48 est toujours valable mais, dans ce cas, les coefficients de couplage scalaires sont remplacés par des tenseurs d'ordre deux. Par exemple, le coefficient de conductivité, λ , est remplacé par le tenseur d'ordre deux de conductivité, $\boldsymbol{\lambda}$, qui, dans un repère orthonormé (O, x, y, z) peut être exprimé par la matrice carrée (3 × 3)

$$\boldsymbol{\lambda} = \begin{bmatrix} \lambda_{xx} & \lambda_{xy} & \lambda_{xz} \\ \lambda_{yx} & \lambda_{yy} & \lambda_{yz} \\ \lambda_{zx} & \lambda_{zy} & \lambda_{zz} \end{bmatrix} \quad (49)$$

De même, la résistivité électrique du milieu, ρ_e , est remplacée par le tenseur de résistivité électrique, $\boldsymbol{\rho}$, dont l'inverse, $\boldsymbol{\sigma}$, représente le tenseur de conductivité électrique

$$\boldsymbol{\rho} = \begin{bmatrix} \rho_{xx} & \rho_{xy} & \rho_{xz} \\ \rho_{yx} & \rho_{yy} & \rho_{yz} \\ \rho_{zx} & \rho_{zy} & \rho_{zz} \end{bmatrix} \quad \text{et} \quad \boldsymbol{\sigma} = \begin{bmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & \sigma_{xz} \\ \sigma_{yx} & \sigma_{yy} & \sigma_{yz} \\ \sigma_{zx} & \sigma_{zy} & \sigma_{zz} \end{bmatrix} \quad (50)$$

Si on accepte le postulat de réciprocité d'Onsager-Casimir, ces matrices deviennent symétriques ; dans un repère principal, les matrices deviennent diagonales.

En particulier, pour un pli composite orthotrope, dans le repère d'orthotropie (O, L, T, E) les matrices prennent la forme

$$\boldsymbol{\rho} = \begin{bmatrix} \rho_L & 0 & 0 \\ 0 & \rho_T & 0 \\ 0 & 0 & \rho_E \end{bmatrix} \quad \text{et} \quad \boldsymbol{\sigma} = \begin{bmatrix} \sigma_L & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_T & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_E \end{bmatrix} \quad (51)$$

Les équations du modèle thermoélectrique couplé doivent être résolues en utilisant les conditions aux limites et initiales opportunes.

Pour la solution de l'équation de la chaleur, Eq. 48, le champ de température ou le flux de chaleur doit être spécifié sur la frontière (ou sur une partie de la frontière) du domaine étudié.

Deux types de flux thermique peuvent être spécifiés :

flux de chaleur par convection, q_c , exprimé par une relation du type

$$q_c = hA(T - T_a) \quad (52)$$

dans laquelle h est le coefficient de convection, T_a est la température ambiante, A la surface d'échange avec l'environnement

flux de chaleur par rayonnement, exprimé par une relation du type

$$q_r = \sigma \varepsilon (T^4 - T_a^4) \quad (53)$$

dans laquelle σ ¹ et ε sont des constantes physiques, respectivement la constante de Stefan-Boltzmann ($\sigma = 5.67 \times 10^{-8} \text{ W/m}^2\text{K}^4$) et l'émissivité de la surface, dépendant du type de surface rayonnante.

¹ Attention à ne pas confondre la constante de Stefan-Boltzmann avec la conductivité électrique, les deux notées σ .

Le champ et le courant électrique à l'intérieur du milieu matériel peuvent être calculés en imposant le potentiel électrique, φ , sur une partie de la frontière du domaine, et en utilisant la relation

$$\mathbf{i} = \boldsymbol{\sigma}\mathbf{E} = -\boldsymbol{\sigma}\nabla\varphi \quad (54)$$

5.1.2 Implémentation sur ABAQUS

L'implémentation du modèle thermoélectrique dans le code de calcul par éléments finis commercial ABAQUS peut être effectuée en utilisant deux stratégies différentes qui prévoient l'emploi, respectivement :

- du module HEAT TRANSFER, – normalement utilisé pour résoudre l'équation de Fourier classique : des éventuelles sources de chaleur (chaleur dissipée par effet Joule, effet Peltier) sont dans ce cas à travers l'utilisation de sous-routines HEATVAL. La dépendance explicite de certains paramètres de la température peut être réalisée en utilisant des routines UMAT, écrites en FORTRAN.
- du module THERMO ELECTRIC : ce module peut être utilisé dans le cas les plus simples (effet Joule seulement), et pour validation.

5.1.3 Développement d'un modèle thermoélectrique simplifié

Des modèles thermoélectriques simplifiés peuvent être développés en négligeant tous les phénomènes de conduction thermique : dans ce cas, l'évolution de la température du milieu conducteur est régie par l'équation suivante :

$$mc_v \frac{dT}{dt} = \boldsymbol{\rho}\mathbf{i} \cdot \mathbf{i}V - hA(T(t) - T_a) - \varepsilon\sigma A(T(t)^4 - T_a^4) \quad (55)$$

dans laquelle m est la masse du conducteur et V son volume. A l'état stabilisé, l'Eq. 55 prend la forme suivante :

$$\boldsymbol{\rho}\mathbf{i} \cdot \mathbf{i}V = hA(T - T_a) + \varepsilon\sigma A(T^4 - T_a^4) \quad (56)$$

qui exprime l'équilibre entre la puissance thermique dissipée globalement (dans le volume V) et la puissance thermique échangée – à travers la surface d'échange S – avec l'environnement par convection et par rayonnement.

5.1.4 Bilan sur la modélisation

Les modèles présentés incluent un certain nombre de paramètres qui doivent être identifiés pour la réalisation des simulations thermoélectriques.

Dans le cas le plus simple, c'est-à-dire en présence d'effet Joule uniquement, les paramètres à identifier sont : le coefficient d'échange convectif (h) et le tenseur de conductivité thermique (λ), le tenseur de conductivité électrique ($\boldsymbol{\sigma}$) étant identifié par ailleurs (mesures de

résistivité/conductivité électrique effectuées aux Chapitres III et IV). Les autres paramètres du modèle peuvent être considérés comme des données : en particulier les paramètres caractérisant l'échange de chaleur par rayonnement sont supposés connus : le coefficient d'émissivité est proche de 1 pour une surface émissive peinte en noir mat et indépendant de la température dans la plage des températures étudiées, le coefficient de Stefan-Boltzmann est une constante physique bien caractérisée.

La stratégie d'identification des paramètres est la suivante :

- le modèle simplifié est d'abord utilisé pour l'identification du coefficient d'échange convectif, h .
- le modèle numérique ABAQUS est ensuite employé pour aborder l'identification pour du tenseur de conductivité thermique, λ .

5.2 Simulation des essais thermoélectriques sur éprouvettes et identification des paramètres du modèle thermoélectrique couplé

5.2.1 Emploi du modèle thermoélectrique simplifié pour l'identification du coefficient d'échange convectif

Comme déjà précisé, dans le modèle thermoélectrique simplifié, les paramètres ε , σ sont des paramètres physiques bien caractérisés dans la littérature, S est un paramètre géométrique mesurable et R_L est la résistance électrique des échantillons, mesurée à travers les essais présentés dans le Chapitre III. Le seul paramètre à identifier est h , caractérisant l'échange convectif, difficilement mesurable par des essais indépendants.

Les simulations du modèle thermoélectrique simplifié sont alors utilisées pour identifier le paramètre h et en utilisant les valeurs de R_L mesurées dans le Chapitre III.

Le Tableau 20 résume les paramètres utilisés pour les simulations du modèle thermoélectrique simplifié, pour des éprouvettes de Type A et de Type B, unidirectionnelles $[0]_8$ et croisées $[0/90]_4$: un certain nombre de ces paramètres sont communs à toutes les éprouvettes testées (constantes physiques : ε (émissivité), σ (constante de Stefan-Boltzmann)), d'autres (les résistances électriques, les dimensions nominales des éprouvettes) varient d'une éprouvette à une autre et sont mesurées par ailleurs.

Tableau 20 : Les paramètres utilisés pour les simulations du modèle thermoélectrique simplifié

ε (émissivité)	0.99
σ (constante)	$5.67 \times 10^{-8} \text{ W/m}^2\text{K}^4$
R_1 (Type A)	0.08 Ω
R_2 (Type B)	0.09 Ω
R_3 (Type A)	0.19 Ω
R_4 (Type B)	0.22 Ω

La Fig.99 montre la température stabilisée ($T_m - T_0$) des points 1, 2 et 3 situés sur la surface d'échantillons unidirectionnels $[0]_8$, avec et sans NTCs, en fonction du paramètre P/S (puissance électrique dissipée par effet joule divisée par la section de passage du courant, pour des valeurs du courant continu injecté allant de 1 à 9 A) : dans ces figures, les points représentent les données expérimentales, les traits continus sont les simulations numériques du modèle thermoélectrique simplifié, pour différentes valeurs du coefficient d'échange convectif, h. Il faut noter que – dans ces simulations – le coefficient h est supposé constant.

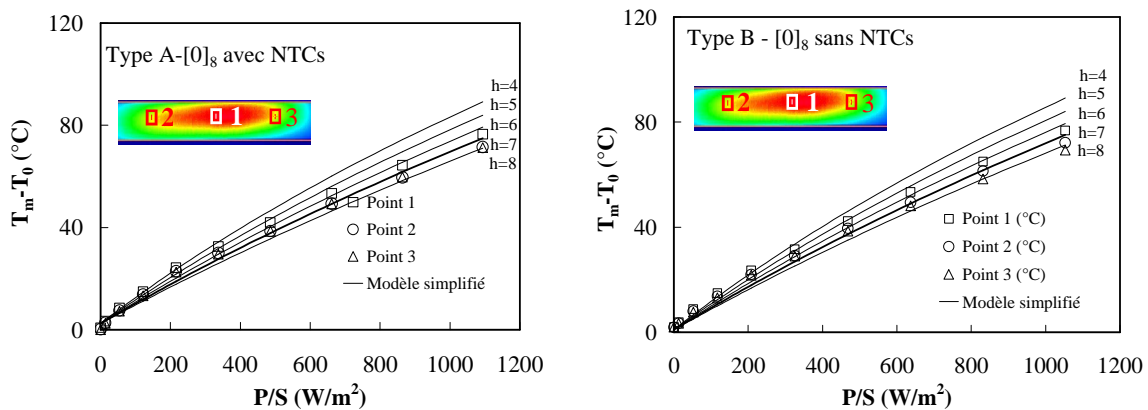


Figure 99 : Température moyenne d'éprouvettes unidirectionnelles $[0]_8$ (a) de Type A et (b) de Type B en fonction de la puissance électrique dissipée divisée par la section de passage du courant : données expérimentales et simulations numériques issues du modèle thermoélectrique simplifié.

Pour les deux typologies d'échantillon, une valeur de h proche de 7 (W/m²K) semble simuler correctement les mesures expérimentales. Des différences significatives entre les points expérimentaux et les simulations numériques (h = 7) sont notées pour des valeurs faibles du rapport P/S.

La Fig.100 illustre la température stabilisée ($T_m - T_0$) des points 1, 2 et 3 situés sur les surfaces d'échantillons croisés $[0/90]_4$, avec et sans NTCs, en fonction du paramètre P/S. Cette fois-ci – pour les deux typologies d'échantillon – la valeur de h identifiée est proche de 10 (W/m²K) : on note encore une fois une différence significative entre les points expérimentaux et les simulations numériques (h = 10) pour des valeurs faibles du rapport P/S.

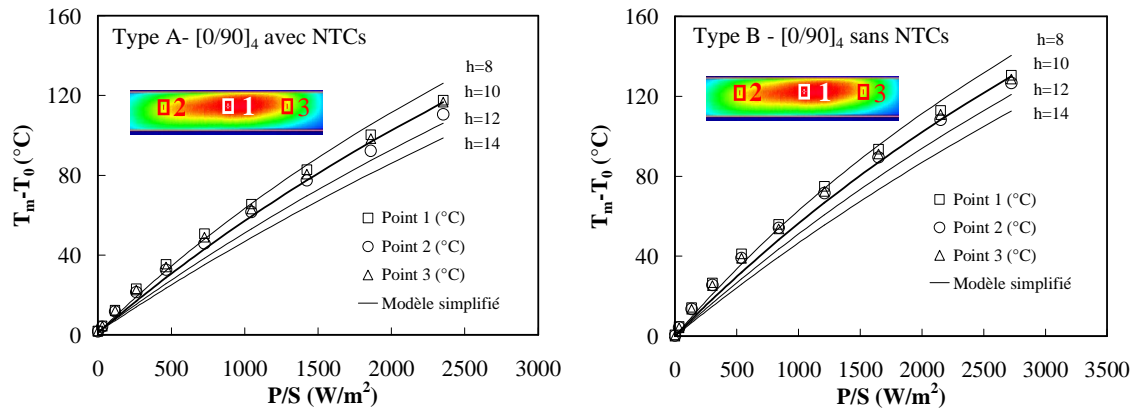


Figure 100 : Température moyenne d'éprouvettes croisées [0/90]₄ (a) de Type A et (b) de Type B en fonction de la puissance électrique dissipée divisée par la section de passage du courant : données expérimentales et simulations numériques issues du modèle thermoélectrique simplifié.

Dans les deux cas, on peut noter que le modèle simplifié est capable de décrire de façon satisfaisante les tendances de l'évolution de la température en fonction du courant injecté, tout en identifiant des valeurs indicatives du coefficient d'échange convectif : on est tenté de choisir une valeur de h égale à 7 (W/m²K) pour les éprouvettes unidirectionnelles [0]₈, et de h égale à 10 (W/m²K) pour les échantillons croisés [0/90]₄.

Les Figs. 101 et 102, obtenues en utilisant ces valeurs de h , permettent de comparer le comportement thermoélectrique d'éprouvettes de Type A (avec NTCs) et de Type B (sans NTCs), unidirectionnelles [0]₈ et croisés [0/90]₄.

En effet – par simulation – il est possible de retrouver la tendance déjà présentée et discutée dans le Chapitre III, relative à la faible différence de comportement des deux types d'échantillons, à savoir, pour une même puissance électrique dissipée (normalisée par la section effective de passage du courant), les échantillons de Type A présentent – en moyenne – des valeurs de température stabilisée plus basses comparativement aux échantillons de Type B.

A l'état stabilisé, les différences observées sont liées uniquement aux valeurs de résistance électrique mesurées qui diffèrent d'environ 10% : les autres paramètres thermoélectriques (conductivité thermique, capacité thermique, masse volumique) ne jouent pas de rôle sur ces différences, du moment qu'elles n'affectent que l'état thermoélectrique transitoire.

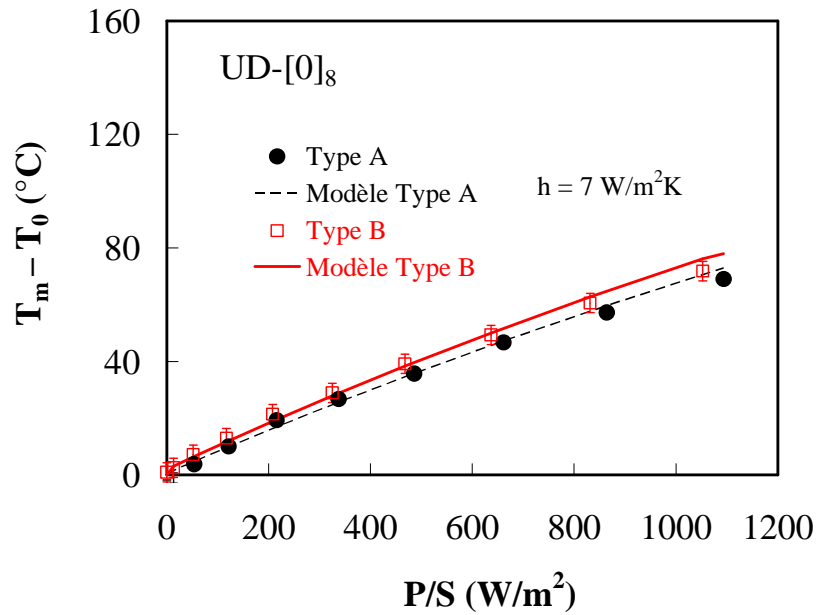


Figure 101 : Température moyenne d'éprouvettes unidirectionnelles [0]₈ de Type A et de Type B en fonction de la puissance électrique dissipée divisée par la section de passage du courant : données expérimentales et simulations numériques issues du modèle thermoélectrique ($h = 7 \text{ W/m}^2\text{K}$ pour les deux échantillons).

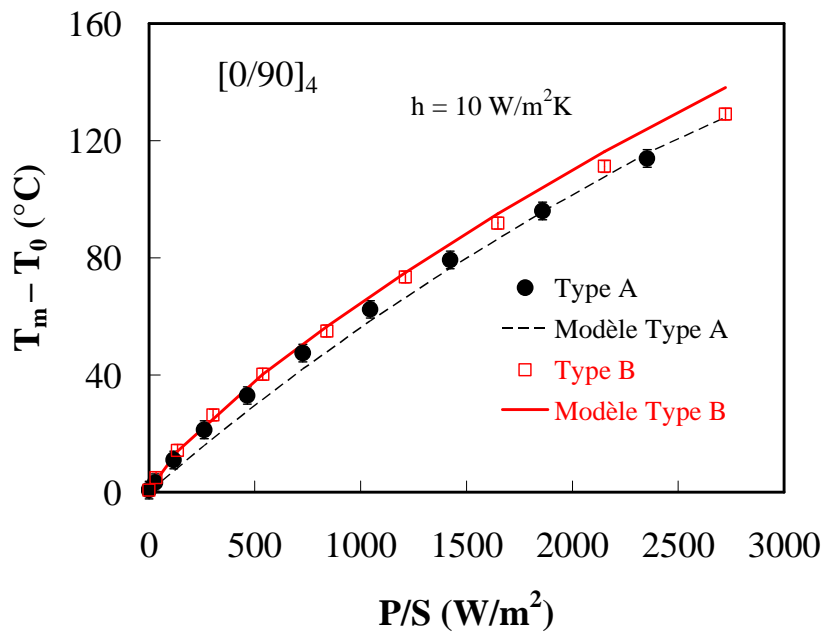


Figure 102 : Température moyenne d'éprouvettes croisées [0/90]₄ de Type A et de Type B en fonction de la puissance électrique dissipée divisée par la section de passage du courant : données expérimentales et simulations numériques issues du modèle thermoélectrique ($h = 10 \text{ W/m}^2\text{K}$ pour les deux échantillons).

Pour essayer d'expliquer les différences observées sur les Figs. 101 et 102 pour les faibles valeurs de la variable P/S et la différence des valeurs de h pour les deux typologies d'échantillons ($h = 7 \text{ W/m}^2\text{K}$ pour éprouvettes unidirectionnelles [0]₈ et $h = 10 \text{ W/m}^2\text{K}$ pour

éprouvettes croisées $[0/90]_4$), les simulations peuvent être enrichies en considérant un coefficient de convection h variable en fonction de la température : pour une paroi de type plaque, il a été montré ([100]) que la variation de h avec la température peut être exprimée en utilisant la formule semi-empirique suivante :

$$h(T) = 2.6 \times \left(\frac{T - T_0}{x T_0} \right)^{1/4} \quad (57)$$

où T et T_0 sont, respectivement, les température de la paroi et la température ambiante alors que x représente une dimension caractéristique (en m) de la surface chauffée.

La Fig.103 illustre les valeurs du coefficient de convection h calculées par l'équation 57 pour une plaque de largeur 0.018 m, qui représente la dimension caractéristique, x .

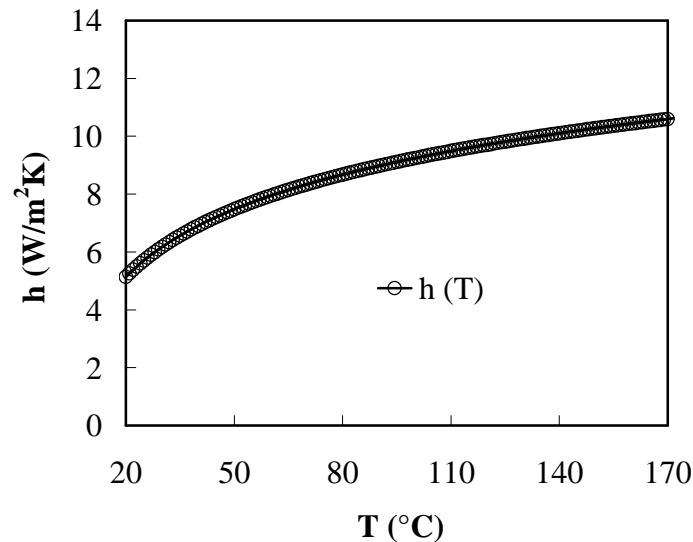


Figure 103 : Coefficient de convection h en fonction de la température pour une plaque horizontale de largeur de 0.018 m (dimension caractéristique, x), d'après l'Eq. 57 ([100])

En observant la Fig. 103 on note immédiatement que, dans la plage de températures comprises entre 20°C et 100°C (plage des températures atteintes par les éprouvettes unidirectionnelles pendant les essais thermoélectriques), le coefficient d'échange convectif moyen est proche de 7 (W/m²K), alors que, pour la plage de températures allant jusqu'à 170°C (plage des températures atteintes par les éprouvettes croisées $[0/90]_4$ pendant les essais thermoélectriques) le coefficient d'échange convectif moyen est plus proche de 10 (W/m²K).

D'autre part, pour être tout à fait conformes aux expériences, il faut considérer que la résistance électrique des éprouvettes R_L varie elle aussi linéairement avec la température même faiblement, comme montré dans le Chapitre III.

Les Figs. 104 et 105 illustrent – pour des éprouvettes de Type A et de Type B, unidirectionnelles $[0]_8$ et croisées $[0/90]_4$ – la comparaison entre les températures mesurées expérimentalement et simulées numériquement, en utilisant des coefficients de convection, h , et des résistances électriques (R_L) dépendants de la température.

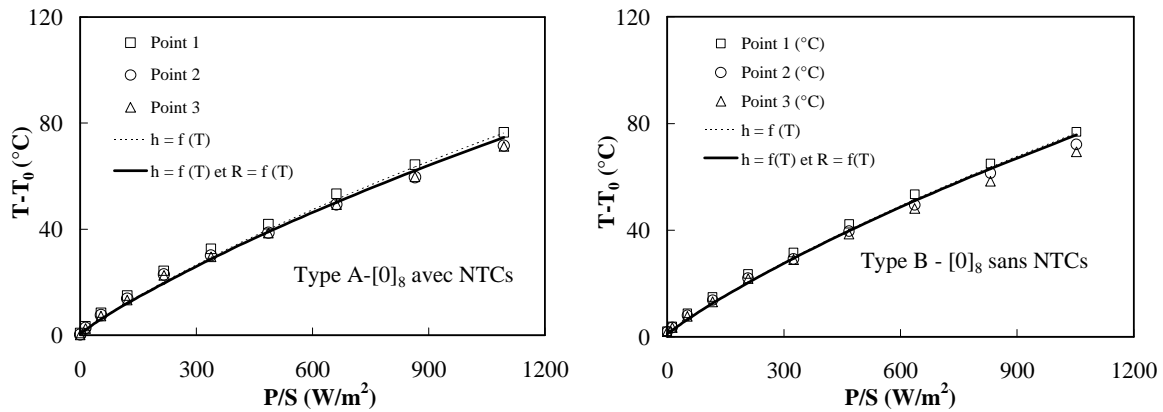


Figure 104 : Température moyenne d'éprouvettes unidirectionnelles $[0]_8$ (a) de Type A et (b) de Type B en fonction de la puissance électrique dissipée divisée par la section de passage du courant : données expérimentales et simulations numériques issues du modèle thermoélectrique (deux courbes simulées : h dépendant de la température, h et R_L dépendantes de la température).

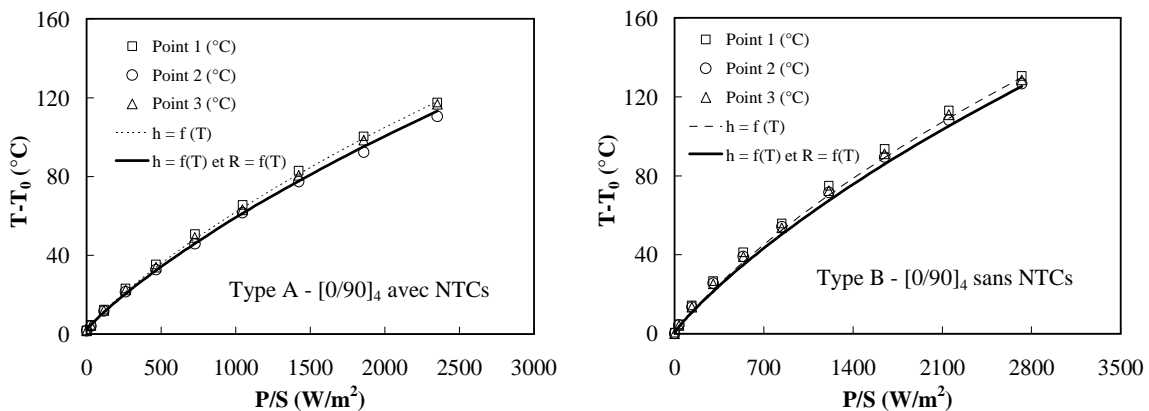


Figure 105 : Température moyenne d'éprouvettes croisées $[0/90]_4$ (a) de Type A et (b) de Type B en fonction de la puissance électrique dissipée divisée par la section de passage du courant : données expérimentales et simulations numériques issues du modèle thermoélectrique (deux courbes simulées : h dépendant avec la température, h et R_L dépendantes de la température).

A partir des Fig. 104 et 105 les conclusions suivantes peuvent être tirées :

- les différences observées entre les points expérimentaux et les courbes simulées pour les faibles valeurs de la variable P/S peuvent être effectivement expliquées en considérant une dépendance explicite du coefficient h avec la température,
- la dépendance de h avec la température permet aussi d'expliquer les différences des valeurs moyennes de ce paramètre issu du modèle simplifié selon l'empilement considéré. En effet, on a montré expérimentalement que les températures atteintes par les échantillons croisés sont plus élevées que celles des échantillons unidirectionnels,
- la prise en compte de la faible variation de résistance électrique avec la température, n'affecte pas les résultats des simulations numériques.

5.2.2 Emploi du modèle ABAQUS

Un modèle par éléments finis commercial ABAQUS 3D anisotrope est utilisé pour simuler finement les essais thermoélectriques sur éprouvettes, dont les dimensions nominales sont rassemblées dans le Tableau 21.

Tableau 21 : Dimensions de l'éprouvette modélisée par éléments finis

Longueur, L_x	Largeur, L_y	Epaisseur, e
0.163 m	0.0185 m	0.0021 m

Le modèle utilise des éléments continus solides soit de type DC3D4E (4 nœuds tétraèdre élément couplage thermoélectrique) soit de type DC3D8E (8 nœuds brique linéaire élément couplage thermoélectrique), selon le type d'analyse effectué : la version la plus sophistiquée du modèle contient environ 5 000 éléments (Fig. 106). La Fig. 106 contient une représentation schématique des conditions aux limites et des conditions initiales utilisées dans ce type de modélisation : des flux de convection et de rayonnement sont imposés sur les surfaces externes du modèle, une différence de potentiel électrique est appliquée entre les deux extrémités de l'éprouvette, dans le but de générer le courant électrique continu.

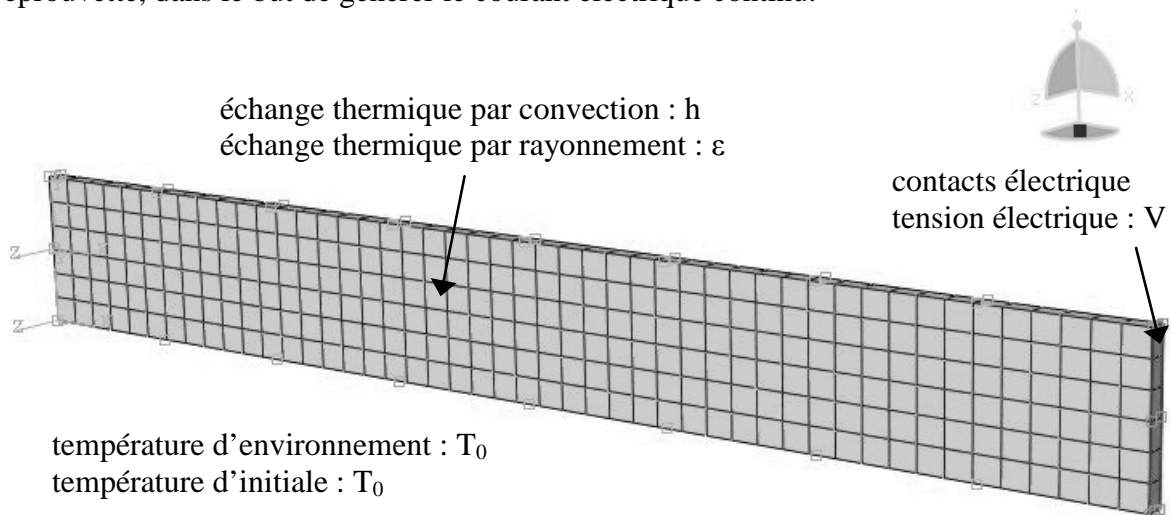


Figure 106 : Modèle par éléments finis comprenant une représentation schématique des conditions aux limites et des conditions initiales

Les paramètres matériaux utilisés pour la première simulation d'une éprouvette unidirectionnelle $[0]_8$ de Type A – sont indiqués dans le Tableau 22.

Tableau 22 : Propriétés thermoélectriques du matériau Type A [0]₈ utilisées dans le modèle EF

Densité (kg/m ³)	Conductivité thermique (W/m.K)			Conductivité électrique (S/m)			Chaleur spécifique (J/kg.K)
	λ _L	λ _T	λ _E	σ _L	σ _T	σ _E	
ρ	λ _L	λ _T	λ _E	σ _L	σ _T	σ _E	C _p
1592	5.73	0.63	0.63	52200	14000	0.51	972
Echange par rayonnement	Emissivité			Température ambiante			
	ε = 1			T ₀ = 16.5 °C			
Echange par convection	Coefficient de convection			Température de référence			
	h = 7 W/ (m ² . K)			T ₀ = 16.5 °C			

Parmi ces propriétés, les conductivités électriques dérivent des mesures effectuées dans les Chapitres III et IV. Rappelons que des réserves importantes ont été émises sur la validité de σ_T obtenue par la loi des mélanges au chapitre IV. Le coefficient de convection est celui issu du modèle thermoélectrique simplifié (Section 5.2.1), considéré uniforme et constant.

Les autres propriétés thermiques sont évaluées à partir de celles des constituants élémentaires (fibres T700 et matrice époxy M21) données par la littérature ([101-105]).

En ce qui concerne la densité et la chaleur spécifique, une simple loi des mélangés est utilisée avec une valeur de fraction volumique de fibres, V_f, égale à 60%.

Par contre, pour les conductivités thermiques anisotropes les relations 58 et 59 sont utilisées.

$$\lambda_L = V_f \lambda_f + (1 - V_f) \lambda_m \quad (58)$$

$$\lambda_T = \lambda_m + \frac{\lambda_m (\lambda_R - \lambda_m) V_f}{\lambda_m + \frac{1}{2} (1 - V_f) (\lambda_R - \lambda_m)} \quad (59)$$

dans laquelle les indices f et m indiquent, respectivement, la fibre et la matrice.

Tableau 23 : Propriétés thermiques utilisées pour le calcul par éléments finis (modèle de calibration).

	Densité	Conductivité Thermique	Chaleur spécifique
	ρ (kg/m ³)	λ _L , λ _E , (W/m°C)	C _p (J/kg°C)
Fibre T700	1800 [101]	λ _L =9.4 [101], λ _R =2 [102]	753.6 [101]
époxy M21	1280 [103]	λ _L =λ _E = 0.22 [102]	1300[103]

Les propriétés thermiques du composite CFRP ainsi calculées et présentées dans le Tableau 22 et 23 sont en très bon accord avec les mesures expérimentales fournies dans [104], à température ambiante (C_p ≈ 850 J/ kg°C, λ_L ≈ 6 W/m°C, λ_T ≈ 0.6 W/m°C).

Les Fig. 107-109 présentent les résultats des simulations par éléments finis de ce modèle. En particulier, la Fig. 107 illustre la comparaison des champs de température simulés numériquement et mesurés expérimentalement par thermographie infrarouge. La répartition des profils et les valeurs sont similaires.

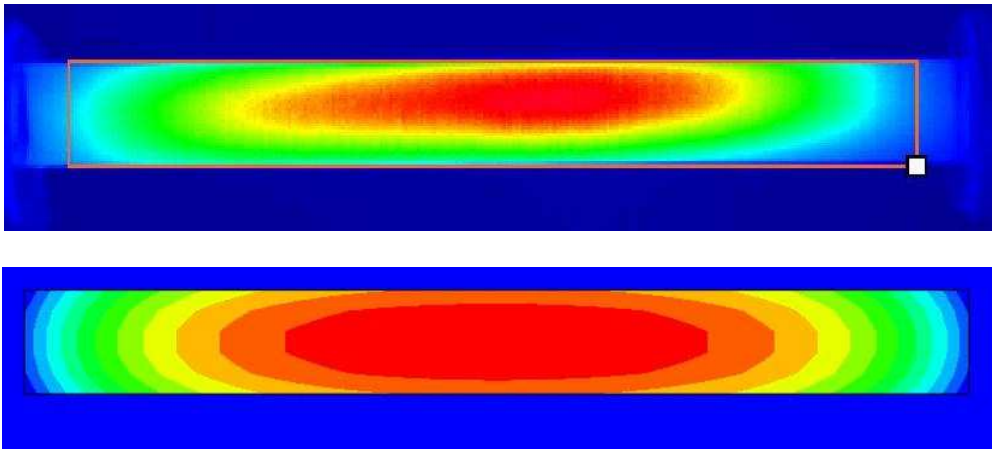


Figure 107 : $t = 3000$ s $I = 4$ A $T_{\max} \sim 30^{\circ}\text{C}$; profil de température obtenu par simulation numérique (code ABAQUS) en utilisant les paramètres du Tableau 23 pour un échantillon unidirectionnel $[0]_8$.

La Fig. 108 illustre l'évolution transitoire de la température de surface de l'éprouvette pour différentes valeurs du courant injecté, pour une éprouvette Type A unidirectionnelle $[0]_8$. Les points indiquent les mesures expérimentales, les traits continus les simulations numériques ABAQUS (températures maximales).

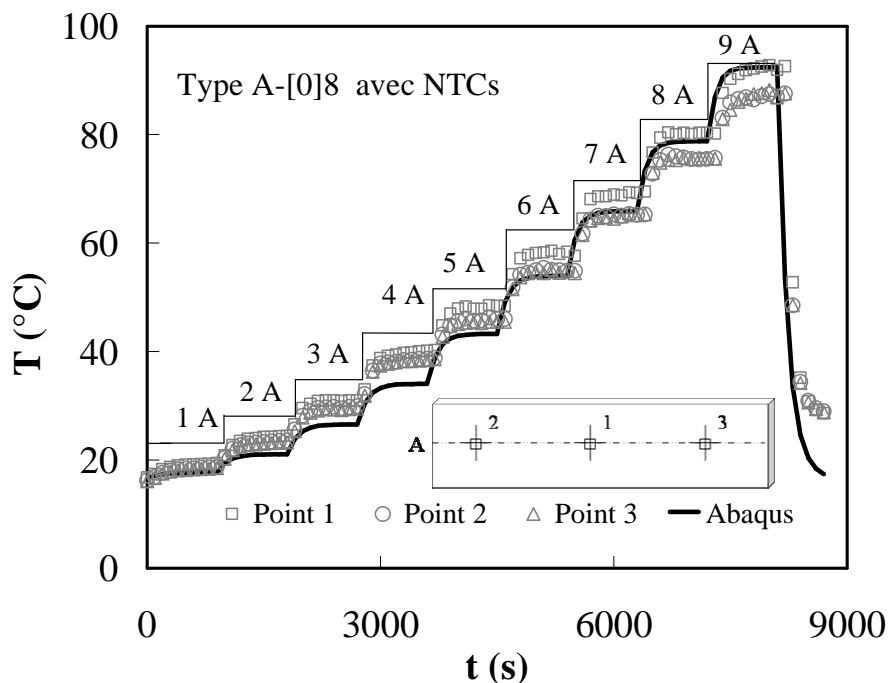


Figure 108 : Evolution transitoire de la température de surface de l'éprouvette pour différentes valeurs du courant injecté (éprouvette Type A $[0]_8$) : comparaison entre les mesures expérimentales (points 1, 2, 3) et simulations numériques ABAQUS (T_{\max} du modèle).

La Fig. 109 présente une comparaison des profils des températures mesurés (lignes A, B, C) et simulés numériquement (ligne A) – à l'état stabilisé – sur la surface d'une éprouvette de Type A unidirectionnelle $[0]_8$, pour différentes valeurs du courant injecté (Fig. 109a) et pour une seule valeur de courant (9A, Fig. 109b).

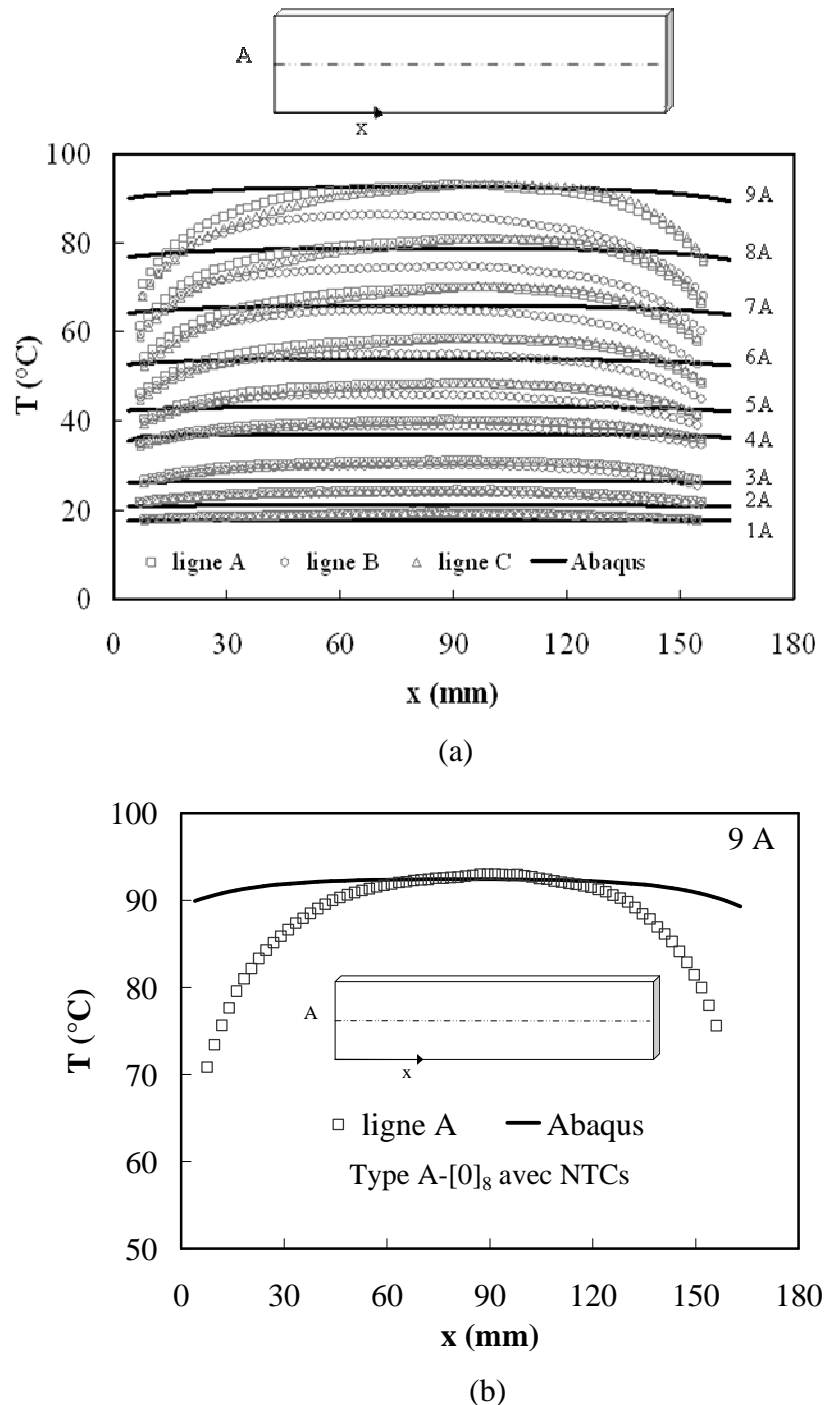


Figure 109 : Profils de température en surface d'une éprouvette de Type A unidirectionnelle $[0]_8$: comparaison entre les mesures expérimentales (lignes A, B, C) et simulations numériques ABAQUS (ligne A) (a) pour différentes valeurs du courant injecté (b) comparaison à 9A (ligne A).

On note une différence significative entre les profils mesurés et les courbes simulées, qui est toutefois limitée à des zones proches des extrémités des éprouvettes : dans la partie centrale de

l'échantillon, les différences sont beaucoup moins marquées. En outre, un aperçu global, prenant en compte tous les niveaux de courant/température testés (Fig. 109a), montre que les simulations numériques sont pertinentes.

La Fig. 110 présente une comparaison des profils des températures mesurés (ligne D) et simulés numériquement (ligna D) – à l'état stabilisé – sur la surface d'une éprouvette de Type A unidirectionnelle [0]₈, à 9A.

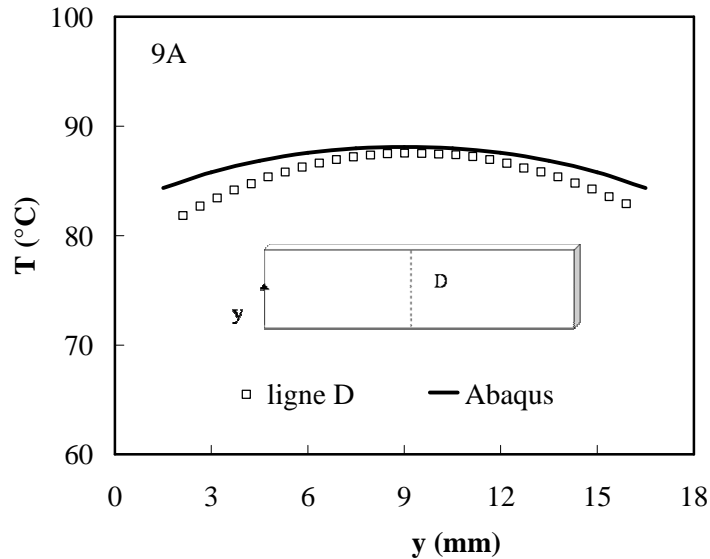


Figure 110 : Profils de température en surface d'une éprouvette de Type A unidirectionnelle [0]₈ : comparaison entre les mesures expérimentales (ligne D) et simulations numériques ABAQUS (ligne D) : comparaison à 9A.

La comparaison, satisfaisante, montre que le modèle proposé, légèrement anisotrope, est capable de reproduire les profils de température dans le sens transverse des éprouvettes.

La Fig. 111 montre que, en prenant une valeur de σ_T égale à σ_E , comme décrit dans la littérature [17], l'évolution transitoire de la température sur la surface de l'éprouvette est la même que celle illustrée dans la Fig. 108. On peut montrer que le modèle numérique est pratiquement insensible aux paramètres σ_T et σ_E : le courant électrique étant unidimensionnel (selon la longueur), la contribution de σ_T et σ_E sur les résultats du calcul est infime.

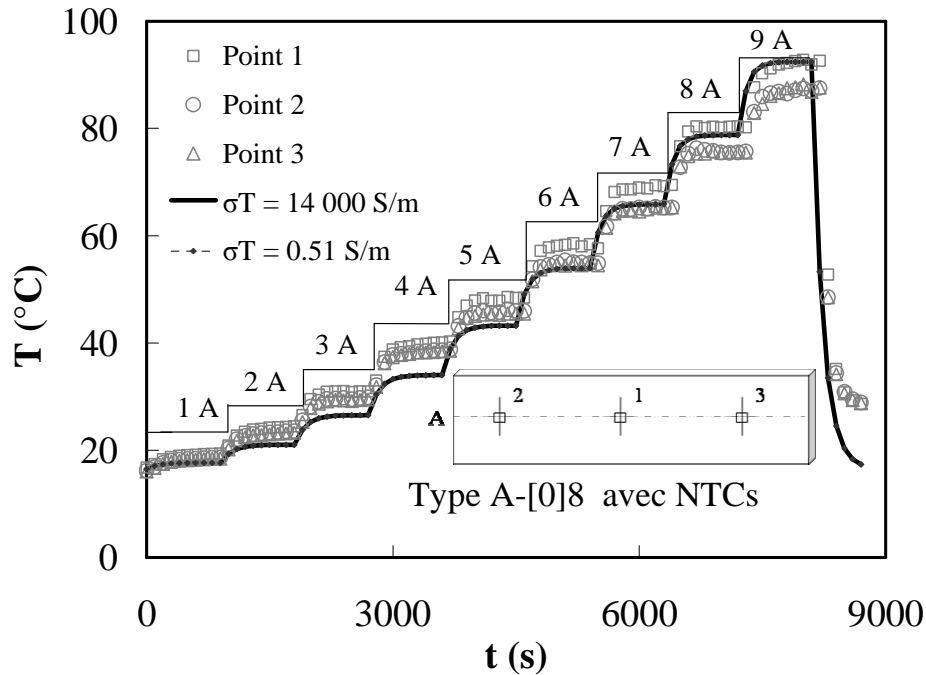


Figure 111 : Evolution transitoire de la température de surface de l'éprouvette pour différentes valeurs du courant injecté (éprouvette Type A [0]₈) : comparaison entre les mesures expérimentales (points 1, 2, 3) et simulations numériques ABAQUS (T_{\max} du modèle) pour deux différentes valeurs de la conductivité thermique transverse ($\sigma_T = 14\,000$ S/m et $\sigma_T = 0.51$ S/m)

L'objet des simulations qui suivent est d'étudier la sensibilité du couplage thermoélectrique au niveau d'anisotropie de la conductivité thermique. En utilisant le modèle numérique développé, une étude paramétrique peut être effectuée.

Pour cette étude, quatre cas sont considérés, d'isotrope à fortement orthotrope :

- cas-1 (isotrope-1) : le tenseur de conductivité thermique est diagonal et isotrope, avec : $\lambda_L = 0.63$, $\lambda_T = 0.63$, $\lambda_E = 0.63$,
- cas-2 (isotrope-2) : le tenseur de conductivité thermique est diagonal et isotrope, avec : $\lambda_L = 5.73$, $\lambda_T = 5.73$, $\lambda_E = 5.73$,
- cas-3 (anisotrope-3) : c'est le modèle utilisé pour les premières simulations, le tenseur de conductivité thermique est dans ce cas diagonal et orthotrope avec : $\lambda_L = 5.73$, $\lambda_T = 0.63$, $\lambda_E = 0.63$,
- cas-4 (anisotrope-4) : le tenseur de conductivité thermique est dans ce cas diagonal et « fortement » orthotrope avec $\lambda_L = 5.73$, $\lambda_T = 0.0063$, $\lambda_E = 0.0063$.

Les Figs. 112-113 illustrent les résultats des simulations numériques effectuées en utilisant les quatre modèles : l'effet de l'anisotropie de la conductivité thermique sur les champs de température transitoires est assez marqué (Fig. 112). Les trois premiers modèles prédisent des valeurs très proches des températures maximales atteintes (Fig. 113) et diffèrent sensiblement du quatrième modèle (fortement anisotrope) (environ 96 °C à 9A).

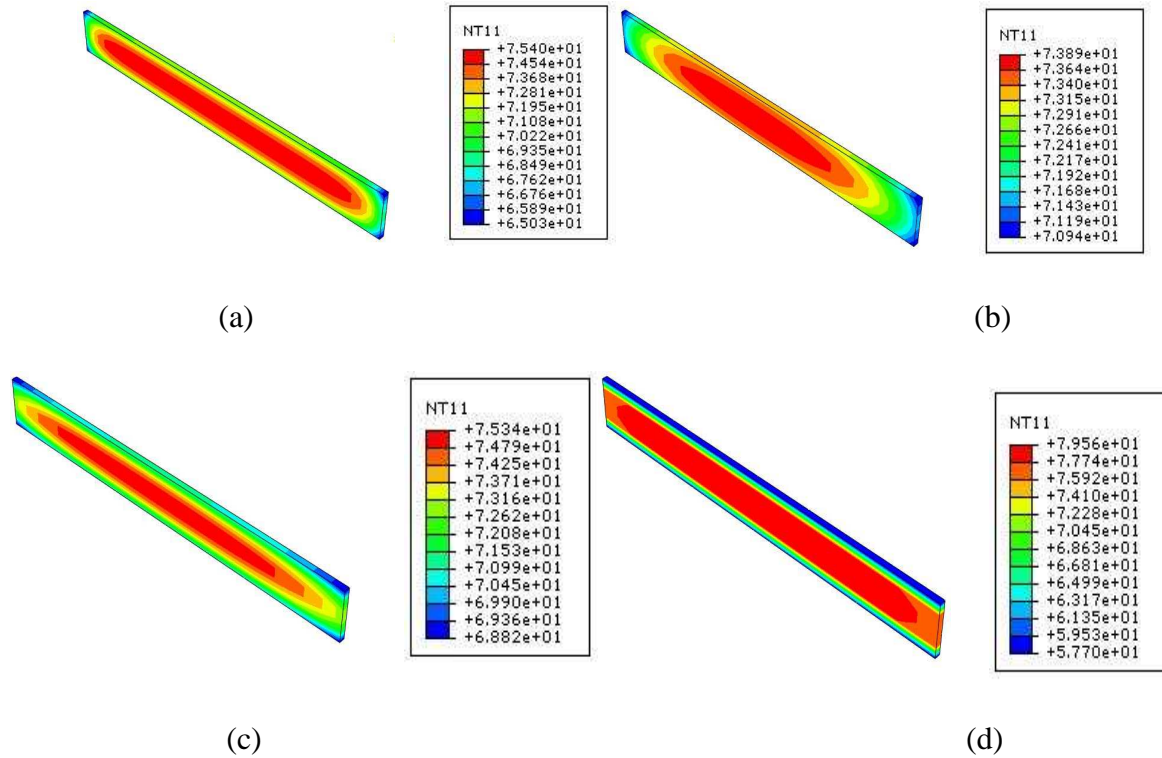


Figure 112 : Profils de température obtenus par simulation numérique (code ABAQUS) pour un échantillon unidirectionnel $[0]_8$, à $t = 7300$ s ($I = 9$ A), dans le cadre de l'étude paramétrique sur l'anisotropie du tenseur de conductivité thermique (a) cas-1, (b) cas-2, (c) cas-3 (d) cas-4.

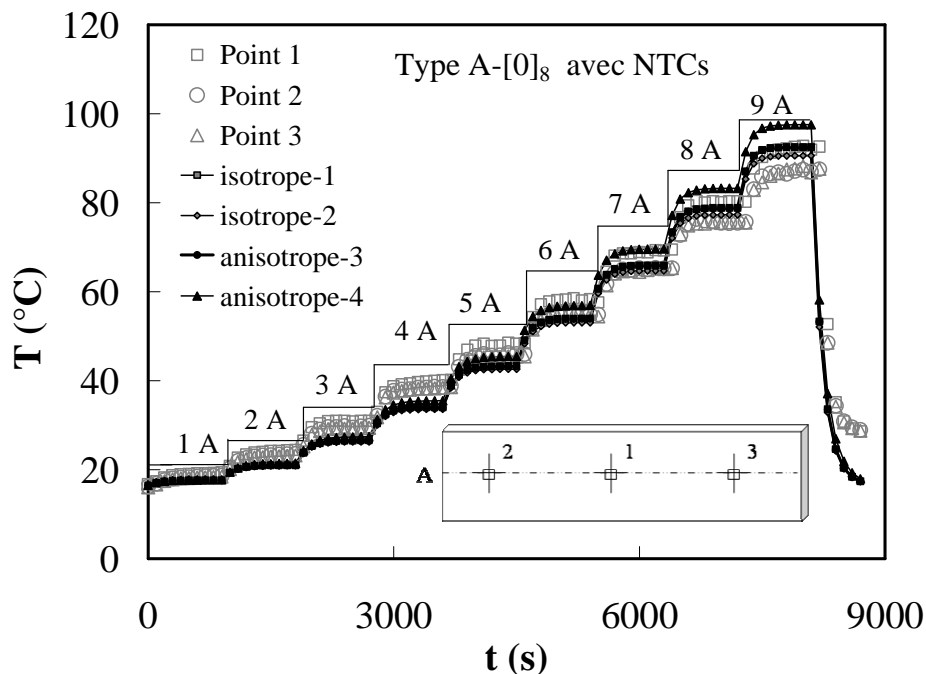


Figure 113 : Evolution transitoire de la température de surface de l'éprouvette pour différentes valeurs du courant injecté (éprouvette Type A $[0]_8$) : comparaison entre les mesures expérimentales (points 1, 2, 3) et les simulations numériques ABAQUS (T_{max} du modèle) de quatre différents modèles, dans le cadre d'une étude paramétrique sur l'anisotropie du tenseur de conductivité thermique.

La Fig. 114 présente une comparaison des profils des températures mesurés (ligne E) et simulés numériquement (ligne E) – à l'état stabilisé – sur la surface d'une éprouvette de Type A unidirectionnelle $[0]_8$, à 9A, pour différentes valeurs et différents niveaux d'anisotropie du tenseur de conductivité thermique, λ .

On peut noter que le modèle anisotrope-3 et le modèle isotrope-1 simulent le champ de température dans la direction transverse de l'éprouvette avec le même niveau de précision : d'autre part les simulations des modèles isotrope-2 et anisotrope-4 (« fortement » anisotrope) sont assez éloignées des points expérimentaux.

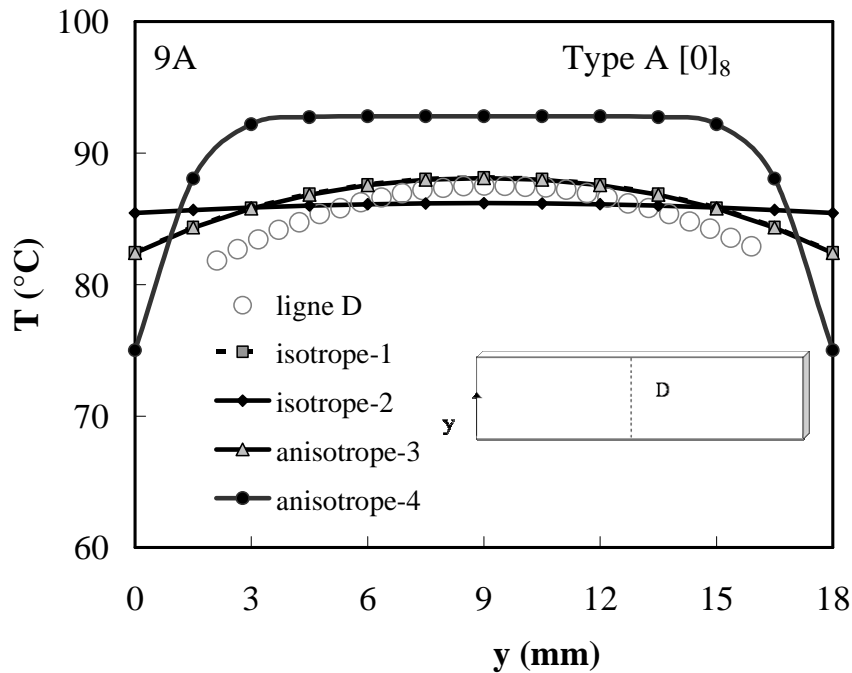


Figure 114 : Profils de température en surface d'une éprouvette de Type A unidirectionnelle $[0]_8$: comparaison (à 9A) entre les mesures expérimentales (ligne D) et simulations numériques ABAQUS (ligne D), pour différentes valeurs et différents niveaux d'anisotropie du tenseur de conductivité thermique, λ .

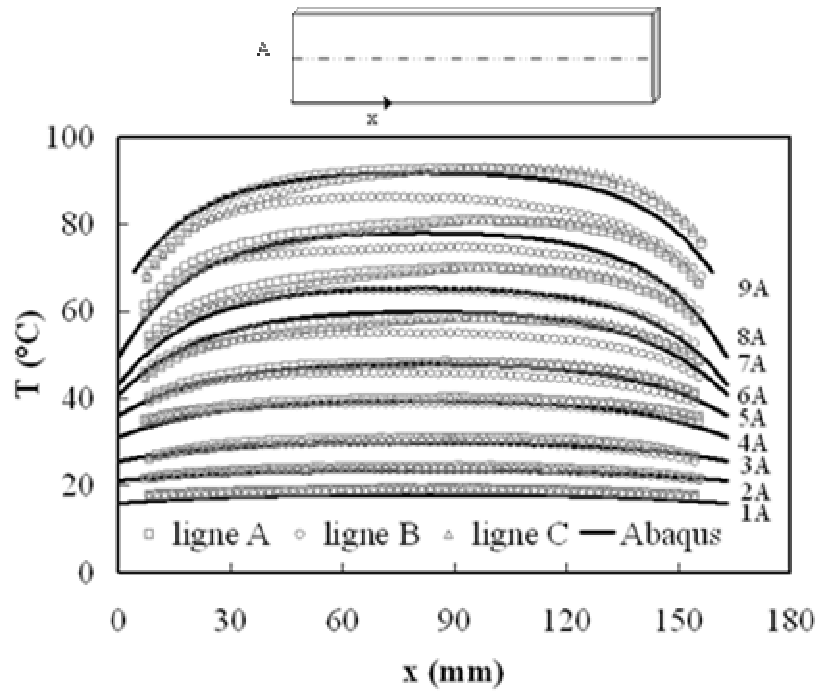
Pour essayer de reproduire correctement les mesures expérimentales par simulation numérique, on suppose l'existence d'un flux de chaleur sortant de l'éprouvette vers le cadre de maintien. En accord avec la littérature [105], ce flux peut être exprimée en fonction de la surface d'échange (section de passage du courant), S , de la différence de température (moyenne) entre le cadre de maintien et l'éprouvette ($\Delta T = T - T_0$) et d'un paramètre k , qui représente un coefficient d'échange (de type conductif) à identifier :

$$q = \Phi S = kS \frac{(T - T_0)}{e} \quad (60)$$

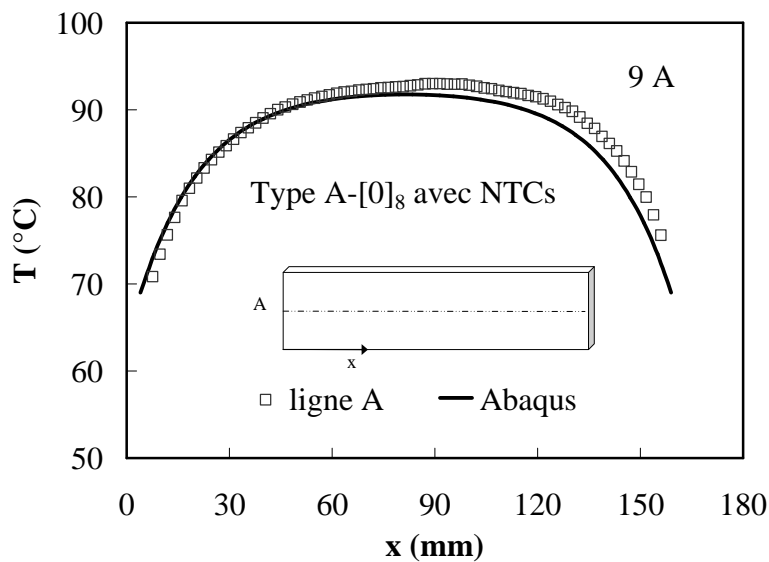
L'identification de k est obtenue en exploitant la confrontation entre les simulations numériques et les résultats expérimentaux.

Les Figs. 115-116 illustrent les résultats des simulations réalisées en utilisant le modèle anisotrope-3 et avec une valeur de k égale à environ 6 (W/m.K), dans toute la gamme des températures testées.

Avec l'introduction d'un flux de chaleur sortant aux extrémités, choisi convenablement dans le respect et en cohérence avec les lois de la conduction thermique, l'accord entre les mesures expérimentales et les simulations numériques est très bon.



(a)



(b)

Figure 115 : Profils de température sur la surface d'une éprouvette de Type A unidirectionnelle $[0]_8$: comparaison entre les mesures expérimentales (lignes A, B, C) et simulations numériques ABAQUS (ligne A) prenant en compte un flux de chaleur sortant des extrémités de l'éprouvette (a) pour différentes valeurs du courant injecté (b) comparaison à 9A.

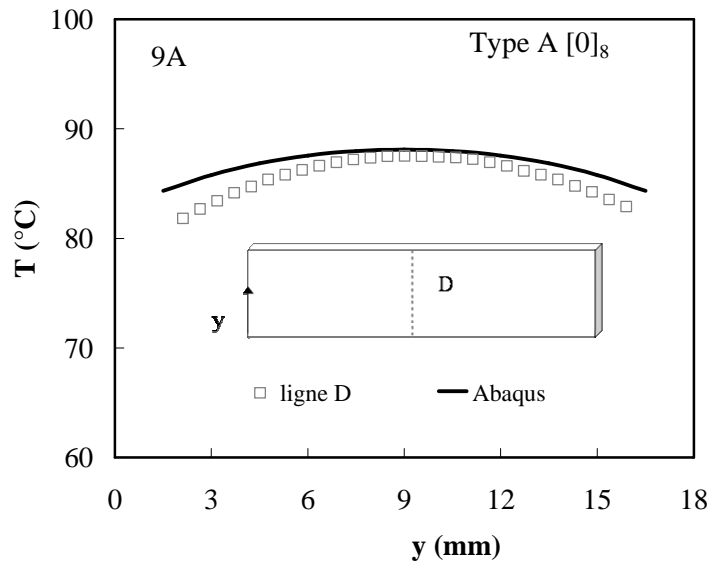
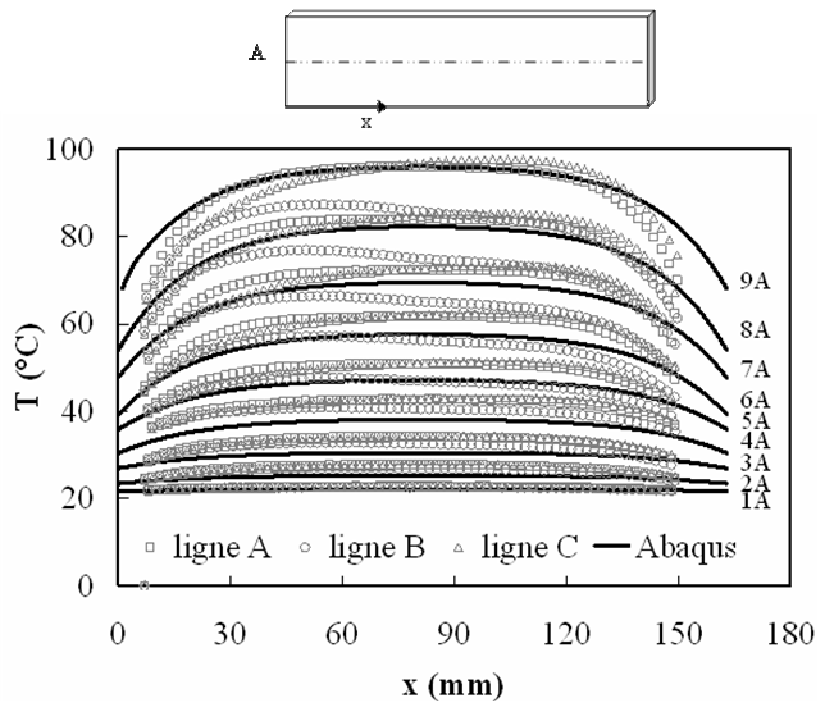
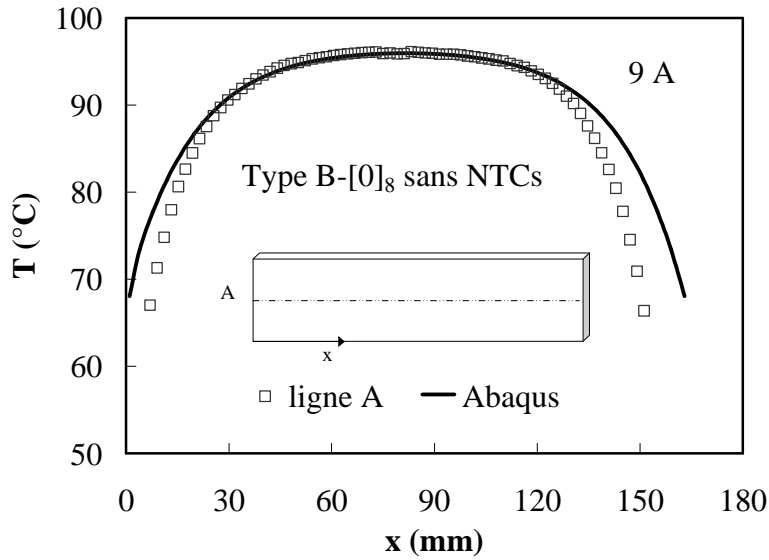


Figure 116 : Profils de température sur la surface d’une éprouvette de Type A unidirectionnelle $[0]_8$: comparaison entre les mesures expérimentales (lignes D) et simulations numériques ABAQUS (ligne D) prenant en compte un flux de chaleur sortant des extrémités de l’éprouvette ($I = 9A$).

Des simulations similaires peuvent être effectuées pour une éprouvette de Type B, en utilisant les mêmes propriétés thermiques que celles de l’éprouvette de Type A, le même flux de chaleur aux extrémités mais des propriétés électriques différentes (les conductivités électriques identifiées aux Chapitres III et IV pour des éprouvettes de Type B).



(a)



(b)

Figure 117 : Profils de température sur la surface d'une éprouvette de Type B unidirectionnelle $[0]_8$: comparaison entre les mesures expérimentales (lignes A, B, C) et simulations numériques ABAQUS (ligne A) prenant en compte un flux de chaleur sortant des extrémités de l'éprouvette (a) pour différentes valeurs du courant injecté (b) comparaison à 9A.

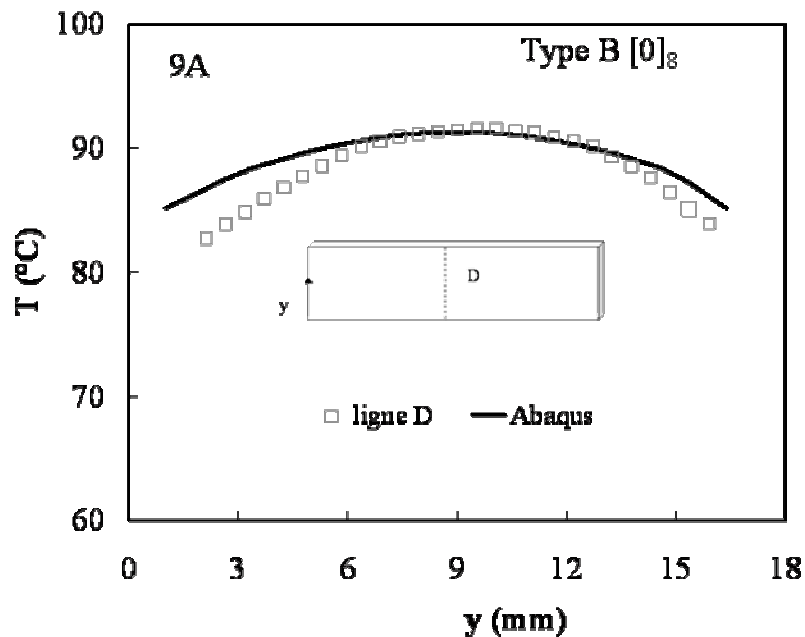


Figure 118 : Profils de température sur la surface d'une éprouvette de Type B unidirectionnelle $[0]_8$: comparaison entre les mesures expérimentales (lignes D) et simulations numériques ABAQUS (ligne D) prenant en compte un flux de chaleur sortant des extrémités de l'éprouvette ($I = 9A$).

La Fig. 119 présente une comparaison des profils des températures mesurés (ligne D) et simulés numériquement (ligna D) – à l'état stabilisé – sur la surface d'une éprouvette de Type B unidirectionnelle $[0]_8$, à 9A, pour différentes valeurs et différents niveaux d'anisotropie du tenseur de conductivité thermique, λ .

Encore une fois, le modèle anisotrope-3 et le modèle isotrope-1 simulent le champ de température dans la direction transverse de l'éprouvette avec le même niveau de précision : d'autre part les simulations des modèles isotrope-2 et anisotrope-4 sont assez éloignées des points expérimentaux.

Les simulations effectuées ne permettent pas de trancher complètement entre le modèle anisotrope-3 et un modèle isotrope utilisant des valeurs de conductivité thermique voisines. L'identification complète des coefficients du tenseur de conductivité thermique nécessiterait la mise en place d'une procédure d'optimisation qui n'a pas été effectuée dans le cadre de cette thèse.

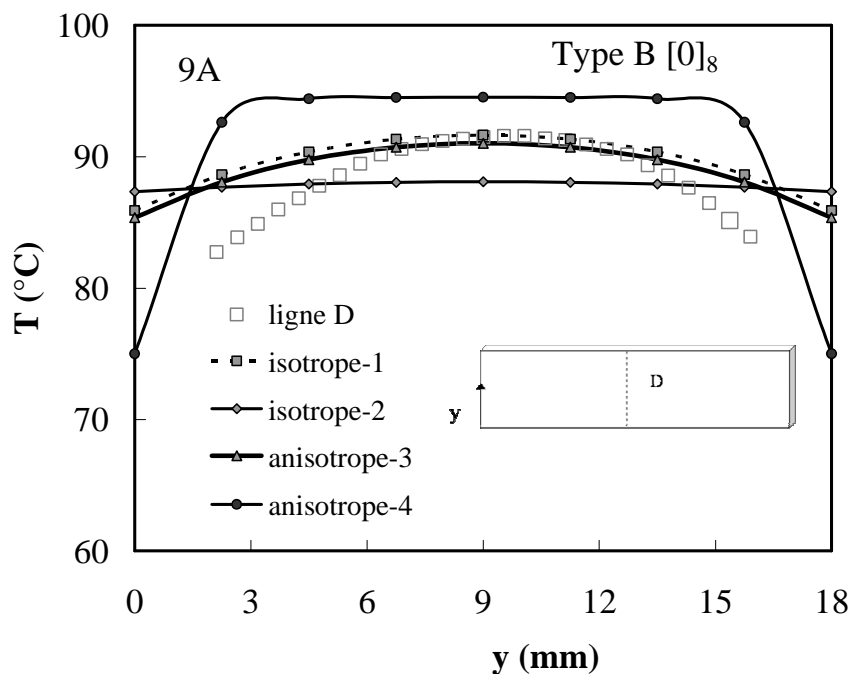


Figure 119 : Profils de température sur la surface d'une éprouvette de Type B unidirectionnelle $[0]_8$: comparaison entre les mesures expérimentales (ligne E) et simulations numériques ABAQUS (ligne E) prenant en compte un flux de chaleur sortant des extrémités de l'éprouvette ($I = 9A$), pour différentes valeurs et différents niveaux d'anisotropie du tenseur de conductivité thermique, λ .

Enfin la Fig. 120 propose une comparaison entre les profils de température expérimentaux et simulés pour les éprouvettes de Type A et de Type B. Le modèle numérique est capable d'expliquer correctement les différences de comportement des deux types d'échantillons : les faibles différences de température observées peuvent être associées uniquement aux faibles différences de conductivité électrique mesurées dans les deux matériaux. D'éventuelles différences de conductivité thermique ne sont pas détectables, du moins dans le cadre des expériences présentées.

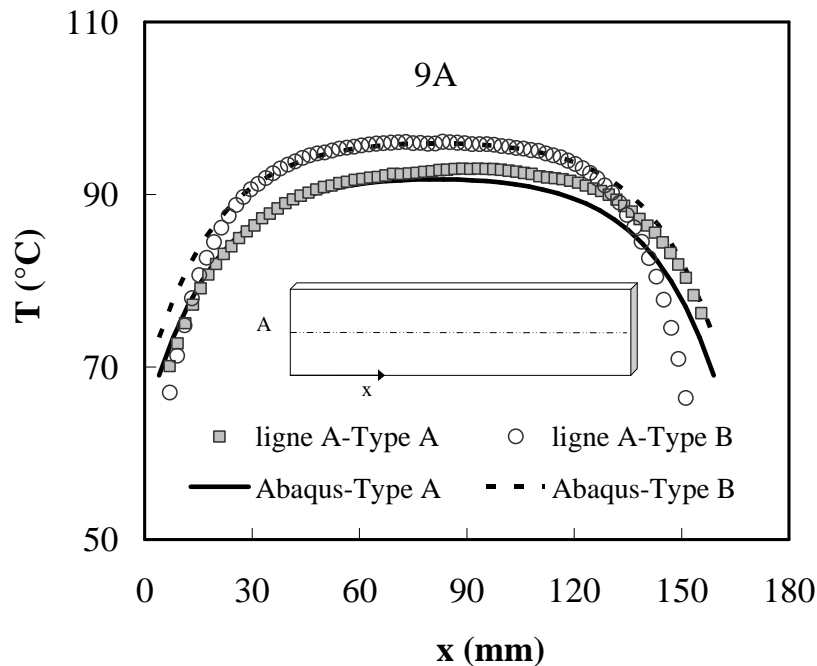


Figure 120 : Comparaisons des profils de températures (expérimentales et numériques) sur la surface d'éprouvettes de Type A et de Type B unidirectionnelles [0]₈ (I = 9A).

5.3 Simulation des champs thermoélectriques dans des panneaux composites soumis au passage de courant ou à des impacts de foudre

Le modèle développé dans les sections précédentes est utilisé pour effectuer des simulations simples des champs thermoélectriques engendrés par le passage de courants électriques intermédiaires ou par des impacts de foudre dans des panneaux composites de type aéronautique. Ces simulations sont effectuées pour avoir des ordres de grandeur des échauffements produits par ces sollicitations électriques dans des configurations plus ou moins réalistes.

La configuration structurale choisie est schématisée dans les Figs. 121-122, la Fig. 123 montre les dimensions de la pièce et sa modélisation, effectuée en utilisant le code par éléments finis commercial ABAQUS.

Deux sollicitations électriques sont considérées :

- la première est liée au passage de courants électriques continus parasites de niveau « intermédiaire » (9A), à travers une section de la surface extérieure du panneau (Fig. 124a) : la section de passage du courant électrique est prise égale à $3.6 \times 10^{-5} \text{ m}^2$,
- la deuxième est liée au passage de courants électriques de forte intensité, associés à un impact de foudre sur une partie de surface du panneau exposée à l'environnement (Fig. 124b). La section d'impact du courant de foudre est prise égale à 10^{-4} m^2 .

Les simulations sont effectuées sur des empilements quasi-isotropes (QI) [45/-45/90/0]_s en utilisant des matériaux composites de Type A et de Type B : pour ces configurations, les

propriétés électriques et thermiques anisotropes dans le plan du pli élémentaire sont calculées en utilisant les relations suivantes (pour la définition de l'angle θ , voir la Fig. 125)

$$\begin{bmatrix} \sigma_X & \sigma_{XY} \\ \sigma_{XY} & \sigma_Y \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos \theta & \sin \theta \\ -\sin \theta & \cos \theta \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \sigma_L & 0 \\ 0 & \sigma_T \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \cos \theta & -\sin \theta \\ \sin \theta & \cos \theta \end{bmatrix} \quad (61)$$

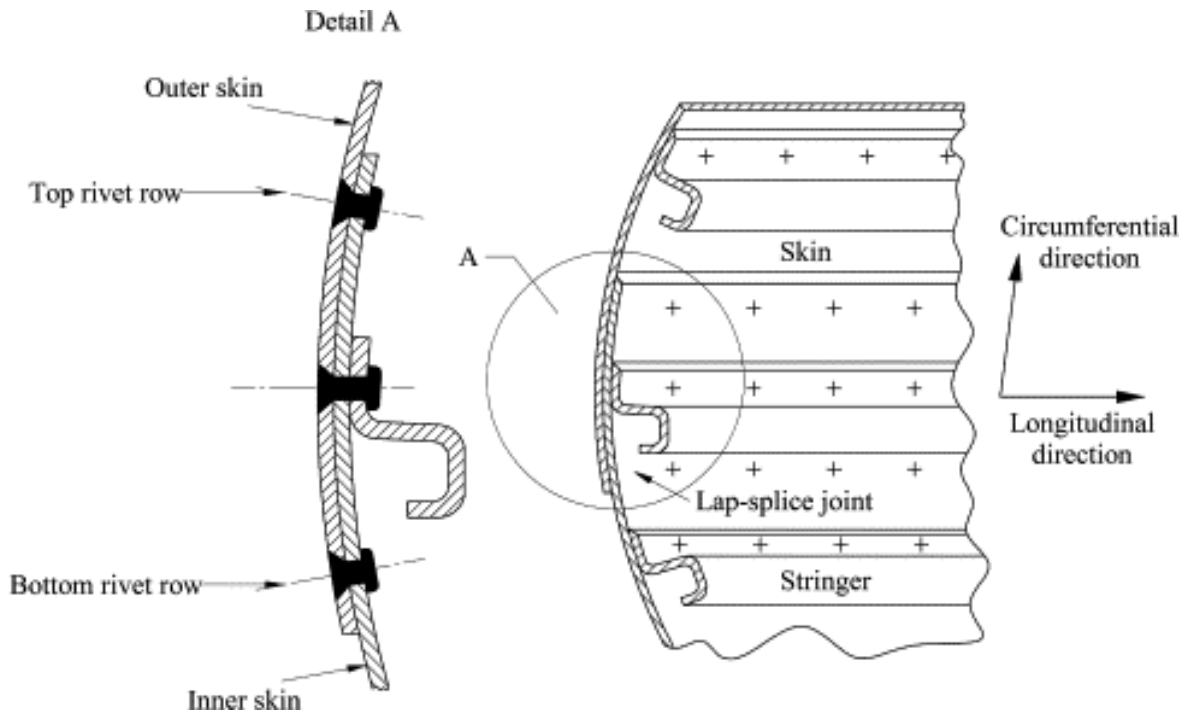


Figure 121 : Représentation schématique d'un panneau de fuselage d'avion.



Figure 122 : Pièce de structure de fuselage (en matériau métallique) et éprouvette représentative.

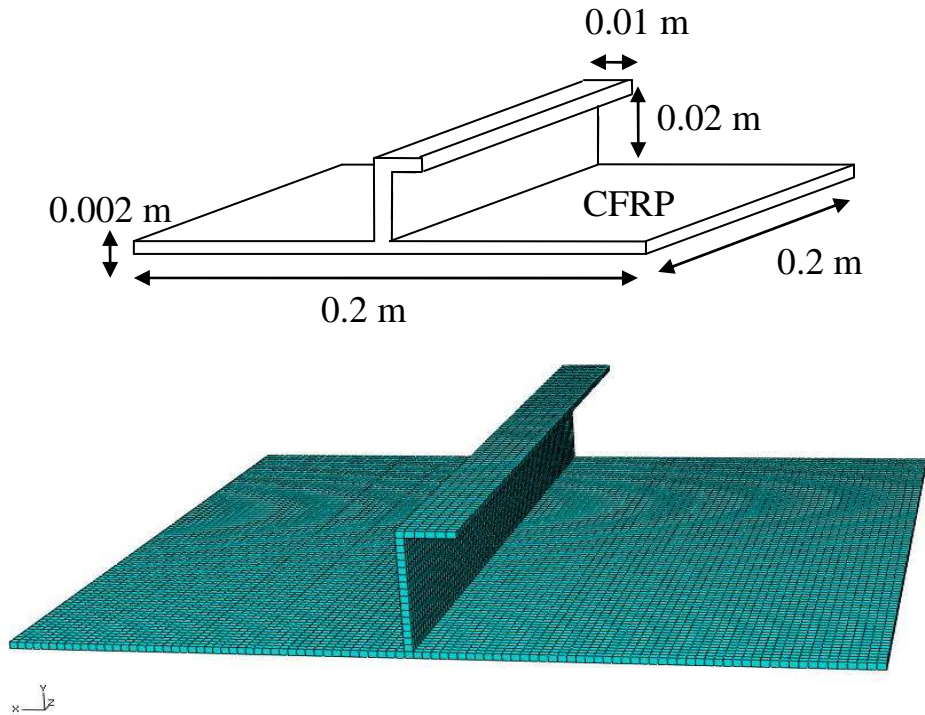


Figure 123 : Modélisation d'une pièce de panneau de type aéronautique en utilisant le code par éléments finis ABAQUS.

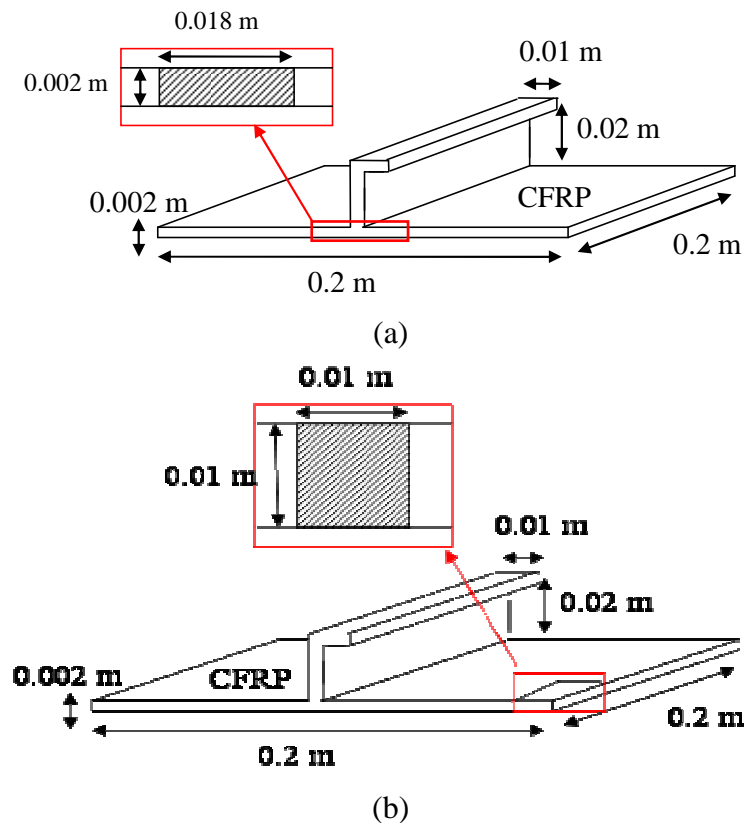


Figure 124 : Schématisation des différentes sollicitations thermoélectriques appliquées au panneau de fuselage : (a) passage de courants électriques continus parasites de niveau « intermédiaire » (9A) ; (b) passage de courants électriques de forte intensité, associés à un impact de foudre sur une partie de surface du panneau exposée à l'environnement.

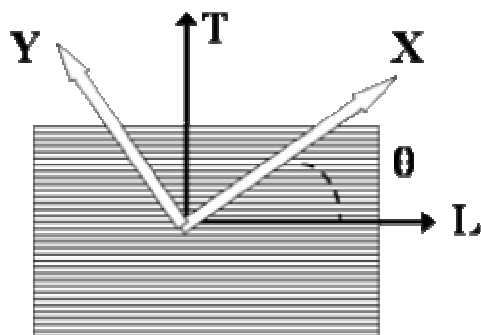


Figure 125 : Schéma définissant l'angle θ utilisé pour le calcul des propriétés dans le plan d'un pli composite anisotrope (Eq. 60).

Une comparaison avec un panneau en matériau métallique (aluminium) est également effectuée, les propriétés thermoélectriques de ce dernier matériau étant données dans le Tableau 24. Les simulations prennent en compte l'échauffement par effet Joule lié au passage de courant et les échanges de chaleur avec l'environnement (Tableau 25), associés à la convection et au rayonnement thermique : pour ces dernières un coefficient d'échange par convection, h , égal à $7 \text{ W/m}^2 \cdot \text{K}$ et une valeur d'émissivité proche de 1 ont été utilisés. La température de l'ambiante a été prise égale à 20°C .

Tableau 24 : Propriétés thermoélectriques de Al utilisées dans le modèle EF [106] [107]

Densité (kg/m^3)	Conductivité thermique (W/mK)	Conductivité électrique (S/m)	Chaleur spécifique (J/kgK)
ρ	λ	σ	C_p
2700	237	3.8×10^7	900

Tableau 25 : Paramètres thermiques dans le modèle EF

Echange par rayonnement	Emissivité	Température ambiante
	$\varepsilon = 1$	$T_0 = 20^\circ\text{C}$
Echange par convection	Coefficient de convection	Température de référence
	$h = 7 \text{ W}/(\text{m}^2 \cdot \text{K})$	$T_0 = 20^\circ\text{C}$

5.3.1 Simulation du passage d'un courant électrique d'intensité intermédiaire (9A) à travers une section du panneau composite

Les Figs.126-128 illustrent les champs transitoires des élévations de température ($T - T_0$) simulées dans des panneaux de type aéronautique réalisés en matériau composite (stratifiés quasi isotropes $[45/-45/90/0]_s$ de Type A et de Type B) et en matériaux métallique (aluminium), soumis au passage d'un courant électrique d'intensité intermédiaire (9A). La Fig.129 compare l'évolution temporelle des élévations de température maximales des trois configurations.

Panneau composite (QI-Type A) à 9A

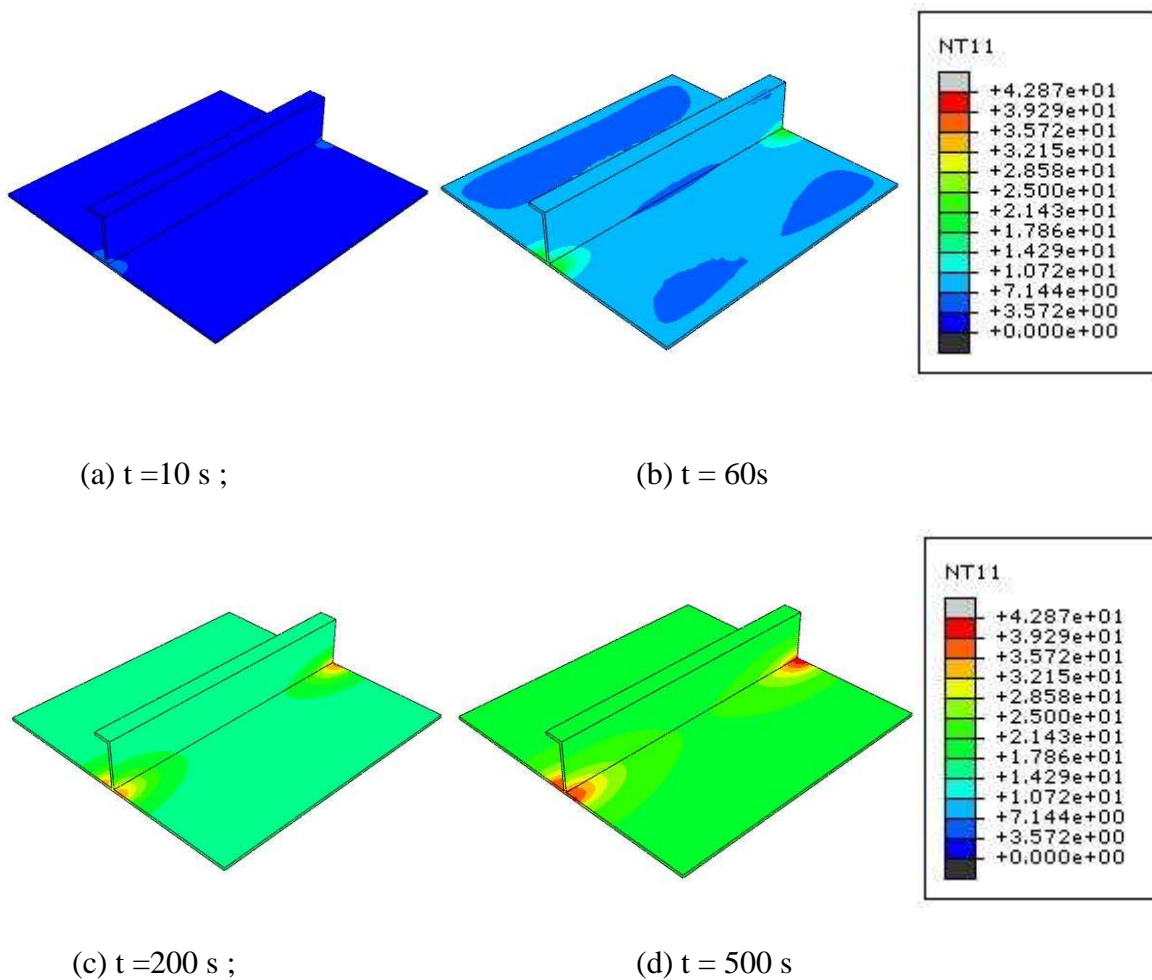


Figure 126 : Champs transitoires des élévations de température simulées dans un panneau composite quasi-isotropes $[45/-45/90/0]_s$ de Type A soumis au passage d'un courant électrique d'intensité intermédiaire (9A).

Panneau composite (QI-Type B) à 9A

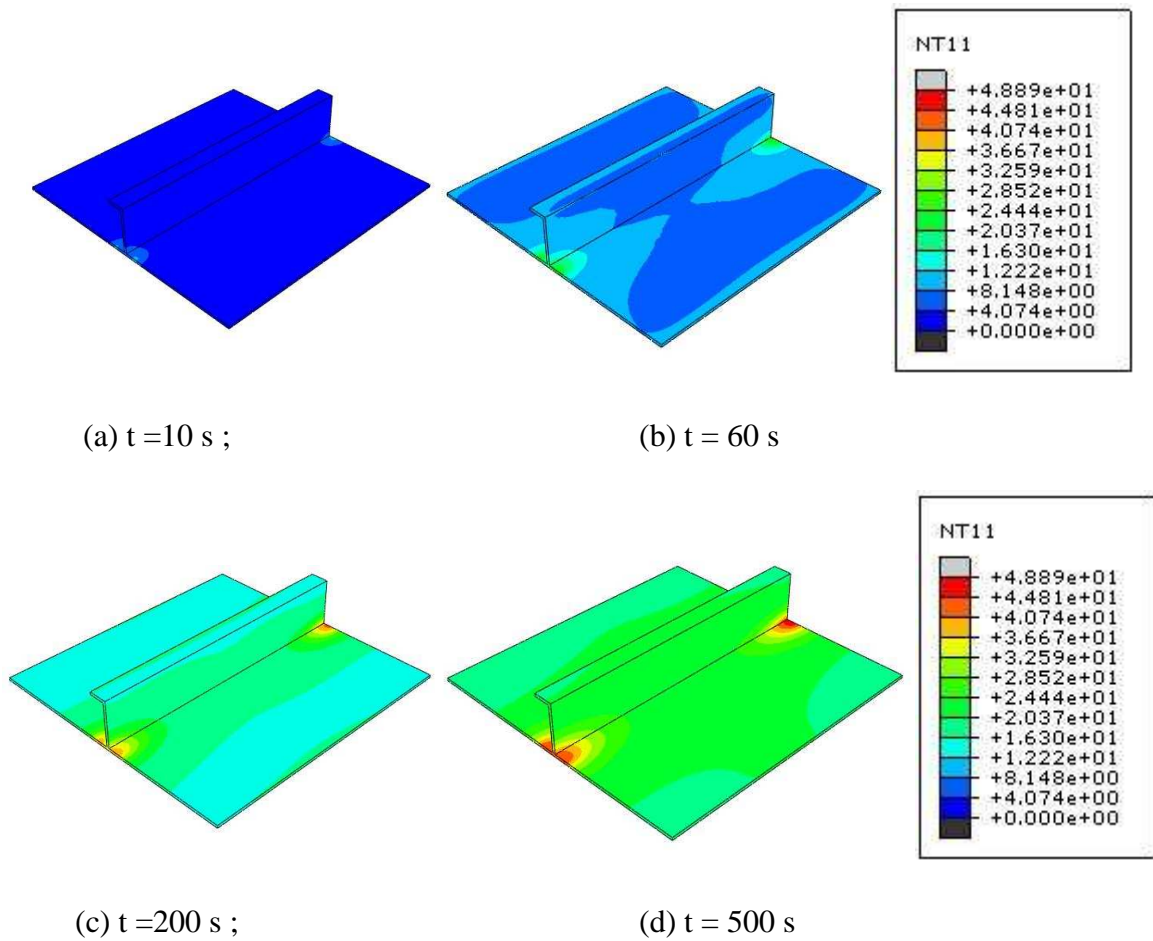
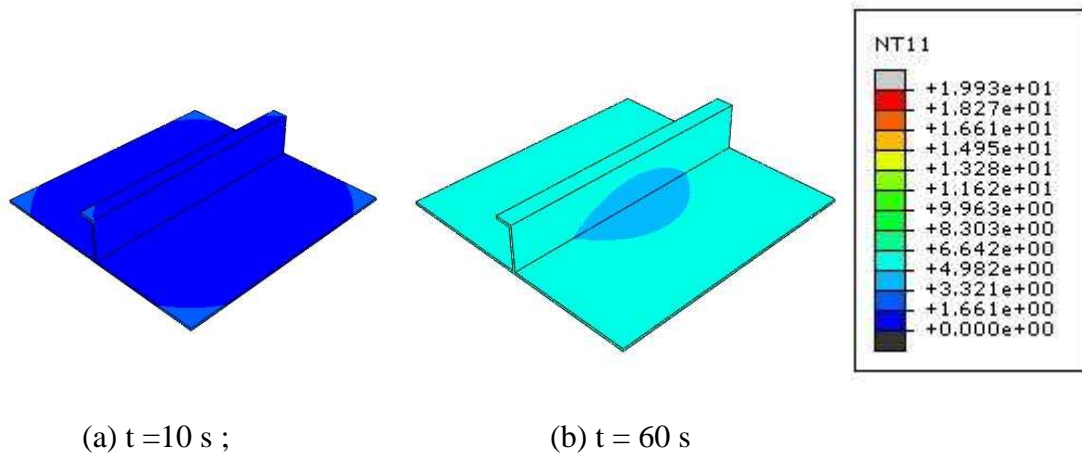


Figure 127 : Champs transitoires des élévations de température simulées dans un panneau composite quasi isotropes $[45/-45/90/0]_s$ de Type B soumis au passage d'un courant électrique d'intensité intermédiaire (9A) (section de passage du courant égale à $3.6 \times 10^{-5} \text{ m}^2$).

Panneau métallique (Al) à 9A :



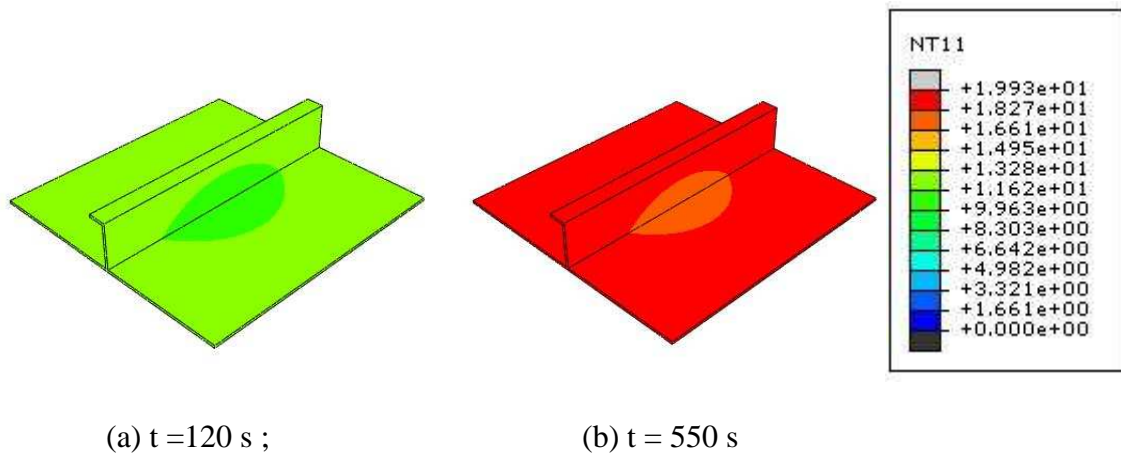


Figure 128 : Champs transitoires des élévations de température simulées dans un panneau métallique (Al) soumis au passage d'un courant électrique d'intensité intermédiaire (9A).

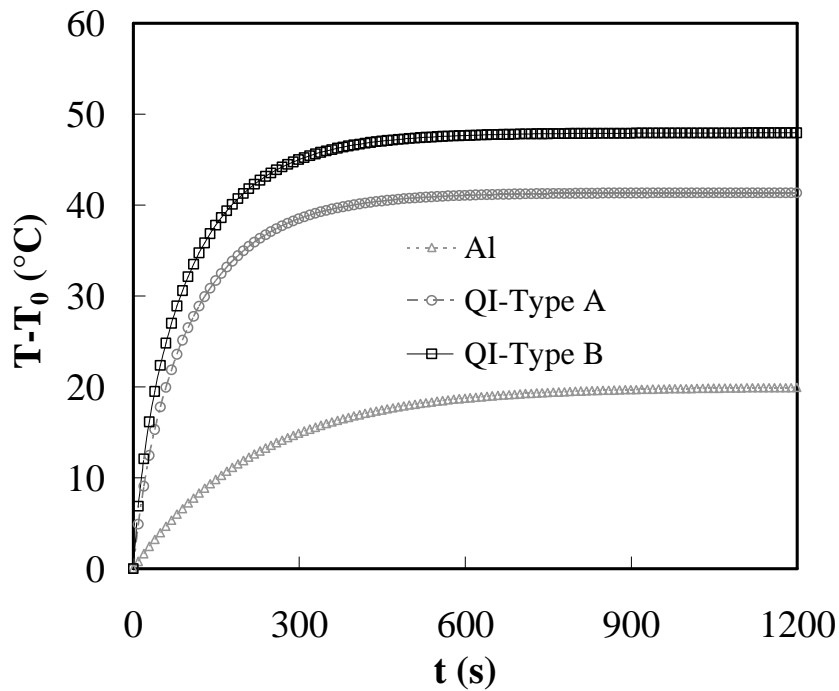


Figure 129 : Evolution des élévations de température maximales simulées au cours du temps, dans des panneaux métallique (Al), composites QI-Type A et QI-Type B soumis au passage d'un courant électrique d'intensité intermédiaire (9A).

Les figures montrent que – pour les deux panneaux composites – les phénomènes d'échauffement sont localisés principalement dans les zones proches de la surface d'injection du courant. L'anisotropie du comportement thermoélectrique joue un rôle sur les profils des champs de température, qui sont qualitativement similaires pour les deux configurations considérées (Type A et Type B). Pour le panneau métallique – à cause des conductivités électriques et thermiques élevées – le champ de température « s'homogénéise » presque instantanément. Pour les trois matériaux simulés, l'élévation de température maximale dans le panneau est atteinte après environ 600s et égale à environ à 20°C pour le panneau métallique, à environ 43°C pour le panneau composite QI de Type A et environ 49°C pour le panneau

composite QI de Type B. La présence des NTCs dans les panneaux composites de Type A contribue à diminuer d'environ 7°C l'élévation de température par rapport aux panneaux composites de Type B. L'évolution temporelle de la température maximale est similaire dans les trois cas.

5.3.2 Simulation d'un impact de foudre sur la surface du panneau composite

La foudre touche un avion en moyenne une à deux fois par an ou une fois tous les 1000 heures de vol. Le courant électrique circulant dans un panneau de fuselage suite à un impact de foudre résulte des fortes différences de tension électrique associées aux décharges électrostatiques disruptives qui se produisent dans l'air et sur les surfaces des structures. Les courants électriques associés aux foudroiements sont difficiles à déterminer et en général dépendent de la géométrie et du matériau constituant la structure. Récemment, Baldacim et al. [104] ont proposé une description schématique des courants électriques transitoires associés aux impacts de foudre basée sur le retour d'expériences : cette description est illustrée dans la Fig. 130 ([104]).

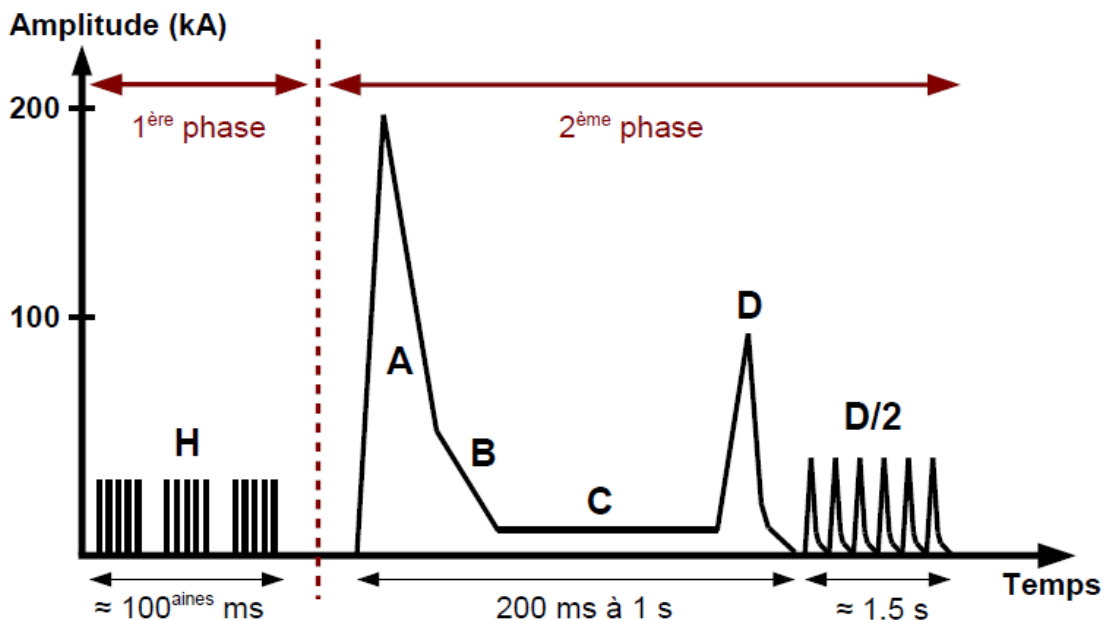


Figure 130 : Schématisation des courants électriques transitoires associés à un impact de foudre (Baldacim et al. [104]).

Pendant la « deuxième phase » du foudroiement la variation temporelle du courant électrique transitoire peut être approchée par l'expression empirique suivante ([105]) :

$$I(t) = I_0 \cdot [\exp(-\alpha t) - \exp(-\beta t)] \quad (62)$$

dans laquelle $I_0 = 218\,810$ A, $\alpha = 11354$ (1/s), $\beta = 647265$ (1/s) : cette équation est représentée graphiquement en fonction du temps dans la Fig. 131.

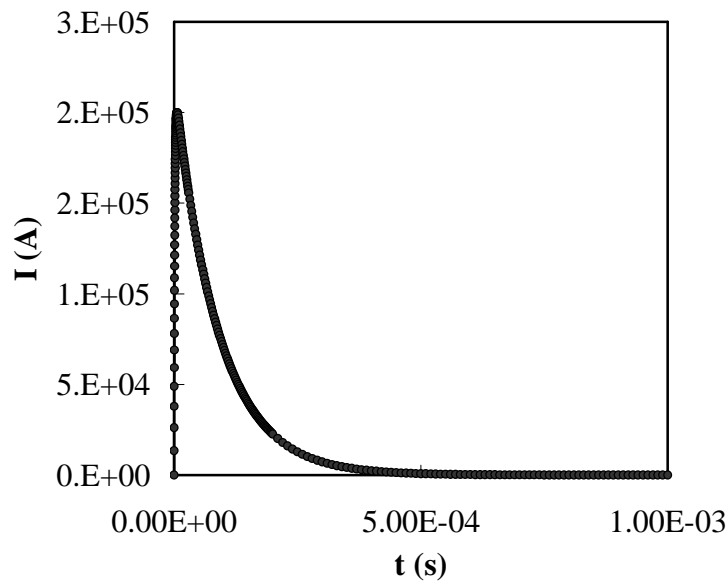
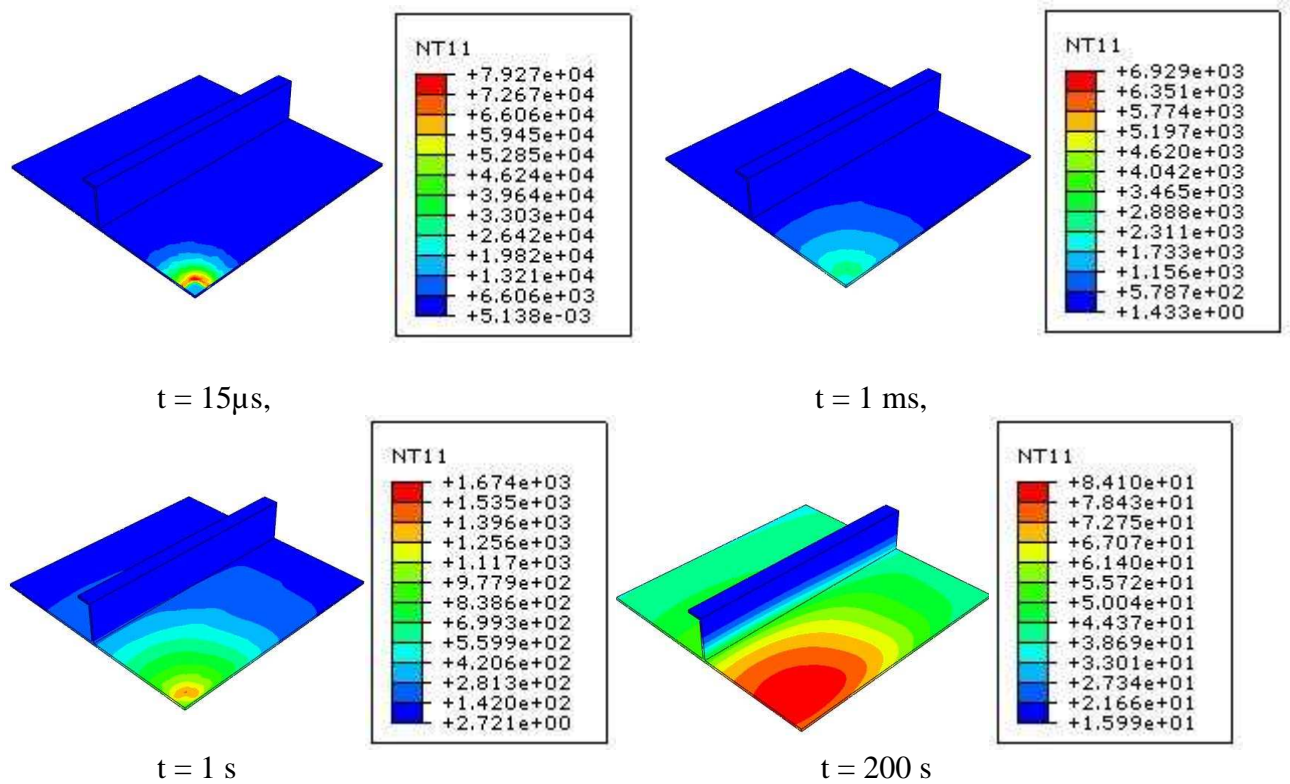


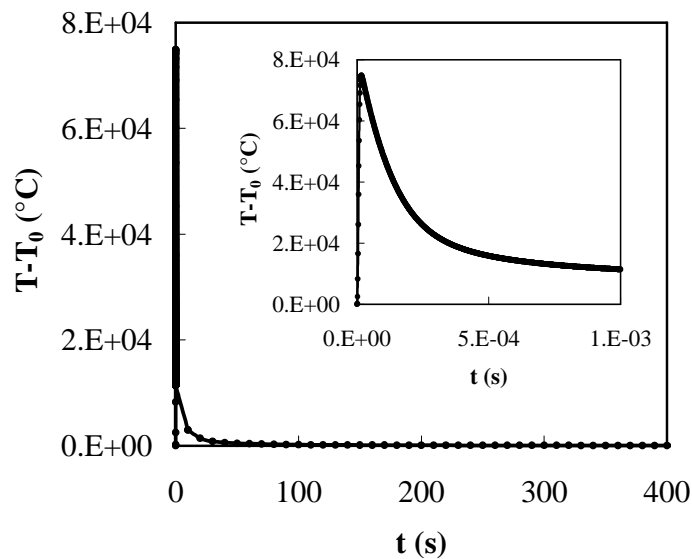
Figure 131 : Courant électrique associé à un impact de foudre (« deuxième phase » du chargement électrique) en fonction du temps selon Baldacim et al. ([105])

Les Figs. 132-134 illustrent les champs transitoires et les élévations de température maximales de panneaux de type aéronautique réalisés en matériau composite (stratifiés quasi isotropes $[45/-45/90/0]_s$ de Type A et de Type B) et en matériau métallique (Aluminium) soumis au courant électrique associé à un impact de foudre. La Fig. 135 compare l'évolution des élévations de température maximales simulées au cours du temps des panneaux métalliques (Al), composites QI-Type A et QI-Type B soumis au passage d'un courant électrique associé à un impact de foudre.

Panneau QI-Type A, impact de foudre



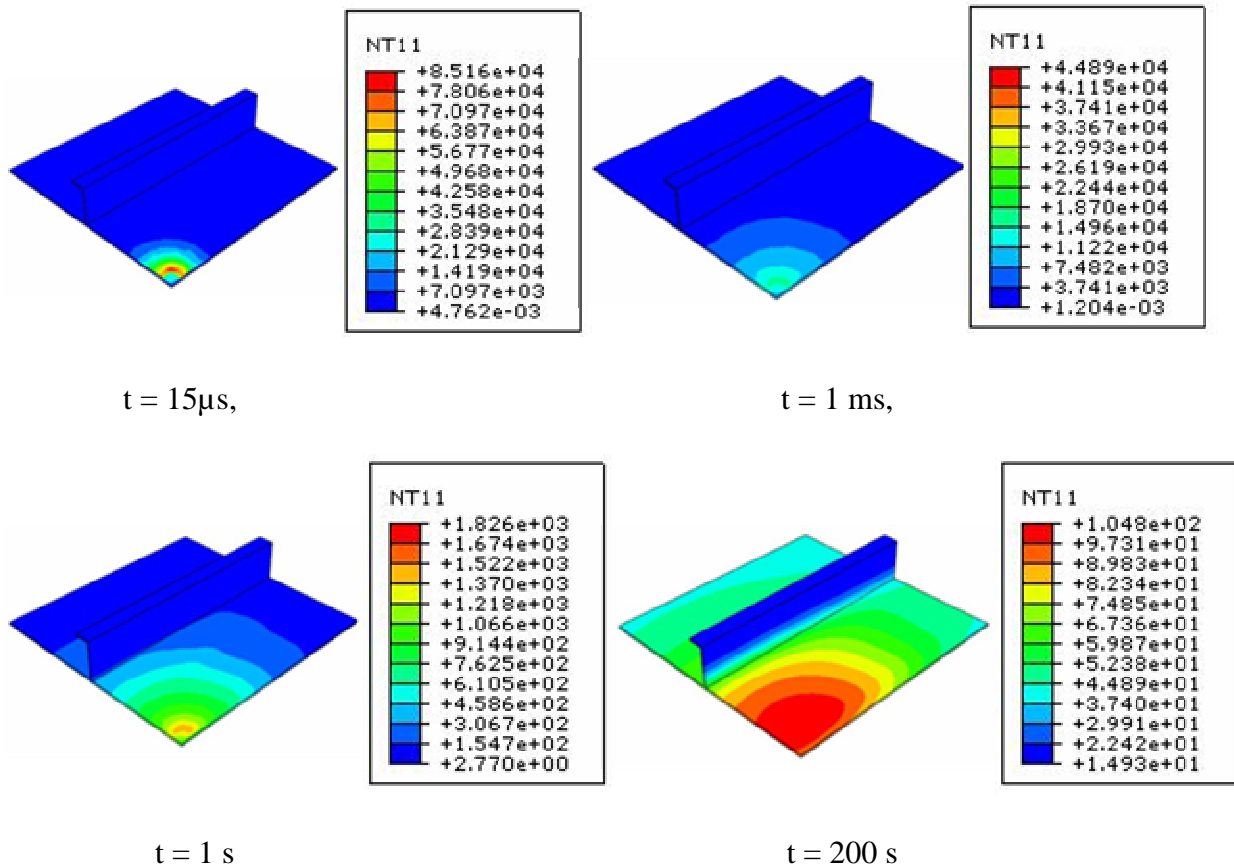
(a)



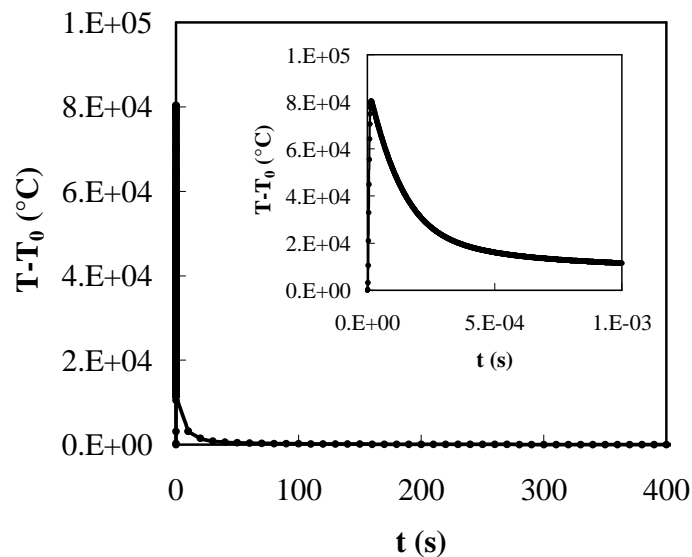
(b)

Figure 132 : (a) Champs transitoires des élévations de température simulées et (b) élévations de température maximales au cours du temps simulées dans un panneau composite quasi-isotrope QI (Type A avec NTCs) $[45/-45/90/0]_s$ soumis au courant électrique associé à un impact de foudre.

Panneau QI-Type B, impact de foudre



(a)



(b)

Figure 133 : (a) Champs transitoires des élévations de température simulées et (b) élévations de température maximales au cours du temps simulées dans un panneau composite quasi-isotrope QI (Type B sans NTCs) [45/-45/90/0]_s soumis au courant électrique associé à un impact de foudre.

Panneau Métallique (Al), impact de foudre

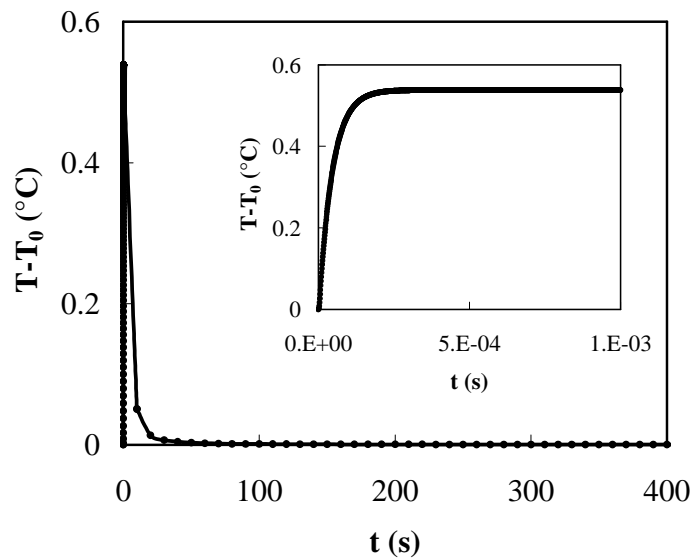
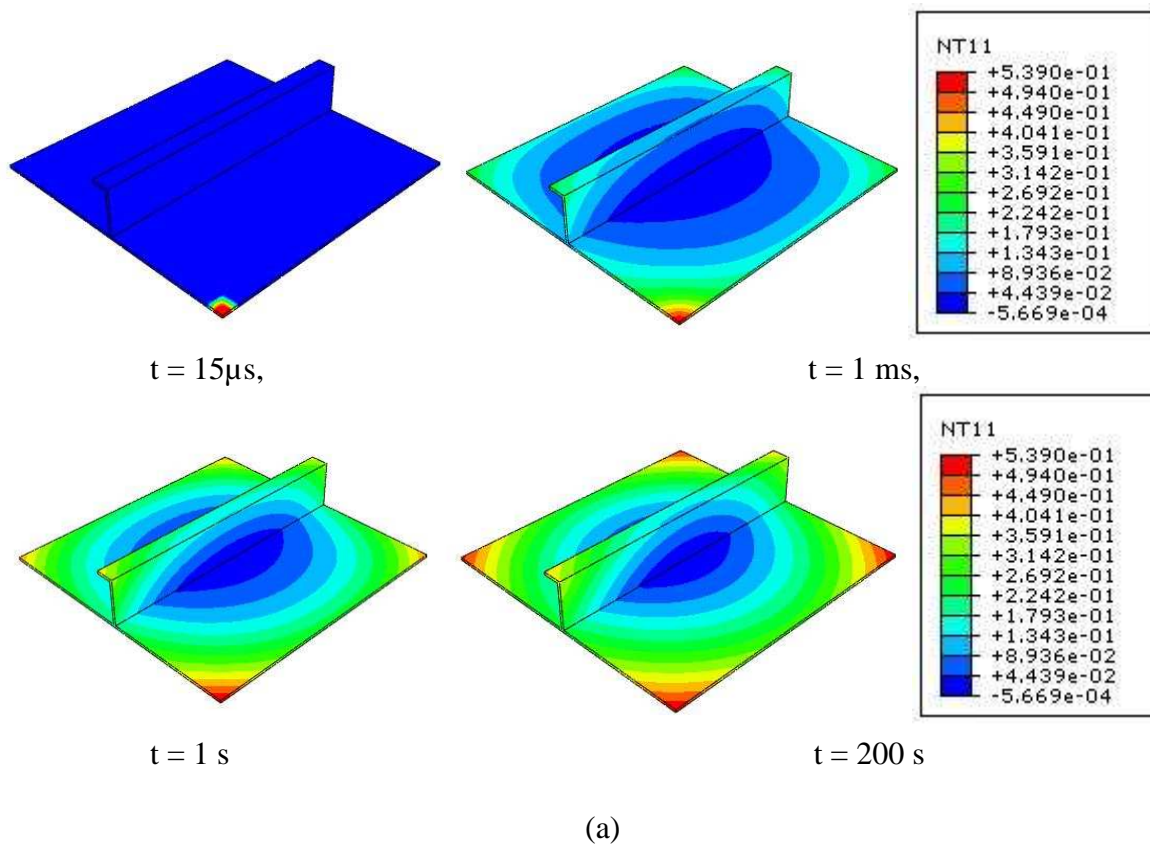


Figure 134 : (a) Champs transitoires des élévations de température simulées et (b) élévations de température maximales au cours du temps simulées dans un panneau métallique (Aluminium) soumis au courant électrique associé à un impact de foudre.

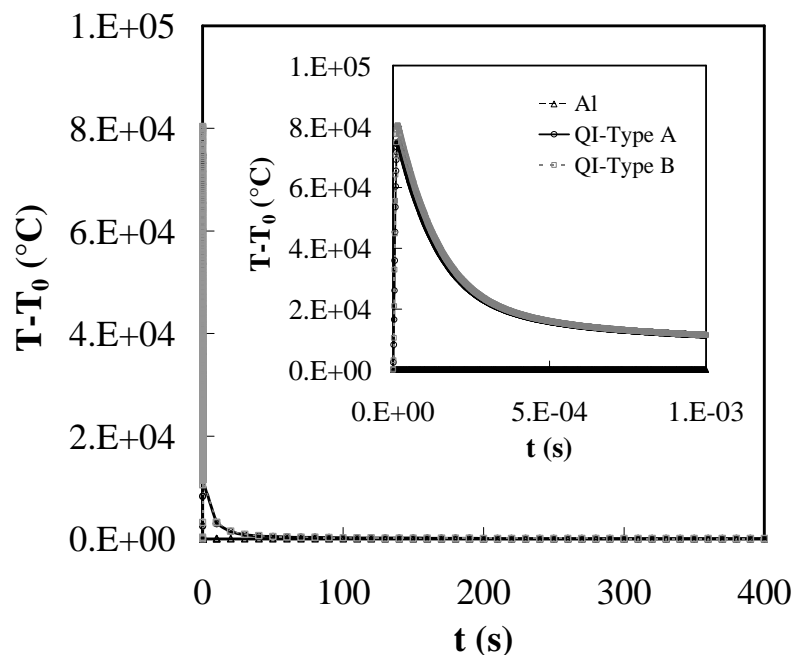


Figure 135 : Evolution des élévations de température maximales simulées au cours du temps, dans des panneaux métalliques (Al), composites QI-Type A et QI-Type B soumis au passage d'un courant électrique associé à un impact de foudre.

Dans le cas de panneau en matériau composite (de Type A ou de Type B) on note que l'élévation de température – confinée dans la zone assujettie à l'impact de la foudre – est de l'ordre de 10^4 °C, dans les tous premiers instants du chargement électrique.

Cette élévation de température décroît assez rapidement au cours du temps, jusqu'à atteindre des valeurs proches de 84°C pour le stratifié de Type A et de 110°C pour le stratifié de Type B, à environ 100s après l'impact. La zone atteinte par l'échauffement reste relativement limitée : il s'agit toutefois d'un niveau d'échauffement pouvant provoquer la complète ruine du matériau. La présence des NTCs dans les panneaux de Type A contribue à l'abaissement des élévations de températures stabilisées, d'environ 25°C par rapport aux panneaux de Type B. Cet effet est lié aux meilleures propriétés thermoélectriques dans le plan et dans le sens de l'épaisseur des composites de Type A par rapport aux composites de Type B.

Le panneau en matériau métallique, à cause de ses propriétés thermoelectriques, élevées par rapport à celles des matériaux composites, présente un comportement assez différent. L'impact de la foudre – des les premières instants de chargement – a tendance à « s'homogénéiser » sur tout le panneau, l'élévation de température résultante est proche de zéro à l'état stabilisé, même dans la zone directement sollicitée par la foudre.

Cette simple simulation est capable d'expliquer – bien que de façon assez qualitative – l'endommagement assez sévère mais confiné provoqué par un impact de foudre dans les panneaux en matériau composite.

5.4 Conclusions

Ce chapitre a été consacré à la modélisation du comportement thermoélectrique du matériau composite chargé ou non de NTCs dans le but de pouvoir interpréter correctement les essais thermoélectriques présentés au Chapitre III et aborder la simulation de l'effet d'une sollicitation électrique sur l'échauffement de structures de type aéronautique. Les paramètres électriques identifiés par les essais présentés dans les Chapitres III et IV ont été directement incorporés dans cette modélisation.

L'emploi de la thermodynamique classique des processus irréversibles a permis d'aboutir à la mise en place de deux modèles complémentaires :

- un modèle simplifié, négligeant les phénomènes de conduction de la chaleur, utilisé pour l'identification du coefficient de convection,
- un modèle numérique, implémenté dans le code par éléments finis ABAQUS, utilisé pour l'identification des autres paramètres thermiques, en particulier le tenseur de conductivité thermique anisotrope, et pour l'estimation des champs de température transitoires.

Dans la partie finale de ce Chapitre, le modèle ainsi identifié a été employé pour la mise en place de premières simulations du comportement de pièces structurales de type aéronautique soumises à des chargements thermoélectriques et pour animer une discussion autour de la dangerosité potentielle de ces types de chargements. Les simulations ont été effectuées sur des empilements quasi-isotropes (QI) [45/-45/90/0]s en utilisant des matériaux composites de Type A et de Type B et comparées à celles obtenues sur des panneaux en matériau métallique (aluminium).

Pour les deux cas testés – passage de courant électrique d'intensité intermédiaire (9A), impact de foudre – les panneaux en matériau composite ont montré un échauffement plus important que le matériau métallique.

CHAPITRE VI :
CONCLUSSIONS ET PERSPECTIVES

CHAPITRE VI : CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

• Conclusions

Ce travail de thèse a été consacré à l'étude du comportement électrique et thermoélectrique de matériaux composites stratifiés unidirectionnels $[0]_8$ et croisés $[0/90]_4$ à base de matrice époxy M21 et de fibres de carbone T700GC, chargées (Type A) ou non (Type B) de nanotubes de carbone (NTCs), matériau fourni par le laboratoire MMSMat de l'Ecole Centrale de Paris. La caractérisation du comportement thermoélectrique de ces matériaux a été effectuée à travers :

- des essais dans le sens longitudinal pour l'identification des conductivités/résistivités longitudinales (σ_L , ρ_L) et transverses (σ_T , ρ_T) du composite et pour la mesure de l'échauffement induit par le passage de courants électriques d'intensité intermédiaire,
- des essais dans le sens de l'épaisseur pour l'identification des conductivités/résistivités dans le sens de l'épaisseur (σ_E , ρ_E) du composite.

Voici les principales conclusions qui peuvent être tirées de ce travail.

- Essais dans le sens longitudinal :

Dans ce type d'essai, principalement à cause du type d'électrodes choisis, le courant a tendance à circuler majoritairement dans les fibres de carbone, qui monopolisent les chemins de conceptions électriques.

La présence de charges NTCs produit l'abaissement (l'augmentation) des valeurs de résistivité (conductivité) électrique longitudinale, ρ_L (σ_L) d'environ 10%.

A 9A, des températures maximales d'environ 95°C et de 145°C ont été mesurées sur éprouvettes unidirectionnelles et croisées respectivement : la présence des NTCs a tendance à diminuer, sur toute la plage des courants testés, les valeurs des températures maximales d'environ 7% en moyenne pour les éprouvettes unidirectionnelles et d'environ 4% en moyenne pour les croisées.

Les champs de températures mesurés en surface d'éprouvettes présentent des gradients assez marqués à la fois dans la direction longitudinale que dans la direction transverse, dont l'allure n'est pas modifiée par la présence des NTCs. Pour l'interprétation de ces gradients la mise en place d'un modèle thermoélectrique couplé s'est avérée nécessaire.

Des faibles variations de résistance électrique avec la température ont été mesurées, pour des éprouvettes de Type A et le Type B. Il semblerait que ces variations soient principalement liées aux phénomènes d'expansion thermique associés au passage de courant.

- Essais dans le sens de l'épaisseur :

L'analyse des résultats a permis de mettre en évidence une relative dispersion des mesures, qui n'est pas liée au montage expérimental, mais plutôt à l'hétérogénéité du matériau/structure composite dans le sens de l'épaisseur et à la présence de couches « interplis » de résine isolante à l'interface entre plis composites adjacents. L'hétérogénéité de la microstructure – confirmée par l'analyse d'images par microscopie optique – contribue à rendre douteuses les notions mêmes de conductivité et de résistivité dans le sens de l'épaisseur d'un composite stratifié.

Si on accepte cette notion, les valeurs identifiées de σ_E (ρ_E) sont fortement impactées par la présence des NTCs, une différence d'environ deux ordres de grandeur entre les deux configurations (Type A et Type B) est notée.

Par contre, les valeurs identifiées de σ_E (ρ_E) ne sont pas impactées par la présence éventuelle d'humidité au sein des échantillons composites de Type A ou de Type B. Cela a été prouvé en effectuant des mesures de R_E sur échantillons saturés en eau à 70°C et 85% HR. On remarque que le comportement en diffusion de deux configurations testées (Type A et Type B) est identique, cela laisse supposer que la présence de NTCs n'a pas d'impact sur les mécanismes d'absorption d'eau.

- Modélisations du comportement thermoélectrique :

L'emploi de la thermodynamique classique des processus irréversibles a permis d'aboutir à la mise en place de deux modèles complémentaires :

- un modèle simplifié, négligeant les phénomènes de conduction de la chaleur, utilisé pour l'identification du coefficient de convection,
- un modèle numériques, implémenté dans le code par éléments finis ABAQUS, utilisé pour l'identification des autres paramètres thermiques, en particulier le tenseur de conductivité thermique anisotrope, et pour l'estimation des champs de température transitoires.

Le modèle ainsi identifié a été employé pour la mise en place de premières simulations du comportement de pièces structurales de type aéronautique soumises à des chargements thermoélectriques et pour animer une discussion autour de la dangerosité potentielle de ces types de chargements. Les simulations ont été effectuées sur des empilements quasi-isotropes (QI) [45/-45/90/0]s en utilisant des matériaux composites de Type A et de Type B et comparées à celles obtenues sur des panneaux en matériau métallique (aluminium).

Pour les deux cas testés – passage de courant électrique d'intensité intermédiaire (9A), impact de foudre – les panneaux en matériau composite ont montré un échauffement plus important par rapport aux correspondants en matériau métallique.

• **Perspectives :**

Voici une liste de perspectives qui serait intéressant de développer en vue d'améliorer la connaissance du comportement électrique et thermoélectrique de matériaux composites chargés ou non de NTCs :

- caractérisation de la réponse de ces matériaux à des sollicitations électriques employant des courants alternatifs, de différente amplitude et fréquence : ces sollicitations pourraient exciter le caractère quasi-isolant d'un des constituants du mélange, la résine, et révéler des aspects inattendus du comportement de ce constituant,
- étude de l'effet d'un environnement sévère, à savoir : hautes températures, répétition de cycles hygrothermiques d'absorption/désorption, circulation de courants électriques pendant des longues durées – sur le comportement thermoélectrique des matériaux testés,
- étude du couplage entre les champs thermoélectriques et mécaniques, effet d'un chargement mécanique monotone ou cyclique sur les paramètres thermoélectriques du matériau, effet d'une sollicitation thermo-électro-mécanique couplée sur la durabilité de la fonctionnalité du matériau.

REFERENCES

RÉFÉRENCES

- [1] **Gellard G.**, A380 composite. Composite in Airbus, *Global Investor forum*. 2008, www.eads.com/dms/eads/int/en/investor-relations/documents/2008/presentations/GIF2008/gif2008_workshop_composites_hellard.pdf
- [2] <http://aeronautiques2.free.fr/Alliages.php>
- [3] http://fr.wikipedia.org/wiki/Boeing_787.
- [4] **Eringen A.C., Maugin G.A.**, Electrodynamics of Continua. *Springer*, New York. 1990.
- [5] **Buerschaper R.A.**, Thermal and electrical conductivity of graphite and carbon at low temperatures. *Journal of Applied Physics*, 1944, Vol. 15 : pp. 452–454.
- [6] **Bidan G.**, Propriétés électriques des polymères, In : initiation à la chimie et physico-chimie macromoléculaire. *Éditions du GFP*, 1992, Dijon, pp. 137–211.
- [7] **Zhang W., Dehghani-Sanij A.A., Blackburn R.S.**, Carbon-based conductive polymers composites. *Journal of Materials Science*, 2007, Vol.42 : pp. 3408–3418.
- [8] **Sawi E.I., Olivier P.A., Demont P., Bougherara H.**, Processing and electrical characterization of a unidirectional CFRP composite filled with double walled carbon nanotubes. *Composites Science and Technology*, 2012, Vol.73 : pp.19–26.
- [9] **Hashin Z.**, Theory of fiber reinforced materials. *NASA Report*, 1974.
- [10] **Rajinder P.**, On the Lewis–Nielsen model for thermal/electrical conductivity of composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2008, Vol. 39 : pp. 718–726.
- [11] **Wnek, G.E.**, in *Handbook of Conducting Polymers* – Vol. 1 Chapter 6. T.A. Stockheim Ed. Dekker Publishing Co., New York. 1986.
- [12] **Lux F.**, Models proposed to explain the electrical conductivity of mixtures made of conductive and insulating materials. *Journal of Materials Science*, 1993, Vol.28 : pp. 285–301.
- [13] **Kirkpatrick S.**, Percolation and Conduction. *Rev. Mod. Phys*, 1973, Vol.45: pp. 574–588.
- [14] **Flandin L.**, Multiscale relationships in polymer-based heterogeneous systems: Experiments and Simulations. *Mémoire d’H.D.R.*, Université de Savoie.2006.
- [15] **Miyasaka K., Watanabe K., Jojima E., Aida H., Sumita M. and Ishikawa K.**, Electrical conductivity of Carbon–Polymer composites as a function of carbon content. *Journal of Material Science*, 1982, Vol. 17 : pp. 1610–1616.
- [16] **Shueler R., Petermann J., Schulte K. and Wentzel H.P.**, Agglomeration and electrical percolation behavior of carbon black dispersed in epoxy resin. *Journal of Applied*

- Polymer Science*, 1997, Vol. 63, pp. 1741–1746.
- [17] **Park J.B., Hwang T. K., Kim H.G., Doh Y.D.**, Experimental and numerical study of the electrical anisotropy in unidirectional carbon–fiber–reinforced polymer composites. *J. Smart Materials and Structures*, 2007, Vol.16 : pp. 57–66.
- [18] **Todoroki A., Tanaka M., Shimamura Y.**, Measurement of orthotropic electric conductance of CFRP laminates and analysis of the effect on delamination monitoring with an electric resistance change method. *J. Composites Science and Technology*, 2002, Vol. 62 : pp. 619–628.
- [19] **Louis M., Joshi S.P., Brockmann W.**, An experimental investigation of through–thickness electrical resistivity of CFRP laminates. *Composites Science and Technology*, 2001, Vol.61 : pp. 911–919.
- [20] **Ogi K., Takao Y.**, Characterization of piezoresistance behaviour in a CFRP unidirectional laminate. *Composites Science and Technology*, 2005, Vol. 65 : pp. 231–239.
- [21] **Chin W.S., Lee D.G.**, Binary mixture rule for predicting the dielectric properties of unidirectional E–glass/Epoxy composite. *Composite Structures*, 2006, Vol. 74 : pp. 153–162.
- [22] **K. Schulte, C. Baron**, Load and failure analysis of CFRP laminates by means of electrical resistivity measurements. *Composites Science and Technology*, 1989, Vol. 36 : pp. 63–76.
- [23] **Wang X. J., Chung D. D. L.**, Real–time monitoring of fatigue damage and dynamic strain in carbon fiber polymer–matrix composite by electrical resistance measurement. *Smart Materials and Structures*, 1997, Vol.6 : pp. 504–508.
- [24] **Seo D.C., Lee J.J.**, Damage detection of CFRP laminates using electrical resistance measurement and neural network. *Composites Structures*, 1999, Vol. 47 : pp. 525–530.
- [25] **Wang S.K., Chung D.D.L.**, Self–sensing of flexural strain and damage in carbon fiber polymer–matrix composite by electrical resistance measurement. *Carbon*, 2006, Vol. 44 : pp. 2739–2751.
- [26] **Abry J.C., Bochard S., Chateauminois A., Salvia M., Giraud G.**, In–situ detection of damage in CFRP laminates by electrical resistance measurements. *Composites Science and Technology*, 1999, Vol. 59 : pp. 925–935.
- [27] **Abry J.C., Choi Y.K., Chateauminois A., Dalloz B., Giraud G., Salvia M.**, In–situ monitoring of damage in CFRP laminates by means of AC and DC measurements. *Composites Science and Technology*, 2001. Vol.61 : pp. 855–864.
- [28] **Xia, Z.H., Curtin, W.A.**, Damage detection via electrical resistance in CFRP composites under cyclic loading. *Composites Science and Technology*, 2008, Vol.68 : pp. 2526–2534.
- [29] **Vavouliotis A., Paipetis A., Kostopoulos V.**, On the fatigue life prediction of CFRP

- laminates using the electrical resistance change method. *Composites Science and Technology*, 2011, Vol.71 : pp. 630–642.
- [30] **Trappe V., Harbich K.W.**, Intralaminar fatigue behaviour of carbon fibre reinforced plastics. *International Journal of Fatigue*, 2006, Vol.28 : pp. 1187–1196.
- [31] **Bai W., Wong B.S.**, Evaluation of defects in composite plates under convective environments using lock-in thermography. *Measurement Science and Technology*, 2001, Vol.12 : pp. 142–150.
- [32] **Park J.B., Okabe T., Takeda N., Curtin W.A.**, Electromechanical modelling of unidirectional CFRP composites under tensile loading condition. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2002, Vol. 33 : pp. 267–275.
- [33] **Xia, Z.H., Okabe T., Park J.B., Curtin W.A. and Takeda, N.**, Quantitative damage detection in CFRP composites: coupled mechanical and electrical models. *Composites Science and Technology*, 2003, Vol. 63 : pp. 1411–1422.
- [34] **Xia Z.H., Curtin, W.A.**, Modeling of mechanical damage detection in CFRPs via electrical Resistance. *Composites Science and Technology*, 2007, Vol. 67 : pp. 1518–1529.
- [35] **Sevkat E., Li J., Liaw B.M., Delale F.**, A statistical model of electrical resistance of Carbon-Fiber reinforced composites under tensile loading. *Composites Science and Technology*, 2008, Vol.68 : pp. 2214–2219.
- [36] **Takahashi K., Hahn H.T.**, Investigation of temperature dependence of electrical resistance change for structural management of graphite polymer composite. *Journal of Composite Materials*, 2011, Vol.45 : pp. 2603–2611.
- [37] **Sau K.P., Chaki T. K., Khastgir D.**, Conductive rubber composites from different blends of ethylene-propylene-diene rubber and nitrile rubber. *Journal of Materials Science*, 1997, Vol.32 : pp. 5717–5724.
- [38] **Zhang W., Dehghani-Sanij A.A., Blackburn R.S.**, Carbon based conductive polymer composites. *Journal of Materials Science*, 2007, vol.42 : pp. 3408–3418.
- [39] **Connor M.T., Roy S., Ezquerro T.A. and Baltá Calleja F.J.**, Broadband ac conductivity of conductor-polymer composites. *Physical Review B-condensed Materials Physics*, 1998, Vol. 57 : pp. 2286–2294.
- [40] **Gillet A., Olivier P., Maghribi A. A., et Sawi I.E.**, Prediction of electrical properties of an aeronautic composite. *JNC16*, Toulouse, 2009.
- [41] **Wen S.H., Chung D. D. L.**, Seebeck effect in carbon fiber-reinforced cement. *Cement and Concrete Research*, 1999, Vol. 29 : pp. 1989–1993.
- [42] **Yarlagadda S., Kim H.J., Gillespie J.W., Shevchenko N.B. and Fink B.K.**, A study on the induction heating of conductive fiber reinforced composites. *Journal of Composite Materials*, 2002, Vol. 36 : pp. 401–421.

- [43] **Shridhar Y., Hee J.K., Nicholas B. S., Bruce K.F.**, A study on the induction heating of conductive fiber reinforced composites. *Journal of Composite Materials*, 2002, Vol.36 : pp. 401–421.
- [44] **Sierakowski R.L., Telichev I.Y., Zhupanska O.I.**, A study of impact response of electrified organic matrix composites. *21st ASC Technical Conference*, Dearborn, MI, 2006.
- [45] **Sierakowski R.L., Telitchev I.Y. and Zhupanska O.I.**, On the impact response of electrified carbon fiber polymer matrix composites: Effect of Electric Current Intensity and Duration. *Composites Science and Technology*, 2008, Vol. 68 : pp. 639–649.
- [46] **Gigliotti M., Lafarie–Frenot M.C., Grandidier J.C.**, Development of experimental and modeling tools for the characterization of the thermo–electro–mechanical behaviour of composite materials for aircraft applications. *Mécanique & Industries*, 2011, Vol.12 : pp. 87–101.
- [47] **Zantout A.E. Zhupanska O.I.**, On the electrical resistance of carbon fibre polymer matrix composites. *Composites : Part A.*, 2010, Vol. 41 : pp.1719–1727.
- [48] **Shaughnessy B.M., Eccleston P., Fereday K.J., Canfer S.J., Nørgaard–Nielsen H.U., Jessen N.C.**, Thermal conductivity measurement below 40 K of the CFRP tubes for the Mid–Infrared Instrument mounting struts. *Cryogenics*, 2007, Vol. 47 : pp. 348–352.
- [49] **Baldwin B., Lomax H.**, Thin layer approximation and algebraic model for separated turbulent flows. *AIAA paper*, 1978, Vol. 60 : pp. 78–257.
- [50] **Kim Y.Y., Kim K.S., Jeong G.H., Jeong S.**, An experimental study on the quantitative interpretation of local convective heat transfer for a plate fin and tube heat exchanger using the lumped capacitance method. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 2006, Vol. 49 : pp. 230–239.
- [51] **Ay H., T., Jang J.Y., Yeh J.N.**, Local heat transfer measurements of plate finned–tube heat exchangers by infrared thermography. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 2002, Vol.45 : pp. 4069–4078.
- [52] **Sparrow E.M., Azevedo L.F.**, Vertical channel natural convection spanning between the fully developed limit and the single plate boundary layer limit. *International Journal of Heat Mass transfer*, 1985, Vol.28 : pp. 1847–1857.
- [53] **Miyamoto, M., Katoh, Y., Kurima, J., Kurihara, S., and Yamashita, K. F.**, Convection heat transfer from vertical and horizontal short plates. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 1985, Vol.28: pp. 1733–1745.
- [54] **Gigliotti M., Marchand D., Lafarie–Frenot M.C., Grandidier J.C.**, On the thermoelectric behaviour of composite materials for aircraft applications. *JNC–16*, Toulouse, 2009.
- [55] **Gigliotti M., Marchand D., Lafarie–Frenot M.C., Grandidier J.C.**, Thermoelectric

- behaviour of composite materials for aircraft applications. *ICCM–17–17th International Conference on Composite Materials*, 27–31 Jul., 2009.
- [56] **Gigliotti M., Grandidier J.C., Lafarie–Frenot M.C., Marchand D.**, Development of experimental and modelling tools for electro–mechanical fatigue tests in composite materials for aircraft applications. *ECCM–14, 14th European Conference on Composite Materials*, Budapest, 7–10 June, 2010.
- [57] **Kroto H. W., Heath J. R., O’Brien S. C., Curl R. F., Smalley R. E.**, C60: Buckminsterfullerene. *Nature*, 1985, Vol. 318 : pp. 162–163.
- [58] **Iijima S.**, Helical microtubules of graphitic carbon. *Nature*, 1991, Vol.354 : pp.56–57.
- [59] **Shi Z., Lian Y., Zhou X., Gu Z., Zhang Y., Iijima S., Zhou L., Yue K.T., Zhang S.**, Mass–production of single–wall carbon nanotubes by arc discharge method, *Carbon*, 1999, Vol. 37: pp.1449–1453.
- [60] **Rochefort A., Yoshida M.**, J. Crystal. Soft et Nanotechnology Now. 2012, <http://www.nanotech–now.com/nanotube–buckyball–sites.htm>; <http://www.jcrystal.com/steffenweber/gallery/Fullerenes/Fullerenes.html>>
- [61] **Marcoux P.**, Réactivité et manipulation de nanotubes de carbone monocouches : fonctionnalisation de surface par greffage covalent et mise en oeuvre comme agent structurant. *Thèse*, 2002, pp.13–14.
- [62] **Xu K. Y., Guo X. N., and Ru C. Q.**, Vibration of a double–walled carbon nanotube aroused by nonlinear intertube van der Waals forces. *Journal of Applied Physics*, 2006, Vol.99 : 064303.
- [63] **Michael Bozlar**, Modification de surface des nanotubes de carbone par un polymère conducteur électrogénéré pour la réalisation de nanocomposites multifonctionnels. *Thèse*, 2009, Ecole Centrale de Paris.
- [64] <http://fr.wikipedia.org/wiki/Conductivité%20thermique>; <http://www.tibtech.com/fr/conductivite.php>.
- [65] **Dresselhaus, M. S.; Dresselhaus, G.; Saito, R.**, Physics of carbon nanotubes. *Carbon*, 1995, Vol.33 : pp. 883–891.
- [66] **SAWI I.E.**, Dispersion de nanotubes de carbone et intégration de la fonction de conductivité électrique dans les matériaux composites structuraux. *Thèse*, 2010, Université de Toulouse.
- [67] **Kim Y. A., Hayashi T., Osawa K., Dresselhaus M. S., and Endo M.**, Annealing effect on disordered multi–wall carbon nanotubes. *Chem. Phys. Lett.*, 2003, Vol. 380 : pp. 319–324.
- [68] **Gojny F.H., Wichmann M.H.G., Fiedler B., Kinloch I.A., Bauhofer W., Windle A.H., Schulte K.**, Evaluation and identification of electrical and thermal conduction mechanisms in carbon nanotube/epoxy composites. *Polymer*, 2006, Vol. 47 : pp.

2036–2045.

- [69] **Brosse A. C.**, Dispersion des nanotubes de carbone à l'aide de copolymères triblocs dans des matrices en polyamide : Relation morphologie–propriétés électriques. *Thèse*, 2009, Université Pierre et Marie Curie.
- [70] **Ounaies Z., Park C., Wise K.E., Siochi E.J., Harrison J.S.**, Electrical properties of single wall carbon nanotube reinforced polyimide composites. *Composites Science and Technology*, 2003, Vol. 63 : pp.1637–1646.
- [71] **Flandin L., Bréchet Y., Cavallé J.Y.**, Electrically conductive polymer nanocomposites as deformation sensors. *Composites Science and Technology*, 2001, Vol.61 : pp. 895–901.
- [72] **Li C.Y., Thostenson E.T., Chou T.W.**, Effect of nanotube waviness on the electrical conductivity of carbon nanotube–based composites, *Composites Science and Technology*, 2008, Vol. 68 : pp.1445–1452.
- [73] **Tang Z.K., Zhang L.Y., Wang N., Zhang X.X., Wen G.H., Li G.D., Wang J.N., Chan C.T., Sheng P.**, Superconductivity in 4 angstrom single–walled carbon nanotubes. *Science*, 2001, Vol.292 : pp. 2462–2465.
- [74] **Cleuziou J.P.**, Propriétés de transport électronique de nanotubes de carbone : des nanotubes hybrides au nano–SQUID. *Thèse*, 2007, Université de Toulouse III – Paul Sabatier.
- [75] **Kilbride B.E., Coleman J.N., Fraysse J., Fournet P., Cadek M., Drury A., et al.**, Experimental observation of scaling laws for alternating current and direct current conductivity in polymer–carbon nanotube composite thin films. *Journal of Applied Physics*, 2002, Vol. 92 : pp. 4024–4030.
- [76] **Foygel M., Morris R.D., Anez D., French S., Sobolev V.L.**, Theoretical and computational studies of carbon nanotube composites and suspensions: electrical and thermal conductivity. *Physics Reviews B*, 2005, Vol. 71 : pp. 104201.
- [77] **Li C., Thostenson E.T., Chou T.W.**, Sensors and actuators based on carbon nanotubes and their composites: a review. *Composites Science and Technology*, 2008, Vol. 68 : pp.1227–1249.
- [78] **Behnam A., Guo J., Ural A.**, Effects of nanotube alignment and measurement direction on percolation resistivity in single–walled carbon nanotube films. *Journal of Applied Physics*, 2007, Vol. 102 : pp. 044313–044313–7.
- [79] **Faiella G., Antonucci V., Buschhorn S.T., Prado L., Schulte K., Giordano M.**, Tailoring the electrical properties of MWCNT/epoxy composites controlling processing conditions. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2012, Vol. 43: pp. 1441–1447.
- [80] **Barkoula N. M., Paipetis A., Matikas T., Vavouliotis A., Karapappas P. Kostopoulos V.**, Environmental degradation of carbon nanotube–modified composite laminates: a study of electrical resistivity. *Mechanics of Composite Materials*, 2009, Vol.45 : pp.

- 21–32.
- [81] **Cai D. Y., Song M.**, Latex technology as a simple route to improve the thermal conductivity of a carbon nanotube/polymer composite. *Carbon*, 2008, Vol.46: pp. 2107–2112.
- [82] **Schulte K.**, Fibre reinforced composites with nanostructured polymer matrix – an outline of properties and application. *ECCM15 – 15th European Conference on Composite Materials*, Venice, Italy, 24–28 June, 2012.
- [83] **Li W.Z., Wang D.Z., Yang S.X., Wen J.G., Ren Z.F.**, Controlled growth of carbon nanotubes on graphite foil by chemical vapor deposition. *Chemical Physics Letters*, 2001, Vol. 335 : pp. 141–149.
- [84] **Tong L., Mouritz A.P., and Bannister M.**, 3D Fiber Reinforced Polymer Composites, *Elsevier Science*, Oxford, 2002.
- [85] **Dhakate S.R., Bahl O.P.**, Effect of carbon fiber surface functional groups on the mechanical properties of carbon–carbon composites with HTT. *Carbon*, 2003, Vol. 41 : pp. 1193–1203.
- [86] **Thostenson E. T., Li W. Z., Wang D. Z., Ren Z. F., and Chou T. W.**, Carbon nanotube/carbon fiber hybrid multiscale composites. *Journal of Applied Physics*, 2002, Vol 91: pp. 6034–6037.
- [87] **Bekyarova E., Thostenson E. T., Yu A., Kim H., Gao J., Tang J., Hahn H. T., Chou T.-W., Itkis M. E., Haddon R. C.**, Multiscale Carbon Nanotube–Carbon Fiber Reinforcement for Advanced Epoxy Composites. *Langmuir*, 2007, Vol23 : pp. 3970–3974.
- [88] **Kim K.J., Lee J.M., Youk J.H., Yu W.R.**, Carbon nanotube grafted carbon fibres : optimum process. ICCM17, *ICCM–17: 17th International Conference on Composite Materials*, Edinburgh, UK, 27 Jul –31 Jul 2009.
- [89] **Yavuz H.**, Dépôt par plasma à pression atmosphérique et caractérisation des nanostructures obtenues. *Thèse*, de l'École Centrale de Paris, 2012.
- [90] Torayca T700 data sheet, <http://www.toraycfa.com/pdfs/T700SDataSheet.pdf>.
- [91] <http://www.toraycfa.com/pdfs/T700SDataSheet.pdf>
- [92] **Chateauminois A.**, Cours Matériaux Composites : Contraintes résiduelles d'origine thermique dans les stratifiés, Fiche 5. http://www.mdi.espci.fr/~chateau/COURS/Composites/Cont_residuelles/cont_res.pdf .
- [93] **Duvivier P.Y., Mandrillon V., Polizzi J.P., Inal K.**, Etude de la résistance électrique d'un contact Au/Au en fonction de la force appliquée. *19ème Congrès Français de Mécanique*, Marseille, 2009. (chapitre IV)
- [94] **Pierron F., Poirette Y., Vautrin A.**, A novel procedure for identification of 3D moisture

- diffusion parameters on thick composites : theory, validation and experimental results. *Journal of Composite Materials*, 2002, Vol. 36 : pp. 2219–2243.
- [95] **Bao L. R., Yee A. F.**, Moisture diffusion and hygrothermal aging in bismaleimide matrix carbon fiber composites-part I: uni-weave composites. *J. Composites Science and Technology*, 2002, Vol.62 : pp. 2099–2110.
- [96] **DeGroot S.R. and Mazur P.**, Non Equilibrium Thermodynamics. North Holland Publishing Company, Amsterdam, 1969.
- [97] **Lebon G., Jou D., Casas-Vazquez J.**, Understanding Non-equilibrium thermodynamic. Book, Springer, Berlin, 2008. (Chapitre V)
- [98] **Goupil C., Seifert W., Zabrocki K., Muller E., Jeffrey Snyder G.**, Thermodynamics of thermoelectric phenomena and applications. *Entropy*, 2011, Vol.13 : pp.1481-1517.
- [99] **Muller, I.**, Thermodynamik, Bertelsmann, Dusseldorf, 1973.
- [100] <http://ltp.epfl.ch/files/content/sites/ltp/files/shared/Teaching/Bachelor/03-TransferPhenomena/01-HeatTransfer/PhenomenesTransfert.Chapter-8.pdf> (Eq.57 dans Chapitre V)
- [101] <http://www.toraycfa.com/pdfs/T700SDataSheet.pdf>.
- [102] **Villière M., Lecoite D., Sobotka V., Boyard N., Delaunay D.**, Experimental determination and modeling of thermal conductivity tensor of carbon/epoxy composite. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 2013, Vol.46 : pp. 60–68.
- [103] http://www.hexcel.com/Resources/DataSheets/Prepreg-Data-Sheets/M21_global.pdf.
- [104] **Kalogiannakis G., Hemelrijck D., Assche G.**, Measurements of thermal properties of carbon/epoxy and glass/epoxy using modulated temperature differential scanning calorimetry. *Journal of Composite Materials*, 2004, Vol. 38 : pp. 163-175.
- [105] http://fr.wikipedia.org/wiki/Conductivit%C3%A9_thermique.
- [106] <http://fr.wikipedia.org/wiki/Aluminium>
- [107] <http://www.euralliage.com/alliage.html>: partie 5. Caractéristiques typiques des alliages et des états de livraison.
- [108] **Baldacim S. A., Cristofani N., Junior J.L.F., Lautenschlager J.R.**, Lightning effects in aircraft of the composite material. *17th CBECIMat – Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais*, 15–19 de Novembro de 2006, Foz do Iguaçu, PR, Brasil.
- [109] **Jazzar A.**, Modélisation électromagnétique d'un choc de foudre en aéronautique. *Thèse de l'université de Grenoble*, Laboratoire de Génie Electrique de Grenoble, 2012.
- [110] **Cinquin J., Heinrich C., et al.** Volume electrical conductivity measurement on organic composite material. *Proc. of SAMPE-SETEC 13*, 11-12 Sept. 2013, Wuppertal, Germany.

ANNEXES

Annexe I : Essais DSC

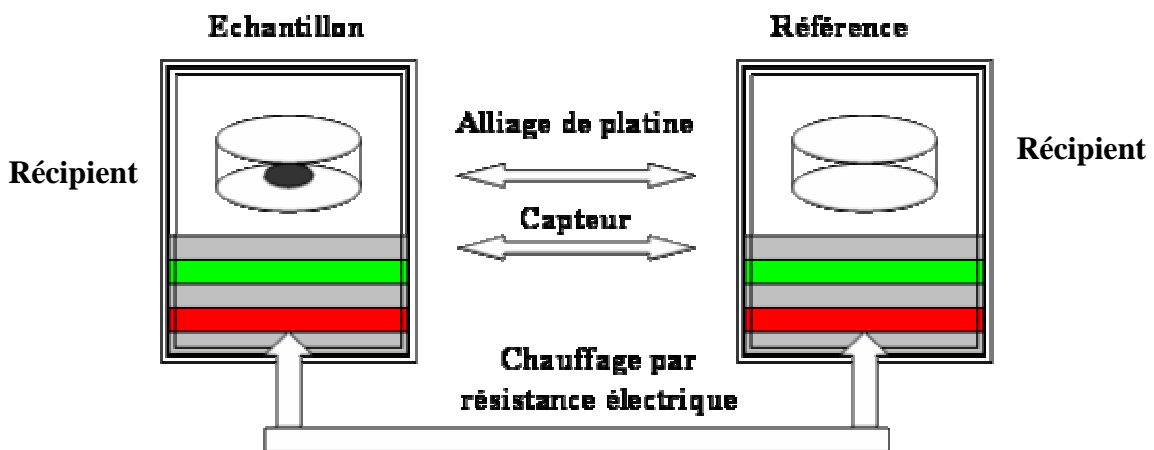
Les essais DSC (Calorimétrie Différentiel à Balayage) permettent d'accéder aux températures de transition vitreuse, T_g , des matériaux polymères et – dans le cadre de cette étude – de tester l'effet des charges NTC sur leurs propriétés physiques (dont T_g).

La connaissance de T_g est particulièrement importante en vue d'essais thermoélectriques ou électro – mécaniques : en fait – pendant ces essais – il ne faudra pas dépasser la transition vitreuse des polymères.

– Principe de la technique

Le principe de la calorimétrie différentielle consiste à suivre l'évolution de la différence de quantité de chaleur absorbée et émise par un échantillon par rapport à une référence interne soumise aux mêmes conditions de température, voir la Figure A1-1.

Cette technique sert à étudier les transitions thermiques d'un polymère ou d'un composite, permet ainsi de détecter les changements d'états physiques des matériaux étudiés, transitions, relaxations, fusions, recristallisations, etc.



FigureA1-1 : Schéma de principe d'un essai DSC

Il y a deux récipients, l'un des deux permet mettre l'échantillon de polymère, l'autre sert pour le référence. Les deux récipients se trouvent dans un four chauffé à une certaine vitesse. Chaque récipient contient un thermocouple relié à un ordinateur, qui fait la différence entre la température de l'échantillon et celle de la référence, et les convertit en flux de chaleur. Le flux de chaleur à travers les disques situés sous les capsules provoque une différence de température, mesurée comme différence de potentiel entre les thermocouples associés à l'échantillon et à la référence. Cette différence de potentiel, ajustée pour la réponse du thermocouple, est proportionnelle au flux de chaleur.

Quand on chauffe les deux capsules, le « flux de chaleur » dQ/dt est mesuré en fonction de la température T . Le « flux de chaleur » est en unités de chaleur par unité de temps. Pour 1 g de matière, on obtient la relation suivante :

$$\frac{dQ}{dt} = \frac{dT}{dt} C_p \quad (1)$$

Où :

C_p	– capacité de chaleur (J/g°C)
t	– temps (s)
T	– température (°C)
Q	– quantité de chaleur (J/g)
dQ/dt	– flux de chaleur (J/g.s)

Lors d'une transition thermique comme par exemple la transition vitreuse, le flux de chaleur varie et donc la capacité de chaleur du matériau varie : l'observation des variations de capacité de chaleur permet donc d'étudier les transitions thermiques du matériau.

– Équipements expérimentaux

Les caractéristiques principales de l'équipement sont présentées ci-dessous (Figure A1-2):

Gamme de température : ambiante à 725°C, gamme de température avec RCS : –90°C à 550°C, gamme de température avec LNCS : –150°C à 550°C.



Figure A1-2 : Images des équipements DSC Q20

– Échantillons

Pour pouvoir effectuer des essais DSC, un petit morceau d'échantillon est nécessaire : pour les 2 différents types d'éprouvettes, des coupures sont effectuées à partir des échantillons d'origine, selon le schéma illustré dans la Figure A1-3.

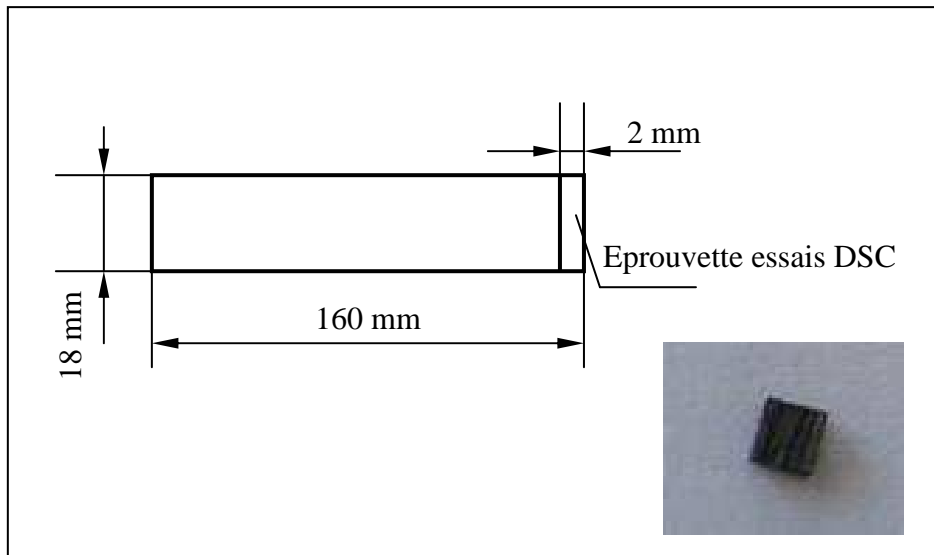


Figure A1-3 : Schéma de coupe des éprouvettes pour les essais DSC

Deux capsules (Figure A1- 4) – l'une contient un échantillon de matériau à étudier, l'autre vide (capsule de référence) – sont chauffées à la vitesse de 10 °C/min sous un environnement inerte de azote gazeux pour éviter un effet supplémentaire d'oxydation lié à la phase de montée en température. La masse des échantillons est d'environ 10 mg, leurs dimensions environ $2\text{ mm} \times 2\text{ mm} \times 1\text{ mm}$.



Figure A1-4 : Les capsules utilisées pour les essais DSC

– Résultats

A partir des courbes de DSC (Figure A1-5), nous avons notamment pu observer la fusion des nodules thermoplastiques à environ 206 °C au cours d'une montée en température à 10 °C.min^{-1} (Figure A1-5 et 6).

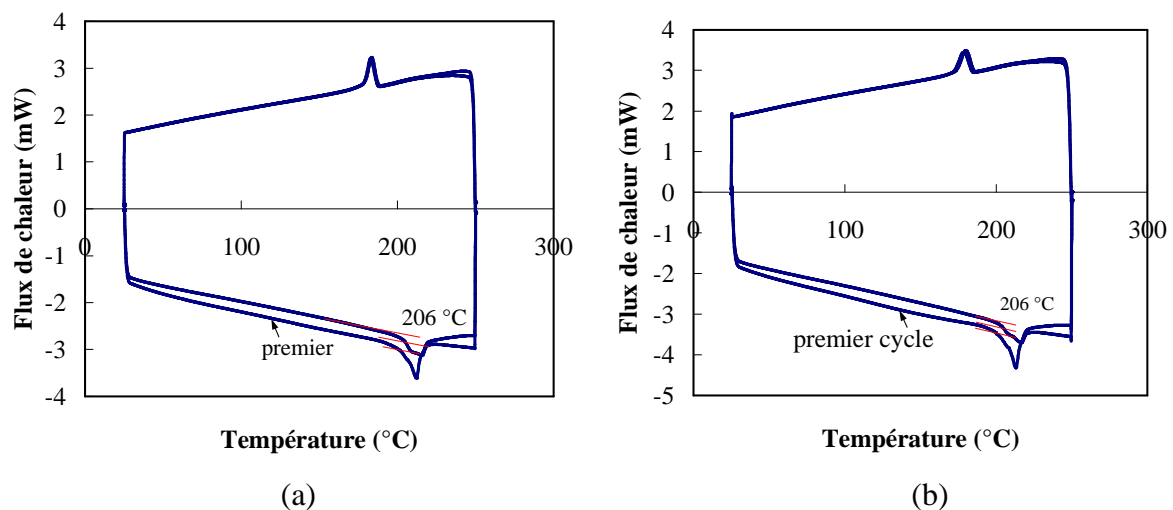


Figure A1-5 : Essai DSC sur composite pendant lequel on observe la fusion des nodules thermoplastiques : (a) Type A (T700GC/M21–NTCs) $[0]_8$; (b) Type B (T700GC/M21) $[0]_8$

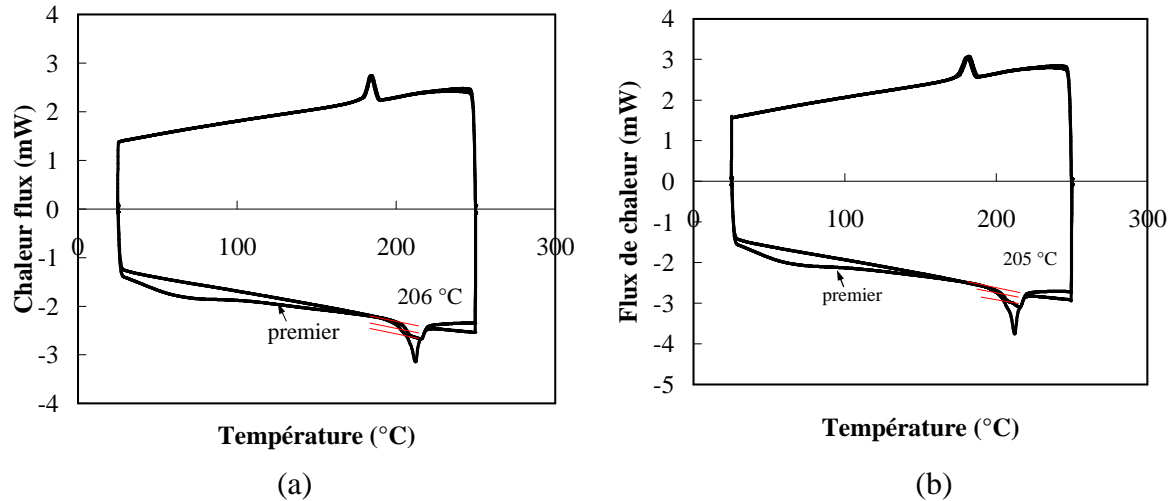


Figure A1-6 : Essais DSC sur composite sur lequel on observe la fusion des nodules thermoplastiques : (a) Type A (T700GC/M21-NTCs) [0/90]₄; (b) Type B (T700GC/M21) [0/90]₄

Pour tous les matériaux testés la température de 205°C représente une température limite, à ne pas dépasser.

Annexe II : Conductivité et résistivité dans le sens de l'épaisseur

Les Tableaux A2-1 ~ A2-4 résument l'ensemble des mesures effectuées sur des échantillons unidirectionnels $[0]_8$ et croisés $[0/90]_4$, de Type A et de Type B.

Une évolution de la conductivité/résistivité de *chaque éprouvette* est présentée dans le tableau : pour tous les cas testés, la moyenne de ces valeurs est comparable à celle identifiée à partir des courbes obtenues par régression linéaire des points expérimentaux, illustrées dans les figures Chapitre IV. Par ailleurs, la dispersion associée aux mesures, et présentée en complément des valeurs affichées dans les Tableaux A1–A4 est calculée à partir de ces données.

Tableau A2-1 : Résistivité et conductivité électrique de matériau Type A $[0]_8$

Numéro d'éprouvette	e/S (1/mm)	Résistivité ρ_E ($\Omega.m$)	Conductivité σ_E (S/m)
1	0.038	1.90	0.53
2	0.032	1.29	0.77
3	0.021	2.31	0.43
4	0.016	1.21	0.82
5	0.014	0.96	1.04
6	0.010	0.77	1.31
7	0.006	3.21	0.31
8	0.005	2.03	0.49
9	0.004	2.24	0.45
10	0.010	3.95	0.25
11	0.010	4.96	0.20
12	0.010	1.62	0.62
13	0.010	2.09	0.48
14	0.010	5.41	0.18
15	0.010	3.25	0.31
16	0.043	3.29	0.30
17	0.043	2.96	0.34
18	0.043	3.38	0.30
Moyenne		2.60	0.51

Tableau A2-2 : Résistivité et conductivité électrique de matériau Type A $[0/90]_4$

Numéro d'éprouvette	e/S (1/mm)	Résistivité ρ_E ($\Omega.m$)	Conductivité σ_E (S/m)
1	0.022	1.04	0.96
2	0.012	0.66	1.53
3	0.008	1.24	0.80
4	0.006	2.34	0.43
5	0.005	1.08	0.93
6	0.004	0.84	1.19
7	0.003	0.85	1.17
Moyenne		1.15	1.01

Tableau A2-3 : Résistivité et conductivité électrique de matériau Type B [0]₈

Numéro d'éprouvette	e/S (1/mm)	Résistivité $\rho_E \times 10^2$ ($\Omega.m$)	Conductivité $\sigma_E \times 10^{-3}$ (S/m)
1	0.045	3.54	2.83
2	0.028	4.87	2.05
3	0.023	3.22	3.11
4	0.020	2.62	3.81
5	0.017	1.63	6.13
6	0.011	2.55	3.92
7	0.010	1.65	6.06
8	0.005	2.62	3.82
9	0.005	2.98	3.35
10	0.004	2.67	3.75
11	0.003	3.19	3.14
12	0.009	3.77	2.66
13	0.009	3.77	2.65
14	0.009	4.00	2.50
15	0.010	3.30	3.03
16	0.009	1.82	5.49
17	0.009	4.68	2.14
18	0.042	3.63	2.76
19	0.041	3.74	2.68
Moyenne		3.17	3.47

Tableau A2-4 : Résistivité et conductivité électrique de matériau Type B [0/90]₄

Numéro d'éprouvette	e/S (1/mm)	Résistivité $\rho_E \times 10^1$ ($\Omega.m$)	Conductivité $\sigma_E \times 10^{-2}$ (S/m)
1	0.022	6.09	1.64
2	0.016	5.51	1.82
3	0.011	6.66	1.50
4	0.008	7.73	1.29
5	0.006	6.99	1.43
6	0.006	5.23	1.91
7	0.004	6.77	1.48
8	0.003	5.33	1.88
Moyenne		6.29	1.62

Titre : Comportement thermoélectrique de matériaux composites pour applications aéronautiques

Résumé : Les matériaux composites – de par leurs propriétés spécifiques élevées – sont l'une des classes de matériaux permettant de fabriquer des structures aéronautiques plus légères pour une meilleure performance énergétique des avions et une réduction conséquente des émissions de CO₂. Les composites à matrice polymère renforcée par des fibres de carbone (CFRP) sont de plus en plus utilisés dans l'industrie aéronautique civile pour la réalisation de parties structurales, dont récemment les panneaux de fuselage.

L'intégration des CFRPs dans ces structures ne se fait pas sans difficultés : le fuselage – normalement soumis aux charges de la pressurisation – peut être soumis à des chocs/impacts, particulièrement dommageables pour les composites, et exposé à l'agression de l'environnement (température, humidité, liquides de refroidissement, ...).

Le fuselage est aussi le siège de sollicitations de nature électrique, telles que celles liées au retour de courant à la masse ou au foudroiement : bien que des réseaux secondaires de câbles électriques et de grillages métalliques soient prévus afin de supporter ces charges, l'action de courants de fuite, transitant à travers les jonctions boulonnées et rivetées, et les fortes différences de potentiel électrique dans l'épaisseur du fuselage, conséquences du foudroiement, peuvent activer le couplage thermoélectrique et conduire à des échauffements localisés de ces structures. Les phénomènes liés à ce type de couplage peuvent être particulièrement marqués dans les CFRPs – les matrices polymères étant électriquement et thermiquement quasi-isolantes, le comportement thermoélectrique global du composite étant fortement anisotrope – et méritent d'être approfondis. L'intégration de micro et nano charges – en particulier les nanotubes de carbone (NTCs) – dans les résines polymères ou à l'interface fibre/matrice peut globalement améliorer ce comportement mais il s'agit d'une solution technologique qui nécessite encore d'être explorée en détail.

Ce travail est consacré à la caractérisation du comportement thermoélectrique anisotrope de matériaux CFRPs - chargés ou non chargés en NTCs. Cette caractérisation comprend :

- la mesure des valeurs de résistivité/conductivité électrique et de leur évolution avec la température,
- la caractérisation des champs de température induits par le passage de courants électriques,
- l'identification des paramètres pour la modélisation du comportement thermoélectrique de ces matériaux et pour l'interprétation des essais,
- la caractérisation de l'effet d'un vieillissement humide sur les valeurs de résistivité/conductivité électrique du composite.

Mots clés : Composites à fibres de carbone, Résines époxydes, Conduction électrique, Aéronautique, Diffusion (physique), Nanotubes de carbone, Thermoélectrique, Résistance électrique, Modèle éléments finis.

Abstract : Composite materials – since their high specific properties – are used recently to reduce the weight of aircraft structures and to improve the performance engine in order to reducing the emissions of CO₂. Composites of Carbon Fiber Reinforced Polymer matrix (CFRPs) are increasingly used in civil aviation industry for the production of structural parts: fuselage panels.

Integrating CFRPs in the aeronautical structures has also some difficulties: the fuselage – generally subject to pressure of air flux – would be subjected also to shocks/impacts, particularly will be damaging for exposed to the aggressive environment (temperature, humidity, liquid cooling, ...).

The fuselage is the principal structure to support the charge of electric current, such as those related to the electric current return to ground or lightning : although the secondary networks of electrical cables and wires fences are provided to support these charges, the action of leakage currents, probably pass through bolted and riveted joints and because of the high differences of electrical potential between the surface of panels thickness, can activate the thermoelectric coupling and lead to localized heating of these structures. Phenomena related to this type of coupling may be particularly remarkable in CFRPs – since the polymer matrices is electrically and thermally quasi-insulates, for composite the thermoelectric behaviour is highly anisotropic – and need further research and investigation. The integration of micro and nano fillers – especially carbon nanotubes (CNTs) – in the polymer resin or in interface of fiber/matrix can improve the overall behaviour, but it is a technological solution that still requires be explored in detail.

The aim of this work is to characterize the anisotropic properties of thermoelectric behaviour of materials CFRPs – charged or uncharged in CNTs. This characterization includes:

- measurement of electrical resistivity/conductivity and their evolution with temperature,
- characterization of the temperature fields induced by the passage of electric current,
- identification of parameters for modeling the behavior of these thermoelectric materials and interpretation of tests,
- characterization of the effect of moisture aging on the values of resistivity/conductivity of the composite.

Keywords : Carbon Fiber Reinforced Polymer Composite (CFRPs), Epoxy resins, Electrical conduction, Aeronautic, Moisture diffusion (physical), Carbon Nanotubes, Thermoelectric comportment, Electric resistance, Finite element model.