



**HAL**  
open science

# Caractérisation locale du transfert de chaleur aux interfaces solide-solide dans les milieux isolants

Elodie Perros

► **To cite this version:**

Elodie Perros. Caractérisation locale du transfert de chaleur aux interfaces solide-solide dans les milieux isolants. Thermique [physics.class-ph]. Université Paris sciences et lettres, 2017. Français. ⟨NNT : 2017PSLET030⟩. ⟨tel-02280102⟩

**HAL Id: tel-02280102**

**<https://pastel.hal.science/tel-02280102v1>**

Submitted on 6 Sep 2019

**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.



HAL Authorization

# THÈSE DE DOCTORAT

de l'Université de recherche Paris Sciences et Lettres  
PSL Research University

Préparée à l'ESPCI Paris

Caractérisation locale du transfert de chaleur aux interfaces  
solide-solide dans les milieux isolants

**École doctorale n°564**

PHYSIQUE EN ÎLE-DE-FRANCE

**Spécialité** PHYSIQUE

Soutenue par **Elodie PERROS**  
le 22 novembre 2017

Dirigée par **Yannick De Wilde**

ESPCI  PARIS

PSL   
RESEARCH UNIVERSITY PARIS

## COMPOSITION DU JURY :

Mme Natalia Del Fatti  
Univ. Claude Bernard Lyon 1, Rapporteuse

Mme Séverine Gomès  
INSA Lyon, Rapporteuse

M. Rémi Carminati  
ESPCI Paris, Examineur

Mme Clothilde Charmantray  
Saint-Gobain / ISOVER, Examinatrice

M. Yannick De Wilde  
ESPCI Paris, Directeur de thèse

M. Sebastian Volz  
Univ. of Tokyo / CentraleSupélec, Président

M. Paul-Henri Guering  
Saint-Gobain Recherche, Invité

Mme Valentina Krachmalnicoff  
ESPCI Paris, co-encadrante, Invitée



# Résumé

L'objet de cette thèse, effectuée en collaboration avec Saint-Gobain dans le cadre d'un financement CIFRE, est l'étude du transfert thermique à l'interface entre les objets microscopiques constituant les matériaux isolants à base de verre. Nous avons développé deux instruments nouveaux, permettant d'investiguer le transfert thermique entre deux objets microscopiques en verre. Le premier instrument est une sonde locale à balayage utilisant une sonde thermosensible (sonde SThM) permettant d'effectuer une mesure très locale de la température d'un échantillon ou éventuellement de le chauffer lorsqu'elle est en contact avec celui-ci. Nous avons utilisé cette sonde de manière détournée, en collant une bille de verre de  $20\ \mu\text{m}$  de diamètre à son extrémité, en la plaçant au-dessus d'une surface plane de verre, dont la température est différente de celle de la bille, et en étudiant la température au sommet de cette bille à mesure que la distance bille-plan varie. Les « courbes d'approche » ainsi obtenues et un modèle en résistances équivalentes que nous proposons permettent de donner une première estimation de la résistance thermique de contact dans une géométrie bille-plan. Le deuxième instrument est un dispositif nouveau de thermographie infrarouge. Il s'agit d'une méthode sans contact qui permet à la fois de produire des images dans le moyen infrarouge avec une résolution spatiale meilleure que ce que la limite de diffraction ne permet, mais aussi d'effectuer une mesure dynamique du refroidissement d'un système constitué d'une ou de plusieurs fibres de verre micrométriques(s) suite à un échauffement bref et local par absorption d'un laser ultraviolet impulsif. La comparaison de ces courbes de refroidissement enregistrées sur une fibre seule ou sur un croisement de fibres permet d'obtenir une information sur la résistance thermique de contact au croisement des deux fibres. Un modèle semi-analytique que nous avons développé permet de reproduire ces tendances sur une fibre seule. Nous avons également développé un modèle perturbatif exploitant le modèle à une fibre qui permet de reproduire l'évolution spatio-temporelle de la chaleur au sein d'un système de deux fibres en contact.

# Abstract

The aim of this thesis, in collaboration with Saint-Gobain within the framework of a CIFRE funding, is the study of heat transfer at the interface between microscopic objects from which isolation materials are made. During this thesis we developed two new instruments, allowing to investigate the heat transfer between two microscopic glass objects. The first instrument is a scanning probe microscope using a thermosensitive probe (S<sub>Th</sub>M probe) allowing to make a very local temperature measurement or to produce a local heating of a sample in contact with the probe. We used this probe in an unusual way, by gluing a 20 μm diameter glass bead on its thermosensitive end, by placing it above a flat glass surface whose temperature is different from that of the bead, and by studying the temperature at the top of this bead as the distance bead-to-plan varies. The "approach curves" obtained in this way and a model using a thermoelectric analogy that we propose allow to give a first estimation of the thermal resistance of contact in a sphere-plane geometry. The second instrument is a new infrared thermography device. It is a contactless method which allows to produce images in the mid-infrared with a spatial resolution better than the diffraction limit, but also to carry out a dynamic measurement of the cooling of a system made of one or more micrometric glass fibers, after a short and local heating by absorption of a pulsed ultraviolet laser. Comparison of these curves recorded on a single fiber or on two crossing fibers makes it possible to obtain an information on the thermal resistance of contact at the crossing of the two fibers. A semi-analytical model that we developed allows us to reproduce these trends on a single fiber, while a perturbative approach exploiting the one-fiber model allows us to reproduce the spatiotemporal evolution of heat within a system of two fibers in contact.

# Remerciements

Comme je l'ai dit à de nombreuses reprises en cette fin de thèse, ce que j'aurai préféré aura été de loin la richesse des nombreuses interactions au cours de ces trois années. Avant de présenter le contenu scientifique de mes travaux, j'aimerais donc consacrer quelques pages pour remercier tous ceux qui m'ont accompagnée tout au long de cette aventure.

Je tiens d'abord à remercier tous les membres de mon jury de thèse. J'ai eu la chance de bénéficier d'un jury parfaitement paritaire, et je dois dire qu'en tant que jeune femme évoluant dans un milieu scientifique plutôt masculin, c'est un signal fort. Merci à Sebastian Volz qui a accepté de présider ce jury lors de son bref passage en France, et un grand merci à l'ensemble du jury d'avoir pu s'adapter à la demi-journée qui restait disponible une fois croisés les agendas de S. Volz et de mes encadrants... S. Volz a représenté pour moi le premier contact avec la thermique en tout début de thèse lorsque j'essayais de me former à cette discipline nouvelle par le biais du livre de référence en nanothermique qu'il a coordonné. En acceptant de participer à mon jury de thèse, c'est un peu comme si la boucle était bouclée. Merci à Séverine Gomès et Natalia Del Fatti d'avoir accepté d'être rapporteuses de mon travail de thèse — la féminisation du terme "rapporteur" aura d'ailleurs été un élément de profonde réflexion en fin de rédaction — et qui ont toutes deux fourni une lecture fort attentive de mes travaux que j'ai sincèrement appréciée. Merci aux examinateurs venus de Saint-Gobain, Clotilde Charmantray et Paul-Henri Guering, qui ont donné du sens à ces travaux. Merci enfin à mes trois encadrants qui, le jour de ma soutenance, ont su décrire avec beaucoup de délicatesse la grande sensible que je suis, et qui méritent bien un paragraphe dédié dans mes remerciements.

Je voudrais commencer par remercier très chaleureusement mon directeur de thèse Yannick De Wilde. Il aime à dire que sa « patience est infinie » et je dois dire que c'est une phrase qui le décrit parfaitement. Après un début de thèse qui a été déroutant pour tous les deux, nous avons finalement réussi à apprivoiser le sujet et à nous connaître mieux. Tu as appris à vivre avec mes angoisses et à tes côtés j'ai appris à m'habituer à l'incertitude à laquelle ce projet m'a confrontée. La sensibilité que nous avons en commun fait que nous avons trouvé une façon agréable de travailler ensemble, avec de la communication et de la complicité. J'ai beaucoup ri de tes maladresses et tu as eu l'occasion de te moquer de ma mémoire catastrophique des chiffres. Je te remercie pour l'implication que tu as eue dans mon travail quotidien, en particulier en salle de manip quand le temps commençait à être compté, car sans cela nous n'aurions pas eu les mêmes résultats. Merci pour ton optimisme qui a su répondre à mes fréquentes phases de doutes. Merci enfin de m'avoir fait confiance pour mener des tâches qui sortaient du spectre du doctorant lambda, en me faisant participer activement à la rédaction du projet ANR ou du brevet, et en me laissant beaucoup de liberté avec les stagiaires. J'ai pris énormément de plaisir à tout cela et ce sont certainement les expériences de ma thèse qui m'ont le plus fait grandir. Je sais que tu as cœur la réussite des doctorants que tu encadres et je n'oublierai pas tes conseils à mon

égard de ne pas m'engager dans une voie qui ne m'épanouirait pas pleinement.

Je remercie également Valentina Krachmalnicoff qui a co-encadré ce travail. Nos interactions n'ont pas été aussi fréquentes que je l'aurais souhaité initialement en raison de tes nombreux projets professionnels et personnels, mais elles ont toujours été fort utiles. Ton esprit à la fois « carré » et sensible m'a immédiatement plu et j'ai rapidement admiré l'art que tu as de présenter les choses avec rigueur et simplicité. J'ai par ailleurs pu voir à tes côtés qu'il était possible de mener une carrière brillante tout en étant mère de quatre enfants. Ta rigueur au travail et ton inventivité en tant que mère resteront des sources d'inspiration pour moi.

Je remercie évidemment Rémi Carminati, qui a d'abord été un professeur exceptionnel lors de mon cursus à l'ESPCI. A cette époque, il a été témoin de mes premiers doutes quant à ma capacité à entreprendre des études en optique, pour finalement me retrouver deux ans plus tard après un master d'optique et l'envie de démarrer une thèse dans le domaine. Rémi a très vite compris que je manquais cruellement de confiance en moi et a été un point de repère essentiel quand le projet stagnait et que ma confiance s'effritait de nouveau. La capacité de Rémi à enseigner a déjà été soulignée par d'autres à de très nombreuses reprises. Pour ma part, je retiendrai surtout sa capacité à « remonter le moral des troupes », en expliquant — avec la force de conviction qu'on lui connaît — que le projet est fantastique et qu'il ne faut pas sous-estimer nos résultats. Merci pour ton aide et merci de m'avoir apporté le recul dont je manquais pour apprécier le chemin parcouru. Je réalise que j'aurais gagné à venir toquer à ta porte plus régulièrement car une discussion avec toi vaut tous les anti-dépresseurs du monde.

Je remercie enfin Claude Boccara qui aura suivi ce projet tout du long bien que celui-ci se soit rapidement éloigné de l'OCT dont il était au départ question. Claude a une bonne intuition expérimentale et un excellent sens physique qui font qu'il est toujours utile de le consulter en cas de galère expérimentale sur laquelle tout le monde sèche. Je retiendrai pour longtemps je crois cette incroyable humilité après une carrière qui pourrait pourtant être celles de trois ou quatre très bons chercheurs réunis, et cette façon, même après un tel parcours, d'aborder la physique avec la curiosité d'un enfant. C'était à la fois impressionnant et très inspirant de travailler ne serait-ce qu'un peu à tes côtés.

Dans le cadre de ma thèse CIFRE, mon encadrement n'a pas seulement été académique. J'ai eu la chance de travailler avec des membres de deux groupes de Saint-Gobain Recherche : le groupe capteurs et le groupe de thermique. Le projet de thèse a été initié par les directeurs de groupe d'alors, Guillaume Lecamp et Clotilde Charmantray. Je voudrais d'abord les remercier tous deux de m'avoir fait confiance pour cette thèse alors même que je n'avais aucune formation en thermique. Chaque moment passé avec vous a été un vrai plaisir ; je n'ai d'ailleurs pas pu cacher ma déception quand vous avez changé de poste l'un après l'autre. Il faut dire qu'en plus d'être des personnes tout à fait délicieuses, j'ai pu voir en vous des qualités managériales rares que j'espère garder comme source d'inspiration personnelle. Merci également à Pierrick Cavalié qui a été mon interlocuteur privilégié au sein de SGR pendant l'essentiel de ma thèse et qui s'est montré impliqué, extrêmement bienveillant et plein de conseils avisés à mon égard. Merci enfin à Jean-Yves Lalue et Florent Alzetto qui ont repris le projet en cours de route mais qui ont su néanmoins s'y investir.

Je remercie également tous les membres de SGR qui se sont à un moment ou à un autre creusé les méninges sur le projet de ma thèse : Ali Assy, Ivan Berline, François Creuzet, Veneta Grigorova-Moutiers, Paul-Henri Guering, René Gy, Johann Meulemans.

Je tiens à adresser un grand merci aux trois stagiaires qui se sont penchés sur ce projet et qui ont contribué à la production des résultats présentés ici :

- Claire Li que j’ai formée au TRSTM lors de ma première année de thèse et qui a une douce personnalité qui fait que nous nous sommes très bien entendues. Cette période de formation a représenté une réelle bouffée d’oxygène en redonnant du sens à mon quotidien à un moment où le projet de thèse piétinait ferme et où mon moral déclinait à vue d’œil. Je lui souhaite tout le succès possible pour sa thèse au sein de l’équipe ;
- Alix Dodu qui a fourni un important travail au niveau de la calibration des sondes SThM. Ce travail n’aurait pas été possible sans la pugnacité sans faille dont Alix a su faire preuve pendant son stage, et qui allait parfois de pair avec un certain entêtement qui aura eu le mérite de m’apprendre à me remettre en question dans mon encadrement ;
- Joris Doumouro qui a mis en place le modèle à deux fibres et dont l’humeur toujours égale et l’extrême efficacité font de lui un collègue avec qui il est à la fois facile et agréable de travailler. Joris a la lourde tâche de poursuivre ce projet de recherche dans le cadre de sa thèse et je lui souhaite évidemment beaucoup de succès dans cette aventure que je tâcherai de suivre de loin.

Un immense merci à ceux qui ont collaboré fortement autour de ce projet : d’abord Wilfrid Poirier sans qui l’une des manips n’existerait pas. Merci pour le temps consacré à la mise au point de l’électronique de mesure du SThM et merci à Dominique Leprat de l’avoir réalisée. Je n’oublierai pas la bonne humeur ambiante lors des tests de l’électronique, même quand celle-ci menaçait de bruler après avoir chuté lors du déchargement de la voiture... Merci à Karl Joulain pour ses précieux conseils au sujet de la modélisation de nos deux fibres, et pour les agréables discussions en conférences. Je retiendrai pour longtemps ce rire si caractéristique qui suffisait à me donner le sourire pour le reste de la journée. Merci enfin à tous ceux qui m’ont aidée de près ou de loin, que ce soit pour une manip ou pour un conseil, et qui n’ont pas encore été cités : Jean-Marie Chassot pour l’interfaçage des moteurs, Charles-Edouard Leroux, Olivier Thouvenin et Clément Apélian pour l’OCT, Matteo Cicotti et Stéphane Roux pour les questions de mécanique du verre, Arthur Goetschy, Pierre Millien et Romain Pierrat pour les questions plus théoriques et l’aide à la résolution de problèmes avec Mathematica, Jérôme Laurent pour les conseils en électronique.

J’ai eu la chance d’effectuer ma thèse à l’Institut Langevin qui est certes un laboratoire où l’on fait de très jolies choses mais qui est également un endroit où il fait bon vivre. Je mentirais si je disais n’avoir pas d’abord choisi de faire ma thèse dans ce laboratoire avant même d’avoir un sujet de thèse en tête. Merci d’abord à ceux qui m’ont donné envie de faire ma thèse ici (et tout particulièrement à Gilles Tessier) et à tous ceux qui ont ajouté de l’agréable au quotidien de cette thèse :

- Les membres du bureau R32 — toujours le plus féminin des bureaux — pour la bonne humeur qu’il y a toujours régné. Comme beaucoup le savent, le départ de toute l’équipe médicale a été un vrai déchirement pour moi, en particulier car la quasi-totalité de mon bureau a suivi. Heureusement, les remplaçants ont été à la hauteur de ceux qui sont partis (malgré la promesse de gâteaux qui ne sont pas toujours venus!). Merci donc au bureau R32 dans sa version pré-déménagement (Claudia, Fish, Justine, Mafalda, Marc, Matthieu, Nadège, Victor, Wojciech) en particulier pour les discussions de filles — parfois « subies » par les garçons —, les colères en italien ou en portugais et la dégustation fréquente de gâteaux ; et la version post-déménagement (Claire, Léo, Margaux, Nancy, Philipp, Samuel, Simon, Thibaut) pour

les discussions sur des sujets très variés allant des tests de personnalité à la gestion de piles de vaisselle sale en passant par les prénoms à mention, et pour nos activités animalières autour de nos co-bureaux à écailles P'tit Fish et Sushi.

- L'ensemble des doctorants et post-doctorants, passés et présents, parmi lesquels en particulier : Aurélien, Clément, Daria, Dorian, Florian P., François B., Thu-Mai, Marion, Nathan, Nikos, Toutoune, ... ;
- L'équipe dite "support" qui n'est jamais citée dans les travaux de recherche mais qui est absolument essentielle à toute action : Marjolaine, Christelle, Patricia, Daphnée, Abdel, Laurine pour ne citer que ceux que j'ai côtoyés plus spécifiquement ;
- Claire Prada, ma « marraine de thèse » qui avec beaucoup de sensibilité et de bienveillance a veillé sur moi pendant ces trois années tout en me montrant un nouvel exemple de parfaite conjugaison entre une vie de chercheur accomplie et une vie familiale tout à fait épanouie ;
- Arnaud Tourin qui, en tant que directeur, insufflé à ce laboratoire une dynamique réellement positive ;
- Tous les membres du laboratoire qui n'auraient pas été cités par ailleurs.

Et parce que même en thèse il y a une vie — certes un peu restreinte — en dehors du labo, j'aimerais remercier mes amis : le clan des bronzettes pour nos retrouvailles régulières autour de fondues au chocolat ou de mojitos, souvent à compatir sur nos malheurs de thèses respectifs ; les bronzés pour les week-ends à la campagne qui se terminent chez P-A ; tous mes amis de la promotion 129 que j'ai toujours plaisir à recroiser (et cette saison des thèses aura été l'occasion de revoir pas mal de monde !) ainsi que les amis des autres promotions ; Najwa, Paul et Seb pour les fous rires systématiques au resto qui font tant de bien ; ceux pour qui les retrouvailles se font plus rares mais sont toujours précieuses : Bastien et Marion du lycée, Ben, Claire et Stéphanie de prépa ; et celle qu'à l'inverse je retrouve très souvent et qui a joué un rôle essentiel tout au long de ma thèse par son écoute, ses encouragements et sa confiance : mon homonyme et meilleure amie Elodie.

Je remercie également ma famille, en particulier ceux qui ont pu se libérer pour être à mes côtés pour la soutenance : Philippe et Brigitte, tonton Pascal, Sylvie, Dominique et Martine qui sont presque de la famille et qui ont énormément aidé pour le pot. Un grand merci à Fabrice et Didier, ceux que j'ai l'habitude d'appeler mes « très grands frères » en rapport à la différence d'âge qui nous sépare (et qui a donné lieu je crois à quelques quiproquos lors du pot ;-)) mais en lien aussi à l'admiration totale que je leur porte. Merci d'avoir été présents à chacun de mes spectacles de danse/récitals de piano/concerts de chorale etc etc, et de n'avoir pas manqué à votre habitude en prenant de nouveau le temps de venir voir votre petite frangine soutenir sa thèse. Promis ce coup-ci, c'est terminé ! Merci enfin à mes parents qui m'ont toujours soutenue dans mes projets, même quand je leur disais vouloir faire une thèse pour devenir chercheur, pour finalement avoir fait une thèse et ne plus vouloir être chercheur. Merci de m'avoir donné le goût de l'école et l'intérêt des études, merci de m'avoir toujours laissée libre de mes choix et merci d'avoir tout fait pour me faciliter les choses tout au long de mes études. Un immense merci enfin à Kevin pour sa compréhension, sa patience et son soutien sans faille tout au long de cette thèse qui a débordé plus que de raison dans notre quotidien — je te dois tant. Après deux thèses menées de front et maintenant que nous sommes docteurs tous les deux, il est temps de souffler un peu et de prendre (enfin !) des vacances !





# Table des matières

Introduction générale	13
<b>I Matériaux d'isolation pour le bâtiment et techniques de caractérisation multi-échelle du transfert thermique</b>	<b>19</b>
<b>1 Les matériaux isolants à base de verre pour le bâtiment</b>	<b>21</b>
1.1 Laines de verre et VIP	23
1.2 Les différents canaux de transfert de chaleur	26
1.3 Le contact et ses spécificités	36
1.3.1 Contact « réel »	36
1.3.2 Contact de « proximité »	39
<b>2 Les techniques de caractérisation multi-échelles du transfert thermique</b>	<b>46</b>
2.1 Thermographie infrarouge	47
2.2 Méthodes usuelles de caractérisation thermique macroscopique des matériaux isolants	51
2.2.1 Méthode de la plaque chaude gardée	52
2.2.2 Méthode du plan chaud	52
2.2.3 Méthode Flash	53
2.2.4 Méthode $3\omega$	55
2.3 Méthodes existantes pour l'étude des transferts thermiques aux petites échelles	56
2.3.1 Les méthodes optiques	57
2.3.2 Les méthodes électriques	63
<b>II Dispositif d'étude du contact thermique par sonde SThM</b>	<b>69</b>
<b>1 Modèle en résistances équivalentes d'une expérience-modèle en géométrie sphère-plan</b>	<b>71</b>
1.1 Présentation du modèle étudié	71
1.2 Conduction dans la bille de verre	73
1.3 Résistance thermique de la couche d'air entre la bille et la surface	76
1.3.1 Transfert conductif dans l'air	76
1.3.2 Transfert radiatif dans l'air	81
1.4 Transfert thermique entre le cantilever et la surface plane de verre	81
1.5 Résistance de contact entre la bille et la surface	82
1.6 Résistance thermique du cantilever	85
1.6.1 Résistance thermique en régime de conduction pure	85
1.6.2 Résistance thermique en tenant compte de la convection	86

1.7	Conclusion . . . . .	92
<b>2</b>	<b>Étude expérimentale des transferts thermiques à l'interface sphère-plan en régime microscopique</b>	<b>94</b>
2.1	Description du dispositif expérimental . . . . .	94
2.1.1	Le contrôle de la distance : l'AFM . . . . .	94
2.1.2	Le chauffage de l'échantillon par effet Peltier . . . . .	97
2.1.3	La sonde SThM . . . . .	98
2.1.4	L'installation de la sonde SThM sur le système AFM . . . . .	101
2.1.5	L'électronique de contrôle . . . . .	103
2.1.6	Le collage de la bille sur la sonde . . . . .	109
2.2	Caractérisations du dispositif expérimental . . . . .	114
2.2.1	Caractérisation électrique de la sonde SThM . . . . .	115
2.2.2	Caractérisation thermique de la sonde SThM . . . . .	118
2.2.3	Tests complémentaires . . . . .	123
<b>3</b>	<b>Premiers résultats expérimentaux sous atmosphère non contrôlée</b>	<b>127</b>
3.1	Concept de courbe d'approche . . . . .	127
3.2	Courbes d'approche automatisées . . . . .	128
3.3	Courbes d'approche avec la sonde en mode <i>actif</i> . . . . .	130
<b>III</b>	<b>Dispositif de thermographie infra-rouge super-résolue</b>	<b>138</b>
<b>1</b>	<b>Description du dispositif expérimental de thermographie infrarouge super-résolue</b>	<b>143</b>
1.1	La voie d'excitation UV . . . . .	144
1.1.1	Le laser ultraviolet . . . . .	144
1.1.2	Le système de focalisation . . . . .	148
1.2	L'échantillon et le système de balayage . . . . .	148
1.2.1	L'échantillon . . . . .	149
1.2.2	Le système de balayage . . . . .	151
1.3	La collection et la détection dans le moyen infrarouge . . . . .	152
1.3.1	Le détecteur infrarouge . . . . .	153
1.3.2	La collection optique . . . . .	154
1.3.3	Les translations motorisées . . . . .	155
1.4	L'acquisition des signaux . . . . .	156
1.4.1	La synchronisation avec le laser . . . . .	156
1.4.2	La détection synchrone ultra-rapide . . . . .	157
1.5	La procédure d'alignement optique . . . . .	159
<b>2</b>	<b>Caractérisation du dispositif expérimental de thermographie infrarouge super-résolue</b>	<b>161</b>
2.1	Détermination expérimentale du diamètre du spot d'excitation UV . . . . .	161
2.2	De la résolution temporelle à la super-résolution spatiale . . . . .	165
2.2.1	Résolution temporelle et dynamique de déclin . . . . .	165
2.2.2	Lien entre résolution temporelle et résolution spatiale ou la clé de la super-résolution infrarouge . . . . .	165
2.2.3	Configurations optimales pour l'étude de la super-résolution infrarouge	167
2.3	Caractérisation du champ de détection . . . . .	167

2.4	Caractérisation thermique : correspondance signal - température . . . . .	169
<b>3</b>	<b>Cas d'une fibre seule : résultats expérimentaux et modèle semi-analytique</b>	<b>172</b>
3.1	Imagerie thermique et courbes de déclin . . . . .	173
3.1.1	Imagerie thermique d'une fibre de verre seule : gain en résolution spatiale . . . . .	173
3.1.2	Dynamique de refroidissement sur une fibre seule : courbes de déclin	176
3.2	Développement d'un modèle semi-analytique décrivant le comportement thermique d'une fibre seule . . . . .	177
3.2.1	Résolution analytique de l'équation de la chaleur dans une fibre . . .	179
3.2.2	Modélisation de l'émission thermique à partir du champ de température	183
3.2.3	Comparaison des courbes de déclin simulées avec les données expérimentales . . . . .	186
3.3	Exemple de confrontation des données expérimentales aux données simulées : le fenêtrage temporel . . . . .	188
3.3.1	Imagerie thermique d'une fibre avec le mode BOXCAR . . . . .	188
3.3.2	Méthodologie de simulation et comparaison aux résultats expérimentaux . . . . .	190
3.4	Traitement des pertes par convection . . . . .	191
<b>4</b>	<b>Du modèle à une fibre au modèle à deux fibres : vers la mesure de la résistance de contact</b>	<b>196</b>
4.1	Résultats expérimentaux sur deux fibres croisées . . . . .	196
4.1.1	Imagerie thermique d'un croisement de fibres de verre . . . . .	196
4.1.2	Courbes de déclin au niveau du croisement . . . . .	198
4.1.3	Étude des courbes de déclin en fonction de la distance inter-fibres . .	199
4.2	Modèle perturbatif pour la résolution du problème à deux fibres . . . . .	204
4.2.1	Principe général de la méthode . . . . .	204
4.2.2	Résultat du modèle avec ajout de pertes constantes sur la fibre 1 . .	207
4.2.3	Études préliminaires pour la résolution du problème inverse . . . . .	209
4.2.4	Étude de sensibilité : Résultats et interprétations . . . . .	214
	<b>Conclusion générale</b>	<b>218</b>
<b>A</b>	<b>Champ lointain - champ proche : développement en ondes planes</b>	<b>222</b>
<b>B</b>	<b>Microscopie optique de champ proche</b>	<b>225</b>
B.1	Principe général . . . . .	225
B.2	Historique . . . . .	226
B.3	Différents types de SNOMs . . . . .	227



# Introduction générale

En France, l'habitat représente à lui seul 45% de la consommation énergétique globale, ce qui place ce secteur comme premier consommateur d'énergie, devant celui des transports (32%) et de l'industrie (20%)<sup>1</sup>. Parmi les différents postes de consommation que sont le chauffage, la production d'eau chaude, les dispositifs de cuisson et l'électricité spécifique (qui désigne tous les équipements qui ne peuvent fonctionner qu'avec de l'énergie électrique, comme les appareils électroménagers ou hi-fi par exemple), le chauffage est le poste le plus important puisqu'il représente plus de 60% de la consommation énergétique totale du bâtiment. Avec un parc résidentiel constitué de plus de 35 millions de logements auxquels il faut ajouter un milliard de m<sup>2</sup> de tertiaire, c'est donc un levier important d'économies d'énergie. Pour limiter le chauffage d'un bâtiment, il faut éviter au maximum que la chaleur de l'intérieur du bâtiment ne fuie vers l'extérieur de celui-ci. Cette capacité de l'enveloppe du bâtiment à limiter ces fuites thermiques s'appelle l'*isolation thermique*, et elle concerne l'ensemble de l'enveloppe du bâtiment (parois extérieures, toitures, planchers, huisseries). Un bâtiment mal isolé sera donc fortement déperditif en chaleur l'hiver, entraînant un usage accru des systèmes de chauffage, et souvent surchauffé en été (ce qui peut encourager l'usage de climatisations). Né à la suite de la COP 21 en 2015, l'accord de Paris sur le climat prévoit de contenir le réchauffement climatique à moins de 2°C d'ici 2100. Cette décision implique naturellement des efforts importants en terme d'économie d'énergie et de limitation des gaz à effet de serre. Au regard des chiffres cités plus haut, la tenue des résolutions prises lors de l'accord de Paris ne peut donc se faire sans adresser la question de l'isolation des bâtiments.

En 2013, près de 55% du parc résidentiel datait d'avant 1974, avec des logements souvent mal isolés. Le choc pétrolier de 1973 et la perspective de l'augmentation du coût de l'énergie a fait naître la première réglementation thermique en 1974, imposant entre autre des standards en matière d'isolation des bâtiments neufs d'habitation. Aujourd'hui, les réglementations se sont succédées et leur champ d'application s'est élargi. Le parc immobilier neuf bénéficie aujourd'hui d'une réglementation RT 2012 qui impose un niveau de consommation énergétique global maximum de 80 kWh/m<sup>2</sup>/an : c'est le niveau BBC, Bâtiment Basse Consommation. Quant au bâti ancien, la loi de transition énergétique de 2015 prévoit de rénover 5,6 millions de logements parmi les moins performants au niveau BBC d'ici 2025<sup>2</sup>.

Le marché de l'isolation est donc très actif, que ce soit pour la construction de logements neufs ou pour la réhabilitation de logements anciens. Pour répondre aux exigences réglementaires et aux besoins des particuliers, les fabricants d'isolants doivent donc proposer des matériaux toujours plus performants. Ainsi l'entreprise Saint-Gobain, qui produit des matériaux d'isolation via la société ISOVER, conduit des programmes de R&D ambitieux

---

1. Source : ADEME - Étude BÂTIMENT édition 2013

2. Cela équivaut à la rénovation de plus d'un logement par minute pendant 10 ans !

pour améliorer les performances de ses matériaux. En effet, compte tenu du grand nombre de logements concernés, un gain même mince dans la performance d'un matériau isolant peut se traduire par des retombées économiques et environnementales importantes. L'un des enjeux des producteurs de matériaux isolants est donc d'optimiser les propriétés isolantes de ces matériaux, en limitant au maximum le transfert de chaleur au travers de ces milieux.

A première vue, les isolants traditionnels sont des milieux poreux et peu denses, constitués d'une phase solide extrêmement divisée qui sert de structure et d'une phase gazeuse, largement majoritaire, qui isole thermiquement en conduisant très mal la chaleur. L'optimisation des performances thermiques des isolants peut se faire en étudiant et améliorant les différentes contributions au transfert de chaleur. Ainsi, la taille des pores formés par la matrice solide est calculée pour supprimer le transfert par *convection*. La *conduction gazeuse* est limitée en utilisant un gaz qui est faiblement conducteur — voire du vide dans le cas de matériaux destinés à des applications techniques spécifiques. Le *rayonnement* est quant à lui diminué grâce à l'ajout de particules opacifiantes qui absorbent ce rayonnement. Enfin, la *conduction solide* est limitée en utilisant un matériau assez faiblement conducteur et en divisant fortement la matière. En optimisant ces différents paramètres, les laines de verre — qui sont des isolants fibreux très utilisés — atteignent une conductivité thermique effective de l'ordre de  $30 - 40 \text{ mWm}^{-1}\text{K}^{-1}$ . D'autres matériaux plus techniques comme les panneaux d'isolation sous vide (VIP<sup>3</sup>), constitués de grains de silice placés sous vide dans une enveloppe étanche, atteignent des performances encore meilleures avec une conductivité thermique de l'ordre de  $7 \text{ mWm}^{-1}\text{K}^{-1}$ . Pour améliorer encore les performances thermiques des matériaux isolants, il faut désormais s'intéresser à des contributions au transfert thermique global qui sont plus faibles. Celles-ci peuvent être considérées comme quasi négligeables dans le cas d'isolants standards mais, dans le cadre d'isolants très fortement optimisés comme les VIPs, elles jouent parfois un rôle considérable. Ainsi, la contribution au transfert thermique par la phase solide dans un isolant standard a toujours été faible devant la conduction gazeuse par exemple. Mais dans le cas d'isolants sous vide dans lesquels la conduction gazeuse est supprimée, l'effet de cette contribution commence à compter. Or la conduction dans la phase solide n'a pas été intensément étudiée, principalement en raison de sa faible contribution jusqu'à ce jour. En particulier, le rôle des contacts au sein de la matrice solide (constituée de fibres ou de grains le plus souvent) n'est pas clair, notamment parce qu'il existe une importante méconnaissance de la valeur de la résistance de contact en fonction des paramètres microscopiques des matériaux isolants. Cette résistance thermique de contact dépend fortement des imperfections dans la zone d'interface. Des travaux de modélisation ont déjà été menés et montrent que l'influence du contact est déterminante sur la conduction au sein de la phase solide ([158], [103], [47]). Par ailleurs, une étude théorique menée sur des nanoparticules a montré que la conductance thermique était maximale lorsque ces particules étaient séparées d'une distance sub-micrométrique, et non en contact [48]. L'étude approfondie du contact entre les micro-objets qui constituent la matrice solide des isolants et la mesure expérimentale de la résistance thermique de contact entre ces objets sont donc des enjeux importants à ce stade de développement de ces matériaux.

L'objet premier de cette thèse a donc été d'améliorer la compréhension du transfert thermique aux interfaces solide-solide dans les milieux isolants constitués typiquement de fibres de verre (comme dans les laines de verre) ou de grains de silice (comme dans le cœur des VIPs). Pour ce faire, un outil de caractérisation expérimentale du transfert de chaleur au

niveau des interfaces solide-solide et permettant de mesurer la résistance thermique de contact entre les constituants élémentaires des matériaux isolants serait idéal. Toutefois, l'étude du transfert de chaleur à ces échelles micrométriques<sup>4</sup> et mettant en jeu des matériaux isolants n'est pas simple et, à ce jour, il n'existe à notre connaissance aucun outil permettant de telles caractérisations. **L'objectif de cette thèse a donc été de mettre au point les moyens instrumentaux permettant d'étudier le contact entre deux fibres de verre ou grains de silice et, si possible, de déterminer la résistance thermique de contact à l'interface entre ces deux éléments.** Ce projet est né de l'interaction entre l'Institut Langevin et les groupes de métrologie optique et capteurs et de thermique de l'unité Saint-Gobain Recherche.

Au départ, nous avons cherché à exploiter plusieurs dispositifs expérimentaux déjà existants à l'Institut Langevin. D'une part le TRSTM (Thermal Radiation Scanning Tunneling Microscope) qui est une sonde thermique à balayage développée par Y. De Wilde et permettant de faire de l'imagerie thermique et de la spectroscopie de champ proche [43], [129]. D'autre part, un dispositif d'OCT (Optical Coherence Tomography) qui permet de faire de l'imagerie plein champ du volume d'un échantillon diffusant avec une résolution micrométrique grâce à une technique de tomographie permise par un éclairage faiblement cohérent [49]. Cette technique développée par A.C. Boccara devait être couplée à une détection photothermique. L'idée était d'adapter le microscope OCT avec un laser permettant de chauffer localement l'échantillon dans le but d'observer par OCT des fluctuations locales d'indice optique induites par une élévation locale de la température [115]. Le début de ce travail de thèse visait à exploiter ces techniques sur des systèmes constitués de fibres de verre ou de poudre de silice. Malheureusement, il s'est avéré qu'elles n'étaient ni bien adaptées, ni totalement pertinentes par rapport à nos objectifs. Le TRSTM sur le verre et la silice ne permettait pas d'obtenir un contraste suffisant pour mettre en évidence des variations faibles et locales de température, et cette méthode de sonde à balayage n'était pas appropriée pour l'étude d'échantillons qui n'étaient pas plans. L'OCT photothermique ne s'est finalement pas révélé être une technique très facilement adaptable à notre problématique car elle nécessitait de placer les échantillons dans un liquide pour espérer observer des fluctuations spatiales d'indice induites par des variations locales de température. Ces conditions d'étude étaient beaucoup trop éloignées des conditions dans lesquelles des isolants « en situation » peuvent se trouver. Aussi avons nous décidé de ne pas poursuivre dans ces voies.

Forts de l'expérience acquise durant la première année de ce travail de thèse qui nous a permis de cerner les problématiques d'intérêt et les verrous à lever pour mener une étude microscopique d'isolants thermiques à base de verre, nous avons choisi de développer deux nouveaux instruments de caractérisation thermique qui n'avaient pas d'équivalent à l'Institut Langevin<sup>5</sup> : l'un basé sur des mesures thermorésistives qui nécessitent un contact avec l'échantillon, l'autre basé sur des mesures purement optiques et donc sans contact.

- Le premier dispositif est un SThM (Scanning Thermal Microscope), c'est-à-dire un dispositif de sonde locale à balayage utilisant une sonde électrique thermosensible qui permet de mesurer très localement la température d'un objet à son contact ou bien sa conductivité thermique. Nous avons installé ce type de sonde sur un microscope

---

4. En effet, les fibres de verre ont des diamètres compris entre 800 nm et 15  $\mu\text{m}$  et les cœurs de VIPs sont constitués de grains de silice dont la taille est inférieure au micron.

5. Notons que l'Institut Langevin est un laboratoire spécialisé dans la physique des ondes, et que les seuls dispositifs expérimentaux adaptés à notre problématique de thermique étaient alors ceux cités plus haut.

à force atomique qui était déjà présent au laboratoire et que nous avons adapté pour permettre des mesures thermiques. L'originalité de ce dispositif réside plus dans l'utilisation que nous en avons faite : au lieu d'effectuer un balayage pour faire une cartographie de température sur une surface plane comme cela est souvent fait avec le SThM, nous avons collé une bille de verre<sup>6</sup> à l'extrémité thermosensible d'une sonde SThM puis nous avons étudié l'évolution de la température de cette sonde, via la thermistance placée à son extrémité, à mesure que l'on approchait le système [bille-sonde] d'une surface plane de verre.

- Le deuxième dispositif est une méthode très différente dans l'idée puisqu'il s'agit d'une méthode d'étude sans contact et totalement optique du rayonnement thermique émis par une fibre, ou un système de deux fibres croisées, après échauffement local et sans contact d'une des fibres. Il s'agit d'une technique à deux ondes puisque le chauffage de la fibre se fait grâce à un laser ultraviolet impulsif focalisé qui est très bien absorbé par la fibre de verre, tandis que la détection de l'émission thermique se fait dans l'infrarouge moyen, autour d'une longueur d'onde de l'ordre de  $\lambda \sim 10 \mu\text{m}$ . Cette technique de thermographie tout à fait nouvelle est par ailleurs résolue spatialement et temporellement ce qui permet d'une part de faire de l'imagerie thermique avec une résolution spatiale meilleure que ce que la limite de diffraction ne prévoit, et d'autre part, d'étudier la dynamique de refroidissement d'une ou plusieurs fibres suite à un échauffement bref et local.

Dans le cas de chaque dispositif, nous avons développé un modèle théorique pour aider à l'interprétation des données acquises expérimentalement, et parvenir — dans l'idéal — à une détermination de la résistance thermique de contact.

Le travail de cette thèse a donc consisté au développement de ces instruments, à l'obtention de preuves de concept et à l'interprétation des premiers résultats obtenus à l'aide des modèles théoriques que nous avons développés. Par ailleurs, cette thèse a été l'occasion d'ouvrir une nouvelle thématique de recherche en micro/nano-thermique à l'Institut Langvin dont les activités dans le domaine de la thermique se limitaient, quand cette thèse a démarré, à l'étude du rayonnement thermique de champ proche. Et parce que l'expertise du laboratoire est avant tout une expertise en physique des ondes (et donc en optique et en sondes locales à balayage), nous avons dû plonger dans le domaine de la thermique qui ne nous était parfois pas familier. L'appui des équipes de recherche de Saint-Gobain ainsi que l'expérience en thermique acquise par le passé par A.C. Boccara et R. Carminati ont donc été essentiels pour le bon déroulement de ce projet. Par ailleurs, deux étudiants ont contribué à ce projet en effectuant leur stage de M2 dans l'équipe : Alix Dodu en mettant au point la méthode de caractérisation thermique des sondes SThM et Joris Doumouro en développant le modèle perturbatif à deux fibres suivant une stratégie initialement suggérée par K. Joulain de l'institut P'.

Ce manuscrit s'articule en trois parties, qui peuvent être considérées comme indépendantes :

- I La première partie vise à exposer le contexte dans lequel s'inscrit le projet. Dans un premier chapitre, nous décrivons la structure des isolants sur lesquels porte notre étude et précisons les différents modes de transfert thermique qui peuvent avoir lieu au sein de ces matériaux. Dans un deuxième chapitre, nous passons en revue les techniques multi-échelles de caractérisation thermique<sup>7</sup> les plus utilisées.

---

6. La bille de verre a été choisie pour travailler dans un premier temps en géométrie sphère-plan, plus simple à manipuler et à modéliser qu'une géométrie fibre-fibre ou sphère-sphère.

7. Notons que pour l'essentiel de ce projet, nous nous focaliserons sur la caractérisation de la conduc-

- II La deuxième partie est consacrée au dispositif expérimental de SThM. Nous commençons par présenter un modèle en résistances équivalentes qui nous a permis d'estimer les ordres de grandeur des résistances thermiques impliquées dans le système (chapitre 1), puis nous décrivons le développement du dispositif expérimental (chapitre 2). Nous présentons pour finir des résultats expérimentaux permettant d'obtenir une estimation de la résistance thermique de contact (chapitre 3).
- III La troisième et dernière partie est consacrée au dispositif de thermographie infrarouge résolue spatialement et temporellement. Nous y détaillons dans un premier temps le système (chapitre 1) et les caractérisations qui ont été menées sur ce dispositif (chapitre 2). Nous présentons dans le chapitre suivant (chapitre 3) les résultats que nous avons obtenus sur un système constitué d'une seule fibre, et nous comparons les résultats expérimentaux avec les simulations obtenues via un modèle semi-analytique que nous avons développé et que nous présentons dans le même chapitre. Le dernier chapitre (chapitre 4) est consacré à un système de deux fibres croisées, en contact ou à courte distance. Nous y présentons les résultats expérimentaux et nous les comparons avec un modèle à deux fibres que nous avons développé sur base du modèle à une fibre présenté dans le chapitre précédent.

---

tivité thermique ou de la résistance thermique des matériaux. Mais il faut garder en tête que le terme « caractérisation thermique » comprend la caractérisation de toutes les propriétés thermiques des matériaux (conductivité thermique, chaleur spécifique, diffusivité, effusivité, etc.)



Première partie

Matériaux d'isolation pour le  
bâtiment et techniques de  
caractérisation multi-échelle du  
transfert thermique

# Introduction

La saisonnalité soumet les bâtiments à de larges amplitudes de températures. Pourtant, été comme hiver, le confort thermique perçu à l'intérieur du bâtiment par ses habitants doit rester aussi constant que possible. Dans de nombreux bâtiments cependant, la chaleur intérieure apportée par le chauffage fuit partiellement vers l'extérieur en hiver tandis que l'intérieur du bâtiment est fortement réchauffé par l'ensoleillement d'été. Et même si la température interne du bâtiment ne subit pas de trop grosses variations, la température des murs intérieurs peut, elle, contribuer fortement à un certain inconfort perçu par l'habitant.

Une solution à ce problème est d'*isoler* le milieu intérieur du milieu extérieur en limitant autant que possible le transfert thermique au niveau de l'enveloppe du bâtiment, c'est-à-dire essentiellement le toit, les murs de façade et les huisseries<sup>8</sup>. Cette isolation se fait en ajoutant une couche isolante le long de l'enveloppe, cette épaisseur étant constituée d'un matériau de conductivité thermique plus basse, donc plus isolant que l'enveloppe elle-même. Quels sont les matériaux d'isolation les plus standards ? A quoi ressemblent-ils et comment parviennent-ils à limiter le transfert thermique ? Nous verrons dans le premier chapitre quelques exemples des isolants existant sur le marché, avec une étude plus détaillée des matériaux à base de fibres de verre qui feront l'objet de notre travail. Nous verrons que ces matériaux, s'ils sont de natures très variées, ont en commun une structure très divisée faite dans un matériau peu conducteur et emprisonnant une grande quantité d'air ou de vide dans les porosités ainsi créées. Nous tenterons alors de comprendre par quels mécanismes la chaleur parvient à traverser de tels milieux : la connaissance de ces mécanismes de transfert thermique au sein des isolants est en effet la clé nécessaire au développement de matériaux encore plus performants sur le plan de l'isolation.

Puisque la compréhension des mécanismes de transfert thermique est un problème clé de l'isolation, encore faut-il les caractériser. Nous verrons dans le deuxième chapitre qu'il existe de nombreuses techniques de caractérisation thermique qui concernent d'ailleurs des domaines qui dépassent largement celui de l'isolation et du bâtiment. Ces techniques de caractérisation thermique constituent le domaine de la *métrologie thermique* et concernent des échelles de taille très variées : depuis l'analyse thermique d'un bâtiment entier jusqu'à la caractérisation des propriétés thermiques de fils nanométriques ! Nous verrons un aperçu de ces techniques, dont certaines exploitent les propriétés du rayonnement dans le domaine infrarouge, gamme de longueurs d'onde pour laquelle nos yeux ne sont pas sensibles mais qui est responsable des échanges thermiques radiatifs.

---

8. Dans le cadre de ce travail, nous n'aborderons pas la problématique de l'isolation par les huisseries.

# Chapitre 1

## Les matériaux isolants à base de verre pour le bâtiment

Les matériaux d'isolation pour le bâtiment sont constitués de deux phases : une phase solide et poreuse qui peut être d'origine organique ou minérale, naturelle ou manufacturée ; et une phase gazeuse, l'air dans de nombreux cas mais parfois également un gaz faiblement conducteur ou bien encore du vide dans le cas de panneaux d'isolations sous vide placés sous enveloppe étanche. Ces matériaux sont en général classés en trois catégories selon la structure de la phase solide :

- les isolants **fibreux**, dont la phase solide est constituée de longues fibres. Selon leur nature, ces fibres sont dites *organiques* (polyester, bois, laine animale) ou *minérales* (laines de roches ou de verre).
- les isolants **cellulaires** pour lesquels la matrice solide alvéolaire forme des poches de gaz. Là encore, on distingue les isolants cellulaires organiques (le plus souvent des mousses de polymères) et les isolants cellulaires minéraux (le plus connu étant le béton cellulaire).
- les isolants **granulaires** ou **pulvérulents**, dont la phase solide est constituée de grains, de paillettes ou de flocons de nature minérale ou organique. La plupart du temps, ces isolants sont livrés en vrac puis « soufflés », essentiellement pour l'isolation de combles perdus ou de parois creuses.

Quelques exemples de ces différents isolants sont donnés en Fig. 1.1 et Fig. 1.2 à titre d'illustration.

Par ailleurs, on pourra distinguer une sous-catégorie de produits d'isolation que sont les « **super-isolants** ». Il s'agit d'isolants de haute technicité offrant des performances importantes en matière d'isolation. A cause de leur coût important, ces matériaux, dont font partie les *aérogels* et les *panneaux d'isolation sous vide*, sont le plus souvent limités à des applications bien spécifiques (comme l'isolation d'appareils frigorifiques, ou les domaines aéro-spatial et nucléaire par exemple) mais commencent toutefois à percer dans le milieu du bâtiment.

Malgré un intérêt croissant pour les matériaux d'isolation dits « naturels », les laines minérales restent le produit isolant le plus utilisé, étant présent dans 90 % des logements français<sup>1</sup>. Ces matériaux présentent en effet de bonnes performances pour l'isolation thermique et acoustique ainsi que pour la prévention incendie tout en conservant un prix compétitif. Notre projet en collaboration avec Saint-Gobain Recherche vise en priorité les

---

1. Source : [www.filmm.org](http://www.filmm.org)



FIGURE 1.1 – Produits d'isolation standards et exemples de mises en situation<sup>2</sup>.

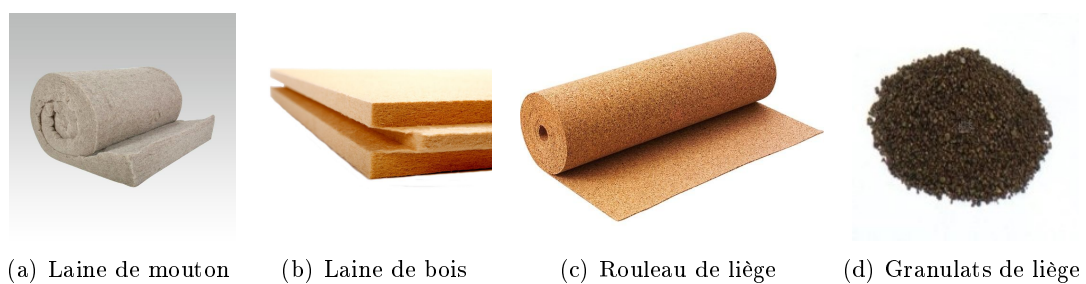


FIGURE 1.2 – Produits d'isolation dits « naturels » ou écologiques<sup>3</sup>.

2. Sources :

- (a) à (j) [www.isover.fr](http://www.isover.fr)  
 (k) [www.leroymerlin.fr](http://www.leroymerlin.fr)

3. Sources :

- (a) [www.materiaux-naturels.fr](http://www.materiaux-naturels.fr)  
 (b) [www.isolation-france.fr](http://www.isolation-france.fr)  
 (c) [www.ecobati.com](http://www.ecobati.com)  
 (d) [www.monisolationecologique.com](http://www.monisolationecologique.com)

produits d'isolation à base de verre produits par ISOVER<sup>4</sup>. Parmi tous les isolants cités plus haut, notre étude est centrée sur les isolants à base de fibres de verre ou de poudre de silice, matières premières constituant les laines de verre et produits d'isolation sous vide de type VIP<sup>5</sup> que nous allons décrire dans la section suivante. Toutefois, si initialement le projet de thèse visait l'étude de ces deux types d'isolants, en pratique nous n'avons mené des essais que sur des fibres de verre sous conditions atmosphériques, et sur des billes de verre utilisées comme échantillon modèle.

## 1.1 Laines de verre et VIP

### Les laines de verre

Les laines de verre sont constituées d'un enchevêtrement lamellaire de fibres de verre baignant dans l'air ambiant. Le rôle de cette structure est de créer un réseau de petites cavités d'air de taille micrométrique. L'air dans ces cavités est immobile, c'est-à-dire qu'il n'échange pas de chaleur par convection et par conséquent devient un très bon isolant thermique. En effet, la conductivité thermique de l'air  $\lambda_{air}$  est très faible, de l'ordre de  $\lambda_{air} = 0.025 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$  par rapport à celle du verre  $\lambda_{verre} = 1.2 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ . La conductivité thermique caractérise la capacité d'un matériau à transférer la chaleur. Elle représente la quantité de chaleur par unité de surface et de temps transmise lorsque l'on impose au matériau un gradient de température de  $1 \text{ K/m}$ . Plus cette conductivité thermique — notée  $\lambda$  — est élevée, plus le matériau conduit facilement la chaleur. Dans le cas d'un matériau isolant, on cherchera au contraire à obtenir la conductivité thermique la plus faible possible en utilisant pour cela des matières premières à faible  $\lambda$ . L'air est donc un candidat tout trouvé dans la mesure où c'est un très bon isolant qui est par ailleurs particulièrement abondant. Cependant, pour profiter de ses capacités isolantes, l'air doit être *immobile* car l'air en mouvement peut au contraire être une source particulièrement efficace de transfert de chaleur via la convection (cf. § 1.2). C'est pour cette raison qu'il est si important de piéger cet air dans des cellules suffisamment petites<sup>6</sup> pour éviter tout mouvement d'air.

La structure de verre formée de fibres — dont le diamètre compris entre  $1$  et  $15 \mu\text{m}$  (cf. Fig. 1.3(c)) est bien plus petit que leur longueur, de l'ordre de quelques centimètres — est minoritaire et ne constitue en réalité que quelques pourcents de la masse totale d'une laine de verre. La masse volumique de la laine de verre ( $\rho_{laine\ de\ verre} \sim 20 - 50 \text{ kg/m}^3$ ) étant en effet 100 fois plus faible que celle du verre massif ( $\rho_{verre} = 2500 \text{ kg/m}^3$ ), celui-ci représente donc moins de 2 % de l'ensemble du matériau final. La laine de verre est donc très largement constituée d'air pour isoler thermiquement. La mince proportion de verre sert quant à elle d'une part à former les cavités de piégeage de l'air et d'autre part à assurer le maintien mécanique du matériau. Pour cette raison, il est essentiel qu'il y ait une bonne cohésion entre les fibres enchevêtrées pour que le matériau soit facilement manipulable et reste stable après la pose. Afin d'assurer cette cohésion inter-fibres, une colle appelée *liant* est vaporisée sur les fibres lors du processus de fabrication. La proportion de ce liant représente moins de 1 % en masse du matériau. In fine, les laines de verre ont une conductivité thermique  $\lambda_{laine\ de\ verre}$  comprise entre  $0.030 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$  et  $0.045 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ .

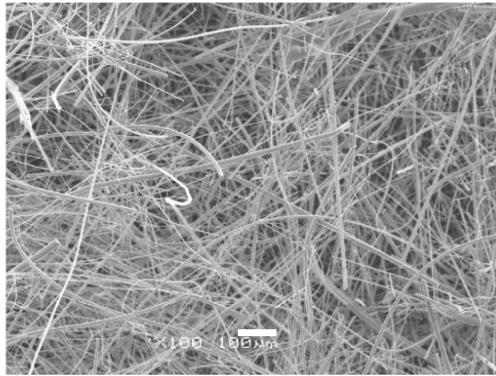
Des instruments d'imagerie à petite échelle permettent de mettre en évidence la micro-

4. ISOVER est une société du groupe Saint-Gobain qui produit et commercialise des solutions d'isolation thermique, acoustique et de protection contre le feu.

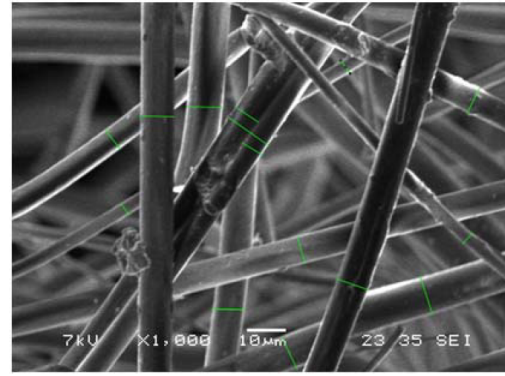
5. *Vacuum Insulation Panel*

6. Pour les applications habitat, ces cellules sont inférieures au centimètre.

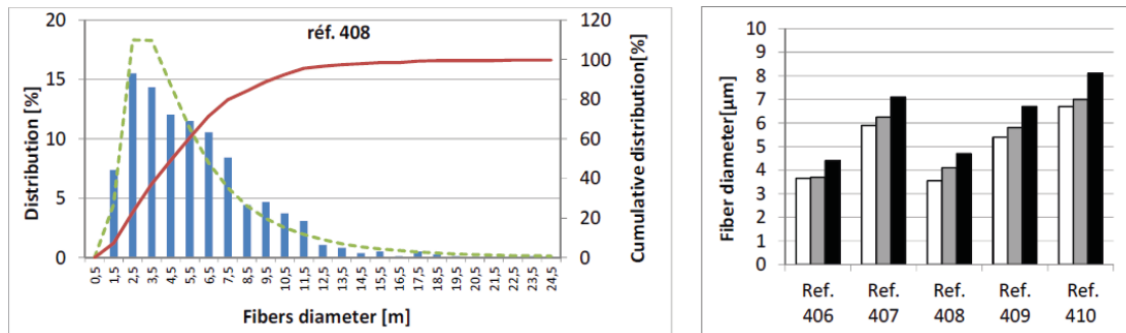
structure de ces matériaux. Les images de la Fig. 1.3 sont obtenues par microscopie électronique à balayage (MEB) d'un matelas de laine de verre : à gauche (1.3(a)), une laine de verre constituant le cœur d'un panneau VIP, à droite (1.3(b)), une laine de verre standard. On peut typiquement observer l'arrangement complexe des fibres entre elles. Ces fibres de verre forment un réseau dont les nœuds sont assurés par un liant entre au moins deux fibres en contact. On peut constater que le milieu ainsi formé est très poreux, le réseau de fibres entrecroisées assurant le piégeage de l'air (ou du vide) dans les « cages » délimitées par les fibres de verre.



(a) Laine de verre pour coeur de VIP vue au grossissement x100, barre d'échelle : 100  $\mu\text{m}$ . D'après [24]



(b) Laine de verre vue au grossissement x1000, barre d'échelle : 10  $\mu\text{m}$ . D'après [84]

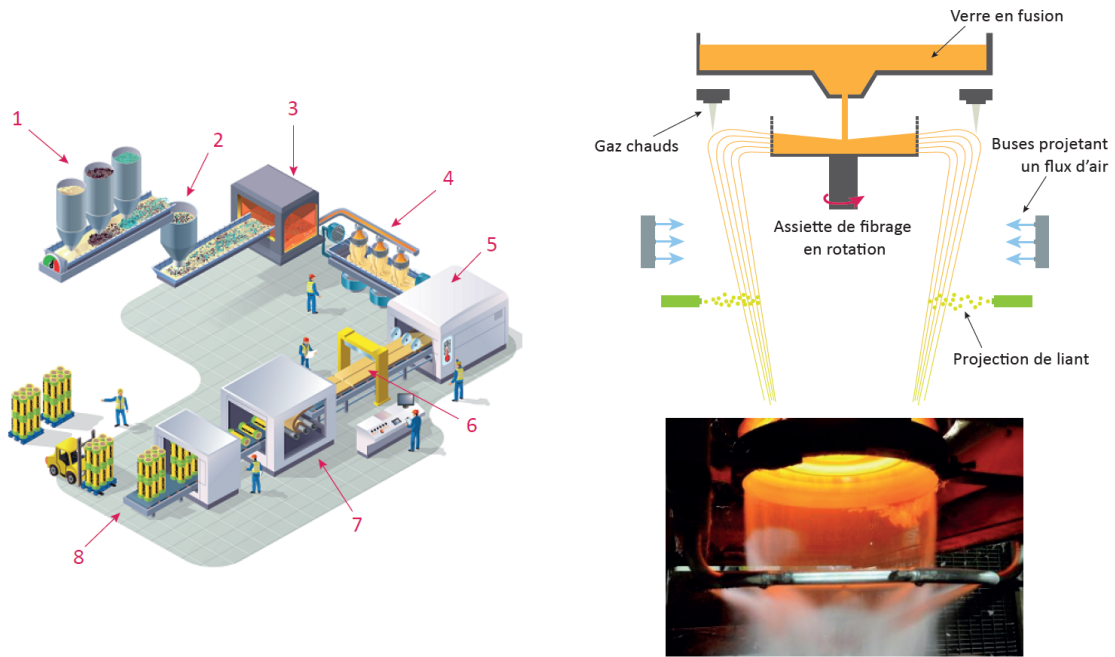


(c) Distribution des diamètres observés dans une fibre de verre (à gauche; histogramme des diamètres de fibres en bleu, distribution cumulée en rouge et distribution log-normale en vert) et données statistiques concernant les diamètres de fibres de verre observés sur 5 échantillons de laines de verre différents (à droite; en blanc : moyenne de la distribution log-normale; en gris : médiane; en noir : moyenne arithmétique). D'après [84]

FIGURE 1.3 – Images MEB de laines de verre à différents grossissements et distribution des diamètres des fibres dans une laine de verre.

Le procédé TEL est le procédé de fabrication des laines de verre historiquement développé vers la fin des années 1950 pour ISOVER. On trouvera en Fig. 1.4(a) un schéma descriptif des différentes étapes (1 à 8) de ce procédé. En premier lieu, les matières premières, stockées dans des silos (1), sont mélangées selon la composition appropriée (2). Dans ce mélange, on trouve essentiellement du sable, du verre recyclé (appelé *calcin*) à hauteur de 40 à 80 %, et des matières permettant d'abaisser la température de fusion du verre, appelées *fondants*, comme le calcaire ou la dolomie. Des chutes de laine de verre peuvent également être recyclées à cette étape. Ce mélange entre ensuite dans un four électrique ou à gaz (3)

pour être porté à une température supérieure à 1000 °C. Le verre en fusion est ensuite transporté jusqu'à l'étape de fibrage (4). Cette étape est détaillée en Fig. 1.4(b). Le verre liquéfié coule dans la pièce maîtresse du fibrage : l'*assiette*. Il s'agit d'une pièce dont les parois sont percées de trous et qui est mise en rotation à grande vitesse autour de son axe vertical. Par centrifugation, le verre va passer au travers de ces trous et former ainsi des fibres. Ces fibres vont ensuite subir un second étirage, vertical cette fois, par une couronne de brûleur expulsant du gaz chaud. Les fibres sont ensuite refroidies et ainsi se solidifient. Enfin, on projette un liant sur ces fibres qui tombent sur un tapis roulant en formant un matelas de fibres. Ce matelas va ensuite être mis en forme à la bonne épaisseur par des rouleaux et va de nouveau être légèrement chauffé (autour de 250 °C) pour polymériser le liant (5). Il sera ensuite découpé (6) pour être conditionné (7) selon le format choisi (plaques, rouleaux ...). Les matériaux sont largement compressés lors de cette étape de conditionnement ce qui permet de réaliser des économies de stockage et de transport. Enfin, les lots sont disposés sur des palettes (8) pour permettre une manutention aisée.



(a) Les différentes étapes du procédé de fabrication (b) Schéma descriptif et photographie de l'étape de fibrage (source : www.isover.fr) (photo : www.isover.fr)

FIGURE 1.4 – Procédé de fabrication TEL de laine de verre.

## Les VIP

Les VIP (Vacuum Insulation Panel) ou PIV sont des panneaux super-isolants sous vide dont l'application première a d'abord été l'isolation d'appareils frigorifiques. Aujourd'hui cependant, ces panneaux commencent à faire leur entrée dans l'isolation du bâtiment. Ils sont constitués d'un cœur nanoporeux à base de silice et sont disposés dans une enveloppe multicouche étanche puis placés sous vide. Sans air, la conduction est très largement di-

minuée<sup>7</sup>. Ces panneaux offrent une performance en terme d'isolation qui est de l'ordre de 7 fois supérieure à la laine de verre (en effet, le produit ISOVIP affiche une conductivité thermique  $\lambda_{VIP} \sim 0.005 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ ). Dès lors, ils peuvent avoir une épaisseur bien plus faible que pour une laine de verre standard (un panneau ISOVIP a une épaisseur totale de 36 mm tandis que les laines de verre ont des épaisseurs standard variant typiquement de 45 mm à 160 mm). Ces panneaux, particulièrement indiqués pour l'isolation d'espaces où la surface utile doit être préservée au maximum, présentent toutefois quelques inconvénients qui nécessitent de modifier les usages, tant pour les artisans qui posent cet isolant (nécessité d'optimiser le plan de pose pour limiter les ponts thermiques dans la mesure où les panneaux VIP ne peuvent pas être découpés) que pour les habitants qui vivent dans le local à isoler (risque de percer l'enveloppe ce qui casserait le vide).

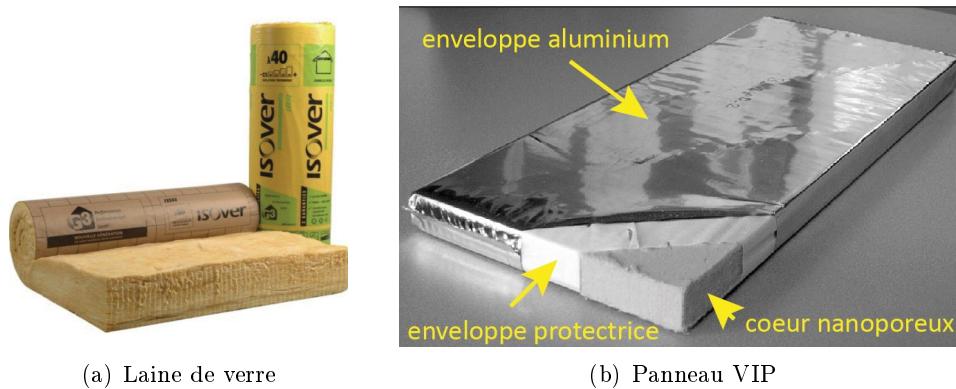


FIGURE 1.5 – Exemples des matériaux isolants à base de verre.

## 1.2 Les différents canaux de transfert de chaleur

Il semble évident que le rôle d'un isolant thermique est de limiter au maximum l'échange de chaleur entre une zone froide et une zone chaude : typiquement en hiver, l'extérieur est froid et l'intérieur des maisons est chauffé ; la température intérieure est ainsi plus haute que la température extérieure (c'est l'inverse en été). On souhaite donc limiter la perte de chaleur qui se ferait naturellement depuis la zone chaude vers la zone froide en *isolant* ces deux zones. Les matériaux d'isolation limitent au maximum les transferts de chaleur d'une zone à l'autre, mais il est clair qu'ils ne parviennent jamais à réaliser une isolation totale. Pour optimiser au mieux les propriétés d'isolation d'un tel matériau, il convient donc de comprendre comment la chaleur peut le traverser.

Un transfert de chaleur ne peut se faire que par échange d'énergie thermique entre une zone de température élevée et une zone de plus basse température. Selon la façon dont l'énergie thermique est échangée, on distingue trois modes de transfert thermique :

- ▷ la **conduction thermique** qui est un transfert par *diffusion* de la chaleur lorsqu'il y a un gradient de température au sein du matériau. La conduction thermique est régie par la loi de Fourier qui relie le flux de chaleur  $\phi$  qui se crée dans le matériau et le gradient de température  $\overrightarrow{\text{grad}}T$  qui en est à l'origine :

7. On détaillera dans le paragraphe suivant les différents canaux de transfert de chaleur présents dans un matériau isolant.

$$\vec{\phi} = -\lambda \overrightarrow{\text{grad}} T \quad (1.1)$$

où  $\lambda$  désigne la conductivité thermique.

Le transfert de chaleur se fait par propagation de proche en proche des vibrations moléculaires ou atomiques, que ce soit dans un solide (on parle de *phonons* pour désigner les vibrations du réseau dans un cristal), dans un liquide ou dans un gaz. La conduction thermique supposant un transfert par agitation atomique ou moléculaire, elle nécessite un milieu matériel et ne peut donc pas avoir lieu dans le vide.

- ▷ la **convection thermique** est un échange thermique causé par un déplacement macroscopique de masses fluides. Par définition, ce type de transfert ne peut avoir lieu que dans les fluides : liquides et gaz. A l'origine de ces déplacements macroscopiques de masses fluides, il y a dans le cas de la convection naturelle<sup>8</sup> d'une part la différence de densité du fluide selon sa température (et éventuellement sa composition), d'autre part la gravité. Par exemple, dans une pièce chauffée par un convecteur près du sol, l'air chauffé par le radiateur va devenir moins dense et s'élever dans la pièce. Au contact du plafond et des murs, il va se refroidir et devenir ainsi plus dense. Ce faisant, il va retomber progressivement vers le sol. Il se forme ainsi des sortes de « boucles » de convection qui peuvent être visualisées en particulier dans un liquide — on les appelle alors cellules de Bénard — typiquement lorsque l'on fait chauffer un liquide dans une casserole. La convection naturelle se fait donc grâce à la force motrice de la poussée d'Archimède exercée sur des particules de fluide de températures et donc de masses volumiques différentes. Mais cette convection est par ailleurs freinée par deux effets diffusifs que sont la viscosité du fluide et la diffusion thermique qui tend à homogénéiser la température. Pour évaluer le rapport de force entre ces contributions, on considère le *nombre de Rayleigh*  $Ra$ . Il s'agit d'un nombre adimensionné qui compare la force motrice par poussée d'Archimède et les deux forces dissipatrices qui s'y opposent :

$$Ra = \frac{g\beta\Delta T L^3}{D\nu} \quad (1.2)$$

où  $g$  est l'accélération de pesanteur,  $\beta$  le coefficient de dilatation thermique<sup>9</sup>,  $\Delta T$  est une différence de température<sup>10</sup>,  $D$  est la diffusivité thermique du fluide et  $\nu$  sa viscosité cinématique. Si ce nombre de Rayleigh est élevé, alors le transfert thermique par convection domine. En revanche, s'il est faible, le transfert thermique par conduction sera prédominant. De manière usuelle, on considère une valeur seuil  $Ra_c$  qui dépend de la géométrie de la situation et des conditions aux limites du problème<sup>11</sup>.

- ▷ enfin, le transfert de chaleur peut se faire sans déplacement de matière, par **rayonnement électromagnétique**. En effet, tout corps à température non nulle voit les atomes et/ou molécules qui le constituent soumis à l'agitation thermique. Ces

---

8. Dans le cas de la convection forcée, une force motrice (pompe, ventilateur...) impose le mouvement de masse fluide.

9. Dans le cas d'un gaz parfait,  $\beta = 1/T$

10. De manière générale, la convection se produit quand l'air se réchauffe/se refroidit au contact d'une paroi chaude/froide, donc par exemple  $\Delta T = T_P - T_\infty$  où  $T_P$  est la température de la paroi et  $T_\infty$  la température du fluide à grande distance de la paroi, ou bien, si le fluide est compris entre deux parois,  $\Delta T = T_{P1} - T_{P2}$  où  $T_{P1}$  et  $T_{P2}$  sont les températures respectives des deux parois.

11. Il est ainsi possible de calculer que si les conditions aux limites sont deux plans rigides,  $Ra_c \simeq 1700$ . Dans un milieu poreux, cette limite est de  $Ra_c = 4\pi^2$  [159].

particules qui portent des charges peuvent, en s'agitant, être accélérées ou bien osciller autour de leur position d'équilibre. Dans les deux cas, l'accélération de charges ou l'oscillation de type dipolaire va générer un rayonnement électromagnétique. Ce rayonnement qui provient de l'agitation thermique des particules composant tout corps à température non nulle est appelé *rayonnement thermique*. Quelle que soit la température du système, de nombreux niveaux d'énergies sont excités. Ainsi le rayonnement thermique se produit sur une large gamme de longueurs d'onde, on dira donc que le rayonnement thermique est « large spectre ». Inversement, un corps peut *absorber* un rayonnement électromagnétique susceptible d'exciter ses propres niveaux d'énergie. Ce *rayonnement thermique* et son pendant l'*absorption thermique* sont ainsi le fruit d'une interaction matière-rayonnement.

Dans le cas particulier d'un corps noir<sup>12</sup> à l'équilibre thermodynamique, l'émission thermique — alors appelée rayonnement de corps noir — ne dépend que de la température de ce corps :

- la *loi de Stefan-Boltzmann* montre que l'excitance  $M$  d'un corps noir, qui est la puissance rayonnée par unité de surface dans un demi-espace libre, ne dépend que de la température  $T$  de ce corps :

$$M = \sigma T^4 \quad (1.3)$$

où  $\sigma$  est la constante de Stefan-Boltzmann<sup>13</sup>

- la *loi de Wien* donne la longueur d'onde du maximum d'émission thermique  $\lambda_{th}$  qui elle aussi ne dépend que de la température  $T$  du corps :

$$\lambda_{th} = \frac{hc}{4.9651 k_B T} = \frac{b}{T} \quad (1.4)$$

où  $h$  est la constante de Planck,  $c$  la vitesse de la lumière dans le vide et  $k_B$  la constante de Boltzmann. La constante de Wien  $b$  est définie par cette relation et vaut :  $b = 2.898 \cdot 10^{-3} \text{ m K}$

Comme nous l'avons vu dans le paragraphe précédent, les matériaux d'isolation sont des matériaux poreux constitués d'une phase solide en faible quantité permettant de piéger de l'air immobile — ou un autre gaz ou du vide — dans de petites cavités. Les différents canaux de propagation de la chaleur au sein de ces matériaux sont<sup>14</sup> :

- le transfert par **conduction dans la phase solide**, c'est à dire le transfert dans le réseau de fibres ou au sein de la structure de silice nanoporeuse ;
- le transfert par **conduction dans la phase gazeuse**, sous réserve que le matériau ne soit pas sous vide ;
- le **transfert radiatif**, essentiellement dans le gaz interstitiel, mais également au travers de la phase solide qui, dans le cas du verre, est semi-transparente et donc laisse partiellement passer le rayonnement thermique ;
- le transfert par **convection naturelle** est négligeable car la structuration du matériau ne permet pas la formation de cellules de convection.

---

12. Un corps noir est un cas idéal d'un corps matériel qui absorberait parfaitement la totalité du rayonnement électromagnétique incident.

13.  $\sigma \simeq 5.67 \cdot 10^{-8} \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-4}$

14. On trouvera en Fig. 1.6 une représentation schématique de ces différents transferts thermiques au sein d'une laine de verre.

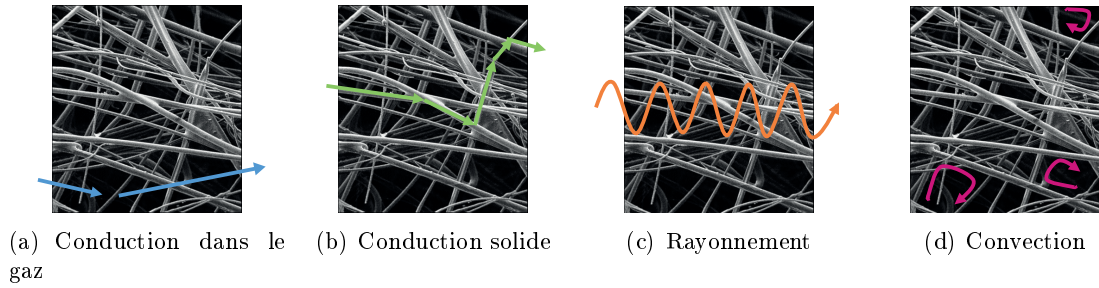


FIGURE 1.6 – Représentation schématique des différents canaux de transfert de chaleur au sein d'un matériau isolant (dans le cas présent, une laine de verre).

Toutes ces contributions au transfert global ont déjà été largement étudiées dans le cas d'isolants de natures variées (isolants fibreux : [100],[82],[80] ; mousses isolantes : [92],[133],[38] ; aérogels : [147],[73] ; VIP : [27]). L'objectif final consistant à diminuer au maximum la conductivité thermique « globale » de l'isolant, il faut parvenir à relier cette conductivité globale  $\lambda$  aux différentes contributions au transfert thermique citées ci-dessus. L'approche très largement utilisée consiste à modéliser la conductivité globale comme une conductivité effective  $\lambda_{eff}$  qui est la somme des conductivités thermiques des contributions. Il s'agit de l'approche additive, applicable pour les matériaux suffisamment légers<sup>15</sup> pour qu'il n'y ait pas de couplage entre les différents modes de transfert de chaleur. On peut ainsi écrire :

$$\lambda_{eff} = \lambda_{gaz} + \lambda_{solide} + \lambda_{radiatif} \quad (1.5)$$

où chaque contribution au transfert thermique se voit attribuer une conductivité équivalente (comme dans un modèle diffusif) :  $\lambda_{gaz}$  est la conductivité de la phase gazeuse<sup>16</sup>,  $\lambda_{solide}$  est la conductivité de la phase solide et  $\lambda_{radiatif}$  la conductivité relative au rayonnement. Ainsi, pour optimiser les performances globales d'un matériau isolant, il est possible d'étudier et d'optimiser indépendamment chaque contribution :

- la **convection** est la contribution la plus simple à éliminer dans la mesure où il suffit de fractionner suffisamment le matériau — ne laissant ainsi que des pores de faibles dimensions — pour que le transfert thermique par convection soit négligeable. En effet, dans des pores suffisamment petits, les cellules de convection ne peuvent pas se former (le nombre de Rayleigh est trop faible et la convection devient négligeable). A titre d'illustration, on représente en Fig. 1.7 l'évolution du nombre de Rayleigh (en bleu), calculé à température ambiante dans le cadre d'une cellule de dimension  $L$  remplie d'air, avec une différence de température de part et d'autre du pore de  $\Delta T = 5$  K, en fonction de la dimension de la cellule  $L$ . On a tracé en jaune le nombre de Rayleigh critique dans le cas d'une cellule entre deux plans rigides et en rouge celui calculé dans le cadre de milieux poreux. On se rend compte que dès que les pores ont des dimensions inférieures à 2.2 mm si  $Ra_c = 1700$  et 0.6  $\mu\text{m}$  si  $Ra_c = 4\pi$ , la convection peut absolument être négligée (en réalité, la différence de températures considérée ici est grande et cette dimension critique de taille de pores est probablement sous-estimée). On pourra donc raisonnablement considérer

15. Typiquement, « suffisamment léger » veut dire masse volumique inférieure à 150 kg/m<sup>3</sup>, voire même 200 kg/m<sup>3</sup>.

16. Cette conductivité contient en théorie le transfert par convection et le transfert par conduction dans la phase gazeuse. Cependant dans tous les isolants, la composante de convection est supprimée. Aussi les modèles de transferts thermiques dans les études existantes ne considèrent dans  $\lambda_{gaz}$  que le transfert par conduction dans la phase gazeuse.

que la convection est négligeable pour tous les isolants car leurs pores sont toujours inférieurs au millimètre.

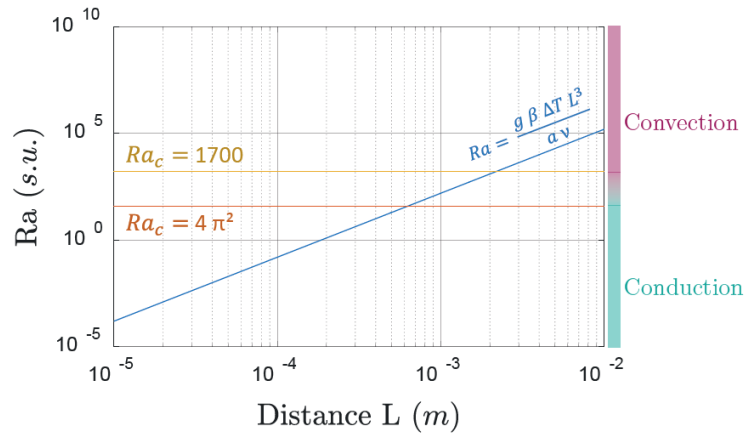


FIGURE 1.7 – Nombre de Rayleigh  $Ra$  en fonction de la taille caractéristique  $L$  du pore. La courbe, en bleu, est tracée en log-log et les valeurs critiques  $Ra_c$  sont également tracées : si l'on considère l'espace entre deux plans rigides (en jaune) et si l'on considère un milieu poreux (en rouge). Pour effectuer ce calcul de  $Ra = \frac{g\beta\Delta T L^3}{a\nu}$ , on a considéré  $\Delta T = 5$  K,  $\beta = 1/T_{amb}$ , et les valeurs  $a$  et  $\nu$  données pour l'air à  $T_{amb} = 300$  K. Lorsque  $Ra < Ra_c$ , les cellules de convection ne peuvent pas se former et la convection est donc négligeable. Lorsque  $Ra > Ra_c$ , des cellules de convection peuvent se former et le transfert thermique par convection est alors significatif.

- la **conduction dans le gaz** est déjà faible puisque la conductivité thermique de l'air est déjà très faible. Cependant, il est possible de l'optimiser davantage. La première option consiste à remplacer l'air soit par un gaz encore moins conducteur<sup>17</sup> (cf. tableau 1.8 de comparaison des conductivités thermiques de certains gaz), soit, idéalement, en remplaçant tout le gaz par du vide comme on essaie de le faire dans les VIP.

Gaz	Conductivité thermique $\lambda$ (mW · m <sup>-1</sup> · K <sup>-1</sup> )
<b>Air</b>	<b>25.99</b> (à 25°C)
Diazote, $N_2$	25.86 (à 25°C)
Argon, $Ar$	16.11 (à 25°C)
Dioxyde de carbone, $CO_2$	16.46 (à 25°C)

FIGURE 1.8 – Table des conductivités thermiques de quelques gaz utilisés pour des applications isolantes (valeurs calculées d'après [97]).

La deuxième option consiste à réduire la taille des pores de sorte de se placer dans le régime de diffusion de Knudsen. Ce régime apparaît lorsque la taille caractéristique des pores devient du même ordre de grandeur que le libre parcours moyen des molécules d'air  $\Lambda$ . Dans ce cas, la probabilité est forte que les molécules d'air entrent directement en collision avec les parois du pore plutôt qu'entre elles. Or les collisions

<sup>17</sup> Remarquons que le remplacement du gaz isolant est une pratique courante : les fenêtres en double-vitrages sont désormais très souvent remplies d'un gaz inerte tel que l'argon ou le krypton, et les pores formés dans la mousse de polyuréthane sont remplis du  $CO_2$  créé lors de la réaction responsable de l'expansion de la mousse.

entre une molécule de gaz et une paroi sont des collisions quasi-élastiques qui transfèrent moins d'énergie que dans le cas de collisions entre deux molécules de gaz. Dans ce régime, la conductivité thermique du gaz  $\lambda_g$  s'écrit comme suit ([18]) :

$$\lambda_g = \frac{\lambda_{g0}}{1 + 2\beta_p \text{Kn}} \quad (1.6)$$

où  $\lambda_{g0}$  est la conductivité thermique du gaz en espace libre,  $\beta_p$  est une constante caractérisant l'efficacité du transfert d'énergie à la paroi (elle est comprise entre 1.5 et 2 et dépend de la nature du gaz, de la paroi solide et de la température), et  $\text{Kn}$  est le nombre de Knudsen qui compare le libre parcours moyen  $\Lambda$  des molécules d'air<sup>18</sup> à la dimension caractéristique  $d$  du pore :

$$\text{Kn} = \frac{\Lambda}{d} \quad (1.7)$$

On voit ainsi que la diminution de la taille des pores dans le matériau isolant entraîne directement une chute de la conductivité thermique du gaz et donc une chute de la conduction dans la phase gazeuse<sup>19</sup>.

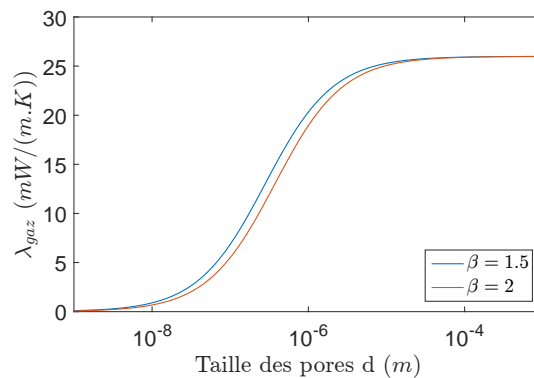


FIGURE 1.9 – Courbe d'évolution de la conductivité thermique de l'air interstitiel  $\lambda_{gaz}$  en fonction de la taille caractéristique des pores  $d$ , d'après le modèle de Knudsen de l'équation 1.6, à  $T = 25^\circ\text{C}$ .

- le **rayonnement** peut être limité en intégrant au matériau des particules absorbantes ou réfléchissantes, appelées « opacifiants ». L'objectif est de rendre l'isolant opaque<sup>20</sup> au rayonnement infrarouge, c'est-à-dire bloquer le rayonnement infrarouge, en particulier dans la gamme de longueurs d'ondes  $\lambda < 8 \mu\text{m}$  qui est une fenêtre de transparence de la silice (on trouvera en Fig. 1.10 la courbe représentant la profondeur de pénétration<sup>21</sup> des ondes dans le verre dans le domaine du moyen infrarouge).

18. On trouvera le calcul pour estimer le libre parcours moyen  $\Lambda$  des molécules d'air dans les conditions ambiantes en partie II, §1.3.1. On verra que  $\Lambda = 93 \text{ nm}$  à température ambiante.

19. C'est entre autre cette propriété qui est exploitée dans le cas des aérogels et qui leur permet d'atteindre de très basses conductivités thermiques

20. On souhaite rendre l'isolant *optiquement épais*, c'est-à-dire rendre le libre parcours moyen des photons plus petit que l'épaisseur du matériau. En pratique, on calcule couramment le coefficient d'extinction  $\sigma_e$  qui est l'inverse du libre parcours moyen des photons. Pour limiter le transfert thermique par rayonnement dans le matériau, il faudra donc parvenir à un grand coefficient d'extinction.

21. La profondeur de pénétration  $\delta$  illustre la distance sur laquelle une onde à une longueur d'onde donnée est capable de traverser un matériau donné. On verra en partie III, § 1.1.1 que cette profondeur

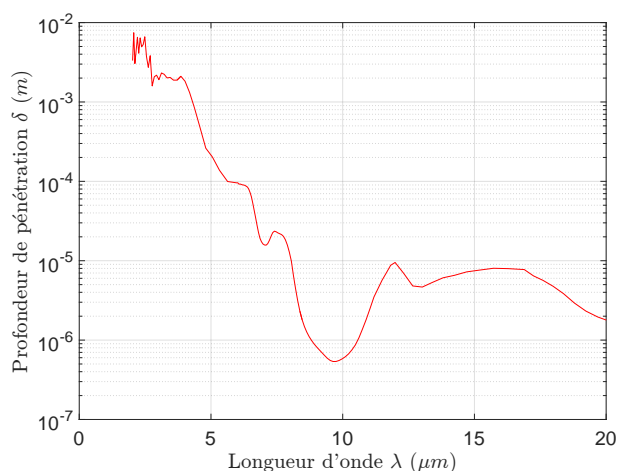


FIGURE 1.10 – Profondeur de pénétration  $\delta$  du rayonnement infrarouge moyen dans notre verre de référence en fonction de la longueur d’onde  $\lambda$  du rayonnement. Lorsque  $\lambda < 8\mu\text{m}$ , la profondeur de pénétration des ondes dans le verre dépasse la dizaine de microns qui est l’ordre de grandeur maximum des composants élémentaires des isolants à base de verre. Les isolants deviennent donc transparents dans cette gamme de longueur d’onde.

L’idée consiste donc à intégrer au sein de l’isolant un matériau absorbant (ou réfléchissant) dans cette gamme de longueurs d’ondes. En pratique, il s’agit d’introduire dans l’isolant des particules métalliques réfléchissantes ([101]), de couvrir les particules de silice ou fibres de verre par un revêtement métallique extrêmement fin ([122], [176] - cf. Fig. 1.11(a)), ou bien de disperser une certaine fraction massique de particules absorbantes dans la matrice solide ([93] - cf. Fig. 1.11(b)). Cette pratique, qui a émergé assez tôt, s’avère très efficace, en particulier dans le cas des super-isolants (aérogels, VIPs) qui ont déjà d’excellentes performances concernant les autres canaux de transfert thermique et pour lesquels l’optimisation du canal radiatif constitue un enjeu important.

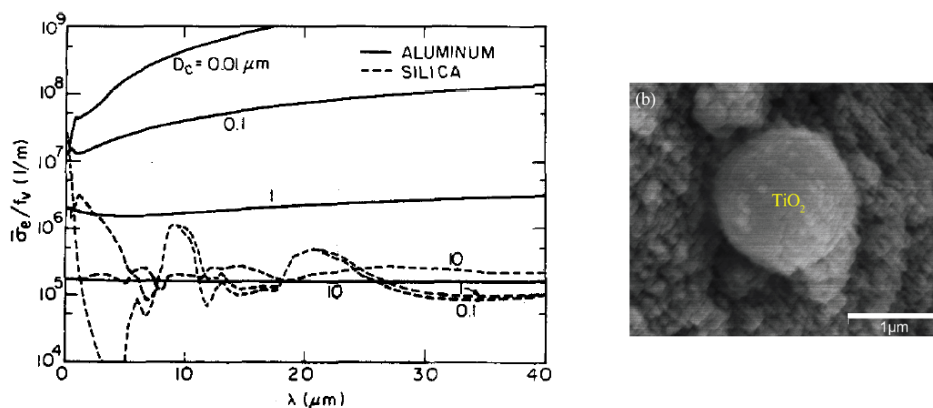
- la **conduction dans la phase solide** est optimisée en utilisant des matériaux faiblement conducteurs du point de vue thermique. Toutefois, des contraintes de coûts ou de production peuvent restreindre le choix du matériau faiblement conducteur de la phase solide. Le verre est à ce titre un excellent compromis car il a une conductivité thermique relativement basse tout en étant un matériau facile à produire à bas coût, issu de matières premières largement abondantes et pouvant même exploiter de la matière issue du recyclage. Le vrai levier sur lequel il sera possible de jouer pour optimiser le canal de transfert thermique par conduction dans la phase solide sera de diminuer la densité de cette phase : plus le matériau final sera constitué d’air, de gaz ou de vide, plus il isolera. Il faut donc diminuer la proportion de phase solide au maximum, tout en conservant suffisamment de phase solide pour garantir une bonne tenue mécanique du matériau<sup>22</sup>.

---

de pénétration peut s’obtenir à partir de la partie imaginaire  $n_2$  de l’indice de réfraction complexe du matériau :

$$\delta = \frac{\lambda}{4\pi n_2}$$

22. Pour l’industrie des isolants, la difficulté consiste à améliorer les performances thermiques des ma-



(a) Comparaison des coefficients d'extinction moyens  $\bar{\sigma}_e$ , d'après [176]. Le coefficient d'extinction moyen est représenté rapporté à la fraction volumique  $f_v$  dans le cas de fibres de silice brutes (courbes pointillées) et dans le cas de fibres de silice métallisées par de l'aluminium (courbes en trait plein). Les données sont représentées pour différents diamètres de fibres  $D_c$ .

(b) Image MEB d'une particule opacifiante de  $\text{TiO}_2$  dans un aérogel de silice, d'après [185].

FIGURE 1.11 – Illustration des performances de l'ajout d'agents opacifiants dans un milieu isolant pour limiter le transfert radiatif (a) et image d'une particule opacifiante (b).

- Par exemple, dans le cas d'un matériau fibreux (comme c'est le cas pour la laine de verre que nous avons plus particulièrement étudiée), on peut utiliser le modèle développé par Kwon *et al.* [94]<sup>23</sup> pour observer l'évolution de la conductivité thermique de la phase solide en fonction de la densité (cf. Fig. 1.12). On observe effectivement que plus la densité de matière solide est faible, plus le matériau est isolant.
- Dans le cas particulier des aérogels, la conductivité de la phase solide est très basse en raison du très fort taux de porosité dans la matière. Toutefois, le seul argument de la porosité ne peut suffire à expliquer la faible valeur de la conductivité solide [27]. Certains aspects de l'arrangements des nanoparticules comme la tortuosité, ou des constriction au niveau du contact entre particules<sup>24</sup> doivent être pris en compte pour modéliser de manière plus réaliste et plus juste le transfert par conduction solide (c'est ce qui est fait dans la référence [156] par exemple dans laquelle une structure fractale a été construite).

S'il est tentant d'adopter cette démarche consistant à optimiser indépendamment toutes les contributions au transfert thermique, il faut cependant rester vigilant car ces différentes participations ne sont en général pas strictement indépendantes les unes des autres. Par exemple, on comprend facilement au regard de ce qui a été précédemment écrit que la diminution de la densité de solide risque de se faire au détriment d'autres facteurs comme

tériaux tout en répondant à l'ensemble des critères du cahier des charges. En particulier, la question du maintien à la verticale et dans la durée de panneaux d'isolants ne peut se faire que si la structure du matériau assure une bonne tenue mécanique, ce qui va *a priori* dans le sens d'un matériau plutôt dense et cohésif. Un enjeu important est donc de trouver le compromis idéal permettant de concilier d'excellentes performances thermiques tout en répondant aux exigences mécaniques du cahier des charges.

23. Notons que dans cet article, les auteurs étudient des modèles analytiques des canaux de transfert thermique dans les VIP et ce, pour différentes structures du cœur de VIP (poudre, mousse ou fibres)

24. On introduira plus en détails la problématique du contact dans le paragraphe suivant.

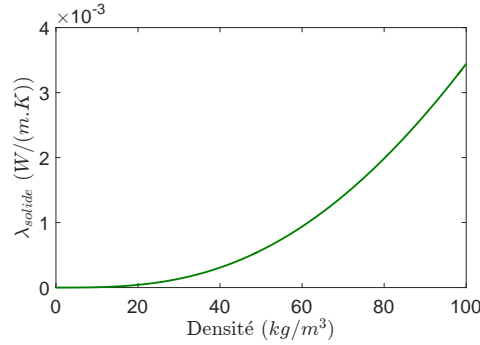
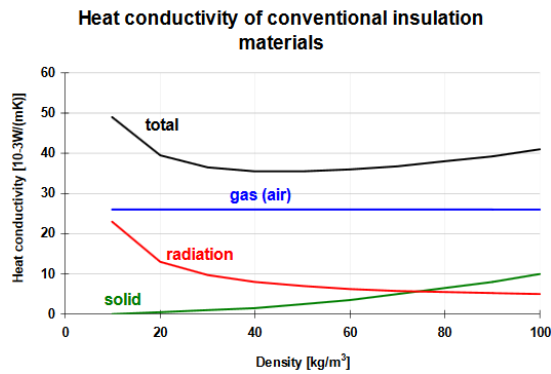


FIGURE 1.12 – Courbe d’évolution de la conductivité thermique de la phase solide  $\lambda_{solide}$  en fonction de la densité de verre dans un isolant fibreux, d’après le modèle établi dans [94].

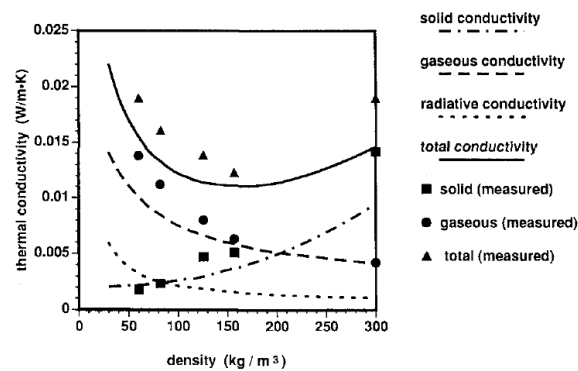
le souci de produire un matériau finement divisé (pour éviter la convection) avec des pores de petite taille (pour limiter la conduction dans le gaz). Par ailleurs, une trop faible densité de matière solide entrainerait une augmentation du transfert par rayonnement dans les pores. On trouvera en Fig. 1.13 l’évolution des différentes contributions (conduction solide, conduction gazeuse, rayonnement) à la conductivité thermique totale en fonction de la densité du matériau : dans un isolant de type laine de verre (Fig. 1.13(a)) et dans un aérogel (Fig. 1.13(b)). De même, si l’on souhaite par exemple ajouter des particules opacifiantes pour limiter le rayonnement, il faut prendre en compte que ces particules sont de meilleurs conducteurs thermiques que la structure isolante. En cherchant à limiter le transfert par rayonnement, on risque donc d’augmenter la conduction dans la phase solide. En pratique, il s’agira de déterminer la proportion optimale de particules opacifiantes pour parvenir à la conductivité thermique globale minimale. Cette étude a été faite dans le cas d’un aérogel de silice contenant des particules de carbone [186]. La courbe permettant de déterminer la composition optimale est reprise en Fig. 1.14.

Pour optimiser la conductivité thermique d’un matériau isolant, il faut donc considérer l’ensemble des contributions au transfert thermique car elles ne sont pas indépendantes les unes des autres. En pratique, les approches mêlent mesures expérimentales macroscopiques, dont les conditions expérimentales permettent si possible de découpler quelques contributions au transfert thermique (mesures de conductivité sous vide pour supprimer la conduction dans le gaz, étude en fonction de la température car les dépendances en température du transfert radiatif et du transfert conductif différent, ce qui permet de les découpler), et des modèles théoriques, dont la plupart sont basés sur des approches semi-empiriques. Les travaux de recherche dans ce domaine sont très actifs compte tenu des enjeux importants sous-jacents notamment en matière d’économie d’énergie. En particulier, les études théoriques des différentes contributions au transfert thermiques sont l’objet de nombreux travaux, même récents<sup>25</sup>, ce qui montre à la fois l’intérêt très concret que présente l’optimisation des propriétés isolantes dans les matériaux d’isolation, mais aussi l’enjeu « scientifique » de compréhension fine des phénomènes de transport thermique qui ont lieu dans ces structures complexes.

25. Par exemple, une modélisation théorique du transfert radiatif dans les aérogels opacifiés considérant cette fois-ci des interactions entre nanoparticules d’aérogel et particules opacifiantes au lieu de considérer indépendamment leurs coefficients d’extinction respectifs. [185]



(a) Dans un isolant conventionnel type laine de verre - d'après [154]



(b) Dans un aérogel - d'après [73]

FIGURE 1.13 – Représentation de l'évolution des différentes contributions à la conductivité thermique (par conduction solide, gazeuse et par rayonnement) à la conductivité thermique totale de l'isolant en fonction de la densité du matériau. On a représenté des figures extraites de la littérature concernant un isolant conventionnel, par exemple une laine de verre (a) et un aérogel (b).

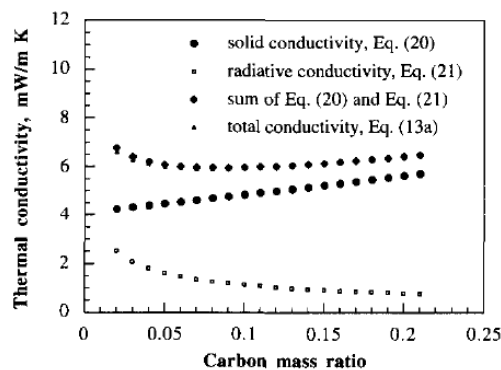


FIGURE 1.14 – Courbe représentant la conductivité thermique totale, par conduction solide et par transfert radiatif dans un aérogel de silice en fonction de la fraction massique de particules opacifiantes de carbone contenues dans cet aérogel, d'après [186].

### 1.3 Le contact et ses spécificités

Les matériaux isolants sont donc constitués d'un réseau solide complexe désordonné encapsulant des poches d'air (ou de vide). Ce réseau est formé par des micro-éléments que sont les fibres de verre et les nano-particules de silice dans le cas des laines de verre et VIPs. Les nœuds du réseau se créent lorsqu'au moins deux de ces éléments sont « en contact » l'un avec l'autre. Si nous avons vu comment étudier les contributions au transfert thermique global, le transfert thermique au niveau du contact n'a pas encore été évoqué. Pourtant, la part de transfert thermique qui a lieu aux contacts peut s'avérer être un paramètre important influençant en particulier la conduction dans la phase solide. La compréhension de ce transfert thermique au niveau des contacts, bien qu'essentielle, n'a cependant pas fait l'objet de nombreuses études jusqu'à présent dans le cas des isolants thermiques. Dans ce paragraphe, nous allons aborder la question du contact qui présente quelques spécificités lorsqu'il s'agit d'étudier le transfert thermique à cette échelle. Toutefois, notons bien que sous cette situation désignée par le terme de « contact », on décrit en fait une réalité plus large : dans cette étude, nous nommerons « contact » la situation où des micro-éléments constitutifs des isolants sont physiquement en contact l'un avec l'autre, c'est-à-dire qu'ils se touchent, mais nous désignerons également la situation plus générale où ces éléments se trouvent à très courte distance l'un de l'autre, sans toutefois se toucher. Cette définition n'est pas sans fondements car, lorsque deux éléments sont distants mais que la distance qui les sépare est inférieure à la longueur d'onde d'intérêt, les comportements physiques deviennent tout à fait singuliers, comme on le verra ci-après.

#### 1.3.1 Contact « réel »

Commençons donc par discuter du cas où des micro-éléments sont en contact *physique* l'un avec l'autre. En pratique, nous considérerons toujours le cas le plus simple d'un contact entre deux micro-éléments pour simplifier le problème. Nous assimilerons par ailleurs les fibres de verre à des cylindres et les nanoparticules de silice à des sphères. La figure 1.15 illustre différentes façons de représenter le contact entre deux sphères. Dans l'hypothèse d'un système géométriquement parfait, il serait tentant de représenter le contact entre deux sphères comme ponctuel, comme indiqué en Fig. 1.15(a). Entre deux cylindres, le contact serait soit ponctuel si les cylindres se croisent, soit linéaire s'ils sont parallèles. Cette vision simplifie naturellement les modélisations d'ensemble. Pour autant, ce n'est pas une représentation très fidèle à la réalité du contact. Tout d'abord, il se peut que les deux solides mis en contact l'un avec l'autre soient déformables de sorte que le contact ne sera pas ponctuel à cause de la déformation créée par la mise en contact des objets qui peut être décrite dans le modèle de Hertz<sup>26</sup> (Fig. 1.15(b)). D'autre part, si l'on regarde ce contact à l'échelle microscopique, on constate que la surface des deux solides n'est pas rigoureusement lisse mais présente des aspérités. Pour en tenir compte, il faudra en réalité prendre en considération tous les contacts entre ces aspérités (Fig. 1.15(c)). C'est ce qu'ont fait par exemple Spagnol *et al.* dans [157] en modélisant la surface de particules de silice dans un aérogel par une structure fractale en flocons de Von Koch. Enfin, et c'est particulièrement vrai dans le cas des isolants avec liant, il peut y avoir une substance à

---

26. On parle en général de *contact de Hertz* pour désigner un contact entre deux solides — typiquement deux sphères — dont la mise en contact engendre des déformations. Cette déformation dépend de la contrainte appliquée mais aussi du module d'élasticité du matériau. Concrètement, dans le cas de deux sphères, la surface de contact sera typiquement un disque de rayon  $a$  donné par  $a^2 = R \cdot e$  où  $R$  est le rayon des sphères et  $e$  est l'enfoncement de la sphère. Or comme cet enfoncement dépend de la force  $F$  appliquée en  $e \propto F^{2/3}$ , il vient que le rayon du disque de contact dépend de la force  $F$  en  $a \propto F^{1/3}$ .

l'interface entre les deux solides : présence de liant à l'échelle macroscopique quand il y en a, ou même présence d'un ménisque d'eau à l'échelle microscopique (l'humidité ambiante se condense dans les aspérités) en cas d'absence de liant lorsque le matériau est sous conditions ambiantes (Fig. 1.15(d)). Au regard de cette réalité, on peut facilement imaginer que la modélisation du transfert thermique dans la phase solide puisse être impactée par ce qui peut sembler être de simples détails : la déformation et les micro-contacts entre aspérités modifient en effet largement la surface de contact effective à prendre en compte pour le transfert de chaleur. Quant au liant ou à l'eau présents à l'interface entre deux solides, ces deux substances conduisent mieux la chaleur que l'air (conductivité thermique  $\lambda$  plus élevée), et leur présence influence sans aucun doute le transfert thermique dans la phase solide.

Tous ces aspects du transfert thermique au niveau du contact ont été étudiés avec précision dans le cas du contact entre l'extrémité d'une sonde SThM<sup>27</sup> et la surface d'un échantillon [153], [98]. Dans ces deux études, la même démarche est adoptée : le transfert thermique au niveau du contact est considéré selon différents canaux en parallèle (canal radiatif, canal par conduction dans l'air, canal par conduction solide au niveau des constriction et canal par transfert via le ménisque de liquide formé par condensation de l'humidité ambiante). Des expériences sont confrontées à des modèles simples de conduction pour aboutir à des valeurs de conductances thermique correspondant à chaque canal de transfert. Ces articles seront étudiés plus en détail en Partie II, § 1.5. Notons par ailleurs que d'autres études plus récentes adressent également la question du transfert thermique dans cette géométrie pointe-plan sous vide [132] ou sous air [125] ou bien traitent du transfert thermique au travers d'une interface rugueuse [131], [64], démontrant ainsi l'actualité du sujet.

En ce qui concerne les matériaux isolants, ces aspects du contact ont été étudiés dans le cadre d'études globales et donc de systèmes multicontacts, en particulier dans l'étude de Coquard *et al.* ([39]). Avant lui, Caps et Fricke [31] avaient déjà démontré expérimentalement que la conductivité thermique dans la phase solide dépendait de la pression exercée  $P_{load}$  sur le matelas isolant<sup>28</sup> selon la relation :

$$\lambda_{solide} \propto P_{load}^{0.56} \simeq \sqrt{P_{load}}$$

Notons que comme il s'agissait de mesures globales, l'effet de la pression est de produire une modification de l'agencement interne du milieu complexe que forme l'isolant thermique. Coquard *et al.* calculent quant à eux la conductivité thermique effective<sup>29</sup> d'une silice nanoporeuse en fonction du diamètre du disque  $d_c$  de contact entre particules de silice (cf. courbes en pointillés sur Fig. 1.17). Lorsque la surface de contact augmente, la conductivité thermique augmente également. Mais Coquard et ses collègues étudient également l'influence de l'humidité sur la conductivité thermique effective. En effet, la silice nanoporeuse est très hydrophile et offre une surface spécifique importante liée à sa nature extrêmement divisée. L'adsorption de l'eau par la silice est donc un paramètre à étudier, car la formation d'un ménisque d'eau à l'interface augmente la surface de contact. Des

---

27. SThM : *Scanning Thermal Microscope*, il s'agit d'un dispositif ressemblant à un microscope à force atomique, à la différence près que la sonde est munie d'un senseur thermique (ou d'une thermorésistance) permettant la mesure locale de température (et le chauffage local d'un substrat dans le cas d'une thermorésistance). Nous décrirons plus en détail le SThM dans les parties suivantes (Partie I, § 2.3.2 et Partie II, § 2.1.3).

28. Dans ce cas il s'agissait de silice précipitée avec ajout de SiC comme opacifiant.

29. La conductivité thermique effective peut être comprise comme la conductivité thermique globale, totale, du matériau. Elle tient compte de l'ensemble des canaux de transfert thermique auxquels on attribue une conductivité thermique propre ( $\lambda_{solide}$ ,  $\lambda_{gaz}$ ... cf. éq. 1.5).

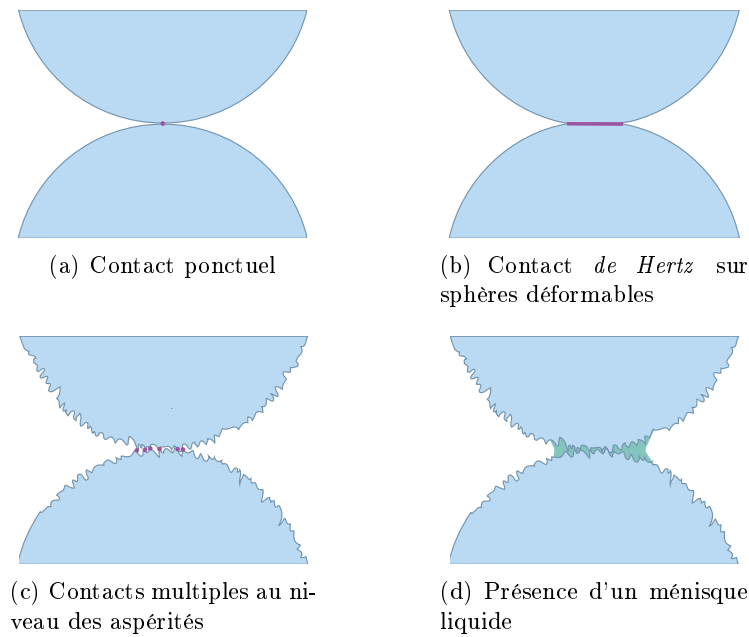


FIGURE 1.15 – Représentation schématique du contact entre deux sphères : tel qu’il est considéré dans l’hypothèse très simplificatrice de sphères dures, parfaites et indéformables, ce qui conduit à un contact ponctuel (a), en considérant une éventuelle déformation des solides en contact (b), en tenant compte des micro-aspérités qui forment en réalité une multitude de contacts (c) et enfin en présence d’un ménisque liquide ou solidifié (eau ou colle) à l’interface entre les solides (d). Dans les trois premiers cas, on a symbolisé en violet la zone effectivement en contact pour mettre en évidence la différence d’aire de contact selon les situations.

études expérimentales sur l’influence de la fraction d’eau présente dans ce genre de matériau ont été menées auparavant ([142] et [150]) et avaient déjà conclu à un modèle de conductivité thermique tenant compte d’une correction liée à la présence d’humidité. Coquard *et al.* intègrent donc une étude en fonction du taux en eau dans leurs simulations, et ils distinguent deux situations selon la localisation de l’eau : l’une où l’eau forme un ménisque à l’interface entre les particules, l’autre où l’eau se condense sur toute surface en silice accessible, formant ainsi une pellicule d’eau (cf. Fig. 1.16). Les courbes en trait continu dans la Fig. 1.17 montrent que la présence d’eau, quelle que soit sa répartition, augmente significativement la conductivité thermique effective. Même en faible quantité, l’eau peut former des ménisques au niveau des contacts et ces ménisques vont jusqu’à rapidement doubler la conductivité effective puisque l’augmentation pour une faible fraction d’eau est de  $\Delta k_{eff} \sim 20 \text{ mW m}^{-1}\text{K}^{-1}$  pour une conductivité thermique du matériau sec qui est du même ordre. La présence d’eau détériore donc largement les propriétés isolantes de ces matériaux.

La surface réelle de contact (dépendant du matériau et de son état de surface) ainsi que la présence éventuelle d’eau ou de toute autre substance à l’interface entre des particules solides constituant l’isolant sont donc des paramètres qui influenceront directement et de façon tout à fait déterminante la conductivité solide du matériau et par conséquent, l’efficacité de ses propriétés isolantes. Il est donc crucial d’étudier finement ces contacts.

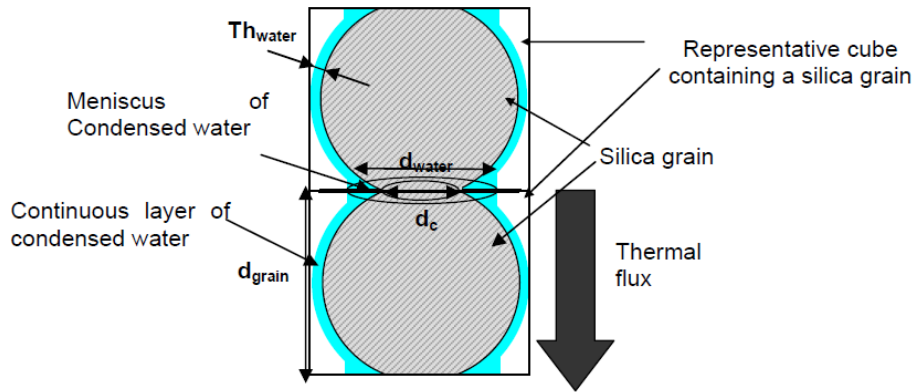


FIGURE 1.16 – Schéma représentant le contact entre deux nanoparticules de silice en présence d'un film d'eau et ménisque au niveau du contact qui n'est pas ponctuel mais a un diamètre  $d_c$ , d'après [39].

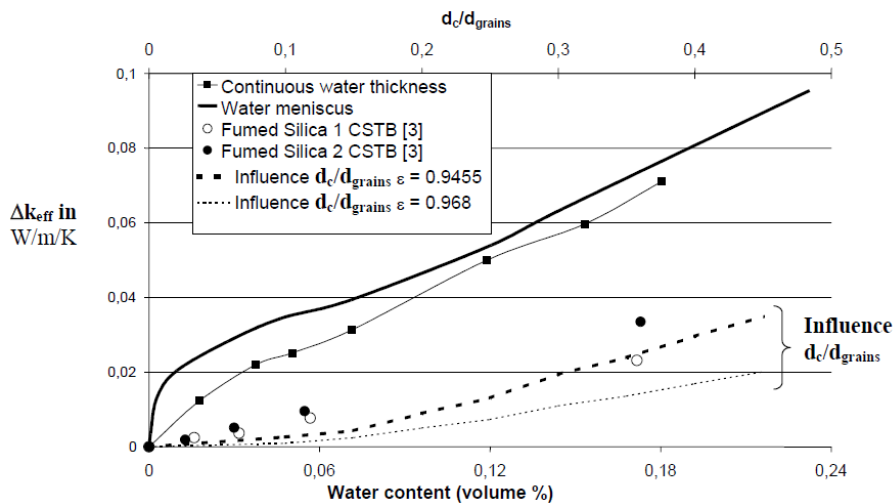


FIGURE 1.17 – Figure, d'après [39], montrant l'augmentation  $\Delta k_{eff}$  de la conductivité thermique effective d'une silice nanoporeuse en fonction :

- du diamètre des contacts  $d_c$  (traits discontinus). Les calculs sont faits pour deux porosités de silice  $\varepsilon$  différentes.
- de l'humidité *i.e.* de la fraction volumique en eau (traits continus)

Le diamètre des grains est constant et vaut  $d_g = 10$  nm, et les calculs sont faits sous conditions de pression atmosphérique.

### 1.3.2 Contact de « proximité »

Lorsque deux particules se trouvent à très courte distance l'une de l'autre mais ne se touchent pas physiquement, le transfert thermique entre elles peut se faire soit par conduction dans le gaz interstitiel, soit par rayonnement.

#### Cas de la conduction en phase gazeuse

On a vu dans le paragraphe précédent que la conduction dans le gaz entre deux parois distantes l'une de l'autre d'une distance comparable au libre parcours moyen des molécules

d'air pouvait décroître car l'on se trouve dans le régime de Knudsen. Comme on le verra en partie II § 1.3.1, ce régime de conduction dans l'air pour un nombre de Knudsen  $Kn \leq 1$  est aussi appelé régime *ballistique* car il correspond à la situation où les molécules de gaz transitent directement d'une paroi à l'autre sans rencontrer de collision. Dans ce régime spécifique, le coefficient de transfert thermique  $h$ <sup>30</sup> est indépendant de la distance séparant les deux objets [171].

## Cas du rayonnement

Le cas du rayonnement thermique entre deux objets situés à courte distance l'un de l'autre présente également quelque spécificité. En effet, on a vu précédemment que l'agitation thermique au sein du matériau à température non nulle entraînait une fluctuation de charges qui engendre un rayonnement électromagnétique. A l'échelle macroscopique, c'est-à-dire lorsqu'il est mesuré à des distances supérieures à la longueur d'onde thermique exprimée par la loi de Wien<sup>31</sup>, ce rayonnement large spectre observable est le produit de l'émissivité  $\varepsilon$  (comprise entre 0 et 1) et de l'intensité de rayonnement du corps noir, donné par la loi de Planck<sup>32</sup>. Dans ces conditions, son spectre ne dépend pas de la distance à la surface qui rayonne. Il est important de noter cependant que l'émission thermique que l'on parvient à détecter ne représente pas l'intégralité du champ émis par un objet à température non nulle. En effet, seule une partie du rayonnement peut se propager sur de grandes distances (on parle à juste titre de *champ propagatif* ou *champ lointain*) tandis qu'une partie du rayonnement décroît très rapidement, de manière exponentielle, à mesure que la distance à l'interface augmente. Ce rayonnement évanescence reste de ce fait confiné très proche de la surface, dans une zone appelée *champ proche*<sup>33</sup> — cf. Fig 1.18. La distance caractéristique de décroissance de ces ondes évanescences est de l'ordre de la longueur d'onde du rayonnement, soit environ  $10\mu\text{m}$  pour un matériau à température ambiante.

Les instruments standards de détection (microscope optique dans le visible, caméra infrarouge dans l'IR, détecteur THz etc.) sont toujours placés à grande distance<sup>34</sup> de l'échantillon et ils permettent alors de ne détecter **que** le champ propagatif. La partie évanescence du champ, qui ne se propage pas, ne peut être mise en évidence que par des moyens détournés consistant à convertir le champ proche en champ propagatif, par exemple en plaçant un petit diffuseur dans le champ proche. Ce diffuseur va pouvoir rayonner ce champ en champ lointain et ainsi le rendre détectable. Cette astuce a permis d'obtenir des images et des spectres super-résolus avec la technique dite de microscopie optique de champ proche (acronyme anglais SNOM<sup>35</sup>, cf. Annexe B pour plus de détails). Ce que l'on détecte grâce aux sondes de champ proche est alors la somme de la composante « usuelle » de champ lointain et de la composante de champ proche. Cette approche nécessite généralement une excitation extérieure du champ électromagnétique. Dans le cas particulier de l'émission thermique, il est possible d'adapter le concept du SNOM à un fonctionnement sans source extérieure, l'échantillon à température non nulle étant lui-même source d'émission

30. Le coefficient de transfert thermique  $h$  s'exprime comme  $h = \frac{\varphi}{\Delta T}$ , où  $\varphi$  est le flux thermique par unité de surface et  $\Delta T$  la différence de température.

31. Cf. éq. 1.4. A température ambiante,  $\lambda_{th} \simeq 10\mu\text{m}$ .

32. Davantage de détails à ce sujet sont donnés dans le chapitre suivant, § 2.1

33. Pour une approche plus calculatoire de cette distinction champ proche / champ lointain, le lecteur trouvera en Annexe A la décomposition en ondes plane du champ rayonné

34. Grande distance signifie ici : distance  $d \gg \lambda$ ,  $\lambda$  étant la longueur d'onde d'émission.

35. SNOM : *Scanning Near-field Optical Microscopy*

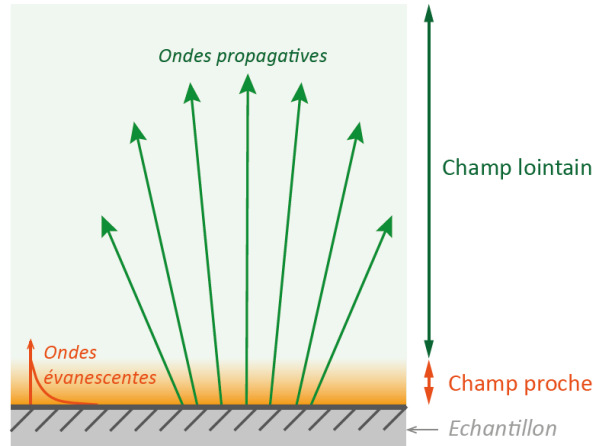


FIGURE 1.18 – Illustration des zones de champ proche et de champ lointain du rayonnement d’un échantillon. La zone de confinement des ondes évanescentes est typiquement de l’ordre de la longueur d’onde du rayonnement. Dans le cadre de l’émission thermique, cette distance est donc de l’ordre de la longueur d’onde thermique  $\lambda_{th}$ , soit environ  $10\ \mu\text{m}$  à température ambiante.

thermique [43].

Si deux objets se trouvent à une distance inférieure à la longueur caractéristique de décroissance des ondes évanescentes, alors ces deux objets voient leurs zones de champ proche s’interpénétrer. Dans cette configuration, il peut y avoir un canal supplémentaire de transfert thermique que l’on peut voir comme un transfert par effet tunnel des photons de champ proche, cf. Fig. 1.19. Ce phénomène dit de *Radiative Photon Tunneling* a d’abord été observé dans les années 1960 [70], puis largement étudié théoriquement, en géométrie plan/plan, sphère/plan puis sphère/sphère ([137], [127], [169], [48], [116]). Il a par ailleurs été démontré ([112], [113], [170]) que ce transfert thermique par rayonnement de champ proche pouvait être encore largement accru dans le cas de matériaux susceptibles de supporter des ondes de surface appelées polaritons de surface<sup>36</sup>. Il s’agit d’ondes électromagnétiques se propageant à une interface et dont l’amplitude décroît exponentiellement à mesure que l’on s’éloigne de cette interface (de part et d’autre de l’interface). Ces modes d’interface sont résonnants et ne peuvent exister entre un matériau de permittivité diélectrique  $\epsilon$  et le vide (ou l’air) qu’à la condition que  $\epsilon < -1$  dans le cas d’une interface plane. Parmi ces ondes de surface, il y a les *plasmons polaritons de surface* qui sont supportés par les métaux, mais dont les résonances (lorsque  $\text{Re}(\epsilon) = -1$ ) ne sont généralement excitées que dans le domaine visible ou proche UV (elles ne pourront donc pas être excitées thermiquement à température ambiante), et les *phonons polaritons de surface*<sup>37</sup> qui apparaissent à la surface de matériaux diélectriques polaires et sont excités dans le domaine infrarouge. Les phonons polaritons de surface naissent de l’interaction entre les phonons du réseau et le champ électrique créé par les oscillations de charges dans le matériau polaire. En pratique, on trouvera des phonons polaritons de surface dans l’infrarouge sur le verre ( $\text{SiO}_2$ ), le carbure de silicium ( $\text{SiC}$ ) et les semiconducteurs II-VI et III-V. Le cas des matériaux isolants à base de verre s’inscrit parfaitement dans ce cadre puisque ses éléments constitutifs en  $\text{SiO}_2$  sont susceptibles de supporter des phonons polaritons de surface [168], [60],

36. Pour plus de détails au sujet de ces ondes de surface, on pourra se reporter aux travaux de thèse suivants [111], [168].

37. On les appellera SPhP pour l’acronyme anglais *Surface Phonon Polariton*.

et ceux-ci peuvent augmenter de plusieurs ordres de grandeur le transfert thermique par radiation tunnel de photons — sous réserve que la distance qui les sépare soit inférieure à la longueur d’onde thermique.

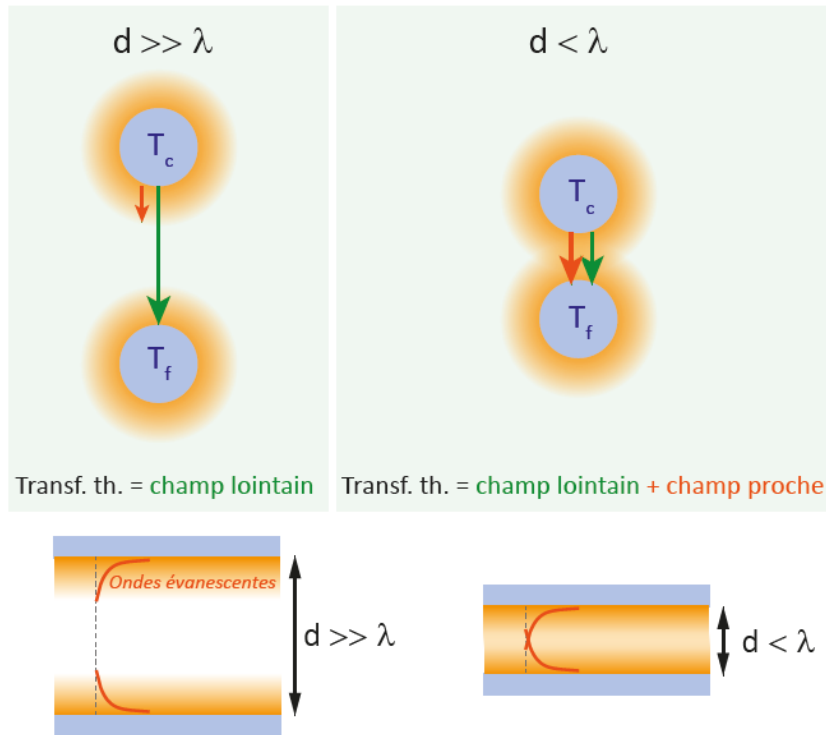


FIGURE 1.19 – Illustration du couplage de champ proche qui peut contribuer au transfert thermique entre deux objets situés à très courte distance ( $d < \lambda$ ) l’un de l’autre.

Expérimentalement, il est difficile de mettre en évidence le transfert thermique de champ proche car il a lieu dans un régime de très courtes distances, en dessous de quelques micromètres typiquement. Les contraintes géométriques sont telles et l’amplitude des signaux à détecter est si faible que les expériences sont extrêmement ardues. Pour permettre de mesurer l’augmentation du transfert thermique par rayonnement de champ proche attendue lorsque la distance inter-objets diminue, il est plus avantageux d’utiliser des matériaux portant des ondes de surface pour lesquels le transfert par rayonnement de champ proche est exalté. Il est également nécessaire d’utiliser un instrument qui permette de faire varier la distance entre les objets de quelques dizaines de microns jusqu’au contact et ce, de manière très contrôlée. Enfin, ce genre d’expérience nécessite de placer les objets sous vide dans la mesure où, dans l’air, le transfert thermique radiatif est très faible par rapport au transfert thermique par conduction dans l’air (comme on le verra dans la partie II, chapitre 1). Il est donc essentiel de supprimer la contribution par conduction dans l’air pour mettre en évidence celle, plus petite, du rayonnement thermique. Ainsi, le transfert thermique par rayonnement de champ proche a été mis en évidence expérimentalement dans différentes géométries :

- en géométrie « pointe/plan » à l’aide d’une pointe micrométrique munie d’un thermocouple à son extrémité. Le type de sonde à balayage utilisée dans ces expériences s’appelle SThM pour *Scanning Thermal Microscope* ou microscope thermique à balayage ; le SThM sera discuté plus en détails dans le chapitre suivant § 2.3.2. Les

premières études SThM du rayonnement thermique de champ proche ont été menées par une équipe de Oldenburg [114], [88], [182], [184], puis plus récemment par une équipe du Michigan [86] qui a recouvert la pointe SThM d'une mince couche d'un matériau afin d'étudier différents couples de matériaux ( $\text{SiO}_2/\text{SiO}_2$ ,  $\text{SiN}/\text{SiN}$ ,  $\text{Au}/\text{Au}$ );

- en géométrie « plan/plan », avec des plans en saphir [123] et des plans en tungstène [91], ce qui soulève le délicat problème de l'ajustement du parallélisme des surfaces;
- en géométrie « sphère/plan », en approchant une sphère de verre d'une lame de verre : [117], [145], [152], [155], ou entre une sphère de verre et un autre substrat ( $\text{Au}$ ,  $\text{Si}$ ,  $\text{VO}_2$ ) [152], [104].

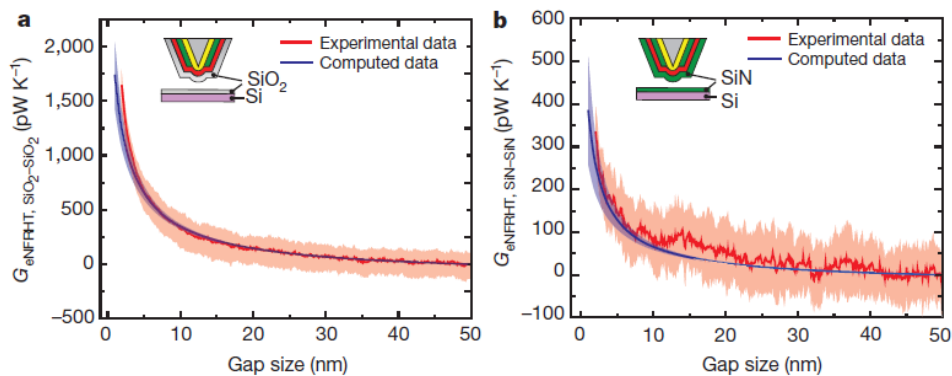
Toutes ces études confirment le même phénomène : le transfert thermique est augmenté de plusieurs ordres de grandeur lorsque les deux objets se trouvent à une distance très faible l'un de l'autre. Toutefois, la distance à partir de laquelle on observe une augmentation du transfert thermique dépend des matériaux étudiés et des configurations d'étude. On pourra généralement dire que le transfert thermique augmente lorsque la distance inter-objets devient inférieure à une distance typique de  $10\mu\text{m}$  à l'ambient. Il est à noter aussi que sous quelques dizaines de nanomètres de distance, des effets d'exaltation supplémentaires ont été décelés expérimentalement, mais leur origine reste encore débattue [89].

Au delà de l'augmentation du transfert thermique observé en champ proche, il est important de noter par ailleurs que la signature spectrale de l'émission thermique de champ proche ne ressemble pas nécessairement au spectre observé en champ lointain, en particulier pour les matériaux susceptibles de supporter des ondes de surface, comme les phonons-polaritons de surface. Dans ce cas, si en champ lointain le spectre observé a l'allure du spectre de Planck large bande, en champ proche en revanche, il est possible de voir apparaître un pic monochromatique correspondant à une résonance du phonon-polariton de surface, ce pic dépassant de plusieurs ordres de grandeur le spectre de Planck. Cela a été montré théoriquement dans le cas du  $\text{SiC}$  et du verre [151], [79] et expérimentalement dans le cas du  $\text{SiC}$ , cf. Fig. 1.21, du quartz et du PTFE<sup>38</sup> [10], [77].

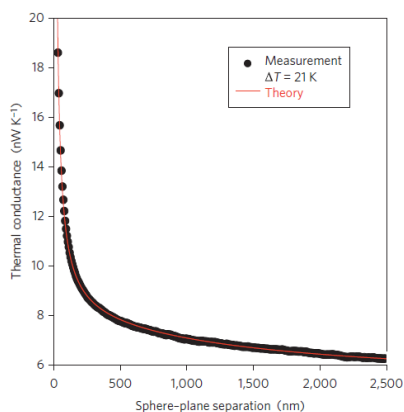
De manière générale, la proximité à une distance inférieure à la longueur d'onde thermique de deux objets en verre peut engendrer une augmentation tout à fait significative du transfert thermique via le rayonnement de champ proche. Ainsi, si deux microéléments d'un isolant se trouvent à une distance inférieure à la dizaine de micromètres l'un de l'autre — typiquement deux fibres de verre ou deux nanoparticules de silice — il est alors nécessaire de tenir compte de ce transfert thermique supplémentaire.

---

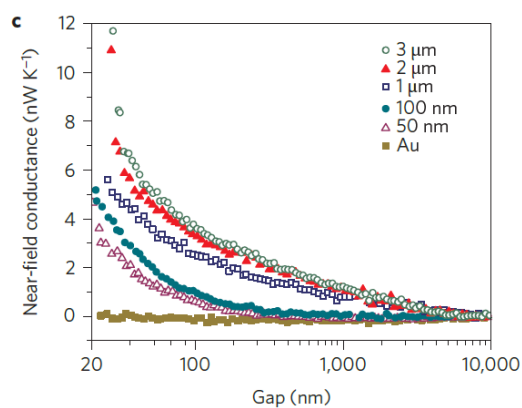
38. PTFE : PolyTétraFluoroÉthylène



(a) Géométrie pointe SThM « *coatée* » - plan. Configuration  $\text{SiO}_2/\text{SiO}_2$  à gauche et  $\text{SiN}/\text{SiN}$  à droite - d'après [86]

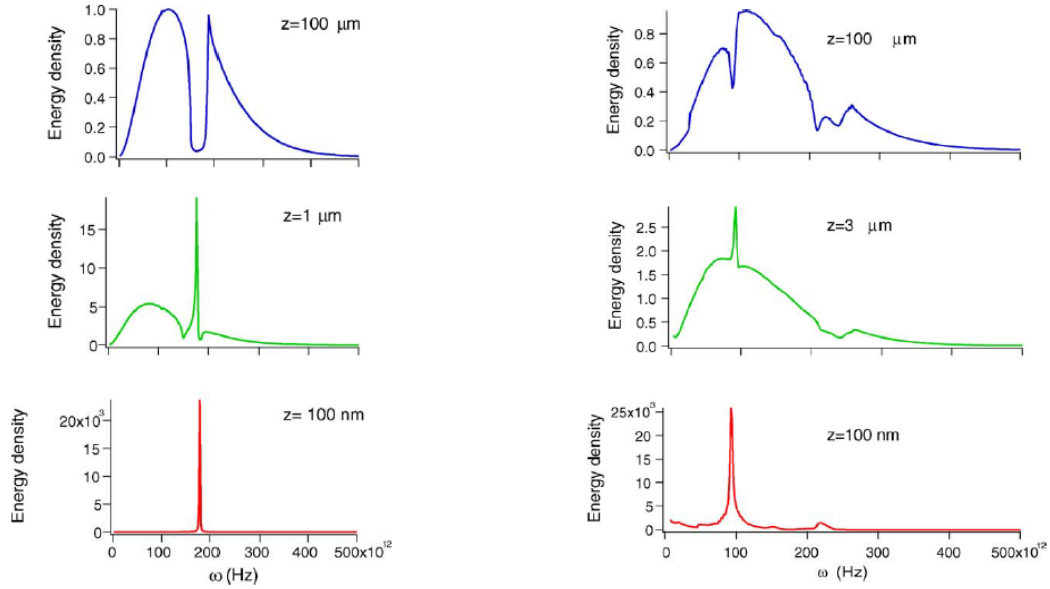


(b) Géométrie sphère  $\text{SiO}_2$  - plan  $\text{SiO}_2$  - d'après [145]. Diamètre de la sphère utilisée :  $40\ \mu\text{m}$ .



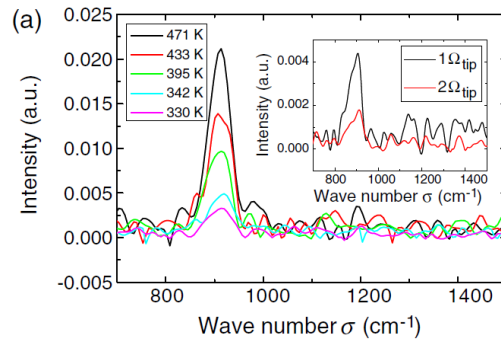
(c) Géométrie sphère  $\text{SiO}_2$  - plan  $\text{SiO}_2$ , où le plan en  $\text{SiO}_2$  est un film mince dont l'épaisseur varie de  $50\ \text{nm}$  à  $3\ \mu\text{m}$ . On voit qu'en l'absence de SPhP, avec un film d'or (Au), l'effet d'augmentation du transfert thermique n'est pas visible - d'après [155]. Diamètre de la sphère utilisée :  $53\ \mu\text{m}$ .

FIGURE 1.20 – Exemples de courbes de la littérature donnant la conductance thermique entre deux objets dont on fait varier la distance (« *gap* ») les séparant.



(a) Spectre théorique du SiC à mesure que l'on s'approche de la surface - d'après [79]

(b) Spectre théorique du SiO<sub>2</sub> à mesure que l'on s'approche de la surface - d'après [79]



(c) Spectre de champ proche expérimental du SiC - d'après [10]

FIGURE 1.21 – Exemples de spectres de champ proche. Dans le cas du SiC (a), la théorie prévoit l'apparition en champ proche d'un pic monochromatique à  $\omega_{SiC} = 1.78 \cdot 10^{14} \text{ rads}^{-1}$  ce qui équivaut à une longueur d'onde  $\lambda_{SiC} = 10.5 \mu\text{m}$  c'est-à-dire un nombre d'onde  $\sigma_{SiC} = 952 \text{ cm}^{-1}$  ce que confirment les mesures (c). Dans le cas du SiO<sub>2</sub> (b), la théorie prévoit l'apparition en champ proche d'un pic monochromatique principal à  $\omega_{SiO_2,1} = 9.2 \cdot 10^{13} \text{ rads}^{-1}$  et un pic secondaire à  $\omega_{SiO_2,2} = 2.2 \cdot 10^{14} \text{ rads}^{-1}$  ce qui équivaut à une longueur d'onde  $\lambda_{SiO_2,1} = 20 \mu\text{m}$  et  $\lambda_{SiO_2,2} = 8.5 \mu\text{m}$ .

## Chapitre 2

# Les techniques de caractérisation multi-échelles du transfert thermique

Il est possible d'observer le transfert de chaleur à des échelles très variées. Or il est important de pouvoir caractériser ce transfert thermique sur l'ensemble de ces échelles spatiales. Le domaine de la *métrologie thermique* consiste donc à mettre en place des méthodes qui permettent de déterminer un ou plusieurs paramètres physiques d'un matériau (comme la conductivité thermique, la diffusivité, l'effusivité, la capacité calorifique...) par la mesure de variables telles que la température ou le flux de chaleur traversant un échantillon. Pour illustrer la variété d'échelles spatiales concernées par le transfert thermique, considérons par exemple le cas d'un bâtiment et de son isolation :

- La première mesure à effectuer consiste à savoir si le bâtiment est très déperditif ou non, c'est-à-dire si, lorsque la température extérieure est basse et l'intérieur du bâtiment est chauffé, de la chaleur fuit du bâtiment vers l'extérieur. Cette mesure à **l'échelle du bâtiment** est traditionnellement faite par imagerie infrarouge, technique qui constitue la base des diagnostics de performance énergétique effectués couramment sur les bâtiments. Nous avons souhaité évoquer plus en détails cette méthode dans la suite de ce chapitre car nos travaux exposés en Partie III s'en inspirent.
- Si ensuite des fuites sont constatées, il est possible d'y remédier en améliorant l'isolation (des murs, du toit...) et les huisseries (fenêtres essentiellement) pour parvenir à limiter ce transfert thermique. Les matériaux utilisés alors doivent eux aussi être parfaitement caractérisés thermiquement, il s'agit cette fois d'une caractérisation à **l'échelle du matériau**. En effet, un matériau isolant garantit une certaine conductivité thermique globale dans les conditions normales de pose. Il faut donc au préalable établir cette valeur de conductivité thermique par exemple, car elle sera évidemment un critère de choix important pour l'utilisateur. Pour caractériser cette conductivité thermique, Saint-Gobain utilise par exemple un fluxmètre commercial permettant des mesures normées nécessaires à la certification des matériaux. La technique du plan chaud, qui sera détaillée ci-après, est également utilisée. Dans les deux cas, les dimensions des échantillons à caractériser sont de l'ordre de  $10 \times 10 \times 1$  cm. Dans ce chapitre, nous passerons en revue quelques techniques très largement répandues pour la caractérisation thermique des matériaux — qui seront des isolants dans le cas présent — sans toutefois faire un inventaire exhaustif et précis de l'ensemble des techniques existantes.
- Enfin, nous avons vu dans le chapitre précédent qu'il était également important de comprendre le transfert de chaleur à **l'échelle des micro-éléments constitutifs du**

**matériau.** À notre connaissance, il n'existe pas de technique spécifiquement dédiée à l'étude des transferts thermiques aux petites échelles dans les matériaux isolants mais quelques méthodes de caractérisation thermique aux petites échelles existent néanmoins. Nous évoquerons donc pour terminer les techniques de caractérisation thermique aux petites échelles les plus fréquentes.

## 2.1 Thermographie infrarouge

Le thermographie infrarouge, aussi appelée *radiométrie photothermique* [119], ou plus largement *imagerie thermique* est une technique très largement utilisée et ce dans de nombreux domaines. Elle s'appuie sur la détection du rayonnement émis dans l'infrarouge en champ lointain par tout corps à température non nulle. En effet, tout corps à température autre que le zéro absolu émet un rayonnement électromagnétique dû à l'agitation thermique des charges dans la matière. Comme évoqué au chapitre 1, la partie propagative de ce rayonnement s'étend sur l'ensemble du spectre.

Pour évoquer les propriétés du rayonnement thermique, nous allons commencer par le cas idéal du *corps noir*. Nous avons déjà évoqué précédemment le corps noir qui est le modèle idéal de corps émettant pour chaque température le maximum de flux possible. On le qualifie parfois d'émetteur et d'absorbeur parfait. L'émittance<sup>1</sup> monochromatique du corps noir  $M_\lambda^0$  est donnée d'après la loi de Planck par l'expression suivante :

$$M_\lambda^0(T) = \frac{2hc^2\pi\lambda^{-5}}{e^{\frac{hc}{\lambda k_B T}} - 1} \quad (2.1)$$

La loi de Stefan-Boltzmann exprime l'émittance totale du corps noir soit :

$$M^0(T) = \int_0^\infty M_\lambda^0(T) d\lambda = \sigma T^4 \quad (2.2)$$

où  $\sigma$  est la constante de Stefan-Boltzmann et vaut  $\sigma = 5.67 \cdot 10^{-8} \text{ Wm}^{-2}\text{K}^{-4}$ . On voit ainsi directement que la puissance rayonnée par un corps noir est d'autant plus importante que sa température est élevée (cf. Fig. 2.1). Par ailleurs, le maximum d'émission thermique  $\lambda_{max}$  est défini par la première loi de Wien énoncée dans le chapitre précédent éq. 1.4 :

$$\lambda_{max}[\text{m}] = \frac{2.898 \cdot 10^{-3}}{T[\text{K}]} \quad (2.3)$$

Comme on peut le voir en Fig. 2.1, cette loi indique que la longueur d'onde de ce maximum d'émission est d'autant plus courte que la température de la surface est élevée. À titre d'exemple, un corps noir à température ambiante (25°C) aura son maximum d'émission à  $\lambda_{max}(298\text{K}) = 9.7\mu\text{m}$  tandis que la surface du Soleil à 5778K aura un maximum d'émission à  $\lambda_{max}(5778\text{K}) = 0.5\mu\text{m} = 500\text{nm}$ , ce qui tombe dans la partie visible du spectre et qui explique pourquoi nous parvenons à voir le Soleil avec nos yeux sensibles uniquement au spectre visible.

---

1. L'émittance qui s'exprime en  $\text{Wm}^{-2}$  correspond au flux total par unité de surface émis par une surface :

$$M = \frac{d\phi}{dS}$$

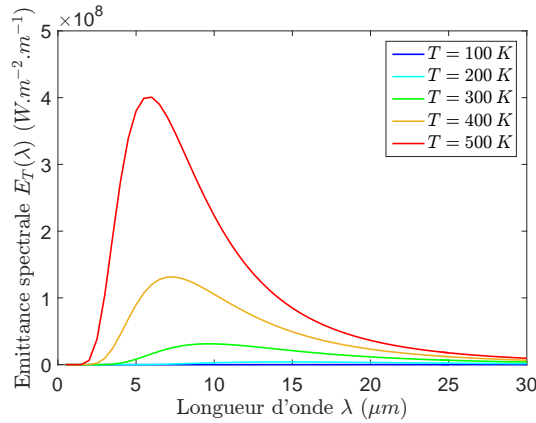


FIGURE 2.1 – Courbes représentant les émittances spectrales de corps noirs pris à différentes températures. On voit nettement que l'émittance totale (qui correspond à l'intégrale de chaque courbe) est d'autant plus élevée que la température est haute. Par ailleurs, on peut remarquer ici que le maximum d'émission de chaque courbe situé à  $\lambda_{max}$  se décale vers les plus basses longueurs d'onde à mesure que la température augmente.

Pour traiter le cas du rayonnement de corps réels, on se rapporte toujours au cas de référence du corps noir. L'émittance monochromatique d'un corps réel s'écrit :

$$M_\lambda = \varepsilon_\lambda M_\lambda^0 \quad (2.4)$$

où  $\varepsilon_\lambda$  est l'émissivité monochromatique du matériau considéré et  $M_\lambda^0$  est toujours l'émittance monochromatique du corps noir. Cette émissivité est une propriété du matériau caractérisant sa capacité à émettre un rayonnement électromagnétique. Elle a une valeur comprise entre 0 et 1 et dépend en toute rigueur de la longueur d'onde<sup>2</sup> et de la direction d'observation. Ainsi, le modèle du corps noir décrit une limite haute, une enveloppe maximale du rayonnement des corps réels. Pour comparer les propriétés émissives de quelques matériaux, nous donnons en Fig. 2.2 quelques valeurs indicatives des émissivités totales hémisphériques.

Matériau	Emissivité totale hémisphérique
Al, Au, Cu finement polis	0.02 - 0.05
Al, Au, Cu non polis ou oxydés	0.2-0.5
Granit	0.45
Ciment	0.54
Béton	0.92-0.95
Verre	0.92-0.94

FIGURE 2.2 – Table indicatives de quelques émissivités totales hémisphériques de matériaux standard (métaux et matériaux pour la construction) - d'après <http://www.engineeringtoolbox.com>.

A la lecture de ces quelques valeurs, il est frappant de voir que les métaux les plus réfléchissants sont de mauvais émetteurs thermiques (c'est-à-dire que leur émissivité thermique

2. d'où le terme émissivité monochromatique contrairement à l'émissivité totale qui serait une valeur intégrée spectralement

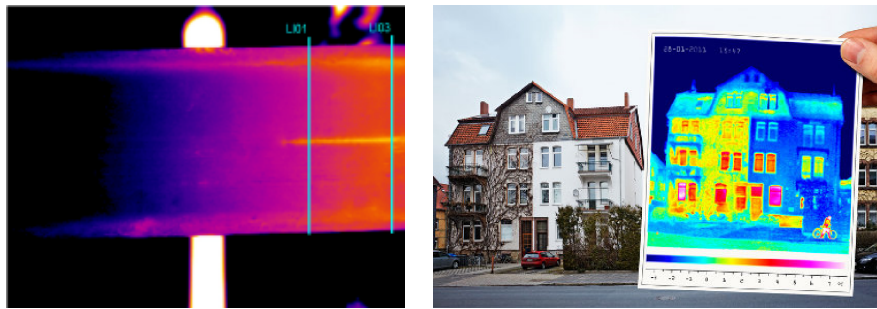
est faible), et cela d'autant plus qu'ils sont finement polis. Si les métaux sont oxydés, ou bien riches en impuretés, la valeur de leur émissivité peut toutefois augmenter de manière significative. En revanche, des matériaux non métalliques comme le bois, le plastique, le béton et — ce qui nous intéresse le plus ici — le verre, ont des valeurs d'émissivités élevées voire très proche de l'unité. Ainsi, pour imager un métal par thermographie infrarouge, il conviendra de peindre sa surface à l'aide d'une peinture qui suffira à le rendre très émissif.

La thermographie infrarouge utilise des capteurs sensibles dans la partie infrarouge du spectre, la plupart du temps entre 7 et 14  $\mu\text{m}$ . Elle vise à étudier le rayonnement propre de chaque corps (rayonnement directement lié à sa température comme on l'a vu plus haut). La thermographie infrarouge permet ainsi d'observer un type de rayonnement non visible à l'œil nu et qui ne nécessite pas nécessairement de source externe d'illumination. C'est en particulier pour cette raison que des caméras infrarouges du type de celles utilisées en thermographie infrarouge équipent les dispositifs à vision nocturne à usage militaire pour détecter de nuit la présence d'humains ou de véhicules dont la température dépasse la température ambiante et/ou qui ont une émissivité qui contraste avec celle de leur environnement. De façon générale, l'imagerie thermique à l'aide de caméras IR est une technique non destructive qui permet une mesure de température et/ou d'émissivité thermique. Elle constitue un outil puissant qui est aujourd'hui largement utilisé dans de nombreux domaines [106] :

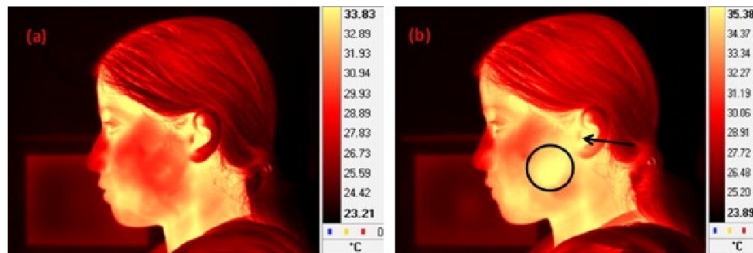
- pour la mesure de température de pièces industrielles en phase de production et/ou la détection de défauts sur des pièces mécaniques ;
- pour effectuer un diagnostic énergétique d'un bâtiment puis faire ensuite un audit de l'isolation mise en place après rénovation [11] ;
- et même dans le milieu médical, pour la détection de tumeurs du sein ou de troubles vasculaires et bien d'autres applications mentionnées dans l'article de revue [95]. Un autre exemple — peut-être plus médiatisé — d'utilisation médicale de l'imagerie thermique est le déploiement de caméras infrarouges dans les aéroports en cas d'épidémie afin de détecter des individus fiévreux susceptibles de présenter un risque de contagion — c'était le cas pour l'épidémie de SRAS au début des années 2000 et pour Ebola en 2014.

Comme le montrent les images d'illustration de la Fig. 2.3, la plupart des utilisations standard de l'imagerie thermique se fait via des caméras infrarouges qui produisent une image dans laquelle les températures les plus élevées sont représentées en tons clairs (ou couleurs chaudes) tandis que les températures les plus basses sont représentées en tons sombres (ou couleurs froides). Ces images fournissent rapidement un aperçu des écarts relatifs de température entre plusieurs zones. Ainsi, il sera possible d'identifier facilement un point chaud dans un circuit électrique ou une fuite thermique dans un bâtiment. Mais pour avoir une mesure quantitative de la température, il faut au préalable renseigner l'émissivité thermique du matériau d'étude et calibrer la caméra. Pour l'étude d'objets multimatériaux dont les émissivités sont très différentes les unes des autres, il sera parfois très complexe de faire une mesure quantitative de la température. Dans le cas contraire, et sous réserve d'avoir une bonne connaissance de l'émissivité du matériau, il sera possible d'obtenir des valeurs quantitatives, les *thermogrammes* obtenus étant toutefois soumis à quelques incertitudes provenant, dans l'exemple de l'imagerie de l'enveloppe externe de bâtiment, du flux d'air refroidissant les parois ou bien de l'absorption partielle de certaines longueurs d'onde par les molécules présentes dans l'air.

Selon les applications voulues et les contraintes rencontrées (comme par exemple les fe-



(a) Détection d'un défaut linéaire dans une billette en acier <http://www.fir.fr>. (b) Diagnostic thermique d'un bâtiment avant (partie gauche) et après (partie droite) isolation externe des murs <http://www.theorema-expertises.com>.



(c) Visualisation à l'aide de l'imagerie thermique de l'échauffement causé par l'utilisation du téléphone portable. à gauche : après 1 min de conversation, à droite après 15 min de conversation. L'élévation de température dans la zone encadrée est de  $5^{\circ}\text{C}$  - d'après [163].

FIGURE 2.3 – Exemples d'utilisation de l'imagerie thermique ou thermographie infrarouge.

nètres d'absorption atmosphérique), le domaine de sensibilité de la caméra sera différent. Les capteurs standard (CCD au silicium, capteur InGaAs, HgCdTe, InSb, QWIP ou microbolomètres) couvrent la zone spectrale allant du proche infrarouge jusqu'à  $14\ \mu\text{m}$  environ. Certains ne fonctionnent qu'à basse température et sont donc refroidis à l'aide de modules thermoélectriques, de cryocoolers à moteur Stirling ou bien à l'azote liquide. Les systèmes refroidis offrent en outre une meilleure sensibilité et sont parfois munis de filtres (refroidis eux aussi) afin de restreindre la gamme spectrale de détection. Pour des applications plus pointues — davantage en laboratoire de recherche que dans le milieu industriel — des détecteurs à simple canal sont utilisés (à la différence des matrices de détecteurs permettant de faire de l'imagerie). Dans ce cas, la mesure ne se fait qu'en un point mais ce type de détecteur offre bien souvent une excellente sensibilité et permet donc de détecter de très faibles écarts de température.

On peut enfin noter que l'imagerie thermique est maintenant détournée pour faire l'imagerie de phénomènes transitoires. C'est en particulier le cas des méthodes dites de thermographie pulsée ou *lock-in thermography*, où la réponse thermique transitoire d'un objet soumis à une excitation thermique impulsionnelle est observée par caméra infrarouge (méthode très utilisée pour détecter des défauts de type adhésifs [149],[107],[57]).

## 2.2 Méthodes usuelles de caractérisation thermique macroscopique des matériaux isolants

Il existe de nombreuses méthodes de caractérisation du transfert thermique dans les matériaux. Ces méthodes sont généralement classées selon plusieurs critères [41] :

- a) le **régime thermique** qui peut être :
  - permanent : on attend qu'une situation d'équilibre soit atteinte de sorte de s'affranchir de la dépendance temporelle. Dans ce cas, la méthode utilise un modèle unidirectionnel et stationnaire qui permet de remonter à la conductivité thermique. Ex : méthode de la plaque chaude gardée ;
  - quasi-établi : on effectue la mesure sans attendre que le régime permanent soit atteint mais sans pour autant considérer les temps courts caractérisants le régime transitoire. Ex : méthode du fil chaud ou du plan chaud ;
  - transitoire : la mesure est effectuée aux temps courts, pendant la période transitoire. Ex : méthode flash ;
  - périodique : la mesure consiste à étudier la réponse de l'échantillon à des sollicitations thermiques périodiques. Ex : méthode  $3\omega$
- b) la **géométrie** de la méthode :
  - géométrie plane dans le cas des isolants considérés ici, en faisant l'hypothèse qu'à l'échelle de l'appareil de mesure, les échantillons plans sont des milieux semi-infinis<sup>3</sup>. Dans cette géométrie, le transfert thermique est supposé se faire de manière unidirectionnelle ;
  - géométrie cylindrique avec un transfert longitudinal et radial. Cette géométrie est particulièrement utilisée dans le cas d'isolants pour tuyaux ;
  - géométrie sphérique avec transfert thermique radial ;
- c) le **type de mesure** : absolue ou relative ;
- d) la **réalisation de la mesure** :
  - grandeur mesurée (température(s), flux...) ;
  - nombre et positions des capteurs ;
- e) le type d'**excitation** : fonction échelon, Dirac, périodique... ;

On compte donc différentes méthodes de caractérisation dont il existe de nombreuses variantes, chacune s'avérant être plus adaptée à certains types d'échantillons. En pratique, il est courant de comparer les résultats obtenus par plusieurs techniques différentes pour un même échantillon. La grande majorité des méthodes « classiques » consiste à comparer une mesure à un modèle analytique établi moyennant un certain nombre d'hypothèses simplificatrices afin de remonter à la grandeur physique voulue. Les démarches plus actuelles tentent de mettre au point des modèles plus réalistes à l'aide de simulations numériques. La comparaison avec les données expérimentales se fait alors en utilisant une approche dite des *problèmes inverses* et permet d'identifier les paramètres physiques d'intérêt.

Dans ce paragraphe, nous allons décrire rapidement quelques techniques représentatives de la caractérisation thermique des matériaux sans toutefois avoir l'ambition de faire un inventaire exhaustif et précis de l'ensemble des techniques existantes. Pour une vision plus complète et détaillée, nous renvoyons le lecteur vers les références [41], [52] et [56].

---

3. Cette hypothèse permet de simplifier les conditions aux limites et donc la résolution des modèles analytiques mais elle est trop simplificatrice dans certains cas et peut introduire des biais. Il faut donc bien veiller à respecter les conditions d'application de cette hypothèse au cas par cas.

### 2.2.1 Méthode de la plaque chaude gardée

La méthode de la plaque chaude gardée ([183], [13],[42], [41], [76], [52]) est une méthode normalisée (ISO 8302, [120]) très utilisée permettant de mesurer la conductivité thermique d'un matériau. Dans cette méthode, on considère un flux thermique unidirectionnel et stationnaire entre une plaque centrale qui constitue l'élément chauffant et deux plaques extérieures de part et d'autre, maintenues toutes deux à une température plus froide. Entre ces plaques extérieures et la plaque centrale sont disposés les deux échantillons (on parle d'éprouvettes), qui sont plans et de dimensions latérales bien supérieures à leur épaisseur  $e$ . L'apport de chaleur — le flux constant  $\phi$  obtenu par effet Joule — imposé par l'élément central est distribué dans les deux échantillons. La mesure de la différence de température  $\Delta T$  entre la plaque chaude et les plaques froides ainsi que la donnée du flux de chaleur  $\phi$  traversant la plaque chaude de surface  $S$  suffisent à déterminer la conductivité thermique  $\lambda$  des échantillons en considérant un modèle de flux normal à la plaque chauffante :

$$\lambda = \frac{\phi e}{S \Delta T} \quad (2.5)$$

En réalité, les échantillons et les plaques ont des dimensions finies ce qui implique que des pertes latérales peuvent avoir lieu sur les bords. Pour pouvoir continuer de négliger ces pertes dans le plan, la plaque chauffante est entourée d'une « garde », c'est-à-dire d'un cadre séparé de la plaque chauffante par un espace, et dont on régule la température à l'aide d'une thermopile située entre la garde et la zone centrale de mesure pour la maintenir égale à la température de la zone centrale. Le plus souvent, on utilise deux échantillons identiques (auquel cas le flux  $\phi$  se sépare en deux flux égaux) mais il est aussi possible de travailler dans des configurations asymétriques.

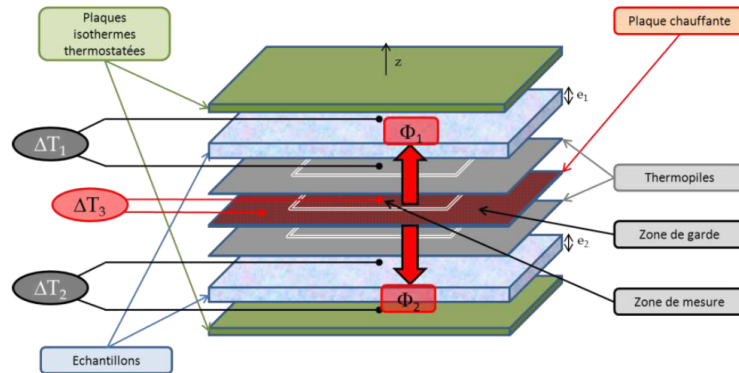


FIGURE 2.4 – Schéma de principe de la méthode de la plaque chaude gardée - d'après [52]

### 2.2.2 Méthode du plan chaud

La méthode du plan chaud ([175], [187]) fonctionne en régime quasi-établi et est une adaptation de la méthode du fil chaud (que nous ne détaillerons pas ici) en géométrie plane. Cette méthode consiste à placer deux échantillons plans de part et d'autre d'une surface chauffante qui impose un flux  $\phi$ . La température  $T_1$  de cette plaque chauffante est mesurée au cours du temps. L'épaisseur des échantillons est choisie de sorte qu'ils puissent être considérés comme des milieux semi-infinis pendant un temps  $t_f$  suffisamment long pour permettre la mesure. En effet, c'est l'étude de la courbe d'évolution de la température au

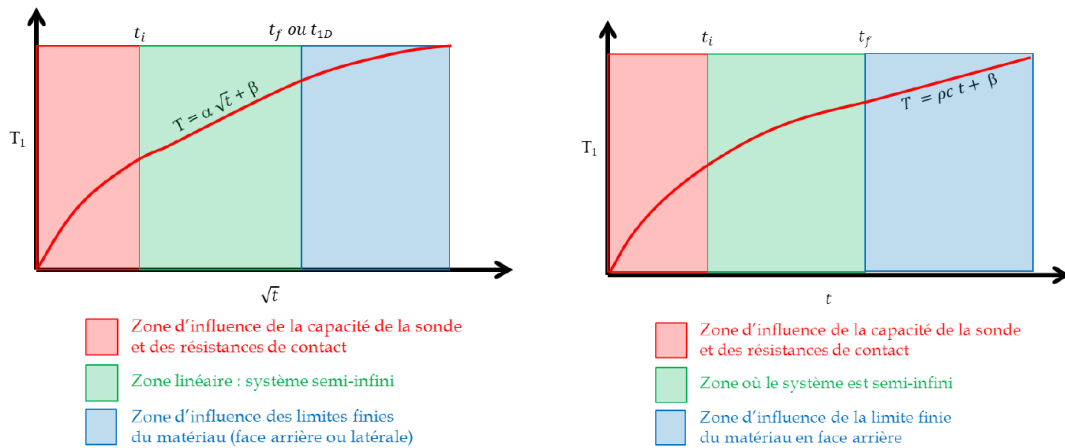
cours du temps qui va permettre de remonter à différents paramètres physiques selon les conditions aux limites appliquées sur les faces non chauffées des échantillons.

- Si les faces extérieures sont libres, c'est-à-dire que les échantillons sont des milieux semi-infinis, alors la température  $T_1(t)$  s'écrit :

$$T_1(t) = \frac{\phi}{2SE\sqrt{\pi}}\sqrt{t} + Cte \quad (2.6)$$

On peut donc déterminer l'effusivité thermique  $E$  du matériau à partir de la pente de la courbe  $T_1(\sqrt{t})$  en régime quasi-établi (cf. Fig. 2.5(a)). Cette quantité est définie comme  $E = \sqrt{\lambda \cdot \rho \cdot c}$ , où  $\lambda$  est la conductivité thermique,  $\rho$  la masse volumique et  $c_p$  la capacité calorifique massique du matériau. Elle caractérise la capacité d'un matériau à absorber (ou restituer) plus ou moins rapidement un apport de chaleur.

- Si les faces extérieures sont soumises à une condition de conservation du flux (parois adiabatiques), alors on peut déterminer aux temps longs la capacité calorifique  $c$  du matériau grâce à la pente aux temps longs de la courbe  $T_1(t)$  (cf. Fig. 2.5(b)).
- Si les faces extérieures sont soumises à une température imposée, alors l'étude de la courbe en régime permanent donnera accès à la conductivité thermique  $\lambda$  de la même manière que dans la méthode de la plaque chaude gardée.



(a) Cas du plan chaud semi-infini - Détermination de l'effusivité (b) Cas du plan chaud isolé - Détermination de la capacité calorifique

FIGURE 2.5 – Illustrations des limites de la zone linéaire de la température du plan chaud dans les situations de faces extérieures libres (a) et faces extérieures adiabatiques (b) - d'après [52]

### 2.2.3 Méthode Flash

La méthode flash a été introduite par Parker *et. al.* [126] et est aujourd'hui largement utilisée pour déterminer la diffusivité thermique  $D$  des matériaux. Il s'agit d'une méthode impulsionnelle qui consiste à imposer sur une face dite « avant » d'un échantillon une brève impulsion de flux de chaleur (un Dirac temporel  $\phi\delta(t)$ ) à l'aide d'une lampe flash ou d'un laser par exemple, et d'observer l'évolution temporelle de la température — appelée *thermogramme* — en un point central en face arrière de l'échantillon. Cette observation peut se faire via un capteur en contact avec l'échantillon ou bien sans contact, avec un détecteur ou une caméra infrarouge.

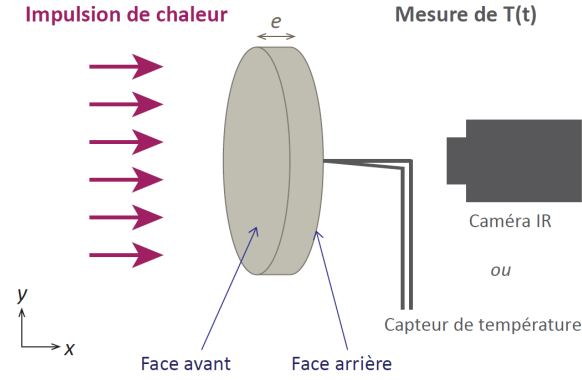


FIGURE 2.6 – Schéma de principe de la méthode flash

Les hypothèses du modèle sont :

- le flux incident est uniforme, unidirectionnel et absorbé directement par la surface de l'échantillon ;
- la chaleur absorbée par la surface se propage par conduction pure, sans pertes<sup>4</sup> dans l'échantillon.

Dans ce modèle, on peut écrire la température dans l'échantillon en fonction de la profondeur  $x$  et du temps  $t$  de la manière suivante :

$$T(x, t) = \frac{\phi}{\rho c e} \left( 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} \cos \left( \frac{n\pi}{e} x \right) \exp \left( \frac{-n^2 \pi D}{e^2} t \right) \right) \quad (2.7)$$

Une manière standard de déterminer la diffusivité thermique consiste à considérer la température limite aux temps longs  $T_{lim}$  :

$$T_{lim} = \frac{\phi}{\rho c e} \quad (2.8)$$

et à étudier le temps de demi-montée  $t_{1/2}$  correspondant à  $T(e, t_{1/2}) = T_{lim}/2$ . On peut en effet relier ce temps de demi-montée à la diffusivité  $D$  puisque :

$$\frac{\pi D t_{1/2}}{e^2} = 0.139 \quad (2.9)$$

D'autres méthodes plus fines considèrent plusieurs temps partiels ( $t_{1/3}$ ,  $t_{2/3}$ ,  $t_{5/6}$ ) au lieu d'un seul. Le biais de cette technique est que le temps de demi-montée ou ces temps partiels sont définis à partir de la température maximale, ce qui signifie qu'une incertitude sur cette valeur  $T_{lim}$  entrainera une incertitude sur la diffusivité thermique. Là encore, l'arrivée des méthodes inverses permet d'utiliser l'ensemble des points du thermogramme pour l'identification au modèle plutôt que de ne se rapporter qu'à une valeur unique. Notons enfin que de nombreux travaux de recherche ([173]) visent à améliorer cette méthode qui dépasse aujourd'hui les frontières des laboratoires et est devenue en quelques années une méthode utilisée également dans l'industrie. En particulier, des modèles plus réalistes sont développés, tenant compte de pertes aux parois [178], d'une durée finie de l'impulsion [30], [9], adaptés à des milieux semi-transparents [5] ou anisotropes [65]. Dans le cas des modèles les plus complexes, l'utilisation de simulations numériques est alors nécessaire.

4. radiatives ou convectives

### 2.2.4 Méthode $3\omega$

La méthode  $3\omega$  est une technique utilisant une excitation alternative qui a été proposée par Cahill [29] pour mesurer la conductivité thermique de solides diélectriques. Depuis, cette technique s'est étendue à bien d'autres types de matériaux [75], dont des films minces d'aérogels de silice [15] et même des solutions colloïdales [34].

Dans la méthode  $3\omega$ , l'élément chauffant fait également office d'élément de mesure de la température. Il s'agit d'une couche mince métallique directement déposée sur l'échantillon par évaporation ou pulvérisation et structurée par micro-électronique. Cet élément métallique est thermo-résistif, c'est-à-dire que sa résistivité électrique varie avec la température. Aussi, lorsque l'on injecte dans cet élément un courant sinusoïdal  $I(t)$  à la pulsation  $\omega$ , il se crée par effet Joule des variations de température qui sont également sinusoïdales.

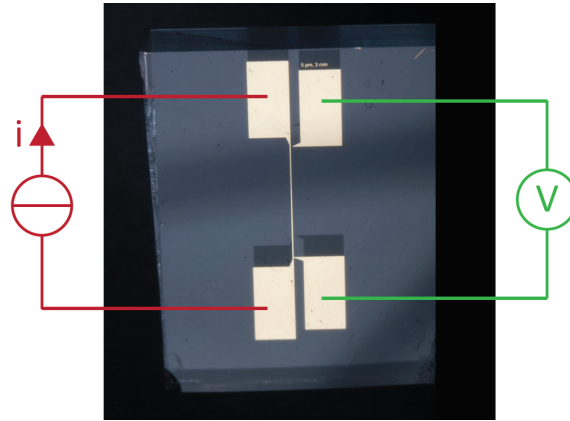


FIGURE 2.7 – Dépôt métallique sur substrat de verre pour mesure  $3\omega$ . On reconnaît une géométrie en 4 points : deux plots servent à alimenter en courant l'élément résistif, tandis que les deux autres plots servent à effectuer une mesure de la tension aux bornes de cet élément - d'après : <https://de.wikipedia.org/wiki/3-Omega-Methode>

Ainsi, si  $I(t) = I_0 \cos(\omega t)$ , alors la puissance  $P$  dissipée par effet Joule dans l'élément s'écrit :

$$P(t) = R \times I^2 = R \times (I_0 \cos(\omega t))^2 = \frac{RI_0^2}{2}(1 + \cos(2\omega t)) \quad (2.10)$$

La puissance dissipée peut donc s'écrire comme la somme d'un terme continu et d'un terme à  $2\omega$ . Les variations de température qui auront lieu dans l'élément chauffant auront donc la même forme, avec cette fois un déphasage lié à la conduction thermique dans l'échantillon.

$$T(t) = T_{DC} + T_{AC} \cos(2\omega t + \varphi) \quad (2.11)$$

Si l'échantillon est un bon conducteur thermique, alors l'apport de chaleur dans la ligne sera dissipé dans l'échantillon et la température n'augmentera que peu. Si au contraire l'échantillon conduit mal la chaleur (c'est un bon isolant thermique), la chaleur s'accumulera dans l'élément chauffant et sa température augmentera. Ainsi, la connaissance de l'amplitude de la composante alternative et de son déphasage nous renseigneront sur les propriétés thermo-physiques de l'échantillon d'étude. Or comme on l'a dit, l'élément chauffant sert également pour la mesure de la température. En effet, sa résistance va varier linéairement avec la température :  $R = R_0(1 + \alpha(T - T_0))$  où  $\alpha$  est le coefficient en température de la résistance du matériau et  $R_0$ , sa résistance à la température de référence  $T_0$ . On aura donc

directement :

$$R(t) = R_0(1 + \alpha(T_{DC} - T_0)) + R_0\alpha T_{AC} \cos(2\omega t + \varphi) \quad (2.12)$$

$$= R_{DC} + R_{AC} \cos(2\omega t + \varphi) \quad (2.13)$$

Pour mesurer l'amplitude et la phase de cette résistance électrique, on va utiliser une détection synchrone pour mesurer la tension  $V$  aux bornes de la résistance.

$$V(t) = R(t) \times I(t) \quad (2.14)$$

$$= [R_0(1 + \alpha(T_{DC} - T_0)) + R_0\alpha T_{AC} \cos(2\omega t + \varphi)] \times I_0 \cos(\omega t) \quad (2.15)$$

$$= V_1 \cos(\omega t) + V_2 \cos(\omega t + \varphi) + V_3 \cos(3\omega t + \varphi) \quad (2.16)$$

La détection synchrone sera configurée pour détecter uniquement le signal à la troisième harmonique. Connaissant désormais l'amplitude et la phase de ce terme il est possible, moyennant un modèle thermique en géométrie semi-infinie que nous ne développerons pas ici mais que le lecteur pourra consulter dans [29], [56] ou [40], de déterminer les paramètres thermo-physiques de l'échantillon, notamment la conductivité thermique.

## 2.3 Méthodes existantes pour l'étude des transferts thermiques aux petites échelles

Notre objet d'étude porte sur les matériaux isolants pour le bâtiment, et c'est un domaine dans lequel les techniques de caractérisation thermique restent exclusivement macroscopiques. Toutefois, d'autres domaines nécessitent de comprendre et maîtriser les transferts thermiques à des échelles spatiales de l'ordre du micromètre. En particulier, l'essor de la micro-électronique a encouragé le développement de techniques nouvelles de caractérisation thermique adaptées à ces échelles microscopiques. La grande majorité des méthodes de caractérisation thermique destinées aux petites échelles spatiales (on parlera également de micro voire de nano-métrologie thermique) fonctionnent sur un schéma proche des méthodes déjà évoquées : l'échantillon d'intérêt est soumis à une sollicitation thermique puis l'on vient sonder la réponse du système à cette excitation. Cette réponse thermique est ensuite comparée à un modèle théorique établi en tenant compte de la géométrie de la situation. C'est cette confrontation entre l'expérience et le modèle théorique qui permet d'extraire des paramètres du système comme la conductivité thermique  $\lambda$ , la diffusivité  $D$  ou l'effusivité  $E$ . De la même façon que pour les techniques macroscopiques de caractérisation thermique, il est possible de classer les méthodes existantes de caractérisation thermique aux petites échelles spatiales selon différentes caractéristiques :

- Tout comme les techniques vues précédemment, elles peuvent fonctionner en régime *permanent* ou en régime *transitoire*. Bien que les méthodes en régime permanent soient souvent plus simples à mettre en œuvre, les techniques transitoires leur sont généralement préférées dans le cas des études aux petites échelles. En effet, les méthodes en régime permanent sont plus longues et donc plus sensibles aux pertes aux parois (pertes convectives, radiatives), or ces pertes prennent un rôle d'autant plus important que les objets sont petits à cause de l'augmentation du rapport surface sur volume. Les mesures sont par ailleurs généralement effectuées en régime modulé ou pulsé pour permettre d'atteindre un meilleur rapport signal à bruit.
- Certaines fonctionnent avec une excitation et/ou une détection directement *en contact* avec l'échantillon d'étude, tandis que d'autres fonctionnent *hors contact*. On verra que la plupart des sondes en contact offrent une bonne résolution spatiale mais sont

d'une part assez complexes à mettre en œuvre, et sont surtout intrusives au sens où le contact avec l'échantillon peut perturber la mesure et n'est pas nécessairement parfaitement bien défini (il faut prendre en compte une résistance de contact entre la sonde et l'échantillon par exemple). C'est particulièrement dommageable dans le cas d'échantillons offrant une faible résistance thermique face à laquelle une résistance de contact ne serait plus négligeable. A l'inverse, les méthodes hors contact, qui sont essentiellement basées sur des mesures optiques, sont souvent plus simples à mettre en œuvre et évitent d'introduire une résistance de contact mal définie entre la sonde et l'échantillon. En revanche, on verra que leur résolution spatiale est souvent moins bonne. En outre il est parfois difficile d'estimer avec précision la quantité de chaleur réellement absorbée lors de l'excitation.

- Enfin on peut distinguer deux grandes classes de méthodes : celles basées sur une excitation et/ou une détection *optique* et celles basées sur une excitation et/ou une détection *électrique*. C'est ce classement que nous allons suivre pour passer en revue les méthodes incontournables de caractérisation thermique utilisées pour des études à l'échelle microscopique.

### 2.3.1 Les méthodes optiques

Les méthodes optiques s'appuient sur des phénomènes photothermiques : c'est bien souvent <sup>5</sup> l'absorption d'un rayonnement incident qui est à l'origine de l'échauffement du matériau (on parlera de faisceau d'excitation ou de faisceau de pompe). Cependant, la réponse thermique de l'échantillon qui sera observée peut être de nature très variée, et à chaque réponse correspond une technique de caractérisation (cf. tableau en Fig. 2.8).

Réponse thermique suite à l'échauffement	Technique de caractérisation associée
Emission thermique	Microthermographie infrarouge (en champ lointain); microscopie optique de champ proche (en champ proche)
Dilatation de l'échantillon	PTDT ( <i>Pulsed Photothermal displacement Technique</i> )
Modification locale de l'indice de réfraction de l'échantillon	Thermoréfectance
Dilatation de l'air à proximité immédiate de l'échantillon	Photoacoustique
Modification locale de l'indice de réfraction de l'air à proximité immédiate de l'échantillon	Effet mirage
Modification spectroscopique	Thermométrie Raman

FIGURE 2.8 – Table faisant correspondre les techniques de caractérisation thermique optiques avec les différentes réponses thermiques qui peuvent être observées suite à l'échauffement de l'échantillon.

5. Dans quelques cas cependant, l'échantillon est sa propre source comme dans le cas de la détection de points chauds par thermoréfectance sur des circuits électroniques alimentés en courant ou bien dans le cas du TRSTM où l'échantillon porté à une certaine température à l'aide d'une résistance chauffante est sa propre source de chaleur.

Notons que pour parvenir à une bonne résolution spatiale, les méthodes optiques doivent utiliser un microscope. Comme tous les instruments optiques, celui-ci est limité par la diffraction. La résolution spatiale latérale est ainsi donnée par le critère de Rayleigh :

$$\Delta r_{min} = \frac{1.22\lambda}{2 \text{ O.N.}} \quad (2.17)$$

où O.N. est l'ouverture numérique (noté aussi N.A. pour *Numerical Apperture*) du système optique et  $\lambda$  la longueur d'onde d'observation. Ainsi dans le visible, on aura une limite de résolution de l'ordre de  $\Delta r_{min}^{visible} \sim 300\text{nm}$  tandis que si la longueur d'onde d'observation est dans l'infrarouge moyen (typiquement le cas pour l'émission thermique,  $\lambda \sim 10\mu\text{m}$ ), alors la meilleure résolution spatiale qu'il sera possible d'avoir sera de l'ordre de  $\Delta r_{min}^{mid IR} \sim 5\mu\text{m}$ . Ces techniques sont donc adaptées à l'étude d'échantillons microscopiques, et peuvent même être utilisées pour des mesures subsurfaciques voire en profondeur de l'échantillon si elles sont utilisées en mode fréquentiel. Dans ce cas, le signal d'excitation est émis de manière périodique à la fréquence  $f$  et la profondeur de pénétration thermique  $\mu$  dans la matière est donnée par la formule suivante :

$$\mu = \sqrt{\frac{D}{\pi f}} \quad (2.18)$$

où  $D$  est la diffusivité thermique du matériau. Enfin, il est possible d'effectuer des mesures ponctuelles et locales mais il est aussi possible d'établir des cartographies thermiques sous réserve de balayer l'échantillon ou le faisceau d'excitation. Nous allons maintenant évoquer différentes méthodes optiques de caractérisation thermique utilisées à l'échelle micrométrique. Pour une revue plus exhaustive, nous renvoyons le lecteur à l'article de revue [1].

### La microthermographie infrarouge

La microthermographie infrarouge est semblable à la thermographie infrarouge présentée dans le paragraphe 2.1 à la différence que cette technique est combinée avec un objectif de microscope compatible avec l'observation dans l'infrarouge moyen. La détection peut se faire via une caméra infrarouge multipoints ou bien via un détecteur monocanal. La problématique largement observée est que l'ensemble des objets à température ambiante rayonne dans le moyen infrarouge. Aussi, si l'on veut détecter des variations de température peu élevées, il est courant de moduler la source de chaleur (laser d'excitation) puis d'extraire le signal utile via une détection synchrone (*Lock-in* en anglais). On parle alors parfois de *Lock-in thermography* [143].

### La thermoréflectance

Il s'agit d'une méthode de type « pompe-sonde » : un faisceau laser est focalisé sur l'échantillon et est absorbé par la surface de cet échantillon. Cette absorption se traduit par une élévation locale de la température de l'échantillon et donc par une modification locale de l'indice de réfraction  $n$  du matériau qui dépend de la température  $T$ <sup>6</sup>. Or cet indice de réfraction entre en jeu dans les coefficients de Fresnel qui décrivent la réflectivité d'un matériau. Aussi, un deuxième faisceau laser, le faisceau sonde, va être réfléchi par la surface de

---

6. En première approximation,  $n_\lambda(T) = n_\lambda(T_0) + \frac{dn_\lambda}{dT}(T - T_0)$  où l'indice  $\lambda$  désigne la dépendance spectrale de l'indice de réfraction  $n$ . Il faudra donc veiller à choisir une longueur d'onde d'excitation qui non seulement soit bien absorbée par le matériau, mais pour laquelle l'indice  $n$  a par ailleurs une sensibilité en température suffisante pour effectuer la mesure.

l'échantillon et va sonder cette variation locale de réflectivité  $\Delta R$ , qui dépend directement de la variation de température  $\Delta T$  :

$$\Delta R = \frac{\partial R}{\partial T} \Delta T \quad (2.19)$$

Il existe ensuite plusieurs variantes de cette méthode :

- méthode générale : en modulant l'excitation (laser continu) puis en démodulant le signal détecté à cette fréquence à l'aide d'une détection synchrone, on obtient une valeur de la variation de réflectivité et donc de température. Cette mesure peut être faite en un point ou bien une image peut être produite en utilisant par exemple une caméra CCD [54]. La résolution spatiale est donnée par la taille du spot d'excitation qui, si la longueur d'onde de pompe est choisie dans le visible, peut donc être sub-micrométrique. Il est en outre possible de fonctionner sans laser de pompe, en exploitant une élévation de température propre à l'échantillon. C'est une méthode très utilisée pour détecter des points chauds dans des circuits intégrés alimentés en courant [164], [165]. Notons enfin que deux termes différents sont parfois utilisés pour distinguer la méthode utilisant un laser de pompe sur un échantillon dit *passif* — la **photoréflectance** — et la méthode utilisant la propre chaleur d'un échantillon alimenté dit *actif* — la **thermoréflectance**. Cette distinction n'étant pas utilisée par tous, nous regrouperons sous le terme *thermoréflectance* l'ensemble des techniques assimilées, cf. Fig. 2.9.
- avec résolution temporelle : la *Time Domain ThermoReflectance method* (TDTR) [50], [124]. Le faisceau de pompe est un laser impulsionnel qui entraîne de manière répétée une élévation locale de température avant que celle-ci ne retourne à l'équilibre. Le laser de sonde est lui aussi impulsionnel, en général à la même fréquence de répétition que le laser de pompe (cas dit homodyne mais il existe là encore des variantes), décalé en temps par rapport au laser de pompe. En balayant plusieurs délais temporels entre les deux lasers, il est possible de reconstruire l'ensemble de la courbe d'évolution de la température dans le milieu. En pratique, ce délai est imposé grâce à une ligne à retard motorisée. Cette méthode est utilisée pour caractériser la conductivité thermique de matériaux.
- avec résolution fréquentielle : la *Frequency Domain ThermoReflectance* (FDTR), [148]. Le laser de pompe est un laser continu modulé. La mesure avec le laser de sonde — continu également — se fait avec un délai donné et fixe par rapport au laser de pompe. En revanche, c'est la fréquence de modulation qui est cette fois balayée. Le balayage fréquentiel permet de sonder des profondeurs différentes (cf. équ. 2.18). Cette méthode présente également l'avantage de pouvoir s'affranchir de la translation motorisée de la ligne à retard de la TDTR.

Cette technique nécessite d'avoir un échantillon à la fois absorbant à la longueur d'onde de pompe et bien réfléchissant à la longueur d'onde de sonde. En général, cette technique est utilisée avec des longueurs d'onde dans le visible sur des surfaces métalliques qui répondent bien à ces exigences. Il est toutefois possible de métalliser un échantillon qui ne satisferait pas à ces critères. Dans le cas des isolants à base de verre, cela n'est pas envisageable dans la mesure où le verre est un tel mauvais conducteur que le dépôt d'une couche métallique perturberait trop la mesure. Cette technique n'est donc *a priori* pas adaptée à l'étude d'échantillons en verre.

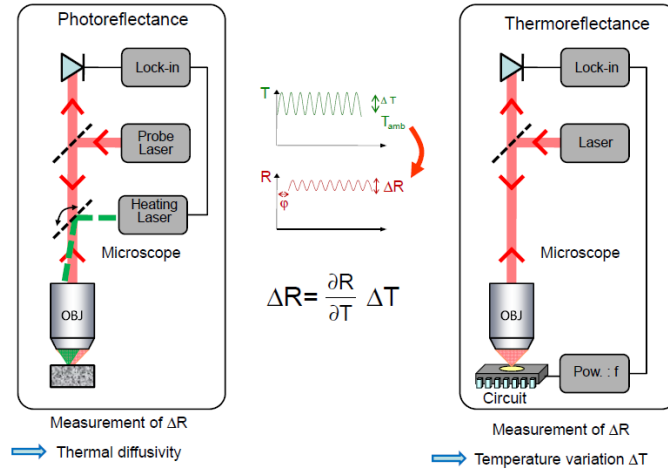


FIGURE 2.9 – Illustrations des techniques de photoreflectance (à gauche) et thermoreflectance (à droite) - d'après la présentation de G. Tessier lors de la Quantiheat Scientific School 2014.

### La thermométrie Raman et la thermométrie de fluorescence

La thermométrie Raman [130] se base sur la technique de spectroscopie Raman qui utilise le principe d'interaction entre les phonons d'un matériau et les photons d'une lumière laser incidente donnant lieu à de la diffusion inélastique (ou diffusion Raman) provoquant des décalages (Stokes et anti-Stokes) des pics du spectre. Or la température influe sur ces phonons de sorte qu'une variation de température peut s'observer dans un spectre Raman de deux manières : soit par un décalage des pics, soit en comparant le rapport d'intensité entre les pics Stokes et anti-Stokes. Il est souvent nécessaire d'accumuler le signal sur de longues périodes pour obtenir un rapport signal à bruit convenable. Cette technique permet de mesurer la conductivité thermique, même dans le cas d'objets nanométriques comme des nanofils [46]. Pour que cette méthode puisse être appliquée, il est nécessaire d'avoir des matériaux qui possèdent des sections efficaces Raman élevées avec des raies étroites. Elle s'applique bien à des systèmes tels que le diamant et le silicium cristallin mais son application au cas du verre n'est pas envisageable.

Notons par ailleurs que la température influe également sur l'intensité et la position de pics de fluorescence dans le cas de molécules fluorescentes si bien que des sondes de température basées sur la fluorescence ont été développées [174],[3].

### Les techniques liées au déplacement photothermique

Ces méthodes, comme la technique dite PTDT pour *Pulsed Photothermal Displacement Technique* [83], visent à détecter une distorsion de surface liée à la dilatation thermique locale du matériau suite à un échauffement local, typiquement par absorption d'un laser de chauffe. En pratique, la PTDT utilise un laser de sonde qui va être réfléchi sur la surface jusqu'à une diode quatre cadrans par exemple. Si la surface chauffée se dilate (ou se rétracte), les contraintes internes vont engendrer une distorsion de surface qui va dévier le laser de sonde. C'est la mesure de cette déviation qui renseigne sur les propriétés internes du matériau et permet de remonter à la diffusivité thermique de l'échantillon [17].

## La photoacoustique

Là encore, un faisceau laser vient chauffer localement un échantillon. Celui-ci va se dilater sous l'effet de l'échauffement. Mais cette fois, c'est l'air à proximité immédiate du point chaud qui va être le vecteur de l'information thermique. En effet, puisque la surface se dilate, l'air à proximité immédiate va se contracter localement. Si on illumine la surface avec un laser modulé, la surface va périodiquement se dilater puis se relâcher et l'air à son contact va inversement se contracter puis se détendre. De cette façon, une onde acoustique se crée et cette onde peut être détectée via un microphone, comme dans l'invention initiale de A.G.Bell, le *photophone* (1880) [16]. En plaçant l'échantillon dans une enceinte appropriée, il est possible de déterminer la diffusivité thermique du matériau [12].

## L'effet mirage

Cette technique proposée par A.C. Boccara en 1980 [25] mesure de manière indirecte la température d'un échantillon. Là encore, un faisceau laser vient chauffer localement la surface de l'échantillon. Mais cette fois, c'est l'air se trouvant à proximité immédiate de l'échantillon qui va également s'échauffer. L'indice de réfraction de l'air dépendant de la température, celui-ci va varier localement autour du point de chauffe. En faisant passer un laser de sonde le long de l'interface échantillon-air, celui-ci va se trouver dévié par effet mirage à cause des fluctuations locales d'indice de l'air. La mesure de cette déviation permet de remonter à la diffusivité thermique du matériau et, dans des méthodes inspirées de celle-ci, de remonter à la fois à la conductivité thermique et à la diffusivité thermique [58].

## La microscopie optique de champ proche

Dans le chapitre précédent, § 1.3, nous avons évoqué l'existence d'un champ proche confiné à la surface d'un échantillon mais pouvant être le siège d'un transfert thermique accru, particulièrement dans le cas de matériaux supportant des résonances de phonons-polaritons comme le verre, le quartz ou le SiC. Certaines techniques dédiées à l'étude du transfert thermique à l'échelle du contact entre deux objets ont été présentées, et nous avons brièvement évoqué le cas de l'adaptation de la microscopie optique de champ proche (SNOM) au domaine de la thermique. La microscopie optique de champ proche permet de sonder le champ proche évanescents en plaçant un diffuseur à très faible distance de la surface, dans le champ proche du matériau. Ce diffuseur joue le rôle d'une antenne de taille nanométrique qui permet de diffuser le champ proche. Le champ ainsi diffusé est propagatif et devient donc détectable par des instruments de détection standards. L'annexe B donnera quelques informations supplémentaires pour ce qui concerne le SNOM dans le domaine du visible.

Cette technique a été utilisée dans le domaine infrarouge, une pointe métallique jouant le rôle de diffuseur [96], [72]. À l'image des techniques de SNOM à pointe diffusante dans le domaine du visible, l'échantillon est en principe éclairé par une source extérieure, ici un laser CO<sub>2</sub> émettant à  $\lambda = 10.6 \mu\text{m}$ . S'inspirant du SNOM, un nouvel instrument ne nécessitant plus de source d'illumination extérieure (et s'affranchissant ainsi de la perte de symétrie introduite par un éclairage directionnel [128]) a été développé par l'équipe. Cet instrument, appelé TRSTM pour *Thermal Radiation Scanning Tunneling Microscope* — cf. schéma en Fig. 2.10 —, est lui aussi basé sur une pointe diffusante en tungstène utilisée en mode « contact intermittent » sur un montage AFM, qui balaye la surface de l'échantillon. À la différence du SNOM, la température propre de l'échantillon génère le

champ proche thermique. Cette émission thermique est diffusée par la pointe, ce qui permet de la détecter à l'aide d'un détecteur infrarouge combiné à une détection synchrone. Il est possible d'effectuer la mesure à température ambiante, mais en général l'échantillon est chauffé à l'aide d'un élément résistif, ce qui permet d'augmenter le rayonnement thermique et donc le signal détecté. Le signal, qui est détecté à l'aide d'un détecteur MCT (mercure-cadmium-tellure) refroidi après collection de la lumière infrarouge diffusée par la pointe grâce à l'objectif d'un microscope infrarouge, est démodulé à la fréquence d'oscillation de la pointe (ou à ses harmoniques) par la détection synchrone. La quantité mesurée est le produit de la densité locale d'états électromagnétique (EM-LDOS, pour plus de détails, cf. [32]), du nombre de photons excités par mode (donné par la statistique de Bose-Einstein et qui dépend directement de la température de l'échantillon), et de l'énergie d'un photon<sup>7</sup>. Grâce au balayage de l'échantillon, il est possible d'obtenir une image de l'émission thermique de champ proche avec une résolution bien meilleure que celle donnée par la limite de diffraction dans l'infrarouge puisque la résolution spatiale est ici donnée par la taille de l'extrémité de la pointe, soit environ 100 nm (cf. Fig. 2.10, insert (c)).

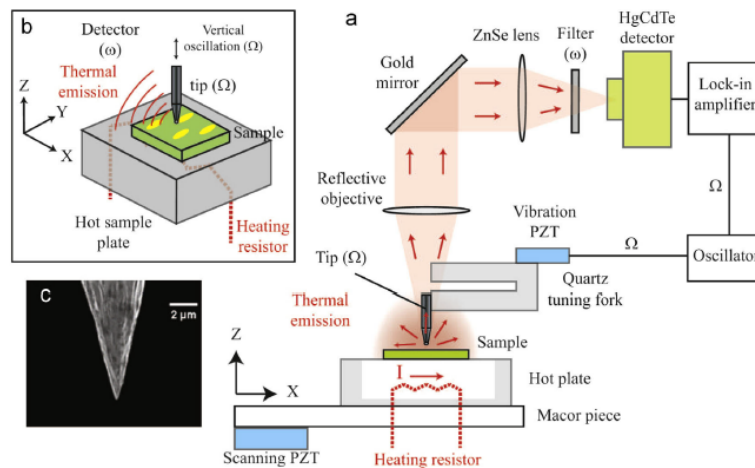


FIGURE 2.10 – Schéma du dispositif expérimental du TRSTM - d'après [32]

Notons que le trajet du signal infrarouge peut également être dévié vers un spectromètre à transformée de Fourier (FTIR) avant d'atteindre le détecteur. Cela permet d'obtenir le spectre de champ proche de l'échantillon, dont on a vu qu'il pouvait être très différent du spectre en champ lointain [10]. En couplant le balayage de l'échantillon avec l'analyse par spectroscopie, il est possible de faire de l'imagerie hyperspectrale du champ proche avec une résolution 100 fois meilleure que celle d'un spectre FTIR conventionnel [129].

D'autres équipes ont développé des instruments inspirés de ce TRSTM :

- une version dans laquelle la pointe est chauffée plutôt que l'échantillon [77]. Cet instrument a également été utilisé couplé à un spectromètre FTIR sur du SiC, du quartz, mais aussi sur un polymère (le PTFE), mettant en évidence l'intérêt de la technique pour l'étude de résonances polaritoniques ou de raies d'absorption avec une résolution nanométrique.
- une version avec un autre type de détecteur [81].

7. Pour un modèle théorique complet, cf. [78].

### 2.3.2 Les méthodes électriques

Les méthodes électriques s'appuient soit sur une dépendance en température de la résistivité du matériau constituant la sonde thermométrique, soit sur des effets thermoélectriques comme l'effet Seebeck. Pour parvenir à des mesures à l'échelle microscopique, des progrès dans la miniaturisation des systèmes grâce à des techniques de nano-structuration ont été nécessaires. Nous passons en revue ici quelques techniques exploitant ces deux effets puis nous terminerons avec la microscopie thermique à balayage ou SThM (*Scanning Thermal Microscopy*) qui est une méthode de caractérisation particulièrement utilisée et pouvant exploiter ces deux effets.

#### Les nano-jonctions métalliques

Les nano-jonctions métalliques, également appelées thermocouples à films minces (*Thin Film Thermocouples*, TFTC) fonctionnent comme des thermocouples mais avec des dimensions plus petites que les thermocouples standard. Un thermocouple utilise l'effet Seebeck : une jonction est formée entre deux métaux formant une boucle reliée à un voltmètre (cf. Fig. 2.11). L'effet Seebeck nous dit que la tension mesurée dépendra directement de la température chaude  $T_c$  selon la relation suivante :

$$\Delta V = \int_{T_{ref}}^{T_c} S_{couple}(\theta) d\theta \quad (2.20)$$

où  $S_{couple}$  est le coefficient Seebeck du couple de métaux formant la jonction.

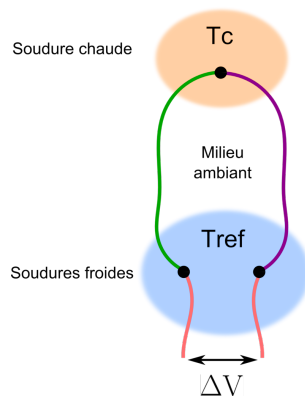


FIGURE 2.11 – Schéma de principe du montage d'un thermocouple. La jonction « chaude » est l'élément sensible en contact avec l'échantillon à mesurer tandis que les deux soudures froides sont soudées à un voltmètre pour mesurer la tension proportionnelle à l'écart de température entre la zone froide et la zone chaude - d'après <https://fr.wikipedia.org/wiki/Thermocouple>

Les techniques actuelles de dépôt chimique en phase vapeur (CVD) ou de lithographie permettent de créer des jonctions métalliques sous forme de films minces, ces jonctions constituant des thermocouples aux échelles nanoscopiques [35], [121], la résolution spatiale étant évidemment donnée par les dimensions du thermocouple.

#### La méthode $3\omega$ et autres systèmes à membrane suspendue

La méthode  $3\omega$  présentée plus haut est également utilisée pour étudier les paramètres thermiques d'objets microscopiques. Il faut alors nano-lithographier le circuit métallique

de mesure sur l'échantillon. Cette étape est évidemment complexe compte tenue des dimensions en jeu et demande un savoir-faire pointu. Cependant, certaines équipes parviennent ainsi à étudier la conductivité thermique de nanofils par exemple [28].

D'autres techniques utilisent également la dépendance en température de la résistivité de matériaux (typiquement le platine). Par exemple, dans une géométrie où un nanofil est suspendu entre deux membranes, l'une servant à apporter la chaleur, l'autre servant de puit de chaleur ; l'apport de chaleur et la mesure de température sont faits par des résistances en platine sous forme de films minces. La différence de température de part et d'autre du nanofil permet de mesurer sa conductivité thermique [87], [55].

### **Le SThM ou microscope thermique à balayage**

Lorsque l'on cherche à atteindre la meilleure résolution spatiale possible, les techniques de sondes locales à balayage sont souvent une réponse adaptée, dans la mesure où la résolution spatiale est alors donnée par les dimensions de l'extrémité de leurs sondes qui peuvent atteindre des dimensions inférieures à 100nm. Pour parvenir à obtenir des informations thermiques avec la résolution des méthodes à sondes locales, l'idée a très rapidement émergé de munir les sondes standard comme celles du microscope à force atomique (AFM<sup>8</sup>) d'un capteur thermique. La première technique de microscopie thermique à sonde locale (*Scanning Thermal Microscopy* en anglais qui donne l'acronyme SThM que nous utiliserons souvent par la suite — on y reviendra plus en détails dans la Partie II) est arrivée très rapidement après l'invention des premiers microscopes de champ proche, le STM ou microscope à effet tunnel [23] puis l'AFM [20]. Le premier SThM — appelé à l'époque STP pour *Scanning Thermal Profiler* — est né des laboratoires d'IBM, comme l'AFM et le STM [181]. Il consiste à reprendre le principe de l'AFM, mais en ajoutant un élément thermosensible à l'extrémité de la sonde. La donnée obtenue est donc à la fois la donnée de topographie que fournit la technique AFM standard, complétée de la donnée de température que fournit le senseur thermique. Dans la version initiale, l'élément sensible était une jonction métallique ou thermocouple, dont le principe a déjà été développé plus haut. La jonction doit bien évidemment se trouver à l'extrémité de la sonde pour obtenir une cartographie de température avec la résolution spatiale la meilleure possible. Le difficulté est donc de déposer cette jonction sur cette pointe qui par définition n'est pas plane. La résolution latérale atteinte par cette sonde est de 100 nm.

Depuis la première démonstration, cette technique ne cesse de se développer<sup>9</sup> dans la mesure où elle offre un outil de caractérisation relativement simple d'utilisation et offrant une excellente résolution spatiale. Par ailleurs, elle peut être utilisée sur tout type de solides et même sur des échantillons biologiques [68]. Le concept reste inchangé :

- une sonde de type AFM munie d'un capteur thermique. Dans les dispositifs classiques, ce capteur peut être une nanojonction formant un thermocouple ou bien un élément thermorésistif, comme le platine par exemple, et dont la résistivité varie sensiblement avec la température. Les dimensions de cette sonde définiront la meilleure résolution latérale que l'instrument pourra atteindre ;
- une électronique de contrôle permettant l'acquisition des données mesurées par le capteur thermique ;

---

8. La microscopie à force atomique ou AFM consiste à balayer une nanopointe placée à l'extrémité d'un cantilever sur un échantillon et mesurer la déflexion du cantilever en chaque point du balayage. La déflexion permet de remonter directement à la topographie de la zone balayée sur l'échantillon.

9. Pour une description plus exhaustive des récents développements en microscopie thermique à balayage, nous renvoyons le lecteur à l'article de revue [61].

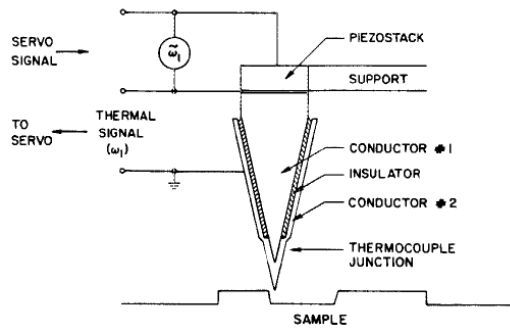


FIGURE 2.12 – Illustration reprise de [181] montrant le premier dispositif de profilomètre thermique à balayage, appelé aujourd’hui SThM

- un système AFM pour effectuer des balayages contrôlés sur la surface d’échantillons.

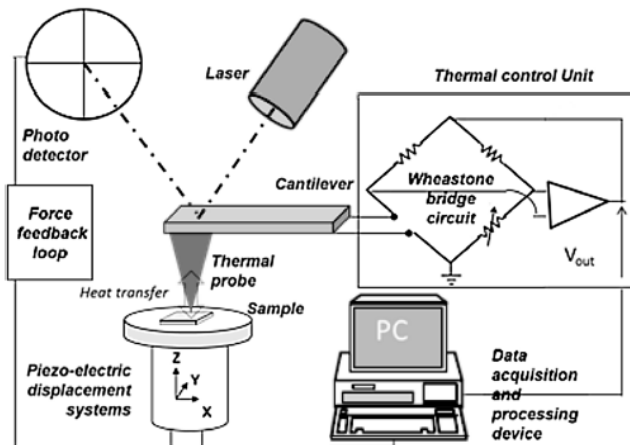


FIGURE 2.13 – Schéma descriptif d’un SThM - d’après [61]. On reconnaît d’une part l’électronique d’asservissement de la force propre au système AFM, d’autre part l’unité de contrôle de la sonde thermique, qui consiste ici en un pont de Wheatstone.

De manière générale, les SThM standard peuvent fonctionner selon deux modes : le mode *passif* dans lequel l’élément thermosensible mesure la température de l’échantillon avec lequel il se trouve en contact, et le mode *actif* dans lequel l’élément thermosensible provoque un échauffement local tout en continuant de mesurer la température. Si le mode passif permet de produire des cartographies dont le contraste est donné par la température locale, le mode actif donne quant à lui des cartographies dont le contraste est donné par la conductivité locale de l’échantillon. Notons enfin que l’utilisation de ce type de sonde permet d’autres types de caractérisations thermiques (par exemple, caractérisation de la température de transition de phase et identifications de zones amorphes ou cristallines en utilisant le mode actif [146]).

Cette technique nécessitant d’être en contact avec l’échantillon, de l’incertitude demeure sur la résistance thermique de ce contact. Comme on a pu le voir plus haut, les aspérités et la présence d’humidité se condensant au niveau du contact peuvent largement modifier la résistance de contact entre la sonde et l’échantillon et, ce faisant, perturber la mesure.

Ces effets font l'objet de nombreux travaux [153], [98], [8]. Si certains s'affranchissent de la question du contact en travaillant à courte distance de l'échantillon [188], cette question reste un point épineux. Par ailleurs, la problématique de la calibration thermique de ce genre de sondes est un problème qui n'est pas encore parfaitement résolu à ce jour. Le projet européen « QUANTIHEAT<sup>10</sup> », qui résulte de l'initiative d'une équipe française et qui regroupe l'ensemble des acteurs du sujet répartis en Europe, vise précisément à apporter des réponses à ces questions essentielles pour permettre l'utilisation à large échelle de ce type d'instrument.

---

10. QUANTIHEAT : QUANTitative scanning probe microscopy techniques for HEAT transfer management in nanomaterials and nanodevices. Projet européen dirigé par S. Gomès, CETHIL, INSA Lyon. <http://www.quantihheat.eu/>

# Conclusion

L'idée de cette première partie était de mettre en contexte l'objet de notre étude. Nous avons ainsi vu à quoi pouvaient ressembler ces matériaux hétérogènes complexes que sont les isolants et à quels transferts thermiques internes ils étaient soumis. Nous avons également vu les grandes techniques de caractérisation thermique des matériaux, et ce à des échelles de taille extrêmement variées : de la dizaine de mètres dans le cas de l'imagerie thermique d'un bâtiment à quelques nanomètres dans le cas de la caractérisation thermique de nanofils ou de l'utilisation de sondes SThM. Notons par ailleurs que ces méthodes sont utilisées par des publics très différents : agences spécialisées dans le diagnostic énergétique des bâtiments, établissements certificateurs pour les matériaux, laboratoires de recherche ... Pour chaque application, il convient de déterminer quelle(s) technique(s) est appropriée : les critères de choix seront la dimension de l'objet, la nature du matériau, le paramètre physique à mesurer, la nécessité d'effectuer un contrôle non-destructif, la possibilité d'être en contact avec l'échantillon ...

Pour ce travail de thèse, la question centrale a porté sur l'influence des contacts solide-solide dans les isolants sur le transfert thermique total du matériau. Et nous avons pu voir dans cette partie que l'influence des contacts était très loin d'être négligeable dans le transport de la chaleur par conduction solide. Il existe à ce jour de nombreuses études numériques pour tenter de modéliser aussi fidèlement que possible les contacts d'un matériau réel. Mais pour développer les isolants de demain, les industriels utilisent des modèles simplifiés aux propriétés effectives et prenant en compte une résistance de contact typique pour le matériau. Seulement, quelle valeur donner à cette résistance de contact ? Jusque récemment, la question de cette résistance de contact était une question annexe dans la mesure où la contribution du transfert thermique par conduction dans les isolants sous air était largement dominée par la conduction dans l'air. La valeur d'entrée de la résistance de contact dans les modèles de calculs était alors choisie de manière phénoménologique. Aujourd'hui, l'apparition des matériaux sous vide change la donne dans la mesure où la contribution de la conduction solide devient non négligeable compte tenu de la très faible conductivité thermique de ces matériaux. Il convient donc désormais de parvenir à une mesure expérimentale de cette résistance de contact pour ajuster cette variable dans les modèles utilisés.

Si l'on s'intéresse aux méthodes existantes de caractérisation des matériaux, beaucoup ne sont tout simplement pas adaptées à l'étude du contact entre deux matériaux fortement isolants. On peut penser à la technique de photoréflectance, par exemple, qui nécessite un échantillon réfléchissant dans le visible — ce qui n'est pas le cas du verre — ou la thermographie infrarouge dont la résolution spatiale est insuffisante pour l'étude du contact entre des fibres ou des sphères dont le diamètre est de quelques microns. D'autre part, si l'on souhaite étudier le transfert par conduction solide au travers d'un ensemble de contacts, les méthodes utilisant des sondes locales à balayage sont immédiatement écartées car elles ne

sont adaptées qu'à l'étude d'échantillons raisonnablement plats, ce qui n'est aucunement le cas d'un matelas de fibres de verre. Enfin, la nature fortement isolante du verre constitue en soi un réel problème pour caractériser le transfert thermique car il faut une technique suffisamment sensible et qui dans le même temps, ne perturbe pas la mesure : le contact avec un instrument de mesure très conducteur par rapport au verre, comme un thermocouple par exemple, apporterait alors un canal de conduction largement privilégié par la chaleur au détriment du contact.

Au cours de ce travail de thèse, nous avons donc essayé de développer des méthodes nouvelles de caractérisation du transport thermique adaptées à notre cas d'étude, simplifié pour l'occasion au contact entre deux fibres de verre ou éventuellement des sphères de verre. Nous sommes partis d'une page blanche pour tenter de concevoir des instruments innovants qui devraient permettre à terme, d'obtenir quelque information pertinente au sujet de la résistance de contact. Nous nous sommes d'abord inspirés d'expériences précédentes, déjà évoquées plus haut, qui visaient à quantifier le transfert thermique entre une sphère de verre et un plan de verre lorsque la distance séparant les deux objets diminue [117], [145], [152], [155]. Ces expériences nous ont encouragés à travailler en géométrie sphère-plan, plus simple à traiter. Pour faire la mesure de température très localement au dessus de la bille, nous avons choisi d'utiliser une pointe SThM à laquelle la bille serait collée. Nous ne possédions pas de SThM au laboratoire mais avions déjà plusieurs systèmes AFM. Nous avons donc décidé de tenter de construire nous-même le système de mesure ; nous exposerons ces travaux dans la partie II de ce manuscrit. Parallèlement, nous avons développé un second instrument de nature totalement différente. Il s'agit d'une technique sans contact inspirée de la thermographie infrarouge et des méthodes à détection optique citées plus haut, et qui offre une information temporelle que nous avons exploitée pour faire l'étude du contact entre deux fibres. Par ailleurs, cette méthode nouvelle pourrait permettre d'effectuer de l'imagerie infrarouge super-résolue, c'est-à-dire avec une résolution spatiale inférieure à la longueur d'onde thermique de détection. La dernière partie de ce manuscrit y sera consacrée (Partie III).

## Deuxième partie

# Dispositif d'étude du contact thermique par sonde SThM

# Introduction

Parmi les techniques d’investigation du transfert thermique aux petites échelles, nous avons cité en Partie I, chapitre 2.3.2 les sondes thermiques à balayage dites *Scanning Thermal Microscopies* ou *SThM*. De manière classique, ces sondes sont utilisées en balayant une surface afin de produire une cartographie de température ou de conductivité thermique. Notre idée a été de détourner cet outil afin de créer une expérience-modèle propice à une modélisation simple du transfert thermique au travers d’un contact verre-verre.

Le contact qui fait l’objet d’une étude dans cette thèse est le contact entre deux fibres de verre. En toute rigueur, il faut donc modéliser un contact entre deux cylindres de verre. Cependant la géométrie cylindre-cylindre n’est pas la plus simple à modéliser en particulier parce que l’angle relatif entre les deux cylindres peut varier. Nous avons donc choisi de commencer avec une géométrie sphère-plan, dont le contact est bien reproductible et ne dépend pas de l’angle formé entre les objets. La modélisation dans cette géométrie est ainsi simplifiée. Certes, la situation diffère du cas expérimental de fibres cylindriques qui nous intéresse en premier lieu mais l’objet est ici de proposer une expérience-modèle permettant une meilleure compréhension des transferts thermiques à l’approche du contact et au contact. Une fois la preuve de concept obtenue dans cette géométrie, rien n’empêche de poursuivre dans une configuration cylindre-cylindre tout en faisant une étude en fonction de l’angle entre les objets.

Notre idée de dispositif permet de sonder le transfert thermique dans l’air entre une bille de verre et un plan en verre et ce, aux courtes distances ainsi que le contact solide-solide entre la bille et le plan. L’expérience-modèle en géométrie sphère-plan consiste donc à coller une bille de verre micrométrique à l’extrémité d’une sonde SThM puis mesurer localement la température au sommet de la bille à mesure que l’on fait varier la distance entre la bille et une surface de verre, alors que l’une ou l’autre est chauffée à une température connue. D’autres expériences utilisant la même géométrie ont été menées par le passé, en particulier pour sonder le transfert radiatif à courte distance entre deux objets en verre et nous ont inspirés pour cette étude [117], [145], [152], [155]. A la différence de ces travaux, nous avons travaillé sous atmosphère ambiante et non sous vide. Ce choix a d’abord été un choix pragmatique dans la mesure où nous partions de zéro dans la construction de l’instrument et ne pouvions pas investir dès le départ dans une enceinte sous vide, mais ce fut aussi un choix délibéré dans la mesure où la question de la résistance de contact dans les isolants doit trouver réponse dans le cas de matériaux sous vide pour les VIP mais également dans des conditions ambiantes qui sont celles des matelas de fibres de verre.

Dans cette partie, nous proposons une modélisation simple du dispositif envisagé permettant d’extraire les ordres de grandeur des différentes résistances thermiques en jeu, puis nous présentons le dispositif que nous avons développé au cours de cette thèse. Enfin, les premiers résultats obtenus avec ce nouvel outil sont présentés et discutés.

# Chapitre 1

## Modèle en résistances équivalentes d'une expérience-modèle en géométrie sphère-plan

Nous présentons ici un modèle simple en résistances équivalentes que nous avons développé en tout début de thèse pour étudier la faisabilité d'une telle expérience et dimensionner au mieux les différents éléments. Ce modèle bien que très simplifié permet de se confronter aux différents ordres de grandeurs en jeu dans le système et aux éventuelles limitations qui pourraient être rencontrées avec un système expérimental réel.

### 1.1 Présentation du modèle étudié

Nous souhaitons modéliser une situation simple, à savoir étudier le transfert thermique entre une bille de verre d'environ  $40\ \mu\text{m}$  de diamètre<sup>1</sup> et une surface plane de verre lorsque l'on impose une différence de température entre les deux. Nous souhaitons en particulier étudier l'évolution du transfert thermique en fonction de la distance entre la surface et la bille. Pour faire varier précisément la distance entre la bille et la surface de verre de 0 à  $10\ \mu\text{m}$ , on souhaite greffer la bille de verre à l'extrémité d'une pointe d'AFM. Il faudra donc également tenir compte de la contribution du cantilever dans le bilan des transferts thermiques que l'on cherche à établir. On trouvera en Fig. 1.1 un schéma du système étudié.

Plusieurs types de transferts thermiques entrent en jeu :

- la conduction solide dans la bille de verre ;
- le transfert thermique via la couche d'air située entre la bille et la surface de verre (lorsque  $d \neq 0$ ). On verra que ce transfert peut se décomposer en deux contributions :
  - le transfert par conduction dans l'air ;
  - le transfert de type radiatif.
- les échanges thermiques de type conducto-convectif avec l'environnement ;
- le transfert possible entre le bras de cantilever et la surface de verre ;
- enfin, lorsque la bille est au contact avec la surface, il faut tenir compte du transfert au niveau du contact solide-solide.

---

1. Ce choix de dimensions a été fait pour permettre la comparaison avec des études existantes ([145]) mais n'est pas tout à fait pertinent compte tenu des dimensions des éléments en verre au sein des isolants évoquées dans la Partie I. Nous verrons dans le chapitre 2.1.6 que pour les expériences, nous avons finalement choisi des billes de  $20\ \mu\text{m}$  de diamètre.

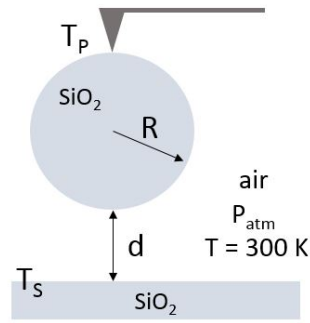


FIGURE 1.1 – Schéma du modèle étudié. Le sommet de la bille est collé à la pointe et est à une température  $T_P$  tandis que la surface plane de verre est à température  $T_S$ .

Faire un bilan complet de tous les transferts thermiques qui ont lieu dans le système s'avèrerait trop complexe. On va donc essayer d'établir un bilan simplifié qui nous donnera cependant les ordres de grandeur nécessaires pour éventuellement mettre au point l'expérience. On va donc modéliser le système complexe décrit plus haut par un ensemble de résistances thermiques associées en série ou en parallèle que nous quantifierons par la suite. On négligera par ailleurs — du moins dans un premier temps — certains transferts thermiques, comme par exemple les pertes aux parois par échanges conducto-convectifs avec l'air.

Le système qui nous intéresse peut donc être modélisé de manière simplifiée par le schéma de la Fig. 1.2

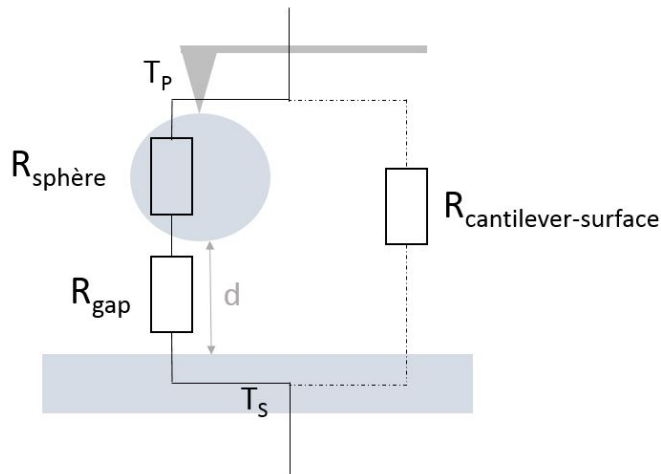


FIGURE 1.2 – Modèle en résistances équivalentes

où  $R_{gap}$  est une contraction pour définir la résistance entre la bille et la surface. Si la bille est en contact avec la surface, alors  $R_{gap} = R_{contact}$  et si la bille n'est plus en contact avec la surface mais flotte à une distance  $d$  au-dessus de la surface, alors  $R_{gap}$  symbolise les résistances par transfert conductif et radiatif dans l'air mises en parallèle, comme l'indique le schéma de la Fig 1.3. Aussi, si  $d \neq 0$  :

$$(R_{gap})^{-1} = (R_{conduction\ air})^{-1} + (R_{radiatif})^{-1}$$

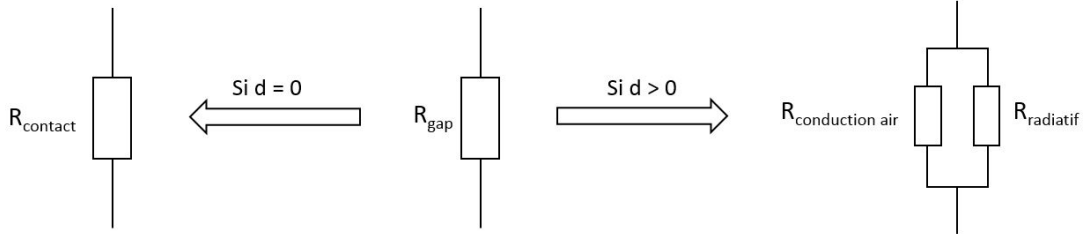


FIGURE 1.3 – Modèle en résistances équivalentes du gap d’air entre la bille et la surface

On va maintenant détailler chacune de ces résistances thermiques afin d’obtenir des ordres de grandeur pour avoir une idée du bilan thermique total de ce système.

## 1.2 Conduction dans la bille de verre

On considère un modèle de sphère tronquée (pour permettre de définir un flux de chaleur à travers une surface non nulle) : la sphère est tronquée en ses deux sommets par deux disques de rayon  $a$ . On fait l’hypothèse simplifiée d’un transfert thermique 1D selon l’axe  $z$  et l’on considère que les parois extérieures sont calorifugées. Le calcul de la conduction 1D se fait par « tranches » (cf. Fig. 1.4).

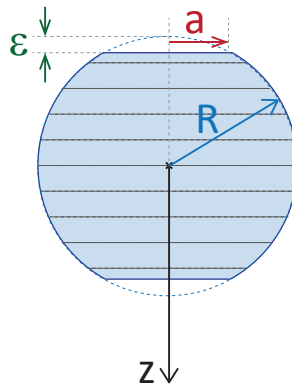


FIGURE 1.4 – Schéma du modèle de la sphère *tronquée* pour le calcul de conduction *par tranches*

Le flux thermique en régime stationnaire 1D traversant une surface  $S(z)$  s’écrit :

$$\phi = -\lambda S(z) \frac{dT}{dz}(z) \quad (1.1)$$

$$\frac{dz}{\lambda S(z)} = -\frac{dT}{\phi} \quad (1.2)$$

$$\frac{1}{\lambda} \int_{z_1}^{z_2} \frac{dz}{S(z)} = - \int_{T_1}^{T_2} \frac{dT}{\phi} = \frac{T_1 - T_2}{\phi} \quad (1.3)$$

Donc la résistance thermique vaut :

$$R_{sphère} = \frac{\Delta T}{\phi} = \int_{z_1}^{z_2} \frac{dz}{\lambda S(z)} \quad (1.4)$$

Il ne reste plus qu'à intégrer sur l'ensemble de la sphère tronquée :

$$R_{sphère} = \frac{1}{\lambda} \int_{-R+\varepsilon}^{R-\varepsilon} \frac{dz}{S(z)} \quad (1.5)$$

Or  $S(z) = \pi r^2(z)$  avec :

$$\begin{aligned} r^2(z) &= R^2 - z^2 \\ &= R^2 \left[ 1 - \left( \frac{z}{R} \right)^2 \right] \end{aligned}$$

Donc

$$R_{sphère} = \frac{1}{\lambda} \int_{-R+\varepsilon}^{R-\varepsilon} \frac{dz}{\pi R^2 \left[ 1 - \left( \frac{z}{R} \right)^2 \right]} \quad (1.6)$$

On pose le changement de variable  $u = \frac{z}{R}$  donc  $dz = Rdu$ . Alors :

$$R_{sphère} = \frac{1}{\lambda \pi R} \int_{-1+\frac{\varepsilon}{R}}^{1-\frac{\varepsilon}{R}} \frac{du}{1-u^2} \quad (1.7)$$

Et donc

$$R_{sphère} = \frac{1}{\lambda \pi R} \int_{-1+\frac{\varepsilon}{R}}^{1-\frac{\varepsilon}{R}} \frac{du}{1-u^2} \quad (1.8)$$

$$= \frac{1}{\lambda \pi R} \left[ \ln(u+1) - \ln(1-u) \right]_{-1+\frac{\varepsilon}{R}}^{1-\frac{\varepsilon}{R}} \quad (1.9)$$

$$= \frac{2}{\lambda \pi R} \ln \left( \frac{2 - \frac{\varepsilon}{R}}{\frac{\varepsilon}{R}} \right) \quad (1.10)$$

Or ici :

$$R^2 = (R - \varepsilon)^2 + a^2 = R^2 - 2R\varepsilon + \varepsilon^2 + a^2 \quad (1.11)$$

Donc

$$\varepsilon^2 - 2R\varepsilon + a^2 = 0 \quad (1.12)$$

Considérant le discriminant  $\Delta = 4R^2 - 4a^2 = 4(R^2 - a^2)$ , on peut donc écrire :

$$\varepsilon = \frac{2R \pm 2\sqrt{R^2 - a^2}}{2} \quad (1.13)$$

$$\varepsilon = R \left( 1 - \sqrt{1 - \left( \frac{a}{R} \right)^2} \right) \quad (1.14)$$

où on a choisi le signe  $-$  car  $\varepsilon < R$ .

On obtient ainsi la forme générale de la résistance thermique  $R_{sphère}$  de la sphère de rayon  $R$  :

$$R_{sphère} = \frac{2}{\lambda\pi R} \ln \left[ \frac{1 + \sqrt{1 - \left(\frac{a}{R}\right)^2}}{1 - \sqrt{1 - \left(\frac{a}{R}\right)^2}} \right] \quad (1.15)$$

A titre d'exemple, pour une sphère de rayon  $R = 20 \mu\text{m}$ , si l'on considère ses extrémités tronquées comme des disques de rayon  $a = \frac{R}{100}$ , alors avec  $\lambda_{verre} = 1 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ , on trouve :  $R_{sphère} = 1.7 \times 10^5 \text{ K W}^{-1}$ .

Il est intéressant de regarder l'influence du choix du rayon  $a$  des disques aux extrémités de la sphère — qui est un paramètre que nous sommes libres de choisir de manière arbitraire — sur la résistance thermique de conduction solide. On trace donc en Fig. 1.5 la courbe d'évolution de la résistance thermique de conduction dans la bille de silice (prise de rayon  $R = 20 \mu\text{m}$ ) en fonction de ce paramètre  $a$ .

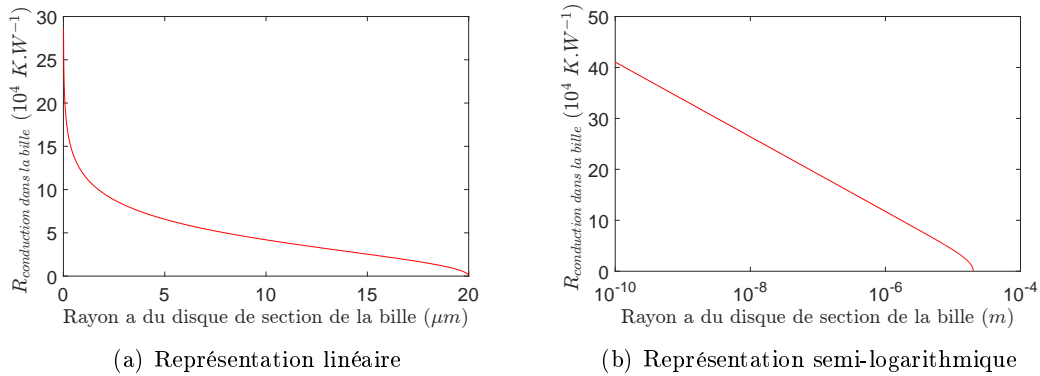


FIGURE 1.5 – Évolution de la résistance thermique de conduction dans une bille de verre de  $20 \mu\text{m}$  de rayon en fonction du rayon  $a$  des disques aux extrémités de la sphère tronquée (disques au travers desquels on calcule un flux thermique)

On peut voir que la résistance tend à diverger lorsque  $a$  devient petit (ce qui est logique car on calcule un flux au travers d'une surface qui tend vers 0). Mais il est intéressant d'observer sur la représentation semi-logarithmique en Fig. 1.5(b) que même si l'on diminue le rayon du disque de troncature de plusieurs ordres de grandeur, la résistance de conduction dans la bille de verre — sous les conditions de notre modèle — garde quant à elle le même ordre de grandeur autour de  $10^5 \text{ K W}^{-1}$ .

On peut enfin vérifier que le rayon de la bille de verre influence peu la résistance de conduction dans la bille pourvu que la bille ne soit pas trop petite. En effet, la résistance thermique de conduction reste de l'ordre de  $10^5 \text{ K W}^{-1}$  pour des rayons de bille compris entre  $3$  et  $50 \mu\text{m}$ . En revanche, pour des rayons de bille inférieurs à  $3 \mu\text{m}$ , la résistance thermique de conduction commence à augmenter et gagne un ordre de grandeur comme on peut le voir sur la Fig. 1.6.

Notons que la résistance de la mince quantité de colle qui relie la bille à la sonde devrait rigoureusement être prise en compte. En fonction des dimensions du point de colle et de sa conductivité thermique, on peut estimer la résistance thermique de la colle [145] dans la gamme  $[0.3 - 6] \cdot 10^5 \text{ K W}^{-1}$ . En pratique, on considèrera de manière simplifiée que la résistance thermique de la colle est comprise dans celle de la bille de verre.

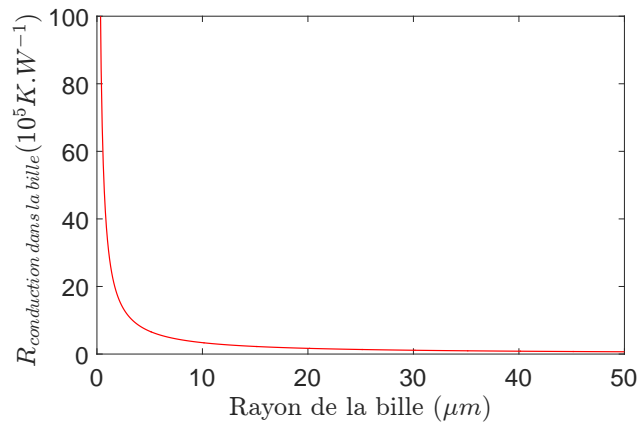


FIGURE 1.6 – Evolution de la résistance thermique de conduction dans la bille de verre en fonction du rayon  $R$  de la bille. On a considéré ici une bille tronquée aux sommets par des disques de rayon  $a = R/100$ .

### 1.3 Résistance thermique de la couche d'air entre la bille et la surface

La couche d'air entre la bille de verre et le substrat de verre est le siège de transferts thermiques qu'il convient de ne pas négliger. Ils sont de deux natures : transfert *conductif* et transfert *radiatif*. Notons que compte tenu des faibles dimensions de la cellule d'air entre la bille et le substrat ( $d < 10 \mu\text{m}$ ), l'air n'est pas le siège de convection. On néglige donc sans crainte la contribution convective au transfert thermique dans l'air entre la bille et la surface.

#### 1.3.1 Transfert conductif dans l'air

Pour traiter le transfert thermique par conduction dans l'air, nous devons distinguer plusieurs cas selon la distance de la bille au substrat. En effet, selon les distances, le transport des molécules qui constituent l'air ne se fera pas de la même manière. Il nous faut donc comparer la distance  $d$  entre la bille et le substrat avec le libre parcours moyen  $\Lambda$  des molécules d'air dans les conditions atmosphériques standard ( $P_{atm}, T_{atm}$ ) :

1. si  $d \gg \Lambda$ , alors le transport est dit *diffusif*. Les molécules rencontrent un grand nombre de collisions durant le transport. Le transfert thermique se fait par diffusion et il obéit à la loi de Fourier.
2. si  $d < 100\Lambda$ , alors le transport est dit *slip*. Il s'agit d'une forme intermédiaire de transport entre le régime diffusif et le régime balistique.
3. si  $d < \Lambda$ , alors le transport est dit *balistique*. Les molécules transitent directement de la paroi de la bille à la surface plane du substrat sans rencontrer de collision. Ce régime est très particulier puisque, les collisions ne jouant aucun rôle, les molécules transfèrent directement leur énergie d'une paroi à l'autre. Aussi dans ce régime-ci, le coefficient de transfert thermique  $h^2$  ne dépend pas de la distance entre les deux corps.

---

2. Le coefficient de transfert thermique  $h$  s'exprime comme  $h = \frac{\varphi}{\Delta T}$ , où  $\varphi$  est le flux thermique par unité de surface. Lorsque  $h$  est constant, on peut relier facilement la conductance thermique  $G$  à  $h$  par  $G = hS$ , avec  $S$  la surface traversée par le flux.

Pour avoir une idée de l'ordre de grandeur du libre parcours moyen des molécules d'air, on peut utiliser la formule suivante :

$$\Lambda = \frac{1}{\sqrt{2}n\sigma} \quad (1.16)$$

avec  $n$  la densité volumique de particules (ici les molécules d'air) et  $\sigma$  la section efficace de collisions entre particules. On peut approximer cette section efficace par  $\sigma = \pi a^2$  où  $a$  est le diamètre moléculaire. En introduisant l'équation des gaz parfaits, on obtient :

$$\Lambda = \frac{k_B T}{\sqrt{2} P \pi a^2} \quad (1.17)$$

où  $P$  est la pression.

Ainsi dans les conditions standard de température (300 K) et de pression ( $10^5$  Pa), en considérant comme diamètre moléculaire celui du diazote ( $a_{N_2} = 0.315$  nm), on a  $\Lambda = 93$  nm  $\approx$  100 nm.

### Régime diffusif

Lorsque  $d \gg \Lambda$ , alors les collisions entre molécules d'air sont fréquentes. Dans ce cas, on parle de régime diffusif : le transfert thermique se fait sans déplacement macroscopique de matière, mais de proche en proche, par agitation thermique, chaque molécule cédant une partie de son énergie cinétique aux molécules avec lesquelles elle entre en collision. Ce type de transport thermique obéit à la loi de Fourier.

Dans la géométrie sphère-plan que nous avons choisi d'étudier, on peut calculer la résistance thermique de conduction dans l'air dans l'approximation de Derjaguin. Cette approximation consiste à représenter la demi sphère inférieure par une succession de disques concentriques (cf. Fig. 1.7) de rayon  $r \in [0; R]$ . Le problème s'en trouve donc simplifié puisque qu'il suffit de calculer le transfert conductif entre deux plans distants d'une distance  $\delta(r) = d + R - \sqrt{R^2 - r^2}$  puis d'intégrer sur tous les  $r \in [0; R]$ .

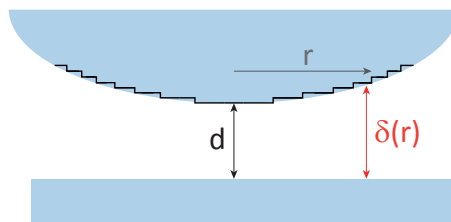


FIGURE 1.7 – Approximation de Derjaguin

En régime de conduction de Fourier entre deux plans distants de  $\delta$ , la résistance thermique surfacique s'écrit :

$$\rho = \frac{\delta}{\lambda_{air}} \quad (1.18)$$

où  $\lambda_{air}$  est la conductivité thermique de l'air. Pour simplifier les calculs à venir, nous allons plutôt raisonner en terme de conductance thermique par unité de surface, qui n'est rien d'autre que l'inverse de la résistance surfacique définie précédemment :

$$g = \frac{\lambda_{air}}{\delta} \quad (1.19)$$

On peut ainsi écrire la conductance de l'air entre la sphère et le plan dans l'approximation de Derjaguin :

$$\begin{aligned}
G_{conduction\ air} &= \int_0^R \frac{\lambda_{air}}{\delta(r)} 2\pi r \, dr \\
&= \int_0^R \frac{\lambda_{air}}{d + R - \sqrt{R^2 - r^2}} 2\pi r \, dr \\
&= 2\pi\lambda_{air} \int_0^R \frac{r \, dr}{d + R - \sqrt{R^2 - r^2}} \\
&= 2\pi\lambda_{air} \int_0^R \frac{R \frac{r}{R} \, dr}{R \left( \frac{d}{R} + 1 - \sqrt{1 - \left(\frac{r}{R}\right)^2} \right)}
\end{aligned}$$

Posons le changement de variable suivant :

$$u = \sqrt{1 - \left(\frac{r}{R}\right)^2} \quad \text{alors} \quad u^2 = 1 - \left(\frac{r}{R}\right)^2 \quad \text{et} \quad \left(\frac{r}{R}\right)^2 = 1 - u^2 \quad \text{donc} \quad r = R\sqrt{1 - u^2}$$

Et

$$dr = -\frac{Ru \, du}{\sqrt{1 - u^2}}$$

Puisque lorsque  $r = 0$ ,  $u = 1$  et lorsque  $r = R$ ,  $u = 0$ , alors :

$$G_{conduction\ air} = 2\pi\lambda_{air} \int_1^0 \frac{\sqrt{1 - u^2} - Ru \, du}{\frac{d}{R} + 1 - u \sqrt{1 - u^2}} \quad (1.20)$$

$$= 2\pi\lambda_{air}R \int_0^1 \frac{u \, du}{\frac{d}{R} + 1 - u} \quad (1.21)$$

Faisons de nouveau un changement de variable :

$$v = \frac{u}{\frac{d}{R} + 1}$$

Alors  $dv = \frac{du}{\frac{d}{R} + 1}$  et donc :

$$G_{conduction\ air} = 2\pi\lambda_{air}R \left( \frac{d}{R} + 1 \right) \int_0^{\frac{1}{\frac{d}{R} + 1}} \frac{v \, dv}{1 - v} \quad (1.22)$$

Or, comme

$$\frac{v}{1 - v} = \frac{v + 1 - 1}{1 - v} = \frac{1}{1 - v} - \frac{1 - v}{1 - v} = \frac{1}{1 - v} - 1 \quad (1.23)$$

Il vient rapidement que

$$\int_0^{\frac{1}{\frac{d}{R} + 1}} \frac{v}{1 - v} \, dv = \left[ -\ln(1 - v) - v \right]_0^{\frac{1}{\frac{d}{R} + 1}} \quad (1.24)$$

Ainsi,

$$\boxed{G_{conduction\ air}^{diff} = 2\pi\lambda_{air}R \left[ \left(1 + \frac{d}{R}\right) \ln \left(1 + \frac{R}{d}\right) - 1 \right]} \quad (1.25)$$

Pour finir, on obtient la résistance thermique de conduction dans l'air dans le régime diffusif en prenant l'inverse de la conductance :

$$\boxed{R_{conduction\ air}(d \gg \Lambda) = \frac{1}{G_{conduction\ air}^{diff}(d)}} \quad (1.26)$$

## Régime slip

Le régime dit *slip* correspond à un régime intermédiaire entre le régime diffusif et le régime balistique. On considère qu'il est valable pour  $\Lambda < d < 100\Lambda$ .

Pour ce régime, on peut trouver une expression exacte du coefficient de transfert de chaleur  $h$ , par exemple dans les articles [98] et [153]. Dans la référence [98], le coefficient d'échange entre deux plans dans le régime *slip* s'écrit comme suit :

$$h_{slip} = \frac{\lambda_{air}}{d + \left[ \frac{2(2-A)\gamma}{A(\gamma+1)Pr} \right] \Lambda} \quad (1.27)$$

où  $\gamma = C_P/C_V$  est le rapport des capacités thermiques de l'air (on prend  $\gamma = 1.4$  qui est la valeur pour un gaz diatomique),  $A = 0.9$  correspond à la part d'énergie que les molécules cèdent à la surface, et  $Pr = 0.7$  est le nombre de Prandtl dans l'air. Ainsi :

$$h_{slip} = \frac{\lambda_{air}}{d + 2.037\Lambda} \approx \frac{\lambda_{air}}{d + 2\Lambda} \quad (1.28)$$

Comme  $h = \frac{\varphi}{\Delta T}$  et  $G = \int_{surface} \frac{\varphi S}{\Delta T} = \int_{surface} h S$ , on peut donc obtenir en bonne approximation l'expression de la conductance thermique  $G$  dans le régime *slip* en remplaçant dans l'expression (1.25)  $d$  par  $d + 2\Lambda$ . Ainsi :

$$G_{conduction\ air}^{slip} = 2\pi\lambda_{air}R \left[ \left( 1 + \frac{d + 2\Lambda}{R} \right) \ln \left( 1 + \frac{R}{d + 2\Lambda} \right) - 1 \right] \quad (1.29)$$

Et donc :

$$R_{conduction\ air}(d < 100\Lambda) = \frac{1}{G_{conduction\ air}^{slip}(d)} \quad (1.30)$$

## Régime balistique

Lorsque la distance  $d$  entre la bille et le plan est plus petite que le libre parcours moyen des molécules d'air  $\Lambda$ , alors les molécules d'air parcourent l'espace interstitiel sans rencontrer de collision avec d'autres molécules d'air. On parle alors de régime balistique. Dans ce régime, le coefficient de transfert thermique ne dépend plus de la distance qui sépare la bille et la surface plane. Dans les références [98] et [153], on peut trouver l'expression de ce coefficient d'échange thermique :

$$h_{balistique} = \frac{C_V \cdot v/3}{1 + \left[ \frac{2(2-A)\gamma}{A(\gamma+1)Pr} \right]} \quad (1.31)$$

où  $C_V$  est la capacité calorifique à volume constant de l'air et  $v$  est la vitesse moyenne des molécules d'air.

Pour un gaz diatomique tel que le diazote de l'air  $N_2$ , on a :

- $C_V = \frac{7R_{gaz}}{2M} = \frac{7 \cdot 8.31}{2 \cdot 29 \times 10^{-3}} = 1000 \text{ J kg}^{-1} \text{ K}^{-1}$
- $v = \sqrt{\frac{3kT}{m}} = \sqrt{\frac{3 \cdot 1.38 \times 10^{-23} \cdot 300}{4.6 \times 10^{-26}}} = 520 \text{ m s}^{-1}$

Donc  $h_{balistique} \simeq 5.78 \times 10^4 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$

Il faut ensuite déterminer quelle surface de la bille contribue au transfert balistique. En effet, toute la bille ne peut pas se trouver à une distance  $d < \Lambda$ . En revanche, lorsque

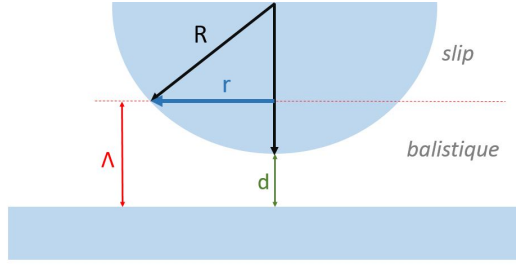


FIGURE 1.8 – Schéma du dispositif lorsque  $d < \Lambda$

$d < \Lambda$ , une partie de la bille se situe bien dans la zone de régime balistique (la partie située à une distance inférieure à  $\Lambda$ ), comme on le voit sur la Fig. 1.8.

La partie de la bille qui contribue au transfert thermique de manière balistique correspond à une calotte sphérique de rayon  $r$  et de hauteur  $\Lambda - d$ . Dès lors, la surface correspondante vaut :

$$S = 2\pi R(\Lambda - d) \quad (1.32)$$

Ainsi la conductance thermique dans le régime balistique s'écrit :

$$G_{conduction\ air}^{ballistique}(d) = h_{ballistique} 2\pi R(\Lambda - d) \quad (1.33)$$

Et donc :

$$R_{conduction\ air}(d < \Lambda) = \frac{1}{G_{conduction\ air}^{ballistique}(d)} \quad (1.34)$$

Au regard des expressions exprimées ci-dessus caractérisant les trois régimes de conduction gazeuse (ballistique, slip et diffusif), il est possible de tracer la courbe asymptotique représentant la résistance thermique liée à la conduction dans l'air entre la bille et la surface de verre en fonction de la distance séparant la bille et la surface, cf. Fig. 1.9.

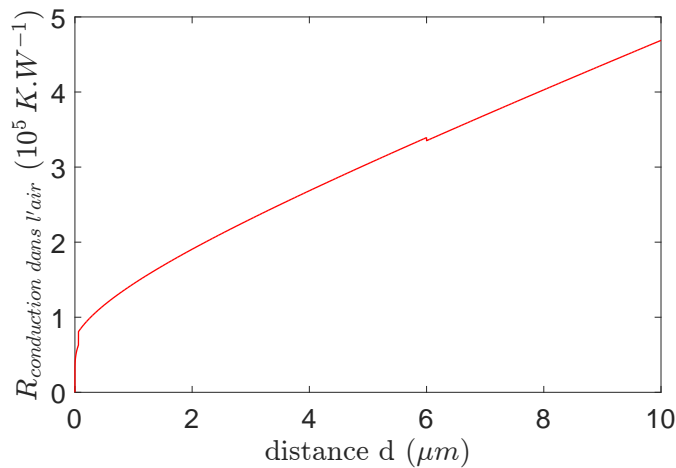


FIGURE 1.9 – Évolution asymptotique de la résistance thermique  $R_{conductive}$  liée au transfert par conduction dans l'air du système bille-plan en fonction de la distance  $d$  entre la bille de silice de  $40\ \mu\text{m}$  de diamètre et le plan de silice.

### 1.3.2 Transfert radiatif dans l'air

Pour avoir une estimation de la résistance thermique correspondant au transfert *radiatif* dans la couche d'air, nous nous sommes basés sur les travaux d'E. Rousseau *et al.* [145]. Dans cet article, les auteurs estiment l'évolution de la conductance thermique par transfert radiatif (le transfert par conduction est rendu négligeable en se plaçant dans un vide poussé) entre une bille de silice de  $40\ \mu\text{m}$  de diamètre et une surface plane de silice en fonction de la distance entre les deux, par une mesure expérimentale confirmée par le calcul.

On a donc récupéré les données de cet article (cf. Fig. 1.10) pour avoir une idée de l'évolution de la conductance thermique  $G_{\text{radiatif}}$  (et, par suite, de la résistance  $R_{\text{radiatif}}$ ) induite par le transfert radiatif dans l'air.

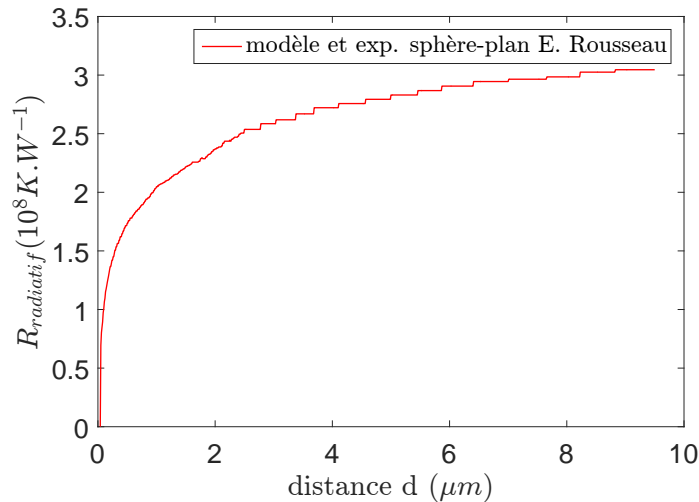


FIGURE 1.10 – Évolution de la résistance thermique  $R_{\text{radiatif}}$  liée au transfert radiatif dans l'air du système bille-plan en fonction de la distance entre la bille de silice et le plan de silice. D'après les données de E. Rousseau dans [145]. Ici, la bille de silice mesure  $40\ \mu\text{m}$  de diamètre, la distance  $d$  varie de  $0$  à  $10\ \mu\text{m}$  et le dispositif est placé sous vide.

On remarque d'abord sur cette courbe que la résistance thermique liée au transfert radiatif chute aux courtes distances. Ainsi, le transfert thermique radiatif entre la bille de silice et la surface plane est plus efficace aux courtes distances. Toutefois il convient de remarquer que la résistance thermique liée au transfert radiatif est de l'ordre de  $10^8\ \text{K}\cdot\text{W}^{-1}$ , ce qui est très grand par rapport à la résistance thermique liée à la conduction dans l'air. Donc dans l'air, le transfert radiatif contribue finalement peu au transfert thermique par rapport à la conduction. Pour des estimations en ordre de grandeur, on pourra donc négliger la contribution du transfert radiatif tant que l'on est dans l'air à pression ambiante.

## 1.4 Transfert thermique entre le cantilever et la surface plane de verre

Idéalement, on souhaite attacher la bille de verre à l'extrémité d'une pointe AFM. Or toute pointe AFM se trouve à l'extrémité d'un bras de cantilever. Dans le cas de la pointe avec le senseur thermique que nous comptons utiliser (modèle *SThM-KNT* de chez *Kelvin*

*Nanotechnology*), la pointe mesure  $10\ \mu\text{m}$  de hauteur et le cantilever en nitrure de silicium mesure  $150\ \mu\text{m}$  de long,  $60\ \mu\text{m}$  de large et  $400\ \text{nm}$  d'épaisseur (cf. Fig. 1.11).

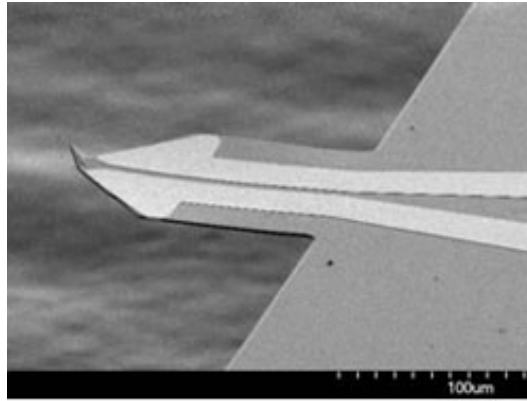


FIGURE 1.11 – Image MEB de la sonde SThM - KNT. On voit le cantilever en SiN avec les dépôts en or puis, à son extrémité, la pointe.

Source : [www.nanoandmore.fr](http://www.nanoandmore.fr)

Si l'on souhaite avoir une idée du transfert thermique qui a lieu directement entre le cantilever et la surface de verre, on peut considérer le *pire* cas, lorsque la distance entre le cantilever et la surface est minimale, c'est-à-dire quand la bille est en contact avec la surface de verre (i.e.  $d = 0\ \mu\text{m}$ ). On suppose par ailleurs que le cantilever est totalement thermalisé (donc toute sa surface est à la même température et contribue au transfert thermique avec la surface de verre via la couche d'air intermédiaire). Le problème revient à étudier la résistance thermique d'une couche d'air entre deux plans, l'un étant le cantilever et l'autre le substrat de verre. L'épaisseur  $H$  de cette couche d'air dans ces conditions est donc le diamètre de la bille (environ  $40\ \mu\text{m}$ ) *plus* la hauteur de la pointe (ici  $10\ \mu\text{m}$ ). Dans ce cas simple, la résistance thermique de la couche d'air entre le cantilever et la surface de verre est donnée par :

$$R_{\text{cantilever-surface}} = \frac{H}{\lambda_{\text{air}} S} \quad (1.35)$$

où  $S$  est la surface du cantilever ( $S = L \times l$ ).

Comme  $H = 50\ \mu\text{m}$ ,  $L = 150\ \mu\text{m}$ ,  $l = 60\ \mu\text{m}$  et  $\lambda_{\text{air}} = 0.0262\ \text{W m}^{-1}\text{K}^{-1}$  à  $300\ \text{K}$ , on a :

$$R_{\text{cantilever-surface}} = \frac{50 \times 10^{-6}}{0.0262 \cdot (150 \times 10^{-6} \cdot 60 \times 10^{-6})} = 2.12 \times 10^5\ \text{K W}^{-1} \quad (1.36)$$

Et comme on a considéré le pire cas (i.e. la distance  $H$  la plus petite), alors :

$$\boxed{R_{\text{cantilever-surface}} \geq 2.1 \times 10^5\ \text{K W}^{-1}} \quad (1.37)$$

## 1.5 Résistance de contact entre la bille et la surface

Lorsque la bille est en contact avec la surface (i.e. lorsque  $d = 0$ ) il y a aussi transfert de chaleur. Il faut donc parvenir à évaluer la résistance thermique de ce contact. Pour ce faire, on se base sur la littérature existante. On trouvera d'ailleurs beaucoup de références utiles dans la revue de S. Gomès *et al.* [61].

Les surfaces des deux éléments en contact ne sont pas parfaitement lisses mais ont une certaine rugosité. Par conséquent, le contact n'est pas rigoureusement ponctuel et le transfert thermique au niveau du contact n'est pas simple à traiter (cf. Fig. 1.12). Il faut tenir compte de la résistance par conduction solide-solide au niveau de toutes les constrictions entre la bille et la surface de verre, mais aussi du transfert par l'air à proximité des contacts. Enfin, lorsque l'on est sous atmosphère standard et tant que l'on reste à des températures peu élevées (i.e.  $T < 100\text{ °C}$ ), alors la condensation de l'humidité ambiante entraîne la formation d'un ménisque d'eau [8] qui va dépendre de la température des matériaux et de leurs hydrophilies respectives. Il faut donc également tenir compte de la conduction thermique via l'eau du ménisque.

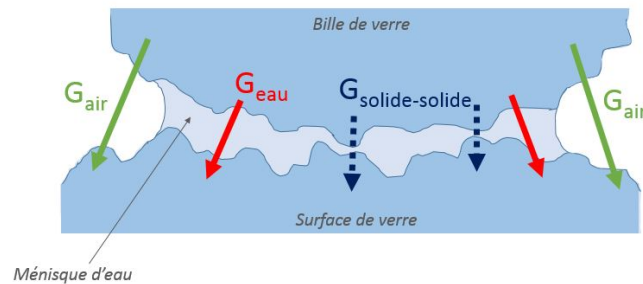


FIGURE 1.12 – Schéma des différentes conductances thermiques entre la bille et la surface de verre qui ont lieu dans la zone de contact. On distingue le transfert thermique dans l'air (radiatif + conductif), le transfert par conduction dans le ménisque d'eau et la conduction solide-solide au niveau des constrictions.

On peut donc distinguer trois types de transferts parallèles dont il serait intéressant d'évaluer les ordres de grandeur des conductances (ou des résistances) thermiques :

- la conductance de l'air  $G_{air}$
- la conductance de l'eau  $G_{eau}$
- la conductance solide-solide  $G_{solide-solide}$

Ces trois conductances ont déjà été étudiées ensemble dans les références [98] et [153] dans le cas du contact entre une pointe de SThM et la surface de l'échantillon. Dans les deux études, la nature des pointes SThM diffère de même que les échantillons : dans l'article [98], la sonde en Pt/Rh est en contact avec une surface de hafnium tandis que dans l'article [153], la sonde dont l'extrémité est couverte de chrome est en contact avec des fils métalliques en or ou en aluminium. De plus, dans l'article [98] c'est la pointe qui chauffe tandis que dans l'article [153], c'est l'échantillon qui est chaud. Toutefois, l'analyse des conductances dans les deux cas est semblable.

La conductance dans l'air se traite comme précédemment. En toute rigueur, il faut tenir compte de la conductance radiative et de la conductance conductive mais les deux études ne tiennent compte que de la conduction dans l'air, le transport radiatif étant très négligeable devant le transport conductif. Dans les deux études, les trois types de transport par conduction dans l'air (diffusif, slip et balistique) sont détaillés et dans [98], la conductance par conduction dans l'air est comprise dans la gamme  $0.5 - 2 \times 10^{-6} \text{ W K}^{-1}$  selon le régime.

La conductance dans l'eau du ménisque dépend de l'épaisseur du film d'eau, et donc de l'hydrophilie des matériaux, mais aussi du taux d'humidité ambiant ainsi que des températures imposées (si la température est trop élevée, le film d'eau s'évapore comme le montre

l'article dédié à l'étude du transfert de chaleur dans le ménisque d'eau [8] qui conclue à une plus faible conductance via le ménisque que par conduction dans l'air). Dans l'article [98], la conductance dans le ménisque d'eau est comprise entre  $10^{-6} \text{ W K}^{-1}$  lorsque le film d'eau a une épaisseur monomoléculaire et  $3 \times 10^{-5} \text{ W K}^{-1}$  lorsque l'épaisseur du film est de 1 nm soit 4 molécules d'épaisseur. Dans [153] en revanche, l'ordre de grandeur est tout à fait différent puisque la conductance dans le ménisque d'eau est de  $6.7 \times 10^{-9} \text{ W K}^{-1}$ . Cette différence est surtout liée à la différence des rayons de contact. En effet, le rayon de contact de la sonde Wollaston utilisée dans l'article [98] est estimé à  $r_{Lefèvre} = 740 \text{ nm}$  tandis que la sonde avec nanojonction utilisée dans l'article [153] est plus petite, avec un rayon de contact estimé à  $r_{Shi} = 45 \text{ nm}$ . Comme la conductance est reliée à la surface de contact par la relation  $G = hS$  dans le cas d'un coefficient d'échange  $h$  constant, la différence observée entre les conductances dans le ménisque d'eau entre les deux articles est assez cohérente avec la différence des surfaces de contact  $S$  entre la sonde et l'échantillon :

$$S_{Shi} = \pi r_{Shi}^2 = \pi r_{Lefèvre}^2 \left( \frac{r_{Shi}}{r_{Lefèvre}} \right)^2 \sim \frac{S_{Lefèvre}}{270} \quad (1.38)$$

et donc

$$G_{eau}^{Shi} \sim \frac{G_{eau}^{Lefèvre}}{270} \quad (1.39)$$

Avec ce calcul d'ordre de grandeur, on trouve que  $270 \times G_{eau}^{Shi} = 1.8 \times 10^{-6} \text{ W K}^{-1}$ , ce qui tendrait à supposer que l'épaisseur du film d'eau dans l'article [153] est plutôt proche d'une couche mono-moléculaire.

La conductance de contact solide-solide entre deux objets dépend de la surface du contact. Or la rugosité des deux surfaces en contact impose une surface « réelle » de contact qui est bien plus petite que la surface apparente du contact, calculée précédemment par  $S = \pi r^2$ . En effet, il se peut que parmi les aspérités d'un objet, l'une en particulier soit plus protubérante et forme un micro-contact avec le deuxième objet. Ce micro-contact sera donc le seul à contribuer au transfert par conduction solide-solide. Supposons maintenant que ce micro-contact soit régi par la loi de Hertz. Dans le cadre de déformations élastiques en géométrie sphère-plan, le rayon  $b$  de ce contact « réel » s'écrit ([74]) :

$$b = \left( \frac{3RF}{4E^*} \right)^{1/3} \quad (1.40)$$

où  $R$  est le rayon caractéristique des aspérités sur la bille de verre,  $F$  la force appliquée par la bille sur la surface plane, et  $E^* = \frac{E}{1-\nu^2}$  avec  $E$  le module d'Young du verre et  $\nu$  son coefficient de Poisson (dans le cas de la configuration verre-verre de notre étude).

Dans cette étude préliminaire, nous n'avons pas de possibilité de connaître *a priori* le rayon moyen des aspérités de nos billes de verre. Nous allons donc de nouveau nous intéresser aux articles [98] et [153] pour nous donner un ordre de grandeur du rayon  $b$  de la surface « réelle » de contact puis de la conductance thermique solide-solide. Lefèvre et ses collègues [98] évaluent ce rayon à environ  $b^{Lefèvre} = 20 \text{ nm}$ . Ainsi, leur conductance thermique de contact solide-solide  $G_{ss}$  est comprise dans la gamme  $0 - 1.8 \times 10^{-6} \text{ W K}^{-1}$ . De leur côté, Shi *et al.* [153] trouvent un rayon de contact de l'ordre de  $b^{Shi} = 4 \text{ nm}$  et, pour une force  $F = 38 \pm 11 \text{ nN}$ , une conductance thermique solide-solide :  $G_{ss} \simeq 29 \times 10^{-9} \text{ W K}^{-1}$ . Il y a donc trois ordres de grandeur d'écart entre les conductances thermiques au contact solide-solide entre les deux études, mais là encore cet écart est cohérent avec la différence de rayon de contact des aspérités ( $b^{Shi} \sim \frac{b^{Lefèvre}}{5}$  donc  $G_{ss}^{Shi} \sim \frac{G_{ss}^{Lefèvre}}{25}$ ). Ce modèle de micro-contact peut cependant être discuté dans le cadre de notre étude qui met en jeu des objets

de grandes dimensions (la bille de verre a un diamètre de plusieurs dizaines de micromètres). Avec de telles dimensions, il paraît plus légitime de considérer une situation multi-contacts, la surface « réelle » de contact étant alors la somme de l'ensemble des surfaces en contact au niveau des micro-aspérités. On comprend ici que la difficulté consiste à déterminer de manière fiable la surface « réelle » de contact dont la mesure est pourtant déterminante pour l'estimation de la conductance thermique solide-solide et donc de la résistance thermique de contact. L'objectif de cette thèse est donc tout à fait justifié de parvenir à une *mesure expérimentale* de la résistance thermique de contact dans le cas d'un contact verre/verre. Mais il nous faut garder en tête que toute mesure expérimentale de conductance solide-solide sera à mettre en correspondance avec une dimension caractéristique du contact qui pourra être plus délicate encore à déterminer avec précision.

## 1.6 Résistance thermique du cantilever

On cherche à évaluer la résistance thermique du cantilever de la sonde SThM KNT afin de la comparer à celle de la bille de verre que l'on souhaite accrocher à l'extrémité de la sonde.

### 1.6.1 Résistance thermique en régime de conduction pure

On suppose ici que le transfert thermique dans le cantilever ne se fait que par conduction.

La sonde KNT a un cantilever en nitrure de silicium ( $150 \times 60 \times 0.4 \mu\text{m}$ ) recouvert d'un coating d'or de 100 nm d'épaisseur (cf. Fig. 1.11). On modélise le cantilever par un parallélépipède rectangle de nitrure de silicium recouvert entièrement d'une couche d'or de 100 nm d'épaisseur ( $L = 150 \mu\text{m}$  ;  $l = 60 \mu\text{m}$  ;  $W = w_{SiN} + w_{Au} = 0.5 \mu\text{m}$ , cf. Fig. 1.13). En réalité, la géométrie de la sonde ainsi que celle du coating d'or sont bien évidemment plus complexes, mais ce modèle simplifié nous permettra d'obtenir des ordres de grandeur raisonnables.

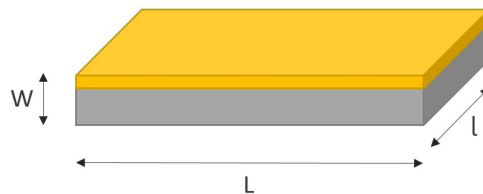


FIGURE 1.13 – Modèle schématique de la sonde SThM KNT

La conduction thermique 1D (propagation de la chaleur le long du cantilever) se traite de manière classique (diffusion Fourier) et conduit à l'expression de la résistance thermique suivante :

$$R_{\text{cantilever}} = \frac{L}{\lambda \times W \times l} \quad (1.41)$$

On peut voir le cantilever comme un bilame, aussi la résistance thermique du cantilever correspondra à la résistance thermique de la couche de nitrure de silicium mise en parallèle avec la résistance de la couche d'or.

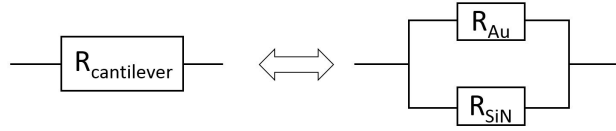


FIGURE 1.14 – Modèle en résistances équivalentes du cantilever de la sonde SThM KNT.

Soit :

$$\frac{1}{R_{cantilever}} = \frac{1}{R_{Au}} + \frac{1}{R_{SiN}} \quad (1.42)$$

$$= \frac{\lambda_{Au} \times \frac{W}{5} \times l}{L} + \frac{\lambda_{SiN} \times \frac{4W}{5} \times l}{L} \quad (1.43)$$

$$= \frac{W \times l}{5L} (\lambda_{Au} + 4\lambda_{SiN}) \quad (1.44)$$

Et donc

$$R_{cantilever} = \frac{L}{l \times W \times \lambda_{cantilever}} \quad (1.45)$$

Avec  $\lambda_{cantilever} = \frac{\lambda_{Au} + 4\lambda_{SiN}}{5}$ .

Les valeurs des conductivités thermiques sont les suivantes :

Matériau	Conductivité thermique $\lambda$ ( $\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$ )
Au	318
SiN	20 - 65

**Remarque** : la valeur de la conductivité thermique du nitrure de silicium varie grandement selon les sources (de 20 à 65  $\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$ ). Cela est en partie dû à la variabilité de la composition du nitrure de silicium. On pourra par exemple trouver dans l'article [144] une méthode de calcul de la conductivité thermique du nitrure de silicium en fonction du rapport N/Si.

Prenons  $\lambda_{SiN} = 50 \text{ W m}^{-1} \text{K}^{-1}$ . Alors :

$$\lambda_{cantilever} = \frac{318 + 4 \times 50}{5} = 103.6 \text{ W m}^{-1} \text{K}^{-1} \quad (1.46)$$

$$R_{cantilever} = \frac{150 \times 10^{-6}}{60 \cdot 10^{-6} \times 0.4 \cdot 10^{-6} \times 103.6} = 6.03 \cdot 10^4 \text{ K W}^{-1} \quad (1.47)$$

### 1.6.2 Résistance thermique en tenant compte de la convection

Dans la partie précédente, on n'a considéré qu'un phénomène de conduction 1D pure, c'est à dire qu'on a négligé d'éventuels transferts thermiques au niveau des parois latérales du cantilever. Or en réalité, on souhaite placer le montage dans l'air. En toute rigueur, il faudrait donc tenir compte des échanges de type convectifs sur les parois latérales. On parlera en fait d'échanges *conducto-convectifs* pour décrire le couplage entre la convection naturelle liée à l'air en mouvement autour du cantilever et la conduction dans l'air au voisinage immédiat de la paroi, là où la vitesse du fluide tend vers zéro à cause des frottements visqueux.

Pour traiter ce type de problème, on se réfère au modèle de l'*aillette*. Une ailette a pour rôle d'évacuer la chaleur d'une source chaude en conduisant la chaleur tout en ayant une surface externe suffisamment grande pour que l'air refroidisse l'aillette par échange conducto-convectif à sa surface. En pratique, ce sont des éléments qui ont de grands rapports d'aspects pour optimiser la surface d'échange. On va utiliser ce modèle dans le cas d'une ailette qui aurait une section rectangulaire. La source de chaleur sera ici l'extrémité, au niveau de la pointe-sonde. On fera de plus l'hypothèse qu'il n'y a pas de flux radiatif (du moins, on néglige les flux radiatifs devant les flux conductifs et conducto-convectifs) et on se placera dans l'approximation de l'aillette. L'approximation de l'aillette consiste à considérer que la température sur une section de l'aillette perpendiculaire à la direction de transfert conductif dans l'aillette est uniforme. On verra à la fin de cette partie que cette approximation est raisonnable.

### Résolution du problème de l'aillette

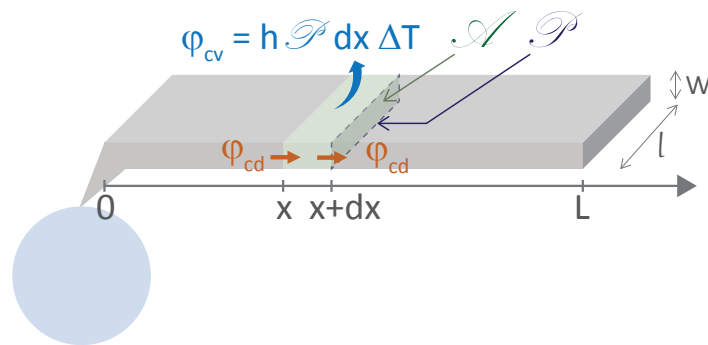


FIGURE 1.15 – Représentation schématique du modèle de l'aillette appliqué au cantilever

Posons  $\mathcal{A}$  et  $\mathcal{P}$  respectivement l'aire et le périmètre d'une section droite du cantilever ( $\mathcal{A} = l \times W$  et  $\mathcal{P} = 2(l+W)$ ). Un bilan thermique sur un tronçon du cantilever d'épaisseur  $dx$  s'écrit :

$$\mathcal{A} \varphi^{cd}(x) - \mathcal{A} \varphi^{cd}(x + dx) = h \mathcal{P} dx (T_x - T_\infty) \quad (1.48)$$

avec :

- $h$  le coefficient de transfert convectif à la paroi ( $\text{W m}^{-2} \text{K}^{-1}$ )
- $T_\infty$  la température de l'air loin de l'aillette (ici,  $T_\infty = T_{amb}$ ), et  $T_x$  la température — uniforme — dans la section située à une distance  $x$  de la source (*i.e.* la pointe)
- $\varphi^{cd}(x)$  le flux conductif dans l'aillette au travers d'une section située en  $x$

Or d'après la loi de Fourier :

$$\varphi^{cd}(x) = -\lambda \frac{dT_x}{dx} \quad (1.49)$$

Ainsi

$$\lambda \mathcal{A} \left( \frac{d^2 T_x}{dx^2} dx \right) = h \mathcal{P} dx (T_x - T_\infty) \quad (1.50)$$

Donc

$$\frac{d^2 T_x}{dx^2} - \frac{h \mathcal{P}}{\lambda \mathcal{A}} (T_x - T_\infty) = 0 \quad (1.51)$$

Posons maintenant :

$$\theta = T_x - T_\infty \quad \text{et} \quad M^2 = \frac{h\mathcal{P}}{\lambda\mathcal{A}}$$

Alors l'équation (1.51) se simplifie en :

$$\boxed{\frac{d^2\theta}{dx^2} - M^2\theta = 0} \quad (1.52)$$

La solution générale de cette équation différentielle est de la forme :

$$\theta(x) = A e^{Mx} + B e^{-Mx} \quad (1.53)$$

On considère les conditions aux limites suivantes :

- En  $x = 0$ ,  $T(0) = T_0$  donc  $\theta(0) = T_0 - T_\infty = \theta_0$ . Ainsi,  $A + B = \theta_0$ .
- En  $x = L$ ,  $\theta(L) = T_L - T_\infty$  et  $\frac{dT}{dx}(x = L) = 0$  car on fait l'hypothèse qu'il n'y a pas de transfert thermique en bout d'ailette. Donc :

$$\frac{dT}{dx}(L) = AM e^{ML} - BM e^{-ML} = 0 \quad (1.54)$$

Ainsi,

$$A = \theta_0 \frac{e^{-ML}}{e^{ML} + e^{-ML}} \quad \text{et} \quad B = \theta_0 \left( 1 - \frac{e^{-ML}}{e^{ML} + e^{-ML}} \right) = \theta_0 \frac{e^{ML}}{e^{ML} + e^{-ML}} \quad (1.55)$$

La solution de l'équation différentielle (1.52) s'écrit donc :

$$\boxed{\theta(x) = \theta_0 \frac{e^{M(x-L)} + e^{-M(x-L)}}{e^{ML} + e^{-ML}} = \theta_0 \frac{\cosh(M(x-L))}{\cosh(ML)}} \quad (1.56)$$

On peut donc tracer l'évolution de la température le long du cantilever pour différentes valeurs du coefficient d'échange conducto-convectif  $h$  (cf. Fig. 1.16).

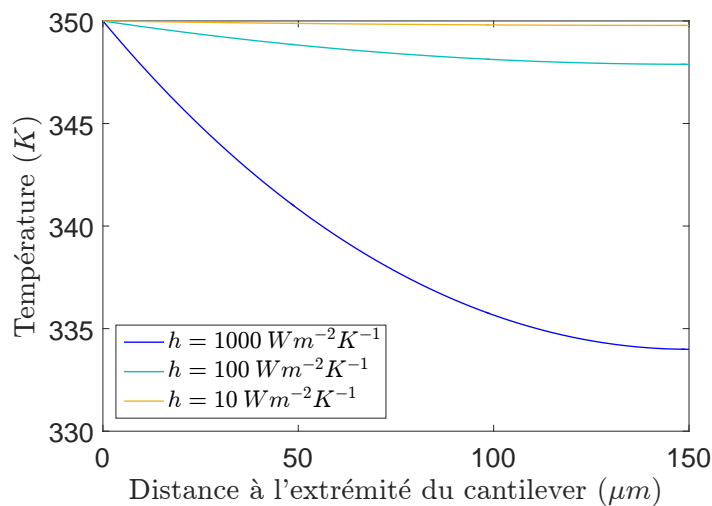


FIGURE 1.16 – Évolution de la température le long du cantilever pour différents coefficients de transfert convectif  $h$  dans le cas où  $T_0 = 350 \text{ K}$  et  $T_\infty = 300 \text{ K}$

## Détermination du coefficient de transfert convectif $h$

Pour plus de détails au sujet de ce paragraphe, on pourra se référer à l'ouvrage [162].

Le coefficient de transfert convectif aux parois  $h$  ne dépend pas de la nature du matériau de l'ailette mais uniquement des propriétés du fluide qui l'entoure et de la nature de l'écoulement de ce fluide. Lorsqu'il s'agit d'une ailette macroscopique placée dans l'air en régime de convection naturelle, on peut utiliser les valeurs de coefficient de transfert convectif qui sont tabulées ( $h = 5 - 30 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ ). Mais à des échelles si petites que celle à laquelle on travaille, l'air ne peut pas se traiter de la même manière car les dimensions caractéristiques de notre système sont de l'ordre de l'épaisseur de la couche limite thermique.

Si l'on considère que le coefficient de transfert convectif  $h$  est uniforme le long des parois du cantilever, alors on peut définir un nombre de Nusselt local :

$$Nu_L = \frac{hL_c}{\lambda} \quad (1.57)$$

où  $L_c$  est une longueur caractéristique. Dans le cas d'une plaque plane et horizontale, une longueur caractéristique pertinente est le rapport entre la surface horizontale et le périmètre de cette face, soit dans notre cas :

$$L_c = \frac{Ll}{2(L+l)} = 21,4 \mu\text{m} \quad (1.58)$$

Pour déterminer ce nombre de Nusselt, on s'appuie sur des corrélations qui permettent de relier le nombre de Nusselt au nombre de Rayleigh. Pour rappel (cf. Partie I, § 1.2), le nombre de Rayleigh  $Ra$  est défini comme suit :

$$Ra = \frac{\beta g \Delta T L_c^3}{D\nu} \quad (1.59)$$

où  $\beta$  est le coefficient de dilatation volumique,  $g$  est l'accélération de pesanteur,  $\Delta T = T_p - T_\infty$  la différence entre la température de la paroi chaude et la température de l'air à grande distance de la paroi,  $D$  la diffusivité thermique et  $\nu$  la viscosité cinématique de l'air. Nous avons représenté en Fig. 1.17 l'évolution du nombre de Rayleigh lorsque  $L_c$  varie de 0 à 150  $\mu\text{m}$ , et cela pour différents écarts de température  $\Delta T$ .

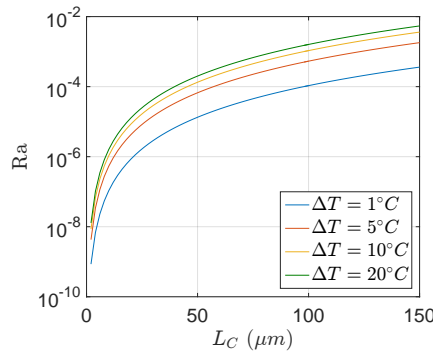


FIGURE 1.17 – Évolution du nombre de Rayleigh lorsque  $L_c$  varie de 0 à 150  $\mu\text{m}$ , pour différents écarts de températures  $\Delta T$ . On a pris  $g = 9.81 \text{ ms}^{-2}$ ,  $\beta = 1/T \simeq 0.0034 \text{ K}^{-1}$  à température ambiante,  $D = 20 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$  et  $\nu = 15.6 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$ .

On peut écrire le nombre de Rayleigh de manière plus intuitive :

$$Ra = Gr \cdot Pr \quad (1.60)$$

où  $Gr$  est le nombre de Grashof qui compare les forces de gravité aux forces visqueuses et  $Pr$  est le nombre de Prandtl qui compare la diffusivité de quantité de mouvement  $\nu$  à la diffusivité thermique  $D$ .

De nombreuses corrélations existent, correspondant à différentes situations géométriques et différents régimes d'écoulement. Toutefois, pour notre situation de plaque plane horizontale aux dimensions microscopiques, il est difficile de trouver des corrélations pertinentes. On doit donc utiliser des corrélations qui correspondent à des situations approchées, par exemple le cas d'un fil cylindrique horizontal avec des dimensions micrométriques — c'est en effet un cas qui est traité dans la littérature, notamment pour les fils chauds utilisés en anémométrie [36], [37].

Dans le graphique suivant, on compare l'évolution du coefficient de transfert  $h$  en fonction de la dimension caractéristique  $L_c$  que l'on considère, et ce d'après différentes corrélations.

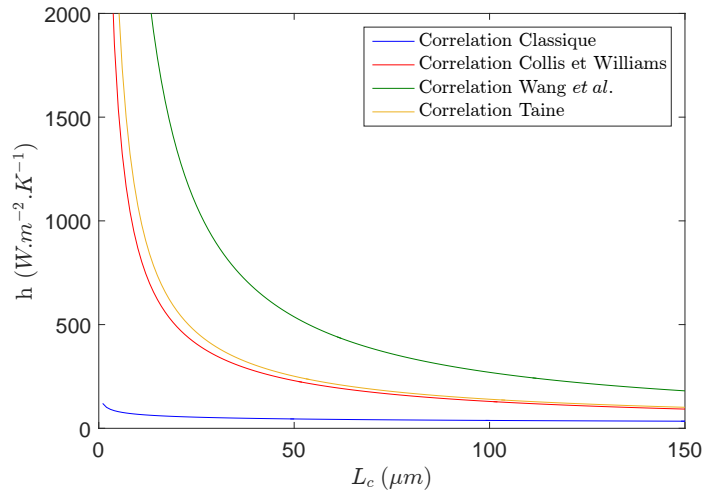


FIGURE 1.18 – Évolution du coefficient de transfert  $h$  en fonction de la dimension caractéristique  $L_c$  considérée selon différentes corrélations. On a pris ici  $\Delta T = 50 \text{ K}$ .

Les corrélations testées sont les suivantes :

- Corrélation dite "classique" :  $Nu = 0.54 Ra^{1/4}$ . C'est une corrélation usuelle dans le cas d'une paroi horizontale chaude sous un fluide en régime de convection naturelle. Pourtant, cette corrélation n'est valable que dans le régime  $10^4 < Ra < 10^7$  ce qui n'est pas le cas ici puisque  $Ra$  est compris entre 0 et  $10^{-2}$  pour des dimensions caractéristiques  $L_c$  comprises entre 0 et  $150 \mu\text{m}$ . On ne donne cette corrélation qu'à titre de comparaison.
- Corrélation de Collis et Williams :  $Nu = 0.675 Ra^{0.058}$ . Cette corrélation est destinée à modéliser des cylindres de dimensions micrométriques (diamètre  $D$  compris entre 3 et  $41 \mu\text{m}$  et rapport d'aspect  $l/D$  compris entre 1000 et 20000 cf. [110]).
- Corrélation de Wang :  $Nu = 1.03 + 0.05 Ra^{0.36}$  ([177]) Cette corrélation concerne une géométrie encore différente de la notre puisque le modèle étudié consiste en deux micro-tubes horizontaux et parallèles, l'un chaud et l'autre froid. On le trace pour

comparaison mais il faut bien noter que la différence de température entre les deux tubes traités par ce modèle crée un vortex qui diffère de notre situation. Les tubes ont par ailleurs des dimensions plutôt millimétriques que micrométriques.

- Corrélation dite de "Taine" :  $Nu = \left(0.6 + \frac{0.387 Ra^{1/6}}{[1+0.721Pr^{-9/16}]^{8/27}}\right)^2$ . Cette corrélation figure dans l'annexe C du livre co-écrit par J. Taine, F. Enguehard et E. Iacona (cf. ref [162]). Elle semble plutôt bien adaptée à la description de notre problème puisqu'elle décrit un cylindre horizontal de diamètre  $D$  en convection naturelle externe dans un écoulement vérifiant  $10^{-5} < Ra < 10^{12}$  et pour tout nombre de Prandtl  $Pr$ .

Ce que l'on peut dire de ce graphique, c'est qu'il existe nombre de corrélations qui décrivent plus ou moins bien notre système. Ici, les deux corrélations qui s'approchent le plus de notre situation expérimentale sont celle de Collis et Williams et celle dite de Taine. Elles sont d'ailleurs assez proches l'une de l'autre. Ce qui est frappant, c'est qu'elles font diverger le coefficient de transfert  $h$  aux faibles dimensions caractéristiques. Ainsi, pour notre cantilever, on s'attendra à un coefficient  $h$  grand, probablement autour de  $1000 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$  [66], voire même au delà de  $2500 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$  [26].

D'après la courbe représentant le refroidissement de l'ailette Fig. 1.16, on serait donc plutôt dans un cas où l'extrémité non chauffée de l'ailette resterait à une température  $T(L)$  supérieure à la température de l'air ambiant  $T_\infty$ . Toutefois, il peut être intéressant d'étudier le cas extrême où l'ailette est parfaitement efficace et conduit à  $T(L) = T_\infty$ , on parle alors d'ailette *thermiquement infinie*. En effet, dans ce cas, il est aisé de calculer la résistance thermique que représente l'ailette  $R_{ailette\ infinie}$ . Elle est donnée par :

$$R_{ailette\ infinie} = \frac{1}{\sqrt{h\mathcal{P}\mathcal{A}\lambda}} \quad (1.61)$$

Pour une valeur de  $h$  comprise entre  $500$  et  $1500 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ , on trouve que

$$R_{ailette\ infinie} \sim 5 \times 10^4 \text{ K W}^{-1}$$

En conclusion, la résistance thermique du cantilever doit se situer entre la valeur de la résistance thermique par pure conduction  $R_{conduction\ cantilever} \sim 6 \times 10^4 \text{ K W}^{-1}$  (cf. eq. 1.47), et la valeur de la résistance thermique dans le cas de l'ailette infinie<sup>3</sup>, où l'on tient compte à la fois de la conduction dans le cantilever mais aussi des pertes par convection en surface du cantilever :  $R_{ailette\ infinie} \sim 5 \times 10^4 \text{ K W}^{-1}$ . Comme ces deux valeurs sont très proches, on conclura que le refroidissement par convection naturelle joue finalement un faible rôle au regard de la conduction dans le cantilever et on considérera l'ordre de grandeur suivant :  $R_{cantilever} \sim 5 \times 10^4 \text{ K W}^{-1}$ .

**Remarque** : On peut vérifier *a posteriori* que l'approximation de l'ailette (qui consistait à considérer un profil de température 1D le long de l'ailette) était valide. Pour cela, calculons le nombre adimensionné de Biot :

$$Bi = \frac{h\mathcal{A}}{\lambda\mathcal{P}}$$

---

3. Le cas "ailette infinie" étant le cas extrême pour lequel l'efficacité de la convection est la plus grande. On peut considérer en bonne approximation qu'une ailette est thermiquement infinie lorsque sa longueur  $L$  vérifie :  $L > 5/D$  où  $D = \sqrt{\frac{h\mathcal{P}}{\lambda\mathcal{A}}}$

Pour  $h = 1000 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ , on a  $Bi = 1.9 \times 10^{-6}$ . L'approximation de l'ailette peut être considérée comme valide lorsque :

$$\sqrt{Bi} \ll 1$$

Ici, on a  $\sqrt{Bi} = 0.0014 \ll 1$ . Il était donc tout à fait raisonnable de se placer dans le cadre de cette approximation.

## 1.7 Conclusion

Nous avons passé en revue les différents types de transferts thermiques qui peuvent avoir lieu dans notre système expérimental : substrat de verre - air - bille de verre - sonde SThM KNT et avons tenté de quantifier les résistances thermiques en jeu dans cette configuration. Le schéma en résistances équivalentes ci-après (Fig. 1.19) récapitule ces différentes contributions.

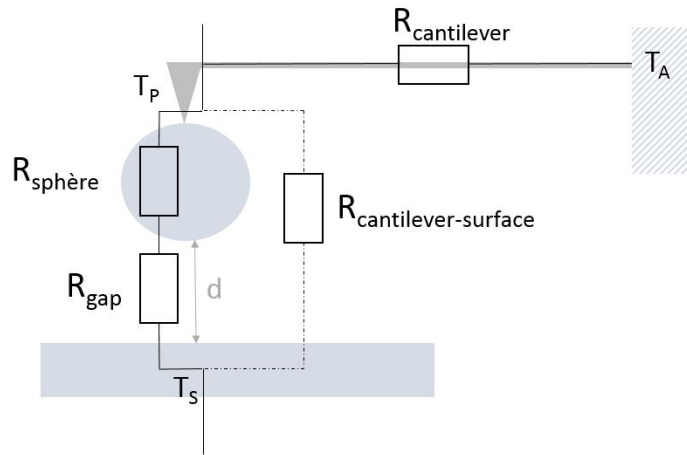


FIGURE 1.19 – Schéma en résistances équivalentes des différentes contributions au transfert thermique. ( $T_P$  correspond à la température à l'extrémité de la sonde,  $T_S$ , à la température du substrat de verre et  $T_A$  est ici la température de l'ancrage du cantilever.)

Reprenons une à une les différentes estimations numériques des résistances thermiques :

- La conduction dans la bille  $\mathbf{R}_{\text{sphère}} \sim 10^5 \text{ K W}^{-1}$  tant que le diamètre de la bille est supérieur à  $10 \text{ }\mu\text{m}$ .
- $\mathbf{R}_{\text{gap}}$  désigne la résistance thermique entre la bille et le substrat de verre :
  - si  $d \neq 0$ , c'est le transfert thermique dans la couche d'air qu'il faut calculer. On a ainsi vu que la conduction dans l'air ( $\mathbf{R}_{\text{conduction air}} \sim 10^5 \text{ K W}^{-1}$ ) est très majoritaire par rapport au transfert radiatif ( $\mathbf{R}_{\text{radiatif}} \sim 10^8 \text{ K W}^{-1}$ ) que l'on pourra donc négliger dans la suite.
  - si la bille de verre est au contact avec le substrat, alors c'est  $\mathbf{R}_{\text{contact}}$  qu'il faut prendre en considération. On a vu que sa valeur n'est pas simple à estimer et que l'on peut trouver plusieurs ordres de grandeurs de différence selon les publications. On estimera grossièrement que la résistance de contact est comprise dans la gamme :  $10^5 < \mathbf{R}_{\text{contact}} < 10^9 \text{ K W}^{-1}$ .
- $\mathbf{R}_{\text{cantilever surface}} \geq 10^5 \text{ K W}^{-1}$  tant que le diamètre de la bille est supérieur à  $10 \text{ }\mu\text{m}$ .

— Enfin, la résistance thermique du cantilever est de l'ordre de  $\mathbf{R}_{\text{cantilever}} \sim \mathbf{5} \times \mathbf{10^4} \text{ K W}^{-1}$ .

En conclusion, les estimations des différentes résistances thermiques sont toutes relativement proches les unes des autres. Un premier succès important serait déjà de trouver un régime de fonctionnement (taille de bille, faible distance  $d$  ...) dans lequel on pourra transférer suffisamment de chaleur via le gap d'air et la bille de verre pour parvenir à mesurer des variations de  $\Delta T = T_S - T_P$  à l'aide de notre sonde SThM-KNT.

Quant aux fuites thermiques via le cantilever, *a priori* elles semblent être plus importantes que la conduction dans la sphère de verre, ce qui serait évidemment problématique pour cette observation. Cependant les sondes SThM sont commercialisées pour faire des mesures de température y compris sur des matériaux isolants thermiquement (la documentation fournie par ANASYS Instruments - qui commercialise des appareils SThM munis de ces sondes SThM-KNT - montre un exemple de mesure faite sur un échantillon de résine epoxy). Ainsi avons-nous décidé de faire confiance au système et d'essayer par nous-même.

Notons pour terminer que tous ces calculs ont été menés en régime stationnaire, ce qui est raisonnable dans la mesure où les temps caractéristiques de diffusion thermique en jeu sont très courts ( $\tau \sim 10 \text{ ms}$ )<sup>4</sup> devant la durée typique de mesure envisagée par la suite (toujours très supérieure à 100 ms).

---

4. Dans la sphère de  $40 \mu\text{m}$  de diamètre, le temps caractéristique de diffusion est de l'ordre de 3ms si l'on considère une diffusivité thermique  $D_{\text{verre}} = 0.5 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ . Dans le cantilever constitué majoritairement de nitrure de silicium, le temps caractéristique de diffusion thermique est de l'ordre de 22ms si l'on considère une diffusivité thermique  $D_{\text{Si}_3\text{N}_4} = 1 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ , d'après [189].

## Chapitre 2

# Étude expérimentale des transferts thermiques à l'interface sphère-plan en régime microscopique

Dans ce chapitre, nous présentons le dispositif expérimental que nous avons conçu et réalisé au cours de ma thèse pour permettre l'étude du transfert thermique en fonction de la distance entre deux objets en verre et ce, sur des plages de distances allant du contact à quelques dizaines de microns. Le but poursuivi avec ce développement instrumental est de se doter d'une sonde qui soit à même d'explorer les différents régimes de distances d'intérêt pour les divers canaux de transfert de chaleur qui interviennent dans les isolants thermiques à base de verre présentés dans le chapitre 1. Notre dispositif s'inspire des systèmes SThM commerciaux — destinés à obtenir des cartographies de température ou de conductivité par balayage de la sonde — mais dans le cas présent, nous faisons une étude en faisant uniquement varier la distance entre la sonde qui porte un objet en verre et une surface en verre, fixe, qui constitue le deuxième objet en verre. Comme expliqué précédemment, nous avons choisi de nous placer dans une géométrie sphère-plan pour des raisons de commodité expérimentale et de calcul.

### 2.1 Description du dispositif expérimental

#### 2.1.1 Le contrôle de la distance : l'AFM

La finalité du montage est donc de rendre possible l'étude du transfert thermique dans l'air entre une bille de verre et une surface de verre en sondant une plage de distance allant du contact à quelques dizaines de micromètres. Ce choix se justifie car il couvre les régimes de transferts thermiques pertinents (comme évoqué dans la partie I, § 1.3 et partie II, § 1), tant en ce qui concerne la conduction solide-solide, la conduction dans l'air (du régime balistique au régime diffusif) et les transferts radiatifs (du champ proche au champ lointain).

Pour contrôler avec précision la distance entre les deux objets, nous avons utilisé un système de microscope à force atomique (dit AFM de l'anglais *Atomic Force Microscope*). Ce type de sonde locale à balayage permet d'effectuer des déplacements nanométriques dans les trois directions de l'espace, mais celui qui nous intéresse plus particulièrement dans notre cas est le déplacement normal à la surface de l'échantillon. Ce contrôle de distance atteint une précision nanométrique grâce à des éléments piezo-électriques qui se contractent ou

se dilatent en fonction de la tension qui leur est imposée<sup>1</sup>, permettant à la surface porte-échantillon de se rapprocher ou de s'éloigner de la sonde AFM. On peut également contrôler la force d'appui lorsque celle-ci arrive *en contact* avec la surface dans la mesure où il s'agit d'une microscopie de force.

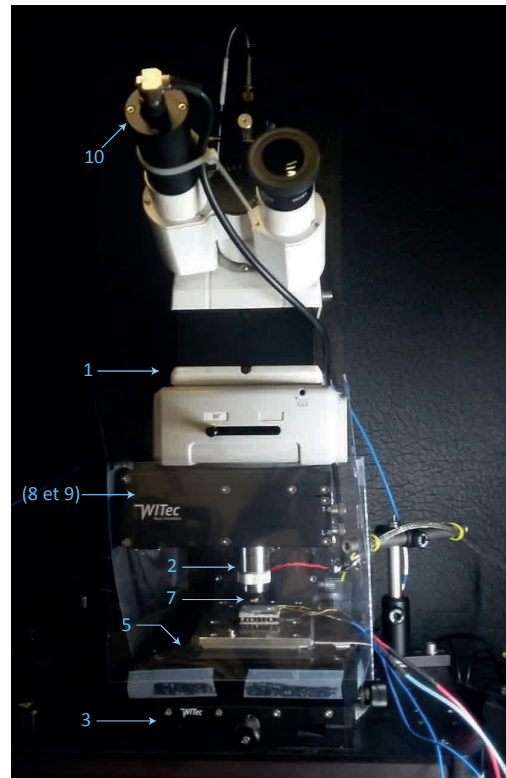
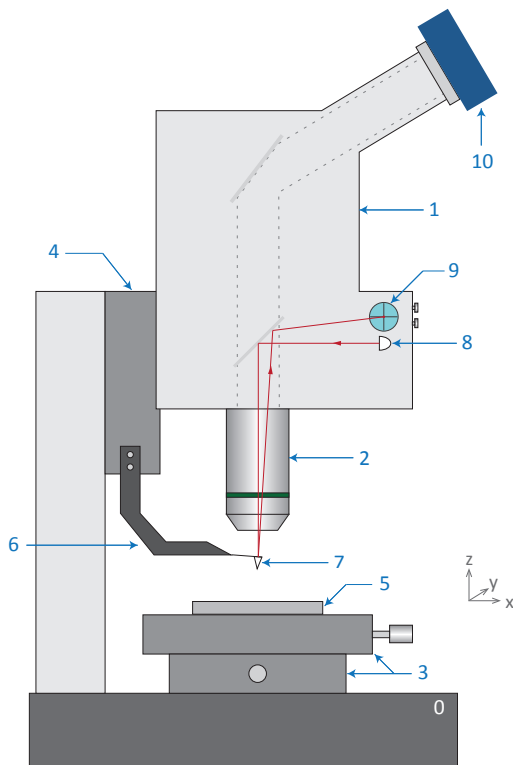
Nous avons pu utiliser un AFM commercial déjà disponible dans le laboratoire. Il s'agit en fait d'un système AFM-SNOM de la société allemande WITec GmbH (type Alpha 300 S). Jusqu'au début de ma thèse à l'Institut Langevin, ce dispositif était utilisé uniquement pour ses fonctionnalités de microscopie optique de champ proche (*SNOM*) dans le visible et le proche infrarouge avec des sondes à ouverture particulières. Nous l'avons utilisé et transformé pour la réalisation de mesures thermiques en exploitant la configuration AFM de base de l'instrument. Un schéma partiel du système AFM ainsi qu'une photographie montrant l'AFM en situation dans le montage final sont présentés ci-après en Fig. 2.1.

Le contrôle du contact et de la force d'appui de la sonde sur l'échantillon s'effectue par la mesure à l'aide d'une photodiode à cadrants de la déflexion d'un laser qui se réfléchit sur la surface du bras de levier - dit *cantilever* - portant la sonde à son extrémité (trajet en rouge sur le schéma de la Fig. 2.1). En utilisation AFM standard, la sonde reste fixe et l'échantillon est balayé sous la sonde grâce aux platines piezo-électriques XY. Le piezo-électrique en Z est contrôlé par une électronique de rétroaction qui vise à maintenir à une valeur de consigne la déflexion du cantilever résultant de l'appui de la sonde sur la surface de l'échantillon. Il se rétracte (i.e. l'échantillon s'abaisse) lorsque la sonde rencontre une bosse par exemple, afin de conserver la déflexion constante (mode *force constante*). En enregistrant la tension de rétroaction pendant le balayage XY, on peut ainsi obtenir la topographie d'un échantillon. Dans notre cas, nous n'effectuons pas de balayage XY mais utilisons la possibilité de rétractation de l'échantillon en Z pour augmenter la distance entre la sonde et la surface de l'échantillon, sachant que dans l'étude envisagée, la sonde sera une sonde SThM sur laquelle est collée une bille de verre de taille micrométrique. Pour cela nous supprimons l'asservissement qui règle la distance sonde-échantillon et nous imposons une valeur de rétractation pour la platine porte-échantillon correspondant à la distance que nous souhaitons imposer entre la sonde et l'échantillon. Dans cette procédure, la gamme de distances accessibles par le piezo-électrique de la platine porte-échantillon est d'une dizaine de micromètres avec une précision nanométrique. Pour parcourir une plage plus large de distances, il faut avoir recours à une translation motorisée qui permet de relever simultanément la sonde et l'objectif de microscope. On a alors un déplacement moins précis, de l'ordre du dixième de micromètre, mais qui permet d'explorer des distances allant de quelques micromètres à quelques millimètres si besoin.

Notons enfin que nous travaillons sous atmosphère ambiante et non contrôlée. En particulier, le taux d'humidité dans la salle n'est pas régulé. Lorsque l'on part de la situation où la bille est en contact avec la surface plane et que l'on cherche à éloigner la bille de ce plan, il est fréquent que l'on ne parvienne pas à faire augmenter continument la distance entre la bille et la surface : la bille reste collée à la surface alors que l'on rétracte cette surface — ceci est permis car le cantilever de la sonde SThM est particulièrement fin et flexible (cf. § 2.1.3) — puis finit par lâcher et se décolle brusquement pour se retrouver quelques microns au dessus de la surface. Pour éviter cette adhésion liée à la formation d'un ménisque d'eau à l'interface bille-plan, nous avons donc préféré fonctionner systématiquement en approchant la bille de la surface, et ce jusqu'à trouver le contact. De cette

---

1. Cette tension est imposée soit directement par l'utilisateur, soit le plus souvent en microscopie AFM par une boucle de rétroaction qui maintient un paramètre constant.



(a) Schéma de principe de l'AFM - vue profil

(b) Photographie du montage total - vue face

FIGURE 2.1 – Schéma de principe de l'AFM et photographie du montage total

0 : Table anti-vibratoire

*Microscope optique :*

1 : Statif de microscope

2 : Objectif de microscope

*Translations :*

3 : Platines de translations horizontales XY (déplacement manuel micrométrique)

4 : Translation motorisée verticale Z

*Partie AFM :*

5 : Porte-échantillon et platines piezo-électriques XYZ

6 : Bras amovible

7 : Cantilever et pointe AFM

*Contrôle de la déflexion du cantilever :*

8 : Diode laser

9 : Photodiode quatre cadrants

*Contrôle visuel :*

10 : Caméra CCD

façon, on parvient à faire varier la distance de manière très continue jusqu'au contact. De plus on parvient ainsi à corriger une éventuelle dilatation (ou rétractation) thermique de la surface puisque le contact est très facile à identifier (grâce au laser de déflexion sur la diode quatre cadrants). Si en raison de la dilatation le contact se produit à une position plus haute ou plus basse que celle détectée précédemment, il faut corriger *a posteriori* toutes les distances enregistrées.

### 2.1.2 Le chauffage de l'échantillon par effet Peltier

Avant de passer à la description détaillée de la sonde SThM, nous décrivons brièvement la méthode utilisée pour chauffer la surface. La configuration que nous avons choisie suppose de chauffer uniformément une surface plane en verre — ici il s'agira d'une simple lamelle de microscope en verre sodocalcique. Pour ce faire, nous avons utilisé un module à effet Peltier.

Un module à effet Peltier<sup>2</sup> permet de chauffer ou refroidir un objet déposé à sa surface par effet thermoélectrique. Des semi-conducteurs p et n sont disposés verticalement et on forme à l'aide de plaques métalliques horizontales (en cuivre le plus souvent) des jonctions p-n et n-p. Le tout est maintenu entre deux plaques de céramique qui isolent électriquement mais sont de bons conducteurs thermiques. On applique ensuite un courant qui va provoquer par effet thermoélectrique le chauffage d'une des faces et le refroidissement de la face opposée. On trouvera un schéma de principe en figure 2.3.

Pour contrôler la température de la surface supérieure, on place un thermocouple au contact avec la surface, dans une niche en laiton. Le bon contact thermique est assuré par de la pâte thermique. La mesure de température renseigne ensuite un contrôleur de température<sup>3</sup> qui asservit le module à effet Peltier. On place enfin une lamelle de microscope en verre sur la surface en laiton et on assure de nouveau le bon contact thermique avec de la pâte thermique (cf. Fig. 2.4). Le thermocouple relié au contrôleur de température n'étant pas calibré, nous avons au préalable fait une courbe de calibration en température en mesurant la température  $T_{surf}$  à la surface de la lamelle de verre à l'aide d'un deuxième thermocouple, calibré celui-ci, en fonction de la résistance  $R_{Peltier}$  affichée par le contrôleur — cf. Fig. 2.2. Les données expérimentales (carrés bleus) sont bien ajustées par un polynôme (trait continu noir) d'équation :

$$T_{surf} = 83.596 - 13.469 R_{Peltier} + 1.3531 R_{Peltier}^2 - 0.07572 R_{Peltier}^3 + 0.001727 R_{Peltier}^4 \quad (2.1)$$

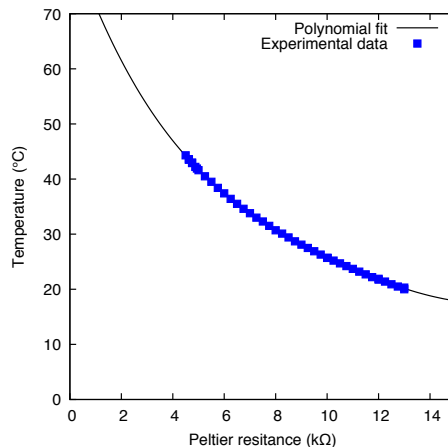
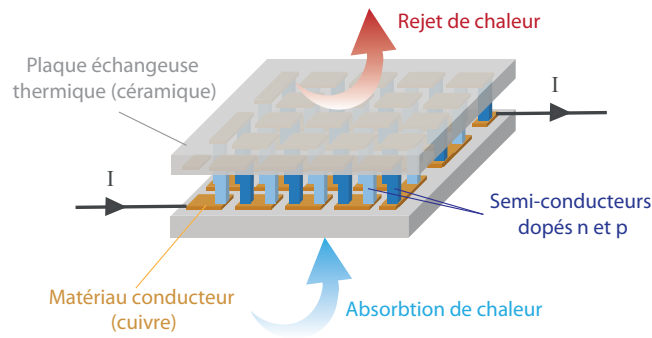


FIGURE 2.2 – Courbe de calibration du module à effet Peltier

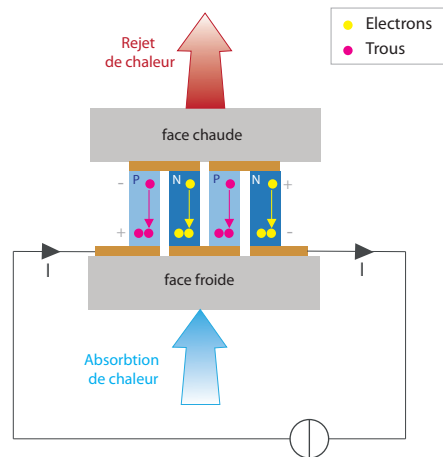
Le module Peltier permet donc de faire varier de manière contrôlée la température de la surface. En pratique, on se contentera de faire varier la température dans une gamme

2. Du nom de son découvreur français Jean Charles Athanase Peltier en 1834.  
3. Référence : Temperature Controller TED200C, THORLABS

autour de la température ambiante telle que celle que l'on pourrait trouver dans un grenier isolé par exemple. On considérera des températures allant de 20 à 50°C<sup>4</sup>.



(a) Vue générale



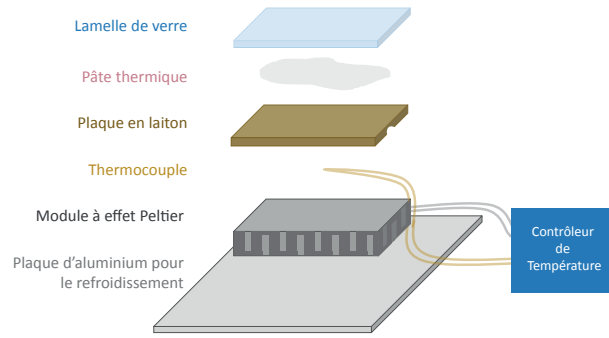
(b) Vue détaillée

FIGURE 2.3 – Schéma de principe d'un module à effet Peltier. La vue générale (en haut) montre l'agencement des semi-conducteurs dopés n (bleu foncé) et p (bleu clair)

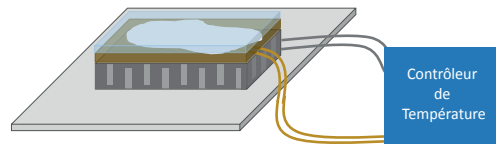
### 2.1.3 La sonde SThM

Il existe différentes sondes SThM, regroupées en familles selon la technologie mise en œuvre pour la mesure de température. Pour une vue d'ensemble des techniques existant actuellement, on pourra se référer à l'article de revue publiée par S.Gomès *et al.* [61]. Dans notre cas, nous nous sommes intéressés exclusivement aux sondes dites *thermorésistives*. Ces sondes sont largement représentées pour des utilisations standard de thermométrie locale, en particulier car elles ont l'avantage de fonctionner assez simplement et sur tout type de surface. Par ailleurs, les sondes thermorésistives peuvent fonctionner selon deux modes distincts :

4. Les températures rencontrées au cours de cette thèse sont toutes proches de l'ambient. Pour de telles températures, il nous apparait que les degrés Celsius sont plus parlants que les Kelvin, c'est pourquoi les températures seront fréquemment données en Celsius dans ce manuscrit.



(a) Vue éclatée



(b) Vue condensée

FIGURE 2.4 – Représentation schématique du dispositif de chauffage.

- en **mode passif** : c'est le mode adapté pour faire une mesure de thermométrie sur une surface. Dans ce mode, l'élément résistif de la sonde est parcouru par un très faible courant pour lequel l'auto-échauffement de la sonde par effet Joule peut être négligé. Ce faible courant permet néanmoins de mesurer la résistance électrique. Or cette résistance électrique sera perturbée par le flux de chaleur perçu lors du contact avec une surface chauffée, et la valeur de la résistance mesurée dépendra alors directement de la température de la surface d'après la relation dans l'approximation linéaire suivante :

$$R_{sonde}(T) = R_{sonde}(T_0)(1 + \alpha(T - T_0)) \quad (2.2)$$

où  $R_{sonde}(T)$  est la valeur de la résistance électrique de l'élément thermorésistif à la température  $T$ ,  $R_{sonde}(T_0)$  est la valeur de la résistance électrique à la température de référence  $T_0$ , et  $\alpha$  est le coefficient de température de l'élément thermorésistif. En balayant la sonde à la surface d'un échantillon présentant des inhomogénéités locales de température par exemple, on peut produire une image dont le contraste est représentatif du champ de température en surface de l'échantillon.

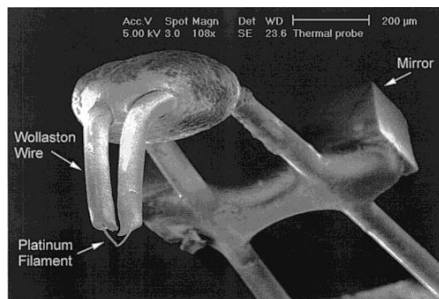
- en **mode actif** : c'est le mode utilisé pour analyser les propriétés thermophysiques de matériaux. Dans ce mode, on injecte un fort courant électrique dans la sonde de sorte que l'élément thermorésistif s'échauffe par effet Joule. Cette chaleur va ensuite s'échapper plus ou moins facilement selon la conductivité thermique du matériau avec lequel la sonde est en contact. Une électronique de contrôle veille à maintenir constante la température de la thermistance en compensant dynamiquement la perte thermique. La mesure de la valeur de cette compensation renseigne ainsi sur la conductivité thermique locale d'un matériau. En balayant la sonde à la surface d'un matériau composite par exemple, on peut produire une image dont le contraste est

donné par la conductivité thermique.

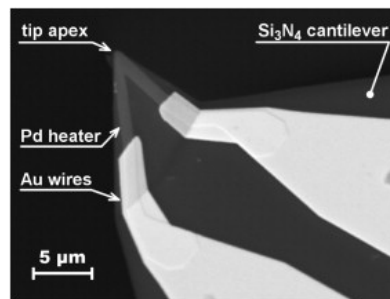
Parmi cette famille de sondes dites thermorésistives, on compte là encore différents types de sondes :

- les sondes dites de Wollaston, qui consistent en un fil composé d'un cœur en alliage platine/rhodium et d'une coque en argent. Le fil est plié de sorte qu'il forme un V et l'extrémité de ce V est attaquée par électrochimie pour faire apparaître localement le cœur qui constitue l'élément sensible. Ce type de sonde a été développé pour la première fois dans les années 1990 [141] et a été ensuite largement utilisé tant en mode passif, c'est-à-dire en contraste de température [62],[99] qu'en mode actif, par exemple pour renseigner sur la conductivité thermique d'un film mince [172],[63] ou encore pour réaliser une étude de calorimétrie locale [69]. Toutefois ces sondes Wollaston ne permettent pas d'avoir une résolution spatiale ultime en raison du diamètre du fil qui est généralement de l'ordre de  $5\ \mu\text{m}$  de diamètre.
- les sondes obtenues par lithographie, qui consistent en un dépôt d'une couche thermorésistive (Pt ou Pd le plus souvent) sur un levier d'AFM standard [108],[180],[45]. Cette technique a l'avantage de permettre de produire des sondes offrant une résolution spatiale bien meilleure que les sondes Wollaston (cf. comparaison dans l'article [140]). C'est ce genre de sonde que nous avons utilisé.
- les sondes en Silicium, initialement développées par IBM [44]. Ces sondes sont faites de silicium à des dopages différents (Si fortement dopé sur les bras du cantilever et faiblement dopé au niveau de la résistance chauffante) et ne sont utilisées qu'en chauffant la sonde (mode actif, [118],[105]).

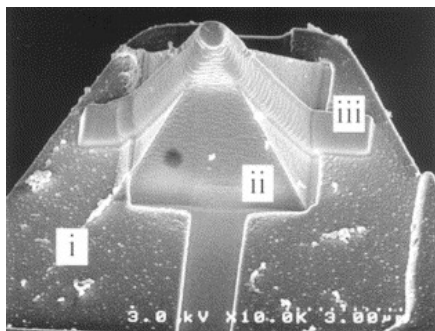
On trouvera en figure 2.5 quelques images obtenues par microscopie électronique à balayage (MEB) des différents types de sondes mentionnées ci-dessus.



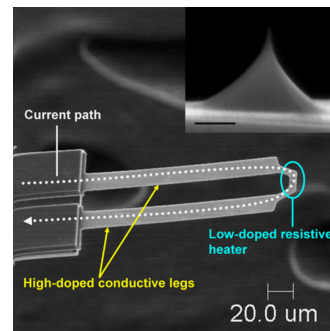
(a) Sonde Wollaston (d'après [146])



(b) Sonde lithographiée avec dépôt de Pd (d'après [179])



(c) Sonde lithographiée avec dépôt de Pt (d'après [108])



(d) Sonde au Si dopé (d'après [118])

FIGURE 2.5 – Images MEB de différentes sondes SThM thermorésistives

Notons enfin que pour alimenter électriquement ces sondes et parvenir à faire une mesure de leur résistance électrique permettant de remonter à la température, ces sondes sont généralement accompagnées d'un pont électronique — type pont de Wheatstone — comme on le verra plus en détail dans la partie 2.1.5.

Pour faire nos débuts dans le domaine des sondes thermo-résistives, nous avons souhaité utiliser une sonde commerciale produite par Kelvin Nanotechnology, la sonde KNT (cf. Fig.2.6).

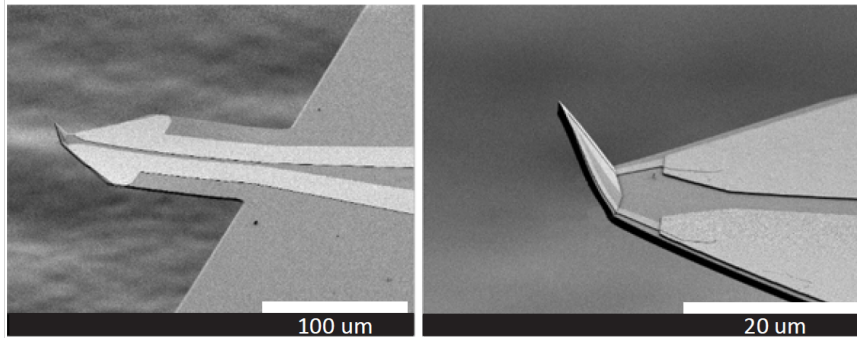


FIGURE 2.6 – Images MEB de la sonde KNT (d'après le site commercial de ANASYS Instruments <http://www.anasysinstruments.com>)

Cette sonde KNT consiste en un cantilever en  $Si_3N_4$  ayant les dimensions suivantes :  $150\ \mu\text{m}$  de long,  $60\ \mu\text{m}$  de large et  $400\ \text{nm}$  d'épaisseur. Elle a une constante de raideur  $k = 0.25\ \text{Nm}^{-1}$ . A son extrémité se trouve la pointe d'une hauteur de  $10\ \mu\text{m}$ . Cette hauteur est volontairement choisie haute pour mettre à distance le cantilever de la surface potentiellement chaude et éviter de fausser la mesure en chauffant tout le corps du cantilever. La partie thermo-sensible de la sonde est constituée d'un dépôt de palladium sur l'extrémité de la sonde, dont la résistivité électrique varie linéairement avec la température, en particulier dans la gamme de températures qui nous intéresse [102]. Enfin, deux pistes en or (épaisseur  $100\ \text{nm}$ ) permettent d'alimenter électriquement la thermistance.

Toutefois, nos essais (multiples!) de collage de bille à l'extrémité de la sonde KNT se sont révélés infructueux, comme nous le verrons en partie 2.1.6. Nous avons donc demandé directement au fabricant Kelvin Nanotechnology de nous fournir des sondes avec une géométrie différente du modèle KNT : une sonde certes moins favorable au balayage mais plus propice au collage d'une bille à l'extrémité. En s'inspirant de travaux antérieurs ([109]), les ingénieurs de Kelvin Nanotechnology sont ainsi parvenus à produire des sondes dont l'extrémité est une pyramide quatre pans dont le sommet est étêté, présentant ainsi une surface plane (un carré d'environ  $4\ \mu\text{m}$  de côté, cf. Fig. 2.7) permettant le collage d'une bille.

#### 2.1.4 L'installation de la sonde SThM sur le système AFM

Les sondes fabriquées par Kelvin Nanotechnology sont distribuées soit seules, soit accompagnées d'une électronique de contrôle et éventuellement d'un système AFM (par ANASYS Instruments ou Park Systems). Nous avons choisi de commander uniquement les sondes. Cette option supposait donc que nous avions la possibilité de manipuler ces sondes avec l'AFM WITec dont nous étions déjà équipés au laboratoire, cf. § 2.1.1, et que nous construisions nous-même l'électronique de contrôle pour permettre la mesure de la résistance élec-

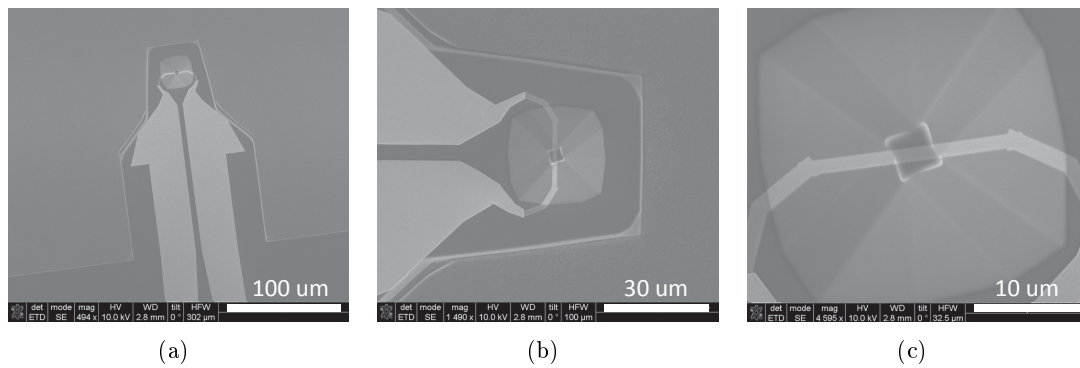


FIGURE 2.7 – Images MEB de la nouvelle sonde dite à « pyramide tronquée » fabriquée par Kelvin Nanotechnology. *Images fournies par Kelvin Nanotechnology.*

trique. Ce choix a été guidé non seulement pour des raisons de coût, mais aussi car il permet de mettre au point un système « maison » sur mesure et donc bien adapté à nos besoins et susceptible d’être modifié. Nous détaillerons dans la partie (2.1.5) l’élaboration de l’électronique de mesure.

Les sondes sont envoyées par lots, et ne sont pas directement adaptables à notre AFM-SNOM WITec qui n’est pas prévu pour des mesures thermiques. Nous avons donc mis au point une procédure permettant de les y installer. Dans le montage WITec de base prévu pour le mode AFM ou SNOM, la sonde est collée sur une rondelle métallique, elle-même positionnée sur des aimants placés à l’extrémité du bras amovible<sup>5</sup> (partie numéro 6 dans Fig. 2.1(a)). A la différence du fonctionnement dans ces modes, l’utilisation d’une sonde SThM nécessite de relier électriquement la sonde à l’électronique de contrôle. La Fig. 2.8 montre en détails l’adaptation du porte-sonde WITec à l’utilisation avec une sonde SThM de chez Kelvin Nanotechnology. Nous avons collé un morceau de circuit imprimé de quelques millimètres (2) sur une rondelle métallique (3), elle-même installée sur le bras amovible (4) par des aimants. Sur cette plaquette de circuit imprimé est collée la sonde SThM (1), à cheval sur deux pistes de cuivre. Puis le contact entre les plots d’or sur la sonde et les pistes de cuivre est assuré par de la laque conductrice à l’argent (7). Plus loin, de minces fils de cuivre (5) sont soudés entre la plaque porte-sonde (2) et une autre plaque de circuit imprimé, placée plus haut sur le bras et servant de relai entre la sonde et l’électronique de contrôle (6). En effet, entre ces deux plaques, les fils doivent être particulièrement fins car ils se trouvent très proche de l’échantillon et ne doivent pas entrer en contact avec sa surface. Des fils plus épais (8) servent ensuite à faire la connexion (connecteur 9) avec le long câble menant à l’électronique de contrôle (non visible ici).

L’étape de collage de la sonde SThM sur les pistes en cuivre est l’étape la plus critique car elle nécessite de manipuler la sonde. Cette manipulation a d’abord été faite avec des pincettes sous loupe binoculaire, mais cette opération est risquée car la plaquette de nitrure de silicium qui supporte le cantilever SThM pour pouvoir le manipuler est fragile et a tendance à « sauter » au cours de la manipulation. Compte tenu du prix élevé de chaque sonde et du délai nécessaire pour leur fabrication, un dispositif pneumatique a été mis au point pour manipuler avec plus de précaution ces sondes (cf. Fig. 2.9) : un tube est relié à une pompe d’un côté et à une seringue coudée de l’autre. Le tube est percé d’un trou

5. Le bras est maintenu au statif de l’AFM par des aimants puissants mais peut être retiré pour y installer une nouvelle sonde.

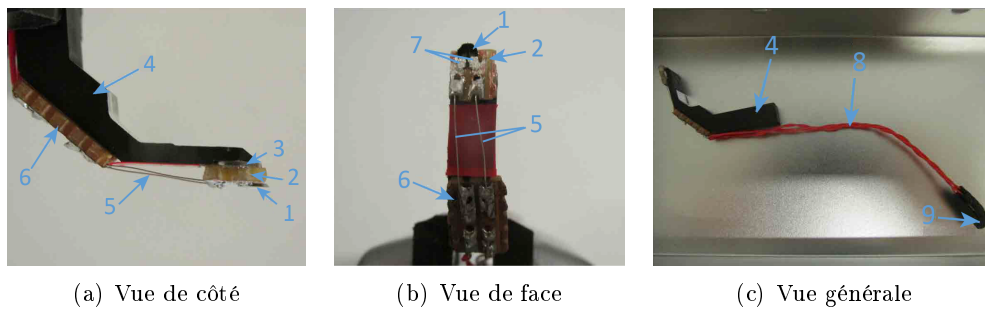


FIGURE 2.8 – Vues détaillées de l'installation de la sonde SThM sur le bras amovible de l'AFM-SNOM WITec

- 1 : Sonde SThM
- 2 : Morceau de circuit imprimé porte-sonde
- 3 : Rondelle métallique
- 4 : Bras amovible de l'AFM-SNOM WITec
- 5 : Minces fils de cuivre
- 6 : Morceau de circuit imprimé de relai
- 7 : Plots de laque d'argent
- 8 : Câbles de connexion
- 9 : Connecteur

latéral qui peut être obturé par l'index de la personne qui manipule. La sonde peut donc être déplacée sans risque par effet de succion, la plaquette étant aspirée par la seringue coudée lorsque le trou est obturé, et relâchée lorsque le trou est ouvert.

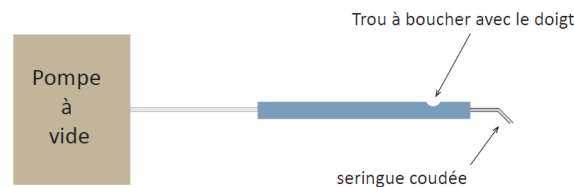


FIGURE 2.9 – Schéma du dispositif servant à manipuler les sondes SThM

### 2.1.5 L'électronique de contrôle

Pour permettre la mesure de température (ou de conductivité thermique) par la sonde SThM, il faut une électronique de contrôle qui aura pour rôles :

- d'alimenter en courant la sonde SThM (faible courant dans le cas d'une mesure de température, fort courant dans le cas d'une mesure de conductivité thermique)
- de mesurer la valeur de la thermistance.

Nous allons distinguer ici les deux éléments constitutifs de notre électronique de contrôle : d'une part le **pont de mesure** et d'autre part la **détection synchrone**.

#### Le pont de mesure

Une méthode tout indiquée pour la mesure de la thermistance consiste à utiliser un pont de mesure de type pont de Wheatstone. Cette technique de mesure repose sur une méthode dite « méthode de zéro », largement utilisée en métrologie, et est particulièrement indiquée

pour la mesure d'impédances. Elle consiste à comparer la valeur de l'impédance mesurée sur un bras du pont (bras comportant la résistance que l'on souhaite mesurer, soit ici la thermistance du SThM) avec un autre jeu d'impédances connues sur un autre bras du pont, les deux bras étant mis en opposition via un appareil de mesure permettant de déterminer la différence entre ces deux bras. Cet appareil<sup>6</sup> est dans notre cas une détection synchrone, qui permet d'extraire un signal alternatif même faible d'un bruit de plus grande amplitude. Lorsque la différence donnée par le détecteur de zéro est nulle, on dit que le pont est équilibré. On trouvera un schéma illustratif d'un pont de Wheatstone purement résistif en Fig. 2.10. Pour de plus amples informations sur les méthodes de zéro et les ponts de Wheatstone, on pourra se reporter à la référence [138].

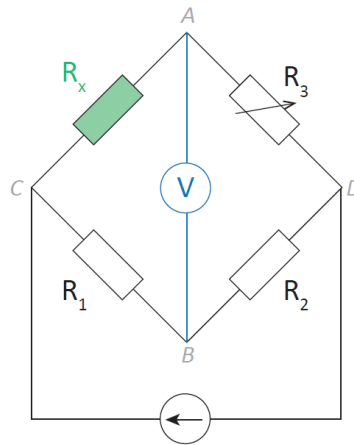


FIGURE 2.10 – Schéma d'un pont de Wheatstone purement résistif. Le pont est alimenté entre les points C et D et la mesure (détecteur de zéro, en bleu) se fait entre les points A et B. La résistance à déterminer est en vert ( $R_x$ ) tandis qu'une résistance variable  $R_3$  permet d'équilibrer le pont. La valeur des résistances  $R_1$ ,  $R_2$  et  $R_3$  est connue.

La « méthode de zéro » à l'aide de ponts de Wheatstone sans système de rétroaction est un problème relativement standard dans le domaine de la métrologie électrique. Nous avons initialement demandé conseils à un collègue du Laboratoire National de métrologie et d'Essais (LNE), Wilfrid Poirier, pour élaborer ce pont de mesure. Finalement, il a intégralement conçu puis réalisé avec l'aide de son collègue technicien Dominique Leprat un pont de mesure répondant à nos critères :

- capable de mesurer la thermistance avec la meilleure sensibilité possible (nous verrons plus loin quelle précision de mesure nous sommes effectivement parvenus à obtenir)
- adapté à la gamme de résistance annoncée par le constructeur des sondes [ $250\ \Omega$  –  $400\ \Omega$ ]
- délivrant un courant inférieur à  $2.2 - 2.4\ \text{mA}$ , courant maximum suggéré par le constructeur

On trouvera un schéma descriptif de ce pont de mesure en Fig. 2.11.

Pour déterminer la résistance inconnue  $R_x$  dans le cas général (Fig. 2.10), il faut équilibrer le pont, c'est-à-dire faire varier la valeur de la résistance  $R_3$  jusqu'à ce que la tension  $V$  mesurée entre les points A et B soit nulle. Lorsque  $V = 0$ , il est facile de déterminer la

6. On parlera de « détecteur de zéro ».

valeur de  $R_x$  :

$$R_x = \frac{R_1 R_3}{R_2} \quad (2.3)$$

Dans notre cas, le calcul est un peu plus complexe car le schéma électrique est plus subtil, mais on obtient de la même manière la valeur de la thermistance  $R_{th}$  en posant  $\gamma = \frac{V_{AB}}{V_{AC}}$  :

$$R_{th} = \frac{360(400 - 160\alpha) - 377600\gamma}{360 + 800\gamma} \quad (2.4)$$

avec  $\alpha \in [0; 1]$  la valeur lue sur le potentiomètre. Lorsque le pont est à l'équilibre,  $V_{AB} = 0$  donc  $\gamma = 0$ . Aussi, on a lorsque le pont est à l'équilibre :

$$R_{th}^{équilibre} = 400 - 160\alpha$$

Quelques remarques au sujet du schéma électrique de notre système :

- Le pont de Wheatstone est constitué de la thermistance de la sonde SThM (en violet sur le schéma Fig. 2.11), de résistances de précision Vishay<sup>7</sup> de valeurs connues, et d'un potentiomètre permettant d'ajuster le pont pour le mettre à l'équilibre. Lorsqu'il est au milieu de sa gamme, le potentiomètre de 20 k $\Omega$  connecté à une résistance de 80  $\Omega$  en série avec une résistance de 320  $\Omega$  donne un équilibre pour une thermistance de 320  $\Omega$ .
- Des raisons d'encombrement nous obligent à placer le pont sur un rack situé à côté du système WITec où est installée la thermistance sur sonde SThM à mesurer. Les câbles menant à la thermistance sont donc longs et leur résistance peut potentiellement varier en fonction de la température. Des précautions ont donc été prises pour limiter l'impact de la résistance de ces câbles :
  - en procédant en « pseudo quatre-fils », c'est-à-dire en quatre fils jusqu'à la dernière soudure au plus près de la thermistance et en utilisant des câbles blindés et torsadés ;
  - en partageant de manière symétrique grâce aux deux résistances de 80  $\Omega$  chacune la résistance des câbles menant à la sonde SThM entre la sonde SThM et la résistance Vishay. De ce fait, lors du calcul du pont qui utilise le rapport entre ces deux résistances, l'impact des éventuelles résistances de câble est annulé.
- Le bras de Wagner permet de s'assurer que, lorsque le pont est à l'équilibre, les extrémités A et B du pont sont bien toutes deux à la masse. Il permet d'écranter les éventuelles fuites résistives et capacitives qui fausseraient la mesure. Notons que cet élément est particulièrement important si l'on veut monter à plus haute fréquence<sup>8</sup>.
- Le pont (et donc la sonde SThM) est alimenté par une source de tension réglable et isolée. Cette source de tension fonctionnant sur batteries rechargeables<sup>9</sup> somme une tension continue avec une tension alternative provenant de l'oscillateur interne de la détection synchrone. On choisira judicieusement l'amplitude  $V_{AC}$  de cette tension pour ne pas atteindre les valeurs extrêmes de courant circulant dans la thermistance. La fréquence quant à elle est de l'ordre de quelques centaines de Hz. Notons que

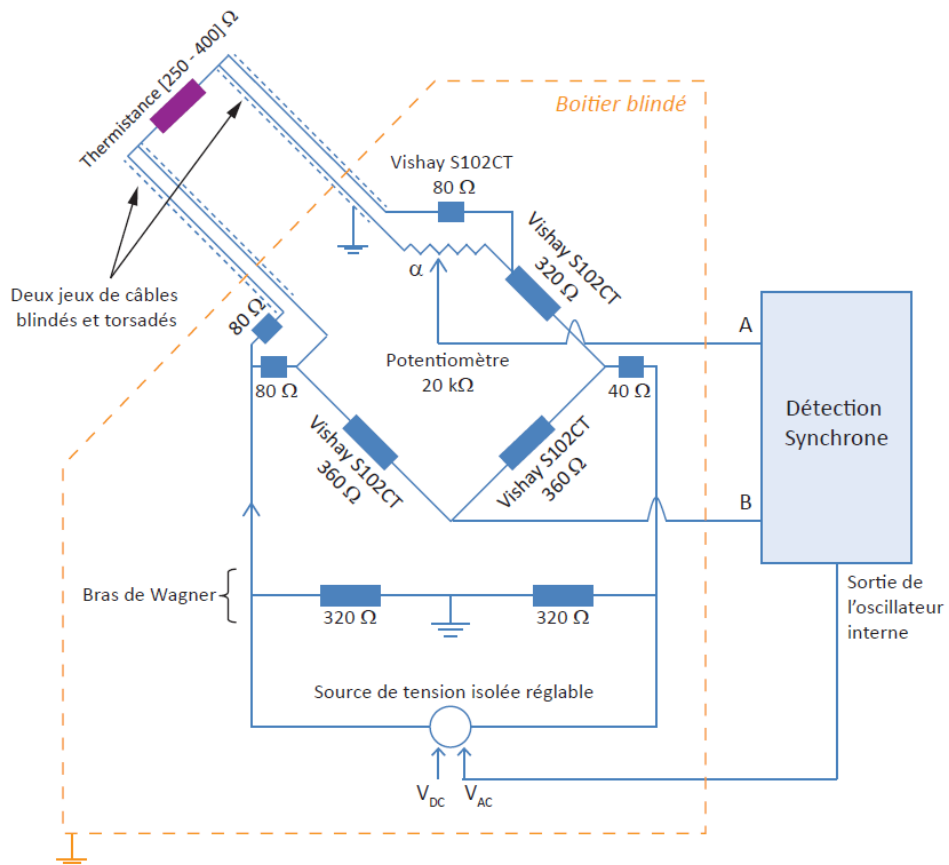
7. La marque Vishay est choisie pour ses résistances à la fois précises (tolérance  $\pm 0.01\%$ ) et stables en température (coefficient de température  $\pm 2$  ppm/ $^{\circ}\text{C}$ ).

8. Pour toutes les mesures présentées dans ce manuscrit, nous avons travaillé à une fréquence  $f = 216\text{Hz}$ .

9. Les batteries rechargeables permettent au pont de mesure de fonctionner de manière totalement isolée du secteur.

l'on a la possibilité d'ajouter une composante continue à cette source de courant, par exemple si l'on souhaite faire chauffer la sonde pour faire des mesures de conductivité thermique (sonde en mode actif).

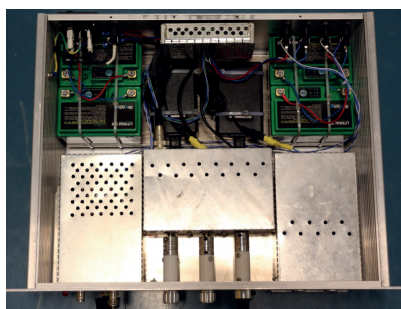
- La lecture de la tension  $V_{AB}$  aux bornes du pont se fait grâce à la détection synchrone qui fera l'objet du prochain paragraphe.



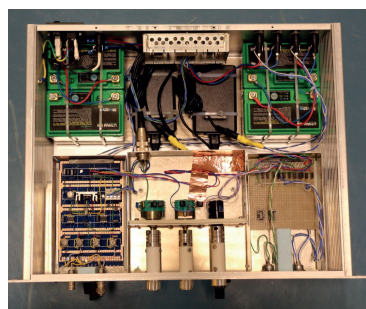
(a) Schéma électronique : pont de Wheatstone et système de détection



(b) Vue extérieure du pont de mesure



(c) Vue intérieure



(d) Vue intérieure complète

FIGURE 2.11 – Électronique de contrôle : pont de mesure (a — d) et système de détection (a)

## La détection synchrone

La détection synchrone<sup>10</sup> ou *lock-in* permet ici à la fois de mesurer la différence de potentiel  $V_{AB}$  entre les points A et B et également de fournir le signal alternatif  $V_{AC}$  à la source de tension — et donc au pont — grâce à son oscillateur interne. L'utilisation d'une détection synchrone est un usage répandu car elle permet de mesurer et d'extraire efficacement du bruit des signaux périodiques (nous verrons un autre exemple d'utilisation en Partie III, § 1.4). Concrètement, la détection synchrone multiplie le signal périodique à mesurer  $S = U_S \cos(\omega t + \varphi)$  par un signal de référence périodique et de même fréquence  $S_0 = U_0 \cos(\omega t)$ . Le produit des deux signaux donne naissance à un terme continu et un terme à  $2\omega$  :

$$S_{lock-in} = S \times S_0 \quad (2.5)$$

$$= U_S \cos(\omega t + \varphi) \times U_0 \cos(\omega t) \quad (2.6)$$

$$= \frac{U_S U_0}{2} [\cos(\varphi) + \cos(2\omega t + \varphi)] \quad (2.7)$$

Un filtre passe-bas, dont la largeur est déterminée par l'inverse de la constante de temps  $\tau_{lock-in}$  choisie par l'utilisateur, permet d'extraire la composante continue, donnant ainsi accès à l'amplitude du signal d'intérêt  $U_S$  et à son éventuel déphasage  $\varphi$ . Le bruit qui a une densité spectrale de puissance large spectre est exclu par cette *démodulation* à la pulsation  $\omega$  du signal d'intérêt et par ce filtrage passe-bas. Si la seule valeur qui nous intéresse est l'amplitude  $U_S$  du signal, alors il est préférable d'annuler le déphasage  $\varphi$ , ce qui est rendu possible par une commande *autophase* qui ajuste automatiquement le déphasage à appliquer au signal multiplicatif  $S_0$  pour annuler  $\varphi$ . Mais dans certains cas, la connaissance de ce déphasage (et surtout de son évolution relative au cours d'une mesure) peut être intéressante. Dans ce cas, les détections synchrones modernes utilisent deux *lock-in* en parallèle : l'un utilise un signal de référence standard en phase  $S_{1,0} = U_0 \cos(\omega t)$  et l'autre utilise un signal de référence en quadrature de phase  $S_{2,0} = U_0 \cos(\omega t + \frac{\pi}{2}) = U_0 \sin(\omega t)$ . Ces signaux de référence en quadrature de phase donnent naissance après filtrage à deux composantes continues :  $X = \frac{U_S U_0}{2} \cos \varphi$  et  $Y = \frac{U_S U_0}{2} \sin \varphi$ . Il est ainsi possible de remonter à l'amplitude et à la phase du signal d'intérêt grâce aux relations suivantes :

$$R = \sqrt{X^2 + Y^2} = \frac{U_S U_0}{2} \quad (2.8)$$

$$\varphi = \arctan\left(\frac{Y}{X}\right) \quad (2.9)$$

Enfin, notons qu'il est possible de démoduler le signal d'intérêt à des harmoniques supérieures, ce qui est particulièrement intéressant lorsque l'on souhaite par exemple mettre en évidence un échauffement de la sonde à  $3\omega$  — cf. Partie I, § 2.2.4.

## La mesure et ses limites

Pour effectuer la mesure de la thermistance, il faut respecter deux étapes importantes :

- **Prendre une phase de référence** : avant toute mesure, il faut au préalable décider de mettre à zéro la phase via la fonction *autophase* de la détection synchrone. L'annulation de ce déphasage se fait lorsque la sonde est *déconnectée* du pont. Après avoir rebranché la sonde, un déphasage apparaît en quadrature de phase. Ce déphasage

10. Détection synchrone de la marque AMETEK, modèle 7124 Precision DSP Lock-in Amplifier.

de quelques dizaines de degrés est le signe de la présence de capacitances le long des câbles qui mènent jusqu'à la sonde. Malgré les précautions prises, ces capacitances sont inévitables dans la mesure où les câbles pour relier la sonde au pont sont longs (environ 1 m). Pour cette raison, nous n'avons tenu compte pour nos mesures que du signal en phase ( $V_{AB} = X$ ). Cependant, une incertitude demeure sur le signe du signal en phase à considérer. En effet, lors de cette étape d'auto-phasage, tout le signal de sortie  $R$  est contenu dans le signal « en phase »  $X$  et le signal en quadrature de phase  $Y$  est nul. Mais le déphasage pour annuler la composante  $Y$  peut se faire pour deux angles, l'un projetant  $R$  sur la partie positive de l'axe :  $X = R$  et l'autre projetant  $R$  sur la partie négative de l'axe :  $X = -R$ . Or nous ignorons le « choix » de projection fait par la fonction **autophase**. Pour déterminer le signe à considérer pour utiliser ensuite dans la formule 2.4, il faut procéder à deux mesures pour deux valeurs différentes  $\alpha$  du potentiomètre. On calcule ensuite les valeurs de thermistance que l'on obtiendrait en utilisant l'équation 2.4 en considérant le signe  $+$  puis en considérant le signe  $-$ . Le signe qui sera retenu sera celui qui donne les deux mêmes valeurs de  $R_{th}$  pour les deux valeurs de  $\alpha$ .

- **Compenser le pont** : il s'agit d'ajuster à l'aide du potentiomètre la valeur de la résistance réglable jusqu'à ce que la mesure  $V_{AB}$  soit nulle. En pratique, la tension mesurée n'est jamais rigoureusement nulle, mais plus le pont sera précisément compensé, plus il sera possible d'utiliser un petit calibre pour la lecture de la tension via la détection synchrone. Lorsque le pont est bien équilibré, il est alors possible d'utiliser un calibre de la détection synchrone permettant une mesure de 2 nV pour une constante de temps  $\tau_{lock-in} = 1$  s, ce qui offre une excellente précision de lecture. Ce qui va en revanche limiter la précision de nos mesures est en réalité la précision de lecture de la valeur  $\alpha$  du potentiomètre. En effet, le potentiomètre choisi ne permet pas une précision de lecture meilleure que  $5 \cdot 10^{-4}$ . Cette incertitude sur la lecture de  $\alpha$  entraîne une précision de la valeur calculée de la résistance de la sonde  $R_{SThM}$  de l'ordre de  $0.08\Omega$  d'après l'éq. 2.4. On verra dans l'éq. 2.14 que cette précision de résistance mesurée revient à une précision en terme de température de l'ordre de  $0.12^\circ\text{C}$ . Pour améliorer la précision de cette mesure, il faudrait modifier l'électronique avec un potentiomètre plus précis munis d'un bouton de réglage plus fin ou d'un affichage numérique. Dans le cas présent, nous avons souhaité que le potentiomètre permette de couvrir toute la gamme de résistances annoncée par le constructeur — nous avons pu vérifier en connectant une résistance variable en lieu et place de la sonde que le pont permettait effectivement de compenser la gamme de résistances [250 – 400  $\Omega$ ] — mais si l'on avait eu connaissance des résistances réelles des sondes avant de faire réaliser le pont, nous aurions probablement choisi une gamme de résistances plus réduite ce qui aurait permis un réglage plus fin du potentiomètre.

### 2.1.6 Le collage de la bille sur la sonde

L'ultime étape reste donc le collage de la bille de verre sur la sonde SThM. Nous souhaitons que la bille de verre soit disposée à l'extrémité de la sonde SThM et maintenue par un point de colle. Si le collage de petits objets à l'extrémité d'une pointe est une technique maîtrisée et largement utilisée au sein de l'équipe (avec ou sans colle : [2],[90]), cette maîtrise ne concerne que le collage d'objets nanométriques qui adhèrent spontanément<sup>11</sup> à l'extrémité de pointes réalisées au laboratoire. Malheureusement, cette méthode n'est pas immédiatement transposable au collage d'objets bien plus gros (quelque 20  $\mu\text{m}$  de

11. Compte tenu de leur poids négligeable.

diamètre) sur une sonde telle que la sonde KNT. Il nous a donc fallu développer une procédure nouvelle pour y parvenir. Toutes les étapes de la procédure que nous présentons ici se font sur l'AFM-SNOM WITec. Ce système nous permet de suivre chaque étape sous microscope, et présente aussi l'avantage de posséder plusieurs degrés de déplacements de précision.

### Choix des billes de verre

Tout d'abord, commençons par dire un mot au sujet de ces billes de verre. Dans un premier temps nous avons travaillé avec des billes de verre bon marché pour mettre au point la procédure de collage. Nous avons donc utilisé des billes de verre de chez Kisker Biotech GmbH. Ces billes sont produites à partir d'un verre sodo-calcique et elles présentent une large dispersion en diamètre (nous avons commandé les plus petites billes disponibles, soit un sachet de billes dont les diamètres sont compris entre 10 et 50  $\mu\text{m}$ ). Ces billes nous ont permis de développer à moindre frais la procédure de collage mais elles n'ont pas un état de surface suffisamment régulier (cf. Fig. 2.12(a)) et surtout, les diamètres trop variés ne permettent pas des collages bien reproductibles. Nous avons donc fait l'acquisition de billes métrologiques (Billes de verre borosilicate Duke Standards<sup>TM</sup>, distribuées par Thermo Fisher Scientific, diamètre : 20  $\mu\text{m}$  — l'image MEB de la Fig. 2.12(b) montre un diamètre légèrement plus grand).

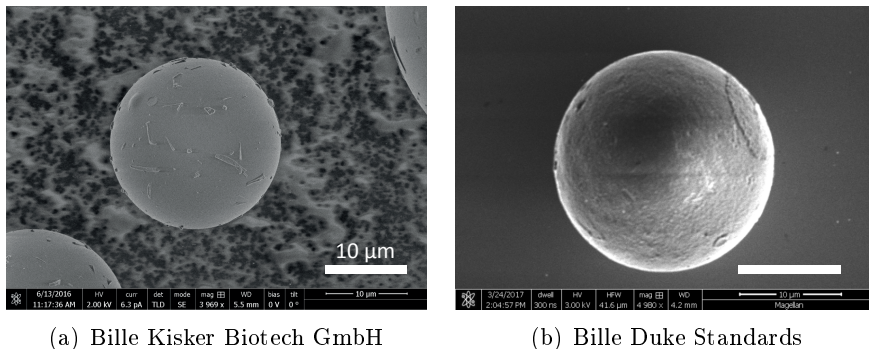


FIGURE 2.12 – Images MEB d'une bille de verre Kisker Biotech GmbH d'environ 20  $\mu\text{m}$  de diamètre (a) et d'une bille calibrée Duke Standards de 21.9  $\mu\text{m}$  de diamètre. Sur les deux images, la barre d'échelle représente 10  $\mu\text{m}$ . On peut voir ici la différence de régularité de l'état de surface de ces deux billes.

### Procédure d'encollage de la sonde : premiers essais sur sonde AFM

La première étape consiste à déposer une quantité de colle aussi faible que possible à l'extrémité de la sonde SThM. Il faut suffisamment de colle pour maintenir la bille collée mais suffisamment peu pour que notre système thermique ne soit pas trop perturbé : on cherche à mesurer la température juste au sommet de la bille, mais si on englue toute une zone, on risque de faire une mesure moyenne de la température sur une large portion de sphère. Pour apprendre à maîtriser la quantité de colle déposée et mettre au point la technique permettant de faire ce dépôt, nous avons utilisé des sondes AFM commerciales en Si. Celles-ci sont environ dix fois moins chères que les sondes SThM, ce qui nous a permis de nous entraîner à moindre coût. Avec ces sondes AFM, nous avons donc développé une première technique consistant à déposer un mince filet de colle sur un fil de tungstène de 50  $\mu\text{m}$  de diamètre. La gaine que forme la colle se réarrange spontanément en gouttelettes

(d'après un processus d'instabilité de Plateau-Rayleigh [51]). Nous plaçons ensuite ce fil couvert de gouttelettes de colle sur un micro-manipulateur trois axes à moteurs pas à pas piézoélectriques. Nous approchons ainsi une gouttelette de colle de l'extrémité de la sonde (cf. Fig. 2.13). Une fois que le bout de la sonde a plongé dans la goutte, nous rétractons rapidement cette dernière pour extraire la sonde qui a arraché à son extrémité une mince gouttelette de colle.

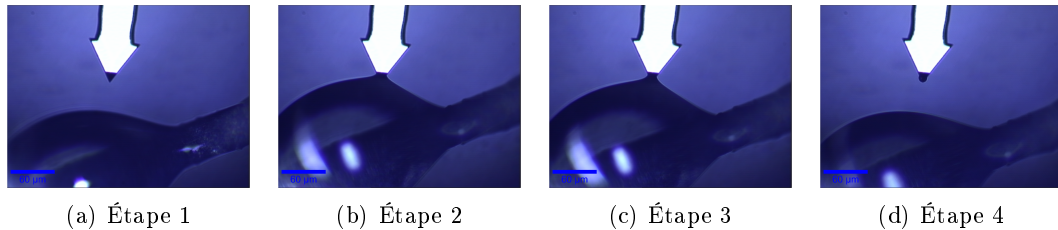


FIGURE 2.13 – Étapes pour l'encollage de la sonde : essai sur une sonde AFM d'entraînement. On approche très progressivement la sonde de la goutte de colle (étape 1) puis on extrait rapidement la sonde dès qu'elle a plongé dans la goutte (étapes 2 et 3). En s'extrayant rapidement de la goutte, la pointe a conservé une gouttelette de colle à son extrémité (visible en étape 4).

Cette étape d'encollage n'est pas si évidente qu'il n'y paraît car la consistance de la colle est un paramètre clé. Si la colle est trop liquide, celle-ci va être trop mouillante pour la sonde et la colle risque d'engluer non pas uniquement l'extrémité de la sonde mais toute une partie du cantilever par mouillage (cf. Fig. 2.14). Nous avons donc testé une grande variété de colles commerciales qui différaient par :

- leur composition chimique (colles époxy, cyanoacrylate, UV-réticulable, polymère modifié silane)
- leur viscosité, en jouant en particulier sur le temps de séchage ou le temps d'exposition aux UV pour les colles UV-réticulables.

Finalement, nous avons porté notre choix sur une colle époxy à durcissement progressif<sup>12</sup> permettant ainsi de procéder à l'encollage de la sonde puis au collage de la bille sans que la colle ne sèche.

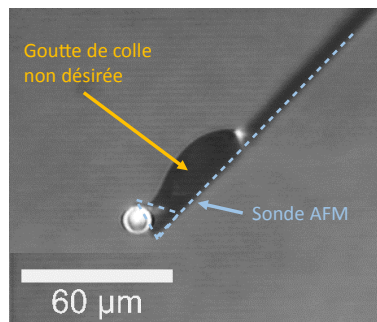


FIGURE 2.14 – Vue de profil d'une sonde AFM qui a été très largement engluée pendant l'étape d'encollage de la sonde. On a matérialisé en pointillés la sonde AFM.

12. Référence : SADER Colle époxy progressive 2h.

## Procédure d'encollage de la sonde : essais sur sonde SThM-KNT

La procédure d'encollage étant bien maîtrisée sur les sondes AFM d'entraînement, nous avons tenté de l'appliquer à la sonde SThM-KNT qui nous intéresse pour cette expérience. Nous avons donc procédé comme expliqué ci-dessus, mais malgré de très nombreuses tentatives, nous ne sommes jamais parvenus à déposer une gouttelette de colle à l'extrémité de la sonde KNT. La raison de cet échec est en fait purement géométrique : contrairement à notre sonde AFM d'entraînement qui est une pyramide à trois pans, l'extrémité de la sonde KNT dotée de la thermistance est un plan triangulaire et très mince que l'on peut se représenter pour fixer les idées comme le coin d'une feuille de papier que l'on aurait corné (cf. Fig. 2.6). Cette géométrie s'est avérée être parfaitement défavorable, d'une part pour placer une goutte de colle à l'extrémité de cette sonde, d'autre part pour y coller une bille de verre. En effet, pour des questions de mouillage, la goutte de colle qui est arrachée par la sonde se place naturellement le long de la sonde et non à l'extrémité de sa pointe (cf. Fig. 2.15) de sorte que tous nos essais se sont soldés par une bille qui se collait dans le creux de la sonde. Or la partie sensible de la sonde SThM est placée à la pointe du plan triangulaire. Le collage d'une bille de verre à l'extrémité d'une de ces sondes KNT n'est donc pas envisageable. Nous avons donc demandé au fabricant Kelvin Nanotechnology de nous fournir des sondes avec une géométrie modifiée qui soit plus favorable au collage (cf. Fig. 2.7).

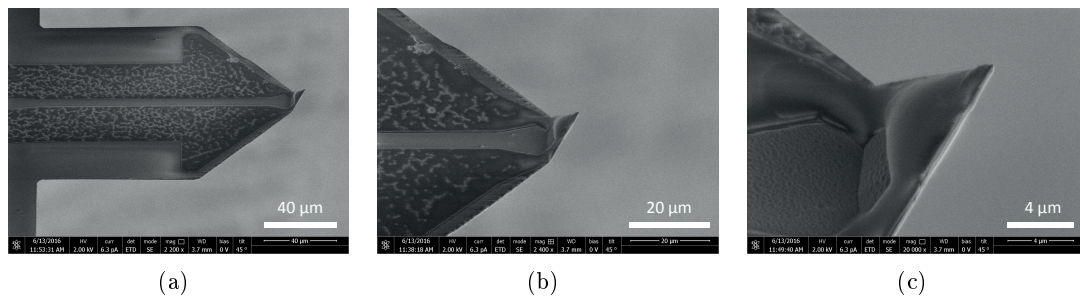


FIGURE 2.15 – Images MEB d'une sonde KNT après de multiples tentatives d'encollage de l'extrémité de la sonde. La colle se place spontanément le long de la sonde mais il n'y a pas de colle à l'extrémité de celle-ci.

## Procédure finale pour collage sur sondes modifiées à « pyramide tronquée »

Contrairement aux sondes KNT des essais précédents, les sondes qui nous ont été fournies par Kelvin Nanotechnology présentent une pyramide tronquée située sous le cantilever, et non plus un plan triangulaire pointant vers l'avant. Pour procéder à l'encollage des nouvelles sondes, nous avons dû modifier notre procédure : compte tenu de la nouvelle géométrie, il n'était en effet plus possible d'arracher une petite quantité de colle avec la pointe et il nous fallait déposer de manière reproductible de la colle sur la partie plane de la pyramide tronquée où est installé le film de palladium thermorésistif (cf. Fig 2.7. Pour ce faire, nous avons exploité la géométrie de l'AFM-SNOM WITec avec lequel nous travaillions. Pour l'utilisation en SNOM, l'appareil est doté d'un objectif de microscope inversé sous l'échantillon (cf. Fig. 2.16(b)). Cet objectif est couplé à une caméra, tout comme l'objectif du dessus. Nous pouvons donc observer l'échantillon soit par le dessus comme on le faisait jusqu'alors, soit par le dessous (cf. Fig. 2.16(c)).

La nouvelle procédure de collage sur sondes à pyramide tronquée consiste donc à :

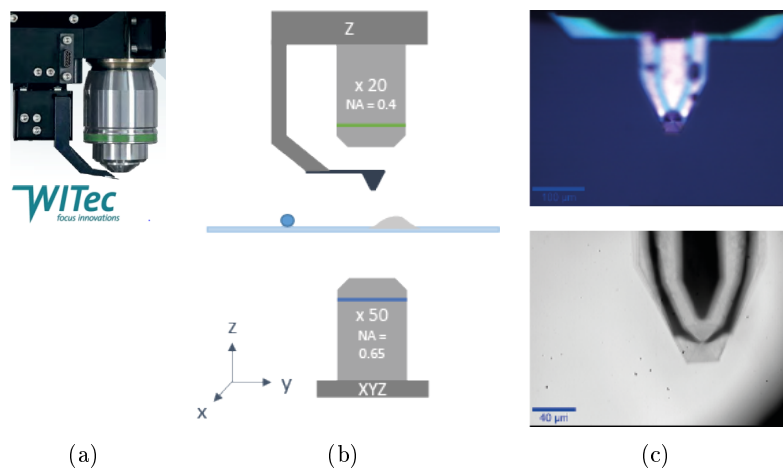


FIGURE 2.16 – Système de visualisation à deux objectifs pour le contrôle de l’encollage de la sonde et du collage de la bille. (a) photographie commerciale. Sous l’objectif se trouve la pointe. (b) schéma descriptif du système : l’objectif du dessus ainsi que la pointe peuvent être conjointement translatés verticalement ; l’objectif inversé - en dessous de la lame de verre ici - peut être translaté selon les trois directions. (c) *en haut* : vue depuis l’objectif du dessus (x20) ; *en bas* : vue depuis l’objectif inversé (x50).

- déposer une goutte de colle époxy sur une lame de verre et, à l’aide d’un fil de cuivre fin, faire de minces trainées de colle autour de la goutte. L’objectif est d’obtenir de minces filets (moins de  $40\ \mu\text{m}$  d’épaisseur, cf. Fig. 2.17(a)) pour déposer une quantité suffisamment faible de colle au bout de la sonde.
- déposer sur cette même lame de verre quelques billes de verre (en dehors de la colle évidemment).
- placer la lame de verre sur le porte échantillon de l’AFM-SNOM et placer la sonde à pyramide tronquée à l’emplacement dédié sous l’objectif du dessus.
- en observant par l’objectif inversé, repérer un filet de colle de bonne dimension et focaliser sur le dessus du filet de colle (cf. Fig.2.17(a)).
- descendre très progressivement la sonde pyramidale à l’aide de la translation verticale du bloc {objectif + sonde} jusqu’à ce que l’extrémité de la sonde (et uniquement l’extrémité !) pénètre dans le filet de colle (cf. Fig.2.17(c)).
- rétracter la sonde et décaler l’échantillon pour visualiser une bille de verre
- ajuster la position de la bille au fur et à mesure que l’on redescend la sonde encollée (contrôler par l’objectif inversé).
- avant que la sonde n’entre en contact avec la bille, repasser à la vue par l’objectif du dessus. Continuer à descendre la sonde jusqu’au contact. On repère le contact lorsque l’on voit le cantilever se défléchir (cf. Fig. 2.19).
- laisser sécher toute une nuit la colle pour assurer un bon collage et rétracter avec précaution la sonde après 12h minimum de séchage.

Avec de l’entraînement (et un peu de chance), la bille se retrouve collée avec un minimum de colle et est bien centrée sur le plateau de la pyramide tronquée, exactement comme nous le souhaitons (cf. Fig. 2.20).

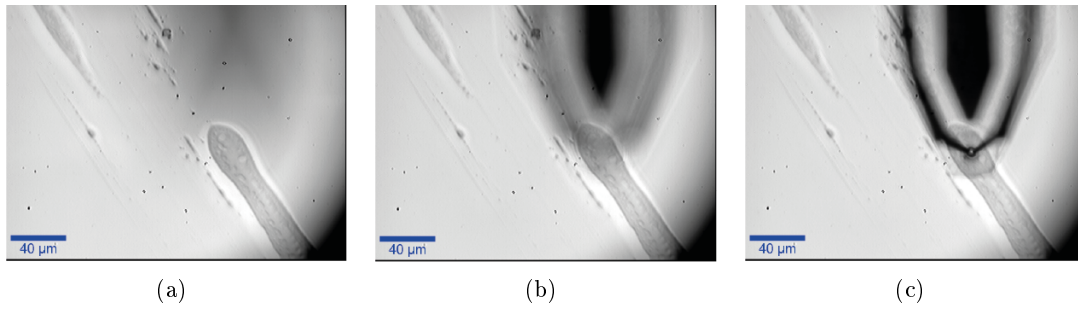


FIGURE 2.17 – Encollage de la sonde : étapes vues du dessous. On remarque le mince filet de colle au premier plan et l’approche progressive de la sonde en arrière-plan. Lorsque l’extrémité de la sonde a pénétré le filet de colle, il se forme un ménisque de colle entre la goutte et la colle que l’on peut voir en (c). On remarque ainsi que la quantité de colle qui « mouille » l’extrémité plane de la sonde est faible.

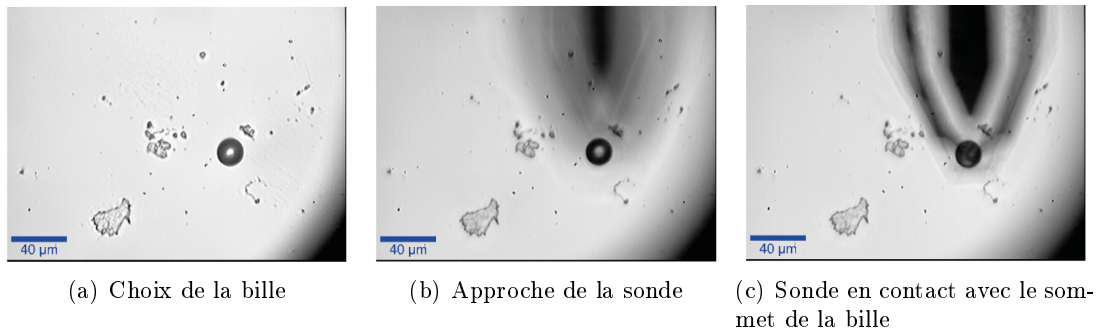


FIGURE 2.18 – Collage de la bille sur la sonde : étapes vues du dessous.

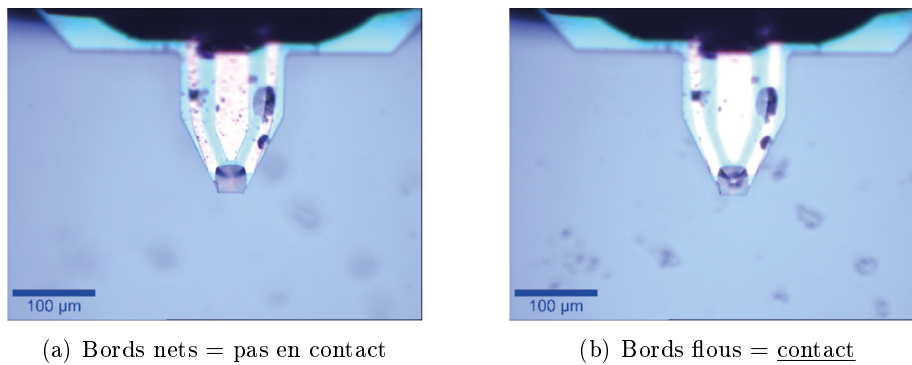


FIGURE 2.19 – Collage de la bille sur la sonde : étapes vues du dessus. C’est par le dessus que l’on contrôle au mieux l’approche de la sonde jusqu’au contact avec la bille de verre. (a) Hors contact, l’objectif de microscope est focalisé sur les bords du cantilever qui apparaissent donc nets. (b) En contact, le cantilever se défléchit. L’extrémité du cantilever se trouvant hors plan focal, les bords apparaissent alors flous, signe que l’on peut arrêter de descendre la sonde.

## 2.2 Caractérisations du dispositif expérimental

Le système que nous venons de décrire doit désormais être caractérisé. Nous présentons ici les caractérisations essentielles qui ont été menées sur ce dispositif expérimental.

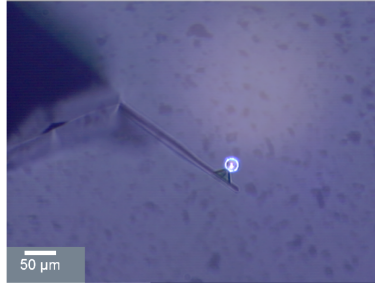


FIGURE 2.20 – Vue de profil d’une sonde SThM à pyramide tronquée avec une bille collée à son extrémité

### 2.2.1 Caractérisation électrique de la sonde SThM

Comme nous l’avons vu en section 2.1.3, nous avons acquis des sondes SThM produites par le constructeur Kelvin Nanotechnologies. La première étape a été de les caractériser électriquement, en particulier pour déterminer les différents régimes de fonctionnement de ces sondes. En effet, ces sondes SThM peuvent fonctionner en deux régimes selon l’intensité du courant qui circule dans la sonde :

- à faible courant, la sonde fonctionne en mode dit « passif », et est utilisée comme un thermomètre résistif pour l’analyse de champs de température en surface d’échantillons.
- à courant plus élevé, la sonde s’échauffe et fonctionne alors en mode dit « actif ». Cet échauffement est utilisé pour solliciter localement thermiquement un échantillon pour analyser sa conductance thermique voire sa conductivité thermique.

La caractérisation électrique des sondes a été effectuée sans pont de Wheatstone, en utilisant uniquement la détection synchrone comme instrument de mesure. L’enjeu principal de cette caractérisation était donc de déterminer à partir de quel courant injecté la sonde SThM étudiée commençait à s’auto-échauffer par effet Joule. Il fallait également déterminer la valeur exacte de la résistance de chaque exemplaire de sonde pour garantir qu’elles étaient compatibles avec les choix des composants du pont de mesure dédié aux mesures fines.

Avant toute mesure, il nous fallait prendre une précaution importante consistant à ne pas envoyer un trop fort courant dans la sonde sous peine de la détériorer. La valeur limite imposée par le constructeur est de 2.2 à 2.4 mA. Pour protéger la sonde, nous avons donc placé en série une résistance  $R_1$  de plus forte impédance destinée à limiter le courant circulant dans la sonde SThM afin qu’il n’atteigne jamais cette limite. Les deux résistances en séries sont alimentées en tension par l’oscillateur interne de la détection synchrone. On parvient ainsi à faire circuler de manière fiable un courant bien contrôlé dans la sonde SThM. La mesure de la résistance de cette sonde se fait en mesurant la tension à ses bornes en utilisant les entrées A et B de la détection synchrone configurée en mode A-B (cf. Fig. 2.21). Pour injecter la tension dans la sonde SThM, nous avons utilisé deux micro-manipulateurs munis de pointes fines en tungstène permettant de faire délicatement le contact électrique avec les plots d’or lithographiés sur les sondes sans qu’il soit nécessaire de les extraire de leur boîtier d’origine (cf. photos en Fig. 2.22). Le mise en contact de ces pointes en tungstène avec les pistes d’or de la sonde se fait sous binoculaire pour avoir la précision requise.

Afin de tracer la résistance de la sonde  $R_{SThM}$  en fonction du courant  $i$  traversant la sonde

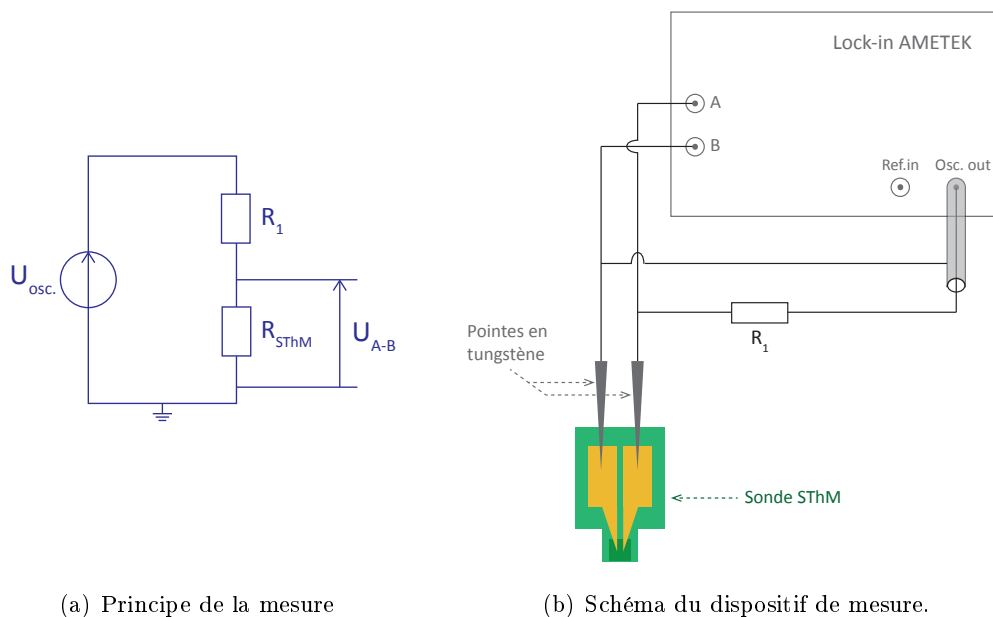


FIGURE 2.21 – Caractérisation électrique des sondes SThM. Mesure de la résistance  $R_{SThM}$  en fonction du courant injecté. Sur le schéma (b), on a représenté le câble coaxial sortant la tension de l'oscillateur afin de matérialiser plus lisiblement les raccordements.

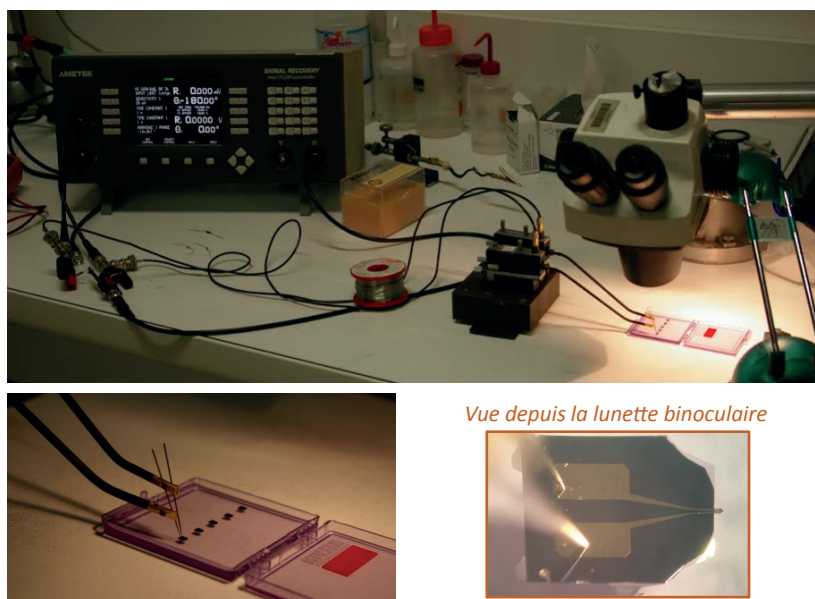


FIGURE 2.22 – Photos du montage permettant la caractérisation électrique des sondes SThM. En haut : vue générale. En bas à gauche : vue rapprochée montrant les pointes en tungstènes au bout des bras des deux micro-manipulateurs. En bas à droite : vue depuis la lunette binoculaire permettant de contrôler le contact entre les pointes en tungstène et les plots d'or. Pour repère, le côté de la boîte comportant les 5 sondes mesure 5 cm.

et observer ainsi son auto-échauffement, nous avons balayé une gamme de courant allant

de 0 à 1.4 mA<sup>13</sup>. Pour ce faire, nous avons fait varier la tension de l'oscillateur interne du lock-in  $u_{osc}$ , le courant  $i$  circulant dans la sonde SThM se déduisant aisément, en tenant compte de la résistance de sortie de l'oscillateur,  $R_{out} = 50 \Omega$ , pas tout à fait négligeable devant  $R_1$  :

$$i = \frac{u_{osc} - u_{AB}}{R_1 + R_{out}} \quad (2.10)$$

La résistance de la sonde SThM se calcule ensuite avec la formule du diviseur de tension :

$$u_{AB} = \frac{R_{SThM}}{R_1 + R_{out} + R_{SThM}} u_{osc} \quad (2.11)$$

soit

$$R_{SThM} = \frac{u_{AB}}{u_{osc} - u_{AB}} (R_1 + R_{out}) \quad (2.12)$$

Or la tension de l'oscillateur interne du lock-in est limitée à  $u_{osc}^{max} = 5 \text{ V}$  et nous avons de ce fait dû utiliser deux valeurs de résistance  $R_1$  différentes pour permettre de balayer toute la gamme de courant souhaitée : pour mesurer la valeur de la résistance à faible courant, nous avons utilisé une résistance  $R_1 = 15 \text{ k}\Omega$  et pour mesurer à des courants plus élevés, nous avons utilisé une résistance  $R_1 = 1.2 \text{ k}\Omega$ . La courbe de mesure obtenue se trouve en Fig. 2.23).

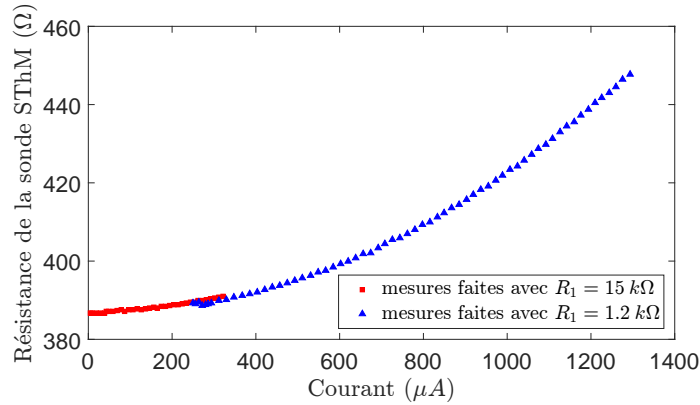


FIGURE 2.23 – Courbe de mesure de dépendance en courant de la résistance de la sonde SThM.

Sur cette courbe, on observe que la résistance de la sonde augmente rapidement, ce qui résulte de son échauffement par effet Joule qui introduit une élévation de sa température et donc de  $R_{SThM}$ . Pour travailler en mode passif — donc sans chauffer la sonde — il faudra donc faire circuler un faible courant dans la sonde, typiquement inférieur à  $50 \mu\text{A}$  (en pratique on se placera à  $i = 30 \mu\text{A}$ ).

Avec cette même méthode, nous avons également mesuré à courant fixé la résistance de chaque sonde. Nous avons ainsi pu observer une variabilité importante entre les sondes : la valeur moyenne des résistances est de  $366.2 \Omega$  mais, sur les 12 sondes testées, les valeurs extrêmes des résistances diffèrent de près de  $50 \Omega$ .<sup>14</sup> Par ailleurs, nous avons pu vérifier que

13. Nous restons ainsi en deçà de la limite annoncée de 2.2-2.4 mA.

14. Remarquons que la résistance moyenne de ces sondes SThM pyramidales est plus élevée que les  $320 \Omega$  moyens des sondes KNT pour lesquelles l'électronique de contrôle avait été initialement conçue. Toutefois, à température ambiante du moins, les résistances des sondes pyramidales restent dans la gamme accessible par le potentiomètre de l'électronique permettant de compenser le pont ce qui ne pose donc pas de problème.

la valeur des sondes était plutôt stable en fréquence ( $\pm 1 \Omega$  sur une gamme de fréquences de l'oscillateur allant de 77 Hz à de 7.7 kHz). Dobson *et al.* ont quant à eux étudié la stabilité dans le temps des sondes KNT. Ils ont montré que la résistance de ces sondes étaient stable sur une trentaine de jours sous réserve que le courant injecté soit inférieur à 1 mA, [45]. Dans le cas des sondes SThM à pyramide, nous ferons l'hypothèse que cette stabilité est également vraie.

### 2.2.2 Caractérisation thermique de la sonde SThM

Comme nous l'avons vu, la mesure de la température par la sonde se fait grâce à la dépendance linéaire en température de la résistivité du palladium qui se trouve à l'extrémité de la sonde. Dans le cas des températures proches de l'ambient que nous souhaitons étudier, on peut écrire la relation liant la résistance électrique de la thermistance  $R_{SThM}$  à la température  $T_{SThM}$  mesurée :

$$R_{SThM} = T_{SThM} \times \text{TCR} + R_0 \quad (2.13)$$

où  $R_0$  est la résistance de la sonde à  $T = 0^\circ\text{C}$ <sup>15</sup> et TCR est le coefficient thermique de résistance<sup>16</sup>. Ainsi, la mesure de la température se déduit immédiatement de la mesure de la résistance électrique de la sonde pourvu que l'on connaisse ce coefficient thermique de résistance :

$$T_{SThM} = \frac{R_{SThM} - R_0}{\text{TCR}} \quad (2.14)$$

Kelvin Nanotechnology donne des valeurs indicatives de ce coefficient de dépendance en température pour ses deux sondes :  $\text{TCR}_{KNT} \simeq 1 \Omega/^\circ\text{C}$  pour les sondes KNT et  $\text{TCR}_{pyramides} \simeq 0.5 \Omega/^\circ\text{C}$  pour les sondes pyramidales que nous avons finalement utilisées. Ces valeurs sont indicatives et varient d'une sonde à l'autre. Nous avons donc caractérisé thermiquement chaque sonde utilisée.

### Caractérisation thermique des sondes

Pour effectuer cette caractérisation thermique, nous plaçons la sonde de manière classique, dans l'AFM, la sonde étant en contact avec la surface de verre sur le module Peltier. La mesure de la thermistance de la sonde SThM est faite via l'électronique de contrôle à mesure que la température de la surface varie (en pratique, on fait varier la température entre 20 et 50°C). Un exemple de caractérisation thermique d'une sonde sans bille est représentée en Fig. 2.24. Comme attendu, on remarque une **dépendance linéaire** de la résistance avec la température de la surface.

Comparons maintenant les courbes de caractérisation obtenues pour la même sonde, avant collage d'une bille de verre (cf. Fig. 2.25(a)) et après collage de la bille (cf. Fig. 2.25(b)). Notons que dans chacun des cas, nous avons tracé plusieurs courbes de caractérisation prises à des dates différentes. Les régressions linéaires moyennes des courbes donnent  $R_{SThM} = (0.551 \pm 0.003) * T_S + (378.8 \pm 1.9)$  dans le cas sans bille et  $R_{SThM} = (0.517 \pm 0.001) * T_S + (381.3 \pm 0.6)$  dans le cas avec bille.

Commençons par regarder les courbes de caractérisation de la sonde avant collage, donc *sans bille* (cf. Fig. 2.25(a)). La première chose que l'on remarque est que la pente  $p$  de ces

<sup>15</sup>. Notons que d'autres définitions peuvent être données avec une résistance de référence prise à une autre température.

<sup>16</sup>. L'acronyme TCR désigne le terme anglais plus largement utilisé : *Temperature Coefficient of Resistance*.

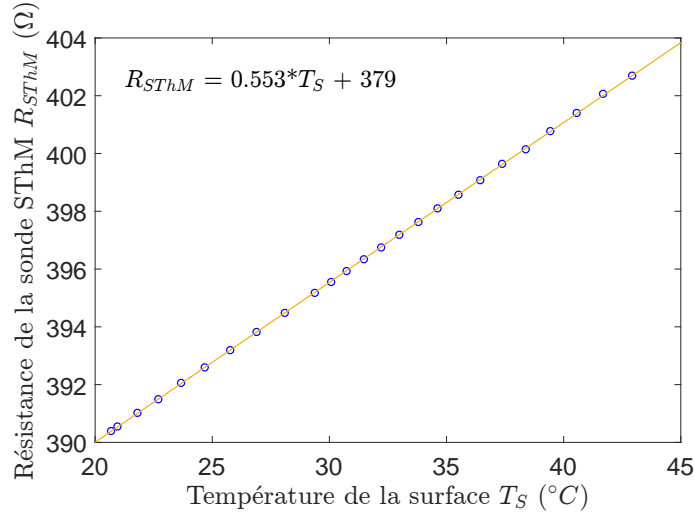


FIGURE 2.24 – Courbe de caractérisation thermique d’une sonde SThM sans bille collée. La dépendance linéaire est mise en évidence par le tracé d’une courbe de tendance linéaire (en orange) dont l’équation figure sur le graphique.

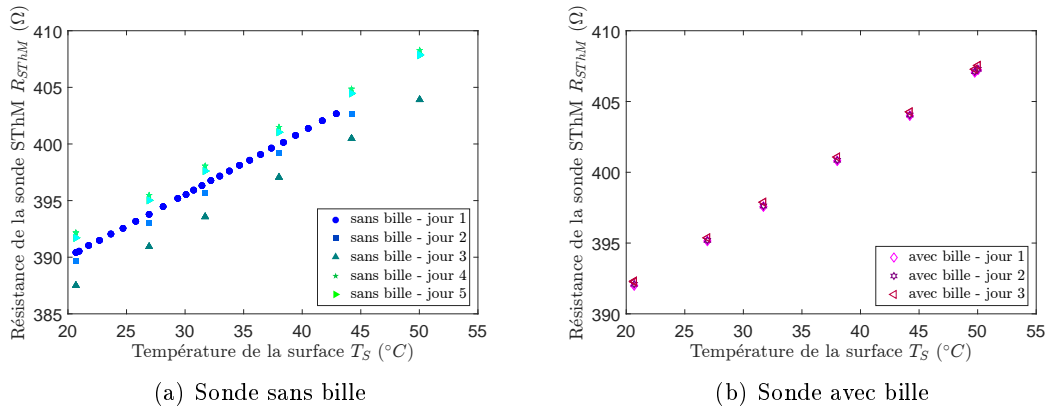


FIGURE 2.25 – Comparaison des courbes de caractérisation thermique d’une même sonde, avant (a) et après (b) collage d’une bille de verre à son extrémité. Dans les deux cas, plusieurs courbes ont été enregistrées à des dates différentes. Les régressions linéaires moyennes des courbes donnent  $R_{SThM} = (0.551 \pm 0.003) * T_S + (378.8 \pm 1.9)$  dans le cas sans bille et  $R_{SThM} = (0.517 \pm 0.001) * T_S + (381.3 \pm 0.6)$  dans le cas avec bille.

courbes est constante sur l’ensemble des séries de mesure. En revanche, on observe une assez nette **variation de la valeur  $R_0$**  d’une courbe à l’autre, de l’ordre de  $\Delta R_{SThM} = 5 \Omega$ , ce qui correspondrait à une incertitude sur la température importante, d’environ  $9^\circ C$ . Nous avons pu remarquer que cette variabilité de  $R_0$  se vérifiait aussi dans le cas de sonde *avec bille* même si elle reste moins marquée (ici,  $\Delta R_{SThM} = 1 \Omega$  soit  $\Delta T_S = 1.8^\circ C$ ). Nous avons tenté de comprendre ce qui, dans les conditions expérimentales de chaque jeu de mesures, pouvait avoir une influence sur ce  $R_0$  :

- La *température ambiante* pourrait avoir une influence dans la mesure où, à ce jour, le dispositif expérimental ne dispose pas d’une enceinte à environnement contrôlé et que la salle de travail non climatisée subit parfois de fortes variations de températures. Pour mesurer la température ambiante à proximité de la sonde, nous utilisons un

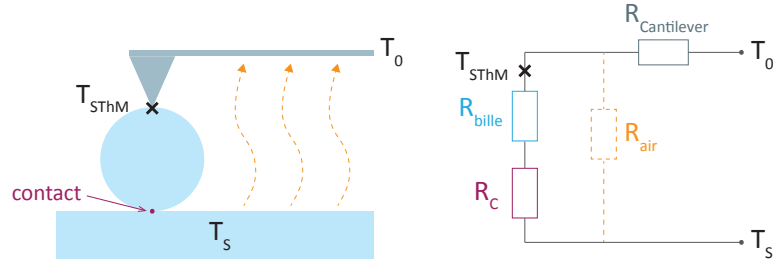
thermomètre à thermocouple fixé à proximité de l'objectif de microscope sous lequel se trouve la sonde. Aucune corrélation entre la variation de  $R_0$  et la température ambiante n'a été remarquée.

- L'*humidité ambiante* est mesurée avec un dispositif domestique commercialisé par Otio. Là encore, aucune corrélation entre la variation de  $R_0$  et le taux d'humidité ambiante n'a été remarquée.
- La *lecture du coefficient  $\alpha$*  sur l'électronique de contrôle est source d'imprécision dans la mesure de la résistance  $R_{SThM}$ . Toutefois, des mesures faites en ne touchant pas au potentiomètre (et donc avec rigoureusement la même valeur de  $\alpha$ ) ont donné des valeurs de  $R_0$  différentes. Ce n'est donc pas l'erreur de lecture de  $\alpha$  qui est susceptible d'expliquer la variabilité de  $R_0$ .
- La *température de la surface de verre avant la caractérisation thermique* a également été mise en cause mais aucune corrélation significative n'a été démontrée.
- La *nature du contact* entre la sonde et la surface (ou la bille et la surface) paraissait finalement être le seul paramètre pouvant avoir une forte influence sur ce  $R_0$ . Pourtant, nous avons effectué des mesures systématiques en amenant dix fois de suite la sonde en contact avec la surface puis en la rétractant à 40  $\mu\text{m}$  de distance, mais les valeurs de résistance mesurées en contact et hors contact étaient toujours identiques.

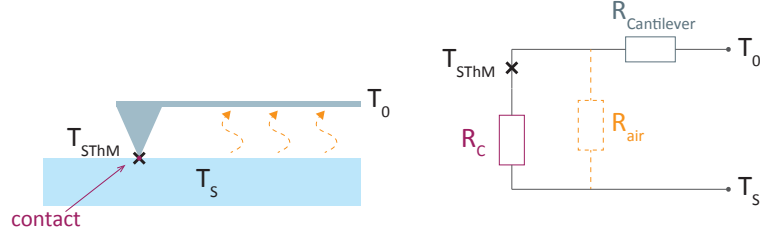
Finalement, la raison de la variabilité de  $R_0$  n'est pas évidente, et elle est sans doute une combinaison complexe des différents facteurs cités ci-dessus. La seule chose que l'on peut constater, c'est que ces variations ont plutôt lieu d'un jour à l'autre, c'est à dire après que le système ait totalement refroidi, que l'on ait remonté la sonde de quelques millimètres, puis que l'on chauffe de nouveau la surface. Mais sur une journée et pour des expériences ressemblantes, la valeur de  $R_0$  reste identique. En pratique, nous avons décidé de faire cette caractérisation thermique de manière systématique avant chaque mesure. Toutefois, cette variabilité de  $R_0$  rendra *a priori* difficiles des mesures *absolues* de température. En revanche, la stabilité en terme de pente (variation de la pente de l'ordre de 0.5% selon les jeux de mesures) permet de faire sans problème des mesures *relatives*. Pour cela, seule la connaissance de la pente  $p$  est nécessaire. Or, si les pentes sont bien stables dans chacun des cas, on remarque que **la pente change après le collage de la bille** ( $p_{\text{avant collage}} = (0.551 \pm 0.003) \Omega/\text{K}$  tandis que  $p_{\text{après collage}} = (0.517 \pm 0.001) \Omega/\text{K}$ ). Ce changement de pente n'est certes pas très marqué mais il est tout à fait reproductible. Pour expliquer ce changement de pente, il faut tenir compte de la résistance thermique introduite par la bille, comme nous allons le voir dans le paragraphe suivant.

### Modèle en résistances équivalentes de la caractérisation thermique

On a vu plus haut que la résistance électrique de l'élément thermosensible de la sonde  $R_{SThM}$  dépendait linéairement de la température à l'extrémité de cette sonde  $T_{SThM}$  avec une dépendance donnée par le TCR. Or il est important de ne pas confondre la température à l'extrémité de la sonde  $T_{SThM}$  et la température de la surface chauffée  $T_S$ . En effet, lorsque la sonde est directement en contact avec la surface, il subsiste une résistance thermique de contact  $R_C$  entre la surface et la sonde. Lorsqu'une bille est collée, il faut considérer une résistance de contact entre la bille et la surface (notée également  $R_C$  par abus car il n'y a aucune raison que cette résistance de contact soit la même qu'entre la sonde nue et la surface) et également la résistance thermique imposée par la bille  $R_{\text{bille}}$ . Pour visualiser les choses, on trouvera en Fig. 2.26 un schéma en résistances équivalentes des deux configurations. On a tenu compte de la résistance  $R_{\text{cantilever}}$  du cantilever et de la température en amont de ce cantilever  $T_0$ .



(a) Sonde avec une bille de verre collée, la bille est en contact avec la surface



(b) Sonde sans bille directement en contact avec la surface

FIGURE 2.26 – Illustration des situations de caractérisation thermique de la sonde — avec et sans bille — et schémas en résistances équivalentes

Si l'on ne tient pas compte de la résistance thermique de l'air  $R_{air}$ , une analogie thermo-électrique donne l'expression de la température de la sonde  $T_{SThM}$  avec la formule du diviseur de tension. Cela donne, en l'absence de bille de verre :

$$T_{SThM} - T_S = \frac{R_C}{R_C + R_{Cantilever}} (T_0 - T_S) \quad (2.15)$$

En posant

$$\beta = \frac{R_C}{R_C + R_{Cantilever}} = \frac{1}{1 + \frac{R_{Cantilever}}{R_C}} \quad (2.16)$$

on peut écrire la dépendance de la température de la sonde  $T_{SThM}$  en fonction de la température de la surface  $T_S$  (et de celle en amont du cantilever) :

$$T_{SThM, sans\ bille} = [1 - \beta] T_S + \beta T_0 \quad (2.17)$$

Si maintenant une bille de verre se trouve intercalée entre la surface chauffée et la sonde SThM, alors on retrouve la même formule que dans l'éq. 2.17, mais avec un coefficient  $\beta$  modifié en  $\beta'$  :

$$\beta' = \frac{R_C + R_{bille}}{R_C + R_{bille} + R_{Cantilever}} = \frac{1}{1 + \frac{R_{Cantilever}}{R_C + R_{bille}}} \quad (2.18)$$

On trouve là encore une relation de linéarité entre  $T_{SThM}$  et  $T_S$  :

$$T_{SThM, avec\ bille} = [1 - \beta'] T_S + \beta' T_0 \quad (2.19)$$

Or

$$\beta' > \beta \quad (2.20)$$

Ainsi la température de la sonde en présence de la bille  $T_{SThM, avec\ bille}$  dépendra plus faiblement de la température de la surface  $T_S$  que dans le cas avec bille. On retrouve ici

que la pente  $p$  des courbes de caractérisation thermique des sondes sera plus faible dans le cas où une bille est collée sur la sonde qu'en absence de bille — ce qui confirme ce qui a été constaté expérimentalement plus haut. Par ailleurs, les équations 2.17 et 2.19 suggèrent que la valeur du  $R_0$  dépend effectivement fortement de la résistance de contact  $R_C$ , mais aussi *a priori* de la température  $T_0$  en amont du cantilever.

### Caractérisation thermique intrinsèque en température ambiante contrôlée

Dans la mesure où il ne nous est pas possible de connaître  $R_C$ ,  $R_{Cantilever}$  et  $T_0$ , nous n'avons pas moyen de retrouver la dépendance réelle de la résistance de la sonde  $R_{SThM}$  en fonction de sa température  $T_{SThM}$ , c'est-à-dire déterminer le TCR de la sonde. Pour s'affranchir des différentes résistances thermiques qui empêchent cette caractérisation que nous appellerons « caractérisation vraie » ou « caractérisation intrinsèque » de la sonde, nous avons changé le dispositif de mesure. L'idée est d'effectuer la caractérisation thermique (*i.e.* mesure de la résistance  $R_{SThM}$  en fonction de la température) de la sonde dans une configuration où :

1. la sonde SThM n'est **pas en contact avec une surface** (on s'affranchit ainsi de la résistance thermique de contact  $R_C$ ) ;
2. tout **l'environnement est thermalisé**. Ainsi, on a  $T_{SThM} = T_0$ .

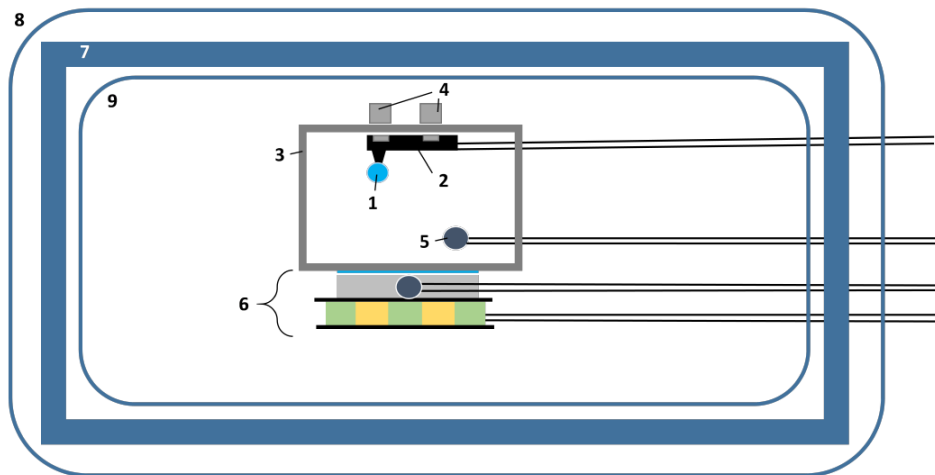


FIGURE 2.27 – Schéma de l'enceinte à température contrôlée pour la caractérisation intrinsèque de la sonde. Cette enceinte bien isolée permet de maintenir une température constante et contrôlée, seuls des trous laissent passer les câbles pour l'alimentation électrique des différents éléments.

- 1 : Bille de verre
- 2 : Bras amovible du WITec muni de la sonde SThM
- 3 : Boîte en aluminium
- 4 : Aimants pour maintenir en place le bras amovible tout en gardant la sonde en sécurité
- 5 : Thermomètre à thermocouple
- 6 : Module à effet Peltier tel que décrit en § 2.1.2
- 7 : Caisse en polystyrène
- 8 et 9 : Feuillets isolants

Le système permettant la caractérisation intrinsèque de la sonde est schématisé en Fig. 2.27. Le module à effet Peltier est placé dans une boîte en polystyrène afin de créer un envi-

ronnement thermiquement isolé pour la mesure. Le bras WITec portant la sonde SThM est placé dans une boîte en aluminium dont la température interne est contrôlée par un thermomètre à thermocouple. Cette boîte métallique est placée sur le module à effet Peltier et de la pâte thermique assure un bon contact thermique entre ces deux éléments. Ainsi, la boîte et tout ce qu'elle contient sont chauffés uniformément par le module à effet Peltier. Nous avons ensuite fait varier cette température et avons tracé la courbe de calibration intrinsèque présentée en Fig. 2.28. Cette courbe représente la mesure de la résistance  $R_{SThM}$  en fonction de la température  $T$  mesurée par le thermocouple dans la boîte métallique. La dépendance entre ces deux paramètres est là encore tout à fait linéaire avec une régression linéaire d'équation :

$$R_{SThM}(\Omega) = 0.649 \times T(^{\circ}\text{C}) + 383 \quad (2.21)$$

Ainsi, le coefficient thermique de résistance (TCR) vaut  $TCR \simeq 0.65 \Omega/^{\circ}\text{C}$  et est bien supérieur aux pentes déterminées dans le cas du premier dispositif de caractérisation thermique (sonde en contact avec l'échantillon). Cela est logique dans la mesure où nous avons supprimé ici toute résistance de contact annulant par la même occasion le terme  $\beta$  dans l'éq. 2.17. Nous avons pu constater que cette courbe de caractérisation intrinsèque présentée en Fig. 2.28 est parfaitement reproductible. Nous avons en effet effectué des mesures sur plusieurs jours et tous les points s'alignent sur la même droite et ce, même après plusieurs jours sans mesures.

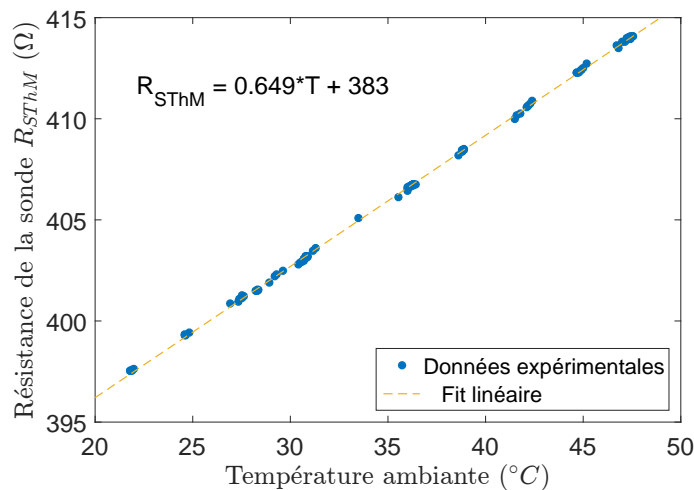


FIGURE 2.28 – Courbe de caractérisation intrinsèque de la sonde SThM utilisée. Les données expérimentales (points bleus) sont ajustées par une courbe de tendance linéaire (en trait discontinu orange) dont l'équation figure sur le graphique.

Cette méthode de caractérisation thermique est donc une méthode efficace permettant de relier de manière fiable la résistance de la sonde à sa température. Avec cette caractérisation, on peut ainsi espérer faire des mesures plus quantitatives.

### 2.2.3 Tests complémentaires

#### Influence du laser de déflexion sur la mesure de température

La déflexion de la sonde SThM est mesurée par réflexion d'un laser (dit « de déflexion ») sur le cantilever. Ce laser à  $\lambda = 980 \text{ nm}$  envoie une puissance que nous avons mesurée au niveau du cantilever de l'ordre de  $P_{\text{déflexion}} \simeq 1 \text{ mW}$ . Il est judicieux de se demander si

ce laser peut influencer la mesure de température dans la mesure où son absorption pourrait entraîner un échauffement du cantilever et, par suite, de la sonde SThM. Nous avons dans un premier temps observé l'effet du laser lorsque la sonde se trouve à grande distance de la surface ( $z = 500 \mu\text{m}$ ) en mesurant la température de la sonde dans l'air lorsque le laser de déflexion est allumé puis lorsqu'il est éteint. On constate que l'effet observé est très différent selon que le laser impacte le cantilever sur le nitrure de silicium ou bien au niveau des pistes en or, comme le montre le tableau ci-après.

Zone d'impact du laser de déflexion	Laser ON	Laser OFF
sur $\text{Si}_3\text{N}_4$	33.75°C	33.33°C
sur $\text{Au}$	36.85°C	33.38°C

FIGURE 2.29 – Mesure de la température de l'air via la sonde lorsque le laser de déflexion est allumé (ON) ou éteint (OFF) et ce, lorsque le laser se réfléchit sur la zone en  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ou sur la zone en  $\text{Au}$  du cantilever.

On constate ainsi que le laser de déflexion induit un échauffement de l'ordre de 3.5°C si celui-ci est réfléchi au niveau d'une piste en or, tandis que l'échauffement est inférieur à 0.5°C si le laser de déflexion est réfléchi sur le nitrure de silicium. Nous avons donc toujours travaillé en plaçant la sonde SThM de sorte que le laser soit réfléchi sur le nitrure de silicium. Nous avons également pu comparer les courbes d'approche — que nous présenterons dans le chapitre 3 — avec le laser éteint et le laser allumé. Les courbes sont superposées sur la Fig. 2.30, et on constate bien que l'amplitude du saut est la même dans les deux cas, les courbes sont simplement décalées d'un offset de l'ordre de 50 mK.

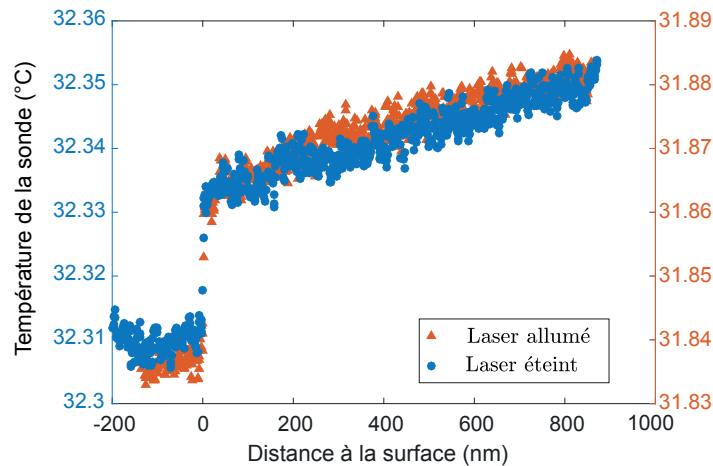


FIGURE 2.30 – Courbe d'approche automatisée. En bleu : la température mesurée par la sonde SThM en fonction de la distance bille-échantillon. En rouge : le signal de déflexion  $T - B$  en fonction de cette même distance. Les mesures présentées sont faites dans le cas d'une sonde à laquelle est collée une bille de verre de  $20 \mu\text{m}$  de diamètre et la surface de verre est chauffée à  $70^\circ\text{C}$ . Le contact a lieu à distance nulle.

### Stabilité temporelle de la sonde et mesure de la dérive thermique

Pour étudier la stabilité temporelle de nos sondes, nous avons mené des mesures longue durée, en enregistrant la résistance thermique de la sonde au cours du temps sur une période

de 10 heures. Pour ce faire, la sonde — sans bille à son extrémité — est maintenue à une distance de  $40\ \mu\text{m}$  de la surface. Une série de mesures a été faite à température ambiante, tandis qu’une autre série de mesure a été faite en maintenant la surface du module à effet Peltier à  $40^\circ\text{C}$ . Initialement, nous souhaitions voir si le faible courant injecté dans la sonde au cours de la mesure suffisait à dégrader la thermistance sur le long terme. Le cas échéant, cela se traduirait par une hausse progressive de la valeur de la thermistance. Sur les courbes présentées en Fig. 2.31, nous n’observons pas de dégradation liée au courant. Cela confirme ce qui avait été observé dans le cas des sondes KNT par Dobson *et al.* [45]. En revanche, la valeur de la thermistance n’est pas tout à fait stable au cours du temps et a tendance à diminuer. Cette diminution est due à la dérive thermique, c’est-à-dire à la variation de température mesurée liée à la variation de la température de l’environnement. Dans le cas où la surface est laissée à température ambiante, la dérive thermique est de l’ordre de  $\Delta R_{SThM} \simeq -0.014\ \Omega/\text{h}$  soit  $\Delta T_{SThM} \simeq -0.022^\circ\text{C}$  par heure, tandis que lorsque la surface du module est maintenue à  $40^\circ\text{C}$ , la dérive est de  $\Delta R_{SThM} \sim -0.004\ \Omega/\text{h}$  soit  $-0.007^\circ\text{C}$  par heure. La température de cette salle du laboratoire n’est pas contrôlée<sup>17</sup> et celle-ci augmente au cours de la journée avec la présence de plusieurs expérimentateurs et de nombreux appareils électroniques en fonctionnement. Ces mesures se sont déroulées de nuit et il est probable que lorsque nous quittons le laboratoire, la température de la salle diminue progressivement. Notons toutefois que le système WITec est situé dans une enceinte isolée, ce qui limite l’influence des dérives thermiques puisque les variations rapides de températures sont lissées. Toutefois, l’ouverture des portes de l’enceinte perturbe le système, c’est pourquoi nous avons toujours veillé à effectuer nos mesures plusieurs heures après avoir refermé les portes, le plus souvent en attendant une nuit que le système se thermalise et en commençant les mesures le lendemain matin.

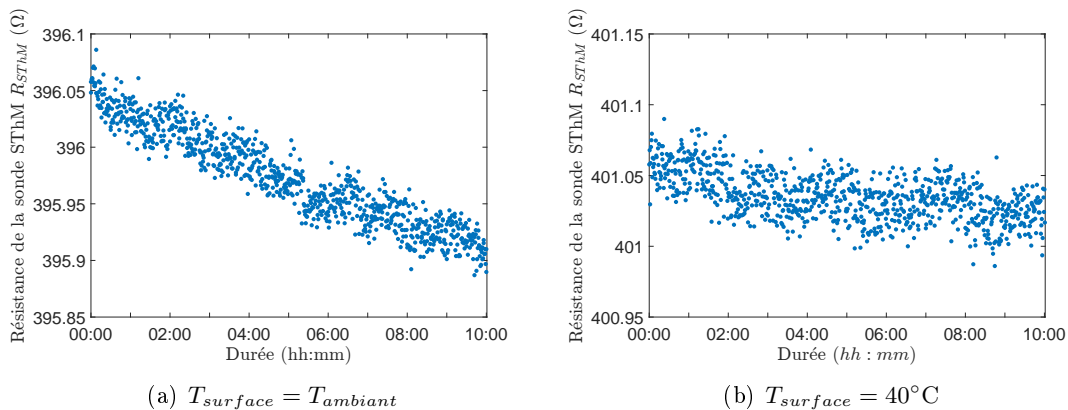


FIGURE 2.31 – Mesure sur une longue durée de la résistance de la sonde  $R_{SThM}$ . La sonde sans bille est maintenue à  $40\ \mu\text{m}$  de distance de la surface de verre. Exemple avec le module Peltier éteint et la température de la surface égale à la température ambiante (a) et avec la température de surface à  $40^\circ\text{C}$  (b).

### Effet de la force d’appui sur la mesure de $R_{SThM}$

Pour garder la sonde en contact avec l’échantillon, le système de rétroaction de l’AFM — utilisé en mode contact — impose la force d’appui de la sonde sur l’échantillon. Cette force de contact est déterminée par une valeur de consigne du signal  $T - B$  (top–bottom, en

<sup>17</sup>. La climatisation est le plus souvent coupée pour ne pas perturber d’autres expériences sensibles.

Volt)<sup>18</sup> imposée par l'utilisateur. Plus cette consigne sera élevée, plus le laser de déflexion devra « taper » haut sur la diode quatre-cadrants et donc plus la force de contact sera importante pour défléchir suffisamment le cantilever. Lorsque la sonde n'est pas en contact avec l'échantillon, le signal  $T - B$  doit être nul. C'est pourquoi avant chaque mesure, lorsque la sonde est hors contact, nous ajustons manuellement la position du spot de déflexion sur la diode quatre cadrants pour la ramener au centre de la diode et annuler le signal  $T - B$ . Mais cet ajustement manuel n'est pas toujours rigoureusement répétable et une imprécision dans le réglage initial de la position du spot peut introduire une force plus ou moins importante lorsque le cantilever sera en contact. Par ailleurs, nous envisageons pour la suite du projet de faire des études de transfert thermique entre la bille de verre et la surface de verre en fonction de la force d'appui. Pour ces raisons, il nous importait de savoir si la force d'appui de la sonde avait une influence sur la mesure de la résistance. Nous avons ainsi effectué des tests de mesure de la thermistance en faisant varier le signal  $T - B$  de 1 V à 2 V. Pour avoir une idée de la variation de la force  $\delta F$  exercée sur la sonde correspondant à cette variation de signal  $T - B$ , il suffit de connaître :

- la constante de raideur du cantilever portant la sonde : nous connaissons la constante de raideur  $k$  des sondes KNT car c'est une donnée renseignée par le fournisseur ( $k = 0.25 \text{Nm}^{-1}$ ). Les sondes pyramidales que nous utilisons ont les mêmes dimensions et sont faites du même matériau que les sondes KNT (seule la géométrie de la pointe change), aussi on peut raisonnablement supposer que la constante de raideur de ces bras de levier est sensiblement identique ;
- la déflexion  $\delta z$  engendrée par la variation du signal  $T - B$  : pour estimer cette déflexion, on peut par exemple utiliser la partie linéaire de la courbe  $T - B = f(d)$  de la Fig. 3.1 (courbe rouge). La pente de cette partie linéaire est de l'ordre de  $-0.0125 \text{V/nm}$ . Ainsi, la déflexion du cantilever selon le signal  $T - B$  est donnée par l'inverse de cette pente, soit  $-80 \text{nm/V}$ . Aussi, la déflexion  $\delta z$  du cantilever associée à une variation du signal  $T - B$  de 1 V est de  $\delta z = 80 \text{nm}$ .

La force se déduit ensuite par la relation simple suivante :

$$\delta F = k \cdot \delta z \tag{2.22}$$

Pour une variation du signal  $T - B$  de 1 V, la force exercée sur le cantilever varie donc d'environ  $\delta F = 20 \text{nN}$ . Cette variation de force n'a cependant pas donné lieu à des variations remarquables de la résistance  $R_{SThM}$ . En effet, si de légères variations de la thermistance ont pu être observées, elles n'étaient pas corrélées à la force imposée et restaient dans la gamme de variation de la résistance liée à la dérive thermique. Nous avons observé les mêmes conclusions en testant cet effet avec une force allant jusqu'à 500 nN (en produisant une déflexion en contact allant jusqu'à  $2 \mu\text{m}$ ). Aussi, on pourra considérer que la force n'affecte pas la valeur de la thermistance (pourvu que l'on reste dans une gamme raisonnable de valeurs de force).

---

18. Le signal  $T - B$  est déterminé par la position du laser de déflexion sur la diode quatre cadrants : si le laser est au centre de la diode, alors  $T - B = 0 \text{V}$  ; si le laser est dans la partie supérieure du cadrant, alors  $T - B > 0$ .

## Chapitre 3

# Premiers résultats expérimentaux sous atmosphère non contrôlée

Nous présentons dans ce chapitre les premiers résultats obtenus avec le dispositif expérimental présenté dans le chapitre précédent. La réalisation de ce dispositif ainsi que sa caractérisation ont pris beaucoup de temps. Nous présentons ici des *résultats préliminaires* qui démontrent que le dispositif est à ce jour opérationnel et qu'il pourrait constituer une option intéressante pour la détermination expérimentale de la résistance thermique de contact.

### 3.1 Concept de courbe d'approche

Les mesures que nous avons souhaité faire pour commencer l'étude du transfert thermique entre une surface de verre et une bille de verre consistent à approcher petit à petit la bille de verre de  $20\ \mu\text{m}$  de diamètre qui est collée sur la sonde jusqu'à la surface de verre chaude tout en mesurant la résistance de la sonde au sommet de la bille. La distance à la surface est contrôlée en maintenant la sonde à une position  $Z$  fixée et en déplaçant verticalement la table qui porte le module Peltier à l'aide de translations piézoélectriques en  $Z$ . La gamme de distances accessibles par cette méthode va du contact jusqu'à une distance d'une dizaine de micromètres. Pour chaque position  $Z$ , la valeur de la résistance  $R_{SThM}$  est relevée (on utilise pour cela l'équation 2.4 avec une tension d'alimentation de la sonde  $V_{AC} = 27\ \text{mV}$ ). La température est ensuite retrouvée en utilisant l'éq. 2.14 comprenant le TCR déterminé par la calibration intrinsèque (éq. 2.21) et le terme  $R_0$  qu'il est possible de déterminer en mesurant la résistance de la sonde avant toute mesure, lorsque tout le dispositif est à température ambiante  $T_{amb}$  :

$$R_0 = R_{SThM}(T_{amb}) - \text{TCR} \cdot T_{amb} \quad (3.1)$$

Comme on l'a dit plus haut, les courbes d'approche sont faites en approchant la surface jusqu'au contact. En effet, si l'on procédait en rétractant la surface depuis le contact, une force d'adhésion maintiendrait la bille (ou la sonde) en contact avec la surface jusqu'à une distance critique où le contact serait rompu brusquement, auquel cas la distance bille-surface serait mal connue. En procédant en approchant, on définit la distance nulle lorsque l'on trouve le contact (le contact est parfaitement repérable en observant le signal  $T - B$  (top-bottom) de la diode quatre cadrants). La coordonnée de référence du contact est donc définie *a posteriori* et permet de corriger après coup toutes les distances surface-bille.

Ces *courbes d'approche* peuvent se faire manuellement, en imposant pour chaque point la

position de la table et en relevant soi-même la valeur de la thermistance pour chaque distance bille-surface. La difficulté de cette méthode que nous avons initialement expérimentée est que le temps passé par l'expérimentateur entre chaque point est assez long (quelques dizaines de secondes environ) et n'est pas toujours identique. Pour faire toute une courbe avec des points suffisamment « resserrés », il faut en général compter une demi-heure au total. Or sur cette durée, la dérive thermique liée à la dilatation des éléments du microscope n'est pas négligeable et il y a alors une forte incertitude sur la distance bille-échantillon.

Pour évacuer ce problème et enregistrer des courbes d'approche de manière rapide et systématique, il est possible de faire des courbes d'approche automatisées comme nous allons le voir.

### 3.2 Courbes d'approche automatisées

Pour éviter cet écueil et permettre aux mesures de résistance lors de courbes d'approche de ne pas dépendre de l'utilisateur, l'idéal est d'effectuer ces courbes d'approche *automatiquement*. Ceci est possible avec l'AFM-SNOM WITec grâce à un mode appelé « *distance curve mode* ». Dans ce mode, la platine porte-échantillon se déplace sur une gamme de distances définie par l'utilisateur (contenue dans la gamme d'extension maximale des translations piezoélectriques) à une vitesse également définie au préalable par l'utilisateur. La platine commence par se rétracter jusqu'à la distance souhaitée puis s'approche de nouveau jusqu'au contact. Comme nous l'avons déjà expliqué plus haut, nous ne tiendrons pas compte de la phase de rétractation, la phase d'approche étant la seule à permettre une connaissance de la distance réelle qui sépare la sonde de la surface de l'échantillon. Au cours de ce déplacement, la résistance de la sonde  $R_{SThM}$  est automatiquement enregistrée à intervalles réguliers via la tension qui mesure le déséquilibre du pont de Wheatstone (nous avons en effet connecté la détection synchrone à l'unité de contrôle de l'AFM-SNOM WITec qui contrôle ce déplacement).

La courbe d'approche automatisée ainsi obtenue est présentée en Fig. 3.1. Sur cette figure, nous avons directement tracé en bleu la température  $T_{SThM}$  mesurée par la thermistance. Cette température est déduite de la mesure de la résistance  $R_{SThM}$  en utilisant l'éq. 2.14 comprenant le TCR déterminé par la calibration intrinsèque (eq. 2.21) et le terme  $R_0$  obtenu par l'équation 3.1. Sur cette figure, nous avons également représenté en rouge l'évolution du signal  $T - B$  au cours de cette courbe d'approche. Ici, la surface de verre est chauffée à 70°C.

La température mesurée au sommet de la bille a tendance à augmenter régulièrement à mesure que l'ensemble [sonde + bille] s'approche de la surface de verre chauffée à 70°C. Toutefois on remarque que la courbe de température comporte des sortes de plateaux qui n'ont pas de sens physique. Ces plateaux ne se trouvent que dans la courbe de température et non dans la courbes du signal  $T - B$ , ils ne résultent pas du système de déplacement de la plateforme porte-échantillon. En fait, la sonde que nous avons utilisée pour cette expérience a une résistance électrique à température ambiante qui est déjà proche de la limite des valeurs accessibles par le potentiomètre du pont de mesure. A température plus élevée, la résistance augmente au delà de cette limite et le potentiomètre ne permet plus de compenser la valeur de la thermistance. La tension mesurée au lock-in n'est donc plus proche de zéro. Or les variations de tension que nous cherchons à mesurer sont très faibles (de l'ordre de 1.3  $\mu\text{V}$  sur une variation de distance de 800 nm). Si la mesure ne se fait pas autour de zéro, le calibre que nous pouvons utiliser n'est pas suffisamment précis pour

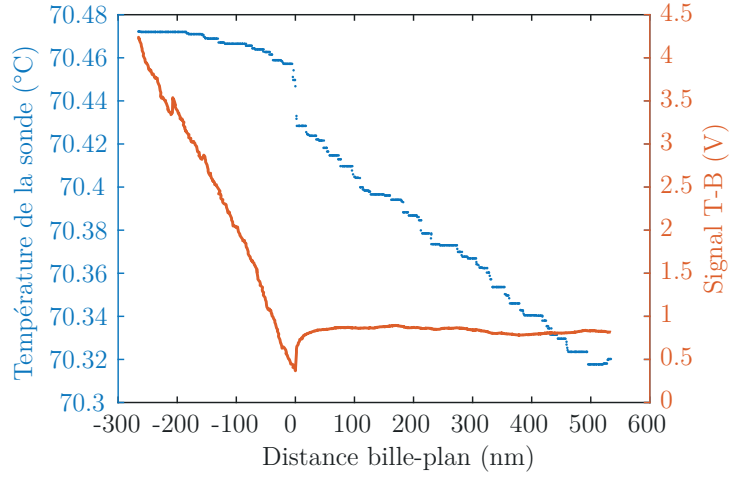


FIGURE 3.1 – Courbe d’approche automatisée. En bleu : la température mesurée par la sonde SThM en fonction de la distance bille-échantillon. En rouge : le signal de déflexion  $T - B$  en fonction de cette même distance. Les mesures présentées sont faites dans le cas d’une sonde à laquelle est collée une bille de verre de  $20\ \mu\text{m}$  de diamètre et la surface de verre est chauffée à  $70^\circ\text{C}$ . Le contact a lieu à distance nulle.

saisir les faibles variations de tension. Les plateaux correspondent donc aux valeurs discrètes de tension enregistrées sur un calibre trop imprécis associées au traitement numérique des signaux par la détection synchrone utilisée. Pour supprimer ces plateaux et faire une lecture de tension autour de zéro (comme l’utilisation du pont de Wheatstone le prévoit), nous avons placé en parallèle de la thermistance une résistance d’environ  $1.2\ \text{k}\Omega$ , de sorte que le système des deux résistances mises en parallèle entre dans la gamme de ce qui peut être compensé à l’aide de la résistance variable du pont de Wheatstone. Une courbe d’approche faite dans les mêmes conditions que la courbe précédente mais avec cette résistance mise en parallèle de la sonde est présentée en Fig. 3.2. On constate que les paliers sur la courbe de température ont effectivement disparu, mais la courbe présente désormais des oscillations que nous ne parvenons pas encore à expliquer.

Cependant dans les deux cas, on remarque que lorsque la bille entre en contact avec la surface de verre (distance bille-plan nulle) la température augmente brutalement. Nous avons produit de nombreuses courbes d’approche et ce saut est très reproductible. On le mesure plus facilement sur les courbes d’approche sans résistance en parallèle (comme la Fig. 3.1), et il est de l’ordre de  $\Delta T_{\text{saut}} \simeq 0.025 \pm 0.003^\circ\text{C}$ . Ce saut de température est totalement corrélé avec la mise en contact de la bille avec la surface de verre dont la température est plus élevée. On se doute que la présence d’une résistance thermique de contact élevée ou au contraire faible à l’interface bille-surface de verre aurait une influence sur l’amplitude de ce saut. Toutefois, il est difficile d’établir une mesure quantifiée de cette résistance thermique de contact dans la mesure où nous ne maîtrisons pas tous les paramètres ici : la température de la thermistance  $T_{\text{SThM}}$  est connue, de même que la température de la surface  $T_0$ , mais nous ignorons la valeur exacte des résistances thermiques en jeu dans le système (regroupées sous le terme général  $R_{\text{th,tot}}$ ), ainsi que le flux de chaleur  $\phi_{\text{th}}$  qui traverse l’ensemble. Cela fait trop d’inconnues et ne nous permet pas de résoudre le système qui s’écrirait de manière simplifiée :

$$\phi_{\text{th}} = \frac{T_{\text{SThM}} - T_0}{R_{\text{th,tot}}} \quad (3.2)$$

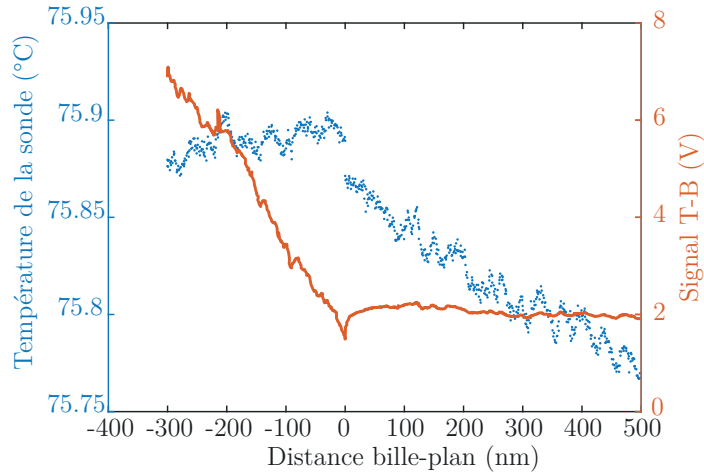


FIGURE 3.2 – Courbe d’approche automatisée avec une résistance de  $1.2\text{k}\Omega$  en parallèle de la sonde. En bleu : la température mesurée par la sonde SThM en fonction de la distance bille-échantillon. En rouge : le signal de déflexion  $T - B$  en fonction de cette même distance. Les mesures présentées sont faites dans le cas d’une sonde à laquelle est collée une bille de verre de  $20\ \mu\text{m}$  de diamètre et la surface de verre est chauffée à  $75^\circ\text{C}$ . Le contact a lieu à distance nulle.

Par ailleurs, le chauffage de la surface peut être source d’incertitude. En effet, bien que les thermocouples soient immergés dans de la pâte thermique, le contact entre ceux-ci et la surface en verre chauffée est mal connu ce qui entraîne une incertitude sur la température de la surface.

Pour contourner ces difficultés, nous avons donc souhaité effectuer une approche dans laquelle le flux thermique serait contrôlé. Pour cela, nous avons utilisé la sonde en mode *actif*, c’est-à-dire en chauffant la thermistance par effet Joule.

### 3.3 Courbes d’approche avec la sonde en mode *actif*

Comme nous l’avons vu dans la partie 2.2.1, la résistance de la sonde SThM s’élève rapidement lorsque le courant qui la traverse augmente. Cette élévation de la résistance crée un échauffement de la sonde par effet Joule. Nous avons donc décidé d’effectuer de nouvelles courbes d’approche, mais cette fois-ci en chauffant la sonde, tout le reste de l’environnement (air, surface de verre...) restant à température ambiante (i.e. la température obtenue après une nuit de stabilisation). Comme l’échauffement de la sonde est produit par effet Joule, on peut calculer le flux thermique que l’on impose au sommet de la bille de verre d’après la tension injectée  $U_{in}$  injectée dans le pont — qui fournit à la sonde un courant  $I_{th}$  — et la mesure de la résistance de la sonde  $R_{SThM}$  :

$$\phi_{th} = P_{Joule} = R_{SThM} I_{th}^2 \quad (3.3)$$

Le courant fourni par le pont à la thermistance est relié à la tension d’entrée par l’expression 3.4, qui fait intervenir les différentes valeurs des composants électriques du pont :

$$I_{th} = \frac{720 \times U_{in} \times g}{377\,600 + 800 R_{SThM}} \quad (3.4)$$

où  $g$  est le gain d’entrée du pont de mesure. Ce pont est alimenté par une tension continue  $U_{in} = 4.38\ \text{V}$ , plus importante que la tension AC dans le fonctionnement en mode passif,

qui crée un échauffement par effet Joule de la thermistance de l'ordre de  $4^\circ\text{C}$  environ. Ici, on a divisé la tension d'entrée par 20 donc  $g = 1/20$ . Le courant injecté dans la sonde vaut donc  $I_{th} \simeq 224 \mu\text{A}$ . Compte tenu que la résistance  $R_{SThM} \simeq 408.9 \Omega$ , le courant  $I_{th}$  fournit un flux thermique  $\phi_{th} = 20.5 \mu\text{W}$ .

Cette fois-ci, nous avons mesuré des courbes d'approche sur des gammes de distances plus larges pour observer l'évolution de la température de la sonde en fonction de la distance, comme le montre la Fig. 3.3. Seule la thermistance est source de chaleur, tout le reste de l'environnement étant à température ambiante<sup>1</sup>  $T_{amb} = 30.95^\circ\text{C}$ . Sur cette courbe, la température de la thermistance diminue à mesure que la bille s'approche de la surface car cette fois-ci, le sommet de la bille est à une température plus élevée que la surface de verre<sup>2</sup>. L'approche de la surface offre un canal qui permet d'évacuer la chaleur depuis la bille jusqu'à la surface de verre par conduction dans l'air (et dans une moindre mesure, par rayonnement). Par ailleurs, on remarque de nouveau un saut de température au niveau du contact (il est à noter que la gamme de distances représentée ici est bien plus grande que précédemment).

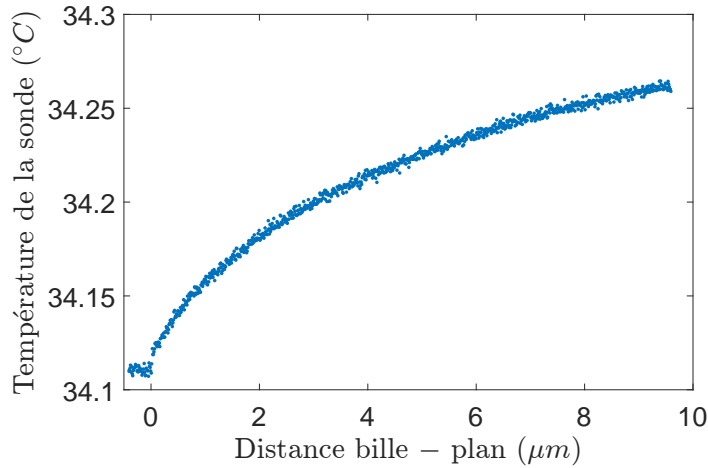


FIGURE 3.3 – Courbe d'approche automatisée avec la sonde en mode actif. La sonde est alimentée par un courant  $I_{th} = 224 \mu\text{A}$  qui crée un échauffement par effet Joule de la thermistance de l'ordre de  $4^\circ\text{C}$  environ. Tout le reste de l'environnement est à température ambiante  $T_{amb} = 30.95^\circ\text{C}$ . Le contact a lieu à distance nulle.

Nous proposons ici une méthode permettant d'obtenir une première estimation de la résistance de contact. Nous avons effectué des mesures de température  $T_{SThM}$  dans différents régimes de distances, en particulier juste avant le contact et au contact (c'est-à-dire, de part et d'autre du saut de température observé plus haut). Comme à notre habitude maintenant, nous allons raisonner avec une équivalence thermo-électrique, dont le schéma est présenté en Fig. 3.4.

1. Pour déterminer la température ambiante, nous laissons tout le système se stabiliser sans source de chauffage pendant toute une nuit puis nous effectuons la mesure de température à grande distance de la surface avec la sonde en mode passif, comme vu précédemment. Nous utilisons par ailleurs un thermocouple placé près de la sonde qui nous permet d'avoir une donnée de comparaison avec la mesure de température faite avec la sonde.

2. Notons que la température  $T_{SThM}$  varie en raison de la variation de la résistance  $R_{SThM}$ . En principe, on devrait donc observer une variation du flux  $\phi_{th}$  puisqu'il dépend de  $R_{SThM}$ , toutefois on pourra raisonnablement considérer le flux  $\phi_{th}$  comme constant sur toutes les distances parcourues dans la courbe de la Fig. 3.3 compte tenu des faibles variations de  $R_{SThM}$ .

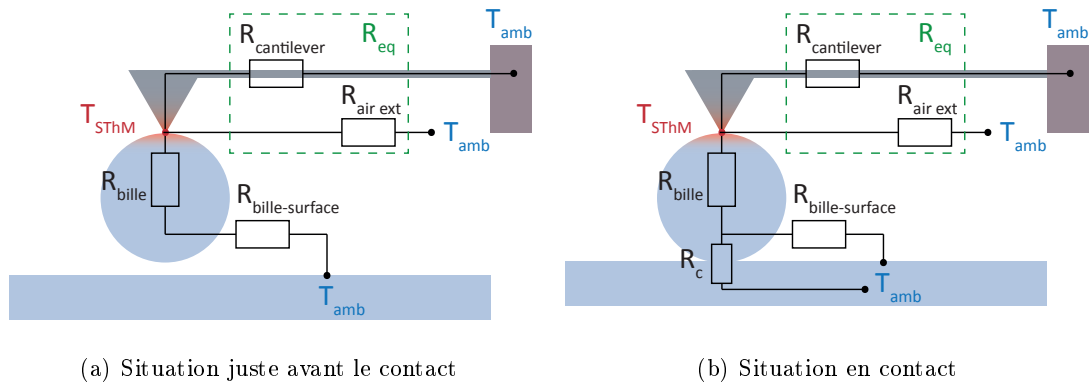


FIGURE 3.4 – Schémas en résistances équivalentes du système (bille-sonde) à l’approche d’une surface avec la sonde en mode actif : juste avant que la bille n’entre en contact avec la surface (a), et lorsque la bille est en contact avec celle-ci (b). Seule la sonde chauffe et tout le reste de l’environnement est à température ambiante  $T_{amb}$ . On a fait figurer les résistances thermiques en jeu dans le système  $R_{bille}$  est la résistance de la bille,  $R_{cantilever}$  et  $R_{air\ ext}$  sont regroupées dans une résistance équivalente  $R_{eq}$  représentant les résistances en amont de la sonde,  $R_{bille-plan}$  (que nous appellerons ensuite  $R_{air}(d)$  pour éviter toute confusion avec  $R_{bille}$ ) est la résistance thermique de la couche d’air entre la bille et la surface. Elle dépend de la distance bille-plan  $d$ . Enfin, la résistance du contact  $R_c$  n’apparaît que quand la bille et le plan sont en contact.

- à très courte distance de l’échantillon, juste avant que la sonde n’entre en contact avec la surface de verre, tout l’environnement de la sonde et de la bille est comparable à la situation *en contact*, à l’exception notable du contact lui-même. Dans cette position, les canaux de transfert de chaleur accessibles sont la conduction via le cantilever et les pertes par l’air extérieur au niveau de la sonde — nous regrouperons ces deux contributions en amont de la sonde sous le terme  $R_{eq}$  — auxquelles s’ajoutent un canal de transfert de la bille vers la surface via la couche d’air les séparant (ce canal peut être négligé lorsque la bille est à très grande distance de la surface).
- à distance nulle, c’est-à-dire lorsque la bille est en contact avec la surface de verre, un nouveau canal de transfert thermique s’ouvre via le contact.

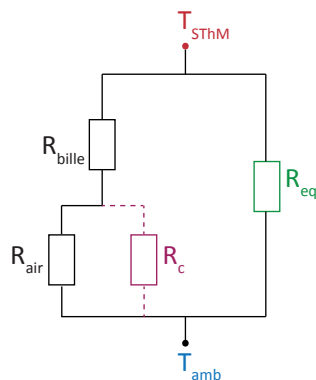


FIGURE 3.5 – Schéma en résistances équivalentes simplifié.

Les deux positions évoquées constituent les points situés de part et d’autre du saut observé dans la courbe d’approche de la Fig. 3.3. Ces deux situations font intervenir un grand

nombre de résistances dont il faut déterminer les valeurs pour remonter à la résistance de contact  $R_c$ . Détaillons le calcul des différentes résistances en jeu :

1. **Résistance de la bille  $R_{bille}$**  : nous allons faire l'hypothèse que la résistance de la bille est celle d'une bille de verre sphérique de  $20\ \mu\text{m}$  de diamètre, déterminée selon un modèle de conduction 1D de la chaleur déjà présenté dans le paragraphe 1.2. Une amélioration consisterait à tenir compte des pertes aux parois de la bille par convection mais il ne serait alors plus possible de proposer un traitement simple comme celui-ci. Notre bille est deux fois plus petite que la bille traitée dans le modèle du paragraphe 1.2. Pour une bille de verre de  $20\ \mu\text{m}$  de diamètre, dont on considère que les sommets sont étêtés d'une surface de rayon<sup>3</sup>  $a = 1\ \mu\text{m}$ , la résistance thermique vaut :  $R_{bille} = 1.59 \cdot 10^5\ \text{KW}^{-1}$ .
2. **Résistance équivalente en amont de la sonde  $R_{eq}$**  : cette résistance regroupe la résistance du cantilever mise en parallèle avec une résistance caractérisant les pertes de la sonde (et en amont de celle-ci) dans l'air environnant. Nous ne souhaitons pas connaître indépendamment ces deux valeurs de résistances mais nous devons déterminer la résistance équivalente qui les regroupe. Pour ce faire, nous allons utiliser la courbe de la Fig. 3.3 ainsi que le modèle de transfert par conduction dans l'air entre une bille et un plan développé dans le paragraphe 1.3.1. Dans ce paragraphe, la courbe de la Fig. 1.9 décrit l'évolution de la résistance thermique de conduction dans l'air entre une bille de silice de  $40\ \mu\text{m}$  de diamètre et un plan de silice. En reproduisant cette courbe pour une bille de diamètre  $20\ \mu\text{m}$ , il nous est possible d'avoir une estimation de la résistance de la couche d'air que nous appellerons ici  $R_{air}$  en fonction de la distance  $d$  séparant la bille et le plan. En utilisant ces valeurs de  $R_{air}(d)$ , nous pouvons remonter à la résistance  $R_{eq}$  par la relation :

$$R_{eq} = \frac{(R_{bille} + R_{air}(d))(T_{SThM}(d) - T_{amb})}{\phi_{th}(R_{bille} + R_{air}(d)) - (T_{SThM}(d) - T_{amb})} \quad (3.5)$$

Nous avons fait apparaître la dépendance en distance de la mesure de  $T_{SThM}$  puisque nous avons vu dans la Fig. 3.3 qu'elle variait en fonction de  $d$ . En évaluant les termes  $T_{SThM}$  et  $R_{air}$ , il est possible de déterminer  $R_{eq}$ . Nous avons fait ce calcul pour plusieurs distances<sup>4</sup>  $d$  et avons trouvé une résistance  $R_{eq} = (20.2 \pm 0.9) \cdot 10^4\ \text{KW}^{-1}$ . On notera que cette résistance est du même ordre de grandeur que la résistance thermique de la bille et qu'elle ne pourra donc pas être négligée dans les calculs à venir.

3. **Résistance de la couche d'air entre la bille et le plan  $R_{air}$**  : cette résistance thermique varie avec la distance, comme nous l'avons vu précédemment. Nous souhaitons maintenant déterminer la valeur de cette résistance thermique juste avant que la sonde ne soit en contact avec l'échantillon. Dans ce cas, on se trouve à très courte distance ( $d \sim 20\ \text{nm}$ ) et le régime de conduction dans l'air est balistique. On pourrait calculer la valeur de la résistance  $R_{air}$  à cette distance en se basant sur le modèle du § 1.3.1, comme pour le calcul de  $R_{eq}$ , mais nous avons préféré calculer ce terme  $R_{air}$  avant le contact à partir des autres valeurs de résistances et du schéma équivalent présenté en Fig. 3.5. Nous ne détaillerons pas les étapes de calcul ici mais l'expression de la résistance thermique de l'air juste avant le contact (par soucis de

---

3. Cette valeur a été choisie car il s'agit de la surface typique du point de colle au sommet de la bille.

4. Nous avons choisi des distances en dehors du régime balistique, soit en pratique des distances  $d > 100\ \text{nm}$ .

clarté, on appellera cette distance la distance hors contact  $d_{hc}$ , mais il faut garder à l'esprit qu'elle désigne la distance bille-plan juste avant le contact) est donnée par :

$$R_{air}(d_{hc}) = \frac{(R_{bille} + R_{eq})(T_{SThM}(d_{hc}) - T_{amb}) - R_{bille} R_{eq} \phi_{th}}{R_{eq} \phi_{th} - (T_{SThM}(d_{hc}) - T_{amb})} \quad (3.6)$$

La température de la sonde juste avant le contact vaut  $T_{SThM}(d_{hc}) \simeq 34.12^\circ\text{C}$ , ce qui donne une résistance de l'air :  $R_{air}(d_{hc}) = 1.18 \cdot 10^6 \text{ KW}^{-1}$ . Notons que cette valeur reste cohérente avec ce que donne le calcul de la résistance de l'air dans le régime balistique par l'équation 1.34<sup>5</sup>.

4. **Résistance du contact  $R_c$**  : lorsque la bille entre en contact avec la surface plane de verre, on peut considérer qu'un nouveau canal de conduction s'ouvre. Or la conduction au niveau du contact ne se fait pas parfaitement et il apparait un terme résistif appelé résistance du contact et qui recouvre les différentes résistances thermique au niveau du contact que nous avons pu décrire dans le chapitre 1.5 (résistance solide-solide ou résistance liée à la conduction dans le ménisque d'eau). On pourra considérer que cette résistance  $R_c$  s'ajoute en parallèle lorsque la bille entre en contact avec la surface ( $d = 0$  mais on parlera plutôt de contact pour insister sur le fait que la bille est en contact physique avec la surface, donc  $d = d_c$ ). Là encore nous ne développerons pas le calcul mais il est possible d'écrire  $R_c$  en fonction de toutes les autres résistances thermiques, connues à ce stade, et de la température mesurée au contact  $T_{SThM}(d_c)$  :

$$R_c = \frac{A R_{bille} R_{air}(d_c) - \Delta T R_{air}(d_c)}{\Delta T - A (R_{bille} + R_{air}(d_c))} \quad (3.7)$$

en posant

$$A = \phi_{th} - \frac{T_{SThM}(d_c) - T_{amb}}{R_{eq}} \quad \text{et} \quad \Delta T = T_{SThM}(d_c) - T_{amb}$$

On considérera par ailleurs que  $R_{air}(d_c) \simeq R_{air}(d_{hc})$  puisque les deux situations sont très proches et que compte tenu de la géométrie sphérique de la bille, le canal de transfert par conduction existe toujours en dehors de la zone de contact en raison de la courbure de la bille. La température mesurée par la sonde au moment du contact est  $T_{SThM}(d_c) \simeq 34.11^\circ\text{C}$ , ce qui donne une résistance du contact :  $R_c \simeq 8.5 \cdot 10^5 \text{ KW}^{-1}$ .

Ainsi, cette courbe d'approche nous permet d'avoir une première estimation de la résistance de contact  $R_c$  qui serait de l'ordre de  $8.5 \cdot 10^5 \text{ KW}^{-1}$  ce qui est comparable aux valeurs exprimées dans le § 1.5 (comprises entre  $10^5 \text{ KW}^{-1}$  et  $10^9 \text{ KW}^{-1}$  selon la géométrie du contact). Elle s'approche davantage des valeurs de résistance de contact présentes dans l'article de S. Lefèvre [98] dans lequel les résistances thermiques au contact sont de l'ordre de  $10^6 \text{ KW}^{-1}$ . La valeur de résistance que nous déterminons ici est à peine plus faible ce qui est cohérent avec le fait que le contact a lieu ici entre une sphère de  $20 \mu\text{m}$  de diamètre et un plan, là où la sonde en contact avec un plan dans l'étude [98] a un rayon de courbure plus petit (il s'agit d'une sonde Wollaston dont l'extrémité est un tube de

---

5. En effet, pour une distance  $d_{hc} = 20 \text{ nm}$  et un libre parcours moyen de l'ordre de  $\Lambda = 100 \text{ nm}$ , on trouve une résistance  $R_{air}(d_{hc}) \simeq 3.5 \cdot 10^6 \text{ KW}^{-1}$ , qui est une valeur très certainement surestimée. En effet, ce calcul ne tient compte que de la contribution balistique de la partie de la bille qui a pénétré la zone de régime balistique (i.e.  $d \leq \Lambda$ ), mais il faut considérer en plus le transfert conductif dans l'air depuis le reste de l'hémisphère (c'est-à-dire depuis tous les points de la bille situés à une distance  $\delta$  telle que  $\Lambda < \delta < R + d_{hc}$ ).

5  $\mu\text{m}$  de diamètre). Or le rayon de courbure de l'objet en contact avec le plan influence la surface de contact entre les objets puisque pour des matériaux identiques et pour une force exercée qui serait la même, le rayon de la surface de contact dépend du rayon de courbure  $R$  en  $r_{surf\ contact} \propto R^{1/3}$  dans le cas d'un contact de Hertz entre deux solides élastiques. Ainsi, on peut s'attendre à une surface de contact plus grande dans notre cas que dans le cas de l'article [98], et donc par conséquent une résistance de contact légèrement plus faible. Rappelons enfin que la mesure présentée ici a été faite sous conditions ambiantes standard, donc la présence d'un ménisque d'eau à l'interface bille-plan favorisant le transfert thermique ne fait aucun doute.

Ce calcul permet donc d'obtenir une estimation de la résistance de contact en exploitant les courbes d'approche mesurées avec notre système. Naturellement, ces résultats doivent être pris avec du recul : ce calcul n'exploite vraiment que deux valeurs dans une courbe, correspondant à la situation « juste avant » et « juste après » le contact. A l'avenir, on pourra penser à utiliser encore mieux les modèles présentés plus haut (Chap. 1) pour venir ajuster les modèles aux courbes expérimentales et ainsi obtenir une résistance de contact avec un degré de confiance plus élevé. Par ailleurs, la distance bille-échantillon n'est pas connue avec précision dans la zone de « *snap* »<sup>6</sup>. Pour avoir une idée de la distance parcourue pendant le snap, on peut regarder la courbe T-B (par exemple sur la Fig. 3.1). Lorsque la sonde est en contact avec la surface, la surface doit encore remonter d'une vingtaine de nanomètres pour que le signal T-B retrouve son niveau initial hors-contact. On pourrait alors extrapoler la courbe de température de la sonde de sorte que le contact soit virtuellement décalé de ces 20 nm pour supprimer l'effet du snap. L'amplitude du saut serait réduite, mais le saut serait toujours présent. A l'avenir, il conviendra de proposer une géométrie de mesure qui permette de supprimer le snap ([145],[104]). Il faut enfin remarquer que notre calcul dépend fortement de la température ambiante  $T_{amb}$ . Mais moyennant une mesure fiable et précise de cette température, ce calcul offre une première méthode pour estimer rapidement la résistance thermique de contact entre la bille et la surface de verre. Idéalement, il faudrait se placer dans une enceinte dont les conditions environnementales sont bien contrôlées. Il serait alors possible d'étudier l'évolution de cette résistance de contact en fonction du degré d'humidité, ou de la taille de la bille de verre par exemple. Cette méthode dont le principe de mesure est plutôt simple<sup>7</sup> permettrait de faire des études paramétriques de la résistance de contact. Ces travaux seront poursuivis dans le cadre de la thèse de Joris Doumouro et du projet ANR CarISOVERRE porté par l'Institut Langevin.

---

6. Le *snap* désigne le phénomène qui apparaît aux très courtes distances d'une surface, lorsque le cantilever se courbe sous l'effet d'une force attractive entre la sonde et la surface.

7. Rappelons en revanche que la mise en place de la bille à l'extrémité de la sonde est une procédure qui n'est pas triviale.

# Conclusion

Nous avons présenté ici les différents développements techniques qui nous ont permis de mettre au point un système de mesure locale de température grâce à un montage « maison » d'une sonde SThM combinée à un pont de mesure donnant une très bonne sensibilité au montage. Nous avons proposé ici une utilisation originale de ce dispositif en ne balayant pas une surface mais en collant une bille de verre à l'extrémité de la sonde SThM et en effectuant des mesures de température et de flux en fonction de la distance qui sépare la bille et le plan. Nous avons étudié des modèles simples en résistances équivalentes pour permettre d'estimer l'influence des différents éléments sur la mesure. Cette étude a mis en évidence que la mesure sur un matériau si peu conducteur, et faite dans l'air ne constituait pas la situation la plus simple. Malgré cette difficulté, nous avons pu obtenir des courbes d'approche en faisant varier de manière automatisée la distance bille-plan, le plan étant maintenu à une température plus élevée que le reste du montage. Ces courbes d'approche montrent un saut de température marqué au moment du contact. Ce saut, dont l'amplitude est répétable, pourrait être exploité pour la détermination de la résistance de contact bille-plan. Cependant, une difficulté dans la configuration où l'échantillon est chauffé est que le flux de chaleur reste inconnu.

Pour obtenir une première estimation de la résistance thermique de contact bille-plan, nous avons exploité une autre fonctionnalité de la sonde SThM : en l'alimentant avec un courant plus élevé, la sonde s'échauffe par effet Joule et crée un échauffement au niveau de la sonde dont on peut mesurer et la température — via la mesure de la résistance électrique de la sonde — et le flux généré par estimation de la puissance dissipée par effet Joule. En effectuant des mesures dans différents régimes de distances — en particulier en se plaçant juste avant le contact puis au contact — et en exploitant les modèles en résistances équivalentes que nous avons proposés, il est possible d'estimer la résistance thermique de contact. Pour cette première estimation, nous avons trouvé une résistance de contact  $R_c \simeq 8.5 \cdot 10^5 \text{ KW}^{-1}$ . Cette résistance de contact est comparable à celles des études présentées dans le paragraphe 1.5 compte tenu des dimensions de la bille de verre. Notons que ce terme général de résistance de contact contient plusieurs canaux de transfert thermique, qui sont essentiellement la conduction via le ménisque d'eau qui se forme par condensation de l'humidité ambiante au niveau du contact, et la conduction dite solide-solide.

Ce travail a nécessité de nombreux développements techniques qui permettent aujourd'hui de montrer le potentiel de ce dispositif. Naturellement, l'idéal serait de placer cet instrument dans une enceinte dont la température ambiante serait précisément contrôlée de même que le taux d'humidité. Ceci nous permettrait de faire une étude systématique de la résistance de contact en fonction des paramètres environnementaux, ce qui est d'un intérêt majeur pour les matériaux d'isolation qui font l'objet de ce travail. Le principal avantage de cette technique est que la mesure de température a une très bonne sensibilité, ce qui

est absolument nécessaire pour effectuer des mesures sur des matériaux plutôt mauvais conducteurs thermiques comme le verre. Il faut toutefois garder à l'esprit que si ce système parvient effectivement à mesurer la tension avec une très bonne sensibilité (2 nV avec un temps d'intégration de 1 s), le calcul de la résistance  $R_{SThM}$  — et, par suite, de la température — fait intervenir le coefficient  $\alpha$  du potentiomètre du pont de mesure dont la précision de lecture limite la précision de la mesure absolue de température à  $0.12^\circ\text{C}$ . Le remplacement du potentiomètre par un dispositif permettant une lecture de  $\alpha$  avec une meilleure précision sera donc une priorité pour améliorer la sensibilité de la mesure absolue de température. D'autres éléments sont aussi intéressants à exploiter, comme la mesure de la force, qui pourrait à terme nous permettre d'étudier l'évolution de la résistance de contact en fonction de la force d'appui entre les deux éléments, ou bien le fait que la mesure (ou le chauffage si on utilise la sonde en mode actif) se fait de manière très locale. À terme, on pourra imaginer remplacer le système bille-plan par un système fibre-fibre, plus proche de la réalité des isolants fibreux, en collant cette fois une fibre de verre à l'extrémité de la sonde SThM et en l'approchant d'une deuxième fibre fixe. On pourrait ainsi envisager d'étudier l'influence de l'angle formé entre les deux fibres sur la résistance de contact et le transfert thermique d'une fibre à l'autre. Cependant, l'inconvénient de cette technique est qu'elle nécessite un contact avec l'objet d'intérêt. Ce contact via le point de collage n'a pas une influence nulle dans la mesure où la sonde SThM est *a priori* meilleure conductrice thermique que la bille de verre. Aussi nous sommes-nous intéressés en parallèle à une technique sans contact, comme nous allons le voir dans la partie ci-après.

Troisième partie

Dispositif de thermographie  
infra-rouge super-résolue

# Introduction

Nous venons de voir que le SThM (Scanning Thermal Microscope) est un outil de choix pour l'étude thermique de matériaux à l'échelle locale. L'usage standard de cet instrument consiste à balayer un échantillon avec la sonde SThM et d'en retirer une cartographie avec un contraste de température ou de conductivité thermique. Dans notre cas, nous avons détourné cet outil pour développer un dispositif d'étude du transfert thermique entre deux objets en verre. Si le SThM permet effectivement d'avoir une information avec une excellente résolution spatiale (quelque 100 nm), quelles que soient les utilisations de ces sondes locales, un problème subsiste : la sonde est en contact avec l'échantillon. En ce sens, la mesure est invasive car le contact — aussi faible soit-il — entre la sonde et l'objet va inmanquablement perturber le système thermique et donc la mesure. Cet effet est d'autant plus important lorsque l'on souhaite étudier des matériaux faiblement conducteurs avec une sonde SThM qui s'avère être un meilleur conducteur thermique.

Pour s'affranchir de ce biais, il faudrait préférer des techniques d'étude thermique sans contact. On a vu en partie I chapitre 2 que certaines ne sont pas adaptées à l'étude de matériaux à base de verre (c'est le cas de la photo-réflectance). Une technique sans contact particulièrement bien adaptée à l'étude de matériaux en verre est la thermographie infrarouge. En effet, l'émissivité du verre est grande ( $\varepsilon_{\text{verre}} \sim 0.92-0.95$ ) comparativement aux métaux par exemple qui ont une émissivité très faible (cf. Fig.6). L'inconvénient majeur de cette technique d'imagerie est qu'elle est limitée par la diffraction<sup>8</sup> dans la gamme de longueurs d'onde infrarouge qu'elle utilise, autour de  $\lambda \simeq 10\mu\text{m}$ , soit une résolution spatiale qui ne peut descendre en deçà de quelques microns. Dans la majorité des applications de l'imagerie infrarouge, les objets observés sont de taille macroscopique (imagerie thermique des bâtiments, contrôle qualité de pièces industrielles...) et donc cet inconvénient n'est pas un obstacle. Mais dans notre cas, nous nous intéressons à des fibres de verre de dimensions micrométriques et cette limite de diffraction devient alors réellement problématique.

Matériau	Emissivité thermique $\varepsilon$ (sans unité)
<b>Verre</b>	<b>0.92-0.95</b>
Or	0.025
Cuivre	0.02-0.05
Aluminium	0.03-0.04

FIGURE 6 – Table des émissivités thermiques de quelques matériaux : verre et quelques métaux (valeurs concernant des surfaces polies)

---

8. La limite de diffraction s'exprime par le critère de Rayleigh. D'après celui-ci, la résolution spatiale d'un instrument optique est  $\Delta r = \frac{1.22\lambda}{2\text{O.N.}}$ , où  $\lambda$  est la longueur d'onde d'observation et  $\text{O.N.} = n \sin \theta$  l'ouverture numérique du système d'observation ( $n$  étant l'indice optique qui vaut 1 dans l'air et  $\theta$  est l'angle de collection).

Dans le domaine des longueurs d'onde visibles, le problème de la limite de diffraction se pose également. Là encore, des solutions à base de sondes locales à balayage, comme la microscopie à force atomique (AFM<sup>9</sup>) [21] ou la microscopie optique de champ proche (SNOM<sup>10</sup>) [136], permettent de franchir cette limite pour accéder à des résolutions largement sub-longueur d'onde (résolution atomique pour l'AFM [59] et de quelques dizaines de nm pour le SNOM selon la pointe utilisée). Mais ces méthodes sont invasives car la sonde entre en contact avec l'échantillon. Toutefois, des techniques de super-résolution sans contact utilisant des sondes fluorescentes ont permis notamment aux biologistes d'obtenir sans contact des images dans le domaine visible avec une résolution spatiale d'une vingtaine de nanomètres seulement. Deux grandes catégories de techniques ont permis d'atteindre ces résolutions spatiales et leurs inventeurs, E. Betzig, S. Hell et W. Moerner, ont été conjointement récompensés par le prix Nobel de chimie en 2014 pour ces travaux.

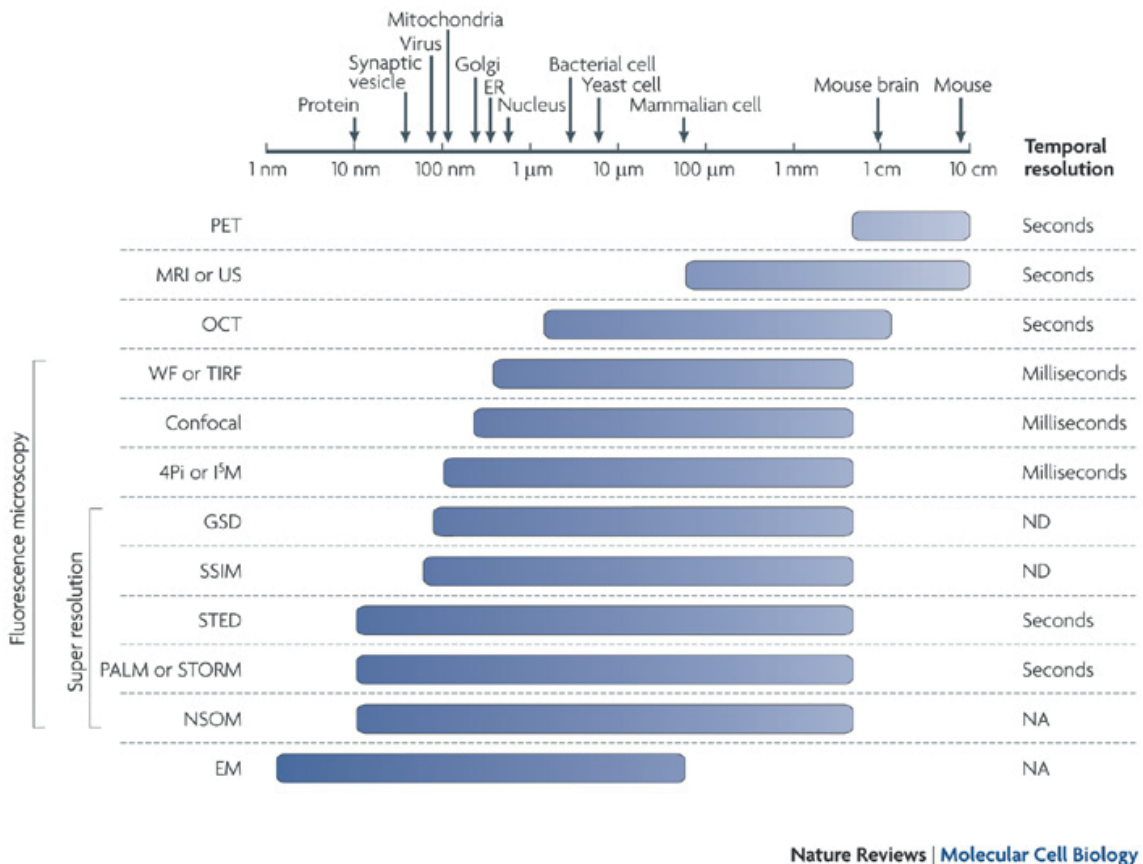


FIGURE 7 – Comparaison des résolutions spatiales (et temporelles) des techniques d'imagerie utilisées en biologie - d'après [53].

L'une de ces catégories de technique repose sur la localisation de molécule unique. C'est le cas des méthodes dites PALM<sup>11</sup> et STORM<sup>12</sup>. Elles mettent en œuvre des marqueurs fluorescents qu'il est possible de localiser avec précision pourvu que ces molécules soient « uniques » et suffisamment espacées les unes des autres pour être résolues par les mé-

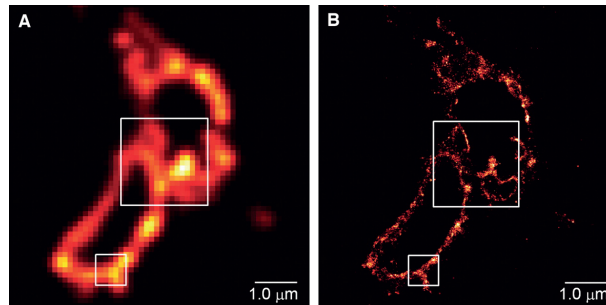
9. Atomic Force Microscopy

10. Scanning Near field Optical Microscopy

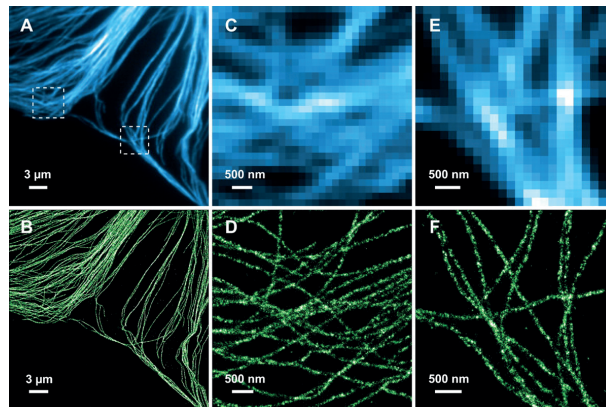
11. Photo-Activated Localization Microscopy

12. Stochastic Optical Reconstruction Microscopy

thodes optiques conventionnelles. On y parvient par exemple en utilisant des fluorophores photoactivables qui peuvent alternativement s'allumer ou s'éteindre en réponse à une impulsion lumineuse. En illuminant l'échantillon, seuls quelques fluorophores sont activés aléatoirement et on peut raisonnablement supposer qu'ils sont suffisamment séparés les uns des autres pour adopter une méthode de localisation de molécule unique : le maximum de chaque tâche de diffraction, échantillonnée sur plusieurs pixels d'une caméra, est « pointé » puis les fluorophores sont éteints. La démarche est répétée de nombreuses fois jusqu'à obtenir des images super-résolues telles que celles qui sont représentées en Fig. 8.



(a) Comparaison d'imagerie TIRF - *Total Internal Reflection Fluorescence* - (A) et PALM (B) d'une section de cellule COS-7 exprimant une protéine transmembranaire marquée par une molécule fluorescente - d'après [19]



(b) Exemple d'imagerie de microtubules d'une cellule BS-C-1 par imagerie STORM (en vert) comparée à une imagerie conventionnelle par immunofluorescence (en bleu) - d'après [14]

FIGURE 8 – Illustrations du gain en résolution obtenu avec les microscopies de super-localisation de type PALM et STORM.

L'autre catégorie consiste à exciter ces molécules de manière très locale au moyen de deux impulsions laser (méthode STED<sup>13</sup>), la première étant utilisée pour exciter les molécules tandis que la deuxième, en forme d'anneau, sert à diminuer la taille effective du premier spot excitateur par effet de déplétion. Comme dans le cas de la microscopie confocale, la microscopie STED s'effectue en balayant le faisceau d'excitation (et le faisceau de déplétion qui lui est concentrique) sur l'échantillon.

A notre connaissance, de telles techniques de super-résolution sans contact n'existent pas

13. STimulated Emission Depletion

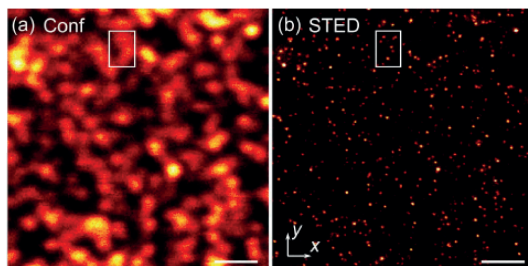


FIGURE 9 – Illustration du gain en résolution obtenu avec la microscopie STED : comparaison entre une image réalisée en microscopie confocale (a) et en microscopie STED (b). L'échantillon observé est constitué de billes fluorescentes de 24 nm sur une lamelle de verre. La barre d'échelle représente 1  $\mu\text{m}$  - d'après [71].

dans l'infrarouge moyen. En nous inspirant de ce qui a été réalisé dans le domaine visible et en exploitant les compétences techniques présentes au laboratoire dans le domaine des sondes locales à balayage, nous avons développé un dispositif totalement nouveau de microthermographie infrarouge à la fois résolue en temps et offrant une résolution spatiale sub-longueur d'onde. Comme on le verra par la suite, cette technique offre des applications potentielles non seulement dans le domaine de l'imagerie thermique d'objets microscopiques mais aussi dans l'étude des transports thermiques et de la spectroscopie infrarouge. Compte tenu de ces perspectives, une demande de brevet a été déposée à l'INPI<sup>14</sup>, validant à la fois l'aspect novateur de ce projet et ses éventuelles applications futures.

Notre projet premier consistant en l'étude du transfert thermique à l'interface entre deux fibres de verre, nous avons essentiellement exploité la bonne résolution temporelle de ce nouvel instrument. Comme nous le verrons ci-après, nous avons travaillé dans une géométrie dite *en transmission*, très utile pour étudier des phénomènes de transport mais qui n'est pas la plus favorable pour faire de l'imagerie avec la résolution spatiale ultime qu'offre notre système. Nous détaillerons toutefois les possibilités d'imagerie super-réolue qui restent à exploiter.

Dans cette partie, nous allons détailler les développements techniques qui nous ont conduits à mettre au point ce dispositif dont nous avons caractérisé les principales performances. Nous présenterons ensuite les premières données expérimentales sur fibre seule et sur croisement de deux fibres, et nous comparerons ces données avec des modélisations semi-analytiques et numériques que nous avons développées et que nous détaillerons ici.

---

14. Institut National de la Propriété Industrielle

## Chapitre 1

# Description du dispositif expérimental de thermographie infrarouge super-résolue

Comme le montre la Fig. 1.1, notre technique de micro-thermographie infrarouge super-résolue consiste à **chauffer** à la fois très **brièvement** et **localement** notre fibre de verre puis à **observer en fonction du temps le rayonnement thermique** produit par cet échauffement local. Le « point chaud » est créé par un laser ultraviolet (UV) focalisé sur l'échantillon qui produit des impulsions très brèves. L'ultraviolet étant hautement absorbé par le verre, il se crée ainsi un point chaud, petit et bref, sur l'échantillon d'étude. Le point chaud crée par conduction un échauffement de la fibre qui rayonne dans l'infrarouge moyen et un détecteur infrarouge mono-canal vient détecter ce rayonnement thermique en fonction du temps.

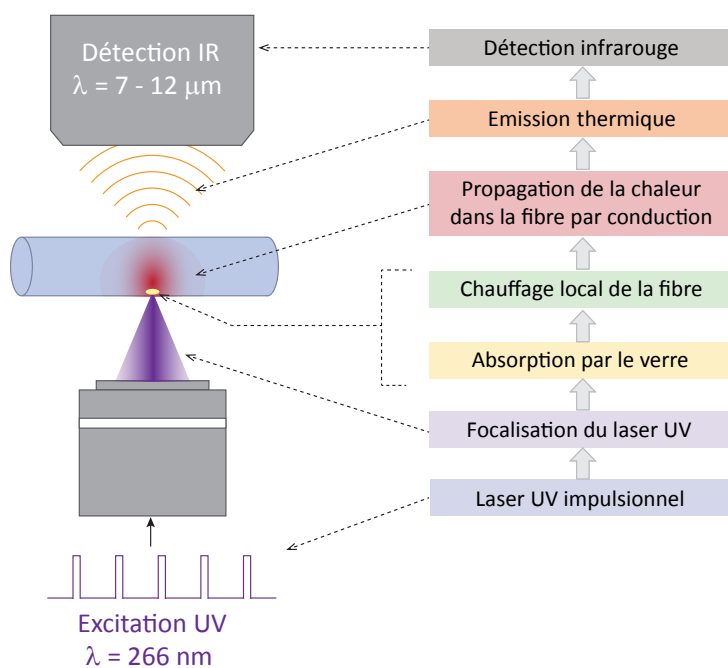


FIGURE 1.1 – Illustration du principe du dispositif de thermographie infrarouge super-résolue.

Par ailleurs, l'échantillon de verre est maintenu sur une platine de déplacement piezo-électrique permettant d'effectuer un balayage latéral, c'est-à-dire dans le plan perpendiculaire à la direction du faisceau UV incident. En balayant l'échantillon latéralement par rapport à la tache de focalisation du faisceau UV qui reste fixe, on va créer un point chaud en différents endroits de l'échantillon et mesurer point par point le rayonnement thermique produit par cette source de chaleur locale et brève. Ce balayage permet ainsi de faire de l'imagerie thermique point par point dont la résolution est donnée par l'extension spatiale du point chaud créé.

Le signal infrarouge détecté va ensuite être traité par une détection synchrone ultra-rapide qui possède plusieurs fonctions, dont celle de pouvoir suivre les variations du signal d'entrée au cours de chaque cycle. Celle-ci va démoduler le signal à la fréquence de répétition du laser et représenter — grâce à une fonction appelée « *Periodic Wavefront Analyser (PWA)* » — l'évolution du signal entre deux impulsions de chauffe. On verra que cette option s'est avérée être très utile pour étudier la dynamique du transport de chaleur dans les fibres de verre, mais également pour parvenir à développer une technique totalement nouvelle d'imagerie infrarouge super-résolue.

Le schéma général du dispositif expérimental est présenté en figure 1.2. Nous allons maintenant détailler élément par élément le système.

## 1.1 La voie d'excitation UV

### 1.1.1 Le laser ultraviolet

Pour créer un spot de chaleur sur la fibre de verre, nous exploitons les impulsions brèves d'un laser ultraviolet, dans notre cas, à  $\lambda_{laser} = 266$  nm. Le choix de la longueur d'onde est motivé par le fait que nous souhaitons que le faisceau d'excitation soit hautement absorbé par la fibre de verre. Or une gamme de longueurs d'onde fortement absorbées par le verre est la gamme des ultraviolets.

Le verre est en effet un milieu diélectrique dispersif et absorbant. Ainsi, l'indice du verre est complexe et dépend de la longueur d'onde comme on peut le voir en Fig. 1.3 où l'on a représenté les parties réelle et imaginaire de l'indice du verre de nos fibres en fonction de la longueur d'onde dans les domaines ultraviolet et visible. Ces courbes fournies par Saint-Gobain Recherche ont été obtenues par la méthode « VASE » (*Variable Angle Spectrometric Ellipsometry* [4]).

Pour connaître la profondeur de pénétration des ultraviolets dans le verre, il faut s'intéresser à la partie imaginaire de l'indice complexe du verre. En effet, si l'on considère le champ électrique d'une onde plane monochromatique de vecteur d'onde complexe  $\vec{k}$  arrivant sur un échantillon de verre, on peut écrire de manière très générale :

$$\vec{E} = \vec{E}_0 e^{j(\omega t - \vec{k} \cdot \vec{r})} \quad (1.1)$$

où les caractères soulignés désignent des variables complexes. Supposons que cette onde se propage dans le sens  $x > 0$ , alors

$$E = E_0 e^{j(\omega t - kx)} \quad (1.2)$$

Or la norme du vecteur d'onde complexe peut s'écrire :

$$k = k_1 - j k_2 \quad (1.3)$$

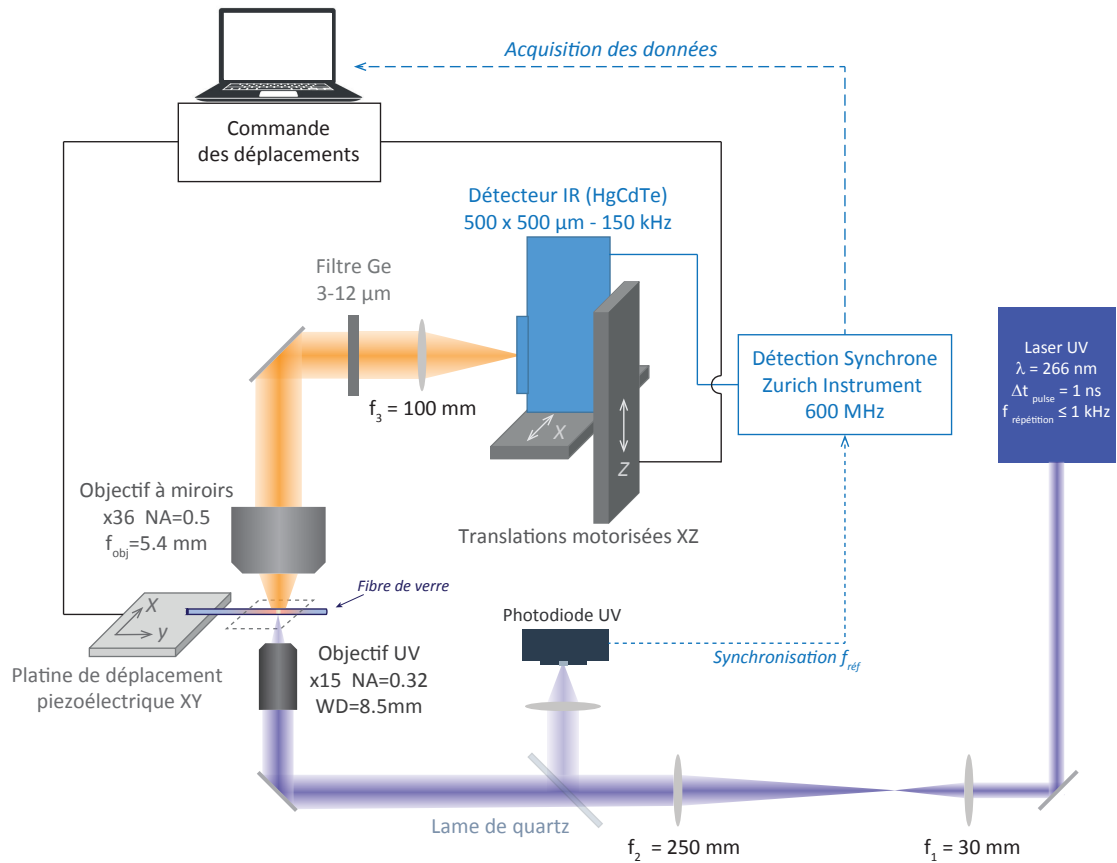


FIGURE 1.2 – Schéma descriptif du montage expérimental (*le schéma n'est pas à l'échelle*)

- **L'échantillon** : il consiste en une ou plusieurs fibre(s) de verre maintenue(s) horizontalement et en suspension. L'échantillon est placé sur une platine de déplacement qui permet d'effectuer un balayage de l'échantillon dans le plan horizontal. La zone de balayage est illustrée ici par des pointillés.
- **La voie d'excitation** : le laser UV (dont le faisceau est matérialisé en violet) est focalisé sur le dessous de la fibre de verre par un objectif UV. Nous avons élargi le faisceau UV grâce à un télescope ce qui nous permet d'illuminer toute la pupille d'entrée de l'objectif et donc de focaliser au mieux l'UV. Une faible partie du faisceau est déviée par une lame de quartz pour atteindre une photodiode UV qui permet la synchronisation de la détection synchrone avec les impulsions laser.
- **la voie de détection** : un objectif à miroirs de type Cassegrain (x36, O.N.= 0.5) collecte le rayonnement infrarouge (matérialisé en orange) émis par la fibre. Celui-ci est filtré pour ne conserver que l'infrarouge moyen associé au rayonnement thermique des fibre puis focalisé sur la zone sensible d'un détecteur mono-canal de type MCT (Tellurure de Mercure-Cadmium) refroidi à l'azote liquide dont le maximum de détectivité se situe autour de  $\lambda = 10 \mu\text{m}$ . La zone de sensibilité du détecteur mesure environ  $500 \mu\text{m}$  de côté. Ce détecteur est placé sur un système de translations motorisées qui permettent d'effectuer un balayage du détecteur dans le plan vertical. Enfin le signal est enregistré sur une détection synchrone ultra-rapide synchronisée sur les impulsions laser.

On peut ainsi écrire :

$$\underline{E} = \underline{E}_0 e^{-k_2 x} e^{j(\omega t - k_1 x)} \quad (1.4)$$

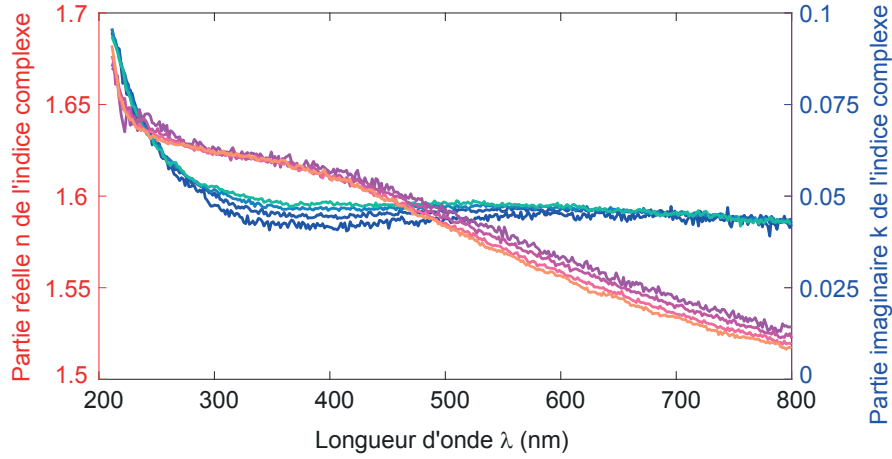


FIGURE 1.3 – Mesure de l'indice complexe du verre employé pour cette étude par méthode VASE (Variable Angle Spectrometric Ellipsometry). La partie réelle  $n$  de l'indice est représentée en rose, la partie imaginaire  $k$  de l'indice est représentée en bleu. Pour  $n$  et  $k$  on a représenté quatre courbes correspondant aux quatre angles d'incidence de l'ellipsomètre ( $45^\circ, 55^\circ, 65^\circ, 75^\circ$ ).

Si l'on considère désormais l'intensité  $I$  du champ, alors :

$$I = |\underline{E}|^2 = I_0 e^{-2k_2 x} \quad (1.5)$$

L'intensité du champ électrique pénétrant dans le verre va donc décroître exponentiellement sur une distance caractéristique  $\delta = \frac{1}{2k_2}$ . Cette distance est qualifiée de *longueur de pénétration* dans le milieu et cette longueur sera d'autant plus courte — et donc le matériau d'autant plus absorbant à une longueur d'onde donnée — que la partie imaginaire  $k_2$  à cette longueur d'onde sera élevée.

On a donc

$$\delta_{\text{pénétration}} = \frac{1}{2k_2} \quad (1.6)$$

Or

$$\underline{k} = \frac{\omega}{c} \underline{n} \quad (1.7)$$

où  $\underline{n}$  est l'indice complexe du verre. On peut l'écrire également<sup>1</sup>  $\underline{n} = n_1 - j n_2$

Aussi,

$$\delta_{\text{pénétration}} = \frac{c}{2\omega n_2} \quad (1.8)$$

Que l'on peut aussi écrire ainsi :

$$\delta_{\text{pénétration}} = \frac{\lambda}{4\pi n_2} \quad (1.9)$$

La figure 1.4 représente la profondeur de pénétration des ultraviolets dans le verre constituant nos fibres. On remarque que dans cette gamme de longueurs d'onde, la profondeur de pénétration — ou longueur d'absorption — est faible ce qui signifie que le verre est très

1. Nous choisissons ici cette notation pour qu'il n'y ait pas d'ambiguïté dans le développement de ce calcul. Cependant, il est d'usage d'écrire  $\text{Re}(\underline{n}) = n$  et  $\text{Im}(\underline{n}) = k$ , ce qu'on utilisera par ailleurs en attirant toutefois l'attention sur le fait que ce  $k$  ne doit pas être confondu avec le vecteur d'onde  $\vec{k}$ .

absorbant dans l'ultraviolet (UV). En particulier, à  $\lambda = 266$  nm qui est la longueur d'onde de notre laser UV, la profondeur de pénétration est de :

$$\delta_{\text{pénétration}}^{\lambda=266 \text{ nm}} = 320 \text{ nm} \quad (1.10)$$

Aussi sur des fibres de  $13 \mu\text{m}$  de diamètre, on pourra considérer que le point chaud créé par absorption du laser UV est essentiellement surfacique.

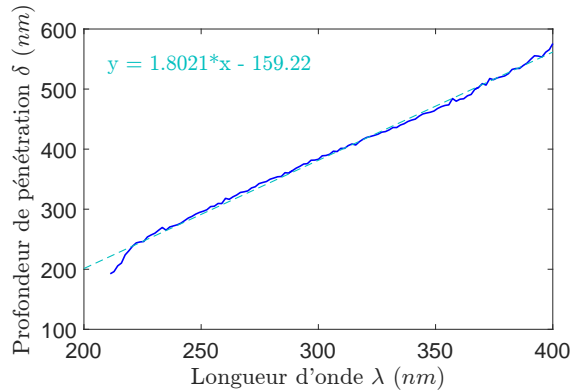


FIGURE 1.4 – Longueur d'absorption  $\delta$  du verre de nos fibres dans l'ultraviolet. La courbe en trait plein a été calculée à partir de la moyenne des mesures de  $k$  par la méthode VASE sur les quatre angles ( $45^\circ$ ,  $55^\circ$ ,  $65^\circ$ ,  $75^\circ$ ) tandis que la courbe discontinue est la courbe de tendance nous permettant d'évaluer la profondeur de pénétration de notre laser UV à  $\lambda = 266$  nm.

Nous utilisons un laser à solide pompé par diode *Q-switched* produit pas la société CryLaS — Crystal Laser Systems GmbH (modèle FQSS 266-Q4). Ce laser émet des impulsions dont la durée est inférieure à 1 ns et ce à une fréquence pouvant aller jusqu'à 1 kHz. Les caractéristiques techniques du laser données par le constructeur sont reportées en Fig. 1.5.

Toutefois, la puissance qui excite réellement l'échantillon est moins élevée que celle donnée par le constructeur. En effet, le faisceau laser traverse dans notre montage de nombreuses optiques et surtout passe par un trou pour le filtrage spatial du mode laser comme nous le verrons plus en détails dans le paragraphe suivant. Tous ces éléments induisent des pertes, aussi la puissance pic maximum que l'on mesure au niveau de l'échantillon est de  $P_{max}^{pic} = 320$  W. Malgré cette forte perte dans le système, cette puissance est encore

Wavelength	266 nm
Pulse repetition rate	$\leq 1$ kHz
Pulse width, FWHM	$\leq 1.0$ ns
Pulse energy	$> 12 \mu\text{J}$ @1 kHz
Peak power	$> 12$ kW @1 kHz
Polarization ratio	100 : 1 vertical
Spatial Mode	TEM <sub>00</sub>
Beam diameter	$900 \pm 200 \mu\text{m}$
Beam divergence, $2\Theta$	$< 2$ mrad

FIGURE 1.5 – Caractéristiques techniques du laser impulsif CryLas FQSS 266-Q4 - d'après la documentation technique.

trop élevée et les impulsions laser détruisent nos fibres si l'on n'atténue pas l'intensité du faisceau. On utilise donc l'atténuateur électrique intégré pour limiter la puissance pic<sup>2</sup> à 60 – 70 W maximum.

### 1.1.2 Le système de focalisation

Comme on le verra plus en détails dans le chapitre suivant (Chap.2), il est important de focaliser au mieux le faisceau d'excitation sur l'échantillon. Pour ce faire, nous utilisons un objectif de microscope UV (THORLABS, modèle LMU-15X-UVB) de grossissement  $\times 15$  et d'ouverture numérique  $ON = 0.32$ . Cet objectif possède un revêtement antireflet en argent qui permet une bonne transmission ( $T \simeq 85\%$  à  $\lambda = 266$  nm). La distance de travail (*Working Distance*,  $WD = 8.5$  mm) de cet objectif est suffisante pour permettre de manipuler notre échantillon ; de plus il permet d'obtenir une tache focale théorique<sup>3</sup> de  $1\ \mu\text{m}$ . On verra dans le paragraphe 2.1 que nous parvenons dans nos conditions de laboratoire à obtenir un spot qui n'est pas trop éloigné de cette limite théorique. Mais pour focaliser au mieux, il faut que le faisceau couvre la totalité de la pupille d'entrée de l'objectif. Celle-ci mesure 8.5 mm de diamètre tandis que notre faisceau laser a une largeur d'environ 1 mm. Il est donc nécessaire d'élargir le faisceau, ce que nous avons fait à l'aide de deux lentilles en silice<sup>4</sup> ( $f_1$  et  $f_2$  dans le schéma Fig. 1.2). A l'aide de ces lentilles, nous parvenons à agrandir le faisceau d'un facteur  $g \simeq 8$  :

$$g = \frac{f_2}{f_1} = \frac{250}{30} = 8.3 \quad (1.11)$$

Le faisceau élargi a donc un diamètre de 8 mm environ.

Par ailleurs, on a dit dans la section précédente que le constructeur annonçait un mode  $TEM_{00}$ . En réalité, nous avons vérifié que le mode de sortie du laser n'est pas « propre » dans la mesure où il n'est pas parfaitement symétrique par rapport à l'axe optique. Il est donc préférable d'effectuer un filtrage spatial pour épurer le mode. Pour cela, nous plaçons un trou (on parle aussi de sténopé ou *pinhole* en anglais) au point de confocalité des lentilles de l'élargisseur de faisceau. Le choix de la taille du trou doit se faire au regard de la taille de la tache d'Airy en sortie de la première lentille : la largeur  $D_{Airy}$  du pic central de cette tache est donnée par :

$$D_{Airy} = \frac{\lambda f_1}{r} = \frac{266 \cdot 10^{-9} \times 30}{0.5} = 15.9\ \mu\text{m} \quad (1.12)$$

où  $r$  est la demi-largeur du faisceau laser avant la lentille de focale  $f_1$  et  $\lambda$  est la longueur d'onde.

En pratique, il faut choisir un trou environ 30% plus large que le pic central de la tache d'Airy soit un trou de diamètre idéal :  $\emptyset_{pinhole} = 1.3 \times D_{Airy} = 20.7\ \mu\text{m}$ . Nous avons donc choisi un trou de diamètre  $25\ \mu\text{m}$  qui épure suffisamment le mode  $TEM_{00}$ .

## 1.2 L'échantillon et le système de balayage

L'objet de ce travail est d'étudier le transfert thermique à l'interface entre deux fibres de verre. Dans cette section, nous allons préciser avec quels échantillons nous avons travaillé

2. Puissance mesurée au niveau de l'échantillon.

3. TFS : *Theoretical Focal Spot*, soit le spot obtenu théoriquement si le faisceau laser a un profil gaussien et s'il remplit la totalité de la pupille d'entrée de l'objectif.

4. Le laser ultraviolet à  $\lambda = 266$  nm impose que l'on n'utilise que des optiques à base de silice, optimisées pour transmettre dans l'UV contrairement au verre qui absorbe l'UV comme on l'a vu dans le paragraphe précédent.

et comment le balayage de ces échantillons était assuré.

### 1.2.1 L'échantillon

#### Les fibres de verre calibrées

Dans le cadre de ce dispositif expérimental — et contrairement au dispositif SThM présenté dans la partie précédente — nous avons pu travailler en configuration fibre-fibre. Cependant, les fibres de verre dans les laines de verre ont des diamètres assez largement distribués (cf. Fig. 1.3(c)), sont couvertes de liant et il n'est pas facile d'extraire des fibres qui forment un contact bien reproductible. Nous avons donc formé un contact bien plus reproductible en utilisant des fibres ayant un diamètre bien calibré. Pour cela, Saint-Gobain nous a fourni des fibres *Adfors* servant à fabriquer des toiles de renfort, dont le procédé de fabrication permet d'obtenir des fibres identiques dont le diamètre est bien contrôlé. Ces fibres de verre ont une composition chimique qui n'est pas rigoureusement la même que dans le cas de laines isolantes mais, en première approximation, ce n'est pas problématique<sup>5</sup>. Ces fibres ont un diamètre de 13  $\mu\text{m}$  et ne sont pas recouvertes de liant. Ce diamètre est de l'ordre de celui des fibres isolantes et conviendra pour obtenir une preuve de concept de l'appareil. Quant au contact entre les fibres, nous avons fait le choix de l'étude d'un contact simple entre deux fibres calibrées croisées perpendiculairement.

Notons enfin que l'on peut bien sûr envisager de placer un croisement réel de fibres de verre en prélevant directement un échantillon dans un matelas de laine de verre pourvu que cet échantillon prélevé soit peu épais et peu dense (i.e. qu'il permette l'accès au laser UV au niveau du croisement et que la collection IR soit possible).

#### Le système porte-échantillon

Pour reproduire le comportement des fibres dans un matelas de laine de verre, il faut que les fibres ne reposent pas de tout leur long sur un support. Nous avons donc « suspendu » la fibre de verre en collant ses extrémités sur un porte-échantillon en forme de « U » fait à partir de lame et lamelles en verre, cf. Fig. 1.6(a). Puis, pour reproduire le contact entre deux fibres, on a placé une deuxième fibre perpendiculairement à la première fibre, dont une seule extrémité est collée et l'autre repose par son propre poids sur la première fibre qui est tendue (cf. Fig. 1.6(b)). Les fibres et le croisement étant en suspension, on peut travailler en transmission, c'est-à-dire en excitant par le dessous avec le laser UV et en collectant le rayonnement IR par le dessus de l'échantillon.

#### Outil pour introduire une distance micrométrique variable entre les deux fibres

Une fois étudié le contact fixe entre deux fibres, il peut s'avérer instructif de s'intéresser au régime pour lequel les deux fibres sont hors contact mais à faible distance l'une de l'autre. Pour cela, nous avons mis au point un système permettant de faire l'approche progressive d'une fibre vers l'autre, avec un contrôle micrométrique de la distance inter-fibres. Ce système — représenté schématiquement en Fig. 1.7(b) — est constitué d'un échantillon à une fibre, comme dans la Fig. 1.6(a), la deuxième fibre étant fixée à l'extrémité d'un petit élément bimorphe piézoélectrique qui se courbe lorsqu'on lui applique une tension. La courbure, qui résulte de la contraction d'une face du bimorphe et de l'extension de la

---

5. Pour la poursuite du projet, on pourra faire fabriquer des fibres ayant un diamètre bien calibré à base d'un verre de composition identique à celui des isolants.

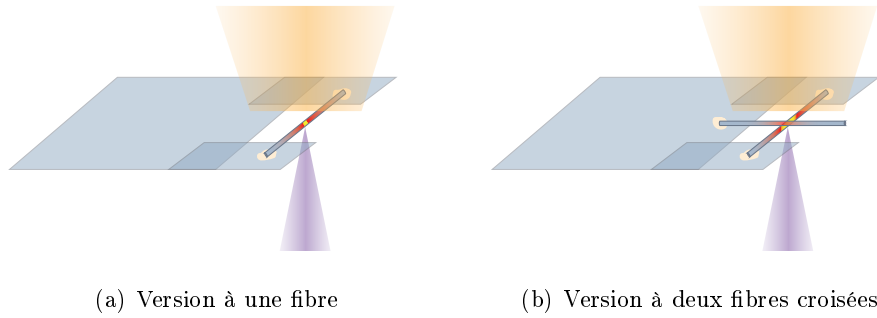


FIGURE 1.6 – Représentation schématique des échantillons de travail à base de fibres calibrées. On a représenté en couleurs l’excitation UV par le dessous (violet) et la collection IR par la dessus (orange).

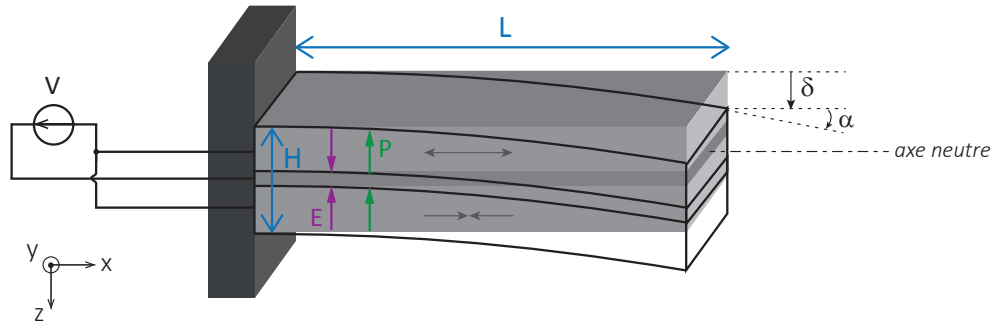
face opposée par effet piézoélectrique, entraîne une déflexion  $\delta$  de l’extrémité libre (cf. Fig. 1.7(a)), selon l’expression :

$$\delta(L) = \frac{3d_{31}L^2}{H^2}V \quad (1.13)$$

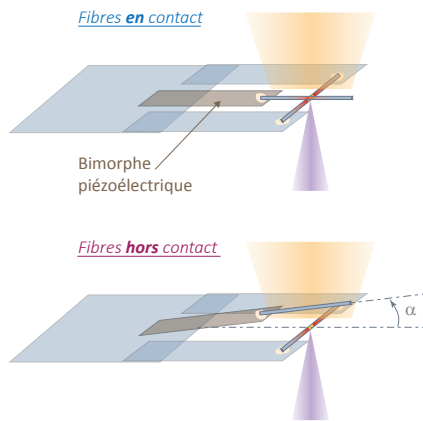
où  $\delta$  est la flèche du bimorphe,  $L$  et  $H$  sont respectivement la longueur et la hauteur du bimorphe,  $V$  la tension appliquée au module et  $d_{31}$  est une constante piézoélectrique du matériau utilisé. Les éléments bimorphes piézoélectriques que nous avons utilisés sont en PZT (Titano-Zirconate de Plomb) avec  $d_{31} \simeq -0.2 \text{ nmV}^{-1}$ .

Les images 1.7(b) et 1.7(c) représentent la première version du système. Malheureusement, le contact n’était pas toujours facile à obtenir dans la mesure où celui-ci dépend largement des conditions de collage de la première fibre (fibre fixe). Dans les versions ultérieures, nous avons ajouté un degré de liberté avec un ajustement manuel de la position de la première fibre (celle qui reste immobile) : soit dans un système intégré au porte-échantillon, soit en séparant la fibre fixe et la fibre mobile sur deux porte-échantillons distincts dont on peut contrôler indépendamment la hauteur  $z$ . Moyennant cette modification, nous avons pu étudier deux fibres croisées, en contact ou hors contact, et ce, en contrôlant la distance les séparant.

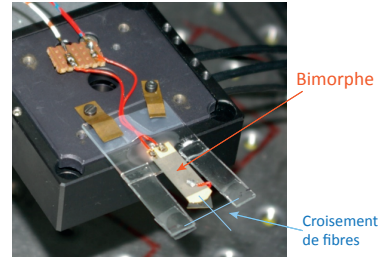
Les bimorphes piézoélectriques que nous possédions n’étant pas calibrés, nous avons procédé à leur calibration. Pour avoir une idée de la déflexion du bimorphe, nous avons travaillé sous microscope en utilisant un objectif visible suffisamment ouvert ( $\times 50$ ,  $\text{ON} = 0.6$ ) focalisé sur les bords de la fibre collée à l’extrémité du bimorphe. Pour chaque tension  $U_{piezo}$  appliquée au bimorphe, celui-ci se défléchit en plaçant la fibre hors du plan de focalisation. C’est donc en corrigeant à chaque fois la hauteur du porte-échantillon à l’aide d’une platine de translation à vis micrométriques afin de retrouver la fibre dans le plan focal que nous déduisons la position en  $z$  de la fibre défléchie. La courbe donnant la position  $z$  de la fibre en fonction de la tension  $U_{piezo}$  appliquée au bimorphe est donnée en Fig. 1.8. On a fait cette mesure d’abord en rapprochant la fibre mobile de la fibre fixe (courbe bleue) puis en rétractant la fibre mobile (courbe verte). On remarque que cette dernière courbe n’est pas semblable à la courbe durant l’approche car un phénomène d’adhésion entre les fibres fait que les fibres restent collées entre elles même si on éloigne le bimorphe. Le contact persiste jusqu’à 30 V environ puis les fibres se décolent brusquement et reprennent la même tendance que lors de l’aller. Pour la calibration, on utilisera donc la courbe concernant l’approche — on a à ce titre tracé en trait discontinu jaune la courbe de tendance



(a) Schéma d'un bimorphe piézoélectrique



(b) Représentation schématique du système de deux fibres croisées avec contrôle de la distance inter-fibres par un bimorphe piézoélectrique. Cas où les deux fibres sont en contact et cas où les fibres ne sont plus en contact.



(c) Photographie du montage avec le bimorphe. On a matérialisé en trait bleu les fibres qui ne sont pas visibles sur la photo. En arrière-plan, on peut voir la platine de déplacements piézoélectrique permettant le balayage de l'échantillon (cf. partie 1.2.2)

FIGURE 1.7 – Système de contrôle de la distance inter-fibres à l'aide d'un bimorphe piézoélectrique.

linéaire associée à ces valeurs. L'équation de cette courbe figure en jaune sur le graphique et servira pour la calibration du bimorphe. On pourra donc considérer qu'une augmentation de tension  $\Delta U_{piezo} = 10 \text{ V}$  correspond à une augmentation de la distance inter-fibres de  $\Delta z = 20 \text{ }\mu\text{m}$ . L'amplitude maximum du bimorphe  $\Delta U_{piezo}^{max} = 100 \text{ V}$  correspond ainsi à une distance maximale inter-fibres  $\Delta z^{max} = 200 \text{ }\mu\text{m}$ . Il est à noter que les écarts à la linéarité liés au comportement hystérétique des matériaux piézoélectriques ne sont pas pris en compte dans cette calibration. Ce point pourra faire l'objet d'améliorations dans de futurs développements du montage.

### 1.2.2 Le système de balayage

L'obtention d'images point par point par ce dispositif de thermographie IR se fait en effectuant un balayage de l'échantillon. On pourrait *a priori* penser qu'il serait plus simple de balayer le spot UV sur l'échantillon, comme si l'on balayait une micro-sonde sans contact sur la surface de l'échantillon. Mais il faudrait pour cela conserver constamment l'alignement entre le point chaud et la zone de l'échantillon qui est « vue » par le détecteur (cf.

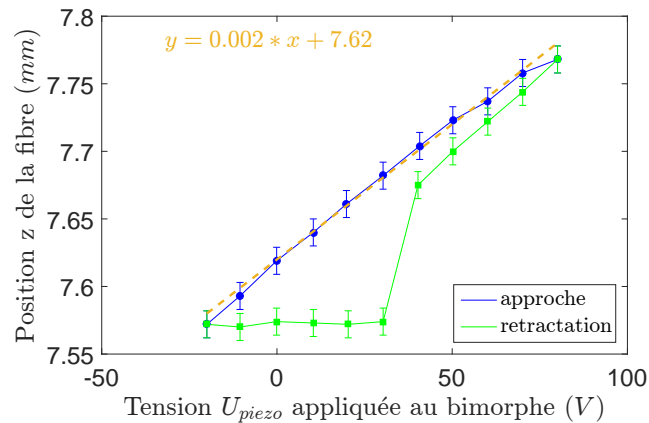


FIGURE 1.8 – Courbe de calibration du bimorphe piézoélectrique. Mesure de la position  $z$  de la fibre collée à l’extrémité en fonction de la tension  $U_{piezo}$  appliquée au bimorphe : en approchant les deux fibres (en diminuant la tension - courbe bleue) puis en éloignant les deux fibres (en augmentant la tension - courbe verte). La courbe en trait discontinu jaune est la courbe de tendance linéaire associée aux mesures de la courbe bleue. Son équation figure en jaune sur le graphique.

chapitre 1.3 pour plus de détails à ce sujet). Il est donc beaucoup plus simple de déplacer l’échantillon dans son plan tout en gardant l’excitation UV et la collection IR fixes et, en définitive, cela revient au même.

Nous plaçons donc notre échantillon<sup>6</sup> sur une platine de déplacements piézoélectrique (modèle PXY-100-SG de chez *Piezosystem Jena*) qui permet d’effectuer un balayage sur une large zone :  $80\ \mu\text{m} \times 80\ \mu\text{m}$  en boucle fermée. Ce système de déplacements de précision est équipé d’une jauge de contrainte qui permet de connaître la position de la platine tandis qu’une boucle de rétroaction permet de garantir le positionnement exact et bien répétable de celle-ci, en évitant ainsi un éventuel phénomène d’hysteresis. On pourra apercevoir cette platine dans la photographie de la Fig. 1.7(c) : il s’agit du bloc carré noir sur lequel est fixé l’échantillon avec le bimorphe. Ainsi, la zone accessible au balayage est grande devant la largeur d’une fibre et cela nous permet typiquement d’imager correctement le croisement entre deux fibres de verre.

Enfin, une électronique de contrôle commerciale *RHK Technology SPM 100* permet de coupler le balayage de la platine piézoélectrique avec l’acquisition du signal par la détection synchrone (que l’on abordera dans le § 1.4).

### 1.3 La collection et la détection dans le moyen infrarouge

Lorsque l’échantillon à base de verre a été excité par une impulsion du laser UV, il va ensuite chauffer puis rayonner dans l’infrarouge moyen. C’est ce rayonnement que nous cherchons à collecter. Dans ce paragraphe, nous allons détailler l’ensemble de la voie de collection du rayonnement infrarouge, depuis les optiques de collection jusqu’au détecteur infrarouge. Notons que cette partie du montage est inspirée du TRSTM qui avait été développé précédemment dans l’équipe [43],[129]. Nous détaillerons aussi les translations

6. Sauf mention contraire, ce terme désignera l’ensemble : porte-échantillon + fibre(s) (+ éventuellement bimorphe).

motorisées qui permettent d'effectuer un balayage du détecteur.

### 1.3.1 Le détecteur infrarouge

Le détecteur infrarouge que nous utilisons est un détecteur photovoltaïque Tellurure de Mercure-Cadmium (HgCdTe ou MCT en anglais) produit par *Fermionics*. Les détecteur MCT peuvent couvrir une large gamme du spectre infrarouge selon leur composition chimique (essentiellement le rapport entre le cadmium et le mercure). En ce qui nous concerne, nous nous intéressons à l'infrarouge autour de 10  $\mu\text{m}$ , parfois dénommé LWIR pour *Long Wavelength InfraRed*, qui est l'infrarouge typique pour l'imagerie thermique. En effet, la gamme spectrale des LWIR (8-15  $\mu\text{m}$ ) correspond au maximum du rayonnement thermique de corps à température ambiante ou proche de l'ambiante. Cependant, dans cette gamme de longueurs d'onde, le détecteur MCT ne fonctionne qu'à une température proche de celle de l'azote liquide ( $\sim 77\text{ K}$ ) afin de réduire le bruit thermique. Notre détecteur est donc refroidi à l'azote liquide avant chaque mise sous tension. Le maximum de détectivité se situe autour de 10.7  $\mu\text{m}$ , et sa fréquence de coupure est à 11.9  $\mu\text{m}$ . Ce détecteur est particulièrement sensible dans la gamme spectrale d'étude, avec une détectivité spécifique  $D^*$  proche de  $10^{11}\text{ cm}\cdot\text{Hz}^{1/2}\cdot\text{W}^{-1}$ . L'électronique du détecteur a une bande passante  $\Delta\nu$  qui s'étend du continu à 150 kHz. Enfin, sa zone sensible est un pixel  $l_{det} = 500\text{ }\mu\text{m}$  de coté. On présente en Fig. 1.9 la réponse spectrale caractéristique du type de détecteur utilisé. On remarque que le maximum de détectivité se trouve effectivement autour de 10  $\mu\text{m}$  puis la détectivité chute rapidement à partir de 11  $\mu\text{m}$ .

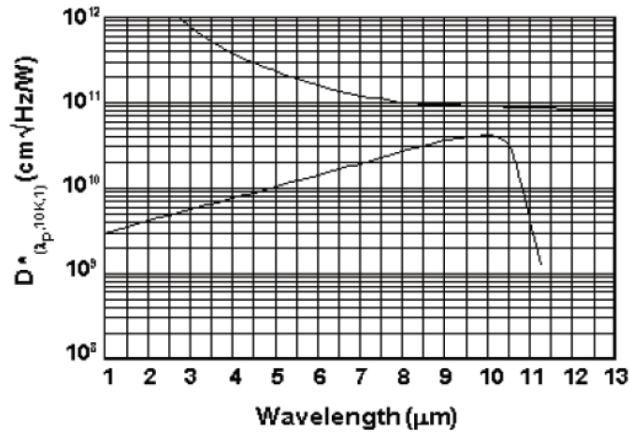


FIGURE 1.9 – Réponse spectrale caractéristique du type de détecteur utilisé telle que fournie par le constructeur - d'après [128].

En sortie, le détecteur fournit un courant (provenant de la conversion photons  $\rightarrow$  électrons), puis un pré-amplificateur trans-impédance (de résistance de gain  $R = 5 \cdot 10^5\ \Omega$ ) convertit ce courant en une tension qui pourra ensuite être détectée par la détection synchrone (cf. paragraphe consacré 1.4). La tension lue à la détection synchrone  $V_{signal}$  est donc donnée par :

$$V_{signal} = R \times I \quad (1.14)$$

où  $I$  est le courant fourni par le détecteur et  $R$  la résistance de gain du pré-amplificateur. Le courant s'écrit donc

$$I = \frac{V_{signal}}{R} \text{ C} \cdot \text{s}^{-1} = \frac{V_{signal}}{R \times 1.6 \cdot 10^{-19}} \text{ (e}^-/\text{s)} \quad (1.15)$$

Le nombre d'électrons par seconde qui sont délivrés par le détecteur s'exprime donc ainsi :

$$N_{e^-/s} = \frac{V_{signal}}{R \times 1.6 \cdot 10^{-19}} \quad (1.16)$$

Ce qui nous donne le nombre de photons reçus par seconde :

$$N_{ph/s} = \frac{V_{signal}}{R \times 1.6 \cdot 10^{-19} \times q} \quad (1.17)$$

avec  $q$  le taux de conversion des photons en électrons (aussi appelé « efficacité quantique » —  $q \sim 0.5$  pour ce détecteur). On a ainsi la conversion de la tension lue à la détection synchrone en nombre de photons par seconde percutant la zone sensible du détecteur :

$$V_{signal} = R \times q \times 1.6 \cdot 10^{-19} \times N_{ph/s} = 4 \cdot 10^{-14} \times N_{ph/s} \quad (1.18)$$

Enfin, selon la constante de temps  $\tau$  que l'on aura choisie pour la détection synchrone, et donc pour la bande passante  $\Delta\nu$  choisie<sup>7</sup>, on peut anticiper le niveau de bruit que l'on aura :

$$Bruit = \frac{1}{D^*} \times \sqrt{Surface} \times \sqrt{\Delta\nu} \quad (1.19)$$

Aussi, si par exemple on choisit  $\tau = 100$  ms soit  $\Delta\nu = 10$  Hz, alors :

$$Bruit = \frac{1}{10^{11}} \times \sqrt{500 \times 500 \cdot 10^{-8}(\text{cm}^2)} \times \sqrt{10} = 15.8 \cdot 10^{-13} \text{ W} \quad (1.20)$$

Cela confirme donc que le détecteur est particulièrement sensible puisque le bruit est de l'ordre de quelques picowatts (pW). A noter que pour les mesures qui porteront sur le suivi de l'évolution temporelle du signal IR entre deux impulsions du laser UV, nous utiliserons toute la bande passante du détecteur, soit  $\Delta\nu = 150$  kHz. Le bruit pourra être réduit en moyennant les courbes sur un grand nombre de cycles.

### 1.3.2 La collection optique

La gamme de longueur d'onde du rayonnement thermique que nous cherchons à collecter s'étend donc de 7 à 12  $\mu\text{m}$ . Le verre n'étant pas transparent à ces longueurs d'onde, il n'est pas possible d'utiliser des optiques standard.

La collection du rayonnement infrarouge se fait donc par un objectif à miroir (de type Cassegrain inversé) dont les caractéristiques techniques sont les suivantes :

- Grandissement : x36
- Ouverture numérique : ON = 0.5
- Distance focale :  $f = 5.4$  mm

L'objectif de type Cassegrain inversé consiste à utiliser deux miroirs sphériques en or, l'un concave percé en son centre pour laisser passer les rayons, l'autre, plus petit et convexe, en regard de l'ouverture du premier miroir. Le tracé des rayons pour un usage de l'objectif en collection du rayonnement provenant de l'échantillon est donné en Fig. 1.10.

Le rayonnement infrarouge est ensuite focalisé sur la fenêtre sensible du détecteur à l'aide d'une lentille en ZnSe, parfaitement adaptée pour cette gamme de longueur d'onde. Sa distance focale de  $f = 100$  mm permet ainsi d'avoir un grandissement total de la voie de collection infrarouge :

---

7. La bande passante sera alors  $\Delta\nu = 1/\tau$ .

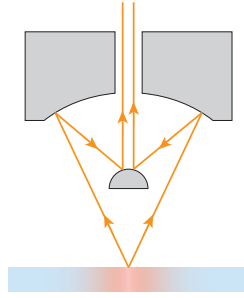


FIGURE 1.10 – Schéma de fonctionnement de l'objectif à miroirs de type Cassegrain inversé.

$$G_{voie\ IR} = \frac{f_{lentille}}{f_{objectif}} = \frac{100}{5.4} = 18.5 \quad (1.21)$$

Le champ de vue du détecteur sur l'échantillon  $\Delta x$  se calcule en rapportant la taille du « pixel de détection » (i.e. la zone sensible du détecteur de largeur  $l$ ) au grandissement de la voie de collection :

$$\Delta x = \frac{l}{G_{voie\ IR}} = \frac{500\ \mu\text{m}}{18.5} = 27\ \mu\text{m} \quad (1.22)$$

Dans la version initiale du montage, le grandissement n'était que de 3 ce qui laissait voir un large champ de vue par le détecteur ( $\Delta x = 160\ \mu\text{m}$ ). En choisissant un nouveau couple {objectif IR + lentille}, nous avons augmenté le grandissement et ainsi rétréci le champ de vue du détecteur sur l'échantillon autour du point chaud, ce qui permet d'optimiser le niveau de signal.

Enfin, nous avons placé une fenêtre en germanium en amont de la lentille. Cette fenêtre bloque les photons visibles et proche IR dont la longueur d'onde est inférieure à  $3\ \mu\text{m}$ , de sorte que combinée avec la réponse spectrale du détecteur MCT, nous détectons un signal dans une bande comprise entre 7 et  $12\ \mu\text{m}$  (comme cela a pu être vérifié à l'aide d'un spectromètre à transformée de Fourier [128]). Cette fenêtre est nécessaire car nous avons remarqué qu'un signal provenant directement du laser UV pollueait le signal IR détecté en ajoutant un pic au moment de l'impulsion laser. Ce signal n'étant pas visible, nous avons supposé que ce pouvait être une trace de proche infrarouge, à  $\lambda = 1064\ \text{nm}$ , car le laser UV est un laser Nd :YAG quadruplé. En sortie de laser, on peut donc trouver du signal à 1064, 512, et 266 nm. En théorie le laser filtre les deux premières longueurs d'onde et ne laisse passer que le signal à 266 nm. Toutefois, il nous semble probable qu'une petite partie du signal à 1064 nm ne fuie du laser, passe au travers de la fibre de verre qui n'absorbe que peu cette longueur d'onde et soit finalement détectée. Une fois la fenêtre en germanium en place, nous n'observons plus ce signal parasite.

### 1.3.3 Les translations motorisées

Nous avons souhaité ajouter une option supplémentaire à notre système de collection par rapport au montage TRSTM. En effet, nous avons vu (§ 1.2.2) que le balayage de l'échantillon dans son plan revient à balayer la source d'excitation UV sur l'échantillon. Inversement, nous souhaitions pouvoir garder l'excitation UV toujours au même endroit et l'échantillon fixe, mais balayer cette fois la zone de détection infrarouge en utilisant le détecteur IR comme un pixel mobile dans le plan de l'image. Nous pouvons ainsi faire de l'imagerie thermique standard à balayage en imageant point par point une scène fixe. Pour

cela, il faut déplacer le détecteur dans son plan image, c'est à dire le déplacer dans le plan vertical (XZ). Pour ce faire, nous avons fixé le détecteur à deux translations motorisées *Zaber* placées perpendiculairement l'une de l'autre. Ces translations permettent de balayer dans les deux directions, ont toutes les deux une course de 25 mm, et le tout est placé sur un ensemble de platines de déplacements XYZ à vis micrométriques pour permettre l'alignement de toute la voie. Pour finir, nous avons interfacé les moteurs de sorte que le balayage soit synchronisé avec l'acquisition du signal par la détection synchrone.

## 1.4 L'acquisition des signaux

Comme nous venons de le voir, le détecteur produit un courant qui, après le pré-amplificateur, donne une tension. Cette tension est proportionnelle au nombre de photons compris dans la gamme spectrale du détecteur frappant la zone sensible chaque seconde (cf. éq. 1.18). Cependant, la gamme spectrale de sensibilité du détecteur correspond — on l'a vu — aux longueurs d'ondes caractéristiques de l'émission thermique de corps à température ambiante. Aussi, le détecteur ne perçoit pas uniquement le signal d'émission thermique provenant de la fibre chauffée, mais il « voit » également tous les objets de la pièce qui rayonnent dans sa gamme de détection. Par ailleurs, on peut raisonnablement supposer que l'élévation de température provoquée par une impulsion laser d'une nanoseconde à une cadence maximale de 1 kHz dans une fibre micrométrique sera relativement faible en comparaison à l'ensemble de la scène qui se trouve à température ambiante. Il faut donc trouver un moyen de ne sélectionner que le signal qui nous intéresse. Or pour extraire un faible signal noyé dans du bruit, une méthode tout à fait appropriée consiste à utiliser une détection synchrone (*Lock-in amplifier* en anglais). Le signal d'intérêt doit être modulé à une fréquence fixe, puis il est éventuellement amplifié et enfin ce signal est extrait de la majorité du bruit en « démodulant » à la fréquence de modulation  $f_0$ . Cette démodulation se fait en multipliant ce signal modulé avec un signal sinusoïdal de référence de même fréquence. Ce produit contient une composante continue<sup>8</sup> qui est isolée grâce à un filtre passe-bas de bande passante réglable  $\Delta\nu = 1/\tau$ . Il est ainsi possible d'extraire l'amplitude d'un signal, même faible, noyé dans un bruit puisque le bruit qui ne se trouve pas dans la bande spectrale du signal sera rejeté par le filtre passe-bas.

Nous détaillons ici les éléments utilisés dans notre montage pour extraire le signal digne d'intérêt du bruit ambiant.

### 1.4.1 La synchronisation avec le laser

Pour parvenir à extraire notre signal du bruit, il faut donc avoir un signal modulé à une fréquence connue. Dans notre cas, le signal est déjà modulé puisque le chauffage de la fibre de verre par le laser UV se fait grâce à des impulsions périodiques à une cadence donnée par la fréquence de répétition du laser  $f_0$  qui vaut au maximum 1 kHz. Ainsi le signal d'émission thermique est déjà modulé, il suffit donc de synchroniser la détection avec cette fréquence de répétition.

Le laser UV que nous utilisons offre la possibilité de récupérer à sa sortie un signal de synchronisation à la fréquence  $f_0$  des impulsions laser. C'est ce que nous avons utilisé de prime abord pour synchroniser facilement la détection synchrone. Cependant, cette synchronisation ne fonctionnait plus lorsque l'on descendait la fréquence du laser en dessous

---

8. Car le produit de deux sinusoïdes de même fréquence  $f_0$  donne deux composantes, l'une continue à  $f = 0$ , l'autre à  $f = 2f_0$ .

de 400 Hz, car en dessous de cette valeur, le signal de synchronisation produit par l'électronique de commande du laser devenait de trop faible amplitude pour que la détection synchrone ne le détecte (notre détection synchrone requiert en effet un signal de synchronisation dont l'amplitude est d'au moins 100 mV ce qui peut en effet s'avérer limitant). Nous avons donc choisi de faire une synchronisation « optique » basée sur l'emploi d'une photodiode rapide qui prélève une partie du faisceau laser incident. Comme on peut le voir sur la Fig. 1.2 en début de chapitre, une partie du faisceau UV est déviée par réflexion sur une lame en quartz. Le quartz est transparent dans l'UV, cependant, lorsque la lame de quartz est inclinée, une partie faible mais suffisante du faisceau incident est réfléchi<sup>9</sup>. Elle est ensuite focalisée via une lentille sur l'élément sensible de la photo-diode. Le signal émis par la photo-diode est enfin envoyé sur une entrée de trigger externe sur la détection synchrone. Avec ce système, on parvient à synchroniser la détection synchrone quelle que soit la fréquence du laser.

### 1.4.2 La détection synchrone ultra-rapide

La détection synchrone que nous utilisons est le modèle UHFLI de *Zurich Instruments*. Elle est très performante (en terme de bande passante) et possède des modes de fonctionnement particulièrement utiles dans le cadre de notre projet. Nous allons maintenant détailler les fonctions que nous avons utilisées dans nos expériences.

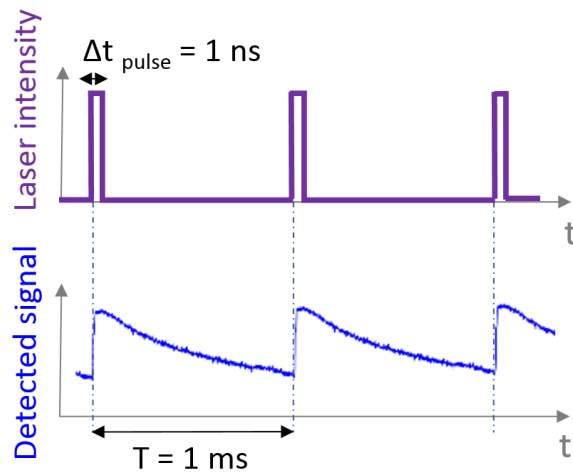
#### Le mode PWA pour l'analyse temporelle du signal

Notre détection synchrone est une détection synchrone numérique ultra-rapide. Il s'agit du modèle UHFLI de *Zurich Instruments*. Sa bande passante de 600 MHz, bien supérieure aux autres modèles habituellement proposés, permet d'étudier des signaux avec une très bonne dynamique. Cette spécificité est particulièrement intéressante si l'on souhaite étudier des phénomènes transitoires. Dans notre cas, nous souhaitons observer l'évolution au cours du temps du rayonnement thermique produit par une fibre chauffée de manière impulsionnelle. Notre détection synchrone le permet, grâce à sa bonne dynamique et à un mode de fonctionnement appelé PWA pour l'anglais *Periodic Wavefront Analyser*. Le mode PWA fonctionne à l'image d'un oscilloscope à mémoire : l'évolution du signal entre deux impulsions est représentée, puis moyennée sur un grand nombre de périodes (cf. Fig. 1.11). Il est ainsi possible d'avoir une idée de la réponse du système à une impulsion de chaleur. On verra que ce genre de courbe présente rapidement un maximum puis décline progressivement jusqu'à l'impulsion suivante. Par analogie avec le domaine de la fluorescence, on parlera de « courbes de déclin » pour désigner ces courbes qui ne sont pourtant pas strictement monotones.

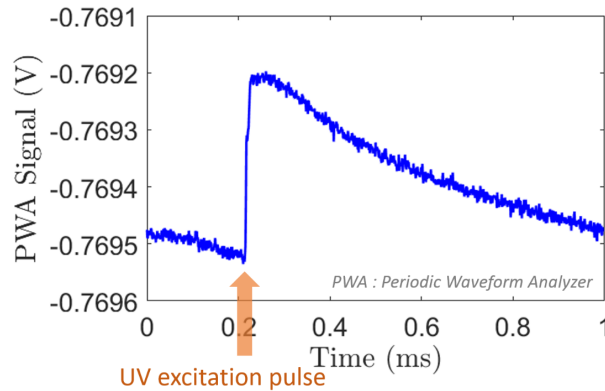
Si l'on utilise la détection synchrone dans le mode de démodulation habituel tel que décrit précédemment, il faut en pratique que la constante de temps soit choisie de sorte qu'elle soit bien plus grande que l'inverse de la fréquence de répétition du laser (condition requise pour la démodulation). Par exemple, pour une fréquence laser  $f_0 = 1$  kHz, nous fixons typiquement la constante de temps de la détection synchrone à  $\tau = 100$  ms. Aussi, la valeur qu'elle affiche correspond à l'intégrale sur un grand nombre de périodes, donc sur un grand nombre de courbes de déclin. Le signal démodulé est alors simplement une valeur moyenne de l'amplitude du signal. On comprend donc que l'information qu'offrent les courbes de

---

9. Pour une lame inclinée à 45° déviant une partie du faisceau à angle droit, nous avons pu mesurer que la portion de signal prélevée était de l'ordre de 10% du signal incident.



(a) Illustration du principe du mode PWA : l'appareil enregistre la courbe d'évolution du signal thermique après chaque impulsion laser. (NB : les impulsions ne sont pas à l'échelle)



(b) Exemple de courbe PWA telle qu'affichée par le système. La courbe est le résultat d'un moyennage des courbes de déclin sur un grand nombre de périodes. On peut observer que l'impulsion laser ne coïncide pas avec le début de la fenêtre de tracé. En pratique, il faudra donc recalculer les courbes en post-traitement pour placer l'impulsion laser en tout début de fenêtre.

FIGURE 1.11 – Illustration et exemple du mode PWA pour l'étude de la dynamique.

déclin par le mode PWA est très riche par rapport à la simple valeur du signal démodulé, en particulier pour ce qui concerne l'étude de phénomènes transitoires.

### Le mode BOXCAR pour l'étude aux temps courts et la super-résolution

La détection synchrone UHFLI de *Zurich Instruments* possède également une option particulièrement intéressante, il s'agit d'une option nommée « BOXCAR ». Ce mode BOXCAR permet de n'intégrer que sur une fenêtre temporelle définie par l'utilisateur. Nous avons utilisé ce mode BOXCAR en particulier pour faire de l'imagerie thermique : en fenêtrant finement le signal, et en faisant des images en décalant à chaque fois la fenêtre temporelle par rapport à l'impulsion du laser UV, on parvient à faire une sélection temporelle et

mettre ainsi en évidence la propagation de la chaleur dans l'épaisseur de la fibre, comme on le verra dans le § 3.3. C'est également ce mode que l'on utilise pour faire de l'imagerie super-résolue, en faisant une fenêtre étroite immédiatement après l'impulsion de chaleur, pour sélectionner le signal provenant d'une zone étroite autour du spot de chaleur, avant que la tache de chaleur ne s'étale dans le matériau (on y reviendra plus en détail dans le § 2.2.2).

Dans la Fig. 1.12, nous avons représenté une courbe de déclin typique observée suite à une impulsion de chaleur (ici l'impulsion est en tout début de fenêtre). Nous avons illustré en vert le choix d'une fenêtre BOXCAR placée immédiatement après l'impulsion UV et de durée  $\Delta t_{box} \sim 100 \mu s$ . Nous avons parfois observé des offsets dans le tracé des courbes de déclin. Pour s'affranchir de tels offsets, il est possible de soustraire à la valeur BOXCAR la valeur du signal intégré dans une fenêtre dite de « ligne de base » (en jaune sur la figure), dont la position est également définie par l'utilisateur mais dont la durée, elle, est égale à  $\Delta t_{box}$ .

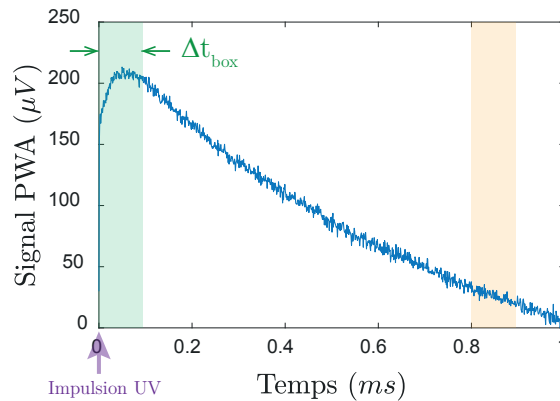


FIGURE 1.12 – Principe du fenêtrage temporel avec le mode BOXCAR. La fenêtre de sélection (ici en vert) est choisie après l'impulsion laser (qui a lieu en tout début de fenêtre ici) et sa durée  $\Delta t_{box}$  est définie par l'utilisateur. Il est possible de lui soustraire comme ligne de base l'intégration du signal pendant une fenêtre de même durée dont la position est définie par l'utilisateur (ici, fenêtre en jaune qui débute  $800 \mu s$  après l'impulsion UV).

## 1.5 La procédure d'alignement optique

L'alignement optique du montage décrit en Fig. 1.2 consiste à positionner l'image du spot d'excitation UV — le point chaud — au centre de la zone de sensibilité du détecteur afin de conjuguer la zone chauffée de l'échantillon avec la zone de sensibilité du détecteur. Comme nous travaillons avec deux longueurs d'onde non visibles, il faut trouver des astuces pour parvenir à aligner le système sans trop de difficulté.

- L'alignement de la voie de collection dans l'infrarouge se fait grâce à une diode laser rouge ( $\lambda = 660 \text{ nm}$ ) positionnée au sommet du microscope et qui, après réflexion sur la surface d'un échantillon plan, suit le même chemin optique que l'émission thermique jusqu'au détecteur. Ce laser rouge crée donc un point visible et centré sur l'échantillon qui permet d'aligner grossièrement les optiques infrarouge et le détecteur. Ce dernier étant légèrement sensible dans le visible, il est possible de centrer le détecteur sur le

laser rouge d'alignement à l'aide de vis micrométriques.

- Une fois cet alignement effectué dans le visible, il faut évidemment l'affiner avec un signal d'émission thermique. L'idéal consiste alors à utiliser une source ponctuelle émettant dans l'infrarouge moyen, dans ce cas, un point chaud. Pour produire un point chaud localisé, le plus simple est de chauffer localement une fibre de verre via le laser UV. Cela suppose que la voie d'excitation UV a bien été alignée au préalable.
- L'alignement de la voie d'excitation UV se fait en amenant le point de chauffe au centre de la zone vue par le détecteur. Pour visualiser le laser UV, nous exploitons la fluorescence de certains matériaux lorsqu'ils sont soumis à ces courtes longueurs d'onde, comme par exemple le papier ou, dans une moindre mesure, le verre. Ainsi il est possible de visualiser grâce à la fluorescence l'endroit d'impact du laser UV sur l'échantillon à base de verre. Lorsque le spot UV est bien superposé au spot du laser rouge d'alignement qui repère le centre du champ de vue, alors on sait que le point chaud se trouve lui aussi au centre du champ de vue.
- En chauffant une fibre de verre, on obtient ainsi un point chaud localisé qui permet, pour finir, d'ajuster l'alignement de la voie de collection. Il faut en particulier veiller à la distance focale de la lentille ZnSe qui varie d'1 cm entre l'alignement dans le visible et l'alignement dans l'infrarouge moyen.

Notons qu'il est nécessaire d'effectuer cet alignement après chaque modification du système. Toutefois, au quotidien, il suffira simplement d'optimiser le niveau de signal reçu en modifiant légèrement la position du détecteur, le reste des optiques restant inchangées. La voie d'excitation, en particulier, est suffisamment stable dans le temps pour que l'on n'aie pas besoin d'ajuster cet alignement.

## Chapitre 2

# Caractérisation du dispositif expérimental de thermographie infrarouge super-résolue

Dans le chapitre précédent, nous venons de décrire les différents éléments constituant le système de thermographie infrarouge que nous avons développé. Dans ce chapitre, nous allons maintenant caractériser quelques éléments essentiels de ce dispositif.

### 2.1 Détermination expérimentale du diamètre du spot d'excitation UV

Comme nous l'avons vu plus haut, notre système requiert de focaliser le faisceau laser UV pour créer un point chaud très local sur la fibre de verre. On verra plus loin que cette extrême focalisation du faisceau d'excitation UV sur notre échantillon est un élément clé pour offrir une bonne résolution spatiale à nos images infrarouges. Autrement dit, l'extension spatiale de la tache (ou spot) d'excitation UV sur l'échantillon est déterminante et doit être la plus petite possible pour parvenir à des images infrarouges super-résolues. Il est donc nécessaire de procéder à une mesure du diamètre du faisceau UV au niveau de l'échantillon afin de connaître la meilleure résolution accessible.

L'échantillon en verre est placé dans le plan focal de l'objectif de microscope UV servant à focaliser le faisceau laser UV. En faisant l'approximation d'un faisceau gaussien, connaître la taille du spot d'excitation sur l'échantillon revient donc à connaître le diamètre minimal du faisceau en sortie d'objectif : en anglais on parle de *waist*, que l'on note  $w_0$ , pour désigner la demi-largeur du faisceau dans le plan focal, cf. Fig. 2.1.

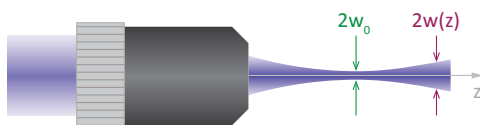


FIGURE 2.1 – Représentation schématique de la focalisation d'un faisceau par un objectif de microscope dans l'approximation gaussienne. La demi-largeur dans le plan de focalisation est appelée usuellement *waist* et se note  $w_0$ .

Pour mesurer le diamètre d'un faisceau gaussien  $2w(z)$ , on utilise souvent la méthode dite du « couteau ». C'est cette méthode que nous avons utilisée et que nous présentons ici.

**Méthode du couteau** La méthode du couteau consiste à enregistrer la puissance totale du faisceau laser lorsqu'une lame (qui donne le nom à la méthode) passe au travers de ce faisceau en étant translattée par une platine de déplacement bien calibrée (cf. Fig. 2.2). La puissance totale est enregistrée à l'aide d'un puissance-mètre.

Supposons un faisceau se propageant dans la direction  $z$ . Dans le cas d'un profil elliptique, on considérera un comportement gaussien dans chacune des directions prises indépendamment, avec des demi-largeurs  $w_x$  et  $w_y$ , ce qui s'exprime :

$$I(x, y) = I_0 e^{-\frac{2x^2}{w_x^2}} e^{-\frac{2y^2}{w_y^2}} \quad (2.1)$$

où  $I_0$  correspond à l'intensité maximale au centre du faisceau et  $w_x, w_y$  sont les dimensions caractéristiques<sup>1</sup> du faisceau selon les directions  $x$  ou  $y$ .

La puissance totale du faisceau s'écrit par une intégrale sur les deux directions  $x$  et  $y$  :

$$P_{totale} = I_0 \int_{-\infty}^{\infty} e^{-\frac{2x^2}{w_x^2}} dx \int_{-\infty}^{\infty} e^{-\frac{2y^2}{w_y^2}} dy \quad (2.2)$$

Soit

$$P_{totale} = I_0 \frac{\pi}{2} w_x w_y \quad (2.3)$$

Si maintenant, une lame de couteau se déplaçant dans la direction  $x$  intersecte une partie du faisceau, alors la puissance transmise enregistrée correspond à la puissance totale (sans lame) amputée de l'intégrale du faisceau gaussien entre  $-\infty$  et la position  $x_{lame}$  de la lame :

$$P(x_{lame}) = P_{totale} - I_0 \int_{-\infty}^{x_{lame}} e^{-\frac{2x^2}{w_x^2}} dx \int_{-\infty}^{\infty} e^{-\frac{2y^2}{w_y^2}} dy \quad (2.4)$$

Soit

$$P(x_{lame}) = P_{totale} - I_0 \int_{-\infty}^{x_{lame}} e^{-\frac{2x^2}{w_x^2}} dx \int_{-\infty}^{\infty} e^{-\frac{2y^2}{w_y^2}} dy \quad (2.5)$$

$$= P_{totale} - I_0 \sqrt{\frac{\pi}{2}} w_y \int_{-\infty}^{x_{lame}} e^{-\frac{2x^2}{w_x^2}} dx \quad (2.6)$$

$$= P_{totale} - I_0 \sqrt{\frac{\pi}{2}} w_y \left[ \int_{-\infty}^0 e^{-\frac{2x^2}{w_x^2}} dx + \int_0^{x_{lame}} e^{-\frac{2x^2}{w_x^2}} dx \right] \quad (2.7)$$

$$= P_{totale} - I_0 \sqrt{\frac{\pi}{2}} w_y \left[ \sqrt{\frac{\pi}{8}} w_x + \int_0^{x_{lame}} e^{-\frac{2x^2}{w_x^2}} dx \right] \quad (2.8)$$

$$= P_{totale} - I_0 \sqrt{\frac{\pi}{2}} \sqrt{\frac{\pi}{8}} w_y w_x - I_0 \sqrt{\frac{\pi}{2}} w_y \int_0^{x_{lame}} e^{-\frac{2x^2}{w_x^2}} dx \quad (2.9)$$

$$= I_0 \frac{\pi}{2} w_x w_y - I_0 \frac{\pi}{4} w_y w_x - I_0 \sqrt{\frac{\pi}{2}} w_y \int_0^{x_{lame}} e^{-\frac{2x^2}{w_x^2}} dx \quad (2.10)$$

$$= \frac{P_{totale}}{2} - I_0 \sqrt{\frac{\pi}{2}} w_y \int_0^{x_{lame}} e^{-\frac{2x^2}{w_x^2}} dx \quad (2.11)$$

---

1. Pour être plus précis,  $w_x$  et  $w_y$  désignent la *demi-largeur du faisceau* selon les deux directions, ce qui correspond à la distance au centre de l'axe du faisceau pour laquelle l'intensité du champ est multipliée par  $1/e^2$ .

Posons le changement de variable suivant :

$$u^2 = \frac{2x^2}{w_x^2}$$

soit  $u = \frac{\sqrt{2}x}{w_x}$  et donc  $dx = \frac{w_x}{\sqrt{2}} du$

On a alors

$$P(x_{lame}) = \frac{P_{totale}}{2} - I_0 \sqrt{\frac{\pi}{2}} w_y \int_0^{\frac{\sqrt{2}x_{lame}}{w_x}} e^{-u^2} \frac{w_x}{\sqrt{2}} du \quad (2.12)$$

$$= \frac{P_{totale}}{2} - I_0 \frac{\pi}{4} w_x w_y \times \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^{\frac{\sqrt{2}x_{lame}}{w_x}} e^{-u^2} du \quad (2.13)$$

On reconnaît ici la *fonction erreur* qui se définit comme suit

$$\text{erf}(x) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^x e^{-t^2} dt \quad (2.14)$$

On peut donc écrire

$$P(x_{lame}) = \frac{P_{totale}}{2} \left[ 1 - \text{erf} \left( \frac{\sqrt{2}x_{lame}}{w_x} \right) \right] \quad (2.15)$$

Pour connaître la largeur de faisceau  $w_x$ , il suffit d'effectuer expérimentalement la mesure de la puissance transmise en fonction de la position  $x_{lame}$  de la lame, puis d'ajuster la courbe obtenue avec l'équation 2.15.

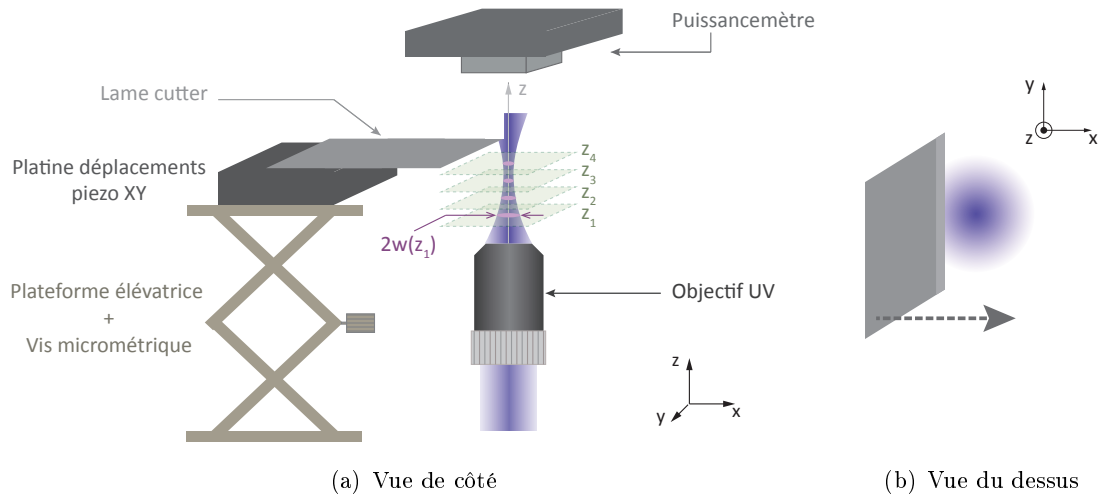


FIGURE 2.2 – Représentation schématique de la mesure de la largeur du faisceau UV par la méthode du couteau. On a matérialisé les différents plans de coupe  $z_i$  sur lesquels on peut faire une mesure de diamètre  $w(z_i)$ .

Pour mesurer la largeur minimale de notre faisceau, nous avons placé une lame de cutter sur le module piezo-électrique qui nous sert de porte-échantillon. Nous avons ainsi pu translater la lame dans le faisceau UV et ce, pour différents plans de section selon  $z$  grâce à une platine d'élévation avec vis micrométrique (cf. Fig 2.2(a)). Dans notre cas, la translation

de la lame se faisait en sens inverse (selon les  $x$  décroissants) et ainsi la lame découvrait progressivement le faisceau. Nous avons donc fait un ajustement avec la fonction :

$$P(x_{lame}) = a \cdot [1 + \operatorname{erf}(b \cdot x_{lame})] \quad (2.16)$$

Il suffit ensuite de déterminer le coefficient  $b$  puisque :

$$w_x = \frac{\sqrt{2}}{b} \quad (2.17)$$

En répétant l'opération dans différents plans  $z$  de part et d'autre du plan focal, on obtient différentes largeurs de faisceau  $w_x(z)$  pour tous ces plans  $z$  et on parvient ainsi à déterminer la largeur de faisceau minimum  $w_0$  qui correspond à celle prise dans le plan focal.

En figure 2.3 on illustre un exemple de mesure dans un plan donné et dans la figure 2.4, on représente les différentes mesures de largeur de faisceau  $w(z)$  pour différents plans  $z$ . On observe que cette courbe présente un minimum qui est le *waist* recherché. Le diamètre du spot formé sur l'échantillon en verre placé dans le plan focal de l'objectif par le laser UV sera donc le double de ce *waist*, soit ici :

$$\varnothing_{spot} \simeq 2 \mu\text{m}$$

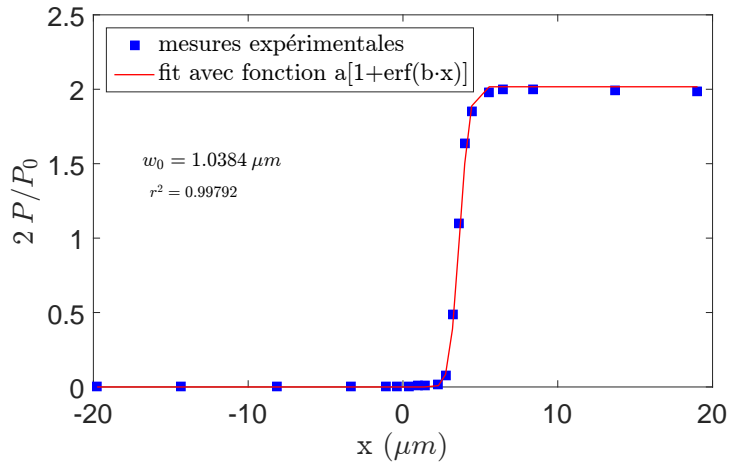


FIGURE 2.3 – Exemple de mesure à l'aide de la méthode du couteau de la largeur du faisceau UV dans un plan  $z$  donné. Les points bleus correspondent aux mesures expérimentales tandis que la courbe rouge représente le fit avec la fonction 2.16. Les mesures expérimentales ont été ramenées à 0 ( $P = P_{max} - P_{min}$ ) et normalisées ( $P_0 = \max(P_{max} - P_{min})$ ). Dans cet exemple, on trouve une largeur de faisceau de  $1.04 \mu\text{m}$  soit un diamètre de faisceau de  $2.08 \mu\text{m}$ .

Compte tenu du filtrage spatial réalisé sur le faisceau comme mentionné précédemment, nous avons observé que le faisceau présente en bonne approximation une symétrie circulaire  $w_x \approx w_y$  de sorte que la recherche systématique du minimum de largeur de faisceau a été effectuée uniquement pour une direction de déplacement de la lame.

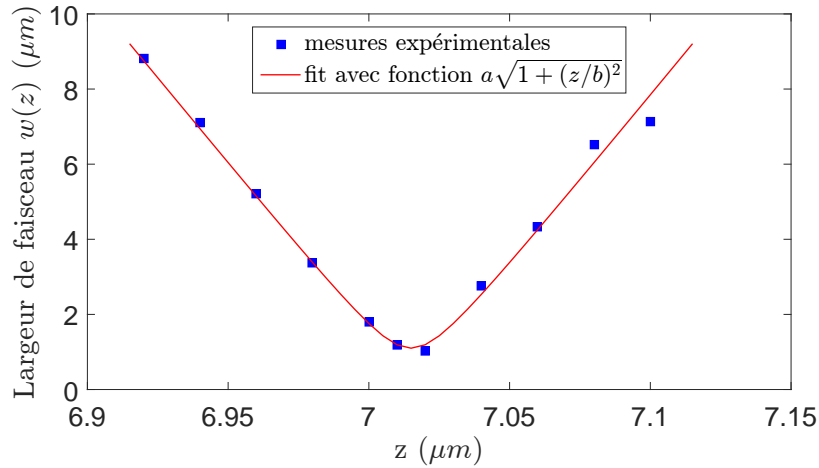


FIGURE 2.4 – Mesures de la largeur du faisceau  $w_0$  calculées par la méthode du couteau dans différents plans  $z$ . L’ajustement avec la courbe d’un profil gaussien donne une largeur de faisceau au niveau du plan focal de  $w_0 = 1.1 \mu\text{m}$ .

## 2.2 De la résolution temporelle à la super-résolution spatiale

### 2.2.1 Résolution temporelle et dynamique de déclin

Comme on a pu le voir en partie 1.4, la détection synchrone UHFLI de *Zurich Instruments* que nous utilisons permet non seulement d’obtenir la valeur du signal démodulé à la fréquence de synchronisation, mais également d’obtenir l’allure temporelle du signal sur une période, et ce moyenné sur un grand nombre de cycles. Dans notre cas, cela revient à observer l’évolution temporelle de l’émission thermique en réponse à une impulsion de chaleur. Pour être pertinente, l’information temporelle nécessite évidemment d’être suffisamment résolue. Notre détection synchrone a la particularité d’être *ultra-rapide*, c’est-à-dire que sa bande passante très élevée (600 MHz comparativement aux détections synchrones « usuelles » pour lesquelles la bande passante est de l’ordre de quelques centaines de kHz) offre une résolution temporelle théorique très bonne, inférieure à 2 ns. Cependant, ce n’est pas la détection synchrone qui est limitante dans notre montage, mais le temps de réponse du détecteur infrarouge dont la bande passante est de 150 kHz, ce qui correspond à une résolution temporelle limitée à 7 μs au mieux. Ceci reste toutefois largement suffisant pour observer la réponse à une impulsion laser à l’échelle d’une période dont la durée varie entre une et quelques millisecondes (l’inverse de la fréquence de répétition des impulsions du laser UV). En revanche, l’impulsion laser de durée 1 ns ne sera pas bien résolue.

### 2.2.2 Lien entre résolution temporelle et résolution spatiale ou la clé de la super-résolution infrarouge

Avec notre dispositif expérimental, nous observons donc des phénomènes de transport thermique avec une résolution temporelle de l’ordre de 7 μs. Nous observons en particulier la réponse à une impulsion de chaleur engendrée par l’absorption d’une impulsion laser d’une nanoseconde dans l’ultraviolet. Dans un premier temps, cette impulsion de chaleur est locale au sens où l’élévation de température au sein de la fibre n’a lieu qu’à l’endroit où le laser a frappé la fibre — le « spot » d’excitation. Mais immédiatement après, la chaleur va naturellement diffuser au sein de la fibre par conduction thermique. Or dans les processus

de diffusion, il y a un rapport direct entre la durée de diffusion et la longueur sur laquelle cette diffusion se produit. Dans le cas de la diffusion thermique, ce lien est donné par la diffusivité thermique  $D$ . Cette diffusivité thermique caractérise la capacité d'un matériau à transmettre la chaleur au sein de ce matériau. C'est en effet ce paramètre qui entre en jeu dans l'équation de la chaleur 2.18.

$$\frac{\partial T}{\partial t} = D \nabla^2 T \quad (2.18)$$

La diffusivité est un paramètre intensif du matériau qui compare la capacité du matériau à conduire la chaleur à sa capacité à accumuler de la chaleur. Ce rapport est particulièrement mis en lumière dans la formulation 2.19.

$$D = \frac{\lambda}{\rho c_m} \quad (2.19)$$

où  $\lambda$  est la conductivité thermique du matériau (en  $\text{W m}^{-1}\text{K}^{-1}$ ),  $c_m$  la capacité thermique massique du matériau (en  $\text{J kg}^{-1}\text{K}^{-1}$ ) et  $\rho$  sa masse volumique (en  $\text{kg m}^{-3}$ ).

Cette diffusivité thermique relie la durée caractéristique  $\tau$  que met la chaleur pour parcourir une distance caractéristique  $L$  dans un matériau de diffusivité  $D$  :

$$D = \frac{L^2}{4\tau} \quad (2.20)$$

Cette relation inhérente au phénomène de conduction thermique permet ainsi de relier immédiatement le temps de propagation de la chaleur à la distance parcourue par cette chaleur dans le matériau. En d'autres termes, la connaissance de la dynamique temporelle de l'émission thermique (et donc de la température) permet de nous renseigner sur l'expansion spatiale de la chaleur au sein de l'échantillon. Si l'on regarde les phénomènes aux temps longs après l'impulsion laser, la chaleur aura largement diffusé dans le matériau et occupera un large espace. Au contraire, si l'on regarde aux temps courts après l'impulsion laser, la chaleur restera concentrée autour du spot d'excitation. De fait, si l'on restreint l'acquisition du signal thermiquement émis aux temps brefs suivant l'impulsion de chauffe, alors on a la certitude que le signal d'émission thermique provient directement de la zone d'excitation, la tache de chaleur n'ayant pas encore eu le temps de s'étendre au sein du matériau.

Un tel fenêtrage temporel est possible grâce à la fonction BOXCAR de notre détection synchrone. Nous pouvons ainsi enregistrer exclusivement le signal immédiatement après l'impulsion de chauffe, et attribuer ce signal à une émission thermique provenant de la zone du spot d'excitation. Or, en chauffant l'échantillon via un laser ultraviolet focalisé, on parvient à limiter l'extension spatiale du spot d'excitation à un ou quelques microns seulement, la limite de diffraction des ultraviolet permettant en effet de focaliser le laser sur une surface très petite en raison de leur courte longueur d'onde (cf. paragraphe 2.1). Ainsi, en balayant l'échantillon dans ce spot et en enregistrant point par point le signal émis exclusivement dans les premiers temps suivant l'excitation, on crée un système d'imagerie thermique dont la résolution spatiale est donnée par la taille du spot de chauffe. Dans notre cas, le spot de chauffe a une dimension typique de  $2 \mu\text{m}$  ce qui offre une résolution spatiale bien meilleure que ce que donne la limite de diffraction dans l'infrarouge moyen de la thermographie IR standard<sup>2</sup>. C'est donc en combinant une excitation dans l'UV bien focalisée et une méthode d'imagerie dans l'infrarouge moyen que l'on parvient à une technique de thermographie super-résolue dans l'infrarouge. A notre connaissance, cette

---

2. En effet, si l'on souhaite imager thermiquement l'une de nos fibres de verre de manière standard, on

méthode est unique et présente un potentiel d'applications important ce qui nous a conduit à la faire breveter (réf. FR1663273).

### 2.2.3 Configurations optimales pour l'étude de la super-résolution infrarouge

En théorie, notre système permet donc de faire de la thermographie infrarouge super-résolue. Cependant, dans le cadre de notre étude de fibres de verre, nous avons toujours travaillé dans une géométrie dite *en transmission* qui consiste à exciter la fibre par le dessous avec le laser UV et à détecter le rayonnement thermique par le dessus (cf. Fig.2.5(a)). Cette configuration permet effectivement d'obtenir un gain significatif en résolution spatiale comparativement à une imagerie par thermographie classique comme on le verra dans le § 3.1.1. Toutefois, cette configuration *en transmission* n'est pas la plus appropriée pour démontrer la super-résolution dans la mesure où le spot de chaleur doit d'abord diffuser dans l'épaisseur de la fibre de verre avant de produire un rayonnement thermique sur la face supérieure. En diffusant dans la fibre, le spot va de fait s'étendre et ne permet pas de mettre en évidence de façon idéale la super-résolution. Pour ce faire, il faudrait que l'excitation UV et la collection IR se fassent du même côté de l'échantillon. Deux possibilités s'offrent alors pour que l'excitation UV et la collection du rayonnement thermique IR se fassent dans le même demi-espace :

- incliner l'échantillon à 45°, et l'exciter par un faisceau UV horizontal, la collection se faisant toujours verticalement par le dessus de l'échantillon (cf. Fig.2.5(b)) ;
- garder l'échantillon horizontal mais venir l'exciter verticalement par le dessus avec le laser UV, la collection se faisant là encore verticalement et par le dessus de l'échantillon (cf. Fig.2.5(c)) ;

Ainsi, nous n'exploitons donc pas (encore!) les possibilités ultimes de résolution spatiale de cette méthode, mais cette optimisation est d'ores et déjà envisagée pour l'avenir de ce dispositif expérimental.

## 2.3 Caractérisation du champ de détection

Lorsque tout le système optique est aligné (cf. § 1.5), la zone d'excitation (zone chauffée par le laser UV) est bien au centre de la zone de détection du détecteur infrarouge. Cependant, sera soumis à la limite de diffraction ; dans notre cas, elle serait de :

$$\Delta x = \frac{1.22 \lambda}{2 \text{O.N.}} \simeq \frac{1.22 \times 10 \cdot 10^{-6}}{2 \times 0.5} \simeq 12.2 \mu\text{m} \quad (2.21)$$

où O.N. est l'ouverture numérique de l'objectif de collection. La longueur d'onde de collection étant comprise entre 7 et 12 microns, on a donc considéré une longueur d'onde typique  $\lambda \sim 10 \mu\text{m}$ . Si, comme nous le montrerons plus loin (§ 3.1.1), nous chauffons une fibre en son centre et faisons l'image thermique de cette fibre en déplaçant le détecteur infrarouge dans son plan vertical XZ à l'aide des deux translations motorisées, nous obtenons alors une image par thermographie point par point standard. Pourtant, la résolution spatiale de cette image sera pire que ce qui est attendu par la limite de diffraction car, dans ce cas, la résolution est limitée par le dispositif expérimental lui même : c'est la taille du pixel de détection balayé sur l'échantillon qui sera la limite réelle de résolution spatiale. Le détecteur mono-canal est un pixel de 500  $\mu\text{m}$  de côté qui, rapporté sur notre échantillon, a la dimension  $L_{px}$  suivante :

$$L_{px}^{echantillon} = \frac{L_{px}^{decteur}}{G} = \frac{500 \mu\text{m}}{18.5} = 27 \mu\text{m} \quad (2.22)$$

où  $G$  est le grandissement de notre système. Aussi le plus petit détail qu'il sera possible d'observer en balayant le détecteur sera de l'ordre de ces 27  $\mu\text{m}$ .

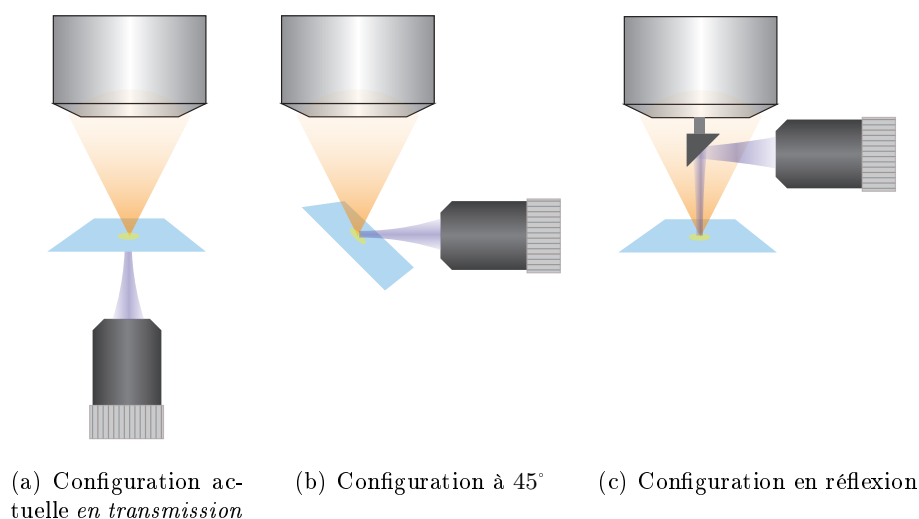


FIGURE 2.5 – Configurations actuelle et alternatives de l’excitation UV et de la collection IR pour parvenir à la résolution ultime du dispositif.

nous avons la possibilité de balayer le détecteur dans son plan vertical ce qui revient à effectuer un balayage de la zone de détection dans le plan objet (cf. Fig. 1.2). Or la voie de collection infrarouge est assez longue et les dimensions de la lentille ZnSe, bien que choisies pour être suffisamment grandes, s’avèrent finalement être un facteur limitant en cas de balayage du détecteur. En effet, lorsque le détecteur est trop décalé par rapport à l’axe optique lors d’un balayage, il se peut que les rayons lumineux qui proviennent de la surface de l’échantillon ne passent plus par la lentille et ne soient donc plus focalisés au centre du détecteur infrarouge. Pour mettre en évidence ceci, nous avons effectué un large balayage du détecteur dans son plan XZ de sorte que la zone balayée sur l’échantillon soit un carré de  $300\ \mu\text{m}$  de côté, ce qui correspond à un balayage dans le plan du détecteur de plus de 5 mm dans chaque direction. Pour cette caractérisation, nous avons souhaité produire un échantillon plan chauffé uniformément et émettant de façon homogène dans la zone balayée par le détecteur. Nous avons donc utilisé en guise d’échantillon une lamelle de verre placée sur un support chauffant formé d’une résistance plate de 10mm x 10mm alimentée par une tension fixe continue de manière à produire une élévation uniforme de température par effet Joule. Nous rappelons ici que le verre est un matériau très émissif aux longueurs d’onde de l’infrarouge thermique ce qui le rend idéal pour mener ce type d’expériences. Comme pour les mesures « standard », le signal du détecteur doit être démodulé par la détection synchrone afin d’extraire le signal du bruit ambiant. Dans cette situation, le plus simple consiste à utiliser un hacheur mécanique placé dans la voie de collection pour moduler le signal provenant de l’échantillon uniformément chaud. En effet, la dynamique du support chauffant de l’échantillon est trop lente ( $> 1\ \text{s}$ ) pour pouvoir moduler rapidement la source de chaleur.

L’image obtenue par le balayage du détecteur dans le plan image avec ce type d’échantillon uniformément émissif est présentée en Fig. 2.6(a). On peut y voir un disque d’intensité plus élevée, d’environ  $60\ \mu\text{m}$  de diamètre<sup>3</sup>, et situé proche du centre de la zone balayée. Ce disque

3. Ces dimensions sont des dimensions rapportées au plan objet ; elles ne correspondent pas aux déplacements réels du détecteur. En d’autres termes, si les moteurs déplacent le détecteur (dans le plan image) d’une distance  $x$ , la distance correspondant dans le plan objet sera  $x/G$  où  $G$  est le grandissement du système, soit 18.5 dans le cas présent.

correspond aux rayons provenant de la surface chaude qui passent par la lentille en ZnSe et arrivent sur la zone sensible du détecteur (rayons en orange sur la Fig. 2.6(b)). Lorsque le détecteur s'écarte du centre de ce disque, certains rayons issus de l'échantillon ne traversent pas la lentille de ZnSe et ne contribuent plus au signal détecté, ce qui se traduit par une baisse progressive de l'intensité du signal quand on se rapproche de la périphérie du disque. Au delà de ce disque, les rayons passent tous en dehors de la lentille et n'atteignent donc pas le détecteur (rayon en rouge sur la Fig. 2.6(b)). Cette image confirme deux choses :

- premièrement, il faut bien veiller à placer le détecteur au centre de ce disque d'intensité élevée lorsque nous faisons des expériences laissant le détecteur en position fixe. On s'assure ainsi que le rayonnement thermique provenant de notre échantillon atteint effectivement le détecteur ;
- deuxièmement, si nous souhaitons faire des expériences demandant de déplacer<sup>4</sup> ou balayer le détecteur dans le plan image, il faudra veiller à ne pas aller au delà de la zone définie par cette caractérisation. Si l'on souhaite toutefois déplacer davantage le détecteur, il faudra au préalable raccourcir la voie de collection ce qui aura pour effet d'agrandir cette « tache » d'intensité élevée sur cette image, car l'angle solide intercepté par la lentille de ZnSe sera alors plus grand.

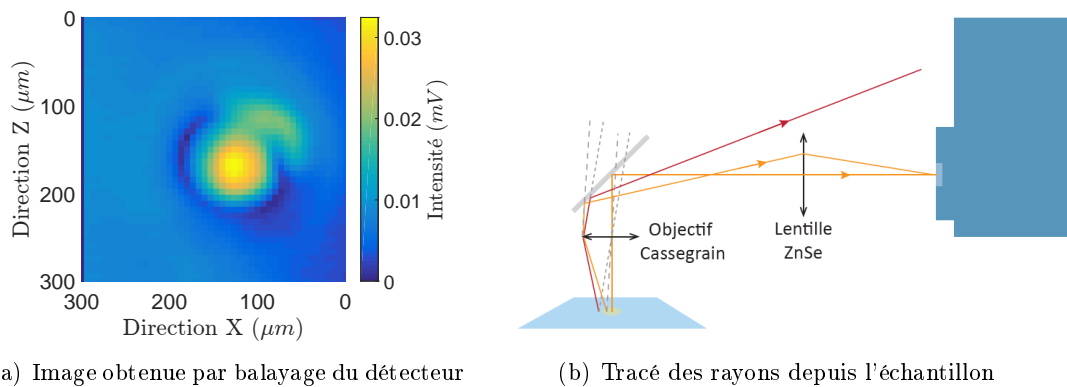


FIGURE 2.6 – Caractérisation du champ de vue du détecteur infrarouge.

## 2.4 Caractérisation thermique : correspondance signal - température

Sur les quelques données qui ont déjà été présentées dans les paragraphes précédents, on peut remarquer que les signaux obtenus sont en mV. La difficulté consiste maintenant à convertir cette intensité du rayonnement, mesurée en mV, en une température. Pour cela, la solution la plus simple consiste à effectuer une expérience permettant de produire une courbe de calibration qui servira à donner la correspondance entre des signaux mesurés en mV et une température de l'échantillon en °C.

Nous avons donc utilisé une configuration proche de celle décrite dans la section précédente concernant la caractérisation du champ de vue du détecteur. L'échantillon est toujours une résistance chauffante plate recouverte d'une lamelle de verre et le signal d'émission

4. Il peut être utile de déplacer le détecteur par rapport au centre de la zone de détection si l'on souhaite dissocier l'excitation et la détection (c'est-à-dire chauffer l'échantillon en un point mais collecter le rayonnement thermique provenant d'une autre zone de l'échantillon).

thermique provenant de cette surface est modulé par le hacheur mécanique placé dans la voie de collection. La température de la surface est mesurée à l'aide d'un thermocouple en contact avec la surface de verre qui a été nettoyée à l'alcool au préalable. La mesure consiste ensuite à enregistrer le signal (démodulé à la fréquence de modulation imposée par le hacheur  $\Omega_{modulation}$ ) à mesure que la température de la surface varie. Les résultats de cette mesure sont présentés en Fig. 2.7.

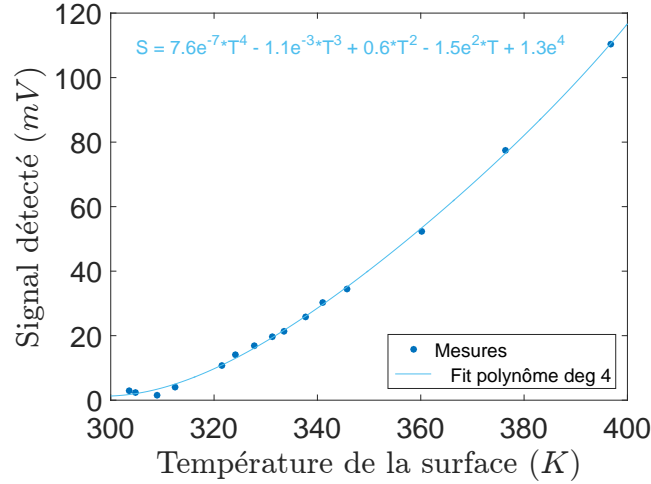


FIGURE 2.7 – Courbe de calibration thermique. Signal détecté provenant de toute une surface de verre en fonction de sa température. Les points sont les mesures expérimentales et nous avons ajusté ces points avec un polynôme de degré 4.

Cette calibration thermique n'est cependant pas immédiatement applicable à des mesures faites sur une fibre seule par exemple. En effet, lors de la calibration, le rayonnement thermique mesuré provient de toute la surface perçue par le détecteur, ce qui est une surface bien plus grande que la surface effective qui rayonne dans le cas d'une fibre seule. Pour utiliser cette courbe de calibration dans le cas d'expériences mettant en jeu une seule fibre chauffée à l'aide d'impulsions laser de chauffe, il faudrait rapporter le signal à la surface effectivement chauffée. Dans le cas d'une fibre de section constante, cela revient à déterminer la longueur de propagation de la chaleur le long de cette fibre. En théorie, la longueur de propagation de la chaleur se calcule facilement pourvu que l'on connaisse la diffusivité thermique du matériau et le temps pendant lequel on observe le phénomène. La difficulté dans notre cas est précisément que la longueur de propagation de la chaleur — et donc la surface chaude qui contribue au rayonnement — varie à chaque instant. On ne pourra donc pas convertir simplement les courbes de déclin représentant le signal en fonction du temps en courbe de déclin de température en fonction du temps. En revanche, cette calibration pourra être utile pour calculer une température moyenne de la fibre en fonction du signal. La durée d'acquisition à considérer est la constante de temps de la détection synchrone  $\tau_{lock-in} = 100$  ms pour les courbes de déclin par exemple. Or sur une telle durée, la longueur typique de diffusion de la chaleur  $l_{diff}$  dans du verre est donnée par l'équation :

$$l_{diff} = \sqrt{4D_{verre} t_{diff}} \quad (2.23)$$

où  $D_{verre}$  est la diffusivité thermique du verre. Si  $t_{diff} = \tau_{lock-in} = 100$  ms et  $D_{verre} = 0.5 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$ , alors  $l_{diff} \simeq 225 \text{ } \mu\text{m}$  ce qui déborde largement du champ de vue du

détecteur sur l'échantillon. La portion du champ de vue qui contribuera au signal sera donc de l'ordre de  $2R_{FV} \times 2R_{det}$ , où  $2R_{FV} = 13 \mu\text{m}$  est le diamètre de la fibre de verre et  $2R_{det} = 27 \mu\text{m}$  est la largeur du champ de vue du détecteur sur l'échantillon (compte tenu que le détecteur a une taille de  $500 \mu\text{m}$  et que le grandissement du système optique est de 18.5). La surface chaude sera de l'ordre de  $351 \mu\text{m}^2$  soit environ la moitié de la surface du champ de vue. Pour avoir une estimation de la température moyenne de la fibre, il faudra donc utiliser la calibration en rapportant le signal reçu à la surface effectivement chauffée, soit ici la moitié de la surface totale du champ de vue.

On pourra tracer la courbe représentant la température moyenne en fonction du signal rapporté à la surface chauffée, cf. Fig. 2.8.

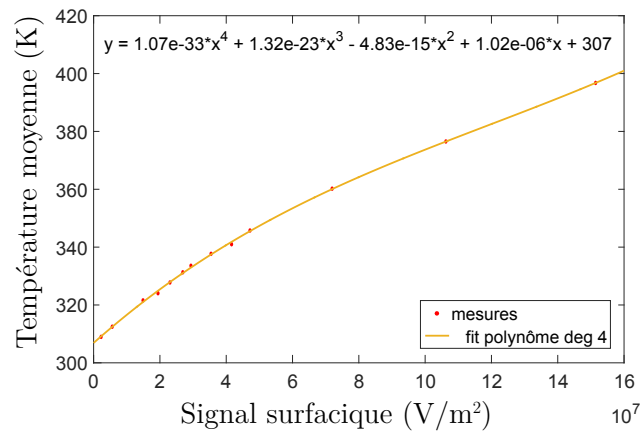


FIGURE 2.8 – Courbe de calibration thermique normalisée par la surface chauffée.

Maintenant que nous avons présenté et caractérisé le dispositif expérimental que nous avons construit, nous allons présenter les résultats expérimentaux obtenus dans le cas d'une fibre seule puis dans le cas de deux fibres croisées. Les résultats expérimentaux seront confrontés à un modèle semi-analytique que nous avons développé et que nous présenterons également.

## Chapitre 3

# Cas d'une fibre seule : résultats expérimentaux et modèle semi-analytique

Dans ce chapitre, nous allons nous intéresser au cas le plus simple d'une fibre de verre seule. A la lecture de ce qui précède, il peut paraître curieux de s'intéresser à une telle problématique. En effet, notre sujet porte sur l'étude du contact thermique entre objets micrométriques en verre ce qui suppose évidemment d'étudier au minimum deux objets. Pourtant, l'étude d'une fibre seule n'est pas sans intérêt. L'intérêt premier est qu'il est plus naturel de commencer à démontrer le fonctionnement d'un nouveau dispositif expérimental sur un échantillon aussi simple que possible. Dans notre cas, le dispositif de thermographie infrarouge résolue spatialement et temporellement n'existait pas en début de thèse et l'étude d'une fibre seule, système qui est simplifié à l'extrême, nous a permis de faire la preuve de concept de ce nouvel instrument. Le second intérêt est que l'étude d'un contact à deux fibres n'est rien d'autre que *deux fibres et un contact*. La compréhension de ce qu'il se passe sur une fibre seule est l'information de base nécessaire à l'élaboration d'un modèle plus complexe à deux fibres. De ce fait, l'étude d'une seule fibre colle parfaitement avec notre démarche « *bottom-up* » consistant à modéliser d'abord le système le plus simple — une fibre — puis en ajouter une autre en formant un contact, puis en ajouter encore d'autres pour augmenter la complexité du système. Dans le cadre de cette thèse, nous avons déjà dit que le travail se limitait à un maximum de deux fibres. Mais dans la suite de ce projet, l'étude d'un système plus complexe est déjà prévue et elle nécessitera d'avoir acquis une parfaite maîtrise du cas de la fibre unique. Enfin, nous verrons que notre dispositif expérimental permet également de caractériser certains aspects de la propagation de la chaleur au sein d'une fibre qui peuvent s'avérer instructifs et utiles.

Nous présenterons d'abord les images super-résolues qu'il est possible d'obtenir avec le dispositif que nous avons développé ainsi que les courbes de déclin du signal infrarouge détecté représentant la caractéristique de refroidissement de la fibre de verre (§ 3.1). Nous avons ensuite souhaité retrouver cette dynamique temporelle par des données simulées. Nous avons donc mis au point un modèle semi-analytique que nous présenterons dans le § 3.2. Nous montrerons ensuite qu'il est possible de confronter les données obtenues expérimentalement et les résultats de notre modèle, ce que nous illustrerons avec l'exemple du fenêtrage temporel § 3.3. Enfin, nous montrerons que l'étude par thermographie infrarouge résolue temporellement pourrait permettre d'étudier de manière quantitative les pertes par convection aux parois de la fibre § 3.4.

### 3.1 Imagerie thermique et courbes de déclin

#### 3.1.1 Imagerie thermique d'une fibre de verre seule : gain en résolution spatiale

Nous avons donc commencé par étudier une fibre seule à l'aide de notre dispositif expérimental. La fibre est suspendue entre deux bras d'un porte-échantillon comme décrit dans le § 1.2.1. Le laser UV crée un point chaud sur la surface inférieure de la fibre et ce, avec une fréquence de répétition fixée à  $f_{las} = 1\text{kHz}$  pour une durée d'impulsion de 1ns. Comme nous l'avons présenté plus haut, l'image infrarouge est obtenue en déplaçant la fibre latéralement dans le plan dans lequel le laser UV est focalisé, de sorte que celui-ci, dont la position est fixe, excite en différents points la fibre pendant le balayage. Évidemment, lorsque le point de focalisation du laser UV se trouve en dehors de la fibre, la fibre ne chauffe pas et nous ne mesurons que du bruit. Lors du balayage de la fibre, que nous commandons à l'aide d'un ordinateur couplé à une électronique de contrôle de sonde locale à balayage, la vitesse de la table de déplacements piezoélectrique est configurée pour que le temps passé sur chaque pixel de l'image soit bien supérieur au temps d'intégration  $\tau_{lock-in}$  de la détection synchrone. Dans notre cas, nous avons fixé cette constante de temps à  $\tau_{lock-in} = 100\text{ms}$ . La vitesse de nos balayages devait donc vérifier que le temps passé sur chaque pixel  $t_{px}$  était au minimum trois fois plus grand que  $\tau_{lock-in}$  donc  $t_{px}^{min} = 3 \times \tau_{lock-in} = 300\text{ms}$ . En pratique, la vitesse maximale autorisée pour un balayage était définie par la relation :

$$v_{max} = \frac{L}{t_{px}^{min} \cdot N_{px}} \quad (3.1)$$

où  $L$  est l'extension du balayage (par défaut, les zones de balayage sont carrées<sup>1</sup>), et  $N_{px}$  le nombre de pixels choisi pour l'image.

L'image obtenue par notre système de thermographie infrarouge résolue spatialement et temporellement est présentée en Fig. 3.1(a). Elle correspond au signal IR démodulé par la détection synchrone en fonction de la position du spot laser UV de chauffe par rapport à la fibre.

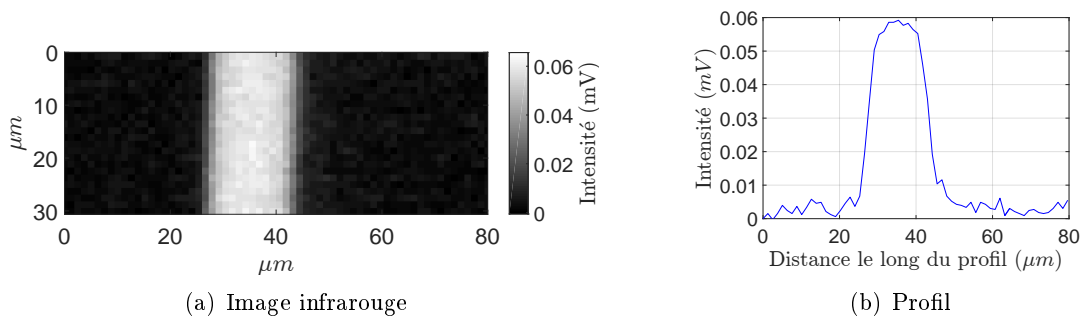


FIGURE 3.1 – Image et profil d'une fibre seule par le dispositif de thermographie infrarouge super-résolue. Le signal représenté est le signal démodulé à  $\omega_{mod}$  en fonction de la position de la fibre.

1. Il nous arrive cependant de présenter des images qui ne sont pas carrées. Dans ces cas-là, le balayage — carré par défaut — a été interrompu avant la fin donnant lieu à une image rectangulaire. C'est ce qu'on fait en général pour gagner du temps lorsque l'objet d'intérêt est très régulier comme c'est le cas d'une fibre unique.

Le profil qui a été tracé sur la Fig. 3.1(b) est une section de la Fig. 3.1(a). Sur ce profil, on mesure une largeur de fibre de l'ordre de  $15\ \mu\text{m}$ . Si l'on regarde maintenant les fronts montant et descendant sur ce profil, on constate que la résolution spatiale qu'offre cette technique dans cette configuration<sup>2</sup> est de l'ordre de  $5\ \mu\text{m}$ , valeur définie comme la distance nécessaire pour que l'amplitude de la variation d'intensité passe de 10% à 90% de sa valeur maximale. Cette résolution spatiale est meilleure que ce qu'il serait possible d'obtenir en thermographie infrarouge « standard ». Pour illustrer cela, nous avons fait l'image infrarouge de cette même fibre de verre d'une manière conventionnelle, en utilisant le même objectif de microscope Cassegrain (O.N. = 0.5) que dans l'expérience précédente et avec la même lentille de focalisation (en ZnSe) pour le détecteur. La fibre de verre est chauffée en son centre par ce même laser UV, toujours par la face inférieure de la fibre, mais cette fois la fibre reste immobile et donc le chauffage UV reste au même endroit. L'idéal serait de pouvoir effectuer ce chauffage sans contact en régime continu ce qui n'est pas le cas ici puisque le laser que nous utilisons pour le chauffage est impulsionnel. Afin de nous approcher au mieux d'une situation de chauffage constant, nous avons donc utilisé la fréquence maximale de répétition du laser ( $f_{las} = 1\ \text{kHz}$ ) et, pour la modulation du signal, nous avons utilisé le hacheur mécanique mais avec une faible vitesse de rotation ( $f_{mod} = 46\ \text{Hz}$ ). La différence entre les deux fréquences est telle que l'on peut considérer en première approximation que le chauffage de la fibre est constant sur la durée caractéristique de la mesure. L'émission thermique de cette fibre chauffée en son centre est ensuite mesurée par le même détecteur infrarouge mais cette fois, nous effectuons un balayage du détecteur dans son plan XZ. Cela revient à faire de l'imagerie infrarouge standard à la différence près qu'au lieu d'utiliser une caméra infrarouge, nous utilisons un détecteur monocanal qui se comporte comme un pixel unique que nous balayons dans le plan image pour former l'image de la fibre chauffée en son centre. L'image obtenue est présentée en Fig. 3.2(a) ainsi que le profil obtenu. Elle est formée d'une matrice de  $20 \times 20$  points et couvre une surface de  $200\ \mu\text{m} \times 200\ \mu\text{m}$  de l'échantillon, ce qui correspond à un déplacement de  $3.7\ \text{mm} \times 3.7\ \text{mm}$  du détecteur dans le plan image compte tenu du grandissement  $G = 18.5$  du système optique.

Sur cette image plus standard, la largeur apparente de la fibre est de l'ordre de la trentaine de micromètres, soit près de deux fois son épaisseur réelle. Cet écart important est dû à la résolution spatiale de cette technique que l'on peut estimer d'après le profil à environ  $25 - 30\ \mu\text{m}$ . En réalité, la résolution est ici donnée par la dimension du capteur infrarouge qui constitue notre pixel unique ( $500\ \mu\text{m}$  de côté) rapportée à l'échantillon, ce qui donne une zone de côté  $L_{px}^{échantillon}$  avec

$$L_{px}^{échantillon} = \frac{500\ \mu\text{m}}{G} = \frac{500\ \mu\text{m}}{18.5} = 27\ \mu\text{m} \quad (3.2)$$

Remarquons qu'à cause de la taille du pixel de détection, il aurait été vain de faire une image avec davantage de points. Chaque pas de balayage correspond à  $10\ \mu\text{m}$  dans le plan de l'échantillon, ce qui est déjà sur-échantillonné compte tenu de la résolution maximale atteignable de  $27\ \mu\text{m}$  de notre système optique.

La comparaison d'une image obtenue par notre dispositif de thermographie résolue spatialement et temporellement avec une image obtenue par thermographie standard à balayage nous permet de constater que la résolution spatiale de notre dispositif est effectivement bien meilleure que la résolution de la thermographie standard (limitée ici par le grandissement du système et la taille du pixel de détection) et même meilleure que la limite de

---

2. Dans le cas présent, il s'agit d'une configuration « en transmission » dans laquelle une fibre de verre est excitée sur sa face inférieure et dont on observe l'émission thermique par sa face supérieure.

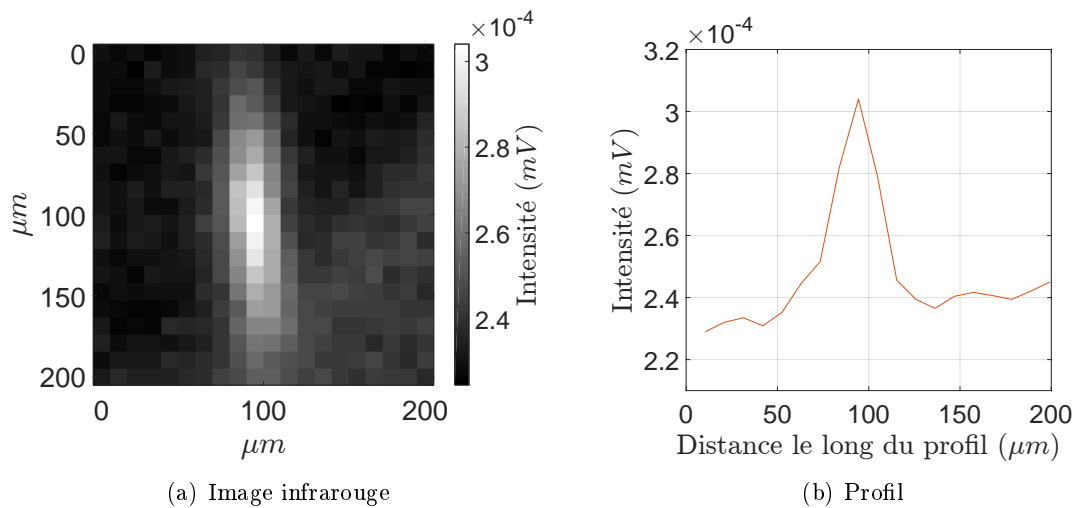


FIGURE 3.2 – Image et profil d’une fibre seule par thermographie infrarouge « standard ». Le signal représenté est le signal démodulé à  $\omega_{mod}$  en fonction de la position du détecteur. La fibre est chauffée en son centre, qui correspond au point le plus brillant au centre de l’image. Le profil tracé en (b) est une coupe faite perpendiculairement à la fibre en passant par son point le plus chaud.

résolution dans l’infrarouge moyen. Même si la géométrie « en transmission » de la configuration actuelle n’est pas la plus favorable pour produire des images super-résolues (cf. § 2.2), on constate malgré tout que l’on parvient à obtenir un gain en résolution spatiale tout à fait non négligeable. En Fig. 3.3, nous avons superposé à la bonne échelle les deux thermographies présentées ci-dessus ce qui nous permettra d’apprécier ce gain en résolution.

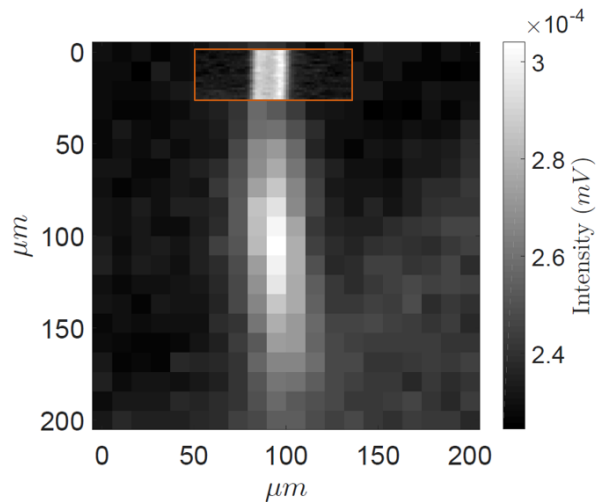


FIGURE 3.3 – Superposition des deux images obtenues par thermographie infrarouge : la grande image est l’image obtenue par thermographie infrarouge standard à balayage, l’insert encadré de rouge correspond à l’image obtenue avec notre nouveau système super-résolu. L’échelle de teintes ne vaut que pour l’image de thermographie standard et non pour l’insert.

### 3.1.2 Dynamique de refroidissement sur une fibre seule : courbes de déclin

Nous venons de mettre en évidence la bonne résolution spatiale obtenue avec notre nouveau dispositif de thermographie infrarouge. Or nous avons précisé plus haut que ce dispositif permet également des mesures résolues en temps. Cette résolution temporelle est permise grâce au mode « PWA »<sup>3</sup> et est limitée par la bande passante du détecteur infrarouge qui restreint la résolution à des temps supérieurs à  $7\mu\text{s}$ . L'intérêt majeur de cette fonctionnalité est de permettre d'étudier la dynamique de refroidissement de l'échantillon. Nous allons présenter ici les résultats obtenus pour une fibre de verre unique.

L'étude des aspects dynamiques de l'émission thermique suivant une brève impulsion laser se fait dans une configuration dans laquelle la fibre de verre reste immobile et centrée dans le champ de vue du détecteur tandis que le laser UV excite la face inférieure de la fibre en son centre. Lorsqu'une fibre de verre est excitée par une impulsion du laser UV sur sa face inférieure, l'émission thermique provenant de sa face supérieure évolue dans le temps et nous suivons l'évolution du signal IR correspondant avec le mode PWA. Concernant l'acquisition des données, pour une fréquence de répétition laser  $f_{las} = 1\text{ kHz}$  par exemple, la durée totale d'un cycle est de 1 ms. A la fin de ce dernier, une nouvelle impulsion UV vient chauffer la fibre et il est possible de tracer une nouvelle courbe d'évolution du signal infrarouge au cours du temps. En pratique, grâce au mode PWA, nous travaillerons sur une courbe qui est en réalité le résultat de l'accumulation d'un grand nombre de courbes, ceci pour réduire le bruit. Si  $N_{acq}$  est le nombre de courbes moyennées, l'effet de moyennage permet en effet de réduire le bruit sur la courbe moyennée d'un facteur  $\sqrt{N_{acq}}$  par rapport à une acquisition unique. Pour obtenir des courbes du signal thermique IR qui ne soient pas trop bruitées, on les accumule en général pendant une quarantaine de secondes. Sachant que la durée d'un cycle est supérieure ou égale à 1 ms, cela correspond à une moyenne sur quelque  $10^4$  cycles. Un exemple de courbe montrant l'évolution temporelle du signal thermique IR enregistré de cette manière sur une fibre de verre de  $13\mu\text{m}$  de diamètre est donné sur la Fig. 3.4.

On constate dans l'ordre :

1. une augmentation rapide à mesure que la chaleur déposée en surface par l'impulsion UV diffuse dans l'épaisseur de la fibre jusqu'à atteindre la face supérieure ;
2. un maximum d'émission thermique ;
3. un déclin progressif de l'émission thermique correspondant à l'homogénéisation de la température de la fibre à mesure que la chaleur diffuse dans la longueur de la fibre. A terme, la température au sein de la fibre retourne à la température ambiante qu'elle avait avant l'impulsion.

Il y a donc deux tendances nettes dans cette courbe qui est très représentative du signal d'émission thermique enregistré sur une fibre par notre méthode : d'abord une croissance rapide, puis une décroissance progressive du signal infrarouge d'émission thermique. Par abus de langage, on désignera ces courbes comme « courbes de déclin » car la majeure partie de la courbe a effectivement une tendance décroissante. Toutefois, si l'étude de la dynamique de refroidissement de la fibre est intéressante, nous verrons que l'étude de la première partie de la courbe (et en particulier, le temps à partir duquel le maximum est atteint) présente elle aussi un intérêt.

---

3. *Periodic Wavefront Analyser*, cf. § 2.2.1.

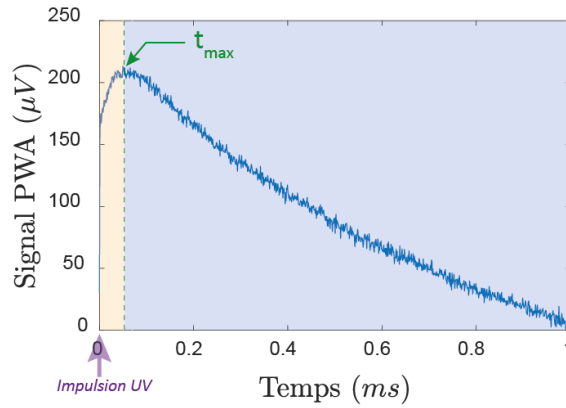


FIGURE 3.4 – Courbe de déclin sur une fibre seule. On a matérialisé par des zones colorées la période pendant laquelle le signal augmente (zone jaune) puis celle où le signal diminue progressivement (zone bleue). Entre les deux se situe le maximum de la courbe, qui a lieu au bout d’un temps  $t_{max}$  après l’impulsion laser. Le signal PWA correspond au signal d’émission thermique infrarouge sur un cycle en fonction du temps, après moyennage sur un grand nombre  $N_{acq}$  de courbes accumulées à une cadence dictée par la fréquence de répétition du laser  $f_{las}$ . La courbe représentée ici résulte de l’accumulation de courbes de déclin pendant 37 s.

Sur la courbe de la Fig. 3.4 comme sur l’ensemble des courbes de déclin obtenues sur cette fibre, on observe que le maximum d’émission thermique a lieu  $(57 \pm 3) \mu\text{s}$  après l’impulsion laser. Si l’on réfléchit en terme de temps caractéristique de diffusion de la chaleur, ce temps  $t_{max}$  correspond à une distance de propagation  $L_{diff}$  de la chaleur qui est typiquement de  $L_{diff} = \sqrt{4D_{verre}t_{max}}$  où  $D_{verre}$  est la diffusivité thermique du verre ( $D_{verre} = 0.5 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$ ), soit  $L_{diff} \simeq 10.7 \mu\text{m}$ . Cette distance caractéristique est du même ordre de grandeur que le diamètre de la fibre. En effet, le temps de montée de la courbe dite de « déclin » est lié au temps de propagation de la chaleur dans l’épaisseur de la fibre, il est donc cohérent de retrouver une distance caractéristique de l’ordre du diamètre de la fibre. Deux facteurs peuvent expliquer le fait que la distance caractéristique obtenue par ce calcul est légèrement plus faible que le diamètre de la fibre :

- D’abord, parce que l’émission thermique que l’on détecte provient de toute la face supérieure de la fibre exposée au détecteur, et non uniquement de la partie diamétralement opposée au spot d’excitation. Aussi, le signal que l’on reçoit peut provenir des « bords » de la fibre qui sont chaud avant que le front de chaleur n’ait atteint le sommet de la fibre (cf. Fig. 3.5(a)).
- Ensuite parce que la conduction de la chaleur ne se fait pas que dans la section de fibre excitée par le laser, elle a également lieu dans la longueur de la fibre (cf. Fig. 3.5(b)). Il y a donc une répartition de la chaleur dans toutes les directions qui fait que le maximum d’émission peut avoir lieu avant que la chaleur ait rigoureusement atteint le sommet de la fibre.

### 3.2 Développement d’un modèle semi-analytique décrivant le comportement thermique d’une fibre seule

Nous avons établi un modèle permettant de retrouver la tendance observée expérimentalement dans les courbes de déclin telle que celle présentée ci-dessus. Pour déterminer la

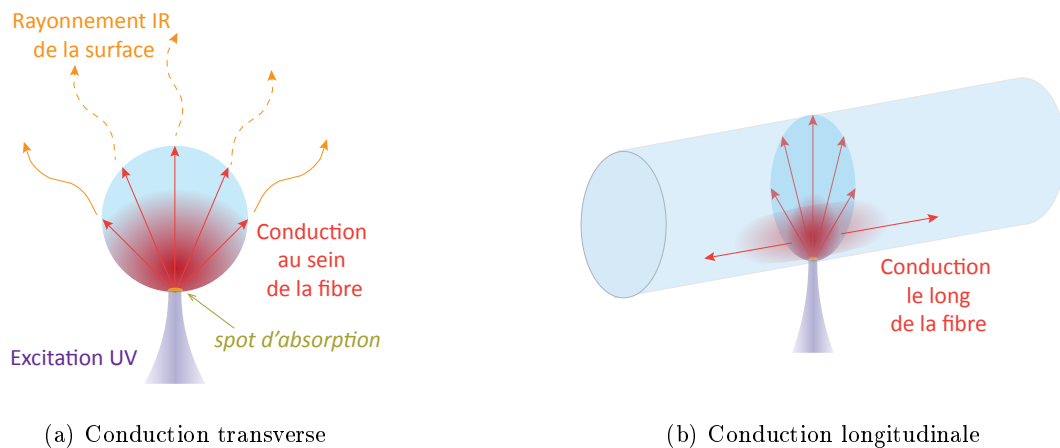


FIGURE 3.5 – Représentation schématique de la conduction de la chaleur au sein de la fibre. Cette propagation se fait dans l'épaisseur de la fibre (a), et dans la longueur de la fibre (b). Dans la section de fibre présentée en (a), on a symbolisé en flèches courbes oranges le rayonnement IR de la face supérieure de la fibre. Ce rayonnement augmente lorsque le front de chaleur atteint la surface, ce qui fait qu'à un instant donné, si le front de chaleur (en rouge) n'a pas atteint le sommet de la fibre, seuls les bords de la fibre voient leur rayonnement thermique augmenter (flèches en trait plein) et non le sommet de la fibre (flèches discontinues).

réponse de la fibre à une impulsion de chaleur infiniment brève et localisée, il faut résoudre l'équation de la chaleur dans la géométrie du système et avec les conditions initiales et aux limites adéquates. Pour résoudre l'équation de la chaleur dans une fibre, il y a deux possibilités : la première consiste à résoudre le problème numériquement, grâce à une méthode de type différences finies, volumes finis ou éléments finis ; la deuxième consiste à résoudre analytiquement le problème posé en profitant de la simplicité de la géométrie et des symétries.

Les fibres de verre que nous étudions ont la particularité d'être fortement élancées : leur diamètre est compris entre 1 et 15  $\mu\text{m}$  mais elles peuvent mesurer plusieurs millimètres voire centimètres de long. Or nous sommes intéressés par l'étude et la modélisation des transferts de chaleur dans l'épaisseur de la fibre, mais aussi selon sa dimension longitudinale. Ce fort rapport d'aspect est une contrainte en terme de maillage si l'on choisit une approche numérique pour résoudre le problème. Mais cette question du maillage devient encore plus problématique lorsque nous ajoutons un contact avec une deuxième fibre. Comme on l'a vu plus haut, les dimensions caractéristiques du contact peuvent être de l'ordre de quelques nanomètres. Il serait tout à fait fastidieux, et particulièrement gourmand en terme de puissance de calcul, de développer un modèle qui permette de caractériser des variations de température au sein de la fibre sur des échelles de quelques nanomètres au niveau des constriction de chaleur au contact, et de quelques millimètres pour l'étude de la propagation longitudinale de la chaleur. L'approche analytique présente l'avantage de permettre des simplifications dans l'hypothèse d'une dimension infinie. Par ailleurs, nous souhaiterions idéalement avoir la possibilité d'étudier des situations très variées :

- en changeant la géométrie : diamètres de fibres différents, contact entre fibres à différentes positions par rapport à l'excitation UV ...
- en changeant le contact : dimension caractéristique du contact variable (prise en compte des aspérités), présence de liant...

Traiter ces différentes situations de manière numérique reviendrait à construire pour chaque cas un nouveau maillage. Enfin, nous espérons parvenir à terme à déterminer la résistance de contact grâce à une méthode dite de *problème inverse*, consistant à déterminer un ou plusieurs paramètre(s) (ici, idéalement la résistance thermique de contact  $R_c$ ) d'après un champ de températures<sup>4</sup>. La résolution du problème inverse à partir d'un modèle purement numérique est faisable, mais si l'on souhaite changer certains paramètres de la configuration, il faut refaire tout le processus d'optimisation de la méthode inverse. Pour toutes ces raisons, nous avons préféré une approche analytique à une approche numérique. Nous avons donc essayé de développer un modèle analytique du transfert de chaleur dans la fibre qui soit facilement adaptable à des configurations différentes. En réalité, nous verrons que ce modèle à une fibre — que nous allons présenter dans ce paragraphe — est semi-analytique. Nous verrons ensuite dans le chapitre 4 comment traiter le cas à deux fibres.

### 3.2.1 Résolution analytique de l'équation de la chaleur dans une fibre

Compte tenu de ses dimensions, nous supposons que la fibre de verre que nous étudions est un cylindre infini, de rayon  $R$  et de diffusivité thermique  $D$ . Nous cherchons donc à résoudre l'équation de la chaleur en coordonnées cylindriques, ce qui peut *a priori* sembler être une géométrie triviale. Toutefois, l'excitation par le laser UV se fait localement sur la surface inférieure de la fibre ce qui rompt la symétrie axiale du problème. Par chance, la résolution de l'équation de la chaleur dans un cylindre infini sans symétrie axiale est traitée dans la référence [139] qui rassemble les solutions analytiques des équations différentielles linéaires à plusieurs variables (en particuliers les équations d'ondes et de la chaleur) dans différentes géométries, y compris en géométrie cylindrique. Les résolutions font intervenir un formalisme de fonctions de Green (consulter le chapitre dédié dans l'ouvrage [6] pour plus de détails à ce sujet). La résolution qui nous intéresse (qui s'appuie sur les travaux de Tikhonov [167]) donne le champ de température pour un cylindre de dimensions infinies en fonction des conditions initiales et du type de conditions aux limites : Dirichlet (température imposée), Neumann (flux imposé) ou mixtes (combinaison linéaire des conditions de Neumann et de Dirichlet). Lors de l'acquisition des courbes de déclin, l'excitation thermique de la fibre se fait par absorption d'un flux de photons donné qui est instantanément absorbé par la fibre. Par ailleurs, les parois latérales de la fibre baignent simplement dans l'air ambiant de sorte que leur température n'est pas imposée. Nous avons donc choisi la résolution utilisant les conditions aux limites de Neumann à flux imposé.

#### Expression générale du champ de température dans une fibre

Soit  $T(M, t)$  le champ de température en tout point  $M$  et tout temps  $t$ . En géométrie cylindrique, ce champ s'écrit :

$$T(M, t) = T(r, \varphi, z, t) \quad (3.3)$$

où  $z$  est la coordonnée axiale et  $r = \sqrt{x^2 + y^2}$ ,  $x = r \cos \varphi$ ,  $y = r \sin \varphi$ . L'équation de la chaleur (cf. éq. 2.18) s'écrit en coordonnées cylindriques de la façon suivante :

$$\frac{\partial T(M, t)}{\partial t} = D \left[ \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial T}{\partial r} \right) + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 T}{\partial \varphi^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right] \quad (3.4)$$

avec  $D$  la diffusivité thermique du cylindre — dans notre cas, celle du verre.

---

4. La démarche du *problème inverse* est donc en opposition avec celle du *problème direct* qui consiste quant à elle à calculer un champ de températures à partir d'un lots de paramètres d'entrée.

Les conditions initiales et aux limites s'écrivent ainsi :

$$T(r, \varphi, z, t = 0) = f(r, \varphi, z) \quad (\text{Condition initiale}) \quad (3.5)$$

$$\frac{\partial T}{\partial r}(r = R, \varphi, z, t) = g(\varphi, z, t) \quad (\text{Condition aux limites sur le flux}) \quad (3.6)$$

avec  $f$  et  $g$  des fonctions données que nous préciserons plus loin.

Dans le cadre des conditions aux limites de Neumann décrites dans l'éq. 3.6, la solution de l'équation de la chaleur (eq. 3.4) s'écrit :

$$T(r, \varphi, z, t) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_0^{2\pi} \int_0^R \xi f(\xi, \eta, \zeta) G(r, \varphi, z, \xi, \eta, \zeta, t) d\xi d\eta d\zeta \\ + DR \int_0^t \int_{-\infty}^{\infty} \int_0^{2\pi} g(\eta, \zeta, \tau) G(r, \varphi, z, R, \eta, \zeta, t - \tau) d\eta d\zeta d\tau \quad (3.7)$$

Ce champ de températures fait intervenir la fonction de Green  $G$  associée à la géométrie et aux conditions aux limites du problème. Elle peut s'écrire, en séparant les variables, comme le produit d'un terme  $G_1$  contenant les variables  $(r, \varphi)$  et leurs variables conjuguées  $(\xi, \eta)$  relatives au transport de chaleur dans une section axiale de la fibre, et d'un terme  $G_2$  contenant la variable  $z$  et sa variable conjuguées  $\zeta$  relative au transfert thermique longitudinal :

$$G(r, \varphi, z, \xi, \eta, \zeta, t) = G_1(r, \varphi, \xi, \eta, t) G_2(z, \zeta, t) \quad (3.8)$$

avec

$$G_1(r, \varphi, \xi, \eta, t) = \frac{1}{\pi R^2} + \frac{1}{\pi} \sum_{n=0}^{\infty} \sum_{m=1}^{\infty} \frac{A_n \mu_{nm}^2 J_n(\mu_{nm} r) J_n(\mu_{nm} \xi)}{\mu_{nm}^2 R - n^2 [J_n(\mu_{nm} R)]^2} \cos[n(\varphi - \eta)] \exp(-\mu_{nm}^2 Dt) \quad (3.9)$$

et

$$G_2(z, \zeta, t) = \frac{1}{2\sqrt{\pi Dt}} \exp\left[-\frac{(z - \zeta)^2}{4Dt}\right], \quad (3.10) \quad A_n = \begin{cases} 1 & \text{si } n = 0 \\ 2 & \text{si } n = 1, 2, \dots \end{cases}$$

Dans l'expression de  $G_1$ ,  $J_n(\xi)$  sont les fonctions de Bessel d'ordre  $n$  et  $\mu_{nm}$  les  $m$  racines de l'équation transcendante  $J'_n(\mu R) = 0$ .

Pour calculer le champ de températures dans une fibre, nous avons choisi d'utiliser le logiciel de calcul formel *Mathematica*.

### Condition initiale et conditions aux limites

Le premier terme de l'éq. 3.7 fait intervenir la condition initiale  $f$ , c'est-à-dire le champ de température en tout point de la fibre lorsque  $t = 0$ . Nous avons considéré que la température de la fibre avant toute excitation UV est homogène et égale à la température ambiante  $T_{amb}$  soit  $f(r, \varphi, z) = T(r, \varphi, z, t = 0) = T_{amb} = 25^\circ\text{C}$ .

Le deuxième terme de l'éq. 3.7 fait intervenir la condition aux limites  $g$  dont nous avons dit qu'elle portait sur le flux. Nous avons ainsi considéré que la fibre était un cylindre aux parois isolées, excepté au niveau du spot d'excitation UV où un flux constant est déposé sur une durée brève (1 ns) et sur une surface localisée mais de dimensions finies, qui d'après

les mesures de diamètre du faisceau UV (§ 2.1) est de l'ordre de  $2\ \mu\text{m}$ . Pour simplifier le traitement de ce terme de flux incident, nous avons considéré que le spot d'excitation était un carré de côté  $2r_{spot}$  plutôt qu'un disque de rayon  $r_{spot}$ , représentant une zone définie par  $z \in [-r_{spot}; r_{spot}]$  et  $\varphi \in [-\frac{r_{spot}}{R}; \frac{r_{spot}}{R}]$  en supposant que le laser UV impacte la fibre au point  $(r = R, \varphi = 0, z = 0)$  qui se trouve en bas du cylindre — cf. Fig.3.6. Le laser UV émet des impulsions d'une durée d'une nanoseconde, nous avons donc considéré pour simplifier que la fibre était excitée par un flux constant  $\Phi_0$  d'une durée  $\Delta t_{impulsion} = 1\ \text{ns}$  :  $\Phi_0 \Delta t_{impulsion}$ .

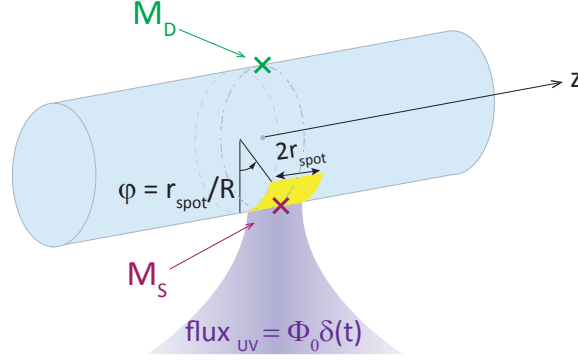


FIGURE 3.6 – Illustration du choix des conditions aux limites et conventions de notation prises dans le système de coordonnées cylindrique. Le flux incident UV (en violet) impacte la fibre sur une surface assimilée ici à un carré (représenté en jaune) de côté  $2r_{spot}$ . Pour faciliter la lecture, les échelles ne sont pas respectées ici. Nous posons également les notations de deux points remarquables, le point au niveau duquel le laser UV frappe :  $M_S$  et le point diamétralement opposé  $M_D$ , du côté du détecteur dans le dispositif expérimental.

Pour calculer la puissance surfacique incidente, nous avons mesuré la puissance moyenne du laser comme nous l'avons fait dans le § 2.1. La puissance moyenne mesurée pour une cadence  $f_{las} = 1\ \text{kHz}$  est de l'ordre de  $P_{moy} \simeq 70\ \mu\text{W}$ , soit une énergie  $E_{las} \simeq 70\ \text{nJ}$  par impulsion ce qui donne une puissance pic  $P_{pk} \simeq 70\ \text{W}$  et donc une puissance surfacique  $\Phi_0 \simeq 17 \cdot 10^{12}\ \text{Wm}^{-2}$ . La condition aux limites s'écrit donc ainsi :

$$g(\varphi, z, t) = \begin{cases} \frac{\Phi_0}{\lambda_{verre}} & \text{si } t \in [0; \Delta t_{impulsion}], z \in [-r_{spot}; r_{spot}] \text{ et } \varphi \in [-\frac{r_{spot}}{R}; \frac{r_{spot}}{R}] \\ 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad (3.11)$$

Toutefois l'intégration (cf. éq. 3.7) de ce type de conditions aux limites est impossible à effectuer analytiquement. En effet, même s'il peut paraître *a priori* simple d'intégrer un terme qui est constant sur un domaine fini de l'espace et pendant une courte durée et nul partout ailleurs, en réalité, la convolution de ce terme de conditions aux limites avec la fonction de Green qui contient une gaussienne fait apparaître des fonction erreur Erf. Or ces fonctions erreur n'ont pas d'expression explicite et *Mathematica* ne parvient pas à faire analytiquement l'intégration temporelle de ces fonctions sur la variable  $(t - \tau)$ . Une solution pourrait être d'évaluer numériquement cette intégrale, mais nous souhaitons autant que possible résoudre le problème de manière analytique. L'impulsion du laser étant extrêmement brève ( $\Delta t_{impulsion} = 1\ \text{ns}$ ), elle est très courte devant les temps caractéristiques de notre système d'étude (observation de l'évolution de la température sur une

durée  $1/f_{las} = 1\text{ms}$ , temps minimal accessible expérimentalement  $t_{min} = 7\mu\text{s}$ <sup>5</sup>). Il est donc raisonnable de considérer cette impulsion comme étant infiniment brève, c'est-à-dire une distribution de Dirac temporelle  $\delta(\tau)$ . L'intérêt de modéliser ainsi l'impulsion est que cela permet de supprimer l'intégration temporelle qui apparaît dans l'éq. 3.7. Moyennant cette simplification, le terme intégral relatif aux conditions aux limites dans l'éq. 3.7 s'écrit :

$$DR \int_{-r_{spot}}^{r_{spot}} \int_{-\frac{r_{spot}}{R}}^{\frac{r_{spot}}{R}} \frac{\Phi_{Dirac}}{\lambda_{verre}} G(r, \varphi, z, R, \eta, \zeta, t) d\eta d\zeta \quad (3.12)$$

On peut remarquer que dans cette expression, nous n'avons pas fait figurer le terme de puissance surfacique  $\Phi_0$  mais nous l'avons remplacé par un terme  $\Phi_{Dirac}$ . En effet, nous ne pouvons pas laisser la même quantité d'énergie sur un temps fini de 1 ns et sur un temps infiniment bref. L'énergie apportée doit rester égale à toute l'énergie surfacique apportée sur la durée finie, c'est-à-dire  $\int \Phi_{Dirac} \delta(t) dt = \frac{E_{las}}{S_{spot}} \simeq 17\text{kJ} \cdot \text{m}^{-2}$ . Nous avons par ailleurs validé le fait que les courbes de déclin simulées, quelle que soit la méthode (à partir d'une estimation numérique sur base d'une excitation de durée finie ou bien simulées par le modèle analytique sur base d'une excitation assimilée à un pic de Dirac temporel), sont tout à fait reproductibles.

### Troncature des sommes infinies

L'expression de la fonction de Green fait apparaître des séries infinies dans le terme  $G_1$  (éq. 3.9). Pour permettre au logiciel d'évaluer cette double somme pour tout le jeu de variables  $(r, \varphi, \xi, \eta, t)$ , nous avons tronqué ces séries. On ne peut donc plus rigoureusement parler de résolution analytique du problème dans la mesure où nous avons simplifié la solution par cette troncature. Au delà de cette simplification, la suite du traitement s'est faite de manière analytique de sorte que nous parlerons de résolution *semi-analytique* du problème.

La double somme infinie présente dans l'éq. 3.9 représente en réalité l'ensemble des modes liés à la géométrie bornée de la section de la fibre. Tronquer cette somme revient donc à projeter la fonction de Green sur les premiers modes de la fibre. Plus le mode est élevé, plus il concerne une géométrie fine et des temps courts (cf. Fig. 3.7). En pratique nous avons sélectionné en priorité les premiers modes qui sont ceux qui contribuent le plus fortement aux temps longs. Pour déterminer la limite de troncature, nous avons étudié les effets des limites  $N_{max}$  et  $M_{max}$  des sommes. Avant toute chose, il faut remarquer que le terme  $G_1$  converge rapidement dans le temps grâce au terme exponentiel. Concrètement, nous avons pu constater qu'au delà de  $200\mu\text{s}$ , le terme avec la double somme pouvait être considéré comme nul et le terme  $G_1$  converge vers  $1/(\pi R^2)$ . L'effet de la double somme est donc déterminant pour les premiers instants suivant le chauffage de la fibre. Aux très courts instants, on observe des oscillations de  $G_1$  : il peut s'agir d'oscillations spatiales lorsqu'on représente  $G_1$  dans une section de fibre à un temps donné comme sur la Fig. 3.7, ou bien d'oscillations temporelles si l'on trace  $G_1(M_0, t) = f(t)$  en un point  $M_0$  donné, comme sur la Fig. 3.8. Cela est dû au fait que l'on somme des fonctions de Bessel qui oscillent. Si l'on somme un grand nombre de fonctions de Bessel, on parvient à ne plus voir ces oscillations aux temps courts. Mais si l'on ne somme pas suffisamment de termes, alors on ne somme pas assez de fonctions de Bessel pour que la tendance (spatiale ou temporelle) soit monotone. Ceci est surtout visible aux temps courts, là où l'amplitude des oscillations des fonctions de Bessel est la plus grande. Ainsi, si nous traçons des courbes d'évolution

5. Ce temps minimal est imposé par la bande passante du détecteur,  $\Delta\nu = 150\text{kHz}$ .

de la température en fonction du temps aux temps courts mais en faisant varier les valeurs de troncature  $N_{max}$  et  $M_{max}$  des sommes, on obtient la Fig. 3.8. On observe qu'aux temps très courts, les courbes divergent. Plus le nombre de modes dans la somme est grand, plus le temps en deçà duquel la courbe diverge est court. Nous avons donc choisi comme critère de troncature :  $N_{max} = 12$  et  $M_{max} = 6$  qui sont tels que le temps en deçà duquel on observe la divergence est inférieur au temps le plus court accessible par notre système expérimental<sup>6</sup>, soit  $t_{min} = 7 \mu s$  (limite tracée en trait discontinu orange sur la Fig. 3.8).

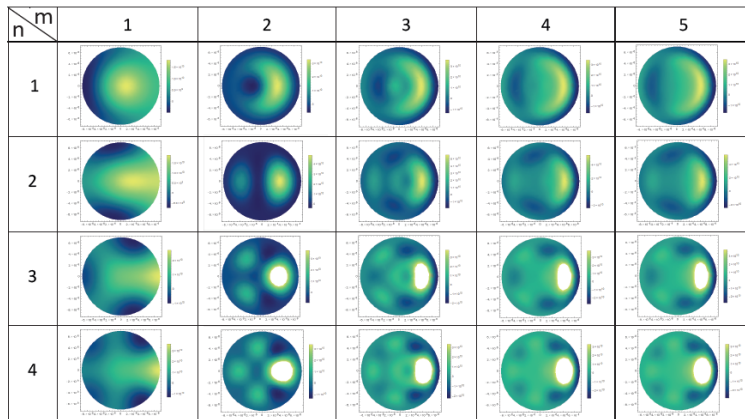


FIGURE 3.7 – Mise en évidence de l’effet du nombre de modes pour le calcul de  $G_1$ . Dans ce tableau, nous avons tracé la valeur de  $G_1$  pour  $t = 1 \mu s$  dans toute une section de la fibre, au niveau de l’excitation UV — qui a lieu sur la droite des disques représentés ici — en fonction du nombre de modes  $n$  (lignes) et  $m$  (colonnes) pris en compte dans la double somme. L’idée de cette figure n’est pas d’être quantitatif mais simplement de visualiser que plus le nombre de modes augmente, plus  $G_1$  est complexe et désigne des détails fins. Nous avons représenté ici les sections de fibre à un instant extrêmement court après l’impulsion ( $t = 1 \mu s$ ). Si l’on représentait ces mêmes sections pour un temps plus long ( $t = 10 \mu s$  par exemple), on verrait qu’on ne perçoit plus ces oscillations au sein de la section et que les différences sont bien moins marquées. A partir de  $t = 150 \mu s$ , tous les profils sont identiques car la double somme devient négligeable.

Moyennant ces troncatures, nous pouvons facilement calculer le champ de température en tout point de la fibre et à tout instant. Le fait qu’il existe une solution analytique explicite à l’équation de la chaleur dans cette géométrie et avec ces conditions aux limites permet de calculer facilement ce champ de température même si l’on modifie les paramètres d’entrée du modèle (dimensions de la fibre, diffusivité thermique, conditions d’excitation UV). On trouvera en Fig. 3.9 une courbe de déclin de la température obtenue par le modèle au point  $M_D$ , c’est-à-dire à l’opposée du point de chauffage, ainsi qu’une coupe longitudinale représentant le champ de température dans la fibre  $50 \mu s$  après l’impulsion UV.

### 3.2.2 Modélisation de l’émission thermique à partir du champ de température

Nous venons de voir comment déterminer le champ de température en tout point de la fibre et à tout instant sous excitation par une impulsion de chaleur localisée en un point de la surface. Or l’augmentation de température au sein de la fibre va se traduire par une augmentation de son émission thermique (cf. Partie I, § 1.2, éq. 1.3), d’autant plus que le

6. Ce temps minimal est imposé par la bande passante du détecteur,  $\Delta\nu = 150 \text{ kHz}$ .

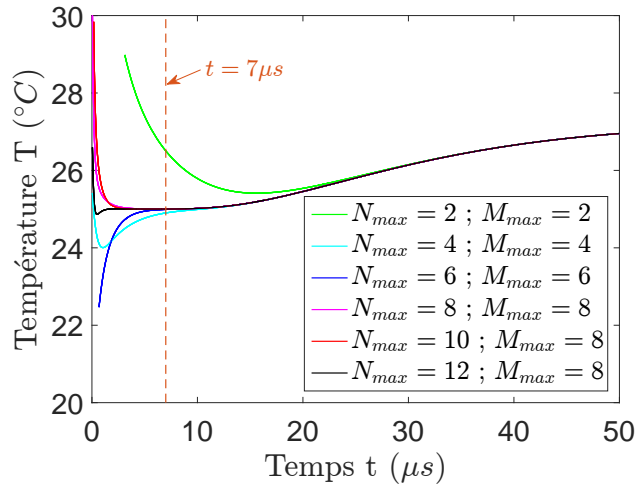
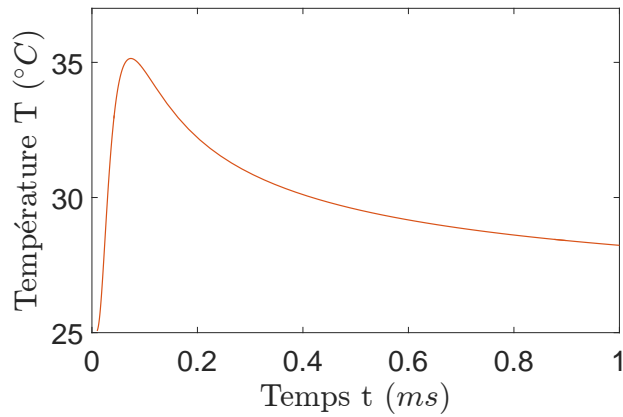
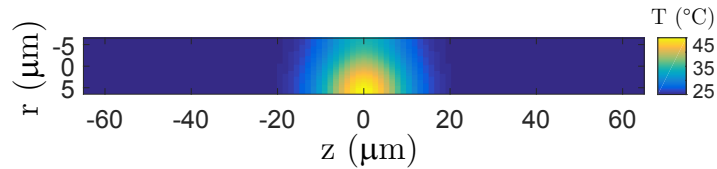


FIGURE 3.8 – Représentation de l'évolution au cours des premiers instants de la température au point diamétralement opposé à l'excitation UV sur la fibre pour différentes limites de troncatures  $N_{max}$  et  $M_{max}$  des sommes. La limite tracée en trait discontinu orange correspond au plus petit temps accessible par notre dispositif expérimental.



(a) Courbe de déclin de la température observé au point  $M_D$ , c'est-à-dire à l'opposée du point de chauffe.



(b) Coupe longitudinale représentant le champ de température dans la fibre  $50 \mu s$  après l'impulsion UV. L'impulsion a lieu en  $z = 0 \mu m$ , et en  $r = -R_{FV}$ . La coupe représentée correspond au plan  $\varphi = 0 \text{ rad}$ .

FIGURE 3.9 – Représentation d'une courbe de déclin de la température et du champ de température dans une coupe longitudinale de la fibre obtenues par le modèle.

verre est un matériau fortement émissif avec une émissivité  $\varepsilon_{verre} = 0.9$  dans l'infrarouge thermique. Pour modéliser le signal détecté par notre dispositif, nous avons considéré la

fibres de verre comme un corps gris opaque, avec une émissivité thermique indépendante de la longueur d'onde. Cette hypothèse nous a permis de calculer la puissance rayonnée d'après le champ de température en surface de la fibre (*i.e.* pour  $r = R$ ). Le détecteur étant placé au dessus de la fibre, il ne perçoit que le rayonnement provenant de sa partie supérieure. Comme la coordonnée angulaire  $\varphi$  avait été prise par rapport à l'illumination UV en dessous de la fibre, nous allons faire un changement de variable  $\theta = \pi - \varphi$  (cf. schéma Fig. 3.10).

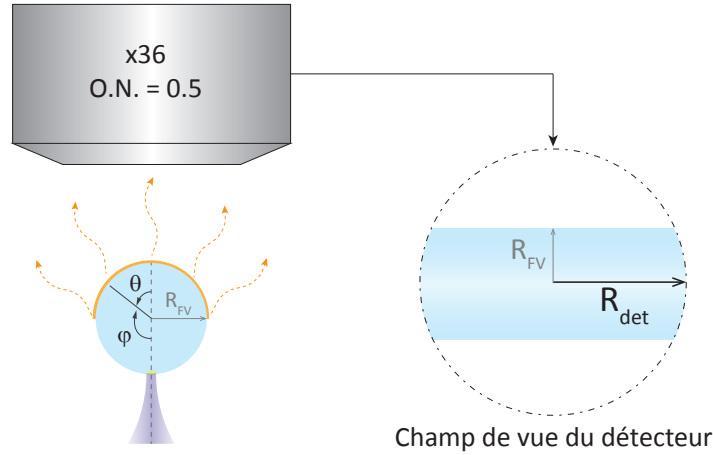


FIGURE 3.10 – Schéma illustratif de la détection du rayonnement de la fibre. À gauche, conventions prises pour les angles  $\theta$  et  $\varphi$  ; à droite, représentation du champ de vue depuis le détecteur. Notons que le champ de vue du détecteur (de rayon  $R_{det}$ ), correspond au pixel du détecteur  $500 \mu\text{m}$  de côté rapporté au plan objet du microscope. Ainsi,  $R_{det} = \frac{l_{det}}{2G} = \frac{R_{det}}{G} = 13.5 \mu\text{m}$ . Seule la surface supérieure de la fibre (matérialisée en orange) contribue au signal détecté.

La luminance énergétique spectrale émise par la fibre s'écrit :

$$\mathcal{L}_\lambda(\lambda, T) = \mathcal{L}(\lambda, \theta, z, t) = \varepsilon_{verre} \times \frac{2hc^2}{\lambda^5 [\exp\left(\frac{hc}{\lambda k_B T(R, \theta, z, t)}\right) - 1]} \quad (3.13)$$

où  $k_B$  est la constante de Boltzmann,  $h$  la constante de Planck,  $c$  la vitesse de la lumière dans le vide et  $\lambda$  la longueur d'onde.

On peut ainsi calculer l'excitance énergétique spectrale  $\mathcal{M}_\lambda$  en intégrant la luminance énergétique spectrale dans l'angle solide dans lequel la fibre rayonne :

$$\mathcal{M}_\lambda(\lambda, \theta, z, t) = \pi \times \text{O.N.}^2 \times \mathcal{L}_\lambda(\lambda, T) \quad (3.14)$$

avec O.N. l'ouverture numérique du système de collection.

Si maintenant on intègre cette excitance énergétique spectrale sur la gamme de longueurs d'ondes à laquelle est sensible le détecteur, alors on obtient l'excitance énergétique ou la densité de flux radiatif  $\mathcal{M}$  :

$$\mathcal{M}(\theta, z, t) = \int_{\lambda_{min}}^{\lambda_{max}} \mathcal{M}_\lambda(\lambda, \theta, z, t) d\lambda \quad (3.15)$$

Dans notre cas, le détecteur qui est placé après un filtre en germanium détecte le rayonnement infrarouge compris dans la gamme  $[\lambda_{min}, \lambda_{max}] \simeq [7 \mu\text{m}, 12 \mu\text{m}]$ .

Enfin, pour déterminer la puissance rayonnée  $P_{det}$  qui est détectée par le détecteur infrarouge, il faut intégrer cette densité de flux radiatif sur toute la surface qui rayonne dans le champ de vue du détecteur (cf. Fig.3.10) :

$$P_{det} \simeq \int_{-R_{det}}^{R_{det}} \int_{-\pi/2}^{\pi/2} R_{FV} \mathcal{M}(\theta, z, t) d\theta dz \quad (3.16)$$

où  $R_{det}$  et  $R_{FV}$  sont respectivement les rayons du champ de vue du détecteur et de la fibre de verre, comme l'indique la Fig.3.10.

### 3.2.3 Comparaison des courbes de déclin simulées avec les données expérimentales

Nous avons tracé sur la Fig. 3.11 les courbes de déclin simulées par le modèle (Fig. 3.11(a)) et obtenue expérimentalement (Fig. 3.11(b)). Pour permettre de comparer les courbes, nous les avons tracées dans les mêmes unités : une puissance détectée en fonction du temps. Il a donc fallu convertir les courbes de déclin obtenues expérimentalement dans la mesure où elles représentent habituellement un signal en Volt en fonction du temps. Nous avons vu dans le § 1.3.1 comment convertir le signal obtenu en Volt  $V_{signal}$  en un nombre de photons par seconde  $N_{ph/s}$  (cf. éq. 1.18). Inversement, le nombre de photons par seconde s'exprime en fonction du signal mesuré de la façon suivante :

$$N_{ph/s} = \frac{V_{signal}}{R \times q \times 1.6 \cdot 10^{-19}} \quad (3.17)$$

Pour convertir le signal mesuré en puissance, nous allons faire une hypothèse forte, mais qui nous permettra de comparer qualitativement les ordres de grandeurs obtenus. Nous allons supposer que tout le rayonnement reçu par le détecteur est émis à  $\lambda = 10 \mu\text{m}$ . Ainsi, l'énergie de chaque photon arrivant sur le détecteur s'écrit :

$$E_{photon} = \frac{hc}{\lambda} \simeq 2 \cdot 10^{-20} \text{ J} \quad (3.18)$$

Aussi, la puissance détectée peut s'écrire comme le produit du nombre de photons par seconde avec cette énergie par photon :

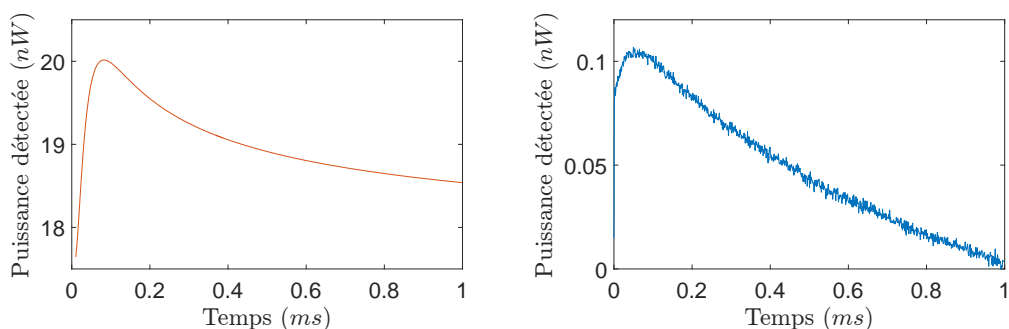
$$P_{det} = N_{ph/s} \times E_{photon} \approx \frac{V_{signal}}{R \times q \times 1.6 \cdot 10^{-19}} \times 2 \cdot 10^{-20} \text{ W} \quad (3.19)$$

Avec  $R = 5 \cdot 10^5 \Omega$  et  $q = 0.5$ , on a donc une conversion approchée du signal reçu en puissance :

$$P_{det} \approx V_{signal} \times 5 \cdot 10^{-7} \text{ W} \quad (3.20)$$

Notons que l'interprétation de ces courbes ne peut être que qualitative en raison des hypothèses simplificatrices qui nous ont menés à ces représentations.

Si l'on compare ces deux courbes, on note tout d'abord que les comportements sont similaires : une augmentation rapide du signal jusqu'à un maximum, puis une relaxation plus lente. Toutefois, le maximum d'émission apparaît plus tardivement dans le cas de la courbe simulée ( $t_{max}^{simu} \sim 81 \mu\text{s}$ ) que dans la courbe expérimentale ( $t_{max}^{exp} \sim 53 \mu\text{s}$ ). La raison tient sans doute au fait que nous avons considéré ici que la fibre était un corps opaque. Or le verre n'est pas tout à fait opaque aux infrarouges, et on peut voir sur la courbe de la Partie I Fig. 1.10 que la profondeur de pénétration des infrarouges autour de  $\lambda = 10 \mu\text{m}$  était inférieure au micromètre. En toute rigueur, on devrait donc considérer qu'il n'y a



(a) Puissance détectée théorique, simulée via notre modèle (b) Puissance détectée expérimentalement

FIGURE 3.11 – Courbes de déclin obtenues (a) par simulation avec notre modèle semi-analytique et (b) expérimentalement. pour la courbe de déclin expérimentale, nous avons utilisé la conversion Signal (V)  $\rightarrow$  Puissance détectée (W) donnée par l'équation 3.20.

pas que la surface de la fibre qui émet, le cœur de la fibre contribue aussi à l'émission. Le front de chaleur a donc une distance plus faible à parcourir par conduction et le maximum d'émission thermique arrive plus tôt que notre modèle de corps opaque ne le prévoit. Ce modèle très simplifié devra donc idéalement être amélioré à l'avenir en tenant compte du caractère semi-transparent du verre à ces longueurs d'ondes et à ces dimensions. Par ailleurs, on peut aussi remarquer que la courbe simulée converge en fin de période vers un niveau de signal qui est supérieur au signal initial. Cette tendance n'est pas observée dans la courbe expérimentale pour laquelle la décroissance est toujours marquée en fin de cycle. Cela suggère que notre modèle sans pertes aux parois est à remettre en question. C'est ce que nous ferons dans le paragraphe 3.4. Enfin, on remarquera que l'amplitude des signaux de la courbe de déclin expérimentale ( $\Delta P_{det}^{expé} \sim 0.1 \text{ nW}$ ) est environ 15 fois plus faible que l'amplitude des signaux de la courbe de déclin simulée ( $\Delta P_{det}^{simu} \sim 1.5 \text{ nW}$ ). Cet écart peut en partie s'expliquer par plusieurs arguments :

- Tout d'abord, nous avons considéré la totalité de l'angle solide défini par l'ouverture numérique de l'objectif de collection pour le calcul de la puissance reçue par le détecteur dans notre modèle. Toutefois l'objectif que nous utilisons est un objectif Cassegrain inversé (cf. Fig. 1.10) qui possède un miroir en son centre. Ce miroir central, qui mesure 4 mm de diamètre, crée un angle mort que nous n'avons pas pris en compte dans notre modèle, ce qui conduit à sur-estimer la puissance reçue par le détecteur.
- D'autre part, la voie de collection de notre dispositif expérimental comporte des optiques (filtre en Ge, lentille en ZnSe) qui peuvent engendrer des pertes en amont du détecteur. En particulier, la lentille en ZnSe et la fenêtre en ZnSe du détecteur n'ont pas de revêtement antireflet ce qui peut engendrer des pertes supérieures à 50% de la puissance incidente.
- Enfin, un diaphragme froid dont l'angle d'ouverture est à peine de  $10^\circ$  est installé devant le détecteur pour limiter la contribution du rayonnement ambiant, ce qui engendre des pertes importantes de signal au moindre désalignement du détecteur (ce qui est inévitable à ce stade compte tenu qu'il ne repose pas sur une table goniométrique).

Compte tenu de ces aspects, nous pouvons conclure qu'un accord qualitatif satisfaisant est

obtenu entre les courbes expérimentales et les courbes simulées. Pour parvenir à un accord plus quantitatif concernant l'intensité des signaux mesurés, il faudra tenir compte et corriger si possible les différents points évoqués ci-dessus. Il faudra également prendre en compte le fait que la fibre n'a pas ses parois isolées, ce qui engendre des pertes supplémentaires. Un premier essai d'amélioration du modèle est décrit plus loin.

### 3.3 Exemple de confrontation des données expérimentales aux données simulées : le fenêtrage temporel

Pour rappel, le fenêtrage BOXCAR est une option de la détection synchrone qui permet d'intégrer le signal reçu uniquement sur une fenêtre temporelle définie par l'utilisateur. Nous avons utilisé ce mode BOXCAR en particulier pour faire de l'imagerie thermique. C'est également ce mode que l'on utilise pour faire de l'imagerie super-résolue. Nous avons souhaité reproduire les résultats expérimentaux de ce fenêtrage avec nos simulations.

#### 3.3.1 Imagerie thermique d'une fibre avec le mode BOXCAR

Lorsque l'on fait l'image thermique avec notre dispositif en démodulant le signal à  $\omega_{mod}$  à l'aide du mode DÉTECTION SYNCHRONE conventionnel de notre Lock-In UHF Zurich Instruments, on obtient une image comme celle représentée sur la Fig. 3.12(a). En revanche, lorsque l'on utilise le mode BOXCAR pour ne sélectionner que les instants les plus brefs après l'impulsion de chaleur, l'allure de l'image est légèrement différente (cf. Fig. 3.12(b)). En traçant les profils de ces deux images (Fig. 3.12(c)), on confirme ce qui apparaissait déjà à l'image : dans l'image BOXCAR, les bords de la fibre sont plus intenses que le centre, alors que le signal dans le cas de l'image démodulée à  $\omega_{mod}$  en mode DÉTECTION SYNCHRONE est plus homogène dans la fibre. En réalité, ce signal plus intense aux bords de la fibre est le signe que, sur la durée de la fenêtre BOXCAR, la température des bords de fibre est plus élevée que la température du sommet de la fibre. Ceci n'est pas surprenant car comme on l'a déjà évoqué, l'impulsion UV crée un point chaud sur la face inférieure de la fibre, puis ce point chaud s'étale par conduction dans la fibre. A l'instant du fenêtrage BOXCAR dans le cycle qui sépare deux impulsions, le front de chaleur n'avait donc pas encore atteint le sommet de la fibre (cf. Fig. 3.5(a)).

On pourrait se demander si l'angle d'incidence (qui varie lorsque la fibre de verre se déplace dans le faisceau UV) ne pourrait pas être à l'origine de cette différence d'intensité de signal entre les bords de la fibre et son centre. En effet, les coefficients de Fresnel traduisant la réflexion et la transmission à une interface dépendent de l'angle d'incidence. Mais si l'on trace par exemple le coefficient de réflexion en intensité pour l'interface air-fibre en fonction de la position du spot d'excitation sur la fibre (cf. Fig. 3.13), on se rend compte que la tendance est contraire à ce qui est observé : plus le faisceau UV excite la fibre sur ses bords, plus il est réfléchi (il est donc de fait moins absorbé). Ainsi ce n'est donc pas la variation de l'angle d'incidence qui est à l'origine de l'exaltation du signal aux bords de la fibre observée grâce au mode BOXCAR en Fig. 3.12(c).

Les observations expérimentales de la Fig. 3.12 semblent donc indiquer que le fenêtrage temporel du mode BOXCAR nous permet de visualiser la propagation du front de chaleur dans l'épaisseur de la fibre. Pour confirmer cela, nous avons fait l'image de la même fibre, mais en faisant varier la durée de la fenêtre BOXCAR. Les résultats sont présentés sur la Fig. 3.14(b)

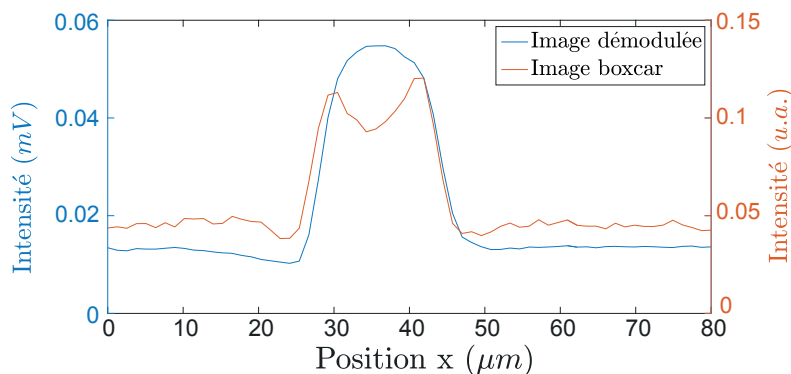
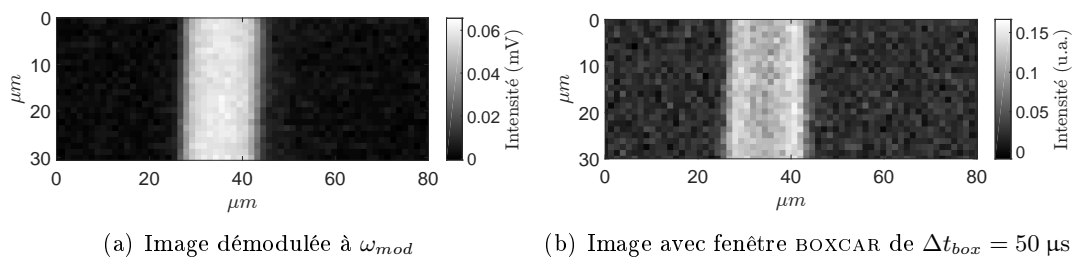


FIGURE 3.12 – Comparaison de l’image d’une fibre par thermographie infrarouge super-résolue : démodulée à  $\omega_{mod}$  en mode DÉTECTION SYNCHRONE (a) et avec fenêtrage temporel BOXCAR de  $\Delta t_{box} = 50 \mu s$  (b). Les profils moyens ont été calculés et tracés en figure (c).

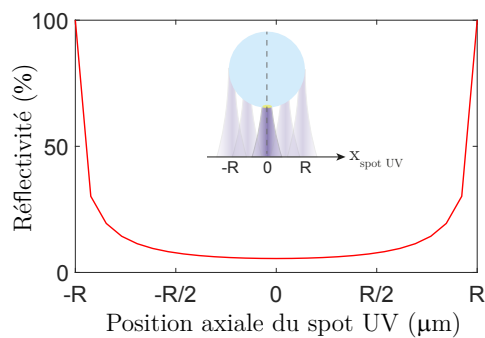
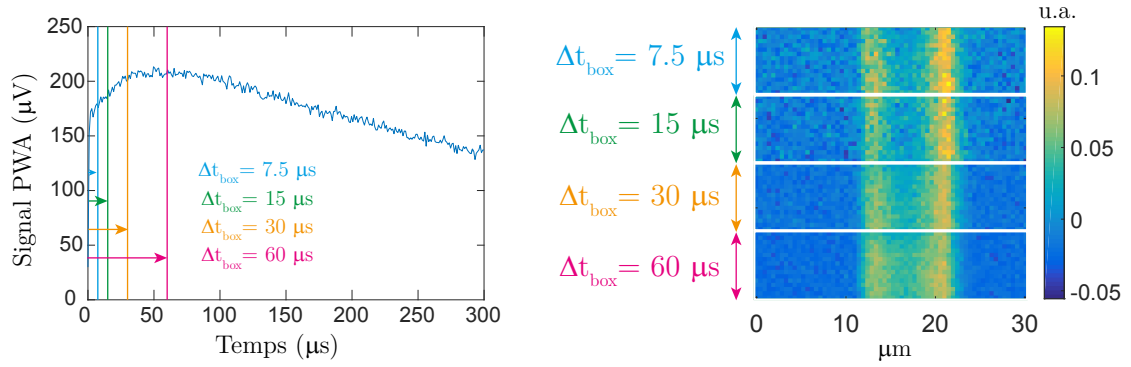


FIGURE 3.13 – Coefficient de réflexion en intensité pour l’interface air-fibre en fonction de la position axiale du spot d’excitation sur la fibre.

Nous pouvons ainsi voir que pour les fenêtres BOXCAR les plus courtes, la différence entre le signal provenant des bords de la fibre et celui provenant du milieu de la fibre est très tranchée. En revanche, cette différence s’estompe à mesure que la fenêtre temporelle s’allonge. Ceci est également visible si l’on trace les profils moyens (cf. Fig. 3.15). On notera que les pics d’intensité sur les bords de la fibre sont asymétriques. Cela traduit probablement le fait que le balayage de la fibre se faisait dans un plan légèrement incliné par rapport à l’horizontale, de sorte que la focalisation du laser UV n’était pas rigoureusement la même de part et d’autre de la fibre.



(a) Définition des différentes tailles de fenêtres BOXCAR  $\Delta t_{box}$  (b) Images BOXCAR d'une fibre de verre avec différentes tailles de fenêtres  $\Delta t_{box}$

FIGURE 3.14 – Mise en évidence de l'avancée transverse du front de chaleur dans la fibre par agrandissement de la taille des fenêtres BOXCAR  $\Delta t_{box}$ .

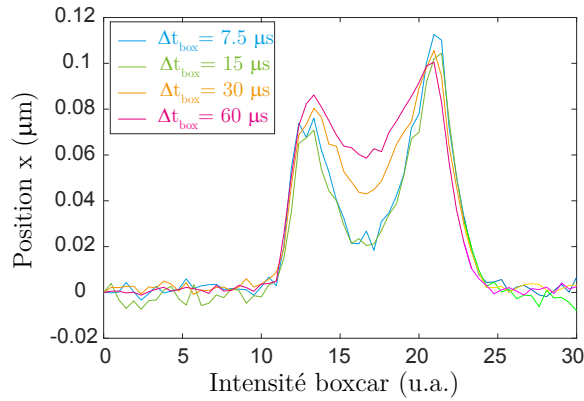


FIGURE 3.15 – Profils moyens des images BOXCAR obtenues Fig. 3.14(b) pour différentes tailles de fenêtres  $\Delta t_{box}$  : 7.5  $\mu$ s (bleu), 15  $\mu$ s (vert), 30  $\mu$ s (orange), 60  $\mu$ s (rose).

Nous avons donc tenté de retrouver cette tendance observée expérimentalement sur des courbes simulées à l'aide du modèle semi-analytique.

### 3.3.2 Méthodologie de simulation et comparaison aux résultats expérimentaux

Expérimentalement, on effectue un balayage de la fibre dans le plan, ce qui permet de chauffer la fibre en différents endroits, cf. Fig. 3.16(a)<sup>7</sup>. Ainsi, l'angle relatif  $\theta_{det}$  entre l'axe de collection et le point chauffé sur la fibre varie au cours du balayage horizontal de la fibre. Pour reproduire ce chauffage en plusieurs points de la fibre par la simulation, nous

7. En réalité, la situation n'est pas rigoureusement celle qui est représentée en Fig. 3.16(a) puisque dans notre système expérimental, l'excitation UV et la détection sont fixe tandis que la fibre est en translation. Toutefois, tant que la fibre est excitée par le laser UV, sa translation ( $\Delta x_{max} = R_{FV}/2 = 7.5 \mu$ m) ne dépasse pas le champ de vue du détecteur ( $R_{det} = 13.5 \mu$ m). Aussi toute l'émission thermique produite par la fibre est collectée par le système. Rigoureusement, les angles relatifs  $\theta_{det}$  ne sont pas les mêmes entre la situation expérimentale et la simulation ( $\theta_{det}^{expe} \leq \theta_{det}^{simu}$  à cause du déplacement horizontal de la fibre). Mais comme nous balayons de nombreux angles, le comportement expérimental est assez fidèlement reproduit par la simulation.

avons décidé de garder la fibre ainsi que l'excitation UV en position fixe, et nous avons choisi de balayer l'espace avec le détecteur selon des angles  $\theta_{det}$  variant de  $-\pi/2$  à  $\pi/2$ , cf. Fig. 3.16(b). Géométriquement, les deux situations peuvent être considérées comme équivalentes.

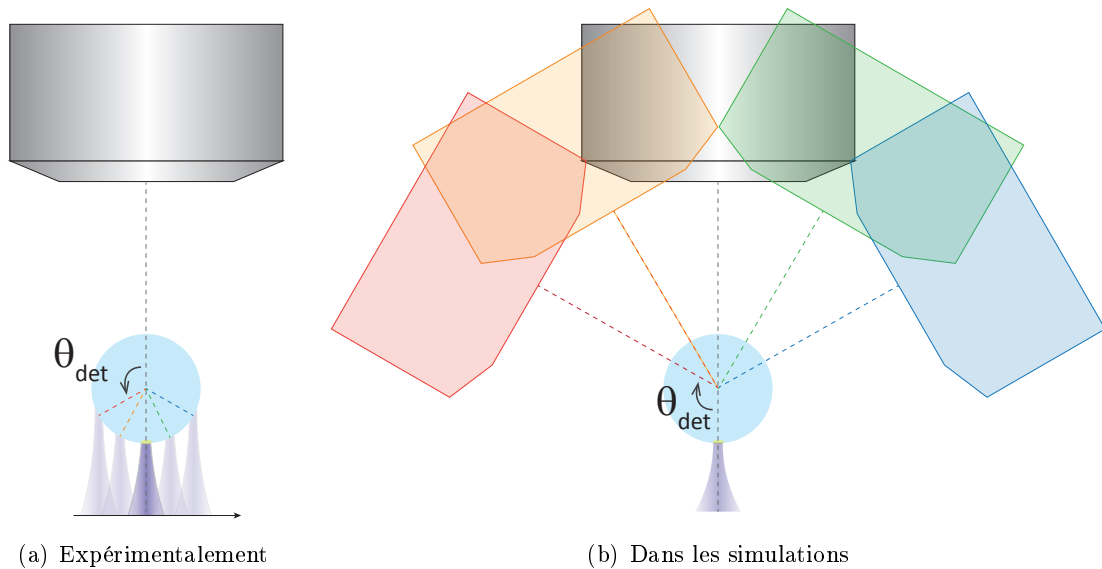


FIGURE 3.16 – Illustration des différentes approches utilisées expérimentalement et en simulation. (a) Expérimentalement, c'est la fibre qui est balayée, ce qui revient à balayer l'excitation UV (dans la mesure où la fibre reste toujours dans le champ de vue du détecteur lorsque le laser UV la chauffe). (b) Dans les simulations, c'est le détecteur qui effectue une révolution autour de la fibre sur les angles  $\theta_{det} \in [-\pi/2; \pi/2]$ .

Pour simuler le balayage expérimental, on calcule la courbe de déclin pour 90 angles  $\theta_{det}$ , puis pour chaque position du détecteur, on intègre ces courbes sur la durée de la fenêtre BOXCAR voulue, en normalisant par la durée de la fenêtre choisie. Il est ainsi possible de tracer un profil simulé, à l'image de ce que l'on a pu tracer expérimentalement (Fig. 3.17). Les courbes sont qualitatives car nous les avons normalisées de sorte que les maxima sur les bords soient au même niveau, l'objectif étant de voir si l'augmentation de signal au centre de la fibre à mesure que la fenêtre BOXCAR augmente était reproductible. Et en effet, la tendance observée expérimentalement est bien reproduite par le modèle. La confrontation entre les données expérimentales et simulées donnent un bon accord qualitatif sur cet exemple.

### 3.4 Traitement des pertes par convection

Nous avons jusqu'ici traité le cas de fibres sans pertes au parois. Toutefois, nous avons pu voir dans la partie 3.2.3 que les courbes de déclin obtenues par simulation ne correspondaient pas exactement aux courbes obtenues expérimentalement. En particulier, le refroidissement de la fibre ne se fait pas suffisamment rapidement dans les simulations dans la mesure où la température de la fibre ne redescend pas à la température initiale en un cycle d'1 ms contrairement à ce que l'on observe expérimentalement. Nous avons donc choisi de tenir compte des pertes par convection aux parois. Certes, dans les matériaux isolants, la convection peut tout à fait être négligée dans la mesure où les cellules formées

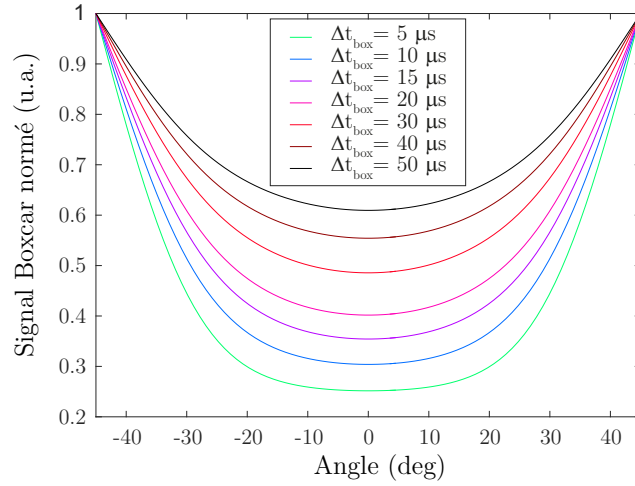


FIGURE 3.17 – Simulations des profils BOXCAR normalisés pour différentes tailles de fenêtres  $\Delta t_{box}$  : de  $5 \mu\text{s}$  (vert) à  $50 \mu\text{s}$  (noir).

par l'agencement des fibres ne permet pas aux cellules de convection de se former. Mais dans la configuration avec la fibre seule, suspendue dans l'air, il est tout à fait possible que de la convection ne soit pas négligeable à ses parois. Nous avons donc décidé d'ajouter un terme de pertes constantes et uniformes aux parois. Ces pertes s'implémentent dans le modèle en ajoutant un terme constant  $g_{pertes}$  dans le terme de conditions aux limites  $g(\varphi, z, t)$  (cf. éq. 3.11).

On trouvera sur la Fig. 3.18 une comparaison entre une courbe de déclin en température prise au point  $M_D = (R, \pi, 0)$  qui se trouve à l'opposée du spot chaud sans pertes (en bleu) et avec des pertes convectives uniformes et constantes au parois (en rouge). Le terme de pertes constant a été choisi égal à  $g_{pertes} = 6.15 \cdot 10^7 \text{ Wm}^{-2}$  de sorte que la courbe de déclin simulée retombe à la température initiale en fin de cycle.

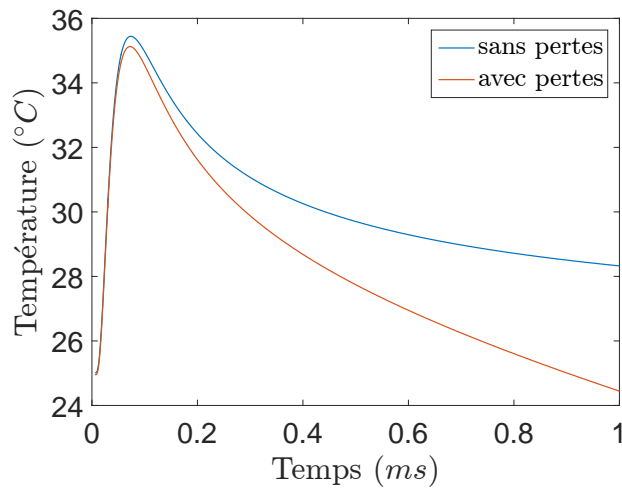


FIGURE 3.18 – Comparaison de courbes de déclin simulées avec pertes convectives (en rouge) et sans pertes (en bleu).

Ces pertes sont le fruit d'un flux dit conducto-convectif [162] pour traduire le couplage qui existe dans la couche limite thermique à proximité immédiate des parois entre la conduction — normale aux parois — et la convection du gaz — qui a lieu dans le sens de l'écoulement gazeux. Ces pertes qui refroidissent la fibre sont similaires aux pertes qui servent à faire des radiateurs à ailette pour refroidir des systèmes. C'est d'ailleurs idéalement le modèle de l'ailette, déjà évoqué en Partie II, § 1.6.2 que l'on pourrait utiliser dans une version instationnaire pour caractériser le refroidissement de la fibre lié à ces pertes. Ce modèle de l'ailette fait intervenir un terme  $h^{cc}$  qui est le coefficient de transfert conducto-convectif à la paroi. Ce coefficient ne dépend pas de la nature de la paroi mais du type de fluide (ici l'air), de la nature de l'écoulement (laminaire, turbulent), et du type de convection (naturelle ou forcée). Pour de la convection naturelle sur des systèmes de dimensions micrométriques comme le cas de notre fibre dans l'air ambiant, il est particulièrement difficile d'estimer la valeur de ce coefficient d'échange  $h^{cc}$  [110]. Un paragraphe de la thèse de P.O.Chapuis [33] évoquait déjà la difficulté de traiter du terme d'échange conducto-convectif dans le cas d'un filament de  $5\ \mu\text{m}$  de diamètre dans l'air. Il est intéressant de noter que les courbes de déclin obtenues avec notre dispositif de thermographie devraient permettre de déterminer expérimentalement ce coefficient d'échange conducto-convectif.

Pour avoir une première estimation de ce coefficient, nous allons travailler sur le modèle simplifié d'un cylindre chauffé à une température  $T$  et baigné dans l'air ambiant dont la température loin du cylindre est  $T_\infty$ . Il s'agit donc ici d'un problème simplifié par rapport au cas réel car nous ne considérons qu'une température moyenne du cylindre. Un bilan d'énergie appliqué à un cylindre élémentaire de surface extérieure  $dS$  et de volume  $dV$  s'écrit :

$$\rho c_P \frac{dT}{dt} dV = -h^{cc}(T - T_\infty) dS \quad (3.21)$$

où  $\rho$  est la masse volumique du cylindre,  $c_P$  sa capacité calorifique massique,  $h^{cc}$  coefficient de transfert conducto-convectif.

La solution de cette équation est :

$$\frac{T - T_\infty}{T_0 - T_\infty} = \exp\left(-\frac{t}{\tau^{cc}}\right) \quad (3.22)$$

avec

$$\tau^{cc} = \frac{\rho c_P dV}{h^{cc} dS} = \frac{\rho c_P R_{FV}}{2h^{cc}} \quad (3.23)$$

et  $R_{FV}$  le rayon de la fibre.

Ainsi, si l'on est capable de superposer les courbes de déclin expérimentales avec une exponentielle décroissante, on pourrait extraire des données expérimentales une estimation du coefficient de transfert par convection  $h^{cc}$ .

En réalité, ce modèle — qui ne tient pas compte de la conduction dans la fibre — est un peu trop simple pour caractériser parfaitement notre situation expérimentale. Aussi il n'est pas possible de superposer exactement une exponentielle avec l'ensemble de la partie décroissante de nos courbes de déclin expérimentales. Toutefois, il est possible de le faire sur la « fin » de la courbe, aux temps les plus longs qui correspondent à la deuxième moitié du cycle. Le modèle du cylindre à température moyenne avec des pertes aux parois n'est en effet pas pertinent pour les temps proches du temps de maximum d'émission thermique car à ces temps courts, la conduction — qui a alors lieu dans les trois dimensions de l'espace — domine, la conduction étant un phénomène plus rapide que la convection. En revanche, lorsque l'on s'intéresse à des temps plus longs, la convection commence à contribuer aux transferts thermiques. Il devient alors possible de superposer une exponentielle décroissante

sur la deuxième moitié de la courbe de déclin en température, comme on l'a représenté en Fig. 3.19. Il est important de remarquer ici que nous avons représenté les données expérimentales sous la forme d'une courbe de déclin *en température* en convertissant la courbe de déclin mesurée expérimentalement (cf. Fig. 3.4) en volts en une température grâce à la calibration faite en partie § 2.4. Cette calibration fait correspondre une température de surface à un signal mesuré par unité de surface. Pour cela, il faut au préalable convertir le signal détecté de notre courbe de déclin expérimentale en un signal par unité de surface. Il faut donc dans un premier temps déterminer quelle est la surface chauffée qui rayonne à chaque instant. Nous avons considéré qu'au delà d'une centaine de microsecondes, il était possible de traiter le transfert thermique au sein de la fibre comme étant unidimensionnel. Dans ce cas, la zone de la fibre qui est chauffée et qui rayonne à un temps  $t$  est une section de fibre de longueur caractéristique  $l_{chaud} \simeq \sqrt{4Dt}$ . La surface qui rayonne est donc  $Surf_{ray} \sim \pi R_{FV} \times l_{chaud} = \pi R_{FV} \times \sqrt{4Dt}$ . Nous avons donc converti le signal mesuré en chaque instant  $t > 70 \mu\text{s}$  en un signal surfacique, puis nous avons converti ce signal surfacique en température grâce à la courbe de calibration déjà présentée en Fig. 2.8. Le résultat est donné en Fig. 3.19. Notons que seule la partie de courbe correspondant aux temps  $t > 70 \mu\text{s}$  a été tracée. Nous avons ainsi pu superposer à cette courbe une courbe exponentielle sur les temps les plus longs — en rouge sur la figure. Cette exponentielle décroissante a un taux de décroissance  $\tau_{cc} \simeq 4.33 \cdot 10^{-4} \text{s}$  ce qui correspondrait d'après l'éq. 3.23 à un coefficient de transfert conducto-convectif :

$$h^{cc} = \frac{\rho c_P R_{FV}}{2 \tau_{cc}} = \frac{2500 \times 750 \times 6.5 \cdot 10^{-6}}{2 \times 4.33 \cdot 10^{-4}} \simeq 14073 \text{ Wm}^{-2}\text{K}^{-1} \quad (3.24)$$

Cette valeur est très supérieure aux coefficients de transfert conducto-convectif traditionnellement utilisés dans le cadre de la convection naturelle dans l'air avec des objets de dimensions plus macroscopique ( il est dans ce cas inférieur à la trentaine de  $\text{Wm}^{-2}\text{K}^{-1}$ , [162]), mais les valeurs de ce coefficient divergent lorsque les dimensions en jeu deviennent très petites dans la mesure où les objets ont une taille comparable à la couche limite thermique.

Nous avons présenté ici une méthode d'estimation expérimentale du coefficient de transfert conducto-convectif de notre configuration. Cette méthode de détermination du coefficient  $h^{cc}$  est discutable à ce stade elle repose sur certaines approximations comme le fait de considérer des pertes constantes. Toutefois, l'idée de déterminer expérimentalement ce coefficient grâce à notre dispositif expérimental n'est pas veine. Pour améliorer l'estimation de  $h^{cc}$ , il faudrait probablement préférer une démarche de type « problème inverse » qui consiste à adapter le modèle aux données expérimentales puis, avec les données d'entrée du modèle qui ont été ainsi choisies, retracer la courbe de déclin en température pour permettre d'ajuster l'exponentielle décroissante sur les données simulées. Une autre perspective serait de résoudre le problème complet d'ailette en régime instationnaire au lieu de considérer des pertes constantes pour obtenir la fonction exacte à superposer à la courbe de déclin en température.

Nous avons montré que même sur un système simple constitué d'une seule fibre de verre, notre dispositif expérimental permettait d'obtenir des images infrarouges avec une résolution spatiale meilleure que la limite de diffraction dans l'IR et une résolution temporelle qui permet — grâce à la fonction BOXCAR de la détection synchrone — d'observer l'évolution du front de chaleur dans la fibre suite à une impulsion de chaleur. Il est également possible

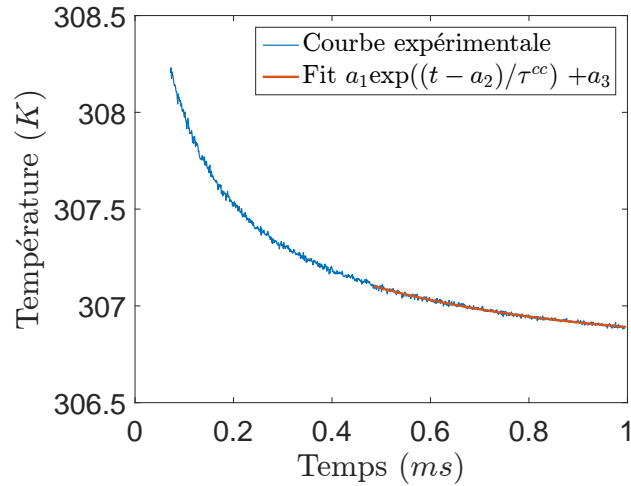


FIGURE 3.19 – Courbe de déclin obtenue expérimentalement et convertie en température, superposée avec une fonction  $a_1 \exp((t - a_2)/\tau^{cc}) + a_3$  avec  $\tau_{cc} \simeq 4.33 \cdot 10^{-4}$  et  $a_1 \simeq 5.9$ ,  $a_2 \simeq -5 \cdot 10^{-4}$ ,  $a_3 \simeq 306.8$ . La courbe de déclin expérimentale a été tronquée à partir de  $t = 70 \mu s$  pour ne pas considérer les premiers instants dans la conversion du signal en température. Le fit a été fait uniquement sur les temps longs, et on a choisi une limite arbitraire de temps pour ce fit  $t > 500 \mu s$ .

d'obtenir l'évolution temporelle du signal d'émission thermique lorsque l'excitation se fait en un point fixe. Ces courbes de déclin nous renseignent sur la dynamique de refroidissement de la fibre et suggèrent que ces fibres sont soumises à des pertes convectives à leurs parois. Nous avons développé un modèle semi-analytique pour retrouver ces comportements sur une fibre seule et pu vérifier une première estimation du coefficient d'échange conducto-convectif  $h^{cc}$ . Dans le chapitre suivant, nous verrons comment adapter ce modèle dans une configuration à deux fibres en contact.

## Chapitre 4

# Du modèle à une fibre au modèle à deux fibres : vers la mesure de la résistance de contact

Dans le chapitre précédent, nous avons présenté les résultats expérimentaux ainsi que les simulations concernant le cas simple d'une seule fibre de verre. Or pour l'étude de la résistance thermique de contact, il est nécessaire de s'intéresser à la situation dans laquelle deux fibres de verre sont en contact l'une avec l'autre. Dans ce chapitre, nous allons donc aborder le cas de deux fibres en contact. Nous commencerons par présenter les résultats expérimentaux obtenus avec le dispositif d'imagerie infrarouge que nous avons développé (§ 4.1). Nous verrons ensuite comment nous avons bâti un modèle permettant de simuler le transfert thermique entre deux fibres en contact en exploitant le modèle à une fibre que nous avons présenté précédemment (§ 4.2).

### 4.1 Résultats expérimentaux sur deux fibres croisées

Nous avons étudié un échantillon constitué de deux fibres de verre croisées perpendiculairement avec notre dispositif d'imagerie infrarouge à résolution spatiale et temporelle. Nous avons ainsi pu produire des images super-résolues du croisement avec le mode BOXCAR et des courbes de déclin dont l'allure diffère selon l'endroit où le laser UV est absorbé. Dans tout le chapitre, on désignera la fibre du dessous — sur laquelle le laser UV est focalisé — comme la *fibre 1* et la fibre du dessus comme la *fibre 2*. Le point de contact entre les fibres sera noté  $M_C$  tandis que le point à la verticale du spot UV et placé au sommet de la fibre 2 — au plus près du détecteur — sera désigné comme le point  $M_D$ , cf. Fig. 4.1.

#### 4.1.1 Imagerie thermique d'un croisement de fibres de verre

Comme dans le § 3.1.1, nous avons acquis l'image infrarouge d'un croisement de fibres de verre en utilisant le mode BOXCAR et en intégrant le signal sur les 50 premières microsecondes suivant l'impulsion UV. L'échantillon, tel que représenté sur la Fig. 1.6(b), est placé horizontalement et la géométrie de travail est toujours une géométrie *en transmission*, le laser UV venant chauffer l'échantillon sur sa partie inférieure tandis que la collection IR se fait par le dessus de l'échantillon. Aussi, du point de vue du détecteur, les deux fibres sont superposées. Nous avons représenté sur la Fig. 4.2 l'image BOXCAR de ce croisement. Le laser UV est focalisé sur la fibre du dessous (qui est la fibre verticale dans l'image) et n'est donc pas parfaitement focalisé sur la fibre qui se trouve au dessus (fibre horizontale

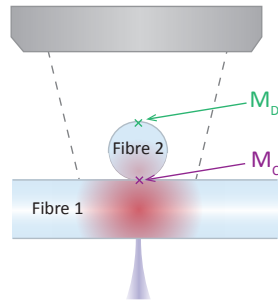


FIGURE 4.1 – Conventions de notation pour l'étude d'un croisement de deux fibres de verre. La fibre du dessous est la fibre 1 tandis que celle du dessus est la fibre 2. Le point au niveau du contact est appelé  $M_C$ , et le point opposé — du côté du détecteur — est appelé  $M_D$ .

dans l'image). C'est la raison pour laquelle les bords de la fibre horizontale dans l'image sont moins nets que ceux de la fibre qui est verticale dans l'image : la résolution spatiale est moins bonne dans le cas de la fibre du dessus (horizontale ici) car elle est donnée par la taille du spot UV dont les dimensions sont plus grandes sur la fibre du dessus (le laser UV étant légèrement défocalisé dans ce plan) que sur la fibre du dessous (sur laquelle le laser est bien focalisé).

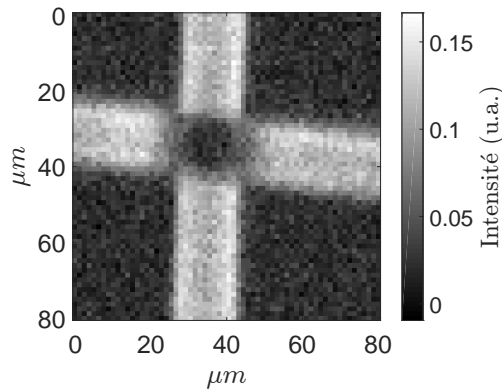


FIGURE 4.2 – Image thermique d'un croisement de fibres de verre obtenue en utilisant le mode BOXCAR avec une fenêtre temporelle  $\Delta t_{mod} = 50 \mu s$  qui démarre au moment de l'impulsion du laser UV. La fréquence de répétition du laser est  $f_{las} = 1 \text{ kHz}$  ce qui fait une durée de cycle  $T_{mod} = 1 \text{ ms}$ .

Ce qui est particulièrement remarquable dans cette image BOXCAR est la chute de signal au niveau du croisement entre les fibres. En effet, on observe une zone sombre correspondant à un très faible signal BOXCAR au niveau du croisement entre les fibres. L'explication ici est la même que pour le signal BOXCAR au centre d'une fibre qui est moins intense qu'à ses bords : la fonction BOXCAR réalise un fenêtrage temporel qui, dans cet exemple, n'affiche que le signal parvenu au détecteur durant les 50 premières microsecondes suivant l'impulsion UV. Après ce laps de temps, le front de chaleur créé par l'impulsion UV n'a pas eu le temps de parcourir toute l'épaisseur d'une fibre de verre. Aussi il est logique que le front de chaleur n'ait pas du tout eu le temps d'atteindre la surface supérieure de la deuxième fibre pour qu'elle rayonne à son tour, ce qui explique le signal quasi nul au centre de la fibre. Notons

que dans cet exemple, nous avons soustrait un signal de base mesuré aux temps longs (cf. Fig. 1.12).

L'observation de ce signal quasi nul au centre du croisement nous encourage à regarder l'allure d'une courbe de déclin au niveau du croisement. C'est ce que nous allons faire dans le paragraphe suivant.

#### 4.1.2 Courbes de déclin au niveau du croisement

Au regard de l'image BOXCAR représentée sur la Fig. 4.2 et compte tenu du fait que nous souhaitons obtenir de l'information utile sur la transmission de la chaleur au niveau du contact, nous avons enregistré des courbes de déclin au niveau du croisement entre les fibres de verre. Une fois que l'image est produite, il est très simple, grâce à l'électronique *RHK* de contrôle des déplacements piézoélectriques, de déplacer l'échantillon de sorte que le laser UV frappe à l'endroit souhaité. Nous avons ainsi pu enregistrer des courbes de déclin au niveau du croisement et les comparer avec des courbes de déclin prises en dehors du croisement. Un exemple est tracé sur la Fig. 4.3(a). La courbe de déclin au niveau du croisement est présentée en rose et nous avons ajouté (en bleu) une courbe de déclin prise au niveau d'une fibre seule. La position du spot UV (qui est aligné avec la voie de détection IR) est indiquée dans les deux cas sur la Fig. 4.3(b).

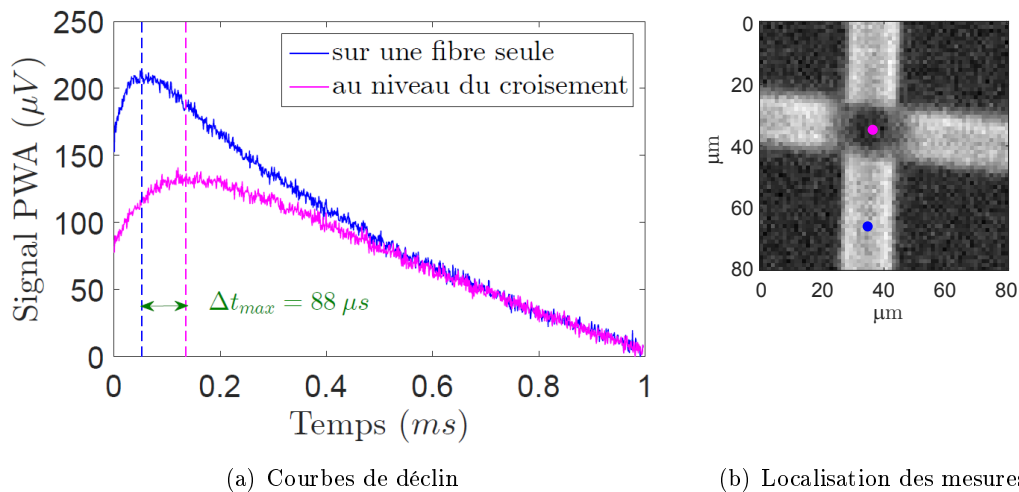


FIGURE 4.3 – Superposition de deux courbes de déclin obtenues expérimentalement : l'une sur une fibre seule (courbe bleue) l'autre prise au niveau du croisement (courbe rose). On a soustrait un offset présent sur chaque courbe de sorte que la valeur du signal en fin de cycle est nulle. On a matérialisé ici en trait discontinu la position des maxima d'émission thermique pour les deux courbes et on constate qu'il y a entre eux un décalage de l'ordre de  $88 \mu s$ .

Notons avant toute chose que nous avons soustrait aux deux courbes leur valeur finale de sorte que le signal PWA en fin de cycle soit nul. Ce traitement sert simplement à comparer facilement les amplitudes des deux courbes. La première observation que l'on peut faire est que l'amplitude du maximum d'émission thermique au niveau du croisement est réduite d'un tiers par rapport à l'amplitude du maximum d'émission d'une fibre seule. Cela signifie donc que la température atteinte au sommet du croisement est plus faible que celle atteinte au sommet d'une seule fibre. Ceci n'est pas surprenant dans la mesure où le flux de chaleur

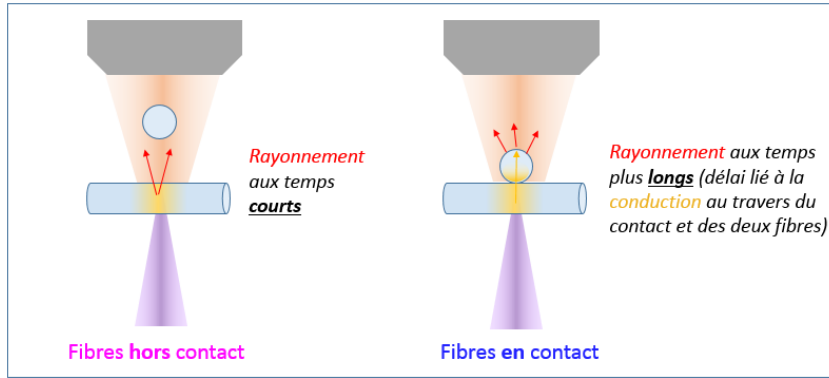
qui entre dans la fibre du dessus (fibre 2) est plus faible que le flux apporté par le laser dans la fibre du dessous (fibre 1) puisqu'une partie de la chaleur a diffusé dans la longueur de la fibre 1 (cf. Fig. 4.5). Ce flux est d'autant plus faible qu'une résistance thermique de contact — que l'on cherche idéalement à déterminer — le restreint.

La deuxième observation importante est qu'il y a un décalage net entre les maxima d'émission thermique des deux courbes. La courbe de déclin au niveau du croisement a un maximum d'émission thermique qui arrive  $88 \pm 8 \mu\text{s}$  plus tard que le maximum d'émission observé dans le cas d'une fibre simple (qui arrive après un temps  $t_{max}^{1FV} \sim 55 \mu\text{s}$ ). Ce délai est lié au temps de propagation dans la fibre 2 (fibre du dessus) : le front de chaleur doit maintenant franchir l'épaisseur de deux fibres, ce qui prend logiquement plus de temps que pour franchir l'épaisseur d'une seule fibre (cf. Fig. 4.4(a)). Pour autant, le décalage temporel du pic  $\Delta t_{max}$  entre les deux courbes est plus long que le temps de maximum d'émission d'une fibre seule. Une hypothèse est que l'émission thermique provenant exclusivement de la fibre 2 est superposée à un signal d'émission thermique provenant de la fibre 1 dans la mesure où le champ de vue est plus large qu'une fibre et voit donc encore un peu de la fibre du dessous (cf. Fig. 4.5). Or l'élévation de température dans la fibre 2 est plus faible que l'élévation de température dans la fibre 1, ce qui entraîne une émission thermique plus faible provenant de la fibre 2 que de la fibre 1. Il serait alors possible que le maximum d'émission thermique lié exclusivement à la fibre 2 arrive après le temps attendu  $2 \times t_{max}^{1FV}$  mais qu'il soit noyé dans un signal d'émission thermique provenant de la fibre 1 qui continue d'augmenter même après ce temps là, créant ainsi un maximum d'émission thermique global plus tardif :  $t_{max}^{2FV} > 2 \times t_{max}^{1FV}$ . Une optimisation intéressante à envisager serait d'augmenter encore le grandissement  $G$  de la voie de collection IR (cf. § 1.3.2) de sorte que le champ de vue du détecteur ne voit qu'une seule fibre. Une autre option serait de travailler avec des fibres de plus gros diamètre de sorte de « combler » l'ensemble du champ de vue actuel du détecteur avec une seule fibre, mais le risque serait d'avoir dans ce cas un niveau de signal trop faible. Au lieu de travailler avec des fibres de plus gros diamètres, nous pourrions effectuer la détection du signal IR d'émission thermique avec un détecteur optimisé pour une longueur d'onde IR plus courte ( $\sim 5 \mu\text{m}$  au lieu de  $10 \mu\text{m}$  actuellement) et doté d'un pixel de taille plus petite pour réduire les dimensions de la zone de détection.

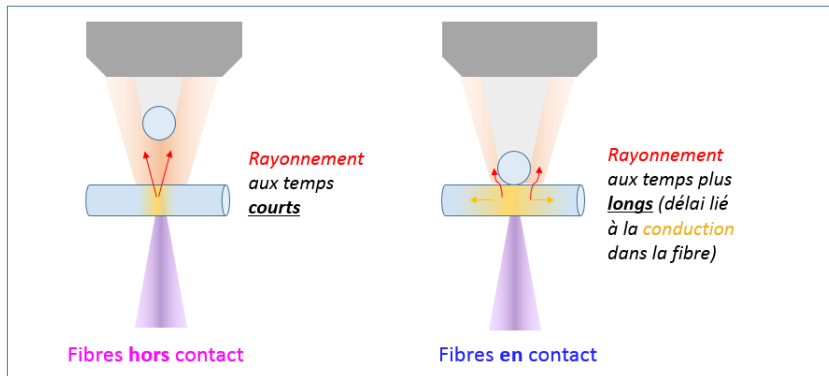
Enfin, on pourra observer que la tendance de déclin de ces deux courbes n'est pas rigoureusement identique. Ces trois observations laissent entrevoir la possibilité d'extraire de ces courbes de déclin une information pertinente au sujet de la résistance thermique de contact  $R_c$  entre les deux fibres. L'intérêt de la méthode est ici l'absence de contact avec les fibres pour effectuer la mesure de thermographie IR spatialement et temporellement résolue. Pour ce faire, il faut nous assurer que toutes ces différences observées sont effectivement liées au contact entre les deux fibres et ne sont pas un simple effet d'ombrage dans la mesure où, dans notre configuration, une fibre se trouve au dessus de l'autre (cf. Fig. 4.4(b)). C'est ce que nous allons étudier dans le paragraphe suivant.

### 4.1.3 Étude des courbes de déclin en fonction de la distance inter-fibres

Dans le paragraphe précédent, nous avons pu noter certaines différences entre les courbes de déclin prises sur une fibre seule et au niveau d'un croisement de deux fibres. Pour évacuer l'hypothèse d'un éventuel effet d'ombrage et s'assurer que ces différences sont effectivement liées au contact physique entre les deux fibres, nous avons procédé à une approche contrôlée des deux fibres depuis une centaine de microns jusqu'au contact. Cette

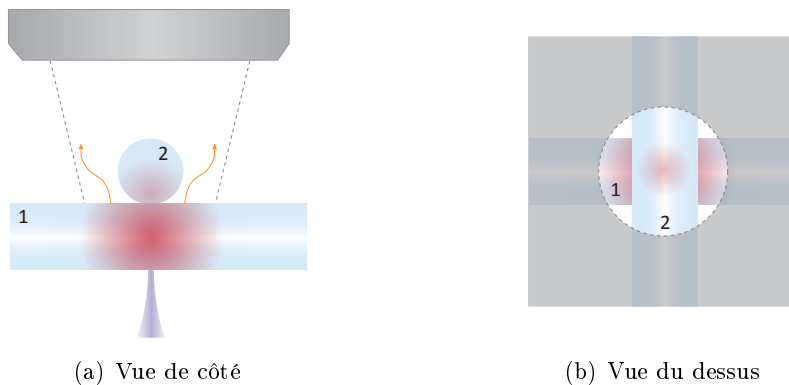


(a) Décalage du maximum d'émission thermique lié au temps supplémentaire de conduction que représente le franchissement du contact puis de la deuxième fibre pour la chaleur.



(b) Vue du dessus

FIGURE 4.4 – Schémas décrivant les deux explications possibles au décalage du maximum d'émission thermique : (a) décalage lié à la conduction au travers des deux épaisseurs de fibre ou (b) décalage lié à l'ombrage créé par la fibre du dessus (fibre 2) sur la fibre du dessous (fibre 1).



(a) Vue de côté

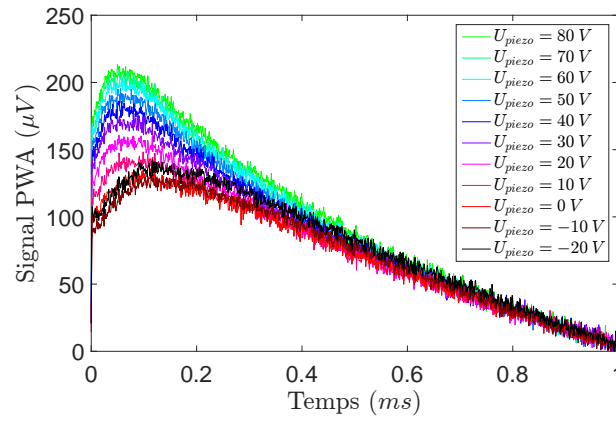
(b) Vue du dessus

FIGURE 4.5 – Configuration à deux fibres : vue de côté et vue du dessus (i.e. depuis l'objectif de collection IR). La fibre du dessous est appelée fibre 1 tandis que la fibre du dessus est appelée fibre 2. On a montré ici que l'émission thermique de la fibre 1 peut atteindre directement le détecteur en passant de part et d'autre de la fibre 2 qui n'est pas assez large pour obturer tout le champ de vue du détecteur.

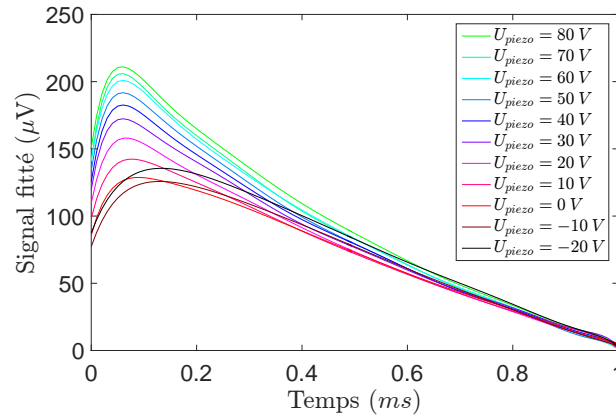
manipulation des fibres avec contrôle de la distance inter-fibres a été permise grâce au dispositif avec bimorphe piezoélectrique que nous avons développé et présenté dans le paragraphe 1.2.1. Nous avons ainsi enregistré les courbes de déclin au dessus du croisement de deux fibres, lorsqu’elles étaient distantes de plusieurs dizaines de microns, puis au cours de l’approche pas à pas des deux fibres jusqu’au contact. Il n’est pas simple de donner une estimation précise de la distance séparant les deux fibres malgré la calibration du bimorphe que nous avons faite, car nous n’avons pas une connaissance précise de la distance qui sépare le croisement du bimorphe. Une telle mesure, qu’il faudrait combiner avec l’emploi d’un système de déplacements piezoélectrique parfaitement calibré à la place du bimorphe, serait bien sûr envisageable. Mais ici, nous avons avant tout tenu à faire l’observation qualitative des différents régimes : fibres en contact / fibres hors contact mais proches du contact / fibres hors contact et distantes. Nous donnons un exemple sur la Fig. 4.6(a) des courbes de déclin que nous avons pu mesurer au niveau d’un croisement de fibres au cours de l’approche de ces deux fibres jusqu’au contact. La mesure précise de la distance inter-fibre n’ayant pas été faite ici, nous différencierons les courbes par la tension appliquée au bimorphe piezoélectrique :  $U_{piezo} = -20\text{ V}$  correspond à la déflexion nulle du bimorphe, les fibres sont alors en contact tandis que  $U_{piezo} = 80\text{ V}$  correspond à la situation de déflexion maximale du bimorphe pour laquelle les fibres sont hors contact. Pour améliorer la lisibilité du graphique, on a tracé sur la Fig. 4.6(b) les ajustements polynomiaux (degré 10) de chaque courbe de déclin.

Sur ces figures, on observe que les deux dernières courbes ( $U_{piezo} = -10$  et  $-20\text{ V}$ ) ont une allure très différente des autres courbes : le maximum d’émission est nettement décalé et la courbe est plus arrondie que les autres courbes de déclin. Si l’on regarde la position des maxima d’émission thermique (cf. Fig. 4.7), on constate qu’il y a deux positions « stables » :  $t_{max, hc} \simeq 60\ \mu\text{s}$  pour  $U_{piezo} = 30 - 80\text{ V}$  et  $t_{max, c} \simeq 130\ \mu\text{s}$  pour  $U_{piezo} < -10\text{ V}$ . Ces deux positions correspondent respectivement aux cas où les fibres sont *hors contact* (hc) et *en contact* (c). On retrouve donc la tendance déjà évoquée plus haut. Il reste cependant trois courbes intermédiaires ( $U_{piezo} = 20; 10; 0\text{ V}$ ) qui ont des maxima légèrement décalés par rapport aux cas où les fibres sont très éloignées (décalage de 10 à 30  $\mu\text{s}$  par rapport à  $t_{max, hc}$ ). Dans la mesure où ce décalage augmente progressivement lorsque la distance inter-fibres diminue, nous pensons que ce décalage est dû à un effet d’ombrage : lorsque la fibre 2 se trouve proche de la fibre 1, elle masque une partie du rayonnement de la fibre 1 pour le détecteur (cf. Fig. 4.8). Le maximum d’émission arrive donc en étant légèrement différé, une fois que la chaleur a conduit dans la fibre 1 au delà du cône d’ombre créé par la fibre 2.

Parallèlement à l’enregistrement de ces courbes de déclin au cours de l’approche, nous avons enregistré le signal moyen (i.e. le signal démodulé sur tout le cycle) pour chaque position de la fibre (et donc chaque tension  $U_{piezo}$ ). Les résultats sont tracés sur la Fig. 4.9 au cours de l’approche de la fibre (« trajet aller », en bleu) et au cours de la rétractation de la fibre (« trajet retour », en vert). Il est intéressant de remarquer que lors de l’approche, le signal moyen diminue progressivement. Cette diminution du signal est logique dans la mesure où la fibre du dessus — qui est celle qui s’approche — obture une partie du champ de vue du détecteur même si elle est en dehors du plan focal de l’objectif de collection. Plus la fibre s’abaisse, plus la partie du signal qu’elle obture est importante et donc plus le signal moyen diminue. Cette diminution du signal moyen est suivie d’une augmentation après que le signal a atteint une valeur minimum. Cette augmentation de signal est directement due au contact entre les fibres. En effet, lorsque les deux fibres entrent en contact, un nouveau canal de transfert de chaleur de la fibre 1 à la fibre 2 s’ouvre permettant à la



(a) Courbes de déclin au cours de l'approche des deux fibres. L'approche se fait en diminuant la tension du bimorphe  $U_{piezo}$ .



(b) Ajustements polynomiaux des courbes de déclin ci-dessus.

FIGURE 4.6 – Courbes de déclin au cours de l'approche des deux fibres à mesure que la tension du bimorphe  $U_{piezo}$  diminue - (a). Les courbes ont été ajustées par un polynôme de degré 10 pour améliorer la lisibilité - (b).

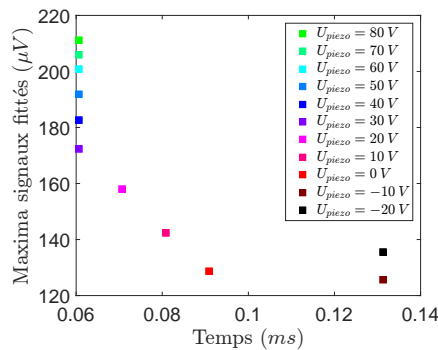


FIGURE 4.7 – Maxima d'émission thermique sur les courbes de déclin à mesure que la distance inter-fibre (et donc la tension  $U_{piezo}$ ) diminue.

surface de la fibre 2 de rayonner à son tour ce qui contribue au signal total qui augmente. Dans le cas du trajet retour — lorsque les fibres s'éloignent l'une de l'autre — on observe

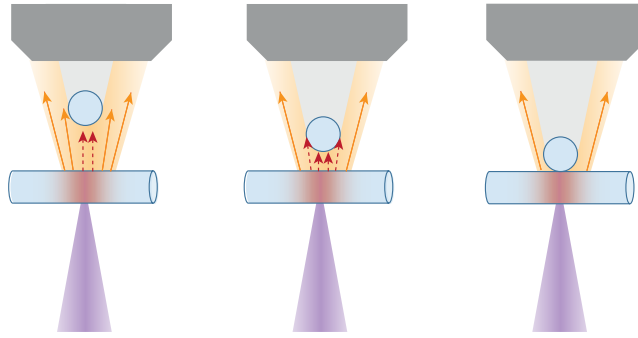


FIGURE 4.8 – Schémas représentant la perte de signal d’émission thermique provenant de la fibre du dessous (fibre 1) lorsque la fibre du dessus (fibre 2) s’approche — figures de gauche à droite — en raison de l’effet d’ombrage. Le rayonnement qui parvient au détecteur est matérialisé par des flèches oranges, tandis que le rayonnement qui ne parvient pas jusqu’au détecteur (car il reste dans l’ombre de la fibre du dessus) est matérialisé par des flèches pointillées rouges. Plus la fibre 2 est proche de la fibre 1, plus la chaleur dans la fibre 1 doit avoir diffusé latéralement pour que l’émission thermique atteigne le détecteur.

la même tendance bien que légèrement décalée à cause de l’adhésion entre les fibres (cf. hystérésis Fig.1.8). Ainsi, le minimum de ces courbes permet de reconnaître le contact entre les fibres. Dans le cas du trajet aller, on constate que pour les positions de fibre correspondant à  $U_{piezo} = -10$  V et  $U_{piezo} = -20$  V, les deux fibres sont en contact avec certitude. Ces deux positions correspondent au décalage maximal des temps de maximum d’émission thermique  $t_{max}$  observés en Fig. 4.7 et Fig. 4.6. Ainsi, le décalage des maxima observé en Fig. 4.3(a) est bien dû au contact entre les fibres et non à un effet d’ombrage (qui décale légèrement le maximum mais bien moins nettement). L’allure très différente de ces deux dernières courbes de déclin est donc liée au fait que le rayonnement provient de deux fibres en contact l’une avec l’autre, tandis que les autres courbes concernent des fibres hors contact.

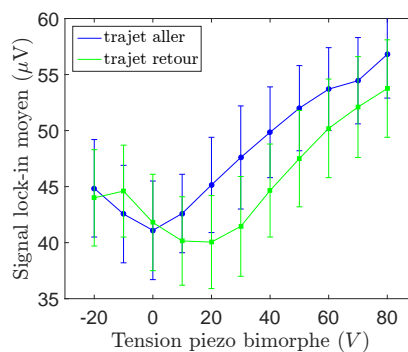


FIGURE 4.9 – Évolution du signal lock-in en fonction de la tension imposée au bimorphe piezoélectrique : au cours de l’approche des deux fibres (trajet aller, en bleu) et au cours de l’éloignement des deux fibres (trajet retour, en vert).

Nous avons souhaité retrouver ces différentes allures de courbes de déclin sur une fibre de verre ou sur deux fibres en contact par des simulations. C’est ce que nous allons présenter dans la section suivante.

## 4.2 Modèle perturbatif pour la résolution du problème à deux fibres

Pour retrouver, par la simulation, l'allure des signaux observés expérimentalement, il nous fallait développer un modèle comportant deux fibres en contact. Nous avons donc proposé une méthode permettant d'exploiter le travail qui avait déjà été fait sur une fibre seule. Nous allons maintenant présenter cette méthode et les premiers résultats obtenus.

### 4.2.1 Principe général de la méthode

Dans le chapitre précédent, nous avons développé un modèle semi-analytique qui résout le problème d'une fibre seule, sans pertes au parois<sup>1</sup>. Pour développer un modèle à deux fibres en contact en exploitant ce modèle à une fibre, nous avons utilisé une approche perturbative. Il s'agit d'une méthode itérative qui consiste à considérer pour chaque itération une seule des deux fibres en contact, et à lui appliquer le modèle développé précédemment tout en incluant le terme de contact dans les conditions aux limites.

- Initialement (itération 0), on considère que la température dans la fibre 2 est homogène et égale à la température ambiante  $T_2(r_2, \varphi_2, z_2, t) = T_{amb}$  et on considèrera que le champ de température dans la fibre 1 qui est chauffée par l'impulsion laser correspond au cas d'une fibre seule.
- itération k :

  - On cherche d'abord à calculer le champ de températures  $T_1^k(r_1, \varphi_1, z_1, t)$  dans la fibre 1. On procède exactement comme on l'a présenté dans le chapitre 3.2 à la différence que les conditions aux limites sont modifiées : le terme de flux incident  $g_{spot}$  causé par l'excitation UV impulsionnelle est conservé, les parois sont toujours adiabatiques mais un terme de pertes localisées au niveau du contact avec la fibre 2 est ajouté. Ce terme de pertes inclut un coefficient d'échange  $\mathcal{K}$  et s'écrit :

$$g_1(\varphi_1^c, z_1^c, t) = -\mathcal{K}[T_1(\varphi_1^c, z_1^c, t) - T_2(\varphi_2^c, z_2^c, t)] \quad (4.1)$$

Ce terme n'existe que dans la zone  $\mathcal{S}_{contact}$  définissant le contact (indiqué par la lettre c dans l'expression ci-dessus). En effet, on a pu voir précédemment que la réalité du contact n'est jamais ponctuelle mais qu'une zone de contact de surface non nulle peut être définie. Dans cette simulation, la zone de contact définit plus largement la zone sur laquelle un échange thermique efficace a lieu entre les deux fibres. On comprend donc que cette surface peut être plus grande que la surface réelle de contact entre les fibres. Le terme de fuite de chaleur dépend donc du champ de température dans les deux fibres. C'est là qu'intervient la démarche itérative puisque l'on utilisera les champs de température obtenus à l'itération précédente ( $k - 1$ ) pour déterminer le terme de pertes  $g_1^k$ , soit :

$$g_1^k(\varphi_1^c, z_1^c, t) = -\mathcal{K}[T_1^{k-1}(\varphi_1^c, z_1^c, t) - T_2^{k-1}(\varphi_2^c, z_2^c, t)] \quad (4.2)$$

Ce terme  $g_1^k$  permettra donc d'obtenir le champ de température  $T_1^k(r_1, \varphi_1, z_1, t)$  dans la fibre 1.

- Puis on s'intéresse à la fibre 2. Le champ de température se calcule de manière analogue à la fibre 1, avec comme unique condition aux limites un terme de gain

---

1. Nous avons également pu intégrer un terme de pertes convectives, mais cela a nécessité une intégration numérique.

correspondant au flux entrant au niveau de la zone de contact et provenant de la fibre 1. Ce terme de gain s'écrit :

$$g_2^k(\varphi_2^c, z_2^c, t) = +\mathcal{K}[T_1^{k-1}(\varphi_1^c, z_1^c, t) - T_2^{k-1}(\varphi_2^c, z_2^c, t)] \quad (4.3)$$

On peut alors déterminer le champ de température  $T_2^k(r_2, \varphi_2, z_2, t)$  dans la fibre 2.

- on réitère le processus jusqu'à ce que les champs de température atteignent une valeur stationnaire (on définit en pratique un critère de convergence pour stopper le processus itératif).

Le coefficient d'échange  $\mathcal{K}$  est un terme qui prend en compte la résistance de contact  $R_c$  qui nous intéresse mais que nous n'avons pas encore déterminée. Dans un premier temps, ce terme doit être fixé quitte à ajuster sa valeur *a posteriori*<sup>2</sup>. Le terme  $\mathcal{K}$  a la dimension de l'inverse d'une longueur. La dimension typique à laquelle nous travaillons est le micromètre, aussi avons nous choisi de manière arbitraire que ce coefficient d'échange aurait pour valeur l'inverse d'un micron :  $\mathcal{K} = 1 \cdot 10^6 \text{ m}^{-1}$ .

Le champ de température dans la fibre  $i$  ( $i = 1$  ou  $2$ ) se calcule comme vu précédemment (éq. 3.7) :

$$T_i^k(r_i, \varphi_i, z_i, t) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_0^{2\pi} \int_0^R \xi f(\xi, \eta, \zeta) G(r_i, \varphi_i, z_i, \xi, \eta, \zeta, t) d\xi d\eta d\zeta \\ + DR \int_0^t g_{tot,i}^k(\varphi_i, z_i, \tau) G(r_i, \varphi_i, z_i, R, \eta, \zeta, t - \tau) d\eta d\zeta d\tau \quad (4.4)$$

où

$$g_{tot,i}^k(\varphi_i, z_i, \tau) = \begin{cases} g_{spot} - \mathcal{K}[T_1^{k-1}(\varphi_1^c, z_1^c, \tau) - T_2^{k-1}(\varphi_2^c, z_2^c, \tau)] & \text{si } i = 1 \\ \mathcal{K}[T_1^{k-1}(\varphi_1^c, z_1^c, \tau) - T_2^{k-1}(\varphi_2^c, z_2^c, \tau)] & \text{si } i = 2 \end{cases} \quad (4.5)$$

### Simplifications du modèle

Nous avons procédé à quelques simplifications qui, bien qu'elles dégradent notre modèle, nous ont permis d'obtenir les premiers résultats de simulation pour deux fibres croisées.

- ▷ Le terme d'échange  $g_i$  ( $i = 1$  ou  $2$ ) est non nul uniquement pour les points  $M_i$  se trouvant dans la zone de contact  $\mathcal{S}_{contact}$ . L'équation 4.4 suppose que l'on intègre ce terme d'échange (qui apparait comme condition aux limites pour les deux fibres) selon les deux variables d'espace et la variable de temps. Or les champs de température calculés à l'itération précédente, et qui apparaissent également dans  $g_i$ , varient selon ces trois variables. La fonction de Green est une somme de produits de fonctions de Bessel, cosinus et fonctions erreur qui sont évaluées entre autres en  $t - \tau$  puis qu'il faut intégrer sur la surface du contact  $\mathcal{S}_{contact}$  et le temps. Une fois encore, le logiciel *Mathematica* n'est pas capable d'identifier cette intégration à des fonctions usuelles. Il faut donc recourir à une **intégration numérique** pour résoudre ce problème.

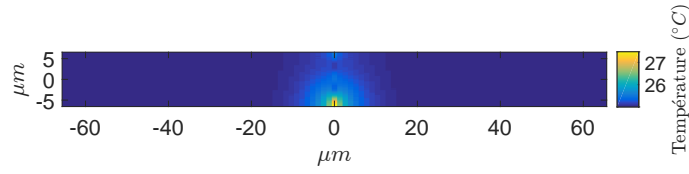
---

2. C'est ce genre d'approche qui est menée dans le traitement du type *problème inverse* qui sera évoquée dans la partie 4.2.3 et qui permettrait donc de déterminer cette valeur  $R_c$ .

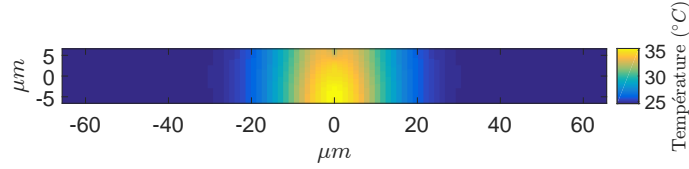
- ▷ La fonction de Green de notre configuration fait intervenir une double somme infinie. Dans le cas d'une fibre seule, nous avons décidé de tronquer ces sommes à  $N_{max} = 16$  et  $M_{max} = 8$ . Pour le cas à deux fibres, le calcul itératif est naturellement beaucoup plus long. Pour une première preuve de principe, nous avons donc simplifié le problème en tronquant ces sommes à  $N_{max} = 2$  et  $M_{max} = 2$  ce qui raccourcit nettement le temps de calcul. On a pu voir sur la Fig. 3.8 que la **troncature des sommes** a surtout un effet sur les temps les plus courts. Si l'on regarde la courbe de déclin d'une fibre au point  $M_D$  après les 25 premières microsecondes, celle-ci est identique quel que soit le choix des limites de troncature. Cette simplification est donc correcte si l'on étudie des temps longs ( $> 25 \mu s$ ).
- ▷ Le traitement de la méthode itérative par *Mathematica* est complexe dans la mesure où ce logiciel de calcul formel crée une fonction (appelons-la  $f_k$ ) à chaque itération qui contient le terme d'échange  $g_i$ , puis l'intègre ensuite pour donner une fonction  $F_k$ . Or ce terme d'échange  $g_i$  contient les champs de température calculés à l'itération précédente qui eux-mêmes ont été calculés d'après l'itération précédente etc. *In fine*, chaque fonction  $f_k$  garde en mémoire les  $f_k$  précédents :  $f_k(r, \varphi, z, t) = f_{k-1}(f_{k-2}(\dots f_0(r, \varphi, z, t)))$ . Or *Mathematica* n'évalue pas les fonctions tant que l'on ne le demande pas expressément. Pour alléger le calcul par *Mathematica*, nous avons donc décidé d'**interpoler** la fonction  $f_k$  par un **polynôme d'Hermite** de degré 3 sur un temps cinq fois supérieur à la période de répétition des impulsion laser (ceci permet de s'affranchir des problèmes d'oscillation introduits par l'interpolation en bord de domaine).
- ▷ Enfin, la surface de contact est un paramètre important dans le calcul puisqu'il définit la surface d'intégration des fonctions de Green pour chaque itération. Or actuellement, nous n'avons pas la possibilité d'évaluer expérimentalement cette surface de contact. Une possibilité serait de modéliser le contact entre fibres par un contact de Hertz, mais à ce jour nous n'avons pas la possibilité de connaître la force exercée par la fibre 2 sur la fibre 1<sup>3</sup>. Pour simplifier le problème, nous nous sommes inspirés du traitement du spot d'excitation par une impulsion de Dirac temporelle (cf. §3.2.1). Nous avons donc modélisé la fuite de chaleur via la zone de contact par une impulsion de Dirac spatiale : on suppose ainsi que la zone de contact  $\mathcal{S}_{contact}$  est réduite à un point  $M_c$ . Cette **hypothèse de contact ponctuel** permet de s'affranchir des intégrations de la fonction de Green dans les deux dimensions de l'espace. A l'image de ce que nous avons fait plus haut, nous allons prendre en compte la surface de contact en corrigeant le terme intégré et en multipliant le terme d'échange par la surface de contact. Ainsi, la dimension du contact est prise en compte dans le flux au lieu de l'être dans les bornes d'intégration. Cette hypothèse simplificatrice est raisonnable tant que l'on s'intéresse à des échelles spatiales grandes devant la dimension du contact, ce qui est vérifié ici puisque la surface de contact mesure  $\sim 1 \mu m^2$  et que nous nous intéressons au transfert de chaleur dans un système formé de deux fibres de  $13 \mu m$  de diamètre chacune. Sous cette hypothèse, le champ de température dans

---

3. Notons qu'une façon d'y parvenir serait d'utiliser un modèle de flexion trois points [166] — mais il faudrait alors connaître la tension dans la fibre 1 ce qui est compliqué — ou bien de modifier notre système pour que les deux fibres soient toutes deux maintenues uniquement à l'une de leurs extrémités, l'autre étant libre — situation de deux poutres simplement encastrées pour lesquelles la mesure précise de la flèche renseignerait sur la force exercée par la fibre 2 sur la fibre 1. Actuellement, nos fibres sont trop fines pour que ce genre de dispositif soit envisageable (pour parvenir à mesurer précisément la flèche, il faudrait que les fibres soient assez longues ce qui ferait que le dispositif serait trop instable car les fibres de faible diamètre — et peu rigides — seraient trop peu maintenues).



(a) Fibre 2



(b) Fibre 1

FIGURE 4.10 – Coupes longitudinales dans les deux fibres prises 100  $\mu\text{s}$  après l’impulsion de chauffe avec le laser UV. L’impulsion a lieu en bas de la fibre 1 et le contact avec la fibre 2 a lieu à la verticale du point de chauffe.

la fibre 2 par exemple devient :

$$T_2(r_2, \varphi_2, z_2, t) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_0^{2\pi} \int_0^R \xi f(\xi, \eta, \zeta) G(r_2, \varphi_2, z_2, \xi, \eta, \zeta, t) d\xi d\eta d\zeta \\ + DRKS_{contact} \int_0^t [T_1^{k-1}(M_c, \tau) - T_2^{k-1}(M_c, \tau)] G(r_2, \varphi_2, z_2, M_c, t - \tau) d\tau \quad (4.6)$$

#### 4.2.2 Résultat du modèle avec ajout de pertes constantes sur la fibre 1

Comme nous l’avons vu dans le cas d’une seule fibre au chapitre 3.4, un modèle sans pertes aux parois ne décrit pas parfaitement ce qui est observé expérimentalement, en ne reproduisant pas le retour à la température initiale à la fin de chaque période. Dans le cas d’un modèle à deux fibres, nous avons donc logiquement choisi d’introduire des pertes constantes comme décrit dans le § 3.4, mais uniquement dans la fibre 1. A ce stade, nous n’introduisons pas de pertes dans la fibre 2 car la valeur des pertes introduites dans la fibre 1 a été fixée pour que la température au sein de la fibre relaxe jusqu’à la température ambiante à la fin d’une période entre deux impulsions laser. Idéalement, il faudrait ajouter un terme de pertes dans la fibre 2 qui dépende spatialement et temporellement de la température dans la fibre, ce qui serait très complexe à traiter analytiquement. Nous avons donc décidé dans un premier temps de ne pas introduire de pertes dans la fibre 2. A l’avenir, si nous souhaitons introduire des pertes dans cette deuxième fibre, il faudra plutôt opter pour un traitement purement numérique qui sera alors plus adapté.

La Fig. 4.10 représente des coupes longitudinales dans les deux fibres, prises 100  $\mu\text{s}$  après l’impulsion laser. A noter qu’une vue est tournée de 90° par rapport à l’autre dans la mesure où l’hypothèse de départ est que les deux fibres sont perpendiculaires. On y voit nettement le transfert de chaleur depuis la fibre 1 (en bas) à la fibre 2 (en haut).

Nous présentons sur la Fig. 4.11 le résultat des simulations utilisant le modèle que nous avons proposé. Nous avons tracé sur la même figure la courbe de déclin en température obtenue au sommet de la première fibre (c’est-à-dire au niveau du contact, point  $M_C$ ) en bleu et, en rouge, celle prise au sommet de la fibre 2, au dessus du croisement (au point

$M_D$ ). Comme précisé plus haut, nous n'avons considéré qu'un nombre très réduit de modes ( $N_{max} = 2$  et  $M_{max} = 2$ ) ce qui rend l'interprétation des courbes pour des temps inférieurs à  $25 \mu\text{s}$  peu pertinente. Le calcul converge en 31 itérations.

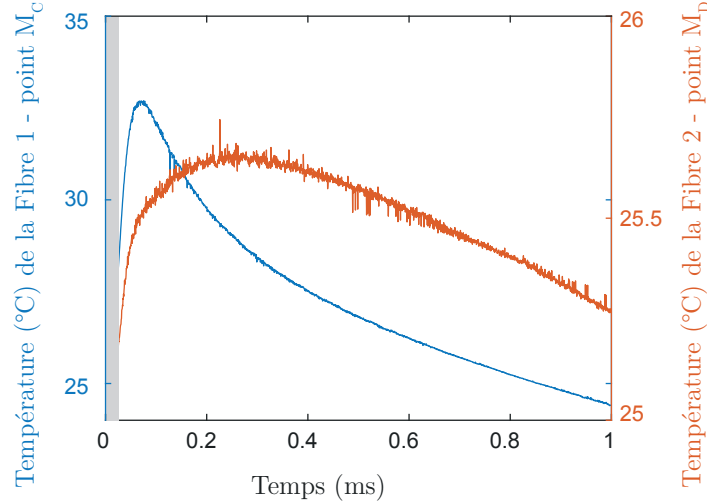


FIGURE 4.11 – Courbes de déclin en température simulées au niveau du contact sur la fibre 1 (point  $M_C$ , en bleu) et au dessus du croisement, au sommet de la fibre 2 (point  $M_D$ , courbe rouge). La zone grisée en début de graphique correspond à la gamme de temps pour lesquels la simulation n'est pas pertinente en raison de notre choix de  $N_{max}$  et  $M_{max}$ .

La première remarque que l'on peut faire est que la courbe prise au sommet de la première fibre (en bleu) ressemble à une courbe de déclin obtenue sur une fibre seule, à la différence près que la température dans le cas à deux fibres est moins élevée en raison de la fuite d'une partie de la chaleur vers la deuxième fibre (on pourra par exemple comparer la température des pics d'émission thermique entre cette figure et la Fig. 3.18). Dans le cas d'une fibre seule, le maximum est à environ  $35^\circ\text{C}$  tandis que lorsqu'une deuxième fibre est en contact, la température du maximum est de  $32^\circ\text{C}$ .

La deuxième observation concerne la courbe de déclin sur la deuxième fibre, au dessus du croisement. Le niveau de signal est évidemment plus faible que pour la fibre du dessous, ce qui est logique car la fibre 2, sur le dessus, est chauffée exclusivement par le biais du contact par la fibre 1. Il est donc logique que sa température soit plus basse que celle de la fibre 1 (qui est, elle, chauffée directement par le laser). Mais c'est surtout l'allure de la courbe de déclin qui est très différente de la courbe de déclin sur la première fibre :

- le maximum d'émission thermique arrive plus tard ( $t_{max}^{2FV} \sim 240 \mu\text{s}$  tandis que  $t_{max}^{1FV} \sim 70 \mu\text{s}$ ) ;
- l'allure de la phase de déclin n'est pas la même (plutôt convexe dans le cas de la fibre 1 et concave dans le cas de la fibre 2).

Ces différences d'allures ressemblent à ce qui a été observé expérimentalement sur la Fig. 4.6(b), par exemple si l'on regarde la courbe noire (au niveau du croisement de deux fibres). Comme dans le cas à une fibre seule, les maxima d'émission des courbes simulées sont plus tardifs que ceux des courbes expérimentales (nous avons déjà évoqué des arguments pour expliquer cela dans le § 3.2.3).

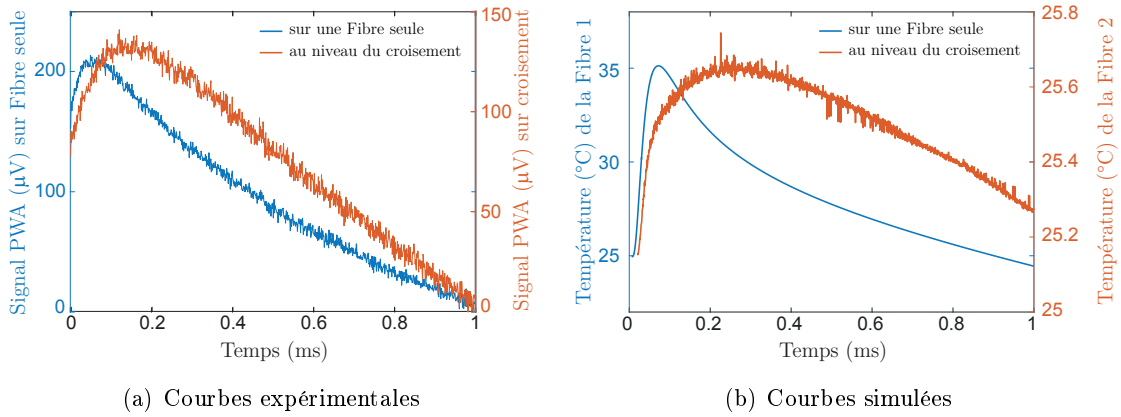


FIGURE 4.12 – Comparaison des courbes obtenues sur une fibre (en ) et sur deux fibres croisées (en ) expérimentalement (a) et par les modèles à 1 et 2 fibre(s) que nous avons présentés (b).

Pour comparer plus simplement les allures, nous avons tracé sur la Fig. 4.12 les courbes de déclin expérimentales et simulées sur une fibre seule (courbes bleues) et au dessus du croisement de deux fibres (courbes en rouge). Notons que les courbes expérimentales sont représentées en signal détecté ( $\mu\text{V}$ ) tandis que les courbes simulées sont représentées en température. Il aurait idéalement fallu comparer les puissance détectées, comme nous l'avons fait dans le chapitre précédent, mais le calcul de la puissance détectée dans le modèle à deux fibres est très long (car il faut intégrer sur toute la surface de détection et pour tous les temps) et n'a pas pu être effectué. Ces courbes servent donc exclusivement à comparer les allures. On peut tout de même constater une ressemblance qualitative claire, notamment dans le décalage des pics lorsque l'on passe d'une fibre à l'autre. Mais ces observations constituent un premier pas car, en l'état actuel des choses, il n'y a pas de possibilité de vérifier quantitativement l'accord entre les expériences et le modèle.

Malgré l'absence de comparaison quantitative, l'allure des courbes nous conforte dans le fait que l'approche est sensée et qu'il serait pertinent de poursuivre dans cette direction en améliorant le modèle. Nous pouvons déjà anticiper les étapes suivantes : si le modèle permettait de retrouver de manière quantitative les résultats expérimentaux, serait-il possible de remonter au paramètre qui nous intéresse ici, à savoir la résistance thermique de contact ? Nous avons vu que nous l'avons prise en compte dans le modèle via le coefficient d'échange  $\mathcal{K}$  et la surface de contact  $\mathcal{S}_{\text{contact}}$ , deux paramètres que nous avons choisis de manière arbitraire. Serait-il possible d'estimer les valeurs réelles de ces paramètres grâce au modèle et aux données expérimentales ? Nous allons voir qu'il est en effet possible de procéder à une estimation de paramètres par une résolution de problème inverse.

### 4.2.3 Études préliminaires pour la résolution du problème inverse

En physique classique, nous avons souvent l'habitude de traiter des problèmes dits *directs*, visant à déterminer l'effet que produisent des causes connues [85]. Certains domaines de la physique font pourtant couramment la démarche opposée, à savoir déterminer les causes qui ont provoqué des effets connus. C'est le cas typiquement de la géophysique ou de l'imagerie avec par exemple la reconstruction d'images par tomographie. Cette démarche consiste à traiter ce qu'on appelle le *problème inverse*. Elle est particulièrement utile lorsque l'on souhaite déterminer, à l'aide de mesures et d'un modèle physique de la situation, un

ou des paramètre(s) qu'il n'est pas possible de mesurer directement. La résolution de tels problèmes n'est pas simple. En effet, si la plupart des problèmes directs sont « bien posés » au sens d'Hadamard<sup>4</sup>, les problèmes inverses sont généralement « mal posés ». En particulier, la non-unicité de la solution et le manque de continuité à cause du bruit inhérent à toute mesure font que la résolution de problèmes inverses nécessite souvent un traitement mathématique complexe que nous n'aborderons pas ici (voir la référence [85] pour de plus amples détails).

En thermique, un problème est dit *direct* lorsque l'on calcule par exemple un champ de température à partir de paramètres d'entrée (grandeurs thermophysiques du matériau, conditions initiales et aux limites définies...). Dans notre cas, nous mesurons une courbe d'évolution de l'émission thermique qui renseigne sur l'évolution de la température du système à deux fibres, et nous souhaitons — à partir de cette courbe — déterminer la valeur de la résistance de contact  $R_c$  entre les deux fibres. Ce type de problème d'identification de paramètre peut être traité par une méthode *inverse*. La démarche consiste alors à calculer via un modèle adapté la courbe qui serait obtenue en partant d'une valeur d'entrée arbitraire pour  $R_c$  (dans notre cas, on jouerait sur le coefficient d'échange  $\mathcal{K}$  ou le produit  $\mathcal{K} \times \mathcal{S}_{contact}$ ), de comparer cette courbe simulée à la courbe obtenue expérimentalement puis, par un algorithme de minimisation, d'ajuster la valeur du paramètre d'entrée jusqu'à ce que la courbe simulée converge vers la courbe expérimentale (cf. schéma Fig. 4.13).

Ainsi, la méthode perturbative que nous avons proposée pour le calcul des champs de température dans les deux fibres sera amenée à être utilisée de nombreuses fois, pour différentes valeurs de  $\mathcal{K}$ . Aussi il est important de connaître la robustesse de ce modèle et sa sensibilité aux différents paramètres. En premier lieu, le plus simple est de faire varier manuellement la valeur de  $\mathcal{K}$  et de voir comment la réponse du modèle est affectée par ces changements.

### Variation « manuelle » du coefficient d'échange $\mathcal{K}$

Jusqu'ici les simulations ont été réalisées avec une valeur de  $\mathcal{K}$  et une surface de contact fixés uniquement d'après des ordres de grandeurs. On ne sait pas s'ils sont représentatifs et on ignore si leurs valeurs ont une influence sur la convergence de notre modèle. Nous avons donc cherché à regarder ce que pouvait donner le modèle pour une valeur de  $\mathcal{K}$  qui varierait de plusieurs ordres de grandeur.

- Dans un premier temps, nous avons décidé de diminuer la valeur du coefficient d'échange de deux ordres de grandeurs en posant  $\mathcal{K} = 10^4 \text{ m}^{-1}$  dans un cas où la fibre 1 n'a pas de pertes. Cette situation revient à considérer une valeur de résistance de contact  $R_c$  très élevée. On s'attend donc à avoir un champ de température peu perturbé car peu de chaleur devrait être transmise à la fibre 2. Le modèle converge en 2 itérations seulement, et l'on observe que la courbe au point de contact *côté fibre 1* ressemble à une courbe de déclin dans le cas d'une fibre seule (non représenté ici) tandis que l'élévation de température de l'autre côté du contact (point  $M_C$  côté

---

4. D'après Hadamard [67], un problème est « bien posé » lorsque les trois conditions suivantes sont réunies :

1. une solution existe (*existence*) ;
2. cette solution est unique (*unicité*) ;
3. cette solution dépend continument des données (*continuité*).

A l'inverse, un problème qui ne remplirait pas ces trois critères est dit « mal posé ».

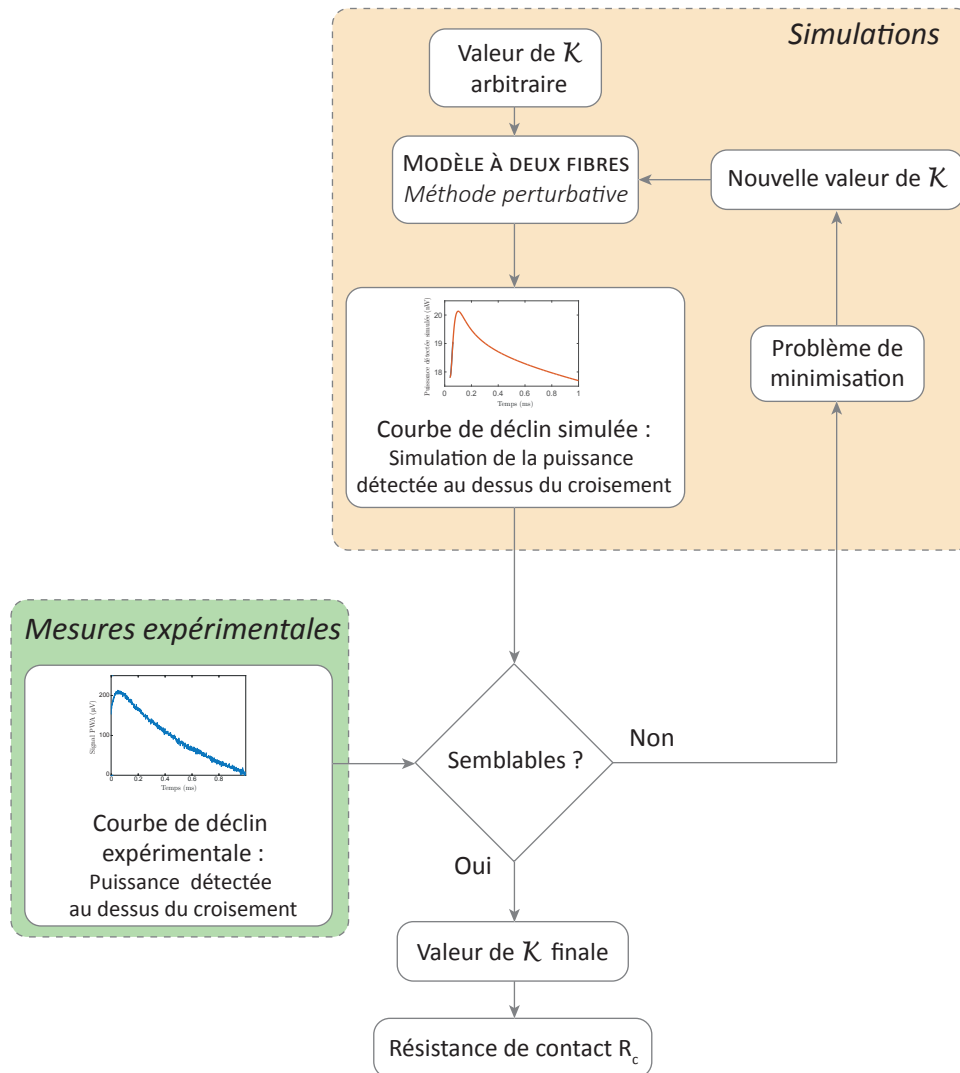


FIGURE 4.13 – Procédure de détermination de la résistance de contact par résolution du problème inverse.

*fibres 2*) est très faible (cf. Fig. 4.14(a)). De même, l'élévation de la température au sommet de la fibre 2 est extrêmement faible (cf. Fig. 4.14(b)).

- Nous avons ensuite cherché à augmenter la valeur du coefficient d'échange. Dans un premier temps, nous avons augmenté sa valeur de deux ordres de grandeur mais au bout de 200 itérations, le résultat restait chaotique et non physique ( $T < 0$  K). Le flux de chaleur échangé entre les deux fibres était en fait trop grand pour permettre à notre modèle de converger. Nous avons donc diminué cette valeur à  $\mathcal{K} = 10^7 \text{ m}^{-1}$  puis  $\mathcal{K} = 2 \cdot 10^6 \text{ m}^{-1}$  mais le coefficient d'échange restait toujours trop élevé pour avoir une convergence en un nombre raisonnable d'itérations. Finalement, la valeur  $\mathcal{K} = 1,5 \cdot 10^6 \text{ m}^{-1}$  a permis de converger en environ 80 itérations et nous avons obtenu les résultats présentés en Fig. 4.14(c) et 4.14(d). L'augmentation du coefficient d'échange entraîne un transfert de chaleur accru dans la fibre 2, qui se traduit par une température plus élevée.

Dans les deux cas, on retrouve certaines caractéristiques de la courbe de déclin, notamment

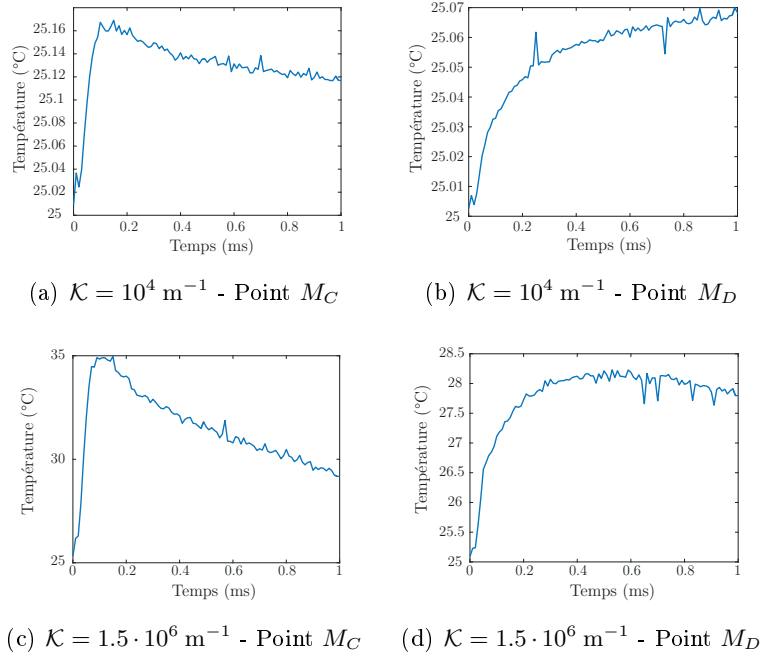


FIGURE 4.14 – Influence de la valeur du coefficient d’échange  $\mathcal{K}$  sur le modèle. Sont représentées les courbes de déclin de la fibre 2, prises au niveau du contact (point  $M_C$ ) et au sommet de la fibre, au dessus du croisement (point  $M_D$ ).

en terme d’allure générale de la courbe et de temps de montée en température ce qui est encourageant. Cependant on peut voir que les valeurs de température ainsi que le comportement aux temps longs sont très dépendants du coefficient d’échange. Cette étude simple nous a permis d’avoir une idée de la façon dont le modèle réagit à quelques variations de  $\mathcal{K}$ . Mais pour une étude systématique, et dans l’éventualité d’une résolution par problème inverse dans le futur, il est nécessaire de mener une étude de sensibilité plus approfondie. Celle-ci nous permettra d’identifier les paramètres les plus importants, leur dépendance temporelle, ainsi que les éventuelles corrélations entre paramètres qui rendraient la résolution par problème inverse impossible comme nous allons le voir.

### Introduction théorique à l’étude de sensibilité

Dans cette partie, nous allons brièvement aborder l’aspect mathématique des problèmes inverses. Pour cela on pourra se référer au livre de Özisik et Orlande traitant des problèmes inverses appliqués à la thermique [190]. Il existe plusieurs méthodes de résolution par problème inverse comme la méthode de Levenberg-Marquardt ou la méthode d’Estimation de Paramètre par Gradient Conjugué. Nous allons ici évoquer quelques étapes importantes de la méthode Levenberg-Marquardt, qui est une méthode itérative pour la résolution de problèmes non linéaires d’estimation de paramètres par la méthode des moindres carrés.

Supposons que l’objectif de notre étude soit l’estimation de  $N$  paramètres inconnus, formant le vecteur de paramètres :  $\mathbf{P}^t = [P_1, P_2, \dots, P_N]^5$ . L’estimation de ce paramètre va se faire à partir de mesures  $\mathbf{Y}^t = [Y_1, Y_2, \dots, Y_I]$  et du modèle qui prend comme valeurs d’entrée les différents paramètres. Ce modèle fournit, par exemple, une estimation de la température que l’on notera  $T(\mathbf{P})$ .

5. L’exposant  $^t$  désigne la transposée de la matrice ou du vecteur.

Comme dans toute méthode de résolution de problème inverse, il faut minimiser l'erreur entre la mesure et le modèle appliqué aux paramètres d'entrée. Dans la méthode Levenberg-Marquardt, il s'agit d'une minimisation par moindres carrés. Il s'agit donc de minimiser la norme :

$$N(\mathbf{P}) = \sum_{i=1}^I [Y_i - T_i(\mathbf{P})]^2 \quad (4.7)$$

ce qui peut s'écrire sous forme matricielle :

$$N(\mathbf{P}) = [\mathbf{Y} - \mathbf{T}(\mathbf{P})]^t [\mathbf{Y} - \mathbf{T}(\mathbf{P})] \quad (4.8)$$

Pour minimiser  $N(\mathbf{P})$ , il faut annuler sa dérivée par rapport à chacune de ses variables, soit :

$$\frac{\partial N(\mathbf{P})}{\partial P_1} = \frac{\partial N(\mathbf{P})}{\partial P_2} = \dots = \frac{\partial N(\mathbf{P})}{\partial P_N} = 0 \quad (4.9)$$

ce qui donne en notations matricielles :

$$\nabla N(\mathbf{P}) = 2 \left[ -\frac{\partial \mathbf{T}^t(\mathbf{P})}{\partial \mathbf{P}} \right] [\mathbf{Y} - \mathbf{T}(\mathbf{P})] = 0 \quad (4.10)$$

La *matrice de sensibilité* (ou matrice Jacobienne)  $\mathbf{J}(\mathbf{P})$  est définie ainsi :

$$\mathbf{J}(\mathbf{P}) = \left[ \frac{\partial \mathbf{T}^t(\mathbf{P})}{\partial \mathbf{P}} \right]^t \quad (4.11)$$

On peut aussi écrire la matrice de sensibilité de manière explicite :

$$\begin{pmatrix} \frac{\partial T_1}{\partial P_1} & \frac{\partial T_1}{\partial P_2} & \frac{\partial T_1}{\partial P_3} & \dots & \frac{\partial T_1}{\partial P_N} \\ \frac{\partial T_2}{\partial P_1} & \frac{\partial T_2}{\partial P_2} & \frac{\partial T_2}{\partial P_3} & \dots & \frac{\partial T_2}{\partial P_N} \\ \vdots & \vdots & \vdots & \dots & \vdots \\ \frac{\partial T_I}{\partial P_1} & \frac{\partial T_I}{\partial P_2} & \frac{\partial T_I}{\partial P_3} & \dots & \frac{\partial T_I}{\partial P_N} \end{pmatrix} \quad (4.12)$$

Chaque élément de cette matrice est appelé *coefficient de sensibilité*.

Ainsi

$$-2\mathbf{J}^t(\mathbf{P})[\mathbf{Y} - \mathbf{T}(\mathbf{P})] = 0 \quad (4.13)$$

On peut donc retrouver  $\mathbf{P}$  dans le cas de problèmes linéaires, mais également dans le cas de problèmes non-linéaires. Le cas de problèmes non-linéaires est traité de manière itérative, en linéarisant le vecteur d'estimation  $\mathbf{T}(\mathbf{P})$  autour d'une solution  $\mathbf{P}^k$  à l'itération  $k$  :

$$\mathbf{T}(\mathbf{P}) = \mathbf{T}(\mathbf{P}^k) + \mathbf{J}^k(\mathbf{P} - \mathbf{P}^k) \quad (4.14)$$

On peut ainsi déterminer le vecteur de paramètres inconnus à l'itération suivante (cf. [190]) :

$$\mathbf{P}^{k+1} = \mathbf{P}^k + [(\mathbf{J}^k)^t \mathbf{J}^k]^{-1} (\mathbf{J}^k)^t [\mathbf{Y} - \mathbf{T}(\mathbf{P}^k)] \quad (4.15)$$

L'équation 4.15 indique que cette méthode ne fonctionne qu'à la condition que :

$$|\mathbf{J}^t \mathbf{J}| \neq 0 \quad (4.16)$$

La situation  $|\mathbf{J}^t \mathbf{J}| \simeq 0$  correspondrait à des coefficients de sensibilités de très faible amplitude ou bien à des colonnes de la matrice de sensibilité linéairement dépendantes. Ainsi, lorsque l'on conçoit une expérience visant à retrouver des paramètres par cette méthode, il faut essayer de se placer dans des conditions favorables, c'est-à-dire tenter de maximiser le déterminant  $|\mathbf{J}^t \mathbf{J}|$ . Il est donc pertinent d'étudier au préalable la matrice de sensibilité pour vérifier si les colonnes sont bien indépendantes. Ces démarches consistent à faire ce qu'on appelle une *étude de sensibilité*. Nous allons voir comment appliquer une telle approche à notre problème.

## Étude de sensibilité appliquée à notre problème

Les deux paramètres inconnus que nous avons introduits dans le modèle sont les pertes aux parois par convection et le coefficient d'échange de contact  $\mathcal{K}$ . Par curiosité, nous avons également étudié la diffusivité thermique comme troisième paramètre bien que nous puissions raisonnablement la considérer comme connue dans le cas présent. La température s'exprime maintenant de la façon suivante,

$$T(r, \varphi, z, t, D_{th}, h^{cc}, \mathcal{K}) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_0^{2\pi} \int_0^R \xi f(\xi, \eta, \zeta) G(r, \varphi, z, \xi, \eta, \zeta, t, D_{th}) d\xi d\eta d\zeta \\ + aR \int_0^t \int \int_{Surfaces} g(\eta, \zeta, \tau, h^{cc}, \mathcal{K}) G(r, \varphi, z, \xi, \eta, \zeta, t - \tau, D_{th}) d\eta d\zeta d\tau \quad (4.17)$$

avec des conditions aux limites qui dépendent de la fibre en question :

$$g_1(\eta_1, \zeta_1, \tau_1, h^{cc}, \mathcal{K}) = g_{spot}(\eta_1, \zeta_1, \tau_1) - g_{\mathcal{K}}(\eta_1, \zeta_1, \tau_1, \mathcal{K}) - g_h(\eta_1, \zeta_1, \tau_1, h^{cc}) \quad (4.18)$$

$$g_2(\eta_2, \zeta_2, \tau_2, h^{cc}, \mathcal{K}) = g_{\mathcal{K}}(\eta_2, \zeta_2, \tau_2, \mathcal{K}) - g_h(\eta_2, \zeta_2, \tau_2, h^{cc}) \quad (4.19)$$

où

$$g_{spot}(\eta, \zeta, \tau) \lambda_{verre} = \Phi_0 \quad M \in S_{spot} \quad (4.20)$$

$$g_h(\eta, \zeta, \tau, h^{cc}) \lambda_{verre} = h^{cc} (T(M, t) - T_{\infty})_{M \in S_{ext}} \quad (4.21)$$

$$g_{\mathcal{K}}(\eta, \zeta, \tau, \mathcal{K}) = \mathcal{K} (T_1(M, t) - T_2(M, t))_{M \in S_{contact}} \quad (4.22)$$

Il est important de connaître la sensibilité du modèle aux différents paramètres. Pour cela, on définit les *Coefficients de Sensibilités*,  $J_{i,j}$  :

$$J_{i,j} = \frac{\partial T_i(t)}{\partial P_j} \quad (4.23)$$

On va donc étudier l'évolution de ces coefficients de sensibilité dans le temps.

### 4.2.4 Étude de sensibilité : Résultats et interprétations

Nous avons tracé sur la Fig. 4.15 les coefficients de sensibilités *réduits* ou *relatifs*  $J_{i,j}^*$ , qui correspondent à :

$$J_{i,j}^* = P_j J_{i,j} = P_j \frac{\partial T_i(t)}{\partial P_j} \quad (4.24)$$

Il est préférable d'avoir recours à ces coefficients réduits pour pouvoir comparer des paramètres qui ont plusieurs ordres de grandeur de différence. La Fig. 4.15 représente l'évolution des différents coefficients de sensibilité réduits au cours du temps, aux temps courts (Fig. 4.15(a)) et aux temps longs (Fig. 4.15(b)).

On observe ainsi que les coefficients de sensibilité réduits de la diffusivité et des pertes convectives varient sensiblement de la même manière sur les temps longs : les courbes ont des pentes très proches et on peut considérer qu'ils sont donc corrélés pour des temps supérieurs à 200  $\mu\text{s}$ , cf. Fig 4.15(b). Les coefficients de sensibilité du contact et des pertes par convection sont quant à eux corrélés jusqu'au pic de température  $\sim 100 \mu\text{s}$  (cf. Fig 4.15(a)) mais ne sont plus linéairement dépendant pour des temps  $t > 100 \mu\text{s}$ . Dans la mesure où nous considérerons la valeur de la diffusivité thermique comme connue et constante pour la gamme de température mise en jeu, la détermination des paramètres des coefficients de pertes et de contact est donc possible et elle doit être menée à partir de 100  $\mu\text{s}$ .

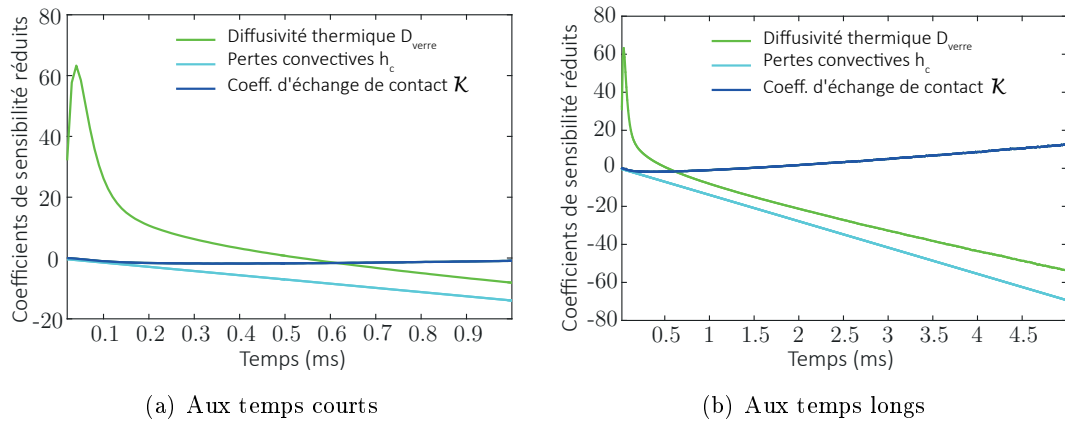


FIGURE 4.15 – Etude de sensibilité de la configuration à deux fibres : réponse aux temps courts (a) et aux temps longs (b)

Ces démarches préliminaires sont encourageantes car il semble qu'une détermination du coefficient d'échange (et par suite de la résistance thermique de contact  $R_c$ ) par résolution du problème inverse soit envisageable avec cette méthode.

# Conclusion

Dans cette troisième partie, nous avons présenté un nouveau dispositif expérimental de thermographie infrarouge que nous avons conçu et réalisé au laboratoire au cours de ma thèse. Cet instrument possède une bonne résolution spatiale qui permet de produire des images dans l'infrarouge moyen avec une résolution spatiale meilleure que ce que la limite de diffraction ne permet. La mesure est également suffisamment résolue en temps pour que l'on parvienne à étudier la dynamique de refroidissement de nos fibres de verre. En menant ce type de mesures sur une fibre seule et sur le croisement de deux fibres en contact, nous avons pu noter des différences que nous pensons pouvoir, à terme, exploiter pour obtenir de l'information sur la résistance thermique de contact. Une méthode de résolution par problème inverse semble *a priori* une voie prometteuse pour atteindre cet objectif. Dans cette optique, le modèle semi-analytique que nous avons développé pour décrire l'évolution du champ de température dans une fibre seule est un premier pas intéressant, d'autant que le traitement reste semi-analytique tant que l'on néglige les pertes par convection. A ce sujet, la possibilité de mesure du coefficient d'échange conducto-convectif est intéressante et mérite d'être creusée, en particulier en améliorant la méthode de calibration en température de la mesure. Par suite, la méthode perturbative que nous avons proposée pour résoudre le problème à deux fibres et qui exploite le modèle à une fibre donne des résultats qui présentent des similitudes avec les observations expérimentales, ce qui encourage à approfondir cette voie dans le but d'atteindre un accord quantitatif entre le modèle et l'expérience. Toutefois, l'intérêt d'une démarche aussi analytique que possible avec un traitement par un logiciel de calcul formel comme *Mathematica* trouve ici ses limites et le nombre de simplifications que nous avons été amenés à faire pour traiter le cas à deux fibres risque de restreindre la portée de cette méthode. Il serait judicieux de compléter celle-ci par un autre type de traitement, entièrement numérique, pour parvenir à résoudre sans ambiguïté le problème inverse. Par ailleurs, des optimisations sont envisageables pour le dispositif expérimental, notamment en augmentant le grandissement et en diminuant la longueur d'onde IR de détection de sorte que le champ de vue du détecteur ne soit restreint qu'à une fibre, ou bien encore en prévoyant un dispositif de mesure de la force exercée par la fibre du dessus sur la fibre du dessous. Enfin, l'idée de placer la mesure sous vide ou atmosphère contrôlée est séduisante mais nécessite un lourd développement expérimental.

Nous avons donc présenté ici un nouveau système innovant et dont les possibilités semblent prometteuses. S'agissant d'un premier travail dans ce domaine, nous sommes conscients que beaucoup d'aspects pourront être améliorés tant sur le plan expérimental que sur celui de la modélisation. Mais la voie qui commence à se tracer pour la détermination de la résistance de contact entre deux fibres de verre est engageante. Au delà de notre sujet d'étude, il reste en particulier à montrer le potentiel d'imagerie thermique avec une résolution spatiale ultime en modifiant le système de sorte que la configuration permette une excitation UV dans le même demi-espace que la collection IR. Tout cela devrait être poursuivi dans le cadre de la thèse de Joris Doumouro et du projet ANR CarISOVERRE.



# Conclusion générale et perspectives

L'objectif de cette thèse était de mener une étude microscopique des constituants élémentaires de matériaux isolants à base de verre. Nous avons en particulier ciblé l'étude du contact entre des objets micrométriques en verre, comme ceux que l'on peut trouver dans la matrice solide des isolants thermiques à base de verre (ou de silice). La résistance de contact est en effet un paramètre très mal connu dans les matériaux d'isolation. Devant le manque d'outils adaptés à ce type d'étude, notamment en raison de la morphologie des échantillons et de leur résistance thermique élevée, nos efforts ont été déployés pour proposer des approches non-conventionnelles permettant d'investiguer le transport de la chaleur dans des échantillons formés d'éléments tels que des fibres ou des grains de verre. Ces nouvelles méthodes visent à permettre de mesurer la résistance thermique de contact  $R_c$  entre deux éléments de verre, ou un de ces éléments et un plan de verre de référence. Au cours de cette thèse, nous avons conçu deux dispositifs de mesure de natures très différentes, l'un étant basé sur une mesure électrique d'une nanostructure thermorésistive utilisée comme un thermomètre local collé sur un élément de verre, l'autre étant basée sur une mesure optique du rayonnement thermique d'un élément de verre chauffé par impulsion.

- Le premier est une sonde thermique locale appelée SThM (*Scanning Thermal Microscope*) que nous avons conçu à partir d'un système AFM qui était présent au laboratoire à mon arrivée. Pour cette adaptation, nous avons intégré dans le montage un cantilever SThM doté d'une pointe qui dispose à son extrémité d'une nanostructure en palladium dont la résistance présente un coefficient de température élevé, ce qui la rend thermosensible à des températures voisines de l'ambient. Nous avons combiné ce système avec un pont de résistances et une détection synchrone, de manière à pouvoir détecter de très faibles variations de température au niveau de la thermistance en palladium par un déséquilibre du pont. Nous avons mis au point une méthode de caractérisation thermique fiable de la sonde qui nous a permis, notamment, d'accéder à son coefficient de température intrinsèque en la plaçant dans un environnement isotherme. L'étalonnage des sondes SThM que nous avons utilisées a montré que leur coefficient de température est typiquement de  $0.65\Omega/^\circ\text{C}$ . Nous avons collé une bille de verre à l'extrémité thermosensible d'une sonde SThM et nous avons étudié la température au sommet de cette bille à mesure que nous l'approchions de manière contrôlée d'une surface de verre, et cela sous condition ambiante. Notre système de mesure nous a permis de déceler des variations de température avec un bruit de mesure de l'ordre de la dizaine de millikelvins. C'est un résultat très important dans le contexte des recherches menées car tous les canaux de transfert de chaleur sont codés dans cette courbe, et cela depuis les grandes distances jusqu'au contact. Grâce aux mesures enregistrées lors de l'approche jusqu'au contact tout en injectant un flux de chaleur connu via la sonde, nous avons été capables d'obtenir une première estimation réaliste de la résistance thermique de contact, de l'ordre de  $8.5 \cdot 10^5 \text{KW}^{-1}$  pour une bille de  $20\ \mu\text{m}$  de diamètre collée à l'extrémité de la sonde SThM et placée

en contact avec une surface plane de verre. La géométrie bille-plan n'est certes pas représentative des contacts qui peuvent avoir lieu au sein d'un matériau d'isolation standard, mais elle a été choisie car elle permet d'avoir un contact reproductible et a priori assez simple à modéliser.

- Le deuxième est un dispositif entièrement nouveau de thermographie infrarouge en régime dynamique, qui possède à la fois une très bonne résolution spatiale et temporelle. Après avoir développé le montage, nous l'avons utilisé pour étudier des systèmes d'une ou deux fibres de verre. Cette technique met en jeu deux ondes : un laser ultraviolet impulsionnel bien focalisé est absorbé sur la face inférieure d'une fibre de verre, créant ainsi un point chaud très localisé. La chaleur diffuse par conduction dans la fibre (puis dans une deuxième fibre en contact le cas échéant) jusqu'à ce que la face supérieure de la fibre (ou de la deuxième fibre) soit chauffée. Nous collectons le rayonnement thermique dans l'infrarouge moyen provenant de cette face supérieure et mesurons les variations d'émission thermique au cours du temps. Nous parvenons ainsi à enregistrer la dynamique de refroidissement du système de fibres étudié suite à un échauffement local et bref. Si nous effectuons cette mesure au-dessus du croisement de deux fibres en contact, l'information de la résistance de contact est en un sens « codée » dans la dynamique de déclin de l'émission thermique mesurée. Nous avons développé un modèle permettant de simuler ces courbes de refroidissement. Nous avons commencé par développer un modèle semi-analytique pour une géométrie à une fibre isolée. Ce modèle, basé sur un formalisme de Green, peut-être adapté de sorte que des pertes par convection aux parois soient ajoutées, mais la résolution analytique n'est dans ce cas plus possible. Cet ajout de pertes convectives permet toutefois d'obtenir une estimation du coefficient d'échange conducto-convectif en comparant les courbes expérimentales aux courbes simulées. Cette possibilité est intéressante car elle offre un moyen simple d'obtenir la valeur de ce coefficient qui peut devenir très grand pour des objets de taille micrométrique. Le cas à deux fibres a été traité en exploitant le modèle à une fibre grâce à une méthode perturbative. Il est alors possible de comparer la courbe de refroidissement sur un croisement de deux fibres en contact obtenues expérimentalement et via ce modèle. Une approche du type résolution du problème inverse pourrait ainsi permettre de remonter à la valeur de la résistance thermique de contact. Si cette étape reste encore à mener, à ce stade nous sommes parvenus à un bon accord qualitatif entre les courbes de refroidissement obtenues expérimentalement et par simulation sur une fibre seule ou sur un croisement de fibres en contact.

Ces deux méthodes sont de natures très différentes mais se complètent utilement. Le SThM permet une mesure très locale et sensible de la température d'un échantillon mais suppose d'être en contact avec celui-ci. Par ailleurs, la mesure de température est effectuée via une sonde qui est meilleure conductrice thermique que les échantillons en verre que nous cherchons à sonder, ce qui complique la mesure. La thermographie infrarouge s'affranchit du problème de contact puisqu'il s'agit d'une méthode purement optique. C'est un gros avantage quand il s'agit d'étudier une problématique de contact mettant en jeu des objets faiblement conducteurs, car tout contact avec une sonde extérieure perturbe *de facto* le système thermique. Par ailleurs, cette méthode permet à la fois de faire de l'imagerie et des mesures temporelles. En revanche, cette technique ne permet pas d'avoir une mesure directe de la température puisque le signal mesuré est l'émission thermique collectée par le détecteur infrarouge. Une étape de conversion du signal en température est donc nécessaire, et cette étape n'est pas simple : on a vu que la calibration thermique devait tenir compte

d'une surface effectivement chauffée dont la détermination précise n'est pas triviale. Par ailleurs, cette technique n'est pas directement applicable à d'autres types de matériaux dans la mesure où elle nécessite à la fois que le matériau absorbe fortement le laser de chauffe dans l'ultraviolet et qu'il soit un bon émetteur thermique.

Il serait possible d'améliorer rapidement le dispositif de mesure de la thermistance du SThM en remplaçant le potentiomètre gradué du pont résistif, dont la précision limite actuellement la précision de la mesure de température à  $0.12^{\circ}\text{C}$  alors que le bruit de mesure donne une précision meilleure d'un ordre de grandeur. Quant aux perspectives de développements ultérieurs du montage SThM adapté pour les mesures thermiques d'objets collés à la sonde, il est prévu de placer cet instrument dans une enceinte à environnement contrôlé. Cette adaptation rendra possible l'étude des variations de la résistance de contact en fonction du taux d'humidité ou en fonction du gaz présent dans l'enceinte. Un montage sous vide sera également développé, mais cela nécessitera la conception d'une nouvelle tête de mesure et l'emploi d'une instrumentation plus lourde dotée d'un dispositif de pompage. Nous avons mesuré à ce stade une courbe d'approche jusqu'au contact entre une bille microscopique et une surface plane. Il serait également intéressant d'étudier cette résistance de contact en fonction de la force d'appui, ce qui est en principe quelque chose de facile à faire avec un AFM compte tenu du fait que la déflexion du cantilever est directement proportionnelle à la force d'appui. Enfin, les mesures que nous avons menées sont faites en quatre fils jusqu'à la sonde qui, elle, effectue une mesure en deux fils. Idéalement, il serait intéressant d'utiliser une sonde à quatre fils pour éliminer la contribution des résistances en série sur la mesure de la thermistance qui nous intéresse. Nous avons étudié le système bille/plan dans cette thèse pour valider la démarche expérimentale avec le système le plus simple possible. Il est d'ores et déjà prévu de complexifier l'échantillon étudié en menant des études similaires sur la résistance de contact entre deux sphères, ou entre deux fibres de verre.

Les performances du montage de thermographie infrarouge démontrées dans cette thèse ouvrent également des perspectives intéressantes pour des développements futurs. En particulier si l'on souhaite exploiter la super-résolution spatiale que la technique est susceptible d'offrir, il faudra modifier le système pour que l'excitation UV se fasse dans le même demi-espace que la collection infrarouge. Pour continuer l'étude de systèmes de fibres dans la configuration actuelle, il faudrait augmenter encore le grandissement du système, de sorte que le champ de vue du détecteur soit limité à une seule fibre. L'emploi d'un détecteur infrarouge fonctionnant à  $5\ \mu\text{m}$  plutôt qu'à  $10\ \mu\text{m}$  est une autre option prévue pour sonder le rayonnement thermique provenant d'une zone aussi petite que possible. Quant à la modélisation, nous utilisons actuellement un modèle de rayonnement de corps opaque puisque nous considérons que seule la surface de la fibre rayonne. Il serait plus juste d'adapter le modèle à un rayonnement de corps semi-transparents que sont les fibres de verre. De même, les dimensions des fibres de verre étant comparables à la longueur d'onde thermique, un modèle de diffusion de Mie devrait être utilisé pour traiter le rayonnement de façon plus rigoureuse. Enfin, la démarche de problème inverse est à poursuivre pour remonter à la résistance de contact.

Au-delà de ces deux systèmes de mesure et de l'étude du croisement entre deux objets en verre, il est prévu de poursuivre à plus long terme avec l'investigation de systèmes plus complexes, mais plus réalistes, comprenant plusieurs fibres. Ce type de systèmes nécessitera d'avoir acquis une excellente maîtrise des systèmes les plus simples, et il faudra également repenser certains aspects des dispositifs expérimentaux et la façon de traiter le problème

théoriquement pour les adapter au cas de systèmes complexes. Une telle démarche sera poursuivie dans le projet ANR CarISOVERRE coordonné par l'institut Langevin, qui est la suite logique de cette thèse, toujours en collaboration avec Saint-Gobain Recherche mais avec deux nouveaux partenaires : l'équipe d'O.Bourgeois de l'institut Néel et celle de K.Joulain à l'institut P'. Un nouveau doctorant que nous avons formé pendant son stage M2, J. Doumouro, vient d'avoir été recruté à l'Institut Langevin pour poursuivre ce travail.

## Annexe A

# Champ lointain - champ proche : développement en ondes planes

Pour aborder les notions de champ proche et de champ lointain, nous allons d'abord décrire la propagation d'une onde électromagnétique dans le vide grâce à la décomposition en ondes planes.

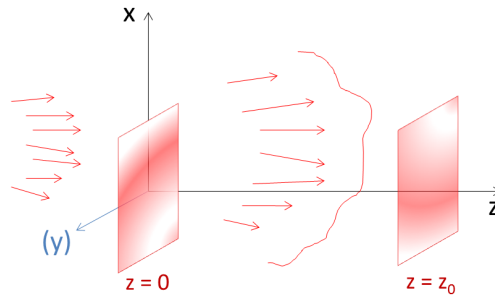


FIGURE A.1 – Schéma de la propagation d'une onde monochromatique suivant la direction (Oz). On a représenté ici le cas en 3D mais on ne développera dans les calculs que le cas en 2D par soucis de simplicité. On connaît la distribution du champ  $\vec{E}$  dans le plan  $z = 0$ , on souhaite retrouver la distribution de ce champ dans n'importe quel autre plan  $z_0 > 0$

Considérons le cas simplifié d'une géométrie 2D (tous les calculs sont toutefois généralisables à une géométrie 3D.) Une onde monochromatique de longueur d'onde  $\lambda$  se propage selon la direction (Oz) dans le vide (voir Fig. A.1). Le champ électrique s'écrit donc  $E(x, z, t) = \text{Re}(E(x, z)e^{-i\omega t})$ . Ce champ vérifie l'équation de Helmholtz :

$$\Delta E(x, z) + \frac{\omega^2}{c^2} E(x, z) = 0 \quad (\text{A.1})$$

Pour avoir un problème totalement défini, il faut ajouter à cette équation deux conditions aux limites. Dans notre cas simple, on considère que :

1. l'amplitude  $E(x, z = 0)$  dans le plan  $z=0$  est connue<sup>1</sup>
2. le champ électrique se propage vers les  $z>0$  dans un milieu homogène.

---

1. on peut supposer que ce plan correspond au plan de notre échantillon

Ainsi, dans tout plan  $z > 0$  on peut définir la transformée de Fourier  $\tilde{E}(\alpha, z)$  du champ  $E(x, z)$  :

$$E(x, z) = \int_{-\infty}^{+\infty} \tilde{E}(\alpha, z) e^{i\alpha x} \frac{d\alpha}{2\pi} \quad (\text{A.2})$$

On peut maintenant injecter A.2 dans A.1. On obtient alors l'équation suivante :

$$\int_{-\infty}^{+\infty} \left[ \frac{\partial^2 \tilde{E}(\alpha, z)}{\partial z^2} + \left( \frac{\omega^2}{c^2} - \alpha^2 \right) \tilde{E}(\alpha, z) \right] e^{i\alpha x} \frac{d\alpha}{2\pi} = 0 \quad (\text{A.3})$$

Donc

$$\frac{\partial^2 \tilde{E}(\alpha, z)}{\partial z^2} + \left( \frac{\omega^2}{c^2} - \alpha^2 \right) \tilde{E}(\alpha, z) = 0 \quad (\text{A.4})$$

Ou encore

$$\frac{\partial^2 \tilde{E}(\alpha, z)}{\partial z^2} + q^2 \tilde{E}(\alpha, z) = 0 \quad (\text{A.5})$$

avec  $q^2 = \frac{\omega^2}{c^2} - \alpha^2 = k^2 - \alpha^2$

La résolution de cette équation va dépendre du signe de  $q^2$ . La solution générale de cette équation va s'écrire :

$$\tilde{E}(\alpha, z) = A(\alpha) e^{iqz} + B(\alpha) e^{-iqz} \quad (\text{A.6})$$

avec :

$$\begin{cases} q = \sqrt{\frac{\omega^2}{c^2} - \alpha^2} & \text{si } |\alpha| \leq \frac{\omega}{c} \\ q = i\sqrt{\alpha^2 - \frac{\omega^2}{c^2}} & \text{si } |\alpha| > \frac{\omega}{c} \end{cases}$$

C'est là qu'interviennent les conditions aux limites :

- condition 2. : le champ se propage selon les  $z > 0$  donc  $B(\alpha) = 0$
- condition 1. : l'amplitude  $E(x, z = 0)$  est connue donc  $\tilde{E}(\alpha, z = 0)$  est connue et ainsi,  $A(\alpha) = \tilde{E}(\alpha, z = 0)$

Ainsi,

$$\tilde{E}(\alpha, z) = \tilde{E}(\alpha, z = 0) e^{iqz} \quad (\text{A.7})$$

Et si l'on repasse dans l'espace réel, on obtient l'expression de la décomposition en ondes planes du champ :

$$E(x, z) = \int_{-\infty}^{+\infty} \tilde{E}(\alpha, z = 0) e^{i\alpha x + iqz} \frac{d\alpha}{2\pi} \quad (\text{A.8})$$

Ce bref calcul met en avant deux types d'ondes très différents, tous deux présents dans la décomposition en ondes planes d'une onde monochromatique (voir Fig.A.2<sup>2</sup>) :

- si  $|\alpha| \leq k$  alors  $q$  est réel et positif et l'onde est une onde **propagative**. Ainsi pour les basses fréquences spatiales, l'onde peut se propager.
- si  $|\alpha| > k$  alors  $q$  est imaginaire pur et l'onde est une onde **évanescente**. Ainsi pour les hautes fréquences spatiales, l'onde n'est plus propagative mais reste confinée près de la surface de l'échantillon. En effet, le champ évanescent est proportionnel à  $e^{-|q|z}$  et donc son amplitude décroît exponentiellement dans la direction (Oz). Cette décroissance est si rapide que le champ évanescent est confiné dans une zone appelée zone de *champ proche*.

---

2. On représente ici le cas général en 3D, c'est-à-dire avec deux composantes de  $\alpha$  dans le plan (Oxy).

En ce sens, on dit que la propagation joue le rôle d'un filtre passe-bas sur les fréquences spatiales.

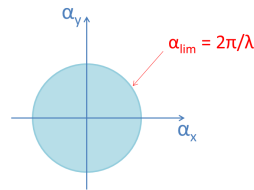


FIGURE A.2 – Représentation de la limite entre les ondes propagatives (à l'intérieur du cercle) et les ondes évanescentes (à l'extérieur du cercle) en terme de fréquences spatiales  $\alpha$ . La frontière entre les deux domaines correspond à une fréquence spatiale limite  $|\alpha_{lim}| = k = 2\pi/\lambda$

On a ainsi défini deux zones distinctes, symbolisées dans le schéma Fig.A.3

- la zone de *champ proche*, confinée près de la surface ( $z < 2\pi/\lambda$ ), où coexistent les ondes propagatives et les ondes évanescentes
- la zone de *champ lointain*, ( $z > 2\pi/\lambda$ ), où seules subsistent les ondes propagatives.

Notons que dans la zone de champ lointain, il y a une perte d'information puisque la propagation agit comme un filtre passe-bas. Ainsi l'information concernant des détails très fins (fréquence spatiale  $\alpha > 2\pi/\lambda$ ) est perdue au cours de la propagation (c'est ce qui est à l'origine de la limite de diffraction).

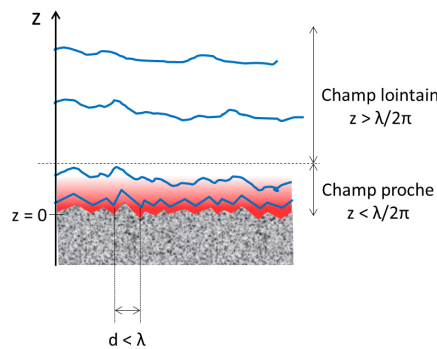


FIGURE A.3 – Illustration de la perte d'information par la propagation. L'information concernant les structures spatiales de l'échantillon qui sont plus petites que la longueur d'onde restera « visible » dans le champ proche mais sera perdue dans le champ lointain

Aussi la résolution spatiale est limitée par la diffraction en champ lointain alors qu'en champ proche, on a *a priori* accès à toutes les fréquences spatiales, même les plus élevées. Cet aspect a largement motivé les développements des techniques de champ proche optique<sup>3</sup>.

3. La capacité à mesurer une onde purement évanescente a également été un moteur du développement des techniques de champ proche optique.

## Annexe B

# Microscopie optique de champ proche

La distinction du champ en une partie propagative et une partie évanescente restant confinée le long de la surface est générale à tout type de rayonnement et est importante en terme de détection : des instruments standards de détection (microscope optique dans le visible, caméra infra-rouge dans l'IR, détecteur THz, etc.) sont toujours placés à grande distance<sup>1</sup> de l'échantillon et ils permettent alors de ne détecter **que** le champ propagatif. C'est d'ailleurs un sérieux problème car la partie du champ qui n'est pas détectée est précisément celle qui contient l'information des fréquences spatiales les plus hautes ! (cf. Annexe A) Il y a donc une perte notable en résolution qui est particulièrement dommageable lorsqu'il s'agit de faire de l'imagerie.

Cette partie du champ qui ne se propage pas ne peut être mise en évidence que par des moyens détournés, consistant à convertir ce champ proche en champ propagatif, par exemple en plaçant un petit diffuseur dans le champ proche. C'est précisément ce concept qui constitue le domaine de la microscopie optique de champ proche.

### B.1 Principe général

La microscopie optique de champ proche est une technique d'imagerie super-résolue, c'est-à-dire avec une résolution sub-longueur d'onde. Nous avons vu dans l'annexe précédente que toute l'information (en termes de fréquences spatiales de l'échantillon) était contenue dans le champ proche tandis que les plus hautes fréquences spatiales sont perdues dans ce que l'on observe traditionnellement en champ lointain. L'idée de la microscopie de champ proche est de recueillir l'information contenue dans le champ proche et de la rendre mesurable par nos moyens de détection traditionnels en champ lointain. Le principe consiste donc à plonger dans le champ proche un nano-diffuseur (en pratique, le plus souvent une pointe très fine dont on verra plus tard qu'elle peut être diffusante ou à ouverture) qui va sonder *localement* le champ proche et *convertir* l'onde évanescente de champ proche en une onde propagative en champ lointain dirigée vers un détecteur qui en mesure l'intensité. La conversion du champ proche en champ lointain est la clé de voûte du dispositif. Ensuite on effectue un balayage de l'échantillon avec la pointe pour obtenir point par point une image complète de la zone balayée.

Sonder le champ proche nous permet donc de nous affranchir de la limite de diffraction,

---

1. grande distance signifie ici : distance  $d \gg \lambda$ , où  $\lambda$  est la longueur d'onde d'émission.

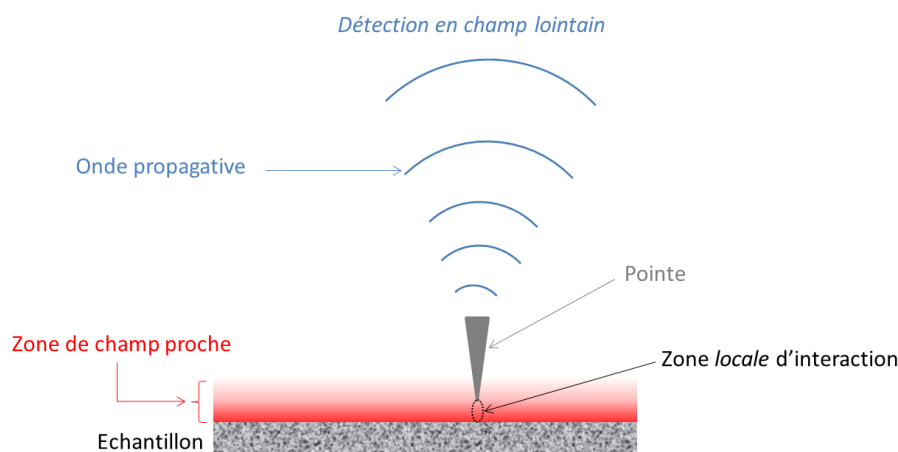


FIGURE B.1 – Schéma d'illustration du principe de fonctionnement du SNOM : conversion du champ proche en champ lointain par l'intermédiaire d'une pointe fine

c'est pourquoi on parle de *super-résolution*. La résolution dans une image obtenue de cette façon va dépendre de la taille de l'extrémité de la pointe utilisée pour convertir le champ proche en champ lointain : plus l'apex de la pointe est fin, plus on sonde localement et meilleure sera la résolution. La résolution va aussi dépendre de la distance entre la pointe et l'échantillon. Elle sera d'autant meilleure que la pointe sera proche de la surface. En pratique, cette distance pointe-échantillon est contrôlée par une boucle de rétroaction qui actionne des modules piezoélectriques pour obtenir des déplacements fins. La taille de la pointe et la distance à la surface de l'échantillon étant nanométriques et donc très inférieures à la longueur d'onde, on obtient grâce au microscope de champ proche des images optiques super-résolues.

## B.2 Historique

Il est amusant de s'apercevoir que les premières idées concernant la microscopie optique de champ proche ont émergé assez tôt (au début du XX<sup>ème</sup> siècle) alors que les premiers dispositifs expérimentaux sont apparus tardivement (1984 pour le premier SNOM dans le visible!).

C'est E. Synge qui définit en premier le concept dès 1928 [160] puis en 1932 [161]. Après une discussion avec A. Einstein, deux idées principales étaient en place :

- La première idée consistait à placer un écran avec une nano-ouverture très près de la surface d'un mince échantillon, pour se placer dans la zone de champ proche de celui-ci, et éclairer localement l'échantillon au travers de cette ouverture. (voir Fig.B.2, à gauche)
- L'autre idée était de placer au proche voisinage de la surface de l'échantillon une nanoparticule d'or, qui servirait de diffuseur local. (voir Fig.B.2, à droite)

Déjà on reconnaît les deux grandes familles actuelles de SNOM :

- les SNOMs à *ouverture*
- les SNOMs à *pointe diffusante*

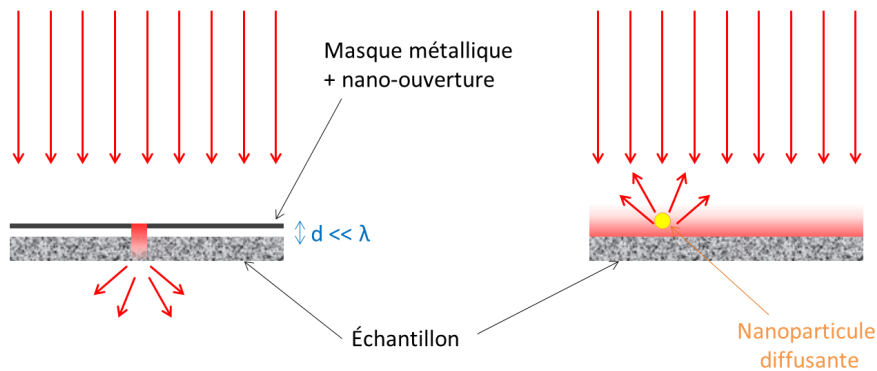


FIGURE B.2 – Illustration des deux principes d'imagerie en champ proche décrits par E. Syngé

Ce qui a freiné le développement de la technique, c'est surtout le besoin de maîtriser avec une extrême précision tous les déplacements. En effet, on doit pouvoir balayer l'échantillon avec un pas suffisamment petit pour profiter de la super-résolution qu'offre la technique, et il faut s'approcher de la surface suffisamment près (et de manière tout à fait contrôlée) pour entrer dans la zone de champ proche. Ces déplacements fins n'ont été possibles qu'après des progrès significatifs sur les matériaux piézoélectriques. C'est cette avancée majeure qui a permis un essor rapide des techniques de balayage à sonde locale, comme le microscope à effet tunnel en 1982 (Binnig, Rohrer, [22]) ou le microscope à force atomique en 1986 (Binnig, Quate, Gerber, [20]) et bien sûr le SNOM en 1984 (Pohl, Denk et Lanz, [134],[135]).

Notons enfin que les tout premiers dispositifs expérimentaux de microscopie optique de champ proche travaillaient aux longueurs d'ondes GHz, dont la zone de champ proche est moins confinée (Ash et Nichols en 1972, [7], travaillaient à  $f = 10$  GHz soit  $\lambda = 3$  cm).

### B.3 Différents types de SNOMs

Il existe deux grandes catégories de SNOMs qui qualifient le type de pointe utilisée :

- les SNOMs à *ouverture*
- les SNOMs à *pointe diffusante*

Les SNOMs à ouverture fonctionnent avec une pointe qui comporte une nano-ouverture par laquelle on sonde le champ proche ou bien par laquelle on illumine localement l'échantillon. Il peut s'agir soit d'une pointe métallique percée d'un trou, soit le plus souvent d'une fibre optique étirée recouverte (à l'exception de son extrémité) de métal.

Les SNOMs à pointe diffusante font la conversion champ proche - champ propagatif en diffusant le champ proche dans l'espace libre avec le bout de la pointe ou avec une nanoparticule qui sert de diffuseur.

Enfin une dernière catégorie concerne les pointes dites « actives », qui utilisent un nano-objet fluorescent (souvent placé au bout d'une pointe) excité par le champ proche produit par une illumination externe. L'intérêt de cette dernière catégorie est que l'on peut détecter séparément la fluorescence de la source externe d'illumination puisque la longueur d'onde de fluorescence est différente de celle d'illumination.

# Bibliographie

- [1] B. Abad, D.-A. Borca-Tasciuc, and M. Martin-Gonzalez. Non-contact methods for thermal properties measurement. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 76 :1348–1370, 2017.
- [2] L. Aigouy, Y. De Wilde, M. Mortier, J. Giérak, and E. Bourhis. Fabrication and characterization of fluorescent rare-earth-doped glass-particle-based tips for near-field optical imaging applications. *Applied optics*, 43(19) :3829–3837, 2004.
- [3] S. Allison, G. Gillies, A. Rondinone, and M. Cates. Nanoscale thermometry via the fluorescence of yag : Ce phosphor particles : measurements from 7 to 77 c. *Nanotechnology*, 14(8) :859, 2003.
- [4] S. A. Alterovitz, J. A. Woollam, and P. G. Snyder. Variable angle spectroscopic ellipsometry. *Solid State Technology*, 31(3) :99–102, 1988.
- [5] S. Andre and A. Degiovanni. A new way of solving transient radiative-conductive heat transfer problems. *Transactions-American Society of Mechanical Enegineers Journal of Heat Transfer*, 120 :943–955, 1998.
- [6] W. Appel. *Mathématiques pour la physique et les physiciens*. H. et K. Editions, 2008.
- [7] E. Ash and G. Nicholls. Super-Resolution Aperture Scanning Microscope. *Nature*, 237(5357) :510–512, 1972.
- [8] A. Assy, S. Lefèvre, P.-O. Chapuis, and S. Gomès. Analysis of heat transfer in the water meniscus at the tip-sample contact in scanning thermal microscopy. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 47(44) :442001, 2014.
- [9] T. Azumi and Y. Takahashi. Novel finite pulse-width correction in flash thermal diffusivity measurement. *Review of scientific instruments*, 52(9) :1411–1413, 1981.
- [10] A. Babuty, K. Joulain, P.-O. Chapuis, J.-J. Greffet, and Y. De Wilde. Blackbody spectrum revisited in the near field. *Physical Review Letters*, 110(14) :146103, 2013.
- [11] C. Balaras and A. Argiriou. Infrared thermography for building diagnostics. *Energy and buildings*, 34(2) :171–183, 2002.
- [12] J. A. Balderas-Lopez. Photoacoustic signal normalization method and its application to the measurement of the thermal diffusivity for optically opaque materials. *Review of scientific instruments*, 77(6) :064902, 2006.
- [13] C. Bankvall. Guarded hot plate apparatus for the investigation of thermal insulations. *Materials and Structures*, 6(1) :39–47, 1973.
- [14] M. Bates, B. Huang, G. T. Dempsey, and X. Zhuang. Multicolor super-resolution imaging with photo-switchable fluorescent probes. *Science*, 317(5845) :1749–1753, 2007.
- [15] M. Bauer, C. Bauer, M. Fish, R. Matthews, G. Garner, A. Litchenberger, and P. Norris. Thin-film aerogel thermal conductivity measurements via  $3\omega$ . *Journal of non-crystalline solids*, 357(15) :2960–2965, 2011.

- [16] A. G. Bell. The photophone. *Journal of the Franklin Institute*, 110(4) :237–248, 1880.
- [17] G. Bennis, R. Vyas, R. Gupta, S. Ang, and W. Brown. Thermal diffusivity measurement of solid materials by the pulsed photothermal displacement technique. *Journal of applied physics*, 84(7) :3602–3610, 1998.
- [18] A. Berge and P. Johansson. Literature review of high performance thermal insulation. Technical report, Chalmers University of Technology, 2012.
- [19] E. Betzig, G. H. Patterson, R. Sougrat, O. W. Lindwasser, S. Olenych, J. S. Bonifacino, M. W. Davidson, J. Lippincott-Schwartz, and H. F. Hess. Imaging intracellular fluorescent proteins at nanometer resolution. *Science*, 313(5793) :1642–1645, 2006.
- [20] G. Binnig, C. Quate, and C. Gerber. Atomic force microscope. *Phys. Rev. Lett.*, 56 :930–933, 1986.
- [21] G. Binnig, C. F. Quate, and C. Gerber. Atomic force microscope. *Physical review letters*, 56(9) :930, 1986.
- [22] G. Binnig and H. Rohrer. Scanning tunneling microscope, *US4343993 (A)*, 1982.
- [23] G. Binnig and H. Rohrer. Scanning tunneling microscopy. *Surface science*, 126(1-3) :236–244, 1983.
- [24] F. E. Boafu, J.-T. Kim, and Z. Chen. Configured cavity-core matrix for vacuum insulation panel : Concept, preparation and thermophysical properties. *Energy and Buildings*, 97 :98–106, 2015.
- [25] A. Boccara, D. Fournier, and J. Badoz. Thermo-optical spectroscopy : Detection by the “mirage effect”. *Applied Physics Letters*, 36(2) :130–132, 1980.
- [26] J. Bodzenta, M. Chirtoc, and J. Juszczyk. Reduced thermal quadrupole heat transport modeling in harmonic and transient regime scanning thermal microscopy using nanofabricated thermal probes. *Journal of Applied Physics*, 116(5) :054501, 2014.
- [27] M. Bouquerel, T. Duforestel, D. Baillis, and G. Rusaouen. Heat transfer modeling in vacuum insulation panels containing nanoporous silicas—a review. *Energy and Buildings*, 54 :320–336, 2012.
- [28] O. Bourgeois, T. Fournier, and J. Chaussy. Measurement of the thermal conductance of silicon nanowires at low temperature. *Journal of Applied Physics*, 101(7), 2007.
- [29] D. G. Cahill. Thermal conductivity measurement from 30 to 750 k : the  $3\omega$  method. *Review of scientific instruments*, 61(2) :802–808, 1990.
- [30] J. Cape and G. Lehman. Temperature and finite pulse-time effects in the flash method for measuring thermal diffusivity. *Journal of applied physics*, 34(7) :1909–1913, 1963.
- [31] R. Caps and J. Fricke. Thermal conductivity of opacified powder filler materials for vacuum insulations1. *International Journal of Thermophysics*, 21(2) :445–452, 2000.
- [32] R. Carminati, A. Cazé, D. Cao, F. Peragut, V. Krachmalnicoff, R. Pierrat, and Y. De Wilde. Electromagnetic density of states in complex plasmonic systems. *Surface Science Reports*, 70(1) :1–41, 2015.
- [33] P.-O. Chapuis. *Contribution à l’étude des transferts thermiques à l’échelle nanométrique : interaction pointe-surface*. PhD thesis, Ecole Centrale Paris, 2007.
- [34] T. Y. Choi, M. H. Maneshian, B. Kang, W. S. Chang, C. S. Han, and D. Poulikakos. Measurement of the thermal conductivity of a water-based single-wall carbon nanotube colloidal suspension with a modified  $3-\omega$  method. *Nanotechnology*, 20(31) :315706, 2009.

- [35] L. Chow, D. Zhou, and F. Stevie. Fabrication of nano-scale temperature sensors and heaters, June 14 2005. US Patent 6,905,736.
- [36] D. Collis and M. Williams. Free convection of heat from fine wires. *Aeronautical Research Laboratories, Melbourne, Australia, Note*, 140, 1954.
- [37] D. Collis and M. Williams. Two-dimensional convection from heated wires at low reynolds numbers. *Journal of Fluid Mechanics*, 6(3) :357–384, 1959.
- [38] R. Coquard and D. Baillis. Modeling of heat transfer in low-density eps foams. *Journal of heat transfer*, 128(6) :538–549, 2006.
- [39] R. Coquard and D. Quenard. Modeling of heat transfert in nanoporous silica-influence of moisture. In *Proceedings of the 8th International Vacuum Insulation Symposium*, pages 1–13, 2007.
- [40] D. De Koninck. *Thermal conductivity measurements using the 3-omega technique : application to power harvesting microsystems*. PhD thesis, McGill University, 2008.
- [41] F. De Ponte and S. Klarsfeld. Conductivité thermique des isolants. *Techniques de l'ingénieur - Mesures physiques*, ref.R2930, 2002.
- [42] F. De Ponte, C. Langlais, and S. Klarsfeld. Reference guarded hot plate apparatus for the determination of steady-state thermal transmission properties. In *Compendium of Thermophysical Property Measurement Methods*, pages 99–131. Springer, 1992.
- [43] Y. De Wilde, F. Formanek, R. Carminati, B. Gralak, P.-A. Lemoine, K. Joulain, J.-P. Mulet, Y. Chen, and J.-J. Greffet. Thermal radiation scanning tunnelling microscopy. *Nature*, 444(7120) :740–743, 2006.
- [44] M. Despont, J. Brugger, U. Drechsler, U. Dürig, W. Häberle, M. Lutwyche, H. Rothuizen, R. Stutz, R. Widmer, G. Binnig, H. Rohrer, and P. Vettiger. Vlsi-nems chip for parallel afm data storage. *Sensors and Actuators A : Physical*, 80(2) :100–107, 2000.
- [45] P. S. Dobson, J. M. Weaver, and G. Mills. New methods for calibrated scanning thermal microscopy (sthm). In *Sensors, 2007 IEEE*, pages 708–711. IEEE, 2007.
- [46] G. S. Doerk, C. Carraro, and R. Maboudian. Single nanowire thermal conductivity measurements by raman thermography. *ACS nano*, 4(8) :4908–4914, 2010.
- [47] G. Domingues, D. Rochais, and S. Volz. Thermal contact resistance between two nanoparticles. *Journal of computational and theoretical nanoscience*, 5(2) :153–156, 2008.
- [48] G. Domingues, S. Volz, K. Joulain, and J.-J. Greffet. Heat transfer between two nanoparticles through near field interaction. *Physical review letters*, 94(8) :085901, 2005.
- [49] A. Dubois, L. Vabre, A.-C. Boccara, and E. Beaurepaire. High-resolution full-field optical coherence tomography with a linnik microscope. *Applied optics*, 41(4) :805–812, 2002.
- [50] G. Eesley. Observation of nonequilibrium electron heating in copper. *Physical review letters*, 51(23) :2140, 1983.
- [51] J. Eggers. Nonlinear dynamics and breakup of free-surface flows. *Reviews of modern physics*, 69(3) :865, 1997.
- [52] V. Félix. *Caractérisation thermique de matériaux isolants légers. Application à des aérogels de faible poids moléculaire*. PhD thesis, Vandoeuvre-les-Nancy, INPL, 2011.

- [53] M. Fernández-Suárez and A. Y. Ting. Fluorescent probes for super-resolution imaging in living cells. *Nature Reviews Molecular Cell Biology*, 9(12) :929–943, 2008.
- [54] B. Forget, S. Grauby, D. Fournier, P. Gleyzes, and C. Boccara. High resolution ac temperature field imaging. *Electronics letters*, 33(20) :1688–1689, 1997.
- [55] M. Fujii, X. Zhang, H. Xie, H. Ago, K. Takahashi, T. Ikuta, H. Abe, and T. Shimizu. Measuring the thermal conductivity of a single carbon nanotube. *Physical review letters*, 95(6) :065502, 2005.
- [56] S. Gauthier. *Caractérisation thermique de la matière par la méthode  $3\omega$* . PhD thesis, Université Montpellier II-Sciences et Techniques du Languedoc, 2012.
- [57] M. Genest, M. Martinez, N. Mrad, G. Renaud, and A. Fahr. Pulsed thermography for non-destructive evaluation and damage growth monitoring of bonded repairs. *Composite Structures*, 88(1) :112–120, 2009.
- [58] T. Ghrib, N. Yacoubi, and F. Saadallah. Simultaneous determination of thermal conductivity and diffusivity of solid samples using the “mirage effect” method. *Sensors and Actuators A : Physical*, 135(2) :346–354, 2007.
- [59] F. J. Giessibl, S. Hembacher, H. Bielefeldt, and J. Mannhart. Subatomic features on the silicon (111)-(7× 7) surface observed by atomic force microscopy. *Science*, 289(5478) :422–425, 2000.
- [60] S. Gluchko, B. Palpant, S. Volz, R. Braive, and T. Antoni. Thermal excitation of broadband and long-range surface waves on sio2 submicron films. *Applied Physics Letters*, 110(26) :263108, 2017.
- [61] S. Gomès, A. Assy, and P.-O. Chapuis. Scanning thermal microscopy : A review. *physica status solidi (a)*, 212(3) :477–494, 2015.
- [62] S. Gomès, O. Chapuis, F. Nepveu, N. Trannoy, S. Volz, B. Charlot, G. Tessier, S. Dilhaire, B. Creton, and P. Vairac. Temperature measurement of microsystems by scanning thermal microscopy. In *THERMINIC 2005*, pages 300–303. TIMA Editions, 2005.
- [63] S. Gomes, L. David, V. Lysenko, A. Descamps, T. Nychyporuk, and M. Raynaud. Application of scanning thermal microscopy for thermal conductivity measurements on meso-porous silicon thin films. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 40(21) :6677, 2007.
- [64] B. Gotsmann and M. Lantz. Quantized thermal transport across contacts of rough surfaces. *Nature materials*, 12(1) :59–65, 2013.
- [65] S. Graham, D. McDowell, and R. Dinwiddie. Multidimensional flash diffusivity measurements of orthotropic materials. *International journal of thermophysics*, 20(2) :691–707, 1999.
- [66] P. Grossel, O. Raphaël, F. Depasse, T. Duvaut, and N. Trannoy. Multifrequential ac modeling of the sthm probe behavior. *International journal of thermal sciences*, 46(10) :980–988, 2007.
- [67] J. Hadamard. *Lectures on Cauchy’s problem in linear partial differential equations*. Yale University Press, 1923.
- [68] W. Haeberle, M. Pantea, and J. Hoerber. Nanometer-scale heat-conductivity measurements on biological samples. *Ultramicroscopy*, 106(8) :678–686, 2006.
- [69] A. Hammiche, M. Reading, H. Pollock, M. Song, and D. Hourston. Localized thermal analysis using a miniaturized resistive probe. *Review of Scientific Instruments*, 67(12) :4268–4274, 1996.

- [70] C. Hargreaves. Anomalous radiative transfer between closely-spaced bodies. *Physics Letters A*, 30(9) :491–492, 1969.
- [71] B. Harke, J. Keller, C. K. Ullal, V. Westphal, A. Schönle, and S. W. Hell. Resolution scaling in sted microscopy. *Optics express*, 16(6) :4154–4162, 2008.
- [72] R. Hillenbrand, T. Taubner, and F. Keilmann. Phonon-enhanced light-matter interaction at the nanometre scale. *Nature*, 418(6894) :159, 2002.
- [73] L. W. Hrubesh and R. W. Pekala. Thermal properties of organic and inorganic aerogels. *Journal of Materials Research*, 9(3) :731–738, 1994.
- [74] G. Inglebert, T. D. S. Botelho, and I. L. Caron. Théorie du contact de hertz-contacts ponctuels ou linéiques. *Techniques de l'ingénieur - Frottement, usure et lubrification*, TRI200, 2011.
- [75] A. Jacquot, F. Vollmer, B. Bayer, M. Jaegle, D. Ebling, and H. Böttner. Thermal conductivity measurements on challenging samples by the 3 omega method. *Journal of electronic materials*, 39(9) :1621–1626, 2010.
- [76] Y. Jannot, V. Felix, and A. Degiovanni. A centered hot plate method for measurement of thermal properties of thin insulating materials. *Measurement Science and Technology*, 21(3) :035106, 2010.
- [77] A. C. Jones and M. B. Raschke. Thermal infrared near-field spectroscopy. *Nano letters*, 12(3) :1475–1481, 2012.
- [78] K. Joulain, P. Ben-Abdallah, P.-O. Chapuis, Y. De Wilde, A. Babuty, and C. Henkel. Strong tip-sample coupling in thermal radiation scanning tunneling microscopy. *Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer*, 136 :1–15, 2014.
- [79] K. Joulain, J.-P. Mulet, F. Marquier, R. Carminati, and J.-J. Greffet. Surface electromagnetic waves thermally excited : Radiative heat transfer, coherence properties and casimir forces revisited in the near field. *Surface Science Reports*, 57(3) :59–112, 2005.
- [80] A. Kaemmerlen. *Transfert de chaleur à travers les isolants thermiques du bâtiment*. PhD thesis, Nancy 1, 2009.
- [81] Y. Kajihara, K. Kosaka, and S. Komiyama. A sensitive near-field microscope for thermal radiation. *Review of Scientific Instruments*, 81(3) :033706, 2010.
- [82] H. T. Kamdem Tagne. *Etude du transfert thermique dans les milieux poreux anisotropes : application aux isolants thermiques en fibres de silice*. PhD thesis, Villeurbanne, INSA, 2008.
- [83] C. Karner, A. Mandel, and F. Träger. Pulsed laser photothermal displacement spectroscopy for surface studies. *Applied Physics A*, 38(1) :19–21, 1985.
- [84] P. Kerdudou, J.-B. Chéné, G. Jacques, C. Perrot, S. Berger, and P. Leroy. A semi-empirical approach to link macroscopic parameters to microstructure of fibrous materials. In *The 44th International Congress and Exposition on Noise Control Engineering (Inter-Noise2015)*, 2015.
- [85] M. Kern. Problèmes inverses : aspects numériques. *Techniques de l'ingénieur - Mathématiques*, ref. AF1380, 2010.
- [86] K. Kim, B. Song, V. Fernández-Hurtado, W. Lee, W. Jeong, L. Cui, D. Thompson, J. Feist, M. T. Reid, F. J. García-Vidal, et al. Radiative heat transfer in the extreme near field. *Nature*, 528(7582) :387, 2015.
- [87] P. Kim, L. Shi, A. Majumdar, and P. McEuen. Thermal transport measurements of individual multiwalled nanotubes. *Physical review letters*, 87(21) :215502, 2001.

- [88] A. Kittel, W. Müller-Hirsch, J. Parisi, S.-A. Biehs, D. Reddig, and M. Holthaus. Near-field heat transfer in a scanning thermal microscope. *Physical review letters*, 95(22) :224301, 2005.
- [89] K. Klopstech, N. Könné, S.-A. Biehs, A. W. Rodriguez, L. Worbes, D. Hellmann, and A. Kittel. Giant heat transfer in the crossover regime between conduction and radiation. *Nature Communications*, 8, 2017.
- [90] V. Krachmalnicoff, D. Cao, A. Cazé, E. Castanié, R. Pierrat, N. Bardou, S. Collin, R. Carminati, and Y. De Wilde. Towards a full characterization of a plasmonic nanostructure with a fluorescent near-field probe. *Optics express*, 21(9) :11536–11545, 2013.
- [91] T. Kralik, P. Hanzelka, M. Zobac, V. Musilova, T. Fort, and M. Horak. Strong near-field enhancement of radiative heat transfer between metallic surfaces. *Physical review letters*, 109(22) :224302, 2012.
- [92] J. Kuhn, H.-P. Ebert, M. Arduini-Schuster, D. Büttner, and J. Fricke. Thermal transport in polystyrene and polyurethane foam insulations. *International journal of heat and mass transfer*, 35(7) :1795–1801, 1992.
- [93] J. Kuhn, T. Gleissner, M. Arduini-Schuster, S. Korder, and J. Fricke. Integration of mineral powders into sio2 aerogels. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 186 :291–295, 1995.
- [94] J.-S. Kwon, C. H. Jang, H. Jung, and T.-H. Song. Effective thermal conductivity of various filling materials for vacuum insulation panels. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 52(23) :5525–5532, 2009.
- [95] B. Lahiri, S. Bagavathiappan, T. Jayakumar, and J. Philip. Medical applications of infrared thermography : a review. *Infrared Physics & Technology*, 55(4) :221–235, 2012.
- [96] A. Lahrech, R. Bachelot, P. Gleyzes, and A. Boccara. Infrared-reflection-mode near-field microscopy using an apertureless probe with a resolution of  $\lambda/600$ . *Optics letters*, 21(17) :1315–1317, 1996.
- [97] B. Le Neindre. Conductivité thermique des liquides et des gaz. *Techniques de l'ingénieur - Constantes physico-chimiques*, ref. K427, 1998.
- [98] S. Lefèvre, S. Volz, and P.-O. Chapuis. Nanoscale heat transfer at contact between a hot tip and a substrate. *International journal of heat and mass transfer*, 49(1) :251–258, 2006.
- [99] L. D. P. Lopez, S. Grauby, S. Dilhaire, M. A. Salhi, W. Claeys, S. Lefèvre, and S. Volz. Characterization of the thermal behavior of pn thermoelectric couples by scanning thermal microscope. *Microelectronics journal*, 35(10) :797–803, 2004.
- [100] J. Lux, A. Ahmadi, C. Gobbé, and C. Delisée. Macroscopic thermal properties of real fibrous materials : volume averaging method and 3d image analysis. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 49(11) :1958–1973, 2006.
- [101] L. C. Matsch and A. W. Francis. Thermal insulation, Jan. 3 1961. US Patent 2,967,152.
- [102] R. A. Matula. Electrical resistivity of copper, gold, palladium, and silver. *Journal of Physical and Chemical Reference Data*, 8(4) :1147–1298, 1979.
- [103] S. Melka and J.-J. Bézian. L'isolation thermique par les matériaux granulaires. *Revue générale de thermique*, 36(5) :345–353, 1997.

- [104] F. Menges, M. Dittberner, L. Novotny, D. Passarello, S. Parkin, M. Spieser, H. Riel, and B. Gotsmann. Thermal radiative near field transport between vanadium dioxide and silicon oxide across the metal insulator transition. *Applied Physics Letters*, 108(17) :171904, 2016.
- [105] F. Menges, H. Riel, A. Stemmer, and B. Gotsmann. Quantitative thermometry of nanoscale hot spots. *Nano letters*, 12(2) :596–601, 2012.
- [106] C. Meola and G. M. Carlomagno. Recent advances in the use of infrared thermography. *Measurement science and technology*, 15(9) :R27, 2004.
- [107] C. Meola, G. M. Carlomagno, A. Squillace, and A. Vitiello. Non-destructive evaluation of aerospace materials with lock-in thermography. *Engineering Failure Analysis*, 13(3) :380–388, 2006.
- [108] G. Mills, J. Weaver, G. Harris, W. Chen, J. Carrejo, L. Johnson, and B. Rogers. Detection of subsurface voids using scanning thermal microscopy. *Ultramicroscopy*, 80(1) :7–11, 1999.
- [109] G. B. Mills. *Scanning thermal microscopy using nanofabricated probes*. PhD thesis, University of Glasgow, 1999.
- [110] V. T. Morgan. The overall convective heat transfer from smooth circular cylinders. *Advances in heat transfer.*, 11 :199–264, 1975.
- [111] J.-P. Mulet. *Modélisation du rayonnement thermique par une approche électromagnétique. Rôle des ondes de surface dans le transfert d’énergie aux courtes échelles et dans les forces de Casimir*. PhD thesis, Université Paris Sud-Paris XI, 2003.
- [112] J.-P. Mulet, K. Joulain, R. Carminati, and J.-J. Greffet. Nanoscale radiative heat transfer between a small particle and a plane surface. *Applied Physics Letters*, 78(19) :2931–2933, 2001.
- [113] J.-P. Mulet, K. Joulain, R. Carminati, and J.-J. Greffet. Enhanced radiative heat transfer at nanometric distances. *Microscale Thermophysical Engineering*, 6(3) :209–222, 2002.
- [114] W. Müller-Hirsch, A. Kraft, M. Hirsch, J. Parisi, and A. Kittel. Heat transfer in ultrahigh vacuum scanning thermal microscopy. *Journal of Vacuum Science & Technology A : Vacuum, Surfaces, and Films*, 17(4) :1205–1210, 1999.
- [115] A. Nahas, M. Varna, E. Fort, and A. C. Boccara. Detection of plasmonic nanoparticles with full field-oct : optical and photothermal detection. *Biomedical optics express*, 5(10) :3541–3546, 2014.
- [116] A. Narayanaswamy and G. Chen. Thermal near-field radiative transfer between two spheres. *Physical Review B*, 77(7) :075125, 2008.
- [117] A. Narayanaswamy, S. Shen, and G. Chen. Near-field radiative heat transfer between a sphere and a substrate. *Physical Review B*, 78(11) :115303, 2008.
- [118] B. Nelson and W. King. Measuring material softening with nanoscale spatial resolution using heated silicon probes. *Review of scientific instruments*, 78(2) :023702, 2007.
- [119] P.-E. Nordal and S. O. Kanstad. Photothermal radiometry. *Physica Scripta*, 20(5-6) :659, 1979.
- [120] I. Norme. 8302 : 1991. *Isolation thermique-détermination de la résistance thermique et des propriétés connexes en régime stationnaire-méthode de la plaque chaude gardée*, 1991.

- [121] Y. Okamura and T. L. Kohler. Fabrication of nanoscale thermoelectric devices, Nov. 29 2005. US Patent 6,969,679.
- [122] A. Omilian Jr Francis. Opacified powdered insulation, May 25 1965. US Patent 3,185,334.
- [123] R. Ottens, V. Quetschke, S. Wise, A. Alemi, R. Lundock, G. Mueller, D. H. Reitze, D. B. Tanner, and B. F. Whiting. Near-field radiative heat transfer between macroscopic planar surfaces. *Physical Review Letters*, 107(1) :014301, 2011.
- [124] C. A. Paddock and G. L. Eesley. Transient thermorefectance from thin metal films. *Journal of Applied Physics*, 60(1) :285–290, 1986.
- [125] K. Park, G. L. Cross, Z. M. Zhang, and W. P. King. Experimental investigation on the heat transfer between a heated microcantilever and a substrate. *Journal of heat transfer*, 130(10) :102401, 2008.
- [126] W. Parker, R. Jenkins, C. Butler, and G. Abbott. Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity, and thermal conductivity. *Journal of applied physics*, 32(9) :1679–1684, 1961.
- [127] J. Pendry. Radiative exchange of heat between nanostructures. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 11(35) :6621, 1999.
- [128] F. Peragut. *Imagerie et spectroscopie super-résolues dans l'infrarouge*. PhD thesis, Paris 6, 2015.
- [129] F. Peragut, J.-B. Brubach, P. Roy, and Y. De Wilde. Infrared near-field imaging and spectroscopy based on thermal or synchrotron radiation. *Applied Physics Letters*, 104(25) :251118, 2014.
- [130] S. Perichon, V. Lysenko, B. Remaki, D. Barbier, and B. Champagnon. Measurement of porous silicon thermal conductivity by micro-raman scattering. *Journal of Applied Physics*, 86(8) :4700–4702, 1999.
- [131] B. Persson, B. Lorenz, and A. Volokitin. Heat transfer between elastic solids with randomly rough surfaces. *The European Physical Journal E*, 31(1) :3–24, 2010.
- [132] M. T. Pettes and L. Shi. A reexamination of phonon transport through a nanoscale point contact in vacuum. *Journal of Heat Transfer*, 136(3) :032401, 2014.
- [133] E. Placido, M. Arduini-Schuster, and J. Kuhn. Thermal properties predictive model for insulating foams. *Infrared Physics & Technology*, 46(3) :219–231, 2005.
- [134] D. Pohl. Optical near-field scanning microscope, *EP0112401 (A1)*, 1984.
- [135] D. Pohl, W. Denk, and M. Lanz. Optical Stethoscopy - Image Recording with Resolution  $\lambda/20$ . *Applied Physics Letters*, 44(7) :651–653, 1984.
- [136] D. W. Pohl, W. Denk, and M. Lanz. Optical stethoscopy : Image recording with resolution  $\lambda/20$ . *Applied physics letters*, 44(7) :651–653, 1984.
- [137] D. Polder and M. Van Hove. Theory of radiative heat transfer between closely spaced bodies. *Physical Review B*, 4(10) :3303, 1971.
- [138] A. Poletaëff. Méthodes de zéro en courant alternatif. *Techniques de l'ingénieur - Mesures et tests électroniques*, ref. R965, 2013.
- [139] A. D. Polyanin. *Handbook Of Linear Partial Differential Equations for Engineers and Scientists*. Chapman and Hall/CRC. 2002.
- [140] E. Puyoo, S. Grauby, J.-M. Rampnoux, E. Rouvière, and S. Dilhaire. Thermal exchange radius measurement : Application to nanowire thermal imaging. *Review of Scientific Instruments*, 81(7) :073701, 2010.

- [141] R. J. Pylkki, P. J. Moyer, and P. E. West. Scanning near-field optical microscopy and scanning thermal microscopy. *Japanese journal of applied physics*, 33(6S) :3785, 1994.
- [142] D. Quénard and H. Sallée. Micro-nano porous materials for high performance thermal insulation. In *Proceedings of the 2nd International Symposium on Nanotechnology in Construction*. Bilbao Spain, 2005.
- [143] J. Rakotoniaina, O. Breitenstein, and M. Langenkamp. Localization of weak heat sources in electronic devices using highly sensitive lock-in thermography. *Materials Science and Engineering : B*, 91 :481–485, 2002.
- [144] C. Rossi, P. Temple-Boyer, and D. Estève. Realization and performance of thin sio<sub>2</sub>/sin x membrane for microheater applications. *Sensors and Actuators A : Physical*, 64(3) :241–245, 1998.
- [145] E. Rousseau, A. Siria, G. Jourdan, S. Volz, F. Comin, J. Chevrier, and J.-J. Greffet. Radiative heat transfer at the nanoscale. *Nature photonics*, 3(9) :514–517, 2009.
- [146] P. Royall, V. Kett, C. Andrews, and D. Craig. Identification of crystalline and amorphous regions in low molecular weight materials using microthermal analysis. *The Journal of Physical Chemistry B*, 105(29) :7021–7026, 2001.
- [147] P. Scheuerpflug, M. Hauck, and J. Fricke. Thermal properties of silica aerogels between 1.4 and 330 k. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 145 :196–201, 1992.
- [148] A. J. Schmidt, R. Cheaito, and M. Chiesa. A frequency-domain thermorefectance method for the characterization of thermal properties. *Review of scientific instruments*, 80(9) :094901, 2009.
- [149] J. Schroeder, T. Ahmed, B. Chaudhry, and S. Shepard. Non-destructive testing of structural composites and adhesively bonded composite joints : pulsed thermography. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 33(11) :1511–1517, 2002.
- [150] H. Schwab, U. Heinemann, A. Beck, H.-P. Ebert, and J. Fricke. Dependence of thermal conductivity on water content in vacuum insulation panels with fumed silica kernels. *Journal of Thermal Envelope and Building Science*, 28(4) :319–326, 2005.
- [151] A. V. Shchegrov, K. Joulain, R. Carminati, and J.-J. Greffet. Near-field spectral effects due to electromagnetic surface excitations. *Physical Review Letters*, 85(7) :1548, 2000.
- [152] S. Shen, A. Narayanaswamy, and G. Chen. Surface phonon polaritons mediated energy transfer between nanoscale gaps. *Nano letters*, 9(8) :2909–2913, 2009.
- [153] L. Shi and A. Majumdar. Thermal transport mechanisms at nanoscale point contacts. *Transactions-American Society of Mechanical Engineers Journal of Heat Transfer*, 124(2) :329–337, 2002.
- [154] H. Simmler and S. Brunner. Vacuum insulation panels for building application : Basic properties, aging mechanisms and service life. *Energy and Buildings*, 37(11) :1122–1131, 2005.
- [155] B. Song, Y. Ganjeh, S. Sadat, D. Thompson, A. Fiorino, V. Fernández-Hurtado, J. Feist, F. J. Garcia-Vidal, J. C. Cuevas, P. Reddy, et al. Enhancement of near-field radiative heat transfer using polar dielectric thin films. *Nature nanotechnology*, 10(3) :253–258, 2015.
- [156] S. Spagnol, B. Lartigue, A. Trombe, and V. Gibiat. Thermal modeling of two-dimensional periodic fractal patterns, an application to nanoporous media. *EPL (Europhysics Letters)*, 78(4) :46005, 2007.

- [157] S. Spagnol, B. Lartigue, A. Trombe, and V. Gibiat. Modeling of thermal conduction in granular silica aerogels. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 48(1-2) :40, 2008.
- [158] C. Stark and J. Fricke. Improved heat-transfer models for fibrous insulations. *International journal of heat and mass transfer*, 36(3) :617–625, 1993.
- [159] B. Straughan. *Stability and wave motion in porous media*, volume 165. Springer New York, 2008.
- [160] E. Synge. A suggested method for extending microscopic resolution into the ultra-microscopic region. *Philosophical Magazine*, 6(35) :356–362, 1928.
- [161] E. Synge. An application of piezo-electricity to microscopy. *Philosophical Magazine Series 7*, 13(83) :297–300, 1932.
- [162] J. Taine, F. Enguehard, and E. Iacona. *Transferts thermiques-5e édition : Introduction aux transferts d'énergie*. Dunod, 2014.
- [163] M. D. Taurisano and A. V. Vorst. Experimental thermographic analysis of thermal effects induced on a human head exposed to 900-mhz fields of mobile phones. *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, 48(11) :2022–2032, 2000.
- [164] G. Tessier, S. Holé, and D. Fournier. Quantitative thermal imaging by synchronous thermorefectance with optimized illumination wavelengths. *Applied Physics Letters*, 78(16) :2267–2269, 2001.
- [165] G. Tessier, S. Holé, and D. Fournier. Ultraviolet illumination thermorefectance for the temperature mapping of integrated circuits. *Optics letters*, 28(11) :875–877, 2003.
- [166] A. Thorin and G. Forêt. Calcul des structures. École polytechnique, 2013.
- [167] A. N. Tikhonov and A. A. Samarskii. *Equations of Mathematical Physics*. Dover Books on Physics. 1990.
- [168] L. Tranchant. *Transferts radiatifs de champ proche guidés : nanostructures à phonon-polaritons de surface*. PhD thesis, École Centrale Paris, 2015.
- [169] A. Volokitin and B. Persson. Radiative heat transfer between nanostructures. *Physical Review B*, 63(20) :205404, 2001.
- [170] A. Volokitin and B. Persson. Resonant photon tunneling enhancement of the radiative heat transfer. *Physical Review B*, 69(4) :045417, 2004.
- [171] S. Volz. *Microscale and nanoscale heat transfer*. Springer, 2007.
- [172] S. Volz, X. Feng, C. Fuentes, P. Guérin, and M. Jaouen. Thermal conductivity measurements of thin amorphous silicon films by scanning thermal microscopy. *International journal of thermophysics*, 23(6) :1645–1657, 2002.
- [173] L. Vozár and W. Hohenauer. Flash method of measuring the thermal diffusivity. a review. *High temperatures-High pressures*, 36(3) :253–264, 2004.
- [174] G. W. Walker, V. C. Sundar, C. M. Rudzinski, A. W. Wun, M. G. Bawendi, and D. G. Nocera. Quantum-dot optical temperature probes. *Applied Physics Letters*, 83(17) :3555–3557, 2003.
- [175] B.-x. Wang, L.-z. Han, W.-c. Wang, and Z.-l. Jiao. A plane heat source method for simultaneous measurement of the thermal diffusivity  $\alpha$  and conductivity  $\lambda$  of insulating materials with constant heat rate [j]. *Journal of engineering Thermophysics*, 1 :009, 1980.
- [176] K. Wang and C. Tien. Radiative heat transfer through opacified fibers and powders. *Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer*, 30(3) :213–223, 1983.

- [177] Q. Wang, H. Lei, S. Wang, and C. Dai. Natural convection around a pair of hot and cold horizontal microtubes at low rayleigh numbers. *Applied Thermal Engineering*, 72(1) :114–119, 2014.
- [178] D. Watt. Theory of thermal diffusivity by pulse technique. *British Journal of Applied Physics*, 17(2) :231, 1966.
- [179] G. Wielgoszewski, M. Babij, R. F. Szeloch, and T. Gotszalk. Standard-based direct calibration method for scanning thermal microscopy nanoprobe. *Sensors and Actuators A : Physical*, 214 :1–6, 2014.
- [180] G. Wielgoszewski, P. Sulecki, T. Gotszalk, P. Janus, D. Szmigiel, P. Grabiec, and E. Zschech. Microfabricated resistive high-sensitivity nanoprobe for scanning thermal microscopy. *Journal of Vacuum Science & Technology B, Nanotechnology and Microelectronics : Materials, Processing, Measurement, and Phenomena*, 28(6) :C6N7–C6N11, 2010.
- [181] C. Williams and H. Wickramasinghe. Scanning thermal profiler. *Microelectronic Engineering*, 5(1) :509–513, 1986.
- [182] U. F. Wischnath, J. Welker, M. Munzel, and A. Kittel. The near-field scanning thermal microscope. *Review of scientific instruments*, 79(7) :073708, 2008.
- [183] W. Woodside and A. Wilson. Unbalance errors in guarded hot plate measurements. In *Symposium on Thermal Conductivity Measurements and Applications of Thermal Insulations*. ASTM International, 1957.
- [184] L. Worbes, D. Hellmann, and A. Kittel. Enhanced near-field heat flow of a monolayer dielectric island. *Physical review letters*, 110(13) :134302, 2013.
- [185] H.-T. Yu, D. Liu, Y.-Y. Duan, and X.-D. Wang. Theoretical model of radiative transfer in opacified aerogel based on realistic microstructures. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 70 :478–485, 2014.
- [186] S. Zeng, A. Hunt, and R. Greif. Theoretical modeling of carbon content to minimize heat transfer in silica aerogel. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 186 :271–277, 1995.
- [187] X. Zhang and A. Degiovanni. Mesure de l’effusivité thermique de matériaux solides et homogènes par une méthode de “sonde” plane. *Journal de Physique III*, 3(6) :1243–1265, 1993.
- [188] Y. Zhang, E. E. Castillo, R. J. Mehta, G. Ramanath, and T. Borca-Tasciuc. A noncontact thermal microprobe for local thermal conductivity measurement. *Review of Scientific Instruments*, 82(2) :024902, 2011.
- [189] G. Ziegler and D. Hasselman. Effect of phase composition and microstructure on the thermal diffusivity of silicon nitride. *Journal of Materials Science*, 16(2) :495–503, 1981.
- [190] N. Özisik and H. Orlande. *Inverse Heat Transfer*. Taylor and Francis. 2000.



## Résumé

L'objet de cette thèse, effectuée en collaboration avec Saint-Gobain dans le cadre d'un financement CIFRE, est l'étude du transfert thermique à l'interface entre les objets microscopiques constituant les matériaux isolants à base de verre. Nous avons développé deux instruments nouveaux, permettant d'investiguer le transfert thermique entre deux objets microscopiques en verre. Le premier instrument est une sonde locale à balayage utilisant une sonde thermosensible (sonde SThM) permettant d'effectuer une mesure très locale de la température d'un échantillon ou éventuellement de le chauffer lorsqu'elle est en contact avec celui-ci. Nous avons utilisé cette sonde de manière détournée, en collant une bille de verre de 20  $\mu\text{m}$  de diamètre à son extrémité, en la plaçant au-dessus d'une surface plane de verre, dont la température est différente de celle de la bille, et en étudiant la température au sommet de cette bille à mesure que la distance bille-plan varie. Les « courbes d'approche » ainsi obtenues et un modèle en résistances équivalentes que nous proposons permettent de donner une première estimation de la résistance thermique de contact dans une géométrie bille-plan. Le deuxième instrument est un dispositif nouveau de thermographie infrarouge. Il s'agit d'une méthode sans contact qui permet à la fois de produire des images dans le moyen infrarouge avec une résolution spatiale meilleure que ce que la limite de diffraction ne permet, mais aussi d'effectuer une mesure dynamique du refroidissement d'un système constitué d'une ou de plusieurs fibres de verre micrométriques(s) suite à un échauffement bref et local par absorption d'un laser ultraviolet impulsif. La comparaison de ces courbes de refroidissement enregistrées sur une fibre seule ou sur un croisement de fibres permet d'obtenir une information sur la résistance thermique de contact au croisement des deux fibres. Un modèle semi-analytique que nous avons développé permet de reproduire ces tendances sur une fibre seule. Nous avons également développé un modèle perturbatif exploitant le modèle à une fibre qui permet de reproduire l'évolution spatio-temporelle de la chaleur au sein d'un système de deux fibres en contact.

## Mots Clés

Thermique, optique, matériaux isolants, instrumentation, transfert thermique, métrologie thermique, SThM, thermographie infrarouge, super-résolution.

## Abstract

The aim of this thesis, in collaboration with Saint-Gobain within the framework of a CIFRE funding, is the study of heat transfer at the interface between microscopic objects from which isolation materials are made. During this thesis we developed two new instruments, allowing to investigate the heat transfer between two microscopic glass objects. The first instrument is a scanning probe microscope using a thermosensitive probe (SThM probe) allowing to make a very local temperature measurement or to produce a local heating of a sample in contact with the probe. We used this probe in an unusual way, by gluing a 20  $\mu\text{m}$  diameter glass bead on its thermosensitive end, by placing it above a flat glass surface whose temperature is different from that of the bead, and by studying the temperature at the top of this bead as the distance bead-to-plan varies. The "approach curves" obtained in this way and a model using a thermoelectric analogy that we propose allow to give a first estimation of the thermal resistance of contact in a sphere-plane geometry. The second instrument is a new infrared thermography device. It is a contactless method which allows to produce images in the mid-infrared with a spatial resolution better than the diffraction limit, but also to carry out a dynamic measurement of the cooling of a system made of one or more micrometric glass fibers, after a short and local heating by absorption of a pulsed ultraviolet laser. Comparison of these curves recorded on a single fiber or on two crossing fibers makes it possible to obtain an information on the thermal resistance of contact at the crossing of the two fibers. A semi-analytical model that we developed allows us to reproduce these trends on a single fiber, while a perturbative approach exploiting the one-fiber model allows us to reproduce the spatiotemporal evolution of heat within a system of two fibers in contact.

## Keywords

Thermics, optics, insulating materials, thermal metrology, heat transfer, SThM, infrared thermography, super-resolution.