



**HAL**  
open science

# Caractérisation de la laine de verre : étude des transferts de chaleur entre fibres de verre à l'échelle micrométrique

Joris Doumouro

## ► To cite this version:

Joris Doumouro. Caractérisation de la laine de verre : étude des transferts de chaleur entre fibres de verre à l'échelle micrométrique. Physique [physics]. Université Paris sciences et lettres, 2020. Français. NNT : 2020UPSL008 . tel-03135212

**HAL Id: tel-03135212**

**<https://pastel.hal.science/tel-03135212>**

Submitted on 8 Feb 2021

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

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



**THÈSE DE DOCTORAT**  
**DE L'UNIVERSITÉ PSL**

Préparée à ESPCI Paris - PSL

**Caractérisation de la laine de verre : Etude des transferts de chaleur entre fibres de verre à l'échelle micrométrique**

Soutenue par

**Joris Doumouro**

Le 15 octobre 2020

École doctorale n°564

**Ecole Doctorale Physique  
en Ile-de-France**

Spécialité

**Physique**

Composition du jury :

Jean-Luc BATTAGLIA Professeur, Institut de Mécanique et d'Ingénierie	<i>Président</i>
Stefan DILHAIRE Professeur, Laboratoire Ondes et Matière d'Aquitaine	<i>Rapporteur</i>
Rodolphe VAILLON Directeur de Recherche, Institut d'Electronique et des Systèmes	<i>Rapporteur</i>
Valentina KRACHMALNICOFF Chargée de Recherche, ESPCI Paris - CNRS	<i>Examinateur</i>
Johann MEULEMANS Ingénieur de Recherche, Saint-Gobain Recherche	<i>Examinateur</i>
Wilfrid POIRIER Ingénieur de Recherche, Laboratoire national de métrologie et d'essais	<i>Examinateur</i>
Yannick DE WILDE Directeur de Recherche, ESPCI Paris - CNRS	<i>Directeur de thèse</i>
Rémi Carminati Professeur, ESPCI Paris - CNRS	<i>Invité</i>





## Remerciements :

Les travaux de thèse décrits dans ce manuscrit ont occupé une très grande partie de ma vie ces trois dernières années. Ce travail a été possible uniquement grâce au concours d'un certain nombre de personnes que je tenais à remercier.

Tout d'abord, je voudrais remercier les membres de mon jury de soutenance de thèse pour avoir accepté d'y prendre part, pour l'intérêt porté à mes travaux et pour les discussions enrichissantes qui ont suivi ma présentation. Merci à Jean-Luc Battaglia d'avoir accepté de présider mon jury. Merci aux rapporteurs, Stefan Dilhaire et Rodolphe Vaillon, pour leur lecture attentive du manuscrit, la qualité des rapports et leurs questions méticuleuses. Et enfin, je remercie Wilfrid Poirier et Johann Meulemans pour leur expertise.

Je remercie chaleureusement Yannick pour sa bienveillance, sa bonne humeur et sa disponibilité sans faille. Je le remercie d'avoir pris le temps de m'introduire à l'optique et à la microscopie qui étaient pour moi (diplômé de génie civil) des domaines inconnus ou brièvement abordés en classes préparatoires. Je le remercie pour l'énergie qu'il a mis au service du projet CarISO-VERRE et en particulier pour la modélisation de la résistance thermique de contact entre une bille de verre et un plan. Ce dernier étant un sujet qui a monopolisé une grande partie de nos « temps libre » ; auquel tu as su apporter des réponses.

Un grand merci à Valentina qui a encadré cette thèse avec un peu plus de recul. Tes conseils et ton esprit critique toujours très juste ont permis de dynamiser les travaux, améliorer la qualité du manuscrit et de la présentation orale.

Je voudrais remercier toutes les personnes ayant apporté des conseils scientifiques sur les différents projets abordés durant ma thèse. D'abord, je voudrais remercier Rémi pour son expertise en thermique. Merci à nos collaborateurs du projet ANR CarISOVERRE - Olivier, Karl, Tuyen, Houssein - pour leur aide, leurs travaux et leur bonne humeur. Ce qui s'est manifesté par une production fructueuse puisque ces travaux ont abouti à plusieurs articles et des présentations lors d'une conférence qui a eu lieu au-delà du cercle polaire. Je tenais à remercier Wilfrid pour ses échanges sur les sondes locales à balayage et son expertise en métrologie. Merci à Jean-Marie, ses conseils ont été d'une grande aide pour perfectionner mes dispositifs expérimentaux. Enfin je voudrais remercier les membres de mon comité de suivi Pascal Berto et Ignacio Izeddin pour leurs conseils, leur regard extérieur et leur travail de médiation.

Un gros merci Elodie Perros, alias l'*Indiana Jones de la caractérisation microscopique du transfert de chaleur entre deux matériaux isolants*, qui a exploré ces problématiques dans la thèse précédant la mienne. Son travail a permis d'avoir un socle de base avec des dispositifs expérimentaux opérationnels et des lignes directrices pour les travaux à réaliser. Je remercie chaleureusement Claire Li qui m'a pris sous son aile pour les mesures de spectroscopie. Avec son aide et ses conseils nous avons pu avoir des résultats rapidement, résultats, qui se sont traduits par une belle publication. Je voudrais remercier tous les stagiaires doctorants, post-docs qui sont passés par l'équipe entre 2017 et 2020 : Alix, Kévin, Nancy, Loubnan, Anwesh, Laure, Camilo, Bart, Vivien, Dorian, Guillaume. Je souhaite bonne chance à Patricia Al Alam qui reprend mes travaux de thèse.

Je voudrais remercier l'ensemble des « employés de l'ombre » qui font en sorte que tout se passe comme sur des roulettes : la fonction support de l'Institut Langevin. Merci à l'équipe de la gestion : Catherine (ou Valentine? Ludivine? euh je sais pas je me trompe toujours dans les prénoms), Christelle, Nathalie, Anne-Sophie, Warda, Marjolaine. Je remercie le support technique : David, Johnny et Romain pour les questions d'informatiques et Emmanuel pour tout le reste.

Un grand merci aux doctorants qui sont le cœur du laboratoire et qui créent une ambiance de travail exceptionnelle. Merci à tous les doctorants et post-doc passés par le Langevin entre

avril 2017 et octobre 2020 et une attention toute particulière à Clotilde Peyrot et son barbecue d'enfer.

Il est temps de remercier le bureau R31 qui, à défaut d'être le bureau doctorant le plus productif, est le bureau le plus haut en couleur du laboratoire. Merci Kammel pour ton énergie et ton charisme, Julie, Antoine, Slava, Chloë. Merci Anwesh pour ta bonne humeur et exotisme.

Plus particulièrement je voudrais remercier Jules, Maxime, Paul. D'abord pour leur aide sur les aspect scientifiques, venant de génie civil j'avais un niveau de connaissance limité en physique et en optique. Ils ont toujours pris le temps de m'expliquer les concepts et principes de certains domaines de recherche. Sur le plan humain, ce sont des camarades exceptionnels. Je remercie donc Jules pour nos retours en vélos, nos déhanchés endiables et nos problèmes de son<sup>1</sup>. Merci à Maxime qui outre sa fragilité légendaire est une source intarissable de discussion avec une culture très étendue dans tous les domaines : arts, sports etc. Merci à Paul pour sa compagnie, pour m'avoir éveillé aux chinoiseries de Paris (s-o newsavour, Jixiao bun's etc.) et pour m'avoir fait reprendre le skate. Ces trois années ont été exceptionnelles et même si nous sommes déjà dispersés aux quatre coins de la France j'espère qu'on pourra « se voir » régulièrement.

Je voudrais remercier ma famille. Merci à mes amis de l'ENS, quasi-tous doctorants, avec qui j'ai pu décompresser en partant en vacances mais aussi en partageant notre frustration communes de thésard. Merci à mes amis du rugby, rien de mieux pour se vider la tête que de se réveiller un dimanche à 4h du mat pour aller jouer un match sous la pluie et le froid au fin fond de la bourgogne, sans parler des retours en bus mémorables. Un grand merci à l'industriel de m'avoir permis de devenir ce que je suis aujourd'hui, ça n'aurait pas été possible sans se fameux Pedro. Merci à la timalerie, bientôt converti à 100% *ou sav sa*. Merci à la Metcheam pour cette semaine bien remplie. Merci à Morgane et Bastien de m'avoir supporté pendant ces deux longs mois de confinement. Et enfin merci à mes anciens colocs Antoine et Baptiste pour ces deux années de cohabitation.

Un merci plein d'affection à Mlle Dodue pour m'avoir supporté et accompagné pendant ces années de thèse. Merci pour ton aide qui s'est déclinée sous plusieurs formes et en particulier pour l'aide apportée ces derniers mois pendant la rédaction de ce manuscrit.

Enfin, je voudrais remercier l'Université PSL qui m'a permis de développer ma passion, la cuisine, et d'en faire naître de nouvelles ces trois dernières années : la pâtisserie et la boulangerie. Je sais qu'il existe des doutes sur la capacité de PSL à se pérenniser et s'imposer comme université mais cet exemple est bien la preuve que PSL vise l'excellence.

---

1. Merci de m'avoir prévenu que d'écrire des remerciements c'est compliqué et que j'aurais pas forcément envie de le faire le moment venue. Malheureusement, je ne t'ai pas écouté et je les rédige après ma soutenance, ce que je regrette un peu.

# Table des matières

Table des matières	i
Table des figures	v
Liste des tableaux	ix
Contexte et introduction générale	1
<b>I Transfert thermique dans les matériaux isolants et caractérisation d'une fibre de verre</b>	<b>5</b>
<b>1 Transfert thermique dans les matériaux isolants</b>	<b>7</b>
1.1 Introduction aux matériaux isolants . . . . .	7
1.1.1 Laine de verre, procédé de fabrication et VIP . . . . .	8
1.1.2 Les panneaux sous vide : Vacuum Insulation Panels - VIP . . . . .	12
1.2 Les transferts de chaleur dans la laine de verre . . . . .	13
1.2.1 Les modes de transfert . . . . .	13
1.2.2 Modélisation classique de la laine de verre . . . . .	16
1.2.3 Nature des échanges thermique entre fibres . . . . .	21
1.3 Le contexte du projet collaboratif CarISOVERRE . . . . .	26
1.3.1 Présentation du projet et de ses axes . . . . .	27
<b>2 Méthodes d'observation du transfert de chaleur</b>	<b>29</b>
2.1 Les méthodes macroscopiques . . . . .	29
2.1.1 Méthode de la plaque chaude gardée . . . . .	30
2.1.2 Méthode flash . . . . .	30
2.1.3 Pyrométrie et thermographie infrarouge . . . . .	31
2.2 Les méthodes microscopiques . . . . .	36
2.2.1 La méthode $3\omega$ . . . . .	36
2.2.2 La microthermographie infrarouge . . . . .	37
2.2.3 La thermoréfectance . . . . .	38
2.2.4 La microscopie optique de champ proche . . . . .	39
2.2.5 Microscopie thermique à sonde locale . . . . .	41
<b>3 Caractérisation thermophysique et optique d'une fibre de verre</b>	<b>45</b>
3.1 Les propriétés thermophysiques d'une fibre de verre . . . . .	45
3.2 Caractérisation optique UV et IR . . . . .	48
3.2.1 Caractérisation optique UV : . . . . .	48
3.2.2 Caractérisation de l'émission thermique infrarouge d'une fibre de verre . . . . .	49

<b>II</b>	<b>Caractérisation de la résistance thermique de contact verre-verre par méthode SThM</b>	<b>61</b>
	<b>Introduction</b>	<b>63</b>
<b>1</b>	<b>Présentation du dispositif expérimental</b>	<b>65</b>
1.1	La sonde SThM . . . . .	66
1.2	Le collage . . . . .	68
1.2.1	Présentation de l'AFM WITec . . . . .	68
1.2.2	Opération de collage à l'aide de l'AFM . . . . .	69
1.3	Mesure de la résistance électrique de la sonde SThM . . . . .	71
1.3.1	Le pont de mesure . . . . .	72
1.3.2	Calibration du système {sonde + bille} . . . . .	75
1.4	Chambre à vide et dispositif d'approche . . . . .	75
1.4.1	Chambre à vide . . . . .	75
1.4.2	Les platines de déplacement piézoélectriques . . . . .	76
1.4.3	Contrôle de distance et détection du contact : Lignes directrices de la programmation LabVIEW . . . . .	79
<b>2</b>	<b>Mesure de la résistance de contact par approche sous vide</b>	<b>83</b>
2.1	Principe de la mesure sous vide . . . . .	83
2.2	Modèle thermique hors contact . . . . .	84
2.2.1	Quantification du transfert radiatif . . . . .	84
2.2.2	Mesure de la conductance de cantilever . . . . .	88
2.3	Equation du système en contact . . . . .	89
2.3.1	Modèle 1D de résistance thermique par conduction pure dans la sphère . . . . .	89
2.3.2	Notion de constriction et modèle équivalent électrique de résistance thermique de la sphère et résistance de contact . . . . .	91
2.4	Mesure de la résistance de contact . . . . .	95
2.5	Conclusion . . . . .	98
<b>3</b>	<b>Mesure de la résistance de contact par approche à l'air ambiant</b>	<b>99</b>
3.1	Principe de la mesure dans l'air . . . . .	99
3.1.1	Origine de la convection dans notre système . . . . .	100
3.1.2	Les différents régimes de conduction thermiques en fonction de la distance sphère-surface . . . . .	101
3.2	Equation loin de la surface . . . . .	103
3.2.1	Traitement du cantilever . . . . .	104
3.2.2	Couplage sphère-plan : conduction et facteur de forme . . . . .	108
3.2.3	Conclusion sur la variation des pertes par convection en fonction de la distance . . . . .	110
3.3	Etude du contact . . . . .	112
<b>III</b>	<b>Méthode de caractérisation infrarouge</b>	<b>119</b>
<b>1</b>	<b>Les dispositifs expérimentaux</b>	<b>123</b>
1.1	Le montage de thermographie infrarouge avec chauffage par laser UV . . . . .	123
1.1.1	L'excitation . . . . .	123
1.1.2	L'échantillon et son support . . . . .	125

1.1.3	La collection optique du rayonnement thermique infrarouge . . . . .	126
1.2	La détection monocanal . . . . .	127
1.2.1	Le détecteur MCT . . . . .	128
1.2.2	La détection synchrone Zurich Instruments . . . . .	129
1.3	Le dispositif pour caméra IR . . . . .	130
1.3.1	Le microscope combiné à une caméra IR . . . . .	131
1.3.2	La caméra IR Noxcam HSI . . . . .	131
1.3.3	Résolution temporelle de la caméra IR . . . . .	134
<b>2</b>	<b>Mesure des pertes conduco-convectives</b>	<b>137</b>
2.1	Mesure temporelle du coefficient de pertes par convection . . . . .	137
2.1.1	Mesure du coefficient de pertes par convection d'une fibre . . . . .	137
2.1.2	Mesure du coefficient de pertes par convection d'une bille sur un cantilever	139
2.2	Mesure spatiale du coefficient de pertes par convection . . . . .	140
2.2.1	Analyse du problème . . . . .	141
2.3	Conclusion . . . . .	143
<b>3</b>	<b>Mesure de la résistance de contact</b>	<b>145</b>
3.1	Approche temporelle . . . . .	145
3.2	Approche spatiale . . . . .	146
3.2.1	Approche théorique du transfert entre les deux fibres . . . . .	147
3.2.2	Modélisation du transfert dans la seconde fibre et mesure de la résistance thermique de contact . . . . .	149
3.2.3	Conclusion et ouverture . . . . .	150
<b>4</b>	<b>Vers la thermographie super-résolue</b>	<b>153</b>
4.1	De la détection simple à la caméra IR . . . . .	153
4.1.1	Principe de la mesure monocanal . . . . .	153
4.1.2	Transposition du dispositif monocanal à la caméra IR . . . . .	154
4.2	Nouvelle stratégie d'imagerie . . . . .	156
4.2.1	L'excitation UV . . . . .	156
4.2.2	Traitement des résultats par décomposition en valeurs singulières . . . . .	157
4.3	Application à l'imagerie IR super-résolue . . . . .	162
4.3.1	Définition d'un nouveau critère de localisation . . . . .	162
4.3.2	Résultats . . . . .	163
4.3.3	Discussion . . . . .	164
	<b>Conclusion générale et perspectives</b>	<b>167</b>
<b>A</b>	<b>Notions d'optique</b>	<b>171</b>
A.1	Développement en ondes planes : champ lointain et champ proche . . . . .	171
A.2	Microscopie optique de champ proche . . . . .	173
A.2.1	Principe général . . . . .	173
A.2.2	Différents types de SNOMs . . . . .	174
<b>B</b>	<b>La conception du dispositif thermo-résistif</b>	<b>175</b>
B.1	Dessins techniques des éléments dimensionnés pour le dispositif SThM . . . . .	175
B.1.1	Table supportant le système de translations . . . . .	175
B.1.2	Le porte pointe . . . . .	176
B.1.3	Adaptation du porte pointe sur le système de translation . . . . .	178

B.1.4	Le bras de cantilever imprimé en impression 3D pour le collage de la bille sur le système Witec . . . . .	179
<b>C</b>	<b>Caractérisation optique du transfert de chaleur</b>	<b>181</b>
C.1	Présentation des filtres de la caméra IR . . . . .	181
C.2	Calibration en température du dispositif à détecteur monocanal infrarouge . . . . .	182
C.2.1	Le montage . . . . .	182
C.2.2	Le protocole . . . . .	182
C.2.3	La courbe de calibration et correspondance en température . . . . .	183
C.3	Calibration en température du dispositif à caméra infrarouge. . . . .	184
C.4	Approche temporelle . . . . .	187
C.4.1	Résolution semi-analytique de l'équation de la chaleur dans une fibre . . . . .	187
C.4.2	Modélisation semi-analytique de l'échange de chaleur entre deux fibres . . . . .	192
C.4.3	Introduction aux problèmes inverses . . . . .	197
C.4.4	Critique de l'approche temporelle et conclusion sur la méthode . . . . .	199
C.5	Coupes longitudinales pour l'imagerie résolue . . . . .	201
	<b>Bibliographie</b>	<b>203</b>

# Table des figures

1.1	Produits d'isolation standards et exemples de mises en situation . . . . .	8
1.2	Exemples de produits d'isolation standards . . . . .	9
1.3	Exemples de matériaux bio-sourcés . . . . .	9
1.4	Procédé de fabrication de laine de verre. . . . .	10
1.5	Distribution des diamètres des fibres dans une laine de verre et image OCT illustrant la faible fraction volumique des fibres. . . . .	12
1.6	Panneaux d'isolation sous vide : VIP . . . . .	13
1.7	Luminance du rayonnement d'équilibre à 25°C . . . . .	16
1.8	Les mécanismes de transfert thermique dans la laine de verre. . . . .	16
1.9	Décomposition de la conductivité effective de la laine de verre $\lambda_{eff}$ en ses trois composantes : conduction solide $\lambda_{fibres}$ et gazeuse $\lambda_{gaz}$ , radiation $\lambda_r$ . . . . .	17
1.10	Perméabilité admissible au Rayleigh critique. . . . .	18
1.11	Profondeur de pénétration $\delta$ du rayonnement infrarouge moyen dans notre verre de référence . . . . .	20
1.12	Evolution des différentes conductivités thermiques (solide, gaz, rayonnement) en fonction de la pression dans les panneaux VIP . . . . .	21
1.13	Représentation schématique du contact entre deux sphères. . . . .	23
1.14	Illustration du couplage de champ proche . . . . .	24
1.15	Exemples de spectres de champ proche. . . . .	26
2.1	Schéma de principe de la méthode de la plaque chaude gardée . . . . .	30
2.2	Schéma de principe de la méthode flash . . . . .	31
2.3	Exemples d'applications de la pyrométrie. . . . .	32
2.4	Gammes de l'infrarouge et technologies associées. . . . .	33
2.5	Illustrations des techniques thermoréfectance . . . . .	39
2.6	Schéma du dispositif expérimental du TRSTM . . . . .	40
2.7	Schéma descriptif d'un SThM . . . . .	42
2.8	Images MEB des pointes thermorésistives (a) Wollaston, (b) KNT et (c) Si dopé . . . . .	43
3.1	Montage $3\omega$ permettant la caractérisation thermophysique d'une fibre de verre industrielle. . . . .	46
3.2	Signal $V_{3\omega}$ en fonction de la fréquence (Hz) du courant de modulation d'amplitude $I = 3.94 \mu A$ . . . . .	47
3.3	Caractérisation UV du verre de référence dans son état bulk . . . . .	48
3.4	Caractérisation IR du verre de référence dans son état bulk. . . . .	49
3.5	Spectroscopie IR par modulation spatiale. . . . .	50
3.6	Etirement des fibres . . . . .	52
3.7	Schéma du dispositif expérimental de spectroscopie IR par modulation spatiale. . . . .	53
3.8	Schéma de la collection IR sur une fibre et des angles associés. . . . .	55



3.9	(a) Efficacité d'absorption et (b) efficacité de diffusion théoriques d'une fibre dans le vide en fonction de son diamètre $D$ et de la longueur d'onde incidente non polarisée. . . . .	56
3.10	Comparaison entre les résultats expérimentaux et les spectres théoriques. . . . .	56
1.1	Schéma de principe de la mesure thermorésistive . . . . .	65
1.2	Image de microscopie électronique à balayage (MEB) des sondes SThM pyramidales utilisées. . . . .	66
1.3	Schéma du porte-sonde . . . . .	67
1.4	Photo du porte-sonde . . . . .	68
1.5	Schéma de principe de l'AFM-SNOM WITec <i>Alpha 300S</i> et photographie du montage total . . . . .	70
1.6	Schéma du protocole de collage de la bille micrométrique sur la sonde SThM . . . . .	72
1.7	Schéma de principe de mesure de résistance électrique par pont de Wheatstone . . . . .	73
1.8	Schéma électronique : pont de Wheatstone et système de détection . . . . .	74
1.9	Photos de l'électronique de contrôle . . . . .	74
1.10	Schéma de l'étuve permettant la calibration en température de la sonde SThM . . . . .	76
1.11	Courbe de calibration de l'ensemble : sonde SThM et sphère . . . . .	77
1.12	Illustration du montage complet . . . . .	77
1.13	Platine de déplacement piézoélectrique SmarAct . . . . .	78
1.14	Séquences de programmation implémentées dans LabVIEW . . . . .	79
1.15	Evolution de la température au contact et dérivée seconde de la température . . . . .	80
1.16	Interface Labview pour les mesures . . . . .	81
1.17	Vue d'ensemble du dispositif . . . . .	82
2.1	Courbe d'approches dans le vide . . . . .	83
2.2	Illustration du couplage de champ proche . . . . .	87
2.3	Etudes du rayonnement de champ proche entre une sphère et un plan . . . . .	88
2.4	Schéma descriptif des canaux de transfert de chaleur et des gradients associés dans le cas d'une sphère hors-contact dans le vide . . . . .	89
2.5	Schéma descriptif des canaux de transfert de chaleur et des gradients associés lorsque la sphère est en contact avec la surface dans le vide . . . . .	90
2.6	Modèles utilisés pour la conduction dans la bille. . . . .	92
2.7	Schéma des électrodes . . . . .	94
2.8	Schéma électrique équivalent . . . . .	96
2.9	Exemple de courbes d'approche réalisées sous vide . . . . .	98
3.1	Exemple de courbe d'approche à l'air ambiant. . . . .	100
3.2	Schéma de principe de cellules de convection de Rayleigh-Bénard. . . . .	101
3.3	Discussion sur la mise en évidence des différents régimes. . . . .	102
3.4	Schéma descriptif des canaux de transfert de chaleur et des gradients associés lorsque la sphère est dans l'air et loin de la surface . . . . .	104
3.5	Conductance totale mesurée et coefficient de transfert conducto-convectif associé. . . . .	105
3.6	Equivalence cantilever $\Leftrightarrow$ ailette . . . . .	107
3.7	Variation de la température le long du cantilever . . . . .	108
3.8	Conduction entre la sphère et la surface. . . . .	109
3.9	Comparaison entre la conductance mesurée et le transfert par conduction dans l'air. . . . .	110
3.10	Schémas des cellules de convection thermique de Rayleigh-Bénard . . . . .	111
3.11	Schéma descriptif des canaux de transfert de chaleur et des gradients associés lorsque la sphère est dans l'air et proche de la surface . . . . .	112

3.12	Schéma de la répartition du puissance injectée au sommet de la bille. . . . .	113
3.13	Schéma électrique équivalent. . . . .	114
1	Principe général des mesures du rayonnement thermique infrarouge stimulé par chauffage UV . . . . .	122
1.1	Système porte-échantillon. . . . .	126
1.2	Schéma de principe d'un objectif à miroirs de type Cassegrain . . . . .	127
1.3	Schéma de la détection monocanal. . . . .	128
1.4	Réponse spectrale caractéristique du type de détecteur MCT - données du constructeur. . . . .	129
1.5	Evolution temporelle du signal mesuré par le dispositif monocanal pour une fibre excité thermiquement à un taux de répétition du laser $f_{Laser} = 50$ Hz. . . . .	130
1.6	Superposition des deux images obtenues par thermographie infrarouge. . . . .	131
1.7	Schéma de la détection avec une caméra IR. . . . .	132
1.8	Réponse spectrale de la caméra IR. . . . .	133
1.9	Illustration de l'impact de la distance caméra-objectif à miroir sur le nombre de pixels utiles. . . . .	134
1.10	Séquence d'acquisition d'une image IR par la caméra Noxant HSI . . . . .	135
2.1	Mesure temporelle du coefficient de pertes par convection. . . . .	138
2.2	Mesure temporelle du coefficient de pertes par convection. . . . .	140
2.3	Image IR d'une fibre chauffée par un laser UV et modèle adopté. . . . .	141
2.4	Profil adimensionné de température et fit exponentiel de sa décroissance spatiale . . . . .	143
3.1	Schéma du montage pour la mesure de la résistance thermique de contact entre fibres de verre. . . . .	145
3.2	Image brute du montage à caméra IR avec deux fibres en contact. . . . .	147
3.3	Problème de superposition appliqué au croisement de deux fibres . . . . .	148
3.4	Schéma équivalent du transfert dans la seconde fibre. . . . .	149
3.5	Détermination de la résistance de contact - jour n°1 . . . . .	151
3.6	Détermination de la résistance de contact - jour n°2 . . . . .	151
4.1	Principe de la mesure « Boxcar » . . . . .	154
4.2	Image de Type Boxcar avec la caméra IR . . . . .	156
4.3	Capture de la dynamique de refroidissement de la fibre entre deux excitations UV . . . . .	158
4.4	Illustration de la SVD appliquée à une séquence de 10 images . . . . .	160
4.5	Illustration de la SVD appliquée à une séquence de 30 images . . . . .	161
4.6	Schéma du balayage de la fibre par le laser UV . . . . .	162
4.7	Imagerie IR résolue . . . . .	163
A.1	Schéma d'illustration du principe de fonctionnement du SNOM : conversion du champ proche en champ lointain par l'intermédiaire d'une pointe fine ou d'une nanoparticule . . . . .	173
B.1	Dessin technique de la table supportant les translations dans la chambre à vide . . . . .	175
B.2	Dessin technique du porte échantillon - partie horizontale : le bec . . . . .	176
B.3	Dessin technique du porte échantillon - partie verticale . . . . .	177
B.4	Dessin technique de l'adaptation entre le porte échantillon et le système de translation XYZ . . . . .	178

B.5	Schéma du bras de cantilever imprimé en impression 3D pour le collage de la bille sur le système Witec . . . . .	179
C.1	Courbe de transmission du filtre : NB-3960-070-nm. C'est un filtre passe-bande de largeur spectrale de 70 nm centrée autour de 3690 nm. . . . .	181
C.2	Courbe de transmission du filtre : LP-4095-nm. C'est un filtre passe-haut présentant au moins 70% de transmission au-delà de 4095 nm. . . . .	182
C.3	Schéma du montage pour la calibration du dispositif monocanal . . . . .	183
C.4	Le signal PWA mesuré dépend de la température apparente du corps noir mais aussi des pales du hacheur mécanique. . . . .	184
C.5	Calibration amplitude du signal PWA - écart de température . . . . .	185
C.6	Illustration des deux étapes de la calibration du microscope IR associé à la caméra IR. . . . .	186
C.7	Courbe de calibration Signal PWA - température relative. . . . .	186
C.8	Schéma du montage pour la mesure de la résistance thermique de contact entre fibres de verre. . . . .	187
C.9	Illustration des conditions aux limites permettant de calculer la température au point $M$ . . . . .	189
C.10	Illustration de l'influence du nombre de modes sur la résolution spatiale. . . . .	191
C.11	Champ de température calculé par la méthode <i>semi-analytique</i> . . . . .	191
C.12	Schéma de principe du chauffage de deux fibres . . . . .	192
C.13	Champ de température simulé dans deux fibres en contact dont l'une est chauffée localement à l'aide d'un laser impulsionnel alors que la seconde croise celle-ci à la verticale du point de chauffage. . . . .	195
C.14	Simulations et comparaison avec les résultats expérimentaux pour le croisement de deux fibres. . . . .	196
C.15	Schéma de principe du chauffage de deux fibres . . . . .	197
C.16	Schéma de principe du problème inverse. . . . .	198
C.17	Etude de sensibilité de la configuration à deux fibres : réponse aux temps courts (a) et aux temps longs (b) . . . . .	200
C.18	Coupes longitudinales de la tache de chaleur extraite par SVD en fonction de la position de la fibre. . . . .	202

# Liste des tableaux

1.1	Caractéristiques structurales de la laine de verre . . . . .	11
1.2	Table des conductivités thermiques de quelques gaz utilisés pour des applications isolantes . . . . .	19
1.1	Résumé des caractéristiques des translations piézoélectriques . . . . .	78
2.1	Analogie électrique $\iff$ thermique . . . . .	93
2.2	Résumé des mesures sous vide . . . . .	97
1.1	Caractéristiques techniques du laser impulsionnel CryLas FQSS 266-Q4 - d'après la documentation technique. . . . .	124
1.2	Caractéristiques techniques de nos objectifs à miroirs. . . . .	127
1.3	Caractéristiques et performances de la caméra IR Noxcam HSI. . . . .	132



# Contexte et introduction générale

Le secteur du bâtiment représente 45% de la consommation finale d'énergie en France et 40% de l'énergie consommée à l'échelle européenne [1], dépassant ainsi le secteur des transports qui représente 31% de l'énergie consommée. Le secteur du bâtiment est responsable chaque année de plus de 123 millions de tonnes d'émission de CO<sub>2</sub>, soit 25% des émissions totales de gaz à effet de serre.

Ces chiffres témoignent du rôle essentiel joué par ce secteur dans la transition énergétique et la lutte contre le réchauffement climatique<sup>2</sup>. A cela s'ajoute le fait que le logement représente aujourd'hui 30% du budget des ménages. Une diminution de l'apport énergétique permettrait de réduire ce budget.

Dans ce contexte, le secteur du bâtiment est au cœur des politiques énergétiques actuelles, dont l'objectif est de réduire ses dépenses énergétiques en le rendant plus économe. Pour y parvenir, une rénovation massive du parc immobilier existant et un développement de normes plus strictes en termes de consommation d'énergie pour les bâtiments neufs sont nécessaires. A cet effet, la réglementation thermique (RT) 2020 prévoit que toutes les nouvelles constructions à compter de 2020 soient obligatoirement à énergie positive ce qui signifie que ces logements devront produire autant d'énergie (chaleur et électricité) qu'ils en consomment.

La rénovation du parc immobilier est quant à elle au centre de la loi « Energie-climat » adoptée le 8 novembre 2019. Ce texte législatif fixe des objectifs nationaux de réduction des émissions de gaz à effet de serre (baisse de 40 % des émissions de gaz à effet de serre en 2030 par rapport à 1990) et de consommation d'énergie finale (diminution de 50% en 2050, par rapport à 2012).

Un cheval de bataille de la loi « Energie-climat » est la lutte contre les logements « passoires ». Il s'agit des constructions les plus énergivores, dont la consommation annuelle d'énergie<sup>3</sup> est supérieure à 330 kWh.m<sup>-2</sup> résultant souvent d'une mauvaise isolation thermique. L'ambition nationale actuelle est de réussir à rénover toutes les « passoires thermiques » d'ici dix ans en fixant un objectif de 500 000 rénovations de logements par an. Ce dispositif s'accompagne notamment de soutien financier tel que le crédit d'impôt transition énergétique et de MaPrimeRenov' [2].

Malgré ces mesures, on constate une baisse des budgets alloués à la recherche publique dans le secteur du bâtiment [1] dont les effectifs sont nettement plus faibles que nos voisins européens et que les pays d'Amérique du Nord [1]. L'Agence Nationale de la Recherche a néanmoins financé 9 projets concernant l'amélioration des performances énergétiques de l'enveloppe des bâtiments (parois et vitrages) ces 15 dernières années<sup>4</sup>.

---

2. Source : [www.ecologique-solidaire.gouv.fr](http://www.ecologique-solidaire.gouv.fr) - Ministère de la transition écologique et solidarité.

3. Consommation d'énergie estimée par une diagnostic performance énergie.

4. Les projets financés par l'ANR concernent l'amélioration des performances énergétiques de l'enveloppe des bâtiments (parois et vitrages) : MUR COFFRANT en 2005 - BARISOL en 2006 - REPLIIC en 2008 - CITOYEN en 2010- MESOTHERM en 2010 - COCOTRANS en 2011 - DEMETHER en 2015 - RESBATI en 2016 - CarISOVERRE en 2016.

Les mesures prises par le gouvernement et l'intérêt croissant pour la réduction de la consommation d'énergie a suscité un regain d'efforts investis pour la production de matériaux isolants. Cette dynamique, pousse les acteurs privés en particulier Saint-Gobain Recherche et sa filiale ISOVERRE - spécialiste de l'isolation - à produire des matériaux d'isolation plus efficaces et plus respectueux de l'environnement. Aussi bien l'innovation que la recherche s'en trouvent fortement stimulés au sein des laboratoires industriels.

La laine de verre est l'un des matériaux les plus utilisés en isolation thermique. On estime en effet qu'environ 90% du parc immobilier français est isolé avec des isolants d'origine minérale - laine de verre ou laine de roche. Malgré la récente percée des matériaux bio-sourcés - laine de chanvre, laine de mouton etc. - les laines minérales représentent aujourd'hui un peu plus de 50% des produits d'isolation vendus chaque année, notamment grâce à l'apparition de nouveaux produits comme la laine soufflée ou les panneaux sous vide<sup>5</sup>.

Saint-Gobain Recherche est très impliqué dans la compréhension du transport de chaleur dans la laine de verre en vue d'améliorer ses produits. La laine de verre, comme la plupart des matériaux isolants, est un matériau poreux de faible densité, constitué d'une phase solide à base de fibre de verre et d'une phase gazeuse. Le but de cette structure est de profiter au mieux des propriétés isolantes du gaz présent en majorité dans le matériau dont la densité est de l'ordre de 1 % de celle du verre massif. Tous les modes de transfert de chaleur sont présents dans la laine de verre : conduction dans les fibres, conduction ou convection dans l'air, et rayonnement entre fibres. Depuis son invention au début des années 1930 [3], les améliorations apportées au matériau au fil des années ont permis de diminuer la convection dans la phase gazeuse en la fragmentant, et de diminuer le transfert par rayonnement dans le matériau. La conductivité thermique effective de la laine de verre varie de **30 à 40**  $\text{mW}\cdot\text{m}^{-1}\text{K}^{-1}$  ce qui est proche de la conductivité de l'air ( $26 \text{ mW}\cdot\text{m}^{-1}\text{K}^{-1}$ ). Dans le but d'améliorer encore d'avantage les performances énergétiques des parois, des matériaux dit « super-isolants » ont été développés. Leur utilisation initialement cantonnée aux domaines de pointe comme l'aéronautique et l'aérospatial tend à se généraliser. Dans ce genre de matériau, la phase gazeuse est supprimée. La conductivité effective est alors dictée par le transfert dans la phase solide et peut atteindre **7**  $\text{mW}\cdot\text{m}^{-1}\text{K}^{-1}$ . Le transfert thermique dans la phase solide, qui était négligeable jusqu'il y a peu, joue un rôle prépondérant dans ces matériaux. Force est de constater qu'il existe très peu d'études qui se sont intéressées aux transferts de chaleur dans la matrice solide, en particulier à l'échelle des constituants de base du matériau.

Alors que les mesures réalisées dans les laboratoires industriels sont essentiellement des mesures qui permettent de caractériser les propriétés globales des matériaux d'isolation thermique sur des échelles macroscopiques, une première thèse a eu lieu dans le cadre d'une collaboration entre l'Institut Langevin et Saint-Gobain Recherche (thèse CIFRE d'Elodie Perros soutenue le 22 novembre 2017) [85]. Le but était alors d'explorer de nouvelles méthodes de caractérisation des isolants thermiques aux échelles microscopiques.

Au cours de cette précédente thèse, d'importantes preuves de concept ont été réalisées. Ce travail démontre l'intérêt des sondes thermorésistives et de la détection du rayonnement thermique aux petites échelles pour sonder le transport thermique entre les micro-objets qui composent les matériaux d'isolation à base de verre, qu'ils soient fibreux ou granulaires. Ce fut la genèse d'un projet ANR dont le lancement était presque concomitant avec mon arrivée au sein de l'équipe de l'Institut Langevin en 2017 pour mon stage de Master 2, poursuivi ensuite en thèse.

Il s'agit du projet ANR intitulé « CarISOVERRE : Caractérisation des composants élé-

---

5. Source : [www.actu-environnement.com](http://www.actu-environnement.com)

mentaires d'ISOLants thermiques à base de VERRE », qui est coordonné par mon directeur de thèse Yannick De Wilde. Les objectifs généraux de ce projet sont de développer des approches microscopiques permettant d'améliorer la compréhension des transferts de chaleur au sein de matériaux isolants tels que la laine de verre. Outre l'Institut Langevin, ce projet ANR implique deux autres partenaires académiques, l'Institut Néel et l'Institut P', et un partenaire industriel, Saint-Gobain Recherche.

Ce projet comporte deux volets complémentaires :

- Un volet expérimental qui vise à utiliser ou concevoir de nouvelles méthodes permettant d'étudier les échanges thermiques à l'échelle des micro-objets de verre individuels (grains, fibres), en particulier lorsqu'ils sont en contact ou proche du contact.
- Un volet théorique qui vise à modéliser les propriétés thermiques de ces objets, et surtout à élaborer une simulation numérique multi-échelle d'un transport de chaleur dans un système complexe comme de la laine de verre.

Les travaux de recherche que j'ai menés pendant ma thèse s'inscrivent dans le cadre du volet expérimental du projet ANR CarISOVERRE. Ses objectifs sont **une caractérisation microscopique des transferts de chaleur - transferts conductif, convectif, radiatif - intervenant au sein d'une fibre de verre, et une mesure de la résistance thermique de contact entre ces fibres de verre.**

Les travaux de cette thèse s'articulent donc autour de deux axes principaux.

Le premier est une mesure de la résistance thermique de contact entre deux éléments de verre sous vide ou à l'air ambiant. Le but de ces expériences est de reproduire les conditions présentes par exemple dans un matériau super-isolant pour ce qui concerne les mesures sous vide ou de la laine de verre quand ces expériences sont réalisées à l'air ambiant. Pour cela, une sphère de verre de taille micrométrique sera mise en contact avec une lamelle de verre en la chauffant et en contrôlant la distance et la température à l'aide d'une sonde SThM. La dissipation de la chaleur injectée par effet Joule sera sondée à partir de la température mesurée au sommet de la bille en fonction de la distance, la sphère étant collée sur la sonde. Nous verrons que la résolution en température de notre système - environ 10 mK - fait de cet instrument l'outil approprié pour mesurer avec précision la résistance de contact entre deux éléments de verre séparés par une distance contrôlable à l'échelle du nanomètre.

Le second axe est une méthode sans contact de mesure de l'émission thermique d'une fibre chauffée par une excitation impulsionnelle. La méthode utilisée est une méthode Flash associée à un microscope infrarouge qui donne accès au champ de température de l'échantillon. L'étude spatiale et temporelle du champ de température mesuré associée à des modèles simples rend possible la détermination d'un jeu de paramètres inconnus intervenant dans le transfert de chaleur : coefficient de pertes par convection, résistance thermique de contact entre fibres.

Les études que nous avons menées pendant cette thèse visent ainsi à fournir des paramètres d'entrée qui sont importants pour la modélisation numérique multi-échelle en cours de développement au sein de l'équipe de nos collaborateurs de l'Institut P'.

Pour cela, nous nous appuyons sur deux outils dont le développement a été initié au cours de la thèse précédente au sein de l'équipe. Le premier vise à réaliser une mesure thermorésistive (par contact) de la résistance thermique de contact entre deux éléments de verre. Le second vise à réaliser des mesures optiques sans contact du transfert de chaleur au sein d'une fibre ou entre fibres de verre. A cet effet, nous étudions différentes approches reposant sur la mesure du rayonnement thermique infrarouge produit par les micro-objets en verre étudiés.

L'argumentation présentée dans cette thèse se décompose en 3 parties. La première partie est une introduction à la laine de verre et une présentation des bases théoriques. Les principes



énoncés dans cette première partie sont ensuite développés dans les deux parties suivantes qui sont indépendantes l'une de l'autre.

- La première partie présente le contexte dans lequel s'est déroulé la thèse et développe les connaissances nécessaires à la suite. Le premier chapitre est composé d'une introduction aux matériaux isolants et aux mécanismes régissant le transfert de chaleur dans la laine de verre. Vient ensuite une présentation des enjeux et des objectifs de la thèse qui sont étroitement liés à ceux du projet ANR dans laquelle elle s'inscrit. Le deuxième chapitre est un état de l'art des méthodes de caractérisation du transfert de chaleur à l'échelle macroscopique et à l'échelle microscopique. Le dernier chapitre présente les propriétés thermophysiques et optiques de la laine de verre servant de base aux études menées dans la deuxième et troisième partie.
- La deuxième partie traite de la mesure thermorésistive de la résistance thermique de contact entre une sphère de verre de  $20 \mu\text{m}$  et une surface de verre. Cette mesure est réalisée sous vide et à l'air ambiant. Le premier chapitre est une présentation du dispositif expérimental. Le deuxième chapitre traite de l'étude de la résistance thermique de contact mesurée sous vide. Pour cela, la contribution du rayonnement est estimée, puis la conductivité thermique de la sonde est mesurée. Enfin, la résistance thermique de contact est mesurée à l'aide d'un modèle de conduction de chaleur dans une bille. Les mesures réalisées à l'air font l'objet du troisième chapitre. Une analyse des pertes dans l'air est proposée, et ensuite une estimation de la résistance thermique de contact dans l'air est faite à l'aide de nos mesures et d'un modèle phénoménologique de transfert de chaleur dans la bille.
- La dernière partie détaille les mesures optiques - sans contact - du transfert de chaleur dans la laine de verre. Le premier chapitre est une présentation des deux instruments de mesures développés. Les mesures réalisées dans le deuxième chapitre permettent l'estimation des pertes par convection régissant le transfert de chaleur dans notre système de mesure. Forts de ces conclusions nous étudions, dans le troisième chapitre, le transfert de chaleur entre deux fibres afin de mesurer la résistance thermique de contact entre deux fibres de verre. Enfin, le dernier chapitre propose une méthode d'imagerie super-résolue adaptée aux fibres de verre.

## Première partie

# Transfert thermique dans les matériaux isolants et caractérisation d'une fibre de verre



# Chapitre 1

## Transfert thermique dans les matériaux isolants

La conductivité thermique  $\lambda$  qualifie la capacité du matériau à transférer la chaleur. Elle exprime quelle quantité de chaleur (flux de chaleur en W) traverse un matériau lorsqu'il est soumis à un gradient de température (en K/m : Kelvin par mètre). Plus cette conductivité est élevée, plus la chaleur est transmise facilement. Par conséquent, plus la conductivité est élevée et moins le matériau est isolant. Les métaux sont de très bons conducteurs thermiques avec une conductivité thermique qui dépasse souvent  $100 \text{ W.m}^{-1}\text{K}^{-1}$ , le verre est un isolant relativement bon puisque  $\lambda_{\text{verre}} \in [1, 1.2 \text{ W.m}^{-1}\text{K}^{-1}]$ , mais sa conductivité reste toutefois largement supérieure à la conductivité thermique de l'air immobile qui vaut  $\lambda_{\text{air}} = 0.026 \text{ W.m}^{-1}\text{K}^{-1}$ .

### 1.1 Introduction aux matériaux isolants

L'isolation thermique est une problématique commune à de nombreux domaines : le secteur du bâtiment, l'industrie textile (manteaux, couettes, sacs de couchage), l'aérospatial, etc. La FIG.1.1 donne des exemples d'isolants connus aux applications variées.

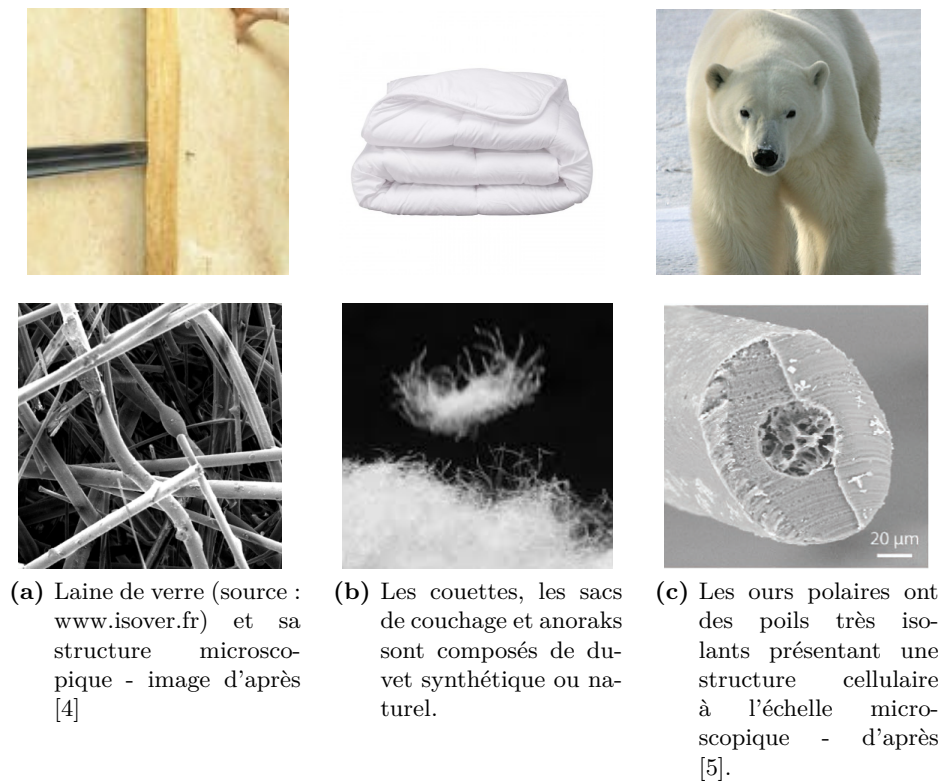
L'isolation thermique a pour rôle de limiter les pertes de chaleur et d'assurer le confort thermique de l'utilisateur. Pour cela, les matériaux d'isolation exploitent généralement la capacité des gaz à limiter le transfert de chaleur<sup>1</sup>. C'est pourquoi les matériaux d'isolation sont des matériaux bi-phasiques composés d'une matrice solide et généralement d'une phase gazeuse. La matrice solide a principalement un rôle structurel : assurer le maintien du panneau isolant et limiter le mouvement du fluide à l'intérieur du matériau.

Les matériaux isolants sont classés en trois catégories selon la structure de la phase solide et de la nature chimique (organique ou minérale) de la substance qui les compose [6] :

- Les isolants fibreux sont des matériaux composés de fibres organiques (polyester, fibres végétales, laine animale) ou de fibres minérales (laine de verre et laine de roche).
- Les isolants cellulaires présentent une structure alvéolée enfermant le gaz dans des cellules. On distingue les isolants organiques (mousses de polymères) et les isolants minéraux (béton cellulaire).
- Les isolants granulaires ou pulvérulents ont une phase solide formée de grains, flocons ou paillettes. Ils peuvent être minéraux ou organiques et sont généralement livrés en vrac, comprimés dans des grands sachets de manutention. La mise en place de l'isolant se fait

---

1. Les gaz sont de très bons isolants à condition qu'ils soient immobiles.



**Figure 1.1** : Produits d'isolation standards et exemples de mises en situation.

avec une pompe permettant la pose de l'isolant dans des combles perdus ou dans des parois creuses. L'isolant est soufflé par la pompe afin qu'il retrouve sa structure originale.

La FIG.1.2 présente des exemples de matériaux isolants de chaque classe : fibreux, cellulaire, granulaire.

Les performances des panneaux isolants peuvent être améliorées en utilisant des gaz moins conducteurs (exemple : argon) enfermés dans une enveloppe étanche ou en aspirant le gaz. Lorsqu'il est placé sous vide, les propriétés d'isolation du matériau sont dictées uniquement par le transfert de chaleur dans la matrice solide. Ces matériaux font partie d'une sous-catégorie de produits d'isolation : les « super-isolants ». Ces matériaux très performants ont un coût important lié à un procédé de fabrication plus complexe et plus onéreux. Jusqu'à récemment, l'utilisation de ces panneaux d'aérogels ou panneaux d'isolation sous vide (VIP : Vacuum Insulation Panel) était réservée à des domaines de pointe tels que les appareils frigorifiques, l'aéro-spatial ou le nucléaire. Cependant leur utilisation dans le secteur du bâtiment tend à se démocratiser, en particulier dans le domaine de la rénovation puisque ces matériaux sont moins épais que les matériaux d'isolation classiques.

### 1.1.1 Laine de verre, procédé de fabrication et VIP

L'utilisation des matériaux d'isolation bio-sourcés est marginale (moins de 10% des logements français<sup>2</sup>) mais leur récent développement mérite d'être souligné. Ces matériaux sont de natures très variées tels que les laines végétales (laines de chanvre ou de coton), les matériaux granulaires végétaux (rouleau de liège, granulats de liège) ou encore les matériaux d'origine animales

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

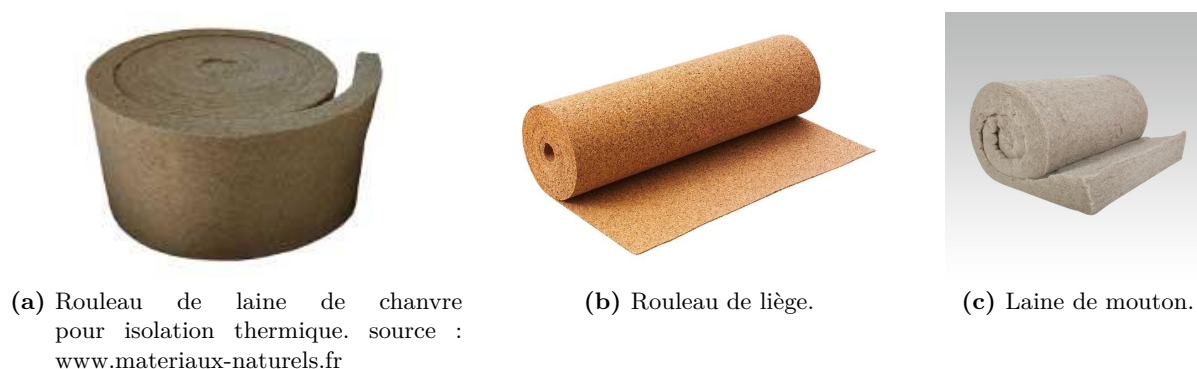


**Figure 1.2** : Exemples de produits d'isolation standards : (a) isolant fibreux - (b) isolant cellulaire - (c) isolant granulaire. source : [www.isover.fr](http://www.isover.fr)

(duvet d'oie ou de canard, laine de mouton), cf. FIG.1.3. Ces matériaux présentent une faible conductivité thermique, une bonne tenue aux incendies et une bonne gestion de l'humidité.

Néanmoins leur production nécessite l'utilisation de terres agricoles, ce qui a freiné leur développement lors de l'industrialisation des produits d'isolation pour le bâtiment. La remise en question de l'utilisation de matériaux à base de silice a entraîné un regain d'intérêt pour ces matériaux en dépit de leur coût de production plus élevé que celui des matériaux classiques (laine de verre et laine de roche).

Dans cette thèse nous nous sommes restreints à étudier des matériaux à base de verre. Nous avons cherché à acquérir des connaissances nouvelles sur le transport thermique aux petites échelles qui peut avoir lieu dans des matériaux d'isolation tels que la laine de verre ou les produits d'isolation sous vide à base de verre. Malgré cette restriction sur le matériau d'étude,



**Figure 1.3** : Exemples de matériaux bio-sourcés.

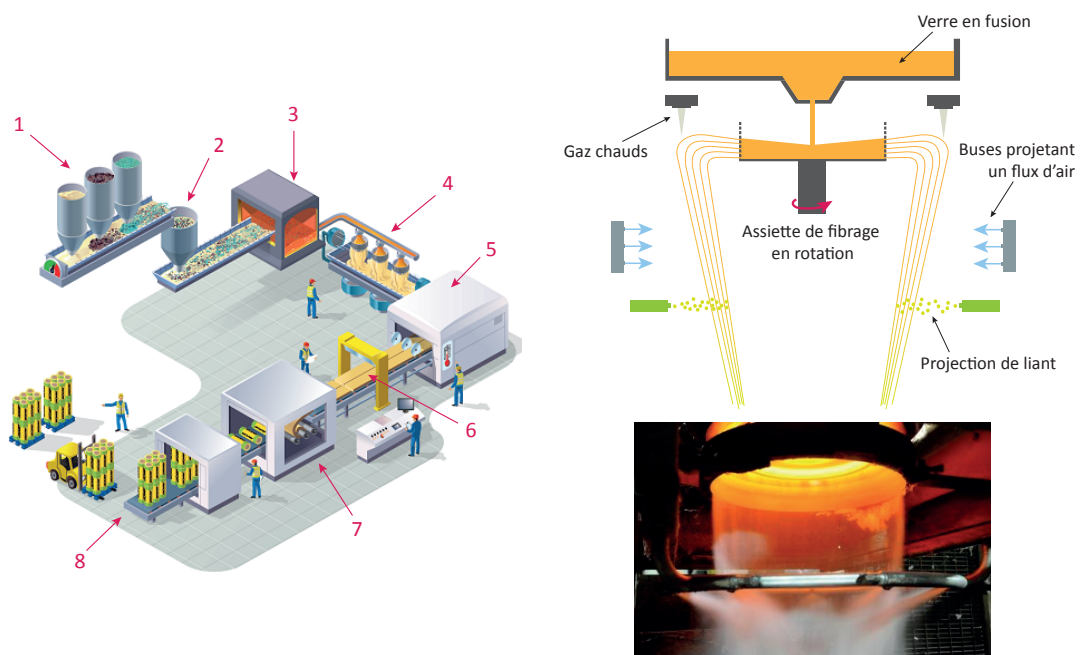
les méthodes développées dans cette thèse sont potentiellement applicables à d'autres matériaux.

### Présentation de la laine de verre

La laine de verre est composée d'air et d'un réseau de fibres de verre enchevêtrées. La structure de la laine de verre a pour but de piéger l'air environnant<sup>3</sup> afin de bénéficier de ses qualités d'isolation. Ces fibres forment un réseau de cellules microscopiques qui limite le circulation du fluide à travers la matrice solide. De cette manière la convection dans l'air<sup>4</sup> est limitée. La conductivité de l'air emprisonnée dans ces cellules se rapproche de la faible conductivité thermique de l'air immobile :  $\lambda_{air} = 26 \text{ mW.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ . La conductivité thermique globale de la laine de verre ne peut donc être inférieure à la conductivité thermique du gaz qu'elle enferme.

### Procédé de fabrication et caractéristiques structurales de la laine de verre

Dans cette partie nous décrivons le procédé de fabrication TEL mis en place par ISOVER<sup>5</sup> pour fabriquer de la laine de verre<sup>6</sup>. Ce procédé, illustré FIG.1.4a, a été mis en place vers la



(a) Les différentes étapes du procédé de fabrication de la laine de verre ( [www.isover.fr](http://www.isover.fr)) (b) Schéma descriptif et photographie de l'étape de fibrage ( photo : [www.isover.fr](http://www.isover.fr))

**Figure 1.4** : Procédé de fabrication de laine de verre.

3. Matériau abondant et gratuit.
4. Mode de transfert de chaleur lié à un fluide en mouvement. Le mouvement du fluide augmente le transfert au sein de celui-ci par des effets de mélange.
5. ISOVER est une société du groupe Saint-Gobain spécialisée dans la conception et la commercialisation de produits d'isolation thermique, acoustique et de matériaux intumescents.
6. Vous pouvez retrouver l'ensemble des informations détaillées dans ce paragraphe en cliquant sur le lien suivant [www.isover.fr](http://www.isover.fr)

fin des années 1950. Il a été amélioré au fil du temps pour réduire l'impact environnemental de la laine de verre et de sa production : utilisation de verre recyclé, diminution des dépenses d'énergie, etc.

La première étape du procédé consiste à peser les matières premières, (1) sur FIG.1.4a, et à les mélanger (2). Le mélange est composé de 40 à 80% de verre recyclé, de silice, de chute de laine de verre et d'additifs. Le mélange est chauffé à une température supérieure à 1000°C dans un four électrique ou à gaz (3). Le verre en fusion (liquide) coule dans une filière jusqu'à l'étape suivante : le fibrage (4) illustrée FIG.1.4b. Le verre est ensuite versé dans une assiette de fibrage - cette assiette est un plateau avec des parois montantes percées de trous. La mise en rotation à grande vitesse de cette assiette pousse le verre vers les parois extérieures sous l'action de la force centrifuge. Le verre est alors éjecté par les trous percés, ce qui forme des fibres. Ces fibres sont étirées une seconde fois en les réchauffant à l'aide de brûleurs qui les assouplissent. Elles se déforment et s'étirent sous leur propre poids. Les fibres sont ensuite solidifiées en les refroidissant avec un flux d'air. Un liant - dont nous détaillerons l'utilité au paragraphe suivant - est pulvérisé sur les fibres qui tombent sur un tapis roulant. Cela produit de fins feuillets de fibres de verre enchevêtrées. Plusieurs feuillets sont assemblés pour produire un matelas mis en forme à la bonne épaisseur par des rouleaux. Le matelas est finalement chauffé pour polymériser le liant (5), puis découpé (6) et conditionné (7) avant d'être mis sur des palettes.

Ce procédé de fabrication crée des fibres élancées dont la distribution de diamètre des fibres s'étend de 1 à 15  $\mu\text{m}$  (cf -FIG.1.5a), ce qui est faible en comparaison de leur longueur qui peut atteindre quelques centimètres. La fraction volumique obtenue est faible et varie entre 0.3 et 5.2% [6], pour une masse volumique qui varie de 7 à 130  $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$  (à comparer à la masse volumique du verre  $\rho=2500 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ ), ce qui est résumé TAB.1.1.

Diamètre des fibres	1 à 15 $\mu\text{m}$
Fraction volumique	0.3 à 5.2%
Masse volumique	7 à 130 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$

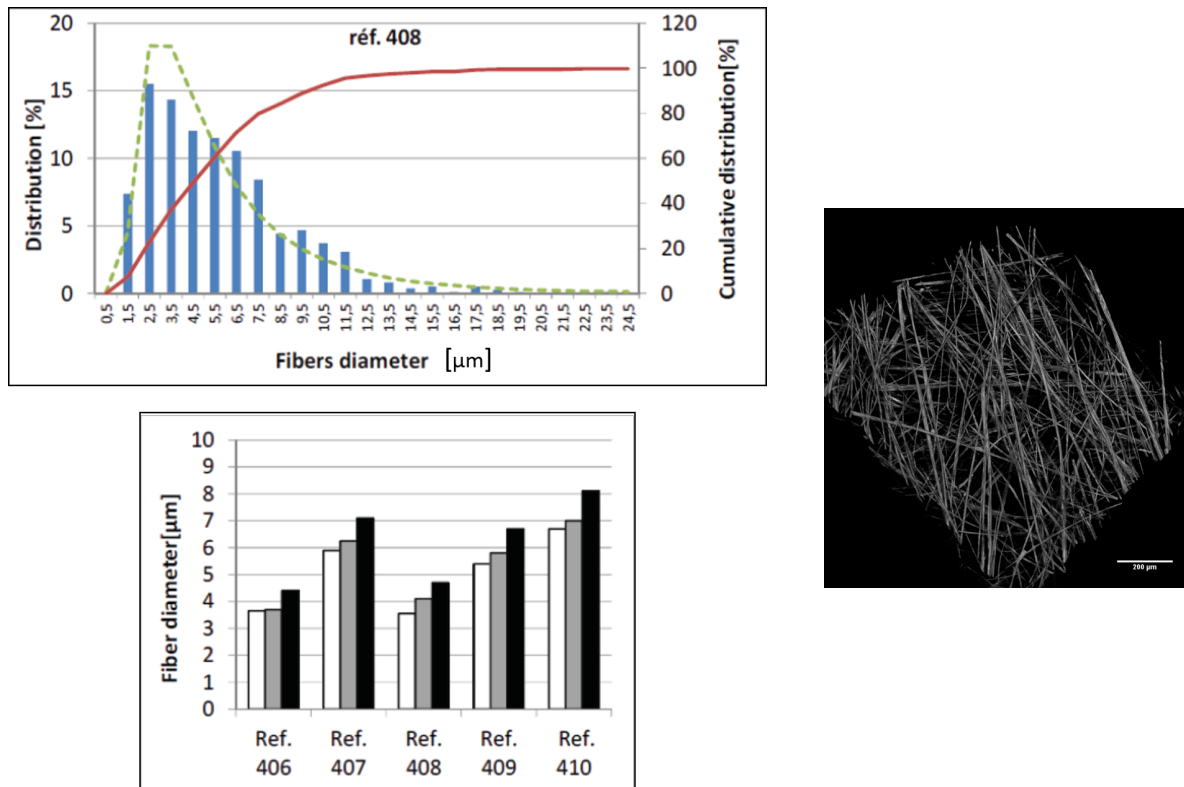
**Table 1.1** : Caractéristiques structurales de la laine de verre

Le verre est donc présent en quantité minimale dans la laine de verre comme le montre l'image tri-dimensionnelle réalisée à l'Institut Langevin par Jean-Marie Chassot à l'aide d'un microscope OCT (Optical Coherent Tomography), cf FIG.1.5b. Le but de la matrice de verre est d'apporter une rigidité structurelle : elle permet la cohésion du matelas en étant suffisamment déformable pour pouvoir appliquer le produit sur tout type de paroi (mur droit ou courbé). Afin d'assurer cette cohésion une colle (liant) est appliquée sur la fibre. Elle assure à la fois le contact entre les fibres et augmente la rigidité de celles-ci grâce à la formation d'une gaine autour des fibres. Le liant utilisé est un meilleur isolant que le verre ( $\lambda_{\text{liant}} \sim 0.5 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\text{K}^{-1}$ ) mais son coût onéreux explique qu'il soit utilisé en quantité minimale (moins de 1 % en masse).

Lors de leur fabrication, les fibres - qui chutent verticalement - sont déposées sur un tapis en translation horizontale. Cela entraîne une orientation générale des fibres dans la direction orthogonale à l'épaisseur du panneau. De cette manière les fibres sont orthogonales au flux de chaleur lors de la pose du produit sur une paroi. Cette configuration limite le transfert de chaleur au sein du matériau. De longues fibres étant susceptibles de transporter la chaleur à grandes distances par conduction solide dans le verre, on comprend facilement qu'il faut éviter de les positionner dans le sens du flux de chaleur pour tirer profit de l'isolation offerte par l'air emprisonné dans le matériau.

7. OCT : Tomographie en cohérence optique ou *Optical coherence tomography*.





(a) 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 [7]

(b) Image OCT<sup>7</sup> d'un échantillon de laine de verre réalisée au laboratoire par Jean-Marie Chasot sur le dispositif LLTech - [www.lltech.co](http://www.lltech.co)

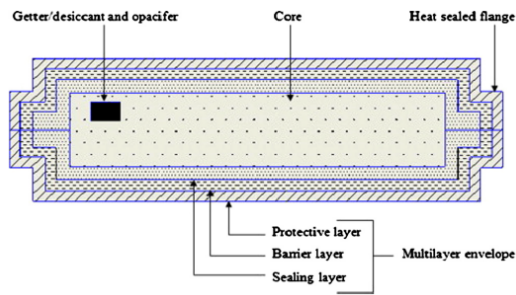
**Figure 1.5 :** Distribution des diamètres des fibres dans une laine de verre et image OCT illustrant la faible fraction volumique des fibres.

Cette combinaison de paramètres permet de produire de la laine de verre ayant une conductivité thermique globale  $\lambda_{\text{laine de verre}}$  comprise entre  $30 \text{ mW}\cdot\text{m}^{-1}\text{K}^{-1}$  et  $45 \text{ mW}\cdot\text{m}^{-1}\text{K}^{-1}$ , ce qui est assez proche de la conductivité de l'air  $\lambda_{\text{air}}=26 \text{ mW}\cdot\text{m}^{-1}\text{K}^{-1}$ . Cependant les panneaux d'isolation sous vide ont des performances meilleures, comme nous le verrons dans le paragraphe suivant.

### 1.1.2 Les panneaux sous vide : Vacuum Insulation Panels - VIP

Les panneaux d'isolation sous vide sont des isolants fibreux ou cellulaires dans lesquels la phase gazeuse a été partiellement retirée [8]. Pour cela la matrice solide est recouverte d'une enveloppe, voir FIG.1.6 puis l'air est pompé jusqu'à atteindre des vides allant de 50 à 0.1 mbar.

Cette technologie permet de réduire la conductivité thermique effective des mousses aérogels de 13 à  $4 \text{ mW}\cdot\text{m}^{-1}\text{K}^{-1}$ [9]. Pour les panneaux fibreux la conductivité est réduite à  $15 \text{ mW}\cdot\text{m}^{-1}\text{K}^{-1}$  (contre 40 pour les isolants standards) et peut atteindre  $7 \text{ mW}\cdot\text{m}^{-1}\text{K}^{-1}$ . Les principaux défauts de ces panneaux sont le prix, la fragilité de l'enveloppe et les ponts thermiques créés à la jonction entre panneaux.



(a) Schéma de principe des panneaux vide. L'enveloppe qui entoure la matrice solide (core) va permettre de pomper l'air contenu dans le panneau.



(b) Photo d'un panneau VIP de

Figure 1.6 : Panneaux d'isolation sous vide : VIP

## 1.2 Les transferts de chaleur dans la laine de verre

### 1.2.1 Les modes de transfert

Lorsqu'un système est hors équilibre thermodynamique des processus matériels et électromagnétiques - détaillés dans les paragraphes suivants - interviennent pour que le système retourne à l'équilibre thermodynamique. Le système physique est le siège de transformations irréversibles macroscopiques auxquelles sont associées des flux. Ces flux sont classés en trois catégories en fonction du mode de transfert d'énergie qui entre en jeu. Ces flux se font toujours d'une zone de température élevée vers une zone de température plus froide.

#### Le transfert conductif

Le transfert d'énergie par conduction est la réponse des porteurs élémentaires d'énergie (molécules, phonons, électrons) à un gradient de température. Ces porteurs d'énergie échangent de l'énergie de proche en proche de manière à rétablir l'équilibre thermodynamique local<sup>8</sup>. Le transfert de chaleur s'effectue par diffusion d'énergie, c'est-à-dire soit par vibration<sup>9</sup> du réseau dans le cas d'un solide, soit par collision entre atomes ou molécules dans un fluide. Ce transfert se fait par interaction dans la matière et ne peut se faire dans le vide. Dans les milieux homogènes et isotropes, le flux conductif  $\vec{\varphi}^{cd}$  ( $\text{W}\cdot\text{m}^{-2}$ ) suit la loi de Fourier :

$$\vec{\varphi}^{cd} = -\lambda(T)\vec{\nabla}T \quad (1.1)$$

avec  $\lambda(T)$  la conductivité thermique du matériau à la température  $T$ . Cette formule rend compte de la capacité du matériau à conduire la chaleur à une température donnée.  $\vec{\nabla}T$  correspond au gradient de température ( $\vec{\nabla}$  est l'opérateur gradient) qui est la cause de l'instabilité. Le signe « moins  $\ominus$  » de l'EQ.1.1 est une conséquence du second principe de la thermodynamique.

Le flux conductif thermique  $\vec{\varphi}^{cd}$  est une grandeur surfacique relative aux caractéristiques locales du matériau. La notion de conductance  $G_{th}$ , dont les unités sont les ( $\text{W}\cdot\text{K}^{-1}$ ), caractérise le comportement global d'un objet soumis à un gradient de température  $\Delta T$  et à un flux thermique  $\phi$  exprimé en (W). Elle correspond au rapport entre le flux thermique et le gradient

8. L'équilibre thermodynamique local est caractérisé par une isothermie à la température  $T$ , *i.e.*, par l'absence de flux thermique.

9. On parle de *phonons* pour désigner les vibrations du réseau dans un cristal.

de température imposé à cet objet :

$$G_{th} = \frac{\Phi}{\Delta T} \quad (1.2)$$

On définit la résistance thermique comme l'inverse de la conductance :

$$R_{th} = \frac{\Delta T}{\Phi} \quad (1.3)$$

Les unités associées à  $R_{th}$  sont donc les  $(K.W^{-1})$ . Dans les cas les plus simples, la résistance thermique résulte de l'intégration de loi de Fourier :

$$\begin{cases} \Phi = \vec{\phi}^{cd} \cdot \vec{r} & = \int \varphi^{cd} dS \cdot \vec{r} \\ \Delta T & = \frac{\Delta T}{dr} \vec{r} \cdot \vec{r} \end{cases} \quad (1.4)$$

$$R_{th} = \frac{\Delta T}{\Phi} \sim \int \frac{dr}{\lambda(T, r) S(r)} \quad (1.5)$$

avec  $\vec{r}$  la direction de propagation de la chaleur et  $dS$  la surface de traversée par le flux de chaleur. Les notions de conductance et de résistance se généralisent à tout objet soumis à un flux thermique connu  $\Phi$  et à un gradient de température connu  $\Delta T$ .

### Le transfert convectif

Le transfert par convection est un transfert d'énergie dans un fluide en mouvement. Il mêle donc le transfert par conduction à des effets d'inertie et de mélange. Le mouvement du fluide peut avoir deux origines : il peut être « forcé » par un dispositif mécanique (pompe ou moteur - l'exemple le plus courant est la chaleur ventilée d'un four) ; il peut aussi être d'origine « naturelle » causé par des gradients de densité induits par des gradients de température au sein d'un même fluide.

Indépendamment des causes de l'écoulement, on distingue deux modes de transfert propres à deux régimes d'écoulement : laminaire ou turbulent. Dans les écoulements turbulents, le fluide est fortement brassé. Le fluide - dans son ensemble - est à une température homogène dite de mélange. Il subsiste néanmoins localement - à l'échelle du tourbillon - des gradients de température. Dans les écoulements laminaires la convection est un phénomène de conduction dans un fluide en mouvement.

Les écoulements d'air sont généralement turbulents dûs à la faible viscosité dynamique de l'air. On distingue ce qui se passe à proximité de la paroi, dans la couche limite mécanique qui est laminaire, de ce qui se passe loin de la paroi où la température est homogénéisée par la turbulence.

Un coefficient de transfert pariétal est défini comme étant un coefficient de couplage conducto-convectif,  $h^{cv}$ . Il est la conséquence d'une conservation du flux conductif - provenant du solide - dans le fluide à proximité de la paroi. Ce coefficient d'échange est calculé à partir du nombre de Nusselt, Nu, nombre adimensionné qui rend compte du gradient de température à la paroi adimensionné. La valeur du Nusselt est déterminée en fonction de la nature de l'écoulement : naturelle ou forcée. En convection forcée, la turbulence est caractérisée par le nombre de Reynolds, Re, qui compare les effets moteurs aux effets dissipatifs. Si le nombre de Reynolds est faible, les effets dissipatifs dominent et l'écoulement est laminaire : le transfert est dominé par la conduction. Au delà d'une valeur critique, fixée par la configuration de l'écoulement, le transfert est dominé par la turbulence. En convection naturelle le terme moteur est la poussée d'Archimède et le Reynolds devient le nombre de Rayleigh, Ra. Des corrélations entre Re (respectivement Ra) et Nu sont établies à l'aide du théorème Vaschy-Buckingham et de mesures expérimentales [10, 11].

## Le transfert par rayonnement

Lorsqu'un corps est maintenu à une température  $T$ , les charges qui le composent (essentiellement des électrons libres pour un métal ou des ions pour un cristal polaire) sont en mouvement désordonné d'agitation thermique [12]. Dans chaque élément de volume, un courant volumique fluctuant (ou un moment dipolaire fluctuant) apparaît. La valeur moyenne de ces courants est nulle. En revanche, la valeur quadratique moyenne des courants fluctuants ne l'est pas. La puissance moyenne du champ émis thermiquement n'est donc pas nulle. De la même façon, toutes les grandeurs intervenant dans les transferts thermiques sont toutes des grandeurs quadratiques par rapport au champ électromagnétique : la puissance absorbée dans un solide, le flux du vecteur de Poynting, et la densité d'énergie.

Cette conversion d'énergie matérielle (énergie de vibration-rotation) en une énergie radiative (photons) est appelée *émission thermique* spontanée. Le rayonnement se fait dans tout l'espace et en particulier dans d'autres corps où une partie de l'énergie est dissipée par effet Joule : c'est ce qu'on appelle l'*absorption thermique*. Le rayonnement absorbé par un deuxième corps excite ses niveaux d'énergie (amplification des vibrations par exemple). Ce deuxième corps émet à son tour un rayonnement qui est absorbé par le premier. Le flux radiatif est défini comme la différence entre le flux partant (du corps n°1 vers le corps n°2 dans notre exemple) moins le flux incident (du corps n°2 vers le corps n°1).

Le rayonnement thermique résulte donc d'une interaction lumière-matière. Tout corps en équilibre thermique émet un rayonnement d'équilibre. Ce rayonnement thermique est « large spectre », c'est-à-dire que le rayonnement thermique se produit sur une large gamme de longueurs d'onde puisque de nombreux niveaux d'énergie sont excités.

Le rayonnement thermique s'exprime comme la somme de rayonnements élémentaires monochromatiques sur l'ensemble du spectre. Le rayonnement monochromatique est le produit d'un terme propre à la conversion d'agitation thermique en lumière - la luminance monochromatique de corps noir<sup>10</sup>  $\mathcal{L}_\lambda^{CN}$  - et d'un terme lié à la capacité du matériau à émettre de la lumière, l'*émissivité*  $\varepsilon(\lambda, T)$ . La luminance monochromatique de corps noir s'exprime à partir de la loi de Planck :

$$\mathcal{L}_\lambda^{CN} = \frac{2hc_o^2}{\lambda^5} \left[ \exp\left(\frac{hc_o}{k_B\lambda T}\right) - 1 \right]^{-1} \quad (1.6)$$

où  $h$  est la constante de Planck,  $c_o$  la vitesse de la lumière dans le vide et  $k_B$  la constante de Boltzmann.

Cette luminance tracée FIG.1.7 passe par un maximum ( $\lambda_m(T)$ ) à  $T$  fixée vérifiant  $T \cdot \lambda_m(T) = 2898 \mu\text{mK}$  : cette propriété est appelée loi de Wien. Tout corps noir à température ambiante émet un rayonnement thermique dont la longueur d'onde au maximum d'émission est autour de  $10 \mu\text{m}$  : c'est ce qu'on appelle la longueur d'onde thermique. L'émission thermique à température ambiante relève donc du domaine de l'infrarouge.

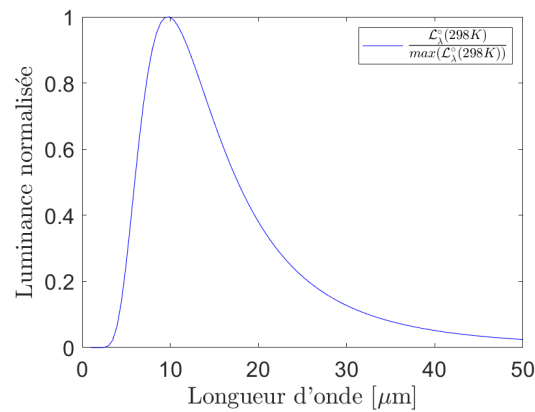
Pour un corps noir la puissance surfacique émise par rayonnement s'obtient en intégrant la luminance monochromatique sur l'ensemble du spectre.

$$\varphi^R = \sigma T^4 \quad (1.7)$$

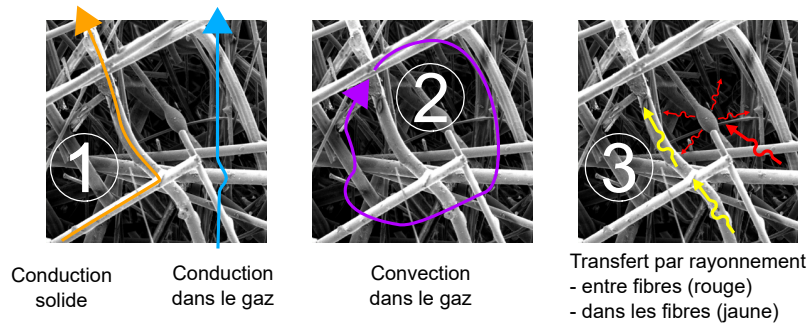
avec  $\sigma = 5.67 \times 10^{-8} \text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-4}$  la constante de Stefan-Boltzmann.

Ces sous-parties nous ont permis de décrire les trois modes de transfert thermique possibles. Dans le cas de la laine de verre, cela signifie qu'il faut considérer trois canaux possibles de transfert de chaleur à travers le milieu complexe formé de fibres et d'air : conduction dans la phase gazeuse et dans la matrice solide, convection dans le gaz, rayonnement entre fibres et

10. Le corps noir est le cas idéal d'un absorbeur parfait qui absorberait l'intégralité du rayonnement incident.



**Figure 1.7 :** Luminance du rayonnement d'équilibre à 25°C



**Figure 1.8 :** Les mécanismes de transfert thermique dans la laine de verre : ① La conduction dans la matrice solide (flèche orange) et la conduction dans le gaz (flèche bleue). ② La convection dans le gaz. ③ Le rayonnement entre fibre et à travers les fibres. Image extraite de [4]

rayonnement entre les parois externes<sup>11</sup>. Les différents transferts élémentaires sont schématisés FIG.1.8.

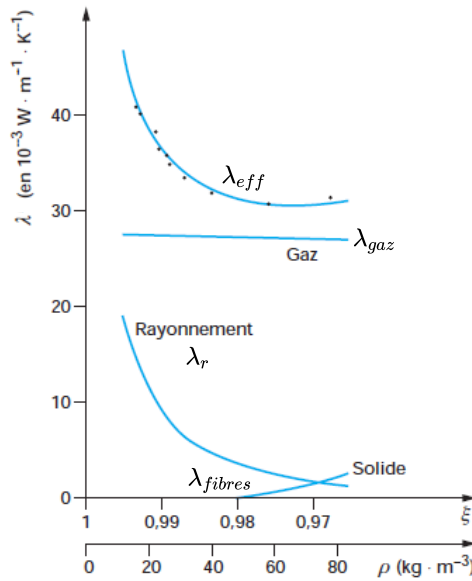
### 1.2.2 Modélisation classique de la laine de verre

Nous avons vu précédemment que la laine de verre est un matériau biphasique complexe. Le transfert thermique au sein de ce matériau est généralement traité en utilisant une hypothèse classique des milieux poreux, celle qui consiste à le représenter comme un milieu continu fictif. Les grandeurs physiques (champ de température, luminance etc.) et les paramètres thermophysiques (conductivité etc.) sont des moyennes macroscopiques obtenues sur des volumes élémentaires représentatifs.

La conductance effective d'un matelas de fibres de verre  $\lambda_{eff}$  correspond à la somme de la contribution de la conductivité de chaque phase ( $\lambda_{fibres}$ ,  $\lambda_{gaz}$ ) et de la conductivité liée au rayonnement  $\lambda_r$ .

$$\lambda_{eff} = \lambda_{fibres} + \lambda_{gaz} + \lambda_r \quad (1.8)$$

11. Un transfert direct par rayonnement entre les parois est possible à cause de la porosité élevé.



**Figure 1.9** : Décomposition de la conductivité effective de la laine de verre  $\lambda_{eff}$  en ses trois composantes : conduction solide  $\lambda_{fibres}$  et gazeuse  $\lambda_{gaz}$ , rayonnement  $\lambda_r$ , avec  $\rho$  la masse volumique et  $\xi$  la porosité - selon [13].

Nous discutons ces trois contributions ci-dessous sans entrer dans les détails. Un traitement plus approfondi est donné dans les références [6, 13].

### Le traitement de la convection thermique

La convection dans un milieu poreux comme la laine de verre dépend fortement de la perméabilité  $\mathcal{K}$  du matériau, quantité qui mesure son aptitude à se laisser traverser par un fluide sous l'effet d'un gradient de pression. Le nombre de Rayleigh est redéfini de manière à prendre en compte cette perméabilité [14] :

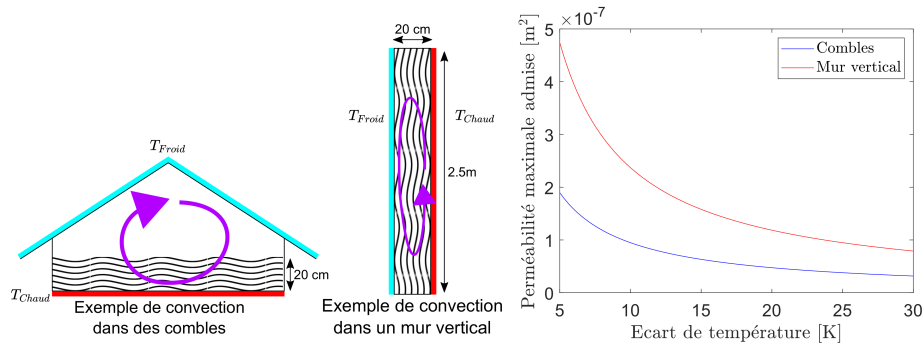
$$\text{Ra} = \frac{g\beta\Delta T e \mathcal{K}}{\mathcal{D}_{th}\nu} \quad (1.9)$$

avec  $e$  l'épaisseur de l'isolant,  $g = 9.81 \text{ m}\cdot\text{s}^{-2}$  l'accélération de pesanteur,  $\beta = \frac{1}{T_{amb}}$  l'inverse de la température exprimée en Kelvin reflétant la dilatation de l'air,  $\mathcal{D}_{th} = 20 \times 10^{-6} \text{ m}^2\cdot\text{s}^{-1}$  la diffusivité thermique de l'air,  $\nu = 15.6 \times 10^{-6} \text{ m}^2\cdot\text{s}^{-1}$  la viscosité cinématique de l'air.

Nous savons que les pertes par convection sont limitées par la structure de la laine de verre. Pour illustrer ce point, nous allons prendre comme exemples deux configurations favorisant la convection thermique. La première est le cas d'une isolation dans des combles généralement isolées par le plancher. En hiver le plancher est chaud et la toiture est froide. L'air chaud -qui est plus léger - monte du plancher vers la charpente où il est refroidi. Ce phénomène crée des cellules de convection naturelle, voir FIG.1.10. Dans cette configuration la valeur du Rayleigh critique<sup>12</sup> vaut  $\text{Ra}_c=20$ .

L'autre cas d'étude est un mur vertical d'une hauteur 2.5m chauffé sur une face et refroidi

12. Le Rayleigh critique est la valeur qui sépare le régime laminaire, où l'on considère la conduction, du régime turbulent.



**Figure 1.10 :** Perméabilité admissible au Rayleigh critique. Les courbes représentent les perméabilités admissibles dans des combles ou un mur verticale, configurations illustrées sur la droite du schéma. Cette perméabilité est calculé à partir de l'expression du nombre de Rayleigh et de sa valeur critique dans les deux configurations :  $Ra_c=20$  dans les combles et  $Ra_c=50$  pour un mur vectical d"épaisseur 20cm et de hauteur 2.5m. [13]

sur l'autre <sup>13</sup>. On s'intéresse ici au transfert au sein de l'isolant présent dans la paroi. Le gradient de température imposé aux parois du mur génère de la convection naturelle à l'intérieur du mur. Dans ce cas,  $Ra_c$  vaut 50.

Si nous considérons une isolation classique d'une vingtaine de centimètre d'épaisseur, nous pouvons déterminer - en fonction de la température imposée - quelle serait la valeur limite de la perméabilité permettant d'assurer une convection nulle, voir FIG.1.10. Si la perméabilité du matériau est inférieure à cette limite alors nous pouvons négliger la convection dans le matériau. Pour les isolants classiques, les valeurs de perméabilité varient de  $0.7 \times 10^{-9} \text{ m}^2$  à  $5 \times 10^{-9} \text{ m}^2$  [6] ce qui est deux ordres de grandeur en-deçà de la limite ( $\sim \times 10^{-7} \text{ m}^2$ ) qui conduirait à un dépassement du Rayleigh critique et donc au déclenchement du phénomène de convection. Il est à noter que des phénomènes de convection inattendus peuvent se produire aussi aux petites échelles. A titre d'exemple, une étude sur des forêts de nanotubes de carbone [15] ont montré que des comportements convectifs collectifs apparaissent en fonction de la tortuosité et de l'orientation des fibres composant cette forêt : plus les fibres sont organisées plus les pertes convectives sont importantes.

### La conduction dans la phase gazeuse et dans les fibres

La conduction dans la phase solide est la contribution la moins étudiée. Ce transfert dépend d'un nombre de degrés de liberté (paramètres) important : caractéristiques mécaniques des fibres, densité des fibres, perméabilité du matelas, tortuosité des fibres, orientation des fibres et percolation, humidité, conductivité du liant (colle), présence ou absence de boules de colle etc. [16]. Certaines études simplifient le réseau de fibres pour établir un lien entre perméabilité  $\mathcal{K}$  et conductivité de la matrice solide  $\lambda_{fibres}$  [16, 17]. La conductivité du réseau diminue lorsque la perméabilité augmente.

La conduction dans la matrice solide peut être calculée en résolvant numériquement l'équation de Boltzmann [18, 19]. Très peu de travaux [20, 21] s'intéressent à la modélisation numérique de l'ensemble du réseau de fibres. Ces études sont couteuses en temps et en puissance de calcul. Nous y reviendrons dans les paragraphes suivants. Quelques travaux ont été conduits pour

13. Ce sont les dimensions classiques d'un mur d'habitation.

déterminer la valeur de la conductivité thermique du réseau de fibres à l'aide de méthode de réseaux de neurones [22, 23, 24, 25], mais d'importants progrès restent à accomplir avant que cela conduise à une modification du procédé de fabrication de la matrice de fibres dans le but d'obtenir des matériaux isolants aux meilleures propriétés.

L'impact de la conductivité thermique du gaz peut être traité de multiples façons. L'air peut être remplacé par un gaz moins conducteur, voir TAB.1.2. La conductivité peut aussi être diminuée en confinant le gaz à une pression plus faible que la pression ambiante, ce qui a pour effet d'augmenter le libre parcours moyen des molécules. Le mode de transfert de chaleur n'est plus diffusif lorsque le libre parcours moyen des molécules est comparable à la taille des pores. Dans un tel cas, les molécules du gaz ont une probabilité plus élevée d'entrer en collision avec une fibre plutôt qu'avec une autre molécule, rendant le transfert d'énergie moins efficace. La conductivité de la phase gazeuse dans le matelas est exprimée en fonction du nombre de Knudsen<sup>14</sup> et de la conductivité du gaz en espace libre  $\lambda_{g0}$ , d'après [26, 27].

$$\lambda_g = \frac{\lambda_{g0}}{1 + 2\beta_p \text{Kn}} \quad (1.10)$$

avec  $\beta_p$  une constante caractérisant l'efficacité du transfert d'énergie à la paroi. Plus la pression est faible, plus le Knudsen est grand et la conductivité du gaz est faible. Notons que ce canal de conduction est supprimé dans les panneaux sous vide où le Knudsen tend vers l'infini.

Gaz	Conductivité thermique $\lambda$ à 25°C [mW.m <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> ]
Air	25.99
Diazote N <sub>2</sub>	25.86
Argon Ar	16.11
Dioxyde de carbone CO <sub>2</sub>	16.46

**Table 1.2 :** Table des conductivités thermiques de quelques gaz utilisés pour des applications isolantes [28]

## Le rayonnement

Dans les milieux semi-transparents la conductivité thermique liée au rayonnement peut être déterminée à l'aide de l'approximation de Rosseland. Dans un premier temps, le vecteur flux radiatif monochromatique, correspondant à l'intégration de la luminance monochromatique dans toutes les directions, est exprimé à partir de l'équation de transfert radiatif (ETR) [12]. Dans un second temps, l'hypothèse de matériaux optiquement épais<sup>15</sup> est émise, ce qui entraîne une luminance quasi-isotrope. Grâce à cette hypothèse, le flux radiatif devient une grandeur diffusive au sens de la diffusion de Fourier. L'intégration de la luminance monochromatique sur l'ensemble des longueurs d'onde permet alors de déterminer le flux radiatif total  $\lambda_r$  en fonction de la température  $T$  et de la constante de Stefan-Boltzmann (voir EQ.1.7) :

$$\lambda_r = \frac{4n^2\sigma\bar{T}^3d}{\left(\frac{1}{\varepsilon_1} + \frac{1}{\varepsilon_2} - 1\right) + \frac{3}{4}\beta^R d} \quad (1.11)$$

14. Knudsen : nombre adimensionné qui compare le libre parcours moyen des molécules de gaz aux dimensions caractéristiques du système.

15. L'épaisseur de l'isolant,  $d$ , est de l'ordre ou supérieur au libre parcours des photons.



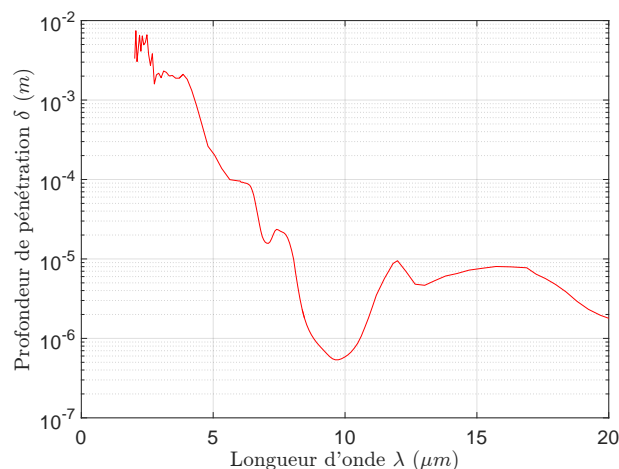
où :

$$\frac{1}{\beta^R} = \frac{\pi}{4\sigma T^3} \int_0^\infty \frac{1}{\beta_\nu} \frac{d\mathcal{L}_\nu^0}{dT} d\nu \quad (1.12)$$

avec  $d$ , l'épaisseur du matériau,  $n$  l'indice du milieu,  $\sigma$  la constante de Stefan-Boltzmann,  $\varepsilon_{1,2}$  les émissivités de chaque paroi et  $\beta_\nu$  le coefficient d'extinction<sup>16</sup>. Une autre approche consiste à résoudre l'ETR en faisant une analogie avec l'équation de Boltzmann ou à l'aide de simulation de Monte-Carlo [29, 30, 31, 32].

Le transfert radiatif est fonction des propriétés des parois, du coefficient d'extinction, *i.e.* de la diffusion (scattering) dans le matériau, et de l'absorption du rayonnement par les fibres [33].

Une solution pour diminuer le transfert radiatif dans la laine de verre consiste à rendre les fibres opaques au rayonnement infrarouge. De cette manière la chaleur émise par la surface chaude n'atteint pas la surface froide. Les fibres sont faites de verre, contenant essentiellement de la silice ( $\text{SiO}_2$ ). Dans l'infrarouge, les ondes pénètrent dans la silice sur des distances supérieures à  $10 \mu\text{m}$  (diamètre typique des fibres de verre) jusqu'à des longueurs d'onde de l'ordre de  $8 \mu\text{m}$ . La silice pure est encore un peu transparente à une grande partie du flux émis à  $25 \text{ }^\circ\text{C}$ . Pour diminuer cet effet, on dope avec du bore le verre utilisé dans la laine de verre. Ce matériau produit un pic d'absorption à une longueur d'onde voisine de  $7 \mu\text{m}$ , ce qui permet de réduire un peu plus la fenêtre de transparence des fibres au rayonnement thermique à température ambiante [34]. Pour illustrer ce propos, la FIG.1.11 présente le spectre de la profondeur de pénétration du rayonnement infrarouge dans le verre utilisé pour la laine de verre. Sachant que les fibres ont un diamètre typique inférieur à  $10 \mu\text{m}$ , tout le rayonnement infrarouge dont la longueur d'onde est supérieure à  $7 \mu\text{m}$  est bloqué par ce type de matériau, car l'absorption empêche aux photons infrarouge de passer à travers la laine de verre de la paroi chaude à la paroi froide.

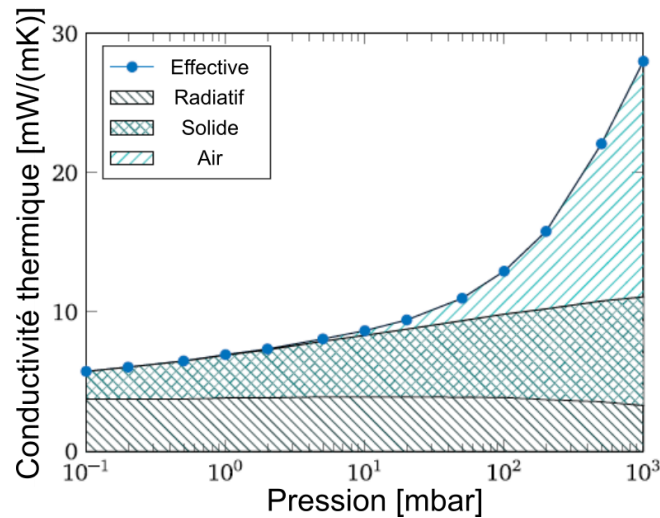


**Figure 1.11** : Profondeur de pénétration  $\delta$  du rayonnement infrarouge moyen dans notre verre de référence dopé au bore utilisé dans la laine de verre, en fonction de la longueur d'onde  $\lambda$  du rayonnement. Lorsque  $\lambda < 7 \mu\text{m}$ , la profondeur de pénétration des ondes dans le verre dépasse la dizaine de microns qui est de l'ordre de grandeur du diamètre des fibres des isolants à base de verre.

En pratique, la réduction du transfert par rayonnement au sein du matériau peut également se faire en augmentant la diffusion vers l'arrière par l'introduction de particules métalliques

16. On rappelle que le coefficient d'extinction  $\beta_\nu$  est la somme du coefficient d'absorption  $\alpha_\nu$  et du coefficient de diffusion (scattering)  $\sigma_\nu$ .

dans l'isolant [35] ou en couvrant les fibres de verre d'un revêtement métallique extrêmement fin [36, 37]. Il est également possible de disperser une certaine fraction massique de particules absorbantes au sein de la matrice solide [38]. Ces modifications ont surtout été appliquées aux super-isolants : les VIP ou aérogels [19, 39] où le transfert par rayonnement est devenu le canal principal de transfert de chaleur comme le montre la FIG.1.12.



**Figure 1.12** : Evolution des différentes conductances (solide, gaz, rayonnement) en fonction de la pression dans les panneaux VIP, d'après [19]

En résumé, le transfert thermique dans les isolants a souvent été considéré de manière globale en utilisant des moyennes et des milieux effectifs. La nécessité de développer des matériaux plus performants et de développer des aérogels et isolants sous vide requiert la compréhension des mécanismes microscopiques de transferts de chaleur entre les éléments constitutifs de l'isolant. Dans cette perspective, nous nous sommes employés dans cette thèse à développer de nouvelles méthodes d'investigation permettant de réaliser des études microscopiques dans ce but, puis nous les avons appliquées à des systèmes modèles formés de billes ou de fibres.

### 1.2.3 Nature des échanges thermique entre fibres

Pour traiter les problèmes de transfert de chaleur dans les matériaux isolants, la tendance actuelle se dirige vers des approches bottom-up<sup>17</sup> où la conductance effective du matériaux est déterminée à partir de la connaissance de la géométrie du réseau de fibre et de la quantification des échanges thermiques entre ces fibres : la résistance thermique de contact. Plus ces résistances thermiques sont élevées, plus les échanges entre fibres sont faibles et plus le matériau isole.

Dans cette partie, nous nous intéressons aux échanges thermiques entre deux solides lorsqu'ils sont en contact ou séparés d'un espace de petite taille (gap). Ces échanges peuvent être décomposés selon deux types d'interactions : les interactions matérielles liées à la conduction au contact ou à la conduction dans le gap entre les deux solides ; les interactions électromagnétiques liées au rayonnement thermique échangé entre deux corps séparés par un gap.

17. « De la base au sommet » : le comportement global est obtenu en additionnant les contributions de chaque composant.

### « La physique du contact »

Le transfert conductif dans la matrice solide d'un système comme la laine de verre se fait de fibre en fibre. On peut aisément imaginer que le flux de chaleur traverse le matériau en serpentant d'une fibre à l'autre lorsqu'elles sont en contact. Limiter le flux thermique dans la matrice solide revient à limiter le nombre de ponts thermiques (= contacts) entre fibres - par un procédé de fabrication adapté détaillé SEC.1.1.1 - et à maximiser la résistance thermique de contact entre les fibres de verre. Cette résistance de contact dépend de la conductance du matériau et de la géométrie du contact (courbure, surface de contact, etc.).

Pour déterminer la résistance de contact, il convient de simplifier la géométrie des fibres en cylindre ou en sphère. Un contact parfait entre deux sphères est un point, cf FIG.1.13a. Pour deux cylindres, le contact est une ligne lorsqu'ils sont parallèles ou un point lorsqu'ils se croisent. Cette vision du contact parfait ne représente toutefois pas la réalité. Des objets réels en contact subissent des contraintes mécaniques et sont sujets à des déformations élastiques (ou même plastiques lorsque le système est très fortement contraint, ce qui n'est pas le cas dans la laine de verre). Une vue plus réaliste de la zone de contact est plutôt un disque (FIG.1.13b) ou un ovoïde : c'est la théorie de Hertz sur laquelle Yovanovitch s'est appuyé pour développer ses premiers modèles de résistance thermique de contact à l'échelle micrométrique [40]. La résistance thermique de contact dépend donc de l'état de contrainte du matériau, dans la zone de contact. Notons qu'à l'échelle macroscopique des études ont montré que la conductivité de la laine de verre dépend de la contrainte imposée au panneau ( $P_{Charge}$ ) :  $\lambda_{fibres} \propto P_{Charge}^{0.56}$  [41].

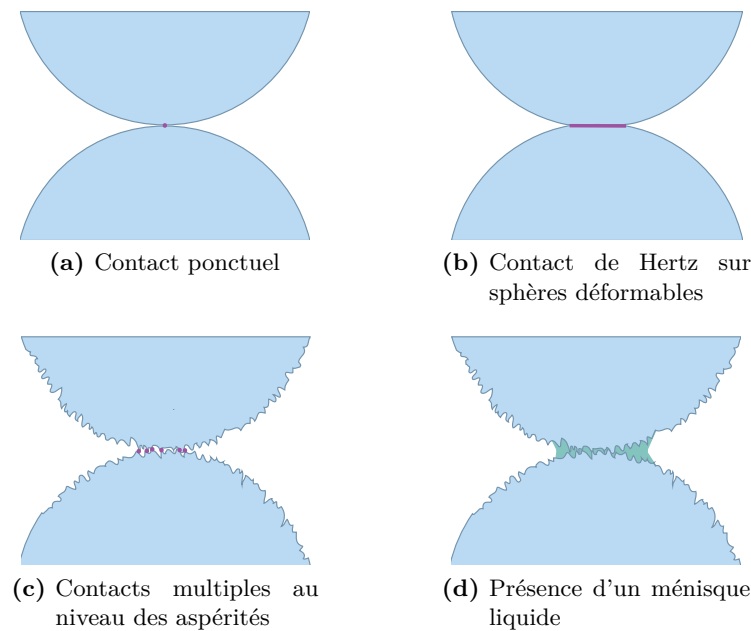
Le développement de la microscopie à balayage a démontré que les surfaces ne sont pas lisses, mais qu'elles sont formées d'aspérités. Le contact est le résultat de l'interpénétration de ces aspérités [40, 42, 43, 44], comme l'illustre la FIG.1.13c. Ces aspérités sont en principe remplies d'air mais peuvent être remplies d'eau ou de colle (le liant autour des fibres). Dans les deux cas, la surface d'échange entre les fibres est alors plus importante, cf. FIG.1.13d.

La présence d'eau est due aux caractéristiques de la silice qui est hydrophile et possède par conséquent une grande capacité d'adsorption. A l'échelle macroscopique des pores de la laine de verre, trois mécanismes d'échange de chaleur se manifestent : le premier est le changement d'état liquide  $\leftrightarrow$  vapeur, le second est la convection, et le troisième est un échange de chaleur par conduction dans l'eau immobile sous forme liquide ou vapeur [45]. Tout cela engendre une augmentation de la conductivité du matériau allant jusqu'à  $19 \text{ mW.m}^{-1}\text{K}^{-1}$  [46] ; ce qui revient à multiplier la conductivité thermique nominale de la laine de verre par 1,5. A l'échelle microscopique de la fibre individuelle, la présence d'eau se manifeste principalement par la présence d'un ménisque à l'interface fibre-fibre dans la zone de contact ou par la présence d'une pellicule d'eau autour des fibres (ou des particules de verre dans le cas de matériaux granulaires) [41]. Des études SThM<sup>18</sup> se sont intéressées à la conductance du ménisque d'eau formé entre une pointe SThM et une surface. Les résultats montrent que la conductance dépend de la géométrie du contact et qu'elle peut représenter jusqu'à 6% de la conductance totale de contact [47, 48, 49].

### L'interaction électromagnétique de champ proche

Nous avons vu que le rayonnement électromagnétique est le résultat d'une fluctuation de charges au sein d'un matériau à température non nulle. Dans le cas macroscopique, le calcul de l'échange de chaleur entre deux corps s'effectue en multipliant l'émissivité du matériau  $\varepsilon(T)$  à la luminance d'un corps noir  $\mathcal{L}_{CN}(T)$  à température  $T$ . Cela donne lieu à une conductance thermique radiative qui est indépendante de la distance car elle découle de l'intégration des contributions propagatives du champ rayonné. Cette description n'est valable que lorsque la

18. *Scanning Thermal Microscopy* : méthode que nous détaillerons dans les chapitres suivants.



**Figure 1.13** : Représentation schématique du contact entre deux sphères. Dans le cas idéal, un contact sphère-sphère est ponctuel (a). Mais les solides sont déformables, ce qui conduit à avoir une surface de contact finie (b). Il faut aussi prendre en compte les micro-aspérités (rugosités) des surfaces. Le contact est donc le résultat de l'interpénétration des aspérités (c). Enfin un ménisque liquide ou solidifié (eau ou colle) peut être présent 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 de surface d'échange selon les situations.

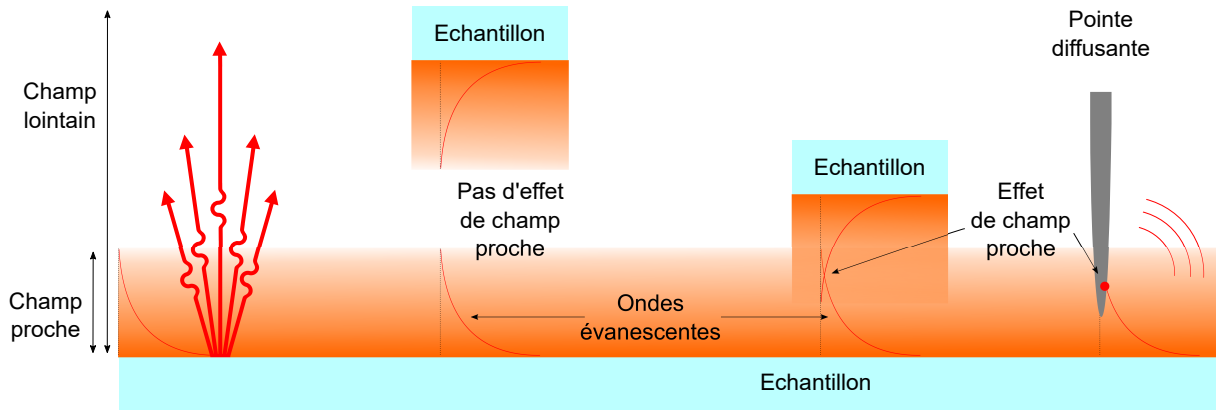
distance entre les corps est importante, mais elle cesse de fonctionner et ne peut pas être employée lorsque les deux corps sont séparés par une distance plus faible que la longueur d'onde thermique donnée par la loi de Wien.

En effet, il existe des solutions non propagatives de l'équation des ondes qui décroissent de façon exponentielle en s'éloignant de la surface<sup>19</sup>. Ces modes particuliers du champ électromagnétique donne lieu à un rayonnement confiné à la surface dit de « champ proche »- cf. FIG.1.14. Lorsque deux objets sont séparés par des distances plus grandes que la longueur d'onde d'émission thermique leurs domaines de champ proche ne s'interpénètrent pas. En revanche, lorsque les régions de champ proche présentent un recouvrement, un nouveau canal d'échange de chaleur est créé. Ce mode de transfert peut s'apparenter à un transfert par effet tunnel des photons de champ proche. Ce phénomène est illustré FIG.1.14.

Le *Radiative Photon Tunneling* a d'abord été mis en évidence expérimentalement à la fin des années 1960 [50, 51] avant d'être étudié théoriquement, en géométrie plan/plan, sphère/plan puis sphère/sphère [52, 53, 54, 55, 56].

En particulier, il a été montré [57, 58, 59] que l'amplitude de ce champ évanescents est exaltée à la surface des matériaux susceptibles d'avoir des ondes de surface appelées polaritons de surface. Il s'agit d'ondes électromagnétiques qui se propagent en étant confinées à une interface, leur amplitude décroissant de part et d'autre de l'interface, c'est-à-dire dans le matériau et dans le vide. Les polaritons de surface ont une relation de dispersion qui présente un caractère résonant

19. 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



**Figure 1.14 :** Illustration du couplage de champ proche. A gauche, les deux objets n'échangent pas d'énergie par rayonnement de champ proche puisque leur deux régions de champ proche ne se recouvrent pas, ce qui n'est pas le cas à droite où les objets (échantillon ou pointe diffusante) sont placés à des distances assez faibles pour que leurs zones de champ proche s'interceptent.

lorsque la partie réelle de la fonction diélectrique du matériau  $\text{Re}(\epsilon) = -1$ , si l'on suppose une interface avec le vide (ou l'air). A la fréquence de cette résonance, le champ évanescent est très intense et très confiné.

On distingue deux catégories de polaritons : les *plasmons polaritons de surface* et les *phonons polaritons de surface*. Les *plasmons polaritons de surface* sont généralement supportés par les métaux. Etant associés à des oscillations collectives d'électrons, ils se produisent à haute fréquence et sont généralement excités dans le visible. Leur excitation thermique à la résonance n'est pas possible dans l'infrarouge, sauf pour dans le cas de semi-conducteurs dopés.

Les *phonons polaritons de surface*<sup>20</sup> 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 des ions du matériau polaire. La silice ( $\text{SiO}_2$ ) et le carbure de silicium ( $\text{SiC}$ ) supportent des phonons polaritons de surface dans l'infrarouge [60, 61].

Les instruments standard de détection optique sont généralement placés à de grandes distances de l'échantillon en comparaison avec la longueur d'onde d'émission thermique. Il est donc en principe impossible de collecter les ondes évanescentes avec ces instruments qui travaillent dans la zone dite de champ lointain. La mise en évidence expérimentale de ces ondes nécessite d'avoir recourt à des moyens détournés. Le champ proche peut être converti en champ propagatif à l'aide d'un petit élément diffuseur comme une pointe de sonde locale à balayage qui propage l'onde évanescente vers un système de détection standard placé en champ lointain, ce qui est illustré à droite de la FIG.1.14. Cette astuce - appelée microscopie optique de champ proche (acronyme anglais SNOM<sup>21</sup>, détaillé Annexe A) - a permis d'obtenir des spectres et des images super-résolues du rayonnement de champ proche [62].

Dans la version originale du SNOM, l'échantillon est excité par une source extérieure. Le champ proche ainsi généré à sa surface est diffusé à l'aide de la pointe. Ce système peut être adapté pour détecter l'émission thermique de champ proche en utilisant la chaleur comme source

20. On les appellera SPhP pour l'acronyme anglais *Surface Phonon Polariton*.

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

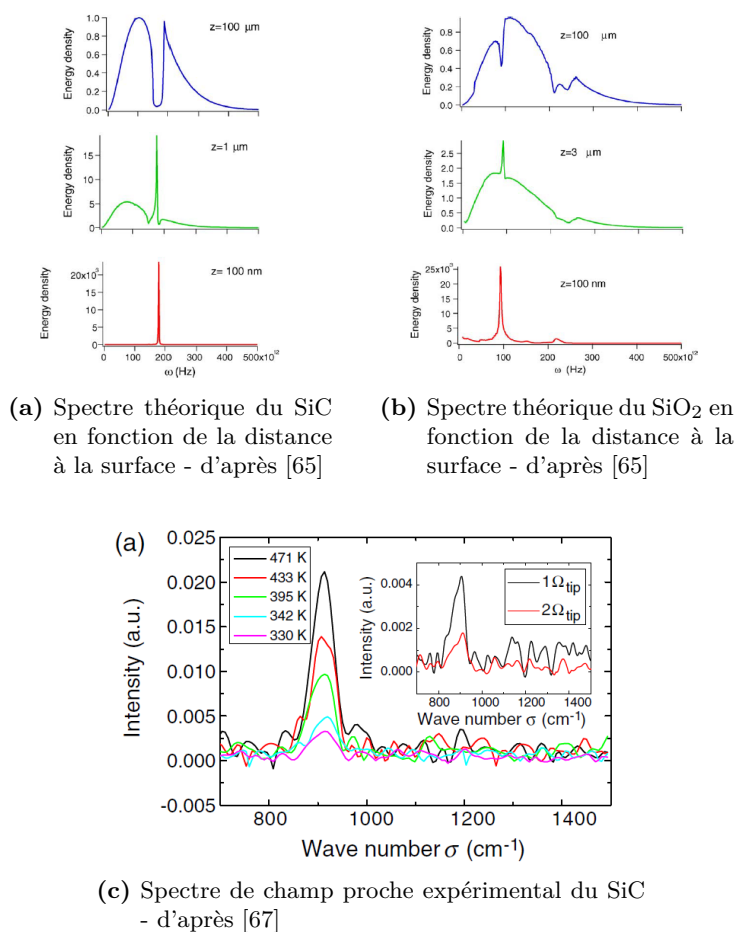
d'excitation du champ électromagnétique [63]. Dans ce cas, il est nécessaire de chauffer l'échantillon à l'aide d'une résistance chauffante. Le rayonnement thermique de champ proche est alors diffusée localement en champ lointain à l'aide d'une pointe diffusante. Le rayonnement diffusé est collecté à l'aide d'un objectif de grande ouverture numérique, puis dirigé vers un détecteur infrarouge où il est mesuré. Il est important de souligner que la signature spectrale de l'émission thermique de champ proche ne ressemble pas nécessairement au spectre de champ lointain. En champ proche, il est même possible d'observer un pic monochromatique correspondant à une résonance du phonon-polariton de surface sur un matériau polaire, tandis que l'allure du spectre de champ lointain du même matériau est large bande, son enveloppe étant dictée par la courbe de Planck. Il a été montré théoriquement que ce pic peut dépasser de plusieurs ordres de grandeur l'émission attendue par la loi de Planck dans le cas du SiC et du verre [64, 65]. Cela a été mis en évidence expérimentalement dans le cas du SiC, cf. Fig. 1.15a, et du quartz [66, 67]. Les fibres de verres, principalement composées de silice, seraient ainsi susceptibles de transmettre de l'énergie par radiation tunnel de photons sous réserve que la distance qui les sépare soit inférieure à la longueur d'onde thermique, ce qui est fréquemment le cas dans un matelas de fibre de verre.

Se pose maintenant la question de la quantification de flux radiatif de champ proche en fonction de la distance à l'interface. Dans ce paragraphe, nous allons voir les différentes méthodes mises en place pour quantifier ce transfert de chaleur. Les contraintes géométriques ne rendent pas cette tâche aisée : il faut être capable de s'approcher à une centaine de nanomètres de l'échantillon, et de mesurer des signaux de faible amplitude. La contribution du transfert radiatif est généralement négligeable devant la conduction dans l'air et devant la convection. Par conséquent, les expériences sont réalisées sous vide poussé (UH -  $P \in [10^{-3}; 10^{-8}]$  mbar) ou ultravide (UHV -  $P < 10^{-8}$  mbar). Les matériaux sont spécifiquement choisis pour exalter le champ proche. Il est a priori plus avantageux de choisir des matériaux portant des ondes de surface. Enfin, les déplacements doivent être assurés avec des systèmes piézoélectriques ayant une précision proche du nanomètre, voire de l'angström.

La géométrie plan-plan est la plus simple à traiter théoriquement, mais elle est très difficile à mettre en œuvre expérimentalement. Le principal problème est d'assurer un parallélisme parfait entre les surfaces, ce qui est très complexe à mettre en œuvre lorsqu'il s'agit d'atteindre un espacement de quelques dizaines de nanomètres entre les surfaces [68]. Au delà de l'étude du transfert tunnel d'énergie entre des surfaces passives en interaction de champ proche, la géométrie plan-plan a aussi été exploitée pour mesurer le transfert de chaleur entre une cellule photovoltaïque aux dimensions microscopiques et un plan [69, 70, 71].

Compte tenu de la difficulté de mise œuvre de la géométrie plan-plan beaucoup d'études se sont portées sur les géométries sphère-plan ou pointe-plan qui permettent d'accéder à des distances très petites. Ces études ont dans un premier temps été menées à des distances nanométriques [72, 73, 74, 75]. L'amélioration des processus de fabrication des pointes SThM a ensuite permis d'accéder à des distances inférieures au nanomètre [76, 77, 78]. La configuration sphère-plan a d'abord été étudiée entre une sphère de verre et une lame de verre [79, 80, 81, 82]. Puis, plus récemment, elle a été utilisée pour mesurer le champ proche entre une sphère en verre et un matériau à changement de phase [83] ou pour convertir le rayonnement de champ proche émis par une sphère de graphite en puissance électrique à l'aide d'un semi-conducteur formant une cellule photovoltaïque de champ proche [84]. L'augmentation du transfert radiatif mesuré en champ proche est de plusieurs ordres de grandeur.

En conclusion, la proximité de deux objets en verre peut engendrer une augmentation significative du transfert thermique par le rayonnement de champ proche. Ceci se produit si ces deux objets sont séparés par des distances inférieures au micron, ce qui est fréquemment le cas dans



**Figure 1.15 :** 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  $\omega_{SiC} = 1.78 \cdot 10^{14} \text{ rad.s}^{-1}$ , ce qui équivaut à une longueur d'onde  $\lambda_{SiC} = 10.5 \mu\text{m}$  c'est-à-dire un nombre d'onde  $\sigma_{SiC} = 952 \text{ cm}^{-1}$ . La figure(c) est la confirmation expérimentale de l'existence de ce pic. Dans le cas du SiO<sub>2</sub> (b), la théorie prévoit l'apparition en champ proche d'un pic monochromatique principal à  $\omega_{SiO_2,1} = 9.2 \cdot 10^{13} \text{ rad.s}^{-1}$  et un pic secondaire à  $\omega_{SiO_2,2} = 2.2 \cdot 10^{14} \text{ rad.s}^{-1}$  ce qui équivaut à une longueur d'onde  $\lambda_{SiO_2,1} = 20 \mu\text{m}$  et  $\lambda_{SiO_2,2} = 8.5 \mu\text{m}$ .

la laine de verre.

### 1.3 Le contexte du projet collaboratif CarISOVERRE

Ma thèse s'est déroulée dans le contexte d'un projet collaboratif financé par l'ANR intitulé CarISOVERRE (Caractérisation des composants élémentaires d'isolation thermique à base de verre). Avant de clore ce chapitre, nous évoquons brièvement certains aspects de ce projet et le positionnement de ma thèse par rapport à celui-ci.

### 1.3.1 Présentation du projet et de ses axes

La genèse du projet ANR CarISOVERRE est la réponse à un constat : les techniques usuelles de caractérisation du transfert thermique dans les milieux isolants et l'hypothèse de milieu effectif continu atteignent leurs limites. Les méthodes consistant à considérer l'isolant comme un milieu poreux effectif ne permettent plus de répondre de façon satisfaisante aux interrogations qui permettraient d'améliorer les produits existants<sup>22</sup>. En particulier, une caractérisation correcte de la thermique du contact ou proche du contact entre deux éléments constitutifs de l'isolant thermique fait cruellement défaut. Il manque également une description théorique multi-échelle des transferts par conduction solide ou dans le gaz, convectifs, et radiatifs (qu'ils soient de champ proche ou de champ lointain).

Le consortium du projet réunit trois groupes de recherche académique - provenant de différents laboratoires : Institut Langevin (Paris) , Institut Néel (Grenoble) et Institut P' (Poitiers) dirigés respectivement par Yannick De Wilde<sup>23</sup>, Olivier Bourgeois et Karl Joulain. Un partenaire industriel, Saint-Gobain Recherche, participe également au projet. Saint-Gobain, spécialiste des produits à base de verre, est leader dans le domaine de l'isolation thermique et phonique via sa filiale ISOVER.

Le projet CarISOVERRE a deux objectifs :

- développer des méthodes de caractérisation microscopique potentiellement transférables aux laboratoires industriels de Saint-Gobain Recherche ;
- permettre le traitement théorique du transfert dans un matelas de fibre de verre par une approche multi-échelle.

Trois axes sont développés afin de répondre à ces objectifs :

- Adapter et développer des méthodes thermo-resistives pour mesurer la conductivité thermique d'une fibre de verre et la résistance thermique de contact entre les fibres de verre. Cette tâche s'appuie d'une part sur l'expertise de l'Institut Néel dans les méthodes de mesure  $3\omega$  et dans le développement de thermométrie par dépôt de couches minces sur des objets micrométriques. D'autre part, l'Institut Langevin apporte son expertise dans les sondes locales à balayage afin d'étudier la résistance thermique de contact ou à proximité du contact entre deux éléments de verre à l'aide d'une sonde SThM<sup>24</sup> modifiée ;
- Adapter et développer des méthodes permettant d'étudier le rayonnement thermique aux petites échelles. Dans cet axe, les mesures réalisées à l'Institut Langevin sont couplées à une approche théorique apportée par l'Institut P'. Cela permet, par exemple, d'étudier de façon expérimentale et théorique le rayonnement émis par une fibre de verre dont le diamètre est plus faible que la longueur d'onde d'émission thermique.
- Développer un modèle théorique multi-échelle adapté à un milieu complexe comme la laine de verre dans lequel les résultats obtenus dans les deux autres pourraient être implémentés. Cette partie de la recherche est prise en charge par l'Institut P'.

On souhaiterait à terme être en mesure d'émettre des lignes directrices qui permettraient à l'industriel Saint-Gobain de concevoir et de modifier un produit existant ou ses lignes de production. A ce stade du projet, nous pouvons déjà affirmer que le flux thermique à l'intérieur de la laine de verre est porté par un faible nombre de fibres qui forment, par leurs contacts, une

---

22. Ces interrogations sont par exemple : Quel est l'impact du procédé de fabrication (fraction volumique, orientation des fibres, nombre de contacts entre les fibres) sur la conductance effective ? Quel est l'impact du liant sur la conductivité thermique ?

23. Coordinateur du projet.

24. Les Sondes SThM seront décrites dans le chapitre suivant.



série de ponts thermiques entre les deux extrémités du matériau. Il y a donc un besoin accru d'une mesure quantitative du transfert microscopique de chaleur entre fibres.

## Les objectifs de la thèse

Les objectifs de ma thèse s'appuient sur ceux fixés pour le projet ANR concernant l'Institut Langevin, c'est-à-dire développer des moyens de caractérisation microscopique du transfert de chaleur entre des éléments de taille micrométrique en verre tels que ceux que l'on trouve dans un matériau d'isolation comme la laine de verre. Cette caractérisation se fera selon deux approches différentes qui ont initialement été abordées durant la thèse d'Elodie Perros [85], et ainsi que pendant la période où j'effectuais mon stage de Master au sein de l'équipe :

- une méthode thermorésistive visant à mesurer la résistance thermique de contact entre deux éléments de verre à l'aide de mesures électriques fines de thermomètres résistifs lithographiés et mis en contact avec les objets étudiés ;
- une approche optique visant à caractériser les objets étudiés sans contact avec eux, en se basant sur le rayonnement thermique infrarouge qu'ils émettent.

Le chapitre suivant dresse un état de l'art des méthodes de caractérisation des transferts thermiques afin d'orienter nos choix parmi les méthodes adéquates pour remplir ces objectifs.

## Chapitre 2

# Méthodes d'observation du transfert de chaleur

Les objectifs de ma thèse et du projet ANR sont de développer des méthodes de caractérisation microscopique du transfert de chaleur entre deux micro-éléments tels que ceux que l'on trouve dans les matériaux d'isolation, et en particulier dans la laine de verre. Dans un premier temps, nous allons présenter les méthodes usuelles de caractérisation du transfert thermique aux échelles macroscopiques. Puis nous verrons comment ces principes peuvent être adaptés aux techniques aux échelles microscopiques de métrologie thermique. Nous dresserons ensuite les limites de chaque méthode afin de déterminer celles que nous retiendrons.

### 2.1 Les méthodes macroscopiques

De nombreuses méthodes de caractérisation du transfert thermique dans les matériaux isolants ont été développées [86]. Leur but est d'identifier des grandeurs inconnues (conductivité thermique  $\lambda(T)$ , capacité calorifique  $c_p$ , résistance thermique, coefficient d'échange conducto-convectif) de l'équation de la chaleur - ou de sa forme intégrée - en mesurant la température - respectivement le flux thermique - de l'échantillon à un ou plusieurs points.

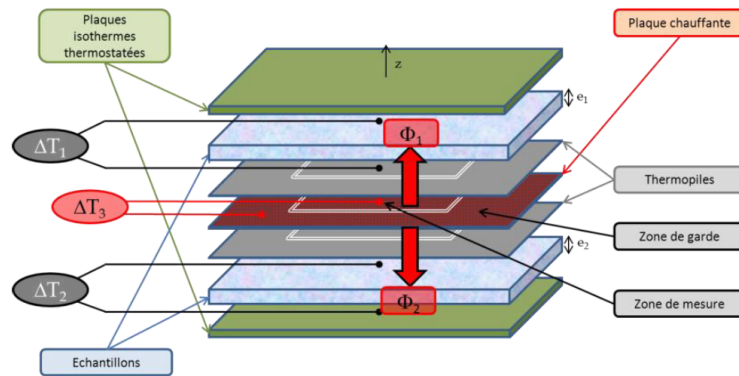
L'équation de la chaleur :

$$\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} = \vec{\nabla} \cdot [\lambda(M, t) \vec{\nabla} T] + P(M, t) \quad (2.1)$$

est composée d'une dérivée temporelle du champ de température, d'une dérivée spatiale du champ de température, et d'un terme de gain (ou pertes)  $P$ . Ce terme de gain (ou pertes) peut être une source extérieure, un échange de chaleur (convection par exemple) ou une création interne de chaleur (réaction chimique). L'objectif de ces méthodes est d'éliminer certains termes de l'équation de la chaleur pour déterminer la variable d'intérêt en fonction des données connues.

On distingue deux familles de méthodes qui exploitent la composante temporelle de l'équation de la chaleur :

- **les méthodes statiques ou quasi-statiques** dont le but est d'annuler le premier terme de l'équation 2.1. La mesure se fait en régime permanent ou au temps long. Ces méthodes permettent de mesurer la conductivité  $\lambda(T)$  à condition que la puissance injectée soit maîtrisée et que la géométrie soit connue.
- **les méthodes dynamiques** sont séparées en deux catégories : les méthodes transitoires (effectuées aux temps courts) ou les méthodes périodiques (réponse à une sollicitation thermique périodique). Les grandeurs étudiées sont généralement la capacité calorifique  $c_p$



**Figure 2.1** : Schéma de principe de la méthode de la plaque chaude gardée - extrait de [91]

par la méthode  $3\omega$  [87] ou la diffusivité thermique (qui combine la conductivité thermique et la capacité calorifique thermique :  $\mathcal{D}_{th} = \frac{\lambda}{\rho c_p}$ ) par la méthode Flash [88]. En ce qui concerne les méthodes transitoires, le type d'excitation peut avoir plusieurs formes, par exemple : échelon de température, Dirac, rampe.

### 2.1.1 Méthode de la plaque chaude gardée

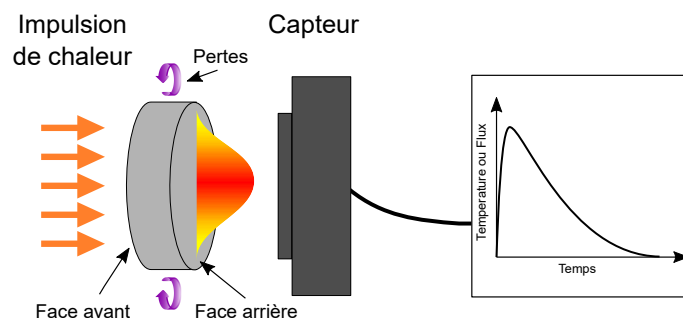
La méthode de la plaque chaude gardée, largement étudiée [86, 89, 90, 91], est une méthode normalisée (ISO 8302, [92]) qui permet de mesurer la conductivité thermique d'un matériau. Son instrumentation est simple, peu coûteuse et sa mise en place facile, raisons pour lesquelles cette méthode est largement utilisée autant en séances de travaux pratiques que dans l'industrie.

L'échantillon d'épaisseur  $e$  est pris en sandwich entre une plaque chauffée - à l'aide d'un flux  $\Phi$  produit par effet Joule - et une plaque froide  $T_f$ . Un flux unidirectionnel  $\phi$  traverse l'échantillon de la paroi chaude à la paroi froide. La mesure de la différence de température  $\Delta T = T_c - T_f$  en régime permanent permet de déterminer la conductivité thermique de l'échantillon. L'EQ.2.1 se simplifie et donne :  $\lambda = \frac{\phi e}{S \Delta T}$  avec  $S$  la surface de l'échantillon.

En pratique, ce n'est pas l'échantillon qui est pris en sandwich entre deux plaques, mais c'est la plaque chaude qui est entourée entre deux échantillon d'épaisseur  $e$ . Le tout est entouré par deux plaques froides. Cette configuration assure que l'intégralité du flux de chaleur créé dans la plaque chaude se dissipe dans l'échantillon. Pour pouvoir négliger les pertes sur les parois, la plaque chauffante est entourée d'une « garde ». Il s'agit d'un cadre séparé de la plaque chauffante par un espace et dont la température est régulée à l'aide d'une thermopile. Le but de ce montage est de maintenir une même température sur l'échantillon en compensant les effets de bords. Le plus souvent, deux échantillons identiques sont utilisés (auquel cas le flux  $\phi$  se sépare en deux flux égaux). Il est également possible de travailler dans des configurations asymétriques.

### 2.1.2 Méthode flash

La méthode flash est une méthode impulsionnelle qui a été introduite par Parker *et al.* [88]. Elle est la plus répandue des méthodes utilisées en métrologie thermophysique. Le principe consiste à imposer sur la face dite « avant » d'un échantillon une perturbation thermique plus ou moins localisée dans le temps et dans l'espace. Cette perturbation se propage jusqu'à la face « arrière » où l'évolution de la température au fil du temps est mesurée : c'est ce qu'on appelle un thermogramme. La diffusivité thermique  $\mathcal{D}_{th}$  du matériau est identifiée à l'aide de modèles



**Figure 2.2** : Schéma de principe de la méthode flash

prenant en compte les pertes sur la surface de l'échantillon, représentées en violet sur le schéma de la FIG.2.2.

Cette méthode présente quelques limites, en particulier, dans le cas de matériaux de haute porosité pour lesquels le flux par rayonnement est important. Dans de tel cas, le flux imposé en face avant transite vers la face arrière sans utiliser le canal de conduction dans la phase solide. La méthode a été néanmoins adaptée aux milieux semi-transparents compacts comme le verre [86].

La méthode flash n'est donc, *a priori*, pas une méthode adaptée pour déterminer la diffusivité thermique de la laine de verre de manière macroscopique. Sous réserve de l'adapter aux échelles microscopiques, il semble néanmoins possible d'utiliser cette méthode pour déterminer la diffusivité d'éléments de verre. Si la diffusivité du matériau est connue, il est alors possible d'utiliser cette méthode pour identifier d'autres paramètres de l'équation de la chaleur EQ.2.1 : le coefficient d'échange de l'échantillon vers un autre corps ( $P(M,t)$ ) associé aux pertes par convection ou à une résistance de contact.

### 2.1.3 Pyrométrie et thermographie infrarouge

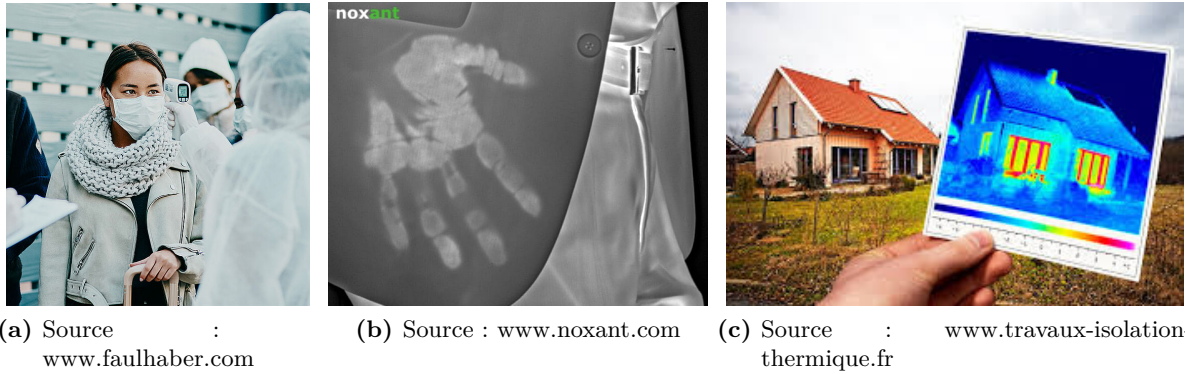
La pyrométrie et l'imagerie infrarouge sont des techniques répandues. Ces méthodes permettent non seulement de mesurer la température ou de réaliser des thermographies<sup>1</sup> mais aussi de voir dans l'obscurité et dans les milieux faiblement diffusant. Leurs domaines d'application sont variés. On peut citer par exemple la santé et la gestion des pandémies (mesure de température corporelle FIG.2.3a) ; l'agriculture (thermographie de la canopée d'une culture) ; le contrôle non destructif (diagnostic énergie FIG.2.3c, visualisation de défauts etc.) ; les applications militaires, etc.

#### Le principe de la pyrométrie

La pyrométrie consiste à mesurer le rayonnement émis par tout corps dont la température est différente du zéro absolu. On rappelle que l'énergie lumineuse monochromatique (luminance monochromatique  $\mathcal{L}_\lambda$ ) émise par un objet dans un angle solide dépend de la capacité du matériau à émettre un rayonnement à cette longueur d'onde (l'émissivité  $\varepsilon(T,\lambda)$ ) et de la luminance monochromatique de corps noir,  $\mathcal{L}_\lambda^{CN}(T)$  exprimée par l'EQ.1.6. L'émissivité est propre au matériau et dépend de sa capacité à absorber le rayonnement incident : l'absorption est égale à l'émission selon la loi de Kirchoff<sup>2</sup>. L'émissivité varie donc entre 0 pour un réflecteur idéal

1. Cartographie de la température d'un échantillon.

2. Bilan d'énergie appliqué à un corps qui : émet un rayonnement, est soumis à un rayonnement incident et dans lequel il n'y a pas de création interne de chaleur



**Figure 2.3** : Application de la pyrométrie : (a) Mesure de la température de la peau. - (b) Thermographie IR : image d'une veste sur laquelle on peut voir la trace thermique laissée par une main. La paume de la main a chauffé le tissu sur la zone de contact. Il est alors possible de voir un contraste d'émission sur le tissu de la veste. - (c) Diagnostic énergie : quantification des pertes aux parois et des ponts thermiques.

(miroir) et 1 pour un absorbeur parfait appelé corps noir (CN). La luminance peut donc être écrite comme suit :

$$\mathcal{L}_\lambda = \varepsilon(T, \lambda) \mathcal{L}_\lambda^{CN}(T) \quad (2.2)$$

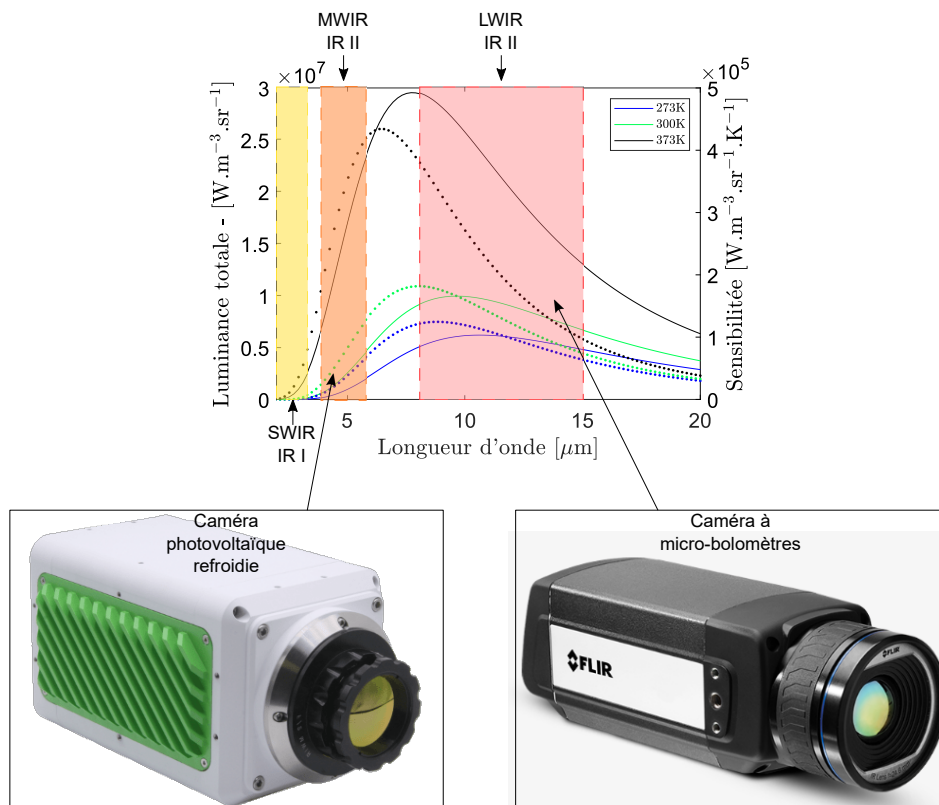
Nous avons vu que la luminance chromatique de corps noir dépend de la longueur d'onde. Nous savons aussi que cette luminance passe par un maximum d'intensité autour de  $10 \mu\text{m}$  pour un corps à 300 K. D'autre part, la puissance émise (intégration de la luminance monochromatique) augmente avec la température. La FIG.2.4 montre que la luminance émise à 350 K est plus importante que la luminance émise à 300 K. Il est alors possible de discriminer deux températures différentes à l'aide d'un capteur (cas du thermomètre cf. FIG.2.3a) et d'obtenir un contraste en température avec une matrice de capteurs (cas de la thermographie IR cf. FIG.2.3b).

Les capteurs pyrométriques sont des détecteurs infrarouges qui mesurent la luminance totale  $\mathcal{L}_{\text{Totale}}$  partant d'un corps sur le domaine spectral (ou gamme) du détecteur. La luminance totale est l'intégration de la luminance monochromatique sur la gamme du détecteur et sur l'angle solide couvert par le capteur. Cette mesure est une mesure de luminance (mesure de puissance lumineuse).

Les capteurs sont généralement calibrés sur des corps noirs. Par conséquent, la mesure directe ne donne accès qu'à la température apparente de l'objet définie comme la température d'un corps noir émettant la même puissance lumineuse que l'objet observé. En réalité, l'objet n'est pas un émetteur parfait ( $\varepsilon \neq 1$ ). Il faut donc que l'objet soit à une température plus élevée pour produire la même quantité d'énergie qu'un corps noir. Ainsi la température absolue est toujours supérieure ou égale à la température apparente :  $T_{\text{abs}} = \frac{T_{\text{apparente}}}{\varepsilon}$ .

Pour être capable de distinguer deux températures différentes, les capteurs IR doivent être sensibles à un changement de luminance. La sensibilité d'une grandeur physique (résistance thermique, luminance etc.) par rapport à un paramètre est définie comme la dérivée de cette grandeur physique par rapport au paramètre considéré<sup>3</sup>. La sensibilité de la luminance mono-

3. On définit la sensibilité relative comme étant la sensibilité absolue d'une grandeur physique divisée par cette grandeur physique. On appellera la sensibilité réduite la sensibilité d'une grandeur physique par rapport à un paramètre multipliée par ce paramètre.



**Figure 2.4 :** Gamme de l'infrarouge et technologies associées. Schéma du haut : Evolution de la fonction de Planck en fonction de la longueur d'onde et de la température (273, 300, 373 K). Les courbes en pointillés représentent la sensibilité de la fonction de Planck en température. Quelle que soit la température, la sensibilité passe par un maximum à une longueur d'onde plus faible que la longueur d'onde maximum d'émission thermique, d'après [93, 94]. - Trois domaines d'instrumentation sont définis SWIR, MWIR et LWIR. Pour le domaine MWIR, des caméras refroidies à capteurs photovoltaïques sont généralement utilisées. On retrouve ici une caméra Noxcam-HSI produit par *Noxant*. Pour les longueurs d'onde plus grandes, les capteurs bolométriques sont préférables comme par exemple la caméra *FLIR - A655sc*.

chromatique de corps noir par rapport à la température est donc la dérivée de la fonction de Planck par rapport à la température. Cette sensibilité est représentée en pointillé sur la FIG.2.4.

Pour une température donnée, le pic de sensibilité se situe toujours à une abscisse différente du maximum d'émission de la fonction de Planck. Ce maximum de sensibilité est légèrement décalé vers les courtes longueurs d'onde. Par exemple pour  $T=300$  K le maximum d'émission est à  $10 \mu\text{m}$  mais le pic de sensibilité est à  $8 \mu\text{m}$ . La fonction de Planck décroît rapidement aux courtes longueurs d'onde, par conséquent la sensibilité relative est plus élevée aux faibles longueurs d'onde ( $<3 \mu\text{m}$ ). L'énergie reçue étant très faible, il faut faire un compromis entre la sensibilité, qui est meilleure en dessous de  $8 \mu\text{m}$ , et l'énergie collectée qui est plus importante autour de  $10$  microns.

On distingue trois gammes spectrales définissant trois catégories d'instrumentation : SWIR *Short Wave InfraRed* (ou IR I) de  $1$  à  $2.5 \mu\text{m}$ , MWIR *Mid-Wave InfraRed* (ou IR II) de  $3$  à  $5.5 \mu\text{m}$  et LWIR *Long Wave InfraRed* (ou IR III) de  $8$  à  $15 \mu\text{m}$ . Pour la suite, nous ne parlerons pas des instruments SWIR car ils ne permettent pas d'observer l'émission thermique à température ambiante. Ces instruments sont principalement utilisés en biologie puisqu'ils fonctionnent dans la fenêtre de transparence de l'eau et des tissus biologiques. Dans le paragraphe suivant, nous discuterons des différentes technologies existantes pour mesurer le flux radiatif dans les gammes spectrales MWIR et LWIR.

### Les technologies des capteurs infrarouges et leur limites

Les capteurs IR se distinguent selon la technologie utilisée et selon le type de mesure souhaité : mesure ponctuelle (par détecteur unique) ou imagerie (avec une matrice de capteurs). Il existe deux technologies principales de capteurs reposant sur des principes physiques différents :

- Les capteurs **bolométriques** - Un bolomètre est un ensemble composé d'un matériau très bon conducteur thermique, d'une thermistance (composant dont la résistance électrique varie en fonction de la température) et d'un puits thermique. Le matériau très conducteur est chauffé sur sa face avant par le flux rayonnant incident. La chaleur générée est rapidement drainée par le puits thermique en passant par la thermistance. Le changement de température de la thermistance résulte en une variation de la résistance électrique. La tension aux bornes du capteur est alors mesurée pour sonder cette variation de résistance électrique. La gamme de détection est généralement de  $8$  à  $15$  microns (LWIR). Ces capteurs peuvent être uniques ou être rassemblés en un réseau de micro-bolomètres - cas de la caméra *FLIR* - A655sc, FIG.2.4.

Les limites sont la sensibilité en température - les capteurs bolométriques ont une sensibilité  $> 50$  mK - et une faible résolution temporelle. La réponse temporelle des caméras bolométriques est limitée par deux facteurs. Le premier est le temps de diffusion de la chaleur dans le matériau conducteur. Ce temps de conduction thermique  $\tau^{cd}$  est égal à la longueur du matériau,  $L$ , au carré divisée par la diffusivité thermique,  $\mathcal{D}_{th}$  :  $\tau^{cd} = \frac{L^2}{\mathcal{D}_{th}}$ . Le second facteur (relatif aux caméras uniquement) est la mesure de la résistance électrique des capteurs. Cette mesure ne s'effectue pas au même instant sur toute la matrice, mais elle est réalisée de capteur à capteur. Chaque pixel capture un phénomène à un instant différent. Il est donc impossible de faire une image instantanée (arrêt sur image).

- Les capteurs **photovoltaïques** sont des matériaux semi-conducteurs avec un gap étroit ( $< 2$  eV) permettant de convertir les photons IR en courant. Les semi-conducteurs les plus répandus sont le tellure de mercure-cadmium (MCT - HgCdTe - détection de  $1.5$  à  $13 \mu\text{m}$  en fonction du dopage) et Antimoniure d'indium (InSb - détection de  $1$  à  $6 \mu\text{m}$ ). Ces capteurs peuvent être mono-pixels ou en réseau de cellules photovoltaïques. Pour maintenir

le gap, les détecteurs sont refroidis et les cellules photovoltaïques sont conçues pour avoir un fonctionnement optimal à 77 K, ce qui correspond à la température de l'azote liquide. Les détecteurs mono-pixels sont généralement refroidis à l'azote liquide. En ce qui concerne les caméras, le refroidissement, initialement réalisé à l'azote liquide, se fait de nos jours avec des moteurs Stirling, ce qui offre plus de flexibilité et permet d'éviter les risques de pannes sèches.

Un des avantages des cellules photovoltaïques est la grande sensibilité en température ; les caméras refroidies sont capables de distinguer des températures différentes sur une scène avec une sensibilité inférieure à 25 mK. Cela permet, par exemple, de voir la trace laissée par la paume de la main après son passage sur une veste (cf. FIG.2.3b). Il est également possible de choisir la gamme des capteurs SWIR ou LWIR. En outre, la résolution temporelle est grande et peut atteindre la microseconde pour les mono-détecteurs et 10-30  $\mu$ s pour les caméras. La technologie implémentée dans ces caméras permet d'enregistrer simultanément sur tous les canaux et ainsi de faire un arrêt sur image.

L'inconvénient principal est de réussir à maintenir le capteur à 77 K. Les moteurs Stirling mis en place dans les caméras infrarouges sont chers et ont une durée de vie limitée. Ces moteurs entraînent aussi des vibrations de la caméra, ce qui limite leur utilisation par exemple pour le développement de méthodes interférométriques.

### Méthodes pyrométriques et limites

En guise d'exemple, les mesures pyrométriques statiques permettent de :

- Mesurer la température de la peau ;
- Déterminer par contraste d'émissivité les espèces composant une canopée ;
- Visualiser la rosée et le phénomène d'évaporation de gouttelettes sur les feuilles d'une plante ;
- Visualiser les ponts thermiques dans une maison lors d'un diagnostic énergie ;
- etc.

Les méthodes dynamiques permettent de quantifier les ponts thermiques dans un bâtiment, d'observer le processus de combustion dans un moteur ou d'étudier le refroidissement des disques de frein. Les capteurs IR sont les capteurs généralement utilisés dans la méthode flash pour obtenir les thermographes.

Les limites des méthodes pyrométriques sont liées à la quantification des mesures. La détermination de la température absolue à partir de la température apparente nécessite une connaissance précise de l'émissivité des matériaux observés et ceci sur l'ensemble du spectre du détecteur. La mesure de la température des matériaux métalliques est très compliquée car ils se comportent comme des miroirs dans l'infrarouge. La luminance observée est alors la réflexion de la lumière infrarouge émise par l'environnement. De plus, l'air n'est pas totalement transparent, la lumière émise par l'objet peut être atténuée par l'atmosphère<sup>4</sup>. La luminance mesurée est donc fortement perturbée par l'environnement. Il existe cependant des techniques pour corriger ces perturbations. Certains exemples sont détaillées dans [94].

Un inconvénient majeur des méthodes pyrométriques réside dans la difficulté de réaliser des mesures en température absolue. Les capteurs IR sont calibrés sur des corps noir idéaux contrôlés en température. Or en pratique la température du capteur peut également dériver au cours de son utilisation. La valeur de la température mesurée s'éloigne alors de la calibration.

---

4. L'atmosphère est lui aussi susceptible d'émettre dans la direction du capteur.



Les sensibilités en température ( $\sim 50$  mK) évoquées précédemment ne sont valables que pour des mesures relatives (comparaisons entre pixels par exemple) alors que la résolution en température absolue est grande (de l'ordre de 1 à 2 K).

## 2.2 Les méthodes microscopiques

### 2.2.1 La méthode $3\omega$

La méthode  $3\omega$  est une méthode répandue pour la mesure de la conductivité thermique des couches fines ou des matériaux bulk<sup>5</sup>. Elle a été introduite par David G. Cahill à la fin des années 1980 [95, 96]. Pour cette méthode, le capteur de température est un élément thermorésistif *i.e.* un élément dont la conductivité électrique varie en fonction de la température :  $R_{elec} = R_0(1 + \alpha(T - T_0))$  avec  $R_0$  la résistance de l'élément à la température de référence  $T_0$  et  $\alpha$  le coefficient en température de la résistance du matériau (TCR). Cet élément thermorésistif métallique<sup>6</sup> est déposé par évaporation ou pulvérisation sur l'échantillon. Ce dépôt sert à la fois de capteur de température et de source de chaleur. Il est raccordé par une méthode quatre fils à un système de mesure de résistance électrique qui sonde l'élément thermorésistif en imposant un courant alternatif ( $I_{AC}$ ) à la pulsation  $\omega$  :  $I_{AC} = I_0 \cos(\omega t)$ . De la chaleur ( $P_J$ ) est alors générée par effet Joule. Le courant étant sinusoïdale la chaleur créée varie périodiquement :

$$P_J(t) = R_{elec} I_{AC}^2 = R_{elec} \times (I_0 \cos(\omega t))^2 = \frac{R_{elec} I_0^2}{2} (1 + \cos(2\omega t)) \quad (2.3)$$

On peut écrire la puissance dissipée dans l'échantillon comme la somme d'un terme continu  $P_{DC}$  et d'un terme alternatif à la pulsation  $2\omega$  :

$$P_J(t) = P_{DC} + P_{AC} \cos(2\omega t) \quad (2.4)$$

La variation de température dans l'élément chauffant est également sinusoïdale, avec cette fois un déphasage  $\varphi$  lié à la conduction thermique dans l'échantillon. Si l'échantillon est un bon conducteur thermique, l'apport de chaleur est dissipé efficacement par l'échantillon et la température augmente peu. Si l'échantillon est un isolant, la chaleur ne peut pas être évacuée entre deux oscillations entraînant une augmentation de la température. De ce fait, la connaissance de l'amplitude de la composante alternative et de son déphasage nous renseignera sur les propriétés thermophysiques de l'échantillon d'étude :

$$T(t) = T_{DC} + T_{AC} \cos(2\omega t + \varphi) \quad (2.5)$$

La valeur de la résistance électrique du dépôt thermorésistif est alors égale à :

$$\begin{aligned} R_{elec}(t) &= R_0(1 + \alpha(T - T_0)) \\ &= R_0(1 + \alpha(T_{DC} - T_0)) + \alpha T_{AC} \cos(2\omega t + \varphi) \\ &= R_{DC} + R_{AC} \cos(2\omega t + \varphi) \end{aligned} \quad (2.6)$$

La tension mesurée aux bornes de l'élément thermorésistif dépend du courant injecté - courant qui varie à la pulsation  $\omega$  - et de la résistance électrique - qui est la somme d'un terme continu et d'un terme variant à  $2\omega$ . La tension mesurée est donc la somme d'une composante variant à la pulsation  $\omega$  et d'une composante à  $3\omega$ .

5. Bulk : matériau non mis en forme.

6. Le nitrure de niobium (NbN) a été choisi par l'équipe d'Olivier Bourgeois à l'Institut Néel pour sa grande sensibilité en température.

Pour mesurer l'amplitude et la phase du signal électrique, une détection synchrone mesure la tension  $V(t)$  aux bornes de la résistance :

$$\begin{aligned} V(t) &= R(t) \times I(t) \\ &= [R_0(1 + \alpha(T_{DC} - T_0)) + R_0\alpha T_{AC} \cos(2\omega t + \varphi)] \times I_0 \cos(\omega t) \\ &= I_0 R_0 [A \sin(\omega t) + \alpha T_{AC} \sin(3\omega t + \phi)] \end{aligned} \quad (2.7)$$

La composante alternative de la température  $T_{AC}$  est sensible à la conductivité thermique et à la capacité calorifique (voir EQ.2.1). Pour extraire ces quantités, il suffit de mesurer la tension aux bornes de l'élément à la pulsation  $3\omega$ . La conductivité thermique et la capacité calorifique sont extraites en utilisant un modèle thermique approprié et en exploitant plusieurs gammes de fréquences : basse fréquence pour sonder la conductivité thermique et haute fréquence pour sonder la capacité calorifique.

La méthode  $3\omega$  mise en œuvre pour mesurer les propriétés thermophysiques d'une fibre de verre industrielle dans le cadre du projet ANR CarISOVERRE sera traitée dans la SEC.3.1.

## 2.2.2 La microthermographie infrarouge

La microthermographie infrarouge est la combinaison des méthodes de thermographie macroscopique énoncées SEC.2.1.3 et des méthodes de microscopie. Le principe est simple : un microscope est utilisé pour capturer le flux radiatif émis par des objets microscopiques. Il faut cependant tenir compte que les optiques utilisées dans le visible sont opaques aux infrarouges, ce qui nécessite d'utiliser des optiques adaptées : objectifs à miroir, objectifs ou lentilles en Germanium (Ge) ou séléniure de Zinc (ZnSe), etc. La détection peut se faire via une caméra infrarouge ou par un détecteur mono-canal.

Les principales limites sont :

- la **résolution** : comme tout instrument optique, la résolution du microscope est limitée par la diffraction. La résolution latérale  $r_{\min}$  est donnée par le critère de Rayleigh :

$$\Delta r_{\min} = \frac{1.22\lambda_{th}}{2O.N.} \quad (2.8)$$

avec O.N. l'ouverture numérique (*Numerical Aperture* -N.A.- en anglais) du système et  $\lambda_{th}$  la longueur d'onde d'observation/émission. Dans le cas de l'infrarouge, cette résolution est mauvaise pour deux raisons. Les longueurs d'ondes observées sont grandes de 1.5 à 5  $\mu\text{m}$  pour les caméras refroidies et de 7 à 14  $\mu\text{m}$  pour les caméras bolométriques et les détecteurs en Tellure de mercure-cadmium (MCT). D'autre part, les optiques compatibles avec les infrarouges sont en général des objectifs reflectifs dont l'ouverture numérique est faible (O.N.<0.5) Par exemple pour O.N. = 0.5 la résolution  $\Delta r_{\min}$  varie de 1.8  $\mu\text{m}$  à 6.1  $\mu\text{m}$  pour  $\lambda_{th} \in [1.5; 5 \mu\text{m}]$  et  $\Delta r_{\min} \in [8.5; 17.1 \mu\text{m}]$  pour  $\lambda_{th} \in [7; 14 \mu\text{m}]$ . Il est alors difficile d'imager les phénomènes intervenants dans une fibre de 10  $\mu\text{m}$  de diamètre avec cette méthode.

- le **bruit environnant** : dans le domaine de l'infrarouge, le bruit environnant est important puisque tout corps à température ambiante émet de la lumière dans la gamme des détecteurs infrarouge. Tout objet situé sur le chemin optique (objectif, filtre, lamelle polarisée) est susceptible d'émettre sa propre lumière. Il est difficile de discriminer le signal provenant de l'échantillon de ce rayonnement infrarouge parasite. Une technique pour se prémunir en partie du bruit environnant est d'utiliser une modulation du signal (spatiale ou en temporelle). L'intensité du rayonnement émis par l'objet étudié varie périodiquement, ce qui n'est pas le cas pour le bruit environnant. Il est ensuite possible d'extraire

la composante variable à l'aide d'une détection synchrone. Cette méthode ne supprime pas pour autant tout le bruit environnant puisqu'elle ne permet pas de supprimer les composantes du bruit ayant la même périodicité que le signal de référence.

### 2.2.3 La thermoréfectance

La thermoréfectance est une méthode de caractérisation microscopique qui repose sur la variation de l'indice optique  $n$ <sup>7</sup> de l'échantillon en fonction de la température. Cette méthode est dite « pompe-sonde » car elle utilise deux lasers ayant des rôles distincts. Le premier laser est focalisé sur l'échantillon : c'est ce qu'on appelle une « pompe ». Il a pour but de chauffer l'échantillon. Ce chauffage crée un changement local de l'indice optique dans l'échantillon. Le second laser a pour rôle de sonder cette variation locale d'indice optique : c'est la « sonde ». Pour sonder cette variation, le laser est réfléchi par la surface de l'échantillon et l'intensité réfléchie est mesurée. Les coefficients de Fresnel de réflectivité étant fonction de l'indice optique  $n$  (cf. EQ.2.9), il est possible d'obtenir une carte en température de l'échantillon en balayant le laser sonde sur celui-ci :

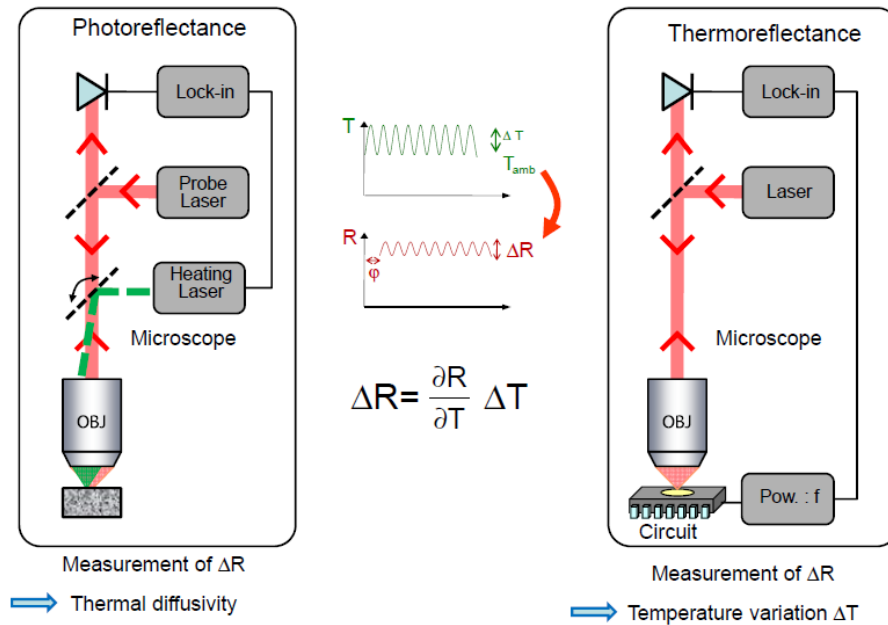
$$\Delta R = \frac{\partial R}{\partial T} \Delta T \quad (2.9)$$

avec  $\Delta R$  la variation locale de réflectivité, et  $\Delta T$  la variation de température.

Cette méthode à plusieurs variantes :

- La **méthode générale** utilise une modulation de l'excitation (laser continu à  $\omega$ ) et une démodulation du signal mesuré à la pulsation  $\omega$  par détection synchrone. L'imagerie thermique peut-être obtenue soit à l'aide d'un capteur visible mono-canal en réalisant un balayage ou par une caméra CCD [97]. Dans ce cas, la résolution spatiale est de la taille du spot de chaleur qui, dans le visible, peut atteindre quelques centaines de nanomètres et donc être bien meilleure que la tache de diffraction du rayonnement thermique infrarouge. Il est également possible d'utiliser uniquement un laser sonde, par exemple, lorsqu'il s'agit de trouver des points chauds sur des circuits intégrés alimentés en courant [98, 99]. Ces deux méthodes sont illustrées sur la FIG.2.5.
- Les **méthodes dynamiques** : Les méthodes dynamiques sont composées de deux familles, les méthodes fréquentielles permettant de sonder les caractéristiques d'un échantillon à différentes profondeurs (*Frequency Domain ThermoReflectance* - FDTR) [100] et les méthodes temporelles (*Time Domain ThermoReflectance method* - TDTR). La TDTR est une méthode introduite à la fin des années 1980 par Paddock et Easley [101, 102]. Le faisceau de pompe est un laser impulsionnel. Le taux de répétition du laser est choisi de manière à ce que l'échantillon n'ait pas le temps de revenir à la température ambiante entre deux impulsions. La température moyenne de l'échantillon augmente donc en fonction du temps. Le laser sonde est aussi un laser impulsionnel mais son taux de répétition est légèrement plus faible de manière à ce que la fenêtre temporelle sondée soit légèrement décalée dans le temps par rapport à l'excitation. Il est alors possible de reconstruire l'évolution de la température dans le milieu en discrétisant la période d'excitation en fenêtres temporelles dont la taille est celle du retard induit entre l'excitation et la mesure. Pour cela, le faisceau pompe est séparé en deux (pompe et sonde), un léger retard est introduit dans le faisceau sonde à l'aide d'une ligne à retard mécanique : le chemin optique du laser sonde est allongé ce qui induit un retard entre le faisceau sonde et le faisceau pompe. Dans

7. 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 faut choisir une longueur d'onde d'excitation qui est absorbée par le matériau, mais pour laquelle l'indice  $n$  a une sensibilité en température suffisante pour effectuer la mesure.



**Figure 2.5 :** Illustrations des techniques de photoréfectance « pompe-sonde » (à gauche) et « sonde » uniquement associée à une excitation de l'échantillon électrique (à droite) - d'après la présentation de G. Tessier lors de la Quantiheat Scientific School 2014.

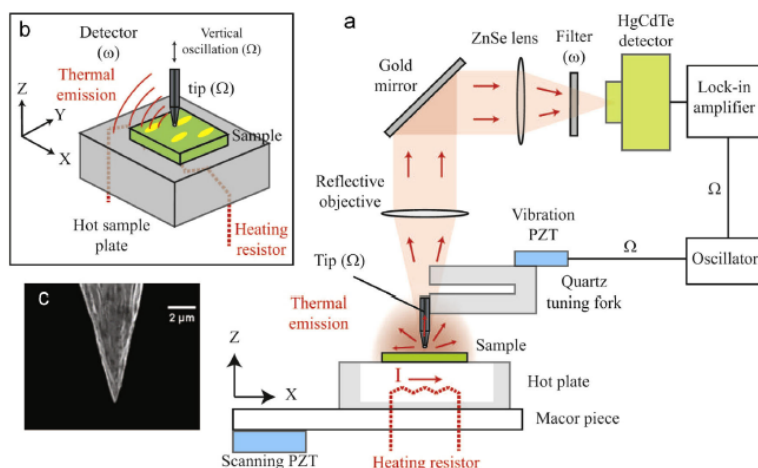
une variation de cette technique développée plus récemment, le décalage entre l'excitation et la sonde est généré par deux oscillateurs synchrones, le laser sonde est alors déclenché à une fréquence plus faible que le laser pompe ce qui permet d'atteindre une résolution temporelle de l'ordre de la picoseconde [103, 104].

Une condition prérequis pour utiliser les méthodes de thermoréfectance est d'avoir un échantillon absorbant à la longueur d'onde du laser pompe et réfléchissant à la longueur d'onde de la sonde. Cette technique est généralement utilisée dans le visible sur des surfaces métalliques qui répondent bien à ces exigences. Si l'échantillon ne satisfait pas à ces exigences (ce qui est le cas du verre), il est envisageable de métalliser l'échantillon. Dans le cas d'isolants thermiques, l'ajout d'une couche métallique augmenterait considérablement la conductivité du matériau et le résultat ne serait pas représentatif de la réalité. Cette technique ne semble pas adaptée à l'étude des fibres de verre, mais la méthode d'excitation associée (TDTR) peut être transposée à d'autres modes d'observation.

## 2.2.4 La microscopie optique de champ proche

Dans le chapitre précédent, nous avons évoqué l'existence de méthodes de microscopie permettant de mesurer le rayonnement de champ proche d'un échantillon : les SNOMs. Dans ce paragraphe, nous détaillerons brièvement le principe de fonctionnement de ces sondes dans le cas du rayonnement infrarouge (pour rappel, vous trouverez le principe de fonctionnement de façon plus détaillée en ANNEXE.A).

Pour mesurer le champ proche électromagnétique d'un échantillon, il faut d'abord exciter celui-ci. Ensuite, il faut propager le rayonnement de champ proche vers un détecteur situé en champ lointain, ce qui peut se faire à l'aide d'une pointe diffusante qui est métallique dans le domaine de l'infrarouge [106, 107]. Dans un SNOM conventionnel, l'excitation se fait généralement



**Figure 2.6** : Schéma du dispositif expérimental du TRSTM - d'après [105]

à l'aide d'un laser  $\text{CO}_2$  émettant à  $\lambda=10.6 \mu\text{m}$  ou à l'aide d'un laser infrarouge à cascade quantique. Dans ce cas, la directionnalité de l'excitation laser crée une asymétrie dans la distribution des modes électromagnétiques qui peuvent être excités en champ proche.

Mon équipe d'accueil a développé à l'Institut Langevin une méthode qui permet de se passer de cette excitation extérieure [108] qu'ils ont appelée TRSTM pour *Thermal Radiation Scanning Tunneling Microscope*. Le principe de fonctionnement, illustré sur la FIG.2.6, est le suivant. L'excitation du champ magnétique à la surface de l'échantillon n'est plus obtenue par un laser mais par le chauffage de l'échantillon à l'aide d'une plaque chauffante : c'est la température propre de l'échantillon qui génère le champ proche via l'agitation thermique des charges au sein du matériau. Ce champ proche est sondé à l'aide d'une pointe diffusante en tungstène utilisée en mode « contact intermittent » sur un montage de sonde locale à balayage. Cette pointe peut alors balayer la surface de l'échantillon pour obtenir une carte de l'émission thermique de champ proche. L'émission thermique diffusée par cette pointe est collectée par un objectif Cassegrain et envoyée sur un détecteur MCT (mercure-cadmium-tellure)<sup>8</sup> mono-élément refroidi. Le signal de champ proche est extrait du bruit ambiant en le démodulant à la fréquence d'oscillation de la pointe (ou une de ses harmoniques) avec une détection synchrone.

La luminance mesurée par le détecteur est le produit de la densité locale d'états électromagnétiques (EM-LDOS cf. [105]), de l'énergie des photons, et de la distribution statistique qui leur est associée (distribution de Bose-Einstein) qui décrit le nombre de photons à un niveau d'énergie et à une température donnés.

La résolution de l'image est donnée par la dimension de l'extrémité de la pointe (environ  $100 \text{ nm}$ , voir FIG.2.6-c), ce qui est bien meilleur que la limite de diffraction qui est de l'ordre de  $10 \mu\text{m}$ .

Il est possible de faire de l'imagerie hyperspectrale - imagerie à différentes longueurs d'onde - super-résolue en déviant le signal collecté vers un spectromètre à transformée de Fourier (FTIR). De cette manière, le contenu spectral est mesuré en chaque point de l'échantillon. Cette image spectrale a une résolution qui est elle aussi imposée par la taille de la pointe et est donc très inférieure à la résolution des FTIR conventionnels limités par diffraction.

8. Détection de  $6$  à  $13 \mu\text{m}$  avec un pic de sensibilité à  $10 \mu\text{m}$ .

### 2.2.5 Microscopie thermique à sonde locale

La microscopie thermique à sonde locale à balayage (S<sub>Th</sub>M, pour Scanning Thermal Microscopy) fait l'objet d'études poussées depuis plusieurs années au CETHIL à l'INSA de Lyon, qui a même coordonné un projet européen collaboratif intitulé QUANTIHEAT<sup>9</sup> [109] sur ce thème. D'autres équipes en France effectuent également des travaux de recherche avancés avec des sondes S<sub>Th</sub>M [110, 111, 112, 113]. Le lecteur intéressé par une revue complète sur le sujet est invité à consulter un article de revue rédigé par A. Assy et S. Gomès (coordinatrice du projet Quantiheat) [114]. Ci-dessous nous reprenons quelques points essentiels issus de cette revue.

#### Principe de fonctionnement

La microscopie thermique à sonde locale à balayage (S<sub>Th</sub>M) est une technique de métrologie thermique aux échelles microscopiques qui s'est appuyée sur le développement des premiers microscopes de champ proche : le microscope à effet tunnel ou *Scanning Tunneling Microscopy* en anglais<sup>10</sup> [115] et le microscope à force atomique<sup>11</sup> [116]. Tout comme ses aînés (STM et AFM), le S<sub>Th</sub>M a été développé dans les laboratoires de recherche d'IBM [117]. Le S<sub>Th</sub>M reprend le principe du microscope à force atomique, mais en utilisant un capteur thermique situé à l'extrémité de la sonde. On obtient une mesure topographique (provenant de la technique AFM) couplée à une mesure thermique (thermométrie de contraste ou mesure de conductivité).

Les systèmes S<sub>Th</sub>M sont tous dotés des trois organes suivants :

- Une sonde aux dimensions micrométriques possédant un capteur de température (généralement un thermomètre) à son extrémité. Les dimensions de cette extrémité déterminent la résolution de la sonde : nanométrique ou micrométrique.
- Une électronique de contrôle permettant de contrôler le « contact<sup>12</sup> » entre la sonde et l'échantillon. Ce système est composé d'une translation piézoélectrique continue agissant dans la direction normale à la surface de l'échantillon et d'une rétroaction. Cette rétroaction peut être basée sur le courant tunnel ou sur la mesure de la flexion du cantilever (levier) à l'aide d'une diode laser et d'un photodétecteur (photodiode à quadrant), voir FIG.2.7. Ce dernier mesure la force de contact via la flexion du cantilever.
- Un système de balayage piézoélectrique permettant d'explorer l'échantillon dans le plan.

#### Les différentes technologies

On distingue plusieurs catégories de capteurs basés sur des principes physiques différents. Nous discuterons ici brièvement trois types de capteurs. Plus de détails sur ces technologies se trouvent dans [114, 119].

La première catégorie regroupe les **capteurs thermoélectriques**. Ce sont des thermocouples dont le principe de fonctionnement repose sur l'effet Seebeck [73, 120, 121]. La deuxième catégorie comprend l'ensemble des **capteurs de dilatation thermique**. Cette catégorie est divisée en deux familles. Les capteurs à effet bilame qui exploitent la dilatation différentielle de

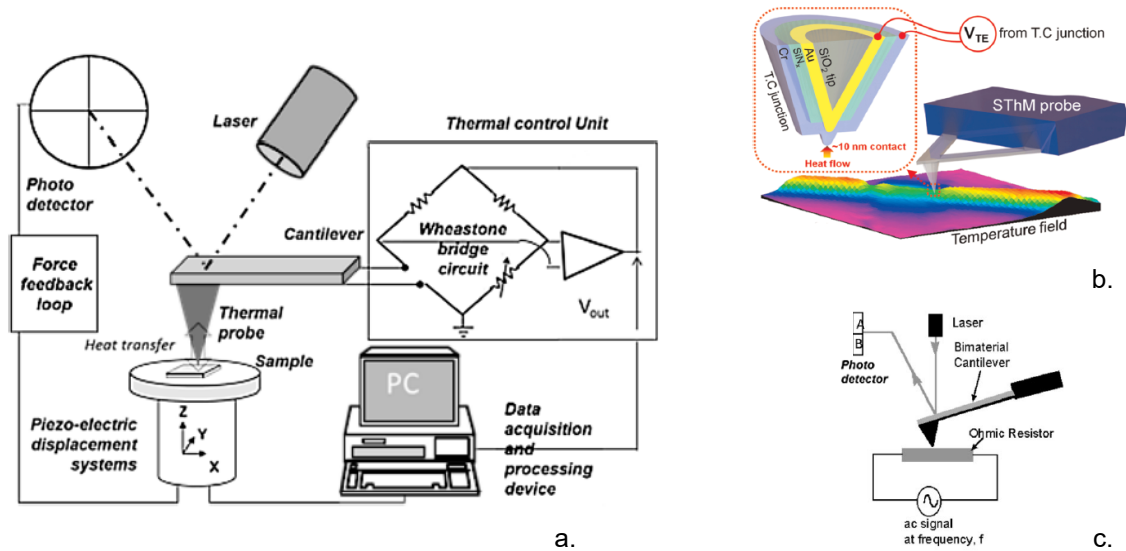
---

9. <http://quantiheat.prod.lamp.cnrs.fr>

10. Cet acronyme sera adapté en S<sub>Th</sub>M *Scanning Thermal Microscopy* pour les sondes thermiques. Par la suite nous utiliserons cet acronyme S<sub>Th</sub>M pour nommer les sondes thermiques à balayage.

11. AFM (*Atomic Force microscope*) : Une pointe est mise en contact avec l'échantillon avec des moteurs piézoélectriques mais l'échantillon repousse la pointe via les forces de répulsion atomique. Le suivi de la position de la pointe nous donne accès à la topologie de l'échantillon étudié.

12. La notion de contact ici est vaste, elle concerne aussi bien le contact physique que la configuration où la pointe n'est pas en contact avec l'échantillon, mais où elle est assez proche de l'échantillon pour échanger de l'énergie par effet tunnel.



**Figure 2.7 :** (a)-Schéma descriptif d'un SThM - d'après [114]. 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. (b)-Schéma de principe d'une pointe thermoélectrique (thermocouple or-chrome : Au-Cr), d'après [118].(c)-Schema de mesure à l'aide d'une sonde bilame, extrait de [119].

deux lames de matériaux différents collées l'une à l'autre. La flexion du bilame est mesurée par des techniques interférométriques afin d'avoir une grande sensibilité sur la mesure du déplacement et donc *a fortiori* d'avoir une grande sensibilité en flux thermique. La deuxième famille est basée sur la dilatation de l'échantillon [119] : une pointe est mise en contact avec l'échantillon. Le changement de température crée une flexion du cantilever qui est mesurée avec un laser, voir FIG.2.7-(c).

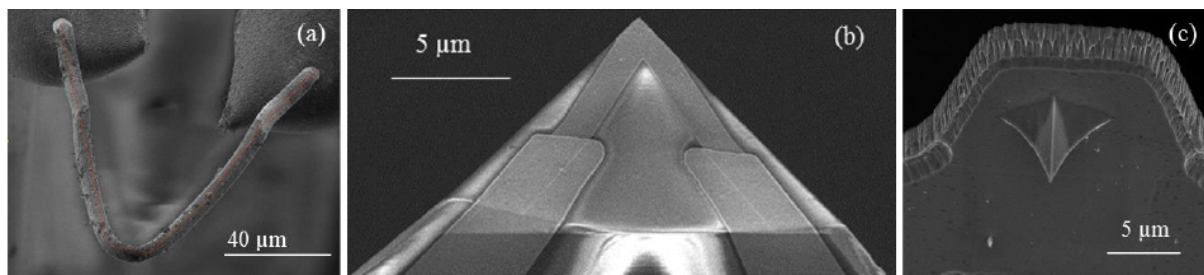
La dernière catégorie est celle des **capteurs thermoresistifs**. La mesure est basée sur la dépendance en température de la conductance électrique d'un métal ou d'un semi-conducteur. La mesure de la température est réalisée par celle de la résistance électrique d'un dépôt situé à l'extrémité de la pointe. On rappelle que la dépendance en température de la résistance électrique  $R_{\text{élec}}$  de cet élément s'exprime au premier ordre de la façon suivante :

$$R_{\text{élec}}(T) = R_0 (1 + \alpha (T - T_0)) \quad (2.10)$$

avec  $R_0$  la résistance électrique de l'élément à la température de référence  $T_0$  et  $\alpha$  le coefficient en température du matériau résistif. La mesure de cette résistance électrique requiert des techniques spécifiques qui seront développées dans la PART.II SEC.1.3.

Il existe trois technologies de sondes thermorésistives. Les sondes Wollaston ont été les premières sondes thermorésistives métalliques développées [123]. L'élément thermorésistif à l'extrémité de la pointe est un filament de platine rhodié d'un diamètre de  $5 \mu\text{m}$  et d'une longueur de  $200 \mu\text{m}$  environ, cf - FIG.2.8-(a). La fabrication de ces pointes est manuelle - il est possible de les fabriquer en laboratoire - de sorte que le procédé ne permet pas d'assurer une grande reproductibilité d'une pointe à une autre.

Des techniques de salle blanche ont été mises en œuvre pour améliorer la répétabilité et la résolution des pointes. L'élément thermorésistif est alors une fine couche métallique (palla-



**Figure 2.8** : Images MEB des pointes thermorésistives (a) Wollaston, (b) KNT et (c) Si dopé - d'après [122]

dium) déposée sur un levier d'oxyde de silicium ( $\text{SiO}_2$ ) ou de nitrure de silicium ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ), voir FIG.2.8-(b). Leur fabrication est un processus industrialisé (elles sont réalisées par Kelvin Nanotechnology - KNT<sup>13</sup>). Ces pointes permettent d'atteindre une résolution spatiale de l'ordre de plusieurs dizaines de nanomètres. Plus récemment, l'équipe d'Olivier Bourgeois (à l'Institut Néel) [124] a mis au point une technique de fabrication de pointes avec un dépôt thermorésistif en nitrure de niobium ( $\text{NbN}$ ). Ce matériau a un coefficient en température  $\alpha$  (équivalent à la sensibilité thermique) 5 à 10 fois plus élevé que les matériaux standards utilisés pour la thermométrie, ce qui permettra à terme d'avoir une forte amélioration des performances du SThM. La production de ces pointes est toutefois limitée par le processus de fabrication des sondes et la réalisation du dépôt thermorésistif en bout de pointe qui sont difficiles à mettre en place.

Enfin, la troisième technologie utilise des pointes thermorésistives en silicium dopé. Une partie du levier proche de l'extrémité de la pointe est faiblement dopée, ce qui la rend plus résistive que les deux bras qui forment le cantilever. Cette zone plus faiblement dopée fait office de thermomètre et d'élément de chauffage. Il n'est plus nécessaire de réaliser un dépôt à l'extrémité de ces pointes. Ces pointes sont plus effilées et ont des dimensions similaires à celles des pointes AFM : de l'ordre de 10 nm [118, 125, 84], cf - FIG.2.8-(c).

### Les modes d'utilisation des pointes thermorésistives

Les pointes SThM sont utilisées selon deux modes :

- **Thermométrie** : Le capteur est utilisé comme thermomètre. Un faible courant circule dans la sonde pour mesurer la résistance de celle-ci. Ce courant est cependant assez faible pour ne pas créer de chauffage de la pointe par effet Joule. L'échantillon (source de chaleur) impose une température à la pointe. Lors d'un balayage, le contraste en température est obtenu en mesurant la variation de la résistance électrique. C'est ce que l'on appelle « le mode passif » par opposition avec le mode suivant ;
- **Mesure de conductivité** : un courant est injecté dans la sonde, créant un chauffage local par effet Joule. Le capteur est à la fois détecteur et source de chaleur : c'est le « mode actif ». La sonde injecte un courant de chaleur dans l'échantillon. La mesure de température permet de caractériser comment l'échantillon évacue la chaleur, cette grandeur étant liée à la conductivité ou à la résistance thermique locale de l'échantillon. La mesure peut être statique ou dynamique (méthode  $3\omega$ ) [126].

A condition d'utiliser les méthodes de calibration appropriées, les sondes SThM sont les instruments idéaux pour sonder le transfert thermique à des échelles inférieures au micron [127].

13. Entreprise liée à l'Université de Glasgow.



Dans le cadre de ce travail de thèse, nous utiliserons une telle sonde non pas pour effectuer des balayages sur une surface nanostructurée, mais plutôt pour quantifier la résistance de contact entre un élément de verre sphérique de dimension micrométrique et une surface plane en verre. Une sphère de verre sera collée sur la sonde SThM afin de contrôler avec précision sa hauteur sur la surface et la chaleur injectée, et pour mesurer sa température en même temps. Les études seront détaillées dans la PART.II de ce manuscrit.

## Conclusion

Les outils de caractérisation développés pour répondre aux objectifs de la thèse sont de deux types :

La première méthode de caractérisation vise à quantifier la résistance thermique de contact entre deux éléments de verre aux dimensions micrométriques à l'aide d'une sonde de type SThM. Nous montrerons dans la suite que nous utiliserons une pointe SThM comme sonde thermique thermorésistive sur laquelle une bille de verre de taille micrométrique sera collée. Cette pointe SThM permet de contrôler la position de la sphère par rapport à la surface, d'injecter un flux thermique bien défini au sommet de la sphère, et de mesurer la température au même endroit. Cette méthode permettra de mesurer la résistance thermique de contact entre une microsphère de verre et une lamelle de verre sous vide et sous atmosphère ambiante.

La seconde méthode de caractérisation de transfert à l'échelle microscopique est une méthode de microscopie infrarouge. Nous exploiterons la microthermographie infrarouge qui s'apparente à des méthodes pompe-sonde. Une fibre de verre est chauffée localement à l'aide d'un laser pompe impulsionnel ultraviolet. Le rayonnement infrarouge émis est alors capturé par un objectif à miroir et envoyé sur un photodétecteur mono-canal ou matriciel.

La connaissance des propriétés thermophysiques et des propriétés optiques d'une fibre de verre - qui font l'objet du chapitre suivant - vont nous aider à dimensionner nos méthodes de caractérisation. Elles vont également nous servir de paramètres pour les modèles théoriques visant à mesurer la résistance de contact ou encore les pertes le long des fibres.

## Chapitre 3

# Caractérisation thermophysique et optique d'une fibre de verre

Dans ce chapitre, nous décrivons les moyens mis en œuvre pendant ma thèse pour caractériser les propriétés intrinsèques de fibres de verre individuelles qui constituent les entités élémentaires de la laine de verre. Nous nous intéressons ici à caractériser leurs propriétés de transport et de rayonnement servant de base au dimensionnement des expériences détaillées dans les parties II et III et au traitement des données recueillies par ces expériences.

Dans notre cas, les paramètres à prendre en compte sont les propriétés thermophysiques et les propriétés optiques d'une fibre de verre industrielle dopée en bore. La conductivité thermique  $\lambda_{fibre}$  et la capacité calorifique  $c_p$  sont des paramètres importants qui interviennent dans les modèles analytiques développés dans le but de déterminer la résistance thermique de contact entre les fibres.

Les propriétés optiques des fibres dans le domaine de l'ultraviolet (UV), du visible et de l'infrarouge (IR) nous aident quant à elles à comprendre les propriétés d'absorption et d'émission d'une fibre de verre. Cela nous renseigne sur la contribution du rayonnement d'une fibre au sein du matelas de laine de verre. Plus en amont, cela nous permet aussi de dimensionner les instruments de mesure (laser d'excitation, objectifs, lentilles, capteurs, etc.) que nous souhaitons développer pour étudier les fibres individuelles.

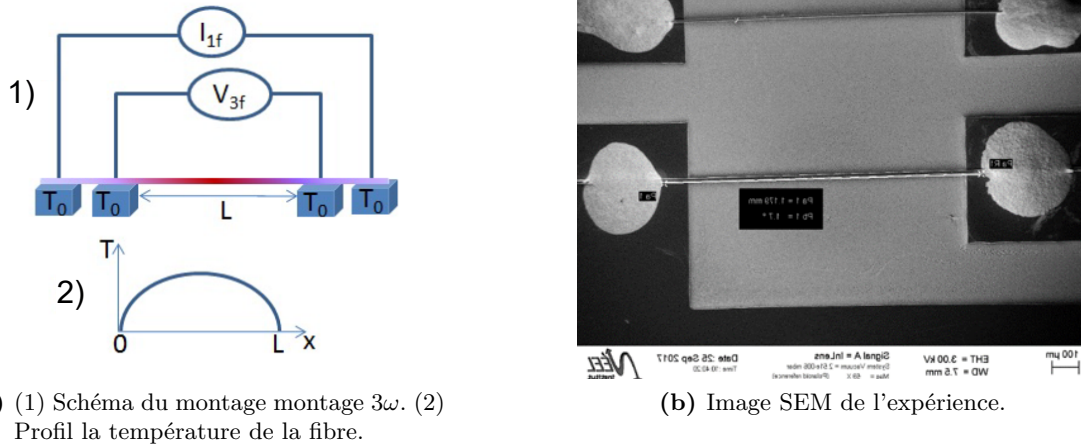
### 3.1 Les propriétés thermophysiques d'une fibre de verre

Les efforts de caractérisation décrits dans ce paragraphe sont issus des travaux menés par Tuyen Nguyen et Olivier Bourgeois [87], à l'Institut Néel dans le cadre du projet ANR CarISO-VERRE.

La méthode utilisée pour caractériser les propriétés thermophysiques d'une fibre de verre est la méthode  $3\omega$  détaillée en SEC.2.2.1. Du nitrure de niobium est déposé sur une fibre de longueur  $L$ , voir FIG.3.1-(1). Ce dépôt est thermorésistif. Il permet de chauffer la fibre de manière périodique et de mesurer sa température. La température le long de la fibre est déterminée en résolvant l'équation de la chaleur en 1D en régime périodique :

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2}(x, t) = \frac{1}{D_{th}} \frac{\partial T}{\partial t}(x, t) \quad (3.1)$$

avec  $D_{th} = \frac{\lambda_{fibre}}{\rho c_p}$  la diffusivité thermique



**Figure 3.1 :** Montage 3 $\omega$  permettant la caractérisation thermophysique d'une fibre de verre industrielle. (a)-(1) Schéma de principe du raccordement électronique de la mesure 3 $\omega$ . (a)-(2) Profil de température de la fibre chauffée par un courant 3 $\omega$ . (b) Image SEM d'une fibre suspendue entre deux plots. Le thermomètre (non visible à cette échelle) est un dépôt de NbN, d'après [87].

Avec les conditions aux limites suivantes :

$$\begin{cases} x = 0 : & T(x = 0, t) = T_0; \\ x = L : & T(x = L, t) = T_0; \\ \text{Sur la surface } dS : & \int -\lambda_{fibre} \frac{\partial T}{\partial r}(x, t) dS = \frac{P_J}{4} (1 - \cos 2\omega t) \end{cases} \quad (3.2)$$

$$T(x, t) = T_0 + T_{stat}(x) + T_{trans}(x, t) + T_{périodique}(x, t) \quad (3.3)$$

La température est la somme d'une composante statique, d'une composante transitoire et d'une composante périodique. L'évolution de la valeur moyenne le long de la fibre est schématisée sur la FIG.3.1a.

Pour une excitation périodique, en exprimant la solution de l'équation de la chaleur sous la forme d'une série de Fourier (pour plus de détails se référer aux articles [87, 128]), nous avons :

$$T(x, t) = T_0 + \frac{2I_0^2 R_0 L}{\pi \lambda_{fibre} S} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{[1 - (-1)^n]}{2n^3} \sin \frac{n\pi x}{L} \left[ 1 - \frac{\sin(2\omega t + \phi_n)}{\sqrt{1 + \left(\frac{2\omega_0 \gamma}{n^2}\right)^2}} \right] \quad (3.4)$$

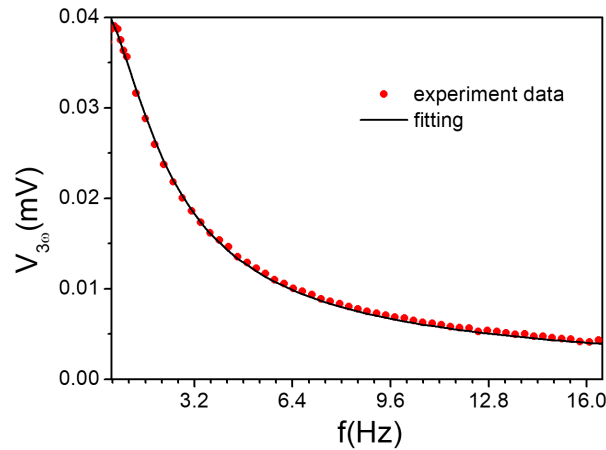
Avec  $\cot \phi_n = \frac{2\omega_0 \gamma}{n^2}$  et  $\gamma = \frac{L^2}{\pi^2 D_{th}}$  le temps caractéristique de diffusion thermique.

L'évolution de la température en fonction du temps nous renseigne sur le comportement de la tension mesurée par le dispositif. On rappelle que la valeur de la résistance électrique varie en fonction de la température :

$$\begin{aligned} R(T) &= R_0 + \alpha(T(x) - T_0) \\ &= R_0 + \delta R \end{aligned} \quad (3.5)$$

où  $\delta R$  est la composante dynamique. Par définition :

$$\delta R = \frac{R'}{L} \int_0^L [T(x, t) - T_0] dx \quad (3.6)$$



**Figure 3.2 :** Signal  $V_{3\omega}$  en fonction de la fréquence (Hz) du courant de modulation d'amplitude  $I = 3.94 \mu\text{A}$  - d'après [87]. Les points rouges représentent les données expérimentales. La courbe noire est un fit de la fonction EQ.3.10 qui donne accès aux valeurs de conductivité thermique des fibres  $\lambda_{fibre} = 1.05 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  et à leur capacité calorifique  $c_p = 0.80 \text{ J.g}^{-1}.\text{K}^{-1}$ .

Donc en injectant l'EQ.3.4 dans l'EQ.3.6, on obtient :

$$\delta R = \alpha \frac{2I_0^2 R_0 L}{\pi \lambda_{fibre} S} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{[1 - (-1)^n]^2}{2\pi n^4} \left[ 1 - \frac{\sin(2\omega t + \phi_n)}{\sqrt{1 + \left(\frac{2\omega_0 \gamma}{n^2}\right)^2}} \right] \quad (3.7)$$

La tension aux bornes de l'élément thermorésistif est alors :

$$V(t) = (R_0 + \delta R) I_0 \sin(\omega t) \quad (3.8)$$

En considérant le premier ordre de la série de Fourier et en posant  $\phi = \frac{\pi}{2} - \phi_1$ , on peut exprimer simplement la composante  $3\omega$  du signal<sup>1</sup> :

$$V_{3\omega}(t) = -\frac{2I_0^3 L R_0 \alpha}{\pi^4 \lambda_{fibre} S \sqrt{1 + (2\omega\gamma)^2}} \sin(3\omega t - \phi) \quad (3.9)$$

En pratique, c'est la valeur efficace du signal que l'on mesure :

$$V_{3\omega} = \frac{4I_{RMS}^3 L R_0 \alpha}{\pi^4 \lambda_{fibre} S \sqrt{1 + (2\omega\gamma)^2}} \quad (3.10)$$

La conductivité thermique  $\lambda_{fibre}$  et la capacité calorifique des fibres  $c_p$  sont mesurées en réalisant un fit de la courbe obtenue par balayage fréquentiel avec la fonction précédente (EQ.3.10). Ces données nous serviront pour les modélisations réalisées dans les parties suivantes.

- La conductivité thermique des fibres de verre industrielles utilisées dans le projet CarISO-VERRE :  $\lambda_{fibre} = 1.05 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  est mesurée avec précision à basse fréquence ( $\omega\gamma \rightarrow 0$ ) :

$$V_{3\omega} \approx \frac{4I^3 R_0 \alpha L}{\pi^4 \lambda_{fibre} S} \quad (3.11)$$

1. Le lecteur intéressé trouvera les détails du calcul dans [87, 128].

- La capacité calorifique des fibres de verre que nous étudions  $c_p = 0.80 \text{ J.g}^{-1}.\text{K}^{-1}$  est mesurée à haute fréquence ( $\omega\gamma \rightarrow \infty$ ) :

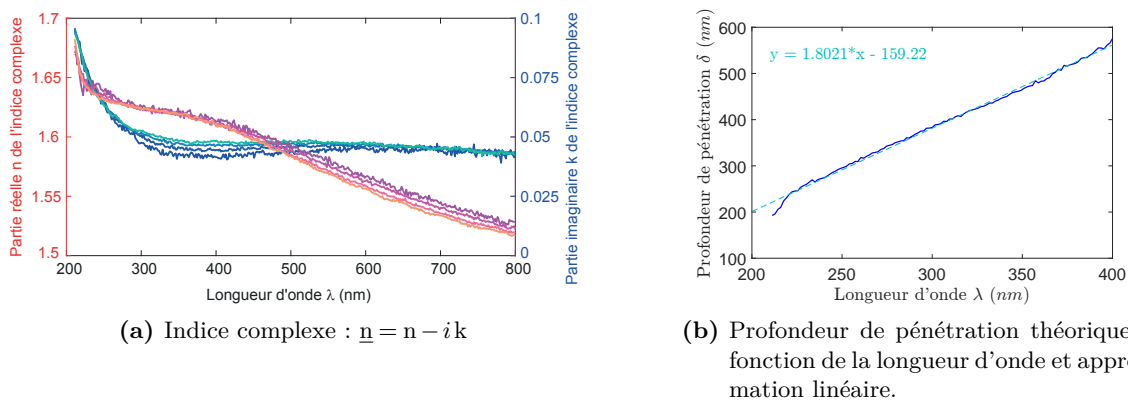
$$V_{3\omega} = \frac{I^3 R_0 \alpha}{4\omega \rho c_p L S} \quad (3.12)$$

## 3.2 Caractérisation optique UV et IR

La caractérisation optique des fibres donne accès à l'absorption du matériau en fonction de la longueur d'onde. Dans l'infrarouge, en vertu de la loi de Kirchhoff, les propriétés d'absorption permettent de comprendre les propriétés d'émission du matériau et par conséquent les échanges par transfert radiatif. La connaissance des propriétés d'absorption du matériau est également utile pour le dimensionnement des méthodes de caractérisation optiques de type « pompe-sonde » où nous cherchons à chauffer une fibre par absorption d'un faisceau laser de courte longueur d'onde pour en étudier le rayonnement thermique infrarouge. Il est donc nécessaire de les connaître à la fois dans l'UV et dans l'infrarouge.

### 3.2.1 Caractérisation optique UV :

Saint-Gobain nous a fourni les indices optiques complexes du verre de référence dans son état « bulk » dans l'UV, mais aussi dans l'IR. Les courbes d'indices optiques dans le domaine de l'UV ont été obtenues par la méthode « VASE » (Variable Angle Spectrometric Ellipsometry), FIG.3.3a.



**Figure 3.3 :** Caractérisation UV du verre de référence dans son état bulk. (a) La partie réelle  $n$  de l'indice est représentée en rose, la partie imaginaire  $k$  de l'indice est représentée en bleu. Les différentes courbes ont été mesurées sur des échantillons du même matériau de différents lots. (b) 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  $k$  obtenues par la méthode VASE - d'après [85].

Ces indices complexes permettent de déterminer la longueur de pénétration de l'onde incidente dans le matériau. Cette information est primordiale dans le dimensionnement des techniques pompe-sonde car la fiabilité de la méthode repose sur une absorption complète et localisée de ce faisceau incident.

On sait par ailleurs que c'est la partie imaginaire de l'indice complexe du verre qui détermine la longueur d'absorption. Si l'on s'intéresse au laser monochromatique incident (laser « pompe ») ;

le champ électrique de l'onde plane monochromatique de vecteur d'onde complexe  $\vec{k}^2$ . s'écrit :

$$\vec{E} = \vec{E}_0 e^{j(\omega t - \vec{k} \cdot \vec{r})} \quad (3.13)$$

En considérant que cette onde se propage selon  $x$  croissant :

$$E = E_0 e^{i(\omega t - kx)} \quad (3.14)$$

Par convention, on note  $\underline{k} = \frac{\omega}{c} \underline{n} = \frac{\omega}{c} (n - ik)$  :

$$E = E_0 e^{-\frac{\omega k}{c} x} e^{i(\frac{\omega}{c}(ct - nx))} \quad (3.15)$$

L'intensité  $I$  du champ vaut :

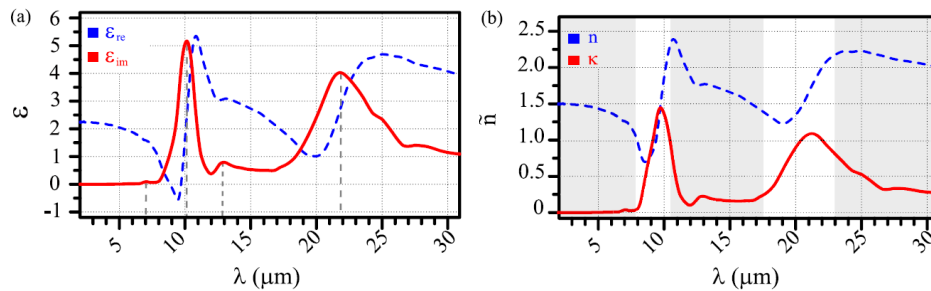
$$I = |E|^2 = I_0 e^{-2\frac{\omega k}{c} x} \quad (3.16)$$

Cette intensité décroît exponentiellement sur une distance caractéristique  $\delta(\lambda) = \frac{c}{2\omega k}$ . Plus  $k$  est élevé et plus cette longueur caractéristique est faible. La FIG.3.3b représente l'évolution de la longueur caractéristique d'absorption dans le verre de référence.

$$\delta_{\text{pénétration}}(\lambda) = \frac{\lambda}{4\pi k} \quad (3.17)$$

Entre 200 et 800 nm, la partie imaginaire de l'indice complexe varie faiblement (variation inférieure à 0.05) en comparaison avec la variation de la longueur d'onde. En première approximation on considère que la longueur de pénétration de l'onde dans le verre augmente proportionnellement à la longueur d'onde, cf FIG.3.3b. Pour avoir une absorption surfacique, il est préférable de travailler aux courtes longueurs d'ondes <400 nm car dans ce régime toute la puissance incidente est absorbée sur une épaisseur de quelques centaines de nanomètres.

### 3.2.2 Caractérisation de l'émission thermique infrarouge d'une fibre de verre



**Figure 3.4 :** Caractérisation IR du verre de référence dans son état bulk : (a) permittivité complexe  $\underline{\varepsilon} = \varepsilon_{re} + i \varepsilon_{im}$  et (b) indice optique complexe  $\underline{n} = n - i k$ . Les bandes grises correspondent aux régions où la partie réelle,  $n$ , de l'indice optique est plus grande que sa partie imaginaire,  $k$  (coefficient d'extinction) - d'après [129].

L'étude des propriétés d'émission d'une fibre de verre est intéressante car les dimensions des fibres sont de l'ordre de la longueur d'onde d'émission thermique. Elles sont donc susceptibles

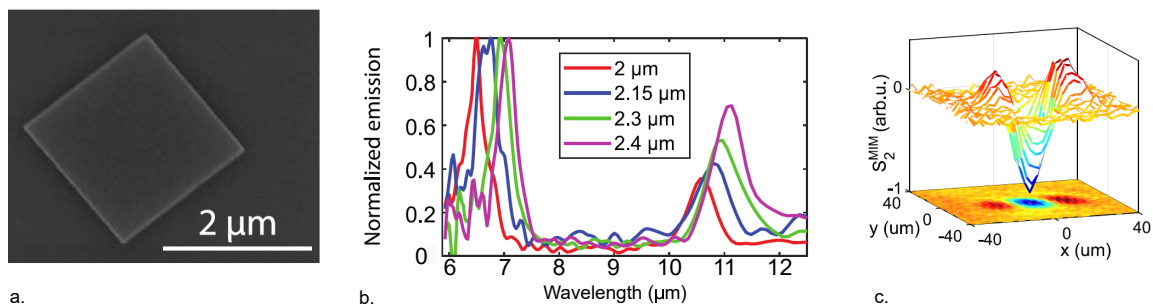
2. Notation : les variables complexes sont soulignées et les vecteurs sont surmontés d'une flèche et ses composantes sont notées en italiques. Il ne faut pas confondre les composantes du vecteur d'onde  $k_i$  et les parties réelles  $n$  et imaginaires  $k$  de l'indice optique ( $\underline{n} = n - ik$ )

d'avoir des modes résonant décrits par la théorie de Mie. Cependant, la spectroscopie d'objets micrométriques est complexe dû au fait que ces objets émettent très peu de rayonnement thermique compte tenu de leur faible taille, qui est beaucoup plus petite que le champ de vue du système optique d'un microscope infrarouge couplé à un spectromètre à transformée de Fourier (FTIR). Le signal mesuré mêle le signal provenant de l'échantillon et le rayonnement émis par l'environnement. Ce dernier produit un spectre de fond très intense dont il faut absolument s'affranchir pour connaître le spectre des microfibres étudiées.

Dans cette partie nous allons détailler la technique mise en place au sein du laboratoire pour obtenir le spectre d'émission d'objets dont les dimensions sont plus petites que la longueur d'onde d'émission thermique. Nous verrons comment cette méthode rejette la contribution dominante de l'environnement. Cette technique développée par Claire Li au sein du laboratoire permet aussi de faire de la localisation IR résolue d'objets micrométriques [130]. Je l'ai appliquée pendant ma thèse pour mesurer le spectre FTIR de microfibres de verre. Ce travail a été mené conjointement avec l'Institut P' qui a modélisé nos données expérimentales en se basant sur la théorie de Mie [129].

### Spectroscopie IR (FTIR) par modulation spatiale

La développement de la méthode de spectroscopie IR par modulation spatiale provient de la nécessité de mesurer le spectre d'émission d'antennes thermiques plasmoniques dans le cadre d'un autre projet. Il s'agit de carrés de dimension latérale de  $2\ \mu\text{m}$  environ alors qu'elles présentent un comportement résonant vers  $7\ \mu\text{m}$  et  $12\ \mu\text{m}$ , ce qui en fait des objets de taille sub-longueur d'onde, cf FIG.3.5-(a). En s'inspirant des travaux de Natalia Del Fatti à l'Université Claude Bernard de Lyon [131], Yannick De Wilde et Claire Li ont développé une méthode de spectroscopie par modulation spatiale adaptée à la spectrométrie FTIR [130].



**Figure 3.5 :** Spectroscopie IR par modulation spatiale. (a) Image MEB d'une antenne plasmonique aux dimensions plus faibles que la longueur d'onde thermique. (b) Spectre d'émission d'une antenne obtenue par modulation spatiale. (c) Super-localisation résolue de l'antenne obtenue par démodulation à la fréquence  $2\omega$  du signal collecté tout en balayant la position moyenne de l'échantillon dans le plan objet du microscope - d'après [130].

Le principe consiste à moduler latéralement la position de l'objet d'étude chauffé à 433 K - pour exalter son rayonnement - dans le champ de vue du détecteur. Le signal mesuré par le détecteur est un signal qui varie en fonction du temps. Il contient la contribution du signal de l'objet à détecter, et la contribution dominante du signal de fond parasite. Ce signal enregistre en quelque sorte l'historique du signal reçu sur une période : au début de la période, nous enregistrons le signal reçu lorsque l'antenne est au centre de la zone de détection où elle produit une contribution maximum. Puis nous enregistrons le signal lorsque l'antenne sort du champ de

vue du microscope ce qui entraîne une diminution de sa contribution au signal détecté. Pour obtenir le spectre de cet objet, il suffit de détourner le chemin optique à travers un spectromètre à transformée de Fourier (FTIR).

Pour extraire le signal provenant uniquement de l'antenne du signal de fond parasite, une détection synchrone est utilisée (*Lock-in* en anglais). Il s'agit d'une méthode très répandue qui permet d'extraire efficacement des signaux périodiques d'un fond bruité. Pour ce faire, le signal périodique d'intérêt - signal du détecteur après conversion en tension  $S_{mes} = V_{mes} \cos(\omega t + \varphi) + V_{mes}^{continu}$  - est multiplié par un signal de référence à la même pulsation  $\omega$ . Dans notre cas, il s'agit de la tension appliquée aux bornes de la platine de déplacement piézoélectrique :  $S_{réf} = V_{réf} \cos(\omega t)$ . Le produit de ces deux termes est la somme d'une composante continue et de composantes variant à  $\omega$  et à  $2\omega$  :

$$S_{Lock-in} = S_{mes} \times S_{réf} \quad (3.18)$$

$$= \frac{V_{mes} V_{réf}}{2} [\cos(\varphi) + \cos(2\omega t + \varphi)] + V_{mes}^{continu} V_{réf} \cos(\omega t) \quad (3.19)$$

L'amplitude du signal  $V_{mes}$  est mesurée en utilisant un filtre passe-bas qui rejette la composante alternative. La constante de temps du filtre est choisie pour que la fréquence de coupure soit inférieure à la fréquence  $\omega$ . En pratique la constante de temps  $\tau_{lock-in}$  est au moins trois fois supérieure à la période d'oscillation du signal de référence, voir bien davantage.

Il peut être intéressant de démoduler le signal à des harmoniques supérieures à  $\omega$  :  $2\omega$ ,  $3\omega$ , etc. En effet, le signal démodulé à  $\omega$ ,  $2\omega$ ,  $3\omega$ ... est équivalent à la dérivée d'ordre  $n = 1, 2, 3$ ... du signal mesuré par rapport à la variable modulée qui est ici la position de l'échantillon dans le champ de vue du microscope. Par exemple, la démodulation à  $\omega$  est :

$$S_1 = \frac{\Delta S}{\Delta x} = \frac{S(x_0 + \Delta x) - S(x_0)}{\Delta x} \quad (3.20)$$

Avec :

$$\begin{cases} S(x_0) = S^{bkg} + S^{obj} \\ S(x_0 + \Delta x) = S^{bkg} \end{cases} \quad (3.21)$$

Avec  $S^{bkg}$  le rayonnement provenant de l'environnement.  $S^{obj}$  est le rayonnement provenant de l'échantillon, que nous noterons  $S^{MIM}$  pour une antenne plasmonique et  $S^{fib}$  dans le cas d'une fibre de verre.

L'EQ.3.20 nous permet de conclure que le signal provenant de l'échantillon  $S_{obj}$  est proportionnel au signal démodulé à  $\omega$  :  $S_1 \propto S_{obj}$ .

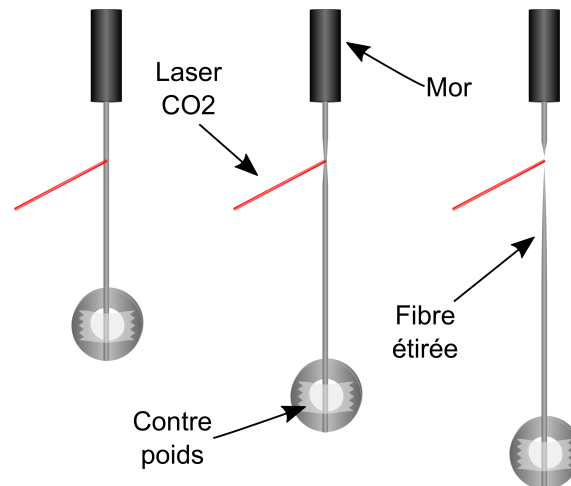
Notons aussi que la démodulation à  $\omega$  ou à  $2\omega$  donne accès à de nouveaux indicateurs permettant de faire de la super-localisation infrarouge. Les détails de cette méthode sont présentés dans [130].

## Méthodologie

Dans cette partie nous détaillons la méthodologie que nous avons mise en œuvre pour mesurer le spectre d'émission thermique de fibres de verre individuelles ayant des diamètres inférieurs à  $10 \mu\text{m}$  avec la technique de spectroscopie infrarouge par modulation spatiale. Ces mesures associées à une analyse théorique - développée dans les paragraphes suivants - font l'objet d'une publication en collaboration avec Karl Joulain et Houssem Kallel. Ces derniers ont traité les aspects théoriques [129].

Les fibres de référence dont nous disposons ont initialement toutes un diamètre de  $13 \mu\text{m}$  et la fonction diélectrique du verre dont elles sont faites est parfaitement connue. Leur diamètre est





**Figure 3.6 :** Etirement des fibres à l'aide d'un laser CO<sub>2</sub> et d'un poids (rondelle en acier)

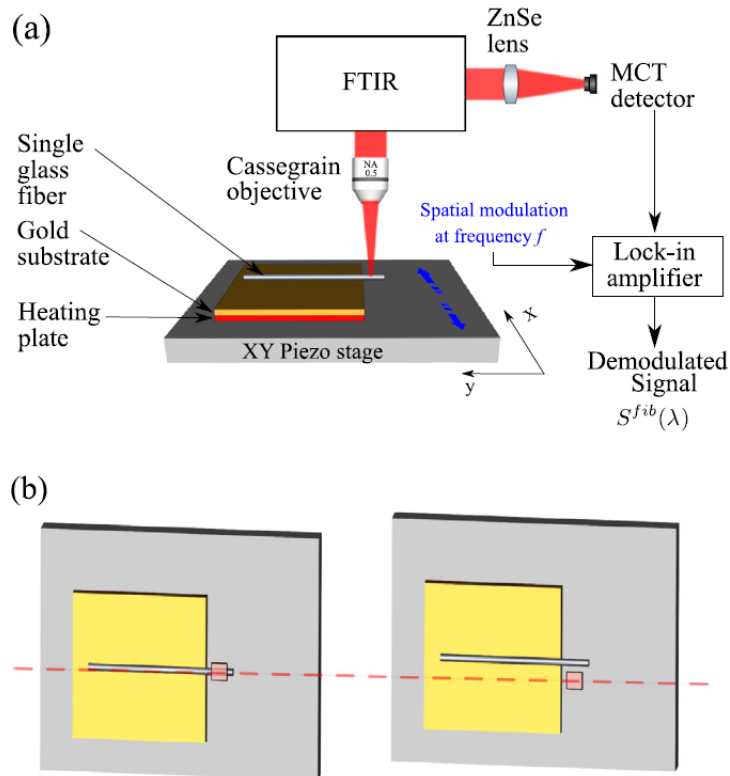
supérieur à celui des fibres généralement présentes dans la laine de verre, et est également trop important pour mettre en évidence l'éventuelle présence de phénomènes de résonance de Mie qui apparaissent dans des objets aux diamètres plus faibles que la longueur d'onde d'observation. Notre premier travail a donc consisté à étirer les fibres dans le but d'obtenir une distribution de diamètres susceptibles de produire ces résonances.

Dans son principe la méthode que nous avons mise en place est simple, la principale difficulté étant liée au faible diamètre et donc à la grande fragilité des fibres à manipuler. La fibre est suspendue à l'aide d'un mor. Son extrémité libre est attachée à un contre-poids (une rondelle d'acier) à l'aide d'un ruban adhésif. La fibre est localement chauffée à l'aide d'un laser CO<sub>2</sub> émettant à la longueur d'onde de  $10.6 \mu\text{m}$ , qui est très efficacement absorbée par le verre. Sous l'effet de ce chauffage intense localisé, le verre de la fibre se déforme sous le poids de la rondelle jusqu'à rupture de la fibre - cf. FIG.3.6. Cette manipulation crée une pointe conique avec un angle d'ouverture très faible de sorte que le diamètre dans le champ de vue du microscope soit quasi-constant.

La fibre dont le diamètre a ainsi été réduit est ensuite mise en place dans le dispositif expérimental schématisé sur la FIG.3.7. Elle est chauffée à l'aide d'une résistance chauffante maintenue à 433 K. Le rayonnement à cette température est important. Pour réduire la contribution du rayonnement produit par l'élément de chauffage, la fibre est déposée sur un substrat peu émissif en or (Au). La portion de la fibre que nous observons est suspendue dans l'air pour éviter tout couplage avec le substrat en or. La collection du rayonnement IR se fait donc dans une région où la fibre est suspendue dans l'air.

La fibre est sujette aux pertes par convection et aux échanges avec l'air le long de sa surface. Il peut donc exister des gradients de température le long de la fibre qui nous empêchent de faire des mesures quantitatives. Pour pallier ce problème, nous plaçons la zone de la fibre étudiée au plus près de l'extrémité de la plaque chauffante sans que celle-ci soit interceptée par le champ de vue de notre système de détection qui est d'environ  $30 \mu\text{m}$  de diamètre. Nous supposons que la température de la fibre est celle de la plaque chauffante, étant entendu qu'elle est probablement légèrement différente.

Une région de la fibre, de section constante dans le champ de vue du microscope (environ  $30 \mu\text{m}$  pour ce qui concerne la partie optiquement conjuguée au détecteur MCT), est choisie à l'aide d'un microscope visible. L'objectif est ensuite remplacé par un objectif à miroir (Cassegrain) ayant une ouverture numérique O.N. de 0.5. La lumière est guidée au travers d'un



**Figure 3.7 :** Schéma du dispositif expérimental de spectroscopie IR par modulation spatiale. (a) Schéma du montage expérimental de spectroscopie par modulation spatiale d'une fibre de verre. (b) Illustration de la modulation spatiale dans les deux extrêmes. A gauche, la fibre est au centre du champ de vue  $30 \times 30 \mu\text{m}$  du microscope - on mesure l'émission de la fibre mais aussi celle de l'environnement. A droite, la fibre est en dehors - on ne mesure que la contribution de l'environnement - d'après [129].

spectromètre à transformée de Fourier (FTIR) puis focalisée sur un détecteur MCT à l'aide d'un lentille en ZnSe. Une zone de  $30 \times 30 \mu\text{m}$  est alors imagée sur le détecteur dont la gamme spectrale s'étend de 6 à  $13 \mu\text{m}$ .

La position de la fibre est modulée à l'intérieur et en dehors de ce champ de vue à l'aide d'un module piézoélectrique XY sur lequel est placé l'ensemble {résistance chauffante - substrat - fibre}, voir FIG.3.7-(b). La modulation latérale de la fibre, qui s'étend sur une zone de  $80 \mu\text{m}$ , est réalisée en appliquant un signal sinusoïdal à la fréquence  $f=21 \text{ Hz}$  sur l'entrée de l'amplificateur qui contrôle le module piézoélectrique.

Le signal IR provenant de la fibre est extrait du signal environnant en démodulant le signal collecté par le détecteur à la fréquence  $f$  de modulation de la fibre. Le spectre obtenu n'est toutefois pas le spectre d'émission de la fibre puisque le rayonnement collecté est altéré par le dispositif de mesure. La fonction de transfert du dispositif de mesure est obtenue en mesurant le spectre d'un corps noir à la même température (433 K) à travers le FTIR. Ce corps noir est réalisé en déposant une suie sur un substrat à l'aide d'une flamme [132]. Son émissivité dans l'IR est estimée à 0.96. Pour obtenir le spectre de la fibre  $S^{fib}$ , le spectre mesuré par le détecteur est divisé par le spectre d'un corps noir à la même température.

### Comparaison théorie-expérience

L'analyse théorique du rayonnement de la fibre a été effectuée par Housseem Kallel. Le champ émis par une fibre dans l'angle de collection de l'objectif Cassegrain est calculé. Il est alors possible d'exprimer le spectre des fibres  $S_{th}^{fib}$  en fonction de l'efficacité d'absorption  $Q_{abs}(\lambda)$  d'une lumière non-polarisée. Ce coefficient d'absorption est calculé à l'aide de la théorie de Mie permettant de résoudre la diffusion, et l'absorption d'une onde plane dans un cylindre infini en fonction de l'angle d'incidence.

#### Approche théorique :

La puissance lumineuse monochromatique émise dans la direction  $\vec{u}_r$  et dans un angle solide élémentaire  $d\Omega = \sin\theta d\theta d\varphi$  est :

$$dP_e(\lambda) = \sigma_{abs}(-\vec{u}_r, \lambda) \mathcal{L}_{CN}(\lambda, T) d\Omega \quad (3.22)$$

avec  $\mathcal{L}_{CN}(\lambda, T)$  la luminance de corps noir et  $\sigma_{abs}(-\vec{u}_r, \lambda)$  la section efficace d'absorption.

Par définition, la section efficace d'absorption, qui équivaut à la section efficace d'émission, correspond à l'efficacité d'absorption  $Q_{abs}$  multipliée par la section géométrique d'émission  $\sigma_{géo} = LxD$ , avec  $D$  le diamètre de la fibre et  $L=30 \mu\text{m}$  la longueur de la fibre dans la zone de détection. Pour faire simple, la section efficace d'absorption d'un objet est rapportée à la section géométrique de cet objet à l'aide d'un coefficient  $Q_{abs}$  qui correspond à l'efficacité d'absorption. Initialement la loi de Kirchhoff fut énoncée pour des objets étendus, dans le régime où l'approximation de l'optique géométrique est valable. Bohren et Huffman ont cependant démontré que cette loi reste valable quelle que soit la taille des objets qui émettent [133]. La forme locale de la loi de Kirchhoff est alors que l'efficacité d'absorption (c'est-à-dire le rapport entre la section efficace d'absorption et la section géométrique) et l'émissivité sont égaux. Pour un objet résonant, il peut arriver que la section efficace d'absorption soit plus grande que la section géométrique d'absorption [134] ce qui implique une émissivité supérieure à 1 sans pour autant que l'objet qui émet soit « Super Planckien ».

La puissance collectée par le détecteur est obtenue en intégrant la puissance élémentaire sur la bande passante du détecteur et sur l'angle solide de collection (O.N.=0.5  $\rightarrow \theta_{coll} = 30^\circ$ ), on obtient donc :

$$P_{coll} \propto \int_{6\mu\text{m}}^{13\mu\text{m}} d\lambda \int_0^{2\pi} d\varphi \int_0^{\theta_{coll}} d\theta \sin\theta Q_{abs}(\theta, \varphi, \lambda) \mathcal{L}_{CN}(\lambda, T) DL = \int_{6\mu\text{m}}^{13\mu\text{m}} S^{fib}(\lambda) d\lambda \quad (3.23)$$

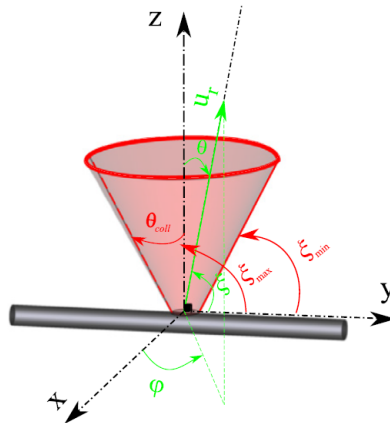
On en déduit  $S_N^{fib}(\lambda)$  le spectre normalisé par la luminance de corps noir :

$$S_N^{fib}(\lambda) \propto \int_{90^\circ - \theta_{coll}}^{90^\circ} d\xi Q_{abs}(\xi, \lambda) D \quad (3.24)$$

avec  $\xi$  l'angle d'incidence, illustré FIG.3.8 qui varie entre  $60^\circ$  à  $90^\circ$ .  $Q_{abs}(\xi, \lambda)$  est quasi constant sur cet intervalle angulaire et peut être factorisé.

$$S_N^{fib}(\lambda) \propto Q_{abs}(\xi = 90^\circ, \lambda) D \quad (3.25)$$

$Q_{abs}$  est calculé numériquement par la théorie de Mie en utilisant la permittivité complexe et l'indice optique complexe fournis par Saint-Gobain. Les résultats sont résumés sur la FIG.3.9 où l'efficacité d'absorption théorique est tracée en fonction de la longueur d'onde (axe horizontal) et du diamètre  $D$  (axe vertical).



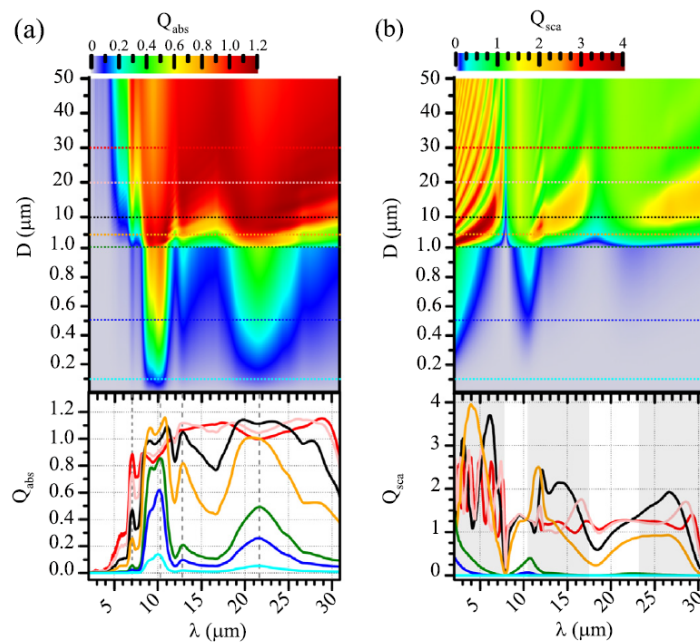
**Figure 3.8 :** Schéma de la collection IR sur une fibre et des angles associés - d'après [129].

Quelques observations peuvent être énoncées :

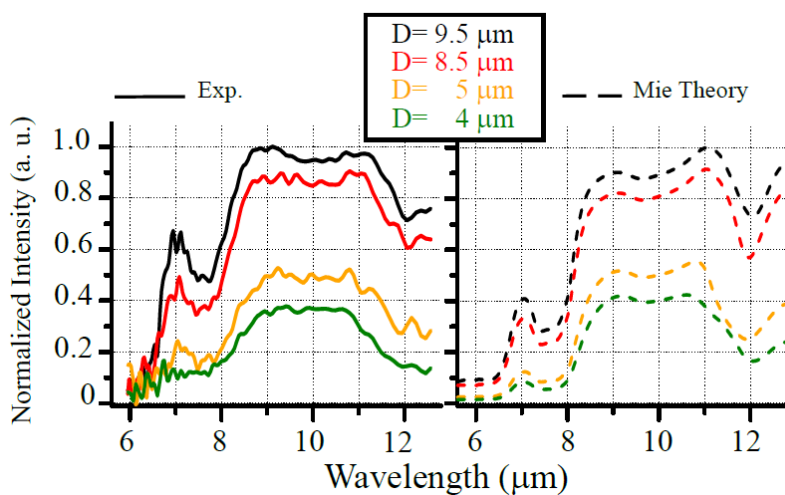
- L'absorption augmente sur l'ensemble du spectre lorsque le diamètre des fibres augmente.
- On observe des bandes d'absorption récurrentes : deux bandes principales entre 8 et 12  $\mu\text{m}$  et entre 18 et 26  $\mu\text{m}$  ; et une bande d'absorption plus faible autour de 7  $\mu\text{m}$ .
- On retrouve quatre pics d'absorption - traits en pointillé sur la FIG.3.9-(a) qui correspondent à la présence de bore (pic à 7  $\mu\text{m}$ ) et aux résonances de la silice  $\text{SiO}_2$  (pics à 10, 13 et 22  $\mu\text{m}$ ). Les propriétés d'absorption des fibres sont proches des propriétés du matériau brut.
- Dans la bande d'absorption de 8 à 12  $\mu\text{m}$ , on observe deux pics à 9 et à 10  $\mu\text{m}$ . Le pic à 9  $\mu\text{m}$  apparaît à une longueur d'onde où la partie réelle de la permittivité  $\epsilon_{re}$  est négative. Ce pic pourrait être le lieu d'une résonance de type phonon-polaritons qui se manifeste idéalement pour  $\epsilon_{re} = -1$ . Des mesures TRSTM ont été réalisées sur les fibres pour voir si ces résonances existent mais n'ont pas été concluantes.
- Les fibres de grandes dimensions ont un comportement proche du matériau bulk, ce qui semble évident puisque les résonances de Mie disparaissent lorsque les dimensions de la fibre sont plus grandes que la longueur d'onde. On retrouve une absorption du type Beer-Lambert.
- On remarque que  $Q_{abs}$  peut être plus grand que 1 pour les fibres de grandes dimensions.

#### Comparaison avec les résultats expérimentaux :

Avant de comparer les spectres expérimentaux et théoriques, il faut s'assurer que le spectre mesuré expérimentalement, FIG.3.10-(gauche), est bien un spectre d'absorption et non un spectre de diffusion qui pourrait provenir d'un rayonnement parasite diffusé par la fibre. La FIG.3.9-(b) représente le spectre de diffusion des fibres en fonction de leur diamètre. La diffusion est accentuée à 6-6.5  $\mu\text{m}$  et les fibres de 5 et 10  $\mu\text{m}$  de diamètre présentent respectivement un pic à 11.6 et 12.2  $\mu\text{m}$  ; or ces pics sont absents sur les courbes expérimentales, FIG.3.10-(gauche). On peut donc conclure que les spectres observés dans nos mesures ne sont pas des spectres de diffusion. Bien au contraire, les caractéristiques précédentes - pic d'absorption à 7  $\mu\text{m}$  et bande d'absorption entre 8 et 12  $\mu\text{m}$  - sont présentes sur les spectres mesurés. Nous avons donc bien mesuré les spectres d'émission des fibres alors que leur diamètre est parfois inférieur à la longueur d'onde sondée.



**Figure 3.9** : Efficacité d'absorption théorique  $Q_{abs}$  (a) et efficacité de diffusion théorique  $Q_{sca}$  d'une fibre dans le vide en fonction de son diamètre  $D$  et de la longueur d'onde  $\lambda$  d'une onde incidente non polarisée. L'angle d'incidence considéré est  $\xi=90^\circ$ . Les pointillés correspondent à des coupes pour des diamètres de  $D = 0.1, 0.5, 1, 5, 10, 20$  and  $30 \mu\text{m}$ . Ces coupes sont représentées dans la partie inférieure - d'après [129].



**Figure 3.10** : Comparaison entre les résultats expérimentaux et les spectres théoriques. A gauche : spectre expérimental normalisé par la valeur maximale du spectre de la fibre de diamètre  $D=9.5 \mu\text{m}$ . A droite : section efficace d'absorption normalisée - coefficient d'absorption multiplié par le diamètre de la fibre :  $Q_{abs} \times D$  - d'après [129].

En résumé, nous avons mesuré le spectre d'émission thermique de fibres de verre individuelles ayant des diamètres inférieurs à la dizaine de microns. Les spectres mesurés sont en très bon accord avec les spectres d'efficacité d'absorption calculés pour des fibres de diamètre identique. L'intensité sur l'ensemble du spectre, et donc la puissance totale rayonnée, double lorsque le diamètre de la fibre augmente de 4 à 9.5  $\mu\text{m}$ . L'utilisation des fibres de diamètre plus faible que 5  $\mu\text{m}$  permettrait de diminuer le transfert par rayonnement à condition qu'il n'y ait pas de couplage entre celles-ci et que la densité soit suffisante pour avoir un matériau macroscopique opaque.



# Conclusion

Les défaillances techniques de l'isolation thermique du parc immobilier actuel représentent un gouffre économique et environnemental. Le développement de nouveaux matériaux d'isolation ainsi que le perfectionnement des matériaux existants est un sujet d'actualité appuyé à la fois par l'action publique et par l'industrie. L'objectif affiché est de parvenir à des bâtiments plus respectueux de l'environnement en tendant vers des bâtiments passifs énergiquement RT2012 (réglementation thermique) puis RT2020. Du côté de la recherche, le projet CarISOVERRE financé par l'ANR participe à cette dynamique et a pour objectif d'apporter des outils de compréhension du transfert de chaleur dans la laine de verre pour pouvoir à terme être en mesure d'améliorer ses performances.

Ce projet dans lequel s'inscrit ma thèse propose une approche multi-échelle du transfert de chaleur dans la laine de verre. La caractérisation microscopique du transfert de chaleur par conduction et radiation entre les différents éléments qui constituent la laine de verre est un élément clé pour faire le lien entre les transferts thermiques à l'échelle d'une ou de quelques fibres de verre et le comportement macroscopique de la laine de verre.

L'objectif de ma thèse est de caractériser les phénomènes de transfert entre deux éléments de verre aux petites échelles afin de mieux cerner ce qui se passe en termes d'échanges de chaleur entre les éléments d'un matériau comme la laine de verre.

Pour cela nous avons fait le choix d'utiliser deux méthodes de caractérisation qui relèvent du domaine d'expertise du laboratoire : les sondes locales et l'optique infrarouge. Ces méthodes initialement abordées dans une thèse précédente [85] ont été perfectionnées tout au long de ma thèse.

La première méthode est une méthode thermorésistive permettant de mesurer la résistance de contact entre deux éléments de verre : une bille de verre aux dimensions micrométriques ( $\sim 20 \mu\text{m}$ ) et une surface de verre. Le but est de pouvoir mesurer avec un contrôle de distance précis à l'échelle du nanomètre la résistance de contact ou proche du contact dans une situation proche de celle rencontrée dans un milieu comme la laine de verre. La bille de verre est collée à une sonde SThM, ce qui permet de mettre en contact la bille avec la surface tout en chauffant la bille et en mesurant la température à son sommet. Cette caractérisation est réalisée sous vide - ce qui est représentatif des panneaux de type VIP - puis dans l'air où le transfert de chaleur dans l'air entre les fibres est possible - comme c'est le cas pour les panneaux d'isolation standards.

La seconde approche est une caractérisation optique du transfert de chaleur dans une fibre de verre et entre fibres de verre. Des outils de caractérisation sont développés en exploitant les propriétés optiques des fibres afin de sonder la résistance thermique de contact des fibres de verre.





## Deuxième partie

# Caractérisation de la résistance thermique de contact verre-verre par méthode SThM



# Introduction

Dans cette partie, nous nous intéressons à la mesure de la résistance thermique de contact entre deux éléments d'un isolant thermique standard ou sous vide. Ces isolants sont de la fibre de verre ou des isolants granulaires. Nous allons exploiter une sonde SThM thermorésistive modifiée pour mettre en contact deux éléments de verre tout en mesurant le courant injecté et la température. La manipulation des fibres de verre étant délicate<sup>1</sup>, une bille de verre d'une vingtaine de microns de diamètre jouera le rôle du premier élément de verre, le second sera une surface plane de verre.

La mesure de cette résistance thermique de contact dans un matériau aussi peu conducteur que le verre nécessite de bien connaître et caractériser les différents canaux de chaleur : conduction, convection, rayonnement. Pour simplifier les mesures, nous travaillerons d'abord sous vide, ce qui permet de supprimer la convection et la conduction dans la phase gazeuse. Les inconnues du problème seront alors le transfert radiatif de champ proche ou de champ lointain, la conduction dans la sonde, la bille. La caractérisation de ces canaux de transfert en fonction de la distance à la surface nous donnera accès à la mesure de la résistance thermique de contact sous vide.

Nous nous intéressons ensuite à la mesure de la résistance thermique de contact sous air ambiant. Cette mesure est un complément indispensable de la mesure sous vide car elle permet de caractériser la résistance thermique de contact dans les conditions de température et d'hygrométrie du matériel *in situ*. A l'aide des méthodes développées sous vide, nous mesurerons l'impact des pertes par convection et nous quantifierons les échanges entre la bille et le plan en fonction de la distance jusqu'au contact, de façon à pouvoir estimer la résistance thermique dans ces conditions plus complexes.

L'argumentation se divise en trois chapitres : le dispositif expérimental sera présenté dans un premier temps, puis nous traiterons des mesures réalisées sous vide, avant de nous intéresser aux mesures réalisées sous air ambiant.

---

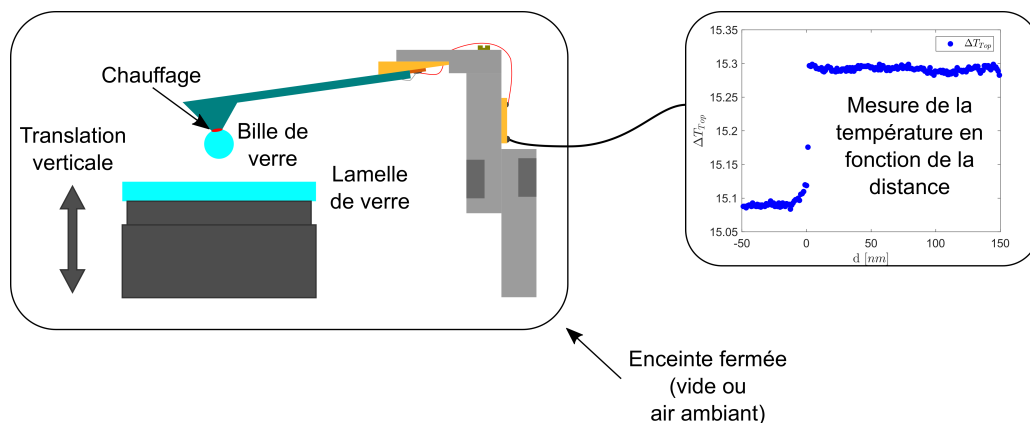
1. Par leurs dimensions élancées (diamètre  $\approx 10 \mu\text{m}$ , longueur : quelques mm), elles ont une faible raideur. Il est alors difficile de les manipuler sans qu'elles fléchissent et sont par ailleurs très sensibles aux interactions électrostatiques.



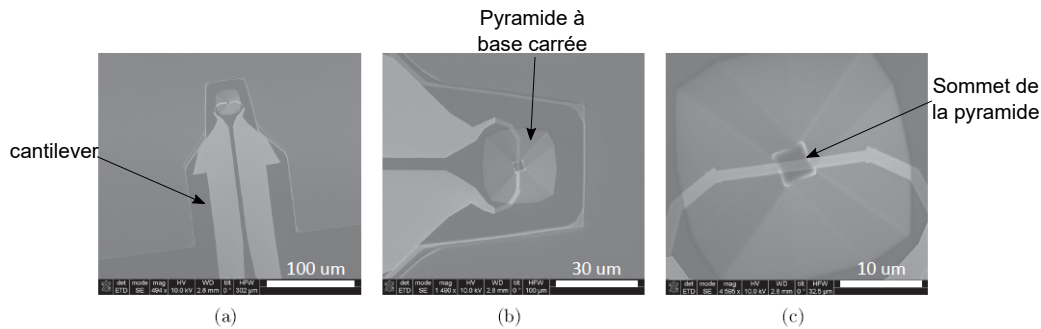
# Chapitre 1

## Présentation du dispositif expérimental

Nous voulons mesurer la résistance thermique de contact entre une bille de verre de  $20\ \mu\text{m}$  et une surface de verre. Nous collons cette bille de  $20\ \mu\text{m}$  à une sonde SThM utilisée en mode actif c'est-à-dire à la fois comme thermomètre et comme source de chaleur. La mesure de la température et de la puissance injectée au contact nous permet de déterminer la résistance thermique de contact. Pour cela, il faut d'abord identifier les différents canaux de dissipation de la chaleur à l'aide de mesures à différentes distances de la surface où la température au sommet de la bille de verre est relevée. La FIG.1.1 donne un schéma de principe de notre montage, qui fonctionne dans une enceinte fermée. Cela permet d'effectuer des mesures sous vide ou sous air. Dans les paragraphes suivants nous présenterons les différents parties du dispositif expérimental permettant de réaliser ce type de mesure.



**Figure 1.1** : Schéma de principe de la mesure thermorésistive. Une sphère de  $20\ \mu\text{m}$  de diamètre est chauffée en son sommet par une sonde SThM utilisée en mode actif. Une platine de déplacement permet d'approcher la bille de la surface de la lamelle de verre. Une instrumentation adaptée permet de mesurer la température au sommet de la bille en fonction de la distance à la surface. Cette mesure permet d'identifier les différents transferts de chaleur régissant le système ainsi que la résistance thermique de contact.



**Figure 1.2** : Image de microscopie électronique à balayage (MEB) des sondes SThM pyramidales utilisées.

## 1.1 La sonde SThM

Dans ses travaux de thèse [85], Elodie Perros avait conclu que l'utilisation de pointes SThM pyramidales tronquées facilitait le collage des microsphères. Dans la continuité de ses travaux, nous utiliserons le même type de pointes fabriquées par *Kelvin Nanotechnology (KNT)*. Ces pointes thermorésistives sont constituées d'un cantilever en nitrure de silicium  $\text{Si}_3\text{N}_4$  rectangulaire de dimension  $150\ \mu\text{m}$  par  $60\ \mu\text{m}$ , d'épaisseur  $400\ \text{nm}$  et de raideur  $0.25\ \text{N.m}^{-1}$ . Au bout de ce cantilever une pyramide à base carrée d'environ  $25\ \mu\text{m} \times 25\ \mu\text{m}$  s'élève sur une hauteur  $10\ \mu\text{m}$ . Le sommet de cette pyramide est étêté, ce qui laisse une section carrée d'environ  $4\ \mu\text{m} \times 4\ \mu\text{m}$  pour le collage de la bille de verre. La FIG.1.2 représente une image de microscopie électronique à balayage (MEB) de ces sondes.

L'élément thermo-sensible de la sonde est une couche de palladium formant une piste d'environ  $1\ \mu\text{m}$  de large qui est déposée sur le sommet de la pyramide. La résistance électrique de ce dépôt  $R_{\text{SThM}}$  varie linéairement avec la température. Sa valeur à température ambiante est de l'ordre de  $350\ \Omega$ . L'élément thermorésistif est alimenté électriquement par deux pistes en or d'une épaisseur de  $100\ \text{nm}$  déposées le long du cantilever.

### Le porte-sonde

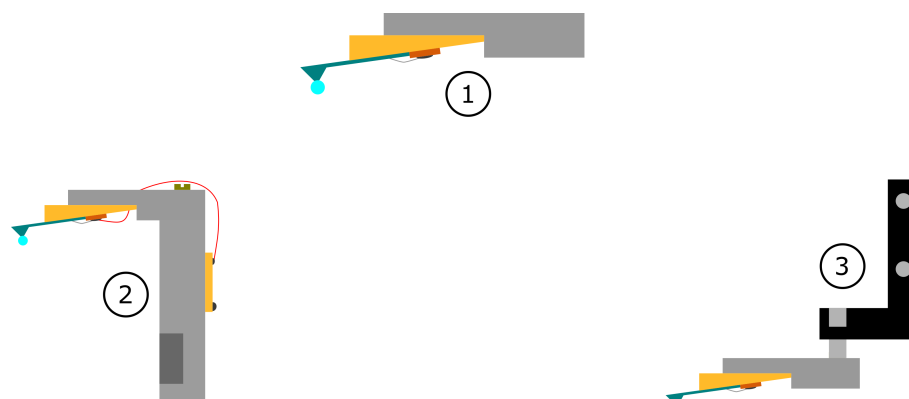
Les sondes KNT sont conçues pour une utilisation sur des systèmes commerciaux. Elles servent principalement à caractériser les propriétés thermiques de surfaces nanostructurées pendant les balayages latéraux de la pointe en mode AFM<sup>1</sup>. Il a donc fallu concevoir un porte-sonde qui nous permet, d'une part, de faire nos mesures de résistance de contact, et d'autre part, de réaliser le collage de la bille. Pour des raisons d'encombrement<sup>2</sup>, les translations sont situées sous la sonde donnant au porte sonde la géométrie d'une grue, comme le montre la FIG.1.3. Le porte-sonde est un bec en acier avec un replat, percé de deux trous afin de le fixer sur le support de déplacement. La sonde SThM est montée sur ce replat par l'intermédiaire d'un circuit imprimé, représenté en jaune sur le schéma reporté sur la FIG.1.3. Le circuit imprimé facilite la manipulation de la sonde qui est très petite, tout en assurant l'alimentation électrique de celle-ci.

L'opération de collage de la bille sur la sonde (qui sera expliquée dans la SEC.1.2.1) se fait au préalable à l'aide du système commercial pour sondes locales à balayage *WITec* (détaillé dans le paragraphe suivant). Le système *WITec* est doté de bras aimantés qui permettent de

1. Atomic Force Microscope.

2. Notre chambre à vide à des dimensions modestes.

manipuler la sonde avec précision via des moteurs piézoélectriques, une fois qu'elle est installée. Le système *WITec* étant ouvert et piloté par le haut, l'utilisation des bras *WITec* dans le montage expérimental que nous avons conçu dans une enceinte fermée, n'est pas possible pour des raisons d'encombrement.



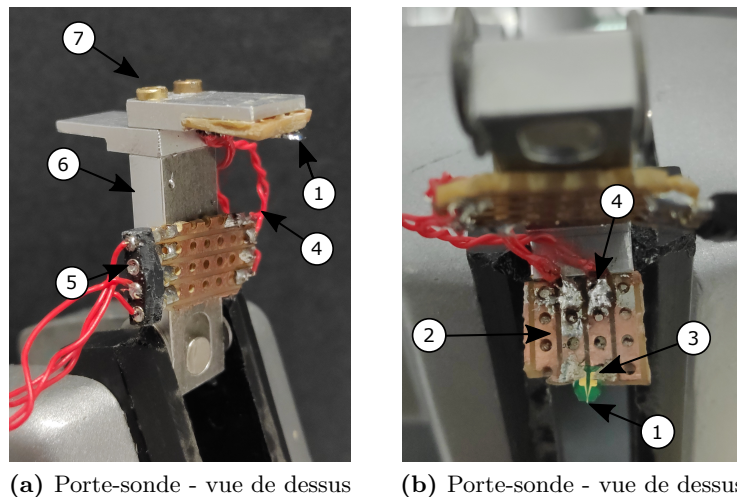
**Figure 1.3** : Schéma du porte-sonde ①, dans sa configuration « expérimentale » ② ou dans sa configuration « collage » ③.

Après le collage de la bille sur la sonde SThM il faut transférer celle-ci du système *WITec* vers notre montage expérimental. Il faut donc décoller la sonde du bras *WITec* pour la coller sur notre porte-sonde. Ces manipulations sont très périlleuses à mettre en œuvre. Dans les systèmes *WITec* la sonde est collée au porte-sonde par une rondelle aimantée. Pour coller cette sonde sur notre porte échantillon il faudrait retirer la rondelle du champ de l'aimant, puis il faudrait décoller la sonde SThM de la rondelle sans la dégrader.

Pour répondre à ces contraintes, nous avons choisi de réaliser des bras compatibles avec le système *WITec* en impression 3D. Ils permettent de manipuler notre porte-sonde à l'aide d'un aimant représenté sur la FIG.1.4b-③. Les bras *WITec* forment un angle de  $8^\circ$  avec l'horizontale afin de s'assurer que la pointe est le seul élément qui touche la surface lorsque le bras est en position basse. Pour conserver le même angle d'approche pour les expériences et pour le collage, nous avons taillé le circuit imprimé, mentionné précédemment, en biseau avec un angle d'environ  $8^\circ$ .

Le porte-sonde doit permettre de raccorder électriquement la sonde. Ceci est assuré en plaçant la sonde - ① de la FIG.1.4 - sur le circuit électrique ②. Pour la manipuler nous utilisons un instrument composé d'une pompe à vide et d'une seringue coudée. Cet instrument applique une légère succion sur le cantilever permettant de le décoller de sa boîte de stockage et de le manipuler avec aisance. La sonde est collée au circuit par de la colle cyanoacrylate de type *Super Glue*. Les deux pistes en or de la sonde SThM (évoquées précédemment) sont raccordées au circuit électrique par des plots réalisés en époxy d'argent ③. Un câblage ④ raccorde le circuit électronique à un circuit relais ⑤ placé sur le support ⑥ de déplacement. Ce circuit relais est connecté à l'électronique de contrôle et facilite le remplacement de la sonde : il suffit de désolder la connexion au niveau du circuit relais et de dévisser le porte-sonde (à l'aide des vis ⑦). De cette manière le porte-sonde et la sonde se désolidarisent du support et peuvent être remplacés aisément. L'ensemble des plans dessinés pour l'usinage du porte sonde se trouvent en ANNEXE.B.





**Figure 1.4 :** Photo du porte-sonde - vue dessus (a) - vue de dessous (b) :

- ① : Sonde SThM
- ② : Circuit imprimé
- ③ : Plots en époxy d'argent
- ④ : Raccordement électrique
- ⑤ : Circuit relais
- ⑥ : Support de déplacement
- ⑦ : Vis

## 1.2 Le collage

Le collage de petits objets à l'extrémité d'une pointe est une technique maîtrisée au sein de l'équipe. Yannick De Wilde [135] et Valentina Krachmalnicoff [136] furent les premiers à les mettre en œuvre suivis par Elodie Perros dans ses travaux de thèse [85]. Le protocole de collage des billes micrométriques sur une pointe SThM, décrit dans la thèse d'Elodie Perros, est détaillé dans les paragraphes suivants.

### 1.2.1 Présentation de l'AFM WITec

Pour le collage des billes sur la sonde SThM, nous allons utiliser un AFM (*Atomic Force Microscope*) qui permet d'effectuer des déplacements nanométriques contrôlés dans les 3 directions de l'espace (XYZ). L'appareil utilisé est un AFM-SNOM *Alpha 300S* produit par *WITec*, déjà présent au sein du laboratoire et utilisé par Elodie Perros pour ses travaux de thèse.

Cet appareil cumule les fonctions de microscopie optique de champ proche (SNOM), mais aussi les fonctions d'AFM, en particulier les fonctions de contrôle du contact et de mesure de force. Ces fonctions sont remplies à l'aide d'une diode laser (① de FIG.1.5a) et d'une photodiode à cadrans (②). Le laser est focalisé sur la sonde (③) à l'aide d'un objectif de microscope (④). La réflexion de ce laser est renvoyée sur la photodiode à cadrans. La position du spot laser sur le cadran reste inchangée lorsque la pointe est immobile. Quand la pointe rentre en contact avec le substrat, le cantilever qui la supporte fléchit ce qui entraîne un mouvement du spot qui s'éloigne de sa position initiale. Lorsqu'une pression supplémentaire est appliquée sur la pointe, le cantilever fléchit de plus en plus et le spot se translate dans une direction sur les photodiodes à cadrans. Cette fonction est généralement utilisée pour faire des mesures topologiques ou thermographique en scannant horizontalement l'échantillon placé sous la pointe. Au cours d'un balayage, la pointe

est immobile tandis que le substrat est translaté dans les directions XY à l'aide de la platine de déplacement piézoélectrique. Quand la pointe rencontre un obstacle tel qu'un creux ou une bosse, le cantilever se déforme et la position du spot sur le cadran se déplace. Une rétroaction électronique est implémentée sur la position du spot sur le cadran. Lorsque le spot se déplace, le substrat est translaté verticalement (Z) ce qui défléchit le cantilever et fait revenir le spot dans sa position initiale. En enregistrant la hauteur Z en fonction de la position (XY) on obtient une topographie de l'échantillon. De la même manière, si l'on relève la température de l'échantillon en fonction de la position, on obtient une thermographie de cet échantillon.

Dans notre cas, c'est une autre fonction de cette appareil qui nous intéresse puisque le *WITec* est équipé d'un microscope inversé placé sous l'échantillon. Il permet d'observer l'échantillon par dessous et donc de fixer une fine gouttelette de colle sur la pointe pour coller une bille sur cette pointe.

### 1.2.2 Opération de collage à l'aide de l'AFM

L'opération de collage de la bille sur la pointe, se décompose en 4 étapes à réaliser dans un laps de temps court (<20 minutes) :

#### Etape 1 : Préparation des billes

- **Le choix des billes de verre**

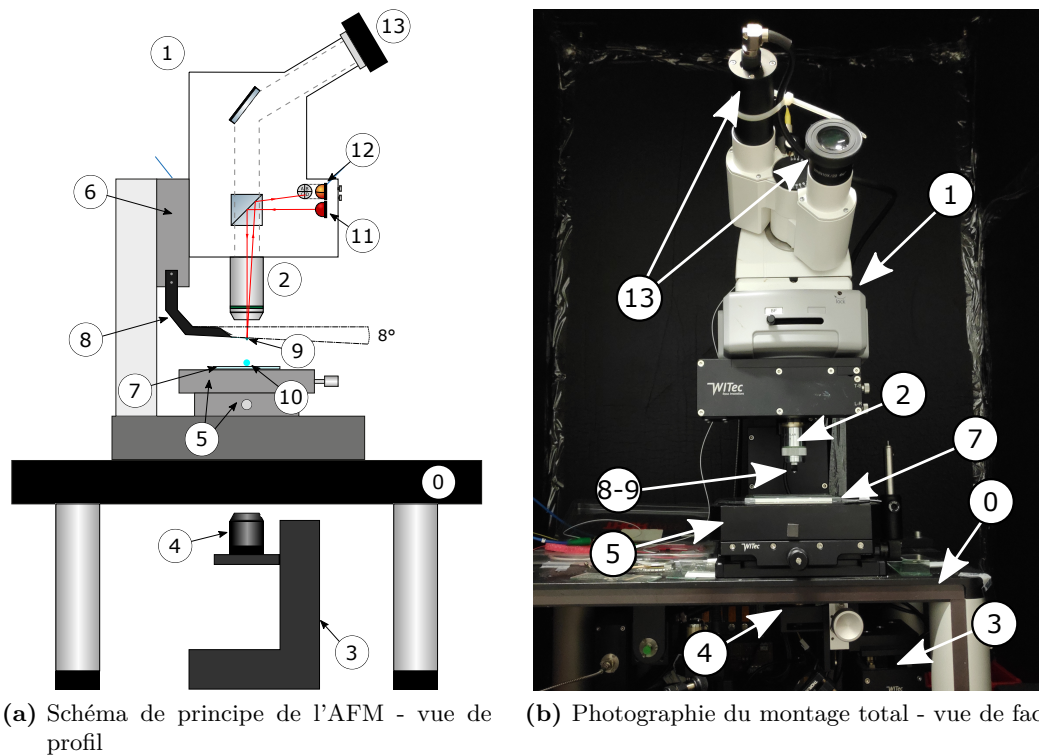
Nous utilisons des billes de verre borosilicate calibrées de chez *Duke Standards*<sup>TM</sup> distribuées par *Thermo Fischer Scientific*. Ces billes ont un diamètre de  $20.7\mu\text{m} \pm 1\mu\text{m}$  et sont vendues sous forme de poudre dans des flacons de stockage.

- **Préparation des billes :**

La première étape consiste à préparer les billes pour le collage. A l'aide d'une spatule une petite quantité de bille de verre est extraite de son flacon de stockage. Cette poudre est placée dans un microtube de type *Eppendorf* avec de l'isopropanol. Ce mélange est soniqué pendant 5 minutes afin que les billes se désagrègent et se répartissent de façon plus uniforme dans le liquide. A l'aide d'une pipette on dépose ensuite une goutte de cette solution sur une lamelle de microscope propre : les lamelles de microscope sont préalablement nettoyées dans un sonicateur avec de l'acétone puis elles sont rincées à l'isopropanol pour avoir une surface propre, sans poussière, ni résidu organique. La solution d'isopropanol s'évapore rapidement mais ne laisse pas de trace contrairement à l'acétone. On peut enfin placer la lamelle sur le porte échantillon *WITec*.

#### Etape 2 : Préparation de la colle

La deuxième étape consiste à préparer la colle. Pour cela on mélange une mesure de résine époxy pour une mesure de durcissant. A partir de ce moment nous disposons d'une vingtaine de minutes pour finir le collage avant que la colle ne soit trop dure. La résine et le durcisseur sont mélangés pendant deux bonnes minutes jusqu'à obtenir un mélange homogène. On peut alors déposer une goutte de ce mélange sur une lamelle de verre propre. A l'aide d'un fil de cuivre fin on étale la goutte d'un mouvement continu vers l'extérieur. Cette opération est répétée à plusieurs reprises, ce qui crée plusieurs trainées autour de notre goutte à la manière d'un soleil dessiné avec des rayons. Lorsque cette opération est réalisée de manière adéquate les « rayons » du soleil peuvent avoir une section caractéristique de plusieurs dizaines de microns.



**Figure 1.5 :** Schéma de principe de l'AFM et photographie du montage dans sa globalité.

① : Table anti-vibratoire

*Microscope optique droit :*

① : Statif de microscope

② : Objectif de microscope

*Microscope optique inversé :*

③ : Statif du microscope inversé

④ : Objectif de microscope

*Translations :*

⑤ : Platines de translations horizontales XY (déplacement manuel micrométrique)

⑥ : Translation motorisée verticale Z

*Partie AFM :*

⑦ : Porte-échantillon et platines piezo-électriques XYZ

⑧ : Bras amovible

⑨ : Cantilever et pointe AFM

⑩ : Microsphère en verre

*Contrôle de la flexion du cantilever :*

⑪ : Diode laser

⑫ : Photodiode quatre cadrans

*Contrôle visuel :*

⑬ : Oculaire et Caméra CCD

### Etape 3 : Application de la colle sur la pyramide

Une fois « ce soleil » réalisé avec de la colle, la lamelle de verre est placée dans le système WITec à côté de la lamelle avec les billes de verre. À l'aide du microscope droit nous cherchons une goutte de colle dont la section ne dépasse pas 40 microns. Il est très important que la goutte

soit de petites dimensions, régulière, sans bosses ni bulles pour s'assurer que l'extrémité de la pyramide soit le seul élément en contact avec la colle. Dans le cas contraire, il est possible que la colle se fixe sur d'autres parties du montage : la sonde, le cantilever, le porte-sonde etc. ce qui rendrait la sonde inutilisable. La colle est un liquide visqueux et facilement déformable. Le contact de la sonde avec la colle est « doux<sup>3</sup> » ce qui le rend difficilement détectable par un système de rétroaction d'AFM tel que le nôtre. Pour éviter que la pyramide ne soit totalement recouverte de colle après avoir été plongé trop profondément dans celle-ci, il n'est pas possible d'utiliser le laser de déflexion couplé à une rétroaction pour cette étape.

La solution est d'utiliser le microscope inversé. A l'aide des deux microscopes on se focalise sur la goutte sélectionnée. La pointe est approchée doucement en contrôlant la distance entre celle-ci et l'interface colle/air à l'aide du microscope inversé. Lorsque la pointe entre en contact avec la colle, la colle se déforme légèrement ce qui est visible au microscope inversé<sup>4</sup>. A ce moment l'approche est arrêtée et la sonde est rétractée pour procéder à l'étape de collage.

#### Etape 4 : Sélection et collage de la bille

La pointe est rétractée jusqu'à la retirer du champ de vue du microscope droit. Cela permet de la protéger en la plaçant loin de la surface. Une bille est ensuite sélectionnée à l'aide du microscope en privilégiant une bille isolée nous permettant un accès sans encombre à la sonde car il faut éviter à tout prix qu'une autre bille de verre se colle sur la sonde à un endroit non souhaité. Une fois la bille sélectionnée, la sonde est replacée dans le champ de vue du microscope droit.

L'étape suivante est réalisée à l'aide du microscope inversé pour deux raisons. La première est que la pointe cache la bille lorsque l'observation se fait par le haut à l'aide du microscope droit. Or on ne connaît que la position approximative de la bille. D'autre part, une approche automatisée serait trop brusque et ferait bouger la bille sur le côté de la sonde ou l'éjecterait totalement. La distance bille-pointe est donc contrôlée à l'aide du microscope inversé, mais la détection du contact avec la bille se fait par le microscope droit. Lorsque la pointe entre en contact avec la bille, elle se relève légèrement et sort du plan focal de l'objectif du microscope droit, ce qui rend son image légèrement floutée. C'est à ce moment qu'on arrête l'approche en laissant la pointe tronquée de la sonde en contact avec le sommet de la bille via une micro-goutte de colle comme cela est illustré par la FIG.1.6. Aucune action n'est menée pour un minimum de 48h. Après 48h on procède à l'opération de décollage de l'ensemble (Bille + Sonde) en vérifiant que la bille se décolle bien de la surface à l'aide du microscope inversé.

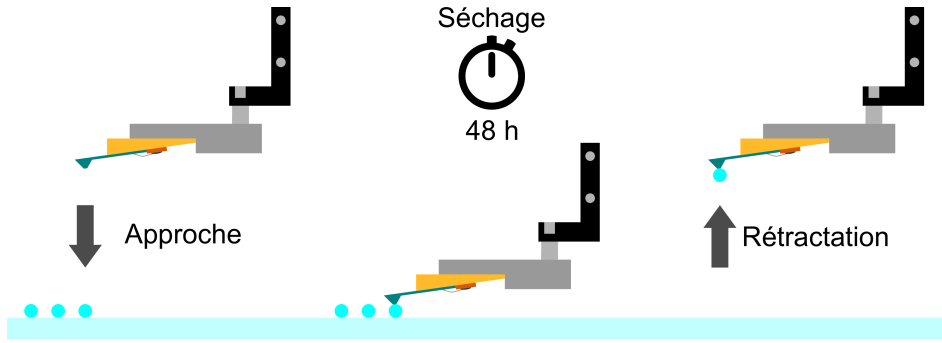
### 1.3 Mesure de la résistance électrique de la sonde SThM

La sonde utilisée est une sonde thermorésistive. Nous avons vu précédemment (voir PART.I SEC.2.2.1) que la mesure de la température de ces sondes SThM est obtenue par la mesure de la résistance électrique de l'élément en palladium ( $R_{SThM}$ ) situé au bout de la pointe. Nous devons donc utiliser une électronique permettant de mesurer le plus fidèlement possible cette résistance  $R_{SThM}$ . En métrologie, deux familles d'électronique de mesure de résistance électrique se distinguent. La première est la méthode différentielle. Un amplificateur compare la tension aux bornes de la résistance inconnue à la tension aux bornes d'un potentiomètre. La valeur de la résistance est déterminée en asservissant la valeur du potentiomètre sur le signal de l'ampli-

---

3. Par opposition au contact avec un solide non déformable qui entraîne une déformation immédiate et brusque du cantilever.

4. Dans certains cas on peut voir le replat carré de la pyramide



**Figure 1.6** : Schéma du protocole de collage de la bille micrométrique sur la sonde SThM. La sonde engluée est mise en contact avec la bille par des translations piézoélectriques. Un séchage de 48h est réalisé lorsque la bille est en contact avec la sonde. Après 48h l'ensemble  $\{Bille+sonde\}$  peut être rétracté.

ficateur. Le but est d'obtenir une tension aux bornes du potentiomètre égale à la tension aux bornes de la résistance. Cette méthode est utilisée par [87, 137].

La deuxième méthode est la mesure par pont de Wheatstone. Un pont de Wheatstone est composé de quatre résistances réparties sur deux bras : un bras de référence et un bras de mesure. Le bras de référence est composé de deux résistances connues dont une résistance variable ( $R_2$  et  $R_3$  sur la FIG. 1.7). Le bras de mesure comporte une résistance connue ( $R_1$ ) et la résistance que l'on cherche à déterminer ( $R_x$ ). En faisant varier la valeur de la résistance variable  $R_3$  de manière à annuler la tension  $V_{AB}$  appliquée aux bornes de ces deux bras, on peut aisément déterminer la valeur de la résistance inconnue par un diviseur de tension :  $R_x = \frac{R_1 R_3}{R_2}$ . Si les résistances  $R_1$  et  $R_2$  sont identiques, le pont est symétrique et  $V_{AB}$  est nulle lorsque que  $R_x$  vaut  $R_3$  : le pont est alors équilibré.

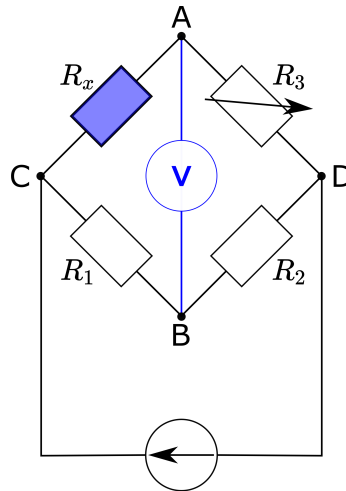
Notre montage expérimental utilise un pont de Wheatstone pour la mesure de  $R_{SThM}$ . Dans le paragraphe suivant nous décrirons en détail l'électronique du pont utilisé.

### 1.3.1 Le pont de mesure

Nous souhaitons utiliser la sonde en mode actif c'est-à-dire de l'utiliser simultanément pour mesurer la température et pour chauffer l'échantillon. Pour cela nous utilisons un dispositif de mesure basé sur un pont de Wheatstone et la méthode du zéro, une méthode qui consiste à garantir l'équilibre du pont [138]. Ce dispositif (qui a déjà été utilisé dans la thèse d'Elodie Perros [85]) a été développé au Laboratoire National de métrologie et d'Essais (LNE) par Wilfrid Poirier et Dominique Leprat. Pour avoir la meilleure mesure possible, il satisfait aux critères suivants :

- être capable d'avoir la meilleure sensibilité pour la mesure de la valeur de  $R_{SThM}$
- permettre de mesurer des résistances entre 250 et 400  $\Omega$
- délivrer de faibles courants (inférieurs à 2.2-2.4 mA) permettant le chauffage par effet Joule de la sonde tout en garantissant l'intégrité de l'élément résistif en palladium qui pourrait brûler avec des courants trop importants.

La mesure est basée sur la méthode du zéro. La valeur d'un potentiomètre est ajustée pour garantir au mieux l'équilibre du pont. Pendant les mesures, la valeur de  $R_{SThM}$  varie sous l'effet des changements de températures. Il est plus commode de mesurer la tension  $V_{AB}$  que d'asservir



**Figure 1.7 :** Schéma de principe de mesure de résistance électrique par pont de Wheatstone. La mesure de la tension  $V_{AB}$  aux bornes du bras de référence  $\widehat{ADB}$  et du bras de mesure  $\widehat{ACB}$  permet de déterminer la résistance inconnue  $R_x$ .

la valeur du potentiomètre. Cette tension est mesurée par détection synchrone dont le principe est détaillé dans la PART.I SEC.3.2.2. Cette tension est extraite tous les trois temps d'intégration de la détection synchrone grâce à un convertisseur analogique/numérique *National Instruments USB-6001* qui échantillonne le signal de sortie ( $\pm 7.5V$ ) sur 14 bits. La valeur de  $R_{SThM}$  (EQ.1.1) est déterminée en mesurant le rapport  $\gamma = \frac{V_{AB}}{V_{AC}}$  entre la tension aux bornes du bras de mesure  $V_{AB}$  et la tension  $V_{AC}$  du faible courant alternatif injectée dans le pont de Wheatstone, voir la FIG.1.8. C'est ce courant alternatif qui sert de référence pour la détection synchrone.

$$R_{SThM} = \frac{360(400 - 160\alpha) - 377600\gamma}{360 + 800\gamma} \quad (1.1)$$

Lorsque le pont est parfaitement équilibré,  $\gamma=0$  donc  $R_{SThM} = 400 - 160\alpha$ .

#### Quelques précisions sur le pont de mesure :

- Les 4 résistances du pont sont : la thermistance de la sonde SThM,  $R_{SThM}$ , des résistances de précision Vishay<sup>5</sup> de valeurs connues, et un potentiomètre, dont la variable d'ajustement  $\alpha \in [0, 1]$  permet d'équilibrer le pont. Il est conçu pour équilibrer une résistance de  $320 \Omega$  lorsque le potentiomètre est au milieu de sa gamme de  $20 \text{ k}\Omega$  lorsque  $\alpha=0.5$ .
- Les câbles menant de la sonde SThM, située dans la chambre à vide, jusqu'au pont sont de l'ordre du mètre. Leur résistance peut potentiellement varier en fonction de la température obligeant à prendre des précautions pour limiter l'impact de la résistance de ces câbles :
  - La pointe SThM est câblée en « pseudo quatre-fils » : les polarités  $\oplus$  et  $\ominus$  de la thermistance sont dédoublées. Les polarités opposées sont regroupées et chaque paire est torsadée pour diminuer le bruit ;
  - Deux résistances de  $80 \Omega$  sont implémentées en parallèle du câblage. Leur but est de contrer l'impact d'éventuelle résistance de câble.

5. Les résistances de la marque Vishay sont connues pour être précises (tolérance  $\pm 0.01\%$ ) et stables en température (coefficient de température  $\pm 2 \text{ ppm}^\circ\text{C}$ ).

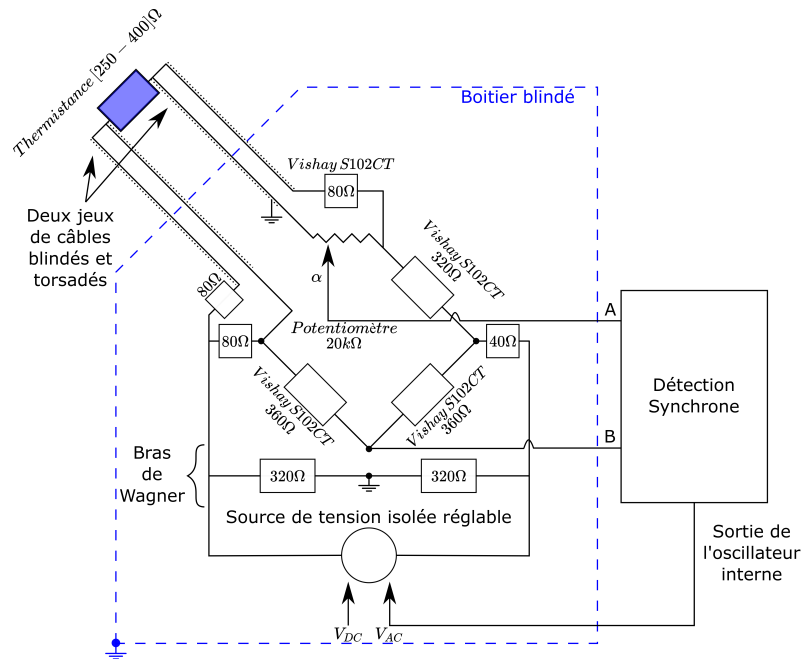
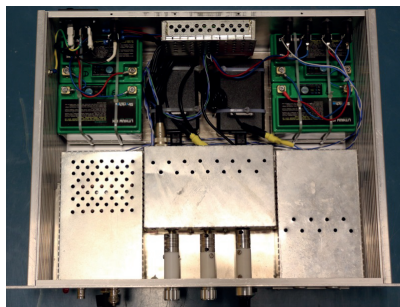


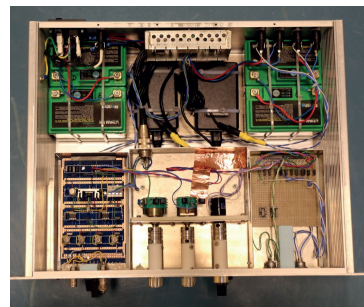
Figure 1.8 : Schéma électronique : pont de Wheatstone et système de détection



(a) Vue extérieure du pont de mesure



(b) Vue intérieure



(c) Vue intérieure complète

Figure 1.9 : Photos de l'électronique de contrôle

- Le bras de Wagner assure la mise à la masse des extrémités A et B du pont lorsque celui-ci est équilibré. Il écranne les éventuelles fuites résistives et capacitives qui fausseraient la mesure.

*Caractérisation de la laine de verre : Etude des transferts de chaleur entre fibres de verre à l'échelle micrométrique*



- Le pont est alimenté par une source de tension réglable et isolée du secteur fonctionnant sur batteries rechargeables.

Pour pouvoir utiliser la pointe SThM en mode actif notre source de tension somme une tension continue ( $V_{DC}$ ), provenant d'un générateur courant/tension *Yokogawa - GS200*, avec une tension alternative provenant de l'oscillateur interne de la détection synchrone ( $V_{pp}=2.7$  V,  $f=873$  Hz). Le courant généré par la source continue - de l'ordre de 0.5 mA - induit un chauffage de l'élément résistif par effet Joule. Une attention particulière est portée sur le courant injecté pour ne pas imposer un courant trop important à la sonde.

En résumé, la tension aux bornes AB du pont de Wheatstone est relevée à l'aide d'une détection synchrone démodulant à la pulsation  $\omega$  et d'un convertisseur analogique/numérique permettant de déterminer la valeur de  $R_{SThM}$ . Néanmoins une correspondance entre résistance électrique  $R_{SThM}$  et température mesurée doit être établie, ce qui fait l'objet du paragraphe suivant.

### 1.3.2 Calibration du système {sonde + bille}

Pour procéder à des mesures de température quantitatives, le système {sonde + bille} doit être calibré en température. Cela nous permet de connaître la variation de la résistance électrique de la sonde en fonction de la température. Pour s'assurer d'avoir un environnement dont la température est connue et contrôlée, une étuve a été conçue. Elle se compose d'une boîte en aluminium (bon conducteur de chaleur) chauffée ou refroidie à l'aide d'un élément Peltier. Cet élément Peltier doté d'une thermistance a préalablement été calibré en température afin d'établir une correspondance entre la valeur de la thermistance et la température de sa face supérieure. La chaleur imposée par l'élément Peltier diffuse rapidement dans l'aluminium et impose une température à l'enceinte dans laquelle est située la sonde. Cette enceinte et l'élément Peltier sont isolés de l'extérieur par deux isolants, de la laine de verre et du carton, ce qui est illustré sur la FIG.1.10.

Pendant la durée de la mesure, la thermistance située à l'intérieur de l'élément Peltier est maintenue à une valeur de consigne à l'aide d'une rétroaction sur la tension appliquée aux bornes de celui-ci. La valeur de la thermistance de la sonde SThM,  $R_{SThM}$ , est relevée 40 minutes après le début du chauffage. Ce temps est supérieur au temps caractéristique de conduction dans l'air qui est de l'ordre de quelques minutes pour une enceinte  $5 \times 5 \times 5$  cm<sup>3</sup>, permettant de considérer que l'ensemble des éléments situés à l'intérieur de l'étuve sont à la température mesurée par le thermocouple. La courbe de calibration obtenue (voir FIG.1.11) est approximée par une fonction affine, ce qui nous permet de déterminer le coefficient de variation de  $R_{SThM}$  en fonction de la température. Pour les expériences que nous avons menées sur différentes sondes, nous avons mesuré que ce coefficient varie entre 0.48 et 0.74  $\Omega.K^{-1}$  en fonction des montages (*sonde + collage + bille*).

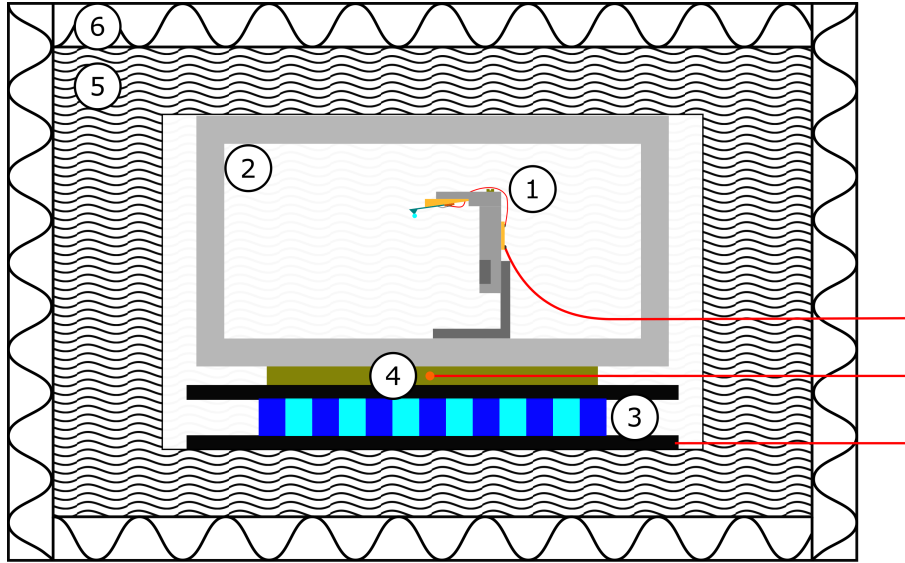
## 1.4 Chambre à vide et dispositif d'approche

Cette partie présente les caractéristiques mécaniques de notre système d'approche fonctionnant sous vide et son pilotage.

### 1.4.1 Chambre à vide

Nous avons utilisé une chambre à vide qui fût conçue sur mesure pour des travaux précédents sans aucun lien avec mon travail de thèse. Un schéma de cette chambre est présenté sur la FIG.1.12. Elle est composée d'une armature principale et de 5 parois amovibles munies





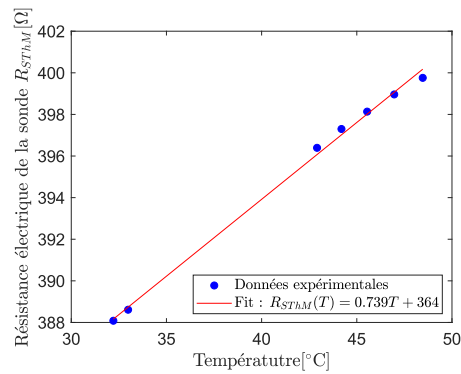
**Figure 1.10** : Schéma de l'étuve permettant la calibration en température de la sonde SThM. La sonde SThM (1) est placée dans une première enceinte en aluminium (2). Cette enceinte chauffée ou refroidie par un élément Peltier (3) à pour but d'imposer une température uniforme à l'air qu'elle contient, la température est mesurée par un thermocouple (4). L'élément Peltier et l'enceinte en aluminium sont isolés de l'extérieur par de la laine de verre (5) et une boîte en carton (6).

de joints toriques. Ces parois amovibles sont dotées de passages électriques étanches de type *LEMO* pour permettre le branchement d'instruments de mesure et l'alimentation des moteurs piézoélectriques. La paroi supérieure est percée d'un hublot, ce qui permet une observation de la pointe SThM à l'aide d'un microscope. Les dimensions extérieures sont d'environ  $15\text{ cm} \times 15\text{ cm} \times 15\text{ cm}$ , l'espace utile à l'intérieur est de l'ordre de  $10\text{ cm} \times 10\text{ cm} \times 10\text{ cm}$ . L'étanchéité entre les parois amovibles et la structure est assurée par des joints en viton.

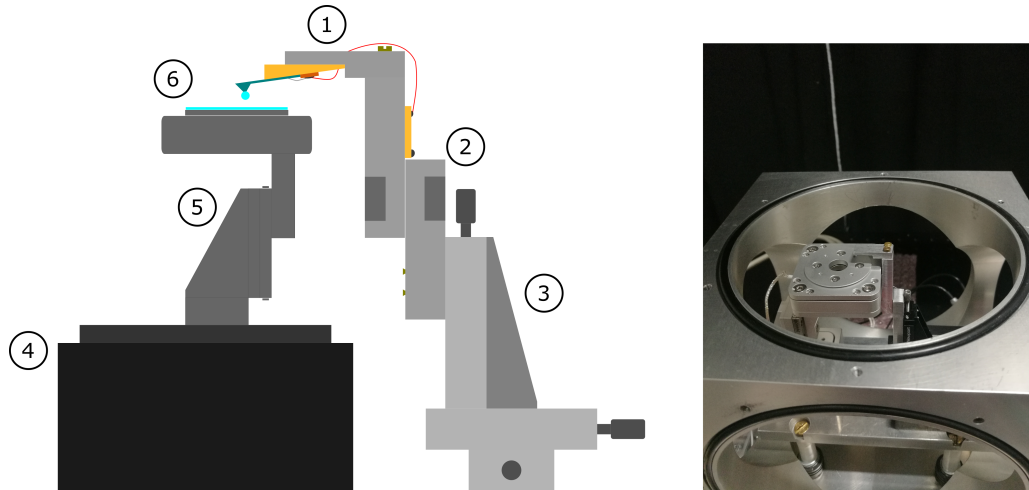
La chambre à vide est branchée sur une pompe turbo-moléculaire *Pfeiffer Vacuum HiCube 80 Eco Turbo pumping*. Cette pompe, qui est composée d'une pompe primaire et d'un turbo, est capable d'atteindre un vide secondaire  $\simeq 10^{-6}\text{ mbar}$  en quelques heures. Pour réduire les vibrations transmises de la pompe à la chambre à vide nous avons désolidarisé le turbo de la pompe primaire qui est la principale source de vibration.

#### 1.4.2 Les platines de déplacement piézoélectriques

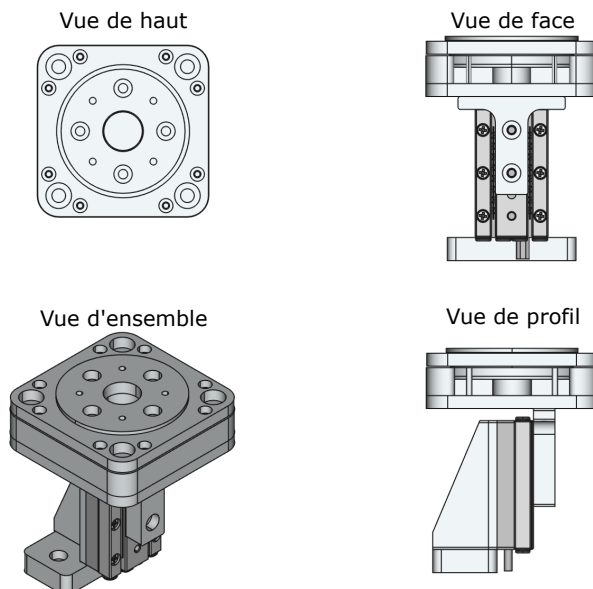
La mise en contact de deux éléments dans les expériences utilisant une sonde SThM requiert la capacité de se déplacer aussi bien sur de grandes distances que sur des distances très courtes, le tout avec une précision de quelques nanomètres. Pour remplir ce cahier des charges, nous sommes équipés de deux types de platine de déplacement piézoélectrique dont les caractéristiques sont résumées dans le TAB.1.1. Pour les déplacements nécessitant une précision nanométrique nous avons choisi une platine de déplacement piézoélectrique continue unidirectionnelle *PZ38SG* de *Piezosystem Jena* ayant une course de  $32\text{ }\mu\text{m}$  en boucle fermée. Pour ces platines nous avons préféré une mesure de position par capteur résistif (Strain Gage - SG) plutôt qu'un capteur capacitif. Ce choix est motivé par le fait qu'un capteur capacitif fonctionne comme un condensateur : il est possible qu'il y ait des tensions supérieures à la tension de claquage lorsque celui-ci est employé à des pressions différentes de sa pression de fonctionnement. Pour



**Figure 1.11 :** Courbe de calibration de l'ensemble : sonde SThM et sphère. Les données expérimentales (points bleus) sont approximées par une courbe de tendance affine (en rouge) d'équation :  $R_{SThM}(T) = 0.739T + 364\Omega$



**Figure 1.12 :** Illustration du montage complet à gauche. La pointe et le porte-sonde ① sont aimantés sur une translation manuelle 3 axes *Newport MS-125-XYZ* ③ à l'aide d'un bras intermédiaire ②. La partie mobile est constituée d'un moteur piézoélectrique continu *PZ38SG* et de moteurs piézoélectriques *SmarAct SLC1720* et *SR4011*. Une lamelle de verre est déposée sur cette dernière rotation ⑥. À droite, photo du montage *in situ* lorsque la chambre à vide est ouverte.



**Figure 1.13** : Platine de déplacement piézoélectrique SmarAct. Elle est composée d'un moteur piézoélectrique *SL1720* permettant une translation dans la direction Z et d'une platine de rotation d'axe Z : *SR4011*.

les approches sur de longues distances (dites approches « grossières ») notre choix s'est porté sur un moteur piézoélectrique de type slip-stick *SmarAct SLC1720*. Ces deux platines sont conçues et calibrées pour fonctionner sous vide secondaire (HV :  $10^{-6}$  mbar).

Modèle	Type de déplacement	Course	Résolution
<i>PZ38SG</i>	Continu	Boucle fermée : $32\mu\text{m}$ Boucle ouverte. : $38\mu\text{m}$	Boucle fermée : $0.7\text{nm}$ Boucle ouverte : $0.08\text{nm}$
<i>SmarAct SLC1720</i>	Moteur - stick slip	12mm	

**Table 1.1** : Résumé des caractéristiques des translations piézoélectriques

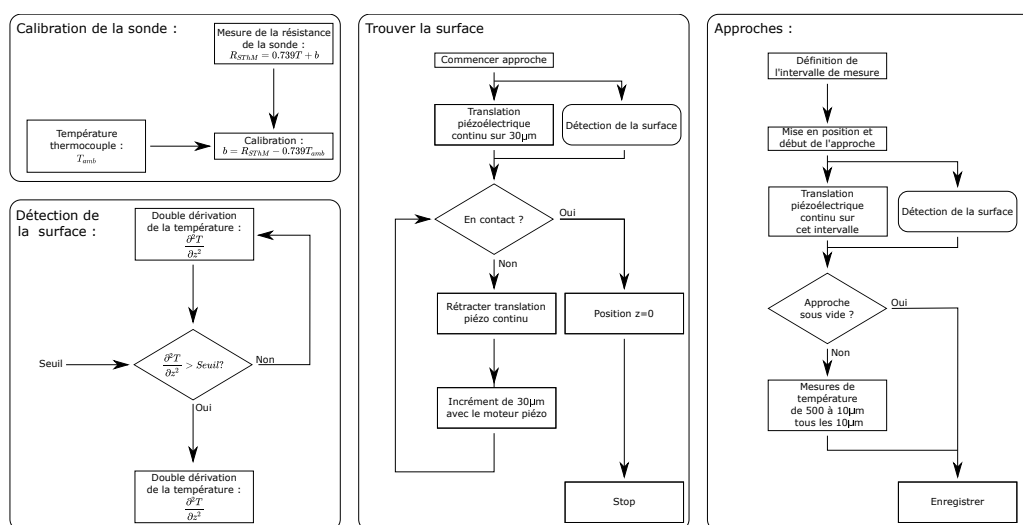
Le deuxième critère à prendre en compte est l'encombrement. Notre chambre à vide ayant des dimensions modestes, il nous faut un système compact. Nous avons choisi de déplacer la surface plutôt que la sonde pour avoir un système compact et pouvoir intégrer une rotation supplémentaire avec un moteur rotatif piézoélectrique slip-stick d'axe Z : modèle *SR4011* de *SmarAct*. Ceci nous donne un degré de liberté supplémentaire dans l'éventualité de faire des mesures de résistance de contact entre fibres. Une vue d'ensemble de ces deux translations est donnée sur la FIG.1.13. Cet ensemble est vissé directement sur la platine de déplacement piézoélectrique *PZ38SG* qui est elle-même fixée à notre boîte à vide illustrée sur la FIG.1.12

Les électroniques de contrôle des platines de déplacement *SmarAct MCS-3CC-USB* et *Piezosystem Jena NV 40/1 CLE* sont respectivement pilotables par USB ou RS232. Des drivers *C* et *LabVIEW* sont disponibles pour les deux électroniques. Les drivers *C* des électroniques *Piezosystem Jena* sont cependant déjà compilés restreignant la programmation. Notre choix s'est porté sur un contrôle par le logiciel *LabVIEW* de *National Instruments* afin d'intégrer directement la lecture de la tension  $V_{AB}$  à notre programmation qui est aussi mesurée par un module *National Instruments*. Les lignes directrices de cette programmation sont détaillées dans la partie suivante.

### 1.4.3 Contrôle de distance et détection du contact : Lignes directrices de la programmation LabVIEW

Notre programme *LabVIEW* doit remplir deux fonctions principales : détecter la surface, pour définir le zéro, et réaliser des approches par rapport à cette position de référence tout en mesurant la température, le courant injecté et la position de la pointe. Ces deux fonctions nécessitent des gammes de déplacements différentes. La détection de la surface se fait sur plusieurs centaines de microns alors que les mesures se font sur quelques microns. La programmation emploie donc deux stratégies différentes détaillées ci-dessous.

Lorsque la pointe est mise en place dans la boîte à vide, sa position est ajustée grossièrement à l'aide d'une translation verticale manuelle et du microscope. Cependant la distance bille-surface rémanente est de plusieurs centaines de microns. Pour trouver la position de la surface, il faut donc balayer cette espace en veillant à ne pas casser la pointe. Des vitesses de déplacement trop importantes ou des sauts de trop grande amplitude sont à proscrire. Pour ces raisons, la détection de position de la surface ne peut pas se faire en utilisant uniquement le moteur piézoélectrique *SmarAct*. La procédure de mise en contact est la combinaison d'un balayage continu et d'un saut. Dans un premier temps la platine piézoélectrique continue balaye sa course ( $30\ \mu\text{m}$ ). Si le contact n'est pas détecté, la platine se rétracte entièrement et un saut de  $30\ \mu\text{m}$  est réalisé à l'aide du moteur *SmarAct*. La sonde est alors  $30\ \mu\text{m}$  plus proche de la surface et le système est prêt à faire un balayage sur les  $30\ \mu\text{m}$  suivants et ainsi de suite jusqu'au contact. Cette procédure est illustrée FIG.1.14. Se pose maintenant la question de la détection du contact.

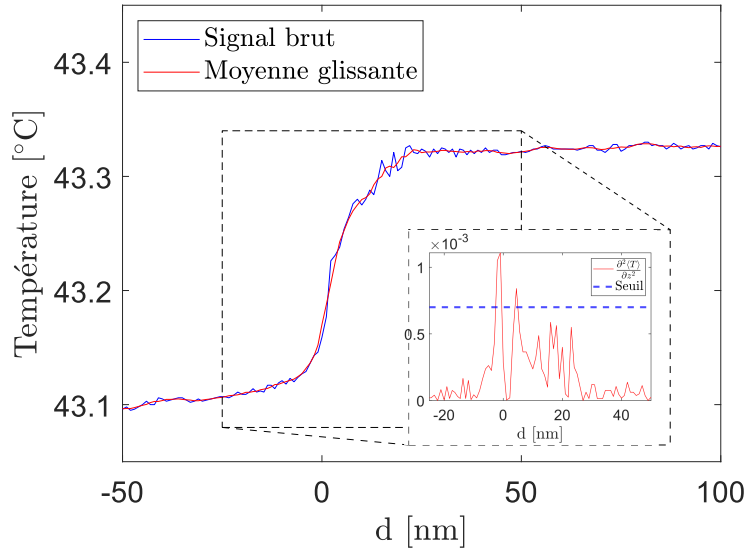


**Figure 1.14** : Séquences de programmation implémentées dans LabVIEW. Elles permettent de : calibrer la sonde à chaque expérience, trouver la surface et établir le zéro, enregistrer la température, le courant injecté et la position de la pointe pendant les approches.

Concernant la détection du contact, notre système, contrairement aux systèmes classiques (comme le *WITec* détaillé à la SEC.1.2.1), ne permet pas l'utilisation d'un laser de déflexion qui contrôlent les cantilevers d'AFM. Cela nous permet de travailler dans les conditions optimales dites de « *Dark Mode* » décrites par [139, 140] mais complexifie la détection du contact : il nous faut trouver un nouvel indicateur.

Nous avons fait le choix d'une détection du contact basée uniquement sur la mesure de température. Nous nous sommes appuyés sur les travaux préliminaires d'Elodie Perros [85] et

sur les différentes études d'approches pour trouver un facteur discriminant [114, 139, 140]. Dans l'ensemble de ces études, que ce soit les études sous vide ou à l'air, le contact se distingue par une rupture de pente abrupte sur la courbe de température (les raisons de cette rupture de pente seront expliquées dans les sections suivantes, SEC.2.3 et 3.3).



**Figure 1.15** : Evolution de la température au contact et dérivée seconde de la température

Pour détecter ce changement de pente, nous dérivons deux fois le signal mesuré. De cette manière, la rupture de pente se manifeste par un pic. En pratique nous mesurons deux pics car nous avons deux ruptures de pente de part et d'autre du saut. La détection du contact se fait par seuillage, la dérivée seconde du signal est comparée à une valeur seuil, voir FIG.1.15. Lorsque cette valeur seuil est dépassée, la condition de contact est déclarée « vraie ». La double dérivation est sensible au bruit. Pour que la condition de contact ne soit pas déclenchée par le bruit, nous procédons d'abord à un lissage du signal en utilisant une moyenne glissante sur 5 points avant de dériver deux fois ce signal.

Une fois la position de la surface enregistrée, nous pouvons procéder à des approches sur un intervalle donné. Il est alors possible de paramétrer la distance d'approche sur une distance maximum de  $32 \mu\text{m}$ . Lorsque la procédure est lancée, la platine piézoélectrique continue se rétracte rompant le contact. La position de départ est ajustée dans une gamme de  $32 \mu\text{m}$  par le moteur piézoélectrique : l'approche peut commencer. Cette approche se fait uniquement sur la course de la translation piézoélectrique continue. La vitesse de cette approche est elle aussi paramétrable. La température mesurée, la position de la pointe et le courant injecté sont collectés tout au long de l'approche. Pendant cette étape, la détection de surface est possible mais optionnelle. Pour les approches à l'air ambiant des mesures supplémentaires peuvent être prises tous les 10 microns de  $500 \mu\text{m}$  à  $10 \mu\text{m}$  de la surface. L'ensemble des données (mesure de tension  $V_{AB}$  et température  $T$ , distance bille surface, la puissance injectée) est sauvegardé dans un fichier au format *txt*. Un aperçu de la fenêtre de contrôle est donnée sur la FIG.1.16

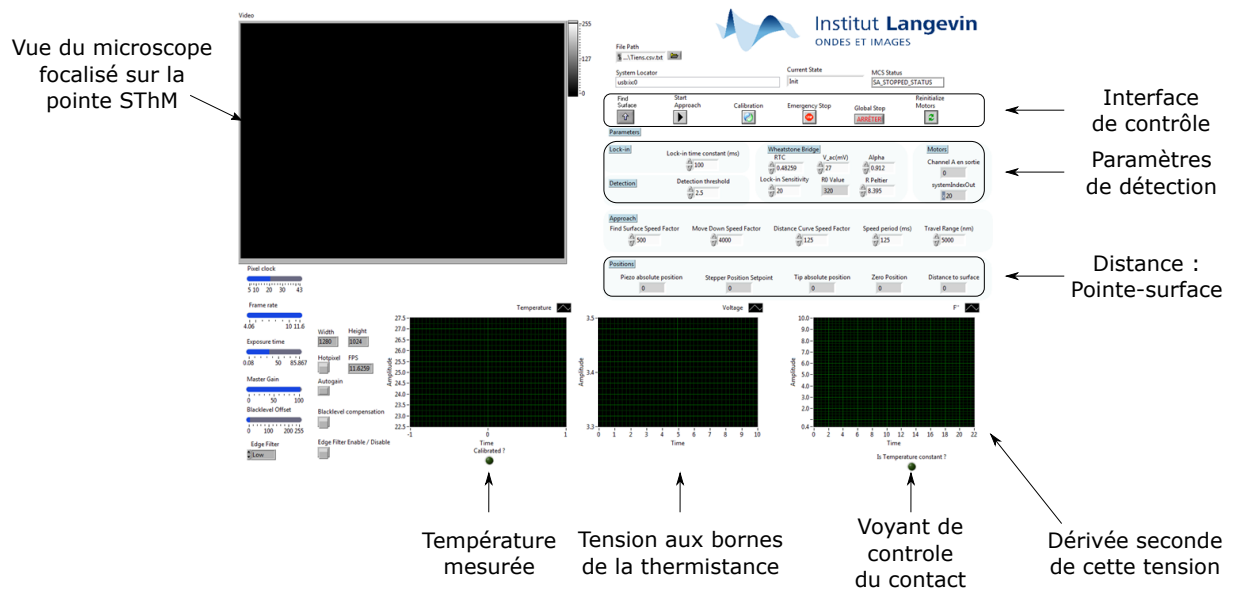


Figure 1.16 : Interface Labview pour les mesures.



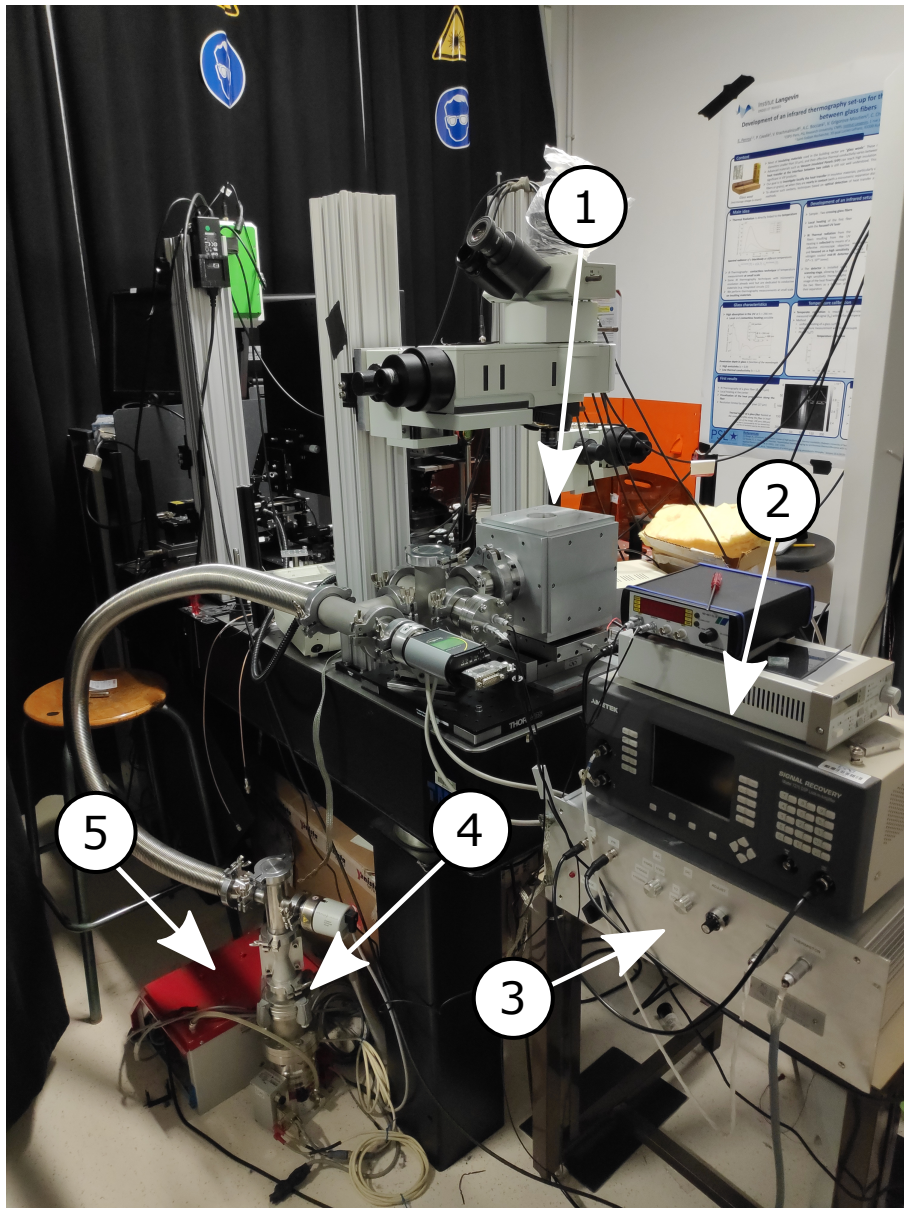


Figure 1.17 : Vue d'ensemble du dispositif :

- ① : Chambre à vide
- ② : Détection synchrone
- ③ : Pont de mesure
- ④ : Pompe à vide - Turbo
- ⑤ : Pompe à vide - Pompe primaire

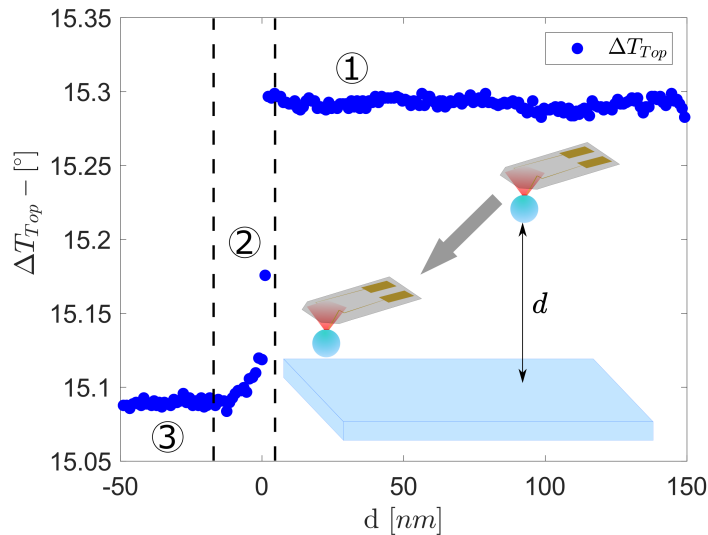
## Chapitre 2

# Mesure de la résistance de contact par approche sous vide

### 2.1 Principe de la mesure sous vide

Pour se prémunir des phénomènes de conduction dans l'air, de convection et d'humidité, nous avons choisi de travailler sous vide. A l'aide de notre système de pompage nous avons réussi à obtenir un vide secondaire  $P = 10^{-6}$  mbar en quelques heures ( $\sim 12$  h). Ce vide peut atteindre  $10^{-7}$  mbar lorsque le système de pompage est allumé pendant plusieurs semaines.

Pour ces gammes de vide, le libre parcours moyen des molécules d'air est de l'ordre de 100 m ce qui est nettement supérieur à la taille de notre chambre à vide ( $\sim 10$  cm).



**Figure 2.1** : Courbe d'approches dans le vide. La courbe se lit de droite à gauche. On différencie 3 régimes : hors-contact ①, le saut ②, le contact ③.

La sphère de verre de rayon  $\mathcal{R}=10.35 \mu\text{m}$  est alors chauffée en imposant un courant continu de  $I_{DC}$  (dans le cas présenté ci-dessous,  $I_{DC} = 0.42 \text{ mA}$  la puissance associée vaut :  $P_J = 71 \mu\text{W}$ ). La chaleur produite par effet Joule se dissipe à travers la sphère et le cantilever. Cette sphère chauffée est progressivement rapprochée de la surface à l'aide des moteurs piézoélectriques détaillés dans la SEC.1.4.2. Pendant cette approche l'écart de température  $\Delta T_{Top}$  entre la la température au



sommet de la sphère et la température ambiante  $\Delta T_{Top}$  est mesurée en fonction de la distance. Nous obtenons la courbe reportée sur la FIG.2.1 appelée « courbe d'approche ».

Pour les approches réalisées sous vide ces courbes présentent trois caractéristiques communes.

- Lorsque l'on est loin de la surface (① à droite sur la FIG.2.1) on observe que la température mesurée au sommet de la sphère est indépendante de la distance à la surface, même si quelques dérives thermiques sont observables. On en déduit que les phénomènes mesurables par notre système dans cette partie de la courbe sont indépendants de la distance à la surface. Cette caractéristique nous permet d'estimer notre résolution en quantifiant le bruit de mesure et la dérive thermique. Pour la mesure présentée sur la FIG.2.1 le bruit de mesure est de 10 mK.
- Dans la zone ②, on observe un saut de température au contact puis une légère inflexion. Ce saut de température,  $\delta T_{Top}$ , vaut environ 175 mK dans le cas présenté sur la FIG.2.1. Il est la manifestation de l'ouverture subite d'un nouveau canal de conduction. Le puits de chaleur créé par le contact entraîne une partie de la chaleur produite par la sonde SThM qui va traverser la bille puis la zone de contact. Plus la résistance thermique de contact est faible et plus ce puits est important. Inversement une forte résistance thermique de contact empêchera le transfert vers la surface. Par conséquent, pour une même puissance injectée, le saut de température sera plus important lors que la résistance thermique de contact est faible. Le changement de courbure qui se manifeste dans une gamme d'une dizaine de nanomètres juste après le saut est très probablement dû à une déformation mécanique de la sphère et/ou du cantilever au contact avant stabilisation.
- Dans la zone ③, lorsque le contact est établi, la température mesurée ne change pas ou dérive très légèrement.

Dans la suite nous allons mettre en équation les phénomènes régissant la configuration hors-contact ① ainsi que l'ouverture du contact ② afin d'identifier les différents moyens de transfert mis en œuvre et d'en déduire la résistance thermique de contact.

## 2.2 Modèle thermique hors contact

Travailler dans le vide nous permet de restreindre les canaux possibles de transfert de chaleur. La conduction et/ou le phénomène de convection dans l'air n'ont donc plus lieu et les deux seuls vecteurs de transfert thermique sont :

- le transfert par conduction dans le cantilever et dans la sphère
- le transfert par rayonnement entre la sphère et la pointe SThM et entre la sphère et la surface.

La présence du saut de température (qui est directement lié à la conduction au travers du contact) nous dirige vers une résolution par différentiation. Nous allons différencier la situation hors-contact de la situation en contact. Il nous faut donc caractériser la situation hors-contact. Nous passerons ensuite à la configuration en contact en introduisant de la conduction à travers la sphère, puis le contact sphère-plan.

### 2.2.1 Quantification du transfert radiatif

#### Le transfert radiatif de champ lointain

Dans ce paragraphe on s'intéresse à la conductance par rayonnement de champ lointain. En s'appuyant sur les principes et les notations décrits dans les parties précédentes (PART.I SEC.3.2),

on considère la puissance monochromatique rayonnée par un objet égale à la différence entre le flux partant de cet objet et le flux incident :

$$dP^R(\lambda) = P_p^R(\lambda) - P_i^R(\lambda) \quad (2.1)$$

Nous rappelons que le flux monochromatique émis par un objet quelconque à température  $T$  dans un angle solide élémentaire  $d\Omega$  est égal à sa section efficace d'absorption  $\sigma_{\text{abs}}(-\vec{u}_r, \lambda)$  multipliée par la luminance de corps noir  $\mathcal{L}_{\text{CN}}(\lambda, T)$  :

$$dP_p^R(\lambda) = \sigma_{\text{abs}}(-\vec{u}_r, \lambda) \mathcal{L}_{\text{CN}}(\lambda, T_{\text{Sphère}}) d\Omega \quad (2.2)$$

Par définition la section efficace d'absorption est égale à la section géométrique de l'objet multipliée par le coefficient d'absorption :  $\sigma_{\text{abs}} = Q_{\text{abs}}(\lambda, T) \sigma_{\text{géo}}$ . Bohren et Huffman [133] ont montré que l'efficacité d'absorption est égal à l'émissivité  $Q_{\text{abs}}(\lambda, T) = \varepsilon(\lambda, T)$  ce qui généralise la loi de Kirchoff. On peut donc récrire l'EQ.2.2 de la façon suivante :

$$\begin{aligned} dP_p^R(\lambda) &= Q_{\text{abs}}(\lambda, T_{\text{Sphère}}) \sigma_{\text{géo}} \mathcal{L}_{\text{CN}}(\lambda, T_{\text{Sphère}}) d\Omega \\ &= \varepsilon(\lambda, T_{\text{Sphère}}) \sigma_{\text{géo}} \mathcal{L}_{\text{CN}}(\lambda, T_{\text{Sphère}}) d\Omega \end{aligned} \quad (2.3)$$

$$(2.4)$$

On utilise le même raisonnement pour le flux incident émis par l'environnement à température ambiante,  $T_{\text{amb}}$  :

$$dP_i^R(\lambda) = \sigma_{\text{abs}}(-\vec{u}_r, \lambda) \mathcal{L}_{\text{CN}}(\lambda, T_{\text{amb}}) d\Omega \quad (2.5)$$

$$\begin{aligned} &= Q_{\text{abs}}(\lambda, T_{\text{Sphère}}) \sigma_{\text{géo}} \mathcal{L}_{\text{CN}}(\lambda, T_{\text{amb}}) d\Omega \\ &= \varepsilon(\lambda, T_{\text{Sphère}}) \sigma_{\text{géo}} \mathcal{L}_{\text{CN}}(\lambda, T_{\text{amb}}) d\Omega \end{aligned} \quad (2.6)$$

$$(2.7)$$

La puissance totale rayonnée est obtenue en intégrant la puissance élémentaire sur l'ensemble des longueurs d'onde et sur le demi-espace ( $\int_{2\pi} d\Omega$ ). Le substrat faisant face à la bille, il n'est pas nécessaire de faire l'intégration sur l'espace complet ( $\int_{4\pi} d\Omega$ ) :

$$\begin{aligned} P^R &= \int_{\lambda} dP_p^R - dP_i^R d\lambda \\ &= \int_0^{\infty} \int_0^{2\pi} \varepsilon(\lambda, T_{\text{Sphère}}) \sigma_{\text{géo}} (\mathcal{L}_{\text{CN}}(\lambda, T_{\text{Sphère}}) - \mathcal{L}_{\text{CN}}(\lambda, T_{\text{amb}})) d\Omega d\lambda \end{aligned} \quad (2.8)$$

On peut factoriser par l'émissivité à condition de supposer l'émissivité isotrope et indépendante de la longueur d'onde. On obtient :

$$\begin{aligned} P^R &= \varepsilon(T_{\text{Sphère}}) \sigma_{\text{géo}} \int_0^{2\pi} d\Omega \int_0^{\infty} \mathcal{L}_{\text{CN}}(\lambda, T_{\text{Sphère}}) - \mathcal{L}_{\text{CN}}(\lambda, T_{\text{amb}}) d\lambda \\ &= 2\pi \varepsilon(T_{\text{Sphère}}) \sigma_{\text{géo}} \frac{\sigma^{\text{SB}}}{\pi} (T_{\text{Sphère}}^4 - T_{\text{amb}}^4) \end{aligned} \quad (2.9)$$

$$(2.10)$$

où  $\sigma^{\text{SB}}$  est la constante de Stefan-Boltzmann.

La section géométrique de la sphère étant  $\sigma_{\text{géo}} = \pi \mathcal{R}^2$ , la puissance rayonnée par la sphère s'écrit :

$$P^R = 2\pi\mathcal{R}^2\varepsilon(T_{Sphère})\sigma^{SB}\left(T_{Sphère}^4 - T_{amb}^4\right) \quad (2.11)$$

La différence de température entre la sphère et l'environnement,  $T_{Sphère} - T_{amb}$ , est très petite devant la température de la sphère  $T_{Sphère}$  exprimée en Kelvin. On peut donc faire un développement au premier ordre :

$$T_{Sphère}^4 - T_{amb}^4 = (T_{Sphère} - T_{amb})(T_{Sphère} + T_{amb})\left(T_{Sphère}^2 + T_{amb}^2\right) \simeq 4T_m^3(T_{Sphère} - T_{amb}) \quad (2.12)$$

Avec  $T_m = \frac{T_{Sphère} + T_{amb}}{2} \simeq T_{Sphère}$ , on obtient finalement :

$$\begin{aligned} P^R &= 2\pi\mathcal{R}^2\varepsilon(T_{Sphère})4\sigma^{SB}T_{Sphère}^3(T_{Sphère} - T_{amb}) \\ P^R &= G^R(T_{Sphère} - T_{amb}) \end{aligned} \quad (2.13)$$

Ce qui nous permet de déterminer la conductance de champ lointain de la sphère :

$$\boxed{G^R = 2\pi\mathcal{R}^2\varepsilon(T_{Sphère})4\sigma^{SB}T_{Sphère}^3} \quad (2.14)$$

Dans notre expérience  $\mathcal{R} = 10.35 \mu\text{m}$  et  $T_{Sphère} \simeq 320 \text{ K}$ . Comme nous ne disposons pas des valeurs d'émissivité de nos sphères, nous allons utiliser les valeurs mesurées pour des fibres de verre dans la partie PART.I SEC.3.2.2 :  $\varepsilon = 0.9$ . Nous obtenons :

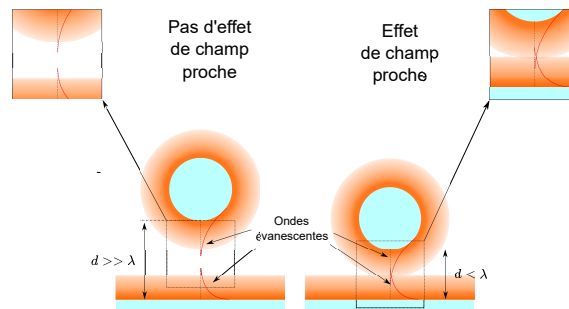
$$\boxed{G^R = 4.5 \text{ nW.K}^{-1}} \quad (2.15)$$

### Le transfert radiatif de champ proche

Nous avons vu qu'il existait une solution non propagative du champ de rayonnement appelée rayonnement de champ proche (voir PART.I SEC.1.2.1 pour plus de détails). Ce rayonnement se manifeste pour des distances entre objet petites devant la longueur d'onde thermique  $\lambda_{th} \simeq 10 \mu\text{m}$ . Ce transfert de champ proche est dû à l'interpénétration des champs évanescents créés par des ondes de surface (voir FIG.2.2) et dépend de la densité de modes électromagnétiques des matériaux et de leur température. Nous avons vu dans la partie PART.I SEC.1.2.1 que ce transfert par effet tunnel a été mis en évidence expérimentalement et théoriquement au début des années 1970 [50, 52] et a été étudié précédemment à l'aide de sondes thermiques ultrasensibles [76, 77].

Lors de nos expériences, la sphère se trouve avant le contact dans une gamme de distances pour laquelle le rayonnement de champ proche se manifeste. Plusieurs auteurs ont mis en évidence l'existence du champ proche entre une microsphère de plusieurs dizaine de microns et un plan. Ces travaux peuvent être séparés en deux catégories selon qu'ils se situent « proche de l'ambient » [80] ou à « haute température » [83, 84].

Menges [83] a utilisé la configuration sphère-plan pour étudier les effets de champ proche relatifs aux deux phases de l'oxyde de vanadium  $\text{VO}_2$ . Le  $\text{VO}_2$  est un matériau bi-phasique : une de ses phases est un isolant électrique, l'autre phase est métallique. Ce matériau est très étudié car c'est un des rares matériaux à changement de phase ayant une température de transition proche de l'ambient ( $46^\circ\text{C}$ ). Les constantes diélectriques de chacune des phases du matériaux sont différentes, ce qui produit des couplages de champs proche différents. Dans ce contexte, une sphère en  $\text{SiO}_2$  est chauffée à un minimum de  $135^\circ\text{C}$  et rapprochée du substrat en  $\text{VO}_2$ . La température est mesurée tout au long de cette approche, ce qui permet de mesurer les effets de champ proche.



**Figure 2.2 :** Illustration du couplage de champ proche

Plus récemment Lucchesi *et al.* [84] ont étudié les effets de champ proche entre une sphère en graphite chauffée à 900 K et une cellule photovoltaïque en InSb refroidie à 77 K. Ce dispositif permet de mesurer les effets de champ proche de façons différentes : d'une part par la mesure du coefficient thermorésistif d'une pointe SThM en silicone dopé (voir FIG.2.3-(a)) et d'autre part par la mesure photovoltaïque (non représentée ici). Le matériau de la sphère (le graphite) et la température à laquelle elle est chauffée (900K) ont été spécifiquement choisis pour exalter les effets de champ proche. La sensibilité nécessaire n'est plus que de quelques  $\mu\text{W}\cdot\text{K}^{-1}$ .

Dans notre cas nous souhaitons travailler dans une gamme de température proche de la température ambiante pour être capables *in fine* de quantifier les transferts présents dans la laine de verre dans les conditions où elle est habituellement utilisée. On désire étudier des écarts de température d'une vingtaine de degrés maximum. En 2009, Rousseau [80] avait étudié le rayonnement de champ proche entre une sphère et un plan pour des écarts de température de 17 K. Il utilisait des billes de 22  $\mu\text{m}$  et de 40  $\mu\text{m}$  accrochées à des fluxmètres. Le système utilisé mesurait la température à l'aide d'une sonde à effet bi-lame couplée à un interféromètre. Le coefficient de dilatation thermique de chaque face du bi-lame étant différent, la contrainte différentielle générée à l'intérieur du bi-lame lors du passage d'un flux de chaleur conduit à sa flexion. Ce système permet de mesurer des variations de flux de l'ordre de la dizaine de picowatts.

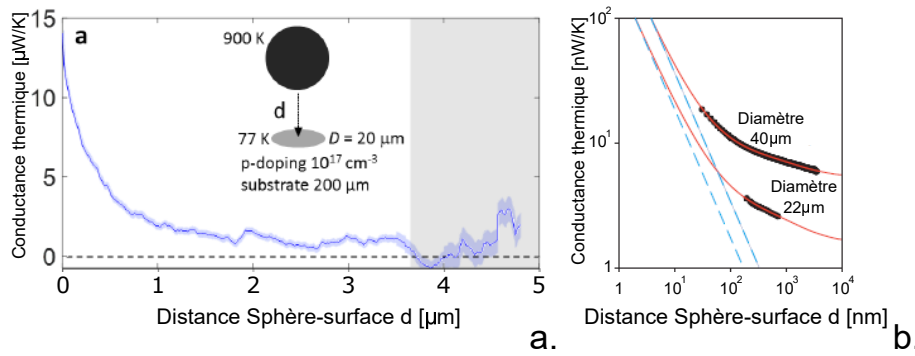
Le transfert radiatif de champ lointain est mesuré à droite de la FIG.2.3-(b). En se rapprochant de la surface le champ radiatif total augmente, en particulier pour des distances inférieures à 500 nm : ce sont les effets de champ proche. Pour les billes de 40  $\mu\text{m}$ , cette conductance de champ proche augmente de 0  $\text{nW}\cdot\text{K}^{-1}$  à 13  $\text{nW}\cdot\text{K}^{-1}$ , lorsque la bille passe de 2500 nm à 50 nm de la surface. Pour les billes de 22  $\mu\text{m}$  les mesures sont faites jusqu'à 120 nm de la surface car c'est à cette distance de la surface que les premières aspérités de la sphère entrent en contact avec la surface. Les sphères de 22  $\mu\text{m}$  utilisées dans cette expérience ont des aspérités plus grandes que les sphères de 40  $\mu\text{m}$  comme expliqué dans le *Supplementary* de l'article [80].

### Bruit de mesure pour une sphère de 22 microns et conclusion sur le transfert radiatif

Nous avons vu que les conductances mises à l'œuvre dans l'expérience de Rousseau *et al.* [80] sont de l'ordre du  $\text{nW}\cdot\text{K}^{-1}$ . Lors d'un échange avec Emmanuel Rousseau, il nous a expliqué que pour mesurer le champ proche il leur a fallu être capable d'atteindre une résolution inférieure à la dizaine de  $\text{nW}\cdot\text{K}^{-1}$  pour les grosses sphères, et quelques  $\text{nW}\cdot\text{K}^{-1}$  pour les sphères de 20  $\mu\text{m}$  de diamètre<sup>1</sup>. En 2009, ils avaient tenté de mesurer les effets de champ proche avec des sondes SThM commerciales mais celles-ci n'avaient pas la résolution suffisante.

Nous avons donc mesuré la résolution de notre système. Pour cela nous mesurons la puissance

1. Dans la FIG.2.3-(b), le flux thermique mesuré est inférieur à 3  $\text{nW}\cdot\text{K}^{-1}$  pour les sphères de 20  $\mu\text{m}$ .



**Figure 2.3** : Etudes du rayonnement de champ proche entre une sphère et un plan : (a) Etude à « haute température » entre une sphère chauffée à 900 K en face d’un substrat refroidi à 77 K [84]. (b) Etude « proche de l’ambient » entre des sphères de silice (de diamètre 22 et 40  $\mu\text{m}$ ) et un substrat de silice avec un écart de température de 22 K, d’après [80]

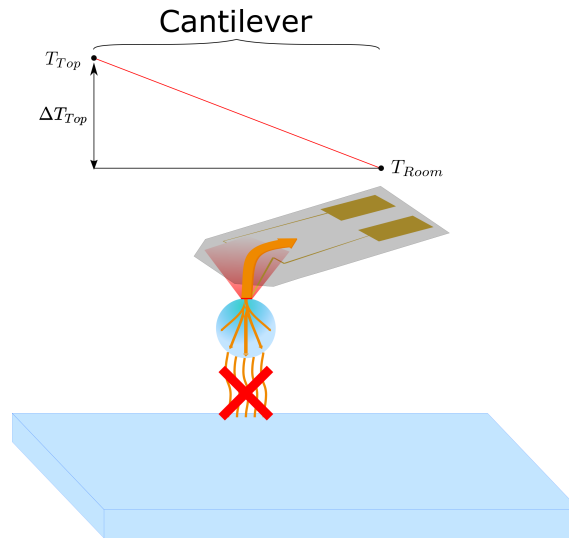
injectée ainsi que la température au sommet de la sphère. Cette mesure est réalisée sur la partie ① de la courbe FIG.2.1. Dans cette partie de la courbe l’écart de température par rapport à la température ambiante vaut  $\Delta T_{Top} = 15.28$  K et l’incertitude liée à cette mesure de température est  $\Delta(\Delta T_{Top}) = 10$  mK ; la puissance injectée est 71  $\mu\text{W}$  et son incertitude est 72 nW. Notre résolution est de 9  $\text{nW.K}^{-1}$ . Ce qui nous situe à la limite de sensibilité pour des billes de 20 microns. Il est nécessaire de gagner environ un facteur 10 en sensibilité pour parvenir à observer des effets de champ proche. Les résultats de Rousseau [80] montrent que les billes de 40 microns devraient permettre d’observer le champ proche puisque la conductance à mesurer dépasse alors 10  $\text{nW.K}^{-1}$  (voir FIG.2.3-(b)). Nous nous sommes procurés des billes de verre borosilicate calibrées de 40 et 60  $\mu\text{m}$  pour essayer de capturer ces effets de champs proches. Mais il ne nous a pas été possible d’effectuer les mesures sur l’influence d’éventuels effets de champ proche sur la résistance de contact suite aux événements récents impactant nos activités de recherche.

En conclusion, le transfert radiatif est présent dans notre expérience, mais notre système ne permet pas de le résoudre au vue de la faible amplitude de ce transfert. Dans la suite de nos travaux nous allons donc négliger le transfert radiatif.

## 2.2.2 Mesure de la conductance de cantilever

Le système hors-contact est régi uniquement par les fuites conductives à travers le cantilever. En effet si le transfert radiatif est négligé, les parois de la sphère sont isolées et aucun flux ne peut la traverser, ce qui est illustré sur la FIG.2.4. Les seules pertes du système sont par conduction à travers le cantilever.

On s’intéresse donc à un transfert 1D à travers le cantilever auquel on va associer une résistance thermique de conduction  $R_C$  ou une conductance  $G_C = 1/R_C$ . On mesure cette conductance à partir de la partie ① de la courbe FIG.2.1. Grâce à notre système de mesure on connaît précisément la puissance injectée  $P_J = 71.11 \pm 0.07$   $\mu\text{W}$ . Celle-ci génère une écart de température  $\Delta T_{Top} = 15.28 \pm 0.01$  K entre la sonde SThM et la surface mesuré par le même appareil. La conductance du cantilever vaut donc  $G_C = 4.65 \pm 0.01$   $\mu\text{W.K}^{-1}$  ( $R_C = 2.15 \times 10^5$   $\text{K.W}^{-1}$ ). Cette valeur est très proche des valeurs mesurées par Ge *et al.* [141] et Assy [142] *et al.* Cette valeur est nettement supérieure à l’échange radiatif ( $G_C \gg G^R$ ) confirmant ainsi notre hypothèse.



**Figure 2.4 :** Schéma descriptif des canaux de transfert de chaleur et des gradients associés dans le cas d'une sphère hors-contact dans le vide. Le transfert radiatif entre la sphère et le plan, représenté ici par les sinusoïdes oranges, est négligeable devant la conduction dans le cantilever. Le gradient de température (non représenté) dans la sphère est négligeable. La sphère peut être considérée comme étant isotherme. Le transfert est donc uni-directionnel à travers le cantilever. On mesure une résistance thermique de cantilever associée :  $R_C$

## 2.3 Equation du système en contact

Lorsque la sphère entre en contact avec la surface un nouveau canal de transfert de chaleur s'ouvre. La conduction s'établit à travers la sphère (dont les parois sont isolées) puis à travers le contact, voir FIG.2.5. L'ouverture de ce canal de conduction se traduit par un saut de température  $\delta T_{Top}$ . Dans cette partie, nous allons voir comment quantifier la conduction dans la sphère et comment lier ce saut à la résistance de contact.

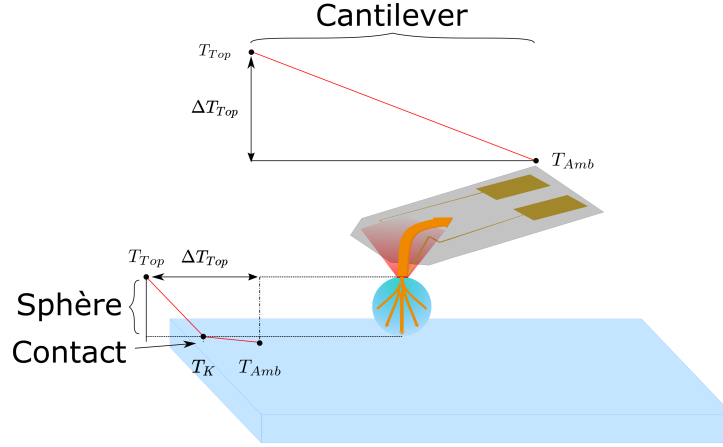
### 2.3.1 Modèle 1D de résistance thermique par conduction pure dans la sphère

Le point de vue adopté dans la thèse précédente [85] est de traiter la conduction dans la bille comme un problème 1D de conduction dans une sphère en verre de rayon  $\mathcal{R}$ , de conductivité  $\lambda$  qui est chauffée et refroidie par les pôles et isolée sur le reste de la surface. La sphère est divisée en disques concentriques de même épaisseur  $\varepsilon$  isolés sur les bords, voir FIG.2.6. Il est alors possible de calculer le flux traversant la sphère et de déterminer sa résistance thermique.

Pour pouvoir définir un flux de chaleur à travers une surface non nulle, il est nécessaire de tronquer la sphère aux deux pôles. De cette manière le flux  $\phi$  se propage d'un pôle à l'autre et se conserve d'interface en interface. En faisant un bilan d'énergie à un des disques on obtient :

$$\phi = -\lambda S(z) \frac{dT}{dz}(z) \quad (2.16)$$

$$\frac{dz}{\lambda S(z)} = -\frac{dT}{\phi} \quad (2.17)$$



**Figure 2.5 :** Schéma descriptif des canaux de transfert de chaleur et des gradients associés lorsque la sphère est en contact avec la surface dans le vide. Le transfert radiatif entre la sphère et le plan est toujours négligeable mais cette fois-ci la conduction est établie à travers la bille et le contact.

Le flux  $\phi$  se conserve : on peut en déduire l'expression de la résistance de contact par intégration :

$$\frac{1}{\lambda} \int_{z_1}^{z_2} \frac{dz}{S(z)} = - \int_{T_1}^{T_2} \frac{dT}{\phi} = \frac{T_1 - T_2}{\phi} \quad (2.18)$$

La résistance thermique vaut :

$$R_S = \frac{\Delta T}{\phi} = \int_{z_1}^{z_2} \frac{dz}{\lambda S(z)} \quad (2.19)$$

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

$$R_S = \frac{1}{\lambda} \int_{-\mathcal{R}+\varepsilon}^{\mathcal{R}-\varepsilon} \frac{dz}{S(z)} \quad (2.20)$$

avec  $\varepsilon$  l'épaisseur du disque illustré FIG.2.6. En posant  $S(z) = \pi r^2(z)$  on a :

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

Donc

$$R_S = \frac{1}{\lambda} \int_{-\mathcal{R}+\varepsilon}^{\mathcal{R}-\varepsilon} \frac{dz}{\pi \mathcal{R}^2 \left[ 1 - \left( \frac{z}{\mathcal{R}} \right)^2 \right]} \quad (2.21)$$

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

$$R_S = \frac{1}{\lambda \pi \mathcal{R}} \int_{-1+\frac{\varepsilon}{\mathcal{R}}}^{1-\frac{\varepsilon}{\mathcal{R}}} \frac{du}{1-u^2} \quad (2.22)$$

Et donc

$$R_S = \frac{1}{\lambda\pi\mathcal{R}} \int_{-1+\frac{\varepsilon}{\mathcal{R}}}^{1-\frac{\varepsilon}{\mathcal{R}}} \frac{du}{1-u^2} \quad (2.23)$$

$$= \frac{1}{\lambda\pi\mathcal{R}} \left[ \ln(u+1) - \ln(1-u) \right]_{-1+\frac{\varepsilon}{\mathcal{R}}}^{1-\frac{\varepsilon}{\mathcal{R}}} \quad (2.24)$$

$$= \frac{2}{\lambda\pi\mathcal{R}} \ln\left(\frac{2-\frac{\varepsilon}{\mathcal{R}}}{\frac{\varepsilon}{\mathcal{R}}}\right) \quad (2.25)$$

A l'aide de Pythagore et de la FIG.2.6 on obtient :

$$\mathcal{R}^2 = (\mathcal{R} - \varepsilon)^2 + a^2 = \mathcal{R}^2 - 2\mathcal{R}\varepsilon + \varepsilon^2 + a^2 \quad (2.26)$$

Donc

$$\varepsilon^2 - 2\mathcal{R}\varepsilon + a^2 = 0 \quad (2.27)$$

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

$$\varepsilon = \frac{2\mathcal{R} \pm 2\sqrt{\mathcal{R}^2 - a^2}}{2} \quad (2.28)$$

$$\varepsilon = \mathcal{R} \left( 1 - \sqrt{1 - \left(\frac{a}{\mathcal{R}}\right)^2} \right) \quad (2.29)$$

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

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

$$R_S = \frac{2}{\lambda\pi\mathcal{R}} \ln \left[ \frac{1 + \sqrt{1 - \left(\frac{a}{\mathcal{R}}\right)^2}}{1 - \sqrt{1 - \left(\frac{a}{\mathcal{R}}\right)^2}} \right] \quad (2.30)$$

A titre d'exemple, pour une sphère de diamètre  $\mathcal{R} = 10.35 \mu\text{m}$ , si l'on considère ses extrémités tronquées comme des disques de rayon  $a = \frac{\mathcal{R}}{100}$ , alors avec  $\lambda_{\text{verre}} = 1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ , on trouve :  $R_S = 6.5 \times 10^5 \text{ K.W}^{-1}$ .

Plusieurs remarques peuvent être émises :

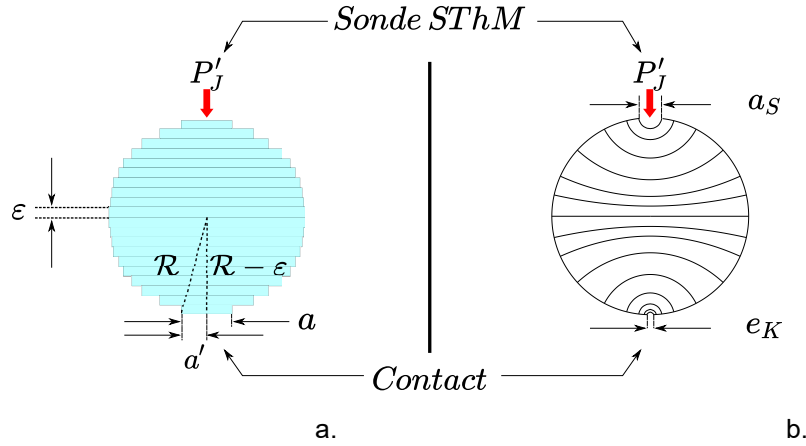
Le calcul de cette résistance suppose que les deux extrémités tronquées ont la même taille, ce qui n'est pas le cas en réalité. L'intégration pour des extrémités de taille différente ( $a_s$  et  $e_K$ ) n'est pas aisée, en première approximation on utilisera la moyenne des résistances calculées pour chaque taille :  $R_S = \frac{1}{2}(R_S(a_s) + R_S(e_K))$ .

La résistance de conduction dans la bille calculée ci-dessus n'est pas exacte car elle ne prend pas en compte les phénomènes de constriction. Elle n'est donc pas solution de l'équation de Laplace.

### 2.3.2 Notion de constriction et modèle équivalent électrique de résistance thermique de la sphère et résistance de contact

D'un point de vue électrique lorsque deux milieux semi-infinis sont séparés par une constriction de taille  $2a$  la convergence des lignes de champ résulte en une résistance « macroscopique »  $R_{\text{cons}} = \frac{1}{2\lambda a}$  [143], c'est aussi le cas en thermique. Lorsque la constriction est de l'ordre du libre





**Figure 2.6 :** Modèles utilisés pour la conduction dans la bille. **a.** Schéma du modèle de sphère tronquée pour le calcul de la conduction par conservation du flux. **b.** Schéma des isopotentiels d'une sphère mise sous tension par deux électrodes et équivalence thermique. Les isopotentiels d'une sphère alimentée par deux électrodes de tailles caractéristiques  $a_s$  et  $e_K$  sont représentées par des traits pleins. Ces isopotentiels sont équivalents aux isothermes dans le cas d'une sphère qui est chauffée au pôle nord par un source  $P'_J$ , refroidie au pôle sud par un contact et isolée sur le reste de sa surface.

parcours moyen des porteurs de charge (électrons ou phonons), il existe une résistance supplémentaire « microscopique » due au transfert balistique des porteurs de charges [144]. Pour la suite nous allons nous en tenir au modèle macroscopique et ne pas prendre en compte le transport de phonons balistiques puisque le libre parcours moyen des phonons dans le verre à température ambiante est inférieur au nanomètre [145]. Ces résistances de constriction sont largement étudiées pour le transfert de chaleur entre des nanotubes de carbone (matériaux extrêmement conducteur de chaleur) et un substrat plan. Plusieurs auteurs [40, 43, 144] s'accordent pour considérer que la résistance thermique de constriction d'un cylindre de rayon  $R$  et de longueur  $L$  due à un contact de taille  $a$  avec un substrat est :  $\frac{1}{L} \left[ \frac{1}{\pi\lambda} \ln \left( \frac{2R}{a} \right) - \frac{1}{2\lambda} \right]$ . Mais le cas de la sphère est cependant rarement étudié.

Pour déterminer la résistance de la sphère nous allons traiter un problème de conduction électrique dans une sphère [146, 147] puis nous utiliserons l'analogie électrique-thermique pour déterminer la résistance thermique de la sphère, voir TAB.2.1. Pour calculer la résistance électrique d'une sphère connectée aux deux pôles nous avons besoin du champ  $\vec{E}$  et du potentiel électrique  $\phi$  associés à notre géométrie et à nos conditions aux limites. Pour rappel, la température est homogène sur nos points de chauffage (pointe SThM et contact), ce qui se traduit par un potentiel constant sur chacune de ces surfaces situées aux deux pôles. Notre sphère est isolée sur le reste de la surface, ce qui se traduit par un flux normal à la surface nul :  $\vec{\varphi}^{cd} \cdot \vec{n} = 0 \iff \vec{E} \cdot \vec{n} = E_r(\mathcal{R}, \theta) = 0, \quad \forall \theta$  (voir FIG.2.7).

Le potentiel électrique  $\phi^Q$  généré par deux charges identiques situées aux pôles opposés d'une sphère, schématisées sur la FIG.2.7, est proportionnel à la somme de la contribution de chaque charge :

$$\phi^Q(r, \theta, \varphi) = kQ \left( \frac{1}{d_+(r, \theta)} - \frac{1}{d_-(r, \theta)} \right) \quad (2.31)$$

avec  $d_{\pm}^2 = r^2 + \mathcal{R}^2 \pm 2\mathcal{R}r \cos(\theta)$  la distance entre la charge  $\pm Q$  et le point de la sphère de

Conductivité électrique	$\sigma(T)$	$\iff$	$\lambda(T)$	Conductivité thermique
Potentiel électrique	$\phi_l$	$\iff$	$T$	Température
Vecteur Courant	$\sigma \vec{E} = \vec{j}$	$\iff$	$\vec{\varphi}^{cd} = -\lambda \vec{\nabla} T$	Vecteur flux conductif
Intensité du courant	$I$	$\iff$	$\Phi^{cd}$	Flux conductif

Table 2.1 : Analogie électrique  $\iff$  thermique

coordonnées  $(r, \theta)$  et  $k$  une constante à déterminer.

Le champ généré par ces charges est obtenu par dérivation du potentiel :

$$\vec{E} = -\vec{\nabla} \phi(r, \theta, \varphi) = E_r \vec{e}_r + E_\theta \vec{e}_\theta + E_\varphi \vec{e}_\varphi \quad (2.32)$$

$$\begin{cases} E_r^Q(r, \theta) = kQ \left( \frac{r + \mathcal{R} \cos \theta}{d_+^3} - \frac{r - \mathcal{R} \cos \theta}{d_-^3} \right) \\ E_\theta^Q(r, \theta) = -kQ \mathcal{R} \sin \theta \left( \frac{1}{d_+^3} + \frac{1}{d_-^3} \right) \end{cases} \quad (2.33)$$

En particulier, sur la surface :

$$E_r^Q(\mathcal{R}, \theta) = \frac{kQ}{2\mathcal{R}} \left( \frac{1}{d_+(\mathcal{R}, \theta)} - \frac{1}{d_-(\mathcal{R}, \theta)} \right) \quad (2.34)$$

Ce champ ne respecte pas nos conditions aux limites car il ne s'annule pas en tout point de la surface. Bien qu'il s'annule pour  $\theta = \frac{\pi}{2}$  :  $E_r^Q(\mathcal{R}, \frac{\pi}{2}) = 0$  car  $d_+(\mathcal{R}, \theta) = d_-(\mathcal{R}, \theta)$ , ce n'est pas le cas lorsque  $\theta \neq \frac{\pi}{2}$ .

Pour trouver la solution à notre problème, nous allons prendre un cheminement inverse. On exprime d'abord un champ qui respecte nos conditions aux limites puis on l'intègre pour déterminer le potentiel qui lui est associé.

La première étape consiste à annuler le champ  $\vec{E}$  sur la surface en posant :

$$\vec{E} = \vec{E}^Q + \vec{E}^\psi \quad (2.35)$$

et :

$$E_r^\psi(\mathcal{R}, \theta) = - \left. \frac{\partial \psi}{\partial r} \right|_{r=\mathcal{R}} = - \frac{kQ}{2\mathcal{R}} \left( \frac{1}{d_+(\mathcal{R}, \theta)} - \frac{1}{d_-(\mathcal{R}, \theta)} \right) = - \frac{1}{2\mathcal{R}} \phi^Q(\mathcal{R}, \theta) = -E_r^Q(\mathcal{R}, \theta) \quad (2.36)$$

On intègre le champ pour déterminer le potentiel associé  $\psi$  puis on dérive ce champ pour trouver  $\vec{E}^\psi$ . Pour l'intégration on utilise la propriété de Landau et Lifchitz [146] qui montre que si  $f(r, \theta)$  est solution de l'équation de Laplace alors c'est aussi le cas pour  $\int f(r, \theta) \frac{dr}{r}$ .

$$\begin{aligned} \psi(r, \theta) &= \frac{1}{2} \int_0^r \phi^Q(r, \theta) \frac{dr}{r} \\ &= \frac{k_1 Q}{2} \int_0^r \left( \frac{1}{d_+(r, \theta)} - \frac{1}{d_-(r, \theta)} \right) \frac{dr}{r} \end{aligned} \quad (2.37)$$

En utilisant les propriétés suivantes  $\int \frac{1}{\sqrt{x^2+1}} dx = \sinh^{-1} x$  et  $\sinh^{-1} x = \ln(x + \sqrt{1+x^2})$ , on obtient :

$$\psi(r, \theta) = \frac{kQ}{2\mathcal{R}} \ln \left( \frac{d_-(r, \theta) + \mathcal{R} - r \cos(\theta)}{d_+(r, \theta) + \mathcal{R} + r \cos(\theta)} \right) \quad (2.38)$$

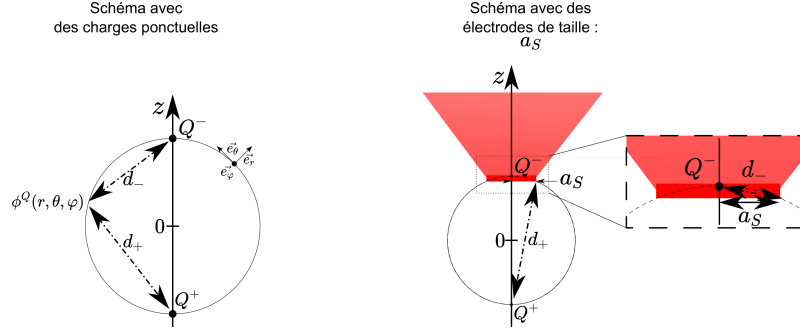


Figure 2.7 : Schéma des électrodes

Pour résumer

$$\phi = \phi^Q + \psi \quad (2.39)$$

$$= kQ \left[ \frac{1}{d_+(r, z)} - \frac{1}{d_-(r, z)} + \frac{1}{2\mathcal{R}} \ln \left( \frac{d_-(r, z) + \mathcal{R} - z}{d_+(r, z) + \mathcal{R} + z} \right) \right] \quad (2.40)$$

On obtient  $\vec{E}^\psi$  par dérivation du potentiel :

$$\begin{cases} E_r^\psi(r, \theta) = \frac{kQ}{2r} \left[ \frac{1}{d_-(r, \theta)} - \frac{1}{d_+(r, \theta)} \right] \\ E_\theta^\psi(r, \theta) = -\frac{kQ}{2\mathcal{R}r \sin(\theta)} \left[ \frac{r + \mathcal{R} \cos(\theta)}{d_+(r, \theta)} + \frac{r - \mathcal{R} \cos(\theta)}{d_-(r, \theta)} \right] \end{cases} \quad (2.41)$$

Nous pouvons à présent calculer le courant  $I$  par intégration en utilisant une surface orthogonale aux lignes de champ. Nous avons choisi l'équateur ce qui simplifie le calcul car  $E_r(r, \frac{\pi}{2}) = 0$  :

$$I = \left| \iint_{\Sigma} \vec{j} \cdot d\vec{S} \right| = \iint_{\Sigma} |\vec{j}| dS = - \iint_{\Sigma} j_\theta \left( r, \frac{\pi}{2} \right) dS = -\sigma \iint_{\Sigma} E_\theta \left( r, \frac{\pi}{2} \right) dS = kQ 2\pi\sigma \quad (2.42)$$

On voit que le courant est indépendant de la géométrie des électrodes et ne dépend que de la charge et de la conductivité de la sphère. On note par ailleurs que :  $kQ = \frac{I}{2\pi\sigma}$ .

La tension aux bornes de la sphère se calcule à partir des potentiels aux pôles (Eq.2.40). Pour des électrodes de section  $a$  identique aux deux pôles on obtient. :

$$V(a) = \phi(a, -z) - \phi(a, z) = 2\phi(a, -z) \quad (2.43)$$

car  $\phi(r, z)$  est impaire ( $\phi(a, -z) = -\phi(a, z)$ ).

$$V(a) = 2\phi(a, z) = \frac{I}{\pi\sigma} \left[ \frac{1}{d_-(a, z)} - \frac{1}{d_+(a, z)} + \frac{1}{2\mathcal{R}} \ln \left( \frac{d_+(a, z) + \mathcal{R} + z}{d_-(a, z) + \mathcal{R} - z} \right) \right] \quad (2.44)$$

$$R_S(a) = \frac{V(a)}{I} = \frac{1}{\pi\sigma} \left[ \frac{1}{d_-(a, z)} - \frac{1}{d_+(a, z)} + \frac{1}{2\mathcal{R}} \ln \left( \frac{d_+(a, z) + \mathcal{R} + z}{d_-(a, z) + \mathcal{R} - z} \right) \right] \quad (2.45)$$

La taille de nos électrodes que constituent l'élément chauffant de palladium et le contact sphère-plan étant très petite devant la taille de la sphère, on simplifie le résultat en utilisant un développement au premier ordre et utilisant le théorème de Pythagore, voir la FIG.2.7.

$$\begin{cases} z = \mathcal{R} \sqrt{1 - \left(\frac{a}{\mathcal{R}}\right)^2} \cong \mathcal{R} \\ d_+(a, z) = \sqrt{a^2 + (z + \mathcal{R})^2} \cong 2\mathcal{R} \sqrt{1 + \left(\frac{a}{2\mathcal{R}}\right)^2} \cong 2\mathcal{R} \\ d_-(a, z) = \sqrt{a^2 + (z - \mathcal{R})^2} \cong a \\ \ln \left( \frac{d_-(a, z) + \mathcal{R} - z}{d_+(a, z) + \mathcal{R} + z} \right) \cong \ln \left( \frac{a + \mathcal{R} - \mathcal{R}}{2\mathcal{R} + \mathcal{R} + \mathcal{R}} \right) = \ln \left( \frac{a}{4\mathcal{R}} \right) \end{cases} \quad (2.46)$$

En utilisant l'analogie électrique ( $\sigma \iff \lambda$ ) on obtient la résistance thermique de la sphère :

$$R_S(a) = \frac{1}{\pi\lambda} \left[ \frac{1}{a} - \frac{1}{2\mathcal{R}} + \frac{1}{2\mathcal{R}} \ln \left( \frac{4\mathcal{R}}{a} \right) \right] \quad (2.47)$$

On retrouve bien que la résistance est la somme d'une constriction due à la diffraction du champ et d'une constriction due à la géométrie sphérique. La constriction due aux électrodes (en  $\frac{1}{2\lambda a}$ ) est présente deux fois : une fois pour chaque électrode. On retrouve le terme  $\frac{1}{\pi\lambda 2\mathcal{R}} \left( \ln \left( \frac{4\mathcal{R}}{a} \right) - 1 \right)$  caractéristique des constriction dans la géométrie sphérique et cylindrique [40, 43, 144].

Il est important de noter que l'expression (2.45) suppose des électrodes de tailles identiques  $a$ . Le résultat peut facilement être étendu au cas d'électrodes de tailles différentes.  $I$  est indépendant de la forme des électrodes. Seul la différence de potentiel  $V$  dépend de la taille des électrodes  $e_K$  et  $a_s$ , avec  $a_s$  la taille du contact avec l'élément chauffant de palladium au sommet de la sphère et  $e_K$  la section effective de contact avec la surface à la base de la sphère représenté sur le schéma 2.6. On obtient :

$$V = \phi(e_K, -z) - \phi(a_s, z) = \phi(e_K, -z) + \phi(a_s, -z) = \frac{1}{2} (V(e_K) + V(a_s)) \quad (2.48)$$

la résistance thermique de contact devient :

$$R_S = \frac{V}{I} = \frac{1}{2} \frac{V_{e_K} + V_{a_s}}{I} = \frac{1}{2} (R_S(e_K) + R_S(a_s)) \quad (2.49)$$

Nous avons donc exprimé la résistance thermique de contact en prenant en compte la constriction et en distinguant les deux diamètres. On retrouve le résultat intuitif dans la partie précédente SEC.2.3.1 : la résistance d'une sphère avec deux électrodes de tailles différentes ( $e_K$  et  $a_s$ ) est la moyenne de la résistance thermique de sphère ayant des électrodes de rayon  $e_K$  et d'une sphère avec des électrodes de rayon  $a_s$ . Ce raisonnement mène cependant à une nouvelle inconnue :  $e_K$ , section effective de la constriction de surface formée au point de contact entre la sphère et le plan.

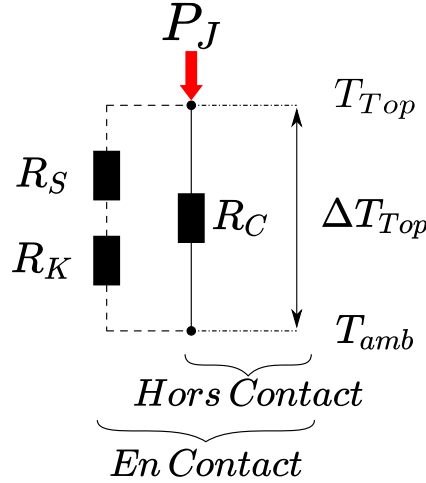
## 2.4 Mesure de la résistance de contact

Pour résumer, un courant  $P_J$  est injecté dans le système, créant une élévation de la température  $\Delta T_{Top}$  permettant de calculer la conductance thermique du cantilever,  $G_C$  (alternativement  $R_C$ ) quand la sphère est hors contact. Lorsque le système entre en contact avec la surface, un saut de température  $\delta T_{Top}$  est mesuré. Ce saut traduit l'ouverture de la conduction à travers la sphère et à travers le contact. Nous avons vu comment traiter la conduction dans la sphère dans la partie précédente, mais la valeur de celle-ci reste inconnue puisqu'elle est liée à une surface effective d'échange de section  $e_K$  qu'on ne peut pas mesurer. Ce problème est résumé sur la FIG.2.8.

Si l'on suppose que la résistance thermique de la sphère  $R_S$  est connue, on peut déterminer la résistance thermique de contact de deux façons : soit par la mesure de conductance totale  $G_{Total}$ , soit par la mesure du saut  $\delta T_{Top}$ . Le schéma présenté sur la FIG.2.8 se traduit par le système d'équations suivant :

- Hors contact on a :

$$\begin{cases} \Delta T_{Top}(d > \delta) = R_C \cdot P_J \\ \Delta T_{Top}(d > \delta) \cdot G_C = P_J \end{cases} \quad (2.50)$$



**Figure 2.8** : Schéma électrique équivalent avec  $P_J$  la puissance générée par effet Joule,  $R_C$  la résistance de conduction thermique dans le cantilever,  $R_S$  la résistance de conduction thermique dans la sphère et  $R_K$  la résistance thermique de contact.

- En contact on a :

$$\begin{cases} \Delta T_{Top}(d=0) = R_C // (R_S + R_K) \cdot P_J \\ \Delta T_{Top}(d=0) \cdot (G_C + G_{\parallel}) = P_J \end{cases} \quad (2.51)$$

avec  $\frac{1}{G_{\parallel}} = \frac{1}{G_S} + \frac{1}{G_K}$ , // signifie « en parallèle ».

Le raisonnement suivant nous permet d'exprimer la résistance de contact en fonction de la hauteur du saut  $\delta T_{Top}$ . On exprime  $\Delta T_{Top}$  hors-contact et en contact à partir des Eq.2.50 et 2.51 respectivement :

$$\begin{cases} \Delta T_{Top}(d=\delta) = R_C \cdot P_J \\ \Delta T_{Top}(d=0) = \Delta T_{Top}(d=\delta) - \delta T_{Top} = R_C // (R_S + R_K) \cdot P_J \end{cases} \quad (2.52)$$

On sait que :

$$R_C // (R_S + R_K) = \frac{R_C(R_K + R_S)}{R_S + R_K + R_C} \quad (2.53)$$

En soustrayant la première ligne du système d'équations Eq.2.52 à la seconde puis en injectant le résultat précédent on obtient :

$$\delta T_{Top} = \left( R_C - \frac{R_C(R_K + R_S)}{R_S + R_K + R_C} \right) P_J \quad (2.54)$$

$$\frac{\delta T_{Top}}{P_J} (R_S + R_K + R_C) = R_C^2 \quad (2.55)$$

$$\boxed{R_K = \frac{P_J}{\delta T_{Top}} R_C^2 - (R_S + R_C)} \quad (2.56)$$

Cette équation montre le lien direct entre la taille du saut et la résistance de contact. Plus le saut est grand, plus la résistance est faible. On retrouve ce qu'on avait intuité dans la SEC.2.1 :

- une résistance de contact élevée ne permet pas à la chaleur de s'échapper à travers le contact, ce qui résulte en un saut de température de faible amplitude ;

- *a contrario* une résistance de contacte faible facilite les fuites thermiques, ce qui refroidit brutalement la sphère lorsqu'elle est en contact.

En pratique, pour mesurer la résistance thermique de contact on différencie la conductance totale  $G_{Total}$  de part et d'autre du saut. Juste avant le saut, à une distance  $\delta > 0$  de la surface, seule la conductance du cantilever  $G_{Total} = G_C = \frac{P_J}{\Delta T_{Top}}(\delta)$  entre en jeu, FIG.2.8. Au contact, on mesure la conductance du cantilever en parallèle avec la conduction dans la sphère et le contact :

$$\begin{cases} G_{Total}(d = \delta) = \frac{P_J(d=\delta)}{\Delta T_{Top}(d=\delta)} = G_C \\ G_{Total}(d = 0) = G_C + \frac{1}{R_S + R_K} = \frac{P_J(d=0)}{\Delta T_{Top}(d=0)} \end{cases} \quad (2.57)$$

$$R_K = \frac{1}{G_{Total}(d = 0) - G_{Total}(d = \delta)} - R_S \quad (2.58)$$

A ce stade nous pouvons déterminer la valeur de la résistance de contact en fonction de la résistance de la sphère qui est pour l'heure inconnue puisqu'elle dépend de la taille des contacts aux pôles alors que nous ne connaissons que celle du contact avec l'élément de palladium  $a_S$ . Mais si nous faisons l'hypothèse que la résistance de contact est une résistance de constriction :  $R_K \simeq \frac{1}{2\lambda e_K}$  nous sommes capables de déterminer une section effective de constriction. La conduction dans la sphère s'exprime de la façon suivante :

$$R_S(R_K) = \frac{1}{\pi\lambda} \left[ \frac{1}{a_S} + 2\lambda R_K - \frac{1}{R} + \frac{1}{2R} \left( \ln \left( \frac{4\mathcal{R}}{a_S} \right) + \ln(8\lambda\mathcal{R}.R_K) \right) \right] \quad (2.59)$$

Ce qui rapporte le problème Eq.2.56 et 2.58 à une seule inconnue :

$$R_K = \frac{P_J}{\delta T_{Top}} R_C^2 - (R_S(R_K) + R_C) \quad (2.60)$$

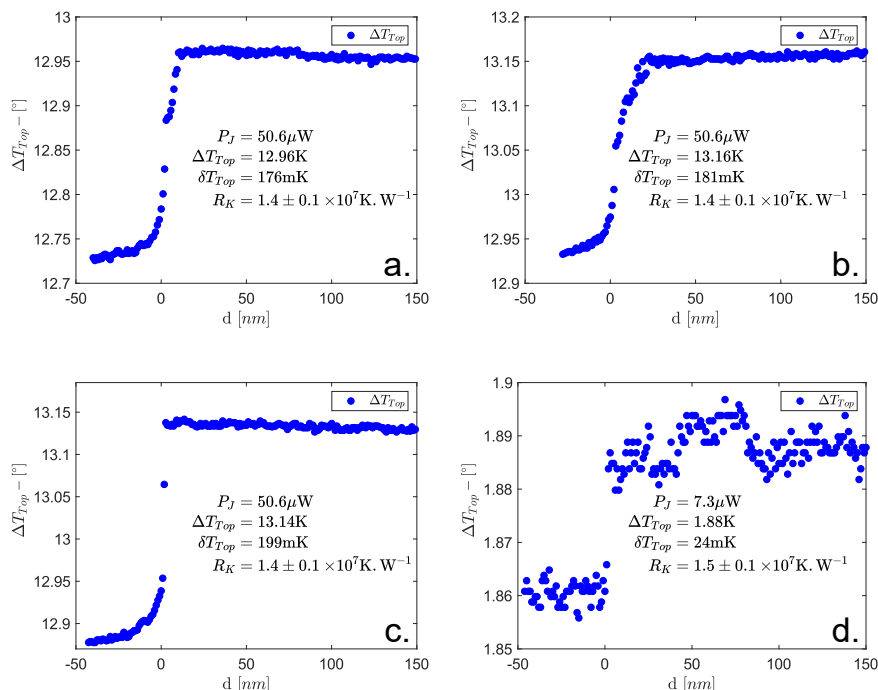
$$R_K = \frac{1}{G_{Total}(d = 0) - G_{Total}(d = \delta)} - R_S(R_K) \quad (2.61)$$

Cette équation est résolue l'aide du logiciel de calcul formel *Wolfram Mathematica*. Pour notre exemple reporté sur la FIG.2.1, la taille de la surface effective d'échange trouvée est  $e_K = 37$  nm, la résistance de conduction dans la sphère est  $4.72 \times 10^6$  K.W<sup>-1</sup> et la résistance de contact vaut  $1.36 \times 10^7 \pm 0.1$  K.W<sup>-1</sup>.

Cet expérience a été réalisée avec différentes puissances injectées et différentes vitesses d'approche, ce qui est résumé FIG.2.9 et TAB.2.2. La résistance de contact mesurée vaut toujours :  $1.4 \times 10^7 \pm 0.1$  K.W<sup>-1</sup>.

$P_J$ [μW]	$\Delta T_{Top}$ [K]	$R_C$ [K.W <sup>-1</sup> ]	$\delta T_{Top}$ [mK]	$e_K$ [nm]	$R_S$ [K.W <sup>-1</sup> ]	$R_K$ [K.W <sup>-1</sup> ]	$G_K$ [nW.K <sup>-1</sup> ]
71.2	15.28	$2.15 \times 10^5$	178	37	$4.6 \pm 1 \times 10^6$	$1.4 \pm 0.1 \times 10^7$	$72 \pm 5$
50.6	12.96	$2.56 \times 10^5$	176	36	$4.8 \pm 1 \times 10^6$	$1.4 \pm 0.1 \times 10^7$	$72 \pm 5$
50.6	13.16	$2.60 \times 10^5$	181	36	$4.8 \pm 1 \times 10^6$	$1.4 \pm 0.1 \times 10^7$	$72 \pm 5$
50.6	13.14	$2.60 \times 10^5$	199	36	$4.8 \pm 1 \times 10^6$	$1.4 \pm 0.1 \times 10^7$	$72 \pm 5$
7.3	1.88	$2.60 \times 10^5$	24	34	$4.8 \pm 1 \times 10^6$	$1.5 \pm .2 \times 10^7$	$67 \pm 10$

**Table 2.2** : Résumé des mesures sous vide



**Figure 2.9** : Exemple de courbes d’approches réalisées sous vide. Les courbes (a),(b),(c) ont été réalisées avec la même puissance injectée mais les approches (a) et (b) ont été réalisées avec une vitesse d’approche plus faible donc une meilleure résolution spatiale. La courbe (d) a été réalisée avec un très faible courant injecté.

## 2.5 Conclusion

Les mesures réalisées sous vide nous ont permis d’estimer la résistance thermique de contact sous vide entre une bille de verre de  $20 \mu\text{m}$  et un substrat de verre. Pour cela nous avons dû caractériser, au préalable, les différents canaux de dissipation de la chaleur - radiation, conduction - lorsque la bille est chauffée par une sonde SThM.

Les mesures de température en fonction de la distance nous ont appris que notre système n’est pas assez sensible pour mesurer le transfert radiatif de champ proche entre une bille de verre et un plan de verre. Une quantification analytique du rayonnement de champ lointain nous a permis de conclure que la contribution du transfert par rayonnement est négligeable dans notre montage.

La mesure de la température au sommet de la sphère lorsque celle-ci est loin de la surface nous a permis d’estimer la conductance de notre cantilever à  $4.65 \mu\text{W}\cdot\text{K}^{-1}$  (correspondant à une résistance thermique de  $2.15 \times 10^5 \text{ K}\cdot\text{W}^{-1}$ ).

Nous avons proposé un développement analytique prenant en compte les effets bidimensionnels d’une sphère chauffée aux deux pôles et isolées sur ses bords. L’utilisation d’une surface effective de transfert thermique,  $e_K$  au contact nous a permis d’établir une relation entre la résistance de conduction thermique dans la sphère  $R_S$  et  $e_K$ .

Enfin, l’estimation de la surface effective de transfert thermique au contact,  $e_K$ , à partir des mesures expérimentales nous a donné accès à la valeur de la résistance thermique de conduction dans la micro sphère et de déterminer la résistance thermique de contact sous vide à  $1.4 \times 10^7 \text{ K}\cdot\text{W}^{-1}$ .

## Chapitre 3

# Mesure de la résistance de contact par approche à l'air ambiant

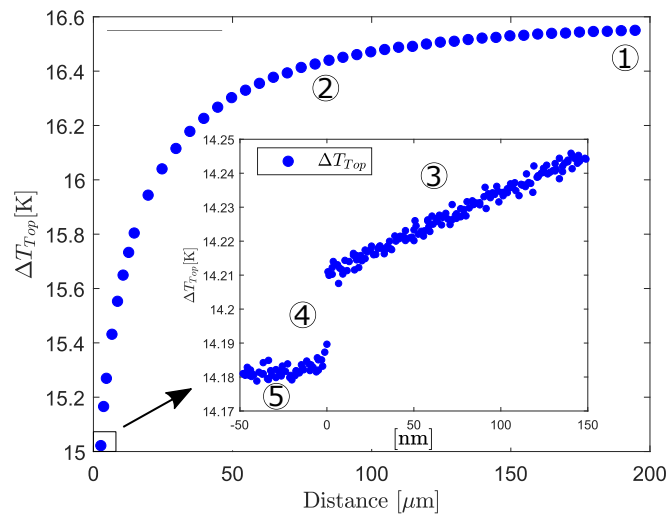
### 3.1 Principe de la mesure dans l'air

Les résultats du chapitre précédent présentant la valeur de la résistance de contact sous vide peuvent être appliqués pour les panneaux sous vide (VIP). La conduction dans la phase gazeuse y est limitée en créant un vide partiel de  $10^{-3}$  mbar. Mais ces résultats peuvent difficilement être généralisés à la laine de verre standard qui fonctionne sous air ambiant. On pourrait penser que le transfert de chaleur entre deux éléments de verre d'un tel matériau complexe ne se fait que par contact physique, mais ce serait sans considérer le transfert par conduction dans l'air entre leurs surfaces. Dans l'air ambiant, il faut aussi tenir compte de la convection et de la conduction dans un éventuel ménisque d'eau. Il est donc important de réaliser des mesures quantitatives dans des conditions proches des conditions *in situ*.

Pour cela nous utilisons notre système d'approche avec le système de pompage éteint. La sphère est chauffée en injectant un courant dans le pont de mesure. Le comportement observé est totalement différent du comportement sous vide. Par exemple, sous vide, lorsqu'une puissance de  $50 \mu\text{W}$  était injectée dans notre pont de mesure cela créait une élévation de température de 13.14 K. Cette élévation de température chute à 6.79 K dans l'air en l'absence d'autres modifications que le milieu ambiant. La moitié de la puissance injectée est donc dissipée par conduction et convection dans l'air, ce qui a été rapporté par Lee *et al.* [148]. Ces pertes qui s'ajoutent aux canaux de transfert présents sous vide ont aussi un impact sur l'allure des courbes car ces deux phénomènes dépendent fortement de la distance entre objets. La FIG.3.1 est un exemple de courbe d'approche réalisée à l'air avec une puissance injectée de  $70 \mu\text{W}$  avec un montage (sonde + bille) différent de celui utilisé pour les mesures réalisées sous vide évoquées ci-dessus. Quelque soit les montages (sonde + bille) utilisés, les courbes d'approche à l'air ambiant ont 5 caractéristiques communes :

- Un régime asymptotique est observé lorsque la sphère est loin de la surface (pour une distance sphère-surface supérieure à  $170 \mu\text{m}$  à droite de la FIG.3.1- zone ①). La température mesurée au sommet de la sphère  $T_{Top}$  est quasi-indépendante de la distance à la surface. Celle-ci est trop éloignée pour influencer la température de la sphère.
- On a ensuite un premier régime de couplage « lointain » entre la sphère et le plan - zone ②. La sphère est assez proche de la surface pour échanger de la chaleur avec elle mais la distance qui sépare les deux objets est encore très supérieure au libre parcours moyen des molécules d'air. Le système est régi par des transferts conventionnels : diffusion de Fourier, convection et rayonnement.





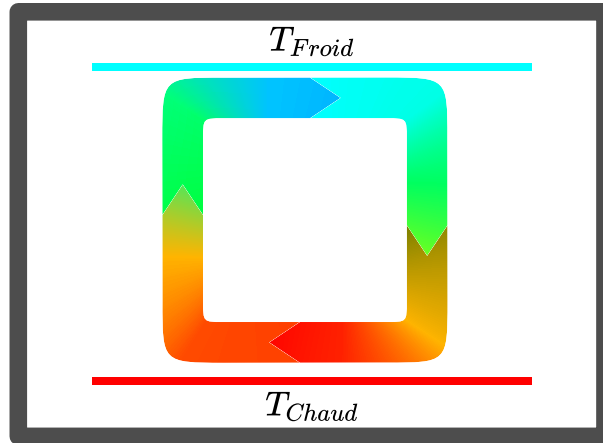
**Figure 3.1** : Exemple de courbe d'approche à l'air ambiant avec une puissance injectée de  $70 \mu\text{W}$ . En s'approchant de la surface, la sphère passe d'un régime où elle n'interagit pas avec la surface ① à différents régimes de couplage : « lointain » ② et « proche » ③. On retrouve le saut de température caractéristique de la mise en contact ④ et le contact ⑤.

- A quelques centaines de nanomètres de la surface, zone ③, la sphère entre dans un deuxième régime de couplage dit « proche » pour lequel elle est sujette à des transferts par conduction balistique ou mixte et possiblement du rayonnement de champ proche.
- Lorsque la sphère rentre en contact avec la surface on retrouve le saut de température, zone ④, caractéristique de l'ouverture d'un nouveau canal de conduction. Ce saut de température est très faible ( $\sim 25 \text{ mK}$ ) en comparaison avec les approches sous vide. Cela est dû au fait que la majeure partie de la puissance injectée est dissipée par le cantilever et par le couplage sphère-surface.
- Enfin lorsque l'on est en contact, zone ⑤, on retrouve une inflexion sur quelques nanomètres qui est probablement due à de la déformation mécanique puis on observe que la température est indépendante de la distance.

La présence de plusieurs régimes nécessite un effort de modélisation supplémentaire pour caractériser la conduction, la convection et la rayonnement pour chacun. Cependant les conclusions faites sur le rayonnement (voir SEC.2.2.1) restent valables : le transfert par rayonnement existe mais il est dominé par les autres types de transfert. Dans la suite de l'étude nous allons donc négliger le transfert de chaleur par rayonnement devant les autres canaux de transfert de chaleur.

### 3.1.1 Origine de la convection dans notre système

Nous avons vu qu'en principe les pertes par convection ne sont pas présentes dans la laine de verre [45]. L'entrelacement des fibres de verre crée des cavités dans lesquelles la convection est limitée. Pour les mêmes raisons nous pensons que la faible distance entre la sphère et la surface limiterait les mouvements du fluide entre ces deux objets. Nous verrons dans la suite de l'étude que ces pertes par convection jouent néanmoins un rôle important en particulier loin de la surface.

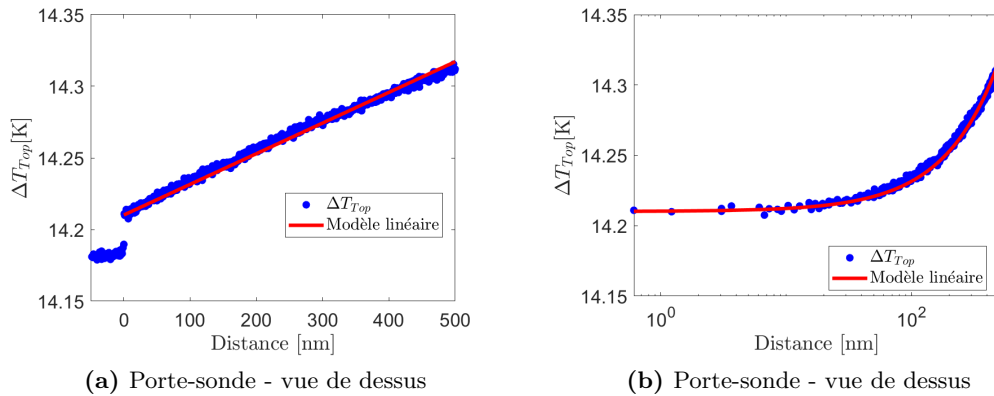


**Figure 3.2** : Schéma de principe de cellules de convection de Rayleigh-Bénard. L'air situé à proximité de la surface chaude ( $T_{Chaude}$ ) est réchauffé, Sa densité diminue ce qui le pousse vers le haut. En haut, cet air est refroidi par la surface froide à température  $T_{Froide}$ , sa densité augmente ce qui l'entraîne vers le bas. Et ainsi de suite.

D'où viennent donc ces pertes par convection? Nous rappelons que la convection est un phénomène de conduction dans un fluide en mouvement. L'origine du mouvement de ce fluide peut avoir deux natures : « forcée » à l'aide d'un opérateur extérieur (moteur, pompe, ventilateur etc.) ou d'origine « naturelle » (le mouvement engendré par des gradients de pression à l'intérieur du fluide). Lorsque notre système de pompage est éteint, il n'y a pas de moteur pouvant générer des mouvements du fluide. L'origine de ces mouvements est donc naturelle. Lorsqu'une masse d'air est chauffée, la masse volumique de celle-ci diminue, ce qui entraîne l'air vers le haut. De la même façon la masse d'air située au dessus est plus lourde et sera entraînée vers le bas. Si l'on s'intéresse à l'air compris entre le cantilever et la surface il n'y a pas de raison de créer ce mouvement. Les corps chauds sont situés en haut et les corps froids sont en bas. L'air froid qui est en bas sera donc poussé vers le bas et l'air chaud qui est en haut sera poussé vers le haut. Si l'on s'en tient à cette analyse il n'y aurait pas de pertes par convection. Pourtant l'air chauffé par la sonde SThM va continuer de s'élever jusqu'au haut de la chambre où il va être refroidi par les parois de celle-ci. L'air refroidi à proximité de cette paroi froide va redescendre engendrant une instabilité de Rayleigh-Bénard, voir FIG.3.2, à laquelle on va pouvoir associer un nombre de Rayleigh  $Ra$ .

### 3.1.2 Les différents régimes de conduction thermique en fonction de la distance sphère-surface

Nous avons vu qu'une grande partie de la puissance injectée se dissipe dans l'air. Il est donc primordial de comprendre les mécanismes de conduction de chaleur dans l'air en fonction de la distance sphère-surface. En particulier, il faut comprendre quels sont les mécanismes de transferts par conduction associés lorsque la distance entre les deux objets est de l'ordre du libre parcours moyen des molécules d'air,  $\Lambda$ . On introduit le nombre de Knudsen, nombre adimensionné qui compare le libre parcours moyen des molécules d'air,  $\Lambda$ , à la distance caractéristique de conduction,  $d$  :  $Kn = \frac{\Lambda}{d}$ . Il nous permet de définir différents régimes :



**Figure 3.3 :** Discussion sur la mise en évidence des différents régimes. La figure (a) - respectivement (b) - représente la température mesurée au sommet de la bille en fonction de la distance en échelle linéaire - respectivement logarithmique - à proximité de la surface. La courbe rouge représente une approximation linéaire de la température mesurée. On observe que la température évolue linéairement avec la distance jusqu'au contact. A priori, on ne serait pas sensible à une conduction balistique qui se manifesterait par un comportement indépendant de la distance à la surface.

#### Le régime diffusif : $Kn \leq 0.01$

Lorsque  $d \gg \Lambda$  les molécules rencontrent un grand nombre de collisions durant leur transport. Le transfert de chaleur se fait par transfert d'énergie de proche en proche entre molécules : c'est le phénomène de diffusion dit de « Fourier ». Le transfert dépend de la distance entre les parois, puisqu'il est relatif à un nombre de collisions qui augmente avec la distance entre les parois.

#### Le régime slip : $0.01 \leq Kn \leq 1$

Lorsque  $d < 100\Lambda$  le transfert est un intermédiaire entre le transfert balistique et le transfert par diffusion. Il n'y a pas de consensus sur la description de ce régime car il faut être capable de décrire un système peu dilué où le nombre de collisions est moins important que pour le régime diffusif mais où les molécules ne circulent pas librement de paroi en paroi. Il faut aussi pouvoir décrire un régime dilué où les molécules arrivent à transiter d'une paroi à l'autre mais avec un faible nombre de collisions. Certains auteurs proposent des raccords soit à partir de la description balistique, soit à partir de la description diffusive [149, 150].

#### Le régime balistique : $Kn \geq 1$

Lorsque la distance entre les deux objets est inférieure ou de l'ordre de  $\Lambda$ , les molécules transitent sans collision. L'énergie n'est pas cédée à une molécule voisine mais elle est directement cédée à la paroi. Le mécanisme de transfert devient indépendant de la distance [12].

Le comportement balistique ou quasi-balistique est difficilement observable dans les solides : cela nécessite des matériaux semi-conducteurs, des méthodes d'observations dédiées et des températures très basses [151]. Il est plus facilement mis en évidence dans un gaz. P.O. Chapuis *et al.* [111] a montré qu'il est possible de mesurer un transfert par conduction différent du régime de Fourier entre une pointe SThM de type Wollaston et un plan.

Le libre parcours moyen dans l'air peut être estimé à partir de la section efficace de collisions entre particules  $\sigma$  et la densité volumique des particules  $n$  :

$$\Lambda_{air} = \frac{1}{\sqrt{2}n\sigma} \quad (3.1)$$

La section efficace de collisions peut être approximée par la section de la sphère  $\sigma = \pi a^2$  avec  $a$  le diamètre des molécules d'air. En exprimant  $n$  à l'aide de la loi des gaz parfaits ( $n = \mathcal{P}/k_bT$ ) :

$$\Lambda_{air} = \frac{k_B T}{\sqrt{2}\mathcal{P}\pi a^2} \quad (3.2)$$

Le libre parcours moyen est donc inversement proportionnel à la pression  $\mathcal{P}$ . Cette expression nous a permis d'estimer le libre parcours moyen dans le vide exprimé dans le chapitre précédent. Si l'on utilise le diamètre des molécules d'azote  $a_{N_2}=0.315$  nm comme référence, le libre parcours moyen  $\Lambda_{air}$  dans les conditions usuelles d'utilisation ( $\mathcal{P}=1$  bar et  $T=300$  K) vaut  $93$  nm  $\simeq$   $100$  nm.

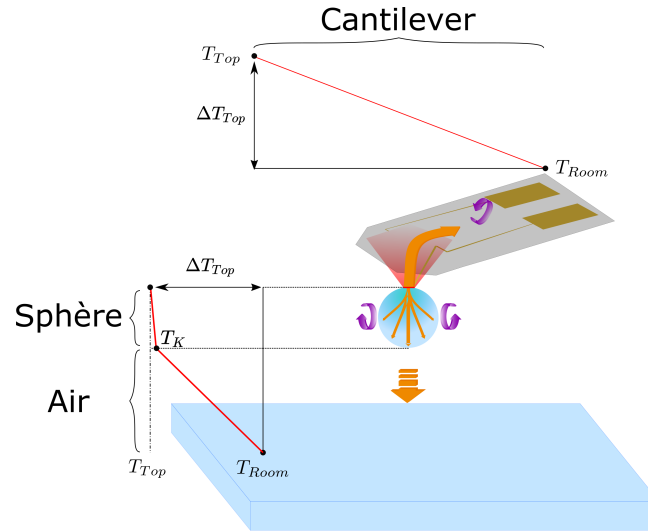
Dans notre cas, illustré FIG.3.3, on observe que la température évolue de façon linéaire avec la distance à la surface lorsque la sphère est à proximité de celle-ci. La représentation de la température au sommet de la bille en fonction de la distance en échelle logarithmique (FIG.3.3b) nous permet d'apprécier cette dépendance linéaire jusqu'aux nanomètres. Ce comportement linéaire est caractéristique d'un transfert proche du transfert diffusif entre une sphère et un plan dont nous détaillerons le calcul dans la SEC.3.2.2. Notre système n'est *a priori* pas sensible au transfert balistique qui est indépendant de la distance à la surface, même si une section de la sphère est située dans le régime balistique. Notre système ne semble pas sensible au flux de chaleur traversant la région de la sphère située dans le régime balistique. En d'autres termes, les échanges intervenant à la base de la bille - lorsque celle-ci est hors contact- sont écartés par les échanges de chaleur intervenant sur d'autres parties du montage : conduction diffusive dans l'air ou dans le cantilever.

### 3.2 Equation loin de la surface

Lorsque la température est indépendante de la surface, ①, il n'y a pas d'interaction entre la sphère et la surface. L'ensemble des pertes se fait par échange avec l'air. Il ne peut donc pas y avoir de gradient de température dans la sphère. Pour déterminer si la sphère est isotherme lorsqu'un couplage avec la surface apparaît on utilise une simplification géométrique. On compare la conductance d'un cube de verre ( $\lambda_{verre}=1$  W.m<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup>) d'arête  $D_{Sphère}$  à la conductance d'un parallélépipède d'air à base carrée  $D_{Sphère} \times D_{Sphère}$ , de hauteur  $d$ , et de conductivité  $\lambda_{air}=26$  mW.m<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup>. Le ratio entre les deux conductance vaut :  $\frac{R_{air}}{R_{Sphère}} = \frac{\lambda_{verre}d}{\lambda_{air}D_{Sphère}} \simeq 40$  pour  $d=10$   $\mu$ m. A la limite du régime diffusif, la résistance de l'air est nettement supérieure à celle de la bille, puis ce rapport devrait augmenter avec la distance. On peut conclure que le gradient de température est nettement plus faible dans la bille que dans l'air, ce qui est illustré sur la FIG.3.4. Par extension on considèrera la **sphère isotherme** dans la suite de cette partie.

A partir de cette hypothèse nous pouvons appliquer un bilan d'énergie au système (Sphère + Sonde). Le gain d'énergie apporté à ce système est la puissance injectée  $P_J$ . Les pertes sont les pertes par convection sur la sphère et la sonde, les pertes conductives dans la sonde et dans l'air. Nous les représenterons comme une conductance totale  $G_{Total}$  qui englobe toutes ces pertes :  $P_J = G_{Total}(d)\Delta T_{Top}$ .

La FIG.3.5 représente nos mesures expérimentales de la conductance totale  $G_{Total}(d)$  du système en fonction de la distance  $d$  déduite des mesures de  $\Delta T_{Top}$ . Elle montre que la conductance augmente lorsque la sphère se rapproche de la surface en raison d'un couplage conductif plus



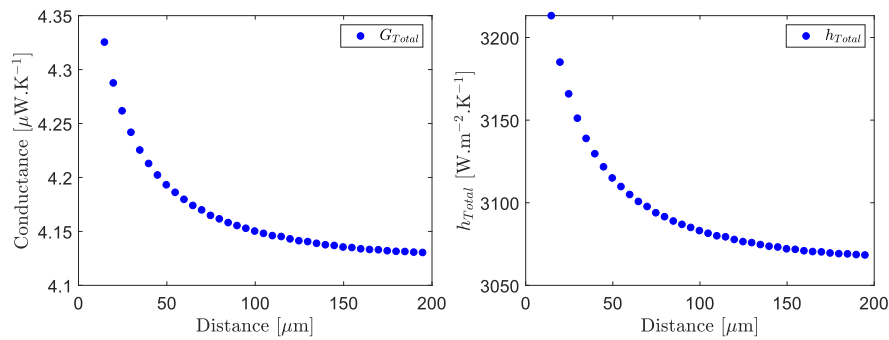
**Figure 3.4 :** Schéma descriptif des canaux de transfert de chaleur et des gradients associés lorsque la sphère est dans l'air et loin de la surface. La chaleur produite par effet *Joule* au niveau de la jonction en palladium est dissipée principalement par : conduction dans la sphère, le cantilever et l'air, convection sur la surface du cantilever et la surface de la sphère. Loin de la surface, les échanges avec l'air à température ambiante dominant, il n'y a pas de couplage entre la sphère et la surface. Le gradient de température dans la sphère est négligeable devant le gradient dans l'air. La sphère peut être considérée comme isotherme. Son nombre de Biot vaut :  $Bi = 0.1$ . Les transferts à caractériser sont les pertes du cantilever et le transfert conducto-convectif dans l'air.

important. Si l'on exprime la conductance comme un coefficient de pertes conducto-convectives  $G_{Total}(d) = h_{Total}(d)S_{Sphère}$  on voit que le coefficient d'échange conducto-convectif augmente de  $3060 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$  loin de la surface à  $3220 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$  à la fin du régime diffusif. Il ne faut pas pour autant en conclure que les pertes par convection augmentent à proximité de la surface car ce serait confondre convection et échange thermique.

Si l'on calcule le nombre de Biot associé, pour  $h_{Total} \in [3060, 3220 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}]$  il vaut  $Bi = \frac{\tau^{cd}}{\tau^{cv}} = \frac{3h_{Total}R}{\lambda_{verre}} \simeq 0.1$ . Cette valeur étant petite devant 1, cela signifie que la résistance interne de la sphère est négligeable, ce qui confirme expérimentalement notre hypothèse de sphère isotherme. Les canaux de transfert à identifier sont donc le transfert à travers le cantilever et le transfert entre la bille et la surface. Dans les paragraphes suivants, nous allons utiliser des modèles simples dans le but de comprendre le mécanisme de dissipation de la chaleur. Ces méthodes s'apparentent plus à des estimations d'ordre grandeurs des transferts régissant le système plutôt qu'à des modélisations quantitatives du transfert de chaleur à travers chaque objet composant le système.

### 3.2.1 Traitement du cantilever

Nous avons vu dans le chapitre précédent (CHAP.2.1) que la conduction dans le cantilever joue un rôle important dans la dissipation de la chaleur injectée dans la pointe SThM. Des études récentes [152] suggèrent que les pertes par convection sur la surface de la pointe SThM commerciales sont le canal de transfert de chaleur le plus important lorsque la pointe est loin de la surface, et que ce canal de transfert de chaleur reste important lorsque la pointe est en



**Figure 3.5** : Conductance totale mesurée et coefficient de transfert conducto-convectif associé.

contact avec un substrat. Il apparait donc important d'essayer d'élucider la nature du transfert à travers la sonde SThM.

### Quel type de transfert domine ? Conduction ou convection ?

Pour déterminer quel type de transfert régit les pertes dans le cantilever nous allons une nouvelle fois faire appel au nombre de Biot. Mais nous allons d'abord faire quelques simplifications géométriques pour traiter ce problème analytiquement. La sonde SThM (pyramide+cantilever) sera considérée comme étant un simple parallélépipède de dimension  $L \times w \times \varepsilon$ . On rappelle que  $L=150 \mu\text{m}$ ,  $w=60 \mu\text{m}$ ,  $\varepsilon=0.4 \mu\text{m}$  sont les dimensions du cantilever.

- Evaluation de la conductivité thermique du cantilever :

Notre pointe SThM est formée d'une pyramide et d'un bras en nitrure de silicium. Des dépôts d'or permettent la connexion électrique de la sonde et le chauffage de celle-ci. Une manière de déterminer sa conductivité effective est de considérer la conductivité de chaque matériau et leur géométrie puis de faire une simulation numérique. Nous choisissons de nous passer de ces simulations puisque nous avons déjà mesuré la conductance de notre cantilever grâce à nos expériences sous vide. Nous allons donc estimer une conductivité effective du cantilever  $\lambda_C$  à partir des mesures de conductance (voir paragraphe 2.2.2), et de la géométrie simplifiée présentée au paragraphe précédent. Cette valeur de conductivité dépend de la géométrie utilisée et n'est donc pas la conductivité thermique exacte de la sonde. On peut écrire :

$$G_C = \frac{\lambda_C \cdot w \cdot \varepsilon}{L} \Leftrightarrow \lambda_C = \frac{G_C L}{w \cdot \varepsilon} \quad (3.3)$$

Avec  $G_C \simeq 4 \mu\text{W.K}^{-1}$  on obtient :

$$\boxed{\lambda_C = 25 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}} \quad (3.4)$$

- Détermination du coefficient de pertes conducto-convectif :

Nous avons vu que notre système est soumis à la convection naturelle. L'identification du coefficient de pertes par convection  $h_C^{cv}$  se fait donc par une corrélation entre le nombre de Nusselt  $Nu$  et le nombre de Rayleigh  $Ra$ . La corrélation choisie dépend de la valeur du nombre de Rayleigh.

Le nombre de Rayleigh rend compte de l'équilibre entre les effets moteurs de la convection naturelle (poussée d'Archimède) et les effets dissipatifs (viscosité et conduction). Son expression est :

$$\text{Ra} = \frac{g\beta\Delta T L_c^3}{\mathcal{D}_{th}\nu} \quad (3.5)$$

avec  $g = 9.81 \text{ m.s}^{-2}$  l'accélération de pesanteur,  $\beta = \frac{1}{T_{amb}}$  l'inverse de la température exprimée en Kelvin qui rend compte de la dilatation de l'air,  $\mathcal{D}_{th} = 20 \times 10^{-6} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$  la diffusivité thermique de l'air,  $\nu = 15.6 \times 10^{-6}$  la viscosité cinématique de l'air. Enfin  $\Delta T$  est l'écart entre les températures des deux parois et  $L_c$  la longueur caractéristique du transfert. C'est la détermination des deux dernières valeurs qui pose problème.

En effet, le problème peut être vu de deux façons. Dans la première, on considère une surface chaude de taille  $\mathcal{L}_c = 21.6 \mu\text{m}$  - longueur caractéristique associée à la convection naturelle externe sur une plaque horizontale de dimension  $150 \times 60 \mu\text{m}$  - à la température  $T = T_{Top}$  [11]. Dans ce cas, on considère bien le mouvement fluide à la surface supérieure d'une plaque chaude mais on ignore ce qui se passe en dessous ou sur les cotés de celle-ci. La seconde solution est de considérer la sonde comme un cylindre dans un courant mais dans ce cas c'est la vitesse du fluide qui est inconnue. Un idée consiste à dire que l'écoulement est généré par une surface froide - aux dimensions de la chambre à vide - placée au dessus d'une source de chaleur. C'est alors l'écart de température  $\Delta T$  qui est inconnu.

C'est un débat auquel nous n'avons pas de réponse. C'est pourquoi nous avons choisi d'utiliser des valeurs d'échange conducto-convectifs extraits de la littérature [153, 154] sans calculer le nombre de Rayleigh correspondant à la géométrie de notre expérience. Nous choisissons la valeur de Lee *et al.* [148]  $h^{cv} = 3400 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$  qui est proche de la valeur  $h^{Total} = 3200 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$  mesurée précédemment.

La littérature [153] suggère des régimes d'écoulement laminaire relatifs à des nombres de Rayleigh faibles. Les échanges convectifs sont probablement de la conduction dans un écoulement laminaire. Les grandes valeurs de  $h^{cv}$  proviennent probablement du fait que la couche limite thermique,  $\delta_{th}$ , doit avoir des dimensions faibles qui sont fixées par les dimensions micrométriques de la sonde. A titre d'exemple, le flux convectif,  $\varphi^{cv}$  est égal à la conduction dans la couche limite thermique,  $\varphi_{th}^{cd}$  :

$$\varphi^{cv} = h^{cv} \Delta T = -\lambda_{air} \nabla T|_{th} \simeq \lambda_{air} \frac{\Delta T}{\delta_{th}} \Rightarrow \delta_{th} \sim 1 \mu\text{m} \quad (3.6)$$

Pour un parallélépipède de capacité calorifique  $C$ , de masse volumique  $\rho$ , de conductivité  $\lambda_C$ , de volume  $V$ , et de surface  $S$ , le nombre de Biot vaut 15. Le transfert est dominé par les échanges avec l'air et la température n'est pas uniforme le long du cantilever. Nous allons donc considérer le cantilever comme étant une ailette.

### La cantilever est-il une ailette infinie ?

Une ailette est un échangeur thermique qui permet d'évacuer par convection la chaleur d'un système en augmentant artificiellement la surface d'échange entre ce système et le fluide. C'est la géométrie élancée de l'ailette qui lui permet d'évacuer efficacement la chaleur. On comprend donc que la physique de l'ailette n'est pas réservée aux échangeurs implémentés sur les circuits électroniques, mais qu'elle peut être appliquée à tout objet longiligne chauffé à une extrémité et refroidi par convection : manche de casserole, fibre de verre ou encore sonde SThM.

La première étape est de vérifier que chaque section transversale du cantilever est isotherme. Pour une section de cantilever le nombre de Biot est :  $Bi = \frac{h^{cv} w \varepsilon}{\lambda_C 2(w + \varepsilon)} = 2.7 \times 10^{-5}$ . Dans une

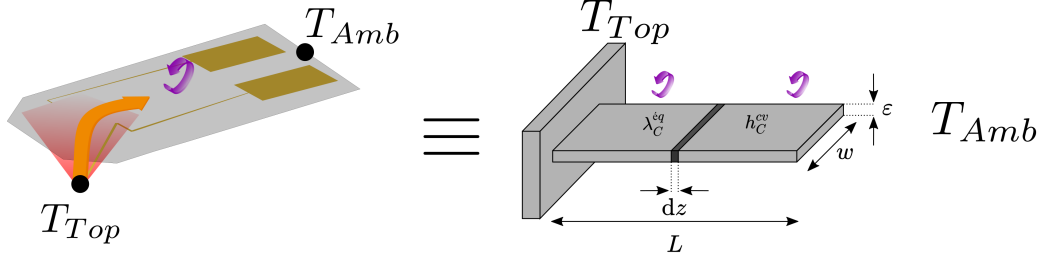


Figure 3.6 : Equivalence cantilever ↔ ailette

section transversale, la conduction s'établit avant la convection, et la section de l'ailette est donc isotherme : on retrouve un transfert 1D permettant d'appliquer les équations de l'ailette.

• Les équations de l'ailette :

Pour obtenir les équations qui régissent le transfert dans une ailette un bilan d'énergie est fait à une section isotherme de l'ailette, de hauteur  $dz$ , de section  $\mathcal{A} = w\varepsilon$  et de température moyenne  $\bar{T}(z)$ , illustré FIG.3.6. Cette section est soumise à un flux conductif entrant  $\varphi^{cd}(z)$ , un flux conductif sortant  $\varphi^{cd}(z+dz)$  et à de la convection,  $h$ , sur les parois de surface  $\mathcal{S} = \mathcal{P}dz$  avec  $\mathcal{P} = 2(w + \varepsilon)$  le périmètre mouillé [11, 155] :

$$\mathcal{A} [\varphi^{cd}(z) - \varphi^{cd}(z+dz)] + \mathcal{P}dz h [T_{amb} - \bar{T}(z)] = 0 \quad (3.7)$$

En utilisant la loi de Fourier  $\varphi^{cd} = -\lambda \frac{d\bar{T}(z)}{dz}$  :

$$\frac{d^2\bar{T}}{dz^2} - \frac{h\mathcal{P}}{\lambda\mathcal{A}} [\bar{T}(z) - T_{amb}] = 0 \quad (3.8)$$

On pose  $m^2 = \frac{\mathcal{P}h}{\mathcal{A}\lambda}$  et on obtient l'équation différentielle suivante :

$$\frac{d^2\bar{T}}{dz^2} - m^2 [\bar{T}(z) - T_{amb}] = 0 \quad (3.9)$$

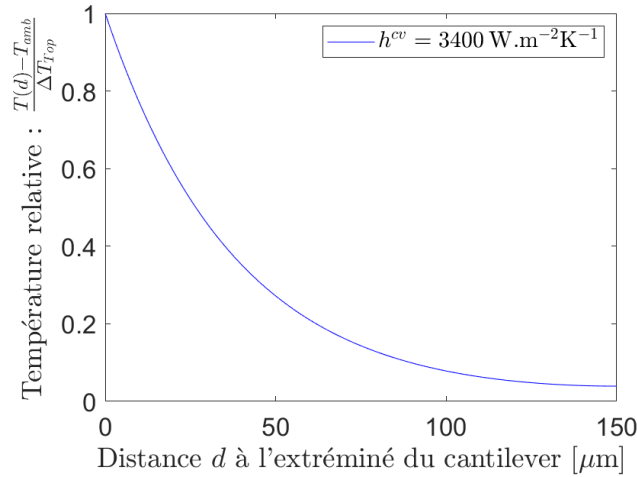
L'équation de l'ailette est une équation différentielle du deuxième ordre en  $\bar{T} - T_{amb} = \theta$  (voir EQ.3.9). Sa solution est de la forme :

$$\theta(z) = Ae^{mz} + Be^{-mz} \quad (3.10)$$

Les coefficients  $A$  et  $B$  dépendent des conditions aux limites, qui sont le flux imposé en base et/ou en bout d'ailette et la température imposée en base et/ou en bout d'ailette. Dans notre cas nous avons une température imposée en base d'ailette ( $T_{Top}$ ). Nous voulons vérifier que le cantilever est une ailette infinie *i.e* l'intégralité du flux injecté dans l'ailette est dissipée le long de celle-ci. Cela nous permettrait de s'assurer que la température mesurée n'est pas impactée par l'extérieur. Pour vérifier cette hypothèse nous supposons une condition de bord libre en bout d'ailette (le flux en bout d'ailette est une perte par convection  $h$ ) :

$$\begin{cases} \text{En base : } & \theta(z=0) = \theta_0 \\ \text{En bout : } & -\lambda \frac{d\theta}{dz}(z=L) = h\theta(z=L) \end{cases}$$





**Figure 3.7 :** Variation de la température le long du cantilever lorsque celui-ci est modélisé par une ailette pour un coefficient d'échange conducto-conductif dans l'air de  $h^{cv} = 3400 \text{ W.m}^{-2}\text{K}^{-1}$ .

On obtient :

$$A = \theta_0 \frac{e^{-mL} \left(1 - \frac{h}{m\lambda}\right)}{\cosh(mL) + \frac{h}{m\lambda} \sinh(ml)} \quad \text{et} \quad B = \theta_0 \frac{e^{mL} \left(1 + \frac{h}{m\lambda}\right)}{\cosh(mL) + \frac{h}{m\lambda} \sinh(ml)} \quad (3.11)$$

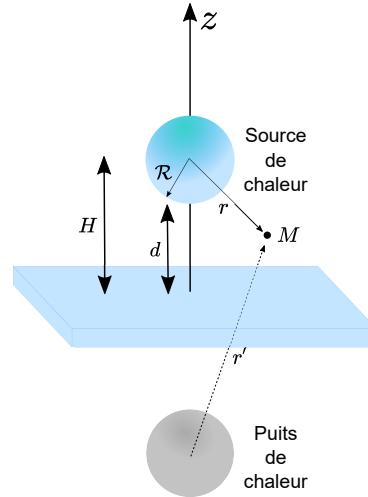
Les résultats pour  $h_C^{cv} = 3400 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$  indiquent que la température tend rapidement vers la température ambiante signifiant que le flux injecté est entièrement dissipé : l'hypothèse d'ailette infinie est bien respectée.

En conclusion, le cantilever se comporte comme une ailette infinie, la température en base d'ailette ( $T_{Top}$ ) n'est pas influencée par la température en bout d'ailette, ce qui permet d'isoler la mesure de la température du bâti. Ce comportement est indépendant de la distance à la surface. La variation de la température de la thermistance en fonction de la distance semble venir d'un couplage entre la sphère et le plan. Il est à noter qu'il est également probable que le gradient de température en base d'ailette soit accentué par une constriction au niveau du chauffage et par la géométrie pyramidale. Même si une incertitude subsiste sur ce point, cela ne modifie pas les enseignements que nous pouvons tirer de cette discussion.

Par la suite et par soucis de simplification, nous négligerons tout couplage conductif entre le cantilever et la surface pour trois raisons : la température diminue rapidement le long du cantilever (FIG.3.7), le fluide a tendance à entrainer la chaleur vers le haut, et la distance cantilever-surface est toujours plus grande que la distance sphère-surface (le cantilever est situé environ  $30 \mu\text{m}$  au dessus du bas de la sphère).

### 3.2.2 Couplage sphère-plan : conduction et facteur de forme

Dans un premier temps nous nous intéressons à un couplage conductif entre une sphère isotherme et un plan. Nous exprimons la résistance thermique de conduction dans l'air entre la sphère et le plan à l'aide d'un facteur de forme. La détermination du facteur de forme peut se faire de deux façons. Soit en résolvant en coordonnées bisphériques l'équation de Laplace entre une sphère de rayon  $\mathcal{R}$  à température  $T_{Top}$  encastrée dans une sphère de rayon infini à température  $T_{amb}$  [156, 157]. Soit en résolvant une géométrie sphère-plan avec une sphère de



**Figure 3.8 :** Conduction entre la sphère et la surface.

rayon  $\mathcal{R}$  de température  $T_{Top}$  à une distance  $H$  de la surface, voir schéma le schéma reporté sur la FIG.3.8. Le système d'équations est alors le suivant :

$$\begin{cases} \Delta T = 0 & \text{pour } z > 0 \text{ et } r > \mathcal{R} \\ -\lambda \frac{\partial T}{\partial r} \Big|_{r=\mathcal{R}} = \frac{P}{4\pi\mathcal{R}^2} & \text{pour } r = \mathcal{R} \\ T(x, z) = T_{amb} & \forall x \text{ pour } z = 0 \end{cases} \quad (3.12)$$

Le problème est qu'il n'est pas trivial d'exprimer l'équation de la surface ( $z = 0$ ) avec l'expression en coordonnées sphériques. L'intégration du flux à travers cette surface est compliquée à résoudre. Nous allons donc chercher à résoudre l'équation de Laplace pour une sphère dans un milieu infini en coordonnées cylindriques puis nous utiliserons la superposition pour déterminer le champ de température dans le demi-espace en considérant une sphère-puits placée symétriquement par rapport à la surface. Le Laplacien cylindrique (première ligne de l'EQ.3.12) est :

$$\frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial r} \left( r^2 \frac{\partial \mathcal{T}}{\partial r} \right) = 0 \quad \text{pour } r > \mathcal{R} \quad (3.13)$$

puisque par symétrie le champ  $\mathcal{T}$  ne dépend que de  $r$  et ne dépend pas des angles  $\theta$  et  $\varphi$ . En intégrant cette équation on obtient :

$$\mathcal{T}(r) = -\frac{A}{r} + B \quad (3.14)$$

En utilisant les conditions aux limites sur le flux (deuxième ligne du système 3.12), on détermine la constante  $A$ .

$$-\lambda \frac{\partial \mathcal{T}}{\partial r} \Big|_{\mathcal{R}} = -\lambda \frac{A}{\mathcal{R}^2} = \frac{P}{4\pi\mathcal{R}^2} \Rightarrow A = -\frac{P}{4\pi\lambda} \Rightarrow \left[ \mathcal{T}(r) = -\frac{P}{4\pi\lambda r} + B \right] \quad (3.15)$$

Pour déterminer le champ de température dans un milieu semi-infini on utilise la superposition. On considère une sphère-puits ayant un flux opposé ( $-P$ ) dans un milieu infini. La solution pour le milieu semi-infini s'obtient en sommant le champ produit par la source de chaleur et le

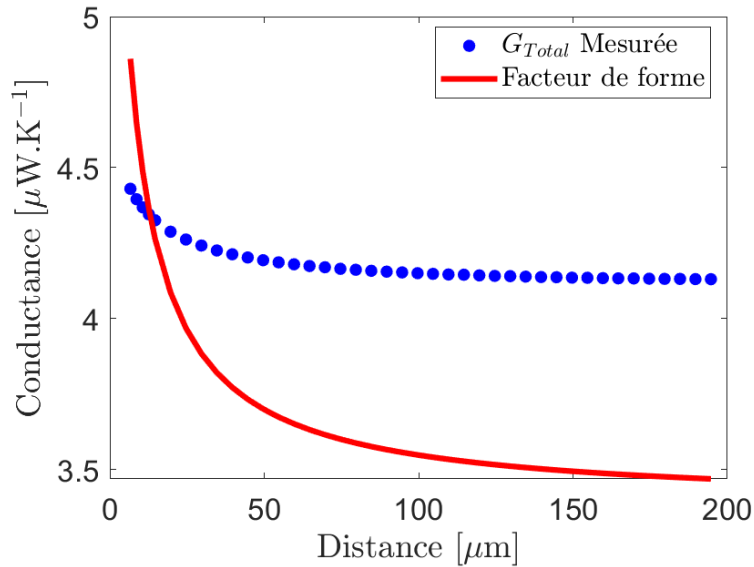
champ produit par le puits de chaleur voir FIG.3.8.

$$\begin{cases} \mathcal{T}(r) &= \frac{P}{4\pi\lambda r} + B \\ \mathcal{T}'(r') &= -\frac{P}{4\pi\lambda r'} + B' \\ T(r, r') &= \mathcal{T}(r) + \mathcal{T}'(r') = \frac{P}{4\pi\lambda} \left( \frac{1}{r} - \frac{1}{r'} \right) + T_{amb} \end{cases} \quad (3.16)$$

avec  $r$  la distance entre le point  $M$  et le centre de la source et  $r'$  la distance entre le point  $M$  et le centre du puits (voir FIG.3.8). Lorsque  $M$  appartient à la surface de la source :  $r = \mathcal{R}$  et  $r' \simeq H \Rightarrow T(\mathcal{R}) = \frac{P}{4\pi\lambda} \left( \frac{1}{\mathcal{R}} - \frac{1}{2H} \right) + T_{amb}$ . On retrouve l'expression du facteur de forme exprimé dans le livre *Fundamentals of Heat and Mass Transfer* [158] et de la résistance de conduction thermique entre une sphère et un plan en fonction de la hauteur,  $H$ , qui est :

$$R^{cd}(H) = \frac{T(\mathcal{R}) - T_{amb}}{P} = \frac{1}{4\pi\lambda} \left( \frac{1}{\mathcal{R}} - \frac{1}{2H} \right) = \frac{1 - \frac{\mathcal{R}}{2H}}{4\pi\lambda\mathcal{R}} \quad (3.17)$$

$$R^{cd}(d) = \frac{1 - \frac{\mathcal{R}}{2H}}{4\pi\lambda\mathcal{R}} \Leftrightarrow G^{cd}(H) = \frac{4\pi\lambda\mathcal{R}}{1 - \frac{\mathcal{R}}{2H}} \quad (3.18)$$

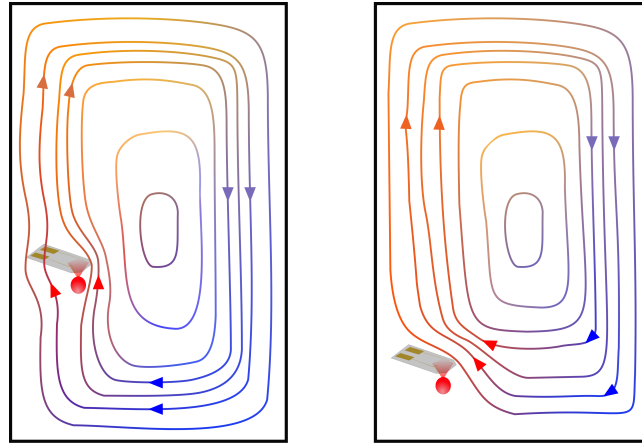


**Figure 3.9** : Comparaison entre la conductance mesurée (bleu) et la conductance modélisée à partir du facteur de forme de conduction dans l'air (rouge).

### 3.2.3 Conclusion sur la variation des pertes par convection en fonction de la distance

L'idée est de comparer la conductance mesurée,  $G_{Total}$ , dans notre expérience à la conductance du facteur de forme,  $G^{cd}$ . En d'autres termes, on compare la dépendance en distance d'une configuration idéale d'un transfert conductif entre une bille et un plan à notre configuration avec de l'air en mouvement et un couplage avec la sonde.

FIG.3.9, on observe que les deux courbes semblent présenter des dépendances en distance similaires :



**Figure 3.10 :** Schémas des cellules de convection thermique de Rayleigh-Bénard. L'air autour de la pointe SThM est chauffé par celle-ci. La densité de l'air diminue, ce qui crée un mouvement du fluide vers le haut. En contrepartie l'air froid situé en haut de la chambre se déplace vers le bas. Il y a donc création de cellule de convection dite de Rayleigh-Bénard. Lorsque la pointe est loin de la surface ( $>100\mu\text{m}$ ) les lignes de flux sont symétriques et semblables à celles d'une sphère dans un courant (schéma de gauche). Lors que la sphère est proche de la surface, l'écoulement sous la sphère est freiné par des effets de viscosité (schéma de droite).

- loin de la surface les deux courbes semblent avoir un comportement qui tend vers une asymptote ;
- à proximité de la surface, on observe une conductance qui augmente fortement.

Cependant, les amplitudes ne sont pas les mêmes et ne semblent pas liées linéairement.

Pour les grandes distances, à droite de la FIG.3.9, on observe que la conductance mesurée est plus importante que la conductance du facteur de forme. De plus, l'écart semble grandir. On en déduit que le transfert à grandes distances est dicté par le couplage avec la sonde et par des échanges conducto-convectifs. Lorsqu'on se rapproche de la surface, pour  $d < 5 \mu\text{m}$ , partie gauche de FIG.3.9, on observe que la conductance du facteur de forme est plus importante que la conductance mesurée : le couplage conductif entre la bille et la surface a un rôle plus important dans le transfert de chaleur mais il n'est pas le canal principal de dissipation de la chaleur puisque dans ce cas là les deux conductances seraient voisines.

En se rapprochant de la surface, on passerait donc d'un régime dominé par les pertes par convection à un régime où les pertes par convection diminuent avec un couplage conductif plus fort. Ceci semble évident si l'on s'intéresse à l'écoulement autour de la sonde : lorsque la bille se situe loin de la surface, le système  $\{bille+sonde\}$  est au milieu du courant comme cela est illustré sur la FIG.3.10. Les lignes de champ s'ouvrent en dessous de la sonde et se referment au dessus de celle-ci à la manière d'un cylindre dans un courant. Cependant, lorsque l'on est proche de la surface, l'air a plus de difficulté à circuler autour du système à cause des effets de viscosité. Le transfert devient principalement conductif. L'augmentation du coefficient d'échange conducto-convectif montré sur la FIG.3.5 est l'action couplée de la diminution des pertes par convection et de l'augmentation de la conduction.

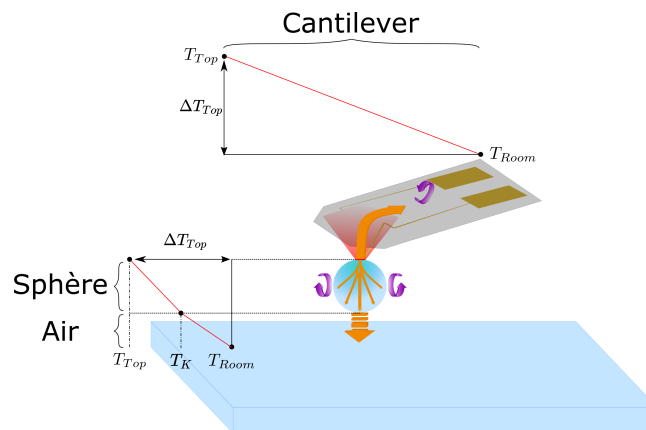
Proche de la surface, la diminution des pertes par convection joue aussi un rôle sur le comportement du cantilever. Il est possible que ce dernier ne soit plus une ailette infinie à proximité de la surface. Un échange conductif entre le cantilever et la surface est possible lorsque la pointe

est à quelques nanomètres de la surface mais nous ne chercherons pas à le mettre en évidence.

En résumé, le transfert entre le point de chauffage et le plan est un couplage complexe mêlant conduction et convection entre la sphère, la sonde et l'air environnant. Dans la partie suivante, nous tenterons d'estimer la résistance thermique de contact à partir de modèles simples.

### 3.3 Etude du contact

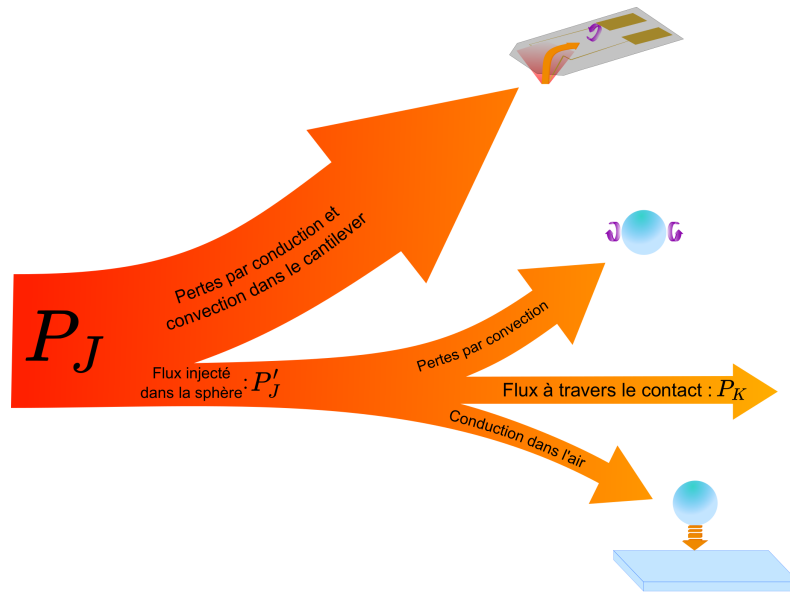
A proximité de la surface, pour des distances sphère-plan inférieures au micron, la sphère de verre n'est plus isotherme. En effet, l'air est 40 fois plus isolant que le verre mais les deux canaux de transfert deviennent équivalents lorsque l'épaisseur de la couche d'air est de l'ordre de 1/40ème du diamètre de la sphère ( $\simeq 0.5 \mu\text{m}$ ), voir FIG.3.11. Il n'est alors plus possible de faire un bilan d'énergie au système  $\{Sphère\}$ . Le traitement du transfert dans l'air est lui aussi plus difficile. Du fait de ses dimensions ( $20 \mu\text{m}$ ), la sphère transmet de la chaleur à la surface par les 3 modes de conduction : diffusif pour la région de la sphère située à plus de  $10 \mu\text{m}$  du plan, balistique pour la zone située à moins de  $100 \text{ nm}$  de la surface et slip pour le reste de la surface de la sphère. Ces deux dernières contributions sont très complexes à modéliser analytiquement mais peuvent être mesurées.



**Figure 3.11** : Schéma descriptif des canaux de transfert de chaleur et des gradients associés lorsque la sphère est dans l'air et proche de la surface. Proche de la surface les pertes par convection diminuent. Un couplage conductif important entre la sphère et la surface se crée. Le gradient dans la sphère devient comparable au gradient dans l'air : la résistance thermique de la sphère n'est plus négligeable.

Il s'agit donc d'adopter une nouvelle stratégie de résolution nous permettant de quantifier les pertes dans le cantilever, les pertes et échanges conducto-convectifs à la surface de la sphère ainsi que la conduction dans la sphère. Cette résolution doit nous permettre d'estimer quelle proportion du flux injecté au sommet de la sphère traverse le contact, comme cela est illustré FIG.3.12. Le saut de température étant de l'ordre de  $25 \text{ mK}$  (contre  $175 \text{ mK}$  dans le vide), on s'attend à ce que le flux conductif à travers le contact soit nettement plus faible que dans les expériences sous vide. En effet, l'essentiel du flux injecté dans le système est échangé avec l'air.

L'estimation du flux de chaleur traversant le contact est ardu puisque notre instrument de mesure (la sonde Pd) n'est pas situé à proximité du contact et la modélisation des couplages entre la bille, la sonde, l'air et le plan est complexe.



**Figure 3.12 :** Schéma de la répartition du puissance injectée au sommet de la bille.

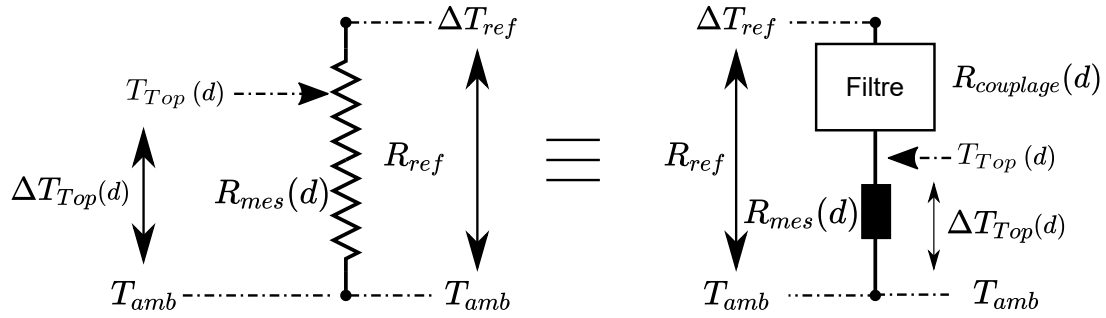
### Description phénoménologique

Pour déterminer la résistance thermique de contact, nous allons adopter une démarche phénoménologique. La température mesurée au sommet de la bille lorsque l'on est loin de la surface est  $\Delta T_{Top}(200 \mu\text{m}) = 16.55 \text{ K}$ . A cette distance, il n'y a pas de couplage avec la surface et la mesure de  $\Delta T_{ref} = \Delta T_{Top}(200 \mu\text{m})$  sonde la dissipation de la chaleur dans l'air environnant. De manière similaire la résistance mesurée loin de la surface  $R_{ref} = R_{mes}(200 \mu\text{m}) = \frac{\Delta T_{ref}}{P_J} = 2.42 \times 10^5 \text{ K.W}^{-1}$  avec  $P_J = 70 \mu\text{W}$  quantifie la dissipation de la chaleur dans l'air lorsqu'il n'y a pas de couplage entre la bille et le plan.

Lorsque l'on se rapproche de la surface, un couplage apparaît, ce qui fait diminuer la température de la sonde. Par exemple, juste avant le contact à la position  $d = \delta \simeq 0$ , la température de la sonde vaut :  $\Delta T_{Top}(\delta) = 14.21 \text{ K}$ . De la même façon, la résistance mesurée sondant l'environnement vaut :  $R_{mes}(\delta) = 2.07 \times 10^5 \text{ K.W}^{-1}$ .

On observe d'une part une diminution de la température mesurée,  $\Delta T_{Top}(d)$ , et d'autre part une baisse de la résistance globale  $R_{mes}(d)$ . Nous pouvons décrire la résistance mesurée en fonction de la distance comme un potentiomètre ayant comme gamme de variation  $R_{ref} = R_{mes}(200 \mu\text{m})$ , la résistance mesurée en l'absence de couplage avec la surface. La résistance variable du potentiomètre est  $R_{couplage}$  et dépend du couplage avec la surface. Le schéma électrique équivalent est illustré sur la FIG.3.13. De la même manière, on observe que la température au contact est encore plus faible :  $\Delta T_{Top}(\delta) = 14.18 \text{ K}$ .

L'impédance  $R_{couplage}$  peut être vue comme un filtre aux caractéristiques suivantes. Loin de la surface l'impédance est faible, la différence de température aux bornes du filtre est nulle et la température mesurée par notre thermistance est la température de référence. Lorsque l'on se rapproche du contact le couplage avec la surface est plus important et l'impédance du filtre augmente. Par conséquent, la température mesurée par notre capteur est plus faible que la température de référence. En contact, l'impédance mesurée est représentative du couplage conductif dans l'air à proximité de la surface mais aussi de la conduction à travers le contact. L'impédance du filtre tend alors vers une valeur qui peut être associée au gain du filtre. Ce filtre



**Figure 3.13** : Schéma électrique équivalent. L'expérience est assimilée à la mesure de la tension,  $\Delta T_{Top}$ , aux bornes d'un potentiomètre de gamme  $R_{ref}$ , de résistance variable  $R_{mes}$ .

s'apparente à un filtre passe-bas à la différence que la variable n'est pas la pulsation,  $\omega$ , mais la distance  $d$  à la surface. Loin de la surface ( $d \rightarrow \infty$ ), le module de fonction de transfert tend vers zéro et l'impédance mesurée est nulle. En contact ( $d = 0$ ), le module est le gain du filtre qui prend en compte le couplage avec la surface par l'air, d'une part, et le transfert à travers le contact, d'autre part. Il faut alors dissocier la contribution du contact de l'échange à travers l'air.

Pour mesurer la résistance thermique de contact, nous mesurons d'abord l'impédance de couplage lorsque la bille est en contact avec le plan en faisant la différence entre la gamme du potentiomètre  $R_{ref}$  et la résistance thermique sondé par la sonde  $R_{mes}(0)$ . Nous obtenons :  $R_{couplage}(0) = 3.45 \times 10^5 \text{ K.W}^{-1}$ - respectivement  $G_{couplage}(0) = 29.0 \text{ } \mu\text{W.K}^{-1}$ . Cette résistance de couplage comprend à la fois la résistance de contact  $R_K$  et le couplage sphère-plan  $R_{SP}$  mais ces deux paramètres demeurent inconnus.

### Mesure de la résistance de contact

L'idée est de mesurer la diminution du couplage lorsque l'on passe de la situation en contact à la situation hors-contact. L'impédance de couplage,  $R_{couplage}(\delta)$ , est mesurée juste avant le contact :  $R_{couplage}(\delta) = 3.41 \times 10^5 \text{ K.W}^{-1}$ - respectivement  $G_{couplage}(\delta) = 29.3 \text{ } \mu\text{W.K}^{-1}$ . Nous faisons l'hypothèse que l'augmentation de la conductance de  $G_{couplage}(\delta) - G_{couplage}(0)$  est uniquement due à la résistance de contact :

$$\frac{1}{R_K} = G_{couplage}(\delta) - G_{couplage}(0) \Rightarrow R_K = 3.8 \times 10^6 \text{ K.W}^{-1} \quad (3.19)$$

La valeur de résistance mesurée sont cohérentes avec les valeurs mesurées sous vide même s'il y a un ordre de grandeur de différence entre les valeurs sous vide et à l'air. Cette différence pouvant être expliquée par une surface de transfert qui est plus grande dans le cas de l'air où le transfert peut se faire à travers un ménisque d'eau plus important et à travers l'air emprisonné entre les deux surfaces. Ces mesures restent cohérentes avec les valeurs de résistances thermiques de contact entre deux fibres de verres commerciales mesurées sous vide par Olivier Bourgeois et Tuyen Nguyen (membre du projet ANR CarISOVERRE) [87].

### Influence des conditions atmosphériques

Avant de conclure ce chapitre, il est important de souligner que nous travaillons à l'air ambiant et nous sommes sujet au changement d'hygrométrie saisonnier, ce qui a une influence sur

les résultats. Pour une même puissance injectée ( $70 \mu\text{W}$ ) et pour une même sonde, les résistances mesurées varient de  $R_K = 2.5 \times 10^6 \text{ K.W}^{-1}$  à  $R_K = 4 \times 10^6 \text{ K.W}^{-1}$ . Comme une étude SThM menée par Assy [47] le montre, l'humidité a un rôle important dans la résistance thermique de contact. La couche d'eau formée autour de la sphère au contact augmente la surface d'échange et diminue la résistance thermique de contact. Pour illustrer ceci nous avons décidé d'augmenter le chauffage en augmentant la puissance injectée de  $70$  à  $140 \mu\text{W}$ .

Le chauffage généré par  $140 \mu\text{W}$  impose un écart de température  $\Delta T_{Top}$  variant de  $30$  à  $35 \text{ K}$  en fonction de la distance à la surface. Cette hausse de température mène à une plus grande évaporation et à une réduction de la surface d'échange, ce qui est confirmé par les mesures de résistance de contact. La résistance de contact augmente de  $R_K = 4 \times 10^6 \text{ K.W}^{-1}$  à  $R_K = 1.1 \times 10^7 \text{ K.W}^{-1}$  lorsque la puissance injectée augmente de  $70$  à  $140 \mu\text{W}$ . On observe que la valeur mesurée pour  $P_J=140 \mu\text{W}$  est proche de la valeur mesurée sous vide : le ménisque d'eau à la base du contact aurait donc été évaporé en grande partie. On retrouve la tendance d'élévation de la résistance thermique de contact en fonction de la température mise en évidence par Olivier Bourgeois et Tuyen Nguyen [87].

### Les limites

Le modèle utilisé ici est phénoménologique. Il n'a pas la prétention de donner une description complète et précise du transfert de chaleur dans une situation aussi complexe mais il présente des résultats satisfaisants. La même méthodologie pourrait être conduite pour estimer la résistance de contact entre une sphère et un plan lorsque celle-ci est immergée dans un fluide différent.

Durant ma thèse, nous avons eu l'occasion de développer des approches différentes basées sur des modèles de transfert entre une sphère et un plan ou sur un transfert conductif dans la bille à la manière de la résistance thermique de la sphère calculée dans la SEC.2.3. Les résistances de contact mesurées à partir de ces modèles varient de  $9 \times 10^6 \text{ K.W}^{-1}$  à  $6 \times 10^7 \text{ K.W}^{-1}$  en fonction des modèles utilisés. Toutes ces valeurs sont à peu près du même ordre de grandeur. Il semblerait que cet ordre de grandeur soit dicté par notre méthode de mesure différentielle. La dispersion des valeurs calculées est quant à elle fonction des modèles et des simplifications utilisés pour le transfert à travers la bille et pour le transfert entre la bille et la surface. Ces modèles introduisent des biais qui sont difficilement quantifiables. C'est la raison pour laquelle nous avons préféré présenter une approche uniquement phénoménologique.

Une solution pour résoudre le problème de transfert de chaleur entre la bille et le plan dans son ensemble serait de faire des simulations numériques en modélisant tous les régimes de conduction (ballistique, diffusif), le mouvement fluide, puis de résoudre un problème inverse à l'aide de nos mesures pour identifier dans un premier temps le coefficient d'échange dans l'air ainsi que la résistance thermique de contact. Ces simulations seraient complexes et coûteuses en temps et je doute que le résultat obtenu soit fondamentalement différent de la valeur estimée phénoménologiquement.





# Conclusion

Nous avons utilisé les techniques SThM pour coller une bille micrométrique de  $20\ \mu\text{m}$  de diamètre au sommet d'une pointe thermorésistive pyramidale. Cette sonde nous permet de chauffer la bille et de mesurer la température à son sommet. Pour effectuer ces expériences, nous avons ensuite développé un dispositif permettant de réaliser des approches sous vide et sous air ambiant entre cette bille de verre et une surface de verre. Ce dispositif atteint une précision axiale en position de l'ordre du nanomètre et une sensibilité en température de l'ordre de la dizaine de millikelvin et cela de la pression ambiante jusqu'au vide secondaire.

Les mesures de température en fonction de la distance réalisées sous vide nous ont appris que notre système n'est pas assez sensible pour mesurer le transfert radiatif de champ proche entre une bille de verre et un plan de verre. Le traitement analytique du rayonnement de champ lointain réalisé en complément nous a permis de conclure que le transfert par rayonnement est négligeable dans notre expérience. Nous avons pu estimer la conductance de notre cantilever à  $4,65\ \mu\text{W}\cdot\text{K}^{-1}$  avec nos mesures réalisées sous vide loin de la surface. L'estimation de la surface effective de transfert thermique au contact nous a donné accès à la résistance thermique de conduction dans la micro sphère à l'aide d'un développement analytique puis de déterminer la résistance thermique de contact sous vide à  $1.4 \times 10^7\ \text{K}\cdot\text{W}^{-1}$ .

Les approches réalisées sous air ont mis en évidence que la chaleur injectée dans la sphère et le cantilever est dissipée principalement par conduction et convection dans l'air lorsque le système est situé à plusieurs microns de la surface. Lorsque la bille se rapproche de la surface les pertes par conducto-convection dans l'air diminuent mais le couplage conductif avec la surface est plus important. L'utilisation d'un modèle phénoménologique nous a permis de quantifier le couplage entre la bille et la surface lorsque ces deux éléments sont en contact. L'estimation du couplage par conduction dans l'air nous a permis d'évaluer la résistance thermique de contact sous air ambiant. Cette valeur est proche des valeurs mesurées sous vide et semble dépendre des conditions d'hygrométrie.

Ces expériences ouvrent la voie vers des mesures de résistance thermique de contact sous atmosphère contrôlée ou vers la mesure de la résistance thermique de contact entre une bille de verre et une fibre de verre.



Troisième partie

**Méthode de caractérisation  
infrarouge**



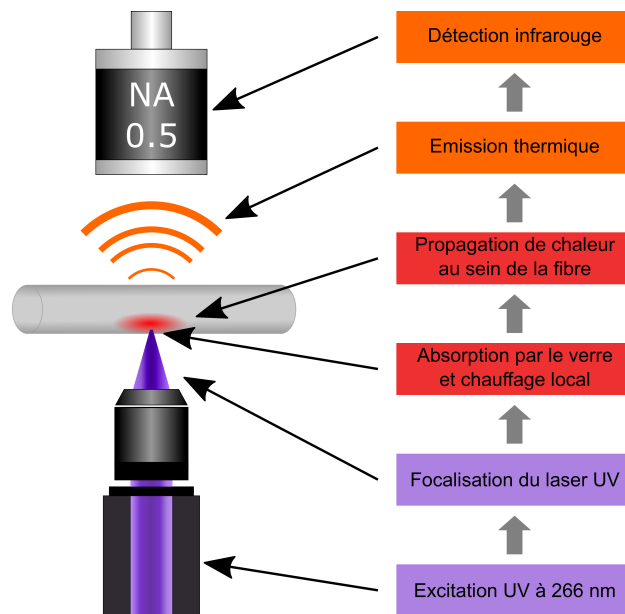
# Présentation de la méthode de caractérisation

La méthode de caractérisation présentée dans cette partie a fait l'objet d'une première validation de principe durant la thèse d'Elodie Perros [85]. Nous y avons apporté des modifications tout au long de ma thèse dans le but de la perfectionner.

Le principe de la méthode est illustré sur la FIG.1. Un laser ultraviolet (UV) impulsionnel est focalisé sur une fibre de verre à l'aide d'un objectif UV. La lumière incidente est absorbée par la fibre en surface. L'énergie apportée par l'excitation laser produit localement de la chaleur. La chaleur se propage dans la fibre par conduction et est dissipée à sa surface par des échanges avec l'air (échanges convectifs) en même temps que se produit une augmentation locale et dépendante du temps de l'émission thermique de la fibre associée à l'augmentation de sa température sous l'effet de l'impulsion de chaleur. L'émission thermique de la fibre est donc amplifiée par la chaleur produite par le laser UV. Le rayonnement thermique émis par la fibre est finalement collecté par des optiques adaptées puis dirigé vers un détecteur infrarouge (IR) dont le maximum de sensibilité se situe autour d'une longueur d'onde de  $10 \mu\text{m}$ .

Cette méthode est similaire aussi bien à la méthode Flash lorsqu'elle est utilisée en transmission qu'à une méthode pompe-sonde lorsqu'elle est utilisée en réflexion. On retrouve en effet un laser pompe qui excite l'échantillon. L'utilisation d'un laser sonde n'est pas nécessaire puisque c'est l'émission thermique de la fibre qui est mesurée directement.

Dans le chapitre suivant nous détaillerons les différents organes du dispositif expérimental et nous verrons comment le rayonnement provenant de la fibre est extrait du bruit environnant.



**Figure 1 :** Principe général des mesures du rayonnement thermique infrarouge stimulé par chauffage UV. Un laser UV impulsionnel est focalisé sur une fibre de verre industrielle de  $13 \mu\text{m}$  de diamètre. Le laser est absorbé en surface créant un chauffage local de la fibre. La chaleur se propage ensuite dans la fibre. L'excitation thermique exalte le rayonnement IR de la fibre qui est collecté à l'aide d'un objectif IR et d'un détecteur IR.

# Chapitre 1

## Les dispositifs expérimentaux

### 1.1 Le montage de thermographie infrarouge avec chauffage par laser UV

Le montage développé se décompose en trois parties :

- L'excitation, dont le but est de créer un chauffage local de l'échantillon. Nous avons fait le choix d'un chauffage laser UV qui est donc sans contact.
- L'échantillon étudié où se propage la chaleur. Dans notre cas, c'est une ou plusieurs fibres de verre.
- La mesure de la température de l'échantillon. Nous avons fait le choix d'une mesure pyrométrique de la température. L'émission thermique de la fibre est collectée puis dirigée vers un système de détection infrarouge qui peut être monocanal ou matriciel.

Dans les paragraphes suivants, nous présenterons en détail les éléments composants le montage ainsi que les différentes fonctionnalités implémentées.

#### 1.1.1 L'excitation

Le premier critère de dimensionnement du montage repose sur un chauffage surfacique et local de l'échantillon. L'excitation a donc été dimensionnée par rapport aux propriétés optiques de l'échantillon pour optimiser l'absorption du rayonnement incident.

Les propriétés optiques du matériau industriel de référence dans son état bulk - présentées dans la PART.I SEC.3.2 - nous ont permis de déterminer la longueur d'onde qui minimise la longueur de pénétration dans le matériau. Le critère choisi est d'avoir une longueur de pénétration de l'onde faible devant les dimensions de la fibre qui sont de 13  $\mu\text{m}$  de diamètre. On rappelle que la longueur de pénétration de l'onde s'exprime à partir de la partie imaginaire  $k$  de l'indice optique  $\underline{n}$ , PART.I EQ.3.17 :

$$\delta_{\text{pénétration}}(\lambda) = \frac{\lambda}{4\pi k}$$

La conclusion de la PART.I SEC.3.2 suggérait de travailler aux courtes longueurs d'ondes - inférieures à 400 nm - pour avoir une absorption surfacique. En particulier, la longueur de pénétration vaut  $\delta_{\text{pénétration}}(266\text{ nm})=320\text{ nm}$  pour  $\lambda=266\text{ nm}$ .



Longueur d'onde	266 nm
Taux de répétition	$\leq 1$ kHz
Durée de l'impulsion, Largeur à mi-hauteur	$\leq 1.0$ ns
Energie par impulsion	$>12 \mu\text{J}$ @ 1 kHz
Puissance maximale	$>12$ kW @ 1 kHz
Rapport de polarisation	100 : 1 vertical
Mode spatial	TEM <sub>00</sub>
Diamètre du faisceau	$900 \pm 200 \mu\text{m}$
Divergence du faisceau, $2\Theta$	$< 2$ mrad

**Table 1.1** : Caractéristiques techniques du laser impulsif CryLas FQSS 266-Q4 - d'après la documentation technique.

### La source UV

La source choisie est un laser CryLas<sup>1</sup> - FQSS 266-Q4 à solide pompé par diode *Q-switched*. C'est un laser impulsif produisant des impulsions d'une durée de 1 ns à une cadence ajustable de 50 Hz à 1 kHz. Les données constructeurs sont disponibles dans le tableau TAB.1.1.

Le faisceau UV est partiellement absorbé par les différentes optiques de notre montage lors de sa propagation de la source à l'échantillon. La puissance utile qui excite l'échantillon est donc plus faible que les caractéristiques données par le constructeur. Elle reste néanmoins assez élevée pour dégrader la fibre par ablation. Des précautions ont donc été prises pour limiter la puissance du laser via un atténuateur implémenté à la sortie du laser UV.

### La focalisation du faisceau UV

Le faisceau de sortie du laser a un diamètre de 1 mm environ, ce qui est supérieur aux dimensions de la fibre. Nous utilisons un système de focalisation pour obtenir un chauffage local de l'échantillon en concentrant le faisceau laser. Notre choix s'est porté sur un objectif de microscope UV (THORLABS - modèle LMU-15X-UVB)  $\times 15$  et d'ouverture numérique O.N. = 0.32. Cet objectif est traité pour avoir une bonne transmission dans l'UV, en particulier à 266 nm où sa transmission est de 85%.

C'est un objectif à « longue distance » de travail. Celle-ci vaut  $WD = 8.5$  mm. Elle est suffisante pour illuminer l'échantillon sans encombrer la région qui l'entoure, laissant un espace suffisant pour mettre en place l'échantillon sur son support, le manipuler et l'observer. Pour l'observation, il s'agit en effet d'approcher un second objectif de microscope infrarouge à proximité de l'échantillon sans avoir à toucher à l'objectif UV et sans que celui-ci soit dans le champ de vue de l'observation.

La tache focale théorique du microscope UV est de  $1 \mu\text{m}$  dans le cas où le faisceau couvre la totalité de la surface d'entrée de l'objectif de 8.5 mm. Le diamètre du faisceau laser étant d'environ 1 mm (cf. TAB.1.1) il est donc nécessaire de l'élargir.

### Élargissement et épuration du faisceau UV

L'élargissement du faisceau UV est réalisé à l'aide d'un télescope composé de deux lentilles en silice de focale respective  $f_1$  et  $f_2$ . Les focales sont choisies de manière à obtenir un grandissement,  $g$ , supérieur à 8 dans le but de couvrir la pupille d'entrée du microscope, ce qui est obtenu en choisissant  $f_2 = 250$  mm et  $f_1 = 30$  mm :  $g = \frac{250}{30} \sim 8.3$ .

---

1. Crystal Laser Systems GmbH

L'observation du faisceau agrandi par le télescope met en évidence un écart du mode spatial du faisceau laser utilisé avec le mode annoncé par le constructeur ( $TEM_{00}$ ). Un filtrage spatial est mis en place pour épurer le faisceau UV et obtenir un mode qui s'approche du  $TEM_{00}$  afin de faciliter la focalisation sur une tache limitée par diffraction. Pour cela un trou (ou pinhole en anglais) est placé au point de confocalité des lentilles. La taille du trou est dimensionnée en fonction de la taille de la tache d'Airy formée après la première lentille. Le diamètre est choisi de manière à couvrir au mieux le pic central de la tache d'Airy.

Le diamètre de la tache d'Airy pour un faisceau de rayon  $r$  est :

$$D_{\text{Airy}} = \frac{1.2\lambda f_1}{r} = \frac{1.2 \times 266 \cdot 10^{-9} \times 30}{0.5} = 19.5 \mu\text{m} \quad (1.1)$$

Nous avons fait le choix de réaliser un filtrage spatial avec un pinhole de diamètre  $25 \mu\text{m}$  qui est le diamètre le plus proche disponible chez Thorlabs.

### 1.1.2 L'échantillon et son support

L'échantillon est composé d'une ou plusieurs fibres de verre industrielles. Ces fibres sont calibrées et supposées toutes identiques. Leur diamètre moyen est de  $13 \mu\text{m}$ . Dans la suite nous ferons l'hypothèse que toutes les fibres font exactement ce diamètre, ce qui semble être le cas sur base des observations faites avec un objectif de microscope à grande ouverture numérique.

Ces fibres sont extraites de la ligne de production entre l'étape de fibrage et la pulvérisation du liant. Elles ne sont donc pas recouvertes de liant contrairement à celles que l'on trouve dans la laine de verre.

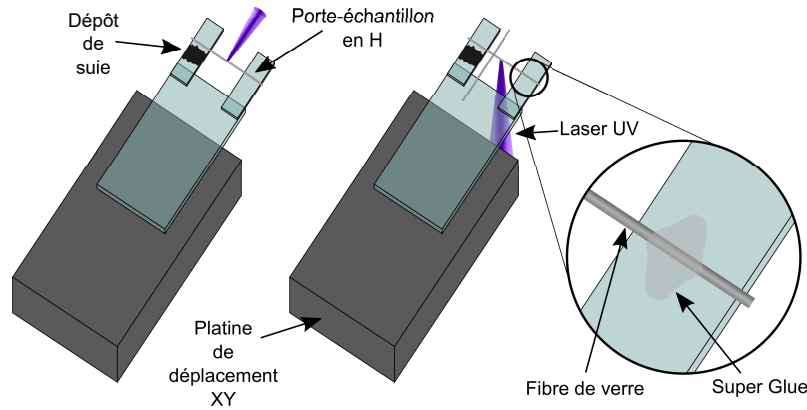
L'échantillon est placé sur son support dans le plan où le faisceau laser UV est focalisé par un objectif à l'aide de platines de déplacements. Le porte échantillon est réalisé avec des lamelles de microscope coupées et collées entre elles, comme schématisé sur la FIG.1.1. Sa forme en « H » permet de suspendre la fibre dans le vide et de l'illuminer par le coté ou par le dessous. La fibre est fixée par de la colle (*SuperGlue*) sur chaque branche du support. Il est également possible de mettre une deuxième fibre en place sur le porte échantillon en la fixant à la lamelle de verre d'un coté et en la reposant sur la première fibre de l'autre, de manière à ce que les deux fibres se croisent perpendiculairement.

Il est possible de réaliser un dépôt de suie sur une des branches du porte-échantillon. Le dépôt d'un corps noir homogène est utile pour servir de référence pour l'utilisation d'une caméra IR, dont l'intérêt sera discuté dans la SEC.1.3.

Le porte-échantillon est fixé sur une platine de déplacement piézoélectrique XY (modèle PXY-100-SG de chez *Piezosystem Jena*). Cette platine assure des déplacements sur une surface couvrant  $80 \times 80 \mu\text{m}$  en boucle fermée. La platine piézoélectrique est pilotable par une électronique RHK Technology et le logiciel R9 Rev. Ce système de déplacement permet de positionner la fibre avec précision et de réaliser des balayages dans le plan horizontal XY. Pour l'imagerie, il est possible de réaliser des scans en excitant thermiquement l'échantillon en différents points à l'aide du laser UV focalisé.

### Les limites

L'inconvénient majeur d'une excitation impulsionnelle est qu'une énergie importante est apportée à l'échantillon sur un laps de temps très court. Ce type d'excitation a tendance à détériorer l'échantillon ce qui explique que nous n'avons pas réussi à utiliser cette méthode sur d'autres d'échantillons (notamment des couches minces de verre présentant des inclusions de



**Figure 1.1** : Système porte-échantillon. Une fibre de verre industrielle est suspendue dans le vide à l'aide d'un porte-échantillon en forme de H. La forme du porte-échantillon permet d'illuminer la fibre par le côté ou par le dessous et il permet de suspendre une seconde fibre perpendiculairement à la première. Le support en lamelle de verre est déposé sur une platine de déplacement XY.

bore). Une amélioration possible serait l'utilisation d'une diode UV avec une puissance moins élevée et une durée d'impulsion plus grande.

### 1.1.3 La collection optique du rayonnement thermique infrarouge

Le rayonnement émis par une fibre de verre ou tout échantillon chauffé relève du domaine de l'infrarouge. Le problème sous-jacent est que la silice (constituant principal des optiques classiques) n'est pas transparente dans l'infrarouge empêchant l'utilisation d'optiques standards.

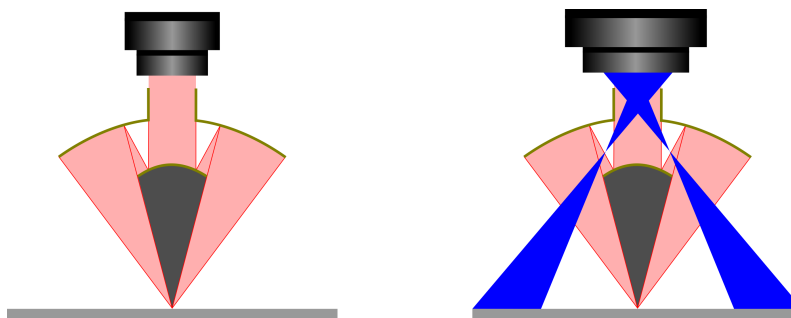
Il existe deux catégories d'objectifs travaillant dans l'infrarouge : les objectifs à réfraction semblables aux objectifs visibles et les objectifs à miroirs. Nous avons fait le choix d'utiliser des objectifs à miroirs déjà présents au laboratoire. Ils ont l'avantage de couvrir une large gamme spectrale et sont généralement plus ouverts que les objectifs IR à réfraction<sup>2</sup>.

Un objectif à miroirs est composé de deux miroirs sphériques en or (dans notre cas) ou en aluminium. Ces métaux ont un coefficient de réflexion élevé dans l'infrarouge. Les objectifs à miroirs sont exempts d'aberrations chromatiques, ce qui les rend très versatiles car ils peuvent être utilisés à la fois pour des observations dans le visible et dans l'infrarouge.

Le premier miroir est un miroir concave percé d'un trou, voir FIG.1.2. Son rôle est de collecter un maximum de photons provenant de la scène. Plus le miroir est large, plus il collecte de photons. L'ouverture numérique de l'objectif est donc liée à la taille du miroir primaire. De la même manière, la distance de travail de l'objectif est fonction de la courbure du miroir primaire : plus le rayon de courbure est grand, plus la distance de travail est grande. Le choix de l'objectif résulte donc d'un compromis entre encombrement spatial, distance de travail et résolution.

Le second miroir est un miroir convexe qui a pour but de diriger la lumière collectée par le premier miroir vers la pupille arrière de l'objectif. Ce miroir est fixé par une armature devant le miroir primaire. Le champ de vue observé par l'objectif est obstrué en partie par la présence de ce second miroir. Ce phénomène est illustré sur la FIG.1.2, où la région obstruée par le second miroir est représentée en gris foncé. En outre, les objectifs à miroirs ne sont pas de bons candidats pour

2. Une comparaison peut être réalisée aux adresses suivantes : [www.piketech.com](http://www.piketech.com) - objectifs à miroirs et [www.piketech.com](http://www.piketech.com) - objectifs à réfraction.



**Figure 1.2** : Schéma de principe d'un objectif à miroirs de type Cassegrain. L'objectif à miroir est représenté en doré, le système de détection représenté en noir est composé d'une optique de focalisation et d'un détecteur. Une partie de la lumière provenant de la surface est occultée par la structure de l'objectif Cassegrain, représentée en gris foncé à gauche de la figure. De la lumière est transmise directement de la surface de l'échantillon au détecteur lorsque les dimensions du système de détection ne sont pas adaptées aux dimensions de l'objectif à miroirs (illustré en bleu foncé à droite).

l'imagerie contrairement aux objectifs à réfraction qui possèdent souvent de nombreux dioptries destinées à la correction des aberrations.

Un autre problème provoqué par l'utilisation d'objectifs à miroir vient de la possibilité de collecter de la lumière provenant directement de la scène. Si les dimensions du système de détection placé à l'arrière de l'objectif Cassegrain sont plus grandes que la taille de la pupille arrière, il est possible que de la lumière chemine de façon directe à travers l'objectif sans être réfléchi sur les miroirs, phénomène représenté en bleu sur la FIG.1.2.

Dans notre montage nous utilisons deux objectifs. Le choix de l'objectif se fait selon les besoins en résolution ou grandissement. Les caractéristiques techniques des objectifs Cassegrain dont nous disposons au laboratoire sont résumées dans le TAB.1.2.

Grandissement	×25	×36
Ouverture numérique	O.N. = 0.4	O.N. = 0.5
Distance focale	$f_{obj}=8$ mm	$f_{obj}=5.4$ mm
Résolution à $\lambda=4$ $\mu\text{m}$	6.1 $\mu\text{m}$	4.9 $\mu\text{m}$
Résolution à $\lambda=10$ $\mu\text{m}$	15.25 $\mu\text{m}$	12.2 $\mu\text{m}$

**Table 1.2** : Caractéristiques techniques de nos objectifs à miroirs.

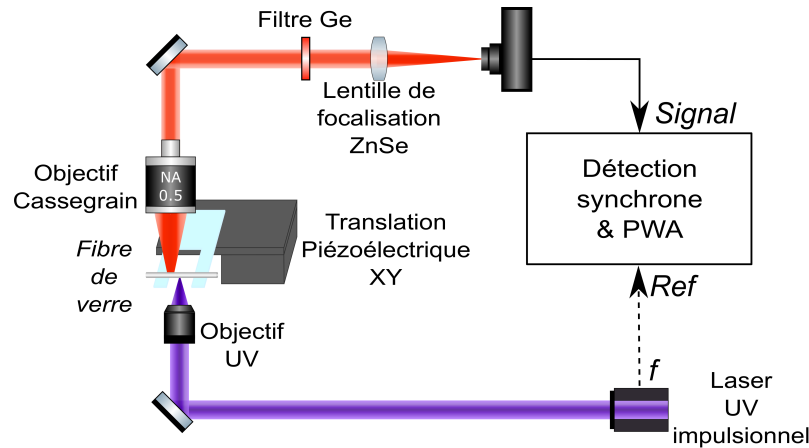
## 1.2 La détection monocal

Dans nos travaux nous allons utiliser deux dispositifs de détection. Le premier est un dispositif composé d'un détecteur simple que nous appellerons dispositif « monocal ». Il s'agit du système employé par Elodie Perros [85] pendant sa thèse.

Le rayonnement émis par la fibre est collecté par un objectif à miroir puis est dirigé vers un détecteur MCT (Mercury-Cadmium-Telluride) par l'intermédiaire d'un périscope et d'une lentille en ZnSe, formant ainsi un microscope IR. Un filtre en Germanium peut être ajouté afin

de filtrer le signal détecté de tout signal parasite provenant de la source d'excitation ou de l'environnement. Ce montage est illustré sur la FIG.1.3.

Le détecteur MCT est placé sur des platines de translation motorisées *Zaber* qui permettent de le traduire dans le plan image du microscope IR. Il est alors possible de faire l'image IR de l'objet avec le grandissement du microscope IR en balayant le détecteur sur le plan image. Cependant cette procédure est très longue. Le signal mesuré par le détecteur est ensuite traité pour extraire le signal provenant de la fibre du rayonnement émis par l'environnement.



**Figure 1.3 :** Schéma de la détection monocanal. Le laser UV pulsé est focalisé sur une fibre de verre de référence créant un échauffement local de la fibre. La chaleur rayonnée par la fibre est collectée à l'aide d'un objectif Cassegrain. Le signal IR est guidé vers le détecteur à l'aide d'un périscope, d'un filtre (optionnel) en germanium Ge et d'une lentille en ZnSe (Sélénium de Zinc). Le signal provenant de la fibre est extrait du signal environnant par une détection synchrone à la fréquence de répétition  $f$  du laser. Le plan objet peut être balayé à l'aide d'une translation piézoélectrique XY. Le détecteur IR est placé sur des translations motorisées *Zaber* ce qui permet de balayer le plan image.

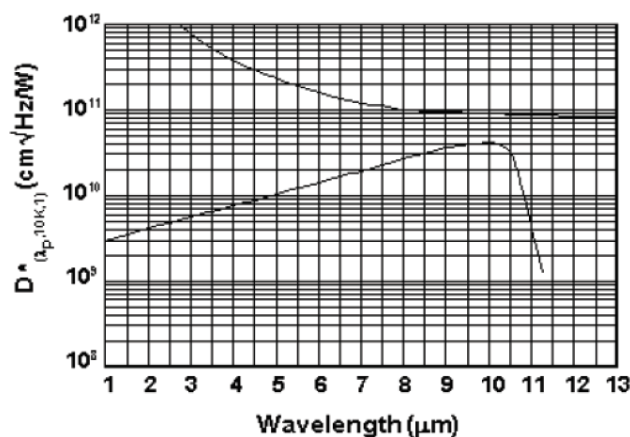
### 1.2.1 Le détecteur MCT

Le détecteur utilisé est un détecteur photovoltaïque MCT à une seule voie, ou pixel, produit par Fermionics. Le détecteur est refroidi à l'azote liquide ( $\sim 77$  K) afin de maintenir un gap faible et d'assurer une grande sensibilité vis-à-vis des photons dans la gamme spectrale LWIR (de 8 à 15  $\mu\text{m}$ ).

En pratique, la gamme spectrale de ce détecteur s'étend jusqu'aux longueurs d'ondes visibles. Sa réponse spectrale à partir de 1  $\mu\text{m}$  est reportée sur la FIG.1.4. Ce domaine spectral étant supérieur à la gamme LWIR nous plaçons un filtre Germanium pour nous affranchir du rayonnement de longueur d'onde inférieure à 2  $\mu\text{m}$ . La détectivité,  $D^*$  de notre détecteur présente un spectre qui s'étend de 1 à 11.9  $\mu\text{m}$  avec un maximum à 10.7  $\mu\text{m}$ . Il est particulièrement sensible dans la gamme étudiée :  $D^* \sim 10^{10} \text{cm.Hz}^{1/2}.\text{W}^{-1}$  de 7 à 12  $\mu\text{m}$ .

Le détecteur est un pixel carré de 500  $\mu\text{m}$  de côté. L'électronique implémentée permet d'avoir une bande passante allant du continu à 150 kHz.

La lentille de ZnSe, ayant le rôle de lentille tube, a été choisie en fonction des dimensions du capteur. Nous avons choisi une focale  $f$  de 100 mm pour obtenir un grandissement ( $\frac{f}{f_{obj}}$ ) du



**Figure 1.4** : Réponse spectrale caractéristique du type de détecteur MCT - données constructeur - d'après [108].

microscope IR variant de 12.5 à 18.5 en fonction de l'objectif choisi (voir TAB.1.2). Le champ de vue mesuré par le détecteur avec un objectif  $\times 25$  (respectivement  $\times 36$ ) est un carré de  $40 \mu\text{m}$  (respectivement  $27 \mu\text{m}$ ) de côté.

Enfin, compte tenu que la gamme de détection s'étend jusqu'à  $1 \mu\text{m}$ , nous avons placé une fenêtre en germanium qui filtre les faibles longueurs d'onde pour éviter tout comportement parasite provenant de l'excitation UV.

### 1.2.2 La détection synchrone Zurich Instruments

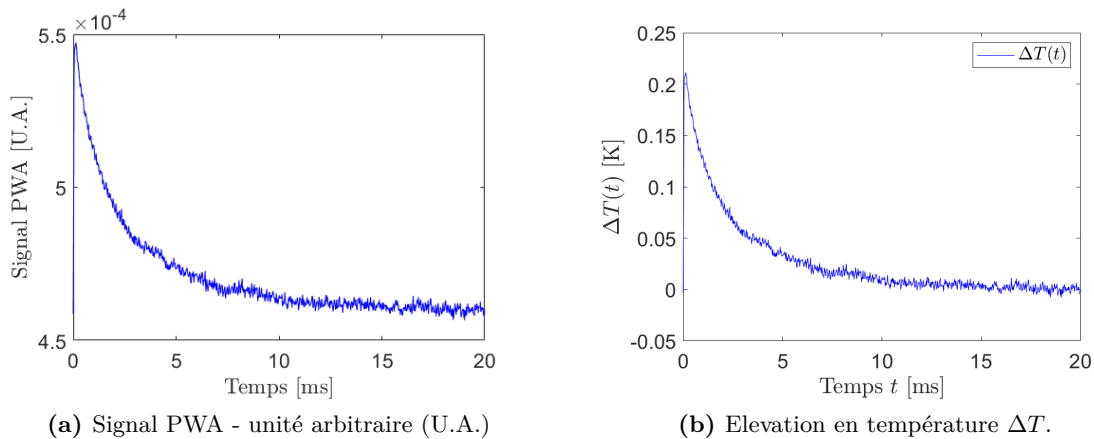
La mesure du rayonnement émis par l'échantillon constitue un réel défi. D'abord, l'élévation de température de l'échantillon est modeste, puis le diamètre de la fibre ne remplit que partiellement le champ de vue du détecteur IR. Pour cela, la luminance provenant de la fibre n'est pas assez importante pour se démarquer du rayonnement ambiant.

Une détection synchrone est utilisée pour extraire le signal provenant de la fibre. Le signal de référence utilisé est l'excitation laser. De cette manière, seuls les phénomènes ayant la même périodicité que l'excitation UV sont mesurés.

Nous avons fait le choix d'utiliser une détection synchrone numérique ultra-rapide UHFLLI de Zurich Instruments dont la bande passante de 600 MHz est largement supérieure à la bande passante du détecteur (150 kHz). La résolution temporelle du système de détection correspond à la résolution temporelle du détecteur MCT  $\sim 7 \mu\text{s}$ .

Outre sa haute bande passante, la détection synchrone utilisée possède d'autres avantages. Elle est dotée d'une fonction du type « oscilloscope à mémoire » permettant de relever la dynamique temporelle du signal. Il devient alors possible d'étudier des phénomènes transitoires apparaissant entre deux impulsions lasers. Il s'agit de la fonction PWA (Periodic WaveFront Analyser) qui permet d'échantillonner l'évolution du signal entre deux impulsions sur 10 bits (soit 1024 points) comme le montre la FIG.1.5a.

Le signal mesuré entre deux impulsions laser est fortement bruité. Comme évoqué précédemment, le rayonnement émis par la fibre se démarque faiblement du rayonnement produit par l'environnement à température ambiante. Pour pallier cette difficulté, la fonction PWA offre la possibilité d'itérer la mesure sur un grand nombre de périodes d'excitation et de faire la moyenne



**Figure 1.5 :** Evolution temporelle du signal mesuré par le dispositif monocanal pour une fibre excitée thermiquement à un taux de répétition du laser  $f_{Laser} = 50$  Hz.

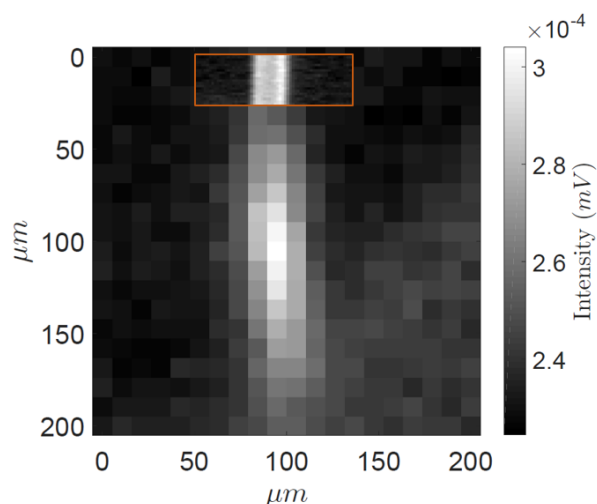
ramenée à une période. L'évolution temporelle suite à chaque excitation - ici l'impulsion du laser UV - est enregistrée et les données correspondant à un même temps  $t$  par rapport à l'impulsion d'excitation sont moyennées pour réduire le bruit de mesure. La courbe reportée sur la FIG.1.5a est obtenue en moyennant de cette manière le signal infrarouge collecté sur 40000 mesures consécutives.

Une calibration adaptée, détaillée en ANNEXE.C, permet de convertir le signal PWA en variation de température - par rapport à la température ambiante. L'évolution temporelle de la température de la fibre est visible (FIG.1.5) où l'excitation laser correspond au temps  $t=0$ . Pour une fibre chauffée par le dessous et un taux de répétition du laser d'excitation de 50 Hz, on observe - à la verticale de l'excitation - une montée rapide en température dans un laps de temps inférieur à  $100 \mu s$ , suivie d'une lente relaxation en température. La température de la portion de la fibre située dans le champ de vue du détecteur relaxe en un temps de 12 ms environ. Par la suite, nous verrons comment utiliser la résolution temporelle et le niveau de signal PWA pour déterminer des caractéristiques de la fibre tel que le coefficient de pertes convectives.

La détection synchrone possède une fonction de fenêtrage temporel appelée « Boxcar ». Cette fonction intègre le signal PWA sur une fenêtre dont la taille et la position sont choisies par l'utilisateur. Cette fonction permet, par exemple, de sélectionner uniquement la réponse temporelle aux temps courts et de restreindre ainsi l'expansion de la tache de chaleur qui contribue au signal mesuré. Une image IR super-résolue peut être réalisée en associant la fonction « Boxcar » à un balayage de l'échantillon dans le plan objet, ce qui permet de balayer la position du point de chauffage induit par le laser UV sur la fibre. Cette méthode d'imagerie super-résolue fait l'objet d'un brevet été déposé par Elodie Perros et Yannick De Wilde - (réf. FR1663273). A titre d'exemple, la FIG.1.6 présente une image de fibre enregistrée de cette manière.

### 1.3 Le dispositif pour caméra IR

Pendant ma thèse, l'acquisition d'une caméra IR refroidie - Noxcam HSI produite par *Noxant* - a permis d'élargir le champ d'action de notre méthode de caractérisation. grâce à l'utilisation de plusieurs pixels, il est possible d'imager la fibre sans avoir à translater le détecteur dans le plan image du microscope IR.



**Figure 1.6 :** 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 - d'après [85]

### 1.3.1 Le microscope combiné à une caméra IR

La mode d'excitation de l'échantillon est similaire au dispositif monocanal : le laser UV impulsionnel est élargi, filtré puis focalisé sur l'échantillon. Contrairement au montage avec détection monocanal qui est basé sur l'emploi d'un microscope commercial que nous avons modifié, nous avons dans ce cas conçu entièrement un montage de microscopie au laboratoire. Dans notre montage, illustré sur la FIG.1.7, nous avons fait le choix d'une excitation par le côté et d'une collection par le dessus. Cette solution présente l'avantage d'illuminer la fibre sans que le laser UV ne risque d'endommager les instruments placés derrière l'échantillon, et en particulier la caméra.

La collection du signal provenant de la fibre est différente de la configuration monocanal. Le rayonnement infrarouge provenant de l'échantillon est collecté avec le même objectif à miroir. La scène est quant à elle directement imagée sur le capteur de la caméra IR par la lentille intégrée à cette dernière.

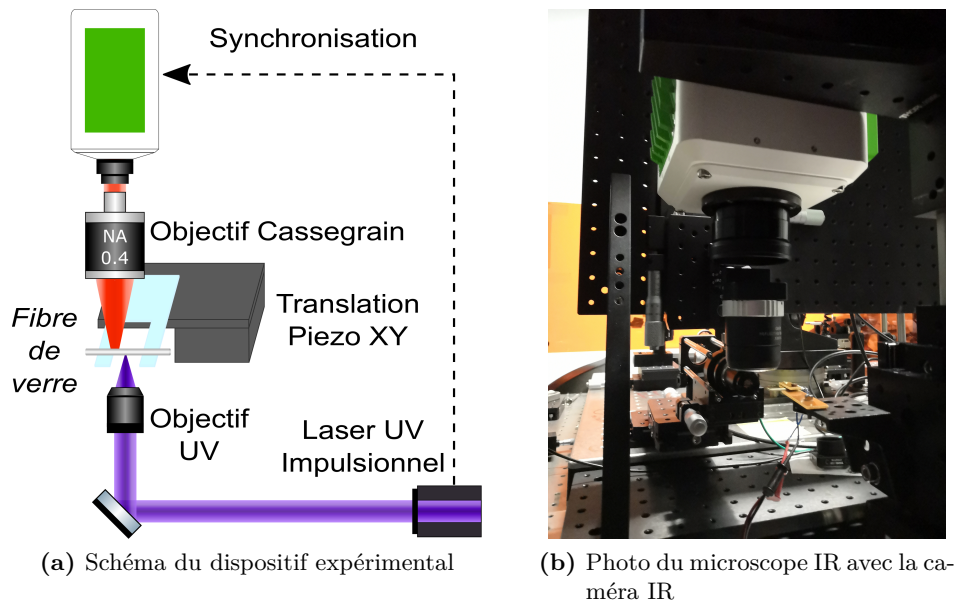
### 1.3.2 La caméra IR Noxcam HSI

La caméra Noxcam HSI est une caméra photovoltaïque ultrasensible refroidie par un moteur Stirling. Le capteur est une matrice de  $512 \times 640$  détecteurs MCT refroidis à 77 K, chaque pixel est un carré de  $15 \mu\text{m}$  de côté. Le capteur est encerclé d'un diaphragme froid qui l'isole du rayonnement des différentes parties de la caméra. Le capteur a donc une ouverture finie de  $f/8^3$ .

La réponse spectrale de la caméra s'étend de  $1.5$  à  $5.5 \mu\text{m}$  et sa détectivité fournie par le constructeur est présentée sur la FIG.1.8. La sensibilité de la caméra augmente linéairement de  $2$  à  $4.5 \mu\text{m}$  puis chute brutalement au-delà de  $5 \mu\text{m}$ . Cette gamme de détection est adaptée aux caractéristiques d'émission de la fibre que nous avons mises en évidence dans la PART.I SEC.3.2.2, cf - FIG.3.10.

3. Les fabricants de caméra utilisent le vocabulaire photographique où le nombre  $f/x$  est un nombre sans dimension défini comme le rapport de la focale  $f$  et le diamètre  $d$  de la pupille d'entrée. Le nombre « 8 » est donc relatif au diamètre du diaphragme froid.





**Figure 1.7 :** Schéma de la détection avec une caméra IR. L'excitation est semblable au dispositif monocanal. La lumière émise par la fibre est collectée par le même objectif puis est dirigée directement vers l'objectif de la caméra IR. L'enregistrement de la caméra peut être synchronisée avec l'excitation UV.

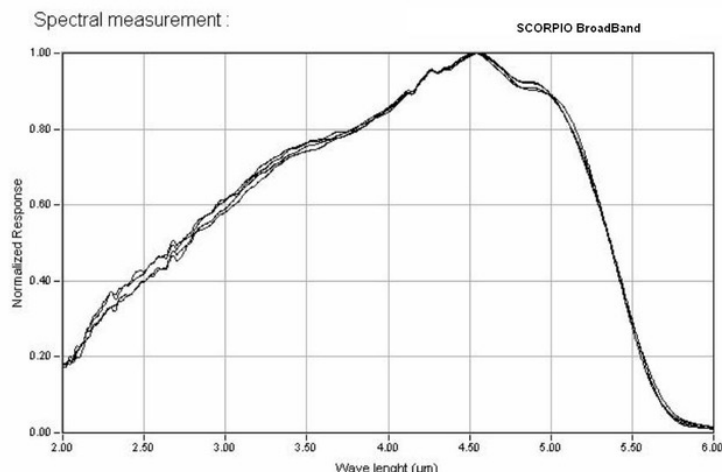
Le signal mesuré par les détecteurs est échantillonné sur 14-bits, ce qui résulte en une sensibilité relative<sup>4</sup> de l'ordre de 22.5 mK. Lorsque l'on image une scène à température ambiante (25°C) il faut 3 ms pour remplir la moitié de la capacité totale de la caméra. Ce temps d'intégration (3 ms) correspond au temps d'exposition optimal pour imager des scènes proches de l'ambiant sans que la caméra ne sature ou que le bruit soit trop important. L'ensemble des performances de la caméra est résumé dans le tableau TAB.1.3.

	Données	
Taille du pixel	15×15 $\mu\text{m}$	
Nombre de pixels	512×640	
Performances	Paramètres du constructeur	Résultats
Sensibilité thermique	O.N. = 0.4	O.N. = 0.5
Nb de pixels défaillants	1638 - <5% de la matrice	1037
Temps de refroidissement	<8 min	5 min 30
Fréquence maximale	>100 Hz pour une matrice complète	117 Hz

**Table 1.3 :** Caractéristiques et performances de la caméra IR Noxcam HSI.

La caméra IR peut être livrée sans optiques mais nous avons fait le choix de la commander avec une lentille adaptée aux caractéristiques du détecteur - ouverture du détecteur et caractéristiques optiques. Nous avons opté pour une lentille de focale de  $f=50\text{mm}$  ouverte à  $f/2.3$ . Les grandissements associés à nos objectifs sont de  $g = 6.25$  et  $g = 9.2$ , valeurs suffisantes pour observer une ou plusieurs fibres à la fois. Nous utilisons des grandissements plus faibles que le montage précédent ( $g = 12.5$  et  $g = 18.5$ ) car ces derniers sont trop importants pour visualiser

4. Sensibilité de contraste en température à ne pas confondre avec la sensibilité absolue qui est moins bonne car celle-ci dépend de la dérive thermique de la caméra et de l'émissivité de la scène observée.



**Figure 1.8** : Réponse spectrale de la caméra IR - données du constructeur Noxant.

une fibre dans toute sa longueur ou pour observer l'interaction entre plusieurs fibres, la taille du détecteur matriciel ayant une taille standard d'un demi-pouce (équivalent à une diagonale de 12.2 mm).

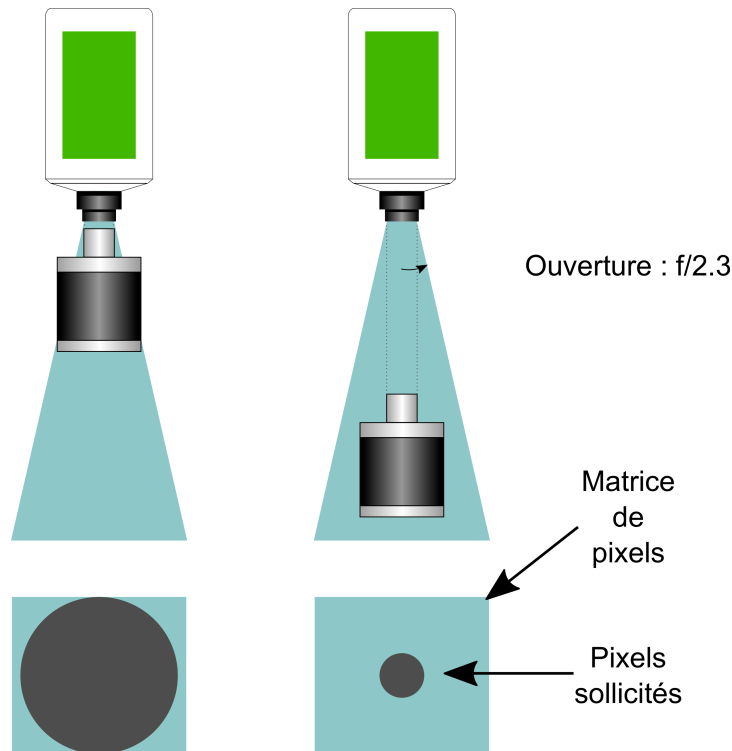
L'ouverture de la lentille jouant le rôle de la lentille de tube est un facteur limitant. Celle-ci définit l'étendue de la scène observée et le nombre de pixels utiles pour la microscopie. En effet, la lumière provenant de la scène est collimatée à la sortie de l'objectif Cassegrain et le nombre de pixels sollicités pour l'imagerie correspond à la région occupée par la pupille arrière de l'objectif Cassegrain dans le cône défini par l'ouverture de la lentille de la caméra, ce qui est illustré par la FIG.1.9. Plus la caméra IR est éloignée de l'objectif Cassegrain, plus l'angle occupé par celui-ci est faible. Nous avons donc rapproché la caméra le plus proche possible de l'objectif à miroir pour imager la scène sur le plus de pixels possible. Une photo du montage est présentée FIG.1.7b. Le champ de vue observé dans ces conditions est d'environ 600  $\mu\text{m}$ .

La caméra est livrée avec une calibration réalisée par le constructeur sur un corps noir. Cette calibration - qui tient compte de la lentille - est réalisée sur trois gammes de température : 5-40 °C, 5-90 °C, 5-150 °C. Elle fait le lien entre le comportement moyen des pixels et la luminance incidente. Cependant la réponse en luminance de chaque pixel du détecteur est indépendante, ce qui peut engendrer une dispersion de la mesure. Pour palier ce problème, une fonction de correction est implémentée : la « Non-Uniformity Correction » ou NUC [93]. La réponse de chaque détecteur (pixel) est corrigée à partir d'une scène uniforme en luminance (température et émissivité). Cette correction peut être réalisée à partir d'une image défocalisée de la paume de la main<sup>5</sup> ou sur un corps noir. En pratique, la mise en place d'un objet à température uniforme sous l'objectif de microscope étant complexe, un dépôt de suie sur le porte échantillon est utilisé (voir FIG.1.1). Ce dépôt a une émissivité supérieure à 0.96, ce qui est proche de l'émissivité unitaire d'un corps noir [132].

Comme la caméra est dotée d'une roue à filtres, nous avons fait l'acquisition de deux types de filtres : un filtre passe haut (Spectrogon LP-4095-nm) ayant une transmission supérieure à 70% au delà de 4  $\mu\text{m}$  et un filtre étroit (Spectrogon NB-3960-070-nm) centré autour de 3.96  $\mu\text{m}$  avec une largeur à mi-hauteur de 70 nm<sup>6</sup>. La transmission en fonction de la longueur d'onde des

5. De cette manière on ne voit pas les détails de la paume, on observe juste un rayonnement uniforme.

6. Ce filtre étroit a été acheté dans l'espoir de réaliser des mesures interférométriques à l'avenir.



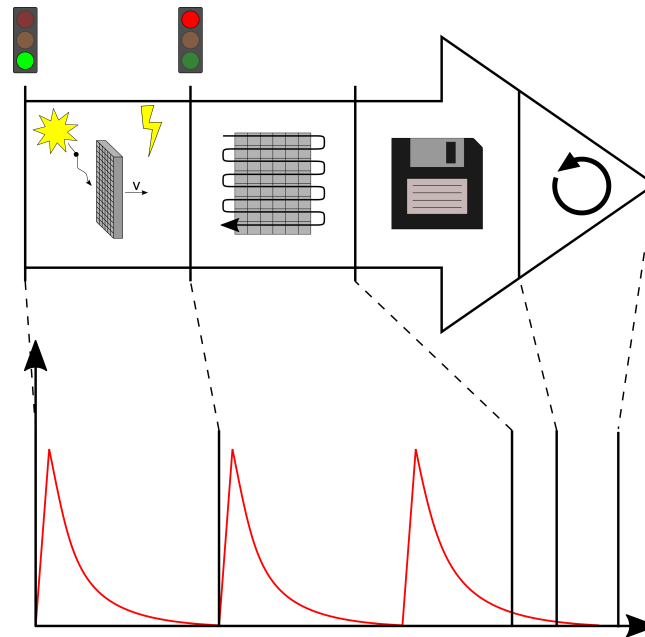
**Figure 1.9** : Illustration de l'impact de la distance caméra-objectif à miroir sur le nombre de pixels utiles. Le cône bleu ciel représente le champ de vue imagé par le capteur, l'angle du cône est l'ouverture de la lentille de la caméra IR. La zone grisée représente le nombre de pixels sollicités par le faisceau collimaté à la sortie de l'objectif à miroir. Plus, la caméra est située loin de l'objectif et plus le nombre de pixels utiles à l'imagerie est faible.

filtres est disponible en ANNEXE.C. Ces filtres permettent de sélectionner uniquement les grandes longueurs d'onde correspondant à l'émission thermique, mais ils diminuent drastiquement le nombre de photons détectés par le capteur, de sorte qu'ils ne seront pas utilisés pour capturer des scènes où le nombre de photons est faible.

La caméra est dotée d'un port HDMI pour projeter la scène observée sur un écran. Il est également possible de diffuser la scène sur ordinateur via une connexion Ethernet. Cette connexion permet le paramétrage de la caméra et la gestion de son espace de stockage. Les images enregistrées sont exploitables avec le logiciel ImageJ. Les images sont encodées avec un format propriétaire lisible avec un plugin. Une fois importées sous ImageJ, ces images sont affichées à la fois en bits et en température (lorsque l'on utilise la caméra dans sa configuration d'usine). Enfin, la caméra est équipée de connecteurs pour synchroniser la capture de l'image sur un signal TTL provenant d'un générateur ou d'un laser par exemple.

### 1.3.3 Résolution temporelle de la caméra IR

La limite majeure des caméras IR est leur résolution temporelle. Nous avons vu que le temps d'exposition optimum pour une scène à température ambiante est de 3 ms et que la fréquence maximale de la caméra est de 117 Hz. Nous savons que la dynamique de la montée en température de la fibre est de l'ordre de 100  $\mu$ s et que la relaxation en température se manifeste



**Figure 1.10 :** Séquence d'acquisition d'une image IR par la caméra Noxant HSI. Dans un premier temps, les photons IR sont collectés sur une fenêtre temporelle définie : le temps d'intégration. Ensuite, la valeur de chaque pixel est collecté à la fréquence définie par l'horloge interne de la caméra. Puis, l'image est enregistrée. Enfin, la caméra est réinitialisée pour pouvoir capturer l'image suivante.

sur quelques millisecondes, cf. FIG.1.5. Il n'est pas possible, a priori, d'imager des phénomènes transitoires dont la dynamique est plus rapide que 117 Hz. Il est nécessaire de comprendre le mode d'acquisition des images utilisé par la caméra pour améliorer sa résolution temporelle.

La capture d'une image avec la caméra Noxcam HSI est un processus composé de 4 étapes : le temps d'intégration, la collection, l'enregistrement et la ré-initialisation. Ce processus est illustré sur la FIG.1.10. Pour augmenter la cadence de la caméra, la durée de chaque étape doit être réduite :

- Le temps d'intégration correspond à la durée durant laquelle les capteurs MCT fonctionnent. Pendant cette fenêtre temporelle tous les capteurs collectent simultanément les photons provenant de la scène et les convertissent en charge : c'est l'intégration. Les capteurs sont similaires au capteur MCT utilisé dans le microscope monocanal, et ont, en théorie, une bonne réponse temporelle ( $\sim 10 \mu\text{s}$ ). En pratique, le temps d'intégration de la caméra peut être difficilement réduit en dessous de  $30 \mu\text{s}$  pour la détection d'un signal thermique.

Il est possible de réduire le temps d'intégration de 3 ms à des temps inférieurs à  $100 \mu\text{s}$ , mais le rapport signal à bruit est dans ce cas fortement diminué. Pour obtenir un rapport signal à bruit convenable lors de la réduction de la fenêtre d'intégration - et de manière générale - il faut acquérir  $N$  images de la même scène. Ces images sont ensuite sommées, ce qui augmente le rapport signal à bruit d'un facteur  $\sqrt{N}$ , et équivaut donc à une diminution de  $1/\sqrt{N}$  du bruit sur la somme d'images.

- A la fin du temps d'intégration, les charges de chaque pixels sont collectées. Cette lecture est séquentielle par groupe de quatre pixels. Contrairement aux caméras classiques (CMOS par exemple), il n'existe pas de buffer permettant de stocker les charges entre l'acquisition

et la lecture. L'acquisition de l'image suivante est donc effectuée à la fin de la séquence et non en parallèle, ce qui limite la fréquence de la caméra.

Le temps de lecture des pixels est conséquent puisque chaque groupe (de quatre pixels) est lu à la fréquence de l'horloge interne (jitter) de la caméra :  $f_{\text{jitter}} \sim 10$  MHz. Pour la matrice complète de  $640 \times 512$  pixels, le temps de lecture est de l'ordre de 8 ms ( $\sim 122$  Hz). Pour augmenter la cadence de la caméra, la seule solution est de diminuer le nombre de pixels utilisés. Pour une matrice  $320 \times 256$  la cadence de répétition est 465 Hz.

Réduire le nombre de pixels entraîne une réduction non négligeable de la taille des images sauvegardées, ce qui a un impact direct sur l'espace de stockage et la puissance nécessaire pour le traitement de celles-ci.

- Les deux dernières étapes sont la sauvegarde et la ré-initialisation du système. Ce sont deux étapes ayant des durées fixes sur lesquelles nous n'avons pas de contrôle.

La fenêtre d'intégration optimale de la caméra est de 3 ms. Il est possible aussi d'augmenter la résolution temporelle ainsi que la cadence de la caméra en diminuant la fenêtre d'intégration et le nombre de pixels utiles. Pour une fenêtre d'intégration de  $30 \mu\text{s}$  et pour une ligne de pixels  $4 \times 512$ , la cadence théorique de la caméra est de 1 kHz. Dans notre cas, nous souhaitons avoir une bonne résolution temporelle et spatiale, ce qui peut être obtenu en réduisant le temps d'intégration à  $100 \mu\text{s}$  et en utilisant uniquement une demi-fenêtre de  $320 \times 256$  pixels. La cadence maximale de la caméra est alors de 460 Hz environ.

Dans les chapitres suivants, nous verrons comment utiliser la résolution temporelle et spatiale de nos deux dispositifs expérimentaux pour mesurer le coefficient d'échange convectif ainsi que la résistance thermique de contact entre deux fibres de verre.

## Chapitre 2

# Mesure des pertes conduco-convectives

Lors de nos expériences, les fibres de verre sont en suspension dans l'air et sont sujettes à des pertes par convection. Ces pertes peuvent être importantes compte tenu des dimensions micrométriques des fibres. La quantification des pertes par convection est donc nécessaire pour la modélisation et l'identification de la résistance de contact.

A priori, une connaissance précise du coefficient de pertes par convection n'est pas un paramètre important pour comprendre les transferts dans un matelas de laine de verre. On rappelle que la convection est limitée dans la laine de verre lorsque la porosité atteint un certain seuil. Cependant, la connaissance du coefficient de pertes par convection est primordiale pour certaines étapes de la fabrication de la laine de verre et en particulier pour l'étape de fibrage où les fibres sont refroidies par convection avant d'être couvertes d'un liant.

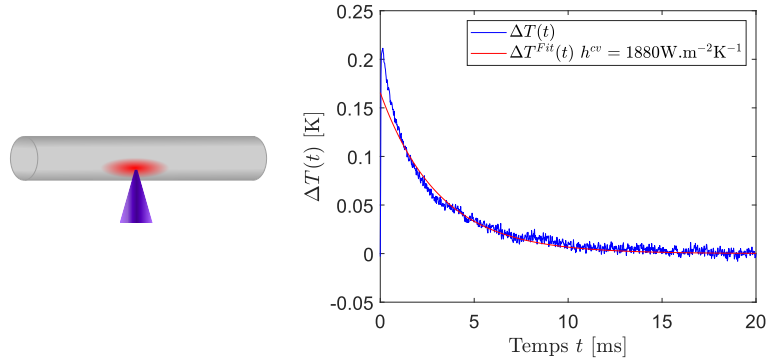
Nous proposons deux approches complémentaires pour mesurer le coefficient de pertes par convection. La première est une approche exploitant la dynamique temporelle du champ de température de la fibre et la seconde sa dépendance spatiale.

### 2.1 Mesure temporelle du coefficient de pertes par convection

Dans ce paragraphe nous étudions la dépendance temporelle du refroidissement de la fibre après un bref chauffage. Pour cela nous utilisons le dispositif monocanal qui présente la meilleure réponse temporelle de nos deux montages.

#### 2.1.1 Mesure du coefficient de pertes par convection d'une fibre

Le principe de la mesure du coefficient de pertes par convection est simple. Une fibre de verre industrielle de  $13\ \mu\text{m}$  est suspendue au dessus dans l'air. Elle est chauffée localement par une excitation UV impulsionnelle illustrée FIG.2.1. La cadence de répétition du laser choisie étant faible ( $f=50\ \text{Hz}$ ), cela permet à la fibre de se refroidir complètement entre deux impulsions. La dynamique temporelle (thermogramme) est relevée à l'aide du détecteur infrarouge MCT et de la fonction PWA de notre détection synchrone ultra-rapide. Les optiques utilisées dans la mesure ont un grandissement de  $\times 18.5$ , ce qui signifie qu'une surface de diamètre  $27\ \mu\text{m}$  contribue au signal mesuré par le détecteur IR. Le signal provenant de la fibre est de faible amplitude et bruité. C'est pourquoi nous avons obtenu la dynamique de refroidissement en moyennant le signal sur un grand nombre de répétitions (40000), comme nous l'avons expliqué au chapitre précédent. Une calibration adaptée permet d'avoir accès à la dépendance temporelle de l'élévation en température de la fibre représentée en bleu sur la FIG.2.1.



**Figure 2.1** : Mesure temporelle du coefficient de pertes par convection. À gauche, schéma du chauffage d'une fibre chauffée par un laser impulsionnel à la fréquence  $f=50$  Hz. À droite, dépendance temporelle du signal en température mesurée (bleu) et approximation déterminée à partir de l'EQ.2.2. Le coefficient de pertes mesuré est  $h^{cv} = 1880 \text{ W.m}^{-2}\text{K}^{-1}$ .

### Analyse du problème

Pour les problèmes instationnaires, la détermination des temps caractéristiques de conduction  $\tau^{cd}$  et de convection  $\tau^{cv}$  est important pour l'identification de paramètres inconnus. En effet, ces temps caractéristiques - conduction et convection - représentent respectivement la diffusivité thermique et les échanges convectifs.

Dans le cas de la fibre, que nous considérons comme un cylindre infini suspendu dans l'air à température  $T_\infty$ , la détermination du temps caractéristique de convection permet l'identification de coefficient d'échange convectif  $h^{cv}$ <sup>1</sup>. Pour déterminer le temps caractéristique de convection, nous réalisons un bilan d'énergie à une partie de la fibre de longueur  $dz$  assez faible pour la considérer isotherme. Ce cylindre a un volume  $dV$  et une surface  $dS$ . La variation d'énergie du système est soumise uniquement à des pertes par convection : dans ce modèle, la conduction dans la fibre - vers les portions de fibre voisines - est négligée. Le bilan d'énergie s'exprime de la manière suivante :

$$\rho c_p \frac{dT}{dt} dV = -h^{cv}(T - T_\infty) dS \quad (2.1)$$

où  $\rho$  est la masse volumique du verre,  $c_p$  sa capacité calorifique massique,  $h^{cv}$  coefficient de transfert conduco-convectif.

C'est une équation différentielle du première ordre d'inconnue :  $\Delta T(t) = T(t) - T_\infty$ . La solution de cette équation est :

$$\frac{\Delta T(t)}{\Delta T_0} = \exp\left(-\frac{t}{\tau^{cv}}\right) \quad (2.2)$$

avec  $\Delta T_0$

$$\tau^{cv} = \frac{\rho c_p dV}{h^{cv} dS} = \frac{\rho c_p R_{FV}}{2h^{cv}} \quad (2.3)$$

Dans le cas d'une fibre cylindrique de masse volumique  $\rho$ , de capacité calorifique  $c_p$  et de rayon  $R_{FV}$ , on obtient  $dS = 2\pi R_{FV} dz$ ,  $dV = \pi R_{FV}^2 dz$ .

La figure FIG.2.1 représente la relaxation en température d'une fibre de verre après un chauffage bref. La cadence de répétition du laser est alors de 50 Hz pour permettre à la fibre

1. On rappelle qu'une fibre suspendue dans l'air est sujette aux pertes par convection mais ce n'est pas le cas dans la laine de verre.

de relaxer vers la température ambiante  $T_\infty$ . La courbe rouge représente le fit aux temps longs de la dépendance temporelle de la température avec la fonction donnée par l'EQ.2.2. Le temps caractéristique de convection déterminé est  $\tau^{cv} = 3$  ms. Le coefficient de pertes par convection - déterminé à partir de l'EQ.2.3 - vaut  $1880 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ , ce qui est proche de la valeur mesurée par Olivier Bourgeois et Tuyen Nguyen ( $\sim 1300 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ ) dans [87].

On observe que le modèle ne représente pas fidèlement le début de la courbe pour des temps inférieur à la milliseconde, ce qui est sûrement une conséquence de la conduction vers les sections voisines que nous avons négligée et qui se manifeste principalement aux temps courts. En effet, pour une section de taille  $13.5 \mu\text{m}^2$  le temps caractéristique de conduction est de  $\tau^{cd}=0.36$  ms. On estime que la section est isotherme au bout de  $5\tau^{cd} \simeq 1.8$  ms, ce qui explique l'écart entre les courbes en dessous de 2 ms.

Nous avons vu que la conduction se manifeste principalement aux temps courts et nous avons fait l'hypothèse qu'un fit aux temps longs ( $>2$  ms) permettrait de prendre en compte uniquement les pertes par convection. On observe tout de même une différence entre notre modèle et nos mesures lorsque  $t$  varie de 2 à 5 ms. La conduction serait donc toujours présente mais nous ne sommes pas capables de la quantifier. Par conséquent, une partie de la conduction dans la fibre est prise en compte dans le coefficient d'échange mesuré. La valeur mesurée surestime probablement le coefficient de pertes par convection. Une solution pour avoir des résultats plus fins serait d'utiliser un modèle plus complexe tenant compte de la conduction dans la fibre.

La valeur du coefficient de pertes par convection est élevée par rapport aux valeurs usuelles qui sont de l'ordre de la dizaine de  $\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$  pour une structure macroscopique comme une paroi vitrée par exemple. La valeur mesurée est néanmoins en accord avec la littérature [87, 159, 160]. Il semblerait que les pertes par convection soient plus importantes pour des objets de petites tailles mais très peu de travaux sont conduits pour étudier ce phénomène.

### 2.1.2 Mesure du coefficient de pertes par convection d'une bille sur un cantilever

Cette méthode est versatile puisqu'elle peut être appliquée à tout objet ayant une géométrie simple à partir du moment où cet objet est composé d'un matériau absorbant dans l'ultraviolet. En particulier, nous avons pu l'appliquer à une bille de verre micrométrique de  $20 \mu\text{m}$  attachée à un cantilever et suspendue dans l'air loin de tout autre surface. La courbe sur la FIG.2.2 représente la relaxation en température d'une bille de verre collée à une pointe SThM. La méthodologie utilisée est la même que précédemment, la bille de verre est chauffée par une impulsion laser et la dynamique de refroidissement de celle-ci est mesurée à l'aide de notre détecteur MCT et de la fonction PWA de la détection ultra-rapide.

#### Analyse du problème

Le développement théorique est similaire au problème précédent. Il s'agit de faire un bilan d'énergie à la bille. Le seul paramètre modifié est l'expression du temps caractéristique de convection puisque celui-ci dépend de la géométrie de l'objet considéré :

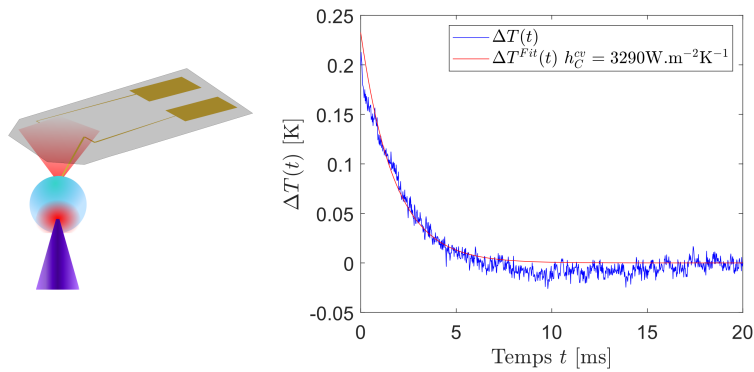
$$\tau^{cv} = \frac{\rho c_p dV}{h^{cv} dS} = \frac{\rho c_p R}{3h^{cv}} \quad (2.4)$$

On réalise ensuite un fit entre la courbe de relaxation en température et le modèle décrit par l'EQ.2.2.

---

2. Cette longueur correspond aux dimensions de la moitié du champ de vue du microscope. Cette longueur correspond à la distance entre l'excitation laser et les sections voisines, si celle-ci est centrée par rapport à ce champ de vue du microscope.





**Figure 2.2 :** Mesure temporelle du coefficient de pertes par convection de notre pointe SThM. A gauche, schéma du chauffage « quasi-constant » de la bille de verre. A droite, élévation de la température mesurée (bleu) à partir de notre système de détection IR et fit à partir de EQ.2.2 et  $\tau^{cv}$  correspondant. Le coefficient de pertes mesuré vaut  $h^{cv} = 3290 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ .

La valeur de coefficient de pertes par convection mesuré -  $h^{cv} = 3290 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$  est très proche de la valeur ( $h^{cv} = 3060 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ ) mesurée par la méthode SThM (voir la PART.II SEC.3.2), ce qui confirme l'hypothèse que ce sont les pertes par convection sur la surface de la sphère qui dominant lorsque la sphère est suspendue loin de la surface de verre.

## 2.2 Mesure spatiale du coefficient de pertes par convection

Nous avons développé une méthode complémentaire pour mesurer le coefficient de pertes par convection sur les parois de la fibre. Cette expérience exploite la dépendance spatiale du champ de température dans le régime stationnaire.

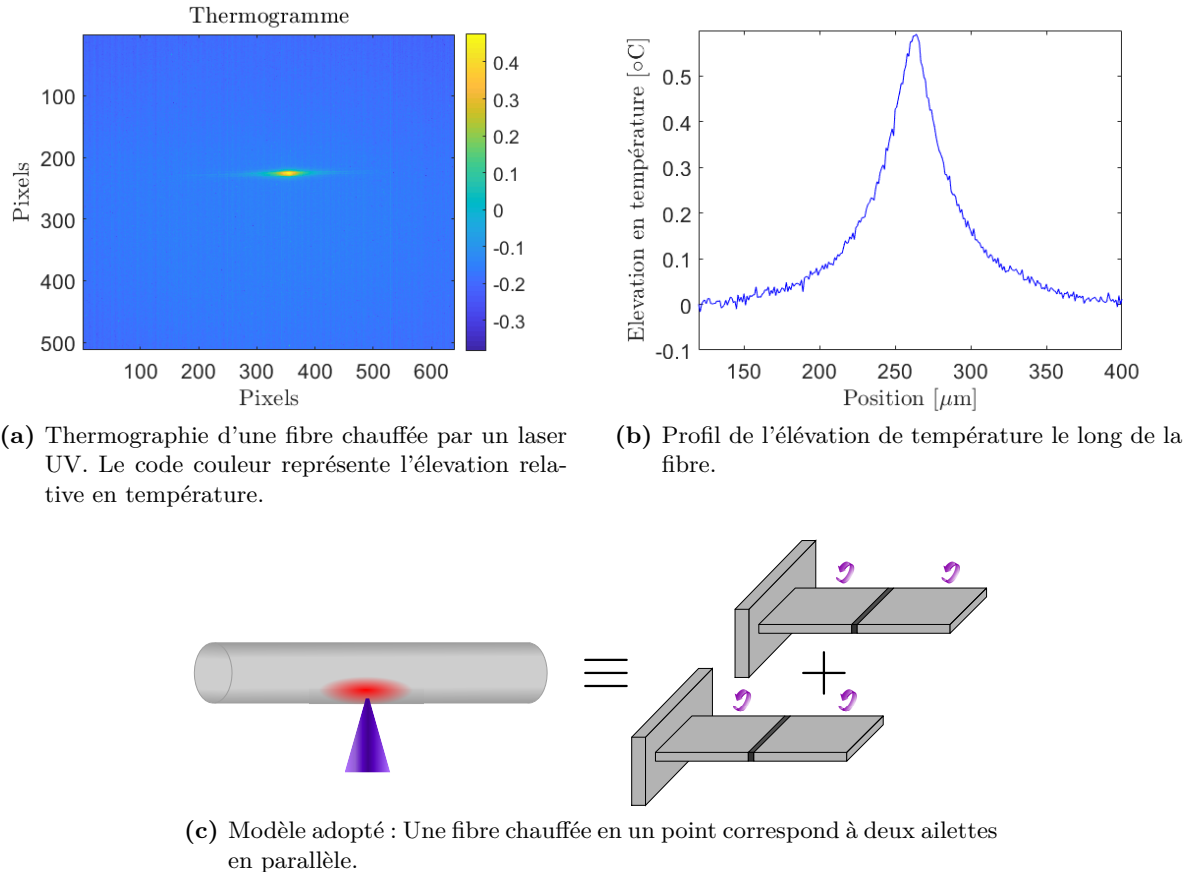
Pour cela, une fibre de verre de  $13 \mu\text{m}$  est chauffée par le laser impulsionnel avec une cadence de répétition de 1 kHz. Ce taux de répétition ne permet pas à la fibre de relaxer vers la température ambiante entre deux impulsions. La période de l'excitation est de 1 ms ce qui équivaut à plus de 10 fois le temps nécessaire pour que la fibre retrouve sa température initiale, voir FIG.2.1.

La détection se fait à l'aide d'un objectif  $\times 25$  ouvert à 0.4 et de la caméra IR. Le grossissement obtenu est de 12.5 ce qui permet de faire une thermographie de toute la fibre sur une seule image. Le temps d'intégration de la caméra correspond au temps d'intégration optimal (3 ms). Une correction (NUC) est tout de même utilisée afin d'harmoniser la réponse de chaque pixel en fonction du système optique. L'image obtenue enregistre le signal reçu sur trois périodes d'excitation. Du point de vue de la caméra, le phénomène est donc stationnaire. Le fait d'utiliser des grands temps d'intégration permet d'avoir un rapport signal sur bruit satisfaisant. Pour améliorer celui-ci, nous réalisons une accumulation de  $10^4$  images.

Nous nous intéressons à l'élévation relative de température par rapport à la température ambiante. Pour cela nous réalisons une image de la scène lorsque le chauffage est éteint. Nous travaillons à partir de l'image reportée sur la FIG.2.3a qui a été obtenue par soustraction d'une image avec la fibre non chauffée à l'image capturée lorsque la fibre est chauffée. De cette manière, nous obtenons l'élévation en température de la fibre uniquement due au chauffage tout en faisant

abstraction de la diffusion (scattering) possible du rayonnement environnant par la fibre.

Le profil de température obtenu est représenté sur la FIG.2.3b. La correspondance en température est réalisée grâce à une calibration décrite en ANNEXE.C.



**Figure 2.3** : Image IR d'une fibre chauffée par un laser UV et modèle adopté.

### 2.2.1 Analyse du problème

Le profil de température est symétrique de part et d'autre du point de chauffage. Le problème peut être simplifié par symétrie à condition que la propagation de la chaleur dans la fibre puisse être considérée unidirectionnelle : c'est l'hypothèse de l'ailette. Le cas d'étude d'une fibre de verre excitée par un chauffage constant en un point serait plutôt équivalent à deux ailettes positionnées symétriquement par rapport au point de chauffage.

Les fibres sont élancées et semblent être des candidates adéquates pour l'équation de l'ailette. Nous devons dans un premier temps vérifier que le transfert dans la fibre est bien unidimensionnel. Pour cela, il suffit de calculer le nombre de Biot<sup>3</sup>. Si le nombre de Biot est petit en comparaison à 1, le temps caractéristique de conduction est plus faible que le temps caractéristique de convection, nous pouvons conclure que chaque section transversale de la fibre est isotherme.

3. Nombre adimensionné qui compare les temps caractéristiques de conduction et de convection dans une section de fibre

Pour une section de cylindre le nombre de Biot est donné par :

$$\text{Bi} = \frac{h^{cv}}{\lambda_{\text{fibre}}} \frac{\pi R^2}{2\pi R} = \frac{h^{cv}}{\lambda_{\text{fibre}}} \frac{R}{2} \quad (2.5)$$

En utilisant les valeurs mesurées dans [87] qui sont du même ordre que celles que nous avons mesurées dans la section précédente :  $h^{cv} \simeq 1000 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$  et  $\lambda_{\text{fibre}} = 1.05 \text{ W.K}^{-1}$ , on l'estime à  $\text{Bi} = 3.10^{-3} \ll 1$ .

En conclusion, la section de la fibre est isotherme, nous pouvons donc utiliser les équations de l'ailette démontrée précédemment (voir PART.II EQ.3.9).

On rappelle la forme de la solution de EQ.3.10, PART.II :

$$\theta(z) = Ae^{mz} + Be^{-mz} \quad (2.6)$$

avec  $\theta(z)$  l'élévation relative en température dans la direction axiale et  $m$  l'inverse d'une longueur caractéristique. L'équation qui lie  $m$  au coefficient de pertes par convection  $h^{cv}$  est donnée dans la PART.II SEC.3.2 :  $m^2 = \frac{2h^{cv}}{R\lambda_{\text{fibre}}}$ .

Les conditions aux limites du problèmes sont une température imposée en base d'ailette et une température finie en bout d'ailette. En réalité, nous imposons une température en base d'ailette mais nous n'avons pas accès à la valeur exacte de la puissance absorbée par la fibre. Cependant nous avons un accès direct à la température au point de chauffage. Ces conditions aux limites sont résumées ci-dessous :

$$\begin{cases} \text{En : } z = 0 & \theta(z = 0) = \theta_0 \\ \text{Température finie : } z \rightarrow \infty & \theta(z \rightarrow \infty) = 0 \end{cases} \quad (2.7)$$

En remplaçant  $\theta$  par son expression :

$$\begin{cases} \text{En : } z = 0 & A + B = \theta_0 \\ z \rightarrow \infty & B = 0 \end{cases} \quad (2.8)$$

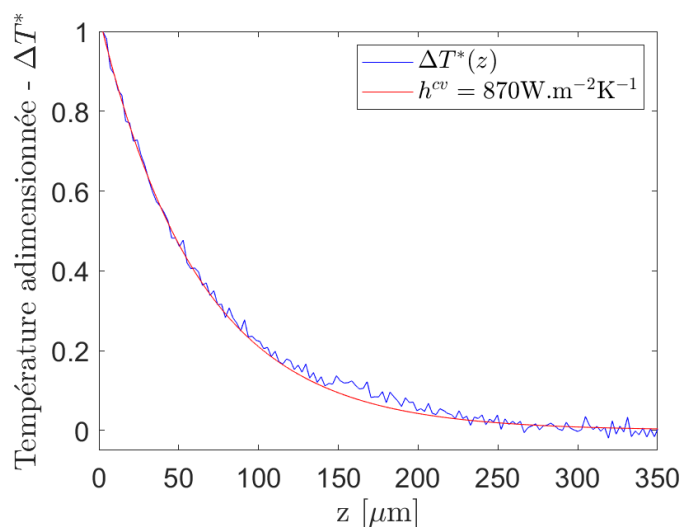
Et finalement :

$$\boxed{\theta(z) = \theta_0 e^{-mz}} \quad (2.9)$$

Pour déterminer, la valeur du coefficient de pertes par convection il suffit d'ajuster la valeur de  $m$  pour faire correspondre l'écart de température adimensionné  $\Delta T^*(z) = \frac{\theta(z)}{\theta_0}$  avec une fonction exponentielle, voir FIG.2.4.

L'expérience a été réalisée sur plusieurs fibres, les valeurs de  $m$  mesurées varient de 16000 à 19500  $\text{m}^{-1}$ . Les coefficients d'échange avec l'air correspondants varient de 800 à 1300  $\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$  ce qui est en accord avec la littérature [87, 159, 160].

Les valeurs déterminées par cette méthode sont plus faibles (d'un facteur 2 environ) que les valeurs mesurées par la méthode temporelle. Cette différence peut avoir deux origines. La première correspond au fait que dans le cas présent nous modélisons à la fois la conduction dans la fibre et la convection à la surface de celle-ci contrairement au modèle précédent qui prenait en compte les pertes par convection uniquement. La seconde est que l'image obtenue est limitée par diffraction, le profil de température mesuré est plus évasé que le profil de température réel. La longueur caractéristique devrait être plus courte et le coefficient de pertes devrait être légèrement plus important que le coefficient mesuré.



**Figure 2.4** : Profil adimensionné de température et fit exponentiel de sa décroissance spatiale.

## 2.3 Conclusion

Les pertes par convection sont le canal principal de dissipation de la chaleur pour des fibres de verre suspendues dans l'air. La quantification des pertes par convection est importante autant pour mesurer la résistance thermique de contact entre deux fibres que pour le processus de fabrication des fibres. En effet, lors de l'étape de fibrage il est nécessaire de connaître les pertes par convection pour déterminer la dynamique de refroidissement des fibres. Les modèles utilisés par les industriels se basent sur des coefficients de pertes par convection de l'ordre de  $40 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ .

Nous avons développé deux méthodes de caractérisation infrarouge complémentaires pour mesurer le coefficient de pertes par convection. La première est une méthode temporelle basée sur l'étude temporelle d'un bilan d'énergie. La seconde est une analyse du profil spatial du champ de température dans le régime stationnaire. La valeur des coefficients d'échanges convectifs mesurés varie de 870 à  $1900 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$  en fonction de la méthode employée, mais sont tout de même en accord avec la littérature actuelle [87, 159, 160], et diffèrent des valeurs utilisées par les industriels.

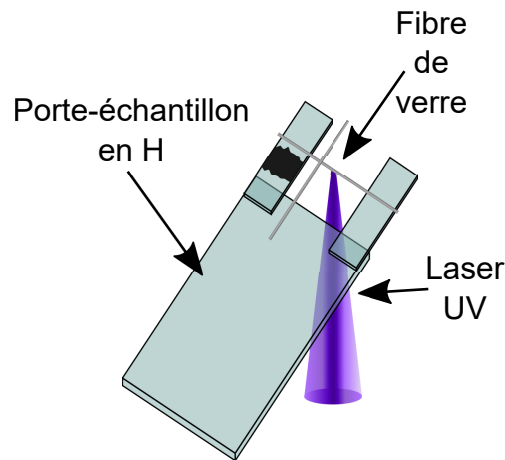
Il serait intéressant de comparer la dépendance spatiale du champ mesuré par la caméra IR à des simulations numériques du transfert thermique par conduction entre une fibre chauffée localement et l'air environnant immobile. Il serait alors possible de déterminer la nature des pertes par convection : laminaire ou turbulente. En outre, l'étude de la dépendance spatiale du champ de température dans le cas d'un transfert uniquement conductif nous permettrait peut-être de quantifier l'énergie échangée entre la fibre et l'air au sein de la laine de verre.



## Chapitre 3

# Mesure de la résistance de contact

Un des objectifs du projet CarISOVERRE qui cadre mon travail est de mesurer la résistance thermique de contact entre deux fibres de verre. Dans les paragraphes suivants, nous détaillerons deux approches que j'ai mises en place pour tenter de mesurer la résistance de contact entre fibres. Dans ces deux approches, deux fibres de verre industrielles calibrées (de diamètre  $13\ \mu\text{m}$ ) sont en contact et suspendues dans l'air (FIG.3.1). Ces fibres sont nues - elles ne sont pas recouvertes de liant - afin de mesurer la résistance thermique verre-verre. Pour cela, une de ces fibres est chauffée par excitation UV. L'analyse temporelle de la température de la seconde fibre ou l'étude de la dépendance spatiale du champ de température nous permet alors de déterminer la résistance de contact.



**Figure 3.1** : Schéma du montage pour la mesure de la résistance thermique de contact entre fibres de verre.

### 3.1 Approche temporelle

Dans cette partie, nous voulons exploiter la bonne résolution temporelle de notre système de détection monocanal pour déterminer la résistance de contact entre deux fibres. Pour cela deux fibres sont mises en contact l'une sur l'autre de façon orthogonale, ce qui est représenté sur le schéma de la FIG.3.1. La fibre du dessous est chauffée par un laser UV. Notre système de collection est focalisé sur la seconde et relève le thermogramme de celle-ci. La dépendance temporelle du signal en température et son amplitude devrait également permettre d'estimer la

résistance de contact. Dans cette optique, nous avons essayé de pousser aussi loin que possible la description théorique de ce problème. Durant mon stage de M2 nous ne possédions pas de licence pour des logiciels de calcul à éléments finis. Nous avons donc choisi une approche analytique de la modélisation du transfert de chaleur dans une fibre chauffée par une brève impulsion de chaleur. Une fois le modèle établi, l'approche analytique nous permet de modéliser aisément différentes configurations (diamètre de la fibre, position du contact) en changeant un nombre limité de variables.

Avant de s'intéresser à la mesure de la résistance de contact entre deux fibres, il est important de comprendre le transfert de chaleur dans une fibre chauffée par un laser impulsionnel UV. Le défi ici repose sur le fait que la source de chaleur locale est appliquée sur une zone située en périphérie de la fibre et que la direction de propagation de la chaleur qui nous intéresse est transversale à la fibre. Il est alors impossible de simplifier le problème en le considérant comme un problème unidimensionnel ou en utilisant des simplifications par symétrie cylindrique. Pour y répondre, nous avons développé un modèle analytique où le champ de température dans la fibre est calculé à l'aide de fonctions de Green.

Ce modèle à une fibre nous a servi de base à la modélisation du transfert de chaleur entre deux fibres. Pour cela nous considérons deux fibres indépendantes simulées par le modèle à une fibre, l'échange entre les deux fibres est alors implémenté dans les conditions aux limites. Un processus itératif permet d'évaluer ce terme d'échange en calculant successivement le champ de température dans chaque fibre.

Le détail de ce travail, qui a demandé beaucoup de temps et d'efforts, est présenté en ANNEXE.C SEC.C.4. Dans ces paragraphes, nous décomposons l'approche théorique, et nous évaluons la possibilité d'une résolution par problème inverse. Nous décrivons les obstacles et les verrous (technologiques et expérimentaux) qui nous ont poussés à abandonner l'approche temporelle.

Cette expérience nous a encouragé à trouver de nouvelles stratégies pour mesurer la résistance thermique de contact entre fibres de verre. En particulier, nous cherchons une approche avec un traitement théorique et expérimental plus simple. Dans ce contexte, nous avons fait le choix d'acquérir d'une caméra IR afin d'exploiter la dépendance spatiale du champ de température d'une fibre chauffée par un laser.

## 3.2 Approche spatiale

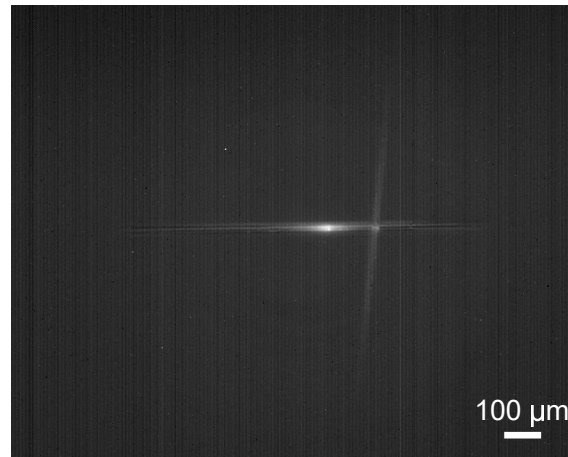
L'acquisition d'une caméra IR refroidie nous a permis de développer une nouvelle méthode pour mesurer la résistance thermique de contact entre deux fibres dans l'air ambiant. Cette approche est basée sur l'évolution spatiale du profil de température des fibres.

Dans cette expérience, deux fibres sont placées perpendiculairement. La première fibre (fibre 1) est attachée par ses deux extrémités au porte-échantillon. La deuxième fibre (fibre 2) est collée d'un côté sur le porte-échantillon et repose de l'autre côté sur la fibre 1, comme schématisé sur la FIG.1.1.

La fibre 1 est chauffée par une excitation laser « quasi-constante ». En pratique, nous ne possédons pas de laser continu. Nous utilisons donc notre laser impulsionnel à sa fréquence de répétition maximale de 1 kHz. A cette cadence, la fibre n'a pas le temps de se refroidir<sup>1</sup>, ce qui permet d'observer facilement son émission. Le temps d'intégration de la caméra étant de trois périodes laser, nous considérons un problème stationnaire.

Le rayonnement provenant de la fibre est collecté par un objectif à miroir  $\times 25$  d'ouverture numérique 0.4. La scène est imagée sur le capteur de la caméra par l'intermédiaire de la lentille

1. Ce qui a déjà été expliqué dans le chapitre précédent SEC.2.



**Figure 3.2 :** Image brute du montage à caméra IR avec deux fibres en contact. La fibre 1 - horizontale - est chauffée par une impulsion laser à 1 kHz. La fibre 2 - verticale - est posée sur la première fibre. La taille de l'image correspond à une région de  $1230 \mu\text{m} \times 1540 \mu\text{m}$  dans le plan de l'échantillon (plan objet). Cependant, notre objectif n'est pas optimisé pour l'utilisation de la caméra IR de sorte que celle-ci image correctement le champ vu par l'objectif uniquement sur une partie de ses pixels. La région utile à l'imagerie est donc plus faible et est un cercle d'un diamètre de  $1200 \mu\text{m}$  environ.

intégrée à la caméra. Le grossissement obtenu est de 12.5.

La FIG.3.2 est une image infrarouge résultant de l'accumulation de 10000 images. Cette image est réalisée par différentiation en soustrayant l'image capturée lorsque le laser est éteint avec l'image obtenue lorsqu'il est allumé. De cette manière, nous avons directement accès à l'élévation en température des fibres. Cela permet également d'éliminer la diffusion optique du rayonnement ambiant par les fibres vers le système de détection.

Nous observons tout de même une forte intensité lumineuse au niveau du contact due à de la diffusion (scattering) de la lumière émise par la première fibre sur la surface de la seconde.

Le diamètre mesuré de la fibre 2 ( $28 \mu\text{m}$ ) correspond bien au diamètre de nos fibres ( $13 \mu\text{m}$ ) convolué à la résolution spatiale de notre système de détection ( $2 \times 7.5 \mu\text{m}^2$ ).

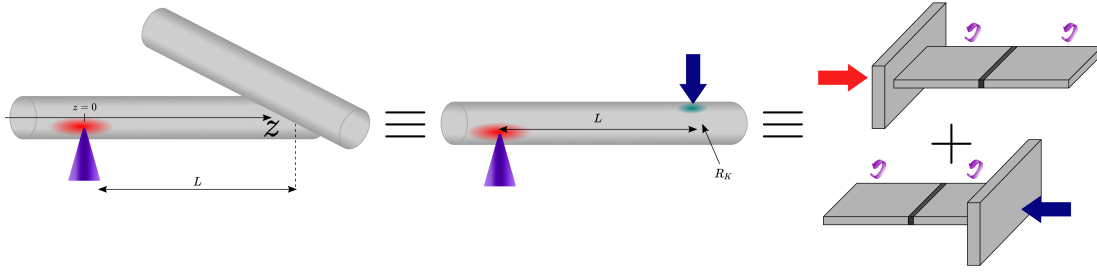
La chaleur injectée dans la première fibre est diffusée le long de celle-ci et évacuée par convection. Du côté du contact, de la chaleur est transmise à la seconde fibre. La mesure du profil de température nous permet ainsi de déterminer la résistance thermique de contact entre les fibres.

### 3.2.1 Approche théorique du transfert entre les deux fibres

Dans un premier temps, nous nous intéressons au transfert de chaleur dans la première fibre. Nous avons vu qu'une fibre suspendue dans l'air chauffée en un point par un laser peut être assimilée à une ailette. L'échange de chaleur entre les deux fibres peut être perçu comme un flux (ou perte) imposé à la fibre 1. Cette perte est localisée à une distance  $L$  du point de chauffage correspondant au contact.

2. A  $\lambda=5 \mu\text{m}$ , le rayon de la tache d'Airy vaut  $7.5 \mu\text{m}$ . Dans notre cas, il faut prendre en compte la diffraction de part et d'autre de la fibre.





**Figure 3.3 :** Problème de superposition appliqué au croisement de deux fibres

La détermination du champ de température dans la première fibre fait l'objet d'un problème de superposition entre  $\theta$ , solution d'un problème d'ailette à température imposée<sup>3</sup> en  $z=0$ , et  $\theta'$ , solution d'une ailette à flux imposé en  $z = L$  (voir FIG.3.3).

La résolution du champ de température  $\theta$  dû au chauffage laser est traitée avec la méthodologie détaillée dans le chapitre précédent (SEC.2). Dans la partie suivante, nous nous intéressons à la résolution de l'équation de l'ailette ayant un flux imposé à sa base.

### Résolution de l'ailette à flux imposé à sa base :

Dans la suite nous posons le changement de variable  $\xi = z - L$  afin d'exprimer le champ de température  $\theta'$  dans le repère propre à la source de chaleur. On rappelle que l'équation de l'ailette est la solution d'une équation différentielle de degré 2.

Cette solution est de la forme :

$$\theta'(\xi) = Ae^{m\xi} + Be^{-m\xi} \quad (3.1)$$

Avec les conditions aux limites :

$$\begin{cases} \text{Echange de chaleur au contact} : \xi = 0 & -\lambda_{\text{fibre}} \frac{d\theta'}{d\xi} = \frac{P_K}{S} \\ \text{Température finie} : \xi \rightarrow \infty & \theta'(\xi \rightarrow \infty) = 0 \end{cases} \quad (3.2)$$

avec  $P_K$  la puissance en Watt échangée entre les deux fibres et  $S$  la section de la fibre.

La première équation du système nous permet d'établir une relation entre  $A$ ,  $B$  et le courant injecté  $P_K$ .

$$-\lambda_{\text{fibre}} \frac{d\theta'}{d\xi}(\xi = 0) = \frac{P_K}{S} \quad (3.3)$$

$$+\lambda_{\text{fibre}} \cdot m \cdot (B - A) = \frac{P_K}{S} \Rightarrow B - A = \frac{P_K}{\lambda_{\text{fibre}} m S} \quad (3.4)$$

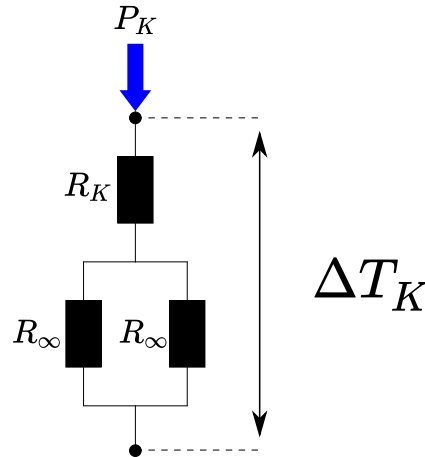
La deuxième équation du système nous permet de conclure que  $A = 0$ .

On en déduit l'expression de  $\theta'$  :

$$\theta'(\xi) = \frac{P_K}{\lambda_{\text{fibre}} m S} e^{-m\xi} \quad (3.5)$$

$$\theta'(z) = \frac{P_K}{\lambda_{\text{fibre}} m S} e^{mL} e^{-mz} \quad (3.6)$$

3. On reprend la démarche précédente qui consiste à dire que la température est imposée même si en réalité c'est le flux qui est imposé. Celui-ci étant mal maîtrisé on lui préfère la mesure de température à laquelle on a accès directement.



**Figure 3.4 :** Schéma équivalent du transfert dans la seconde fibre. Le flux de chaleur  $P_K$  provenant de la première fibre traverse le contact ( $R_K$ ) puis se dissipe dans la seconde fibre modélisée comme deux ailettes infinies en parallèle.

D'après le principe de superposition, le champ de température  $\Delta T_1$  dans la fibre chauffée est :

$$\Delta T_1(z) = \theta(z) + \theta'(z) \quad (3.7)$$

$$\Delta T_1(z) = \left( \theta_0 + \frac{P_K}{S\lambda_{\text{fibre}}m} e^{mL} \right) e^{-mz} \quad (3.8)$$

Par convention nous notons l'écart de température au contact :  $\Delta T_K = \Delta T_1(z = L)$ .

Nous avons vu qu'il y existe une dissymétrie de part et d'autre du chauffage de la fibre. D'un coté nous avons un problème d'ailette simple, de l'autre nous avons un problème d'ailette superposé à un échange entre les fibres. On rappelle que le champ de température  $\Delta T_1$  dans le cas d'une ailette simple (pour une fibre qui n'est pas en contact avec une autre fibre) s'exprime de la manière suivante :

$$\Delta T_1(z) = \theta_0 e^{-mz} \quad (3.9)$$

On peut alors exprimer la puissance échangée entre les fibres à partir de  $\Delta T_1(z)$  et  $\Delta T_1(z)$  :

$$P_K = \frac{S\lambda_{\text{fibre}}m}{e^{mL}} e^{mz} (\Delta T_1 - \Delta T_1)(z) \quad (3.10)$$

Pour connaître la puissance échangée entre les deux fibres, il suffit alors de mesurer l'écart entre les deux courbes lorsque le régime asymptotique est atteint.

### 3.2.2 Modélisation du transfert dans la seconde fibre et mesure de la résistance thermique de contact

grâce à l'Eq.3.10, la puissance traversant le contact est maintenant connue. Le flux provenant de la première fibre traverse le contact puis se propage dans la seconde fibre. La modélisation du transfert dans la seconde fibre nous permet de déterminer la résistance thermique de contact entre les fibres. La seconde fibre est symétrique : le flux traversant le contact se sépare en deux flux égaux, comme illustré sur la FIG.3.4.

Le flux échangé au contact de la première fibre étant minime, nous prenons l'hypothèse que le transfert de chaleur dans la seconde fibre est modélisé par une ailette infinie. On rappelle qu'une ailette infinie est une ailette idéale dissipant tout le flux de chaleur injecté à sa base.

Le modèle qui vient d'être énoncé est illustré par le schéma sur la FIG.3.4. Il s'exprime de la manière suivante :

$$\frac{\Delta T_K}{P_K} = R_K + \frac{R_\infty}{2} \quad (3.11)$$

Dans le cas d'une ailette infinie, il est possible d'estimer la résistance thermique de l'ailette. On définit l'efficacité de l'ailette,  $\eta$ , comme étant le rapport entre le flux évacué par une ailette ( $\phi$ ) et le flux évacué sans ailette ( $\phi^{cv} = hS\Delta T$ ). Pour une ailette infinie la totalité du flux injecté ( $P$ ) est dissipée :  $\phi = P$ . On obtient [158] :

$$\eta = \frac{P}{hS\Delta T} \quad (3.12)$$

On en déduit  $R_{ailette} = \frac{\Delta T}{P}$  :

$$R_{ailette} = \frac{1}{\eta hS} \quad (3.13)$$

On sait que pour une ailette infinie cette efficacité vaut :

$$\eta_\infty = \lambda_{fibre} m / h = \text{Bi}^{-\frac{1}{2}} \quad (3.14)$$

En remplaçant l'efficacité,  $\eta$ , par son expression dans l'EQ.3.14 on obtient :

$$R_\infty = \frac{1}{\lambda_{fibre} \cdot m \cdot S} \quad (3.15)$$

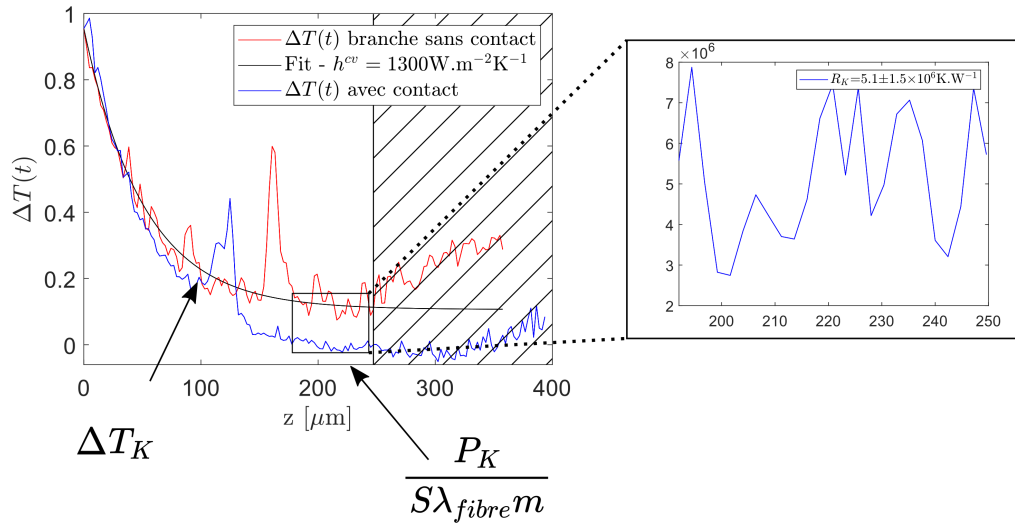
Pour  $h=1300 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ ,  $R_\infty \simeq 3.8 \times 10^5 \text{ K.W}^{-1}$ .

Les résultats obtenus en comparant les profils de température sur la première fibre avec ou sans contact avec la seconde sont présentés sur la FIG.3.5 et FIG.3.6. A l'aide du modèle présenté, on mesure une résistance thermique de contact entre fibre variant autour de  $5 \times 10^6 \text{ K.W}^{-1}$  en fonction des conditions extérieures. On retrouve une valeur proche de la valeur mesurée par la mesure SThM de la résistance thermique de contact entre une bille de verre de  $20 \mu\text{m}$  et une surface de verre  $R_K^{SThM} \simeq 4 \times 10^6 \text{ K.W}^{-1}$ .

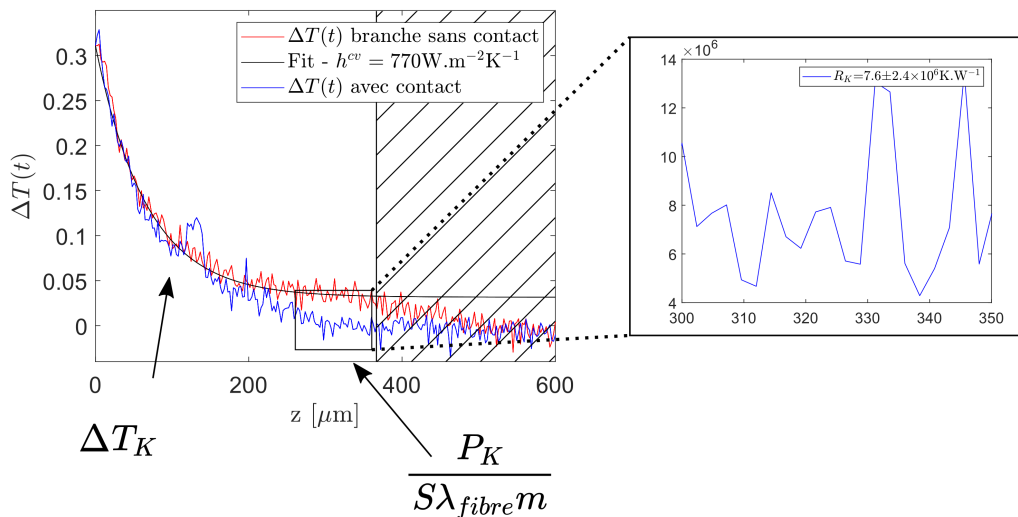
### 3.2.3 Conclusion et ouverture

La valeur de la résistance thermique de contact mesurée par la méthode spatiale est comparable en ordre de grandeur aux valeurs de résistance thermique de contact mesurées par d'autres techniques (SThM PART.II et  $3\omega$  [87]). Cette méthode a l'avantage d'avoir une mise en œuvre facile car c'est une méthode optique qui ne nécessite pas d'établir un contact physique entre le thermomètre et les fibres. L'interprétation des données est presque immédiate. Une étude de l'impact de l'humidité sur la résistance thermique de contact pourrait être menée en plaçant les fibres dans une enceinte à hygrométrie contrôlée. Plus simplement, une mise en évidence de l'impact de l'hygrométrie sur la résistance thermique de contact pourrait être démontrée en faisant des mesures avec le système de climatisation éteint puis avec le système de climatisation allumé, puisque celui-ci diminue l'humidité de la pièce.

Un point important est que cette méthode peut être utilisée pour mesurer la contribution du liant dans la résistance de contact. Pour mener à bien cette expérience il faudra simplement ajouter du liant au contact entre les deux fibres et le chauffer afin qu'il polymérise. La mesure du profil de température de la fibre lorsque celle-ci est chauffée permettrait de déterminer l'impact du liant sur le transfert entre les deux fibres.



**Figure 3.5 :** Détermination de la résistance de contact - jour n°1. La partie hachurée correspond au signal provenant des parois de l'objectif dont les dimensions ne sont pas adaptées à notre capteur. Cette région n'est donc pas exploitable. La courbe rouge représente le profil de température de la fibre 1 sur la partie sans contact. La courbe bleue représente le profil de température du côté du contact. La puissance échangée entre les deux fibres est déterminée à partir de l'encadré noir. La température de référence  $\Delta T_K$  est déterminée au point indiqué par une flèche. La résistance de contact  $R_K$  est déterminée à partir de  $P_K$ ,  $\Delta T_K$  et  $m$ .



**Figure 3.6 :** Détermination de la résistance de contact - jour n°2

L'étude de la dépendance spatiale du champ de température nous a permis d'estimer facilement et rapidement la résistance de contact entre deux fibres,  $R_K=5 \times 10^6 \text{ K.W}^{-1}$ . Cette méthode pourra être adaptée afin de mesurer l'impact du liant ou des conditions hygrométriques sur la résistance de contact.

La mesure de la résistance de contact par une approche temporelle associée à la résolution analytique de l'équation de la chaleur est une démarche élégante qui a permis de calculer analytiquement le champ de température dans une fibre seule chauffée par une impulsion laser. La résolution du problème inverse dans le cas de deux fibres en contact, que nous abordons brièvement en annexe, est cependant impossible avec les paramètres inconnus actuels (puissance injectée et résistance de contact). Une solution serait d'utiliser un logiciel de calcul à éléments finis pour estimer le flux absorbé par la première fibre dans le cas d'une fibre seule puis d'utiliser ce paramètre dans un second problème inverse réalisé également à l'aide d'un logiciel de calcul à éléments finis.

## Chapitre 4

# Vers la thermographie super-résolue

L'imagerie IR est limitée par diffraction, c'est une conséquence de la faible ouverture des optiques IR, des grandes longueurs d'onde d'émission et de la propagation de la chaleur dans le matériau. Au cours de ma thèse, nous avons travaillé au développement d'une méthode d'imagerie infrarouge super-résolue du rayonnement thermique qui s'inspire des méthodes de microscopie de fluorescence super-résolues telles que le PALM<sup>1</sup> et le STORM<sup>2</sup> utilisées en biologie [161, 162]. Comme nous l'avons évoqué au point SEC.1.2.2 Yannick De Wilde et Elodie Perros ont développé une méthode d'imagerie IR brevetée (réf. FR1663273) qui combine un fenêtrage temporel avec un détecteur monocanal. Pendant ma thèse, j'ai étendu cette approche à l'emploi d'un détecteur matriciel (caméra IR). Cela m'a permis de suivre la dynamique de refroidissement d'une fibre, et d'obtenir des premiers résultats de super-résolution.

L'idée principale de la méthode est de restreindre l'extension de la tache de chaleur à sa dimension la plus faible par un fenêtrage temporel après une impulsion laser UV très focalisée. De cette manière, la tache observée correspond à la convolution d'une faible diffusion de la chaleur dans le matériau et de la tache de diffraction. Il suffit ensuite de localiser le centre de celle-ci pour trouver l'origine du signal. Une image super-résolue complète est obtenue en balayant le plan XY.

### 4.1 De la détection simple à la caméra IR

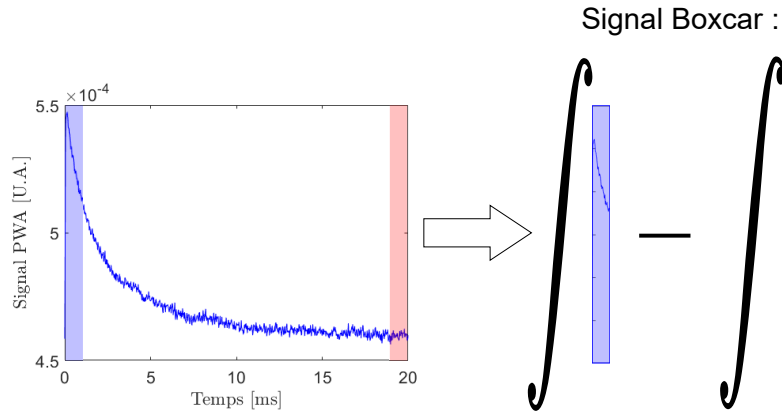
#### 4.1.1 Principe de la mesure monocanal

La méthode développée par Elodie Perros [85] repose sur la résolution temporelle du détecteur MCT et sur la fonction « Boxcar » de la détection synchrone UHFLI - Zurich Instruments. L'option « Boxcar » intègre le signal PWA (dynamique temporelle) sur une fenêtre temporelle définie par l'utilisateur. En d'autres termes, la fonction « Boxcar » effectue un fenêtrage temporel du signal collecté. Si cette fenêtre coïncide avec l'excitation UV, il est possible de réduire la tache de chaleur à ses dimensions les plus faibles. Une image super-résolue est obtenue en balayant l'échantillon avec le laser UV et en enregistrant point par point le signal infrarouge aux temps courts en fonction de la position du laser UV sur l'échantillon. La limite majeure de cette méthode d'imagerie repose sur l'utilisation d'un unique pixel.

En pratique, la fonction « Boxcar » n'est pas uniquement l'intégration du signal sur une fenêtre temporelle. Elle possède aussi une option permettant de s'affranchir des problèmes liés à un offset ou à une dérive de la valeur moyenne du signal. Dans notre cas, cela nous permet de nous affranchir de la dérive thermique en définissant une fenêtre de référence de la même durée

---

1. Photo-Activated Localization Microscopy  
2. Stochastic Optical Reconstruction Microscopy



**Figure 4.1 :** Principe de la mesure « Boxcar ». Le rectangle bleu représente le fenêtrage temporelle. La zone rouge représente l'intégration du signal de référence. Le signal « Boxcar » est obtenu en soustrayant l'intégration du signal de référence (rouge) à l'intégration du signal d'intérêt (bleu).

que la fenêtre d'intérêt. Cette fenêtre de référence est positionnée à un moment du cycle où la fibre s'est refroidie. Le signal « Boxcar » est obtenu en soustrayant l'intégration du signal de référence à l'intégration du signal d'intérêt, ce qui est illustré sur la FIG.4.1.

Pendant ma thèse j'ai travaillé au développement d'une méthode qui combine le fenêtrage temporel et l'imagerie de la tache de chaleur avec une caméra IR. L'utilisation d'une caméra IR permettrait d'obtenir directement l'image de la source de chaleur ou de la distribution de la chaleur au voisinage de la source de chaleur quasi-punctuelle induite par le laser UV, après un délai fixé par rapport à l'impulsion UV. Une difficulté à surmonter est que ces caméras ont une résolution temporelle qui est moins performante que celle d'un détecteur MCT.

Nous avons évoqué ci-dessus qu'il y a un lien étroit entre résolution spatiale et résolution temporelle. Il est donc nécessaire d'améliorer la résolution temporelle de notre caméra IR. Dans les paragraphes suivants, nous verrons les stratégies mises en place pour augmenter la résolution temporelle de notre caméra IR.

#### 4.1.2 Transposition du dispositif monocanal à la caméra IR

La solution évidente pour capturer la dynamique de refroidissement de la fibre dans sa globalité est de reproduire la fonction « Boxcar » avec la caméra IR. Pour cela, une fibre de verre industrielle est suspendue dans l'air et excitée avec le laser UV impulsif. La cadence de répétition du laser est choisie à 50 Hz de manière à ce que la fibre relaxe entièrement entre deux impulsions. Le fenêtrage temporel est obtenu en réduisant la fenêtre d'intégration à  $100 \mu\text{s}$  voire  $50 \mu\text{s}$ . Il suffit alors de synchroniser le déclenchement de l'enregistrement sur la pulsation laser.

Pour des aspects pratiques, nous utilisons un générateur de fonction à deux voies (Agilent 81150A) afin de déclencher à la fois l'excitation laser et l'enregistrement. Le laser UV possède un port analogique permettant de mesurer son activité, mais le signal qu'il produit est faible et bruité, ce qui restreint son utilisation pour déclencher l'enregistrement de la caméra. Notre générateur de fonction a l'avantage d'utiliser la même horloge pour les deux voies rendant possible l'ajustement du déphasage entre les signaux avec une grande précision de  $0.1^\circ = 6 \mu\text{s}$  à 50 Hz ce qui est très faible devant la fenêtre d'intégration.

Pour réaliser la capture, nous nous assurons que le système optique - excitation et collection - soit bien aligné. Pour cela nous chauffons d'abord la fibre en ajustant la cadence du laser à 1 kHz pour atteindre un régime quasi-stationnaire. La température de la fibre augmente graduellement. Il est alors possible de voir nettement la fibre et la tache de chaleur. Nous réduisons ensuite le nombre de pixels à une demi-fenêtre ( $320 \times 256$  pixels) pour améliorer la cadence de la caméra en diminuant l'espace de stockage nécessaire pour les données.

Puis nous réduisons le temps d'intégration à  $100 \mu\text{s}$ , par exemple, et nous abaissons la cadence du laser à 50 Hz. La caméra n'étant pas paramétrée pour fonctionner avec des temps d'intégration différents des paramètres d'usine, la réponse de chaque pixel n'est plus connue dans ce cas. Il est alors nécessaire de réaliser une correction (NUC) pour pouvoir faire des mesures. Cette opération doit être réalisée devant une scène uniforme en luminance. C'est pourquoi nous translatons la fibre sous l'objectif Cassegrain pour la sortir du champ de vue, et acquérir une image sans échantillon. La correction est réalisée à partir de cette scène homogène avant de remettre la fibre à sa position initiale.

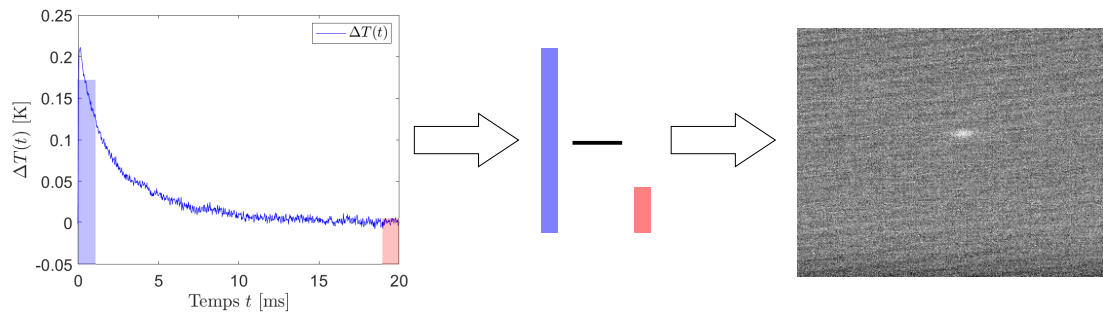
Le signal mesuré est de faible amplitude et le niveau de remplissage moyen des pixels d'une image est  $\sim 300\text{-}400$  bits contre  $\sim 8000$  pour un temps d'intégration de 3 ms. Les images sont réalisées sans filtre car l'absorption de ces derniers ne permet pas d'obtenir un niveau de signal suffisant pour l'imagerie. Pour obtenir le meilleur rapport signal à bruit possible, nous accumulons 75000 images, ce qui nécessite environ 12 Go de mémoire. Ces images sont importées dans ImageJ puis sommées, réduisant ainsi leur taille à 320 Ko environ ( $320 \times 256$  pixels codés sur 32 bits). Le contraste obtenu ne permet cependant pas de visualiser la fibre ou la tache de chaleur, puisque la température de la fibre augmente trop peu pour se démarquer de la température ambiante.

La solution consiste donc à soustraire une image de référence de la même fibre non chauffée - à la manière de la fenêtre de référence dans la fonction « Boxcar » dans le cas monocal. Dans un premier temps, nous avons donc capturé une fibre non chauffée (75000 images) et nous réalisons une soustraction à partir de cette scène non chauffée. Le problème est que l'enregistrement de 75000 images à 50 Hz dure environ 15 minutes, ce qui laisse le temps au système de dériver thermiquement. Par conséquent, la soustraction entre la scène chauffée et non-chauffée ne se fait pas sur deux images superposées, ce qui crée des artefacts.

Pour réduire l'impact des dérives thermiques, nous avons décidé de réaliser consécutivement l'image d'intérêt et l'image de référence. Pour ce faire, la période d'excitation est choisie très grande devant le temps de relaxation et la cadence de la caméra est choisie deux fois supérieure à la fréquence laser. Le principe est illustré sur la FIG.4.2. Un total de 150000 images sont collectées à la fréquence maximale de 80 Hz. Lors du post-traitement, les images sont séparées en deux groupes : fibre chauffée et fibre non-chauffée. Les images appartenant à chaque groupe sont sommées puis soustraites pour obtenir l'image de droite de la FIG.4.2. L'image est obtenue dans un temps plus court que la méthode précédente (environ 15 minutes contre 15 minutes+15 minutes pour la méthode précédente). La dérive moyenne de l'image de référence est similaire à la dérive moyenne de l'image d'intérêt, ce qui permet d'améliorer la qualité de l'image.

Avec cette méthode nous avons réussi à produire des images avec des temps d'intégration aussi courts que  $30 \mu\text{s}$ . Cependant, le signal obtenu dans ce cas est naturellement très bruité car il y a peu de photons disponibles pour une fenêtre d'intégration aussi courte. Il est alors très compliqué de déterminer le début de l'excitation pour obtenir l'extension spatiale minimale de la tache de chaleur. En effet, l'expérience dérive dans le temps et l'étude d'une seule fenêtre temporelle dure 15 minutes. La détermination précise du déphasage à implémenter pour synchroniser exactement l'excitation avec l'enregistrement de l'image devient impossible. Pour les mêmes raisons, l'étude de la dynamique de refroidissement de la fibre par cette méthode n'est pas réalisable. L'obtention





**Figure 4.2 :** Image de Type Boxcar avec la caméra IR. L'image de la fibre à température ambiante (fenêtre en rouge sur la courbe de gauche - la fenêtre n'est pas à échelle) est soustraite à l'image de la fibre au temps  $t$  (en bleu). Les rectangles de couleurs représentent le niveau de remplissage des pixels. L'image obtenue, à droite, est une image de la tâche de chaleur localisée, l'échelle de gris utilisée est une unité arbitraire en bits. Le temps d'intégration ici est de  $50 \mu\text{s}$ .

du thermogramme - semblable à une mesure PWA avec notre dispositif monocanal - d'une fibre excitée à 100 Hz avec une discrétisation temporelle de  $100 \mu\text{s}$  prendrait au minimum 25 heures (15 minutes  $\times$  100 fenêtres).

## 4.2 Nouvelle stratégie d'imagerie

Nous avons mis en place une nouvelle stratégie permettant d'augmenter le contraste entre la fibre et son environnement ainsi que de réduire le temps nécessaire à l'observation de la dynamique temporelle.

### 4.2.1 L'excitation UV

La température de l'échantillon étant très proche de l'ambient<sup>3</sup> et le signal caché par le bruit, le transfert de chaleur dans la fibre devient difficile à observer avec de faibles fenêtres d'intégration. Pour y remédier, l'idée est de chauffer davantage la fibre pour qu'elle se démarque du rayonnement ambiant. La difficulté est que l'unique source laser UV dont nous disposons a une durée d'impulsion de 1 ns. Nous avons décidé d'augmenter la cadence d'excitation UV de manière à ce que la fibre ne refroidisse pas entièrement entre deux impulsions UV. La température moyenne de la fibre est donc plus élevée pendant l'expérience. Cela ne constitue pas un problème puisque ce qui nous intéresse est la dynamique de refroidissement aux temps courts entre deux impulsions UV.

Cette méthode d'excitation est similaire à la Time Domain ThermoReflectance (TDTR) décrite dans la PART.I SEC.2.2.3. La fibre est chauffée par un laser UV pulsé avec une fréquence de 1 kHz ou 333 Hz correspondant à 10 ou 30 fenêtres d'intégration de la caméra lorsque celle-ci est paramétrée avec un temps d'intégration de  $100 \mu\text{s}$ . La période d'excitation est assez courte pour que la fibre ne relaxe pas totalement en température.

3. Dans le cas d'un chauffage impulsionnel à 50 Hz, l'élévation de température de la fibre est de l'ordre de 0.3 K - voir FIG.2.1. Cette élévation de température devrait être moins importante dans le cas d'un chauffage impulsionnel.

Le fenêtrage temporel est réalisé à l'aide du générateur de fonction. Il commande d'une part l'excitation laser à une période  $T_{laser}$  et d'autre part l'enregistrement à la période  $T_{cam} = T_{laser} + IT$  avec  $IT$  le temps d'intégration de la caméra. L'enregistrement est décalé d'un temps d'intégration entre deux images consécutives afin de séquencer le signal périodique. On obtient ainsi la dynamique du refroidissement entre deux impulsions.

En pratique, la cadence maximale de la caméra, lorsque celle-ci est utilisée avec une demi-fenêtre, est de 465 Hz ce qui est plus faible que 1 kHz. Dans ce cas, la caméra est actionnée avec une période  $T_{cam} = 3T_{laser} + IT$ . La caméra capture une image sur trois excitations laser. Nous avons fait le choix d'accumuler 150000 images (nécessitant environ 24Go de stockage) ce qui correspond à 15000 images par fenêtre temporelle lorsque nous discrétisons la période en 10 pas de temps et 5000 images par fenêtre temporelle lorsque celle-ci est discrétisée en 30 pas de temps. Le nombre d'images choisi pour l'accumulation est défini relativement aux performances de nos ordinateurs qui ont une mémoire vive de 32 Go.

Les images extraites de la caméra sont exploitables avec ImageJ sous un format propriétaire. Ce format à l'avantage d'afficher à la fois le niveau de remplissage (en bits) de chaque pixel et la correspondance en température dans les cas de figure où la caméra est utilisée dans les conditions d'usine. La sommation par séquence n'étant pas une fonction implémentée sur ImageJ, pour extraire les enregistrements il faudrait convertir les images au format TIFF. La mémoire nécessaire à cette opération est au moins deux fois plus grande que la mémoire dédiée au stockage du film.

Nous avons fait le choix d'implémenter un plugin dans ImageJ afin de réaliser le post-traitement directement sur ImageJ en utilisant le moins de mémoire vive possible. Ce plugin classe les images en fonction de l'instant où elles ont été capturées ( $t = 0, t = IT, t = 2IT, \dots, t = (N - 1)IT$ ). Les images correspondant à un même instant sont sommées. On obtient alors une séquence de  $N$  images correspondant à la discrétisation de la période laser en  $N$  séquences visibles sur la FIG.4.3. Cette opération permet aussi de réduire la taille de la séquence à  $N$  images de 320 Ko environ ce qui facilite leur manipulation.

La FIG.4.3 représente la séquence obtenue par la technique décrite ci-dessus. La FIG.4.3a est une image de l'accumulation de la chaleur au sein de la fibre due à une cadence d'excitation UV plus élevée que le temps de relaxation de la fibre. Dans la FIG.4.3b, on observe une faible élévation en température. Puis pour la FIG.4.3c on observe un signal plus fort. L'excitation UV a donc lieu entre la deuxième et la troisième image. On observe ensuite une diminution du signal jusqu'à FIG.4.3j où on retrouve une image semblable à l'image initiale.

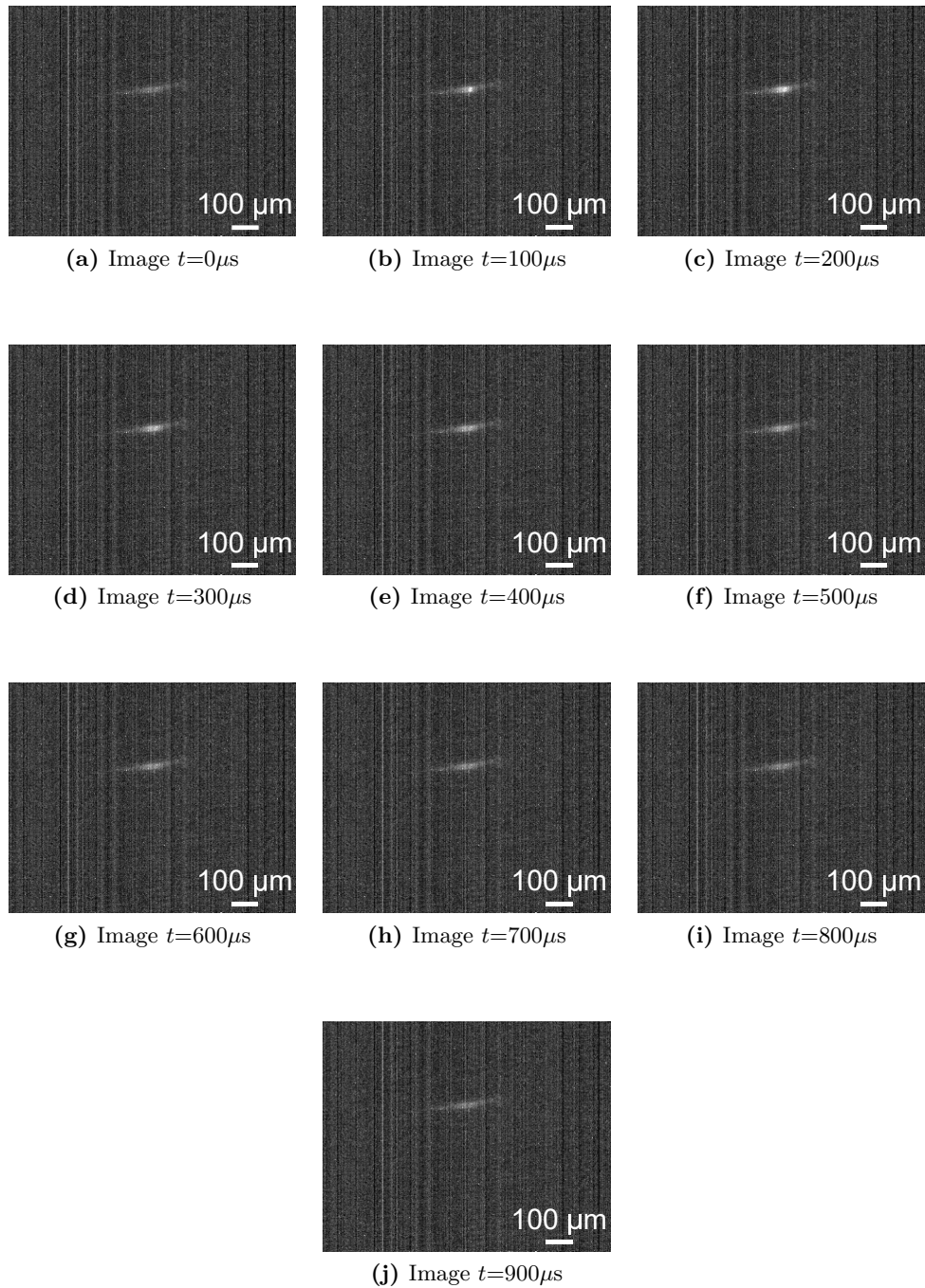
Il est en théorie possible d'extraire l'évolution de la tache de chaleur correspondant au temps courant  $t > 0$  en faisant une soustraction entre l'image au temps  $t$  et l'image (a) de la FIG.4.3, représentant le signal résiduel. Le niveau de bruit reste tout de même très important, ce qui est principalement dû au manque de puissance disponible avec notre laser UV pour chauffer la fibre efficacement.

## 4.2.2 Traitement des résultats par décomposition en valeurs singulières

Ces travaux ont été inspirés par le tutoriel dispensé par Laurent Ibos et Johann Meulemans à l'école d'été *Thermal Measurements and Inverse Techniques*, [94].

La décomposition en valeurs singulières (SVD)<sup>4</sup> - ou analyse des composantes principales - est un outil algébrique qui peut être considéré comme l'extension de la décomposition en valeurs propres pour des matrices non carrées et des matrices non-symétriques. Cette méthode est largement répandue dans différents domaines scientifiques :

4. SVD pour *Singular Value Decomposition* en anglais.



**Figure 4.3** : Capture de la dynamique de refroidissement de la fibre entre deux excitations UV

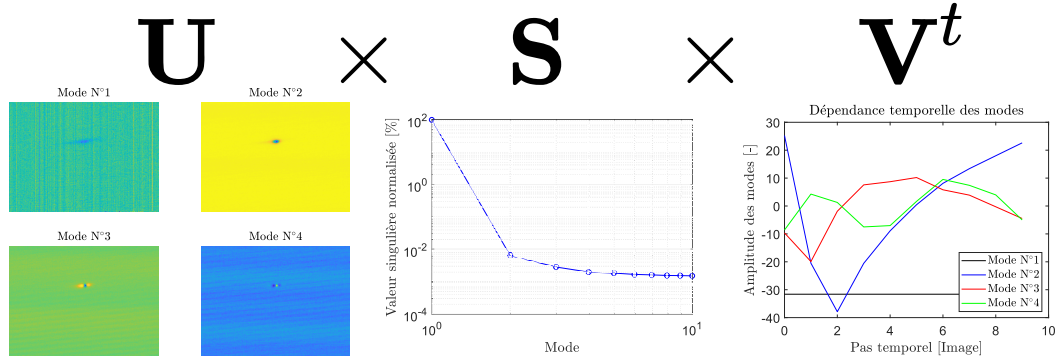
- En statistique : elle permet d'identifier des similitudes (ou « structures ») dans un ensemble de réalisations aléatoires et d'avoir une description compacte de cet ensemble. Cette outil statistique s'apparente à des techniques de maximisation de la variance ou à la méthode des moindres carrés.
- La SVD est largement utilisée dans le traitement du signal ou d'images. Elle trouve son utilité dans la compression des données, le filtrage des signaux [163], la classification des signaux et la récupération d'information [164, 165]. La SVD permet, entre autres, d'extraire un signal d'intérêt du bruit.
- Elle est également utilisée dans différents domaines de l'ingénierie (aéronautique, mécanique, mécanique des fluides, bio-mécanique, thermique etc.) pour construire des modèles dynamiques de faibles dimensions afin de reproduire le comportement dynamique de systèmes décrits par des équations aux dérivées partielles. Cela permet de simplifier les simulations numériques en utilisant des modèles moins complexes : c'est la réduction de modèle. Les modèles simplifiés sont obtenus en projetant les équations aux dérivées partielles du problème sur la base engendrée par un nombre limité de fonctions propres obtenues par SVD de données simulées [166].
- En thermique, la SVD est un outil utilisé dans le cas des problèmes inverses. Nous avons déjà évoqué le fait qu'elle s'apparente à la méthode des moindres carrés. Elle peut être employée pour minimiser la fonction de coût.
- Enfin, la SVD est aussi utile dans le contrôle non destructif. Elle a été introduite dans le domaine de la thermographie par Rajic en 2002 [167]. Depuis, elle a été associée à la méthode Flash notamment pour détecter les fissures dans l'asphalte [168], caractériser le vieillissement des peintures [169], ou encore quantifier les ponts thermiques [170].

### Approche théorique

Soit  $\mathbf{X}$  une matrice de données de dimension  $m \times n$ . La décomposition en valeurs singulières de  $\mathbf{X}$  est la factorisation algébrique suivante :

$$\mathbf{X} = \mathbf{U} \times \mathbf{S} \times \mathbf{V}^t \quad (4.1)$$

- $\mathbf{X}$  est la matrice de données de dimension  $(n, m)$ . Dans le cas de la thermographie, le vecteur  $\mathbf{X}_{i, i \in [1, n]}$  correspond à l'image capturée au temps  $t_i$ , voir EQ.4.2. Chaque image de la séquence est préalablement convertie en vecteur colonne de taille  $(1, m)$  avec  $m = 640 \times 512$ .
- La matrice  $\mathbf{U}$  est une matrice orthogonale de dimension  $m \times n$ . Elle représente les différents modes orthogonaux du jeu de données. Dans le cas de l'imagerie, elle décrit la variation spatiale (mode) de la séquence d'images. Chaque colonne décrit un mode différent, il y a donc autant de modes qu'il y a d'images.
- $\mathbf{S}$  est la matrice diagonale regroupant les valeurs singulières de  $\mathbf{X}$  classées dans l'ordre décroissant.
- La matrice  $\mathbf{V}$  est une matrice orthogonale de dimension  $n \times n$ . Elle regroupe les composantes principales qui représentent la variation temporelle des données.



**Figure 4.4** : Illustration de la SVD appliquée à une séquence de 10 images : Fréquence laser : 1kHz - temps d'intégration 100 $\mu$ s. Le calcul de la SVD a été effectué sous MATLAB.

$$\begin{aligned}
 \mathbf{X} &= \mathbf{U} \times \mathbf{S} \times \mathbf{V}^t \\
 \begin{bmatrix} x_{11} & \cdots & x_{1n} \\ \vdots & \ddots & \vdots \\ x_{m1} & \cdots & x_{mn} \end{bmatrix} &= \begin{bmatrix} u_{11} & \cdots & u_{1n} \\ \vdots & \ddots & \vdots \\ u_{m1} & \cdots & u_{mn} \end{bmatrix} \times \begin{bmatrix} s_{11} & 0 & \cdots \\ 0 & \ddots & \\ \vdots & & s_{nn} \end{bmatrix} \times \begin{bmatrix} v_{11} & \cdots & v_{1n} \\ \vdots & \ddots & \vdots \\ v_{n1} & \cdots & v_{nn} \end{bmatrix} \quad (4.2)
 \end{aligned}$$

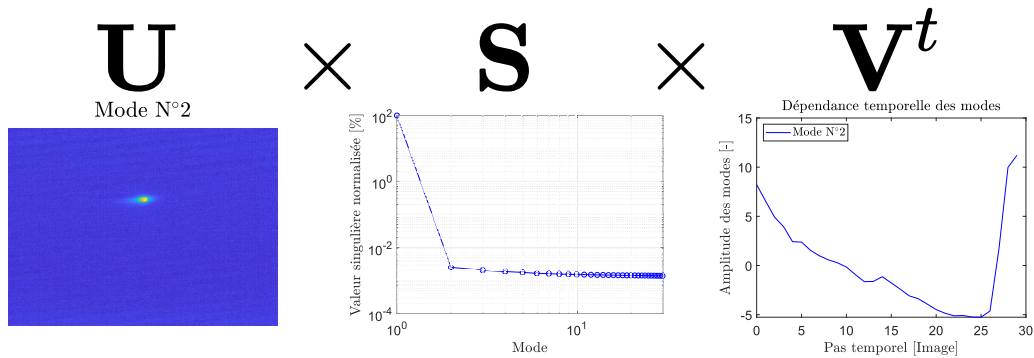
### Interprétation et exploitation

La séquence d'image est donc décomposée en dépendance spatiale (ou mode)  $\mathbf{U}$  et dépendance temporelle  $\mathbf{V}$  par l'intermédiaire de la matrice des valeurs singulières  $\mathbf{S}$  qui évalue l'importance des informations contenues dans les différents modes. L'idée est la suivante : les modes rassemblent les caractéristiques (ou motifs) communes à toutes les images. Si la valeur singulière correspondant à un motif est élevée cela signifie que celui-ci se répète dans un grand nombre d'images. Dans le cas de l'excitation d'une fibre enregistrée sur 10 images visibles sur la FIG.4.3, le premier mode - visible sur la FIG.4.4 -  $\mathbf{U}$  - correspond à l'environnement et au motif de la fibre associé à sa température résiduelle entre deux impulsions, que l'on retrouve sur toutes les images.

L'étude de ces valeurs singulières (coefficients diagonaux de la matrice  $\mathbf{S}$ ) nous renseigne sur les informations contenues dans notre séquence. En effet, plus la valeur singulière est grande plus l'information est d'importance. En d'autres termes, le premier mode décrit la séquence de la façon la plus simple possible, le second mode ajoute un niveau de détail supplémentaire et ainsi de suite. Par exemple, le deuxième mode de  $\mathbf{U}$  (FIG.4.4) correspond à un mode de chauffage qui est la conséquence de l'excitation UV.

Pour évaluer les modes importants, il suffit de tracer les valeurs singulières, correspondant à  $\mathbf{S}$  sur la FIG.4.4. Le profil en forme de « L » est une caractéristique commune aux SVD. Les premiers modes (grandes valeurs singulières) correspondent à l'information principale, puis on observe toujours un changement de pente qui correspond au moment où l'information est confondue avec le bruit. Dans notre cas, les modes supérieurs à 3 sont de très faibles amplitudes et sont considérés comme du bruit.

L'étude de cette fonction « L » permet de réduire le bruit d'une séquence en supprimant les modes les plus élevés. Cette opération n'est pas nécessairement néfaste puisque les modes élevés



**Figure 4.5 :** Illustration de la SVD appliquée à une séquence de 30 images : Fréquence laser : 333 Hz - temps d'intégration 100  $\mu$ s. Le calcul de la SVD a été effectué sous MATLAB.

contiennent peu d'information. L'utilisation de matrices SVD tronquées est une méthode de filtrage très efficace.

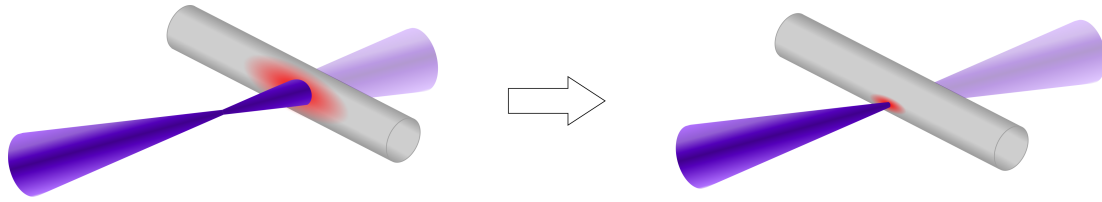
La dépendance temporelle des modes est décrite par la matrice  $\mathbf{V}^t$ , chaque ligne de  $\mathbf{V}^t$  décrit l'évolution temporelle du mode  $n$  correspondant. Elle montre à quel instant les modes entrent en jeu dans la séquence d'images. Le signal du premier mode (correspondant à l'environnement et à la température résiduelle de la fibre) est constant puisqu'il est commun à toutes les images. Pour le deuxième mode, on observe que celui-ci augmente à partir de la deuxième image, atteint son maximum à la troisième image puis décroît continuellement jusqu'à la fin de la séquence. Pour le troisième mode, on retrouve une augmentation du signal à la seconde image et une décroissance avant d'être confondu avec le bruit. Le quatrième mode est très bruité, il n'apporte pas d'information supplémentaire.

La SVD décompose son jeu de données sur des modes (au sens du traitement du signal) inhérents à ces données. Dans notre cas, le jeu de données est très bruité et il est possible que la SVD cherche à décomposer les données sur une base qui mêle les modes de chauffage (du point de vue thermique) avec des motifs liés à un bruit qui se répète dans les données. Pour cette raison nous pensons que le mode de chauffage est la somme des modes 2 et 3 déterminés par le traitement du signal.

La SVD, réalisée avec MATLAB, nous permet donc de capturer la dynamique de chauffage et refroidissement de la fibre avec une résolution temporelle de 100  $\mu$ s. Pour illustrer son efficacité nous avons excité la fibre à une cadence plus faible pour apprécier la dynamique de refroidissement. La fréquence d'excitation choisie est 333 Hz permettant de réaliser une séquence de 30 images en discrétisant 3 ms en une série de fenêtres correspondant chacune à un temps d'intégration de 100  $\mu$ s. La période choisie est assez longue pour que la fibre ne relaxe pas totalement en température.

Les résultats sont visibles FIG.4.5 où nous avons représenté que le deuxième mode et sa dépendance temporelle. On remarque que le chauffage commence au pas de temps 26 pour atteindre un maximum au pas de temps 29 puis un refroidissement qui va du pas de temps 29 à au pas de temps 25.

La SVD est un outil intéressant qui extrait les dépendances spatiales et temporelles d'une séquence d'images en utilisant, dans notre cas, une puissance de calcul raisonnable. L'association de la SVD à une méthode Flash donne accès à des modes de chauffage dépourvus de bruit. Cet



**Figure 4.6** : Schéma du balayage de la fibre par le laser UV. La fibre intercepte une section du faisceau laser plus importante lorsqu'elle est hors focus.

outil présente les caractéristiques adéquates pour effectuer de l'imagerie super-résolue. La SVD permettrait idéalement de sélectionner le mode de chauffage (dépourvu de bruit) apparaissant en premier dans le thermogramme. L'image de ce mode étant limitée par diffraction, il est échantillonné sur plusieurs pixels de la caméra. Il suffirait alors de segmenter l'image et de trouver le centre du mode à l'aide d'un fit gaussien pour déterminer le point de chauffage avec une précision meilleure que la limite de diffraction, à l'instar de ce qui est fait en microscopie de fluorescence PALM ou STORM.

### 4.3 Application à l'imagerie IR super-résolue

Dans cette partie, nous verrons comment nous avons utilisé la SVD pour obtenir une image super-résolue d'une fibre de verre. La méthode que nous proposons vise à résoudre une difficulté rencontrée avec la méthode de fenêtrage temporel combinée à l'emploi d'un détecteur IR mono-canal (thèse de Elodie Perros [171]) qui nécessite de maintenir le faisceau UV focalisé sur l'objet pendant que celui-ci est balayé dans le plan focal d'un objectif de microscope UV, ce qui pose naturellement problème lorsque l'objet est un cylindre de diamètre micrométrique comme une fibre de verre.

Ce problème de défocalisation du faisceau laser UV d'excitation thermique au cours du balayage est illustré sur la FIG.4.6. Pour obtenir une image super-résolue d'une fibre de verre, nous allons exploiter tous les avantages qu'offrent l'échantillonnage de la tache de chaleur sur plusieurs pixels de notre caméra IR pour super-localiser celle-ci et ainsi être moins sensible en la focalisation du laser UV.

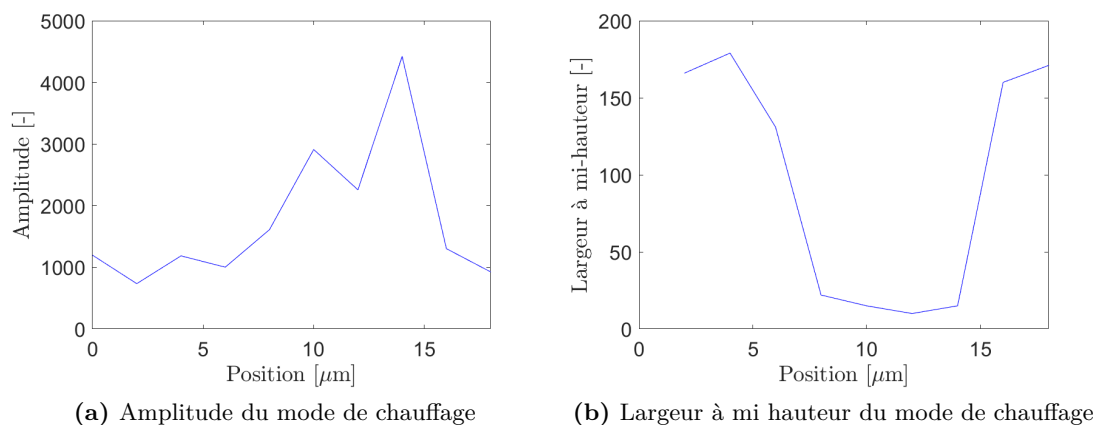
#### 4.3.1 Définition d'un nouveau critère de localisation

L'idée de notre approche est de regarder l'amplitude et l'extension spatiale du chauffage de la fibre en fonction de sa position. Le chauffage a une faible extension spatiale et une grande amplitude lorsque la fibre coupe le plan focal de l'objectif UV. A l'inverse, le chauffage a une faible amplitude et est spatialement plus étendu lorsque la fibre n'est plus au plan focal de l'excitation. Pour chaque élément de surface de la fibre conjugué avec un pixel de la caméra IR, l'énergie reçue est plus faible quand le spot UV est défocalisé puisque la puissance surfacique est alors plus faible.

Il est tout d'abord important de noter que si la fibre est chauffée en régime quasi-stationnaire (haute cadence de répétition du laser UV) et si l'on observe la tache de chaleur avec un grand temps d'intégration de la caméra IR (3 ms), la méthode de super-localisation de la tache ne fonctionne pas car celle-ci est trop étendue, une large portion de la fibre étant chauffée en permanence.

Une solution consiste à s'intéresser uniquement à la dynamique du chauffage. Nous avons vu que les signaux mesurés sont très bruités et qu'il est difficile de définir proprement le mode de





**Figure 4.7 :** Imagerie IR résolue

chauffage. La SVD semble être l'outil adapté puisqu'elle fournit directement le mode de chauffage en rejetant le bruit.

En tenant compte de ces aspects, le protocole d'imagerie super-résolue que j'ai mis en place *in fine* est le suivant : la fibre balaye le plan XY avec un pas de 2  $\mu\text{m}$ . Le pas peut être réduit mais il résulte d'un bon compromis entre résolution spatiale et durée des mesures. Le balayage est réalisé à l'aide du logiciel R9 (RHK). Pour chaque point, nous relevons une séquence de 10 images qui échantillonnent la période laser (1 ms) en 10 fenêtres de 100  $\mu\text{s}$ . Pour obtenir, un rapport signal à bruit satisfaisant nous capturons 150000 images à 322 Hz. La durée de l'acquisition pour un point du balayage est de 7 minutes environ. Les images sont post-traitées avec ImageJ puis la SVD est réalisée avec MATLAB.

### 4.3.2 Résultats

L'étude de la dynamique de chauffage de la fibre consiste à étudier l'amplitude et la section à mi-hauteur du mode de chauffage de la SVD pour chaque point sondé par le laser.

La FIG.4.7a représente l'amplitude du mode de chauffage en fonction de la position de la fibre. On observe que cette amplitude est faible de 0 à 6  $\mu\text{m}$  et au-delà de 16  $\mu\text{m}$ ; elle est importante entre 6 et 15  $\mu\text{m}$ . Inversement, la largeur à mi-hauteur du signal est faible de 8 à 14  $\mu\text{m}$  et forte en dehors (FIG.4.7b). Le premier point du balayage n'est pas représenté sur la FIG.4.7b à cause du bruit trop important, qui conduit à rendre impossible la définition d'une largeur à mi-hauteur qui aurait du sens. Les différentes coupes sont disponibles en ANNEXE.C.

On remarque donc que le chauffage est plus important et plus localisé lorsque la fibre se situe dans le plan focal du laser UV. La fibre chauffe moins mais sur une surface plus étendue lorsqu'elle est légèrement en dehors du plan focal de l'objectif de microscope utilisé pour focaliser le laser UV. L'intervalle pour lequel l'amplitude du chauffage est important - ou inversement l'intervalle pour lequel la largeur à mi-hauteur est faible - permet d'estimer la taille de la section de la fibre qui est efficacement chauffée par le spot laser UV focalisé pendant le balayage. Dans notre cas, cette section mesure entre 8 et 10  $\mu\text{m}$ , valeur bien plus faible que ce que fournirait une image de microscopie IR classique de la fibre limitée en diffraction. Rappelons en effet que la taille d'une fibre calibrée de 13  $\mu\text{m}$  dans le plan image de notre système de microscopie IR est de 25  $\mu\text{m}$  environ avec un objectif d'ouverture numérique  $O.N. = 0.4$ .



### 4.3.3 Discussion

Nous ne disposons pas de l'échantillon idéal pour évaluer la résolution de cette méthode mais nous sommes néanmoins capables de résoudre les parois de la fibre avec une précision de 2 à 3 points. La résolution spatiale de notre système est donc estimée à  $4 \mu\text{m}$ .

Nous avons développé une méthode permettant d'augmenter la résolution temporelle de la camera IR de 3 ms à  $100 \mu\text{s}$ . L'utilisation de la SVD a permis d'extraire le chauffage de la fibre de son environnement. L'étude des composantes principales de la SVD nous fournit l'évolution du chauffage avec une résolution temporelle de  $100 \mu\text{s}$ . La définition de nouveaux critères a rendu possible la réalisation d'une image résolue d'une fibre de verre d'un diamètre de  $13 \mu\text{m}$ .

Une des limites qui demeure est que le système ne peut être utilisé qu'en transmission à l'heure actuelle. La tache observée par le système est convoluée à la propagation de la chaleur dans l'épaisseur de l'échantillon. Une amélioration possible pour restreindre la taille de la tache de chaleur à sa dimension la plus faible serait de travailler en réflexion en inclinant l'échantillon.

# Conclusion

La méthode de caractérisation développée au cours de cette partie est une méthode Flash adaptée aux méthodes de microscopie. Cette méthode a été dotée de deux outils complémentaires, détecteur MCT monocanal et caméra IR, permettant de combiner résolution spatiale et résolution temporelle. Nous avons proposé différentes approches exploitant les dimensions spatiales du champ de température d'une ou plusieurs fibres chauffées par un laser impulsionnel pour identifier des paramètres inconnus : coefficients de pertes par convection et résistance de contact entre deux fibres.

L'étude temporelle et spatiale d'une fibre de verre chauffée par un laser UV a permis d'obtenir deux mesures complémentaires du coefficient de pertes par convection. Pour des fibres de  $13\ \mu\text{m}$  de diamètre le coefficient de pertes par convection  $h^{cv}$  est estimé entre 800 et  $1800\ \text{W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$ . Cette valeur est élevée par rapport aux valeurs usuelles de coefficient d'échange par convection (on rappelle qu'une valeur admise du coefficient de pertes par convection pour un mur vertical est  $5\ \text{W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$ ) mais elle reste en accord avec la littérature pour des objets de cette taille. Le coefficient d'échange par convection semble être exalté pour les objets micrométriques comme nous avons déjà pu le voir dans nos mesures SThM.

L'acquisition d'une caméra IR a permis de simplifier grandement la méthode de détermination de la résistance de contact entre deux fibres. La résolution spatiale de la caméra associée à un chauffage quasi-constant a permis de passer d'un problème complexe de transfert de chaleur à un simple problème d'ailettes. Il est alors possible d'estimer le flux échangé entre les fibres à partir de cette modélisation. Un modèle simplifié du transfert dans la seconde fibre nous permet d'extraire la résistance thermique de contact entre deux fibres dans les conditions ambiantes :  $R_K = 5 \times 10^6\ \text{K}\cdot\text{W}^{-1}$ . Les perspectives de cette méthode sont une étude sous atmosphère contrôlée et une mesure de l'impact du liant sur le transfert entre fibres.

Enfin, nous avons vu comment augmenter la résolution temporelle de la caméra pour perfectionner nos méthodes d'imagerie super-résolue. D'abord, le nombre de pixels est réduit à  $320 \times 256$ , la scène est ensuite séquencée avec un temps d'intégration diminué à  $100\ \mu\text{s}$ . L'acquisition répétée d'une même scène permet d'augmenter le rapport signal à bruit. Nous pouvons extraire les différents modes de chauffage et leur dépendance temporelle à l'aide d'une SVD qui discrimine le bruit environnant.

L'utilisation de la SVD et la définition de nouveaux critères nous ont permis d'enregistrer un profil super-résolu de l'échauffement d'une section de fibre présentant un étalement inférieur à  $10\ \mu\text{m}$ , alors que le diamètre d'une image thermique mesuré par des méthodes limitées par diffraction serait de  $25\ \mu\text{m}$ . Pour l'instant, le système est limité à la caractérisation des fibres, mais l'implémentation d'une excitation moins abrasive - comme une diode UV ou un laser permettant des impulsions plus longues - permettrait d'ouvrir le champ des possibilités à tout objet absorbant dans le domaine de l'ultraviolet.



# Conclusion générale et perspectives

Les travaux de cette thèse s'inscrivent dans la dynamique soutenue par les politiques publiques (régulations thermiques 2012 et 2020, COP21), la recherche et le monde industriel ; cette dynamique vise à construire des bâtiments plus respectueux de l'environnement et à restaurer le parc immobilier actuel. L'isolation thermique est une cause majeure de pertes d'énergie dans le secteur du bâtiment, et nécessite d'importants efforts de recherche en vue de trouver des voies d'améliorations.

Dans ce contexte, les objectifs de ma thèse étaient d'apporter une caractérisation microscopique du transfert de chaleur dans la laine de verre et en particulier entre deux fibres de verre. Nous avons proposé une mesure thermo-résistive de la résistance thermique de contact basée sur les méthodes SThM d'une part, et une caractérisation optique du transfert microscopique de chaleur dans une fibre de verre et entre fibres de verre basée sur leur rayonnement infrarouge, d'autre part. Nos études s'appuient donc sur deux familles de mesures : les mesures où le capteur est en contact avec l'échantillon et les mesures sans contact. Pour cela, nous avons mené trois études complémentaires :

- La première est une étude des propriétés d'émission d'une fibre de verre dans le domaine de l'infrarouge ;
- La deuxième est une mesure thermorésistive de la résistance thermique entre deux éléments de verre placés dans le vide ou à l'air ambiant ;
- Enfin, la dernière étude est une mesure optique du transfert de chaleur dans une fibre et entre deux fibres.

Le premier volet de cette thèse a concerné la caractérisation des propriétés d'émission d'une fibre de verre dans le domaine de l'infrarouge. C'est un enjeu important pour comprendre comment les fibres interagissent entre elles par rayonnement dans un régime où leur dimension voisine de la longueur d'onde les rends susceptibles de présenter des résonances géométriques. Une difficulté majeure dans ce type d'étude était due au diamètre des fibres qui est inférieur au champ de vue de notre instrumentation. Pour y pallier, nous avons utilisé une méthode de spectrométrie infrarouge à modulation spatiale développée au laboratoire qui nous a permis de mesurer le spectre d'émission thermique de fibres de verre de différents diamètres chauffées à 440 K.

Une approche théorique basée sur la théorie de Mie réalisée par nos collègues de l'Institut P' a permis de confirmer que le spectre mesuré est bien celui de l'émission des fibres individuelles, sans contribution significative de la diffusion. Les fibres de verre présentent les mêmes bandes d'absorption que le matériaux brut : entre 8 et 12  $\mu\text{m}$  puis entre 18 et 26  $\mu\text{m}$ , et une bande d'absorption plus faible autour de 7  $\mu\text{m}$ . Enfin, les fibres de plus petit diamètre semblent transmettre moins d'énergie que les fibres de diamètre plus élevé puisque l'intensité mesurée sur l'ensemble du spectre double lorsque le diamètre de la fibre augmente de 4 à 9.5  $\mu\text{m}$ .

Ce travail fait l'objet d'une publication : Thermal emission from a single glass fiber *Journal of Quantitative Spectroscopy & Radiative Transfer* [129]

Le deuxième volet de cette thèse est une mesure thermo-résistive sous vide et à l'air ambiant de la résistance thermique de contact entre deux éléments de verre. Pour cela nous avons conçu un montage SThM permettant de mettre en contact une bille de verre de  $20\ \mu\text{m}$  - collée sur une sonde SThM - avec une surface plane de verre par l'intermédiaire de translations piézoélectriques. Des études dites d'*approche* où la bille est chauffée en son sommet par la sonde SThM tout en étant mise en contact avec la surface sont réalisées sous vide ( $\sim 10^{-6}$  mbar) ou à l'air ambiant. Ces approches permettent de caractériser les différents transferts de chaleur.

- ▷ Le premier aspect des expériences SThM est une mesure sous vide visant à reproduire les conditions d'un panneau super-isolant. Les canaux de transfert sont le transfert radiatif, la conduction à travers le cantilever et le transfert à travers la bille et le contact. La conductance du cantilever -  $G_C = 4.65 \pm 0.01\ \mu\text{W.K}^{-1}$  (ou  $2.15 \times 10^5\ \text{K.W}^{-1}$  en résistance) - a pu être mesurée loin de la surface. Un modèle de transfert de chaleur dans une sphère chauffée par deux canaux de section différente a été proposé pour estimer la résistance thermique de la sphère ( $R_S = 4.8 \pm 1 \times 10^6\ \text{K.W}^{-1}$ ) et la surface effective de contact,  $e_K \sim 40\ \text{nm}$ . La valeur de la résistance de contact mesurée sous vide est  $1.4 \times 10^7\ \text{K.W}^{-1}$ .

Dans cette expérience, les effets radiatifs n'ont pas été pris en compte, ceux-ci étant de très faible amplitude et indécélable par notre système de mesure. Des mesures avec des billes de  $40$  et  $60\ \mu\text{m}$  seront réalisées à l'avenir pour tenter de capturer les effets de champ proche dans le transfert radiatif.

- ▷ Les mesures à l'air ambiant ont pour but de reproduire les conditions d'utilisation usuelles des panneaux de laine de verre classiques. L'analyse des canaux thermiques est cependant plus ardue puisque la présence de l'air engendre à la fois un nouveau canal de conduction mais aussi de possibles échanges convectifs.

Les approches réalisées à de grandes distances ( $> 200\ \mu\text{m}$ ) nous ont permis de conclure que les pertes par convection dominent lorsque la bille est loin de la surface mais que leur impact diminue à proximité de la surface, l'effet du couplage conductif devenant alors plus important.

Pour mesurer la résistance de contact, nous avons évalué, à l'aide d'une approche phénoménologique, le transfert entre la sphère et la surface lorsque ces deux éléments sont en contact, et juste avant le contact. La résistance de contact,  $R_K$ , mesurée varie de  $4 \times 10^6$  et  $1.1 \times 10^7\ \text{K.W}^{-1}$  en fonction des conditions extérieures. Ces travaux sont résumés dans un article qui vient d'être soumis : *Quantitative measurement of the thermal resistance between glass micro-objects from finite distance to contact*.

L'effet d'un éventuel ménisque d'eau sur la résistance de contact a aussi été sondé en augmentant la température de la sphère. Un développement probable de cet expérience serait de réaliser des expériences sous atmosphère contrôlée pour étudier de manière plus approfondie l'impact du ménisque d'eau sur le transfert entre deux éléments de verre.

Le dernier volet de cette thèse est une caractérisation infrarouge des transferts de chaleur dans une fibre de verre mais aussi entre fibres de verre. Cette méthode de caractérisation s'appuie sur une méthode de type Flash que nous avons adaptée aux fibres de verre avec des dimensions micrométriques. Pour cela, l'échantillon est excité par un laser ultraviolet impulsionnel, la chaleur absorbée par la fibre diffuse dans celle-ci. Un microscope IR permet d'observer la dynamique d'émission de la fibre due à ce chauffage local en la collectant et en la projetant sur un détecteur MCT mono-canal ou sur le capteur d'une caméra infrarouge. Notre montage combine résolution temporelle et résolution spatiale pour identifier différentes propriétés du transfert thermique, comme les pertes par convection ou la résistance thermique de contact entre fibre.

- ▷ Notre montage permet de mesurer les pertes par convection intervenant à la surface des fibres suspendues. Pour cela, une fibre de verre est chauffée soit de manière impulsionnelle soit de manière quasi continue. La dynamique temporelle de l'émission de la fibre d'une part, et la mesure du champ de température d'autre part, nous permettent d'encadrer, à l'aide de modèles adaptés, la valeur des pertes par convection à la surface de la fibre. Le coefficient d'échange mesuré varie de 800 à 1880  $\text{W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$ , ce qui est en accord avec la faible littérature traitant des échanges convectifs à cette échelle, mais ils sont en désaccord avec les valeurs utilisées par les industriels, de l'ordre de 40  $\text{W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$ .

Les résultats de cette partie vont au-delà des objectifs fixés par le projet ANR dans lequel s'inscrivait ma thèse puisque les fibres de verre ne sont pas sujettes aux pertes par convection dans un matelas de laine de verre. Cependant, la connaissance précise du coefficient de pertes convectives a un impact dans son processus de fabrication. Le modèle de refroidissement des fibres utilisé pour l'opération de fibrage pourraient alors être ajusté à partir de nos mesures. Au delà, notre approche pourrait aussi être exploitée pour caractériser les pertes dans d'autres objets de petite dimension comme les MEMS.

- ▷ Des mesures temporelles et des mesures spatiales ont été développées pour étudier le transfert de chaleur entre deux fibres de verre en contact et leur résistance thermique de contact. La mesure spatiale a été préférée à l'approche temporelle puisque celle-ci est plus pragmatique et permet d'utiliser des modèles simples d'ailettes. Il est alors possible de mesurer la résistance thermique de contact entre fibres de verre à atmosphère ambiante :  $R_K = 5 \pm 2 \times 10^6 \text{ K}\cdot\text{W}^{-1}$ . Cette valeur est en accord avec les valeurs mesurées par la méthode SThM.
- ▷ L'utilisation de la caméra infrarouge pour les expériences précédentes nous a familiarisé avec ses fonctionnalités et cela a permis d'ouvrir de nouvelles perspectives. En particulier, nous avons été capables de réduire le temps d'intégration du détecteur matriciel d'une caméra IR Noxant HSI de manière à pouvoir implémenter avec celle-ci des expériences combinant fenêtrage temporel et imagerie IR. L'utilisation de la décomposition en valeurs singulières (SVD) nous a permis d'extraire la dynamique de chauffage tout en réduisant le bruit. La SVD nous a permis ensuite de définir des critères pour réaliser des mesures infrarouge super-résolue. Par cette méthode, nous avons pu enregistrer le profil d'émission thermique d'une fibre de manière super-résolue. Le diamètre mesuré est de 10  $\mu\text{m}$  quand l'image infrarouge standard de la même fibre nous donnait un diamètre de 25  $\mu\text{m}$ . Une perspective possible est l'implémentation d'une source d'excitation plus versatile permettant d'étendre cette méthode à d'autres types de matériaux.

Les résultats présentés ci-dessus répondent aux objectifs initiaux fixés du projet dans lequel s'inscrivait ma thèse. La mesure de la résistance de contact entre fibres et la détermination d'une surface effective de transfert sont deux éléments importants qui vont permettre d'étoffer les simulations numériques sur le transfert de chaleur dans un échantillon de laine de verre. Ce type d'étude numérique devrait être poursuivi dans le cadre d'une thèse chez nos collaborateurs de l'Institut P'.

A l'Institut Langevin nous prévoyons d'étudier l'impact du liant sur la résistance de contact entre fibres mais aussi l'influence de l'angle entre les fibres sur la résistance thermique de contact à l'aide de méthodes expérimentales mises en place pendant ma thèse. Ces résultats fourniront les données d'entrée pour les modèles numériques qui seront développés pour simuler la laine de verre. Enfin, nous pensons qu'il sera possible de sonder les effets de champ proche dans le transfert radiatif entre une bille de verre de 40 ou 60  $\mu\text{m}$  et une surface de verre.

L'utilisation d'une caméra infrarouge et l'implémentation d'autres sources pour réaliser un chauffage local élargissent le nombre de candidats à l'imagerie super-résolue. Ceci pourrait per-

mettre par exemple de tester la résolution de cette méthode d'imagerie sur des échantillons de verre possédant des inclusions de bores de  $10\ \mu\text{m}$  de diamètre. Ces échantillons sont produits par le laboratoire industriel de Saint-Gobain en collaboration avec le laboratoire PMMH (Physique et Mécanique des Milieux Hétérogènes).

# Annexe A

## Notions d'optique

### A.1 Développement en ondes planes : champ lointain et champ proche

La décomposition de la propagation d'une onde électromagnétique en ondes planes permet d'introduire les notions de champ proche et de champ lointain [172]. Pour simplifier les calculs nous allons considérer une configuration 2D, les conclusions sont généralisables au calcul 3D.

Soit une onde monochromatique de longueur d'onde  $\lambda$  se propageant dans le vide dans une direction orthogonale (Oz) à une interface définie par le plan Oxy. Ce champ électrique,  $E(x, z, t) = \text{Re}(E(x, z)e^{-i\omega t})$ , vérifie l'équation de Helmholtz :

$$\Delta E(x, z) + \frac{\omega^2}{c^2} E(x, z) = 0 \quad (\text{A.1})$$

Le champ électromagnétique  $E(x, z, t)$  doit vérifier deux conditions aux limites. La première suppose que le champ  $E(x, z)$  est connu en tout point du plan  $z=0$ . La seconde est que le champ se propage dans le demi espace  $z>0$ .

Il est alors possible de définir la transformée de Fourier du champ  $E(x, z)$  dans tout plan  $z>0$  :

$$E(x, z) = \int_{-\infty}^{+\infty} \tilde{E}(\alpha, z) e^{i\alpha x} \frac{d\alpha}{2\pi} \quad (\text{A.2})$$

avec  $\tilde{E}(\alpha, z)$  la transformée de Fourier de  $E(x, z)$ .

A partir de l'équation d'Helmholtz :

$$\int_{-\infty}^{+\infty} \left[ \frac{\partial^2 \tilde{E}(\alpha, z)}{\partial z^2} + \left( \frac{\omega^2}{c^2} - \alpha^2 \right) \tilde{E}(\alpha, z) \right] e^{i\alpha x} \frac{d\alpha}{2\pi} = 0 \quad (\text{A.3})$$

On obtient :

$$\frac{\partial^2 \tilde{E}(\alpha, z)}{\partial z^2} + \left( \frac{\omega^2}{c^2} - \alpha^2 \right) \tilde{E}(\alpha, z) = 0 \quad (\text{A.4})$$

En posant  $q^2 = \frac{\omega^2}{c^2} - \alpha^2 = k^2 - \alpha^2$  :

$$\frac{\partial^2 \tilde{E}(\alpha, z)}{\partial z^2} + q^2 \tilde{E}(\alpha, z) = 0 \quad (\text{A.5})$$



La solution générale de cette équation s'écrit :

$$\tilde{E}(\alpha, z) = A(\alpha)e^{iqz} + B(\alpha)e^{-iqz} \quad (\text{A.6})$$

La détermination de la solution A.6 dépend du signe de  $q^2$ .

$$\begin{cases} q = \sqrt{\frac{\omega^2}{c^2} - \alpha^2} & \text{si } |\alpha| \leq \frac{\omega}{c} \\ q = i\sqrt{\alpha^2 - \frac{\omega^2}{c^2}} & \text{si } |\alpha| > \frac{\omega}{c} \end{cases}$$

La détermination de  $A(\alpha)$  et  $B(\alpha)$  se fait à l'aide des conditions aux limites :

- le champ se propage selon les  $z > 0$  donc  $B(\alpha) = 0$  ;
- l'amplitude  $E(x, z = 0)$  est connue par conséquent  $\tilde{E}(\alpha, z = 0)$  est connue et  $A(\alpha) = \tilde{E}(\alpha, z = 0)$ .

Finalement :

$$\tilde{E}(\alpha, z) = \tilde{E}(\alpha, z = 0)e^{iqz} \quad (\text{A.7})$$

En utilisant EQ.A.2, on obtient l'expression du champ  $E(x, z)$  :

$$E(x, z) = \int_{-\infty}^{+\infty} \tilde{E}(\alpha, z = 0) e^{i\alpha x + iqz} \frac{d\alpha}{2\pi} \quad (\text{A.8})$$

On observe que cette décomposition en ondes planes admet deux solutions définies par le signe de  $q^2$  :

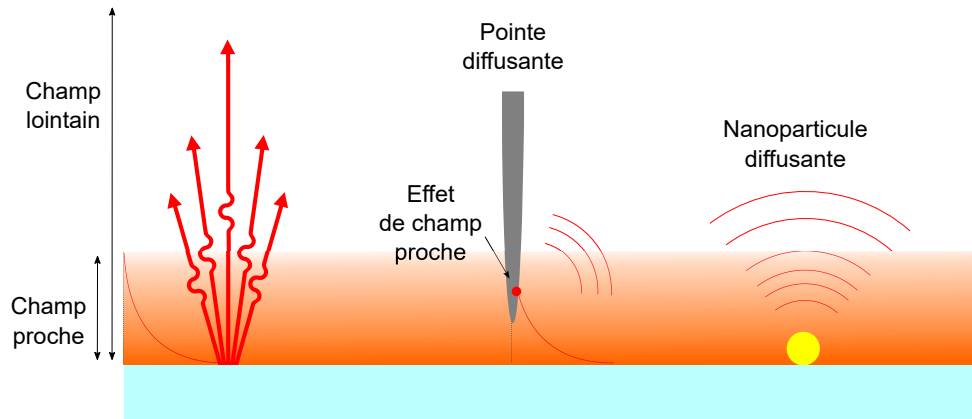
- si  $|\alpha| \leq k = (\frac{2\pi}{\lambda} = \frac{\omega}{c})$  alors  $q^2 > 0$  et  $q$  est réel positif. L'onde est dite **propagative** puisque l'amplitude de celle-ci ne décroît pas avec la distance à l'interface. On observe que ce phénomène apparaît pour les basses fréquences spatiales qui correspondent à de gros détails du champ dans le plan  $z=0$ .
- si  $|\alpha| > k$  alors  $q^2 < 0$  et  $q$  est imaginaire pur. L'amplitude de l'onde décroît exponentiellement avec la distance. L'onde est dite **évanescence** puisque l'amplitude du champ est proportionnelle à  $e^{-|q|z}$ . Cette décroissance est forte et le champ évanescent est confiné à proximité dans une zone appelée zone de *champ proche*. Ce phénomène apparaît pour les hautes fréquences spatiales qui correspondent aux détails sub-longueur d'onde (sub- $\lambda$ ).

Ces conclusions permettent de définir deux zones :

- la zone de *champ proche*, confinée près de la surface ( $z < 2\pi/\lambda$ ), où coexistent les ondes propagatives et les ondes évanescences ;
- la zone de *champ lointain*, ( $z > 2\pi/\lambda$ ), où seules les ondes propagatives subsistent.

Notons qu'il y a une perte d'information dans la zone de champ lointain puisque la propagation agit comme un filtre passe-bas. Ainsi l'information concernant les détails sub- $\lambda$  de l'échantillon est perdue lors de la propagation (c'est ce qui est à l'origine de la limite de diffraction).

La résolution spatiale est donc limitée par la diffraction en champ lointain, alors qu'elle ne l'est pas en théorie en champ proche, ce qui a dynamisé les développements des techniques de champ proche optique.



**Figure A.1** : Schéma d'illustration du principe de fonctionnement du SNOM : conversion du champ proche en champ lointain par l'intermédiaire d'une pointe fine ou d'une nanoparticule

## A.2 Microscopie optique de champ proche

Nous avons vu qu'une seule partie du champ se propage dans l'espace libre et que l'information relative aux hautes fréquences spatiales reste confinée dans une région proche de l'échantillon. Le problème est que les instruments standards de détection sont placés à de grandes<sup>1</sup> distances de l'échantillon, ce qui les empêche de mesurer les phénomènes de champ proche.

### A.2.1 Principe général

La microscopie optique de champ proche est une technique d'imagerie super-résolue puisqu'elle permet d'avoir une résolution meilleure que la longueur d'onde d'imagerie. 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. Pour cela un nano-diffuseur est approchée de la zone de champ proche pour convertir l'onde évanescente en onde propagative. Il suffit alors de mesurer le champ ainsi diffusé à l'aide d'un détecteur situé dans la zone de champ lointain. Les nano-diffuseurs sont généralement des sondes très fines. Pour obtenir une image super-résolue d'un échantillon, il faut alors balayer la surface de celui-ci avec la sonde et mesurer point par point le champ qu'elle diffuse au cours du balayage pour former une image.

Ce mode d'imagerie permet de s'affranchir de la limite de diffraction puisque la résolution de l'image dépend de la taille de l'extrémité de la sonde utilisée pour convertir le champ proche en champ lointain : plus la pointe est fine et meilleure est la résolution. La résolution dépend aussi de la distance à la surface puisque nous avons vu que la distance joue le rôle d'un filtre passe-bas sur les ondes évanescentes. Plus la sonde de champ proche est près de la surface, plus elle diffuse les hautes fréquences spatiales du champ. Pour cela, la distance sonde échantillon est contrôlée à l'aide d'une rétroaction et des platines de déplacement piézoélectriques. Ces deux paramètres permettent d'obtenir une résolution nanométrique inférieure à la longueur d'onde d'observation.

1. Grandes distances comparativement à la taille de la zone de champ proche.

### A.2.2 Différents types de SNOMs

Il existe deux grandes catégories de SNOMs définies à partir de l'élément diffuseur utilisé :

- les SNOMs à *ouverture*
- les SNOMs à *pointe diffusante*

Les SNOMs à ouverture sont composés d'une sonde avec une pointe ayant une ouverture de taille nanométrique. Cette ouverture permet de sonder le champ proche ou d'illuminer localement l'échantillon. Ces sondes sont généralement des pointes de microscope à force atomique métallisées et percées d'un trou, ou des fibres optiques étirées recouvertes de métal à l'exception de l'extrémité de la sonde.

Les SNOMs à pointe diffusante utilisent des petits éléments diffuseurs - le bout d'une pointe ou éventuellement une nanoparticule - pour propager le champ proche dans l'espace libre.

## Annexe B

# La conception du dispositif thermo-résistif

### B.1 Dessins techniques des éléments dimensionnés pour le dispositif SThM

#### B.1.1 Table supportant le système de translations

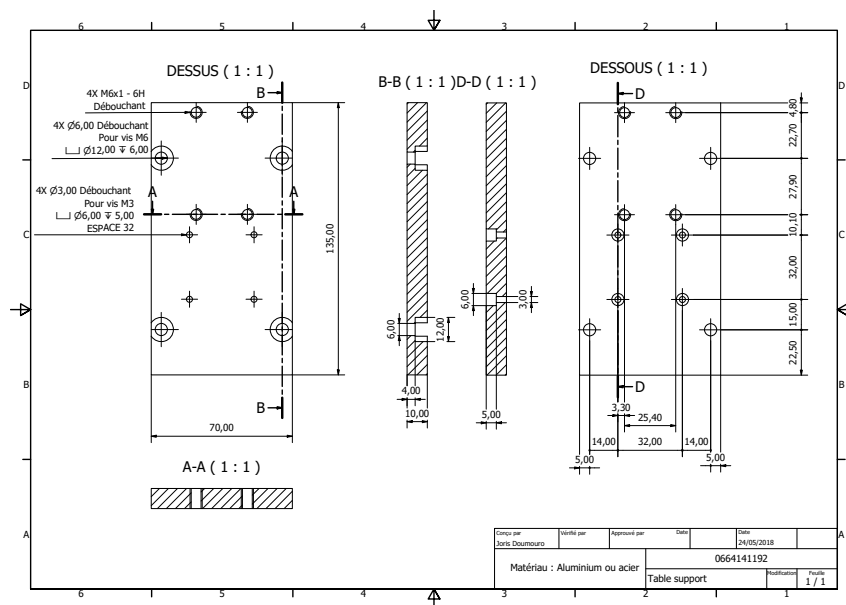


Figure B.1 : Dessin technique de la table supportant les translations dans la chambre à vide

B.1.2 Le porte pointe

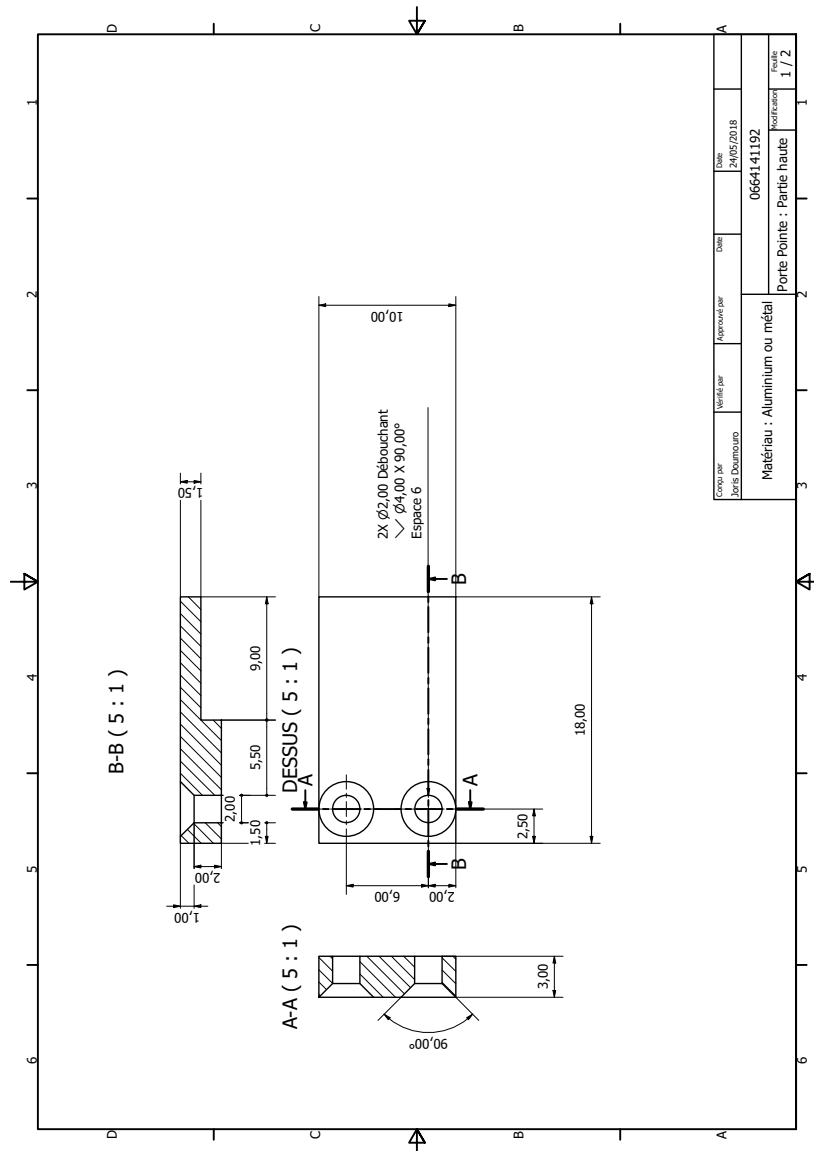


Figure B.2 : Dessin technique du porte échantillon - partie horizontale : le bec

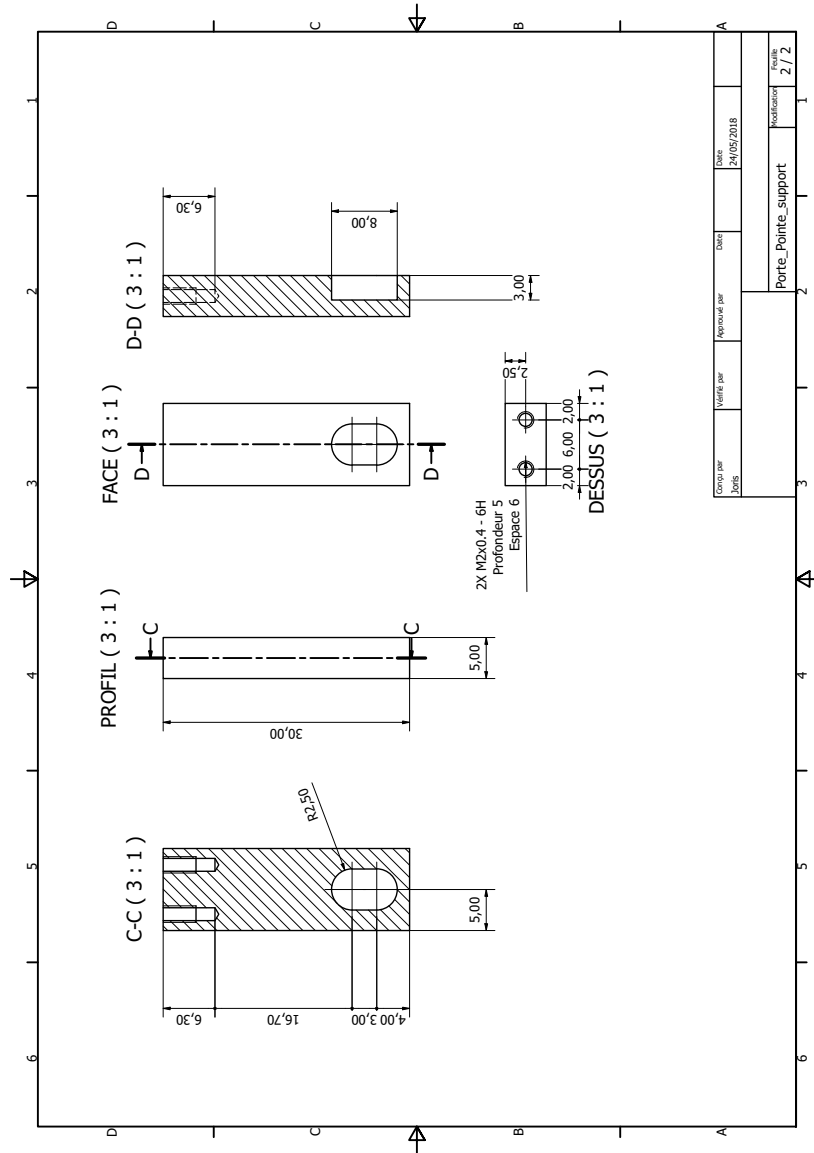
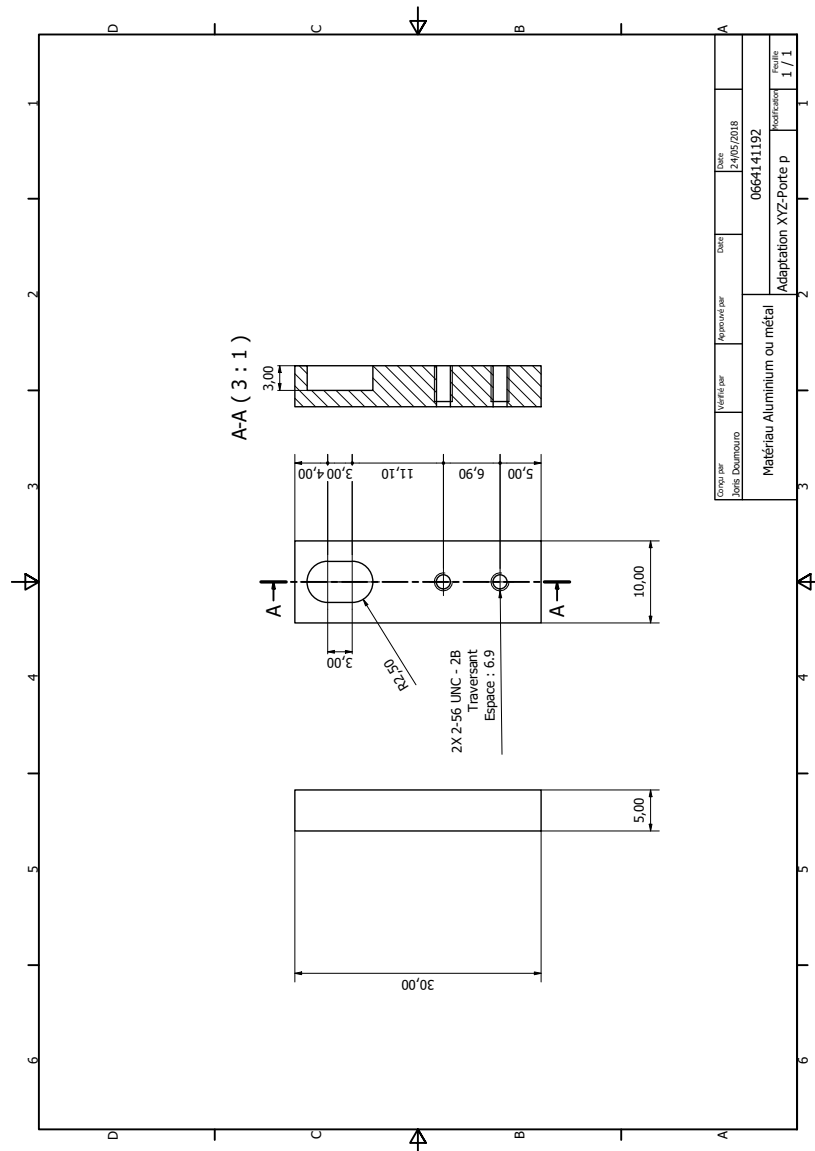


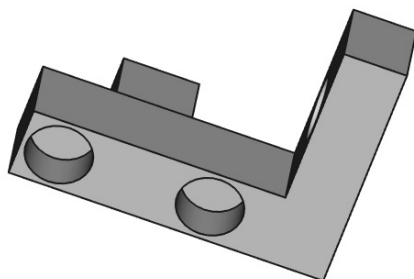
Figure B.3 : Dessin technique du porte échantillon - partie verticale

## B.1.3 Adaptation du porte pointe sur le système de translation



**Figure B.4 :** Dessin technique de l'adaptation entre le porte échantillon et le système de translation XYZ

#### B.1.4 Le bras de cantilever imprimé en impression 3D pour le collage de la bille sur le système Witec



**Figure B.5 :** Schéma du bras de cantilever imprimé en impression 3D pour le collage de la bille sur le système Witec

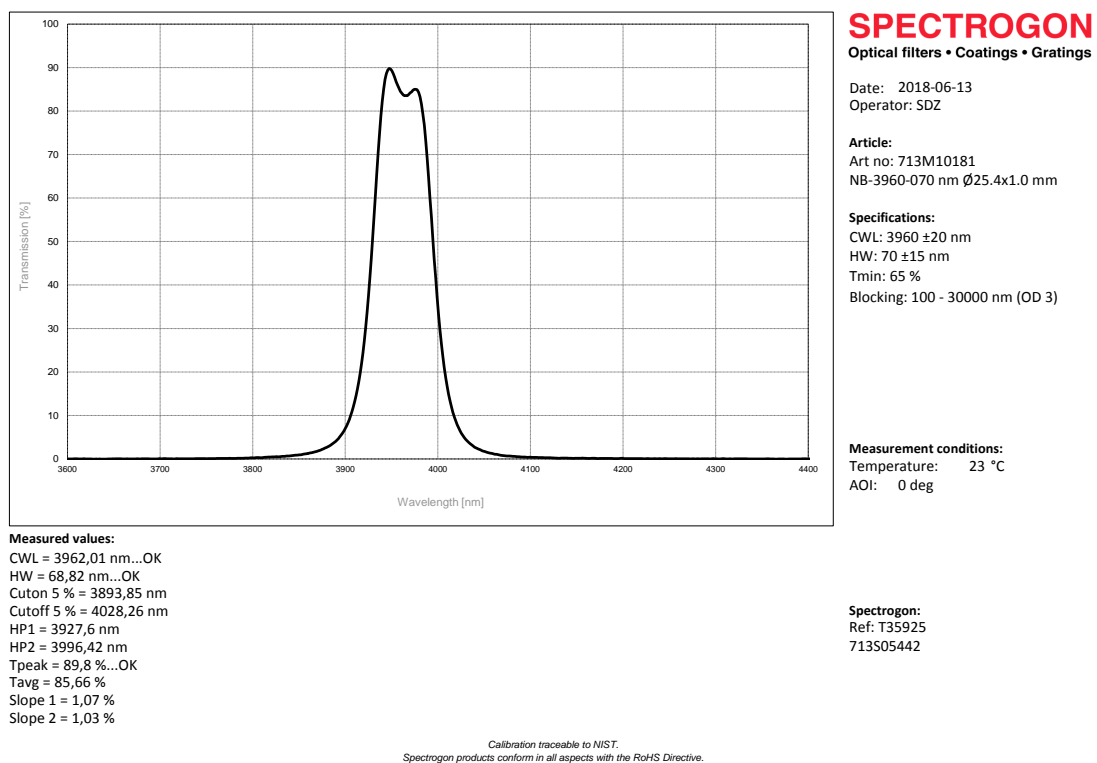




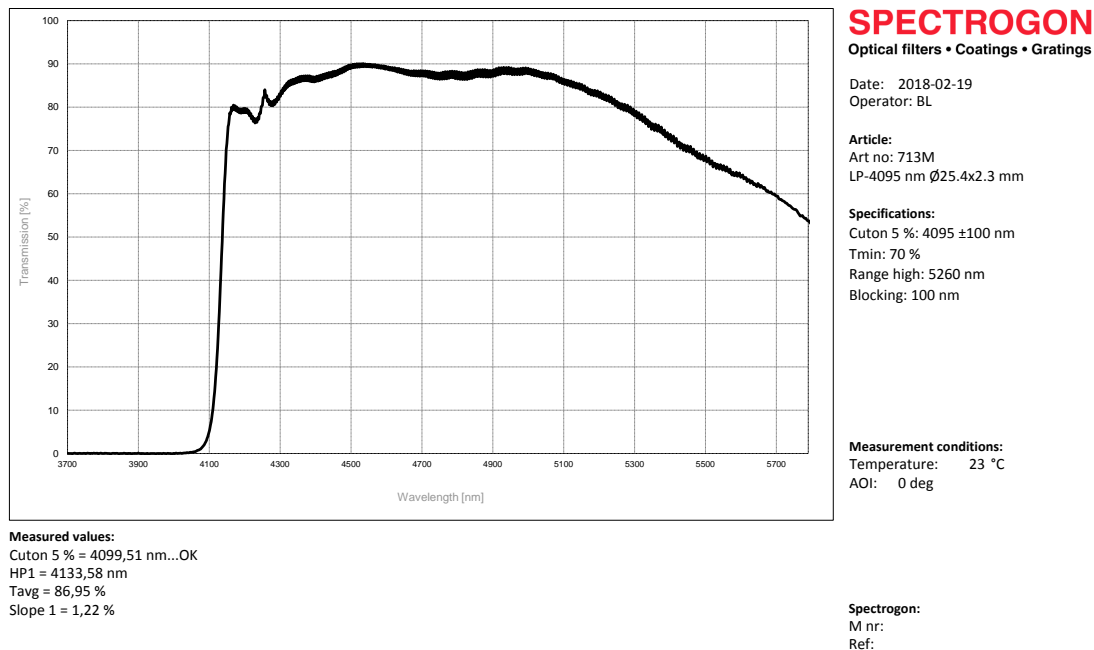
## Annexe C

# Caractérisation optique du transfert de chaleur

### C.1 Présentation des filtres de la caméra IR



**Figure C.1** : Courbe de transmission du filtre : NB-3960-070-nm. C'est un filtre passe-bande de largeur spectrale de 70 nm centrée autour de 3690 nm.



**Figure C.2** : Courbe de transmission du filtre : LP-4095-nm. C'est un filtre passe-haut présentant au moins 70% de transmission au-delà de 4095 nm.

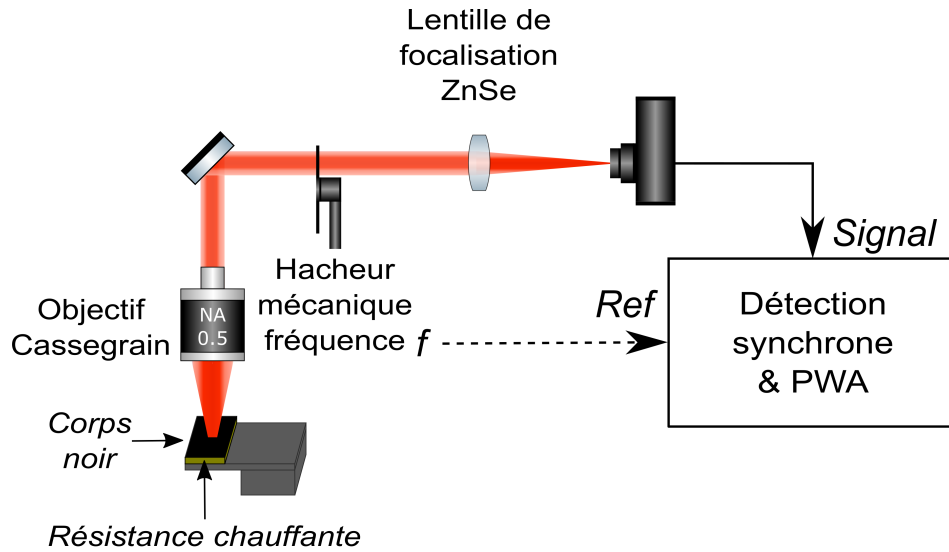
## C.2 Calibration en température du dispositif à détecteur monocal infrarouge

### C.2.1 Le montage

La calibration du dispositif de collection monocal - microscope infrarouge couplé à un détecteur MCT - se fait à l'aide d'un corps noir placé au plan focal de l'objectif à miroirs, voir FIG.C.3. Ce corps est un dépôt de suie réalisé selon le protocole décrit par Capasso *et al.* [132] dont l'émissivité est estimé à 0.96. Ce corps noir est chauffé par une résistance chauffante reliée à une alimentation courant-tension, ce qui permet de mesurer le signal du détecteur en fonction de la tension imposée à la résistance chauffante.

### C.2.2 Le protocole

Notre système de mesure est basé sur l'utilisation d'une détection synchrone permettant d'extraire le signal provenant de l'échantillon du bruit ambiant. En particulier la fonction PWA traduit l'évolution temporelle du signal périodique sur une période. Nous souhaitons établir la relation entre l'amplitude du signal et la température mesurée. Pour cela nous avons décidé d'implémenter un hacheur mécanique placé sur le chemin optique de la détection. Le signal reçu par le détecteur est un signal périodique de type créneau. Une difficulté sous-jacente est



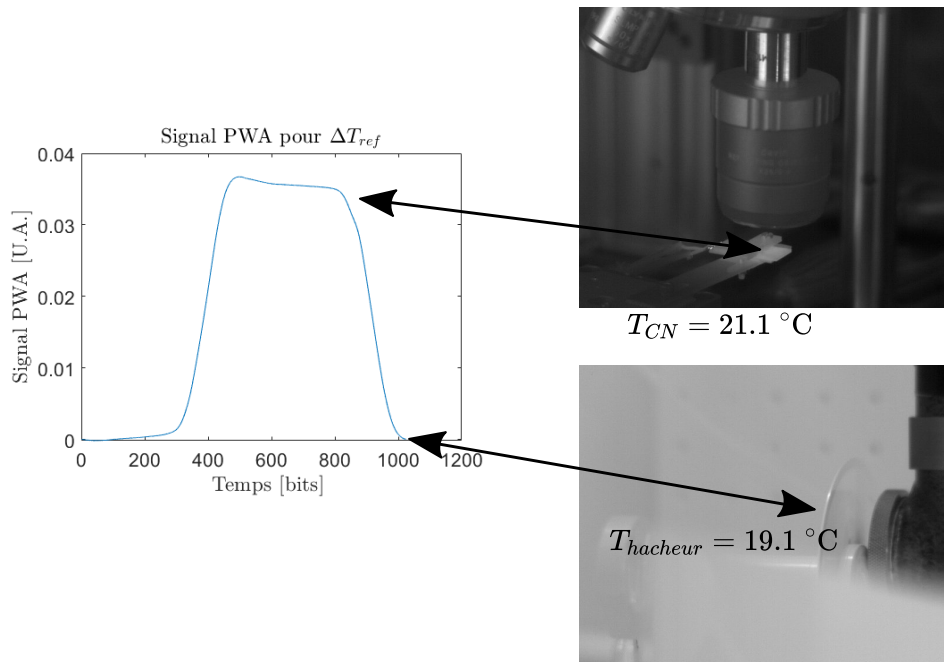
**Figure C.3 :** Schéma du montage pour la calibration du dispositif monocanal. Un corps noir est chauffé à l'aide d'une résistance chauffante. Le rayonnement émis par le corps noir est collecté par un objectif à miroir puis il est capté par un détecteur MCT. La rayonnement provenant de l'échantillon est extrait du rayonnement ambiant à l'aide d'une détection synchrone et d'un hacheur mécanique.

que nous mesurons bien l'émission thermique associée à la température du corps noir sur une demi-période, mais nous mesurons aussi la température apparente des pales du hacheur sur la demi-période restante, voir FIG.C.4. Par conséquent, l'amplitude mesurée n'est pas uniquement fonction de la température du corps noir elle est aussi fonction de la température des pales du hacheur mécanique.

Pour s'affranchir de ce phénomène nous avons fait le choix de travailler en température relative. Pour chaque température imposée par la source de tension, nous mesurons à la fois la température du corps noir et la température apparente des pales du hacheur mécanique à l'aide de notre caméra infrarouge Noxcam, voir FIG.C.4. Pour chaque écart de température  $T_{CN} - T_{pales}$  on associe l'amplitude du signal créneau PWA. Ensuite, le plus petit écart de température permettant d'extraire un signal du bruit est choisi comme référence,  $T_{ref}$ . Puis la courbe de calibration en température relative,  $\Delta T_{CN} = T_{CN} - T_{pales} = T_{CN} - T_{pales} - (T_{ref} - T_{pales})$ , est obtenue en additionnant les amplitudes mesurées à la température  $T_{CN}$  et à la température de référence  $T_{ref}$ , ce qui est résumé sur la FIG.C.5. Les mesures sont réalisées dans la même journée et dans un laps de temps court pour s'assurer que la température des pales du hacheur,  $T_{pales}$ , varie peu pendant l'expérience.

### C.2.3 La courbe de calibration et correspondance en température

Nous avons établi une correspondance entre le signal PWA et la température apparente d'un échantillon occupant l'ensemble du champ de vue du microscope. Cependant, les fibres de verres ne sont pas des corps noirs ; leur émissivité à  $10 \mu\text{m}$  est estimée autour de 0.9 et leurs dimensions sont plus faibles que le champ de vue du microscope. Avant d'être converti en température, le signal PWA - qui est proportionnel à la puissance lumineuse émise - est divisé par l'émissivité de la fibre de verre puis il est multiplié par un facteur géométrique,  $\mathcal{F}$  prenant en compte la section géométrique d'émission de l'échantillon et la taille du champ de vue du microscope. Le facteur



**Figure C.4 :** Le signal PWA mesuré dépend de la température apparente du corps noir mais aussi des pales du hacheur mécanique.

géométrique  $\mathcal{F}$  vaut :  $\mathcal{F} = \frac{27 \mu\text{m}}{\text{diamètre}_{\text{fibre}}=13 \mu\text{m}} \sim 2$ , dans le cas d'un objectif à miroir x36.

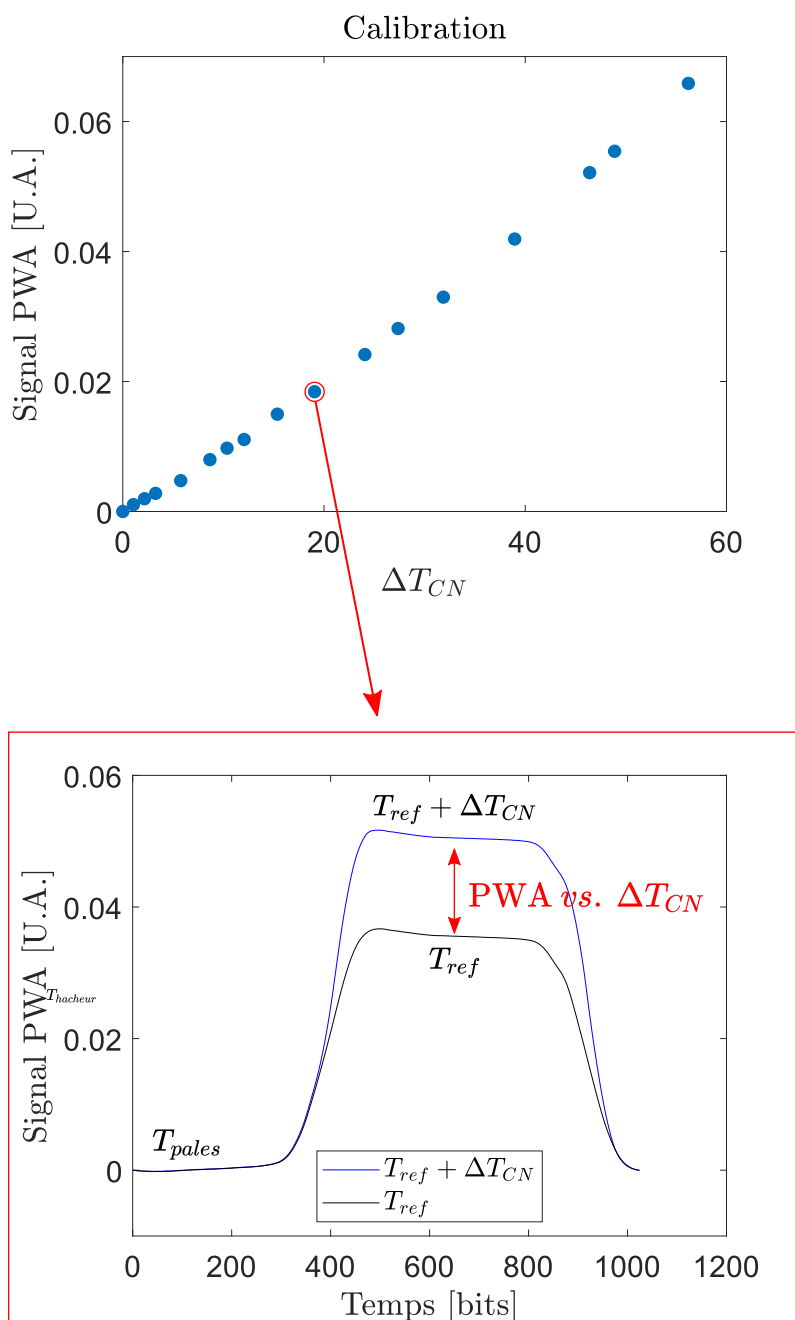
### C.3 Calibration en température du dispositif à caméra infrarouge.

La calibration du microscope couplé à une caméra infrarouge se fait en deux temps. Dans un premier temps, la température d'un corps noir chauffé par une résistance chauffante est mesurée par la caméra en utilisant sa configuration constructeur (calibrée en température). Ensuite, le corps noir est placé dans le plan focal de l'objectif Cassegrain du microscope infrarouge : la réponse en température de la caméra n'est alors plus la même puisque le chemin optique est différent, voir FIG.C.6. Une image de l'échantillon est obtenue en utilisant les filtres désirés, le temps d'intégration choisi et le nombre d'images accumulées. Cette image est réalisée après une correction de type NUC sur les pixels centraux afin d'harmoniser leur réponse et de s'affranchir de la réponse du bord de l'image.

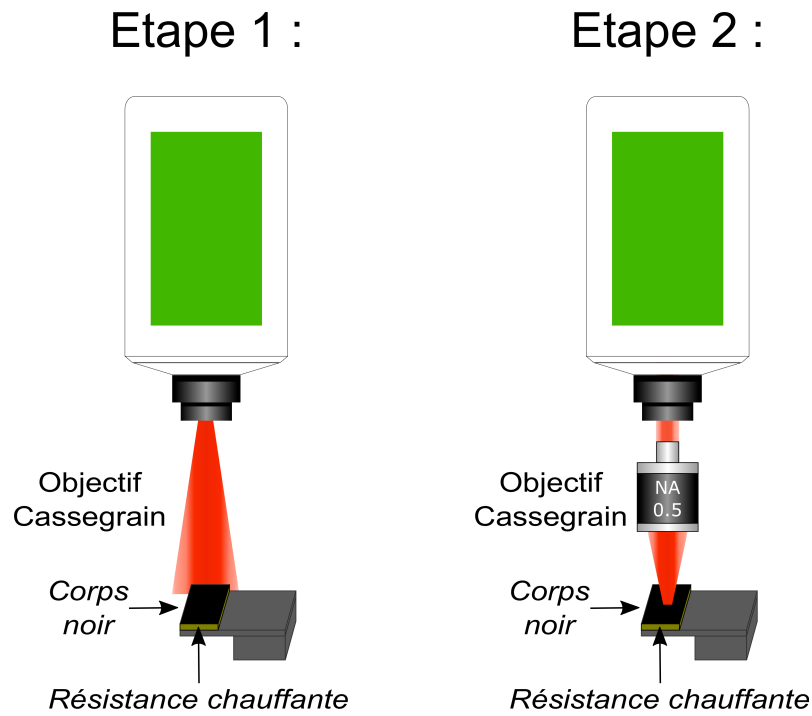
Les images sont extraites sur ImageJ où elles sont sommées dans le cas où il s'agit d'une accumulation d'images, puis converties au format tif. Les images sont ensuite importées sur MATLAB. La valeur moyenne des pixels est ensuite calculées sur MATLAB, les pixels situés sur le bord de l'image<sup>1</sup> ont été supprimés au préalable par une sélection circulaire. La calibration reportée sur la FIG.C.7 est obtenue en variant le tension imposée aux bornes de la résistance thermique qui a été calibrée au préalable à l'aide d'un thermocouple. Dans ce cas, la calibration est réalisée sans filtre avec un temps d'intégration de 3 ms et une accumulation de 10000 images. Des calibrations peuvent être réalisées pour des temps d'intégration différents, pour différents filtres, et pour un nombre différent d'accumulations d'images en suivant le même protocole.

Dans ce cas, le signal semble linéaire en température.

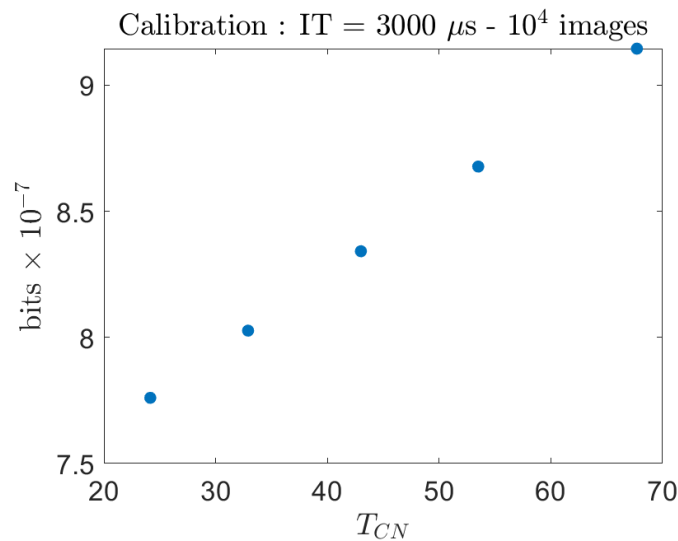
1. Ces pixels imagent les bords du système optique et ne doivent pas être pris en compte dans la calibration



**Figure C.5 :** La calibration de l'amplitude du signal PWA vs. écart de température est obtenue par soustraction de l'amplitude mesurée pour le signal de référence à l'amplitude mesurée pour le signal d'intérêt.

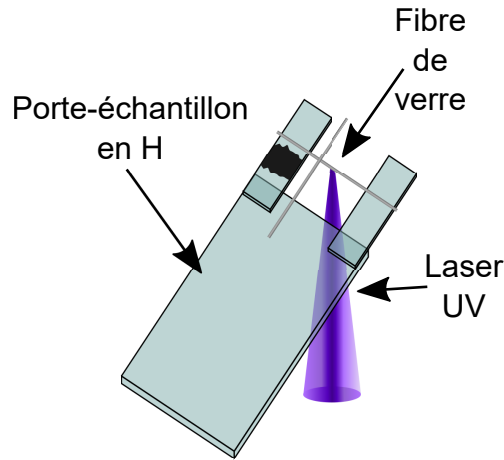


**Figure C.6 :** Illustration des deux étapes de la calibration du microscope IR associé à la caméra IR.



**Figure C.7 :** Courbe de calibration Signal PWA - température relative.

## C.4 Approche temporelle



**Figure C.8 :** Schéma du montage pour la mesure de la résistance thermique de contact entre fibres de verre.

Dans cette partie nous reprenons les principaux résultats d’une étude théorique menée en collaboration avec Rémi Carminati, responsable de l’équipe METHEO (Théorie des ondes et physique mésoscopique) et Elodie Perros pendant mon stage de Master à l’Institut Langevin. Nous allons voir comment exploiter la résolution temporelle de notre système de détection monocanal pour déterminer la résistance de contact entre deux fibres. Pour cela deux fibres sont mises en contact l’une sur l’autre de façon orthogonale ce qui représenté sur le schéma FIG.C.8. La fibre du dessous est chauffée par un laser UV. Notre système de collection est focalisé sur la seconde et relève le thermogramme de celle-ci. La dépendance temporelle du signal en température et son amplitude devrait également permettre d’estimer la résistance de contact. Dans cette optique, nous avons essayé de pousser aussi loin que possible la description analytique du problème.

Avant de s’intéresser à la mesure de la résistance de contact entre deux fibres, il est important de comprendre le transfert de chaleur dans une fibre chauffée par un laser impulsionnel UV. Le défi ici repose sur le fait que la source de chaleur locale est appliquée sur une zone située en périphérie de la fibre, ce qui rompt la symétrie cylindrique du problème.

### C.4.1 Résolution semi-analytique de l’équation de la chaleur dans une fibre

Pour déterminer le champ de température d’une fibre chauffée en un point, on considère la fibre comme étant un cylindre infini. Le champ de température en tout point  $M$  et à tout temps  $t$  s’exprime à partir des coordonnées cylindriques<sup>2</sup> :

$$T(M, t) = T(r, \varphi, z, t) \tag{C.1}$$

où  $z$  est la coordonnée axiale et  $r = \sqrt{x^2 + y^2}$ ,  $x = r \cos \varphi$ ,  $y = r \sin \varphi$ . En coordonnées cylindriques l’équation de la chaleur (cf. EQ.2.1) s’exprime de la manière suivante :

$$\frac{\partial T(M, t)}{\partial t} = \mathcal{D}_{th} \left[ \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial T}{\partial r} \right) + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 T}{\partial \varphi^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right] \tag{C.2}$$

2. Le repère  $(\vec{e}_r, \vec{e}_\varphi, \vec{e}_z)$  est représenté FIG.C.9.



avec  $\mathcal{D}_{th}$  la diffusivité thermique de la fibre de verre.

Les conditions initiales et aux limites s'écrivent ainsi :

$$T(r, \varphi, z, t = 0) = f(r, \varphi, z) \quad (\text{Conditions initiales}) \quad (\text{C.3})$$

$$\frac{\partial T}{\partial r}(r = R, \varphi, z, t) = g(\varphi, z, t) \quad (\text{Conditions aux limites de type Neumann}) \quad (\text{C.4})$$

$f$  et  $g$  sont des fonctions données que nous détaillerons dans la suite du raisonnement.

Dans nos expériences, le laser UV impose une puissance injectée dans la fibre : c'est le cas des conditions aux limites de Neumann sur le flux de chaleur. Ce chauffage local sur la partie inférieure de la fibre rompt la symétrie du problème et en particulier la symétrie axiale. La résolution de l'équation de la chaleur se fait à l'aide des fonctions de Green [173], l'expression du champ de température est la suivante :

$$T(r, \varphi, z, t) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_0^{2\pi} \int_0^R \xi f(\xi, \eta, \zeta) G(r, \varphi, z, \xi, \eta, \zeta, t) d\xi d\eta d\zeta \\ + \mathcal{D}_{th} R \int_0^t \int_{-\infty}^{\infty} \int_0^{2\pi} g(\eta, \zeta, \tau) G(r, \varphi, z, R, \eta, \zeta, t - \tau) d\eta d\zeta d\tau \quad (\text{C.5})$$

La fonction de Green  $G$  exprimée au point  $M(r, \varphi, z)$  permet de comprendre la contribution de la température d'un point  $M'(\xi, \eta, \zeta)$  sur la température du point  $M$ . La fonction de Green  $G$  est fonction des variables de l'espace et du temps. En utilisant la séparation des variables, il est possible d'exprimer  $G$  comme le produit d'un terme  $G_1$  contenant les variables relatives au transport de chaleur dans une section axiale de la fibre - selon  $(r, \varphi)$  et leurs variables conjuguées  $(\xi, \eta)$  -, et d'un terme  $G_2$  relatif au transfert thermique longitudinal - selon  $z$  et sa variable conjuguées  $\zeta$  :

$$G(r, \varphi, z, \xi, \eta, \zeta, t) = G_1(r, \varphi, \xi, \eta, t) G_2(z, \zeta, t) \quad (\text{C.6})$$

avec :

$$G_1(r, \varphi, \xi, \eta, t) = \frac{1}{\pi R^2} + \frac{1}{\pi} \sum_{n=0}^{\infty} \sum_{m=1}^{\infty} \frac{A_n \mu_{nm}^2 J_n(\mu_{nm} r) J_n(\mu_{nm} \xi)}{\mu_{nm}^2 R - n^2 [J_n(\mu_{nm} R)]^2} \cos[n(\varphi - \eta)] \exp(-\mu_{nm}^2 \mathcal{D}_{th} t) \quad (\text{C.7})$$

et

$$G_2(z, \zeta, t) = \frac{1}{2\sqrt{\pi \mathcal{D}_{th} t}} \exp\left[-\frac{(z - \zeta)^2}{4\mathcal{D}_{th} t}\right], \quad (\text{C.8}) \quad A_n = \begin{cases} 1 & \text{si } n = 0 \\ 2 & \text{si } n = 1, 2, \dots \end{cases}$$

$G_1$  s'exprime à partir des fonctions de Bessel d'ordre  $n$ ,  $J_n(\xi)$  et de  $\mu_{nm}$  les  $m$  racines de l'équation transcendante  $J'_n(\mu R) = 0$ . On retrouve que  $G_2$  est la dérivée de la fonction erreur caractéristique des transferts de chaleurs 1D instationnaires.

Pour calculer le champ de température dans une fibre, nous avons choisi d'utiliser le logiciel *Mathematica* qui est un logiciel de calcul formel. Ce logiciel nous permet d'avoir une expression analytique du champ de température, ce qui est un avantage par rapport aux méthodes numériques lorsque l'on s'intéresse à des fibres de différentes géométries.

### Conditions initiales et conditions aux limites

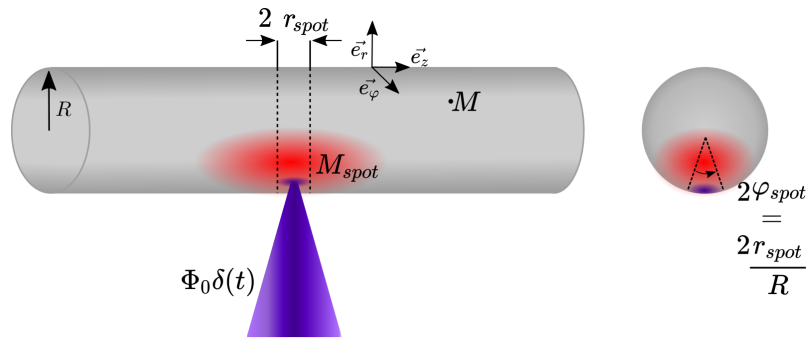
Le premier membre de l'EQ.C.5 tient compte de l'impact des conditions initiales,  $f$ , sur le champ de température. Dans notre cas, nous considérons que la fibre est à l'équilibre thermique avec son environnement : elle est isotherme à la température ambiante  $T_{amb}=25\text{ °C}$ .

$$f(r, \varphi, z) = T(r, \varphi, z, t = 0) = T_{amb} = 25\text{ °C} \quad (\text{C.9})$$

La contribution des conditions aux limites correspondant à la fonction  $g$  et leur dépendance temporelle est prise en compte par le second membre de l'EQ.C.5. Ces conditions aux limites - représentées sur la FIG.C.9 - sont des conditions de Neumann sur le flux de chaleur.

Dans un premier temps, les conditions aux limites implémentées sont des parois isolées sur l'ensemble du cylindre à l'exception de l'excitation UV qui est un flux localisé d'une durée brève de 1 ns.

La taille de ce spot de chaleur correspond à la taille du faisceau UV ( $\sim 1\text{ }\mu\text{m}$ ). Pour des raisons de simplification, la surface de chauffage - qui est circulaire de rayon  $r_{spot}$  - est représentée comme un carré de côté  $2r_{spot}$ . L'intégration du second membre de l'EQ.C.5 est simplifiée de cette manière.



**Figure C.9 :** Illustration des conditions aux limites permettant de calculer la température au point  $M$ . Le flux incident UV (en violet) est absorbé par la fibre sur un disque de rayon  $r_{spot}$ .

Ce chauffage a une durée finie (1 ns) : le flux de chaleur imposé,  $g$ , est implémenté comme étant un flux constant  $\Phi_0$  pour les temps positifs inférieurs à 1 ns ( $g = \Phi_0$  pour  $0 < t < 1$  ns,  $g=0$  sinon). Le calcul du champ de température dû aux conditions aux limites peut être vu comme le produit de convolution des conditions aux limites,  $g$ , avec la fonction de Green,  $G$ . Cependant, la convolution d'une fonction porte avec une fonction de Green résulte en une somme de fonctions erreurs, erf. *Mathematica* est un logiciel de calcul formel, pour identifier le résultat d'une intégration il utilise un jeu de fonctions « simples » mais la fonction erreur - qui est une fonction complexe définie par une intégration - n'en fait pas partie. Elle ne peut être identifiée par *Mathematica*.

La solution qui contourne le problème est de considérer l'impulsion laser comme un Dirac temporel. L'intégration de la condition aux limites dans le temps est alors supprimée. Cette hypothèse est raisonnable tant que la durée d'excitation  $\Delta t_{imp} = 1$  ns est inférieure à la réponse temporelle de notre système de détection qui est de  $7\text{ }\mu\text{s}$  ( $\Delta\nu = 150\text{ kHz}$ ).

L'amplitude du Dirac est l'énergie (surfactive) qu'il contient. L'énergie,  $E_{Las}$ , apportée par le laser à chaque impulsion est la puissance moyenne mesurée du laser,  $P_{Laser}=7 \mu\text{W}$  divisée par sa fréquence de répétition  $f_{Laser} = 1 \text{ kHz}$  :  $E_{Las} = P_{Laser}/f_{Laser}$ . L'expression de  $g$  est :

$$g(\varphi, z, t) = \frac{E_{Las}}{S_{spot}\lambda_{verre}}\delta(t) \quad (\text{C.10})$$

Le terme relatif aux conditions aux limites dans Eq.C.5 s'écrit :

$$\mathcal{D}_{th}R \int_{-r_{spot}}^{r_{spot}} \int_{-\frac{r_{spot}}{R}}^{\frac{r_{spot}}{R}} \frac{E_{Las}}{S_{spot}\lambda_{verre}} G(r, \varphi, z, R, \eta, \zeta, t) d\eta d\zeta \quad (\text{C.11})$$

### Troncature de la fonction de Green

La fonction de Green, en particulier  $G_1$ , s'exprime à partir de séries infinies, voir Eq.C.7. En pratique, il n'est pas possible d'implémenter numériquement ces sommes infinies. Ces sommes ont été tronquées, la fonction étudiée n'est donc plus la solution analytique de l'équation de la chaleur mais une approximation que l'on qualifie de *semi-analytique*.

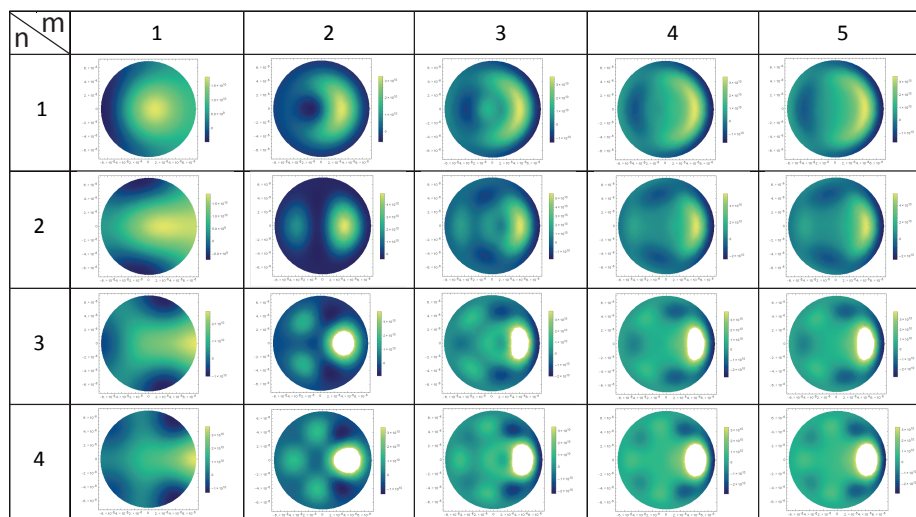
Cette troncature n'est pas pour autant faite au hasard. Elle a été réalisée de manière à être en accord avec la résolution de notre système de détection. La double sommation, Eq.C.7 représente l'ensemble des modes liés à la géométrie finie de la section de la fibre. Tronquer la sommation à un rang  $(n, m)$  consiste à projeter la fonction de Green sur les  $(n, m)$  premiers modes de la fibre. Par exemple, si l'on s'intéresse au terme  $\cos[n(\varphi - \eta)]$  on remarque que plus  $n$  est grand, meilleure est la résolution spatiale. Le chauffage local est mieux décrit par un nombre  $n$  élevé, voir FIG.C.10, de même pour la résolution temporelle. A contrario, un couple  $(n, m)$  trop petit engendre des divergences aux temps courts. Il faut donc déterminer le nombre de mode en accord avec notre résolution temporelle.

Nous avons suivis les conclusion de l'étude menée par Elodie Perros qui a étudié le cas d'une seule fibre excitée thermiquement par un chauffage local [85] pour déterminer le nombre de modes optimal. Le couple  $(n, m)=(12,6)$  nous assure que tout phénomène de divergence apparait à des temps plus faibles que notre résolution temporelle de  $7 \mu\text{s}$ .

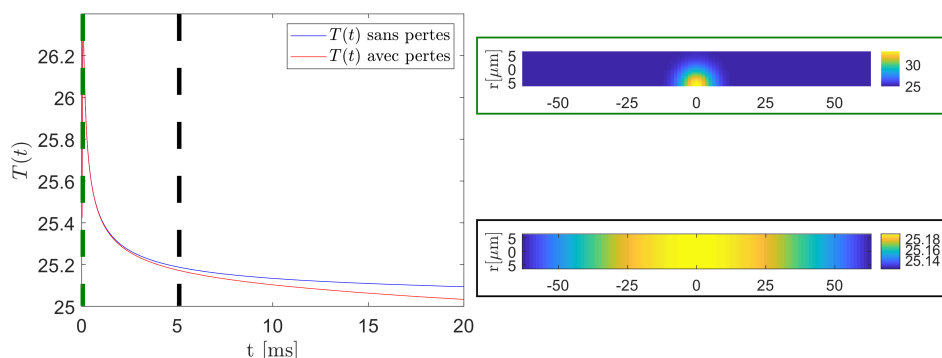
L'observation du champ de température à différents instants nous permet de suivre la progression du front de chaleur dans la fibre, cf. FIG.C.11. Notre système de mesure est focalisé sur une zone diamétralement opposée au point de chauffage. L'évolution de la température de ce point est représentée sur la FIG.C.11. Nous comparons les prévisions de ce modèle à une fibre avec les mesures acquises (voir PART.III SEC.2.1) par le détecteur monocanal qui évalue l'évolution temporelle de la température mesurée à la verticale du point de chauffage sur une fibre seule. Dans les deux cas, on retrouve une augmentation rapide de la température atteignant sont maximum à  $t_{max} \simeq 90 \mu\text{s}$  puis une relaxation. Néanmoins, la température de la fibre ne relaxe pas totalement, il subsiste une élévation en température résiduelle. Nous avons vu dans la section précédentes (SEC.2.1) que les échanges avec l'air sont importants, pour aller plus loin dans la modélisation il est intéressant de les prendre en compte. En outre, l'élévation de température maximale n'est pas la même entre l'expérience -  $\Delta T_{max}^{exp} \simeq 0.2 \text{ K}$  - et le modèle -  $\Delta T_{max}^{sim} \simeq 1.2 \text{ K}$ . Une raison pour cette différence de température est que nous surestimons la puissance injectée dans la fibre. La **puissance injectée** serait donc un paramètre inconnu supplémentaire.

### Implémentation de pertes par convection

La résolution analytique d'un système avec pertes par convection est un défi puisque cela suppose de connaître la température de la surface en tout temps et en tout point de la surface



**Figure C.10 :** Illustration de l’influence du nombre de modes sur la résolution spatiale. Le tableau représente le champ de température dans une section de fibre chauffée par le coté droit en fonction du nombre de mode  $(n, m)$ . De cette manière, on comprend l’influence des modes sur la résolution spatiale. Attention : ces modes ont été réalisés à un temps donné et sont susceptibles de changer dans le temps - d’après[85].



**Figure C.11 :** Champ de température calculé par la méthode *semi-analytique*. Les courbes de gauche représentent l’évolution locale de la température - avec ou sans pertes - au point diamétralement opposé au chauffage. Les courbes en pointillées correspondent au temps pour lesquels les champs de température sont représentés à droite.

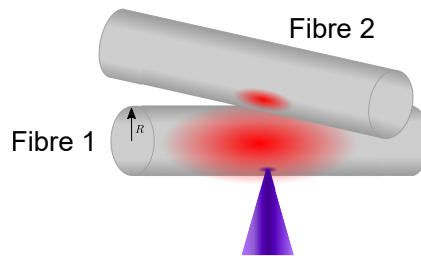
et de l’implémenter dans la fonction  $g$  définie dans l’EQ.C.4. On rappelle que le terme de pertes par convection s’exprime comme tel :  $\varphi^{cv}(M, t) = h\Delta T(M, t)$ . L’intégration des conditions aux limites  $g$  est donc difficile, voire impossible analytiquement.

Une première approximation consiste à implémenter des pertes constantes sur toute la surface. Ces pertes sont ajustées manuellement pour que la température de la fibre retrouve sa valeur initiale pour  $t=20$  ms, ce qui est illustré FIG.C.11.

### C.4.2 Modélisation semi-analytique de l'échange de chaleur entre deux fibres

Dans ce paragraphe nous cherchons à présent à modéliser le transfert entre deux fibres mesuré expérimentalement. Le principe de la mesure consiste à chauffer une fibre avec un laser UV impulsionnel focalisé sur sa surface puis d'observer l'évolution temporelle de la température de la seconde fibre placée au dessus de ce point de chauffage. L'étude du thermogramme de la seconde fibre alliée à la modélisation du transfert entre deux fibres peuvent nous permettre de déterminer la résistance de contact par des méthodes de problème inverse.

La première étape des problèmes inverses consiste à déterminer le problème direct : être capable de prévoir le champ de température dans la seconde fibre lorsque la première est chauffée par un laser.



**Figure C.12** : Schéma de principe du chauffage de deux fibres. La première fibre est chauffée par une laser UV, la chaleur se propage dans la fibre et une partie de la chaleur fuit à travers le contact.

#### Implémentation du contact

Pour modéliser le transfert entre deux fibres, nous utilisons le modèle semi-analytique de transfert sur chacune des fibres distinctes. L'échange entre les deux fibres est modélisé par une perte sur la première fibre,  $g_1 < 0$ , et par un gain d'énergie,  $g_2 > 0$ , dans la seconde. Ce terme de perte/gain est proportionnel à l'écart de température entre les fibres par l'intermédiaire d'un facteur de proportionnalité qui est fonction de la résistance thermique de contact.

Le problème est que le champ de température de la fibre 2 - celle qui n'est pas chauffée - est inconnu. Nous allons utiliser une approche dite « perturbative » pour déterminer ce champ de température. C'est une méthode itérative qui nous a initialement été suggérée par Karl Joulain de l'Institut P', dans laquelle le champ de température de chaque fibre est calculé individuellement. L'interaction entre les fibres est vue quant à elle comme une « perturbation » du champ de température calculé. Elle consiste donc à estimer les pertes dans la fibre 1 pour calculer le champ de température dans la seconde fibre. Puis le nouveau champ de température calculé dans la fibre 2 permet d'ajuster les pertes dans la fibre 1 et ainsi de suite.

- Préliminaire : La fibre 2 est isotherme et en équilibre avec l'environnement  $T_2(r_2, \varphi_2, z_2, t) = T_{amb}$ . La fibre 1 est considérée seule et chauffée par une impulsion laser comme dans le cas précédent. L'écart de température au contact nous permet d'estimer l'échange entre les deux fibres.
- Itération ( $k$ ) :
  - On calcule le champ de température  $T_1^k(r_1, \varphi_1, z_1, t)$  dans la fibre 1. Puis on utilise le modèle à une fibre avec les conditions aux limites suivantes : le terme de chauffage  $g_{spot}$  causé par l'excitation laser, les pertes aux parois et un terme d'échange - pertes -

au niveau du contact avec la fibre 2. Ce terme de pertes est estimé à partir des champs de température calculés à l'itération  $(k-1)$ , et inclut un coefficient d'échange  $\mathcal{K}$  :

$$g_1(\varphi_1^c, z_1^c, t) = -\mathcal{K}[T_1^{k-1}(\varphi_1^c, z_1^c, t) - T_2^{k-1}(\varphi_2^c, z_2^c, t)] \quad (\text{C.12})$$

Ce terme d'échange est défini sur une surface d'échange au contact  $\mathcal{S}_{contact}$ <sup>3</sup> que nous définissons arbitrairement comme un disque de rayon  $1 \mu\text{m}$ .

Nous pouvons ajuster la valeur absolue de l'échange entre les deux fibres à partir du champ de température calculé.

$$|g_{1/2}(\varphi_1^c, z_1^c, t)| = \mathcal{K}[T_1^k(\varphi_1^c, z_1^c, t) - T_2^{k-1}(\varphi_2^c, z_2^c, t)] \quad \forall \varphi_1^c, \varphi_2^c, z_1^c, z_2^c \in \mathcal{S}_{contact} \quad (\text{C.13})$$

- On calcule ensuite le champ de température dans la fibre 2. Les conditions aux limites sont un terme de gain  $g_2$  au contact et des parois isolées sur le reste de la surface :

$$g_2(\varphi_2^c, z_2^c, t) = +\mathcal{K}[T_1^k(\varphi_1^c, z_1^c, t) - T_2^{k-1}(\varphi_2^c, z_2^c, t)] \quad \forall \varphi_1^c, \varphi_2^c, z_1^c, z_2^c \in \mathcal{S}_{contact} \quad (\text{C.14})$$

Le terme d'échange actualisé à partir du champ de la seconde fibre est :

$$|g_{1/2}(\varphi_1^c, z_1^c, t)| = \mathcal{K}[T_1^k(\varphi_1^c, z_1^c, t) - T_2^k(\varphi_2^c, z_2^c, t)] \quad \forall \varphi_1^c, \varphi_2^c, z_1^c, z_2^c \in \mathcal{S}_{contact} \quad (\text{C.15})$$

- Le processus est itéré jusqu'à ce que les champs de température atteignent une valeur stationnaire. Un critère de convergence est défini pour arrêter le processus itératif.

Le coefficient d'échange  $\mathcal{K}$  prend en compte la résistance de contact  $R_K$  qui est inconnue. Dans un premier temps, le terme d'échange  $\mathcal{K}$  doit être fixé. L'objectif des méthodes inverses est d'ajuster la valeur de  $\mathcal{K}$  à partir des mesures. La dimension du terme  $\mathcal{K}$  est l'inverse d'une longueur. Comme la dimension usuelle à laquelle nous travaillons est le micromètre, nous avons choisi de manière arbitraire que ce coefficient d'échange aurait pour valeur l'inverse d'un micron :  $\mathcal{K} = 1 \cdot 10^6 \text{m}^{-1}$ .

En résumé le champ de température dans la fibre  $i$  ( $i = 1$  ou  $2$ ) s'exprime à partir du jeu d'équation suivant :

$$T_i^k(r_i, \varphi_i, z_i, t) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_0^{2\pi} \int_0^R \xi f(\xi, \eta, \zeta) G(r_i, \varphi_i, z_i, \xi, \eta, \zeta, t) d\xi d\eta d\zeta \\ + DR \int_0^t g_{tot,i}^k(\varphi_i, z_i, \tau) G(r_i, \varphi_i, z_i, R, \eta, \zeta, t - \tau) d\eta d\zeta d\tau \quad (\text{C.16})$$

où

$$g_{tot,i}(\varphi_i, z_i, \tau) = \begin{cases} g_{spot} - \mathcal{K}[T_1^{k-1}(\varphi_1^c, z_1^c, \tau) - T_2^{k-1}(\varphi_2^c, z_2^c, \tau)] & \text{si } i = 1 \\ \mathcal{K}[T_1^{k-1}(\varphi_1^c, z_1^c, \tau) - T_2^{k-1}(\varphi_2^c, z_2^c, \tau)] & \text{si } i = 2 \end{cases} \quad (\text{C.17})$$

---

3. Le contact sera indiqué par la lettre  $c$  dans les équations suivantes.

### Simplification du modèle

Pour faciliter le traitement de la méthode perturbative nous avons apporté quelques simplifications. Ces simplifications dégradent le modèle mais nous permettent d'obtenir des résultats dans un temps de calcul acceptable.

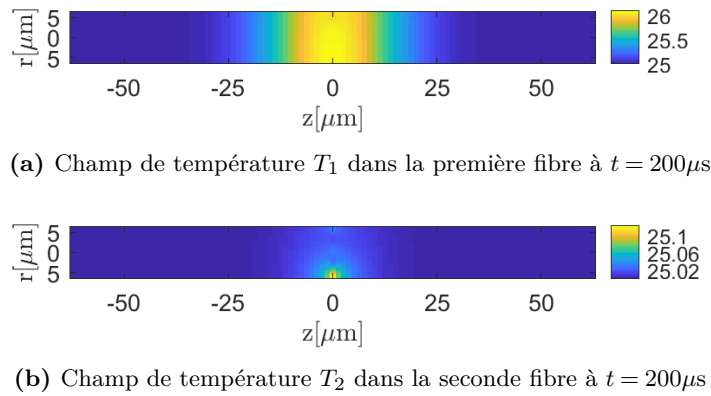
- ▷ Le premier problème est la dimension finie de la surface d'échange entre les deux fibres : la surface  $\mathcal{S}_{contact}$ . L'échange entre les deux fibres est une fonction porte 2D (circulaire) dont l'amplitude varie dans le temps. Comme nous l'avons dit précédemment, la convolution des fonctions portes et des fonctions de Green résulte en un ensemble de fonctions complexes qui ne sont pas identifiables par *Mathematica*. Nous avons fait le choix d'utiliser une **intégration numérique** pour résoudre ce problème. Le problème n'est donc plus analytique.
- ▷ La fonction de Green utilisée fait intervenir une double somme infinie. Pour réduire le nombre d'intégration nous avons choisi de tronquer les sommes aux indices  $(n, m) = (2, 2)$ . *A priori*, cette troncature ne semble pas nous pénaliser si nous nous intéressons uniquement aux temps longs supérieurs à 25  $\mu\text{s}$ .
- ▷ Le traitement de la méthode itérative par *Mathematica* est complexe dans la mesure où il crée une fonction (appelée  $f_k$  ci-dessous) à chaque itération. Cette fonction contient le terme d'échange  $g_1$  ou  $g_2$ , qu'il intègre. Or ce terme d'échange  $g_1/g_2$  contient les champs de température calculés aux itérations précédentes. Chaque fonction  $f_k$  garde en mémoire les  $f_j|_{j < k}$  précédents :  $f_k(r, \varphi, z, t) = f_{k-1}(f_{k-2}(\dots f_0(r, \varphi, z, t)))$ . Le problème est que *Mathematica* n'évalue pas les fonctions tant que l'on ne le lui demande pas. Ces fonctions sont considérées uniquement comme des méthodes<sup>4</sup>. Par conséquent, le calcul de la température d'un point,  $M$ , à un temps,  $t$ , donné fait intervenir un calcul récursif sur les itérations précédentes sans les enregistrer, ce qui prend un temps considérable lorsqu'il s'agit de calculer le champ de température dans son ensemble. Pour alléger le calcul, nous avons donc décidé d'**interpoler** la fonction  $f_k$  à l'aide de la fonction d'interpolation de *Mathematica*. De cette manière, on réalise une « sauvegarde » à chaque itération, allégeant ainsi la mémoire nécessaire et le temps de calcul avec *Mathematica*.
- ▷ Enfin, la surface de contact est un paramètre important dans le calcul puisqu'elle définit la surface d'intégration des conditions aux limites à chaque itération. La taille de la surface d'échange est néanmoins inconnue. Pour simplifier les intégrations, nous faisons l'hypothèse que le champ de température sur la surface de contact est homogène et égal à la température du centre du contact : le point  $M_c$ . La fuite de chaleur est modélisée par un transfert ponctuel  $M_c$  (sorte de Dirac spatiale) ayant le poids de la surface de contact. Avec cette solution nous nous affranchissons de l'intégration de la fonction de Green dans les deux dimensions de l'espace. Il est alors possible de factoriser la surface de contact. Cette hypothèse simplificatrice est raisonnable tant que l'on s'intéresse à des échelles spatiales grandes devant la dimension du contact, ce qui est le cas ici puisque le diamètre des fibres modélisées est de 13  $\mu\text{m}$ . Le champ de température dans la fibre 2 s'exprime alors de la manière suivante :

$$T_2(r_2, \varphi_2, z_2, t) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_0^{2\pi} \int_0^R \xi f(\xi, \eta, \zeta) G(r_2, \varphi_2, z_2, \xi, \eta, \zeta, t) d\xi d\eta d\zeta \\ + DRK \mathcal{S}_{contact} \int_0^t [T_1^{k-1}(M_c, \tau) - T_2^{k-1}(M_c, \tau)] G(r_2, \varphi_2, z_2, M_c, t - \tau) d\tau \quad (\text{C.18})$$

4. De façon similaire aux méthodes définies en programmation.

### Confrontation du modèle avec les données expérimentales

Nous comparons les prévisions de ce modèle avec les données expérimentales acquises par Elodie Perros pendant que j'effectuais mon stage de M2 et démarrait mes recherches sur le thème des échanges de chaleur entre micro-objets de verre. Les données expérimentales de la FIG.C.14a comparent l'évolution temporelle de la température mesurée à la verticale du point de chauffage sur une fibre seule avec celle que l'on mesure sur deux fibres qui se croisent. Dans les deux cas, la température est déterminée en mesurant le rayonnement thermique IR à l'opposé du point de chauffage, c'est-à-dire soit de l'autre côté de la fibre dans le cas d'une fibre seule, soit sur le dessus de la seconde fibre dans le cas de deux fibres qui se croisent FIG.1.1.



**Figure C.13 :** Champ de température simulé dans deux fibres en contact dont l'une est chauffée localement à l'aide d'un laser impulsionnel alors que la seconde croise celle-ci à la verticale du point de chauffage.

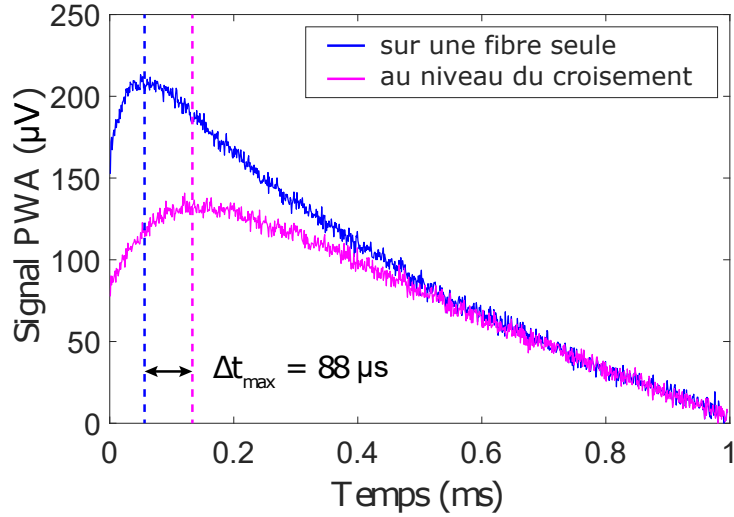
Le modèle que nous avons développé présente un accord qualitatif avec les observations expérimentales, comme le montre la comparaison des figures théoriques FIG.C.14bC.14c avec les courbes expérimentales FIG.C.14a. On observe une montée rapide en température suivie d'une relaxation.

Pour les expériences présentées sur la FIG.C.14b, on observe une montée rapide en température suivie d'une relaxation. Le pic de température de la seconde fibre arrive au bout de  $200\mu\text{s}$  environ, voir FIG.C.14a. Ce retard est dû à un temps de propagation plus long dans le matériau. Mais contrairement à ce que nous pensions initialement, ce retard ne correspond pas au temps de propagation dans les deux fibres.

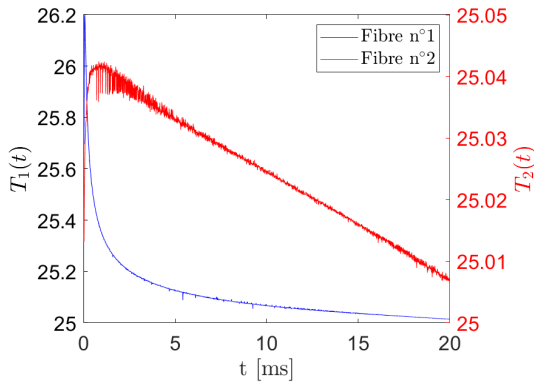
En effet, le champ de vue du microscope est un carré de  $27 \times 27\mu\text{m}$  ce qui est plus grand que le diamètre de la fibre de  $13\mu\text{m}$ . Ce qui veut dire que la première fibre reste dans le champ de vue du microscope même si l'objectif est focalisé sur la seconde fibre, voir FIG.C.15. Il faut alors s'interroger sur le signal mesuré : provient-il du sommet de la seconde fibre ou provient-il de la surface de la première fibre située en périphérie du champ de vue. Pour cela nous comparons les temps de diffusion de la chaleur dans le matériau. Nous rappelons que la diffusivité thermique  $\mathcal{D}_{th}$  est le rapport entre la distance de propagation de la chaleur  $\mathcal{R}$  au carré et le temps de propagation de la chaleur  $\tau^{cd}$  :  $\mathcal{D}_{th} = \frac{\mathcal{R}^2}{\tau^{cd}}$ .

Pour nos mesures reportés sur la FIG.C.14a, le temps nécessaire pour atteindre le maximum de signal équivaut à un temps deux fois supérieur au temps de propagation dans une fibre. Cependant ce maximum devrait apparaître à un temps quatre fois supérieur au cas à une fibre, puisque la diffusivité thermique est la même et que la distance à doublé :

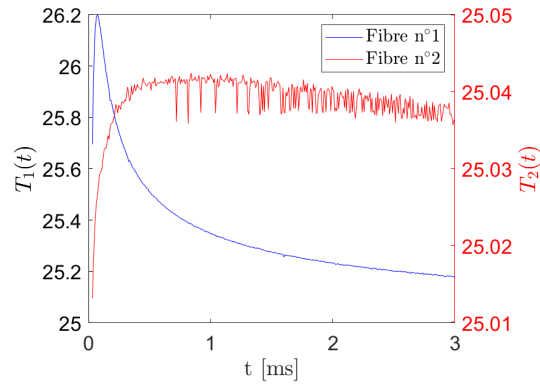




(a) Signal PWA - d'après [85]



(b) Thermogramme modélisé



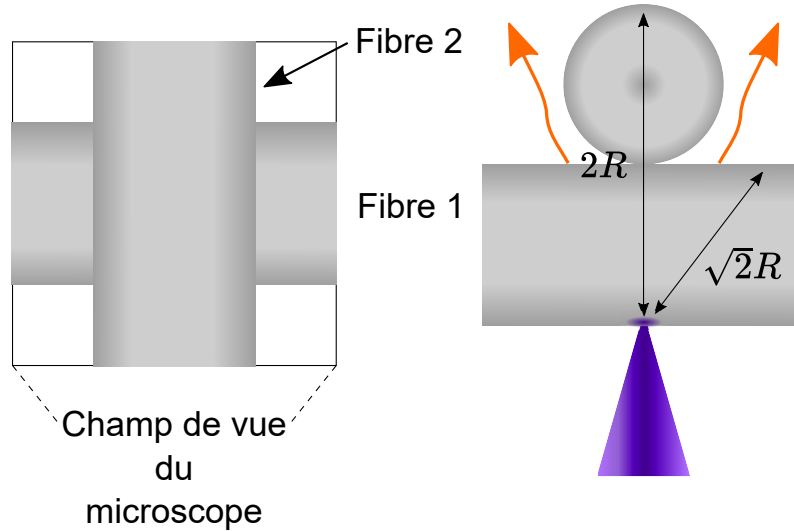
(c) Thermogramme modélisé aux temps courts

**Figure C.14 :** Simulations et comparaison avec les résultats expérimentaux pour le croisement de deux fibres.

$$\text{Pour une fibre : } \tau_1^{cd} = 90 \mu\text{s} = \frac{\mathcal{R}^2}{D_{th}} \Rightarrow \text{Pour deux fibres : } \tau_2^{cd} = \frac{(2\mathcal{R})^2}{D_{th}} = 4\tau_1^{cd} \quad (\text{C.19})$$

Par conséquent, le signal mesuré provient d'une région située à une distance  $\sqrt{2}R$  du point de chauffage, ce qui correspond à la surface de la première fibre qui n'est pas cachée par la seconde, voir schéma sur la FIG.C.15. Le retard mesuré est donc relatif à un phénomène d'ombrage et l'amplitude du signal mesuré est l'image de l'élévation de la première fibre située en périphérie du champ de vue du microscope. Ces mesures ne peuvent donc pas être exploitées comme signal de référence provenant de la seconde fibre pour une résolution de problème inverse. Il faut donc trouver une autre stratégie, une solution pourrait être d'utiliser un détecteur de dimensions plus faibles pour restreindre le champ de vue à la seconde fibre.

Concernant le modèle théorique, le maximum de température de la seconde fibre apparaît à un temps,  $t_{max}^{sim} \sim 500 \mu\text{s}$ , ce qui respecte le temps de propagation de la chaleur dans l'échantillon. Nous avons tout de même décidé d'étudier la possibilité de faire une résolution de problème inverse dans l'éventualité d'avoir des mesures exploitables.



**Figure C.15 :** Configuration à deux fibres : vue du dessus (i.e. depuis l'objectif de collection IR) - à gauche et vue de côté -à droite . 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.

### C.4.3 Introduction aux problèmes inverses

Le problème direct permet de calculer des phénomènes physiques - le champ de température,  $T$ , par exemple mais cela peut être aussi les contraintes mécaniques - à partir d'un modèle et d'un jeu de paramètres ( $\mathbf{x}=[\lambda, \mathcal{D}_{th}, P, h^{cv}, R_K, \text{etc.}]^t$ <sup>5</sup> dans le cas du champ de température). *A contrario*, le problème inverse détermine un ou plusieurs paramètres inconnus ( $R_K, P, h^{cv}$  etc.) à partir de la mesure de ce phénomène,  $T^{mes}$ , ce qui est résumé FIG.C.16.

Le principe est simple : le champ de température mesuré,  $T^{mes}$ , est comparé au champ de température,  $T$ , calculé par le problème direct. L'erreur commise par le modèle est estimée à l'aide d'une fonction de coût qui est la norme euclidienne de l'erreur :  $J_{OLS} = \|T^{mes} - T\|^2$ . C'est ce qu'on appelle la méthode des moindres carrés. L'estimation des paramètres inconnus,  $\hat{\mathbf{x}}$ , est obtenue en minimisant la fonction de coût.

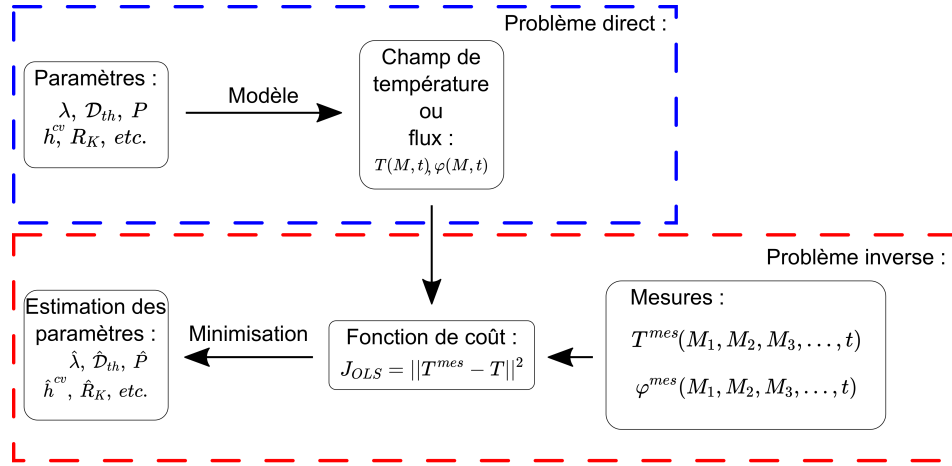
**Approche théorique - d'après [93] :**

- **Le problème direct** exprime le champ de température en fonction des paramètres. Soit  $\mathbf{x}$  le vecteur contenant les  $n$  paramètres du problème. Le problème direct s'exprime de la manière suivante :

$$\mathbf{T} = \mathbf{S}\mathbf{x} \quad (\text{C.20})$$

avec  $\mathbf{T}$  le champ de température calculé par notre modèle et  $\mathbf{S}$  la matrice de sensibilité. La matrice de sensibilité est la matrice jacobienne du problème direct, chaque colonne  $k$  contient l'évolution temporelle des coefficients de sensibilité du modèle par rapport au

5. Les variables notées en gras sont des tenseurs (vecteurs, matrices, etc.).



**Figure C.16 :** Schéma de principe du problème inverse. Le problème direct (encadré bleu) consiste à déterminer un champ de température ou un flux à partir de paramètres et d'un modèle. Le modèle inverse (encadré rouge) a pour but d'estimer des paramètres à partir de mesures expérimentales. Pour cela, le résultat du problème direct est comparé aux mesures et les paramètres inconnus sont obtenus en minimisant l'écart entre la théorie et les mesures.

paramètre  $x_k$  :

$$\mathbf{S}_k(t, \mathbf{x}) = \left. \frac{\partial T}{\partial x_k}(t, \mathbf{x}) \right|_{t, x_j \text{ for } j \neq k} \quad k = 1, \dots, n \quad (\text{C.21})$$

$$\mathbf{S}(\mathbf{x}) = [\nabla_{\mathbf{x}} \mathbf{T}(\mathbf{x})]^t \quad (\text{C.22})$$

- La fonction de coût s'exprime à partir du champ mesuré,  $\mathbf{T}^{mes}$  et du problème direct,  $\mathbf{T}$  :

$$J_{OLS}(\mathbf{x}) = \|\mathbf{T}^{mes} - \mathbf{T}(\mathbf{x})\|^2 = [\mathbf{T}^{mes} - \mathbf{T}(\mathbf{x})]^t [\mathbf{T}^{mes} - \mathbf{T}(\mathbf{x})] \quad (\text{C.23})$$

- L'estimation des paramètres consiste à minimiser la fonction de coût :

$$\hat{\mathbf{x}}_{OLS} = \arg[\min(J_{OLS}(\hat{\mathbf{x}}))]^t \quad (\text{C.24})$$

Les paramètres estimés par la méthode des moindres carrés minimisent la fonction scalaire  $J_{OLS}$ , et vérifient donc :

$$\nabla_{\mathbf{x}} J_{OLS}(\hat{\mathbf{x}}_{OLS}) \quad \text{with } \nabla_{\mathbf{x}} = \begin{bmatrix} \frac{\partial}{\partial x_1} \\ \vdots \\ \frac{\partial}{\partial x_n} \end{bmatrix} \quad (\text{C.25})$$

$$\nabla_{\mathbf{x}} J_{OLS}(\mathbf{x}) = 2[\nabla_{\mathbf{x}} [\mathbf{T}^{mes} - \mathbf{T}(\mathbf{x})]]^t [\mathbf{T}^{mes} - \mathbf{T}(\mathbf{x})] \quad (\text{C.26})$$

D'après EQ.C.20 et C.22, on sait que :

$$\mathbf{T} = \mathbf{S}\mathbf{x}, \mathbf{S}(\mathbf{x}) = [\nabla_{\mathbf{x}} \mathbf{T}(\mathbf{x})]^t \text{ et } \nabla_{\mathbf{x}} \mathbf{T}^{mes} = 0 \quad (\text{C.27})$$

car le champ mesuré,  $\mathbf{T}^{mes}$ , ne dépend pas des paramètres,  $\mathbf{x}$ .

Finalement :

$$\nabla_{\mathbf{x}} J_{OLS}(\mathbf{x}) = -2\mathbf{S}^t [\mathbf{T}^{mes} - \mathbf{S}\mathbf{x}] = 0 \quad (\text{C.28})$$

L'estimation des paramètres s'exprime à partir de l'équation normale :

$$[\mathbf{S}^t \mathbf{S}] \hat{\mathbf{x}}_{OLS} = \mathbf{S}^t \mathbf{T}^{mes} \quad (\text{C.29})$$

- Si nous supposons que la matrice  $\mathbf{S}^t \mathbf{S}$  peut être inversée, il est alors possible d'estimer les paramètres  $\hat{\mathbf{x}}_{OLS}$  :

$$\hat{\mathbf{x}}_{OLS} = [\mathbf{S}^t \mathbf{S}]^{-1} \mathbf{S}^t \mathbf{T}^{mes} \quad (\text{C.30})$$

L'étape suivant la résolution du problème directe est le calcul de la matrice de sensibilité  $\mathbf{S}$  et l'étude de ses paramètres. A la fin de mon stage de M2, nous avons mené une étude de sensibilité avec les deux paramètres que nous pensions inconnus à cette époque : les pertes aux parois (par convection) et le coefficient d'échange au contact  $\mathcal{K}$ . Les résultats de cette étude de sensibilité sont présentés FIG.C.17. Lorsque nous avons repris ces travaux au cours de ma thèse nous nous sommes rendus compte que ces deux paramètres n'étaient les seuls paramètres inconnus, mais que la puissance injectée dans la fibre était elle aussi une inconnue qu'il faudrait introduire dans notre problème inverse. Or, le problème direct ne pourrait plus être considéré comme étant linéaire par rapport à ses paramètres.

En effet, le terme d'échange de l'Eq.C.17 est :

$$g_2 = \mathcal{K} [T_1 - T_2] \quad (\text{C.31})$$

On rappelle que  $g_{spot}$  est proportionnel à la puissance injectée,  $P$ , et qu'il est constant sur la surface de chauffage. L'expression du champ de température est égale à la somme de l'intégration des conditions initiales et des conditions aux limites. On peut écrire de manière simplifiée le champ de température dans la première fibre :

$$T_1(M, t) = \mathcal{CI}(M, t) + P \mathcal{G}_{spot}(M, t) + \mathcal{G}_{1 \rightarrow 2}(M, t) \quad (\text{C.32})$$

Avec  $\mathcal{CI}$  l'intégration des conditions initiales,  $\mathcal{G}_{spot}$  l'intégration des conditions aux limites liées à la source de chaleur et  $\mathcal{G}_{1 \rightarrow 2}$  l'intégration des conditions aux limites liées à l'échange entre les deux fibres.

En injectant cette expression dans Eq.C.31, on comprend que le problème n'est plus linéaire par rapport à ses paramètres puisque que  $g_2$  est fonction du produit  $\mathcal{K}.P$ .

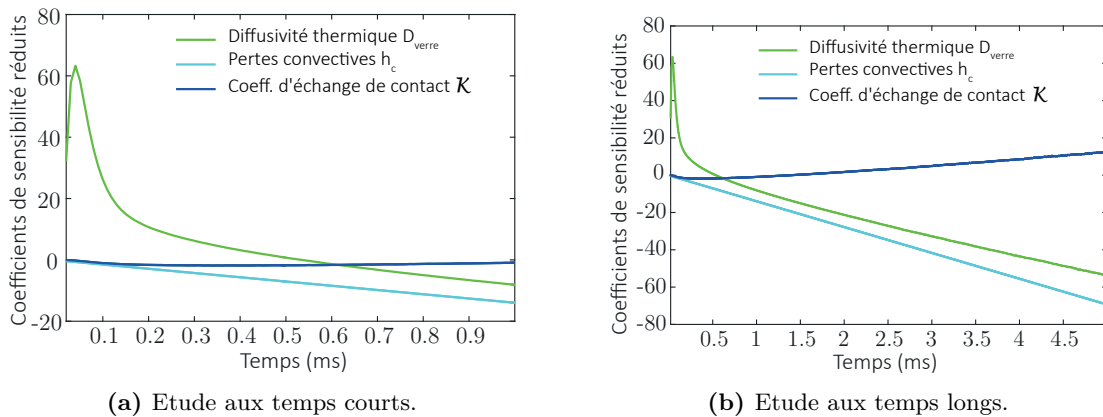
$$g_2 = \dots + \mathcal{K}.P \mathcal{G}_{spot}(M, t) + \dots \quad (\text{C.33})$$

Le problème n'étant plus linéaire, il n'est pas possible d'estimer les paramètres à partir de l'équation normale. En effet, le terme  $\mathbf{S}^t \mathbf{S}$  n'a pas d'inverse. Il faut alors trouver une autre méthode pour minimiser la fonction de coût et déterminer les paramètres  $\hat{\mathbf{x}}_{OLS}$ . Une solution possible serait la résolution du problème adjoint puisque sa solution minimiserait aussi la fonction de coût Eq.C.24.

#### C.4.4 Critique de l'approche temporelle et conclusion sur la méthode

La première critique à émettre sur l'approche temporelle est que nos données expérimentales ne fournissent pas l'information nécessaire. Nous avons vu que le protocole expérimental mis en place ne permet pas de mesurer l'élévation de température de la seconde fibre car le champ de vue est trop large. Cela rend impossible l'utilisation de ces mesures pour l'identification de la résistance de contact.

Concernant l'approche théorique, plusieurs critiques peuvent être émises :



**Figure C.17** : Etude de sensibilité de la configuration à deux fibres : réponse aux temps courts (a) et aux temps longs (b) - d'après [85]

- Le terme d'échange  $\mathcal{K}.S_{\text{contact}}$  calculé par la méthode du problème inverse a la dimension du mètre. La valeur de la résistance thermique de contact déterminée dépendra donc d'une grandeur spatiale que nous aurons choisi.
- En pratique, nous ne connaissons pas exactement l'énergie absorbée par la fibre. Le problème n'est alors plus linéaire par rapport à ses paramètres : il n'est pas possible d'estimer les paramètres à partir de l'équation normale. Il faut alors trouver une autre méthode pour minimiser la fonction de coût et déterminer les paramètres  $\hat{\mathbf{x}}_{OLS}$ . L'implémentation de ce genre de méthode à notre modèle « analytique » semble compliquée.
- L'approche analytique initiale a rapidement été dégradée. Le calcul du champ de température dû à l'échange de chaleur au contact et aux pertes aux parois se fait pas intégration numérique. Notre approche cache en réalité une résolution du type éléments finis. Nous utilisons une approche numérique or *Mathematica* choisit automatiquement la discrétisation spatiale et temporelle et ne laisse pas de liberté sur le maillage contrairement aux logiciels d'éléments finis classiques.
- *Mathematica* est un logiciel de calcul formel, il n'est pas programmé pour faire des calculs matriciels. Par conséquent, une itération du problème direct prend plusieurs dizaines de minutes alors que la résolution est quasiment instantanée (maillage compris) avec *COMSOL*.

L'étude de sensibilité est encore plus chronophage puisque le calcul de la dérivation du problème direct doit être réalisé par rapport à chaque paramètre.

Nous n'avons pas essayé de résoudre le problème adjoint qui *a priori* devrait prendre autant de temps que le système direct.

Le choix d'une résolution analytique était motivé par la facilité à changer de configuration. Idéalement, il suffisait d'utiliser de nouveaux paramètres (diamètre, puissance, conductivité, position du contact) pour simuler des configurations différentes sans avoir à passer par la génération d'un maillage. Une résolution analytique permettait de ne pas avoir à se soucier des différentes échelles mises en jeu : petite taille du contact vs. grande dimension de la fibre.

La résolution du cas à une fibre est immédiate mais cette méthode est mal dimensionnée pour l'échange entre deux fibres et les problèmes inverses.

*Mathematica* n'étant pas un logiciel de calcul numérique, la solution peut être d'utiliser le logiciel *COMSOL* - pour la résolution de type éléments finis - associé à *MATLAB* - pour

établir les paramètres nécessaires à la résolution du problème direct et du problème adjoint sur *COMSOL* ainsi que pour la résolution du problème de minimisation<sup>6</sup>.

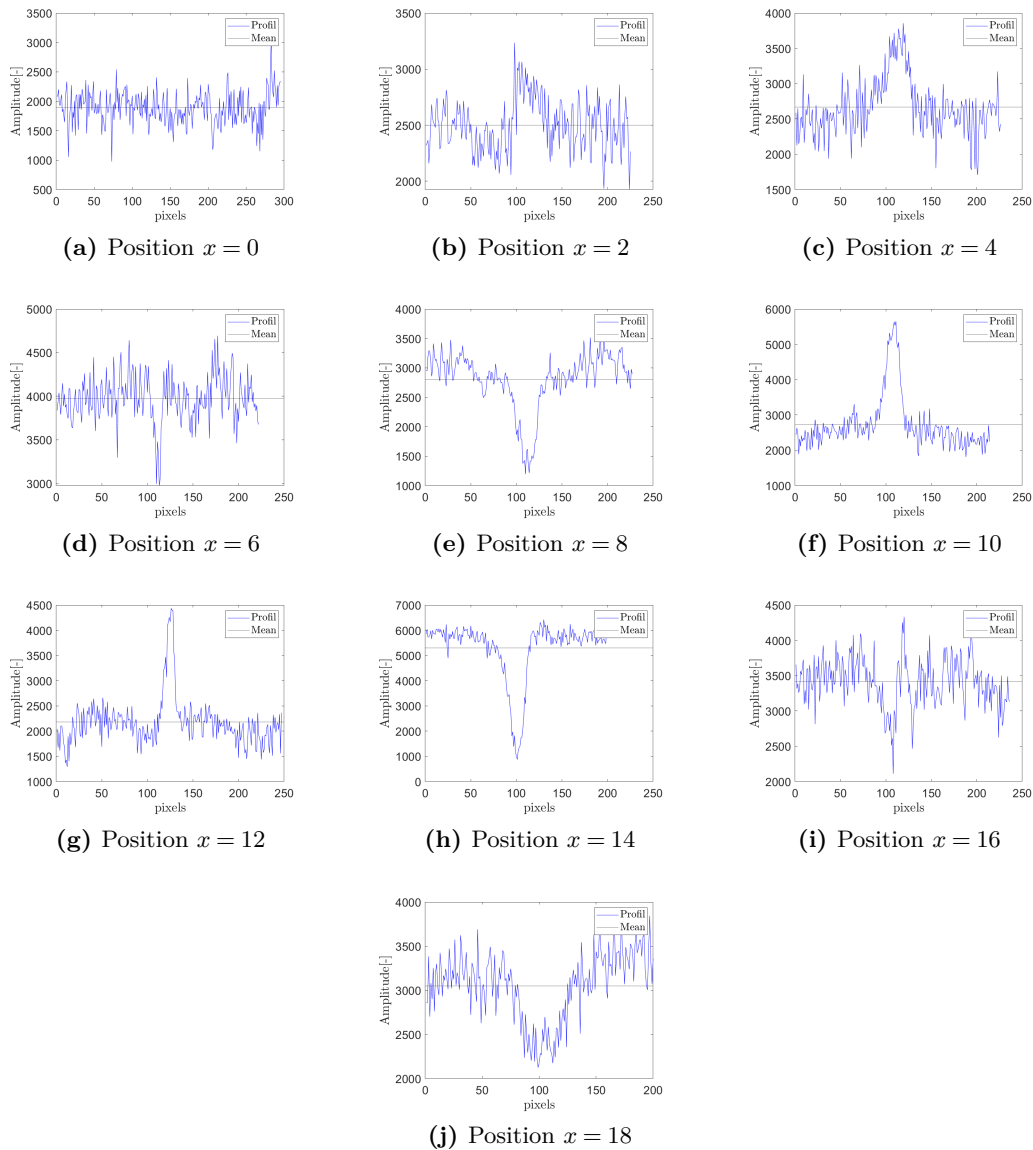
Cette fausse route peut être expliquée par plusieurs raisons :

- A première vue, nous pensions observer le rayonnement provenant de la seconde fibre, ce qui n'est pas le cas *a posteriori*.
- Nous ne possédions pas de licence *COMSOL* ou d'autres logiciels de simulation thermique par éléments finis. Le recours à une approche analytique s'est donc imposée.
- Nous pensions pouvoir déterminer la valeur exacte du flux de chaleur imposé à la fibre et ne pas avoir à considérer ce paramètre comme une inconnue. Une solution peut être d'estimer cette donnée à l'aide d'un problème inversé réalisé sur des expériences à une seule fibre puis d'utiliser cette valeur comme paramètre connu dans le problème à deux fibres.
- La dernière raison est une méconnaissance des problèmes inverses et des méthodes de résolution associées à l'époque de la genèse du projet.

## C.5 Coupes longitudinales pour l'imagerie résolue

---

6. Comme cela a été suggéré par Fabien Bellet lors de ma soutenance de stage et comme nous avons pu le voir pendant l'école d'été : *Thermal Measurements and Inverse Techniques*.



**Figure C.18 :** Coupes longitudinales de la tache de chaleur extraite par SVD en fonction de la position de la fibre.

# Bibliographie

- [1] Michael Krauth. Les Notes Scientifiques de l'Office parlementaire d'évaluation des choix scientifiques et technologiques. page 5, 2018.
- [2] Ministère de transition écologie et solidaire. Stratégie Française pour l'énergie et le climat. Technical report, 2019.
- [3] ISOVER. SAINT-GOBAIN ET LA LAINE DE VERRE - HISTOIRE D'UNE RÉUSSITE INTERNATIONALE.
- [4] Laurent Marmoret, Hussein Humaish, Anne Perwuelz, and Hassen Béji. Anisotropic Structure of Glass Wool Determined by Air Permeability and Thermal Conductivity Measurements. *Journal of Surface Engineered Materials and Advanced Technology*, 06(02) :72–79, 2016.
- [5] Ying Cui, Huaxin Gong, Yujie Wang, Dewen Li, and Hao Bai. A Thermally Insulating Textile Inspired by Polar Bear Hair. *Advanced Materials*, 30(14) :1706807, April 2018.
- [6] Catherine Langlais and Sorin Klarsfeld. Isolation thermique à température ambiante. Propriétés. page 27, 2004.
- [7] P Kerdudou. A semi-empirical approach to link macroscopic parameters to microstructure of fibrous materials. page 13.
- [8] Bjørn Petter Jelle. Traditional, state-of-the-art and future thermal building insulation materials and solutions – Properties, requirements and possibilities. *Energy and Buildings*, 43(10) :2549–2563, October 2011.
- [9] Simen Edsjø Kalnæs and Bjørn Petter Jelle. Vacuum insulation panel products : A state-of-the-art review and future research pathways. *Applied Energy*, 116 :355–375, March 2014.
- [10] Adrian Bejan. Internal Natural Convection. In *Convection Heat Transfer*, pages 233–294. John Wiley & Sons, Ltd, 2013. Section : 5 \_eprint : <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1002/9781118671627.ch5>.
- [11] Jean Taine, Franck Enguehard, and Estelle Iacona. *Transferts thermiques-5e édition : Introduction aux transferts d'énergie*. Dunod, 2014.
- [12] Sebastian Volz. *Microscale and nanoscale heat transfer*. Springer, 2007.
- [13] Catherine Langlais and Sorin Klarsfeld. Isolation thermique à température ambiante. Isolants. page 19, 2004.
- [14] Donald A. Nield and Adrian Bejan. *Convection in Porous Media*. Springer New York, New York, NY, 2013.
- [15] Yaniv Cohen, Siva K Reddy, Yahav Ben-Shimon, and Assaf Ya'akovitz. Height and morphology dependent heat dissipation of vertically aligned carbon nanotubes. *Nanotechnology*, 30(50) :505705, December 2019.



- [16] Jae-Sung Kwon, Choong Hyo Jang, Haeyong Jung, and Tae-Ho Song. Effective thermal conductivity of various filling materials for vacuum insulation panels. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 52(23-24) :5525–5532, November 2009.
- [17] Claes Bankvall. Heat transfer in fibrous materials. *Journal of Testing and Evaluation*, 1(3) :235–243, 1973. Publisher : ASTM International.
- [18] R. Coquard, D. Baillis, V. Grigorova, F. Enguehard, D. Quenard, and P. Levitz. Modelling of the conductive heat transfer through nano-structured porous silica materials. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 363 :103–115, March 2013.
- [19] Jesse Ross-Jones, Maximilian Gaedtke, Sebastian Sonnicks, Matthias Rädle, Hermann Nirschl, and Mathias J. Krause. Conjugate heat transfer through nano scale porous media to optimize vacuum insulation panels with lattice Boltzmann methods. *Computers & Mathematics with Applications*, 77(1) :209–221, January 2019.
- [20] R. Arambakam, H. Vahedi Tafreshi, and B. Pourdeyhimi. A simple simulation method for designing fibrous insulation materials. *Materials & Design*, 44 :99–106, February 2013.
- [21] Xiang Huang, Qi Zhou, Jie Liu, Yanwei Zhao, Wei Zhou, and Daxiang Deng. 3D stochastic modeling, simulation and analysis of effective thermal conductivity in fibrous media. *Powder Technology*, 320 :397–404, October 2017.
- [22] Stavros Avramidis and Lazaros Liadis. Predicting wood thermal conductivity using artificial neural networks. *Wood and Fiber Science*, 37 :682–690, 2005.
- [23] Han Wei, Shuaishuai Zhao, Qingyuan Rong, and Hua Bao. Predicting the effective thermal conductivities of composite materials and porous media by machine learning methods. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 127 :908–916, December 2018.
- [24] Fei Wang, Zhaofeng Chen, and Cao Wu. Modeling and estimation of thermal conductivity of ultrafine glass wool mats by artificial neural network and correlation. *The Journal of The Textile Institute*, 110(11) :1562–1568, November 2019.
- [25] Rongfei Xia, Yifei Chen, and Yongjian Feng. A Method to Measure Thermal Conductivity of Vacuum Insulation Panel Using Enhanced Extreme Learning Machine Model. *Journal of Thermal Science*, 29(3) :623–631, June 2020.
- [26] Alexander Graham Bell. The photophone. *Journal of the Franklin Institute*, 110(4) :237–248, 1880. Publisher : Elsevier.
- [27] Axel Berge and Pär Johansson. Literature Review of High Performance Thermal Insulation. page 40.
- [28] Bernard Le Neindre. Conductivité thermique des liquides et des gaz. *Techniques de l'ingénieur - Constantes physico-chimiques*, ref. K427, 1998.
- [29] R. Arambakam, H. Vahedi Tafreshi, and B. Pourdeyhimi. Dual-scale 3-D approach for modeling radiative heat transfer in fibrous insulations. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 64 :1109–1117, September 2013.
- [30] R. Arambakam, H. Vahedi Tafreshi, and B. Pourdeyhimi. Modeling performance of multi-component fibrous insulations against conductive and radiative heat transfer. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 71 :341–348, April 2014.
- [31] R. Coquard and D. Baillis. Thermal conductivity of Kelvin cell cellulosic aerogels : analytical and Monte Carlo approaches. *Journal of Materials Science*, 52(19) :11135–11145, October 2017.
- [32] Jaona Randrianalisoa, Sophia Haussener, Dominique Baillis, and Wojciech Lipiński. Radiative characterization of random fibrous media with long cylindrical fibers : Comparison

- of single- and multi-RTE approaches. *Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer*, 202 :220–232, November 2017.
- [33] V.P. Nicolau, M. Raynaud, and J.F. Sacadura. Spectral radiative properties identification of fiber insulating materials. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 37 :311–324, March 1994.
- [34] C. Langlais, G. Guilbert, D. Banner, and S. Klarsfeld. Influence of the Chemical Composition of Glass on Heat Transfer through Glass Fibre Insulations in Relation to Their Morphology and Temperature of Use. *Journal of Thermal Insulation and Building Envelopes*, 18(4) :350–376, April 1995.
- [35] Ladislav C Matsch and Arthur W Francis. *Thermal insulation*. Google Patents, January 1961.
- [36] A Omilian Jr Francis. *Opacified powdered insulation*. Google Patents, May 1965.
- [37] KY Wang and CL Tien. Radiative heat transfer through opacified fibers and powders. *Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer*, 30(3) :213–223, 1983. Publisher : Elsevier.
- [38] J Kuhn, T Gleissner, MC Arduini-Schuster, S Korder, and J Fricke. Integration of mineral powders into SiO<sub>2</sub> aerogels. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 186 :291–295, 1995. Publisher : Elsevier.
- [39] Jongmin Kim and Tae-Ho Song. Vacuum insulation properties of glass wool and opacified fumed silica under variable pressing load and vacuum level. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 64 :783–791, September 2013.
- [40] M.M. Yovanovich. Four decades of research on thermal contact, gap, and joint resistance in microelectronics. *IEEE Transactions on Components and Packaging Technologies*, 28(2) :182–206, June 2005.
- [41] Rémi Coquard and Daniel Quenard. Modeling of heat transfert in nanoporous silica-influence of moisture. In *Proceedings of the 8th International Vacuum Insulation Symposium*, pages 1–13, 2007.
- [42] Majid Bahrami. Modeling of Thermal Joint Resistance for Sphere-Flat Contacts in a Vacuum. page 246.
- [43] V. Bahadur, J. Xu, Y. Liu, and T. S. Fisher. Thermal Resistance of Nanowire-Plane Interfaces. *Journal of Heat Transfer*, 127(6) :664–668, June 2005.
- [44] J-P Vassal, L Orgéas, and D Favier. Modelling microstructure effects on the conduction in fibrous materials with fibre–fibre interface barriers. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 16(3) :035007, April 2008.
- [45] Catherine Langlais and Sorin Klarsfeld. Isolation thermique à température ambiante. Transferts de chaleur. page 24, 2004.
- [46] Hubert Schwab, Ulrich Heinemann, Andreas Beck, Hans-Peter Ebert, and Jochen 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, April 2005.
- [47] Ali Assy, Stéphane Lefèvre, Pierre-Olivier Chapuis, and Séverine 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, November 2014.
- [48] Ali Assy. *Development of two techniques for thermal characterization of materials : Scanning Thermal Microscopy (SThM) and 2\$omega\$ method*. Theses, INSA de Lyon, February 2015. Issue : 2015ISAL0001.

- [49] Ali Assy and Séverine Gomès. Temperature-dependent capillary forces at nano-contacts for estimating the heat conduction through a water meniscus. *Nanotechnology*, 26(35) :355401, September 2015.
- [50] C.M Hargreaves. Anomalous radiative transfer between closely-spaced bodies. *Physics Letters A*, 30(9) :491–492, December 1969.
- [51] G. A. Domoto, R. F. Boehm, and C. L. Tien. Experimental Investigation of Radiative Transfer Between Metallic Surfaces at Cryogenic Temperatures. *Journal of Heat Transfer*, 92(3) :412–416, August 1970.
- [52] D. Polder and M. Van Hove. Theory of Radiative Heat Transfer between Closely Spaced Bodies. *Physical Review B*, 4(10) :3303–3314, November 1971.
- [53] J B Pendry. Radiative exchange of heat between nanostructures. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 11(35) :6621–6633, September 1999.
- [54] AI Volokitin and BNJ Persson. Radiative heat transfer between nanostructures. *Physical Review B*, 63(20) :205404, 2001. Publisher : APS.
- [55] Gilberto Domingues, Sebastian Volz, Karl Joulain, and Jean-Jacques Greffet. Heat Transfer between Two Nanoparticles Through Near Field Interaction. *Physical Review Letters*, 94(8) :085901, March 2005.
- [56] Arvind Narayanaswamy and Gang Chen. Thermal near-field radiative transfer between two spheres. *Physical Review B*, 77(7) :075125, February 2008.
- [57] Jean-Philippe Mulet, Karl Joulain, Rémi Carminati, and Jean-Jacques Greffet. Nanoscale radiative heat transfer between a small particle and a plane surface. *Applied Physics Letters*, 78(19) :2931–2933, 2001. Publisher : AIP.
- [58] Jean-Philippe Mulet, Karl Joulain, Rémi Carminati, and Jean-Jacques Greffet. ENHANCED RADIATIVE HEAT TRANSFER AT NANOMETRIC DISTANCES. *Microscale Thermophysical Engineering*, 6(3) :209–222, July 2002.
- [59] A. I. Volokitin and B. N. J. Persson. Resonant photon tunneling enhancement of the radiative heat transfer. *Physical Review B*, 69(4) :045417, January 2004.
- [60] Laurent Tranchant. *Transferts radiatifs de champ proche guidés : nanostructures à phonon-polaritons de surface*. PhD Thesis, École Centrale Paris, 2015.
- [61] Sergei Gluchko, Bruno Palpant, Sebastian Volz, Rémy Braive, and Thomas Antoni. Thermal excitation of broadband and long-range surface waves on SiO<sub>2</sub> submicron films. *Applied Physics Letters*, 110(26) :263108, 2017. Publisher : AIP Publishing.
- [62] Lukas Novotny and Bert Hecht. *Principles of Nano-Optics*. Cambridge University Press, 2006.
- [63] Yannick De Wilde, Florian Formanek, Rémi Carminati, Boris Gralak, Paul-Arthur Lemoine, Karl Joulain, Jean-Philippe Mulet, Yong Chen, and Jean-Jacques Greffet. Thermal radiation scanning tunnelling microscopy. *Nature*, 444(7120) :740–743, December 2006.
- [64] Andrei V Shchegrov, Karl Joulain, Rémi Carminati, and Jean-Jacques Greffet. Near-field spectral effects due to electromagnetic surface excitations. *Physical Review Letters*, 85(7) :1548, 2000. Publisher : APS.
- [65] Karl Joulain, Jean-Philippe Mulet, François Marquier, Rémi Carminati, and Jean-Jacques Greffet. Surface electromagnetic waves thermally excited : Radiative heat transfer, coherence properties and Casimir forces revisited in the near field. *Surface Science Reports*, 57(3-4) :59–112, May 2005.

- [66] Andrew C Jones and Markus B Raschke. Thermal infrared near-field spectroscopy. *Nano letters*, 12(3) :1475–1481, 2012. Publisher : ACS Publications.
- [67] Arthur Babuty, Karl Joulain, Pierre-Olivier Chapuis, Jean-Jacques Greffet, and Yannick De Wilde. Blackbody spectrum revisited in the near field. *Physical Review Letters*, 110(14) :146103, 2013. Publisher : APS.
- [68] Mohammad Ghashami, Hongyao Geng, Taehoon Kim, Nicholas Iacopino, Sung Kwon Cho, and Keunhan Park. Precision Measurement of Phonon-Polaritonic Near-Field Energy Transfer between Macroscale Planar Structures Under Large Thermal Gradients. *Physical Review Letters*, 120(17) :175901, April 2018.
- [69] Anthony Fiorino, Dakotah Thompson, Linxiao Zhu, Bai Song, Pramod Reddy, and Edgar Meyhofer. Giant Enhancement in Radiative Heat Transfer in Sub-30 nm Gaps of Plane Parallel Surfaces. *Nano Letters*, 18(6) :3711–3715, June 2018.
- [70] Anthony Fiorino, Linxiao Zhu, Dakotah Thompson, Rohith Mittapally, Pramod Reddy, and Edgar Meyhofer. Nanogap near-field thermophotovoltaics. *Nature Nanotechnology*, 13(9) :806–811, September 2018.
- [71] Linxiao Zhu, Anthony Fiorino, Dakotah Thompson, Rohith Mittapally, Edgar Meyhofer, and Pramod Reddy. Near-field photonic cooling through control of the chemical potential of photons. *Nature*, 566(7743) :239–244, February 2019.
- [72] W Müller-Hirsch, A Kraft, MT 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. Publisher : AVS.
- [73] Achim Kittel, Wolfgang Müller-Hirsch, Jürgen Parisi, Svend-Age Biehs, Daniel Reddig, and Martin Holthaus. Near-Field Heat Transfer in a Scanning Thermal Microscope. *Physical Review Letters*, 95(22) :224301, November 2005.
- [74] Uli F. Wischnath, Joachim Welker, Marco Munzel, and Achim Kittel. The near-field scanning thermal microscope. *Review of Scientific Instruments*, 79(7) :073708, July 2008.
- [75] Ludwig Worbes, David Hellmann, and Achim Kittel. Enhanced near-field heat flow of a monolayer dielectric island. *Physical review letters*, 110(13) :134302, 2013. Publisher : APS.
- [76] Kyeongtae Kim, Bai Song, Víctor Fernández-Hurtado, Woochul Lee, Wonho Jeong, Longji Cui, Dakotah Thompson, Johannes Feist, M. T. Homer Reid, Francisco J. García-Vidal, Juan Carlos Cuevas, Edgar Meyhofer, and Pramod Reddy. Radiative heat transfer in the extreme near field. *Nature*, 528(7582) :387–391, December 2015.
- [77] Longji Cui, Wonho Jeong, Víctor Fernández-Hurtado, Johannes Feist, Francisco J. García-Vidal, Juan Carlos Cuevas, Edgar Meyhofer, and Pramod Reddy. Study of radiative heat transfer in Ångström- and nanometre-sized gaps. *Nature Communications*, 8(1) :14479, April 2017.
- [78] Konstantin Kloppstech, Nils Könné, Svend-Age Biehs, Alejandro W Rodriguez, Ludwig Worbes, David Hellmann, and Achim Kittel. Giant heat transfer in the crossover regime between conduction and radiation. *Nature Communications*, 8, 2017. Publisher : Nature Publishing Group.
- [79] Arvind Narayanaswamy, Sheng Shen, and Gang Chen. Near-field radiative heat transfer between a sphere and a substrate. *Physical Review B*, 78(11) :115303, September 2008.
- [80] Emmanuel Rousseau, Alessandro Siria, Guillaume Jourdan, Sebastian Volz, Fabio Comin, Joël Chevrier, and Jean-Jacques Greffet. Radiative heat transfer at the nanoscale. *Nature Photonics*, 3(9) :514–517, September 2009.

- [81] Sheng Shen, Arvind Narayanaswamy, and Gang Chen. Surface Phonon Polaritons Mediated Energy Transfer between Nanoscale Gaps. *Nano Letters*, 9(8) :2909–2913, August 2009.
- [82] Bai Song, Yashar Ganjeh, Seid Sadat, Dakotah Thompson, Anthony Fiorino, Víctor Fernández-Hurtado, Johannes Feist, Francisco J Garcia-Vidal, Juan Carlos Cuevas, Pramod Reddy, and others. Enhancement of near-field radiative heat transfer using polar dielectric thin films. *Nature nanotechnology*, 10(3) :253–258, 2015. Publisher : Nature Research.
- [83] F. Menges, M. Dittberner, L. Novotny, D. Passarello, S. S. P. 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, April 2016.
- [84] C Lucchesi, D Cakiroglu, and R Vaillon. Harnessing near-field thermal photons with efficient photovoltaic conversion. page 39.
- [85] Elodie Perros. *Caractérisation locale du transfert de chaleur aux interfaces solide-solide dans les milieux isolants*. PhD Thesis, 2017.
- [86] Francesco De Ponte and Sorin Klarsfeld. Conductivité thermique des isolants. *Techniques de l'ingénieur - Mesures physiques*, ref.R2930, 2002.
- [87] Tuyen Nguyen, Jacques Richard, Joris Doumouro, Yannick De Wilde, and Olivier Bourgeois. Thermal Exchange of Glass Micro-Fibers Measured by the 3 Technique. *Journal of Heat Transfer*, June 2020.
- [88] WJ Parker, RJ Jenkins, CP Butler, and GL Abbott. Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity, and thermal conductivity. *Journal of applied physics*, 32(9) :1679–1684, 1961. Publisher : AIP.
- [89] C Bankvall. Guarded hot plate apparatus for the investigation of thermal insulations. *Materials and Structures*, 6(1) :39–47, 1973. Publisher : Springer.
- [90] Francesco De Ponte, Catherine Langlais, and Sorin 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.
- [91] Vincent Félix. *Caractérisation thermique de matériaux isolants légers. Application à des aérogels de faible poids moléculaire*. PhD Thesis, Vandoeuvre-les-Nancy, INPL, 2011.
- [92] ISO Norme. 8302 : 1991. *Isolation thermique—détermination de la résistance thermique et des propriétés connexes en régime stationnaire—méthode de la plaque chaude gardée*, 1991.
- [93] Metti. Metti 7th - Advanced Autumn School - Thermal Measurements and Inverse Techniques - Lectures, 2019.
- [94] Metti. Metti 7th - Advanced Autumn School - Thermal Measurements and Inverse Techniques - Tutorials, 2019.
- [95] David G. Cahill, Henry E. Fischer, Tom Klitsner, E. T. Swartz, and R. O. Pohl. Thermal conductivity of thin films : Measurements and understanding. *Journal of Vacuum Science & Technology A : Vacuum, Surfaces, and Films*, 7(3) :1259–1266, May 1989.
- [96] David G Cahill. Thermal conductivity measurement from 30 to 750 K : the 3 $\omega$  method. *Review of scientific instruments*, 61(2) :802–808, 1990. Publisher : AIP.
- [97] BC Forget, S Grauby, D Fournier, P Gleyzes, and C Boccara. High resolution AC temperature field imaging. *Electronics letters*, 33(20) :1688–1689, 1997. Publisher : IET.

- [98] G Tessier, S Holé, and D Fournier. Quantitative thermal imaging by synchronous thermorelectance with optimized illumination wavelengths. *Applied Physics Letters*, 78(16) :2267–2269, 2001. Publisher : AIP.
- [99] Gilles Tessier, Stéphane Holé, and Danièle Fournier. Ultraviolet illumination thermorelectance for the temperature mapping of integrated circuits. *Optics letters*, 28(11) :875–877, 2003. Publisher : Optical Society of America.
- [100] Aaron J Schmidt, Ramez Cheaito, and Matteo Chiesa. A frequency-domain thermorelectance method for the characterization of thermal properties. *Review of scientific instruments*, 80(9) :094901, 2009. Publisher : AIP.
- [101] GL Eesley. Observation of nonequilibrium electron heating in copper. *Physical review letters*, 51(23) :2140, 1983. Publisher : APS.
- [102] Carolyn A Paddock and Gary L Eesley. Transient thermorelectance from thin metal films. *Journal of Applied Physics*, 60(1) :285–290, 1986. Publisher : AIP.
- [103] S. Dilhaire, G. Pernot, G. Calbris, J. M. Rampnoux, and S. Grauby. Heterodyne picosecond thermorelectance applied to nanoscale thermal metrology. *Journal of Applied Physics*, 110(11) :114314, December 2011.
- [104] Quentin d’Acremont, Gilles Pernot, Jean-Michel Rampnoux, Andrej Furlan, David Lacroix, Alfred Ludwig, and Stefan Dilhaire. High-throughput heterodyne thermorelectance : Application to thermal conductivity measurements of a Fe–Si–Ge thin film alloy library. *Review of Scientific Instruments*, 88(7) :074902, July 2017.
- [105] Rémi Carminati, Alexandre Cazé, Da Cao, F Peragut, V Krachmalnicoff, Romain Pierrat, and Yannick De Wilde. Electromagnetic density of states in complex plasmonic systems. *Surface Science Reports*, 70(1) :1–41, 2015. Publisher : Elsevier.
- [106] A Lahrech, R Bachelot, P Gleyzes, and AC Boccara. Infrared-reflection-mode near-field microscopy using an apertureless probe with a resolution of  $\lambda/600$ . *Optics letters*, 21(17) :1315–1317, 1996. Publisher : Optical Society of America.
- [107] R Hillenbrand, T Taubner, and F Keilmann. Phonon-enhanced light-matter interaction at the nanometre scale. *Nature*, 418(6894) :159, 2002. Publisher : Nature Publishing Group.
- [108] Florian Peragut. *Imagerie et spectroscopie super-résolues dans l’infrarouge*. PhD Thesis, Paris 6, 2015.
- [109] Séverine Gomès. QUANTIHEAT Final report : QUANTIitative scanning probe microscopy techniques for HEAT transfer management in nanomaterials and nanodevices. Research Report, CNRS - Lyon (69), March 2018.
- [110] Etienne Puyoo, Stéphane Grauby, Jean-Michel Rampnoux, Emmanuelle Rouvière, and Stefan Dilhaire. Thermal exchange radius measurement : Application to nanowire thermal imaging. *Review of Scientific Instruments*, 81(7) :073701, July 2010.
- [111] Pierre-Olivier Chapuis, Emmanuel Rousseau, Ali Assy, Séverine Gomès, Stéphane Lefèvre, and Sebastian Volz. Heat transfer between a hot AFM tip and a cold sample : impact of the air pressure. *MRS Proceedings*, 1543 :159–164, 2013.
- [112] Indrayush De. Thermal characterization of nanostructures using scanning thermal microscopy. page 218.
- [113] Patricia Al alam. *Microscopie thermique à sonde locale : vers une analyse thermique des nanomatériaux*. PhD thesis, 2018.
- [114] Séverine Gomès, Ali Assy, and Pierre-Olivier Chapuis. Scanning thermal microscopy : A review : Scanning thermal microscopy. *physica status solidi (a)*, 212(3) :477–494, March 2015.

- [115] Gerd Binnig and Heinrich Rohrer. Scanning tunneling microscopy. *Surface science*, 126(1-3) :236–244, 1983. Publisher : Elsevier.
- [116] G. Binnig, C. Quate, and Ch. Gerber. Atomic Force Microscope. *Phys. Rev. Lett.*, 56(9) :930–933, 1986. Publisher : American Physical Society.
- [117] CC Williams and HK Wickramasinghe. Scanning thermal profiler. *Microelectronic Engineering*, 5(1) :509–513, 1986. Publisher : Elsevier.
- [118] Kyeongtae Kim, Wonho Jeong, Woochul Lee, and Pramod Reddy. Ultra-High Vacuum Scanning Thermal Microscopy for Nanometer Resolution Quantitative Thermometry. *ACS Nano*, 6(5) :4248–4257, May 2012.
- [119] A Majumdar. SCANNING THERMAL MICROSCOPY. page 82, 1999.
- [120] A. Majumdar, J. P. Carrejo, and J. Lai. Thermal imaging using the atomic force microscope. *Applied Physics Letters*, 62(20) :2501–2503, May 1993.
- [121] Gordon B Mills. *Scanning thermal microscopy using nanofabricated probes*. PhD Thesis, University of Glasgow, 1999.
- [122] E. Guen. *Microscopie thermique à sonde locale : étalonnages, protocoles de mesure et applications quantitatives sur des matériaux nanostructurés*. PhD thesis, Université de Lyon, January 2020.
- [123] Russell J Pylkki, Patrick J Moyer, and Paul E West. Scanning near-field optical microscopy and scanning thermal microscopy. *Japanese journal of applied physics*, 33(6S) :3785, 1994. Publisher : IOP Publishing.
- [124] R. Swami, J. Paterson, D. Singhal, G. Julié, S. Le Denmat, J.-F. Motte, A. Alkurdi, J. Yin, J.F. Robillard, P.-O. Chapuis, S. Gomes, and O. Bourgeois. Development of Highly Sensitive Niobium Nitride Resistive Thermal Probes for Nanoscale Thermal Microscopy. In *E-MRS Fall Meeting Symposium "Nanomaterials thermal transport properties and nanothermodynamics"*, Varsovie, Poland, September 2019.
- [125] Fabian Menges, Philipp Mensch, Heinz Schmid, Heike Riel, Andreas Stemmer, and Bernd Gotsmann. Temperature mapping of operating nanoscale devices by scanning probe thermometry. *Nature Communications*, 7(1) :10874, April 2016.
- [126] Stéphane Lefèvre and Sebastian Volz. 3 -scanning thermal microscope. *Review of Scientific Instruments*, 76(3) :033701, March 2005.
- [127] T. P. Nguyen, L. Thiery, S. Euphrasie, E. Lemaire, S. Khan, D. Briand, L. Aigouy, S. Gomes, and P. Vairac. Calibration Tools for Scanning Thermal Microscopy Probes Used in Temperature Measurement Mode. *Journal of Heat Transfer*, 141(7) :071601, July 2019.
- [128] L Lu, W Yi, and D L Zhang. 3 method for specific heat and thermal conductivity measurements. *Rev. Sci. Instrum.*, 72(7) :9, 2001.
- [129] Housseem Kallel, Joris Doumouro, Valentina Krachmalnicoff, Yannick De Wilde, and Karl Joulain. Thermal emission from a single glass fiber. *Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer*, 236 :106598, October 2019.
- [130] Claire Li, Valentina Krachmalnicoff, Patrick Bouchon, Julien Jaeck, Nathalie Bardou, Riad Haïdar, and Yannick De Wilde. Near-Field and Far-Field Thermal Emission of an Individual Patch Nanoantenna. *Physical Review Letters*, 121(24) :243901, December 2018.
- [131] A. Arbouet, D. Christofilos, N. Del Fatti, F. Vallée, J. R. Huntzinger, L. Arnaud, P. Billaud, and M. Broyer. Direct Measurement of the Single-Metal-Cluster Optical Absorption. *Phys. Rev. Lett.*, 93(12) :127401, September 2004. Publisher : American Physical Society.

- [132] Mikhail A. Kats, Romain Blanchard, Shuyan Zhang, Patrice Genevet, Changhyun Ko, Shriram Ramanathan, and Federico Capasso. Vanadium Dioxide as a Natural Disordered Metamaterial : Perfect Thermal Emission and Large Broadband Negative Differential Thermal Emittance. *Phys. Rev. X*, 3(4) :041004, October 2013. Publisher : American Physical Society.
- [133] Craig F. Bohren and Donald R. Huffman. *Absorption and scattering of light by small particles*. Wiley, New York, 1983.
- [134] Jean-Jacques Greffet, Patrick Bouchon, Giovanni Brucoli, and François Marquier. Light Emission by Nonequilibrium Bodies : Local Kirchhoff Law. *Physical Review X*, 8(2) :021008, April 2018.
- [135] Lionel Aigouy, Yannick De Wilde, Michel Mortier, Jacques Giérak, and Eric 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. Publisher : Optical Society of America.
- [136] Valentina Krachmalnicoff, Da Cao, Alexandre Cazé, Etienne Castanié, Romain Pierrat, Nathalie Bardou, Stéphane Collin, Rémi Carminati, and Yannick De Wilde. Towards a full characterization of a plasmonic nanostructure with a fluorescent near-field probe. *Optics express*, 21(9) :11536–11545, 2013. Publisher : Optical Society of America.
- [137] Dhruv Singhal, Jessy Paterson, Dimitri Tainoff, Jacques Richard, Meriam Ben-Khedim, Pascal Gentile, Laurent Cagnon, Daniel Bourgault, Denis Buttard, and Olivier Bourgeois. Measurement of anisotropic thermal conductivity of a dense forest of nanowires using the 3 method. *Review of Scientific Instruments*, 89(8) :084902, August 2018.
- [138] André Poletaëff. Méthodes de zéro en courant alternatif. *Techniques de l'ingénieur Grandeurs électriques à mesurer*, ref. 965, 2013.
- [139] Liana Ramiandrisoa, Alexandre Allard, Youssef Joumani, Bruno Hay, and Séverine Gommès. A dark mode in scanning thermal microscopy. *Review of Scientific Instruments*, 88(12) :125115, December 2017.
- [140] J. Spiece, C. Evangeli, K. Lulla, A. Robson, B. Robinson, and O. Kolosov. Improving accuracy of nanothermal measurements via spatially distributed scanning thermal microscope probes. *Journal of Applied Physics*, 124(1) :015101, July 2018.
- [141] Yunfei Ge, Yuan Zhang, Jamie A Booth, Jonathan M R Weaver, and Phillip S Dobson. Quantification of probe-sample interactions of a scanning thermal microscope using a nanofabricated calibration sample having programmable size. *Nanotechnology*, 27(32) :325503, August 2016.
- [142] Ali Assy and Séverine Gommès. Heat transfer at nanoscale contacts investigated with scanning thermal microscopy. *Applied Physics Letters*, 107(4) :043105, July 2015.
- [143] James Clerk Maxwell. *A Treatise on Electricity and Magnetism*, volume 2 of *Cambridge Library Collection - Physical Sciences*. Cambridge University Press, 1873.
- [144] Ravi Prasher. Predicting the Thermal Resistance of Nanosized Constrictions. *Nano Letters*, 5(11) :2155–2159, November 2005.
- [145] Charles Kittel. Interpretation of the Thermal Conductivity of Glasses. *Physical Review*, 75(6) :972–974, March 1949.
- [146] L. Landau and E. Lifchitz. *Theoretical physics Field theory*. Physique theorique Theorie des champs. Editions Ellipses, France, 1969.



- [147] C E Solivérez. The notion of electrical resistance. [https://www.researchgate.net/publication/234037526\\_The\\_notion\\_of\\_electrical\\_resistance](https://www.researchgate.net/publication/234037526_The_notion_of_electrical_resistance), page 26.
- [148] Jungchul Lee, Tanya L. Wright, Mark R. Abel, Erik O. Sunden, Alexei Marchenkov, Samuel Graham, and William P. King. Thermal conduction from microcantilever heaters in partial vacuum. *Journal of Applied Physics*, 101(1) :014906, January 2007.
- [149] Li Shi and Arunava Majumdar. Thermal Transport Mechanisms at Nanoscale Point Contacts. *Journal of Heat Transfer*, 124(2) :329–337, April 2002.
- [150] Stéphane Lefèvre, Sebastian Volz, and Pierre-Olivier Chapuis. Nanoscale heat transfer at contact between a hot tip and a substrate. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 49(1-2) :251–258, January 2006.
- [151] Roman Anufriev, Sergei Gluchko, Sebastian Volz, and Masahiro Nomura. Probing ballistic thermal conduction in segmented silicon nanowires. *Nanoscale*, 11(28) :13407–13414, 2019.
- [152] A. Alkurdi, A. Pic, E. Guen, A.M. Massoud, J. Martinek, C. Lucchesi, R. Vaillon, S. Gallois-Garreignot, P. Klapetek, J.-M. Bluet, S. Gomes, and P.-O. Chapuis. Approach curves in scanning thermal microscopy. In *E-MRS Fall Meeting Symposium "Nanomaterials thermal transport properties and nanothermodynamics*, Varsovie, Poland, September 2019.
- [153] William P. King, Bikramjit Bhatia, Jonathan R. Felts, Hoe Joon Kim, Beomjin Kwon, Byeonghee Lee, Suhas Somnath, and Matthew Rosenberger. HEATED ATOMIC FORCE MICROSCOPE CANTILEVERS AND THEIR APPLICATIONS. *Annual Review of Heat Transfer*, 16(1) :287–326, 2013.
- [154] Gilles Pernot, Anas A Metjari, Mathieu Weber, and David Lacroix. Calibration and Metrology of a SThM nanoprobe for nanoscale thermal properties characterization. In *Nanoscale and Microscale Heat Transfer VI (NMHT-VI), Eurotherm Seminar No 111*, Levi, Finland, December 2018.
- [155] I. Voiculescu and Mona Zaghoul. *Nanocantilever beams : Modeling, fabrication and applications*. January 2016. Pages : 521.
- [156] Parry Moon and Domina Eberle Spencer. *Field Theory Handbook*. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 1971.
- [157] Warren M. Rohsenow, J. P. Hartnett, and Young I. Cho, editors. *Handbook of heat transfer*. McGraw-Hill handbooks. McGraw-Hill, New York, 3rd ed edition, 1998.
- [158] Incropera Frank P. *Fundamentals of heat and mass transfer / Frank P. Incropera, ... David P. Dewitt, ... Theodore L. Bergman, ... [et al.]*. J. Wiley & Sons, Hoboken (N.J.), sixth edition edition, 2007.
- [159] X. Jack Hu, Ankur Jain, and Kenneth E. Goodson. Investigation of the natural convection boundary condition in microfabricated structures. *International Journal of Thermal Sciences*, 47(7) :820–824, July 2008.
- [160] Jianshu Gao, Danmei Xie, Yangheng Xiong, and Yanan Yue. Thermal characterization of microscale heat convection in rare-gas environment by a steady-state “hot wire” method. *Applied Physics Express*, 11(6) :066601, June 2018.
- [161] Eric Betzig, George H Patterson, Rachid Sougrat, O Wolf Lindwasser, Scott Olenych, Juan S Bonifacio, Michael W Davidson, Jennifer Lippincott-Schwartz, and Harald F Hess. Imaging intracellular fluorescent proteins at nanometer resolution. *Science*, 313(5793) :1642–1645, 2006. Publisher : American Association for the Advancement of Science.

- [162] Mark Bates, Bo Huang, Graham T Dempsey, and Xiaowei Zhuang. Multicolor super-resolution imaging with photo-switchable fluorescent probes. *Science*, 317(5845) :1749–1753, 2007. Publisher : American Association for the Advancement of Science.
- [163] Jules Scholler. Motion artifact removal and signal enhancement to achieve in vivo dynamic full field OCT. *Optics Express*, 27(14) :19562, July 2019.
- [164] Richard J. Vaccaro. *SVD and Signal Processing II : Algorithms, Analysis and Applications*. Elsevier Science Inc., USA, 1991.
- [165] J. D. Jobson. *Applied Multivariate Data Analysis*. Springer Texts in Statistics. Springer New York, New York, NY, 1992.
- [166] Francisco Chinesta, Pierre Ladeveze, and Elías Cueto. A Short Review on Model Order Reduction Based on Proper Generalized Decomposition. *Archives of Computational Methods in Engineering*, 18(4) :395–404, November 2011.
- [167] N Rajic. Principal component thermography for flaw contrast enhancement and flaw depth characterisation in composite structures. *Composite Structures*, 58(4) :521–528, December 2002.
- [168] J. Dumoulin, L. Ibos, C. Ibarra-Castanedo, A. Mazioud, M. Marchetti, X. Maldague, and A. Bendada. Active infrared thermography applied to defect detection and characterization on asphalt pavement samples : comparison between experiments and numerical simulations. *Journal of Modern Optics*, 57(18) :1759–1769, October 2010.
- [169] Kamel Mouhoubi. *Thermographie infrarouge stimulée appliquée à la détection et à la caractérisation d’altérations structurales de peintures murales du patrimoine*. PhD thesis, November 2016.
- [170] R. Douguet, T.-T. Ha, V. Feuillet, J. Meulemans, and L. Ibos. A novel experimental method for the in situ detection of thermal bridges in building envelopes based on active infrared thermography and singular value decomposition analysis. In *Proceedings of the 2018 International Conference on Quantitative InfraRed Thermography*. QIRT Council, 2018.
- [171] B. N. J. Persson, B. Lorenz, and A. I. Volokitin. Heat transfer between elastic solids with randomly rough surfaces. *The European Physical Journal E*, 31(1) :3–24, January 2010.
- [172] Jean-Jacques Greffet and Rémi Carminati. Image formation in near-field optics. *Progress in Surface Science*, 56(3) :133–237, November 1997.
- [173] Andrei D. Polyandin. *Handbook Of Linear Partial Differential Equations for Engineers and Scientists*. Chapman and Hall/CRC. 2002.





## RÉSUMÉ

---

La réduction de la consommation d'énergie liée au secteur du bâtiment est au cœur des enjeux politiques et environnementaux actuels. L'isolation du parc immobilier est remise en cause. C'est la raison pour laquelle il est important d'améliorer les performances des matériaux isolants existant comme la laine de verre. La laine de verre, qui est un des matériaux d'isolation thermique les plus courants, est composé d'une matrice solide faite de fibres de verre entourées par du gaz ou de vide. Il manque cependant une caractérisation microscopique du transfert de chaleur à l'échelle de ces fibres. C'est dans ce contexte que s'inscrit cette thèse qui s'est déroulée dans le cadre du projet collaboratif CarlISOVERRE financé par l'Agence Nationale pour la Recherche. Le but de cette thèse expérimentale est d'effectuer une caractérisation microscopique des transferts de chaleur - transfert conductif, convectif, radiatif - intervenant au sein d'une fibre de verre, et de mesurer la résistance thermique de contact entre fibres de verre. Pour cela, nous avons développé différents outils de caractérisation du transfert de chaleur à l'échelle micrométrique.

Dans un premier temps, les propriétés d'émission thermique de fibres de verre dont le diamètre est plus faible que la longueur d'onde d'émission thermique ( $<10 \mu\text{m}$ ) sont obtenues par la méthode de spectroscopie infrarouge par modulation spatiale.

Puis, la résistance thermique de contact entre deux éléments de verre sous vide ou à l'air ambiant est étudiée. Une microsphère de verre est mise en contact avec une lamelle de verre à l'aide d'une sonde SThM. Le courant injecté par effet Joule au sommet de la microsphère à l'aide de la sonde SThM et le signal en température mesuré permet l'identification des différents canaux de dissipation de la chaleur à travers la sonde SThM et/ou à travers l'air. Il est alors possible d'extraire la résistance thermique de contact.

Enfin, une méthode sans contact de mesure de l'émission thermique d'une fibre de verre chauffée par une excitation impulsionnelle est proposée. Cette technique de micro-thermographie est une méthode Flash associée à un microscope infrarouge qui donne accès au champ de température des fibres de verre. L'étude de la dépendance spatiale et temporelle du champ de température, ainsi que l'utilisation de modèles analytiques simplifiés, permettent l'identification d'un jeu de paramètres inconnus intervenant dans le transfert de chaleur : échange avec l'air environnant, résistance thermique de contact entre fibres.

Les mesures réalisées durant cette thèse vont permettre d'étoffer les simulations numériques sur le transfert de chaleur dans un échantillon de laine de verre.

## MOTS CLÉS

---

Thermique, Optique, Isolation thermique, Laine de verre, Micro-échelle, Résistance thermique de contact, SThM, Microscopie Infrarouge, Micro-thermographie.

## ABSTRACT

---

Reducing the environmental footprint of the building sector is a key element of today's political and environmental issues. The poor quality of the building stock insulation is pointed out. It is therefore crucial to improve the performance of the existing insulation products. Glass wool, one of the main insulation product, is made of a glass fiber matrix surrounded by gas or vacuum. However, there is a need for microscopic measurements of heat transfer at the fiber scale. The collaborative project CarlISOVERRE, funded by the Agence Nationale pour la Recherche, intends to investigate these transfer. This thesis, as part of the CarlISOVERRE project, aims at providing experimental measurement of the conductive, convective and radiative heat transfer in a single fiber at microscopic scale along with the measurement of thermal resistance of contact between fibers. To this end, we developed several characterizing tools to study microscale heat transfer.

First, the emission properties of single glass fibers with sub-wavelength diameter (given the thermal wavelength of  $10 \mu\text{m}$ ) is measured using the infrared spectroscopy method based on the spatial modulation of the sample in the field object plan of the microscope.

Then, the thermal resistance of contact between two glass elements is studied under vacuum and under ambient conditions. A glass microsphere is placed into contact with a glass slide using a SThM probe which allows to heat the top of the sphere by Joule effect and to record the temperature at this point. With this information it is possible to identify the different heat channels through the SThM probe and/or through the air to extract the thermal resistance of contact.

Finally, a non-contact method for the measurement of thermal emission of a single fiber heated by short laser pulses is presented. This microthermography method is the Flash method coupled with an infrared microscope to meet the specifics of our sample. The identification of the heat transfer parameters - exchange with the surrounding air, thermal resistance of contact between fibers - is obtained by studying the spatial and temporal dynamic of the signal along with simple analytical models.

The results presented in this thesis are expected to be used as input parameters in future numerical simulations of the heat transfer in a glass wool sample.

## KEYWORDS

---

Thermal science, Optics, Thermal insulation, Glass wool, Micro-scale, Thermal resistance of contact, SThM, Infrared microscopy, Micro thermography.