

Mesure de la température à l'échelle microscopique par voie optique dans la gamme ultraviolet-visible

Thomas Pierre

▶ **To cite this version:**

Thomas Pierre. Mesure de la température à l'échelle microscopique par voie optique dans la gamme ultraviolet-visible. Autre. Institut National Polytechnique de Lorraine, 2007. Français. NNT : 2007INPL096N . tel-01752908

HAL Id: tel-01752908
https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01752908

Submitted on 29 Mar 2018

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.

AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4
Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10
http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php
http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm

Nancy-Université

École Doctorale EMMA

THÈSE

Présentée pour l'obtention du grade de

Docteur de l'Institut National Polytechnique de Lorraine

Spécialité : Mécanique et Énergétique

Par

Thomas PIERRE

Mesure de la température à l'échelle microscopique par voie optique dans la gamme ultraviolet-visible

Soutenue publiquement le 10 décembre 2007 devant la commission d'examen composée de :

Rapporteurs :	Philippe HERVÉ	Professeur Université Paris X
	Sebastian VOLZ	Chargé de Recherches CNRS, École Centrale Paris
Examinateurs :	Jean-Jacques SERRA	Expert DGA, Odeillo
	Daniel PETIT	Professeur ENSMA, Poitiers
	Alain DEGIOVANNI	Professeur INPL, Nancy
	Benjamin RÉMY	Maître de Conférences INPL, Nancy

Laboratoire d'Énergétique et de Mécanique Théorique et Appliquée
Nancy-Université, CNRS UMR 7563
2, avenue de la Forêt de Haye BP 160
54504 Vandoeuvre-lès-Nancy

Sommaire

Remerciements **p.7**

Nomenclature **p.9**

Introduction générale **p.13**

Chapitre premier - Quelques techniques de mesure de la température à l'échelle microscopique ***p.17***

Introduction **p.19**

1.1 Les techniques « champ proche » **p.20**

1.1.1 Le microscope à effet tunnel **p.20**

1.1.2 Le microscope à force atomique **p.21**

1.1.3 Le microscope optique à champ proche **p.22**

1.1.4 Le champ proche appliqué à la mesure thermique **p.25**

1.1.4.1 La microscopique thermique appliquée au STM et à l'AFM *p.25*

1.1.4.2 L'amélioration des sondes thermiques *p.28*

1.1.4.3 Les applications du SThM et ses interprétations *p.30*

1.1.4.4 La microscopie thermique appliquée au SNOM *p.32*

1.2 Les techniques « champ lointain » **p.33**

1.2.1 L'utilisation des grandes longueurs d'onde **p.33**

1.2.2 L'utilisation des courtes longueurs d'onde **p.35**

1.3 La méthode multi-spectrale **p.36**

Conclusion **p.39**

Second chapitre – Le rayonnement thermique aux courtes longueurs d'onde ***p.41***

Introduction **p.43**

2.1 La radiométrie thermique **p.44**

2.1.1 La notion d'onde/corpuscule **p.44**
2.1.2 L'angle solide **p.45**
2.1.3 Les grandeurs énergétiques **p.46**
2.1.3.1 La luminance *p.46*
2.1.3.2 L'émittance *p.46*
2.1.3.3 L'émissivité *p.47*
2.2 Le rayonnement thermique aux courtes longueurs d'onde **p.48**
2.2.1 La loi de PLANCK **p.48**
2.2.2 L'intérêt des courtes longueurs d'onde **p.49**
2.2.2.1 L'émissivité des matériaux aux courtes longueurs d'onde *p.49*
2.2.2.2 Un comparatif ultraviolet-visible/infrarouge *p.50*
2.2.2.3 La méthode multi-spectrale *p.53*
2.2.2.4 L'erreur sur la mesure *p.57*
2.3 L'approche photonique du rayonnement thermique **p.63**
2.4 L'émission photonique : une grandeur statistique aléatoire **p.65**
2.4.1 L'approche statistique du flux photonique **p.65**
2.4.2 L'effet du bruit expérimental sur la mesure du flux photonique **p.68**
2.5 La limite de diffraction **p.70**
Conclusion **p.71**

Troisième chapitre – Le dispositif expérimental *p.73*
Introduction **p.75**
3.1 La présentation générale du banc de mesure **p.76**
3.2 Les éléments chauffants **p.77**
3.2.1 Le corps noir hautes températures **p.77**
3.2.1.1 La conception et les études préliminaires *p.77*
3.2.1.2 La mesure indépendante de l'émissivité spectrale du corps noir *p.84*
3.2.1.3 L'émissivité apparente de la cavité *p.85*
3.2.1.4 La modélisation du corps noir *p.86*
3.2.2 Le fil résistif **p.88**
3.2.2.1 Le calcul de la température du fil *p.90*
3.2.2.2 Les valeurs des paramètres trouvés dans la littérature *p.95*

3.2.2.3 Les expériences annexes *p.100*
3.2.2.4 Une simulation de champs de température dans le fil *p.105*
3.2.2.5 L'estimation de paramètres et l'étude de sensibilité *p.106*
3.3 Le microscope et le système de mesure du flux photonique **p.111**
3.3.1 L'objectif ultraviolet **p.112**
3.3.2 L'oculaire **p.113**
3.3.3 Le photomultiplicateur et son refroidisseur **p.114**
3.3.4 Les filtres monochromatiques **p.115**
3.3.5 La carte de comptage **p.116**
3.3.6 Les autres éléments **p.117**
Conclusion **p.118**

Quatrième chapitre – Les résultats expérimentaux ***p.119***
Introduction **p.121**
4.1 La définition de la surface microscopique **p.122**
4.2 Les premières mesures de température **p.123**
4.2.1 La mesure sans les filtres monochromatiques **p.123**
4.2.1.1 Les conditions expérimentales *p.123*
4.2.1.2 Les résultats *p.124*
4.3 La mesure avec le corps noir hautes températures **p.126**
4.3.1 Les temps d'intégration et le temps de comptage **p.126**
4.3.2 L'étude du bruit parasite **p.127**
4.3.3 La mesure avec les filtres monochromatiques **p.128**
4.3.3.1 Le calcul de l'espérance et de la variance *p.128*
4.3.3.2 Les mesures sans la fonction de transfert *p.132*
4.3.4 La fonction de transfert du microscope **p.133**
4.3.4.1 Les filtres monochromatiques *p.135*
4.3.5 Les mesures avec la fonction de transfert **p.146**
4.3.6 Une validation des résultats **p.148**
4.3.6.1 La validation à l'aide de la caméra de thermographie infrarouge *p.148*
4.3.6.2 Une mesure multi-spectrale sur le fil de Chromel *p.148*
Conclusion **p.152**

Cinquième chapitre – Les perspectives *p.153*

Introduction **p.155**

5.1 Le réseau de diffraction **p.156**

5.1.1 Quelques notions sur le réseau de diffraction **p.156**

5.1.2 Les premiers essais **p.158**

5.2 L'analyseur multi-canal **p.161**

5.3 Les techniques stimulées **p.162**

5.3.1 La mesure par LIF **p.162**

5.3.2 La mesure par fluorescence **p.163**

Conclusion **p.165**

Conclusion générale **p.167**

Annexes *p.171*

Annexe A – La fonction de Lambert *W* **p.173**

Annexe B – Rappel sur les lois de probabilités/statistiques **p.175**

Annexe C – La définition de l'émissivité apparente **p.181**

Annexe D – La méthode des moindres carrés **p.189**

Annexe E – Le microscope optique **p.197**

Sources bibliographiques **p.199**

Remerciements

Il faut le faire et c'est bien normal ; pendant ces trois années et quelques..., j'ai travaillé et rencontré beaucoup de monde et je me dois de les remercier.

Donc tout d'abord, je remercie mes encadrants, MM. Alain DEGIOVANNI et Benjamin RÉMY pour m'avoir permis d'effectuer cette thèse et surtout de la faire dans d'excellentes conditions. J'ai pu découvrir ce qu'était vraiment la notion de « sens physique ».

Je tiens également à remercier tous les membres de mon jury pour avoir eu la gentillesse de sanctionner mes travaux. Donc Merci ! à mes rapporteurs : MM. Philippe HERVÉ et Sebastian VOLZ et à mes examinateurs : MM. Jean-Jacques SERRA et Daniel PETIT d'avoir pris un peu de leur temps pour s'intéresser à mon mémoire.

Je tiens également à remercier vivement Franck DEMEURIE, (super) Technicien, pour son efficacité et sa gentillesse. Il a réalisé chacune des pièces de mon dispositif, son travail a toujours été impeccable. Merci à Jean-Marie RICARD, à Michel MARCHAND et à Bernard MONOD, qui m'ont également aidé dans mes manip'.

Merci également à Christian MOYNE de m'avoir accueilli au sein du LEMTA, ainsi qu'à Denis MAILLET pour son encadrement efficace lors des mes vacations et de mon monitorat et pour sa disponibilité.

Une pensée va à présent à toute la « brochette » que j'ai côtoyée pendant ces trois années entre les murs du laboratoire et avec qui j'ai passé trois excellentes années : Olivier, Didier, Fadil, Jérôme, Manuel, Valérie, Corinne, Sébastien, Gilles, Alain, Yves, Sophie, Edith, Catherine, Stéphane, André, Michel, Isabelle, Ludovic, Norbert.

Sortons un peu du boulot et remercions ceux avec qui j'ai fait autres choses que bosser sur Nancy : Fabrice, Audrey, Antoine, Jon, Loïc, Périne, et sans oublier Céline. Merci pour tout le bon temps passé et à venir !

Nomenclature

Lettres latines

b	biais (photons)
c_o	vitesse de la lumière dans le vide ($m.s^{-1}$)
d	diamètre (m)
d_o	diamètre à T_∞ (m)
e_i	erreur sur le paramètre i
e_b	bruit aléatoire
h	constante de PLANCK (J.s)
h_i	coefficient d'échange i
k	nombre de photons (photons)
k_i	conductivité thermique de i ($W.m^{-1}.K^{-1}$)
k_{io}	conductivité thermique de i à T_∞ ($W.m^{-1}.K^{-1}$)
k_b	constante de BOLTZMANN ($J.K^{-1}$)
m	périmètre du fil de Chromel (m)
n^e	flux photonique émis par la surface ($photons.s^{-1}$)
n	flux photonique reçu par le détecteur ($photons.s^{-1}$)
p	nombre de photons (photons)
q	nombre de comptage
q_f	terme source ($W.m^{-3}$)
s	surface du fil de Chromel (m^2)
s_λ	surface émettrice (m^2)
A	coefficient dans l'expression de CHURCHILL *et al.*
C_1	constante de la loi de PLANCK ($W.m^2$)
C_2	constante de la loi de PLANCK (m.K)
E_λ	énergie d'un photon (J)
FT_λ	fonction de transfert spectrale du microscope
$\overline{FT}$	valeur moyenne de FT_λ
Gr	nombre de GRASHOF
I	courant (A)
$L(\lambda ;T)$	luminance ($W.m^{-2}.sr^{-1}$)
L	longueur (m)

L_o	longueur à T_∞ (m)
M	émittance ($W.m^{-2}$)
N	flux photonique ($photons.s^{-1}$)
Nu	nombre de NUSSELT
P	puissance (W)
Pr	nombre de PRANDTL
Q	facteur de mérite
$\overline{R}$	résistance moyenne (Ω)
R_o	résistance à T_∞
Ra	nombre de RAYLEIGH
R_c	résistance thermique du fil de Chromel ($K.m^2.W^{-1}$)
R_{cd}	résistance thermique de conduction ($K.W^{-1}$)
R_{rad}	résistance thermique radiative ($K.W^{-1}$)
R_{th}	résistance thermique totale ($K.W^{-1}$)
S	section du fil de Chromel (m^2)
T	température (°C ou K)
$\overline{T}$	température moyenne (°C ou K)
U	tension (V)
V	volume du fil de Chromel (m^3)
X	nombre de photons (photons)
Y	nombre de photons (photons)

Lettres grecques

α	coefficient de dilatation linéaire (K^{-1})
$\alpha(\lambda_i,\lambda_j ;T)$	rapport des signaux
β	coefficient de variation de la résistivité électrique (K^{-1})
δ	coefficient thermique (K^{-1})
$\delta\lambda$	demi-bande spectrale (m)
δt	temps d'intégration (s)
ε	émissivité
γ	coefficient de variation de la conductivité thermique (K^{-1})
λ	longueur d'onde (m)
$\overline{\lambda}$	longueur d'onde moyenne (m)

μ	espérance d'avoir Y photons
ν	viscosité cinématique ($m^2.s^{-1}$)
θ	changement de variable (K)
ρ	résistivité électrique (Ω.m)
ρ_o	résistivité électrique à T_∞ (Ω.m)
σ	constante de STEFAN-BOLTZMANN ($W.m^{-2}.K^{-4}$)
σ_i	paramètre des filtres monochromatique (m)
τ_λ	transmittivité spectrale
ϖ	probabilité d'observer $X = 1$
Δt	temps de comptage (s)
Δx	résolution latérale (m)
Φ	flux (W)
Ω	angle solide (sr)
ψ	émittance photonique monochromatique ($photons.m^{-2}.s^{-1}$)

Indices, exposants et symboles

∞	extérieur(e)
o	corps noir
a	air
app	apparent(e)
c	convectif
h	horizontal
max	maximum, maximale
rad	radiatif
v	vertical
IR	infrarouge
UV	ultraviolet
λ	spectral(e)

Introduction générale

Les besoins en matière de caractérisation thermique à la micro-échelle se sont particulièrement développés ces dernières années avec l'arrivée de matériaux nouveaux, développés par voies de synthèse. Ils consistent notamment en la caractérisation de barrières thermiques à hautes températures, la détection de cracks dans des matériaux céramiques, la mesure de résistances de contact au niveau des joints de grains, de propriétés locales dans les matériaux poly-cristallins ou poreux (diamant de type CVD ou silicium poreux) ou encore la détection d'inter-diffusions de phases des matériaux composites. Parallèlement à ces besoins, une forte demande est apparue dans le domaine de la micro-électronique pour détecter des points chauds à de petites échelles ou mesurer des températures locales sur des jonctions de transistors de forte puissance mais aussi dans le domaine de la mécanique des fluides pour évaluer les températures de paroi dans des micro-échangeurs ou micro-canaux.

Les méthodes utilisées actuellement pour réaliser des mesures thermiques à l'échelle microscopique reposent principalement sur des dispositifs de mesure par microsondes thermiques qui permettent d'atteindre théoriquement l'échelle du micron (jonctions thermocouples, micro-leviers bimétalliques et pointes thermo-résistives) : microscopes à effet tunnel (STM) ou à forces atomiques (AFM). Cependant, si les sondes peuvent être très fines (inférieures au micron dans certains cas), la dimension de la zone perturbée est en réalité plus importante que celle de la sonde. Il est par ailleurs difficile de remonter à une information précise en terme de température car la présence de la sonde, soit en contact direct, soit à proximité de la surface, vient perturber la mesure.
De plus, les zones à explorer sont également parfois inaccessibles à la mesure par contact. Dans ce dernier cas, seuls les mesures optiques peuvent être utilisées. C'est le cas par exemple des microscopes optiques qui utilisent la physique du champ proche (SNOM). Leur principe de fonctionnement repose sur l'étude de l'interaction d'une onde électromagnétique incidente avec les ondes de surfaces dites évanescentes du matériau. L'information est ensuite collectée par une nano-sonde à proximité de la surface. Contrairement à l'optique classique où la résolution est fixée par la limite de diffraction, en optique champ proche, elle est simplement liée à l'atténuation exponentielle de l'amplitude des ondes évanescentes. Dans ce cas, la résolution ne dépend plus de la longueur d'onde employée mais uniquement de la taille et de la forme de la pointe qu'il faut parfaitement maîtriser. Si ce type de microscope permet

d'ores et déjà d'obtenir des images topographiques avec des résolutions inférieures au micromètre et pouvant même atteindre quelques dizaines de nanomètres, il existe peu de dispositifs de ce type permettant de remonter à une information en terme de température. Les images obtenues restent également très difficiles à interpréter.

L'idée développée dans cette étude est de mettre en œuvre un dispositif de détection et de mesure de température à l'échelle microscopique par une méthode optique tout en restant au-delà de la limite de diffraction. En effet, les méthodes optiques sont peu intrusives. Cependant, celles basées sur le champ proche optique présentent elles aussi leurs limitations. Il faut en effet que la sonde soit très proche de la surface pour faire la mesure et la physique mis en œuvre est souvent très complexe à maîtriser.
En optique classique, la résolution spatiale est limitée par la longueur d'onde utilisée par le détecteur qui montre que théoriquement la résolution spatiale est de l'ordre de la longueur d'onde, d'où l'idée de mettre en œuvre un système optique de détection et de mesure des hautes températures dans le domaine ultraviolet-visible (théoriquement [0,100µm – 0,800µm]) permettant ainsi d'atteindre des résolutions inférieures au micron. Cette voie a déjà commencé à être explorée et la faisabilité d'une telle mesure démontrée.

Cette étude présente une technique de mesure de température par émission propre. Couplée à une méthode multi-spectrale, elle permet de s'affranchir des paramètres inconnus tels que l'émissivité spectrale de la surface au niveau locale, l'angle solide ou encore l'ouverture numérique du microscope. La Figure 0.01 présente sous forme de schéma les différentes étapes abordées au cours de ces travaux. L'essentiel de l'étude présente le montage du banc de mesure lequel est étudié sous ces différents aspects.
En amont du montage se trouvent les sources de chaleur hautes températures, lesquelles doivent être étalonnées. Il y a deux sources : un fil de Chromel micrométrique pour l'étalonnage microscopique et un corps noir « maison » en Stumatite adapté aux hautes températures. Dans les deux cas, la modélisation, l'estimation de paramètres, ainsi que des mesures indépendantes ont été effectuées pour caractériser au mieux les sources de chaleur.
Le microscope vient ensuite dans la chaîne de mesure : il est composé d'un objectif, d'un oculaire, et d'un diaphragme. L'objectif a la particularité d'avoir une grande distance de travail (caractère non-intrusif des mesures).
Enfin, le comptage de photons est assuré par un détecteur quantique (refroidi par effet PELTIER) et une carte de comptage. L'émission photonique étant un phénomène aléatoire,

les photons qui quittent la surface, traversent le microscope et sont collectés par le détecteur pendant un intervalle de temps correspondent à un flux photonique qui peut être décrit par les lois statistiques classiques (loi normale, ou de POISSON).

Enfin, pour contourner le problème de l'émissivité qui peut varier en fonction de la longueur d'onde, de la position, de l'angle, de la température ou encore de l'état de surface, des filtres monochromatiques sont disposés dans le microscope en amont du détecteur. Pour une même température, mesurer le flux photonique à travers plusieurs filtres monochromatiques permet de remonter à la température, sachant que la bande spectrale d'étude est faible et donc que l'émissivité peut être considérée comme constante dans cet intervalle. Une attention particulière est également portée sur la façon dont sont modélisés les filtres.

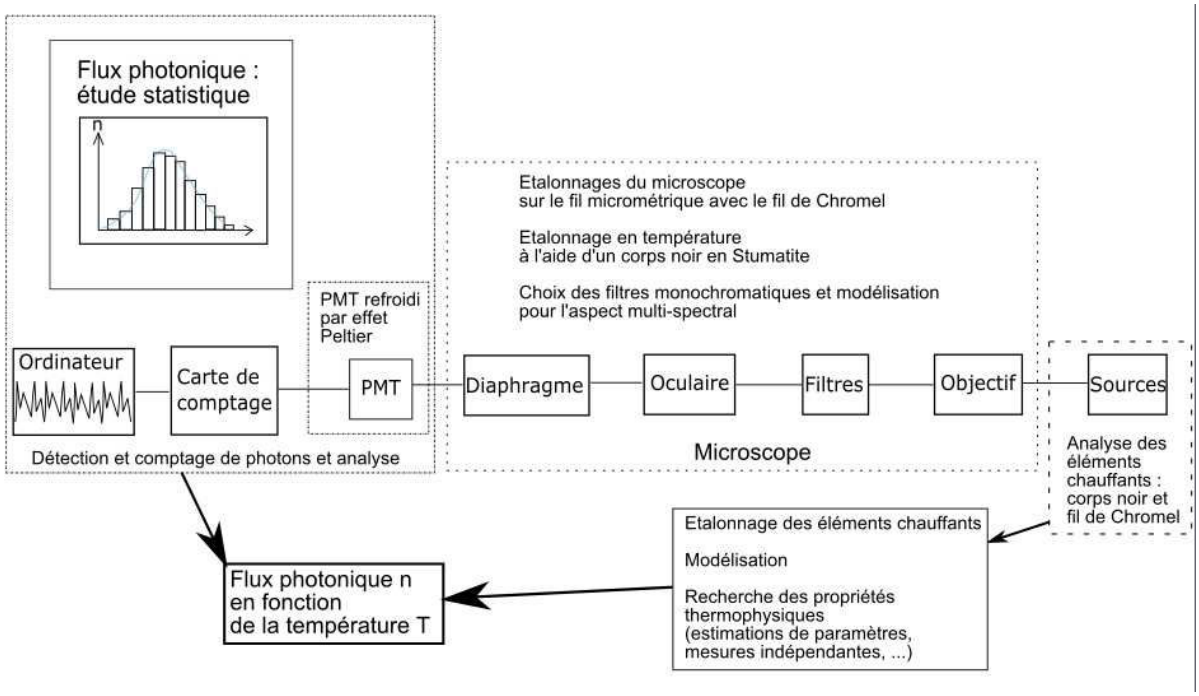


Figure 0.01 – ***Plan des travaux.***

Chapitre premier

Quelques techniques de mesure de la température à l'échelle microscopique

Sommaire

Chapitre premier - Quelques techniques de mesure de la température à l'échelle microscopique p.17

Introduction p.19

1.1 Les techniques « champ proche » p.20

1.1.1 Le microscope à effet tunnel p.20

1.1.2 Le microscope à force atomique p.21

1.1.3 Le microscope optique à champ proche p.22

1.1.4 Le champ proche appliqué à la mesure thermique p.25

1.1.4.1 La microscopique thermique appliquée au STM et à l'AFM p.25

1.1.4.2 L'amélioration des sondes thermiques p.28

1.1.4.3 Les applications du SThM et ses interprétations p.30

1.1.4.4 La microscopie thermique appliquée au SNOM p.32

1.2 Les techniques « champ lointain » p.33

1.2.1 L'utilisation des grandes longueurs d'onde p.33

1.2.2 L'utilisation des courtes longueurs d'onde p.35

1.3 La méthode multi-spectrale p.36

Conclusion p.39

Introduction

Il existe une très grande variété de méthodes de mesure de la température. Certaines sont intrusives, c'est-à-dire que le système de mesure est placé dans le milieu même, les autres techniques sont non-intrusives, le système de mesure est cette fois-ci à distance du milieu. Parmi tous les milieux existants, seuls les solides sont considérés dans cet état de l'art. L'accent est principalement mis sur les méthodes capables d'effectuer des mesures à l'échelle du micron. L'intérêt d'effectuer des mesures à cette échelle est multiple car il existe beaucoup d'applications adaptées à des domaines aussi bien pointus que généraux.

Les techniques de mesure intrusives qui rencontrent le plus de succès sont celles basées sur l'utilisation de la physique en champ proche. Elles reposent sur le principe suivant : la pointe de la sonde du microscope arrive en contact ou à proximité de la surface et des interactions entre la pointe de la sonde et la surface de l'échantillon vont entrer en jeu pour rendre possible la mesure.

Les techniques non-intrusives (champ lointain) se servent du rayonnement électromagnétique thermique (ultraviolet, visible, et infrarouge). Malheureusement, en optique classique, les performances en terme de résolution spatiale de ces microscopes n'atteignent pas celles des microscopes champ proche. En effet, en optique classique, la résolution est limitée par la longueur d'onde de mesure du rayonnement. Si les microscopes champ proche peuvent cartographier des cristaux, des molécules ou des atomes, les microscopes champ lointain ne semblent pas donner d'image nette de deux objets distants de moins de la longueur d'onde de travail.
Comme la résolution dépend de la longueur d'onde, il apparaît judicieux de diminuer la longueur d'onde de fonctionnement du détecteur. Cependant, à ces très petites échelles, la mesure aux courtes longueurs d'onde nécessite une température de surface conséquente ou un détecteur très sensible pour permettre la mesure d'énergies très faibles. Alors l'utilisation de techniques comme le comptage de photons au moyen d'un photomultiplicateur (lequel peut être refroidi pour diminuer le bruit parasite) ou encore de la méthode multi-couleur semble intéressante dans le but d'obtenir des températures avec une erreur relative au-dessous des 5%.

1.1 Les techniques « champ proche »

Trois dispositifs de visualisation sont exposés dans cet état de l'art : le microscope à effet tunnel, le microscope à force atomique, et le microscope optique à champ proche. Ces trois microscopes, après quelques adaptations, sont capables de réaliser des mesures thermiques sur la surface explorée : champ de température, conductivité thermique, ou diffusivité thermique.

1.1.1 Le microscope à effet tunnel

En 1982, BINNIG *et al.* proposent une expérience à partir d'un microscope dont le fonctionnement repose sur l'effet tunnel [8] : ce phénomène quantique considère qu'un électron, malgré une très faible probabilité, peut franchir une barrière de potentiel ; sa plus grande probabilité est que, ne possédant pas assez d'énergie, il ne passe pas cette barrière. Les auteurs sont arrivés à faire passer un courant entre une pointe de tungstène et un échantillon de platine distants de 100nm. Ce procédé utilise la physique dite de champ proche, mais il est limité à l'étude d'échantillons conducteurs puisque la sonde et l'échantillon doivent jouer le rôle d'électrodes pendant la mesure.

La résolution du STM est en partie liée à la dépendance du courant tunnel avec la distance sonde/échantillon. En effet, avec une décroissance du courant tunnel de type exponentielle au fur et à mesure que la sonde s'éloigne de l'échantillon, la mesure doit s'effectuer le plus près possible de la surface. Cette distance sonde/échantillon est assurée par une boucle d'asservissement qui maintient le courant constant ; la moindre compensation en tension pour maintenir le courant tunnel constant traduit une variation de la distance sonde/échantillon : il est alors possible de dresser une cartographie de l'échantillon en déplaçant la sonde sur la surface (Figure 1.01). Selon les auteurs, la résolution latérale est annoncée très inférieure à 10nm, les atomes peuvent être imagés.

Leur invention, qu'ils nommèrent le microscope à effet tunnel (Scanning Tunneling Microscope STM), leur valut le prix Nobel de physique en 1986.

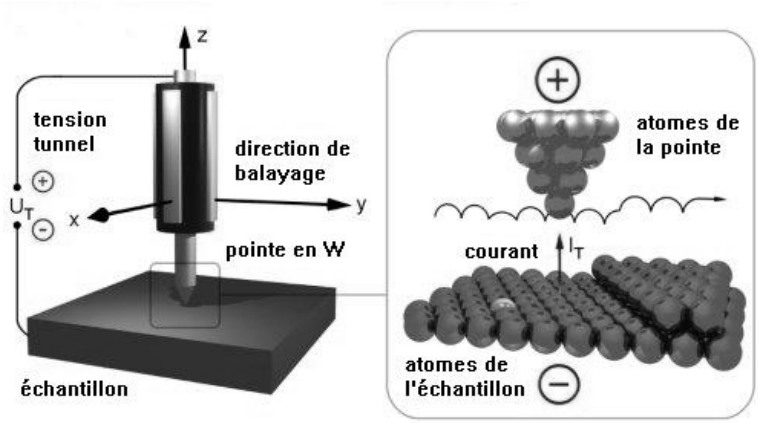


Figure 1.01 – ***Schéma de principe du STM.***

1.1.2 Le microscope à force atomique

En 1986, toujours sur le principe du STM qui utilise l'effet tunnel, BINNIG *et al.* proposent un microscope capable de cartographier non seulement les matériaux conducteurs, mais également les semi-conducteurs et les isolants [9]. Le principe repose sur les mesures des forces inter-atomiques, en particulier les interactions de Van der WAALS (Figure 1.02). Ce microscope est appelé microscope à force atomique (Atomic Force Microscope AFM).

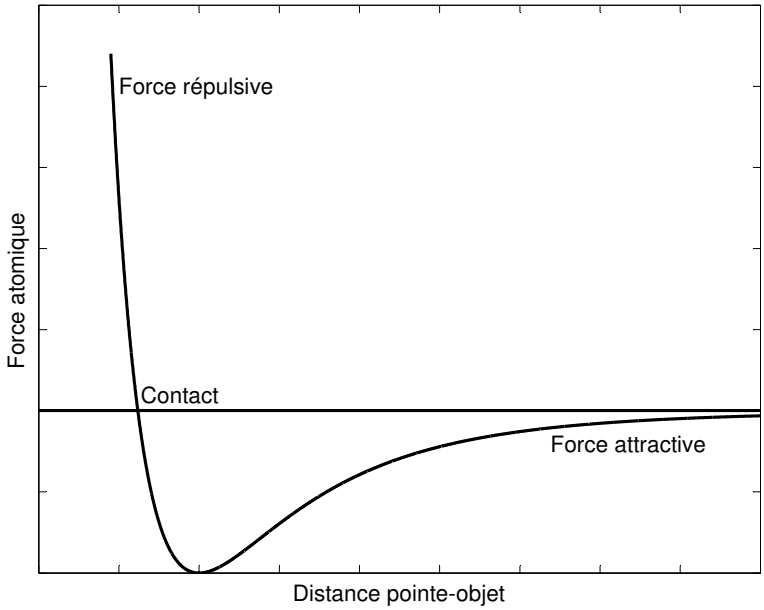


Figure 1.02 – ***Évolution de la force atomique entre deux surfaces en fonction de leur distance.***

Le principe de fonctionnement est présenté sur la Figure 1.03 : à une certaine distance sonde/surface correspond une force d'interaction maintenue constante. Un faisceau laser éclaire le dessus du micro-levier et sa lumière est réfléchie sur un photodétecteur. Si la

distance sonde/surface change, la déflexion de la sonde produit un déplacement du faisceau réfléchi sur le photodétecteur ; un système piézoélectrique corrige la déflexion de la sonde.
La résolution obtenue permet également une cartographie à l'échelle atomique (quelques dizaines de nanomètre).

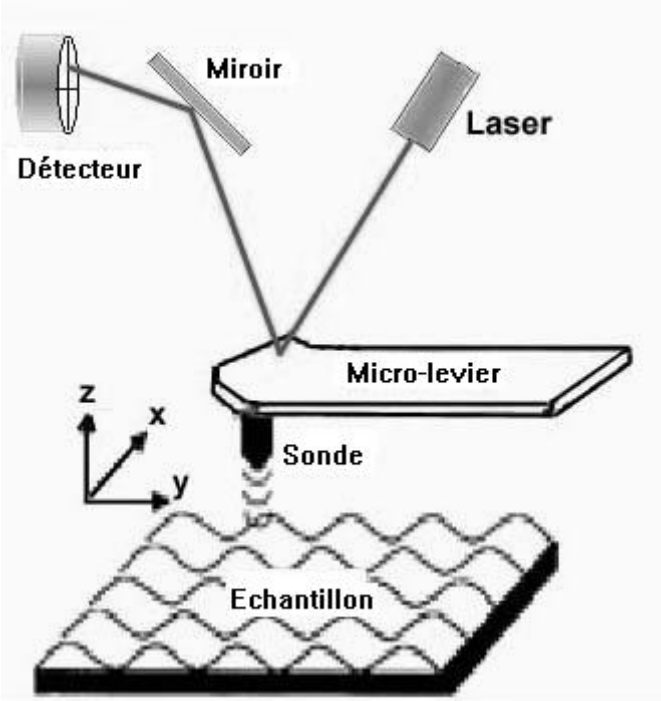


Figure 1.03 – ***Principe de fonctionnement du microscope à force atomique.***

1.1.3 Le microscope optique à champ proche

Si l'AFM et le STM cartographient les surfaces en mesurant respectivement les forces inter-atomiques ou les courants tunnels, le microscope optique à champ proche (Scanning Near-field Optical Microscope SNOM) détecte les ondes évanescentes, dites de surface, localisées au voisinage de la surface.

Une onde incidente traverse une ouverture de diamètre inférieur à la longueur d'onde de l'onde et éclaire la surface (Figure 1.04). Seule une petite surface est stimulée à cause du confinement électromagnétique au voisinage de l'ouverture. La résolution est principalement liée à la distance sonde/échantillon ainsi qu'à la forme et à la taille de la sonde. Les ondes propagatives émises par la zone excitée, sont ensuite mesurées par détecteur en champ lointain. Pour collecter les informations sub-longueur d'onde confinées autour de la surface de l'échantillon, une solution consiste à utiliser une petite sonde qui va permettre de convertir

les ondes évanescentes en ondes propagatives. Selon la nature de la surface (transparente ou opaque), deux modes d'illumination sont possibles (par transmission ou par réflexion) à l'aide d'une sonde avec ou sans ouverture. La sonde à ouverture peut être utilisée de deux façons différentes : en mode collection, la stimulation est réalisée en champ lointain et l'information est collectée à l'aide d'une fibre optique en champ proche ; en mode excitation, la stimulation est réalisée à travers une fibre optique et l'information est collectée par un détecteur champ proche après conversion des ondes évanescentes en ondes propagatives.

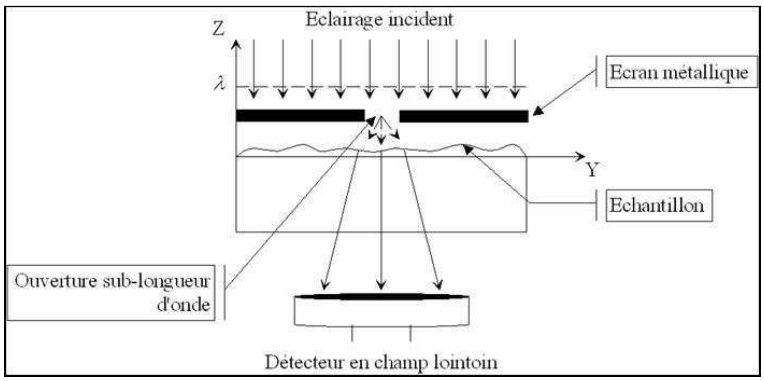
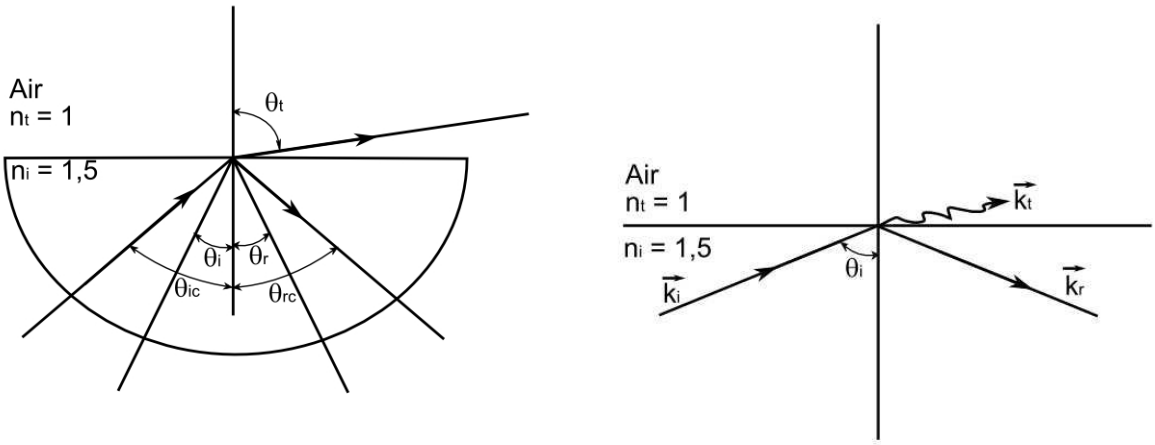


Figure 1.04 – ***Fonctionnement du SNOM [84].***

Un exemple courant d'ondes évanescentes est donné par la réflexion totale (Figure 1.05) [1]. Soit un dispositif optique éclairé ; les angles d'incidence θ_i, de réflexion θ_r, et de transmission θ_t répondent aux lois de SNELL-DESCARTES : $\theta_i = \theta_r$ et $n_i \sin\theta_i = n_t \sin\theta_t$. Une onde réfractée n'existe que si θ_t est inférieur à 90°, donc si θ_i est inférieur à $\theta_{ic} = \arcsin(n_t/n_i)$. Si $\theta_i > \theta_{ic}$, alors les conditions d'éclairement sont celles de réflexion totale.



Figures 1.05 – ***Réflexion totale. Sur la figure de droite,*** $\vec{k}_i$, $\vec{k}_t$, ***et*** $\vec{k}_r$ ***sont les vecteurs respectifs des ondes incidentes, réfractées, et réfléchies [1].***

Le principal avantage de cette technique champ proche est que la résolution spatiale est fonction de la décroissance exponentielle de l'amplitude de l'onde (Figure 1.06), contrairement aux méthodes optiques où celle-ci est liée à la limite de diffraction (donc de la demi-longueur d'onde). La résolution ne dépend alors pas de la longueur d'onde mais de la position parallèle et perpendiculaire du plan. Il est donc possible d'obtenir de très petites résolutions sous réserve que cette distance soit parfaitement contrôlée. De plus, la pointe doit être la plus petite possible et très proche de la surface. La résolution dépend aussi de la géométrie de la sonde, laquelle est le principal instrument de cette méthode. Elle est d'autant plus délicate à utiliser que le procédé de fabrication des pointes est peu reproductible et que leur durée de vie est limitée [84,92].

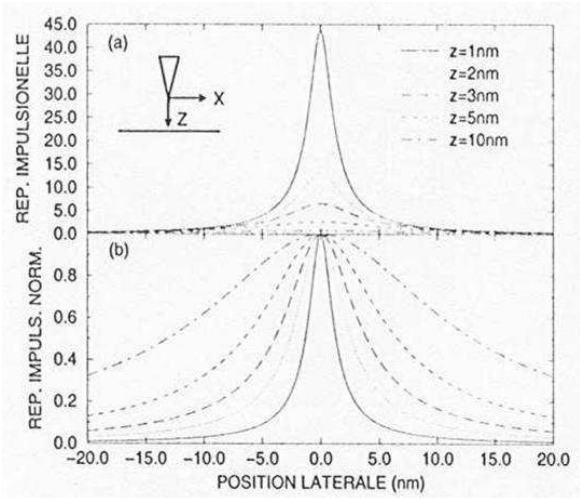


Figure 1.06 – ***Illustration de la décroissance exponentielle du signal fourni par les ondes évanescentes [84].***

1.1.4 Le champ proche appliqué à la microscopie thermique

Pour remonter à des informations thermiques (températures ou propriétés thermophysiques), de nombreuses équipes internationales ont eu l'idée d'équiper les STM et les AFM de sondes thermiques permettant de compléter les mesures topographiques. Ces travaux s'appuient sur une forte demande industrielle pour mesurer des températures ou faire de la caractérisation de matériaux ou d'interfaces à la micro-échelle ; l'évolution des technologies de miniaturisation, comme par exemple en micro-électronique ou encore en micro-fluidique, nécessite des matériaux de plus en plus optimisés en terme de qualité. Ces derniers sont soumis à des contraintes de plus en plus importantes, par exemple des densités de puissance à évacuer sur des surfaces de plus en plus petites [25], ce qui peut entraîner la création de points chauds s'il y a présence de défauts sub-surfaciques (le microscope peut donc être utilisé pour du Contrôle Non-Destructif, ou de la mesure de résistance de contact).

1.1.4.1 La microscopie thermique appliquée au STM et à l'AFM

Le STM est utilisé dans bon nombre d'applications. WEAVER *et al.* [107] en énumèrent quelques unes : mesure de propriétés optiques et magnétiques, de potentiels électriques, de conductances ioniques, de forces superficielles... Ils citent également certains travaux que WILLIAMS *et al.* ont présenté en 1986. Ces derniers ont mis au point ce qu'ils appellent le Scanning Thermal Profiler (STP) : ils ont l'idée d'associer une sonde thermocouple au STM [110]. Le principe est basé sur les interactions en champ proche entre une pointe et la surface

(isolante ou conductrice). Cependant, pour les applications thermiques, la distance pointe/échantillon nécessaire pour obtenir ce profil n'est pas nécessairement celle utilisée en AFM et STM. En effet, l'interaction thermique intervient à des distances plus grandes que celles pour mesurer les forces de Van der WAALS et pour obtenir l'effet tunnel.
La pointe est en tungstène et est recouverte par une couche d'isolant (sauf en son extrémité), puis par une couche de nickel. L'extrémité de la sonde devient alors un thermocouple dont la tension de jonction est proportionnelle à la température.
La pointe est chauffée par un courant d'intensité constante jusqu'à ce que sa température soit supérieure à l'ambiance. Quand elle s'approche de la surface, il y a un transfert de chaleur. La pointe refroidit et fait chuter la tension de la jonction thermocouple. Ainsi les variations de tension dans le thermocouple sont-elles fonction de la distance sonde/échantillon. Leur contrôle permet de reconstruire le relief pendant le balayage de la sonde. La pointe vibre à une fréquence ω_1 pour éviter l'influence de perturbations éventuelles (Figure 1.07).

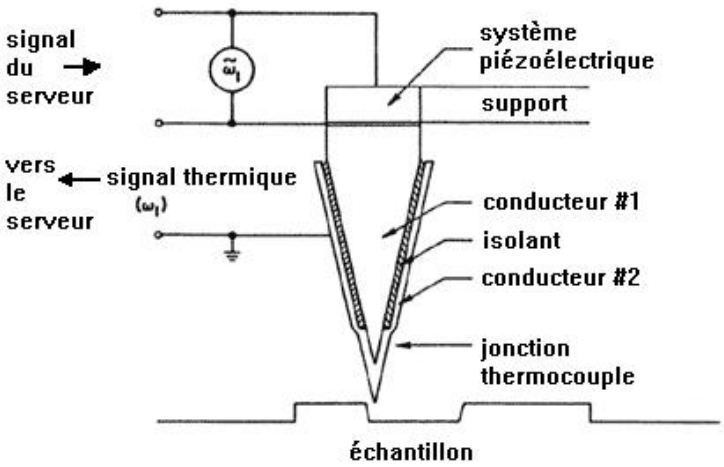


Figure 1.07 – ***Schéma qui illustre le fonctionnement du SThM [109].***

Les premières difficultés apparaissent lorsque la pointe est très proche de la surface. La sensibilité de la mesure augmente quand la distance pointe/échantillon diminue, mais il est difficile de contrôler précisément cette distance et la température. Cette technique permet d'obtenir des cartographies de surface avec une résolution en profondeur annoncée de 3nm et une résolution latérale de 10nm.

Des modifications de ce dispositif ont été apportées pour obtenir une cartographie en température. L'échantillon est chauffé à une fréquence différente de celle qui fait vibrer la

pointe. Le dispositif fonctionne de la même manière que précédemment et donne simultanément des informations topographique et thermique. Les informations en température et celles topographiques sont difficiles à séparer, car le transfert de chaleur pour maintenir la distance sonde/échantillon est fonction des propriétés thermiques de l'échantillon [111].

Un chauffage par laser à une fréquence ω_2 (différente de ω_1) en face arrière de l'échantillon a été expérimenté [112]. La séparation des informations thermique et topographique est cette fois-ci possible mais à la condition que la température de l'échantillon ne varie pas ou faiblement au cours de la mesure par rapport à l'écart de température entre l'échantillon et la sonde.

WEAVER *et al.* ont eu l'idée d'utiliser le STM, couplé avec une sonde thermocouple adaptée à la spectroscopie d'absorption photo-thermique, pour déterminer la composition chimique d'un échantillon [107]. Comme les éléments chimiques absorbent de la lumière à des longueurs d'onde caractéristiques, une augmentation de température de l'échantillon à une certaine longueur d'onde indique que le rayonnement a été absorbé. En mesurant la température de l'échantillon en fonction de la longueur d'onde, il est possible de remonter à la composition chimique de l'échantillon connaissant le spectre d'absorption. Cette technique est appelée Tunneling Thermometer et sa sensibilité est estimée à 10mK.
En gardant l'idée principale d'obtenir simultanément des images thermique et topographique, STOPKA et OESTERSCHULZE ont développé, en 1995, un microscope qu'ils ont nommé microscope thermique à balayage (Scanning Thermal Microscope SThM) [73-75,96]. La pointe thermocouple (Au/Constantan) est directement irradiée par un faisceau laser. Deux circuits composent le montage : un premier circuit permet de maintenir la distance sonde/échantillon constante et ainsi de tracer une carte de l'état de surface ; un second circuit enregistre les variations de la tension thermoélectrique. Selon que le faisceau laser est modulé ou non (modes DC ou AC), l'image refléterait soit la conductivité thermique, soit la diffusivité thermique de l'échantillon. Malgré une résolution spatiale descendant jusqu'à 30nm, les auteurs admettent que les principaux problèmes rencontrés sont liés à la proximité sonde/échantillon et à la difficulté de séparer les informations topographique et thermique. TRANNOY précise qu'il est parfois nécessaire de se mettre dans des conditions d'expérimentation qui ne facilitent pas l'exploitation des résultats [103]. Elle dresse dans ses travaux la liste de quelques problèmes qui apparaissent au cours des manipulations et qui peuvent contrarier et influencer le courant tunnel et la tension de la jonction thermocouple :

dilatation thermique de la pointe, présence d'une couche d'eau en surface de l'échantillon, problèmes de conduction multiple entre les éléments...

En 1992, l'équipe de WICKRAMASINGHE a réussi à obtenir une cartographie dont le contraste est lié aux variations de la conductivité thermique de la surface d'un échantillon conducteur [71]. Un an plus tard, MAJUMDAR *et al.* ont développé un microscope permettant la cartographie d'échantillons aussi bien conducteurs qu'isolants [61].

1.1.4.2 L'amélioration des sondes thermiques

Trois types de sondes thermiques sont principalement utilisées dans la microscopie thermique : les pointes thermocouples, les micro-leviers, et les sondes thermo-résistives.

MAJUMDAR *et al.* ont eu l'idée de mettre au point une sonde thermocouple de type K. Ce type de sonde peut être répertorié dans une catégorie de sondes appelées pointes thermocouples. TRANNOY décrit très bien son principe [105] : « la pointe est remplacée par un thermocouple formé de deux fils, un de Chromel et un d'Alumel, pour s'apparenter à un thermocouple de type K, et ces deux fils fournissent une constante de raideur suffisante pour former un micro-levier. Pour la mesure de la déflexion de ce micro-levier, on utilise une petite plaque de verre recouverte d'une feuille métallique : ce montage simple forme le petit miroir servant à la réflexion du faisceau laser. Lorsque la sonde est en contact avec l'échantillon, la différence de température entre la pointe et l'échantillon engendre une tension thermoélectrique au niveau du thermocouple. Pendant l'exploration de l'échantillon, la température locale est mesurée, tandis que la force pointe/échantillon est maintenue constante. En maintenant le thermocouple à une température de référence, les variations de la tension thermoélectrique donnent l'image thermique de l'échantillon liée à sa température. Les images sont données avec une échelle globale de température de 1K. » Devant les problèmes de déformation et de présence d'eau augmentant la surface d'échange, MAJUMDAR affine la pointe en y collant un petit diamant. La jonction thermocouple est de 25µm et la résolution de 500nm. Enfin, en remplaçant la jonction de type K par une jonction de type Au-Pt, la précision en température passe de 1 à 0,1K [62].
D'autres techniques ont été abordées pour réduire de manière significative la taille des jonctions et par conséquence de diminuer la résolution spatiale. Tout d'abord, en utilisant des techniques d'évaporation métallique (résolution à 200nm [58,59]) ou encore en intégrant

directement le thermocouple dans le micro-levier (jonction de 10nm [97]). Enfin, la technique de lithographie par faisceau d'électrons a permis de réduire considérablement la résolution spatiale des images topographiques et thermiques (respectivement 40 et 80nm) [66].

Un autre type de sonde thermique adaptable au montage de l'AFM a été proposé par PYLKKI *et al.* [80,81] : il s'agit de la sonde thermo-résistive. « Cette sonde est composée d'un fil de Wollaston (fil de platine recouvert d'argent), ayant subi une attaque électrochimique de manière à ne laisser apparent que le fil de platine sur une longueur de 200µm. Ce fil de platine est courbé en forme de V et constitue l'élément thermo-résistif de la sonde. Cette sonde parcourue par un courant, peut être à la fois la source de chaleur et le détecteur ou simplement le détecteur selon l'intensité du courant. La technique est basée sur la variation de la résistivité électrique de la pointe en fonction de la différence de température entre la pointe et l'échantillon [105]. »
Une autre sonde thermo-résistive a été mise au point par LEDERMAN [53] puis modifiée par MILLS [67] dans le but améliorer la résolution spatiale. Cette sonde est passive et sensible aux variations de température à la surface de l'échantillon. La résolution spatiale de la sonde est estimée à 100nm et la résolution en température de l'ordre de 1K.

En 2001, une équipe allemande propose une nano-sonde thermo-résistive intégrée à un micro-levier piézo-résistif [82]. « L'élément thermo-résistif est obtenu par une technique particulière qui consiste à faire croître un fil de platine dans un faisceau d'électrons sous une atmosphère spécifique. Les résolutions spatiale et thermique annoncées sont respectivement de 20nm et 1mK. »

Enfin, on trouve un troisième type de sondes thermiques basé sur la dilatation thermique : les micro-leviers dynamiques. Ils sont construits « à partir d'une pointe AFM de nitrure de silicium mais sur laquelle est déposée une couche métallique en aluminium ou en or, de 50nm d'épaisseur par exemple [70]. L'échantillon (...) est chauffé par un courant alternatif et l'absorption de la chaleur par la pointe induit une flexion verticale du micro-levier due à la différence de dilatation thermique entre les deux matériaux qui le constituent. Avec cette sonde, on contrôle la température et la dilatation thermique du levier lesquelles sont liées dans la mesure de la déviation du spot laser. Cette technique donne une résolution en température de 3mK et une résolution latérale de 400nm [105]. »

« Une autre conception de la mesure basée sur le comportement dynamique d'une sonde AFM classique en contact avec un échantillon actif (donc chauffé) est proposée en 1999 pour obtenir la dilatation thermique locale et la température [50]. Ce nouveau microscope est appelé Scanning Joule Thermal Microscope. La résolution spatiale atteint 20nm. Cette technique a été proposée pour palier aux problèmes de fragilité des sondes thermiques. Elle n'est cependant pas simple car elle est basée sur la maîtrise de la dynamique du cantilever, problème encore délicat aujourd'hui [105]. »

1.1.4.3 Les applications du SThM et ses interprétations

Au delà de la caractérisation, le SThM est aussi utilisé pour le Contrôle Non-Destructif (CND). À cause des grandes densités de puissance dissipées dans des éléments électroniques de plus en plus petits, des points chauds apparaissent facilement. FIEGE *et al.* [25] ont testé le microscope sur des circuits intégrés et sur des MOSFET dans le but de détecter ces défauts (résolution spatiale 150nm, résolution thermique 5mK).
De leur côté, HAMMICHE *et al.* ont réalisé une analyse sub-surfacique d'un polymère dopé avec des particules métalliques [43]. À partir du dispositif expérimental, les auteurs ont simulé le dispositif expérimental pour décrire au mieux les flux de chaleur et le profil de température à la surface. La résolution annoncée est de l'ordre du micron et la profondeur de « vision » de quelques microns car elle est limitée par le bruit de fond. Cependant, l'analyse sub-surfacique est perturbée par la rugosité de la surface, ce qui entraîne des variations de flux de chaleur. La même équipe [95] quelques années plus tard s'est encore penchée sur l'imagerie sub-surfacique mais cette fois par tomographie (application médicale) : c'est-à-dire qu'en même temps que la sonde du SThM balaye la surface, cette dernière est modulée en fréquence pour obtenir des informations en profondeur. Les auteurs obtiennent une cartographie en trois dimensions de la conductivité thermique du volume d'étude.

La liste non-exhaustive d'applications précédemment citée permet d'obtenir d'excellents résultats en terme qualitatif. Cependant, pour obtenir des informations quantitatives, beaucoup d'auteurs s'accordent à dire qu'il est très difficile de séparer les informations thermiques et topographiques et ainsi de savoir réellement ce que l'on mesure.
Il est très difficile de prendre en compte l'ensemble des phénomènes entrant en compte lors des mesures ; en effet, lorsque la pointe de la sonde s'approche de la surface de l'échantillon, elle perturbe la zone de mesure. Plusieurs phénomènes entrent en jeu [84] : conduction

sonde/échantillon (effet d'ailette), résistances de contact et de constriction entre la sonde et la surface, conduction via le ménisque d'eau présent autour de la sonde (Figure 1.08), perturbations électriques importantes liées aux forts courants traversant certains composants électroniques...

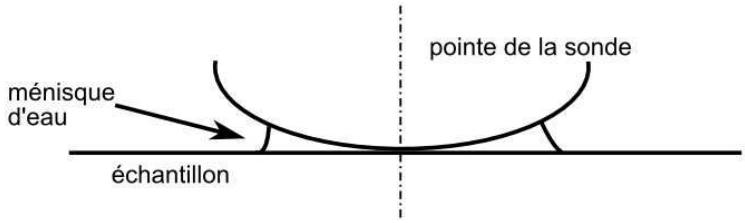


Figure 1.08 – ***Schéma de la présence d'humidité aux abords de la sonde sur l'échantillon.***

Tous ces phénomènes définissent une résistance de contact difficile à définir. De plus, la fabrication d'une sonde est problématique puisque, d'une part, certaines ont une durée de vie limitée (voire très limitée) et d'autre part, deux sondes identiques à l'œil nu n'ont pas souvent les mêmes propriétés intrinsèques, il y a donc un problème de reproductibilité. SHI *et al.* ont développé un procédé de fabrication permettant d'en fabriquer 300 en une seule fois. Les auteurs annoncent une résolution inférieure à 100nm, malheureusement, la durée de vie de ces sondes reste encore très courte [92].

Des échanges thermiques pas très bien cernés et des sondes aux propriétés changeantes ont contraint de nombreuses équipes à développer des techniques de calibrations prenant en compte le maximum de paramètres possibles (équation de la chaleur, conditions limites et temporelles...) [14,19,22,29-30,34,53] pour remonter à une information quantitative thermiquement (température, conductivité thermique, diffusivité thermique...).
Plusieurs modèles ont été proposés pour donner une interprétation quantitative des images thermiques. Au départ, ils considéraient que la puissance nécessaire pour maintenir constante la température de la sonde était égale au flux de chaleur allant de la sonde à l'échantillon. RUIZ *et al.* ont proposé une procédure de calibration basée sur l'évolution de la conductivité thermique dans un échantillon. Ils ont obtenu une loi parfaitement linéaire entre les pertes de chaleur dans la sonde et la conductivité thermique d'échantillons connus [86]. MAJUMDAR *et al.* ont suggéré que les pertes étaient non-linéaires et que la majorité de la conduction de chaleur allait plutôt en direction du support de la sonde qu'en direction de la sonde vers l'échantillon [63], informations confirmées par GOMÈS *et al.* [31]. Ils ont obtenu une loi

entre la puissance injectée dans la sonde et la conductivité thermique de l'échantillon supposé comme étant non-linéaire.

L'utilisation du SThM reste un puissant outil de travail pour ce qui est de l'imagerie thermique donnant naissance à de nombreuses applications dans ce domaine [4,7,12,35-38]. Mais le SThM reste encore difficile à étalonner du fait des problèmes liés à la réalisation des sondes ou bien à la prise en compte des effets thermiques mis en jeu [23,25].

1.1.4.4 La microscopie thermique appliquée au SNOM

Comme pour le SThM, si les SNOM peuvent délivrer une image avec une résolution facilement sub-micrométrique, il est toujours aussi difficile de séparer les informations thermiques de celles topographiques [84]. Des mesures par un SNOM thermique ont été effectuées à l'aide d'une fibre optique remplie de Rhodamine et d'un détecteur InSb [100] : les auteurs annoncent une résolution de l'ordre de $\lambda/6$ et $\lambda/12$, mais butent toujours sur les séparations des informations (Figure 1.09).

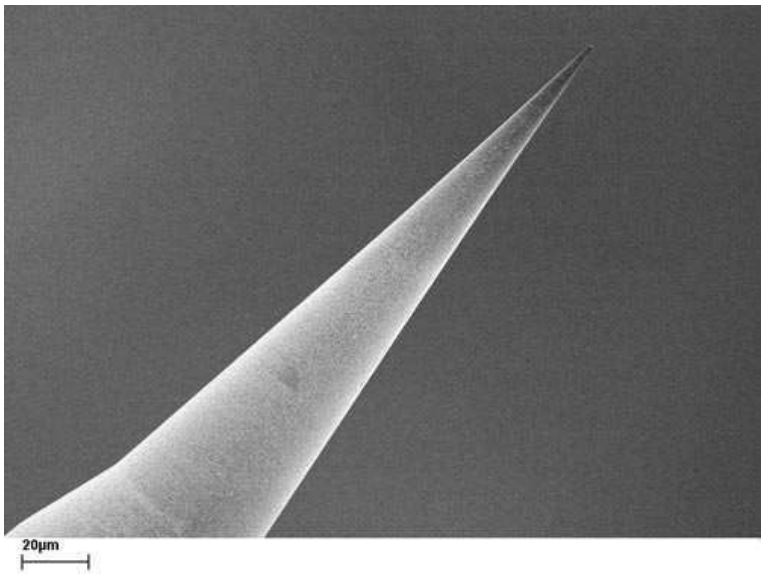


Figure 1.09 – ***SNOM couplé avec une fibre optique remplie de Rhodamine [100].***

1.2 Les techniques « champ lointain »

Pour les mesures thermiques, on a vu que les techniques en champ proche sont séduisantes du point de vue de la résolution spatiale qu'il est possible d'atteindre et pour l'aspect qualitatif, mais il n'en est pas de même pour l'aspect quantitatif. De plus, toutes ces techniques ne permettent pas de faire des mesures à hautes températures qui risquent d'endommager l'ensemble du dispositif à cause de sa proximité avec la surface. Pour cela, il est intéressant d'envisager des solutions champ lointain. Ce n'est alors plus la même physique qui rentre en jeu : la physique en champ proche est remplacée par celle en champ lointain, bien connue, plus classique, et plus simple à réaliser ; les capteurs mesurent cette fois-ci le rayonnement électromagnétique thermique issu de la surface visée. Il reste à se poser la question du choix de la longueur d'onde à utiliser.

1.2.1 L'utilisation des grandes longueurs d'onde

Des procédés ont été développés pour mesurer des températures à l'échelle microscopique ; c'est le cas des méthodes qui utilisent le rayonnement thermique et qui ont pour intérêt de ne pas perturber la zone de mesure. Cependant, la taille des zones mesurées est limitée par la longueur à laquelle travaille le détecteur (ou pyromètre). En effet, la limite de diffraction démontrée par RAYLEIGH [44,69] impose que l'image de deux points ne peut être distincte que si la distance qui les sépare est inférieure à la longueur d'onde du détecteur ($\Delta x \approx \lambda$).

Les caméras de thermographie infrarouge utilisent le principe du champ lointain [77]. Elles considèrent que le signal mesuré qu'elles mesurent est proportionnel au flux émis par la surface ($U(T) = s\int_{\lambda_j}^{\lambda_i} \varepsilon_\lambda M_\lambda^o(T) d\lambda$). Elles travaillent principalement dans les gammes suivantes : [3µm – 5µm] et [8µm – 12µm]. Si les distances sont très importantes, il est difficile de réaliser des mesures entre 5µm et 8µm car le rayonnement est absorbé par l'atmosphère (Figure 1.10).

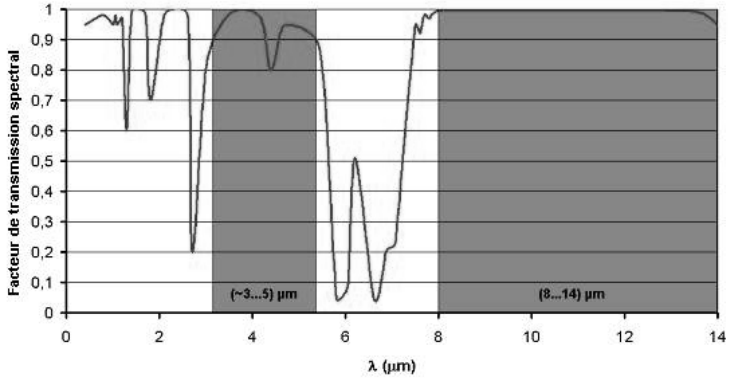


Figure 1.10 – ***Mise en évidence de l'absorption du rayonnement par l'atmosphère entre 5µm et 8µm.***

Dès lors, les caméras qui utilisent l'infrarouge peuvent théoriquement mesurer des températures sur des zones de quelques micromètres. La caméra et les détecteurs IR permettent de faire des mesures de température à l'ambiante car le flux émis dans l'IR est important, ce qui est illustré sur la Figure 1.11 qui définit la loi de PLANCK (Second Chapitre) pour plusieurs températures. Il apparaît clairement que la sensibilité de la mesure pour des basses températures est plus importante que pour de grandes températures. Plus la température est élevée, plus la pente est faible, ce qui peut entraîner des erreurs importantes sur la température. De plus, il faut prendre en compte l'émissivité spectrale de la surface visée. Comme le domaine spectral des caméras est large, il est difficile de considérer l'émissivité comme constante sur une gamme spectrale aussi large.

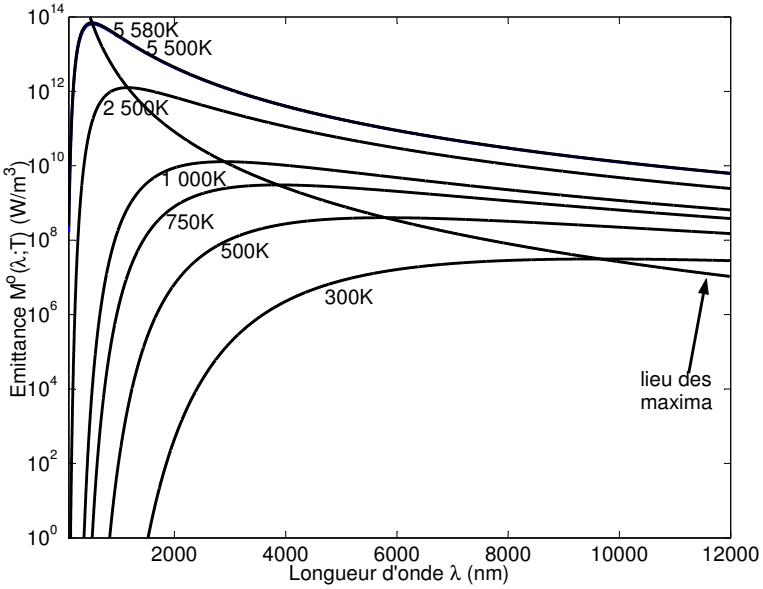


Figure 1.11 – L*oi de PLANCK.*

1.2.2 L'utilisation des courtes longueurs d'onde

Le sujet de cette étude étant orienté sur les mesures précises de hautes températures à l'échelle microscopique, il apparaît intéressant de se tourner vers les courtes longueurs d'onde pour la mesure. En effet, au regard de la Figure 1.11, la sensibilité de la mesure paraît bien plus grande dans les ultraviolets que dans les infrarouges pour de fortes températures et l'utilisation de courtes longueurs d'onde permet de sonder des surfaces plus petites (limite de diffraction liée au critère de RAYLEIGH). Dernier point, la gamme ultraviolette allant de 0,100µm à 0,4µm, s'il y a des variations d'émissivité, elles se font dans une plus courte gamme de longueur d'onde.

Le pionnier de la mesure ultraviolette est HERVÉ [45]. Il a le premier mis au point une méthode de mesure de la température de luminance sans contact à l'aide d'un pyromètre fonctionnant dans la gamme spectrale ultraviolette ([0,100µm – 0,400µm]). Il met en avant dans ses travaux l'intérêt de la mesure aux courtes longueurs d'onde. Il explique que la mesure de la température est très peu sensible à l'émissivité dans cette gamme spectrale [46]. Il démontre, d'une part la faisabilité de cette mesure, et d'autre part l'amélioration de la précision de la mesure de température due à la forte sensibilité du signal à la température (une variation de 10K modifie de 50% la valeur du signal).

Descendre dans l'échelle spectrale présente cependant ses limites puisque l'énergie émise par la surface devient de plus en plus faible (elle devient même discontinue) pour une température donnée. Pour la mesure, il est nécessaire d'avoir recours à un détecteur quantique et à une technique de comptage de photons [47,76]. Au photomultiplicateur (Photo-Multiplicateur Tube PMT) peut être adapté un système de refroidissement. Une équipe italienne a récemment étudié la fiabilité d'un tel refroidissement de la cellule [78]. Ce moyen est très utile dans le sens où l'émission photonique enregistrée par le détecteur peut être biaisée par la présence d'un bruit intrinsèque au capteur (bruit électronique).

Nombre des travaux réalisés par HERVÉ sont des applications sur sites industriels. L'utilisation de l'ultraviolet sur ce type de site a son avantage dans le sens où le rayonnement solaire et l'éclairage artificiel qui se réfléchissent sur les objets dans le domaine du visible, sont arrêtés respectivement par la couche d'ozone et leur enveloppe.

1.3 La méthode multi-spectrale

La technique multi-spectrale, est expliquée plus précisément au Second Chapitre. Elle repose sur le rapport de mesures faites à une seule température T mais à différentes longueurs d'onde. Ce rapport permet d'éliminer des termes comme la fonction de transfert du détecteur ou encore l'émissivité spectrale de la surface (à condition que ces grandeurs ne dépendent pas de la longueur d'onde).

La méthode multi-spectrale (ou multi-couleur) abordée s'adapte très bien aux mesures en champ lointain quelle que soit la gamme spectrale utilisée. Son principe a été présenté pour la première fois par CAMPBELL en 1925 [11] avec deux couleurs. Le principe a ensuite été étendu à trois (1954) [80], quatre puis six couleurs [16,60]. Ce sont CASHDOLLAR [12] et SVET *et al.* [98], tous les deux en 1979, qui ont appliqué ces techniques respectivement pour la mesure de la température de flammes avec trois longueurs d'onde et pour la mesure de la température de surface avec quatre longueurs d'onde.

GARDNER en 1980 [27] propose un pyromètre à six couleurs qui travaille entre [0.75µm – 1.6µm] pour des températures comprises entre 1 100K et 1 700K (Figure 1.12). Il cherche à déterminer simultanément l'émissivité et la température à l'aide de filtres passe-bande (d'une largeur comprise entre 0,07µm et 0,09µm). Le signal est collecté par une première lentille, puis concentré par un collimateur en direction des filtres. Les détecteurs photovoltaïques placés derrière les filtres, reçoivent une image dans leur gamme spectrale. Le signal de sortie est amplifié et converti en une information proportionnelle au signal initial.

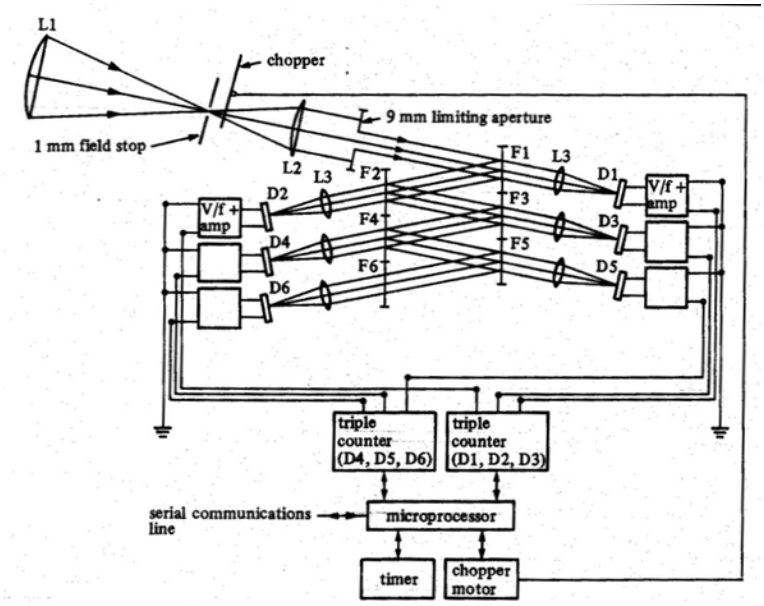


Figure 1.12 – ***Dispositif pyrométrique à six couleurs de GARDNER [27].***

La bande spectrale de travail est large et les auteurs considèrent que l'émissivité varie linéairement en fonction de la longueur d'onde. Ils utilisent un modèle non-linéaire d'ajustement de type moindres carrés pour remonter à la température et à l'émissivité. Si l'émissivité ne peut pas être considérée comme constante, NORDINE, qui a travaillé sur des pyromètres à une, deux, et trois couleurs [72], explique que la méthode est d'écrire ε_λ comme une fonction de λ qui contient (n – 1) paramètres ajustables dans un pyromètre à n couleurs (T étant le dernier paramètre à définir). Il se penche également sur le moyen de calibrer le pyromètre et préconise l'utilisation des points de fusion plutôt que d'un corps noir, qui est toujours difficile à contrôler. C'est ce qu'ont fait HIERNAUT *et al.* [48] en mesurant le point de fusion et l'émissivité de neuf métaux (entre 0,5µm et 1µm). Ils ont constaté que la pente de l'émissivité changeait autour du point de fusion de certains matériaux. Pour chaque longueur d'onde, l'émissivité est de la forme $\ln\varepsilon(\lambda_i;T)=a(T)+b(T)\lambda_i$. Ils annoncent une précision de la mesure de la température de fusion autour de 0,5%.

En 1989, DEWITT *et al.* [21] mesurent par un pyromètre à quatre couleurs (0,53µm, 1,06µm, 3,8µm, et 7,8µm) la température et l'émissivité d'un échantillon de composite carbone/phénolique irradié par laser. L'émissivité est toujours considérée comme un polynôme de la forme $\ln\varepsilon(\lambda_i;T)=a(T)+b(T)\lambda_i$. Les auteurs estiment à 10% près l'émissivité à la plus courte longueur d'onde et à 1,4% pour les autres, ce qui donne une précision à 1% en température.

Suite à ces améliorations, la technique a été utilisée dans des applications industrielles : TSAI *et al.* [106] et WEN *et al.* [109] l'ont utilisée sur des alliages d'aluminium industriel. TSAI fait également état de la dépendance de l'émissivité en fonction du temps ; en effet, sur des matériaux à hautes températures, l'état de la surface a une influence sur la valeur de l'émissivité (oxydation en surface). Nous voyons ici apparaître l'intérêt de l'UV qui, compte tenu du fait de la forte variation du signal, nous permet de travailler sur une gamme spectrale étroite où la mesure reste moins sensible à ces variations.

Autres cas industriels, LEGRAND [55] et MERIAUDEAU [65] ont respectivement appliqué la technique multi-spectrale au CND à haute et basse température par thermographie et à la mesure de température en temps réel à l'aide d'une caméra CCD (méthode six couleurs).

Conclusion

Ce chapitre a fait état de quelques techniques permettant de mesurer la température à l'échelle microscopique.

Les premières techniques permettent de réaliser des cartographies de surface à l'échelle de l'atome, les mesures thermiques par ces techniques restant délicates. En effet, la seule présence de la sonde aux alentours de la surface perturbe fortement la mesure ; les informations thermiques deviennent alors difficilement séparables des informations topographiques. De plus, certaines mesures restent difficiles car parfois la surface est inaccessible à la mesure et requièrent un étalonnage.

Les techniques non-intrusives d'optique classique permettent de mesurer à longues distances à l'aide du rayonnement thermique. Et même si les performances ne sont pas celles des microscopes à champ proche, la résolution spatiale, qui est limitée par la longueur d'onde de mesure, atteint théoriquement quelques micromètres.
À première vue, il semble intéressant de travailler avec les infrarouges car les énergies sont facilement mesurables même pour des températures de surface proches de l'ambiante. Mais à ces longueurs d'onde, la sensibilité est très faible à la moindre variation de température et l'émissivité peut varier fortement avec la longueur d'onde car la fenêtre spectrale des détecteurs est grande.
Il apparaît alors intéressant de descendre en longueur d'onde, et cela pour plusieurs raisons : tout d'abord la courbe de PLANCK présente une sensibilité plus forte quand la longueur d'onde diminue ; d'autre part, l'émissivité des matériaux a tendance à augmenter quand λ diminue ; enfin, la limite de diffraction permet d'augmenter la résolution spatiale de mesure.
Cependant, la mesure aux courtes longueurs d'onde nécessite une température de surface conséquente. Les énergies sont très faibles et le flux que l'on désire mesurer est une grandeur discontinue. Il apparaît alors judicieux d'employer des techniques de comptage de photons au moyen d'un photomultiplicateur (lequel peut être refroidi pour diminuer le bruit parasite), associé à une méthode multi-spectrale pour s'affranchir de l'émissivité locale de la surface.

Second chapitre

Le rayonnement thermique aux courtes longueurs d'onde

Sommaire

Second chapitre – Le rayonnement thermique aux courtes longueurs d'onde *p.41*

Introduction **p.43**

2.1 La radiométrie thermique **p.44**

2.1.1 La notion d'onde/corpuscule **p.44**

2.1.2 L'angle solide **p.45**

2.1.3 Les grandeurs énergétiques **p.46**

2.1.3.1 La luminance *p.46*

2.1.3.2 L'émittance *p.46*

2.1.3.3 L'émissivité *p.47*

2.2 Le rayonnement thermique aux courtes longueurs d'onde **p.48**

2.2.1 La loi de PLANCK **p.48**

2.2.2 L'intérêt des courtes longueurs d'onde **p.49**

2.2.2.1 L'émissivité des matériaux aux courtes longueurs d'onde *p.49*

2.2.2.2 Un comparatif ultraviolet-visible/infrarouge *p.50*

2.2.2.3 La méthode multi-spectrale *p.53*

2.2.2.4 L'erreur sur la mesure *p.57*

2.3 L'approche photonique du rayonnement thermique **p.63**

2.4 L'émission photonique : une grandeur statistique aléatoire **p.65**

2.4.1 L'approche statistique du flux photonique **p.65**

2.4.2 L'effet du bruit expérimental sur la mesure du flux photonique **p.68**

2.5 La limite de diffraction **p.70**

Conclusion **p.71**

Introduction

Ce chapitre reprend les approches classiques du rayonnement thermique et les définitions des principales grandeurs utilisées par la suite.

Il est important de rappeler que dans cette partie théorique, seules les lois classiques du rayonnement sont utilisées : loi de PLANCK, loi de déplacement de WIEN ou encore approximation de WIEN. Ces dernières étant appliquées aux courtes longueurs d'onde. À partir de là, plusieurs questions se posent : quels sont les avantages à travailler dans la gamme spectrale ultraviolet-visible par rapport aux infrarouges ? Quels paramètres engendrent des erreurs ? Quelle est la tendance des matériaux à émettre dans les ultraviolets et le visible par rapport aux infrarouges ?... De ces quelques questions (liste non exhaustive), nous tenterons de faire ressortir les avantages et les inconvénients de l'utilisation des courtes longueurs d'onde.

À de très petites échelles, le principal inconvénient de l'utilisation des courtes longueurs d'onde est la nécessité d'avoir des températures élevées pour obtenir des signaux exploitables en terme de flux. Or, l'objet de ces travaux est la mesure de températures moyennes sur des surfaces de dimensions micrométriques (de l'ordre de 1 200°C et moins). Le flux radiatif, qui est une grandeur continue, devient une grandeur discrète ; c'est pourquoi nous présenterons les mêmes lois du rayonnement thermique en terme de flux photonique, qui est une adaptation de la loi de PLANCK mais exprimée en photons/s. De là, nous pourrons remonter à la température.

Un paragraphe est consacré à l'aspect microscopique de l'étude : comme le dispositif de mesure est un microscope optique équipé d'un objectif ultraviolet-visible (Troisième Chapitre), le principe de la limite de diffraction de RAYLEIGH est rappelé et développé.

Une dernière partie est consacrée à l'erreur de mesure due au caractère aléatoire de l'émission photonique (biais) et à sa prise en compte dans les mesures.

2.1 La radiométrie thermique

2.1.1 La notion onde-corpuscule

Le rayonnement thermique est une onde électromagnétique. Cette onde est la résultante d'un champ magnétique et d'un champ électrique sinusoïdaux de supports perpendiculaires, en translation à la même vitesse *c*, selon une direction orthogonale à ces deux supports (Figure 2.01).

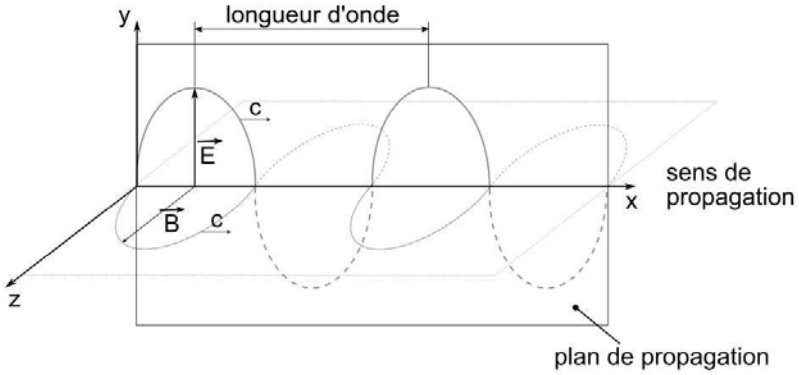


Figure 2.01 – ***Propagation d'une onde électromagnétique.***

Une onde électromagnétique est caractérisée par son vecteur d'onde et sa fréquence. Le rayonnement thermique abordé ici, possède une gamme spectrale communément étendue entre $0{,}100\mu m < \lambda < 100\mu m$. Cette gamme spectrale inclut les ultraviolets ([0,100µm – 0,380µm]), le visible ([0,380µm – 0,760µm]) et l'infrarouge ([0,760µm – 100µm]).

La physique quantique a montré que les ondes électromagnétiques pouvaient transporter leur énergie grâce aux photons. La quantité d'énergie transportée par un photon E_λ, est définie par la relation (2.01).

$$E_\lambda = hc_o / \lambda \qquad (2.01)$$

Cette énergie s'exprime en Joule (J). Elle est fonction de la longueur d'onde λ, de la constante de PLANCK $h = 6{,}62.10^{-34}$J.s, et de la vitesse de la lumière dans le vide $c_o = 3.10^8 m.s^{-1}$. L'indice de l'air étant très proche de celui du vide, on peut noter sans trop se tromper, que

$E_\lambda = hc/\lambda$ dans le cas où l'onde se propage dans l'air ($c = c_o/n$, n étant l'indice de réfraction du milieu).

2.1.2 L'angle solide

La définition de l'angle solide élémentaire (exprimée en stéradian sr) est rappelée dans l'équation (2.02) où $d^2S\cos\varphi$ est la surface vue du point O, φ l'angle de cette surface avec la direction OO' ($d^2S\cos\varphi$ est appelée surface apparente), et $R = ||\overrightarrow{OO'}||$ (Figure 2.02).

$$d^2\Omega = \frac{d^2S\cos\varphi}{R^2} \qquad (2.02)$$

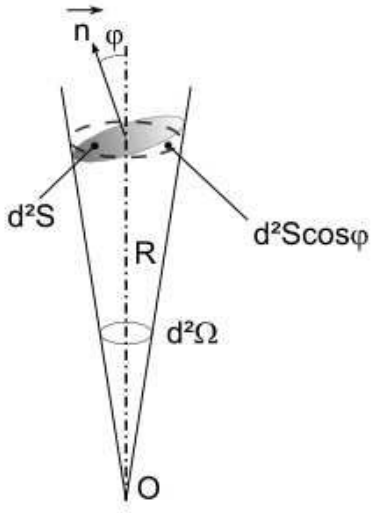


Figure 2.02 – ***Angle solide.***

Si une surface plane horizontale émet sur tout le demi-espace supérieur, on montre aisément que l'angle solide vaut 2π sr. Si elle peut émettre dans tout l'espace, son angle solide vaut 4π sr.

2.1.3 Les grandeurs énergétiques

2.1.3.1 La luminance

On considère un élément $d^2\Sigma$ d'une surface Σ orientée suivant une normale $\vec{n}$ qui émet un flux $d^4\Phi_{émis}(\theta,\varphi)$ dans un angle solide $d^2\Omega$ selon une direction d'angles θ et φ par rapport à sa normale $\vec{n}$ (Figure 2.03). On peut définir la luminance $L(\theta,\varphi)$ de $d^2\Sigma$ par :

$$d^4\Phi_{émis}(\theta,\varphi) = L(\theta,\varphi)d^2\Sigma\cos\theta d^2\Omega \qquad (2.03)$$

qui est la densité de flux issue d'une surface, émise dans une certaine direction et dans un certain angle solide. Elle s'exprime en $W.m^{-2}.sr^{-1}$. Si la luminance reste la même quelle que soit la direction d'émission, elle est dite isotrope ou lambertienne et alors $L(\theta,\varphi) = L$ = cte. En pratique, la luminance est surtout fonction de θ et peu de φ pour les corps isotropes [87], cette constatation est prise en compte par la suite.

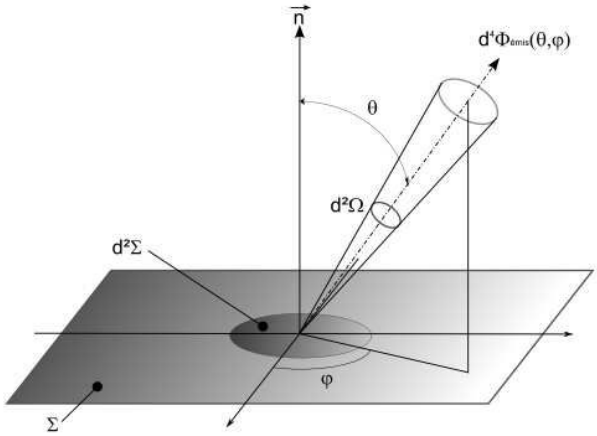


Figure 2.03 – ***La luminance : flux émis dans une direction particulière.***

2.1.3.2 L'émittance

L'émittance M est définie comme la densité de flux quittant $d^2\Sigma$ dans tout le demi-espace supérieur soit :

$$d^2\Phi_{émis} = Md^2\Sigma \qquad (2.04)$$

avec : $$d^2\Phi_{émis} = \iint_{\cap} d^4\Phi_{émis} = \iint_{\cap} Ld^2\Sigma d^2\Omega cos\theta \qquad (2.05)$$

Dans le cas d'une luminance lambertienne, alors :

$$M = \pi L \qquad (2.06)$$

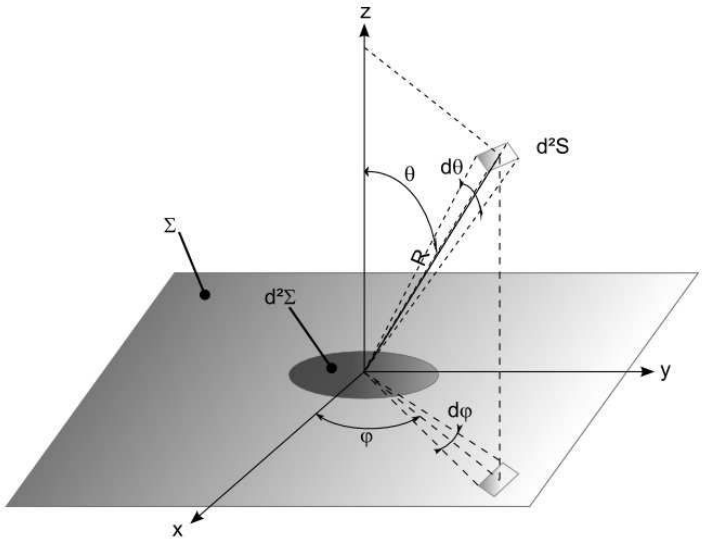


Figure 2.04 – ***Expression de d²S en coordonnées polaires.***

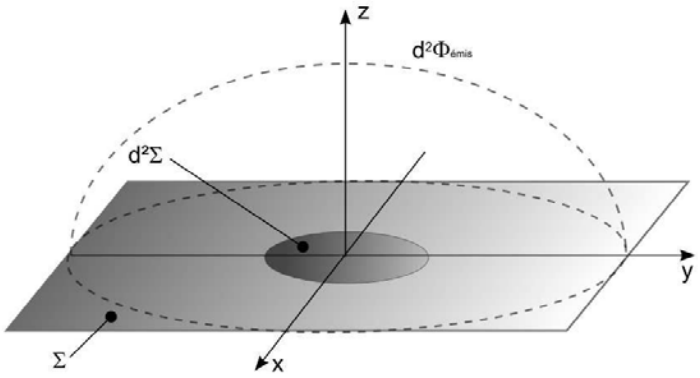


Figure 2.05 – ***L'émittance : le flux est émis dans tout le demi-espace supérieur*** $\cap$

2.1.3.3 L'émissivité

On rappelle brièvement que le flux radiatif est fonction d'un facteur dépendant entre autres de l'état de surface, de la direction ou encore de la longueur d'onde qui est l'émissivité ε'_λ. Dans

le cas de cette étude, on considère qu'il est seulement fonction de la longueur d'onde et qu'on le note sous la forme ε_λ.

2.2 Le rayonnement thermique aux courtes longueurs d'onde

2.2.1 La loi de PLANCK

PLANCK a montré que la luminance, c'est-à-dire la densité de flux énergétique $d^4\Phi_{émis}(\theta,\varphi)$ qu'émet une surface idéale (« noire ») $d^2\Sigma$ dans une direction particulière de l'espace d'angle solide $d^2\Omega$, peut être décrite par la loi suivante :

$$L(\lambda;T) = \frac{2hc^2\lambda^{-5}}{e^{\frac{hc}{k_b\lambda T}} - 1} \tag{2.07}$$

avec k_b = 1,3808.10^{-23}J.K^{-1}, étant définie comme la constante de BOLTZMANN. Si le flux est émis dans les 2π sr de l'espace, alors on peut aussi définir l'émittance du corps noir :

$$M(\lambda;T) = \frac{2\pi hc^2\lambda^{-5}}{e^{\frac{hc}{k_b\lambda T}} - 1} \tag{2.08}$$

Il est également commun de mettre cette expression sous la forme :

$$M(\lambda;T) = \frac{C_1\lambda^{-5}}{e^{C_2/\lambda T} - 1} \tag{2.09}$$

avec (dans le vide) $C_1 = 2\pi hc_o$ = 3,741.10^{-16}W.m^2 et $C_2 = hc_o/k_b$ = 0,014388m.K. La Figure 2.06 présente la loi de PLANCK en fonction de la longueur d'onde pour différentes températures allant de l'ambiante (300K) à celle du soleil (5 580 K). La distribution d'énergie d'un corps à température T_1 est toujours située en dessous de la courbe d'un corps à température $T_2 > T_1$, et cela, quelle que soit la longueur d'onde.

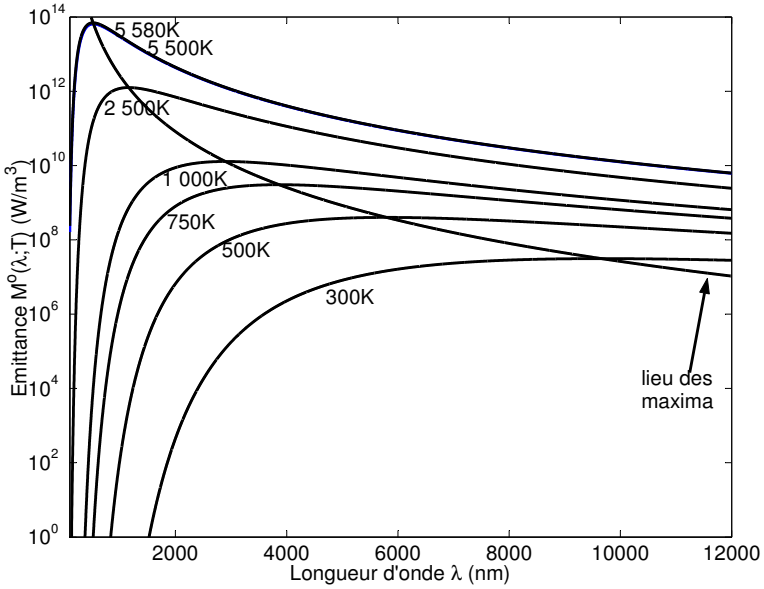


Figure 2.06 – ***L'émittance du corps noir.***

2.2.2 L'intérêt des courtes longueurs d'onde

2.2.2.1 L'émissivité des matériaux aux courtes longueurs d'onde

De nombreux matériaux voient leur émissivité augmenter quand la longueur d'onde diminue mais également se stabiliser dans les ultraviolets [46-47,102]. Cette tendance est présentée sur la Figure 2.07 pour un petit nombre d'entre eux et offre des avantages qui seront développés ultérieurement.

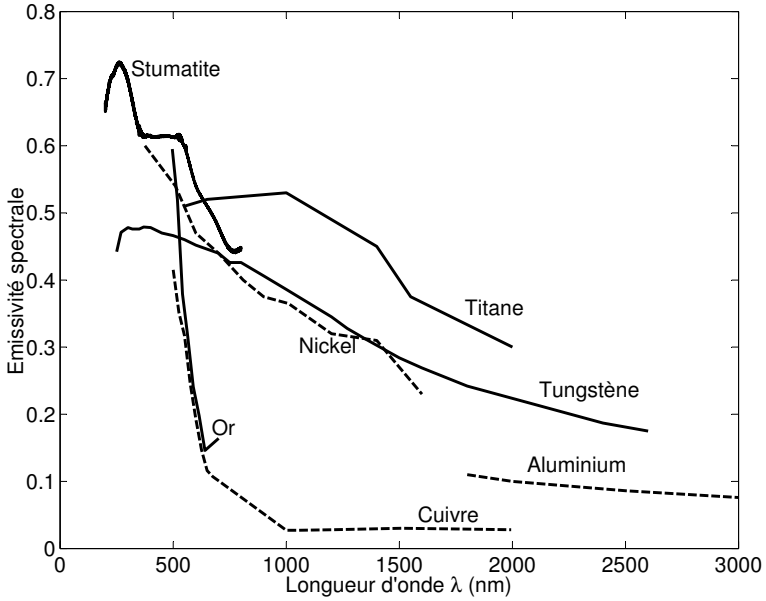


Figure 2.07 – ***Émissivités de plusieurs matériaux en fonction de la longueur d'onde [101].***

2.2.2.2 Un comparatif ultraviolet-visible/infrarouge

Plusieurs notions sont à prendre en compte dans un comparatif ultraviolet-visible/infrarouge :

- la sensibilité de l'émittance à la température,
- le niveau absolu de l'émittance,
- l'émissivité en tant que telle et sa conséquence sur la détermination de la température.

Pour les faibles longueurs d'onde, la loi de PLANCK peut être simplifiée par l'approximation de WIEN :

$$M_\lambda(T) = \varepsilon_\lambda C_1 \lambda^{-5} e^{-C_2/\lambda T} \qquad (2.10)$$

pour $\lambda T \ll 14\,000\mu m.K$ (en pratique pour $\lambda T < 3\,000\mu m.K$).

L'approximation de WIEN met en évidence les très fortes variations de l'émittance avec la température [84] : plus la longueur d'onde est faible, plus l'énergie émise est sensible à la température et cela, indépendamment de son niveau absolu (cet aspect sera détaillé avec la méthode multi-spectrale).

En ce qui concerne le niveau absolu de l'émittance, la Figure 2.08 illustre les quatre bandes spectrales suivantes :

[0,01µm – 0,4µm]	ultraviolet	[3µm – 5µm]	infrarouge IR-I
[0,4µm – 0,8µm]	visible	[8µm – 12µm]	infrarouge IR-II

sur lesquelles est intégrée l'émittance.

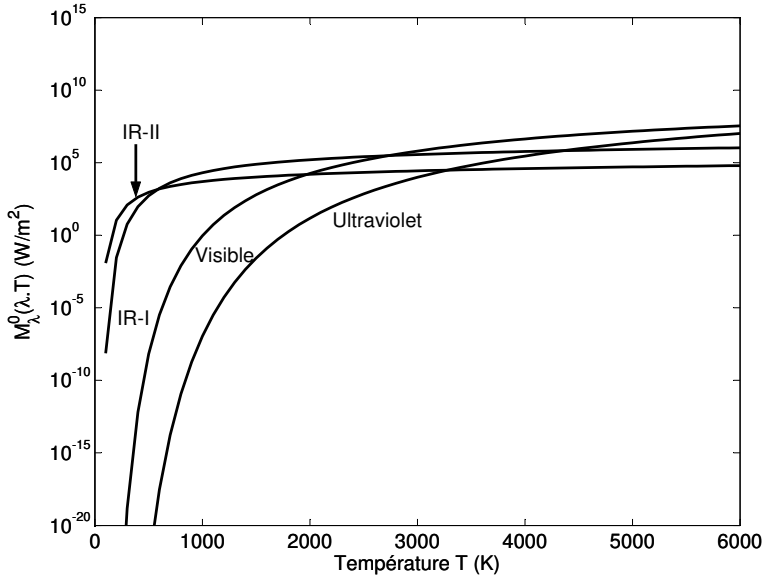


Figure 2.08 – ***Émittance intégrée sur plusieurs bandes spectrales.***

Il semble intéressant de changer de gamme de longueur d'onde à partir de certains seuils de température : en effet, les courbes d'émission se croisent, ce qui implique une inversion des performances potentielles de deux bandes de détection en terme de niveau d'émittance. Ces inversions se produisent lorsque l'on passe de la bande IR-I à la bande IR-II à partir de 582K (282°C) ou de la bande IR-II au visible à 1 973K (1 700°C) ou enfin de l'IR-II à l'ultraviolet à 3 280K (3 000°C). Il est clair que si le niveau d'émittance était à prendre en compte, les températures nécessaires pour réaliser des mesures dans l'ultraviolet seraient visiblement très élevées.

Enfin, en ce qui concerne l'émissivité, il est intéressant de déterminer la relation entre la température T vraie de la surface d'émissivité ε_λ et la température de luminance T_L qui suppose la surface noire, soit en utilisant l'expression (2.10) :

$$C_1\lambda^{-5}e^{\frac{-C_2}{\lambda T_l}} = \varepsilon_\lambda C_1\lambda^{-5}e^{\frac{-C_2}{\lambda T}} \tag{2.11}$$

$$\frac{1}{T} = \frac{1}{T_L} + \frac{\lambda}{C_2} ln(\varepsilon_\lambda) \tag{2.12}$$

Cette relation montre que la température de luminance est toujours inférieure à la température vraie ($\ln(\varepsilon_\lambda)$ est négatif). Ainsi, à partir de la Figure 2.07 qui montre la tendance de

l'émissivité des matériaux à croître quand la longueur d'onde diminue, la différence entre la température de luminance T_L et la température vraie T de la surface, exprimée par la relation (2.12), est d'autant plus faible que λ est petit ; le produit $\lambda\ln(\varepsilon_\lambda)$ tendant rapidement vers 0 avec λ (Figure 2.09).

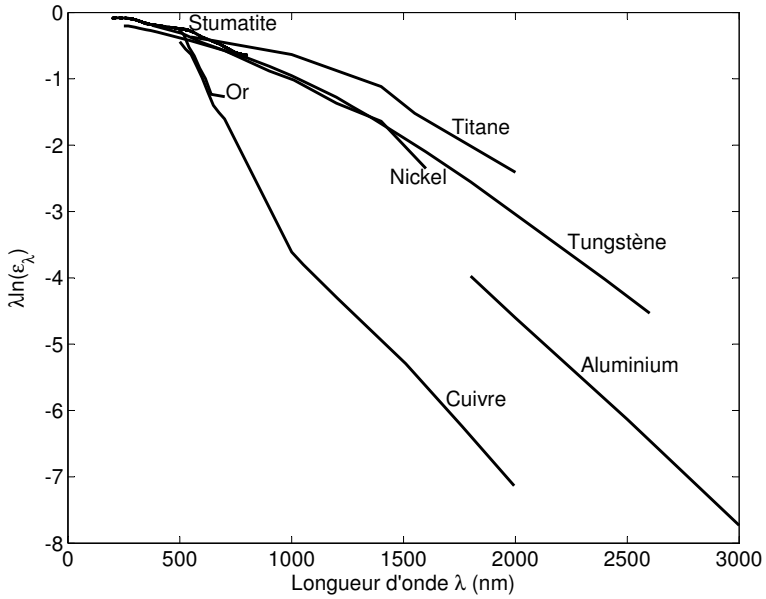


Figure 2.09 - *$\lambda ln(\varepsilon_\lambda) = f(\lambda)$ pour les éléments déjà présentés sur la Figure 2.07.*

Pour appuyer un peu plus l'intérêt d'utiliser les courtes longueurs d'onde, on peut partir de la loi de DRUDE [83,99] sur les ondes électromagnétiques. Pour les matériaux diélectriques, le coefficient monochromatique d'absorption K_υ (aussi noté α_υ) s'exprime sous la forme suivante :

$$K_\nu = \frac{4\pi\chi_\nu}{\lambda_o} \tag{2.13}$$

où χ_υ est l'indice d'extinction de l'onde. Si le matériau est un métal ou un diélectrique imparfait, alors :

$$K_\nu = \frac{4\pi\chi_\nu}{\lambda_o} = \frac{4\pi}{\lambda_o}\sqrt{\frac{\mu_o c_o \lambda_o}{4\pi r_e}} = \sqrt{\frac{4\pi\mu_o c_o}{r_e\lambda_o}} \approx A\lambda_o^{-1/2} \tag{2.14}$$

où r_e est la résistance électrique. La relation (2.14) énonce que le coefficient monochromatique d'absorption est inversement proportionnel à la longueur d'onde. De plus, à partir de la loi de KIRCHHOFF (2.15) et en considérant le matériau comme lambertien, on peut donc en conclure que l'émissivité augmente lorsque la longueur d'onde diminue.

$$\alpha'_\lambda = \varepsilon'_\lambda \tag{2.15}$$

2.2.2.3 La méthode multi-spectrale

Il est possible de déterminer la température d'une surface grâce à l'approximation de WIEN (2.10), à condition d'en connaître l'émissivité. Cependant, si l'émissivité est inconnue, le rapport de deux signaux mesurés à des longueurs d'onde différentes mais proches l'une de l'autre, permet de remonter à la température indépendamment de l'émissivité. Cette méthode dite « multi-spectrale » [27] permet de s'affranchir non seulement de l'émissivité mais aussi d'autres paramètres inconnus propres au capteur (émissivité, fonction de transfert du système de mesure...).

Soient deux mesures de flux effectuées à des longueurs d'onde λ_i et λ_j pour une température T :

$$M(\lambda_i;T) = \varepsilon_{\lambda_i} C_1 \lambda_i^{-5} e^{-C_2/\lambda_i T} \tag{2.16}$$

$$M(\lambda_j;T) = \varepsilon_{\lambda_j} C_1 \lambda_j^{-5} e^{-C_2/\lambda_j T} \tag{2.17}$$

Le rapport des mesures $\alpha(\lambda_i,\lambda_j;T)$ est introduit :

$$\alpha(\lambda_i,\lambda_j;T) = \frac{M_{\lambda_i}(T)}{M_{\lambda_j}(T)} = \frac{\varepsilon_{\lambda_i}}{\varepsilon_{\lambda_j}} \left(\frac{\lambda_i}{\lambda_j}\right)^{-5} e^{-\frac{C_2}{T}\left(\frac{1}{\lambda_i}-\frac{1}{\lambda_j}\right)} \tag{2.18}$$

La méthode multi-spectrale nécessite d'avoir λ_i et λ_j aussi proche l'une de l'autre de manière à pouvoir faire l'hypothèse que $\varepsilon_{\lambda_i} = \varepsilon_{\lambda_j}$. Ainsi, la formule (2.18) donne :

$$T = \frac{-C_2\left(\frac{1}{\lambda_i} - \frac{1}{\lambda_j}\right)}{ln\left(\frac{M_{\lambda_i}}{M_{\lambda_j}}\frac{\varepsilon_{\lambda_j}}{\varepsilon_{\lambda_i}}\left(\frac{\lambda_j}{\lambda_i}\right)^{-5}\right)} \tag{2.19}$$

Les relations (2.10) et (2.19) permettent d'exprimer la température à partir du flux émis par la surface visée et non à partir du flux reçu par la cellule sensible du système de mesure. Dans ce dernier cas de figure, il faut prendre en compte la fonction de transfert de ce système, laquelle peut être fonction de la longueur d'onde (Troisième Chapitre) et des flux parasites provenant de l'environnement de la cellule.

La Figure 2.10 montre les rapports de fractions d'émission dans les deux gammes ultraviolet et infrarouge sur trois bandes spectrales différentes très étroites (longueur moyenne $\overline{\lambda}$ et de largeur de bande $2\delta\lambda$ = 20nm). Les signaux ultraviolets sont mesurés sur les bandes spectrales λ_1 = 380 ± 10nm, λ_2 = 390 ± 10nm, et λ_3 = 400 ± 10nm, et ceux dans l'infrarouge sur les bandes spectrales λ_4 = 4 000 ± 10nm, λ_5 = 4 010 ± 10nm, et λ_6 = 4 020 ± 10nm. Les rapports suivants ont été effectués : λ_1 / λ_2, λ_1 / λ_3, λ_2 / λ_3, λ_4 / λ_5, λ_4 / λ_6, et λ_5 / λ_6. Il apparaît clairement que la sensibilité en fonction de la température est plus élevée avec des mesures réalisées aux courtes longueurs d'onde.

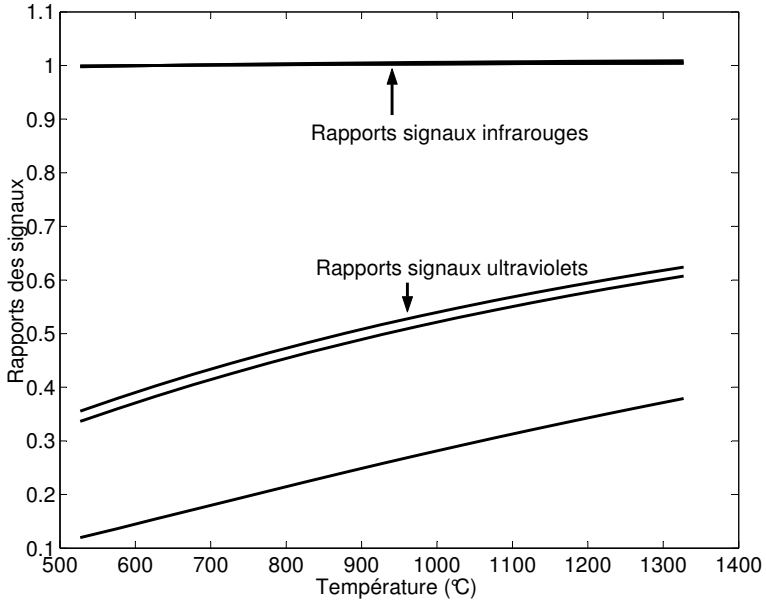


Figure 2.10 - ***Mise en évidence de la différence de sensibilité entre des mesures faites dans les ultraviolets et dans l'infrarouge.***

La méthode multi-spectrale nécessite le choix des longueurs d'onde à utiliser. L'objectif est d'obtenir une variation relative importante de M pour deux valeurs λ_i et λ_j qui doivent être les plus proches possibles pour valider l'hypothèse $\varepsilon_{\lambda_i} = \varepsilon_{\lambda_j}$. Soit le coefficient de sensibilité réduit $\frac{1}{M}\frac{dM}{d\lambda}$ le plus grand possible, la relation (2.20) montre que :

$$\frac{1}{M}\frac{dM(\lambda)}{d\lambda} = \lambda^{-1}\left(\frac{C_2}{\lambda T} - 5\right) \tag{2.20}$$

La Figure 2.11 montre que cette sensibilité augmente lorsque la longueur d'onde diminue ; dans l'absolu, le meilleur choix serait la plus petite longueur d'onde possible.

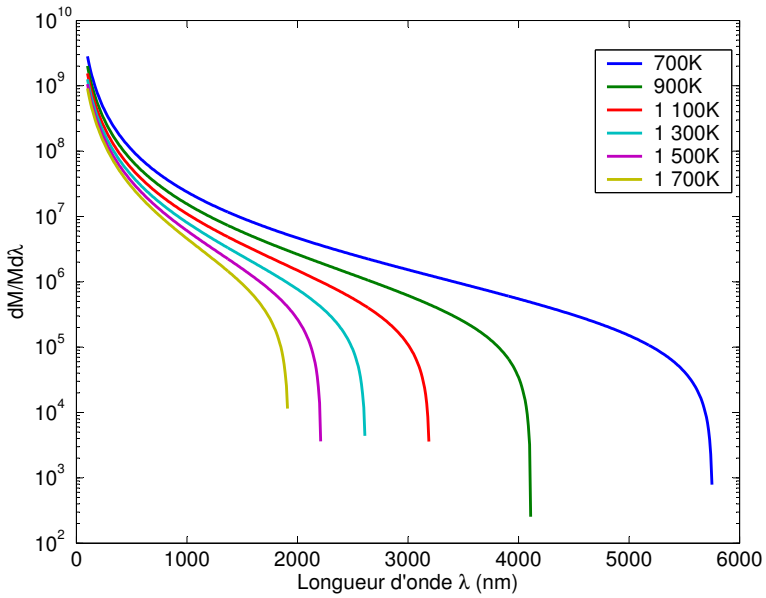


Figure 2.11 – ***Évolution du coefficient de sensibilité réduit en fonction de λ.***

Pour choisir au mieux les longueurs d'onde, on s'impose la contrainte suivante : on se fixe le rapport entre les signaux $\alpha = \alpha(\lambda_i, \lambda_j; T)$. Ainsi, à partir de l'expression (2.18) en posant $x = \lambda_i / \lambda_j$, en supposant que $\varepsilon_{\lambda_i} = \varepsilon_{\lambda_j}$ ($\Delta\lambda$ faible), alors :

$$x^{-5} e^{-\frac{C_2}{T\lambda_i}(1-x))} = \alpha \tag{2.21}$$

En posant : $$x^* = -\frac{C_2}{5\lambda_i T} x \tag{2.22}$$

la relation (2.21) devient : $$x^* e^{x^*} = -\frac{C_2}{5\lambda_i T} \frac{1}{\alpha^{1/5}} e^{-\frac{C_2}{5\lambda_i T}} \tag{2.23}$$

soit : $$x^* e^{x^*} = \gamma(\lambda_i) \tag{2.24}$$

avec : $$\gamma(\lambda_i) = -\frac{C_2}{5\lambda_i T} \frac{1}{\alpha^{1/5}} e^{-\frac{C_2}{5\lambda_i T}} \tag{2.25}$$

La forme de l'expression (2.25) est connue pour être celle de LAMBERT (Annexe A). La Figure 2.12 est la représentation de la relation (2.25) pour un produit $\lambda_i T$ = 483 µm.K (par exemple λ_i = 0,380µm et T = 1 273K).

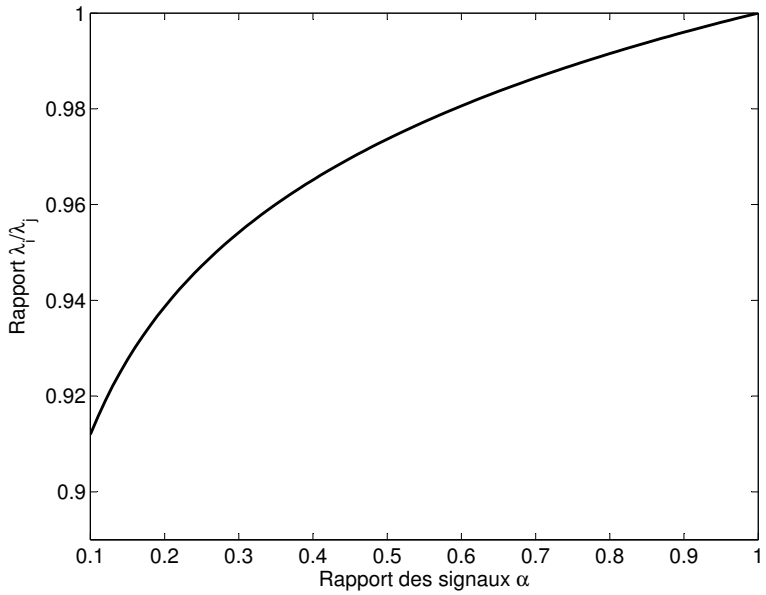


Figure 2.12 – ***Représentation du rapport λ_i/λ_j en fonction du rapport entre les signaux α pour un produit $\lambda_i T$ = 483µm.K.***

En se fixant initialement α = 2 (ou 0,5, c'est selon), on obtient alors $\lambda_i/\lambda_j \approx$ 0,975, rapport qui correspond approximativement à des longueurs d'onde à 380nm et à 390nm ou bien à 390nm et à 400nm. Deux longueurs d'onde sont suffisantes pour remonter à la température, mais avec trois, il est possible de faire de l'inter-comparaison. Les $\Delta\lambda$ sont ici approximativement

de 10nm. À titre informatif, les trois longueurs d'onde présentées ici sont celles qui sont utilisées expérimentalement (Troisième Chapitre).

2.2.2.4 L'erreur sur la mesure

S'il apparaît intéressant *a priori* d'effectuer des mesures aux courtes longueurs d'onde pour plusieurs points de vue, il est important d'évaluer les erreurs de mesure. Au regard de l'approximation de WIEN (2.10), les erreurs de mesure sont fonction de la longueur d'onde λ et de l'émissivité ε_λ (elle-même fonction de λ).

Si l'équation (2.10) est différenciée, on obtient :

$$\frac{dM_\lambda(T)}{M_\lambda(T)} = \frac{d\varepsilon_\lambda}{\varepsilon_\lambda} - 5\frac{d\lambda}{\lambda} + \frac{C_2}{T}\frac{d\lambda}{\lambda^2} + \frac{C_2}{\lambda}\frac{dT}{T^2} \tag{2.26}$$

expression que l'on peut écrire sous la forme suivante :

$$\frac{e_{M_\lambda(T)}}{M_\lambda(T)} = \frac{e_{\varepsilon_\lambda}}{\varepsilon_\lambda} - 5\frac{e_\lambda}{\lambda} + \frac{C_2}{\lambda T}\left(\frac{e_\lambda}{\lambda} + \frac{e_T}{T}\right) \tag{2.27}$$

avec $e_T = T_{mesurée} - T_{vraie}$, e_{ε_λ} erreur sur ε_λ et e_λ erreur sur λ. L'erreur est minimale si l'expression (2.27) est nulle :

$$\frac{e_T}{T} = \frac{\lambda T}{C_2}\frac{e_{\varepsilon_\lambda}}{\varepsilon_\lambda} + \left|\frac{5\lambda T}{C_2} - 1\right|\frac{e_\lambda}{\lambda} \tag{2.28}$$

En considérant, dans un premier temps, que l'erreur sur la longueur d'onde est nulle ($e_\lambda = 0$), alors :

$$\frac{e_T}{T} = \frac{\lambda T}{C_2}\frac{e_{\varepsilon_\lambda}}{\varepsilon_\lambda} \tag{2.29}$$

Cette relation est intéressante pour deux points. Tout d'abord, l'erreur est fonction de la longueur d'onde, donc si λ diminue, l'erreur aussi. Deuxièmement, il a été dit et montré sur la

Figure 2.07 que l'émissivité ε_λ augmente quand λ diminue, puis varie peu dans les longueurs d'onde ultraviolet-visible ; ainsi l'erreur s'en trouvera-t-elle encore plus faible.

En considérant maintenant que l'erreur sur l'émissivité est nulle ($e_{\varepsilon_\lambda} = 0$) :

$$\frac{e_T}{T} = \left| \frac{5\lambda T}{C_2} - 1 \right| \frac{e_\lambda}{\lambda} \tag{2.30}$$

L'erreur sur la mesure est minimale pour :

$$\frac{5\lambda T}{C_2} = 1 \tag{2.31}$$

$$\lambda T = C_2 / 5 = 0{,}014388 / 5 = 2877{,}6 \mu\text{m.K} \tag{2.32}$$

Il est évident qu'on retrouve la loi de WIEN : $\lambda_m T$ = 2897,8µm.K ; le léger décalage provenant de l'approximation de la loi de PLANCK.

Outre la résolution spatiale (§ 2.5), comme cela a été vu précédemment, l'intérêt de travailler dans le proche ultraviolet et le visible est d'être plus sensible aux variations de température. La Figure 2.13 montre bien l'évolution de la sensibilité lorsque la longueur d'onde diminue. Cependant, il y a un seuil de température pour la détectivité des flux : la Figure 2.13 laisse apparaître que si on veut mesurer des flux autour de 0,4µm (pour une surface visée d'un diamètre de l'ordre de la longueur d'onde λ), la température de la surface doit être conséquente (supérieure à 1 000K).

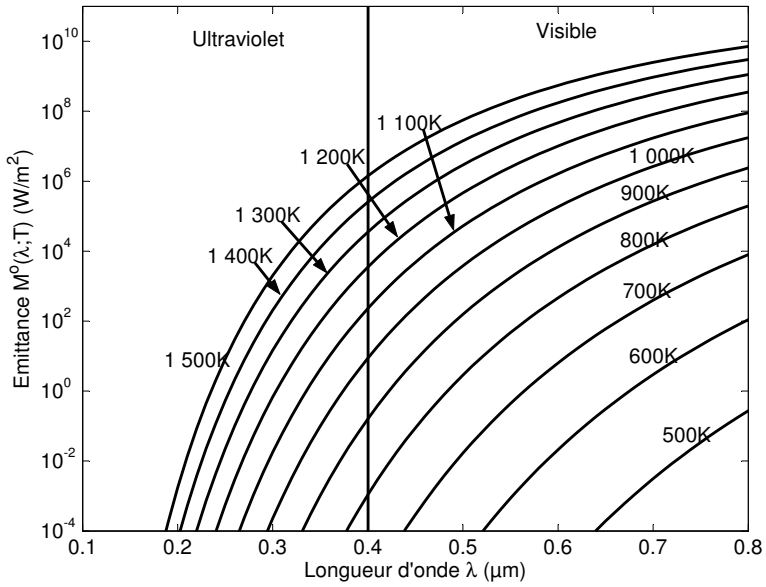


Figure 2.13 – ***Courbe de PLANCK de l'émission d'un corps noir : zoom de la gamme ultraviolet-visible et mise en évidence de l'augmentation de la sensibilité aux faibles longueurs d'onde.***

Le but de la méthode multi-spectrale est de pouvoir remonter à la température de la surface sans en mesurer l'émissivité. En reprenant la relation (2.18), le rapport de deux signaux donne :

$$\frac{M_{\lambda_i}(T)}{M_{\lambda_j}(T)} = \frac{\varepsilon_{\lambda_i}}{\varepsilon_{\lambda_j}} \left(\frac{\lambda_i}{\lambda_j} \right)^{-5} e^{-\frac{C_2}{T}\left(\frac{1}{\lambda_i} - \frac{1}{\lambda_j} \right)} \tag{2.33}$$

On va choisir λ_i et λ_j de façon à ce que $\varepsilon_{\lambda_i} / \varepsilon_{\lambda_j}$ soit proche de 1, pour cela, on utilise un développement de TAYLOR de ε_{λ_i}, soit :

$$\varepsilon_{\lambda_i} = \varepsilon_{\lambda_j} + \frac{d\varepsilon}{d\lambda}\left(\lambda_i - \lambda_j\right) + \frac{d^2\varepsilon}{d\lambda^2}\frac{\left(\lambda_i - \lambda_j\right)^2}{2} + \ldots \tag{2.34}$$

$$\frac{\varepsilon_{\lambda_i}}{\varepsilon_{\lambda_j}} = 1 + \frac{1}{\varepsilon_{\lambda_j}}\frac{d\varepsilon}{d\lambda}\left(\lambda_i - \lambda_j\right) + \frac{1}{\varepsilon_{\lambda_j}}\frac{d^2\varepsilon}{d\lambda^2}\frac{\left(\lambda_i - \lambda_j\right)^2}{2} + \ldots \tag{2.35}$$

Le développement montre que $\varepsilon_{\lambda_i} / \varepsilon_{\lambda_j}$ est d'autant plus proche de 1 que λ_i et λ_j sont proches l'un de l'autre. Il est intéressant de voir comment évolue l'erreur relative sur la température, pour cela, on écrit le rapport $\varepsilon_{\lambda_i} / \varepsilon_{\lambda_j}$ au premier ordre, soit :

$$\frac{\varepsilon_{\lambda_i}}{\varepsilon_{\lambda_j}} = 1 + \frac{1}{\varepsilon}\frac{d\varepsilon}{d\lambda}\left(\lambda_i - \lambda_j\right) \tag{2.36}$$

La relation (2.33) dérivée donne :

$$\frac{d\left(M_i / M_j\right)}{M_i / M_j} = \frac{1}{\varepsilon}\frac{d\varepsilon}{d\lambda}\left(d\lambda_i - d\lambda_j\right) - 5\frac{d\left(\lambda_i / \lambda_j\right)}{\lambda_i / \lambda_j} + \ldots \\ \frac{C_2}{T}\left[\frac{dT}{T}\left(\frac{1}{\lambda_i} - \frac{1}{\lambda_j}\right) + \left(\frac{d\lambda_i}{\lambda_i^2} - \frac{d\lambda_j}{\lambda_j^2}\right)\right] \tag{2.37}$$

À partir de (2.37), l'erreur relative sur la température e_T/T est déduite, en considérant les termes différentiels comme des erreurs.

$$\frac{e_T}{T} = \left[\frac{e_{\lambda_i}}{\lambda_i}\left|5 - \frac{C_2}{\lambda_i T} - \frac{\lambda_i}{\varepsilon}\frac{d\varepsilon}{d\lambda}\right| + \frac{e_{\lambda_j}}{\lambda_j}\left|5 - \frac{C_2}{\lambda_j T} - \frac{\lambda_j}{\varepsilon}\frac{d\varepsilon}{d\lambda}\right| \ldots \right. \\ \left. + \frac{e_{M_{\lambda_i}}}{M_{\lambda_i}} + \frac{e_{M_{\lambda_j}}}{M_{\lambda_j}}\right] \Bigg/ \frac{C_2}{T}\left|\frac{1}{\lambda_i} - \frac{1}{\lambda_j}\right| \tag{2.38}$$

La formule (2.38) montre qu'il existe un terme d'erreur intrinsèque à la variation de ε en fonction de λ ; néanmoins, en pratique, l'erreur la plus importante reste celle sur la mesure du signal.

D'autre part, le terme au dénominateur de l'équation (2.38) est problématique puisque, pour des longueurs d'onde λ_i et λ_j très proches l'une de l'autre, ce terme tend vers zéro et donc l'erreur vers l'infini. Il y a donc un compromis à trouver entre deux valeurs très proches pour obtenir $\varepsilon_{\lambda_i} \approx \varepsilon_{\lambda_j}$ et deux valeurs suffisamment éloignées pour ne pas introduire une erreur trop importante. Pour ne pas amplifier l'erreur, il faut que :

$$\frac{C_2}{T}\left|\frac{1}{\lambda_i}-\frac{1}{\lambda_j}\right|>1 \tag{2.39}$$

d'où la contrainte sur $\lambda_i - \lambda_j$:

$$\left|\lambda_i-\lambda_j\right|>\frac{T\lambda_i\lambda_j}{C_2} \tag{2.40}$$

À titre d'exemple, pour $\lambda_i \approx \lambda_j \approx 0{,}4\mu m$ et $T = 1\ 000K$, alors :

$$\left|\lambda_i-\lambda_j\right|>10nm \tag{2.41}$$

(c'est ce qui est utilisé en pratique).

Pour justifier l'emploi des courtes longueurs d'onde, SERIO *et al.* proposent une approche toute différente en mettant au point un facteur d'optimisation [90]. Ce facteur prend en compte deux termes : Q_1 dû à la sensibilité en fonction de la longueur d'onde et Q_2 dû au rapport signal sur bruit dans le cas d'un rayonnement thermique issu du fond (détecteur et milieu ambiant).
Le premier terme Q_1, que les auteurs nomment l'effet thermosensible, est défini comme la dérivée de la distribution spectrale de rayonnement par rapport à la température. Il évalue l'accroissement de la sensibilité quand la longueur d'onde diminue. L'expression est normalisée par l'effet calculé pour la longueur d'onde de rayonnement maximum donnée par la loi de déplacement de WIEN :

$$Q_1(\lambda,T)=\frac{\dfrac{dL^o(\lambda,T)}{dT}}{\dfrac{dL^o(\lambda_{\max},T)}{dT}} \tag{2.42}$$

Q_2, rapport signal sur bruit du système de détection, est la fraction de rayonnement effectivement reçue par le détecteur à une longueur d'onde donnée par unité de surface pour

une bande spectrale arbitraire $\Delta\lambda$ sur la puissance équivalente de bruit pour une bande de bruit B de 1Hz :

$$Q_2(\lambda, T, T_f) = \frac{\pi L^o(\lambda, T)\lambda\Delta\lambda}{NEP(\lambda, T_f)\sqrt{B}} \tag{2.43}$$

sachant que :

$$NEP(\lambda, T) = 2\sqrt{kT_f^2 \frac{\partial P(\lambda, T_f)}{\partial T_f}} \tag{2.44}$$

L'expression (2.44) est la formule d'EINSTEIN [10], laquelle définit le meilleur détecteur possible vis-à-vis du rapport signal sur bruit. Dans cette expression, la puissance rayonnée par le photorécepteur lui-même et par son entourage est donnée par :

$$P(\lambda, T_f) = A\varepsilon_T \pi \int_0^{\lambda_c} L^o(\lambda, T_f) d\lambda \tag{2.45}$$

où A est la surface sensible du détecteur, ε_T est le facteur d'émission du fond (supposé égal à 1), et T_f la température du fond. Cette puissance rayonnée est évaluée en utilisant la loi de WIEN intégrée sur le domaine spectral de réponse du photodétecteur limité par sa longueur d'onde de coupure λ_c.

Enfin, le facteur de mérite Q est défini comme étant le produit des deux facteurs Q_1 et Q_2 (2.45). La Figure 2.14 représente les évolutions du facteur de qualité Q en fonction de la longueur d'onde et pour différentes températures de surface T.

$$Q(\lambda, T, T_f) = Q_1(\lambda, T) Q_2(\lambda, T, T_f) \tag{2.46}$$

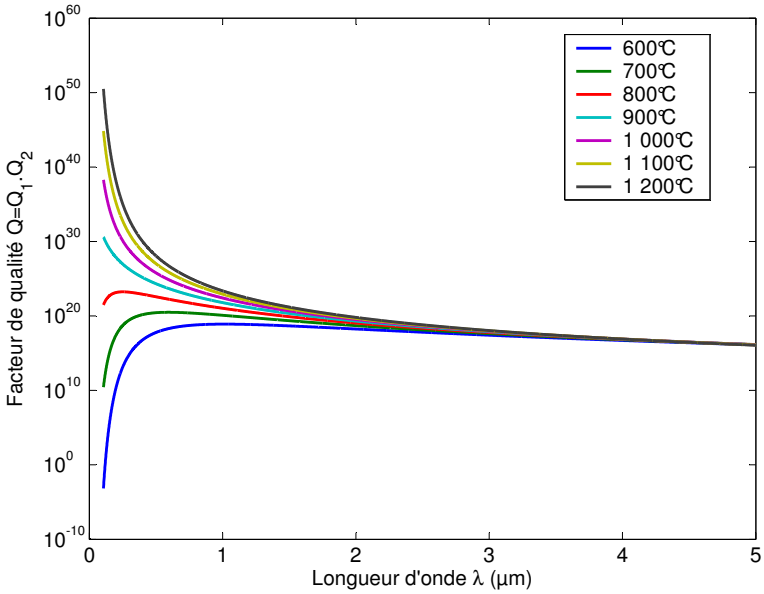


Figure 2.14 – ***Facteur de mérite en fonction de la longueur d'onde pour différentes températures de surface pour l'utilisation d'un détecteur quantique.***

À titre d'exemples, les longueurs d'onde de 1µm, 0,59µm, et 0,25µm sont les longueurs d'onde idéales pour des températures de surfaces respectivement de T = 600°C, 700°C, et 800°C. Il est à noter que les travaux de SERIO portent sur l'utilisation d'un photomultiplicateur pour mesurer le signal, ce qui est l'objet du paragraphe suivant.

2.3 L'approche photonique du rayonnement thermique

Comme cela a été dit au paragraphe précédent, il existe un seuil d'acceptabilité pour pouvoir détecter des flux exploitables aux courtes longueurs d'onde. À 1 300K et au-delà, le problème ne se pose pas (Figure 2.15), mais en-dessous, il est plus difficile d'en retirer des informations. Donc, compte tenu du faible niveau (voire de la discontinuité) du signal observé, plutôt que de parler en terme d'énergie, il est plus judicieux de réfléchir en terme de nombre de photons émis.

Il est possible d'exprimer l'approximation de WIEN (2.10) en terme de flux photonique. L'énergie associée à un photon est donnée par la relation :

$$E_\lambda = h\frac{c}{\lambda} \tag{2.47}$$

On considère ici l'émittance photonique monochromatique du corps noir :

$$\psi_\lambda^o = M_\lambda^o / E_\lambda \tag{2.48}$$

Ce nombre de photons ψ_λ^o émis par seconde en fonction de la température de la paroi et de la longueur d'onde λ, pour une surface unitaire, est représenté sur la Figure 2.15. Dans ces conditions, il faut au minimum une température de 448K (175°C) pour obtenir un photon par seconde et par mètre carré à une longueur d'onde de 0,4µm.

Si le détecteur est destiné à la mesure de température à des petites échelles, il est intéressant de représenter l'émission d'une surface non unitaire, de dimension comparable à celle de la longueur d'onde du rayonnement, c'est-à-dire d'aire $s_\lambda = \pi\lambda^2/4$. La valeur de cette aire correspond à celle de la résolution spatiale de la mesure : on sait que pour une longueur d'onde donnée, la limite est de l'ordre de cette longueur d'onde (critère de RAYLEIGH). On a tracé le flux photonique n_λ^e (photons.s^{-1}) monochromatique émis par ce disque :

$$n_\lambda^e(T) = s_\lambda \psi_\lambda^o \tag{2.49}$$

$$n_\lambda^e(T) = \varepsilon_\lambda \frac{C_1 s_\lambda}{hc} \lambda^{-4} e^{-C_2/\lambda T} \tag{2.50}$$

En prenant en compte cette aire, on a ainsi un seuil de détectivité à 1 photon par seconde à 711K (438°C) pour une longueur d'onde de 0,4µm (Figure 2.16). Pour commencer à faire des mesures, il faut compter un minimum de 10 photons/s et dans le cas idéal 100 photons/s.

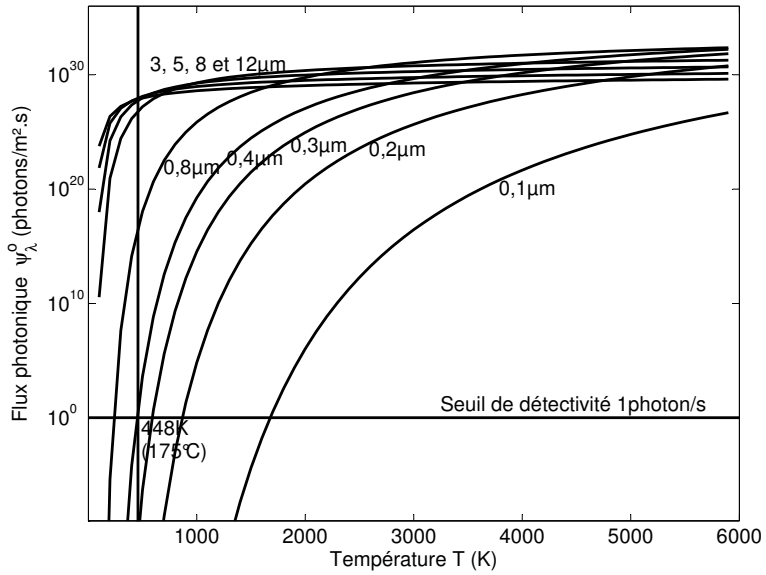


Figure 2.15– ***Flux photonique issu d'une surface unitaire.***

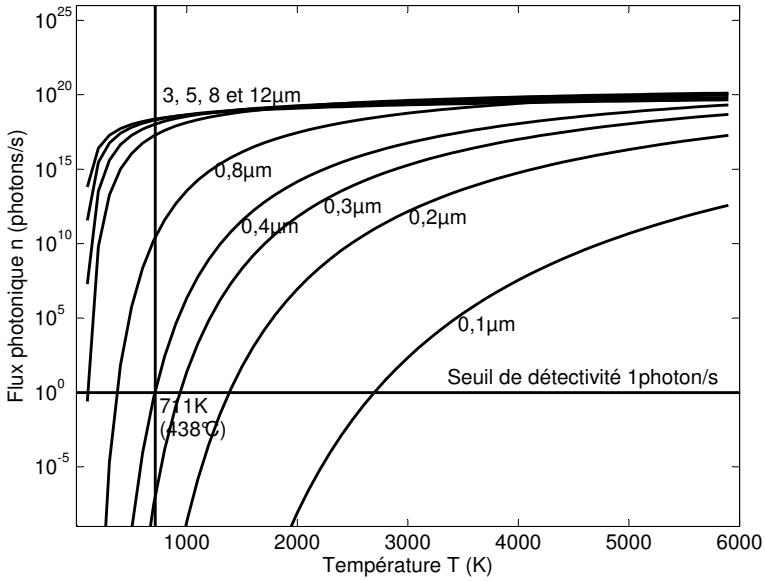


Figure 2.16 - ***Flux photonique issu d'une surface de la taille de la longueur d'onde du rayonnement.***

2.4 L'émission photonique : une grandeur statistique aléatoire

2.4.1 L'approche statistique du flux photonique

Si $n_\lambda^e(T)$ est le flux photonique émis par une surface (2.49), alors $n_\lambda(T) = n$ est défini comme étant le flux photonique reçu par la cellule sensible du photomultiplicateur (Troisième Chapitre).

Du fait du caractère aléatoire de l'émission de la surface, le flux photonique n ne peut pas être mesuré exactement, c'est une valeur stochastique (ou aléatoire). Une estimation N du flux photonique n peut être définie comme étant le nombre de photons Y comptés pendant un temps de comptage Δt.

$$N = Y / \Delta t \tag{2.51}$$

Le flux photonique n est donc l'espérance de N (E(N) = n). En introduisant μ = E(Y), l'espérance du nombre de photons comptés pendant Δt, alors :

$$\mathrm{E}(N) = \mathrm{E}(Y) / \Delta t = n \;\rightarrow\; n = \mu / \Delta t \tag{2.52}$$

Le temps de comptage Δt est divisé en un très grand nombre q (idéalement une infinité) d'intervalles de temps très courts δt pendant lesquels le détecteur peut enregistrer 0 photons (événement $X = 0$, avec la probabilité ϖ) ou 1 photon (événement $X = 1$, avec la probabilité $1 - \varpi$), la probabilité ϖ étant petite (pour éviter la saturation du détecteur). X est alors un aléa du binomial d'espérance (entière) $\mu = q\varpi$. La probabilité d'observer l'émission de p photons ($0 \le p \le q$) est donnée par (2.53). Les lois de la statistique sont rappelées en Annexe B.

$$\mathrm{P}\{Y = p\} = C_q^p \varpi^p (1-\varpi)^{q-p} \tag{2.53}$$

Comme $\Delta t = q\delta t$, la probabilité ϖ est égale à $n\delta t$. La variance de Y (le carré de son écart-type σ_Y) est alors :

$$\mathrm{V}(Y) = \sigma_Y^2 = q\,\mathrm{V}(X) = q\varpi(1-\varpi) = \mu(1-n\delta t) \tag{2.54}$$

Si q (= $\Delta t/\delta t$) est grand ($q > 50$) et si μ (= $q\varpi = n\Delta t$) est inférieur à 5 (Figure 2.17), la loi binomiale tend vers la loi de POISSON de paramètre μ (espérance et variance) et donc :

$$\mathrm{P}(Y = k) = \frac{e^{-\mu}\mu^k}{k!} \tag{2.55}$$

Si q est grand, mais si μ est cette fois supérieur à 5 (Figure 2.17), la loi binomiale tend vers la loi normale de paramètres μ (espérance et variance) :

$$\mathrm{P}(Y=k)=\frac{1}{\sqrt{2\pi\mu}}\exp\left(\frac{1}{2\mu}(k-\mu)^2\right) \tag{2.56}$$

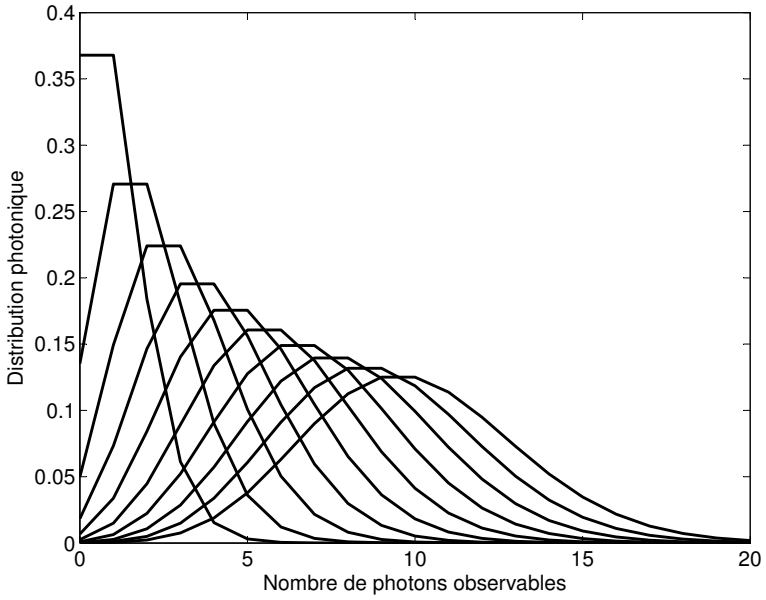


Figure 2.17 – ***Évolution de la distribution statistique en fonction du nombre de photons observés.***

Quelle que soit l'approximation asymptotique retenue, dès que la probabilité ϖ est faible, la variance de Y devient égale à μ (2.58). Il est alors possible de calculer l'écart-type de l'estimateur $\hat{n} = N$ du flux photonique émis par la surface s_λ :

$$\hat{n} = N = \frac{1}{\Delta t} Y \tag{2.57}$$

$$\mathrm{V}(N) = \sigma_N^2 = \frac{1}{(\Delta t)^2}\mathrm{V}(Y) = \frac{\mu}{(\Delta t)^2} = \frac{n\Delta t}{(\Delta t)^2} = \frac{n}{\Delta t} \tag{2.58}$$

Les expressions (2.52) et (2.58) déterminent le flux photonique n lequel permet de remonter à la température grâce à l'équation (2.50).

2.4.2 L'effet du bruit expérimental sur la mesure du flux photonique

Comme défini précédemment, le flux photonique n correspond à l'espérance du flux photonique N. Cependant, cette valeur peut être entachée d'une erreur due à un bruit aléatoire e_b, non-corrélée avec l'émission de la surface (2.59). Le bruit peut être lié à des phénomènes d'émissions parasites liés par exemple au bruit électronique intrinsèque à l'appareil de mesure.

$$N_{exp} = N + e_b \tag{2.59}$$

Comme pour le flux photonique, ce bruit est considéré comme une grandeur qui répond soit à une loi de POISSON si son émission est faible soit à une loi normale si son émission est élevée ($b = \mathrm{E}(e_b) = \mathrm{V}(e_b) = \sigma_b^2$). Elle est supposée additive à la quantité mesurée.

Le flux photonique « réel » N se trouve alors entaché d'une erreur : le flux photonique expérimental N_{exp} est défini comme étant la somme du flux photonique réel N et du bruit de mesure e_b. L'espérance du nouveau signal se calcule alors par :

$$\mathrm{E}(N_{exp}) = \mathrm{E}(N) + \mathrm{E}(e_b) = n + b \tag{2.60}$$

La relation (2.60) laisse apparaître une valeur déterministe, constante et non-nulle : le biais défini comme l'espérance du bruit. Ce biais doit être pris en compte pendant les mesures car il définit l'erreur sur la mesure du flux photonique réel n :

$$e_{E(N)} = b \tag{2.61}$$

Il est donc possible de définir le flux photonique n à partir de l'espérance du signal réel sachant que ce dernier est entaché d'un biais lié au bruit de mesure. Comme cela a été défini précédemment, la variance peut aussi être utilisée pour mesurer n.
De la même manière, il est nécessaire de connaître l'expression de la variance du signal lorsqu'il est biaisé. La variance du flux photonique expérimental est donnée par la relation (2.62). Cette variance est calculée à partir de n plutôt que $\mathrm{E}(N_{exp})$ afin de prendre en compte le biais b.

$$\mathrm{V}(N_{exp}) = \mathrm{E}\left(\left(N_{exp} - n\right)^2\right) \tag{2.62}$$

En utilisant la relation (2.60), la relation (2.62) devient :

$$\mathrm{V}(N_{exp}) = \mathrm{E}\left(\left(N + e_b - n\right)^2\right) \tag{2.63}$$

$$\mathrm{V}(N_{exp}) = \mathrm{E}\left(\left(\left(N - n\right) + \left(e_b - b\right) + b\right)^2\right) \tag{2.64}$$

$$\mathrm{V}(N_{exp}) = \mathrm{E}\left(\left(N - n\right)^2\right) + \mathrm{E}\left(\left(e_b - b + b\right)^2\right) + 2\,\mathrm{E}\left(N - n\right)\mathrm{E}\left(\left(e_b - b + b\right)\right) \tag{2.65}$$

$$\mathrm{V}(N_{exp}) = \mathrm{E}\left(\left(N - n\right)^2\right) + \mathrm{E}\left(\left(e_b - b + b\right)^2\right) + 2\,\mathrm{E}\left(N - n\right)\mathrm{E}\left(\left(e_b - b + b\right)\right) \tag{2.66}$$

$$\begin{aligned}\mathrm{V}(N_{exp}) = {} & \mathrm{E}\left(\left(N - n\right)^2\right) + \mathrm{E}\left(\left(e_b - b\right)^2\right) \ldots \\ & + \mathrm{E}\left(b^2 + 2\left(e_b - b\right)b + 2\left(N - n\right)\left(e_b - b + b\right)\right)\end{aligned} \tag{2.67}$$

$$\mathrm{V}(N_{exp}) = \mathrm{V}\left(N\right) + \mathrm{V}\left(e_b\right) + b^2 + 2\,\mathrm{E}\left(e_b\left(N - n\right) + b\left(e_b - b\right)\right) \tag{2.68}$$

Comme e_b (intrinsèque aux appareils de mesure) et N sont des grandeurs stochastiques indépendantes, elles peuvent être considérées comme décorrélées. Le dernier terme de (2.68) peut être considéré comme étant nul. La relation (2.68) devient finalement :

$$\mathrm{V}(N_{exp}) = \mathrm{V}\left(N\right) + \mathrm{V}\left(e_b\right) + b^2 \tag{2.69}$$

Il est donc possible de mesurer le flux photonique (et donc la température) à partir de la variance V(N) du signal. La variance obtenue à partir du flux photonique expérimentale doit être corrigée par la variance sur le bruit V(e_b) et par le biais b^2.

2.5 La limite de diffraction

La résolution des images en optique physique est limitée par le phénomène de diffraction : en effet, « l'image que donne un point n'est pas un point mais une tache. Si deux points sont physiquement distincts, leurs images peuvent se recouvrir s'ils sont trop rapprochés [1]. » Ces images ont pour noms les taches d'AIRY (Figure 2.18).

C'est RAYLEIGH qui réussit à définir la limite de diffraction en 1896 [1]. Il expose que deux points ne peuvent être séparés par un microscope que si leur distance Δx vérifie :

$$\Delta x \geq 1{,}22 \frac{\lambda}{2n \sin\theta} \tag{2.70}$$

où λ est la longueur d'onde d'observation, n est l'indice du milieu, et θ le demi-angle d'ouverture de l'objectif du microscope. Il est courant d'écrire de façon simplifiée que la résolution Δx est définie par :

$$\Delta x \approx \lambda / 2 \tag{2.71}$$

Donc selon la relation (2.69), descendre en longueur d'onde conduit à améliorer la résolution spatiale. De ce point de vue, il est intéressant d'utiliser les ultraviolets et le visible plutôt que l'infrarouge.

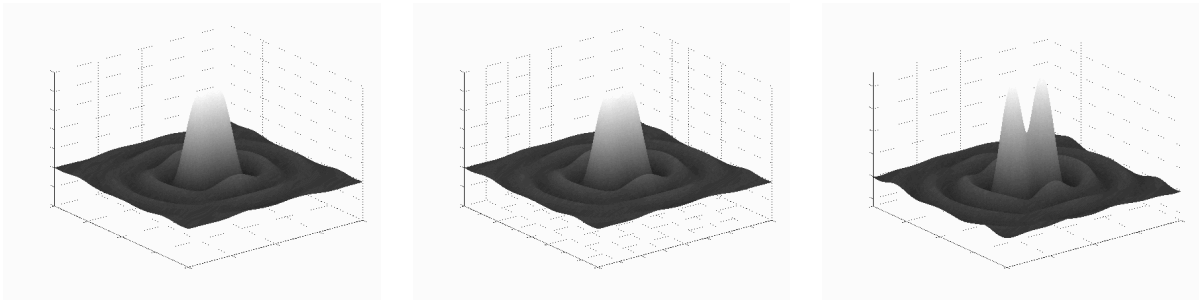


Figure 2.18 – ***Taches d'AIRY.***

Conclusion

Ce chapitre a permis de voir l'intérêt des mesures aux courtes longueurs d'onde. En plus du côté non-intrusif et de la résolution fixée uniquement par la limite de diffraction, il est possible de réaliser des mesures avec une très bonne précision (partie ascendante de la courbe de PLANCK) sur des zones de petites dimensions. De plus, les températures minimales nécessaires pour effectuer des mesures correctes ne sont plus aussi élevées en utilisant le flux photonique que le flux radiatif. Ceci est rendu possible par la mesure du flux photonique. De plus, on a montré qu'il était possible de remonter à la température à partir de l'espérance ou de la variance de ce flux interprétable par des lois statistiques classiques.

Dans la gamme spectrale ultraviolet-visible, le nombre de photons dénombrés est plus faible que dans l'infrarouge : sur la Figure 2.16, à 711K, il y a 1 photon/s à 0,4µm contre environ 10^{15} photons/s à 3µm. Cependant, ce qui est perdu en terme de quantité est gagné en terme de sensibilité puisque les pentes sont bien plus fortes dans les ultraviolets que dans l'infrarouge. Si l'infrarouge ne manque pas de signal, c'est l'ultraviolet qui détecte le plus aisément la moindre variation de température.

Par mesure directe, l'utilisation de l'approximation de WIEN (2.10) exprimée en terme de flux photonique, permet la mesure de la température si l'émissivité de la surface visée est connue. La mesure de ce flux nécessite moins de signal que celle du flux radiatif ; il est possible de mesurer des températures plus basses.

Si l'émissivité est inconnue, quel que soit le flux mesuré (radiatif ou photonique), la différence entre la température mesurée (de luminance) et la température vraie diminue avec la longueur d'onde de mesure. Il en est de même pour l'erreur sur la température qui diminue aussi avec la longueur d'onde.

La mesure aux courtes longueurs présente donc de nombreux avantages. Concernant la méthode multi-spectrale, la mesure dans les ultraviolets reste intéressante puisque la bande spectrale $\Delta\lambda$ est petite ce qui implique que ε_λ peut être considérée comme constante. Il est de plus intéressant de travailler avec des longueurs d'onde très proches, compte tenu de la forte variation du signal à ces longueurs d'onde.

Troisième chapitre

Le dispositif expérimental

Sommaire

Troisième chapitre – Le dispositif expérimental *p.73*

Introduction **p.75**

3.1 La présentation générale du banc de mesure **p.76**

3.2 Les éléments chauffants **p.77**

3.2.1 Le corps noir hautes températures **p.77**

3.2.1.1 La conception et les études préliminaires *p.77*

3.2.1.2 La mesure indépendante de l'émissivité spectrale du corps noir *p.84*

3.2.1.3 L'émissivité apparente de la cavité *p.85*

3.2.1.4 La modélisation du corps noir *p.86*

3.2.2 Le fil résistif **p.88**

3.2.2.1 Le calcul de la température du fil *p.90*

3.2.2.2 Les valeurs des paramètres trouvées dans la littérature *p.95*

3.2.2.3 Les expériences annexes *p.100*

3.2.2.4 Une simulation de champs de température dans le fil *p.105*

3.2.2.5 L'estimation de paramètres et l'étude de sensibilité *p.106*

3.3 Le microscope et le système de mesure du flux photonique **p.111**

3.3.1 L'objectif ultraviolet **p.112**

3.3.2 L'oculaire **p.113**

3.3.3 Le photomultiplicateur et son refroidisseur **p.114**

3.3.4 Les filtres monochromatiques **p.115**

3.3.5 La carte de comptage **p.116**

3.3.6 Les autres éléments **p.117**

Conclusion **p.118**

Introduction

Ce travail présente le dispositif expérimental ; le banc de mesure y est décrit dans son intégralité.
Après avoir brièvement décrit le banc de mesure, le chapitre débute par la définition et le développement des éléments chauffants nécessaires à l'étalonnage du dispositif des points de vue thermique et microscopique puisque le dispositif expérimental doit réaliser des mesures à la fois à hautes températures et à l'échelle microscopique.
Pour l'étalonnage en température, un petit corps noir a été développé. Pour l'aspect spatial, un dispositif basé sur le principe du fil chaud a été mis au point. Dans les deux cas, le travail s'est décomposé en plusieurs étapes : modélisation en vue de dimensionner les deux dispositifs, validation par la mise en place d'un modèle soit numérique soit analytique, détermination des différents paramètres thermophysiques intervenant dans ces modèles (coefficients d'échanges radiatif et convectif, conductivité thermique, coefficients de dilatation thermique et mécanique).

Ensuite une dernière partie est consacrée à la description détaillée du microscope : objectif, oculaire, diaphragme, filtres monochromatiques, et du système de mesure du flux photonique (photomultiplicateur refroidi par effet PELTIER, carte de comptage avec discrimination).

3.1 Présentation générale du banc de mesure

Pour le bon fonctionnement du dispositif, ce dernier nécessite d'être dans un endroit où l'obscurité est la plus complète afin d'avoir le moins de photons parasites possibles.
Le banc de mesure (Figures 3.01 et 3.02) se décompose en deux parties : une partie mesure de température et une partie microscopie. Un élément chauffant a été développé pour chaque effet. L'étalonnage en température est assuré par un corps noir « maison » de petites dimensions adapté aux hautes températures qui a été développé au sein même du laboratoire. Pour la visée à l'échelle microscopique, un montage à l'aide d'un fil micrométrique horizontal a été conçu.

Un détecteur quantique (photomultiplicateur avec une cellule sensible de type multi-alkali) collecte les photons émis par le corps noir qui passent à travers le microscope et le filtre monochromatique. Le microscope est composé d'un objectif travaillant dans la gamme ultraviolet-visible, d'un oculaire et d'un diaphragme. Plusieurs filtres monochromatiques sont insérés dans une roue à filtres pour la mesure multi-spectrale.

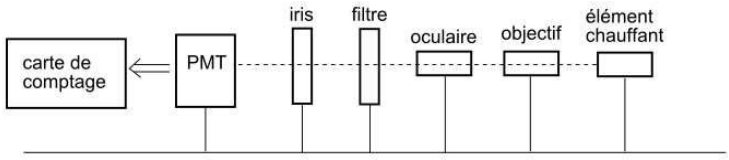


Figure 3.01 – ***Présentation schématique du banc de mesure***

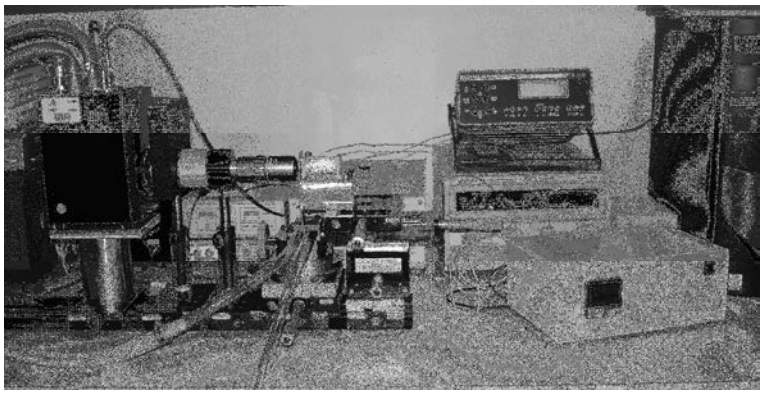


Figure 3.02 – ***Photo du banc de mesure.***

3.2 Les éléments chauffants

3.2.1 Le corps noir hautes températures

3.2.1.1 La conception et les études préliminaires

Pour étalonner le dispositif expérimental en température, un corps noir a été élaboré. Comme la pièce est destinée à monter à de hautes températures (environ 1 473K), elle a été usinée dans de la stumatite, une céramique naturelle réfractaire ayant une bonne tenue aux températures élevées (Tableau 3.01). Sa petite taille facilite une mise en chauffe rapide, laquelle est réalisée par effet JOULE : la pièce est filetée (Figure 3.03) pour permettre l'enroulement d'un fil de Nichrome NiCr (de 0,75mm de diamètre). Le fil est maintenu serré dans le filetage à l'aide d'une colle céramique isolante résistante aux hautes températures. Il est alimenté par une alimentation de 600W.

Le microscope vise une cavité percée en face avant de la pièce. Sa température est contrôlée par deux thermocouples placés en face arrière et de part et d'autre de la cavité. Cette cavité est composée de deux trous percés l'un à la suite de l'autre, de 10mm de longueur chacun (Figure 3.04). Le premier trou a un diamètre de 2mm et le second de 1mm.
Pour ne pas perturber le milieu, l'objectif microscopique a été choisi avec une longueur de travail importante (15mm). Expérimentalement, l'objectif vise l'entrée de la seconde cavité (10mm), ne laissant que 5mm entre lui et la pièce. Or, à ces températures élevées, l'objectif peut subir des dommages. Un écran en cuivre refroidi monté sur une glissière par eau est donc interposé entre l'objectif et la pièce le temps des réglages, puis est retiré au moment de la mesure.
La température est contrôlée au niveau du second trou par deux thermocouples glissés dans deux trous percés en face arrière de la pièce (Figure 3.04). Les trous, de 2mm de diamètre, sont percés de part et d'autre et à égale distance de l'axe de la pièce. Les deux thermocouples permettent à un système de régulation par PID de maintenir la température de la cavité constante à ± 1K.

	stumatite crue	stumatite à 1 323K	stumatite à 1 573K
Coefficient de dilatation linéaire (K^{-1})	$6{,}8.10^{-6}$ à $8{,}3.10^{-6}$	$2{,}0.10^{-6}$ à $2{,}8.10^{-6}$	$7{,}2.10^{-6}$ à $7{,}4.10^{-6}$
Conductivité thermique ($W.m^{-1}.K^{-1}$)		1,397	2,677
Chaleur spécifique ($J.kg^{-1}.K^{-1}$)			838,52

Tableau 3.01 – ***Propriétés thermophysiques de la stumatite (données constructeur).***

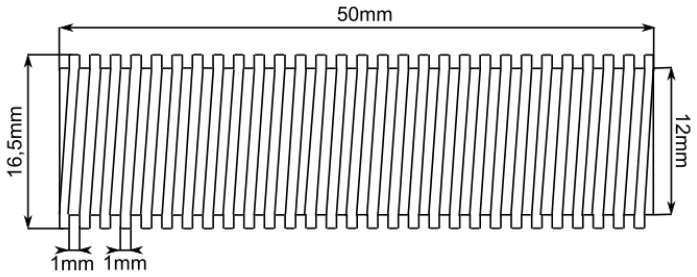


Figure 3.03 – ***Vue de profil du corps noir.***

L'élément chauffant en NiCr est muni d'une sortie froide en Ni (fil de 0,75mm de diamètre à faible résistance) ; ce dernier a été choisi pour sa grande conductivité électrique et pour ses caractéristiques thermiques très proches du NiCr, ce qui facilite leur soudure (Figure 3.04).

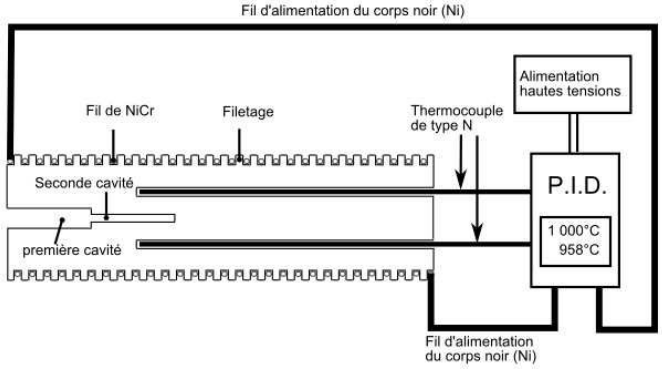
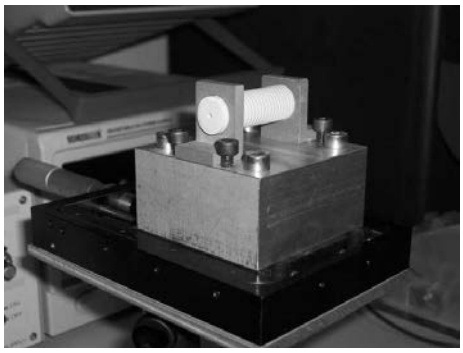
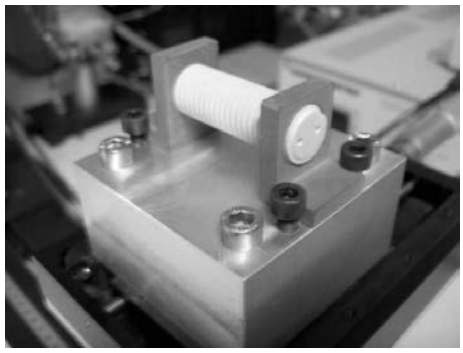


Figure 3.04 – ***Vue de coupe de la pièce et de son système de régulation.***





Figures 3.05 et 3.06 – ***Photos du corps noir en stumatite sur son support (faces avant et arrière) avant la mise en place du fil chauffant et de la colle céramique.***

Résistivité électrique (Ω.m)	108.10^{-8}
Coefficient thermique (K^{-1})	5.10^{-5}
Conductivité thermique ($W.m^{-1}.K^{-1}$)	13,4
Point de fusion (K)	1 673

Tableau 3.02 – ***Propriétés thermophysiques et électriques du NiCr (données constructeur).***

Fil de NiCr		Corps noir	
Diamètre du fil (mm)	0,75	Diamètre total (mm)	15
Nombre de spires	25	Longueur total (mm)	50
Longueur total du fil (m)	1,2	Intervalle entre les spires (mm)	1

Tableau 3.03 – ***Dimensions du corps noir.***

Le bilan des échanges thermiques autour de la pièce permet de déduire la puissance maximale nécessaire à la mise en chauffe du corps noir.

Échanges convectifs

Toutes les propriétés thermophysiques utiles pour évaluer les échanges thermiques sont calculées à la température de film T_{film} (3.01) qui est la moyenne entre la température de la surface T et celle de l'air hors de la couche limite T_∞.

$$T_{film} = \frac{T + T_\infty}{2} \qquad (3.01)$$

Le cas de la convection naturelle d'une paroi ronde verticale en convection naturelle est traité dans la littérature [57] en considérant la température uniforme sur toute la surface ; cette hypothèse a donc été faite pour estimer h_{cv}. La corrélation utilisée est la suivante :

$$Nu_{dv} = \frac{h_{cv} d}{k_a} = 0{,}667 Ra^{0{,}25} \tag{3.02}$$

avec : $$Ra = Gr_d Pr_a \tag{3.03}$$

sachant que : $$Gr_d = \frac{g\beta d^3 (T - T_\infty)}{\nu_a^2} \tag{3.04}$$

Les variations thermophysiques de l'air en fonction de la température de film en proche paroi (température de la couche limite thermique), k_a, Pr_a, et ν_a, sont données respectivement sur les Figures 3.07, 3.08, et 3.09 [87]. Les nombres adimensionnés Nu_{dv} et Ra dépendent de la longueur caractéristique de la géométrie considérée, ici le diamètre du cylindre d [87].

La corrélation correspondant aux échanges thermiques par convection naturelle autour d'un cylindre horizontal est donnée par la formule de CHURCHILL *et al.* [17]. Elle a pour expression :

$$Nu_{dh} = 0{,}36 + \left[\frac{0{,}518 Ra^{1/4}}{1 + (0{,}56 / Pr)^{9/16}} \right]^{4/9} \tag{3.05}$$

$$h_{ch} = \frac{Nu_{dh} k_a}{d} \tag{3.06}$$

La Figure 3.10 présente les variations des coefficients d'échange en convection naturelle autour du cylindre avec la relation (3.05) en fonction de la température. La puissance échangée par convection peut donc s'écrire selon la relation (3.07), sachant que $S = \pi dL$ et $s = \pi d^2/4$ (L et d représentent respectivement la longueur et le diamètre de la pièce) qui sont les surfaces d'échanges latérale et des extrémités entre le corps noir et l'air ambiant :

$$P_c = (h_{cv} s + h_{ch} S)(T - T_\infty) \tag{3.07}$$

Échanges radiatifs

Les échanges radiatifs sont calculés pour une température maximale du corps noir de 1 200°C (1 473K) en considérant son émissivité ε = 1 (cas le plus défavorable). Ainsi, avec σ= 5,67.10^{-8}W.m^{-2}.K^{-4} la constante de STEFAN, la puissance dissipée par voie radiative peut s'écrire :

$$P_{rad} = \varepsilon\sigma(S+s)\left(T^4 - T_\infty^4\right) \tag{3.08}$$

Comme $S >> s$, alors :

$$P_{rad} = \varepsilon\sigma S\left(T^2 + T_\infty^2\right)\left(T^2 - T_\infty^2\right) \tag{3.09}$$

$$P_{rad} = \varepsilon\sigma S\left(T^2 + T_\infty^2\right)(T + T_\infty)(T - T_\infty) \tag{3.10}$$

$$P_{rad} = h_{rad} S(T - T_\infty) \tag{3.11}$$

avec
$$h_{rad} = \varepsilon\sigma\left(T^2 + T_\infty^2\right)(T + T_\infty) \tag{3.12}$$

La Figure 3.10 présente l'évolution du coefficient d'échange radiatif h_{rad}.

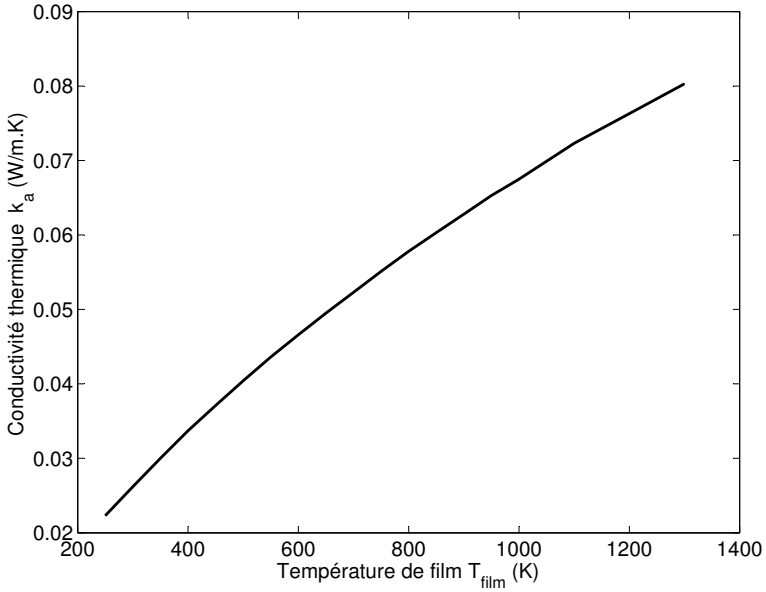


Figure 3.07 – ***Conductivité thermique de l'air k_a [87].***

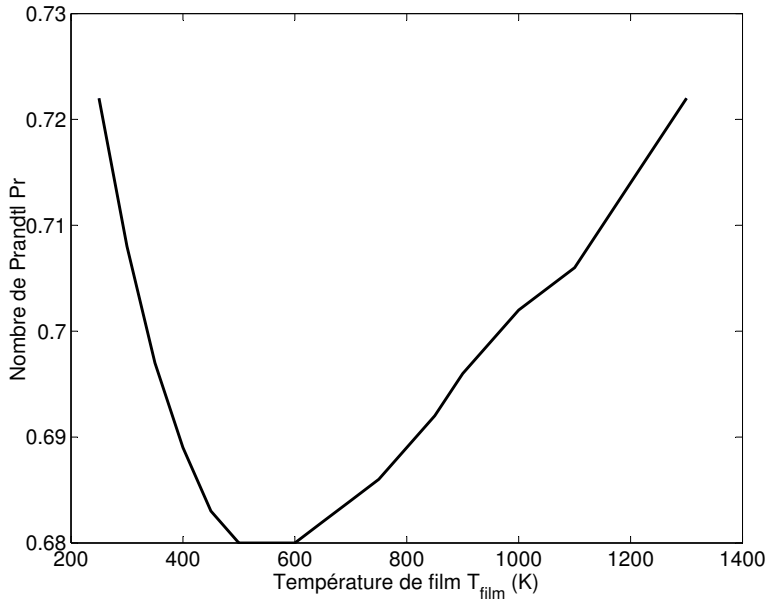


Figure 3.08 – ***Nombre de Prandtl de l'air Pr_a[87].***

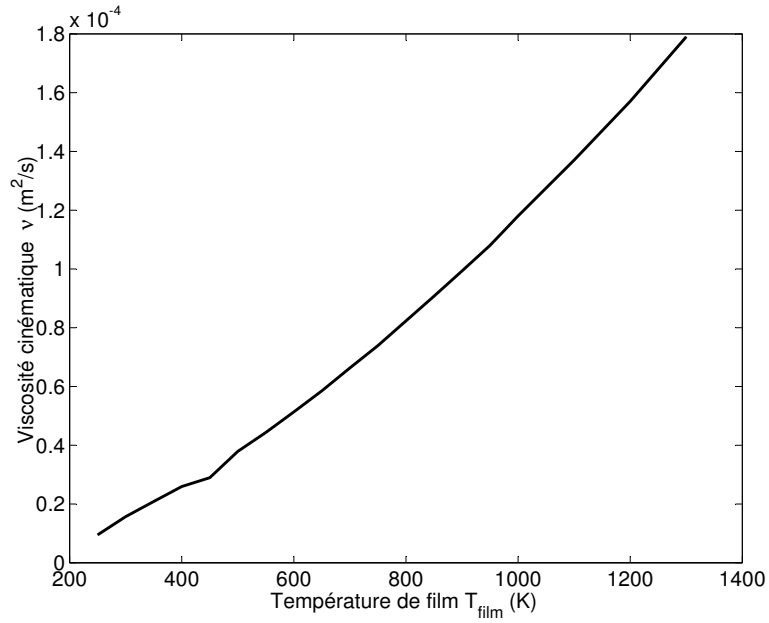


Figure 3.09 – ***Viscosité cinématique de l'air υ_a [87].***

Température du corps noir T (K)	Coefficient d'échange convectif horizontal h_{ch} ($W.m^{-2}.K^{-1}$)	Coefficient d'échange convectif vertical h_{cv} ($W.m^{-2}.K^{-1}$)	Coefficient d'échange radiatif h_{rad} ($W.m^{-2}.K^{-1}$) $\varepsilon_{IR} = 0,79$	Puissance dissipée totale Q (W)
573	2,9	8,1	16,1	23,5
673	4,0	15,1	23,3	36,7
773	4,5	17,3	32,6	51,4
873	5,0	19,2	44,3	70,5
973	5,3	19,2	58,6	94,4
1 073	5,6	19,7	75,7	124,6
1 173	5,9	20,0	96,0	161,9
1 273	6,1	20,3	119,7	206,8
1 373	6,4	20,4	147,1	260,6
1 473	6,6	20,7	178,4	323,9
1 573	6,9	20,8	214,0	397,4
1 673	7,1	20,8	254,0	482,0
1 773	7,3	20,9	298,9	578,2

Tableau 3.04 – ***Estimation des coefficients d'échange convectif et radiatif, ainsi que la puissance totale dissipée par le corps noir.***

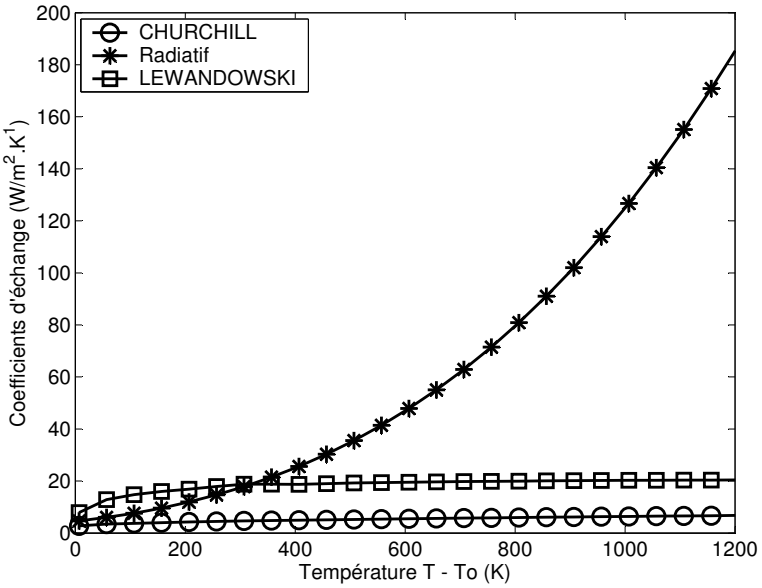


Figure 3.10 – ***Estimation des coefficients d'échanges autour de la pièce.***

D'une manière globale et suivant les valeurs obtenues (Tableau 3.04), pour faire chauffer le cylindre à environ 1 200°C (1 473K), la puissance qu'il faut fournir par le fil chauffant est donnée par le bilan enthalpique suivant :

$$Q = P_c + P_{rad} = 323,9\,\text{W} \qquad (3.13)$$

Il faut donc fournir approximativement 320W pour élever la température de la pièce aux alentours de 1 473K.

3.2.1.2 La mesure indépendante de l'émissivité spectrale du corps noir

L'émissivité spectrale de la Stumatite a été mesurée indépendamment à l'aide d'un spectroradiomètre dans la gamme spectrale d'étude [0,370µm – 0,410µm], ainsi que dans la gamme de l'infrarouge proche [3,5µm – 5,5µm]. Cette seconde gamme correspond à la bande de la caméra de thermographie infrarouge (caméra matricielle Cedip InSb), utilisée pour valider les mesures effectuées dans la gamme ultraviolet-visible. Les résultats obtenus pour l'émissivité seront utilisés pour la partie modélisation de la pièce (§ 3.2.1.4).

La Figure 3.11 représente l'émissivité spectrale de la Stumatite dans la gamme ultraviolet-visible (la pièce a été cuite au four préalablement pour que les conditions soient les plus proches possibles de celles des mesures). Cependant, les mesures ont été réalisées à température ambiante car le spectroradiomètre ne permet pas de faire des mesures de hautes températures. Or, comme généralement elle a tendance à augmenter avec la température, la valeur d'émissivité obtenue ici est une valeur minimale.
L'émissivité moyenne de la Stumatite a été mesurée égale à ε_{UV} = 0,614 entre 0,370µm et 0,410µm, à partir de la relation (3.14). C'est le rapport de l'émittance d'un corps d'émissivité ε_λ intégrée sur la bande spectrale considérée ici sur l'émittance du corps noir intégrée sur cette même bande spectrale.

$$\varepsilon(T) = \frac{\int_{\lambda=0,370\mu m}^{\lambda=0,410\mu m} \varepsilon_\lambda M_\lambda^o(T) d\lambda}{\int_{\lambda=0,370\mu m}^{\lambda=0,410\mu m} M_\lambda^o(T) d\lambda} \qquad (3.14)$$

La Figure 3.12 fait cette fois-ci état de la mesure de l'émissivité spectrale entre 3,5µm et 5,5µm. De la même manière, l'émissivité totale a été approchée en changeant les bornes d'intégration : ε_{IR} = 0,79.

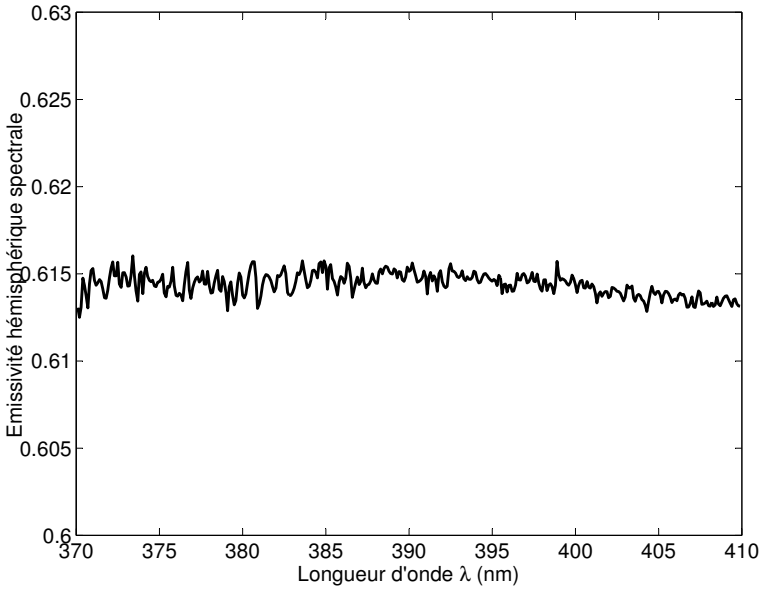


Figure 3.11 – ***Émissivité hémisphérique spectrale de la stumatite dans la gamme de longueur d'onde de travail du banc optique (ultraviolet-visible).***

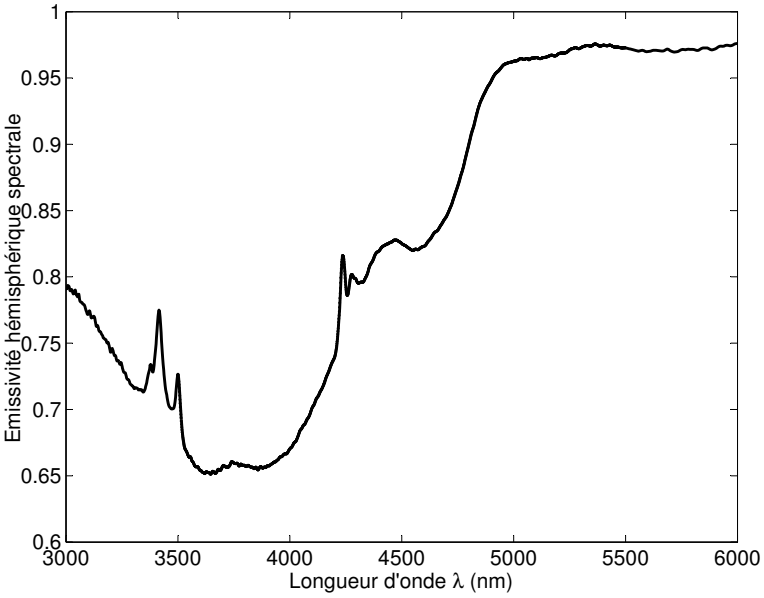


Figure 3.12 – ***Émissivité hémisphérique spectrale de la stumatite.***

3.2.1.3 L'émissivité apparente de la cavité

En pratique, le détecteur est focalisé sur une zone située à l'interface entre les deux cavités ; il est nécessaire d'évaluer l'émissivité apparente de cette surface. L'Annexe C propose donc d'étudier l'émissivité apparente d'une cavité cylindrique circulaire de rayon r et de longueur supposée infinie percée normalement à la surface d'un corps opaque, gris, diffusant, d'émissivité ε, et isotherme (température T) débouchant sur le milieu extérieur à température

T_∞. Le résultat final de l'Annexe C donne une expression de l'émissivité apparente de la forme :

$$\varepsilon_{app} = \frac{2\sqrt{\varepsilon}}{1+\sqrt{\varepsilon}} \tag{3.15}$$

Ce résultat correspond en fait au cas où il n'y a qu'une seule cavité débouchant sur une cavité de grande dimension à une température très inférieure à celle de la pièce et que la température ambiante est très inférieure à la température de la pièce (cela est expliqué dans l'Annexe C). Ce cas de figure est plus défavorable que le nôtre : la seconde cavité contribuera à faire tendre encore plus l'émissivité apparente de l'intérieur de la pièce vers l'unité puisque la température à la sortie de la première cavité est cette fois-ci à prendre en compte dans les calculs.
Ainsi l'émissivité apparente de la surface fictive vaut-elle ε_{appUV} = 0,87 dans la gamme [0,370µm – 0,410µm] et ε_{appIR} = 0,94 dans la gamme [3,5µm – 5,5µm].

3.2.1.4 La modélisation du corps noir

L'objet de cette partie est de montrer que la température de la pièce est quasi-uniforme. La modélisation de la pièce par éléments finis permet de visualiser les champs de température.
Pour simplifier la modélisation, le calcul est effectué dans un premier temps en supposant nulle la densité de flux quittant la cavité. Ceci est possible pour deux raisons : tout d'abord, la surface d'ouverture de la cavité est très petite devant la surface totale du corps noir (rapport 1/1 000), ce qui permet de négliger le flux total perdu par la cavité ; enfin l'hypothèse de densité de flux nulle (en fait les échanges radiatifs dans la cavité sont négligés) maximise les gradients de température et permet de se placer dans un cas très défavorable.

La modélisation est réalisée à l'aide du code de calcul par éléments finis « FlexPDE » en 2D axisymétrique. La Figure 3.13 présente un maillage grossier de la pièce ; seules quelques mailles sont représentées pour montrer la répartition spatiale du maillage.

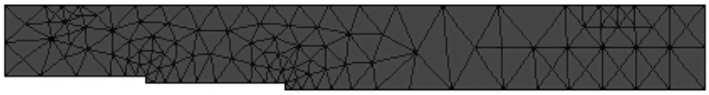


Figure 3.13 – ***Maillage du corps noir – Coupe de l'axe de symétrie de la pièce.***

Les échanges de chaleur avec l'environnement sont modélisés par les corrélations présentées dans le § 3.2.1.2. Un flux surfacique est imposé sur la surface latérale correspondant à la puissance dissipée par effet Joule. La température ambiante T_∞ est imposée à 20°C (293K) et la puissance injectée dans la pièce est celle calculée à partir de la relation (3.13).

La modélisation (Figure 3.14) met en évidence que la température n'est pas uniforme le long des surfaces latérales de chaque cavité. Il semble que la petite taille de la pièce ainsi que les échanges convectifs perturbent beaucoup le champ de température dans la pièce. À noter tout de même que le calcul de la puissance effectué au § 3.2.1.2 présente les résultats attendus en terme de température moyenne de corps noir.

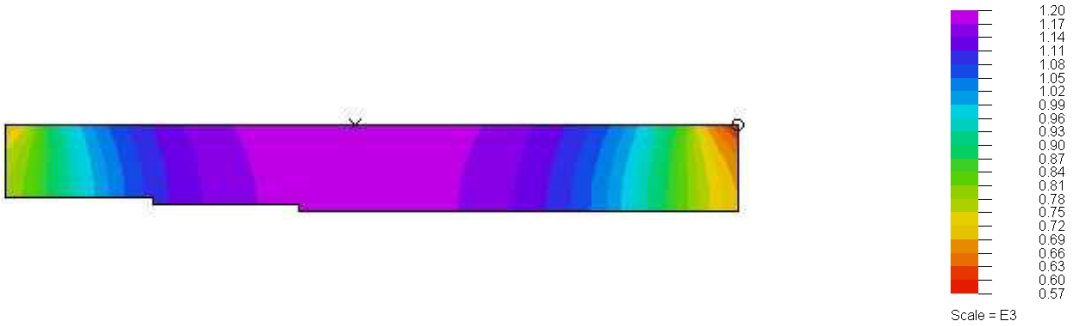


Figure 3.14 – ***Champ de température dans la pièce à deux cavités (en °C).***

De même, la Figure 3.15 présente les résultats obtenus sur un schéma de corps noir à une seule cavité.



Figure 3.15 – ***Champ de température dans la pièce à cavité unique (°C).***

Les résultats montrent l'intérêt de la double cavité qui permet de minimiser les gradients de température dus aux effets de bord (chauffage non-uniforme). En effet, sur la paroi de la cavité unique, le gradient est de 330K, et de seulement 110K sur la seconde cavité du système retenu. Ce gradient est néanmoins important mais difficile à réduire vu la dimension du corps noir à fabriquer. Il sera donc difficile, par le calcul, de prévoir avec précision la température apparente de la zone visée par le détecteur.

3.2.2 Le fil résistif

Ce paragraphe est consacré au développement et à la conception d'un montage permettant de réaliser des mesures à l'échelle du micromètre. L'idée est d'utiliser un fil de faible diamètre (0,127mm) sur lequel se focalise la mesure au travers d'un objectif de microscope. La très faible taille du fil présente l'avantage d'obtenir la température de consigne rapidement, cependant sa faible inertie contraint le fil à être fortement dépendant de l'environnement (problèmes de convection, fluctuation du courant dans le fil...) ; c'est la raison pour laquelle deux montages ont été développés : un pour l'aspect étalonnage en température (§ 3.2.2), l'autre pour l'aspect microscopie.

Plusieurs types de matériaux ont été testés pour le choix du fil chauffant. Les essais effectués avec le tungstène ont montré qu'il s'oxydait rapidement au contact de l'air. Il semble plus adapté de travailler dans des ambiances neutres et confinées. De plus, la mise en place du dispositif pour réaliser un vide partiel n'aurait pas été possible puisqu'il aurait gêné le microscope bien que ce dernier soit qualifié de microscope avec une « longue distance de travail » (15mm).
D'autres éléments comme l'Alumel, le Constantan ou encore le fer ne permettaient pas expérimentalement d'être utilisés (fusion trop rapide ou résistivité électrique indépendante de la température ou encore propriétés thermophysiques difficiles à évaluer).

Le Chromel (de type P) a finalement été retenu. Cet alliage (90% de nickel et 10% de chrome) a l'intérêt d'être résistif - résistivité électrique ρ_o = 70,6.10^{-8}Ω.m à T_∞ = 20°C (donnée constructeur) – mais dont la résistance dépend faiblement de la température – coefficient thermique β = 0,00032K^{-1} (donnée constructeur). Comme les mesures se veulent micrométriques, le fil est de petit diamètre (5/1 000 de pouce soit 127μm).

Un courant I circule et échauffe le fil de diamètre d et de longueur L. La tension U à ses bornes est contrôlée (Figure 3.16). Le fil, en position horizontale, passe dans deux petits trous de 1mm de diamètre percés dans deux blocs massifs (Figure 3.17) et est maintenu tendu grâce à de petites masselottes fixées aux bouts du fil. Le contact n'est pas parfait mais est assuré par la tension exercée par les masselottes qui maintiennent le fil tendu.

Avec la température, le fil se dilate ; pour que le microscope vise toujours la même position, à savoir le centre du fil, une vis micrométrique permet de recentrer le fil, si nécessaire.

Expérimentalement, la température moyenne du fil $\overline{T}$ est déterminée par le courant I et la tension U (3.16).

$$\overline{R} = U / I = R_o\left[1 + \delta\left(\overline{T} - T_\infty\right)\right] \qquad (3.16)$$

où R_o est la résistance du fil à la température T_∞ et δ est le coefficient thermique (K^{-1}). La puissance fournie par effet Joule ($P = U.I$) est principalement dissipée par convection et par rayonnement (le flux conductif est faible).

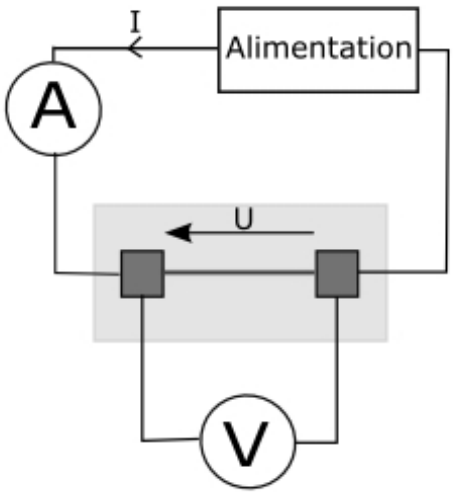


Figure 3.16 – ***Schéma électrique de l'alimentation du fil. Le courant est contrôlé dès la sortie de l'alimentation (A) et la tension est mesurée aux bornes du fil lui-même (V).***

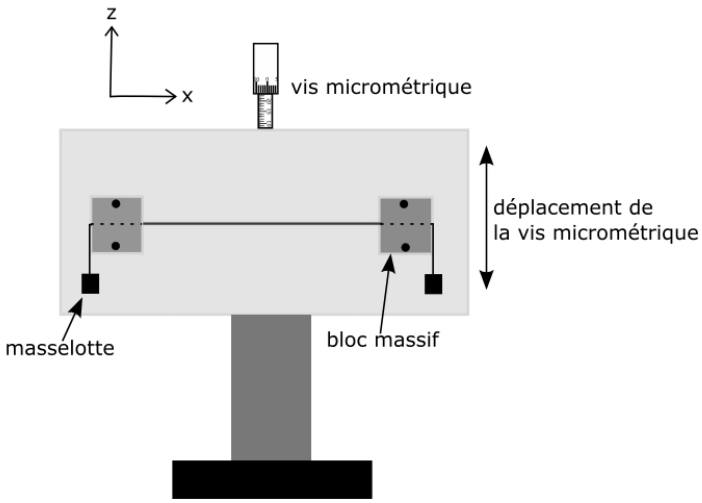


Figure 3.17 – ***Schéma représentant le support du fil.***

3.2.2.1 Le calcul de la température du fil

En réalité, T_{max} n'est pas égale à $\overline{T}$ (au centre du fil). Il est donc nécessaire de relier ces deux températures entre elles par un modèle. Ce modèle dépend d'un certain nombre de paramètres inconnus qu'il faudra identifier.

Comme le fil est de petit diamètre (d_o = 127µm), il monte rapidement en température et passe quasi-instantanément du régime transitoire au régime permanent. Le transfert de chaleur dans ce cylindre horizontal (Figure 3.18) est donc supposé unidirectionnel (selon x) et le régime permanent. La relation (3.17) (équation de l'ailette) approche au mieux ce cas de figure avec k_c la conductivité thermique de l'élément et q_f la source volumique (en W.m^{-3}) qui prend en compte l'effet JOULE et les pertes latérales.

$$k_c \Delta T(x) + q_f = 0 \qquad (3.17)$$

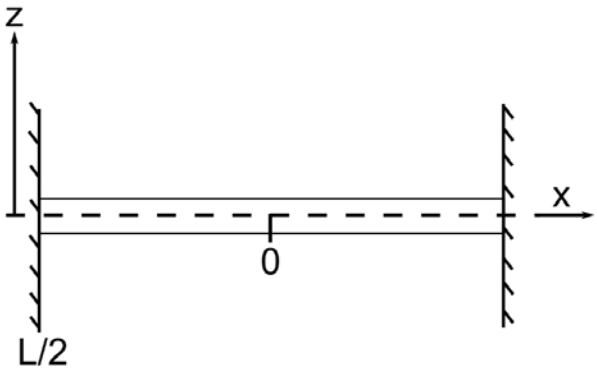


Figure 3.18 – ***Le fil de Chromel.***

L'expression (3.18) exprime le terme source où V (= $\pi d^2 dx/4$) et s (= $\pi d dx$) sont respectivement le volume du fil et sa surface d'échange (pour une longueur dx) avec l'environnement à la température T_∞. h représente les pertes convecto-radiatives.

$$q_f V = P - hs\left(T(x) - T_\infty\right) \tag{3.18}$$

Après changement de variable $\theta(x) = T(x) - T_\infty$, le terme source (3.18) peut s'écrire sous la forme (3.19) où $m = \pi d$ est le périmètre du fil et $S = \pi d^2/4$ sa section.

$$q_f = \frac{\rho}{S^2} I^2 - \frac{hm\theta(x)}{S} \tag{3.19}$$

La relation (3.19) est injectée dans l'équation de POISSON (3.17).

$$\frac{d^2\theta(x)}{dx^2} + \frac{\rho I^2}{k_c S^2} - \frac{hm\theta(x)}{k_c S} = 0 \tag{3.20}$$

avec des conditions limites en $x = 0$ et en $x = L/2$. En prenant en compte le fait que le fil est cylindrique de révolution, l'équation (3.20) devient :

$$\frac{d^2\theta(x)}{dx^2} - \frac{4h}{k_c d}\theta(x) = -\frac{16\rho I^2}{k_c \pi^2 d^4} \tag{3.21}$$

Cette équation ne poserait aucun problème de résolution si l'ensemble des grandeurs intervenant dans le système était indépendant de la température. Or, le système étant susceptible de fonctionner à haute température (jusqu'à 1 200°C), il est important de prendre en compte la thermo-dépendance des paramètres. Quatre types de thermo-dépendance sont à considérer :

- la variation de la résistivité électrique,
- la dilatation thermique qui agit sur le diamètre et la longueur du fil,
- la variation de la conductivité thermique,
- et la variation du coefficient d'échange.

On va prendre en compte cette thermo-dépendance de différentes façons selon leurs implications dans les termes de l'équation (3.21). Dans le premier terme, x dépend de T à cause de la dilatation longitudinale et par conséquent de la limite en $L/2$. On suppose ici que la dilatation est uniforme en x. On corrige expérimentalement la variation de $L/2$ grâce au montage à masselottes qui permet de maintenir la longueur chauffée constante.
Dans le second terme, h, k_c, et d dépendent de T. Ici, c'est h qui varie le plus fortement avec la température et c'est aussi le paramètre le plus mal connu, en particulier la convection naturelle sur un cylindre horizontal de diamètre micrométrique. Connaissant mal la variation de h avec T, il paraît illusoire de prendre en compte finement les variations de k_c et d. Aussi le terme $4h/k_cd$ est-il écrit au premier ordre, c'est-à-dire en le supposant constant en x, soit $4h(\overline{T})/k_c(\overline{T})d(\overline{T})$, où h, k_c, et d sont obtenus à la température moyenne du fil.
Dans le troisième terme, ρ, d, et k_c sont écrits au premier ordre sous la forme :

- $\rho = \rho_o(1 + \beta\theta)$ avec ρ_o la résistivité à T_∞,
- $d = d_o(1 + \alpha\theta)$ avec d_o le diamètre à T_∞,
- $k_c = k_{co}(1 + \gamma\theta)$ avec k_{co} la conductivité thermique à T_∞.

Le calcul est légèrement plus complexe que prévu car $\gamma\theta$ n'est pas forcément petit devant 1 ; aussi l'équation (3.21) peut-elle s'écrire :

$$\frac{d^2\theta(x)}{dx^2} - \frac{4h(\overline{T})}{k_c(\overline{T})d(\overline{T})}\theta(x) = -\frac{16I^2}{\pi^2}\frac{\rho_o(1+\beta\theta)}{k_{co}(1+\gamma\theta)d_o^4(1+4\alpha\theta)} \qquad (3.22)$$

$$\frac{d^2\theta(x)}{dx^2} - \frac{4h(\overline{T})}{k_c(\overline{T})d(\overline{T})}\theta(x) = -\frac{16I^2}{\pi^2}\frac{\rho_o}{k_{co}d_o^4}\frac{[1+(\beta-4\alpha)\theta]}{1+\gamma\theta} \tag{3.23}$$

$$\frac{d^2\theta(x)}{dx^2} - \frac{4h(\overline{T})}{k_c(\overline{T})d(\overline{T})}\theta(x) = -\frac{16I^2}{\pi^2}\frac{\rho_o}{k_{co}d_o^4}\left(1+\frac{\beta-4\alpha-\gamma}{1+\gamma\theta}\theta\right) \tag{3.24}$$

En prenant $\gamma\theta$ au premier ordre, c'est-à-dire θ constant en x :

$$1+\gamma\theta \approx 1+\gamma\overline{\theta} = 1+\gamma(\overline{T}-T_\infty) \tag{3.25}$$

(3.24) s'écrit alors :

$$\frac{d^2\theta(x)}{dx^2} - \left[\frac{4h(\overline{T})}{k_c(\overline{T})d(\overline{T})} - \frac{16I^2\rho_o}{\pi^2 k_{co}d_o^4}\left(\frac{\beta-\gamma-4\alpha}{1+\gamma(\overline{T}-T_\infty)}\right)\right]\theta(x) = -\frac{16I^2}{\pi^2}\frac{\rho_o}{k_{co}d_o^4} \tag{3.26}$$

En introduisant une solution particulière de (3.22) :

$$\theta_p = \frac{1}{\dfrac{\pi^2 h(\overline{T})d_o^3}{4\rho_o I^2}\dfrac{k_{co}}{k_c(\overline{T})}\dfrac{d_o}{d(\overline{T})} - \left(\dfrac{\beta-\gamma-4\alpha}{1+\gamma(\overline{T}-T_\infty)}\right)} \tag{3.27}$$

et en posant :

$$M^2 = \frac{4h(\overline{T})}{k_c(\overline{T})d(\overline{T})} - \frac{16I^2\rho_o}{\pi^2 k_{co}d_o^4}\left(\frac{\beta-\gamma-4\alpha}{1+\gamma(\overline{T}-T_\infty)}\right) \tag{3.28}$$

l'équation (3.22) s'écrit :

$$\frac{d^2\theta(x)}{dx^2} - M^2(\theta(x)-\theta_p) = 0 \tag{3.29}$$

Au centre du fil ($x = 0$), pour des raisons de symétrie, on a une condition de flux nul (3.30). Aux extrémités du fil ($x = L/2$), le contact n'est pas parfait, il est donc envisageable d'introduire une résistance de contact R_c (3.31), soient :

en $x = 0$ $$\left.\frac{d\theta(x)}{dx}\right)_{x=0} = 0 \tag{3.30}$$

et en $x = L/2$ $$\left.-k_c\frac{d\theta(x)}{dx}\right)_{x=L/2} = \frac{\theta(x)}{R_c} \tag{3.31}$$

La solution de l'équation (3.29) est du type :

$$\theta(x) - \theta_p = Ach(Mx) + Bsh(Mx) \tag{3.32}$$

avec en x = 0 $$MAsh(0) + MBch(0) = 0 \tag{3.33}$$

et en $x = L/2$ $$A\left[k_c MR_c sh(ML/2) + ch(ML/2)\right] = -\theta_p \tag{3.34}$$

Donc, en $x = 0$ $$B = 0 \tag{3.35}$$

et en $x = L/2$ $$A = \frac{-\theta_p}{ch(ML/2) + k_c R_c M sh(ML/2)} \tag{3.36}$$

Après être repassé en température absolue, le champ de température *T(x)* s'exprime par :

$$T(x) = \theta_p\left(1 - \frac{ch(Mx)}{ch(ML/2) + k_c R_c M sh(ML/2)}\right) + T_\infty \tag{3.37}$$

La température maximale T_{max} et la température moyenne $\overline{T}$ du fil peuvent être déterminées à partir de (3.37).

$$\overline{T} = \frac{1}{L}\int_{-L/2}^{L/2} T(x)dx \tag{3.38}$$

$$\overline{T} = \theta_p \left[1 - \frac{sh(ML/2)}{ML/2\left(ch(ML/2) + k_c R_c M sh(ML/2)\right)} \right] + T_\infty \qquad (3.39)$$

$$T_{\max} = T(x=0) \qquad (3.40)$$

$$T_{\max} = \theta_p \left(1 - \frac{1}{ch(ML/2) + k_c R_c M sh(ML/2)} \right) + T_\infty \qquad (3.41)$$

S'il est possible à présent de relier analytiquement la température moyenne à la température maximale du fil, plusieurs paramètres restent à déterminer : le coefficient des pertes h et plus particulièrement le coefficient convectif h_{cv} ainsi que l'émissivité ε des pertes radiatives, la résistance de contact R_c, et enfin les coefficients β, α, et γ du Chromel (3.16).

3.2.2.2 Les valeurs des paramètres trouvées dans la littérature

Le constructeur ainsi que la littérature peuvent donner des valeurs des paramètres très différentes. Il est parfois même nécessaire de les déterminer soi-même expérimentalement.

- La conductivité thermique k_c

De nombreux constructeurs donnent une valeur de la conductivité thermique à température ambiante, et c'est souvent la même qui est citée. TOULOUKIAN [102] fournit des valeurs en fonction de la température. Elles sont rassemblées dans le Tableau 3.05 et illustrées sur la Figure 3.19. La pente obtenue à partir de cette courbe représente le coefficient γ présent dans la relation (3.26).

$T - T_o$ (K)	80,2	180,2	280,2	380,2	480,2	501,7
k_c ($W.m^{-1}.K^{-1}$)	19,0	20,9	22,8	24,7	26,6	27,1

Tableau 3.05 – ***Valeurs de la conductivité thermique du Chromel P en fonction de la température.***

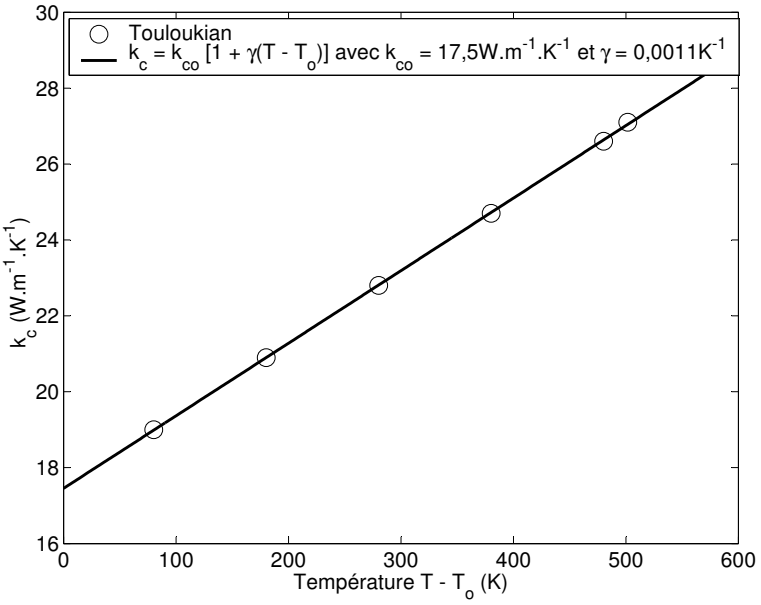


Figure 3.19 – ***Conductivité thermique k_c du Chromel P en fonction de la température [102].***

- Le coefficient d'expansion thermique α

Le coefficient d'expansion thermique α donné dans la littérature est de $17{,}2.10^{-6}K^{-1}$, c'est aussi cette valeur qui est donnée par plusieurs constructeurs.

- La résistivité électrique ρ_o et son coefficient thermique β

Les données constructeur concernant la résistivité sont $\rho_o = 70{,}6.10^{-8}\Omega.m$ à 20°C (293K) et $\beta = 0{,}00032K^{-1}$. Ces données, très importantes puisqu'elles permettent de remonter à la mesure de la température moyenne, ne sont pas fiables et doivent faire l'objet d'une détermination expérimentale.

- Le coefficient d'échange *h*

Le coefficient d'échange *h* est un coefficient d'échange qui intègre à la fois les échanges convectifs h_{cv} et les échanges radiatifs h_{rad}. Plusieurs corrélations existent en convection naturelle pour des fils horizontaux, mais c'est celle de CHURCHILL *et al.* (3.42) [17] qui est retenue, puisque, nous le verrons, c'est celle qui s'ajuste le mieux sur les points expérimentaux lors de l'estimation de paramètres (§ 3.2.2.5)

$$\overline{Nu}_d = 0{,}36 + \left[\frac{ARa_d^{0,25}}{1+\left(0{,}56/Pr\right)^{9/16}} \right]^{4/9} \tag{3.42}$$

sachant que :

$$\overline{Nu}_d = \frac{h_{cv} d}{k_a} \tag{3.43}$$

d étant la longueur caractéristique de la géométrie considérée (ici le diamètre) et k_a la conductivité thermique de l'air à la température de film $T_f = (T + T_\infty)/2$. Les propriétés thermophysiques de l'air sont les mêmes que celles utilisées au § 3.2.1.1.

Dans la formule de CHURCHILL *et al.*, le coefficient A vaut initialement 0,518 et h_{cv} est présenté en fonction de la température sur la Figure 3.20 ainsi que les échanges radiatifs avec $\varepsilon_{IR} = 0{,}8$ (§ 3.2.2.3).

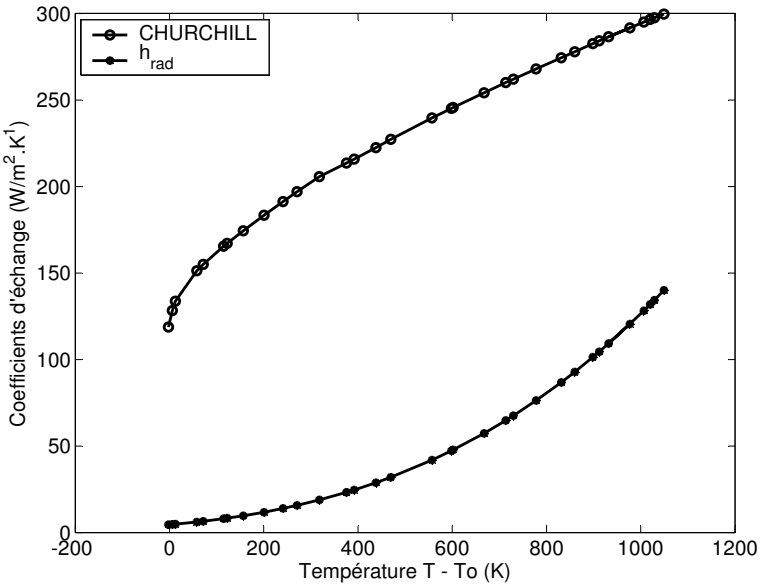


Figure 3.20 – ***Tracé des allures des corrélations de Churchill* et al *et des échanges radiatifs.***

Les échanges radiatifs h_{rad} se définissent à partir de (3.44). La constante de STEFAN-BOLTZMANN σ vaut $5{,}67.10^{-8}$W.m^{-2}.K^{-4}.

$$h_{rad} = \varepsilon\sigma(\overline{T} + T_\infty^2)(\overline{T} + T_\infty) \qquad (3.44)$$

Sur la Figure précédente, les échanges convectifs sont prédominants sur les échanges radiatifs, mais le coefficient h_{cv} reste cependant mal connu sur des fils très fins. Ce paramètre fera donc l'objet d'une estimation et d'une étude de sensibilité (§ 3.2.2.4) en jouant sur A ; de tous les coefficients présents dans (3.42), seul A semblait être le plus pertinent à estimer puisqu'il permet d'obtenir le meilleur ajustement sur les points expérimentaux.
Si aucune expérience n'est réalisée pour évaluer indépendamment les échanges convectifs, l'émissivité du Chromel ε fait par contre l'objet d'une mesure indépendante par spectroradiométrie (§ 3.2.2.3) bien que certaines valeurs soient disponibles dans la littérature.

- La résistance de contact R_c

La condition limite $x = L/2$ exprimée par la relation (3.31) fait apparaître une résistance de contact. Expérimentalement, le fil de 127µm passe dans des blocs massifs en acier dans un trou de 1mm de diamètre (Figure 3.21) et peut glisser librement à travers ces trous.

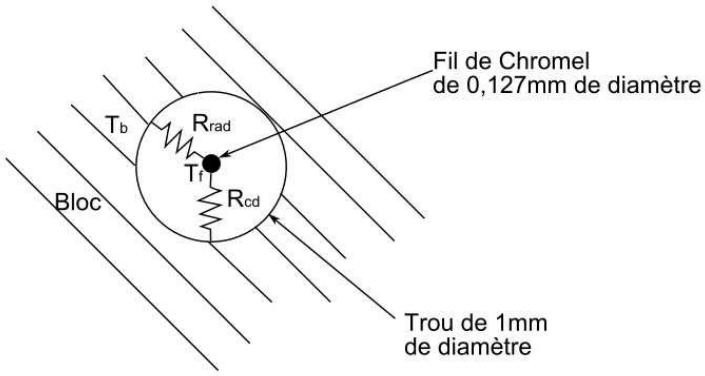


Figure 3.21 – ***Schématisation de la résistance de contact entre le fil de Chromel et le bloc en x = L/2.***

Entre le bloc et le fil, les échanges thermiques sont de la forme $\Delta T = R_{th}\Phi$ avec R_{th} la somme de deux résistances thermiques en parallèle de conduction R_{cd} et de rayonnement R_{rad} dans l'air. La résistance de conduction peut être définie de la manière suivante :

$$R_{cd} = \frac{\ln(d_{trou}/d_{fil})}{2\pi k_{air} l} \approx 1300 K.W^{-1} \qquad (3.45)$$

avec d_{trou} = 1mm, d_{fil} = 0,127mm, k_{air} = 0,025W.m^{-1}.K^{-1} la conductivité thermique de l'air approximativement à 300K, et l = 10mm la longueur du trou. La résistance thermique radiative peut s'exprimer ainsi :

$$\Phi_{rad} = \frac{\Delta T}{R_{rad}} = \varepsilon\sigma S\left(T_{fil}^4 - T_{bloc}^4\right) \approx 4\varepsilon\sigma S T_{bloc}^3\left(T_{fil} - T_{bloc}\right) \tag{3.46}$$

$$R_{rad} \approx \frac{1}{4\varepsilon\sigma S T_{bloc}^4} \approx 5200 K.W^{-1} \tag{3.47}$$

avec ici ε = 1, σ la constante de STEFAN-BOLTZMANN, $S \approx \pi d_{trou} l$, et $T_{bloc} \approx$ 300K. La résistance totale de contact vaut alors :

$$R_{th} = \frac{1}{\frac{1}{R_{cd}} + \frac{1}{R_{rad}}} \approx 1040 K.W^{-1} \tag{3.48}$$

Mais comme la relation (3.31) s'exprime en densité de flux, alors il faut corriger R_{th} par la surface d'échange thermique S pour avoir R_c. Ainsi :

$$R_c = R_{th} S = R_{th} \frac{\pi d_{fil}^2}{4} = 1{,}3.10^{-5} K.m^2.W^{-1} \tag{3.49}$$

- L'émissivité du Chromel ε

SASAKI *et al.* [88] ont mesuré l'émissivité hémisphérique totale du Chromel par une technique calorimétrique dans une chambre à vide, dont l'évolution en fonction de la température est donnée sur la Figure 3.22.
Comme aucune autre valeur n'a pu recouper celles de SASAKI *et al.*, une mesure indépendante est effectuée à l'aide d'un spectroradiomètre.

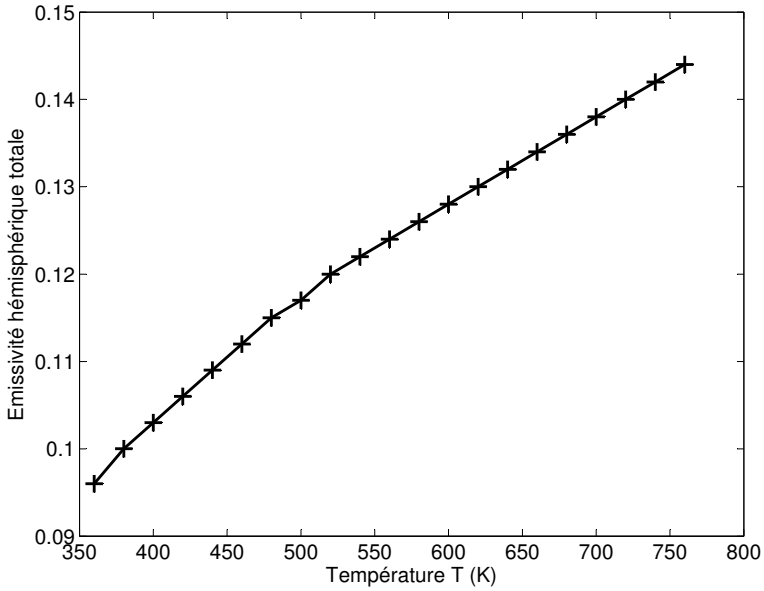


Figure 3.22 – ***Émissivité hémisphérique totale du Chromel mesurée par SASAKI [88].***

3.2.2.3 Les expériences annexes

Un certain nombre d'expériences a été mis en place pour déterminer les coefficients présentés précédemment ou encore confirmer les valeurs trouvées dans la littérature. Seule une expérience permettant de déterminer les échanges convectifs n'a pas été conçue.

- La mesure du coefficient d'expansion thermique α

La mesure a été réalisée à l'aide d'un dilatomètre (Figure 3.23). Les mesures ont été effectuées plusieurs fois par des montées/descentes en température entre 293K et 1 523K. La courbe présente la dilatation d'un échantillon de forme cylindrique de 6mm de diamètre et de 25mm de longueur en fonction de la température. Les points expérimentaux mettent en évidence une variation linéaire en fonction de la longueur : le coefficient directeur de la droite (-) passant au plus proche des points expérimentaux (*) permet de remonter au coefficient d'expansion thermique $\alpha = 0{,}0000103 K^{-1}$; cette valeur est inférieure à celle trouvée dans la littérature mais elle est du même ordre de grandeur. Cependant comme elle est dix fois plus faible que β ou γ, une erreur sur cette grandeur n'aura pas de grosses influences sur les résultats.

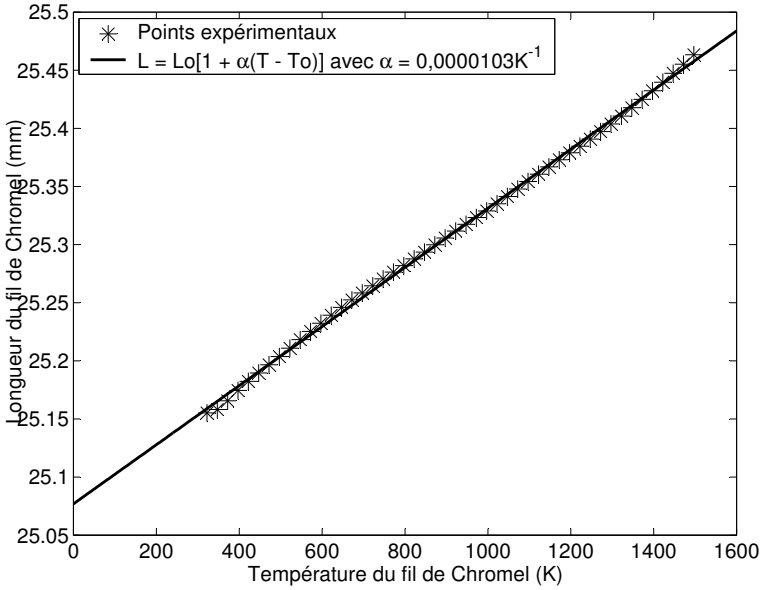


Figure 3.23 – ***Dilatation thermo-mécanique d'un échantillon de Chromel (cylindre de 6mm de diamètre et de 25mm de longueur).***

- La mesure de l'émissivité du Chromel ε

Le fil sur le montage est chauffé quasiment jusqu'à son point de fusion et une couche d'oxydation se forme en surface. Pour la mesure, un échantillon de taille 20mmx20mm de Chromel a été préparé dans un premier temps au four pour l'oxyder et ainsi se placer dans les conditions proches de celles de l'expérience. Le spectroradiomètre balaye une large bande spectrale ([3,5µm – 5,5µm]) qui est celle de travail de la caméra (Figure 3.24).

Obtenue à partir de la relation (3.14), l'émissivité hémisphérique totale ε vaut 0,80.

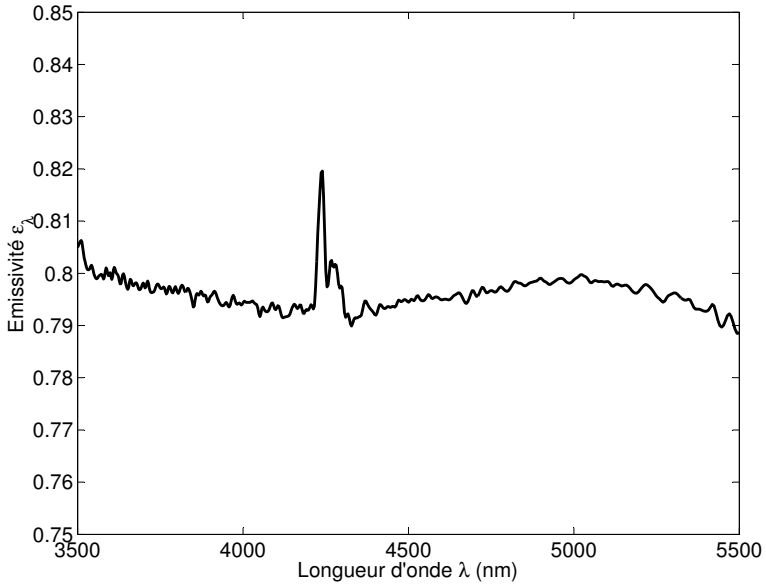


Figure 3.24 – ***Émissivité spectrale du Chromel mesurée par spectroradiométrie entre 3,5µm et 5,5µm.***

- La mesure de la résistivité du Chromel ρ

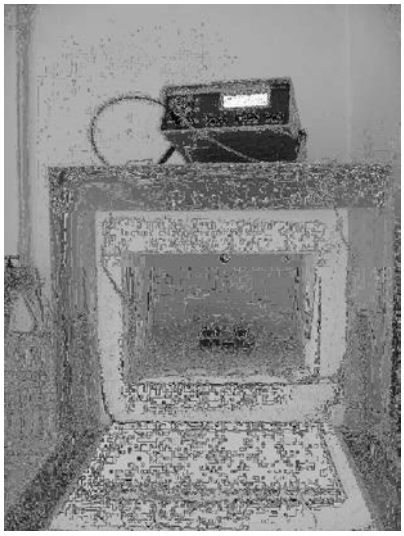
La mesure à l'aide du four

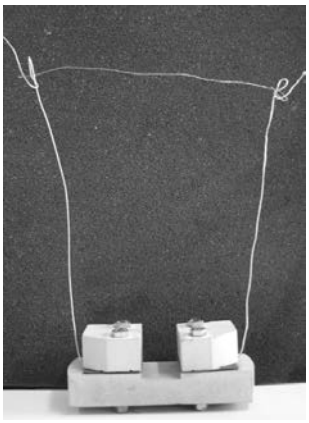
Une première expérience a été de placer un fil de Chromel dans un four à hautes températures : le fil de Chromel est entre deux blocs de brique réfractaire en Stumatite (Figure 3.25). La résistance du fil est mesurée à l'aide de deux fils en cuivre reliés à un multimètre. L'idée est de faire monter la température du four et de mesurer la résistance aux bornes du fil. Comme le fil est de petites dimensions (127µm de diamètre et 100mm de longueur), il atteint rapidement la température ambiante (les paliers en température entre chaque mesure sont suffisamment longs pour que les blocs de serrage atteignent eux aussi la température du four). La température du four est obtenue soit à partir du thermocouple interne au four utilisé pour sa régulation, soit à l'aide d'une sonde de température de type K placée à proximité pour conforter les résultats. La Figure 3.26 présente l'évolution de la résistance du fil en fonction de sa température. Elle présente une évolution de la température assez linéaire. Le coefficient thermique de la pente vaut $\delta = 0{,}00053\text{K}^{-1}$.

En fait, ce coefficient δ est égal à $\beta - \alpha$. La résistance mesurée est $\overline{R} = \rho L/S$ soit :

$$\overline{R} = \rho_o \frac{L_o}{d_o} \frac{4}{\pi} \left[1 + (\beta - \alpha)(T - T_\infty)\right] \tag{3.50}$$

β est donc égal à $\delta + \alpha$ soit 0,00054K^{-1}. Ce résultat est relativement éloigné de ce qui a été trouvé dans la littérature. Pour confirmer cette valeur, une autre technique a été utilisée.





Figures 3.25 – ***Mesure du coefficient thermique du Chromel dans un four hautes températures : mesure de*** $\overline{R}$ ***(T).***

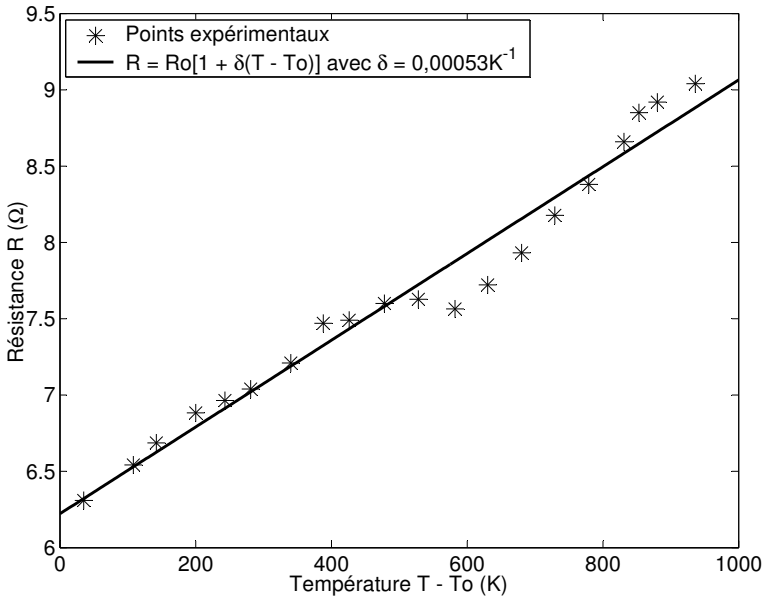


Figure 3.26 – ***Résultats de la mesure expérimentale de la résistance du fil de Chromel dans le four en fonction de sa température.***

La mesure par caméra de thermographie infrarouge

La caméra de thermographie infrarouge a été l'autre moyen de mesurer le coefficient thermique β du fil. La largeur d'un pixel de la caméra matricielle étant supérieure au diamètre du fil, la température qu'elle va donner est fausse. Elle est alors équipée d'un objectif microscopique. La Figure 3.27 donne l'évolution de la résistance du fil toujours en fonction de sa température. L'évolution est linéaire et donne une valeur de $\delta = 0{,}00058\text{K}^{-1}$.
Dans cette expérience, la longueur est maintenue fixe, aussi δ mesuré vaut-il :

$$R = \rho \frac{L_o}{S} = \rho_o \frac{L_o}{d_o^2} \frac{4}{\pi} \left[1 + (\beta - 2\alpha)(T - T_\infty)\right] \tag{3.51}$$

soit $\beta = \delta + 2\alpha = 0{,}00060\text{K}^{-1}$: le résultat obtenu est compatible avec la précédente mesure. À noter que les valeurs de températures sont obtenues pour une émissivité $\varepsilon = 0{,}80$ déterminée précédemment.

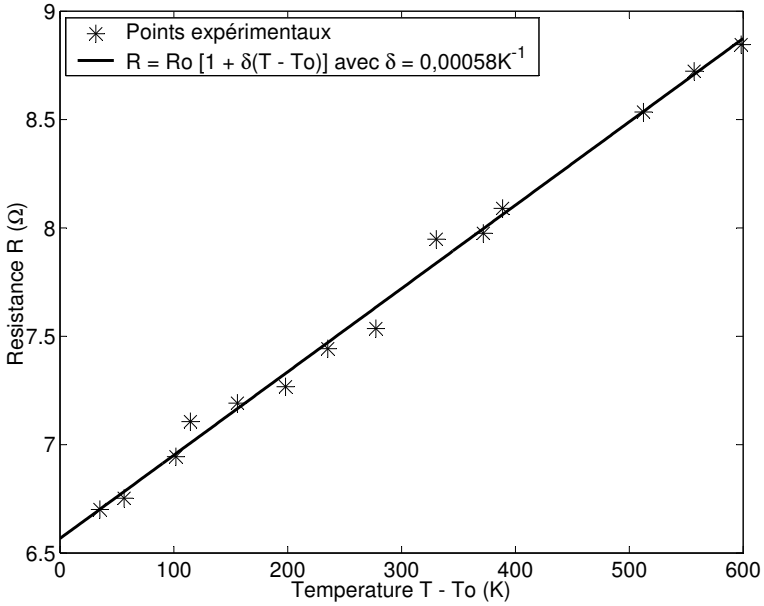


Figure 3.27 – ***Mesure de la résistance du fil de Chromel en fonction de sa température à l'aide de la caméra de thermographie infrarouge.***

3.2.2.4 Une simulation de champ de température dans le fil

En utilisant les résultats précédents, il est possible maintenant de calculer le champ de température dans le fil à partir des relations (3.39) et (3.41) et d'évaluer l'écart entre la température moyenne donnée par le multimètre et la température maximale obtenue par voie optique. Ces champs sont tracés sur les Figures 3.28 et 3.29. La température T_∞ est imposée à 20°C (293K) et c'est le courant I qui augmente progressivement de 0,1 à 0,9A par pas de 0,2A.

La longueur du fil L était dans un premier temps de 20mm. Du fait de la faible valeur de R_c, un gradient significatif en température apparaît nettement (Figure 3.28). Ce dernier a même tendance à augmenter avec le courant.

Pour diminuer le gradient et l'écart de température, nous avons choisi de travailler avec un fil de 100mm de longueur. Le gradient est beaucoup plus faible et une plus grande uniformité en température est constatée même si la dépendance avec le courant est toujours visible (Figure 3.29).

Le fil de 100mm est plus intéressant puisque la température $T(x)$ est plus homogène et l'écart des températures $T_{max} - \overline{T}$ est plus faible.

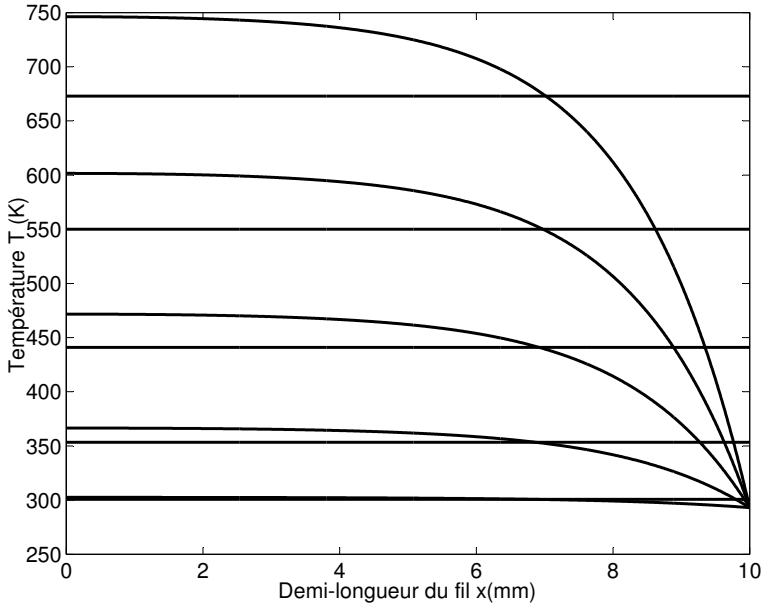
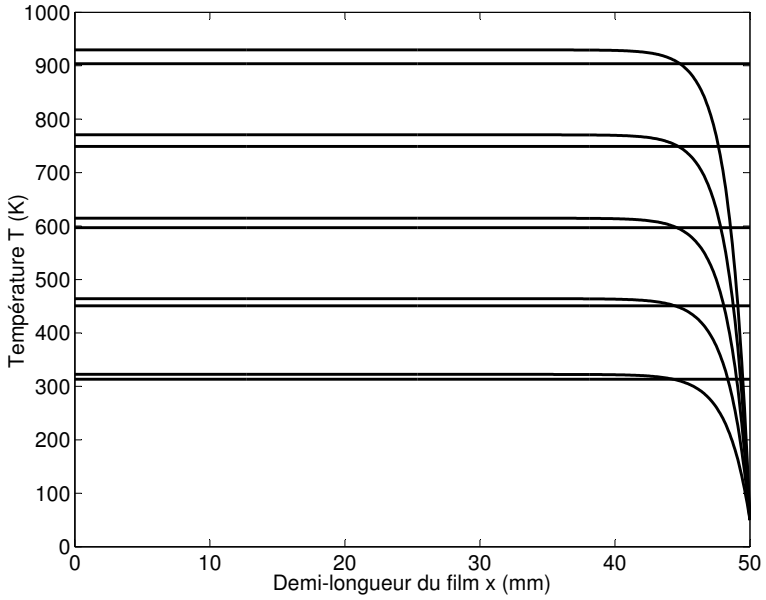


Figure 3.28 – ***Modélisation du champ de température du fil de 20mm de longueur (T(x), $\overline{T}$).***



Figures 3.29 – ***Modélisation du champ de température T(x) d'un fil de 100mm de longueur (T(x),*** $\overline{T}$ ***).***

3.2.2.5 L'estimation de paramètres et l'étude de leur sensibilité

Les mesures indépendantes effectuées précédemment ont permis de déterminer certains paramètres inconnus de façon plus ou moins fiable.

- Les résultats obtenus expérimentalement pour α correspondent à peu près à ceux trouvés dans la littérature.
- Les valeurs de γ trouvées dans la littérature concordent bien avec celles données par le constructeur.
- Même si l'émissivité du Chromel obtenue expérimentalement est au-dessus de celle trouvée dans la littérature, cela aura peu d'incidence sur le résultat, comme cela a été montré précédemment, les échanges radiatifs sont faibles par rapport aux échanges convectifs (Figure 3.20).
- Une grande incertitude existe également sur β. En effet les mesures faites donnent une valeur deux fois plus élevée que celle fournie par les constructeurs.

Ces deux derniers points devront donc faire l'objet d'une estimation systématique. L'utilisation d'un modèle pour estimer les paramètres A et β reste délicate car il faut évaluer les pertes globales autour du fil qui dépendent de la température : c'est donc un problème non

linéaire. La résolution est faite de manière itérative à partir de la température moyenne du fil $\overline{T}$ et des coefficients d'échange radiatif (h_{rad}) et de convection naturelle (h_{cv}) calculés à $\overline{T}$.

Les paramètres inconnus du modèle A et β sont estimés par une méthode de type moindres carrés (Annexe D), couplée à un algorithme de LEVENBERG-MARQUARDT [56,64], qui consiste à minimiser, pour différentes valeurs de la puissance injectée dans le fil $P = UI$, les écarts entre les températures moyennes données par le modèle théorique et celles mesurées expérimentalement [6,79]. L'observable et la variable explicite à disposition sont respectivement la résistance $\overline{R}$ (= U/I) et le courant I. Le modèle analytique prend en compte la non-linéarité des pertes (calcul à partir de $\overline{T}$ obtenue par itération), ce qui suppose qu'elles sont uniformes le long du fil. Ce qui n'est pas rigoureusement vrai. En effet, la température, proche de l'ambiante près des bords, peut atteindre la température de fusion du fil (> 1 000°C) au centre.

Les données expérimentales de courant I et de tension U sont données dans le Tableau 3.06. Ces observables servent à calculer la résistance $\overline{R}$, laquelle est tracée en fonction de I sur la Figure 3.30 (les points expérimentaux sont représentés par o). Le programme itératif converge pour les valeurs suivantes : β = 0,00054K^{-1} et A = 0,617. La valeur de β ainsi obtenue, est cohérente avec les mesures précédentes ; c'est donc cette valeur qui sera utilisée. En ce qui concerne la valeur de A, elle est légèrement supérieure à celle de CHURCHILL, ce qui peut s'expliquer par la finesse du diamètre du fil ; les coefficients d'échange augmentent généralement lorsque le diamètre diminue.

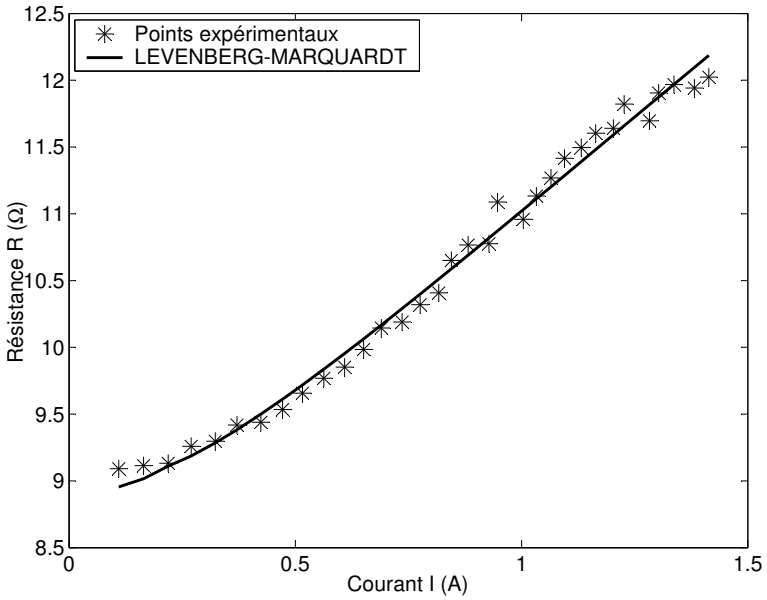


Figure 3.30 – ***Tracés de la résistance $\overline{R}$ en fonction du courant I (o) et de son estimation par la méthode des moindres carrés (-).***

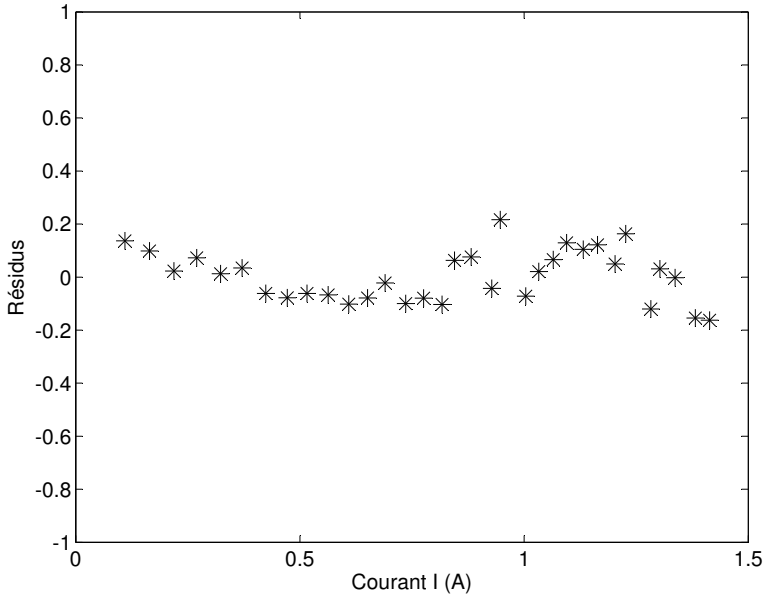


Figure 3.31 – ***Résidus.***

La sensibilité du modèle est étudiée à partir de la variation de l'observable (ici $\overline{R}$) en fonction des paramètres (ici A et β) lorsqu'on les fait légèrement varier (de quelques pourcents). Dans la pratique, pour pouvoir comparer les sensibilités entre elles, il est préférable de travailler avec les sensibilités réduites qui ont la même unité :

$$X_\beta = \beta \frac{\partial R}{\partial \beta} \qquad X_A = A \frac{\partial R}{\partial A} \tag{3.52}$$

Si les paramètres sont corrélés, alors la variation d'un des paramètres se répercute sur les autres. Pour des paramètres très sensibles, une erreur dans leur estimation peut entraîner des erreurs de mesure importantes. Il devient alors nécessaire de définir les paramètres les plus sensibles par d'autres méthodes indépendantes les unes des autres (comme cela a été fait).

La Figure 3.32 montre les sensibilités réduites de l'observable $\overline{R}$ à β et à A qui paraissent plus ou moins corrélées. Par contre, la Figure 3.33 montre qu'en fait, $d\overline{R}/d\beta$ et $d\overline{R}/dA$ ne sont pas proportionnelles et par conséquent pas corrélées. D'autre part, les sensibilités réduites sont dans un rapport d'environ 10^4, ce qui montre que β est beaucoup mieux identifié que A.

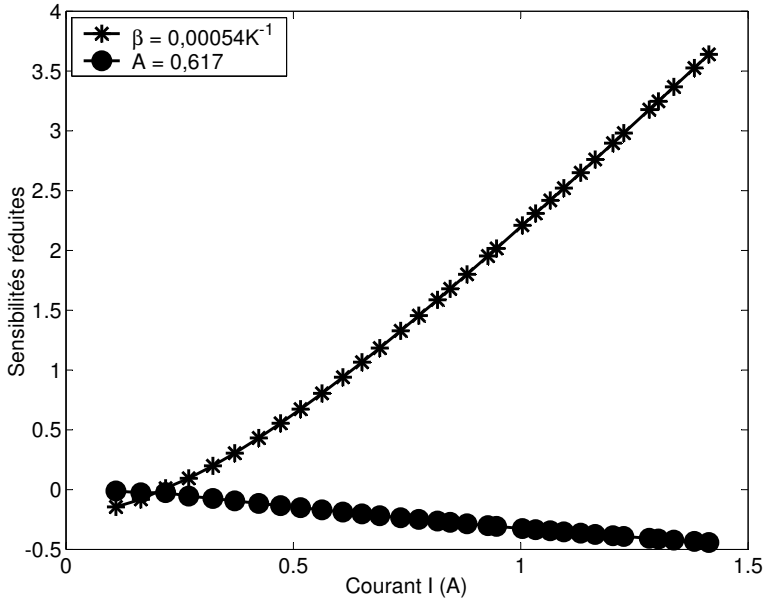


Figure 3.32 – ***Tracés des courbes de sensibilités réduites des paramètres estimés (β et A).***

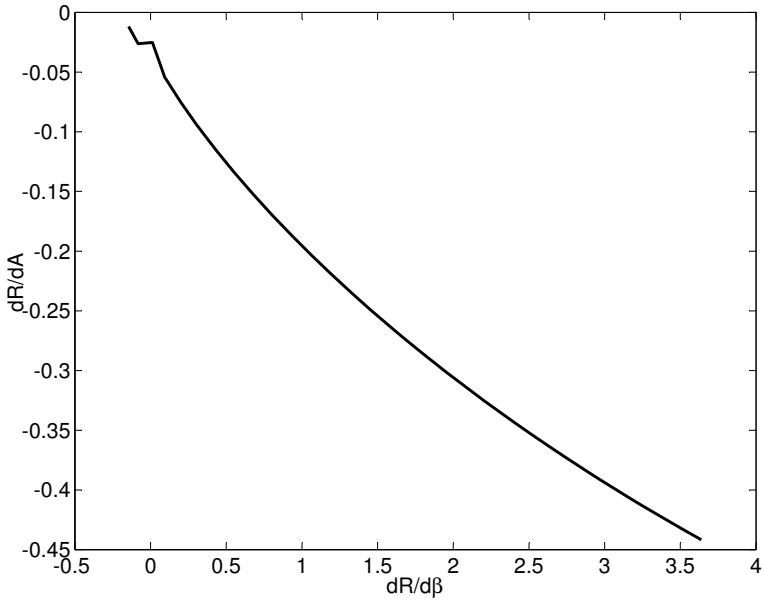


Figure 3.33 – ***Tracés de la sensibilité de R sur A en fonction de la sensibilité de R sur β.***

Le Tableau 3.06 et la Figure 3.34 présentent cette fois-ci les résultats obtenus en terme de température et de coefficients d'échange à partir des paramètres estimés. Les résidus également indiqués montrent un écart faible entre les points expérimentaux et les points déterminés par la méthode des moindres carrés.

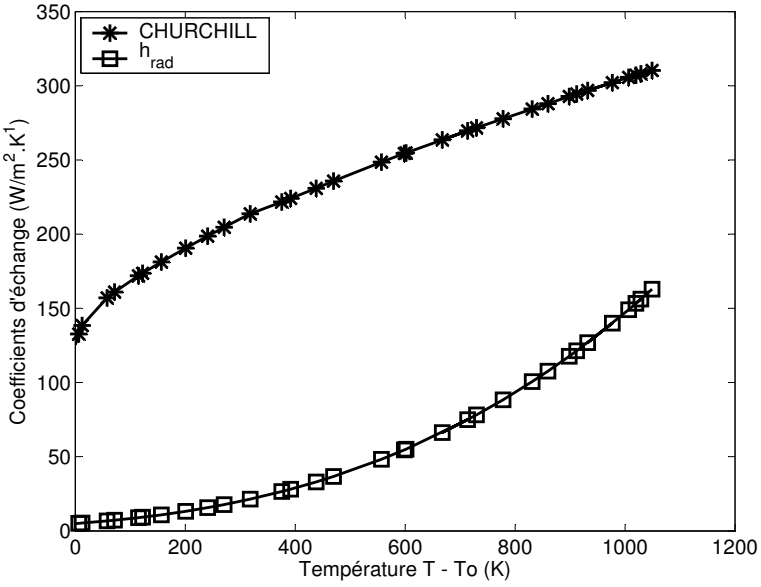


Figure 3.34 – ***Tracés des coefficients d'échange radiatif (□) et convectif (*) en fonction de la température obtenue avec des paramètres estimés intégrés dans les corrélations.***

U (V)	I (A)	P (W)	R (Ω)	T (K)	h_{conv} ($W.m^{-2}.K^{-1}$)	h_{rad} ($W.m^{-2}.K^{-1}$) $\varepsilon_{IR} = 0,8$	Résidus
1,000	0,110	0,110	9,091	290,6	122	4,5	0,1365
1,503	0,164	0,247	9,115	299,1	132	4,7	0,0984
2,000	0,219	0,438	9,132	305,6	138	4,9	0,0230
2,500	0,270	0,675	9,259	351,0	157	6,1	0,0729
3,003	0,323	0,970	9,297	364,6	160	6,5	0,0124
3,494	0,371	1,296	9,418	407,9	171	8,0	0,0344
4,002	0,424	1,696	9,439	415,3	173	8,3	-0,0617
4,500	0,472	2,124	9,534	449,5	181	9,7	-0,0783
4,983	0,516	2,571	9,657	493,6	190	11,8	-0,0618
5,500	0,563	3,097	9,769	533,8	198	13,9	-0,0670
6,000	0,609	3,654	9,852	563,7	204	15,7	-0,1017
6,500	0,651	4,232	9,985	611,1	213	18,8	-0,0789
7,000	0,690	4,830	10,145	668,6	221	23,2	-0,0220
7,500	0,736	5,520	10,190	684,9	224	24,6	-0,1001
8,008	0,776	6,214	10,320	731,2	230	28,8	-0,0792
8,503	0,817	6,947	10,408	762,8	235	32,0	-0,1034
9,000	0,845	7,605	10,651	850,0	248	41,9	0,0628
9,496	0,882	8,376	10,766	891,5	254	47,3	0,0761
10,000	0,928	9,280	10,776	894,9	254	47,8	-0,0424
10,500	0,947	9,944	11,088	960,5	263	57,3	0,2164
11,003	1,004	11,047	10,959	1 006,6	269	64,8	-0,0716
11,500	1,033	11,880	11,133	1 022,8	271	67,6	0,0205
12,000	1,065	12,780	11,268	1 071,1	277	76,3	0,0655
12,500	1,095	13,688	11,416	1 124,2	284	86,8	0,1290
13,013	1,132	14,731	11,496	1 152,8	287	92,8	0,1047
13,506	1,164	15,721	11,603	1 191,5	292	101,4	0,1220
14,004	1,203	16,847	11,641	1 205,0	294	104,5	0,0497
14,506	1,227	17,799	11,822	1 270,1	296	120,5	0,1634
15,007	1,283	19,254	11,697	1 225,0	302	109,2	-0,1203
15,512	1,303	20,212	11,905	1 299,6	305	128,2	0,0313
16,000	1,337	21,392	11,967	1 321,9	307	134,3	-0,0023
16,504	1,382	22,809	11,942	1 313,0	308	131,8	-0,1541
17,002	1,414	24,041	12,024	1 342,3	310	140,0	-0,1623

Tableau 3.06 – ***Résultats en température du fil et estimation des échanges radiatif et convectif à partir des paramètres estimés.***

3.3. Le microscope et le système de mesure du flux photonique

Le fonctionnement du microscope est détaillé en Annexe E. Il est composé d'un objectif et d'un oculaire. Entre l'objectif et l'oculaire, sont disposés un diaphragme, une roue à filtres mais également un tube en Dural de manière à isoler le mieux possible le détecteur de la

lumière ambiante. La roue codeuse porte les filtres monochromatiques utilisés pour la méthode multi-spectrale.

Le flux, collecté par le microscope, parvient finalement au photomultiplicateur (multi-alkali) par le biais des filtres.

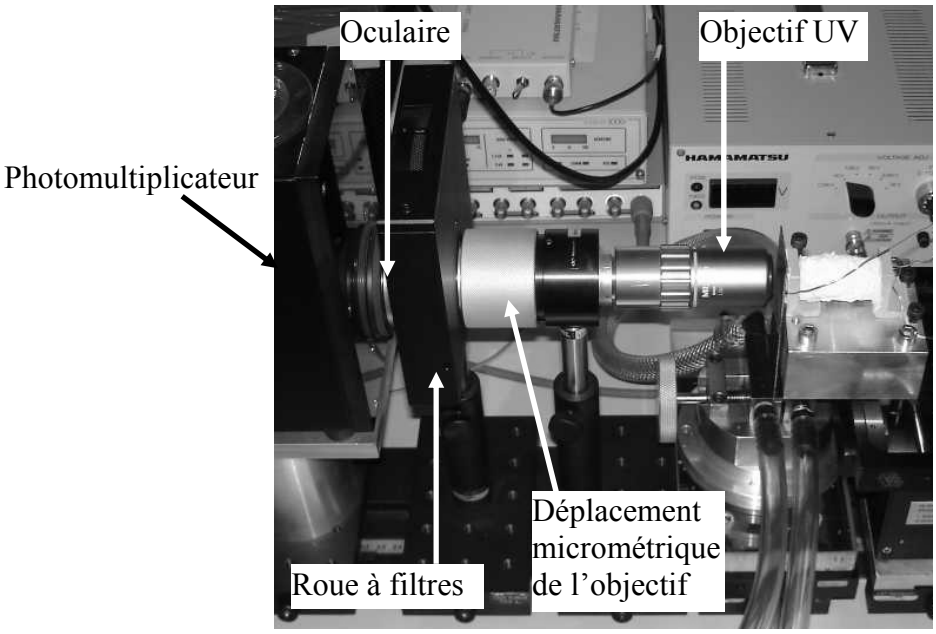


Figure 3.35 – ***Vue générale du microscope. Entre l'objectif et l'oculaire se trouvent le diaphragme et la roue à filtres. Tous ces éléments sont accolés les uns aux autres pour éviter toute lumière parasite. De plus, une pièce en Dural relie tous les éléments entre eux pour isoler le détecteur du milieu extérieur.***

3.3.1. L'objectif ultraviolet

L'objectif ultraviolet (CaF_2 transparent dans les UV) qui a été choisi, présente la particularité d'avoir une longue distance de travail (15mm) pour ne pas perturber le milieu de mesure mais aussi pour permettre des mesures microscopiques à hautes températures ; de nombreux objectifs ont des distances de travail inférieures voire très inférieures au centimètre. Le Tableau 3.07 référence les principales caractéristiques de l'objectif que nous avons retenues.

Grossissement commercial	Ouverture numérique	Distance focale (mm)	Distance de travail (mm)
50x	0,42	4	15

Tableau 3.07 – ***Caractéristiques principales de l'objectif ultraviolet.***

La grande distance de travail de l'objectif est importante puisque, pour le corps noir, le point de visée se situe à 10mm à l'intérieur de la cavité (§ 3.2.1). La transmittivité du verre est fonction de la longueur d'onde et la Figure 3.36 en représente son spectre.

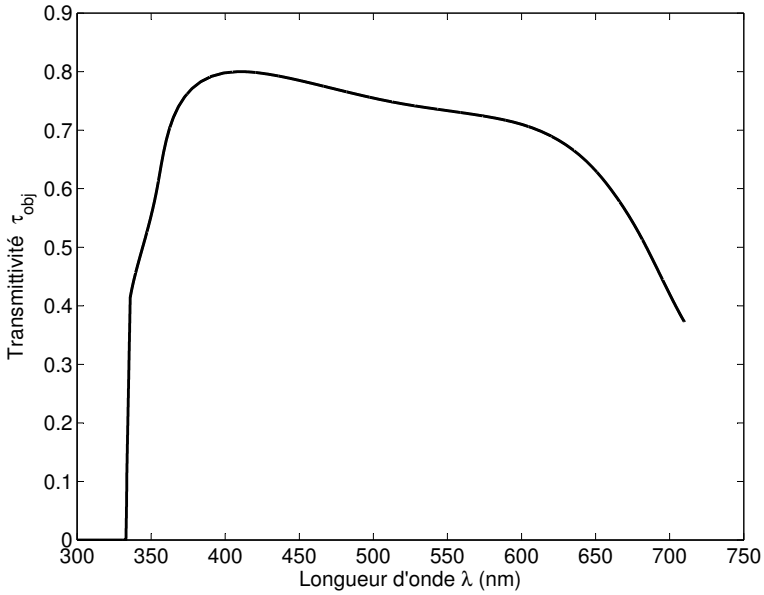


Figure 3.36 – ***Transmittivité spectrale de l'objectif.***

3.3.2. L'oculaire

L'oculaire est en verre de type BK7 (10x), il présente également une fonction de transfert fonction de la longueur d'onde débutant vers 350nm (Figure 3.37).

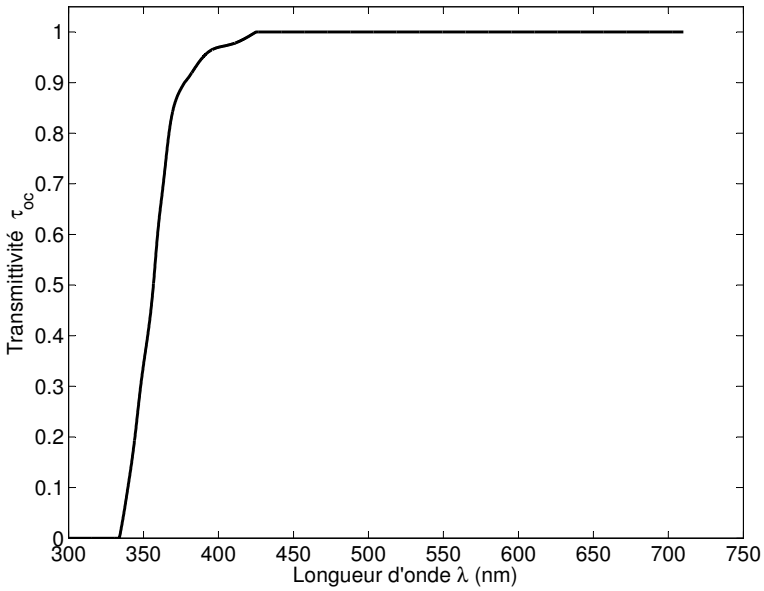


Figure 3.37 – ***Transmittivité spectrale de l'oculaire.***

3.3.3 Le photomultiplicateur et son refroidisseur

Sa cellule sensible est de type multi-alkali et est refroidie par un élément PELTIER. La chaleur est évacuée par une circulation d'eau. Le rendement quantique, noté η, de la cellule donné sur la Figure 3.38 est celui fourni par le constructeur. La gamme de travail du PMT s'étend de 185µm à 710µm et sa réponse est maximale à 410nm.

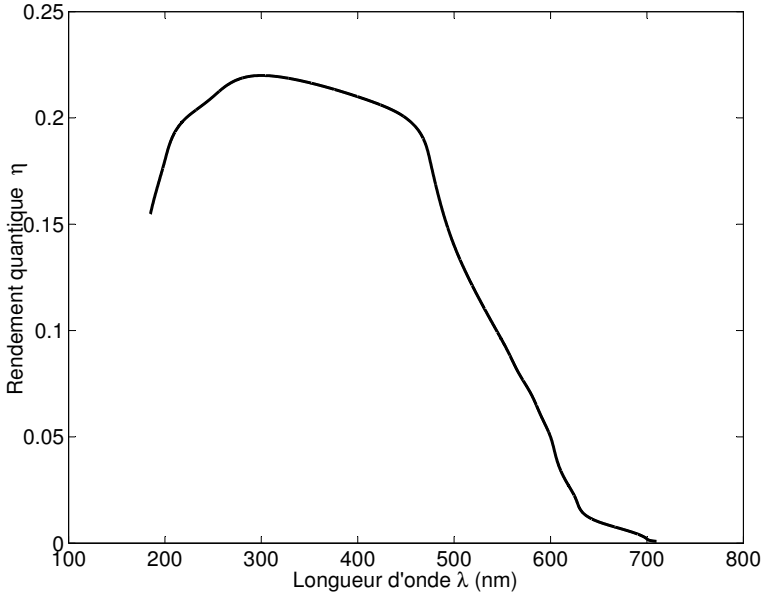


Figure 3.38 – ***Rendement quantique η du PMT.***

Le PMT est refroidi par effet PELTIER pour réduire le bruit de mesure (-20°C). Pour mettre en évidence l'intérêt de refroidir la cellule sensible du PMT, le bruit de fond est enregistré. Il apparaît clairement sur la Figure 3.39 qu'au bout de 40 minutes environ, le nombre de photons parasites chute de 9 photons par seconde à un photon par seconde voire moins. Le bruit de fond est lié au bruit de l'électronique du photomultiplicateur.

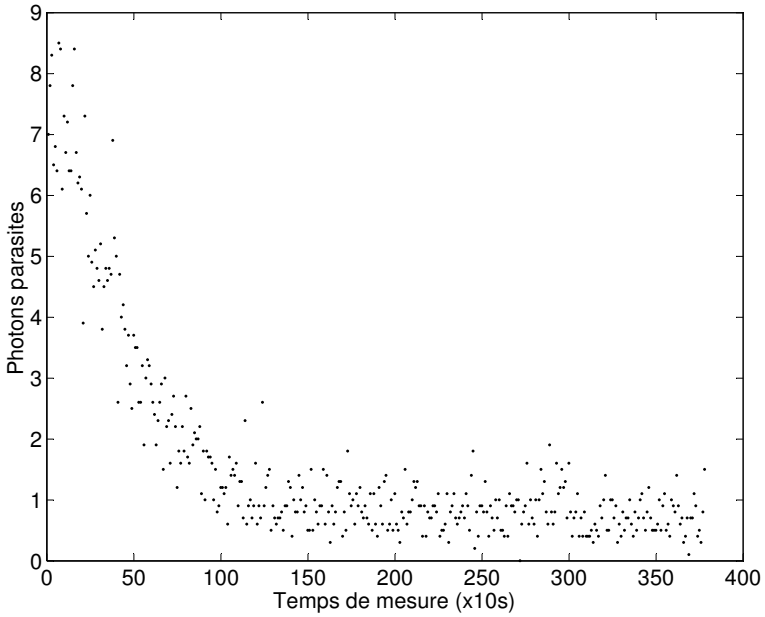


Figure 3.39 – ***Refroidissement du PMT. Le nombre de photons parasites chute puis se stabilise après environ 40 minutes. La température du PMT passe de 20°C à -20°C.***

3.3.4 Les filtres monochromatiques

Les filtres monochromatiques ont été choisis à partir de critères théoriques présentés au § 2.2.2.3. Les fonctions de transfert τ_{f_i} (Figure 3.40) des filtres sont données par les constructeurs et ont été vérifiées à l'aide du spectroradiomètre. Ils sont très proches les uns des autres et ont une faible largeur de bande spectrale (environ 10nm) confortant ainsi l'hypothèse de l'émissivité constante entre deux mesures effectuées à deux longueurs d'onde différentes.

Les données constructeur des filtres sont données dans le Tableau 3.08.

Filtre n°i	Longueur d'onde centrale $\overline{\lambda}_i$ (nm)	Transmittivité maximale $\tau_{\overline{\lambda}_i}$	Largeur de la bande spectrale $\delta\lambda$ (nm)
i = 1	379,15	0,4942	11,90
i = 2	389,5	0,4306	12,40
i = 3	400,25	0,4957	10,70

Tableau 3.09 – ***Caractéristiques optiques et spectrales des filtres.***

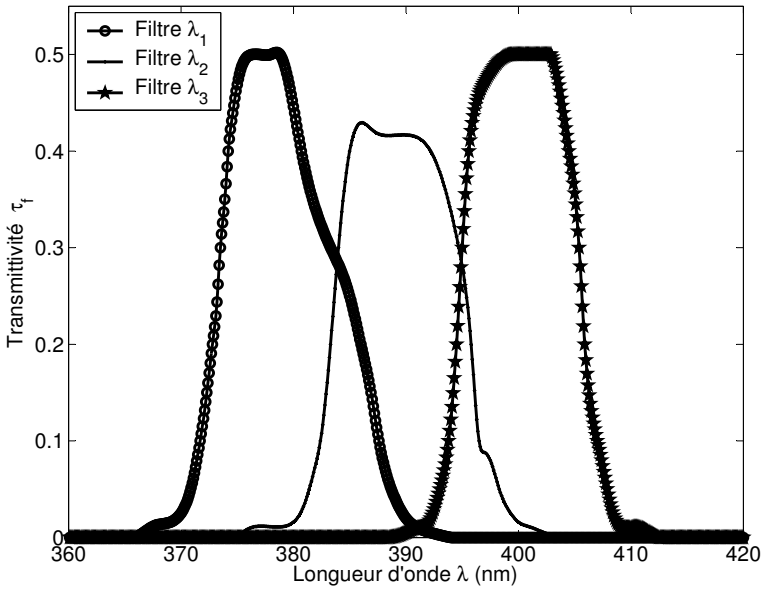


Figure 3.40 – ***Transmittivité spectrale des trois filtres utilisés pour la méthode multi-spectrale.***

3.3.5 La carte de comptage

La carte de comptage enregistre les photons comptabilisés par le PMT, c'est-à-dire que le photon qui est absorbé par la cellule sensible va donner naissance à une cascade de photo-électrons sous l'effet d'un intense champ électrique (Figure 3.41), il y a donc création d'un signal électrique directement exploitable par la carte de comptage (logiciel développé au laboratoire sous Delphi).

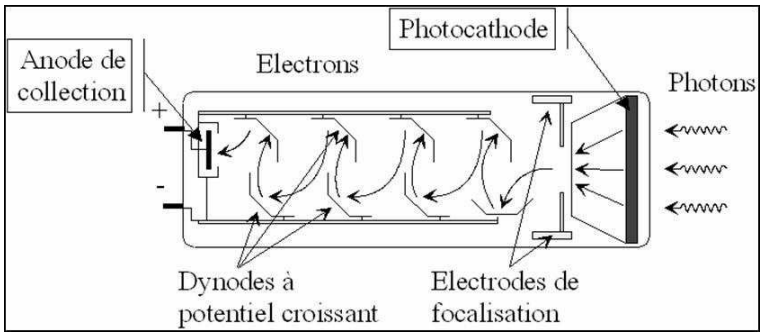


Figure 3.41 – ***Principe du détecteur quantique.***

La carte permet à son utilisateur de choisir le temps d'intégration δt (de 1ms à 10s), c'est-à-dire qu'elle compte le nombre de photons pendant le temps δt. Un discriminateur permet également de sélectionner les photo-électrons suivant leur amplitude.

3.3.6 Autres éléments

Pour des raisons de sécurité et de protection du matériel, un écran amovible en cuivre, refroidi par une circulation d'eau (la même qui refroidit le PMT), est disposé entre l'objectif et le corps noir (Figure 3.42). En effet, avec des températures de 1 273K, la chaleur peut endommager le verre de l'objectif, voire même le détruire.

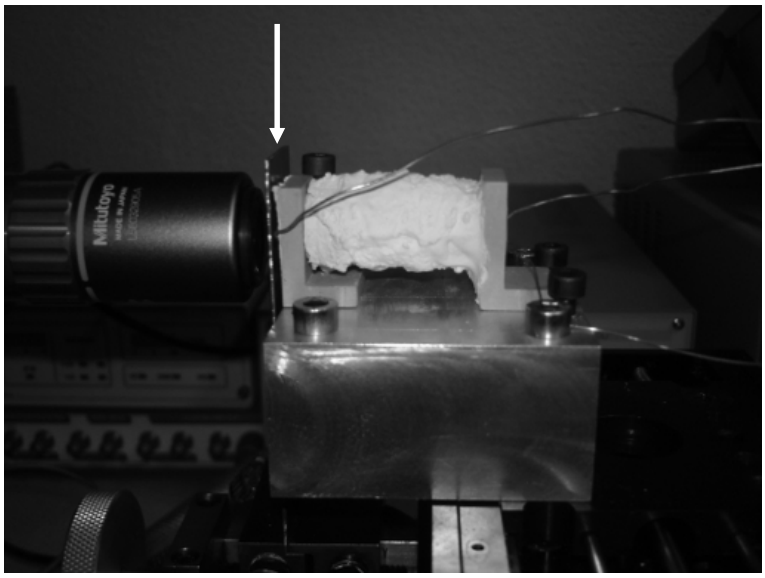


Figure 3.42 – ***Un écran est disposé entre l'objectif et le corps noir pour protéger le premier des hautes températures. Il est refroidi par une circulation d'eau.***

Conclusion

La première partie de ce chapitre présente le dispositif de mesure : microscope, PMT refroidi, filtres monochromatiques, carte comptage, et la seconde partie est axée sur le développement des outils permettant d'étalonner au mieux le banc optique. Ce dernier a son importance étant donné que le principe est de réaliser des mesures de température à l'échelle microscopique.

L'étalonnage est effectué au moyen d'un corps noir adapté aux hautes températures. Les études préliminaires nécessaires à son développement, sa modélisation, mais également les mesures de ses propriétés thermophysiques ont permis de mettre en place un corps noir dont l'émissivité apparente est très proche de l'unité. De plus, la température de la pièce est bien contrôlée et surtout très stable grâce aux thermocouples et au PID.

De la même manière, les travaux développés sur le fil de Chromel ont permis d'obtenir un montage capable, d'une part, d'être assez stable malgré les mouvements du fil liés à la convection, et d'autre part, d'avoir une bonne idée de sa température, suite aux nombreuses expériences parallèles pour déterminer ses propriétés thermophysiques.

Quatrième chapitre

Les résultats expérimentaux

Sommaire

Quatrième chapitre – Les résultats expérimentaux *p.119*

Introduction **p.121**

4.1 La définition de la surface microscopique **p.122**

4.2 Les premières mesures de température **p.123**

4.2.1 La mesure sans les filtres monochromatiques **p.123**

4.2.1.1 Les conditions expérimentales *p.123*

4.2.1.2 Les résultats *p.124*

4.3 La mesure avec le corps noir hautes températures **p.126**

4.3.1 Les temps d'intégration et le temps de comptage **p.126**

4.3.2 L'étude du bruit parasite **p.127**

4.3.3 La mesure avec les filtres monochromatiques **p.128**

4.3.3.1 Le calcul de l'espérance et de la variance *p.128*

4.3.3.2 Les mesures sans la fonction de transfert *p.132*

4.3.4 La fonction de transfert du microscope **p.133**

4.3.4.1 Les filtres monochromatiques *p.135*

4.3.5 Les mesures avec la fonction de transfert **p.146**

4.3.6 Une validation des résultats **p.148**

4.3.6.1 La validation à l'aide de la caméra de thermographie infrarouge *p.148*

4.3.6.2 Une mesure multi-spectrale sur le fil de Chromel *p.148*

Conclusion **p.152**

Introduction

Ce chapitre présente les résultats expérimentaux et il est composé en plusieurs parties.

La première concerne l'étalonnage de la zone de mesure qui est effectué à l'aide du montage avec le fil de Chromel. En se basant sur le fil d'environ 100µm de diamètre, le but est d'obtenir au final une zone d'investigation d'environ 10µm, voire moins. Ensuite, une première série de mesures est réalisée toujours avec le fil dans le but de valider le fonctionnement du dispositif ; l'objectif est de retrouver la loi de PLANCK par la mesure du flux photonique émis par la surface visée du fil en fonction de sa température.

La seconde partie du chapitre fait intervenir cette fois-ci le corps noir. À température imposée et avec chaque filtre monochromatique, le flux photonique, en provenance de la surface apparente de la seconde cavité est mesuré. Sans tenir compte de la fonction de transfert du microscope, on montre que le rapport des signaux ne permet pas de remonter à la température. Il est donc important d'intégrer la fonction de transfert du microscope et en particulier des filtres dans le calcul de la température. Si la troisième partie s'occupe de définir au mieux ces fonctions de transfert, la quatrième les intègre aux calculs de la température.

Enfin les résultats sont analysés et discutés à la fin du chapitre. En effet, le nombre de comptages à effectuer, le temps d'intégration, ou bien encore la méthode pour remonter à la température ont une importance sur la qualité et la précision des résultats.

4.1 La définition de la surface microscopique

Le microscope permet de viser une surface de quelques micromètres de diamètre (Figure 4.01). La description détaillée du fonctionnement d'un microscope est présentée en Annexe E. La mise au point est relativement difficile à faire à cause de la petite taille du fil de Chromel (127µm) car le moindre mouvement d'air le fait bouger. Elle s'effectue en plusieurs étapes.

1-/ L'objectif est placé devant le fil (*AB*). Il donne une image réelle (*A'B'*) visible sur un écran placé en arrière (feuille de papier millimétré). La distance objet-objectif est telle que l'image est nette sur l'écran (cette distance correspond à la distance de travail de l'objectif O_1A = 15mm). L'image sur l'écran est illustrée sur le premier dessin de la Figure 4.02.

2-/ L'oculaire est intercalé entre l'écran et l'objectif. Il est placé de manière à avoir une image virtuelle (*A''B''*) du fil relativement grande d'environ 15mm (second dessin de la Figure 4.02).

3-/ Disposé entre l'écran et l'oculaire, le diaphragme permet de réduire significativement le diamètre de la zone visée jusqu'à avoir environ 10µm (troisième dessin de la Figure 4.02). Le photomultiplicateur (et plus particulièrement sa surface sensible) prend alors la place de l'écran.

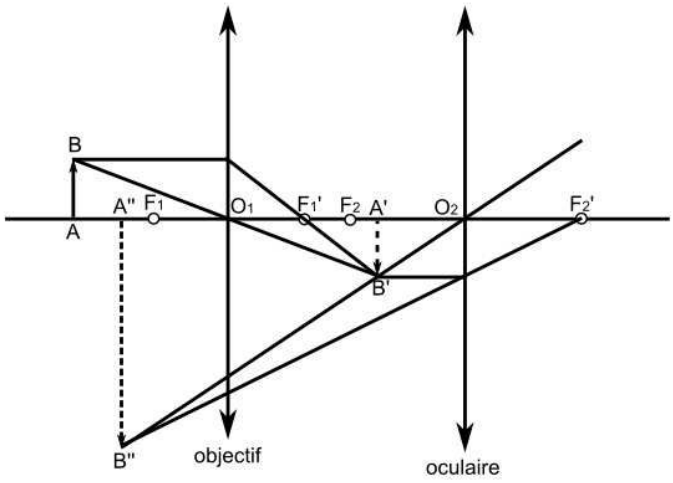


Figure 4.01 – ***Schéma détaillé d'un microscope optique composé d'un objectif et d'un oculaire. Le microscope vise un objet réel*** AB ***. Il donne dans un premier temps une image réelle*** $A'B'$ ***, puis l'oculaire donne finalement une image virtuelle*** $A''B''$ ***.***

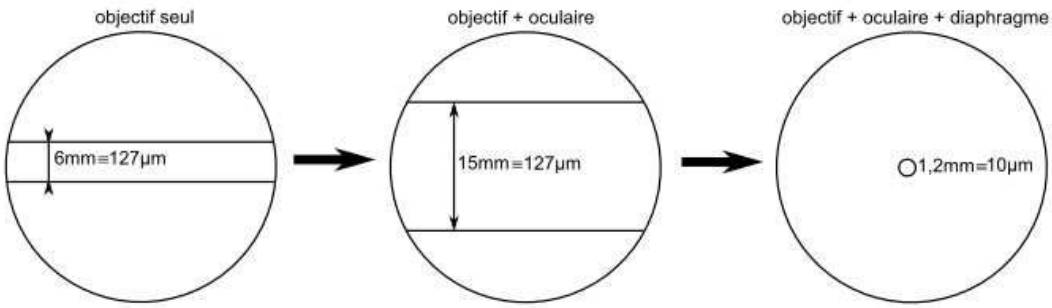


Figure 4.02 – ***Dessins des différentes étapes du réglage pour l'obtention de la surface microscopique. Dans un premier temps, une image réelle est obtenue à partir de l'objectif seul. Puis l'oculaire, associé à l'objectif, permet de grossir l'objet en une image virtuelle. Enfin, un diaphragme réduit de manière significative la zone observée du fil.***

4.2 Les premières mesures de températures

4.2.1 La mesure sans les filtres monochromatiques

Dans le but de valider le fonctionnement du dispositif, une première série de mesures est effectuée sans filtre. Le principe est de mesurer le flux photonique en fonction de la température du fil et de voir si on retrouve bien la loi de PLANCK. On suppose que le détecteur est monochromatique.

La source radiative est le fil horizontal de Chromel, le microscope équipé de son objectif et de son oculaire, vise une surface de 10µm. Cependant aucun filtre monochromatique n'est disposé. Grossièrement la gamme spectrale du microscope est entre 330µm à 700µm (§ 4.3.1). Dans ce large intervalle, ε_λ varie fortement et il est difficile de l'évaluer.

4.2.1.1 Les conditions expérimentales

Le temps d'intégration est δt = 1ms et le nombre de comptage q est fixé à 40 000. Il faut faire une mesure préliminaire pour évaluer le bruit de fond du détecteur et le soustraire aux autres mesures.

La résistance initiale du fil est R_o = 7,21Ω, la température ambiante est T_∞ = 20°C, et le biais lié au bruit est b = 13 photons/δt. La température s'obtient à partir de la formule (3.16) du §

3.2.2. Le coefficient thermique β utilisé pour calculer la température est estimé à nouveau par méthodes inverses (§ 3.2.2.5) grâce à la nouvelle série de mesures de tension et d'intensité ; ainsi $\delta = 0{,}00053\text{K}^{-1}$.

4.2.1.2 Les résultats

Pour chaque série de mesures, le flux photonique est l'espérance n = E(N) des photons mesurés pendant δt. De plus, cette moyenne est calculée dans un intervalle $\pm 3\sigma$ (σ est l'écart-type des comptages de photons) autour de n, pour enlever les comptages aberrants. Les résultats présentés au Tableau 4.01 et sur la Figure 4.03 montrent, en accord avec la théorie, une allure de courbe semblable à celle de la loi de PLANCK exprimée en flux photonique.
La gamme de température abordée varie entre 669K (396°C) et 1 049K (776°C). Cependant, la carte ne peut pas comptabiliser plus de 24 000 photons pour δt = 1ms ; le comptage est saturé si la température augmente.
Le comptage augmente fortement à partir du moment où le fil commence à rougir ; l'étendue spectrale de l'œil humain correspondant à peu près à celui du microscope dans le cas présent, les résultats en température semblent alors corrects.

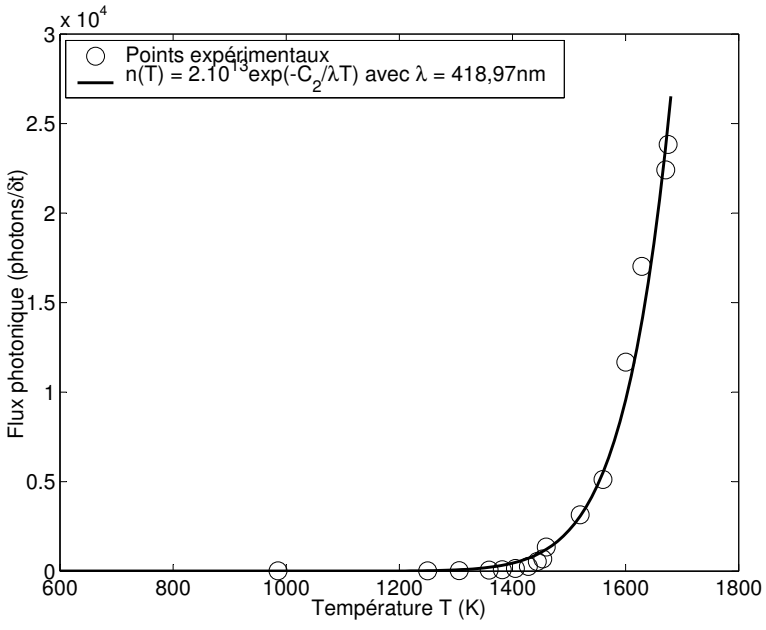


Figure 4.03 – ***Mesures effectuées sur le fil de Chromel avec le microscope UV mais sans filtre. Les résultats présentés permettent de retrouver la loi de PLANCK.***

U (V)	I (A)	R (Ω)	T (K)	M (photons/δt)
4,970	0,574	8,65	669	2
7,332	0,796	9,21	816	5
7,938	0,851	9,33	847	11
8,438	0,894	9,44	876	39
8,605	0,907	9,49	889	61
8,992	0,943	9,54	902	134
9,200	0,960	9,58	913	252
9,578	0,996	9,61	921	529
9,666	1,003	9,64	928	666
10,065	1,043	9,65	931	1 327
10,606	1,085	9,78	965	3 136
11,043	1,120	9,86	986	5 104
11,704	1,177	9,94	1 007	11 658
12,304	1,230	10,00	1 023	17 009
12,937	1,282	10,09	1 046	22 394
13,282	1,315	10,10	1 049	23 819

Tableau 4.01 – ***Résultats des mesures effectuées lors d'une expérience visant à vérifier l'obtention de la loi de PLANCK (δt = 1ms).***

Sur la Figure 4.03, une loi (-) de la forme de l'approximation de WIEN (4.01) est ajustée par moindres carrés (Simplex) au mieux sur les points expérimentaux (**o**). Deux paramètres *a* et *b* sont estimés. *a* représente l'amplitude mais peu d'informations peuvent être tirées de ce paramètre car il dépend de trop de coefficients inconnus. C'est *b* qui est plus intéressant car celui-ci joue sur la forme de la courbe et il permet de déterminer une longueur d'onde moyenne $\overline{\lambda}$ (4.02). Les valeurs obtenues sont $a = 2.10^{13}$photons/δt et $b = 3{,}4341.10^{4}$K.

$$n(T) = a\exp(-b/T) \tag{4.01}$$

$$b = C_2/\overline{\lambda} = 0{,}014388/\overline{\lambda} \;\rightarrow\; \overline{\lambda} = 418{,}97nm \tag{4.02}$$

La relation (4.02) permet de trouver une cohérence dans les résultats étant donnée que la longueur d'onde moyenne obtenue se situe dans la gamme de travail du détecteur.

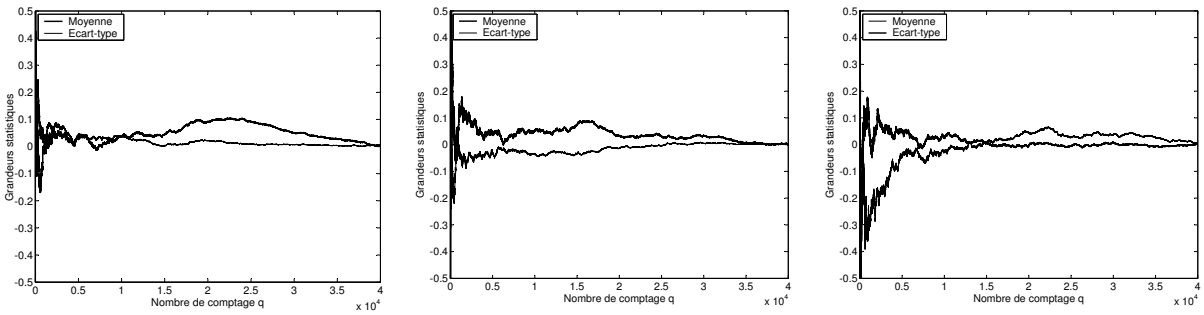
Cette première mesure ne permet pas de remonter à la température car le système n'est pas étalonné en amplitude (d'où l'impossibilité de se servir du coefficient *a*). Pour permettre de mesurer la température, il est nécessaire d'étalonner le dispositif ou bien de mettre en place une méthode multi-spectrale.

4.3 La mesure avec le corps noir hautes températures

À présent, les mesures se font à l'aide de filtres monochromatiques. Ils ont une faible bande spectrale et sont très proches les uns des autres de sorte que l'émissivité soit la plus constante possible (§ 4.3.2).
Selon le protocole de mise au point défini au § 4.1, la surface visée est de l'ordre de 10µm de diamètre en visant cette fois-ci l'entrée de la seconde cavité du corps noir (§ 3.2.1.1).

4.3.1 Les temps d'intégration et le temps de comptage

Expérimentalement, les comptages sont réalisés pour tous les filtres et pour différents temps d'intégration δt : 1ms, 2ms, 5ms, et 10ms. Ce sont les temps d'intégration les plus faibles que propose la carte de comptage. Le nombre de comptage q est fixé à 40 000, ce qui fait que le temps de mesure peut prendre plusieurs valeurs suivant δt : Δt = 40s, 80s, 200s, et 400s. Les comptages les plus courts sont les moins risqués pour le matériel étant donnée la proximité de l'objectif avec le corps noir (environ 5mm) ; il n'en est pas de même avec le fil micrométrique où le microscope est moins sensible aux hautes températures du fil.
Le nombre de comptage a été choisi à 40 000 pour que les grandeurs à mesurer (moyenne et écart-type) soient les plus stables possibles. Les Figures 4.04 illustrent l'évolution de la moyenne du signal ainsi que son écart-type en fonction du nombre de comptage.



Figures 4.04 – ***Évolution de la variation des grandeurs statistiques mesurées en fonction du nombre de comptage pour les trois filtres (1 à 3 de gauche à droite).***

Les figures laissent apparaître qu'un nombre de comptage de 40 000 est suffisant pour obtenir des résultats stables.

4.3.2 L'étude du bruit parasite

Dans un premier temps, le photomultiplicateur est refroidi pour diminuer le bruit de mesure. Les comptages sont regroupés dans le Tableau 4.02 pour les quatre temps d'intégration et pour les trois filtres.

δt (ms)	Filtre n°i	0 photon	1 photon	2 photons	3 photons	4 photons
1	1	39 845	152	2	1	0
	2	39 842	149	5	3	1
	3	39 620	376	3	1	0
2	1	39 576	416	6	1	1
	2	39 623	371	5	1	0
	3	39 322	658	16	3	1
5	1	38 903	1 063	30	2	2
	2	38 486	1 459	51	2	2
	3	35 748	3964	263	21	4
10	1	37 660	2 229	95	14	2
	2	37 002	2836	143	14	5
	3	32 301	6834	794	64	7

Tableau 4.02 – ***Détail de la mesure du bruit (q = 40 000) pour tous les filtres et pour chaque temps d'intégration.***

Comme l'émission spontanée de photons parasites est très faible, c'est une loi de POISSON (Figure 4.05) de paramètre μ = 0,206 qui est considérée pour évaluer les propriétés stochastiques du bruit (§ 2.4.2).

En ramenant le flux photonique en photons/s, chaque filtre reçoit en moyenne respectivement 4 photons/s, 4 photons/s, et 10 photons/s. Comparé avec le flux photonique enregistré pour chaque filtre (environ 10 000 photons/s), le biais peut être négligé.

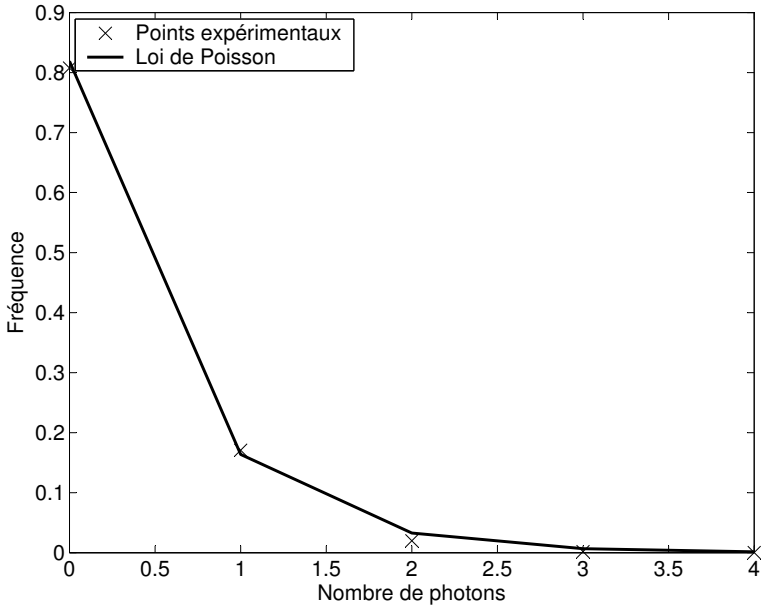


Figure 4.05 – ***La distribution du bruit peut se traduire par une loi de POISSON.***

4.3.3 La mesure avec les filtres monochromatiques

4.3.3.1 Le calcul de l'espérance et de la variance

Pour l'expérience, la température de consigne du PID qui régule le corps noir est fixée à 1 000°C. 40 000 comptages sont effectués pour les quatre temps d'intégration et pour les trois filtres. Le flux photonique (et ainsi la température) peut être mesuré soit à partir de l'espérance, soit à partir de la variance du flux photonique expérimental (§ 2.4). Pour cela, trois Méthodes sont utilisées pour déterminer ces paramètres. La Méthode 1 consiste à calculer la moyenne et la variance sur les 40 000 comptages (pour chaque filtre et pour chaque temps d'intégration) sans définir au préalable de loi statistique. La Méthode 2 détermine le flux photonique par l'estimation indépendante par moindres carrés de l'espérance $\mu_2 = \mathrm{E}(N)$ et de la variance $\mu_1 = \mathrm{V}(N)$ à partir de la loi normale (4.03).

$$P(Y=k)=\frac{1}{\sqrt{2\pi\mu_1}}\exp\left(-\frac{(k-\mu_2)^2}{2\mu_1}\right) \qquad (4.03)$$

La Méthode 3 ne calcule qu'un seul paramètre $\mu = \mathrm{E}(N) = \mathrm{V}(N)\Delta t = n$ (toujours par moindres carrés) :

$$P(Y=k)=\frac{1}{\sqrt{2\pi\mu\Delta t}}\exp\left(-\frac{(k-\mu)^2}{2\mu\Delta t}\right) \qquad (4.04)$$

Le but de ce paragraphe est de déterminer quelle méthode est la plus efficace. Une attention particulière est également donnée pour l'influence du temps d'intégration δt.

Le Tableau 4.03 et les Figures 4.06, 4.07, 4.08, et 4.09 présentent les résultats expérimentaux des comptage et la distribution du flux photonique pour différents temps de comptage δt et pour chaque filtre.

δt (ms)	i#	Méthode 1		Méthode 2		Méthode 3
		n = E(N)	n = V(N)Δt	n = E(N)	n = V(N)Δt	n = E(N) = V(N)Δt
1	1	10,792	10,839	10,533 (± 0,43%)	10,776 (± 2,78%)	10,536 (± 0,43%)
	2	18,477	18,779	18,219 (± 0,21%)	18,400 (± 1,82%)	18,220 (± 0,21%)
	3	34,353	35,059	34,126 (± 0,11%)	35,288 (± 1,25%)	34,131 (± 0,11%)
2	1	10,502	10,556	10,366 (± 0,21%)	10,272 (± 1,95%)	10,366 (± 0,21%)
	2	18,261	18,427	18,141 (± 0,11%)	18,442 (± 1,34%)	18,142 (± 0,11%)
	3	34,065	34,725	33,934 (± 0,07%)	34,490 (± 1,18%)	33,935 (± 0,07%)
5	1	10,237	10,381	10,181 (± 0,08%)	10,388 (± 1,08%)	10,182 (± 0,08%)
	2	17,861	19,131	17,798 (± 0,07%)	18,844 (± 1,15%)	17,799 (± 0,06%)
	3	33,036	33,722	33,023 (± 0,04%)	33,785 (± 1,03%)	33,024 (± 0,04%)
10	1	10,470	10,682	10,439 (± 0,06%)	10,636 (± 1,17%)	10,439 (± 0,60%)
	2	17,900	18,203	17,865 (± 0,04%)	18,198 (± 1,05%)	17,865 (± 0,04%)
	3	33,132	34,221	33,152 (± 0,02%)	33,473 (± 0,87%)	33,152 (± 0,02%)

Tableau 4.03 – ***Récapitulatif des flux photoniques (ramenés en photons/s) ainsi que les incertitudes pour chaque filtre et pour les quatre temps d'intégration. # : par faute de place, cette colonne est celle des filtres numérotés de 1 à 3.***

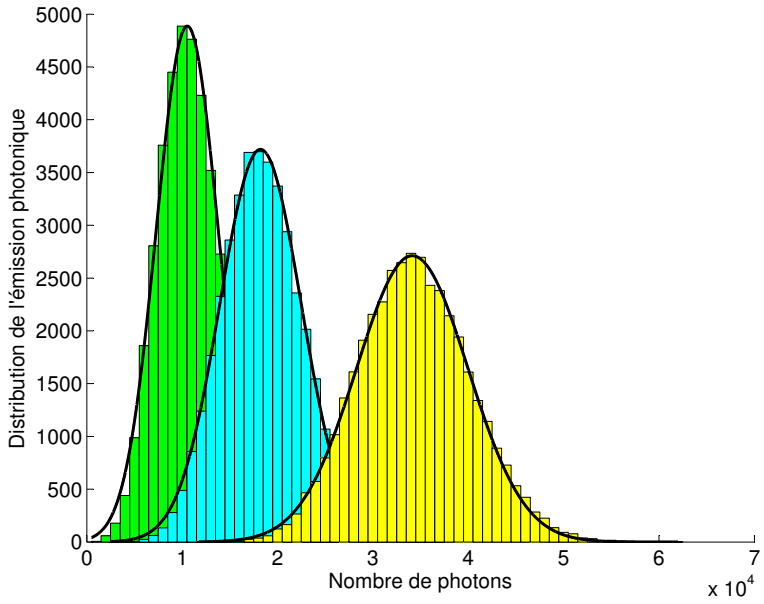


Figure 4.06 – ***Distribution expérimentale de l'émission photonique pour δt = 1ms.***

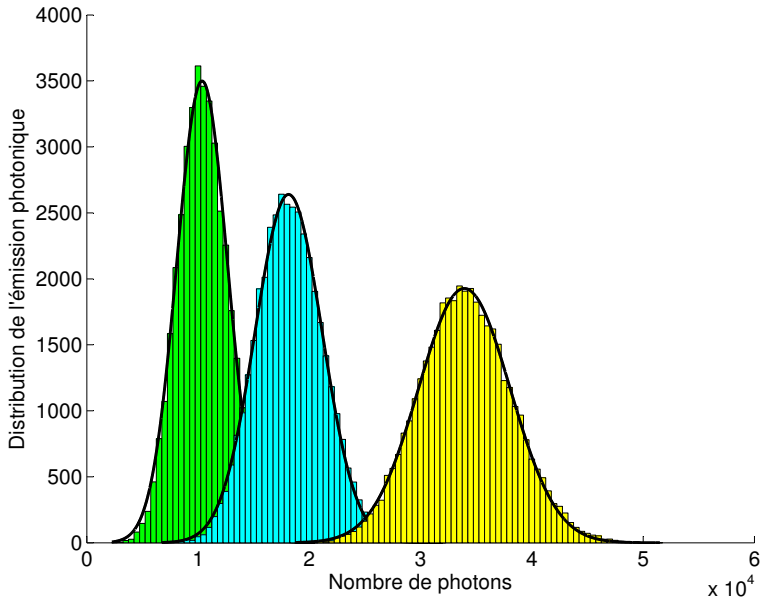


Figure 4.07 – ***Distribution expérimentale de l'émission photonique pour δt = 2ms.***

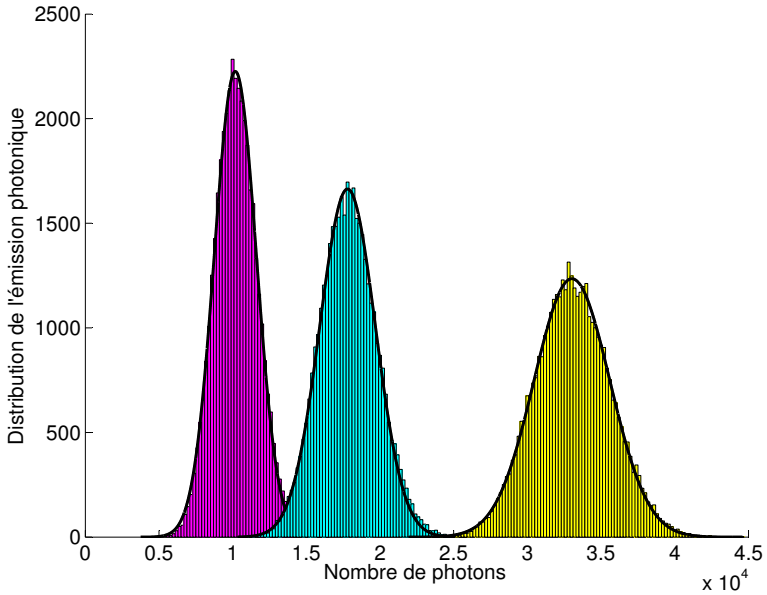


Figure 4.08 – ***Distribution expérimentale de l'émission photonique pour δt = 5ms.***

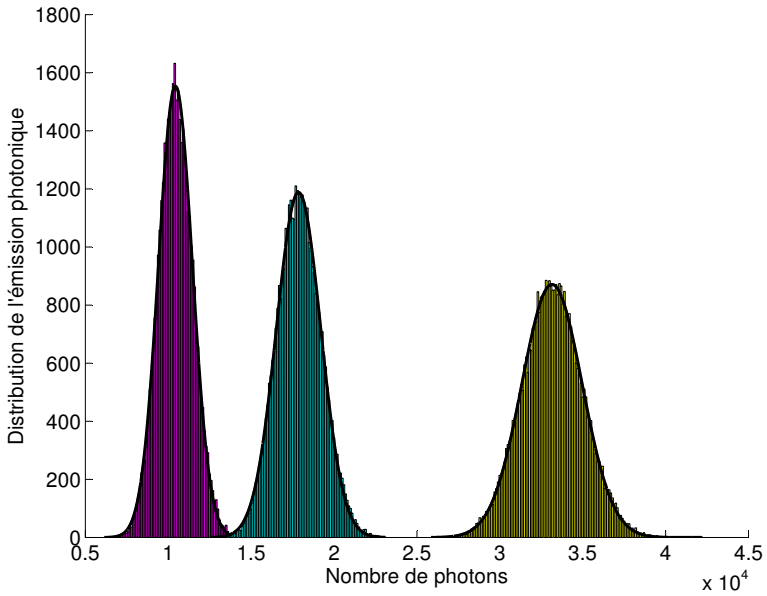


Figure 4.09 – ***Distribution expérimentale de l'émission photonique pour δt = 10ms.***

Toutes les figures présentent des distributions gaussiennes : le flux photonique est indépendant de la valeur du temps d'intégration choisie et sa précision tend à s'améliorer avec ce paramètre, exceptés pour les grands temps d'intégration, par exemple pour δt = 10ms. Ce dernier résultat peut être expliqué par une possible variation de la température de surface pendant la mesure (comptage d'environ 4 minutes). L'adaptation du temps d'intégration semble être un compromis entre la précision de la mesure et sa stabilité.

Second point, le flux photonique augmente rapidement avec la longueur d'onde monochromatique des filtres 1, 2, et 3, et montre des rapports en accord avec les valeurs utilisées pour définir de façon appropriée les longueurs d'onde des filtres monochromatiques. En comparant les Méthodes 1 et 2, une petite différence peut être observée sur l'espérance et la variance du flux photonique, et plus particulièrement pour les petits temps d'intégration. Si le flux est petit, alors la partie gauche de la Gaussienne est retirée (il n'y a pas de flux photonique négatif) : le calcul de la moyenne et de la variance est alors affecté par la partie manquante de la courbe. Par exemple, sur la Figure 4.06, la partie gauche de la loi normale est manquante. Ces deux paramètres sont donc affectés par un biais positif, lequel diminue pour un temps d'intégration plus grand.

En considérant les résultats dans la Méthode 2, le flux photonique mesuré à partir des moindres carrés est plus précis s'il est calculé à partir de la moyenne plutôt que de la variance (en accord avec les incertitudes calculées dans le Tableau 4.03).

Finalement, comme attendus, les résultats les plus précis pour le flux photonique sont obtenus pour la Méthode 3.

4.3.3.2 Les mesures sans la fonction de transfert

La relation (2.33) présente la façon la plus simple de remonter à la température de la surface en faisant l'hypothèse que le rapport des émissivités vaut 1 (méthode classique). Cette expression étant le flux émis par la surface, elle ne prend pas en compte la fonction de transfert du dispositif de mesure. $n_{\lambda_i}(T) = n$ est alors soit l'espérance E(N) soit la variance V(N) du signal à λ_i et à T données. Les résultats sont présentés dans le Tableau 4.04.

δt (ms)	i/j	Méthode 1 $n = E(N)$		Méthode 1 $n = V(N)\Delta t$		Méthode 2 $n = E(N)$		Méthode 2 $n = V(N)\Delta t$		Méthode 3 $n = V(N)\Delta t = E(N)$	
1	1/2 1/3 2/3	1 322 1 202 1 096	**1 206 ± 116**	1 294 1 186 1 088	**1 189 ± 105**	1 298 1 184 1 082	**1 188 ± 110**	1 329 1 173 1 040	**1 180 ± 149**	1 298 1 184 1 082	**1 188 ± 110**
2	1/3 1/3 2/3	1 284 1 183 1 092	**1 186 ± 98**	1 275 1 169 1 073	**1 172 ± 103**	1 269 1 174 1 087	**1 176 ± 93**	1 212 1 148 1 087	**1 149 ± 62**	1 269 1 174 1 087	**1 176 ± 93**
5	1/2 1/3 2/3	1 276 1 187 1 102	**1 188 ± 88**	1 159 1 182 1 206	**1 182 ± 23**	1 272 1 183 1 102	**1 185 ± 83**	1 191 1 180 1 170	**1 180 ± 11**	1 272 1 183 1 102	**1 185 ± 87**
10	1/2 1/3 2/3	1 326 1 208 1 103	**1 212 ± 114**	1 334 1 196 1 075	**1 201 ± 133**	1 323 1 205 1 099	**1 209 ±114**	1 324 1 215 1 116	**1 218 ± 106**	1 323 1 205 1 099	**1 209 ± 114**

Tableau 4.04 – ***Températures calculées sans tenir compte de la fonction de transfert du dispositif.***

Les résultats obtenus précédemment sont tous relativement élevés par rapport à la température de consigne du PID, assez dispersés (entre 10% et 15%), et surtout plus hautes que celles données par la modélisation (Figure 3.14) qui donne environ 1 100°C à l'intersection des deux cavités.

L'idée est à présent de refaire les calculs mais en prenant cette fois-ci en compte la variation de la fonction de transfert du microscope mais surtout celle des filtres monochromatiques.

4.3.4 La fonction de transfert du microscope

La fonction de transfert spectrale FT_λ est en fait le produit des fonctions de transfert de chaque élément qui compose le microscope : les transmittivités spectrales de l'objectif, de l'oculaire, et le rendement quantique du photomultiplicateur (PMT) ; le § 3.3 présente en détail ces fonctions de transfert. Lorsque le microscope est entièrement assemblé, la fonction de transfert devient alors celle présentée sur la Figure 4.10 (produit des fonctions de transfert).

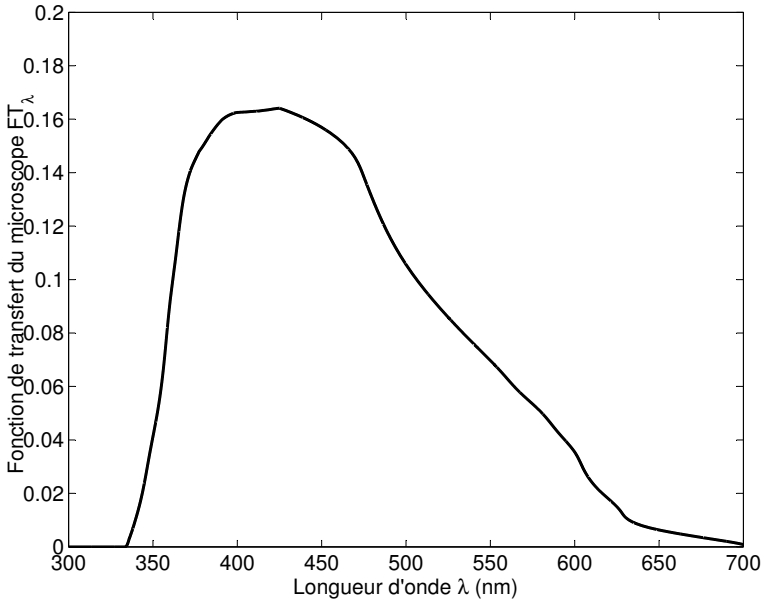


Figure 4.10 – ***Fonction de transfert spectrale FT_λ du microscope.***

Cette fonction FT_λ présente dans la gamme spectrale [370nm – 410nm] une transmittivité relativement constante (Figure 4.11). Sachant cela, les filtres monochromatiques ont été sélectionnés pour être dans cet intervalle.

Il est effectivement nécessaire que FT_λ soit la plus constante possible. En regardant de plus près la Figure 4.11 dans la gamme spectrale que couvre chaque filtre, FT_λ est soit constante, soit croissante et linéaire. Il est alors possible de déduire une transmittivité moyenne $\overline{FT}_i$ pour chaque filtre dont une valeur précise est calculée à partir de l'expression (4.05).

$$\overline{FT}_i = \frac{1}{2\delta\lambda_i} \int_{\bar{\lambda}_i - \delta\lambda_i}^{\bar{\lambda}_i + \delta\lambda_i} FT_\lambda d\lambda \qquad (4.05)$$

Le Tableau 4.05 présente les valeurs maximales de transmission $\overline{FT}_i$ obtenues pour chaque filtre monochromatique. Les résultats ont été obtenus à partir d'une méthode d'estimation de paramètres utilisant la méthode des moindres carrés et l'algorithme Simplex.

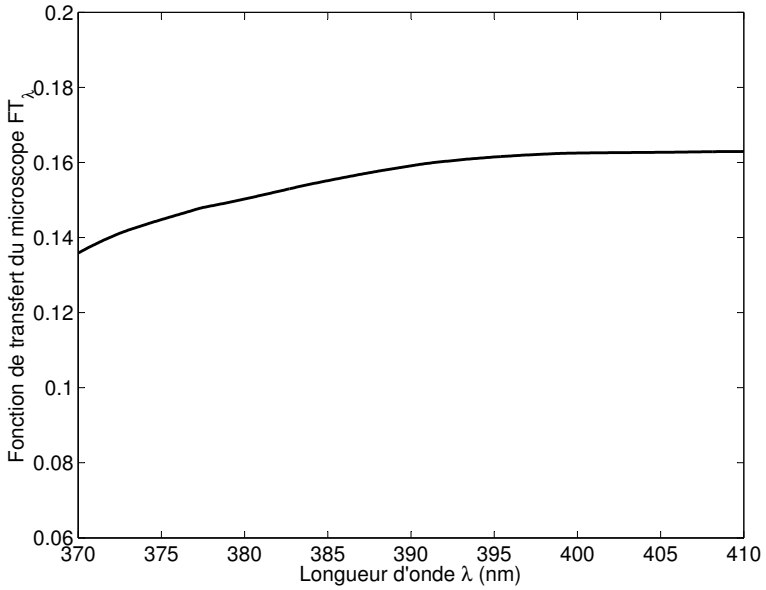


Figure 4.11 – ***Fonction de transfert spectrale du microscope dans la zone d'étude ultraviolet-visible définie aux Chapitres 2 et 3 entre 370nm et 410nm. Dans cette gamme de longueur d'onde, la transmittivité du microscope est relativement constante par rapport au reste du spectre.***

Il n'est pas inutile de rappeler l'expression du flux photonique émis par une surface *s* d'émissivité ε_λ vue au § 2.3 (2.44). Dès lors, le flux photonique monochromatique $n_\lambda(T)$ reçu par le détecteur ayant traversé le microscope (FT_λ) et le filtre (τ_λ) a pour expression :

$$n_\lambda(T) = \varepsilon_\lambda \frac{C_1 s_\lambda}{hc} \tau_\lambda \, \mathrm{FT}_\lambda \, \lambda^{-4} e^{-C_2/\lambda T} \tag{4.06}$$

Expérimentalement, les mesures de flux ne sont pas monochromatiques mais intégrées sur une bande spectrale étroite centrée autour de la longueur d'onde moyenne $\overline{\lambda}$.

4.3.4.1 Les filtres monochromatiques

Présentée dans le Troisième Chapitre, la fonction de transfert des filtres monochromatiques τ_{λ_i} (*i* allant de 1 à 3) a une allure à mi-chemin entre une Gaussienne et un créneau. Dans l'intérêt de modéliser simplement la fonction de transfert des filtres, il est intéressant de voir s'ils peuvent être substitués à l'un de ces deux cas de figure (par exemple, le § 4.3.3.2 présente le filtre comme des DIRAC).

La fonction créneau

La fonction créneau présente une transmittivité $\overline{\tau}_i$ égale sur tout le spectre du filtre *i* [$\overline{\lambda}_i - \delta\lambda_i$; $\overline{\lambda}_i + \delta\lambda_i$]. Analytiquement, le flux photonique reçu par la cellule sensible du PMT ayant traversé le microscope (FT_λ) et le filtre (τ_{λ_i}) est donnée par (4.07). Cette expression laisse apparaître un facteur *k* qui peut également être défini comme une fonction de transfert mais cette fois-ci due aux aspects géométriques du microscope : angle solide, ouverture numérique, facteurs de forme de l'émission de la surface...

$$n_i(T) = k\frac{C_1 s}{hc}\int_{\overline{\lambda}_i-\delta\lambda}^{\overline{\lambda}_i+\delta\lambda} \mathrm{FT}_\lambda\, \tau_{\lambda_i}\varepsilon_\lambda \lambda^{-4} e^{-\frac{C_2}{\lambda T}} d\lambda \tag{4.07}$$

De plus, il est nécessaire que l'aire A_i du créneau soit la même que celle du filtre original. Dans ce cas, l'aire A_i est égale à $2\delta\lambda_i\overline{\tau}_i$. Analytiquement, la transmittivité constante $\overline{\tau}_i$ se déduit de l'aire par l'équation (4.08).

$$\int_{\overline{\lambda}_i-\delta\lambda_i}^{\overline{\lambda}_i+\delta\lambda_i} \overline{\tau}_i d\lambda = \overline{\tau}_i 2\delta\lambda_i = \int_{\lambda=0}^{\lambda=\infty} \tau_{\lambda_i} d\lambda = A_i \rightarrow \overline{\tau}_i = \frac{A_i}{2\delta\lambda_i} \tag{4.08}$$

La bande spectrale du filtre est faible ($2\delta\lambda_i << \overline{\lambda}_i$) et l'hypothèse de l'émissivité constante ε_λ permettent de la sortir de l'intégrale. Selon (4.05), $\overline{\mathrm{FT}_i}$ peut être sortie de l'intégrale.

$$n_i(T) = k\frac{C_1 s}{hc}\overline{\mathrm{FT}_i}\overline{\tau}_i\varepsilon_\lambda \int_{\overline{\lambda}_i-\delta\lambda_i}^{\overline{\lambda}_i+\delta\lambda_i} \lambda^{-4} e^{-\frac{C_2}{\lambda T}} d\lambda \tag{4.09}$$

Il reste alors le terme suivant à intégrer (*C* pour créneau) :

$$C = \frac{1}{2\delta\lambda_i}\int_{\overline{\lambda}-\delta\lambda_i}^{\overline{\lambda}+\delta\lambda_i} \lambda^{-4} e^{-\frac{C_2}{\lambda T}} d\lambda \tag{4.10}$$

Plusieurs changements de variable sont réalisés pour résoudre (4.10) :

$$\lambda^*.\delta\lambda_i = \lambda - \overline{\lambda}_i \tag{4.11}$$

$$\varepsilon^{1} = \frac{\lambda^*.\delta\lambda_i}{\overline{\lambda}_i} \text{ et } a = \frac{C_2}{\overline{\lambda}_i T} \tag{4.12}$$

Dès lors : $$C = \frac{1}{2\delta\lambda_i}\int_{-1}^{1}\left(\lambda^*.\delta\lambda_i + \overline{\lambda}_i\right)^{-4} e^{-\frac{C_2}{\left(\lambda^*.\delta\lambda_i + \overline{\lambda}_i\right)T}}\delta\lambda_i d\lambda^* \tag{4.13}$$

$$C = \frac{1}{2\delta\lambda_i}\int_{-\delta\lambda_i/\overline{\lambda}_i}^{\delta\lambda_i/\overline{\lambda}_i}\left[\overline{\lambda}_i(1+\varepsilon)\right]^{-4} e^{-\frac{a}{(1+\varepsilon)}}\overline{\lambda}_i d\varepsilon \tag{4.14}$$

Dans l'équation (4.14), sachant que $\delta\lambda_i << \overline{\lambda}_i$, alors le développement limité à l'ordre 1 autour de 0 de $(1 + \varepsilon)^{-4}$ vaut $1 - 4\varepsilon + 10\varepsilon^2$ et celui de $e^{-\frac{a}{(1+\varepsilon)}}$ à l'ordre 1 autour de 0 vaut $\left(1 + a\varepsilon + (a^2 - 2a)\frac{\varepsilon^2}{2}\right)e^{-a}$. Ainsi :

$$C = \frac{1}{2\delta\lambda_i}\overline{\lambda}_i^{-3}e^{-a}\int_{-\delta\lambda_i/\overline{\lambda}_i}^{\delta\lambda_i/\overline{\lambda}_i}\left(1 - 4\varepsilon + 10\varepsilon^2\right)\left(1 + a\varepsilon + (a^2 - 2a)\,\varepsilon^2/2\right)d\varepsilon \tag{4.15}$$

$$C = \frac{1}{2\delta\lambda_i}\overline{\lambda}_-^{-3}e^{-a}\int_{-\delta\lambda_i/\overline{\lambda}_i}^{\delta\lambda_i/\overline{\lambda}_i}\left(1 + a\varepsilon + (a^2 - 2a)\frac{\varepsilon^2}{2} - 4\varepsilon - 4a\varepsilon^2 - 2(a^2 - 2a)\varepsilon^3 \ldots\right.$$
$$\left. + 10\varepsilon^2 + 10a\varepsilon^3 + 5(a^2 - 2a)\varepsilon^4\right)d\varepsilon \tag{4.16}$$

$$C = \frac{1}{2\delta\lambda_i}\overline{\lambda}_i^{-3}e^{-a}\left[\frac{2\delta\lambda_i}{\overline{\lambda}_i} - \left(\frac{1}{3}a^2 - \frac{10}{3}a + \frac{20}{3}\right)\left(\frac{\delta\lambda_i}{\overline{\lambda}_i}\right)^3 + 2\left(a^2 - 2a\right)\left(\frac{\delta\lambda_i}{\overline{\lambda}_i}\right)^5\right] \tag{4.17}$$

[1] ε désigne ici une quantité très petite et n'a aucun rapport avec le coefficient d'émission.

Au premier ordre, la relation (4.17) montre qu'il est possible de simplifier l'intégrale en considérant que la mesure est réellement monochromatique à la longueur d'onde moyenne $\overline{\lambda}_i$. En effet, les autres termes sont négligeables devant le premier. Ainsi :

$$n_i(T) = k\frac{C_1 S}{hc}\overline{\mathrm{FT}}_i\overline{\tau}_i\varepsilon_\lambda\overline{\lambda}_i^{-4}e^{-C_2/\overline{\lambda}_i T} \tag{4.18}$$

Ainsi le rapport entre deux signaux à deux longueurs d'onde de travail différentes $\overline{\lambda}_i$ et $\overline{\lambda}_j$ conduit aux relations (4.19) et (4.20) pour exprimer la température et son erreur relative.

$$T = \frac{C_2\left(1/\overline{\lambda}_j - 1/\overline{\lambda}_i\right)}{ln\left(\frac{n_i}{n_j}\frac{\overline{\mathrm{FT}}_j\overline{\tau}_j}{\overline{\mathrm{FT}}_i\overline{\tau}_i}\left(\frac{\overline{\lambda}_j}{\overline{\lambda}_i}\right)^{-4}\right)} \tag{4.19}$$

$$\frac{e_T}{T} = \left[\left(\frac{e_{n_{\overline{\lambda}_i}}}{n_{\overline{\lambda}_i}} - \frac{e_{n_{\overline{\lambda}_j}}}{n_{\overline{\lambda}_j}} - \frac{e_{\overline{\mathrm{FT}}_j}}{\overline{\mathrm{FT}}_j} + \frac{e_{\overline{\mathrm{FT}}_i}}{\overline{\mathrm{FT}}_i} - \frac{e_{\overline{\tau}_j}}{\overline{\tau}_j} + \frac{e_{\overline{\tau}_i}}{\overline{\tau}_i}\right)\cdots + 4\left(\frac{e_{\overline{\lambda}_i}}{\overline{\lambda}_i} - \frac{e_{\overline{\lambda}_j}}{\overline{\lambda}_j}\right) - \frac{C_2}{T}\left(\frac{e_{\overline{\lambda}_i}}{\overline{\lambda}_i^2} - \frac{e_{\overline{\lambda}_j}}{\overline{\lambda}_j^2}\right)\right] \Bigg/ \frac{C_2}{T}\left(\frac{1}{\overline{\lambda}_i} - \frac{1}{\overline{\lambda}_j}\right) \tag{4.20}$$

Le Tableau 4.05 présente les valeurs des paramètres des filtres. À noter que l'erreur sur l'intégrale de la relation (4.20) est définie comme étant la différence entre les intégrations réalisées au premier et au troisième ordre : il apparaît alors que cette erreur $e_{\overline{\mathrm{FT}}_i}$ est nulle.

C'est une méthode d'estimation de paramètres utilisant les moindres carrés ainsi que l'algorithme Simplex qui permettent d'obtenir une fonction en créneau qui s'ajuste le mieux possible sur les données constructeur du filtre réel (Figures 4.12, 4.13 et 4.14). Il y a deux paramètres ici à estimer : la transmittivité maximale $\overline{\tau}_i$ et la longueur d'onde moyenne du créneau $\overline{\lambda}_i$.

L'erreur sur la longueur d'onde moyenne $e_{\overline{\lambda}_i}$ est nulle puisque l'intégrale au troisième ordre donne la même valeur pour $\overline{\lambda}_i$.

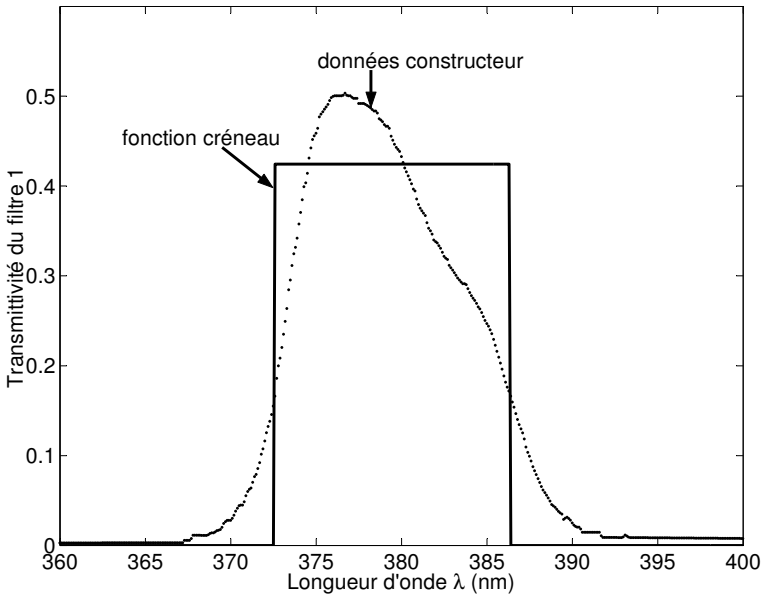


Figure 4.12 – ***Ajustement d'une fonction créneau sur les données constructeur du premier filtre monochromatique.***

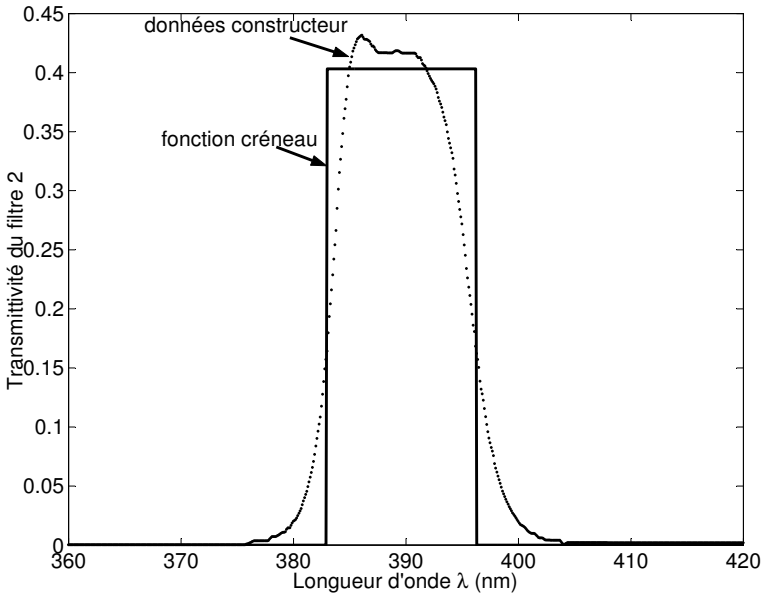


Figure 4.13 – ***Ajustement d'une fonction créneau sur les données constructeur du second filtre monochromatique.***

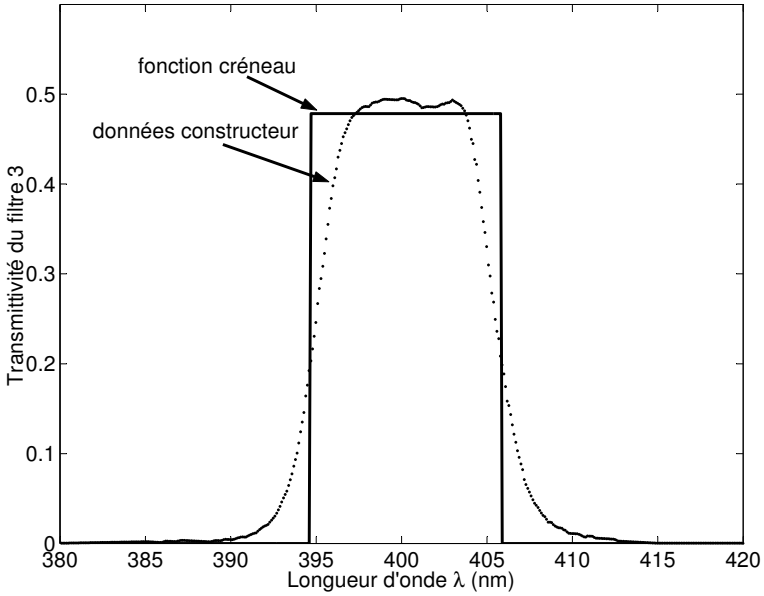


Figure 4.14 – ***Ajustement d'une fonction créneau sur les données constructeur du troisième filtre monochromatique.***

Filtre *i*	A_i (10^3nm)	$\overline{\lambda_i}$ (nm)	$\delta\lambda$ (nm)	$\overline{\tau_i}$
1	0,0059	379,5	6,9	0,4275
2	0,0054	389,6	6,7	0,4030
3	0,0054	400,25	5,65	0,4784

Tableau 4.05 – ***Récapitulatifs des valeurs obtenues lors de l'estimation de paramètres des filtres. monochromatiques quand ces derniers sont considérés tels des créneaux.***

Filtre *i*	1	2	3
$\overline{\mathrm{FT}_i}$ (10^{-9}nm)	1,9377	2,0573	1,7855

Tableau 4.06 – ***Tableau récapitulatif des aires*** $\overline{\mathrm{FT}_{\lambda_i}}$ ***en fonction des paramètres des filtres calculés au Tableau 4.05.***

La fonction gaussienne

Une autre solution consiste à modéliser une courbe de type gaussienne sur le filtre réel. L'équation (4.06) est toujours celle de départ, sauf que la forme de la transmittivité spectrale de l'équation est donnée par la relation (4.21). Dans cette expression, trois paramètres sont à estimer : la longueur d'onde moyenne $\overline{\lambda_i}$, la transmittivité maximale $\tau_{\overline{\lambda_i}}$ à $\overline{\lambda_i}$, et l'écart-type de la loi normale σ_i (l'équivalent de $\delta\lambda_i$ pour la fonction créneau). Ces paramètres sont estimés à partir du spectre original du filtre à l'aide d'une méthode de type moindres carrés basée sur l'algorithme de LEVENBERG-MARQUARDT. De plus, il est imposé que l'aire de

la Gaussienne soit égale à celle du filtre réel A_i ; il ne reste alors plus que deux paramètres à estimer puisque, cette fois-ci, on a $A_i = \overline{\tau}_{\lambda_i}\sqrt{2\pi}\sigma_i$. Donc, en partant de la loi normale :

$$\tau_\lambda = \tau_{\overline{\lambda}_i} e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{\lambda-\overline{\lambda}_i}{\sigma_i}\right)^2} \tag{4.21}$$

Intégrée dans la relation du flux photonique, (4.05) devient :

$$n_i(T) = k\frac{C_1 s}{hc}\tau_{\overline{\lambda}_i}\int_{\lambda=0}^{\lambda=\infty}\varepsilon_\lambda \,\mathrm{FT}_\lambda\, \lambda^{-4} e^{-\frac{C_2}{\lambda T}} e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{\lambda-\overline{\lambda}_i}{\sigma}\right)^2} d\lambda \tag{4.22}$$

Pour les mêmes raisons qu'au paragraphe précédent, dans la relation (4.06), la fonction de transfert du microscope et l'émissivité peuvent sortir de l'intégrale (les valeurs de $\overline{\mathrm{FT}_i}$ sont regroupées dans le Tableau 4.08).
Comme la loi normale décroît rapidement avec la longueur d'onde, le domaine d'intégration peut être réduit significativement (4.23).

$$\frac{1}{\sigma_i\sqrt{2\pi}}\int_{\lambda=\overline{\lambda}_i-3\sigma}^{\lambda=\overline{\lambda}_i+3\sigma} e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{\lambda-\overline{\lambda}_i}{\sigma_i}\right)^2} d\lambda \simeq 0{,}998 \tag{4.23}$$

Ce qui permet d'écrire (4.22) de la façon suivante:

$$n_i(T) = k\frac{C_1 s}{hc}\varepsilon_\lambda \overline{FT}_i \tau_{\overline{\lambda}_i}\sqrt{2\pi}\sigma_i\left[\frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma_i}\int_{\lambda=\overline{\lambda}_i-3\sigma_i}^{\lambda=\overline{\lambda}_i+3\sigma_i}\lambda^{-4} e^{-\frac{C_2}{\lambda T}} e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{\lambda-\overline{\lambda}_i}{\sigma_i}\right)^2} d\lambda\right] \tag{4.24}$$

Le terme entre crochets (appelé G) de (4.24) est calculé séparément pour voir si il est possible de le simplifier par l'expression suivante :

$$G = \frac{1}{\sigma_i\sqrt{2\pi}}\int_{\overline{\lambda}_i-3\sigma_i}^{\overline{\lambda}_i+3\sigma_i}\lambda^{-4} e^{-\frac{C_2}{\lambda T}} e^{\left(-\frac{1}{2}\left(\frac{\lambda-\overline{\lambda}_i}{\sigma_i}\right)^2\right)} d\lambda = \overline{\lambda}^{-4} e^{-\frac{C_2}{\overline{\lambda} T}} \tag{4.25}$$

La résolution de (4.25) passe par le changement de variable suivant : $\lambda^*\sigma_i = \lambda - \overline{\lambda_i}$ .Ainsi :

$$G = \frac{1}{\sigma_i\sqrt{2\pi}} \int_{-3}^{3} \left(\lambda^*\sigma_i + \overline{\lambda_i}\right)^{-4} e^{-\frac{C_2}{\left(\lambda^*\sigma_i + \overline{\lambda_i}\right)T}} e^{-\frac{1}{2}\lambda^{*2}} d\lambda^* \tag{4.26}$$

De plus, avec ε [2] $= \frac{\lambda^*\sigma_i}{\overline{\lambda_i}} = \frac{\lambda - \overline{\lambda_i}}{\overline{\lambda_i}}$ et $a = \frac{C_2}{\overline{\lambda_i}T}$, alors :

$$G = \frac{1}{\sigma_i\sqrt{2\pi}} \int_{-3\sigma_i/\overline{\lambda_i}}^{3\sigma_i/\overline{\lambda_i}} \left[\overline{\lambda_i}(1+\varepsilon)\right]^{-4} e^{-\frac{a}{(1+\varepsilon)}} e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{\overline{\lambda_i}\varepsilon}{\sigma_i}\right)^2} \overline{\lambda_i} d\varepsilon \tag{4.27}$$

Le développement limité à l'ordre 1 autour de 0 de $(1 + \varepsilon)^{-4}$ vaut $1 - 4\varepsilon + 10\varepsilon^2$, celui de $e^{-\frac{a}{(1+\varepsilon)}}$ à l'ordre 1 autour de 0 vaut $\left(1 + a\varepsilon + (a^2 - 2a)\frac{\varepsilon^2}{2}\right)e^{-a}$. Si $u = \overline{\lambda_i}\varepsilon / \sigma_i$, alors :

$$G = \frac{1}{\sigma_i\sqrt{2\pi}} \overline{\lambda_i}^{-4} e^{-a} \int_{-3}^{3} \left(1 - 4\frac{\sigma_i}{\overline{\lambda_i}}u + 10\left(\frac{\sigma_i}{\overline{\lambda_i}}\right)^2 u^2\right)\ldots$$
$$\left(1 + a\frac{\sigma_i}{\overline{\lambda_i}}u + \left(\frac{1}{2}a^2 - a\right)\left(\frac{\sigma_i}{\overline{\lambda_i}}\right)^2 u^2\right) e^{-\frac{u^2}{2}} du \tag{4.28}$$

Le développement de (4.25) donne :

$$G = \overline{\lambda}^{-4} e^{-a} \left\{ \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-3}^{3} e^{-\frac{u^2}{2}} du + \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \frac{\sigma}{\overline{\lambda}} (a-4) \int_{-3}^{3} u e^{-\frac{u^2}{2}} du \ldots \right.$$
$$+ \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \left(\frac{\sigma}{\overline{\lambda}}\right)^2 \left(\left(\frac{a^2 - 2a}{2}\right) - 4a + 10\right) \int_{-3}^{3} u^2 e^{-\frac{u^2}{2}} du + \ldots$$
$$\left. \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \left(\frac{\sigma}{\overline{\lambda}}\right)^3 \left(14a - 2a^2\right) \int_{-3}^{3} u^3 e^{-\frac{u^2}{2}} du \ldots \right.$$

[2] Même remarque que pour la note 1 de la page 135.

$$+\frac{1}{\sqrt{2\pi}}\left(\frac{\sigma}{\lambda}\right)^4 5\left(a^2-2a\right)\int_{-3}^{3}u^4 e^{-\frac{u^2}{2}}du\Bigg\} \tag{4.29}$$

Chaque terme de l'intégrale est calculé séparément :

$$G_1=\frac{1}{\sqrt{2\pi}}\int_{-3}^{3}e^{-\frac{u^2}{2}}du=1 \tag{4.30}$$

$$G_2=\frac{1}{\sqrt{2\pi}}\int_{-3}^{3}ue^{-\frac{u^2}{2}}du=\frac{1}{\sqrt{2\pi}}\left[-e^{-\frac{u^2}{2}}\right]_{-3}^{3}=0 \tag{4.31}$$

$$G_3=\frac{1}{\sqrt{2\pi}}\int_{-3}^{3}u^2e^{-\frac{u^2}{2}}du=\frac{1}{\sqrt{2\pi}}\left[ue^{-\frac{u^2}{2}}\right]_{-3}^{3}+\frac{1}{\sqrt{2\pi}}\int_{-3}^{3}e^{-\frac{u^2}{2}}du=6e^{-9/2}+1 \tag{4.32}$$

$$G_4=\frac{1}{\sqrt{2\pi}}\int_{-3}^{3}u^3e^{-\frac{u^2}{2}}du=\frac{1}{\sqrt{2\pi}}\left[u^2e^{-\frac{u^2}{2}}\right]_{-3}^{3}=0 \tag{4.33}$$

$$G_5=\frac{1}{\sqrt{2\pi}}\int_{-3}^{3}u^4e^{-\frac{u^2}{2}}du=\frac{1}{\sqrt{2\pi}}\left[u^3e^{-\frac{u^2}{2}}\right]_{-3}^{3}+\frac{1}{\sqrt{2\pi}}\int_{-3}^{3}e^{-\frac{u^2}{2}}du=54e^{-9/2}+1 \tag{4.34}$$

Au final, le développement donne :

$$G=\overline{\lambda}^{-4}e^{-a}\left\{1-\left(\frac{1}{2}a^2-5a+10\right)\left(\frac{\sigma}{\overline{\lambda}}\right)^2\left(6e^{-9/2}+1\right)+\left(5a^2-10a\right)\left(54e^{-9/2}+1\right)\left(\frac{\sigma}{\lambda}\right)^4\right\} \tag{4.35}$$

Dans (4.35), tous les termes d'ordre supérieur à 1 sont négligeables. Le flux photonique reçu lorsque le filtre est considéré comme une Gaussienne est alors :

$$n_i(T)=\varepsilon_\lambda k\frac{C_1 s}{hc}\overline{\mathrm{FT}}_i\sigma_i\sqrt{2\pi}\tau_{\overline{\lambda}_i}\overline{\lambda}_i^{-4}e^{-\frac{C_2}{\overline{\lambda}_i T}} \tag{4.36}$$

Les paramètres estimés sont présentés dans le Tableau 4.05. De plus, les Figures 4.15, 4.16, et 4.17 présentent les résultats des Gaussiennes ajustées au plus près des spectres réels. Il apparaît clairement que la longueur moyenne est dans les deux cas (créneau et Gaussienne) relativement bien déterminée. De façon similaire au paragraphe précédent, le rapport de deux signaux permet de remonter à l'expression de la température (4.37) et à son erreur relative (4.38).

$$T = \frac{C_2\left(1/\overline{\lambda}_j - 1/\overline{\lambda}_i\right)}{ln\left(\frac{n_i}{n_j}\frac{\overline{\mathrm{FT}}_j \tau_{\overline{\lambda}_j}\sigma_j}{\overline{\mathrm{FT}}_i \tau_{\overline{\lambda}_i}\sigma_i}\left(\frac{\overline{\lambda}_j}{\overline{\lambda}_i}\right)^{-4}\right)} \tag{4.37}$$

$$\frac{e_T}{T} = \left[\left(\frac{e_{n_i}}{n_i} - \frac{e_{n_j}}{n_j} - \frac{e_{\overline{\mathrm{FT}}_i}}{\overline{\mathrm{FT}}_i} + \frac{e_{\overline{\mathrm{FT}}_j}}{\overline{\mathrm{FT}}_j} - \frac{e_{\tau_{\overline{\lambda}_i}}}{\tau_{\overline{\lambda}_i}} + \frac{e_{\tau_{\overline{\lambda}_j}}}{\tau_{\overline{\lambda}_j}} - \frac{e_{\sigma_i}}{\sigma_i} + \frac{e_{\sigma_j}}{\sigma_j}\right) + \ldots \right.$$
$$\left. 4\left(\frac{e_{\overline{\lambda}_i}}{\overline{\lambda}_i} - \frac{e_{\overline{\lambda}_j}}{\overline{\lambda}_j}\right) - \frac{C_2}{T}\left(\frac{e_{\overline{\lambda}_i}}{\overline{\lambda}_i^2} - \frac{e_{\overline{\lambda}_j}}{\overline{\lambda}_j^2}\right)\right] \Bigg/ \frac{C_2}{T}\left(\frac{1}{\overline{\lambda}_i} - \frac{1}{\overline{\lambda}_j}\right) \tag{4.38}$$

Les Tableaux 4.07 et 4.08 regroupent les paramètres des filtres. L'erreur sur la longueur d'onde moyenne est définie comme étant l'écart-type ($\sigma_i = e_{\overline{\lambda}_i}$). De plus, les erreurs sur la transmittivité maximale, sur la fonction de transfert du microscope et sur l'écart-type sont évaluées à 1%, elles correspondent à l'erreur due à la modélisation des spectres réels (données constructeur).

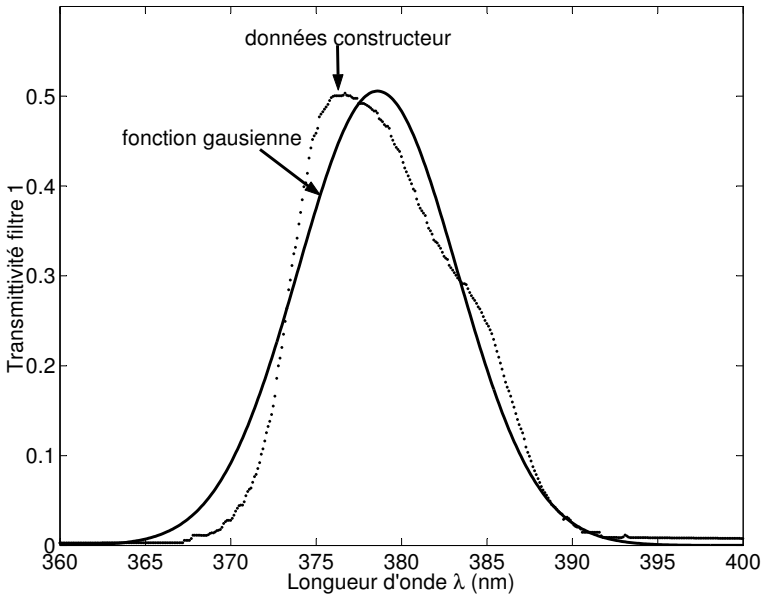


Figure 4.15 – ***Ajustement d'une fonction gaussienne sur les données constructeur du premier filtre monochromatique.***

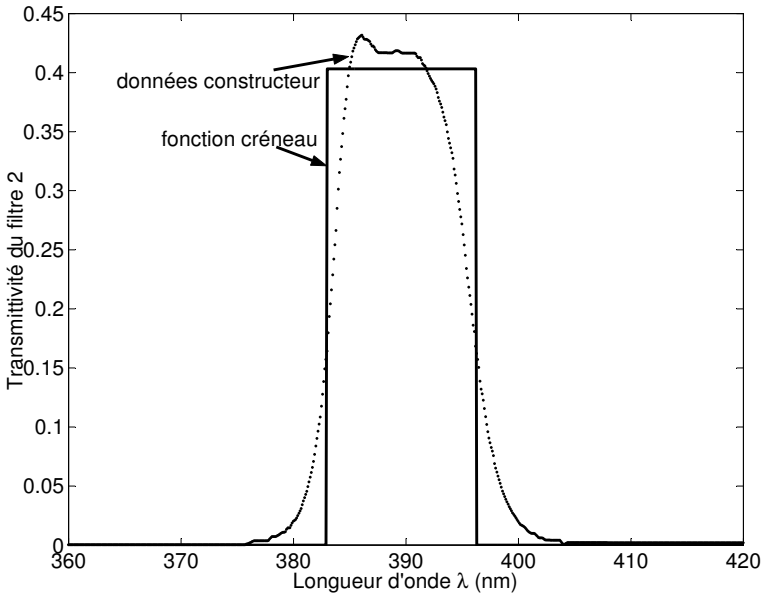


Figure 4.16 – ***Ajustement d'une fonction gaussienne sur les données constructeur du second filtre monochromatique.***

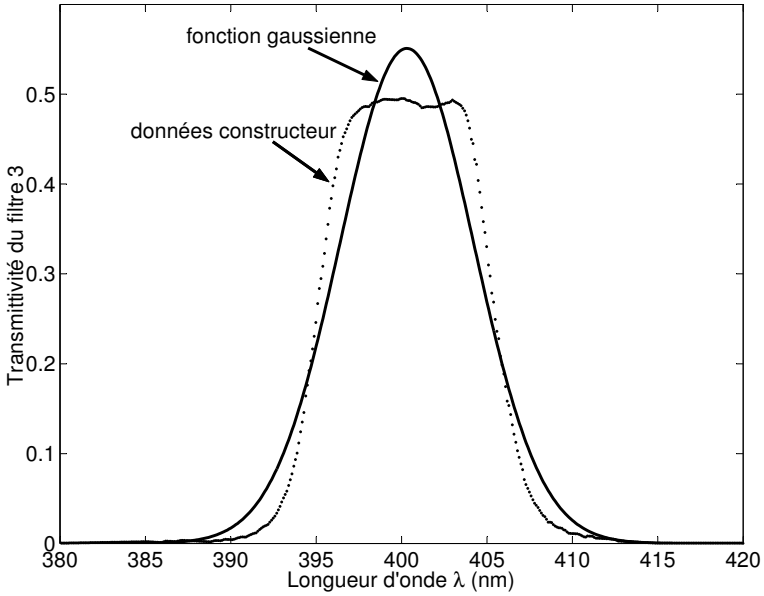


Figure 4.17 – ***Ajustement d'une fonction gaussienne sur les données constructeur du troisième filtre monochromatique.***

Filtre i	A_i (10^3nm)	$\overline{\lambda_i}$ (nm)	σ_i (nm)	τ_i
1	0,0059	378,6	4,7	0,5008
2	0,0054	389,4	4,6	0,4683
3	0,0054	400,3	3,9	0,5524

Tableau 4.07 – ***Récapitulatifs des valeurs obtenues lors de l'estimation de paramètres des filtres monochromatiques quand ces derniers sont considérés tels des Gaussiennes.***

Filtre i	1	2	3
$\overline{\mathrm{FT}}_{\lambda_i}$ (10^{-9}nm)	1,3375	1,4252	1,1368

Tableau 4.08 – ***Tableau récapitulatif des aires*** $\overline{\mathrm{FT}}_{\lambda_i}$ ***en fonction des paramètres des filtres calculés au Tableau 4.07 sur l'intervalle*** $[\overline{\lambda_i} - 3\sigma_i ; \overline{\lambda_i} + 3\sigma_i]$.

4.3.5 Les mesures avec la fonction de transfert

Le Tableau 4.09 présente la synthèse de la méthode multi-spectrale pour la mesure de la température. Il est séparé en deux parties : la première partie (supérieure) concerne l'utilisation d'une fonction créneau pour modéliser les filtres, et la seconde est relative à l'utilisation de la loi de GAUSS.

Généralement, la fonction créneau donne des résultats moins déviés que la loi normale. Ceci peut s'expliquer par la forme des filtres monochromatiques originaux, laquelle est plus proche d'un créneau que d'une Gaussienne. De plus, le Tableau 4.10 confirme que l'erreur relative sur la température est plus faible avec la mesure de la moyenne. La fonction créneau donne de

meilleurs résultats en terme de température grâce à la plus faible déviation et à la précision des paramètres du microscope qui sont bien connus.

Comme pour le flux photonique, il apparaît clairement que la méthode la plus précise et la plus efficace correspond à la Méthode 3 (modèle moindres carrés à un paramètre inconnu). Les meilleurs temps d'intégration sont 2ms et 5ms, de manière à compter le plus de photons possibles dans un intervalle de temps raisonnable.

Filtre modélisé comme un créneau									
δt (ms)	i/j	Méthode 1				Méthode 2				Méthode 3	
		$n = E(N)$		$n = V(N)\Delta t$		$n = E(N)$		$n = V(N)\Delta t$		$n = E(N) = V(N)\Delta t$	
1	1/2 1/3 2/3	1 106 1 091 1 076	**1 091 ± 51**	1 085 1 077 1 069	**1 077 ± 8**	1 088 1 075 1 063	**1 075 ± 13**	1 111 1 066 1 022	**1 066 ± 45**	1 088 1 075 1 063	**1 075 ±12**
2	1/3 1/3 2/3	1 090 1 084 1 079	**1 084 ± 6**	1 082 1 072 1 060	**1 071 ± 11**	1 078 1 076 1 074	**1 076 ± 2**	1 034 1 054 1 074	**1 054 ± 20**	1 078 1 076 1 074	**1 076 ± 2**
5	1/2 1/3 2/3	1 084 1 088 1 092	**1 088 ± 4**	992 1 083 1 191	**1 088 ± 96**	1 080 1 084 1 089	**1 084 ± 5**	1 017 1 082 1 155	**1 084 ± 67**	1 080 1 084 1 089	**1 084 ± 5**
10	1/2 1/3 2/3	1 109 1 096 1 083	**1 096 ± 14**	1 115 1 086 1 056	**1 085 ± 31**	1 107 1 093 1 080	**1 093 ±14**	1 107 1 102 1 096	**1 102 ± 6**	1 107 1 093 1 080	**1 093 ± 14**
Filtre modélisé comme une Gaussienne											
δt (ms)	i/j	Méthode 1				Méthode 2				Méthode 3	
		$n = E(N)$		$n = V(N)\Delta t$		$n = E(N)$		$n = V(N)\Delta t$		$n = E(N) = V(N)\Delta t$	
1	1/2 1/3 2/3	1 207 1 149 1 094	**1 150 ± 57**	1 183 1 134 1 086	**1 134 ± 48**	1 186 1 132 1 080	**1 132 ± 54**	1 213 1 122 1 038	**1 124 ± 89**	1 186 1 132 1 080	**1 132 ± 54**
2	1/2 1/3 2/3	1 175 1 132 1 090	**1 132 ± 43**	1 167 1 118 1 071	**1 118 ± 48**	1 162 1 123 1 085	**1 123 ± 39**	1 113 1 099 1 085	**1 099 ± 14**	1 162 1 123 1 085	**1 123 ± 39**
5	1/2 1/3 2/3	1 168 1 135 1 103	**1 135 ± 32**	1 066 1 130 1 204	**1 133 ± 67**	1 164 1 132 1 100	**1 132 ± 32**	1 094 1 129 1 168	**1 130 ± 64**	1 164 1 132 1 100	**1 132 ± 32**
10	1/2 1/3 2/3	1 211 1 154 1 100	**1 155 ± 56**	1 218 1 143 1 073	**1 144 ± 73**	1 209 1 152 1 097	**1 154 ± 55**	1 210 1 161 1 114	**1 161 ± 49**	1 209 1 157 1 097	**1 154 ± 55**

Tableau 4.09 – ***Températures calculées à partir des méthodes créneau et gaussienne pour modéliser les filtres.***

	Fonction créneau		Fonction gaussienne	
δt (ms)	Moyenne (n)	Variance (V(N))	Moyenne (n)	Variance (V(N))
1	0,01 %	0,12 %	4,57 %	4,71 %
2	0,02 %	0,08 %	4,54 %	4,52 %
5	0,08 %	0,01 %	4,61 %	4,60 %
10	0,13 %	0,02 %	4,60 %	4,57 %

Tableau 4.10 – ***Erreurs relative sur la température*** e_T / T ***calculée pour chaque fonction.***

4.3.6 Une validation des résultats

4.3.6.1 La validation à l'aide de la caméra de thermographie infrarouge

Les résultats sont validés par une méthode indépendante utilisant une caméra de thermographie infrarouge travaillant entre 3,5µm et 5,5µm.
L'objectif de cette expérience est de viser la même surface que le microscope mais avec la caméra de thermographie infrarouge équipée d'un objectif.
Comme pour la gamme ultraviolet-visible, l'émissivité de la stumatite est calculée à température ambiante dans la gamme de travail de la caméra. Son émissivité et son émissivité apparente valent $\varepsilon = 0{,}79$ et $\varepsilon_{app} = 0{,}94$.
La mesure infrarouge a permis de connaître la température de surface apparente. Sa valeur (1 090°C) est proche de celle mesurée par le PMT.

4.3.6.2 Une mesure multi-spectrale sur le fil de Chromel

Pour relier les deux dispositifs (corps noir et fil de Chromel), des mesures multi-spectrales ont été effectuées sur le fil de Chromel. Le protocole expérimental est le suivant :

- q = 40 000 comptages
- U = 14,31V I = 1,175A
- R_o = 7,45Ω à T_∞ = 20°C
- Temps d'intégration δt : 1ms, 2ms, 5ms, et 10ms
- Diamètre de la surface visée : 5µm

Les données précédentes permettent de remonter à une température du fil T_{max} = 1 217°C (1 429K). Les résultats du comptage sont présentés dans le Tableau 4.11.

δt (ms)	i#	Méthode 1		Méthode 2		Méthode 3
		E(N)	V(N)Δt	E(N)	V(N)Δt	E(N) = V(N)Δt
1	1	1 262	1 301	762	1 949	1 001
	2	2 021	2 068	1 680	2 204	1 733
	3	3 761	3 873	3 467	3 840	3 483
2	1	1 237	1 263	1 076	1 314	1 093
	2	1 936	1 971	1 796	1 937	1 801
	3	3 421	3 544	3 287	3 483	3 291
5	1	1 211	1 229	1 157	1 182	1 158
	2	1 825	1 866	1 772	1 843	1 773
	3	3 336	3 362	3 292	3 411	3 293
10	1	1 252	1 297	1 222	1 299	1 223
	2	1 894	2 007	1 869	1 982	1 870
	3	3 331	3 861	3 302	3 884	3 305

Tableau 4.11 – ***Récapitulatif des flux photoniques (ramenés en photons/s) pour chaque filtre et pour les quatre temps d'intégration. # : par faute de place, cette colonne est celle des filtres numérotés de 1 à 3.***

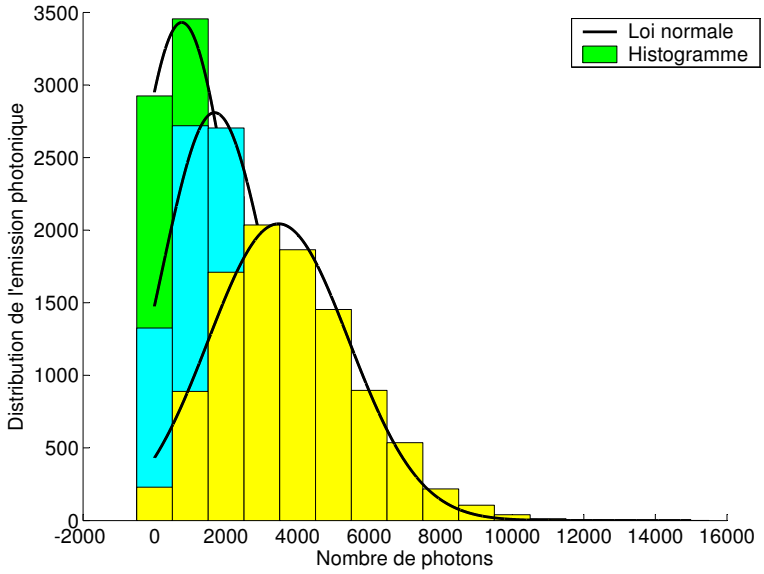


Figure 4.18 – ***Distribution de l'émission photonique pour δt = 1ms. Les premières mesures sont poissonniennes et tendent vers une loi normale.***

Plusieurs remarques :

- Les comptages sont plus faibles car la zone visée à un diamètre de 5µm.
- Les résultats sont beaucoup moins stables avec le fil qu'avec le corps noir, à cause de la petite taille du fil qui le rend très sensibles aux perturbations extérieures.
- Les résultats à δt = 1ms ne sont pas corrects avec les Méthodes 1 et 2 comme le montre la Figure 4.18. La forme de la dispersion est de type loi de POISSON ce qui implique

qu'il n'y a qu'un seul paramètre μ à estimer. La Méthode 3 présente donc les meilleurs résultats pour μ.

- Comme pour les mesures avec le corps noir, le calcul avec la moyenne est plus précis qu'avec la variance. De plus, les mesures effectuées à δt = 10ms sont trop imprécises car trop longues. Les meilleurs compromis semblent être pour 2ms et 5ms.

Filtre modélisé comme un créneau											
δt (ms)	i/j	Méthode 1				Méthode 2				Méthode 3	
		n = E(N)		n = V(N)Δt		n = E(N)		n = V(N)Δt		n = E(N) = V(N)Δt	
1	1/2 1/3 2/3	1 242 1 155 1 074	**1 157 ± 85**	1 258 1 156 1 063	**1 225 ± 99**	759 828 910	**832 ± 73**	2 815 1 724 1 189	**1 909 ± 905**	1 086 1 014 948	**1 016 ± 70**
2	1/3 1/3 2/3	1 309 1 246 1 186	**1 247 ± 62**	1 317 1 230 1 150	**1 232 ± 84**	1 168 1 141 1 114	**1 141 ± 27**	1 469 1 296 1 149	**1 304 ± 164**	1 194 1 156 1 118	**1 156 ± 38**
5	1/2 1/3 2/3	1 408 1 251 1 116	**1 258 ± 150**	1 386 1 258 1 145	**1 263 ± 123**	1 365 1 214 1 086	**1 221 ± 143**	1 319 1 199 1 093	**1 203 ± 115**	1 364 1 215 1 086	**1 221 ± 143**
10	1/2 1/3 2/3	1 380 1 279 1 186	**1 281 ± 98**	1 322 1 156 1 017	**1 165 ± 157**	1 351 1 260 1 176	**1 262 ± 88**	1 358 1 152 987	**1 165 ± 192**	1 659 1 402 1 198	**1 419 ± 239**
Filtre modélisé comme une Gaussienne											
δt (ms)	i/j	Méthode 1				Méthode 2				Méthode 3	
		n = E(N)		n = V(N)Δt		n = E(N)		n = V(N)Δt		n = E(N) = V(N)Δt	
1	1/2 1/3 2/3	1 365 1 218 1 092	**1 225 ± 140**	1 383 1 219 1 080	**1 227 ± 155**	815 865 923	**867 ± 52**	3 373 1 850 1 209	**2 144 ± 1 229**	1 184 1 066 962	**1 070 ± 113**
2	1/2 1/3 2/3	1 425 1 306 1 199	**1 310 ± 115**	1 434 1 289 1 162	**1 295 ± 139**	1 263 1 192 1 126	**1 193 ± 69**	1 611 1 359 1 162	**1 377 ± 233**	1 293 1 208 1 130	**1 210 ± 82**
5	1/2 1/3 2/3	1 539 1 311 1 128	**1 326 ± 213**	1 514 1 319 1 157	**1 330 ± 184**	1 489 1 271 1 097	**1 285 ± 203**	1 437 1 255 1 105	**1 265 ± 171**	1 489 1 272 1 097	**1 286 ± 203**
10	1/2 1/3 2/3	1 529 1 354 1 206	**1 363 ± 166**	1 460 1 220 1 032	**1 237 ± 222**	1 494 1 334 1 196	**1 341 ± 152**	1 503 1 215 1 002	**1 240 ± 263**	1 494 1 334 1 196	**1 341 ± 152**

Tableau 4.12 – ***Températures calculées à partir des méthodes créneau et gaussienne pour modéliser les filtres.***

Au vu des premières valeurs dispersées données par le Tableau 4.11, les résultats en température du Tableau 4.12 montrent également une dispersion assez conséquente. La méthode qui consiste à considérer le filtre tel un créneau apporte toujours des résultats meilleurs, malgré une dispersion beaucoup plus forte qu'avec les mesures sur le corps noir.

Cette dispersion est due à la faible, mais observable, variation du courant dans le fil causée par la convection autour du fil.

De plus, comme la zone est de plus petite taille, le flux photonique est plus faible, ce qui a permis d'observer une distribution de type loi de POISSON pour les faibles temps d'intégration (δt = 1ms et 2ms). Les calculs qui consistent donc à estimer deux paramètres (Méthodes 1 et 2) ne sont ainsi par correctes puisque la loi de POISSON n'en possède qu'un (2.52).

Cependant, ces mesures montrent que les expériences faites pour déterminer les propriétés thermophysiques du Chromel ont été correctement effectuées puisque les valeurs en températures, même si elles sont assez dispersées, sont assez proches de celle que donne la loi d'OHM. Malgré les fortes dispersions (parfois de ± 200°C) à partir des calculs faits avec la moyenne pour les temps de 2ms et de 5ms (fonction créneau), les températures obtenues sont assez voisines de celle mesurée avec le courant I et la tension U (1 217°C).

Conclusion

Les résultats présentés dans cette partie ont permis de valider plusieurs points.

Tout d'abord, le dispositif est capable de viser des surfaces nettes d'environ 10µm de diamètre, voire moins. Ce réglage est difficile mais la petite taille du fil chaud ainsi que le déplacement micrométrique dans les trois directions facilitent sa réalisation.
Les premiers comptages ont permis de valider le fonctionnement du dispositif par l'obtention de la loi de PLANCK grâce à la mesure du flux photonique en fonction de la température du fil.

Il restait à étalonner en température le banc de mesure à l'aide du corps noir. La consigne en température donnée par le PID ne pouvant pas faire référence (malgré sa très bonne régulation), l'utilisation de la technique multi-spectrale permet de remonter à la température. Les premières mesures à plusieurs couleurs ont mis en évidence l'importance de la fonction de transfert du microscope ainsi que celle des filtres monochromatiques. Leurs modélisations ont ainsi permis d'obtenir des températures très proches de celle donnée par la caméra de thermographie infrarouge (mesure de vérification) mais aussi de celles que donne la modélisation du corps noir à l'aide du code en éléments finis. De plus l'inter-comparaison des mesures à trois filtres a permis de vérifier l'hypothèse de l'émissivité constante.

Autre point abordé : l'émission photonique en tant que phénomène statistique. Les nombreux comptages de photons ont montré que la répartition du flux photonique pouvait se traduire soit comme une loi normale pour les grands flux soit comme une loi de POISSON pour les faibles flux. De plus, les paramètres de ces lois telles que l'espérance et la variance permettent de calculer le flux photonique.

Cinquième chapitre

Les perspectives

Sommaire

Cinquième chapitre *p.153*

Introduction **p.155**

5.1 Le réseau de diffraction **p.156**

5.1.1 Quelques notions sur le réseau de diffraction **p.156**

5.1.2 Les premiers essais **p.158**

5.2 L'analyseur multi-canal **p.161**

5.3 Les techniques stimulées **p.162**

5.3.1 La mesure par LIF **p.162**

5.3.2 La mesure par fluorescence **p.163**

Conclusion **p.165**

Introduction

Une nouvelle approche est expérimentée dans ce chapitre. Nous avons vu précédemment qu'une difficulté de la méthode multi-spectrale provenait des filtres ; ils sont difficiles à modéliser et à l'origines des erreurs de mesure. L'idée ici est de les remplacer par un réseau de diffraction.
L'intérêt de ce dernier réside dans l'approche plus simple de sa modélisation. En choisissant un réseau à réflexion constante, sa fonction de transfert ne dépend plus de la géométrie mais de la longueur d'onde. Des essais ont été réalisés avec un réseau holographique plan par réflexion et sont présentés. Quelques informations sur le fonctionnement d'un réseau de diffraction par réflexion sont données.

Finalement, seront abordées à la fin de ce chapitre quelques techniques existantes permettant de réaliser des mesures à basses températures ou bien d'en améliorer la précision. La première méthode est basée sur les techniques stimulées par laser (LIF) et par fluorescence. La seconde technique consiste à utiliser un analyseur multi-canal qui remplacera la carte de comptage et les filtres monochromatiques.

5.1 Le réseau de diffraction

La mesure multi-spectrale reste une technique difficile à aborder puisqu'elle est fonction de nombreux paramètres pas toujours connus et qui sont fonction ou pas de la longueur d'onde (angle solide, ouverture numérique...).
Si le rapport de deux signaux permet de s'affranchir des différentes grandeurs, il ne permet pas d'éliminer les termes qui dépendent de la longueur d'onde. Il est donc important de bien connaître et de modéliser les filtres monochromatiques ; ce qui reste assez difficile puisque, comme on l'a vu précédemment, le spectre des filtres d'origines peut être difficilement remplacé par une fonction de type loi normale. La modélisation par une fonction de type créneau donne des résultats satisfaisants à condition que l'aire de la fonction soit égale à celle du spectre d'origine.

5.1.1 Quelques notions sur le réseau de diffraction

Dans le but de contourner le problème de la modélisation des filtres, l'idée est de les remplacer par un réseau de diffraction (Figure 5.01) [44].

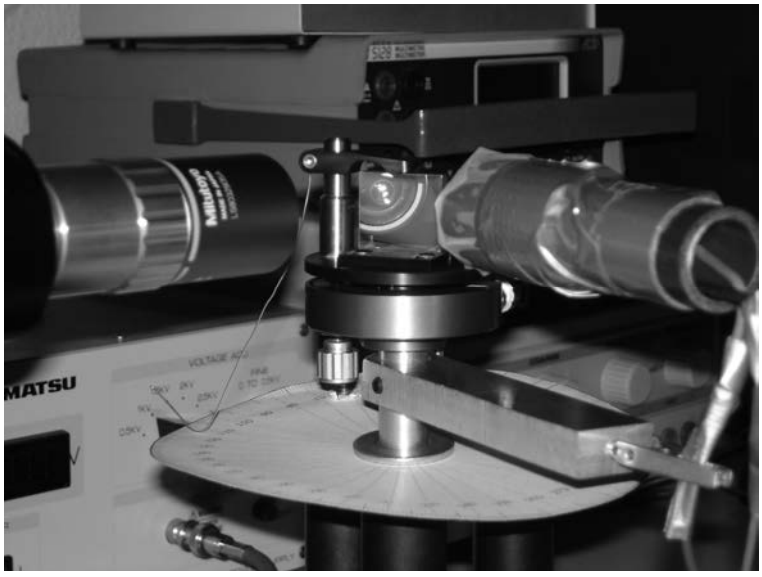


Figure 5.01 – ***Le réseau de diffraction.***

L'optique sélectionnée est un réseau holographique plan par réflexion. Sa réflectivité est constante dans l'ultraviolet et le visible (Figure 5.02).

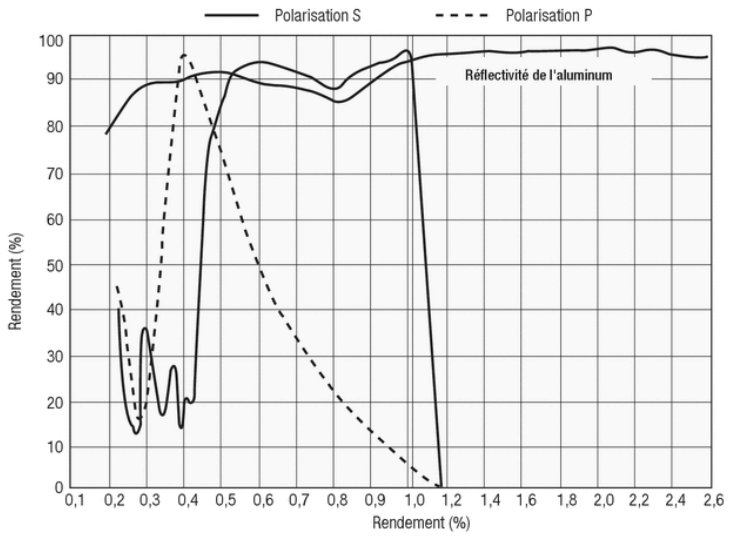


Figure 5.02 – ***réflectivité spectrale du réseau holographique plan de diffraction par réflexion (données constructeur : réflectivité de l'aluminium).***

Un réseau de diffraction est une matrice périodique d'éléments diffractants (fentes parallèles ou rayures réfléchissantes), transparents ou opaques, qui modifient la phase et/ou l'amplitude d'un faisceau incident. L'espace entre deux éléments diffractants est appelé le pas (dans notre cas, 2 400traits/mm). Les réseaux sont généralement tracés sur de minces films d'aluminium déposés par évaporation sur des lames de verre optique ; l'aluminium présente l'avantage d'être un bon réflecteur dans l'ultraviolet.

Soit la loi générale des réseaux :

$$a\left(\sin\theta_m - \sin\theta_i\right) = m\lambda \qquad (5.01)$$

avec a le pas du réseau, θ_i et θ_m respectivement les angles d'incidence et de diffraction, m l'ordre de diffraction et λ la longueur d'onde. Le cas le plus simple est donné pour $m = 0$; en effet, alors $\theta_i = \theta_m$ et on retrouve la loi de SNELL-DESCARTES pour la réflexion.

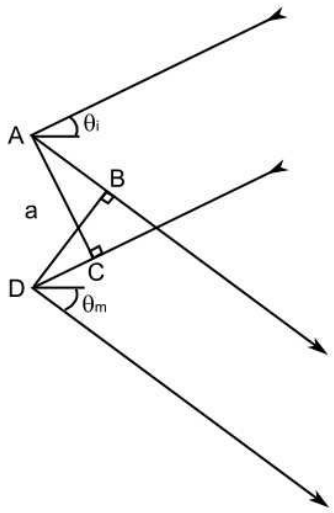


Figure 5.03 – ***Schéma de principe du réseau de diffraction par réflexion.***

5.1.2 Les premiers essais

En effectuant un filtrage monochromatique (avec les trois filtres monochromatiques utilisées aux précédents chapitres) à la sortie de l'objectif, le flux photonique a été mesuré pour voir comment il évoluait en fonction de l'angle θ_m (angle entre la direction réseau/objectif et la normale au réseau). La Figure 5.04 présente une vue de dessus du dispositif ; l'installation est assez rudimentaire mais a tout de même permis de réaliser les mesures avec une bonne précision angulaire (par pas de 1°). Les résultats sont présentés sur la Figure 5.05.

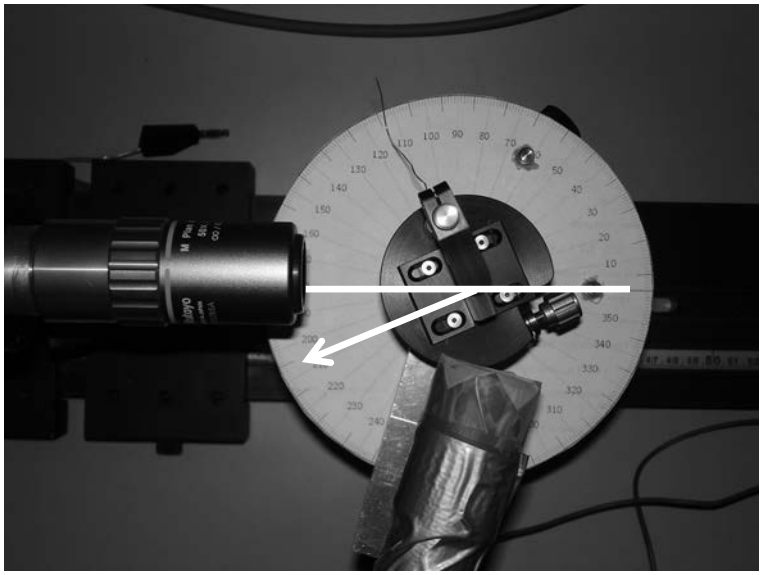


Figure 5.04 – ***Vue de dessus du montage.***

Le flux a donc été mesuré pour chaque filtre en faisant tourner de part et d'autre de l'axe réseau/objectif l'ensemble réseau/lampe ; l'angle entre la réseau et la lumière incidente θ_i est donc constant, seul θ_m varie. La valeur du flux ici n'a pas trop d'importance, l'idée est de savoir également quel est le décalage angulaire θ_m en fonction de la longueur d'onde.

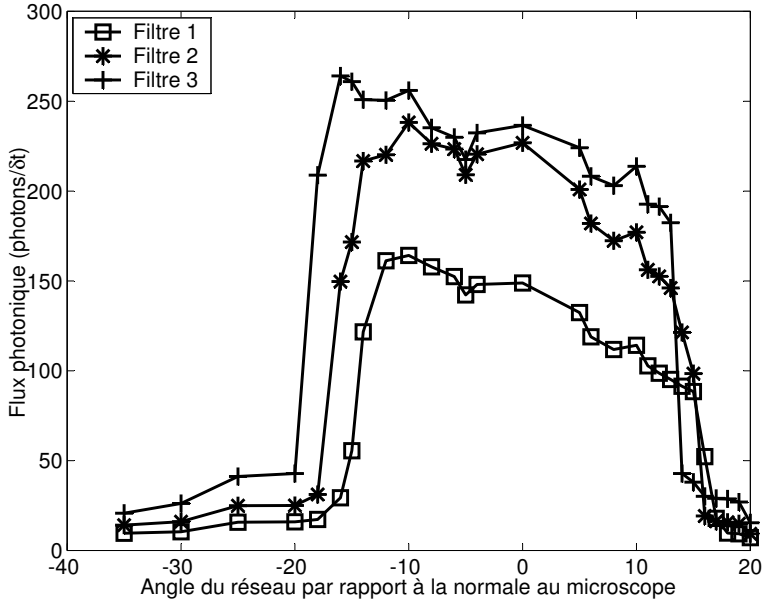


Figure 5.05 – ***Flux photonique en fonction de l'angle de réfraction pour trois filtres monochromatiques.***

On voit sur la Figure 5.05 que les différents niveaux de flux augmentent avec la longueur d'onde des filtres, de plus, les rapports des signaux restent également les mêmes que ceux

calculés au Troisième Chapitre, la réflexion du réseau a donc peu d'incidence sur l'amplitude. Par contre on peut noter un problème de décroissance des flux pour les trois filtres. Ceci est sans doute un problème d'ordre géométrique puisque l'angle solide entre la lampe incidente les traits doit varier d'un bout à l'autre du réseau. Ce qui par contre est intéressant, c'est que le décalage est visible quand on passe d'un filtre à un autre, il est constant et égal à 2° pour $\Delta\lambda$ = 10nm (conforme à la théorie).

Expérimentalement, il faudrait un filtre passe-bas qui laisse passer uniquement les longueurs d'onde jusqu'au visible (0,4µm) pour ne pas être gêné par les photons des longueurs d'onde supérieures.
À partir de là, étant donné qu'il y a des zones de recoupement entre les filtres (Figure 5.06), trois mesures à trois zones possibles permettent d'obtenir un système de trois équations :

$$K_1 = \varepsilon_3 M^o_{\lambda_3} \tag{5.02}$$

$$K_2 = \varepsilon_3 M^o_{\lambda_3} + \varepsilon_2 M^o_{\lambda_2} \tag{5.03}$$

$$K_3 = \varepsilon_1 M^o_{\lambda_1} + \varepsilon_2 M^o_{\lambda_2} + \varepsilon_3 M^o_{\lambda_3} \tag{5.04}$$

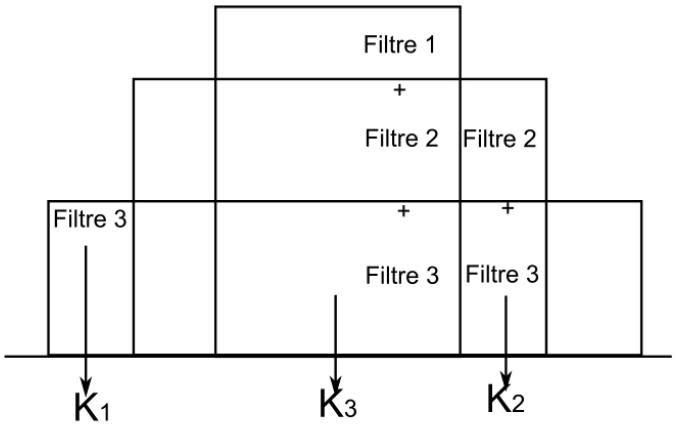


Figure 5.06 – ***Schéma de principe de la mesure multi-spectrale avec le réseau de diffraction.***

Donc si on se place à un certain angle correspondant où seul le filtre 3 est considéré ($\overline{\lambda}_3$ = 400nm), une première mesure donne une émittance K_1 (5.02). En se décalant légèrement pour être avoir deux créneaux enchâssés, alors on obtient un flux mesuré par K_2 (5.04). Enfin, quand les trois zones se croisent, c'est l'équation K_3 qui intervient. À noter que

l'hypothèse de l'émissivité constante sur ce petit intervalle spectral est toujours de mise, cependant il est possible par rotation de multiplier le nombre de longueurs d'onde et donc de prendre en compte l'émissivité. La résolution de ce système d'équations permet de remonter à la température. Cette fois-ci, on utilise le même composant optique pour les trois mesures avec ρ_λ = cte.

5.2 L'analyseur multi-canal

Un autre moyen de remplacer les filtres monochromatiques (ainsi que la carte de comptage) consiste à utiliser un analyseur multi-canal (Multi-Channel Analyzer MCA).

Le MCA a la possibilité d'augmenter significativement le nombre de canaux et de travailler sur des gammes spectrales plus étendues. Ainsi pourra-t-on améliorer la précision sur la température en prenant en compte la dépendance (énergétique) spectrale de l'émissivité au niveau local (les mesures sont toujours faites à l'échelle microscopique) avec une fonction linéaire ou quadratique.

Le MCA peut classer en mode PHD (Pulse Height Distribution) les photons suivant leur énergie (Figure 5.07). Son principe est le suivant : il trie les photons suivant leur énergie laquelle est représentée par une hauteur de pulse. Comme pour la loi de PLANCK, la forme du spectre devrait évoluer en fonction de la température.

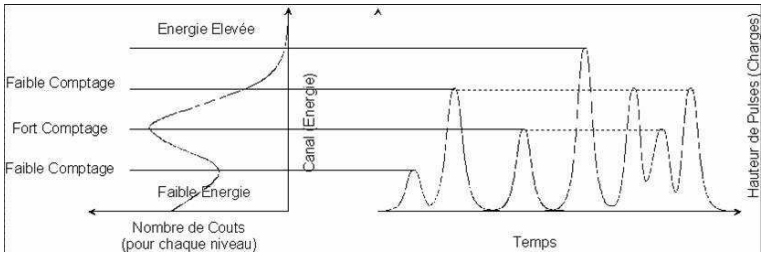


Figure 5.07 – ***Schéma de fonctionnement de l'analyseur multi-canal (MCA) en mode PHD [84].***

5.3 Les techniques stimulées

5.3.1 La mesure par LIF

Les résultats présentés dans ces travaux ont permis de montrer qu'il est difficile, à l'échelle microscopique, d'obtenir un nombre de photons suffisants quand la température est trop faible. Par ailleurs, il est nécessaire d'avoir un nombre de photons minimum pour que l'exploitation des mesures soit possible.

Donc si on veut mesurer des températures plus faibles à l'échelle microscopique, l'émission photonique propre de la surface ne suffit pas. L'idée est alors de se tourner vers des techniques stimulées [77]. Leur principe est d'exciter la surface avec un pulse laser, elle va alors libérer des photons supplémentaires rendant ainsi l'exploitation du flux photonique possible à des températures de plus en plus proches de l'ambiante.

À titre d'exemple, ALARURI *et al.* [3] utilisent une technique de fluorescence induite par laser (Laser Induced Fluorescence LIF) dans l'ultraviolet pour mesurer la température de surface d'une turbine de moteur (Figure 5.08). Cependant dans ses travaux, les ultraviolets sont utilisés pour améliorer la précision de la mesure et non pour viser des zones microscopiques (limite de diffraction).

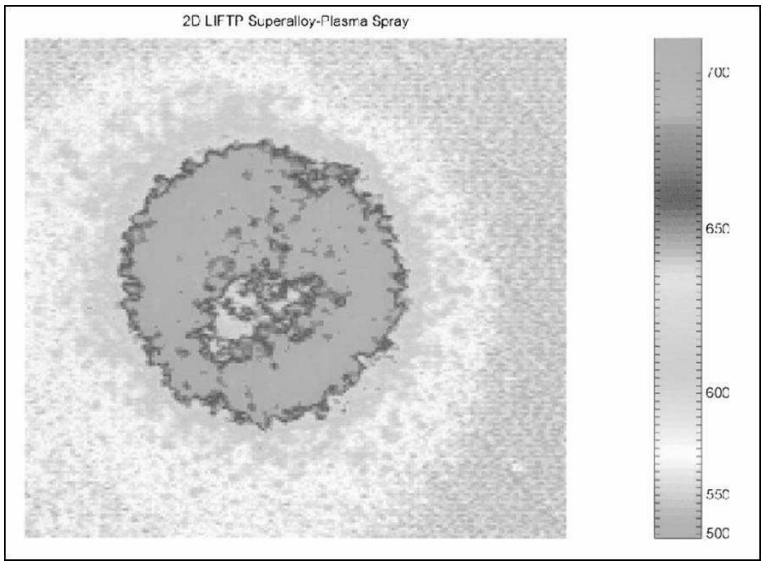


Figure 5.08 – ***Cartographie de la température de surface présentant l'impact d'un jet d'air [3].***

5.3.2 La mesure par fluorescence

Une autre technique consiste à mesurer la température grâce à la décroissance de la fluorescence [2]. Le problème est que les temps caractéristiques sont très courts (de quelques nano-secondes). Pour éviter ce problème, VALEUR a donné une méthode expliquée sur la Figure 5.10 [107].

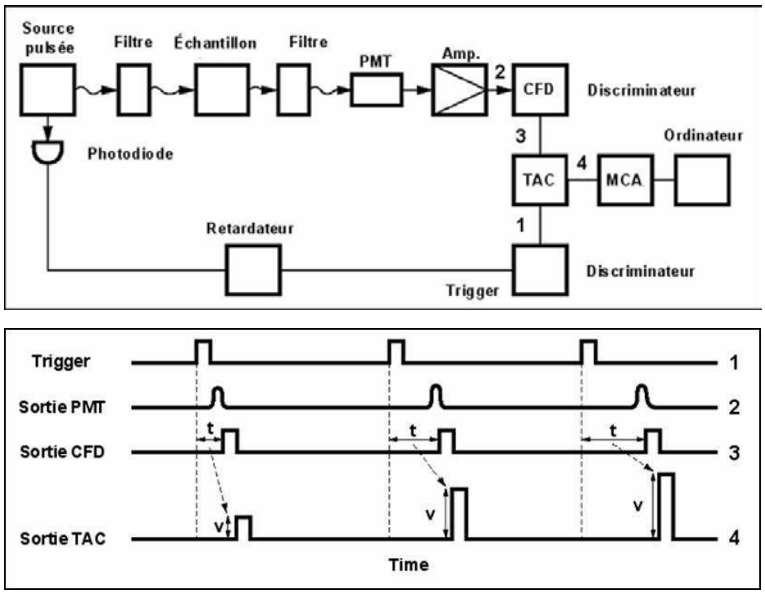


Figure 5.10 – ***Schéma de principe de la mesure de la température par la décroissance de fluorescence (méthode de la température par la méthode de corrélation temporelle) [84].***

On excite le matériau avec une source modulée et simultanément on lance le comptage de photons avec un retard variable par rapport à l'excitation à l'aide d'un retardateur (1 sur Figure 5.10). Les impulsions au niveau de l'ampli-discriminateur sont comptées sur un intervalle de temps très bref (2). On utilise ensuite un convertisseur temps-amplitude (TAC – 3) pour classer les photons comptés en fonction du retard dans un analyseur multi-canal (4). Plus le retard entre la mesure et l'excitation est faible, plus le nombre de photons recueillis est important puisque la probabilité de voir apparaître un photon est proportionnelle à l'intensité de fluorescence et que le signal de fluorescence est alors proche de son maximum. On peut ensuite, en jouant sur le retardateur, reconstruire l'exponentielle point par point (Figure 5.11).
Si le signal est très faible ou varie très rapidement, on procède de la même façon que précédemment avec le retardateur mais cette fois-ci, on mesure le temps écoulé entre le début du comptage et le premier photon détecté (Time Correlated Single Photon Counting TCSPC). Là encore, la probabilité donc le temps de voir arriver ce photon, sera d'autant plus grande

que l'ordre de comptage sera proche du moment de l'excitation. On utilise un TAC pour convertir ce signal temporel en amplitude et obtenir le déclin de fluorescence.

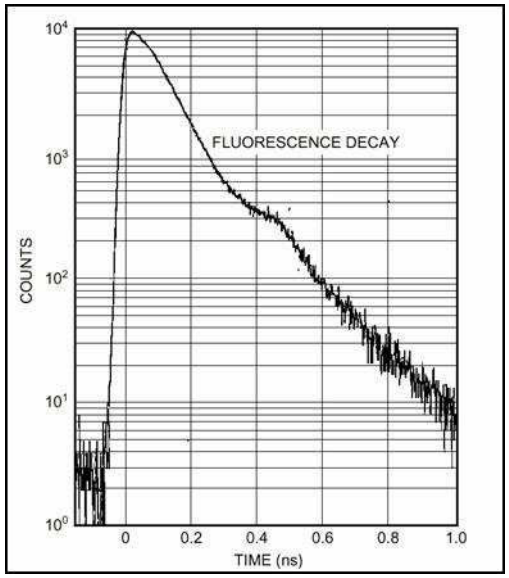


Figure 5.11 – ***Décroissance de la fluorescence [84].***

Le banc de mesure mis en place équipé de la carte MCA est capable de réaliser ce type de mesure sous réserve de remplacer le PMT par un PMT multi-plateaux (temps de réponse inférieur à la nanoseconde).

Conclusion

Le but de ce chapitre est d'améliorer la précision de la mesure multi-spectrale en remplaçant les filtres monochromatiques par un réseau de diffraction.
Les premières expériences sont encourageantes car elles ont permis de relier l'angle de rotation du système réseau/lumière incidente avec la longueur d'onde (loi conforme à la théorie).
Le montage étant pour le moment assez rudimentaire, des améliorations sont à apporter pour réaliser des mesures précises. En effet, étant donnée la faible largeur de la bande spectrale dans les ultraviolets, la rotation du réseau doit elle aussi être très faible et doit être maîtrisée.

Par ailleurs quelques mots on été dits à propos de techniques permettant à la fois d'améliorer la précision de la mesure, mais aussi de faire des mesures à températures de plus en plus proches de l'ambiante. En effet, l'analyseur multi-canal (MCA) est capable de multiplier le nombre de canaux ; chaque canal correspond à une petite bande spectrale pour être le plus monochromatique possible. Le MCA est capable de classer les photons selon leur énergie, symbolisée par une hauteur de pulse. Le fait de pouvoir multiplier les bandes spectrales permet d'améliorer la précision de la mesure tout en prenant cette fois-ci en compte l'émissivité locale de la surface qui peut être définie sous la forme d'une fonction linéaire ou quadratique.
Autre technique abordée, faire des mesures stimulées. Dans le but de réduire le seuil de détectivité et ainsi pouvoir mesurer des températures plus faibles, les mesures par émission stimulée par laser (LIF) ou bien par mesure de la décroissance de la fluorescence peuvent être utilisées. La première méthode a pour intérêt de décupler le nombre de photons émis par la surface lorsque celle-ci est soumise à une excitation laser ; le nombre de photons à basse température n'étant pas suffisant pour exploiter les mesures. La seconde technique permet de tracer la décroissance de la fluorescence d'une surface stimulée par laser. Cette décroissance en fonction du temps est reliée à la température. Elle permet aussi de réaliser les mesures sur des surfaces de faible température.

Conclusion générale

Notre but était de pouvoir réaliser des mesures à l'échelle micrométrique et l'étude présentée a tenté de se démarquer des autres techniques existantes pour la mesure de la température à cette échelle. Si bon nombre de microscopes thermiques champ proche fournissent des images à des échelles avoisinant celle de l'atome, leurs interprétations restent principalement qualitatives puisqu'il est assez difficile de discerner les informations thermiques des informations topographiques. En effet, la seule présence de la sonde de mesure à proximité ou au contact de la surface de l'échantillon perturbe fortement la mesure.

La voie utilisée dans cette étude a plutôt été d'utiliser la physique du champ lointain pour ne pas perturber le milieu. Cependant, la résolution est limitée par la longueur d'onde de mesure. Donc il est apparu intéressant d'utiliser les courtes longueurs (ultraviolet-visible) plutôt que les infrarouges. Non, seulement la résolution est plus petite, mais aussi la sensibilité à la mesure s'est avérée très forte pour une faible variation de température, et cela sur une faible bande spectrale (entre 0,37µm et 0,41µm). Par ailleurs, cette étude a montré que le fait de travailler sur une très petite bande spectrale permettait de faire l'hypothèse d'une émissivité constante sur l'ensemble de cette bande, non sans certaines contraintes.

Étant donné le faible niveau d'énergie à ces longueurs d'onde, c'est le comptage de photons qui a été préféré à la mesure de flux radiatif. On a vu dans cette étude que cette émission photonique est un phénomène aléatoire exploitable à l'aide de lois statistiques connues telles que la loi de POISSON ou bien la loi normale. De plus, il a été montré que le calcul de flux photonique était possible grâce à la mesure de l'espérance ou de la variance du signal, la première grandeur étant plus précise que la seconde.

Les mesures directes du flux photonique pour remonter à la température n'ont été possibles qu'avec un dispositif de mesure étalonné correctement. Pour cela, bon nombre d'expériences indépendantes a été réalisé pour déterminer au mieux les propriétés thermophysiques des matériaux à utiliser (Chromel et Stumatite) pour mettre en oeuvre des corps noir adaptés à l'étalonnage spatiale et en température. Cependant, même si la température des éléments mesurés était connue, la fonction de transfert du dispositif de mesure ne l'était pas. Nous avons alors utilisé la méthode multi-spectrale pour s'en affranchir en même temps que de l'émissivité spectrale locale, puisqu'elle peut varier en fonction de la zone explorée.

À l'aide de trois filtres supposés monochromatiques, il a été possible de remonter à la température grâce aux rapports des signaux entre eux. De plus, la mesure par inter-

comparaison avec les trois filtres a validé la méthode proposée pour la mesure de la température ainsi que l'hypothèse de la constance de l'émissivité. Cependant la sensibilité de la méthode impose de connaître parfaitement la fonction de transfert des filtres, ces derniers ont une transmittivité spectrale qui est fonction de la longueur d'onde. Deux types de simulations ont été étudiés : par une fonction de type loi normale et par une fonction de type créneau. Si la majorité des températures mesurées expérimentalement était de l'ordre de 1 000°C, voire plus, on a montré que l'incertitude était parfois très inférieure à 5%.

Expérimentalement, le comptage en lui-même est assez rapide à effectuer. Mais c'est le réglage du dispositif qui était long et fastidieux : mettre en place le dispositif, refroidir le PMT, régler la zone de mesure peut prendre relativement longtemps. Par contre, les acquisitions sont très rapides. Des deux montages développés, c'est le corps noir qui semble être le plus intéressant ; son système de régulation donne une température très stable et cela très rapidement (quelques minutes) étant donnée la faible inertie de la pièce due à sa petite taille. Ceci fait que les mesures étaient très stables donc idéales pour l'exploitation puisque le nombre de comptage devait être d'au moins 10 000 points pour avoir des valeurs de moyenne et de variance stables.
Par contre le dispositif du fil est un peu plus délicat à utiliser. Il s'est avéré un bon moyen de calibrer correctement le microscope pour avoir une image nette de quelques micromètres, mais sa petite taille le rend très sensible aux moindres fluctuations extérieures ; les mouvements d'air créent de la convection qui fait varier facilement la température du fil et par conséquent le flux photonique. Cependant, on est à présent capable de connaître sa température grâce aux multiples expériences indépendantes.

Les dernières expériences qui sont en cours de développement ont pour but d'améliorer la précision de la mesure. On a remplacé les filtres monochromatiques par un réseau de diffraction holographique par réflexion. Il a été choisi de sorte que sa réflectivité soit constante en fonction de la longueur d'onde. La rotation du réseau permet de faire un balayage en longueur d'onde ; la mesure multi-spectrale étant faite par le même optique, elle devrait aboutir à de meilleurs résultats.

Au final, nous disposons actuellement d'un détecteur capable de mesurer en mode passif des hautes températures avec une bonne précision sur des surfaces d'une dizaine de micromètres de diamètre, voire moins. Ce détecteur qui compte les photons, utilise à la fois les lois

classiques du rayonnement thermique et de la statistique pour pouvoir remonter à des températures sans être trop perturbé par l'émissivité spectrale locale, qui est susceptible de varier en fonction du temps (par exemple oxydation aux hautes températures, encrassement...). En effet, sur cette dernière information mal connue, on fait l'hypothèse qu'elle varie peu ou pas dans le faible intervalle spectral qu'est la gamme ultraviolet-visible de travail de notre dispositif.

Enfin, un analyseur multi-canal va être installé au montage toujours dans le but d'améliorer la précision de la mesure. L'idée est de discriminer les photons et de les classer selon leur énergie au lieu de ne prendre en compte que leur nombre comme cela a été fait dans cette étude. Multiplier le nombre de canaux (très petites bandes spectrales considérées comme monochromatiques) va permettre également de considérer l'émissivité locale de la surface.
D'autres méthodes actives (LIF, méthode de corrélation temporelle) sont également susceptibles d'être mises en place dans le but de descendre le niveau de détectivité en température du fait de l'émission stimulée.

Annexes

Sommaire

Annexes *p.171*

Annexe A – La fonction de LAMBERT *W* **p.173**

Annexe B – Rappel sur les lois de probabilités/statistiques **p.175**

Annexe C – La définition de l'émissivité apparente **p.181**

Annexe D – La méthode des moindres carrés **p.189**

Annexe E – Le microscope optique **p.197**

Annexe A – La fonction de LAMBERT *W*

La fonction de Lambert ***W*** (du physicien Johann Heinrich LAMBERT) est définie comme étant la fonction réciproque de f définie de la façon suivante [19] : pour tout nombre complexe w :

$$f(w) = we^{w} \tag{A.01}$$

Ce qui implique que pour tout nombre complexe z, alors :

$$W(z)e^{W(z)} = z \tag{A.02}$$

Cette fonction est utilisée dans de nombreux cas de mathématiques pures ou appliquées, par exemple dans l'énumération des arbres [14], pour le calcul des hauteurs de vagues [94]. La lettre ***W*** utilisée est celle d'usage dans le logiciel Maple.

La fonction f n'est pas injective (c'est-à-dire que pour tout y d'un ensemble Y, il existe au moins un élément x dans l'ensemble de définition X tel que $f(x) = y$), ainsi ***W*** est-elle multiforme.

La branche réelle de la fonction de LAMBERT est définie pour $z \geq -1/e$ et il n'existe alors qu'une seule représentation $\boldsymbol{W}(z)$ illustrée sur la Figure A.01. Les valeurs particuliers de cette fonction sont : $\boldsymbol{W}(0) = 0$ et $\boldsymbol{W}(-1/e) = -1$.

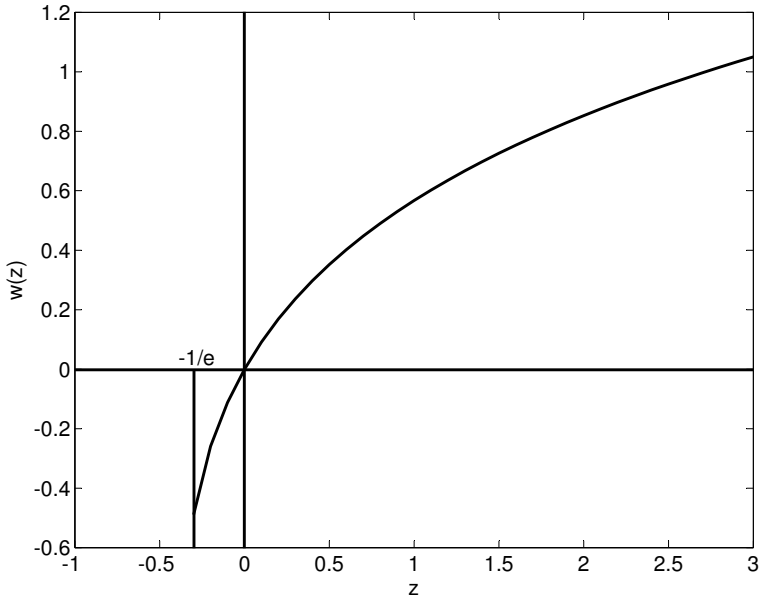


Figure A.01 – ***Illustration de la fonction de LAMBERT W.***

La dérivée ***W'*** de la fonction ***W*** est donnée par la relation :

$$W'(z) = \frac{1}{(1+W(z))exp(W(z))} \tag{A.03}$$

$$W'(z) = \frac{1}{z(1+W(z))} \quad si\ z \neq 0 \tag{A.04}$$

Comme c'est le cas dans cette étude, beaucoup d'équations impliquant des exponentielles peuvent être résolues par l'utilisation de la fonction de LAMBERT. L'idée est de déplacer tous les éléments de l'inconnue d'un côté de l'équation et de la mettre de la forme $\boldsymbol{W}e^{\boldsymbol{W}}$.

Annexe B – Rappels sur les lois de probabilités/statistiques

L'intérêt de ce travail de thèse réside en l'utilisation du comptage de photons. Expérimentalement, le Troisième Chapitre présente le mode de fonctionnement de ce comptage lorsque les photons atteignent la surface sensible du photomultiplicateur. Il apparaît donc que pendant une durée de comptage (la plus courte possible), le détecteur compte au maximum 1 photon, cet état est défini par l'expérience de BERNOULLI [5].

B.1 L'épreuve de BERNOULLI

Le thème du comptage de photons relève donc de l'épreuve de BERNOULLI. C'est une expérience aléatoire comportant deux issues : le succès avec une probabilité ϖ (la plus petite possible) et l'échec avec une probabilité 1 - ϖ. Ces deux états déterminent ce que les statistiques appellent l'univers {succès, échec}. Dans le cas de l'expérience de BERNOULLI, une variable aléatoire X peut prendre la valeur 1 en cas de succès ou bien la valeur 0 en cas d'échec.
Une succession de n épreuves de BERNOULLI indépendantes permet la construction d'une variable aléatoire comptant le nombre de succès qui a pour loi de probabilité la loi binomiale de paramètre (n,ϖ).

B.2 La loi binomiale

B.2.1 Les arrangements

Soit une suite de n trous dans lesquels p électrons donnés peuvent être placés sans répétition ($n \geq p$). Il y a :

- n possibilités de choix pour le 1er trou,
- $(n - 1)$ possibilités de choix pour le 2er trou,
- $(n - 2)$ possibilités de choix pour le 3ème trou,
- ...
- $n - (p - 1) = n - p + 1$ possibilités de choix pour le p-ième trou.

Toutes les dispositions possibles sont formées. Elles sont désignées sous le nom d'arrangements A_n^p de *p* électrons pris parmi *n* trous (B.01).

$$A_n^p = n(n-1)(n-2)(n-3)...(n-p+1) \tag{B.01}$$

B.2.2 Les permutations

Si *n* électrons sont placés dans *n* trous, le nombre de dispositions possibles est donné par (B.02). Chacune des dispositions de ces *n* électrons est appelée permutation de ces *n* électrons et A_n^n est aussi noté P_n.

$$A_n^n = P_n = n(n-1)(n-2)...(2\times1) = n! \tag{B.02}$$

Si dans les *n* électrons donnés, *p* d'entre eux sont indiscernables, toute permutation de ces *p* électrons à l'intérieur d'une permutation de *n* électrons fournit une nouvelle permutation qui ne se distingue pas des précédentes. Le nombre de permutations distinctes des *n* électrons est donc égal au quotient du nombre de permutations des *n* objets considérés comme distincts par le nombre de permutations des *p* électrons semblables.

$$P_{n,(p)} = \frac{P_n}{p!} = \frac{n!}{p!} \tag{B.03}$$

De façon générale, si *p* électrons sont semblables entre eux, *q* autres sont semblable entre eux, *r* autres sont semblables entre eux, le nombre de permutations distinctes des *n* électrons est :

$$P_{n,(p,q,r)} = \frac{P_n}{p!q!r!} = \frac{n!}{p!q!r!} \tag{B.04}$$

B.2.3 Les combinaisons

Étant donnés *n* électrons d'un ensemble *E*, la combinaison de *p* électrons pris parmi *n* est définie comme toute partie de *E* à *p* électrons. Toute combinaison conduit à *p*! arrangements

distincts en rangeant les p électrons de toutes les façons possibles. En prenant toutes les combinaisons et en rangeant ses électrons, tous les arrangements possibles sont obtenus, chacun étant obtenu une seule fois. Le nombre total de combinaisons de p électrons pris parmi n noté C_n^p est donc :

$$C_n^p = \frac{A_n^p\,!}{p!} = \frac{n(n-1)(n-2)...(n-p+1)}{p!} \tag{B.05}$$

Sachant que : $$A_n^p = \frac{n!}{(n-p)!} \tag{B.06}$$

alors : $$C_n^p = \frac{n!}{p!(n-p)!} \tag{B.07}$$

E.2.4 Énoncé de la loi

Lors d'un comptage de photons, la probabilité d'un événement favorable d'avoir k photons sur n comptages vaut $\varpi^k(1 - \varpi)^{n-k}$. De plus, le nombre d'évènements favorables est donné par (B.07).

Ainsi, une variable aléatoire X à valeurs entières (0, 1, 2, ..., n) suit une loi binomiale de paramètre (n,ϖ) si, et seulement si, pour toute valeur entière k, il y a :

$$P(X = k) = C_n^k \varpi^k (1-\varpi)^{n-k} \tag{B.08}$$

La loi binomiale est d'utilisation fréquente : elle se présente chaque fois qu'une même expérience à deux éventualités est répétée n fois et que le succès de l'une des deux éventualités de probabilité ϖ est étudiée. Cependant, dans certaines conditions, la loi binomiale peut être remplacée soit par la loi de Poisson, soit par la loi normale, qui sont les lois asymptotiques de la loi binomiale.

Si la variable aléatoire X suit une loi binomiale, alors l'espérance est donnée par (B.09) et la variance par (B.10).

$$E(X) = n\varpi \tag{B.09}$$

$$V(X) = \sigma(X)^2 = n\varpi(1-\varpi) \tag{B.10}$$

B.3 La loi de POISSON

La loi binomiale est remplacée par la loi de POISSON dans le cas où $n > 30$ et $n\varpi < 5$. C'est la loi des évènements rares (anomalies de production, erreur d'impression, ...). En partant de la loi binomiale et en considérant $n \to \infty$ ($m = n\varpi$), alors :

$$P(X = k) = C_n^k \varpi^k (1-\varpi)^{n-k} \tag{B.11}$$

Le terme de commutation est remplacé par (B.07).

$$P(X = k) = \frac{n!}{k!(n-k)!} \varpi^k (1-\varpi)^{n-k} \tag{B.12}$$

Sachant que $m = n\varpi$, la relation (B.12) est développée pour donnée (B.13). La limite, quand n tend vers l'infini, de chaque membre de droite de l'équation permet d'obtenir l'équation finale de POISSON (B.14 et Figure B.01).

$$P(X = k) = \frac{m^k}{k!} \underbrace{\frac{n(n-1)(n-2)...(n-k+1)}{(n-k)!\,n^k}}_{\lim_{n\to\infty}=1} \underbrace{(1-\varpi)^n}_{\lim_{n\to\infty}=e^{-m}} \underbrace{(1-\varpi)^{-k}}_{\lim_{n\to\infty}=1} \tag{B.13}$$

$$P(X = k) = e^{-m} \frac{m^k}{k!} \tag{B.14}$$

B.4 La loi normale ou de LAPLACE-GAUSS

La loi binomiale est remplacée par la loi normale dans le cas où $n > 30$ et $m = n\varpi > 5$. C'est la loi la plus utilisée et elle est constatée expérimentalement de façon fréquente, en particulier dans tous les cas de dispersion de valeurs au hasard autour d'une valeur centrale.

Une variable aléatoire X continue est définie par sa fonction de répartition $F(x)$ qui permet de calculer la probabilité pour X d'appartenir à un intervalle défini. C'est l'application $F(x)$ dans $[0;1]$ qui associe à tous réels x la probabilité $P(X \leq x) = F(x)$. Cette fonction est monotone croissante, elle vérifie que $F(-\infty) = 0$ et que $F(+\infty) = 1$. La dérivée de la fonction de répartition $F(x)$ donne la densité de probabilité $f(x)$ dont l'intégrale $[-\infty;+\infty]$ donne :

$$\int_{-\infty}^{+\infty} f(x)dx = 1 \qquad \text{(B.15)}$$

La loi normale (Figure B.01) est donc définie comme étant la loi d'une variable aléatoire continue dont la densité de probabilité est donnée par (B.16) où m est la moyenne des variables aléatoires X et σ l'écart-type.

$$f(x) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left[-\frac{1}{2}\left(\frac{x-m}{\sigma} \right)^2 \right] \qquad \text{(B.16)}$$

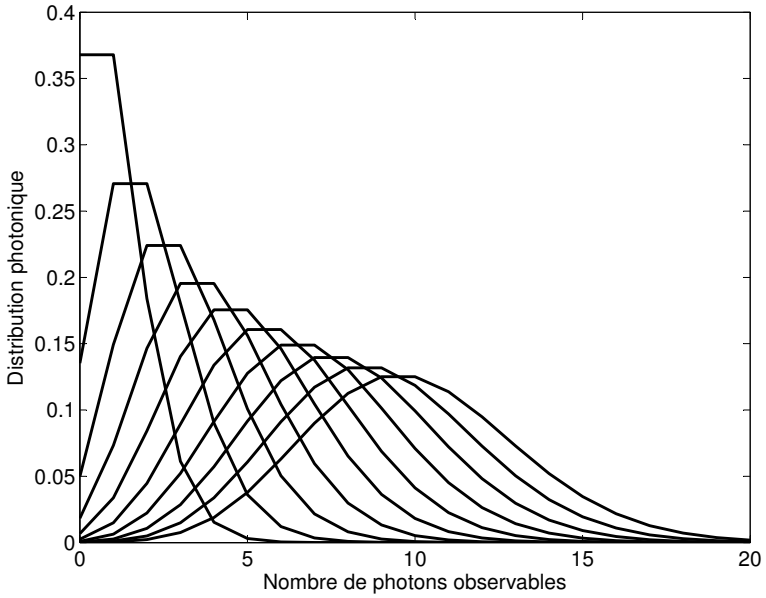


Figure B.01 – ***Mise en évidence des deux lois statistiques : pour un nombre de photons comptabilisés inférieur à 5, la loi tend vers la loi de POISSON. Pour un nombre supérieur, c'est la loi normale qui est utilisée.***

B.5 Valeurs caractéristiques d'une variable aléatoire à *n* valeurs réelles

L'espérance mathématique de X, le nombre E(X) défini par (B.17). Ce nombre s'interprète comme la moyenne m des valeurs x_i pondérées par leur probabilité p_i (E(X) = m).

$$E(X) = \sum_{i=0}^{n} p_i x_i \tag{B.17}$$

La variance mathématique de X est l'espérance mathématique du carré de la variable centrée $X - m$ (B.18). Elle est notée V(X). l'écart-type est la racine carrée de la variance (B.19).

$$V(X) = E(X-m)^2 = \sum_{i=1}^{n} p_i x_i^2 - m^2 \tag{B.18}$$

$$\sigma(X) = \sqrt{V(X)} \tag{B.19}$$

Annexe C – La définition de l'émissivité apparente

Cette annexe propose d'étudier l'émissivité apparente d'une cavité cylindrique circulaire de rayon *r* et de longueur supposée infinie percée normalement à la surface d'un corps opaque, gris, diffusant, d'émissivité ε, et isotherme (température *T*) débouchant sur le milieu extérieur à température T_∞ (Figure C.01).

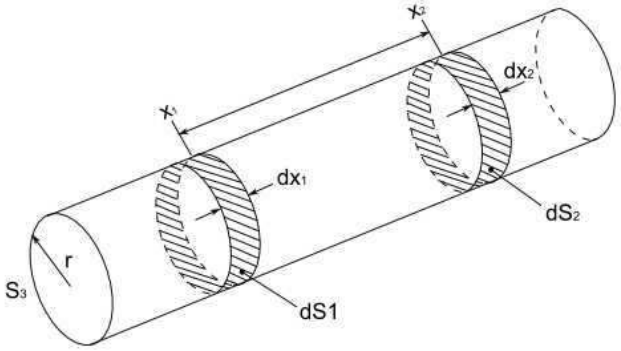


Figure C.01 – ***Facteurs de forme : deux anneaux à l'intérieur d'un cylindre circulaire droit.***

On rappelle tout d'abord que le facteur de forme $dF_{d_1-d_2}$ entre deux éléments annulaires différentiels dS_1 et dS_2 d'un cylindre droit circulaire est donnée par la relation (C.01) [93].

$$dF_{d_1-d_2} = \left[1 - \frac{2Z^3 + 3Z}{2\left(Z^2+1\right)^{3/2}}\right] dx_2 \approx exp\left(-2|Z|\right) dx_2 \qquad \text{(C.01)}$$

avec :

$$Z = \frac{|x_1 - x_2|}{2r} \qquad \text{(C.02)}$$

Pour une surface S_i de température T_i, d'émissivité ε_i, la radiosité R_i de cette surface, qui est la somme de l'émittance et de la densité de flux reçu, l'éclairement, puis réfléchi (c'est donc tout ce qui quitte la surface), est :

$$R_i = \left(1 - \varepsilon_i\right) H_i + \varepsilon_i \sigma T_i^4 \qquad \text{(C.03)}$$

La surface S_i ne voit que le milieu extérieur, supposé à température T_∞. La densité de flux du milieu extérieur est :

$$H_i = \sigma T_\infty^4 \tag{C.04}$$

d'où :

$$\varepsilon_i = \frac{R_i - \sigma T_\infty^4}{\sigma\left(T_i^4 - T_\infty^4\right)} \tag{C.05}$$

Par analogie, l'émissivité apparente est définie par la relation :

$$\varepsilon_a = \frac{R - \sigma T_\infty^4}{\sigma\left(T^4 - T_\infty^4\right)} \tag{C.06}$$

Si la température du milieu extérieur T_∞ est supposée très inférieure à T, ainsi $\varepsilon_a = R/\sigma T_i^4$. Dans la cavité (Figure C.01), la densité de flux incidente $H_1(x)$ sur dS_1 est donnée par (C.07) : c'est l'intégrale sur la surface de la portion de densité de flux qui quitte la surface dS_2 en direction de dS_1.

$$H_1 dS_1 = \int_{S_{lat}} R_2 dF_{d_2 - d_1} dS_2 \tag{C.07}$$

Sachant que la relation de réciprocité donne :

$$dS_2 dF_{d_2 - d_1} = dS_1 dF_{d_1 - d_2} \tag{C.08}$$

alors :

$$H_1 = \int_{S_{lat}} R_2 dF_{d_1 - d_2} \tag{C.09}$$

Par analogie avec la relation (C.03) appliquée à la surface dS_1, alors :

$$R_1 = \varepsilon\sigma T^4 + (1-\varepsilon)H_1 \tag{C.10}$$

à partir de quoi, il est possible d'éliminer H_1 :

$$R_1 = (1-\varepsilon)\int_{S_{lat}} R_2 dF_{d_1-d_2} + \varepsilon\sigma T^4 \tag{C.11}$$

L'idée est d'obtenir une expression ne comprenant principalement que les termes relatifs au facteur d'émission. Donc, en divisant par σT^4 et en posant $R_1/\sigma T^4 = \varepsilon_{a_1}$ et $R_2/\sigma T^4 = \varepsilon_{a_2}$, respectivement les émissivités apparentes des surfaces dS_1 et dS_2 (C.06), alors :

$$\varepsilon_{a_1} = (1-\varepsilon)\int_{S_{lat}} \varepsilon_{a_2} dF_{d_1-d_2} + \varepsilon \tag{C.12}$$

Pour calculer la valeur de l'intégrale de (C.12), des changements de variables sont effectués : $X = \frac{x_1}{2r}$, $Y = \frac{x_2}{2r}$, $\varepsilon_{a_1} = \varepsilon_a(X)$, et $\varepsilon_{a_2} = \varepsilon_a(Y)$. Ainsi, à partir de la relation (C.01) :

$$dF_{d_1-d_2} = exp\left[-2|X-Y|\right]dY \tag{C.13}$$

$$\varepsilon_a(X) = (1-\varepsilon)\int_{Y=0}^{Y=\infty} \varepsilon_a(X) exp\left[-2|X-Y|\right]dY + \varepsilon \tag{C.14}$$

Pour la suite des calculs, l'intégrale de l'équation (C.14) est décomposée de la manière suivante :

$$\frac{\varepsilon_a(X)-\varepsilon}{1-\varepsilon} = exp(-2X)\int_{Y=0}^{Y=X} \varepsilon_a(Y) exp(2Y)dY \ldots$$
$$+ exp(2X)\int_{Y=X}^{Y=\infty} \varepsilon_a(Y) exp(-2Y)dY \tag{C.15}$$

L'idée est d'obtenir une équation différentielle à partir de l'équation (C.15). La première dérivée donne :

$$\frac{1}{1-\varepsilon}\frac{d\varepsilon_a(X)}{dX} = exp(-2X)\left[-2\int_{Y=0}^{Y=X}\varepsilon_a(Y)exp(2Y)dY + \varepsilon_a(X)\exp(2X)\right]... + \exp(2X)\left[2\int_{Y=X}^{Y=\infty}\varepsilon_a(Y)exp(-2Y)dY - \varepsilon_a(X)\exp(-2X)\right] \quad \text{(C.16)}$$

Les seconds membres des termes entre crochets de (C.16) s'annulent, ainsi :

$$\frac{1}{1-\varepsilon}\frac{d\varepsilon_a(X)}{dX} = \exp(-2X)\left[-2\int_{Y=0}^{Y=X}\varepsilon_a(Y)exp(2Y)dY\right]... + \exp(2X)\left[2\int_{Y=X}^{Y=\infty}\varepsilon_a(Y)exp(-2Y)dY\right] \quad \text{(C.17)}$$

La dérivée de (C.17) donne :

$$\frac{1}{1-\varepsilon}\frac{d^2\varepsilon_a(X)}{dX^2} = exp(-2X)\left[4\int_{Y=0}^{Y=X}\varepsilon_a(Y)exp(2Y) - 2\varepsilon_a(X)exp(2X)\right]... + exp(2X)\left[4\int_{Y=X}^{Y=\infty}\varepsilon_a(Y)exp(-2Y) - 2\varepsilon_a(X)exp(-2X)\right] \quad \text{(C.18)}$$

De l'équation (C.18), il est possible d'en extraire une forme différentielle :

$$\frac{1}{1-\varepsilon}\frac{d^2\varepsilon_a(X)}{dX^2} = 4\frac{\varepsilon_a(X)-\varepsilon}{1-\varepsilon} - 4\varepsilon_a(X) \quad \text{(C.19)}$$

$$\frac{d^2\varepsilon_a(X)}{dX^2} = 4(\varepsilon_a(X)-\varepsilon) - 4\varepsilon_a(X)(1-\varepsilon) \quad \text{(C.20)}$$

$$\frac{d^2\varepsilon_a(X)}{dX^2} - 4\varepsilon\varepsilon_a(X) = -4\varepsilon \quad \text{(C.21)}$$

La solution de l'équation différentielle (C.21) est de la forme :

$$\varepsilon_a(X) = 1 - A\exp\left(-2\sqrt{\varepsilon}X\right) - B\exp\left(+2\sqrt{\varepsilon}X\right) \tag{C.22}$$

où A et B sont deux constantes à déterminer. Pour que l'équation (C.22) garde son sens physique, la constante B est nulle puisque quand X tend vers l'infini (borne supérieure de l'intégrale), l'exponentielle également, alors que $0 < \varepsilon_a < 1$.

$$\varepsilon_a(X) = 1 - A\exp\left(-2\sqrt{\varepsilon}X\right) \tag{C.23}$$

La constante A est déterminée en reportant (C.23) dans l'équation (C.14). Au point $X = 0$ en particulier, il vient :

$$\frac{1-A-\varepsilon}{1-\varepsilon} = \int_{Y=0}^{Y=\infty}\left[1 - A\exp\left(-2\sqrt{\varepsilon}Y\right)\right]\exp(-2Y)dY \tag{C.24}$$

$$1 - \frac{A}{1-\varepsilon} = \left[\frac{\exp(-2Y)}{-2} + \frac{A\exp\left[-2\left(1+\sqrt{\varepsilon}\right)Y\right]}{2\left(1+\sqrt{\varepsilon}\right)}\right]_0^{\infty} \tag{C.25}$$

$$1 - \frac{A}{1-\varepsilon} = \frac{1}{2}\left[1 - \frac{A}{\left(1+\sqrt{\varepsilon}\right)}\right] \tag{C.26}$$

$$\frac{1}{2} = A\left[\frac{1}{1-\varepsilon} - \frac{1}{2\left(1+\sqrt{\varepsilon}\right)}\right] = \frac{A}{2}\frac{1+2\sqrt{\varepsilon}+\varepsilon}{(1-\varepsilon)\left(1+\sqrt{\varepsilon}\right)} = \frac{A}{2}\frac{1}{1-\sqrt{\varepsilon}} \tag{C.27}$$

$$A = 1 - \sqrt{\varepsilon} \tag{C.28}$$

Ainsi :

$$\varepsilon_a(X) = 1 - \left(1-\sqrt{\varepsilon}\right)\exp\left(-2\sqrt{\varepsilon}X\right) \tag{C.29}$$

Il ne reste alors comme expression de l'émissivité apparente qu'une relation fonction uniquement de l'émissivité ε de la surface dS_1.

Le facteur de forme qui évalue la fraction du flux allant de dS_1 à la surface S_3 (Figure C.01) se calcule à partir de la loi d'additivité suivante :

$$F_{d_1-3} + \int_{S_{lat}} dF_{d_1-d_2} = 1 \tag{C.30}$$

$$F_{d_1-3} = 1 - \int_{Y=0}^{Y=\infty} exp[-2(X-Y)]dY \tag{C.31}$$

$$F_{d_1-3} = 1 - \int_{Y=0}^{Y=\infty} exp(-2|X-Y|)dY \tag{C.32}$$

$$F_{d_1-3} = 1 - \int_{Y=0}^{Y=X} exp(-2|X-Y|)dY - \int_{Y=X}^{Y=\infty} exp(-2|Y-X|)dY \tag{C.33}$$

$$F_{d_1-3} = 1 - exp(-2X)\left[\frac{\exp(2Y)}{2}\right]_0^X - exp(2X)\left[\frac{\exp(-2Y)}{-2}\right]_X^\infty \tag{C.34}$$

$$F_{d_1-3} = 1 - \frac{1}{2} + \frac{exp(-2X)}{2} - \frac{1}{2} \tag{C.35}$$

$$F_{d_1-3} = \frac{1}{2} exp(-2X) \tag{C.36}$$

L'émissivité apparente de l'ouverture est donnée par :

$$\varepsilon_a = \frac{R}{\sigma T^4} \tag{C.37}$$

$$\varepsilon_a = \frac{R}{\sigma T^4} = \frac{1}{\pi r^2} \int_{S_{lat}} \varepsilon_a F_{d_1-3} dS_1 \tag{C.38}$$

avec $dS_1 = 2\pi r dx = 4\pi r^2 dX$.

$$\varepsilon_a = 4\int_0^{\infty}\left[1-\left(1-\sqrt{\varepsilon}\right)\exp\left(-2\sqrt{\varepsilon}X\right)\right]\frac{\exp(-2X)}{2}dX \tag{C.39}$$

$$\varepsilon_a = 2\left[\frac{\exp(-2X)}{-2}-\frac{\left(1-\sqrt{\varepsilon}\right)\exp\left[-2\left(1+\sqrt{\varepsilon}\right)X\right]}{-2\left(1+\sqrt{\varepsilon}\right)}\right]_0^{\infty} \tag{C.40}$$

$$\varepsilon_a = 1-\frac{1-\sqrt{\varepsilon}}{1+\sqrt{\varepsilon}} \tag{C.41}$$

Finalement, l'émissivité apparente de la surface S_3 s'écrit sous la forme (C.42). La Figure C.02 présente pour différentes valeurs d'émissivité l'évolution de ε_a.

$$\varepsilon_a = \frac{2\sqrt{\varepsilon}}{1+\sqrt{\varepsilon}} \tag{C.42}$$

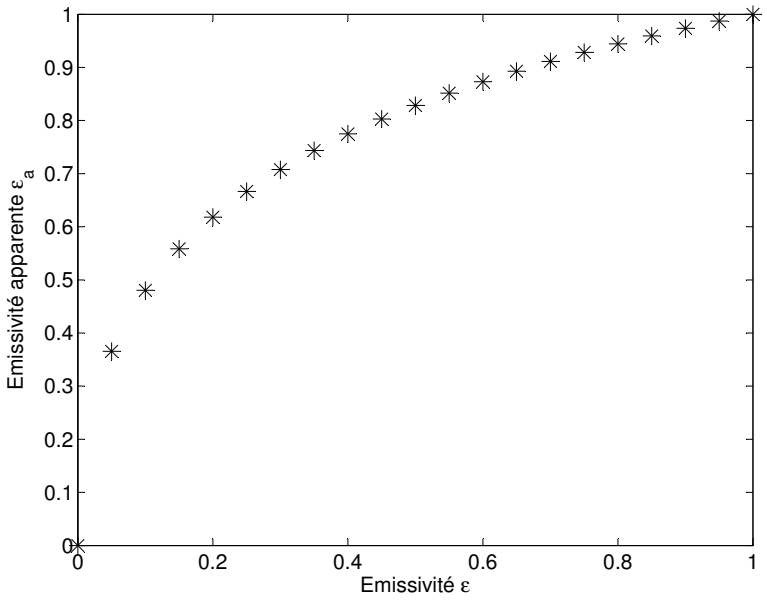


Figure C.02 - ***Évolution de l'émissivité apparente en fonction de l'émissivité de la surface interne d'un cylindre.***

Annexe D – La méthode des moindres carrés

Avant-propos : *cette annexe est issue de la thèse de Benjamin RÉMY [83], lequel m'a donné l'autorisation de reproduire en grande partie son texte.*

La méthode choisie pour réaliser les ajustements est la méthode de GAUSS-NEWTON [5]. Il s'agit d'une méthode non-linéaire de type "moindres carrés" qui consiste à minimiser une norme. Ici, la norme est choisie comme étant la somme des écarts quadratiques entre la courbe expérimentale et la courbe théorique donnée par le modèle. La méthode est souvent appelée méthode des "moindres carrés" pour cette raison. Soit S cette somme :

$$S = \sum_i \left(Y_i - F(t_i, \boldsymbol{\beta})\right)^2 \qquad \text{(D.01)}$$

Y représente la courbe expérimentale, *F* la courbe théorique fonction du temps et des paramètres inconnus. L'indice i fait référence à l'instant ti. Minimiser S par rapport aux paramètres βj revient à annuler ses dérivées. Soit :

$$\frac{\partial S}{\partial \beta_j} = 0 \;\Rightarrow\; \sum_i \frac{\partial F(t, \boldsymbol{\beta})}{\partial \beta_j} \left(Y_i - F(t_i, \boldsymbol{\beta})\right) = 0 \qquad (\forall\, j) \qquad \text{(D.02)}$$

À partir de D.02, il est défini le coefficient de sensibilité *Xj* comme étant la dérivée du signal par rapport au paramètre βj. Soit :

$$X_j(t_i, \boldsymbol{\beta}) = \frac{\partial F(t_i, \boldsymbol{\beta})}{\partial \beta_j} \qquad \text{(D.03)}$$

Il mesure les variations induites sur le signal par de faibles variations du paramètre βj. Ainsi, plus le coefficient de sensibilité d'un paramètre sera grand, plus le modèle sera sensible à ce paramètre et plus il sera facile d'estimer sa valeur par des algorithmes d'inversion. À noter que le coefficient de sensibilité est fonction non seulement des paramètres du modèle mais aussi du temps. Par conséquent, l'importance du rôle joué par un paramètre n'est pas identique à chaque instant.

Le système d'équations non linéaires à résoudre dépend directement des coefficients de sensibilité par la relation :

$$\sum_i X_j(t_i,\boldsymbol{\beta})\,(Y_i - F(t_i,\boldsymbol{\beta})) = 0 \qquad \text{(D.04)}$$

Ces sensibilités jouent donc un rôle fondamental dans les techniques d'inversion puisqu'elles conditionnent non seulement les valeurs estimées des paramètres mais aussi les erreurs commises sur ces paramètres.

Il est commode pour des raisons d'écriture et de calcul d'utiliser le formalisme matriciel. Ainsi :

$$\boldsymbol{\beta} = \begin{bmatrix} \beta_1 \\ \beta_2 \\ \vdots \\ \beta_p \end{bmatrix} \quad , \quad \mathbf{Y} = \begin{bmatrix} Y_1 \\ Y_2 \\ \vdots \\ Y_n \end{bmatrix} \quad \text{et} \quad \mathbf{F} = \begin{bmatrix} F(t_1,\boldsymbol{\beta}) \\ F(t_2,\boldsymbol{\beta}) \\ \vdots \\ F(t_n,\boldsymbol{\beta}) \end{bmatrix}$$

Le vecteur $\boldsymbol{\beta}$ représente le vecteur paramètre. Pour distinguer les paramètres identifiés des paramètres réels du modèle qui, compte tenu du processus d'identification, ne sont pas identiques car entachés d'erreurs systématiques ou aléatoires, on marquera le vecteur paramètre $\boldsymbol{\beta}$ du signe « ^ » chaque fois que l'on fera référence aux paramètres estimés.
Les vecteurs **Y** et **F** représentent respectivement les réponses expérimentale et théorique du système. Chaque composante Yi et Fi représentent les valeurs mesurée et calculée à l'instant ti. La matrice de sensibilité X est également défini où chaque composante $X_{ij} = X_j(t_i\,;\,\boldsymbol{\beta})$ représente la sensibilité au paramètre β_j à l'instant t_i. Il est alors possible d'écrire la somme S :

$$S = (\mathrm{Y} - \mathrm{F})^t\,(\mathrm{Y} - \mathrm{F}) \qquad \text{(D.05)}$$

et :

$$\frac{\partial S}{\partial \beta_j} = 0 \quad (\forall j) \qquad \Rightarrow \qquad \mathrm{X}^{\mathrm{t}} \left(\mathrm{Y} - \mathrm{F}\right) = 0 \tag{D.06}$$

Dans le cas linéaire où $\mathrm{F} = \mathrm{X}\hat{\boldsymbol{\beta}}$, la matrice de sensibilité ne dépend pas des paramètres. Il est alors facile d'inverser la relation et d'obtenir $\hat{\boldsymbol{\beta}}$. Alors :

$$\hat{\boldsymbol{\beta}} = \left(\mathrm{X}^{\mathrm{t}}\mathrm{X}\right)^{-1}\mathrm{X}^{\mathrm{t}}\mathrm{Y} \tag{D.07}$$

En l'absence de bruit de mesure et en supposant le modèle est sans biais, c'est-à-dire qu'il décrit de manière idéale l'évolution du système, alors :

$$\mathrm{Y} = \mathrm{X}\boldsymbol{\beta} \qquad \text{et} \qquad \hat{\boldsymbol{\beta}} = \boldsymbol{\beta} \tag{D.08}$$

Dans le cas non linéaire, il n'est plus possible d'exprimer aussi simplement **F** en fonction de $\boldsymbol{\beta}$. La solution s'obtient alors par un processus itératif en développant en série de TAYLOR la fonction au voisinage de la solution :

$$F\left(t_i, \hat{\boldsymbol{\beta}}^{\mathrm{n}+1}\right) = F\left(t_i, \hat{\boldsymbol{\beta}}^{\mathrm{n}}\right) + \sum_j \left(\hat{\beta}_j^{n+1} - \hat{\beta}_j^{n}\right) \left.\frac{\partial F\left(t_i, \boldsymbol{\beta}\right)}{\partial \beta_j}\right|_{\boldsymbol{\beta}=\hat{\boldsymbol{\beta}}^{\mathrm{n}}} + \ldots \tag{D.09}$$

qui s'écrit sous forme matricielle :

$$\mathrm{F}^{(\mathrm{n}+1)} = \mathrm{F}^{(\mathrm{n})} + \mathrm{X}^{(\mathrm{n})} \left(\hat{\boldsymbol{\beta}}^{(\mathrm{n}+1)} - \hat{\boldsymbol{\beta}}^{(\mathrm{n})}\right) \tag{D.10}$$

L'exposant (n) sur X indique que la matrice de sensibilité est calculée avec les valeurs de $\boldsymbol{\beta}$ évaluées au rang **(n)** soit : $\hat{\boldsymbol{\beta}}^{(\mathrm{n})}$. On écrit alors que pour des valeurs de $\boldsymbol{\beta}$ proches de la solution, le système d'équations est vérifié, c'est-à-dire que :

$$\mathrm{X}^{(\mathrm{n})^{\mathrm{t}}} \left(\mathrm{Y} - \mathrm{F}^{(\mathrm{n}+1)}\right) = 0 \tag{D.11}$$

Si on remplace $F^{(n+1)}$ par son développement, on obtient alors une relation de récurrence entre les valeurs des paramètres estimés au rang **(n)** et au rang **(n+1)** :

$$\hat{\boldsymbol{\beta}}^{(n+1)} = \hat{\boldsymbol{\beta}}^{(n)} + \left(X^{(n)^t} X^{(n)}\right)^{-1} X^{(n)^t} \left(Y - F^{(n)}\right) \qquad \text{(D.12)}$$

Sous réserve de convergence, la solution est donnée par la valeur limite de cette suite. Nous voyons ainsi apparaître l'intérêt de la méthode des moindres carrés qui permet d'obtenir une expression explicite de la solution linéarisée.

D.1 Propriétés statistiques de l'estimateur

À partir de la relation précédente, il est ensuite possible d'établir les propriétés de l'estimateur, notamment ses propriétés statistiques et d'évaluer les erreurs commises sur les valeurs des paramètres identifiés. Le modèle théorique est fonction des valeurs estimées des paramètres $\hat{\boldsymbol{\beta}}$, obtenues à partir de la relation de récurrence, soit :

$$F^{(n)} = F\left(t, \hat{\boldsymbol{\beta}}\right) \qquad \text{(D.13)}$$

La courbe expérimentale est quant à elle fonction des valeurs réelles de ces paramètres. Elle est également bruitée. Ce bruit est alors source d'erreur sur les paramètres identifiés. En l'absence d'informations particulières sur le bruit de mesure, on adopte les hypothèses habituelles d'un bruit additif à la grandeur mesurée, ici la température. On supposera ce bruit de mesure $\boldsymbol{\varepsilon}$ comme étant aléatoire, non corrélé et suivant une loi de distribution normale de moyenne nulle $E(\boldsymbol{\varepsilon}) = 0$ et de variance constante $V(\boldsymbol{\varepsilon}) = \sigma_b^{\,2}$ (σ_b : écart-type du bruit de mesure). Ainsi, si on suppose que le modèle théorique est sans biais, on a :

$$Y(t, \boldsymbol{\beta}) = F(t, \boldsymbol{\beta}) + \boldsymbol{\varepsilon}(t) \qquad \text{(D.14)}$$

On cherche ensuite à estimer les erreurs commises sur les paramètres identifiés. Pour cela, on va supposer que les valeurs des paramètres données par le processus itératif sont proches de la solution et qu'elles vérifient les relations :

$$X\big|_{\beta=\hat{\beta}}^{t}\left(Y(t,\beta)-F(t,\hat{\beta})\right)=0 \qquad (D.15)$$

On développe ensuite la fonction F au premier ordre au voisinage de la solution, soit :

$$F(t,\hat{\beta})=F(t,\beta)+X\big|_{\beta}\left(\hat{\beta}-\beta\right) \qquad (D.16)$$

À partir de cette relation, on peut remarquer qu'au premier ordre, on a toujours : $X\big|_{\hat{\beta}}=X\big|_{\beta}$.

Si cette expression injectée dans l'équation précédente, la relation entre les paramètres réels et estimés obtenue est :

$$\hat{\beta}=\beta+\left(X^{t}X\right)^{-1}X^{t}\varepsilon(t) \qquad (D.17)$$

La matrice de sensibilité peut s'exprimer soit à partir des paramètres estimés, soit à partir des paramètres réels.

Cette relation, qui n'est qu'une approximation au premier ordre pour un problème non linéaire, devient une égalité pour un problème linéaire car la matrice de sensibilité n'est plus fonction des paramètres.

D.2 Espérance mathématique de l'estimateur

À partir de la relation que l'on vient d'établir, il est facile de montrer que :

$$E(\hat{\beta})=\beta+E\left[\left(X^{t}X\right)^{-1}X^{t}\,\varepsilon(t)\right]=\beta+\left(X^{t}X\right)^{-1}X^{t}\,E[\,\varepsilon(t)] \qquad (D.18)$$

$$E(\hat{\beta})=\beta \qquad (D.19)$$

On montre ainsi que le processus itératif mis en place converge bien vers les valeurs réelles des paramètres.

D.3 Variance-Covariance de l'estimateur

Par définition de la matrice de variance-covariance, on a :

$$V(\hat{\boldsymbol{\beta}}) = E\left[(\hat{\boldsymbol{\beta}} - E(\hat{\boldsymbol{\beta}}))(\hat{\boldsymbol{\beta}} - E(\hat{\boldsymbol{\beta}}))^t\right] = E\left[(\hat{\boldsymbol{\beta}} - \boldsymbol{\beta})(\hat{\boldsymbol{\beta}} - \boldsymbol{\beta})^t\right] \quad (D.20)$$

En remplaçant $\hat{\boldsymbol{\beta}}$ par son expression, on a alors :

$$V(\hat{\boldsymbol{\beta}}) = E\left[(X^tX)^{-1}X^t\,\boldsymbol{\varepsilon}\boldsymbol{\varepsilon}^tX(X^tX)^{-1}\right] = (X^tX)^{-1}X^tE(\boldsymbol{\varepsilon}\boldsymbol{\varepsilon}^t)X(X^tX)^{-1} \quad (D.21)$$

Comme on a supposé $\boldsymbol{\varepsilon}$ non corrélé, la matrice $E(\boldsymbol{\varepsilon}\boldsymbol{\varepsilon}^t)$ est diagonale. De plus, l'écart-type du bruit de mesure étant supposé constant, la matrice est sphérique et $E(\boldsymbol{\varepsilon}\boldsymbol{\varepsilon}^t) = \sigma_b{}^2$, d'où :

$$V(\hat{\boldsymbol{\beta}}) = \sigma_b{}^2\,(X^tX)^{-1} \quad (D.22)$$

Les termes diagonaux de cette matrice représentent les variances de chaque paramètre, c'est à dire les carrés des écarts-types de leurs estimateurs.

On peut alors faire les remarques suivantes :

- En l'absence de bruit, les variances et covariances des paramètres sont nulles.
- En présence de bruit de mesure, lorsque les sensibilités du signal aux paramètres sont nulles ou lorsqu'elles sont corrélées, le déterminant de X^tX devient faible et les écarts-types sur les paramètres sont très grands.
- En augmentant le nombre de points de mesure et en prenant des points proches du maximum de sensibilité à chaque paramètre, on diminue les écarts-types des paramètres.
- En effectuant la moyenne des valeurs estimées à partir de plusieurs manipulations, on diminue l'écart-type sur la valeur moyenne.

L'espérance mathématique montre que les valeurs des paramètres identifiés tendent bien vers les valeurs des paramètres réels, donc que l'estimateur est sans biais. Ce qui permet de justifier l'utilisation de la méthode des « moindres carrés » pour la détermination de ces

paramètres. Cette méthode est d'autant plus intéressante qu'elle permet de déterminer explicitement les erreurs commises sur ces valeurs par une approche statistique (matrice de variance-covariance). En particulier, l'expression de cette matrice montre que ces erreurs seront d'autant plus faibles que le bruit de mesure sera petit.

L'optimisation de l'estimation des paramètres consiste à réduire les écarts-types, donc les variances des paramètres. Pour ce faire, on va chercher à réaliser une expérience susceptible de favoriser au mieux cette estimation. Ceci peut se faire soit en cherchant à rendre minimal l'écart-type du bruit de mesure sur la température, soit en mettant au point une stratégie d'identification visant à identifier le ou les paramètres les plus intéressants ou encore à estimer au mieux le paramètre le plus sensible du modèle.

Annexe E – Le microscope optique

Dispositif de première importance tout au long de cette étude, il est donné ici une description générale du fonctionnement du microscope. Étymologiquement, il sert à examiner (σκοπειν) des objets trop petits (μικρος) pour être vus à l'œil nu. Il a la même fonction que la loupe, c'est-à-dire qu'il augmente le diamètre apparent sous lequel l'observateur voit l'objet [44,69].

Grossièrement, il est constitué de deux lentilles convergentes. La Figure E.01 présente le principe géométrique du microscope. L'objet *AB* est placé un peu devant le foyer F_1 de la première lentille appelée objectif. La seconde lentille appelée oculaire sert à observer l'image réelle $A'B'$ formée par l'objectif. L'oculaire peut augmenter le grossissement du microscope si l'image formée *A'B'* par l'objectif est derrière le foyer de l'oculaire F_2. L'oculaire finalement donne une image virtuelle *A''B''* agrandie.

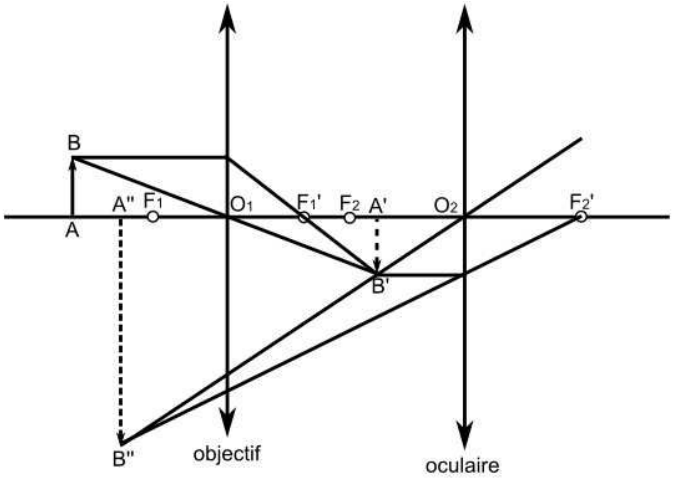


Figure E.01 – ***Schéma détaillé d'un microscope optique composé d'un objectif et d'un oculaire. Le microscope vise un objet réel AB. Il donne dans un premier temps une image réelle A'B', puis l'oculaire donne finalement une image virtuelle A''B''.***

L'image dans l'oculaire est plus facile à observer lorsqu'elle est située à l'infini. Une image observée à l'infini ne demande aucun effort d'accommodation de la part de l'œil de l'observateur. Ceci est obtenu lorsque l'image formée par l'objectif (*A'B'*) se trouve au foyer de l'oculaire (Figure E.02).

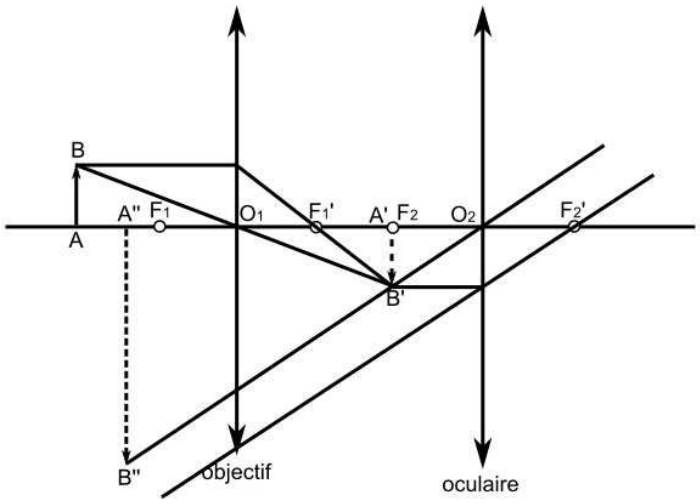


Figure E.02 – ***Schéma du microscope donnant une image A''B'' à l'infini.***

Même si les Figures E.01 et E.02 représentent l'objectif comme deux simples lentilles, c'est en fait un système optique complexe et surtout son rôle à jouer dans le microscope est essentiel. Il se doit en effet de corriger les aberrations sphériques longitudinales et transversales en travaillant avec des rayons incidents très inclinés par rapport à l'axe (Figure E.03). Ainsi, pour s'en affranchir, l'objectif est réalisé à l'aide de plusieurs lentilles de faible puissance, mises les uns à la suite des autres, ce qui permet de réduire l'angles d'incidence des rayons lumineux sur les dioptres.

De son côté, l'oculaire reste un système relativement moins complexe et contrairement à l'objectif, il ne peut pas redresser une image déformée ou annuler des aberrations ; son rôle est d'agrandir l'image sans apporter de nouvelles aberrations.

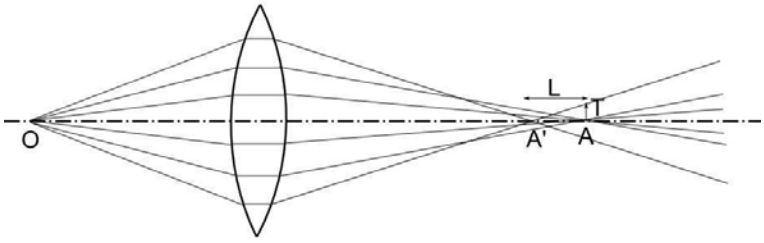


Figure E.03 – ***Les rayons partant de O et traversant la lentille proche de l'axe optique se croise en A. Au contraire, les rayons qui traversent la lentille loin de l'axe optique se croisent au point A'. Il y a alors deux types d'aberrations sphériques : les aberrations longitudinales (AA' = L) et les aberrations transversales (T).***

Sources bibliographiques

[1] AIGOUY L., De WILDE Y., FRÉTIGNY C., *Les nouvelles microscopies – À la découverte du nanomonde*, Éditions Belin, Paris, 2006.

[2] ALARURI S., McFARLAND D., BREWINGTON A., THOMAS M., SALLEE N., *Development of a fiber-optic probe for thermographic phosphor measurements in turbine engines*, Optics and Laser in Engineering 22 (1995) 17-31.

[3] ALARURI S., BONSETT T., BREWINGTON A., McPHEETERS E., WILSON M., *Mapping the surface of ceramic and superalloy turbine engine components using laser-induced fluorescence phosphor*, Optics and Laser in Engineering 31 (1999) 345-351.

[4] ALTES A., MUTAMBA K, HEIDERHOFF R., HARTNAGEL H.L., BALK L.J., *Scanning near field thermal microscopy on a micromachined thin membrane*, Superlattices and Microstructures 35 (2004) 456-476.

[5] ASTIER J.D., BOUCHON B., FAURE P., *Mathématiques Tome 2 BTS Industriels*, Éditions Nathan, Paris, 1988.

[6] BECK J.V., ARNOLD K.J., Parameter *estimation in engineering and science*, John Wiley & Sons, New-York (1977).

[7] BICHET O., WRIGHT C.D., SAMSON Y., GIDON S., *Local characterization and transformation of phase-change media by scanning thermal probes*, J. Appl. Phys. 95-3 (2004) 2360-2364.

[8] BINNIG G., ROHRER H., *Scanning Tunneling Microscopy*, Helvetica Physica Acta 55 (1982) 726-735.

[9] BINNIG G., QUATE C.F., GERBER C., Atomic force microscopy, Phys. Rev. Lett. 56-9 (1986) 930-933.

[10] BROUSSAUD, *Optoélectronique*, Éditions Masson, Paris, 1974.

[11] CAMPBELL N.R., *Photo-electric colour matching*, J. Sci. Instrum. 2 (1925) 177-187.

[12] CASHDOLLAR K.L., *Optical gyroscope*, Applied Optics 18-15 (1979) 2595-2597.

[13] CAVALLIER B., BALLANDRAS S., CRETIN B., VAIRAC P., *Thermal and thermoelasctic dynamic analysis with finite element analysis, application to photothermal ad thermoelactic microscopies*, Sensors and Actuators A 123-124 (2005) 444-452.

[14] CAYLEY A., *A theorem on trees*, Quarterly Journal of Mathematics, Oxford Series 23 (1889) 376-378.

[15] CHIRTOC M., FILIP X., HENRY J.F., ANTONIOW J.S., CHIRTOC I., DIETZEL D., MECKENSTOCK R., PELZL J., *Thermal probe self-calibration in ac scanning thermal microscopy*, Superlattices and Microsctructures 35 (2004) 305-314.

[16] CHRZANOWSKI K., BIELECKI Z., SZULIM M., *Comparison of temperature resolution of single-band, dual-band, and multi-band infrared systems*, Applied Optics 38-13 (1999) 2820-2823.

[17] CHURCHILL S. W., CHU H.S., *Correlating equations for laminar and turbulent free convection from a horizontal cylinder*, International Journal of Heat and Mass Transfer 18-9 (1975) 1049-1053.

[18] CRETIN B., VAIRAC P., *Des premiers microscopes à sonde locale au S.Th.M.(I) : introduction aux microscopes à sonde locale*, Première école d'Hiver Micro et Nanothermique, Aussois, 7-12 mars 2004.

[19] Corless R.M., GONNET G.H., HARE D.E.G., JEFFREY D.J., KNUTH D.E., *On the Lambert W Function*, Advances in Computational Mathematics 5 (1996) 329-359.

[20] DEPASSE F., GROSSEL PH., TRANNOY N., *Probe temperature and output voltage calculation for the SThM in A.C. mode*, Supperlattices and Microstructures 35 (2004) 269-283.

[21] DEWITT D.P., RONDEAU R.E., *Measurement of surface temperatures and spectral emissivities during laser irradiation*, Journal of Thermophysics 3-2 (1989) 1153-1159.

[22] DINWIDDIE R.B., PYLKKI R.J., WEST P.E., *Thermal conductivity contrast imaging with a scanning thermal microscope*, Thermal Conductivity 22, Éditions T.W. Tong, pp. 668-677 (Technomic Publishing Co., Lancaster 1994).

[23] EZZAHRI Y., PATIÑO LOPEZ L.D., CHAPUIS O., DIHAIRE S., GRAUBY S., CLAYES W., VOLZ S., *Dynamical behaviour of the scanning thermal microscope (SThM) thermal resistive probe studied using Si/SiGe microcoolers*, Superlattices and Microstructures 38 (2005) 69-75.

[24] FANG T-H., CHANG W.J., *Microthermal imaging using scanning thermal microscopy*, Applied Surface Science 240 (2005) 312-317.

[25] FIEGE G.B.M., FIEGE V., PHANG J.C.H., MAYWALD M., GÖRLICH S., BALK L.J., *Failure analysis of integrated devices by Scanning Thermal Microscopy (SThM)*, Microelectronics Reability 38 (1998) 957-961.

[26] FISCHER H., *Quantitative determination of heat conductivities by scanning thermal microscopy*, Therchimica Acta 425 (2005) 69-74.

[27] GARDNER J.L., JONES T.P., DAVIES M.R., *A six wavelength radiation pyrometer*, High Temperatures – High Pressures 13 (1981) 459-466.

[28] GLACET J.-Y., BERNE S., *A practical system for hot spot detection using fluorescent microthermal imaging*, Microelectron. Reliab. 36-11/12 (1996) 1811-1814.

[29] GOMES S., *Des premiers microscopes à sonde locale au S.Th.M.(III) : le microscope thermique à sonde locale – TopoMetrix*, Première école d'Hiver Micro et Nanothermique, Aussois, 7-12 mars 2004.

[30] GOMÈS S., TRANNOY N., DEPASSE F., GROSSEL P., *A.C. scanning thermal microscopy: Tip-sample interaction and buried defects modellings*, Int. J. Therm. Sci. 39 (2000) 526-531.

[31] GOMÈS S., TRANNOY N., GROSSEL P., DEPASSE F., *D.C. scanning thermal microscopy: Characterisation and interpretation of the measurement*, Int. J. Therm. Sci. 40 (2001) 949-958.

[32] GOMÈS S., ZIANE D., *Investigation of the electrical degradation of a metal-oxide-silicon capacitor by scanning thermal microscopy*, Solid-State Electronics 47 (2003) 919-922.

[33] GOTSZALK T., GRABIEC P., RANGELOW I.W., *Calibration and examination of piezoresistive Wheatstone bridge cantilevers for scanning probe microscopy*, Ultramicroscopy 97-1/4 (2003) 385-389.

[34] GROSSEL P., DEPASSE F., TRANNOY N., *Sample tip thermal coupling in modulated laser surface excitation*, Int. J. Engng. Sci. 35-7 (1997) 699-709.

[35] GROSSEL P., RAPHAËL O., DEPASSE F., DUVAUT T., TRANNOY N., *Multifrequential AC modeling of the SThM probe behavior*, International Journal of Thermal Sciences 46-10 (2007) 980-988.

[36] GUO F.A., TRANNOY N., LU J., *Microstructural analysis by scanning thermal microscopy of a nanocrystalline Fe surface induced by ultrasonic shot peening*, Superlattices and Microstructures 35 (2004) 445-453.

[37] GUO F.A., ZHU K.Y., TRANNOY N., LU J., *Examination of thermal properties by scanning thermal microscopy in ultrafine-grained pure titanium surface layer produced by surface mechanical attrition treatment*, Thermochimica Acta 419 (2004) 239-246.

[38] GUO F.A., TRANNOY N., GERDAY D., *An application of scanning thermal microscopy: Analysis of the thermal properties of plasma-sprayed yttria-stabilized zirconia thermal barrier coating*, J. European Ceramic Society 25 (2005)1159-1166.

[39] GUO F.A., JI Y.L., TRANNOY N., LU J., *Local thermal property analysis by scanning thermal microscopy of an ultrafine-gained cooper surface layer produced by surface mechanical attrition treatment*, Materials Science and Engineering B 130-1/3 (2006) 24-30.

[40] GUO F.A., TRANNOY N., LU J., *Characterization of the thermal properties by scanning thermal microscopy in ultrafine-grained iron surface layer produced by ultrasonic shot peening*, Materials Chemistry and Physics 96 (2006) 59-65.

[41] HAGMANN M.J., *Simulations of rectification in a laser-illuminated scanning tunnelling microscope*, Applied Surface Science 87/88 (1995) 368-372.

[42] HAGMANN M.J., *Microwave tunnelling current from the resonant interaction of an amplitude modulated laser with a scanning tunnelling microscope*, J. Vac. Sci. Technol. B 14-2 (1996) 838-841.

[43] HAMMICHE A., POLLOCK H.M., SONG M., HOUSTON D.J., *Sub-surface imaging by scanning thermal microscopy*, Meas. Sci. Technol. 7 (1996) 142-150.

[44] HECHT E., *Optique*, Éditions Pearson Education, Paris, 2005.

[45] HERVÉ P., Patent n°F.8803874 « Pyromètre Ultraviolet », 03-23-1988.

[46] HERVÉ P., SICARD J., RAKOTOARISOA M., *Pyrométrie dans l'ultraviolet*, Actes du colloque de thermique SFT 1991, 139-142.

[47] HERVÉ P., PINAT V., *Thermographie par comptage de photons dans l'ultraviolet*, Deuxième colloque francophone – Méthodes et Techniques Optiques pour industrie – Vol. 1, S.F.O. 20-23 novembre 2001, Trégastel, France, 31-38.

[48] HIERNAUT J.P. *et al.*, *Determination of the melting point and the emissivity of refractory metals with a six-wavelength pyrometer*, High Temperatures – High Pressures 13 (1989) 139-148.

[49] HOFFMANN D.H., RETTENBERGER A., GRAND J.Y., LAÜGER K., LEIDERER P., DRANSFELD K., MÖLLER R., *Thermovoltages in vacuum tunneling investigated by scanning tunneling microscopy*, Thin Solid Films 264 (1995), 223-225.

[50] IGETA M., INOUE T., VARESI J., MAJUMDAR A., *Thermal expansion and temperature measurement in a microscopic scale by using the Atomic Force Microscope*, JSME International Journal, Serie B 42-4 (1999) 723-730.

[51] IVANOZ T., GOTSZALK T., GRABIEC P., TOMEROV E., RANGELOW I.W., *Thermally driven micromechanical beam with piezoresistive deflection readout*, Microelectonic Engineering 67-68 (2003) 550-556.

[52] KOCH J.A., HAAN S.W., MANCINI R.C., *Multispectral imaging of continuum emission for determination of temperature and density profiles inside implosion plasma*, Journal of Quantitative Spectroscopy & Radiative Transfer 88 (2004) 433-445.

[53] LEDERMAN M., RICHARDSON D., TONG H.C., *Thermal microscopy of spin-valve and magnetoresistive devices*, IEEE Transactions on magnetics 33-5 (1997) 2932-2925.

[54] LEFÈVRE S., SAULNIER J.B., FUENTES C., VOLZ S., *Probe calibration of the scanning thermal microscope in the AC mode*, Superlattices and Microstructures, 35 (2004) 283-288.

[55] LEGRAND A.-C., *Thermographie multi-spectrale haute et basse température – Application au contrôle non-destructif*, Thèse de Doctorat, Université de Bourgogne (2002).

[56] LEVENBERG K., *A method for the solution of certain problems in Least Squares*, Quart. Appl. Math. 2 (1944) 164-168.

[57] LEWANDOWSKI W.M., RADZIEMSKA E., *Heat transfer by free convection from an isothermal vertical round plate in unlimited space*, Applied Energy 68 (2001) 187-201.

[58] LUO K., SHI Z., LAI J., MAJUMDAR A., *Nanofabrication of sensors on cantilever probe tips for scanning multiprobe microscopy*, Appl. Phys. Lett. 68-3 (1996) 325-327.

[59] LUO K., SHI Z., VARESI J., MAJUMDAR A., *Sensor nanofabrication performance, and conduction mechanisms in scanning thermal microscopy*, J. Vac. Sci. Technol. B 15-2 (1997) 349-360.

[60] LYZENGA G.A., AHRENS T.J., Rev. Sci. Instrum. 50 (1979) 1421-1424.

[61] MAJUMDAR A., CARREJO J.P., LAI J., *Thermal imaging using the atomic force microscopy*, Appl. Phys. Lett. 62-20 (1993) 2501-2503.

[62] MAJUMDAR A., CHANDRAHOOD M., LAI J., NAKABEPPU O., WU Y., SHU Z., *Thermal imaging by atomic force microscopy using thermocouple cantilever probes*, Rev. Sci. Instrm. 66-6 (1995) 3584-3592.

[63] MAJUMDAR A., *Scanning thermal microscopy*, Ann. Rev. Sci. 29 (1999) 505-585.

[64] MARQUARDT D., *An algorithm for Least Squares estimations of nonlinear parameters*, SIAM J. Appl. Math. 11 (1963) 431-441.

[65] MERIAUDEAU F., *Real time multispectral high temperature measurement: Application to control in the industry*, Image and Vision Computing 25 (2007) 1124-1133.

[66] Mills G., ZHOU H., MIDHA A., DONALDSON L., WEAVER J.M.R., *Scanning thermal microscopy using batch fabricated thermocouple probes*, Appl. Phys. Lett. 72-21 (1998) 2900-2902.

[67] MILLS G., WEAVER J.M.R., HARRIS G., CHEN W., CARREJO J., JOHNSON L., ROGERS B., *Detection of subsurface voids using scanning thermal microscopy*, Ultramicroscopy 80 (1999) 7-11.

[68] MOERS M.H.P., RUITER A.G.T., JALOCHE A., Van HULST N.F., *Detection of fluorescence in situ hybridization on human metaphase chromosomes by near-field scanning optical microscopy*, Ultramicroscopy 61 (1995) 279-283.

[69] MOUSSA A., PONSONNET P., *Cours de Physique I – Optique*, Éditions Desvignes, Lyon, 1986.

[70] NAKEBEPPU O., CHANDRAHOOD M., WU Y., LAI J., MAJUMDAR A., *Scanning thermal imaging microscopy by using composite cantilever probes*, Appl. Phys. Lett. 72-21 (1995) 2900-2902.

[71] NONNENMACHER N., WICKRAMASINGHE K., *Scanning probe microscopy of thermal conductivity and subsurface properties*, Appl. Phys. Lett. 61-2 (1992) 168-170.

[72] NORDINE P.C., *The accuracy of multicolour optical pyrometry*, High Temperature Science 21 (1986) 97-109.

[73] OESTERSCHULZE E., STOPKA M., KASSING R., *Photothermal characterization of solids and thin films by optical and scanning probe techniques*, Microelectronics Engineering 24 (1994) 107-112.

[74] OESTERSCHULZE E., STOPKA M., ACKERMANN L., SCHOLZ W., WERNER S., *Thermal imaging of thin films by scanning thermal microscope*, J. Vac. Sci. Technol. B 14-2 (1996) 832-837.

[75] OESTERSCHULZE E., STOPKA M., *Photothermal imaging by scanning thermal microscopy*, J. Vac. Sci. Technol. A 14-3 (1996) 1172-1177.

[76] OHJI T., YOSHIOKA N., SHI WAKU T., OKUBO A., *Temperature measurement by UV thermal radiation*, Welding International, 9-3 (1995) 185-190.

[77] PAJANI D., *Thermographie – Principe et mesure*, Techniques de l'ingénieur R 2 740.

[78] PRATA M., PRATA M.C., RASELLI G.L., ROSSELLA M., VIGNOLI C., *Performance and behaviour of photomultiplier tube at cryogenic temperature*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A 567 (2006) 222-225.

[79] PRONZATO L., *Parameter estimation and model structures, Thermal Measurements and Inverse Techniques: a tool for the characterization of multiphysical phenomena vol.1*, Aussois – French Alps (2005) 1-36.

[80] PYATT E.C., *Some consideration of the errors of brightness and two-colour types of spectral radiation pyrometer*, Br. J. Appl. Phys. **5** (1954) 264-268.

[81] PYLKKI R.J., MOYER P.J., WEST P.E., *Scanning near-field optical microscopy and scanning thermal microscopy*, J. Appl. Phys. 33 (1994) 3785-3780.

[82] RANGELOW I.W., GOTSZALK T., ABEDINOV N., GRABIEC P., EDINGER K., *Thermal nanoprobe*, Microelectronics Engineering 57/58 (2001) 737-748.

[83] RÉMY B., *Mesure de propriétés thermophysiques de matériaux minces et de dépôts par méthode Flash* : *« Application aux films polycristallins de diamant »*, Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine (1998).

[84] RÉMY B., DEGIOVANNI A., MAILLET D., *Métrologie thermique dans l'ultraviolet – Application à la microthermique*, Instrumentation Mesure Métrologie, RS série I2M 5 (2005) 177-199.

[85] REYNOLDS P.M., *A review of multicolour pyrometry for temperature below 1500°C*, Br. J. Appl. Phys. 15 (1964) 579-589.

[86] RUIZ F., SUN W.D., POLLAK F.H., VENKATRAMEN C., *Determination of the thermal conductivity of diamond-like nanocomposite films using a scanning thermal microscope*, Appl. Phys. Lett. 73-13 (1998) 1802-1804.

[87] SACADURA J.F., *Initiation aux transferts thermiques*, Éditions Tec&Doc, Paris, 2001.

[88] SASAKI S., MASUDA H., HIGANO M., HISHINUMA N., *Simultaneous measurements of specific heat and total hemispherical emissivity of Chromel and Alumel by a transient calorimetric technique*, International Journal of Thermophysics 15-3 (1994) 547-565.

[89] SCHMUGGE T., HOO S.J., COLL C., *Recovering surface temperature and emissivity from thermal infrared multispectral data*, Remote Sens. Environ. 65 (1998) 121-131.

[90] SERIO B., CRETIN B., *Thermographie par radiométrie à courte longueur d'onde*, Actes du colloque thermique SFT 2003, 711-716.

[91] SHEPARD C.L., CANNON B.D., KHALEEL M.A., *Determination of temperature in glass with a fluorescence method*, International Journal of Heat and Mass Transfer 44 (2001) 4027-4034.

[92] SHI L., KWON O., MINER A.C., MAJUMDAR A., *Design and batch frabrication of probes for sub-100nm Scanning Thermal Microscopy*, J. Microelectromechanical Systems, 10-3 (2001) 370-378.

[93] SIEGEL R., HOWELL J.R., *Thermal radiation heat transfer*, Éditions Taylor and Francis, New York, 1992.

[94] SKOVGAARD O., JONSSON I.G., BERTELSEN J.A., *Computation of wave heights due to refraction and friction*, J. Waterways Harbours and Coastal Engineering Division, February (1995) 15-32.

[95] SMALLWOOD R., METHERALL P., HOSE D., DELVES M., POLLOCK H., HAMMICHE A., HODGES C., MATHOT V., WILLCOCKS P., *Tomographic imaging and scanning thermal microscopy: thermal impedance tomography*, Thermochimica Acta 385 (2002) 19-32.

[96] STOPKA M., HADJIISKI L., OESTERSCHULZE E., KASSING R., *Surface investigations by scanning thermal microscope*, J. Vac. Sci. Technol. B 13-6 (1995) 2153-2156.

[97] SUZUKI Y., *Novel microcantilever for scanning thermal imaging microscopy*, Jpn. J. Appl. Phys. 35 (1996) 352-354.

[98] SVET D.Y., SAYAPINA V.I., LEVCHUK V.V., EZHOVA T.N., PARFINOVICH A.F., High temperatures – high pressures 11 (1979) 117-118.

[99] TAINE J., PETIT J.-P., *Transferts thermiques anisothermes*, Édition Dunod, Paris, 1998.

[100] TALLEY D.B., SHAW L.B., SANGHERA J.S., AGGARWAL I.D., CRICENTI A., GENEROSI R., LUCE M., MARGARITONDO G., GILLIGAN J.M., TOLK N.H., *Scanning near field infrared microscopy using chalcogenide fiber tips*, Materials Letters 42 (2000) 339-344.

[101] TANK V., DIETL H., *Multispectral infrared pyrometer for temperature measurement with automatic correction of the influence of emissivity*, Infrared Physics 30-4 (1990) 331-342.

[102] TOULOUKIAN Y.S., *Thermal Radiative Properties*, Éditions Plenum, New York, 1970.

[103] TRANNOY N., *Contribution à l'étude d'effets thermiques lies à l'excitation laser dans un microscope à effet tunnel: étude de l'échantillon et de la pointe, rôle du couplage pointe-échantillon*, Thèse de doctorat, Université de Reims (1997).

[104] TRANNOY N., GROSSEL P., TROYON M., *Thermal effects induced by laser interaction in scanning tunneling microscopy: thermal expansion of sample and tip influence*, Probe Microscopy 1 (1998) 201-206.

[105] TRANNOY N., *Des premiers microscopes à sonde locale au S.Th.M.(II) : historique de la microscopie thermique à sonde locale*, Première école d'Hiver Micro et Nanothermique, Aussois, 7-12 mars 2004.

[106] TSAI B.K., DEWITT D.P., DAIL G.J., *Application of dual-wavelength thermometry to the aluminum industry*, Measurement 11-3 (1993) 211-221.

[107] VALEUR B., *Molecular Fluorescence – Principles and Applications*, Éditions Wiley-VCH, Weinheim (2002).

[108] WEAVER J.M.R., WALPITA L.M., WICKRAMASINGHE H.K., *Optical absorption microscopy and spectroscopy with nanometre resolution*, Letters to Nature 342 (1989) 783-785.

[109] WEN C.-D., MUDAWAR I., *Mathematical determination of emissivity and surface temperature of aluminum alloys using multispectral radiation thermometry*, International Communication in Heat and Mass Transfer 33 (2006) 1063-1070.

[110] WILLIAMS C.C., WICKRAMASINGHE K., *Scanning thermal profiler*, Appl. Phys. Lett. 49-23 (1986) 1587-1589.

[111] WILLIAMS C.C., WICKRAMASINGHE K., *Proceeding of the 5th international meeting 'Photoacoustic and photothermal phenomena'*, Heidelberg, Germany (1987) 364-369.

[112] WILLIAMS C.C., WICKRAMASINGHE K., *Thermal and Photothermal imaging on a sub-100 nanometre scale*, SPIE vol. 897 Scanning Microscopy Technologies and Applications (1988) 129-134.

Titre : Mesure de la température à l'échelle microscopique par voie optique dans la gamme ultraviolet-visible.

Résumé : Cette étude porte sur la mesure de la température à l'échelle microscopique par voie optique dans la gamme UV-visible par comptage de photons à l'aide d'un PMT refroidi. À partir des avantages et des inconvénients de chaque technique existante, la première partie permet de comprendre les orientations de nos travaux. Le Second Chapitre montre et insiste sur l'intérêt de travailler aux courtes longueurs d'onde (limite de diffraction, précision sur la mesure...), d'utiliser la méthode multi-spectrale pour s'affranchir de paramètres inconnus (e.g. l'émissivité) en choisissant judicieusement les longueurs d'onde de travail, ainsi que les lois statistiques classiques pour mesurer le flux photonique sachant son émission aléatoire. Le Chapitre Trois présente le banc de mesure (microscope optique, système de mesure du flux photonique...) et une attention toute particulière est portée sur la conception des éléments chauffants servant à l'étalonnage. Le Quatrième Chapitre présente les résultats en températures obtenues à l'aide des lois statistiques. Ils valident le bon fonctionnement du dispositif, la mise au point de la zone microscopique, et l'intérêt de bien modéliser les filtres monochromatiques. Enfin, des améliorations sur la précision de la mesure (réseau de diffraction, analyseur multi-canal) et pour mesurer des températures plus faibles (LIF, méthode corrélation temporelle) sont présentées dans le Cinquième Chapitre.

Mots-clés : haute température, transfert radiatif, flux photonique, UV-visible, méthode multi-spectrale, microscopie optique, loi statistique, photomultiplicateur, corps noir, filtre monochromatique, réseau de diffraction

Title: Microscale Temperature Measurement by Optical Way in the Ultraviolet-Visible Range.

Abstract: The aim of this study is to measure microscale temperature by optical way in the UV-visible range by photons counting using a cooled PMT. From the existing techniques advantages and disadvantages, this first part allows to understand the choices of this study. The second part shows and underlines the interest in working in short wavelengths (diffraction limit, measurement accuracy), in using the multi-spectral method to get rid of unknown parameters (e.g. emissivity) by choosing judicious working wavelengths, as well as the statistic laws to measure the photonic flux knowing its random emission. The third chapter presents the optical bench (optical microscope, photonic flux measurement facility…). A particularly attention is given to the design of the heated elements, which allow to calibrate the facility. The fourth part exposes the temperature results obtained through statistic laws. They validate the well-running of the facility, the microscopic area focusing, and the interest to model correctly the filters. Finally, measurement accuracy improvements (diffraction grating, multi-channel analyzer) and lower temperature measurement techniques (LIF, time-correlated method) are presented in the fifth part.

Key-words: high temperature, radiative transfer, photonic flux, UV-visible, multi-spectral method, optical microscopy, statistic law, photomultiplier tube, blackbody, monochromatic filter, diffraction grating

INSTITUT NATIONAL
POLYTECHNIQUE
DE LORRAINE

AUTORISATION DE SOUTENANCE DE THESE
DU DOCTORAT DE L'INSTITUT NATIONAL
POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

o0o

VU LES RAPPORTS ETABLIS PAR :
Monsieur Philippe HERVE, Professeur, Université Paris X, Ville d'Avray

Monsieur Sébastian VOLZ, Chargé de Recherche, EM2C, Ecole Centrale Paris, Châtenay-Malabry

Le Président de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, autorise :

Monsieur PIERRE Thomas

NANCY BRABOIS
2, AVENUE DE LA
FORET-DE-HAYE
BOITE POSTALE 3
F - 54501
VANŒUVRE CEDEX

à soutenir devant un jury de l'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE, une thèse intitulée :

"Mesure de la température à l'échelle microscopique par voie optique dans la gamme ultraviolet-visible"

en vue de l'obtention du titre de :

DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

Spécialité : « **Mécanique et énergétique** »

Fait à Vandoeuvre, le 03 décembre 2007
Le Président de l'I.N.P.L.,
F. LAURENT

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE - NANCY

TEL. 33/03.83.59.59.59
FAX. 33/03.83.59.59.55