



HAL
open science

Microscopie photothermique, application à la caractérisation des propriétés thermoélastiques, microscopiques de composites carbone-carbone et de barrières thermiques

Julien Jumel

► **To cite this version:**

Julien Jumel. Microscopie photothermique, application à la caractérisation des propriétés thermoélastiques, microscopiques de composites carbone-carbone et de barrières thermiques. Matériaux. Cachan, Ecole normale supérieure ., 2003. Français. NNT : . tel-02113516

HAL Id: tel-02113516

<https://theses.hal.science/tel-02113516>

Submitted on 28 Apr 2019

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

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

**Thèse de Doctorat
de
l'Ecole Normale Supérieure de Cachan**

Spécialité
Mécanique – Génie Mécanique – Génie Civil

par

Julien JUMEL

Pour obtenir le grade de
Docteur de l'Ecole Normale Supérieure de Cachan

Titre de la thèse

**Microscopie Photothermique :
Application à la Caractérisation des Propriétés Thermoélastiques
Microscopiques de Composites Carbone/Carbone
et de Barrières Thermiques**

Soutenue le 3 novembre 2003, à l'Ecole Nationale Supérieure de Cachan
devant le jury composé de :

| | | | |
|----------------|---------------|----------|--------------|
| M ^f | Albert Claude | Boccaro | (Président) |
| M ^f | Bernard | Perrin | (Rapporteur) |
| M ^f | Jean-Jacques | Serra | (Rapporteur) |
| M ^f | Michel | Cataldi | (Examineur) |
| M ^f | Jean-Louis | Chaboche | (Examineur) |
| M ^f | François | Lepoutre | (Examineur) |
| M ^f | Frédéric | Ravel | (Examineur) |
| M ^f | Sebastian | Voltz | (Examineur) |
| M ^f | Olivier | Hubert | (Examineur) |

L'avantage de la science

Entre deux Bourgeois d'une Ville
S'émut jadis un différend.
L'un était pauvre, mais habile,
L'autre riche, mais ignorant.
Celui-ci sur son concurrent
Voulait emporter l'avantage,
Prétendait que tout homme sage
Était tenu de l'honorer.
C'était tout homme sot; car pourquoi révéler
Des biens dépourvus de mérite ?
La raison m'en semble petite.
Mon ami, disait-il souvent
Au savant,
Vous vous croyez considérable,
Mais, dites-moi, tenez-vous table ?
Que sert à vos pareils de lire incessamment ?
Ils sont toujours logés à la troisième chambre,
Vêtus au mois de Juin comme au mois de Décembre,
Ayant pour tout Laquais leur ombre seulement.
La République a bien affaire
De gens qui ne dépensent rien :
Je ne sais d'homme nécessaire
Que celui dont le luxe épand beaucoup de bien.
Nous en usons, Dieu sait : notre plaisir occupe
L'Artisan, le vendeur, celui qui fait la jupe,
Et celle qui la porte, et vous, qui dédiez
A Messieurs les gens de Finance
De méchants livres bien payés.
Ces mots remplis d'impertinence
Eurent le sort qu'ils méritaient.
L'homme lettré se tut, il avait trop à dire.
La guerre le vengea bien mieux qu'une satire.
Mars détruisit le lieu que nos gens habitaient.
L'un et l'autre quitta sa Ville.
L'ignorant resta sans asile;
Il reçut partout des mépris :
L'autre reçut partout quelque faveur nouvelle :
Cela décida leur querelle.
Laissez dire les sots, le savoir a son prix.

Jean de La Fontaine

Les Fables, Livre 8 fable 19.



... Au Professeur Boccara, pour m'avoir quelque temps accueilli dans son laboratoire, et pour m'avoir fait l'honneur de présider ce jury.

... A Messieurs Serra et Perrin qui bien que sollicités très tardivement ont accepté la pénible tâche de rapporter ce mémoire.

... A Messieurs Volz et Chaboche pour l'examen attentif de ce travail et les réflexions qu'ont suscitées leurs remarques pertinentes.

... A Michel Cataldi pour m'avoir fait profiter du savoir faire de la SNECMA en matière de fabrication de composites C/C et pour la fourniture de nombreux échantillons.

... A Olivier Hubert pour ses conseils et son soutien amical avant la soutenance.

... A Frédéric Ravel pour avoir initié au CEA le projet de réalisation du microscope photothermique et pour avoir pu palier avec tant de bonhomie à mes carences chroniques en matière administrative.

... Remerciements chaleureux à François Lepoutre pour m'avoir accompagné durant cette thèse, pour m'avoir fait partager son enthousiasme pour la recherche scientifique et bénéficier de façon très pédagogique de ses connaissances dans des disciplines qui m'étaient jusqu'alors inconnues. J'adresse également mes plus vifs remerciements à la famille Lepoutre pour la recette des poireaux à la provençale ainsi que pour la machine à laver 100 % inox qui a meublé une courte période ma cuisine (deuxième étage sans ascenseur). Ne pouvant m'étendre plus, je souhaite simplement les remercier pour leur présence joyeuse et amicale durant ces années.

Remerciements à Frédéric Taillade, en premier lieu pour sa compagnie durant les longues journées de bureau, ainsi que pour sa disponibilité et son aide lors de la conception du microscope à l'ONERA. Le travail présenté ici doit beaucoup à ses recommandations. Merci aussi à Daniel Balageas, Danièle Fournier, Jean-Claude Krapez, Daniel Osmont, Lionel Pottier, Jean Paul (keep smiling) Roger, et Gilles Tessier pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail, pour leurs conseils et les discussions fructueuses qui ont permis l'avancée de ce travail.

Je remercie aussi Franck Enguehard et Denis Rochais, pour leur aide durant et surtout hors de mes séjours au Ripault. Merci à Denis pour les nombreuses manips de dernières minutes et pour la poursuite du travail entamé. Merci à la famille Enguehard pour l'initiation au vin de Touraine au calva artisanal X, et pour leur bonne humeur communicative. Grand merci à Sophie et Juju pour m'avoir permis quelques soirs de m'échapper de TELEM. Grand merci à la famille Rochais pour leur accueil et le canapé du salon.

Il faut remercier les nombreux stagiaires qui ont contribué ponctuellement à l'avancement de ce travail. Je remercie ainsi Fabien Amiot, Nicolas Terrien, Alain Maillot, Nhan N. Hoang, Hélène Le Hoüedec et Emmanuel Mehrand.

Merci à Sylvain Calloch, qui marque le départ de cette thèse et en a vu l'aboutissement. Merci pour sa compagnie, ses conseils précieux d'alors et d'aujourd'hui.

Je remercie les Mooky, Olivier, David et Gilles, pour les jams endiablées, ainsi que leurs fans fervents, Marie-line, Sam ..., (Keep on Rookin'). Merci aussi à cousin Bastien pour les soirées parisiennes caliente.

Remerciement aux membres de l'unité MECS de l'ONERA, du CEA le Ripault, du laboratoire d'optique physique de l'ESPCI et du LMT Cachan pour leur accueil chaleureux. Merci à Laurent Blanc pour la répet de dernière minute, à Laurent, Sylvain, Xavier, Boubou, Xavier, Maurice, Béa, Brigitte, Cédric, Vincent, Stéphane, Francis, Françoise, Didier, Patrick-s, Alain, Christian-s, Marc, Michel, Léonardo, François, Raymond, ... et toutes les personnes, que je ne peut citer faute de place, avec qui mes rapports furent aussi divers qu'enrichissants.

Enfin, j'adresse ces derniers remerciements, bien trop courts, à mes proches sans la présence desquels rien ne me serait possible.

C'est le propre des êtres vivants de faire aimer la vie, même sous la forme d'une équation du second degré.

Daniel Pennac

Sommaire

| | |
|--|----|
| Introduction | 1 |
| Partie I : Etude bibliographique | 5 |
| Chapitre I : Contexte industriel & Caractérisation thermo-mécanique microscopique – état de l'art | 7 |
| I.1 Contexte Industriel, présentation des matériaux étudiés | 9 |
| I.1.1 Les barrières thermiques pour aube de turbine..... | 9 |
| I.1.1.1 <i>Aspects Thermiques</i> | 10 |
| I.1.1.2 <i>Aspects Mécaniques</i> | 11 |
| I.1.2 Les composites thermo-structuraux..... | 12 |
| I.1.2.1 <i>Le carbone et les graphites</i> | 13 |
| I.1.2.2 <i>Fibres de carbone et matrices des composites thermo-structuraux</i> | 15 |
| I.2 Caractérisation thermique microscopique | 17 |
| I.2.1 Mesures thermiques microscopiques, état de l'art..... | 17 |
| I.2.1.1 <i>Sondes thermiques locales</i> | 19 |
| I.2.1.2 <i>Mesures non invasives de température</i> | 20 |
| I.2.1.3 <i>Caractérisation thermique des constituants de composites et revêtements minces</i> | 21 |
| I.2.2 Caractérisation thermique microscopique par photoréflexion | 22 |
| I.2.2.1 <i>Principe de la mesure</i> | 22 |
| I.2.2.2 <i>Mise en œuvre expérimentale</i> | 24 |
| I.2.2.1 <i>Exemple de mesure</i> | 27 |
| I.3 Caractérisation mécanique microscopique | 29 |
| I.3.1 Caractérisation mécanique microscopique, état de l'art..... | 29 |
| I.3.1.1 <i>Techniques invasives</i> | 29 |
| I.3.1.2 <i>Techniques ultrasonores</i> | 30 |
| I.3.1.3 <i>Caractérisation mécaniques des revêtements et des constituants de composites</i> | 33 |
| I.3.1.4 <i>Mesure des coefficients de dilatation thermique</i> | 35 |
| I.3.2 Caractérisation mécanique microscopique par microscopie photothermique..... | 35 |
| I.4 Conclusions | 38 |
| Partie II : Caractérisation thermique microscopique | 39 |
| Chapitre II : Caractérisation thermique microscopique de matériaux homogènes par photoréflexion | 41 |
| II.1 Mesure de la diffusivité thermique de matériaux homogènes et isotropes | 43 |
| II.1.1 Elévation périodique de température, Solution de Green..... | 43 |
| II.1.2 Distribution énergétique de la source de Chaleur | 43 |
| II.1.3 Evaluation numérique du champ de température | 46 |
| II.1.4 Effet de l'étalement de la source de chaleur..... | 47 |
| II.1.5 Mise en œuvre expérimentale | 49 |
| II.2 Cas des matériaux homogènes anisotropes | 53 |

| | | |
|----------|--|----|
| II.2.1 | Expression simplifiée du champ de température | 53 |
| II.2.2 | Effets de convolution, désalignement des axes principaux d'anisotropie | 52 |
| II.2.3 | Application à la caractérisation de fibres de carbone | 59 |
| II.2.3.1 | <i>Diffusion de la chaleur dans une fibre de carbone, effet de la morphologie</i> | 59 |
| II.2.3.2 | <i>Mesure des diffusivités thermiques longitudinales et « transversales » de fibres de carbone</i> | 61 |
| II.2.3.3 | <i>Apport de la photoréflexion pour l'étude des matériaux composites</i> | 63 |
| II.3. | Cas des matériaux orthotropes à symétrie de révolution | 67 |
| II.3.1 | Expression approchée du champ de température | 67 |
| II.3.2 | Prise en compte des effets de convolution et du rayon de courbure | 70 |
| II.3.2.1 | <i>Calcul du champ de température en présence d'une source de chaleur étendue</i> | 70 |
| II.3.2.2 | <i>Détermination des propriétés matériau en présence d'une source de chaleur étendue</i> | 72 |
| II.3.3 | Caractérisation de matrice de pyrocarbone | 73 |
| II.3.3.1 | <i>Mise en œuvre expérimentale</i> | 74 |
| II.3.3.2 | <i>Relation propriétés thermiques/morphologie/procédé</i> | 75 |
| II.4 | Conclusions & Perspectives | 80 |
| II.4.1 | Bilan sur la caractérisation thermique microscopique de milieux homogènes | 80 |
| II.4.2 | Vers un bilan métrologique de la photoréflexion | 81 |

Chapitre III :

Caractérisation thermique microscopique de matériaux hétérogènes..... 83

| | | |
|------------|---|-----|
| III.1 | Caractérisation des revêtements et substrats homogènes et isotropes..... | 84 |
| III.1.1 | Propagation et réflexion des ondes thermiques..... | 84 |
| III.1.1.1 | <i>Ecriture des coefficients de réflexion et de transmission</i> | 84 |
| III.1.1.2 | <i>Caractérisation de revêtements par interférométrie d'onde thermique</i> | 86 |
| III.1.1.3 | <i>Transposition à la photoréflexion</i> | 89 |
| III.1.2. | Cas d'une source confinée, analyse du champ de température..... | 91 |
| III.1.2.1. | <i>Mise en évidence de longueurs caractéristiques</i> | 91 |
| III.1.2.2. | <i>Revêtements thermiquement minces, écriture d'une relation de dispersion</i> | 92 |
| III.1.2.3. | <i>Cas des revêtements peu diffusifs</i> | 94 |
| III.1.3 | Applications à la caractérisation de substrats et revêtements..... | 96 |
| III.1.3.1 | <i>Caractérisation d'un revêtement mince Au-Pd et d'un grain de céramique</i> | 97 |
| III.1.3.2 | <i>Caractérisation de matrices de composites C/C-SiC</i> | 99 |
| III.1.3.3 | <i>Caractérisation de dépôts épais</i> | 101 |
| III.2 | Analyse d'images photothermiques de milieux hétérogènes..... | 103 |
| III.2.1 | Cas des discontinuités - interfaces verticales | 103 |
| III.2.1.1 | <i>Choix d'une configuration expérimentale</i> | 103 |
| III.2.1.2 | <i>Cas d'une interface entre deux milieux</i> | 104 |
| III.2.1.3 | <i>Cas des discontinuités thermiques</i> | 108 |
| III.2.2 | Caractérisation des milieux à gradient de propriétés..... | 111 |
| III.2.2.1 | <i>Propagation d'une onde thermique dans un milieu à gradient de propriétés</i> | 111 |
| III.2.2.1 | <i>Caractérisation en mode cartographie/imagerie</i> | 115 |
| III.3 | Conclusions & perspectives | 118 |
| III.3.1 | sur la caractérisation de milieux hétérogènes..... | 118 |
| III.3.2 | Perspectives – Validation expérimentale | 119 |

Partie III Caractérisation thermo-élastique microscopique 121

Chapitre IV :

Caractérisation thermo-élastique microscopique & Microscopie photothermique Interférométrique..... 123

| | | |
|--------|--|-----|
| IV.1 | Réalisation d'un microscope photothermique interférométrique | 125 |
| IV.1.1 | Mesure de déplacement, interféromètre de Nomarski | 125 |

| | |
|--|-----|
| IV.1.2 Description du dispositif expérimental | 129 |
| IV.1.2.1 Dispositif de chauffage, gestion du faisceau pompe | 129 |
| IV.1.2.2 Système de détection, combinaison de l'interféromètre et du réflectomètre | 131 |
| IV.1.2.3 Traitement des signaux, automatisation du dispositif | 132 |
| IV.1.2.4 Caractérisation du dispositif expérimental | 132 |
| IV.1.3. Exemple de mesures photothermiques interférométriques | 134 |
| IV.1.3.1 Cartographie en régime harmonique | 134 |
| IV.1.3.2 Régime impulsionnel | 134 |
| IV.1.3.3 Balayage fréquentiel | 136 |
| IV.2 Réponse thermo-élastique d'un milieu homogène isotrope | 138 |
| IV.2.1 Ecriture et résolution du problème thermo-élastique | 138 |
| IV.2.1.1 Réponse thermo-élastique en régime unidimensionnel | 138 |
| IV.2.1.2 Résolution du problème tridimensionnel | 141 |
| IV.2.1.3 Analyse des champs de température et de déplacement | 143 |
| IV.2.2 Analyse de sensibilité aux paramètres matériaux et expérimentaux | 145 |
| IV.2.2.1 influence des paramètres thermiques | 147 |
| IV.2.2.2 Influence des paramètres élastiques – Analyse de sensibilité | 148 |
| IV.2.3 Exploitation d'une mesure photothermique interférométrique | 155 |
| IV.3 Potentialité de la microscopie photothermique interférométrique | 156 |

Chapitre V :

Analyse des signaux interférométriques & Mesure de la diffusivité thermique de milieux homogènes isotropes..... 157

| | |
|---|-----|
| V.1 Analyse et traitement du signal interférométrique | 159 |
| V.1.1 Origine des signaux parasites | 160 |
| V.1.1.1 Signal thermique – Photoréflexion | 161 |
| V.1.1.2 Modulation du contraste – Signaux de photodéflexion | 162 |
| V.1.2 Influence des variations d'indice de l'air | 165 |
| V.1.2.1 Modulation du contraste – Signaux de photodéflexion | 165 |
| V.1.2.2 Variation de longueur de chemin optique | 167 |
| V.2 Traitement de mesures photothermiques interférométriques | 171 |
| V.2.1 Traitement du signal interférométrique | 171 |
| V.2.1.1 Exploitation du signal synchrone | 171 |
| V.2.1.2 Analyse du signal à $2f$ | 172 |
| V.2.1.3 Traitement de signaux réels, intérêts et limites des mesures à f et $2f$ | 173 |
| V.2.2 Insuffisance de la méthode du minimum de phase - Cas de l'AIPdMn | 175 |
| V.2.2.1 Estimation de la diffusivité thermique par une approche simplifiée | 176 |
| V.2.2.2 Confrontation modèle/expérience | 177 |
| V.2.2.3 Origine potentielle des écarts | 179 |
| V.2.3 Effet de la variation d'indice de l'air | 180 |
| V.2.3.1 Calcul de la différence de marche | 180 |
| V.2.3.2 Effets de convolution | 182 |
| V.2.3.3 Non linéarité des variations d'indice et de la diffusivité thermique de l'air | 185 |
| V.2.3.4 Confrontation théorie/expérience | 186 |
| V.3 Conclusions | 189 |

Chapitre VI :

Mesure de l'anisotropie élastique et de l'orientation cristalline..... 191

| | |
|--|-----|
| VI.1 Effet de l'anisotropie élastique sur le champ de déplacement | 193 |
| VI.1.1 Influence de l'anisotropie sur le champ de déplacement | 193 |
| VI.1.1.1 Simulation du champ de déplacement – Prise en compte de l'anisotropie | 193 |
| VI.1.1.2 Mise en évidence expérimentale | 198 |
| VI.1.2 Analyse de sensibilité | 199 |

| | |
|--|------------|
| <i>VI.1.2.1 Sensibilité aux paramètres matériaux</i> | 199 |
| <i>VI.1.2.2 Influence de l'orientation des axes principaux d'anisotropie</i> | 200 |
| VI.2 Analyse de mesures photothermiques sur milieux anisotropes | 203 |
| VI.2.1 Analyse des cartographies de déplacement..... | 203 |
| <i>VI.2.1.1 Mesure de la diffusivité thermique</i> | 204 |
| <i>VI.2.1.2 Mesure de l'orientation cristalline</i> | 204 |
| <i>VI.2.1.3 Détermination de l'anisotropie élastique</i> | 204 |
| <i>VI.2.1.4 Comparaison théorie-expérience</i> | 211 |
| VI.2.2 Applications & Perspectives - Extension à la symétrie hexagonale | 212 |
| <i>VI.2.2.1 Analyse théorique – Mise en évidence de l'influence de l'anisotropie</i> | 212 |
| <i>VI.2.2.2 Application à l'étude de texture de recristallisation</i> | 215 |
| VI.2.3 Sur l'analyse des images photothermiques interférométriques..... | 216 |
| VI.3 Conclusions | 218 |

| | |
|---|------------|
| Chapitre VII : | |
| Conclusions & perspectives | 219 |

| | |
|---|------------|
| VII.1 Conclusions | 219 |
| VII.1.1 Caractérisation thermique microscopique | 219 |
| VII.1.2 Caractérisation thermo-élastique microscopique..... | 220 |
| VII.2 Perspectives | 223 |
| VII.2.1 Développements instrumentaux | 223 |
| VII.2.2 Modélisation et expérience..... | 224 |

| | |
|----------------------|------------|
| ANNEXES | 225 |
|----------------------|------------|

| | |
|---|-----|
| Annexe I : | |
| Calcul des champs de température et de déplacement lors d'une expérience photothermique en régime modulé. Cas d'un milieu homogène et isotrope..... | 227 |

| | |
|--|-----|
| Annexe II : | |
| Calcul des champs de température et de déplacement lors d'une expérience photothermique en régime modulé. Cas d'un revêtement homogène et isotrope sur un substrat homogène et isotrope..... | 235 |

| | |
|---|-----|
| Annexe III : | |
| Calcul de l'élévation périodique de température et du champ de déplacement périodique lors d'une mesure photothermique en régime modulé. Cas d'un milieu homogène anisotrope..... | 239 |

| | |
|--|-----|
| Annexe IV : | |
| Calcul du champ de température dans un milieu isotrope à gradient de propriétés lors d'une expérience photothermique en régime modulé..... | 247 |

| | |
|---|-----|
| Annexe V : | |
| Origine et expression des signaux interférométriques..... | 253 |

| | |
|----------------------------|------------|
| Bibliographie | 263 |
|----------------------------|------------|

INTRODUCTION

Une connaissance fine des propriétés physiques de la matière à l'échelle microscopique, est un besoin exprimé dans de nombreux domaines scientifiques. Le développement croissant des nanotechnologies, la miniaturisation des composants électroniques ou mécaniques nécessitent aujourd'hui la mise en place de techniques expérimentales adaptées pour observer, caractériser ou contrôler ces objets de nature souvent très différente. En plus des développements théoriques et technologiques réalisés dans les techniques de microscopie "traditionnelles" (MEB, MET, microsonde), le développement de nombreux instruments (AFM, nanoindentation ...) a dû être entrepris pour répondre au besoin croissant d'informations de toute nature à cette échelle. En science de matériaux, l'apport de telles techniques est considérable, notamment dans les domaines de la thermique et de la mécanique des matériaux, où elles modifient fondamentalement la façon dont sont appréhendées ces disciplines.

Autrefois, le comportement thermo-mécanique des matériaux de structure ne pouvait être étudié qu'à l'échelle macroscopique. L'élaboration et la qualification des matériaux reposaient sur des caractérisations macroscopiques phénoménologiques, desquelles étaient déduites des grandeurs utiles au dimensionnement des structures. Des observations microscopiques, en lien avec le procédé d'élaboration, fournissaient des informations morphologiques et/ou permettaient de comprendre qualitativement les mécanismes régissant le comportement du matériau. Seule cette coûteuse démarche expérimentale (élaboration/observation microscopique/caractérisation macroscopique) permettait d'élaborer, ou plutôt de modifier, des matériaux dont les propriétés sont conformes à celles souhaitées pour leur mise en œuvre et utilisation. Cette démarche, surtout applicable aux matériaux traditionnels, reposait aussi sur le savoir-faire de plusieurs générations de producteurs aux compétences très spécifiques (acier, céramique, aluminium, ...).

Tout comme dans le domaine du dimensionnement des structures, l'accroissement des performances des matériels informatiques a permis la mise en place de moyens de simulation, dédiés à la modélisation du comportement des matériaux. Cette approche nouvelle est motivée par les mêmes raisons qui ont favorisé le développement de codes de calcul orientés structure. En effet, les matériaux « modernes » sont soumis, en service, à des environnements toujours plus sévères, qu'il devient difficile et coûteux de reproduire en laboratoire. Prévoir, par simulation, le comportement du matériau en condition d'utilisation, et en fonction de paramètres constitutifs ou procédé est précieux autant pour réduire le nombre de matériaux potentiels pour une application, que pour l'optimiser une fois choisi. La simulation, en

réduisant le nombre d'essais qualitatifs, permet aussi un gain de temps important et une économie financière substantielle. Parmi les environnements difficiles à reproduire, et les essais coûteux, on citera les gradients thermiques importants et les atmosphères agressives auxquels sont soumis les composites thermo-structuraux pour application aérospatiale, ou les barrières thermiques pour aube de turbine. Si la difficulté technique et le coût de l'expérimentation plaident en faveur d'une utilisation extensive de la simulation, l'absence d'échantillon ou de technique expérimentale adéquate la rend incontournable. En effet, la nature et les procédés d'obtention spécifiques des barrières thermiques en céramique ou des fibres et matrices des composites carbone/carbone, ne permettent pas de disposer de répliques macroscopiques de ces matériaux qui puissent être étudiées avec des moyens d'essai conventionnels. Ce problème est généralisable à bien des matériaux tels que les revêtements minces pour application optique ou les matériaux pour la micro-électronique.

Le traitement de ces nouveaux problèmes évolue vers une démarche conception, dont on espérait qu'elle soit facilitée, pour les matériaux de structure, par l'utilisation de matériaux composites. Celle-ci nécessite des techniques de caractérisation de la matière à l'échelle de ses constituants élémentaires ainsi que des moyens de simulation prédictifs. De tels outils permettraient, en effet, d'évaluer numériquement les performances de différentes nuances de matériaux avant même de les avoir élaborées. Actuellement, la mise en œuvre d'une approche conception pour la mise au point de matériaux nouveaux reste un objectif à long terme, qui nécessite encore de nombreux développements pour être atteint. Du point de vue de la modélisation, on peut aujourd'hui comprendre le passage entre échelle atomique et « microscopique » à l'aide de la dynamique moléculaire, tandis que les techniques d'homogénéisation ou les calculs numériques aux éléments finis et par différences finies restent des outils de simulation incontournables pour mettre en évidence les liens entre caractéristiques microscopiques et propriétés du VER¹. Néanmoins, pour devenir plus prédictifs, ces modèles doivent maintenant prendre en compte de plus nombreux mécanismes. Enfin, la validation des modèles réclame des mesures fines des propriétés physiques locales du matériau qui constituent les paramètres d'entrée de ces modèles. Le nombre important de techniques de caractérisation microscopiques ne suffisant pas à répondre à l'ensemble des besoins en terme de caractérisation et des développements instrumentaux restent nécessaires.

L'Office National d'Etudes et de Recherches Aérospatiales (ONERA), et le Commissariat à l'Energie Atomique (CEA) ont développé des compétences importantes dans les domaines de la modélisation, de la conception et de la caractérisation de matériaux nouveaux. Une problématique que partagent ces deux organismes concerne le choix de matériaux pour la réalisation d'écrans thermiques, destinés pour l'ONERA à la protection des aubes des turbines des turboréacteurs, et pour le CEA à la constitution des corps de rentrée atmosphérique des engins spatiaux. Ces applications très différentes conduisent, compte tenu du cahier des charges, à des choix matériaux différents. Les barrières thermiques pour aubes de turbine sont développées pour accroître la durée de vie de ces dernières et/ou le rendement des turbomachines en augmentant la température dans la chambre de combustion. Les alliages métalliques utilisés pour ces aubes ayant atteint leurs limites, déposer une faible épaisseur de

¹ Volume élémentaire représentatif

céramique isolante à la surface de ces éléments, est aujourd'hui la seule solution envisagée pour accroître significativement les performances des parties chaudes des turbomachines. Malheureusement, ces revêtements qui s'endommagent sous l'effet de sollicitations thermomécaniques importantes et d'une atmosphère agressive posent encore des problèmes de fiabilité. Des travaux importants sont menés à l'ONERA, au sein du Projet de Recherche Fédérateur « Barrières Thermiques », pour modéliser et caractériser à toutes les échelles ce système complexe. Une des tâches entreprises concerne la mesure des propriétés thermo-mécaniques intrinsèques des constituants envisagés. Ces données sont destinées à valider des calculs de dynamique moléculaire, et à alimenter les codes de simulations thermo-mécaniques microscopiques. Les écrans thermiques pour application aérospatiale sont soumis à des sollicitations thermomécaniques encore plus agressives. Alors que les barrières thermiques subissent des températures de l'ordre de 1200°C, les composites thermo-structuraux des écrans thermiques doivent supporter des températures supérieures à 2500°C. Le choix des matériaux pour cette application est limité puisque seuls les composites à fibre carbone et à matrice céramique supportent de telles conditions. Néanmoins, des interrogations restent à lever concernant le lien entre élaboration et propriétés des constituants (fibre et matrice) et sur l'évolution de leurs caractéristiques en service. Ce besoin commun de techniques de caractérisation thermo-mécanique microscopique a décidé ces deux organismes à engager une thèse sur ce thème, avec pour objectif la caractérisation des propriétés thermo-élastiques de composites carbone/carbone et des barrières thermiques.

Cette thématique matériaux et caractérisation cache en réalité un travail d'instrumentation et de modélisation important. En effet, aucun dispositif ne permet de mesurer de façon standard ces propriétés, à cette échelle et sur des matériaux aussi complexes, si bien que l'objectif de cette thèse devient la mise en place un tel instrument. Depuis bientôt vingt ans, la caractérisation des propriétés thermiques microscopiques est possible grâce à la photoréflexion. Cette technique photothermique s'est largement répandue dans la communauté des opticiens et électroniciens pour caractériser des revêtements optiques ou des semi-conducteurs, et est aujourd'hui commercialisée. François Lepoutre, qui a accepté de diriger cette thèse après avoir convaincu l'ONERA et le CEA d'entamer ces travaux, a grandement contribué au développement des techniques photothermiques et en particulier la méthode mirage et la microscopie photothermique (photodéflexion, photoréflexion). Ayant observé un contraste d'origine élastique sur des images photothermiques, une première fois avec Denis Rochais par photodéflexion puis, une seconde fois avec Stéphane Hirschi au moyen d'un dispositif interférométrique, il m'a proposé d'étudier plus finement l'origine de cet effet, afin de rendre ces techniques de caractérisation réellement quantitatives. Plus qu'un travail sur les barrières thermiques et les composites carbone/carbone, ce travail porte essentiellement sur le développement de modèles de compréhension et d'analyse des mesures photothermiques microscopiques, de sorte que d'autres matériaux tout aussi exotiques apparaîtront au long de ce mémoire. En parallèle de ce travail important de modélisation, nous avons construit à l'ONERA et au CEA, deux microscopes photothermiques photoréflexion/interférométriques pour mener à bien nos expérimentations et caractérisations. Pour cela, nous avons bénéficié des nombreux conseils du laboratoire d'optique physique de l'ESPCI qui, pionnier dans le domaine des techniques photothermiques en France, a bien voulu nous accueillir et nous faire profiter de son expérience dans le domaine.

Pour présenter ce travail, le mémoire est divisé en trois parties. Dans la première, les matériaux supports de cette étude (composites thermo-structuraux et barrières thermiques) sont présentés succinctement, pour mettre en évidence le besoin réel de caractérisations thermo-mécaniques à l'échelle locale, et montrer l'utilisation potentielle de ces données dans le cadre des travaux menés à l'ONERA et au CEA. Un inventaire non exhaustif des techniques actuelles qui permettent de mesurer les propriétés thermiques et/ou mécaniques à l'échelle microscopique est dressé pour mettre en évidence la carence de techniques expérimentales adaptées à ces matériaux et de situer les techniques photothermiques.

Dans la seconde partie de ce mémoire, nous présentons les travaux réalisés pour caractériser par photoréflexion ces matériaux. Lors de ce travail d'analyse, nous nous sommes efforcés de proposer des relations et des configurations expérimentales simples pour traiter les différents problèmes rencontrés. Nous aborderons ainsi successivement le traitement de milieux hétérogènes isotropes puis anisotropes et enfin hétérogènes en portant une attention particulière aux différents artefacts expérimentaux (effets de convolution, géométriques ...) susceptibles de dégrader la mesure.

Dans la troisième partie de ce mémoire, nous détaillerons les améliorations apportées au microscope photothermique interférométrique développé pour la mesure des propriétés thermo-élastiques microscopiques. Une analyse de sensibilité aux différents paramètres matériaux et expérimentaux explorera les perspectives offertes par cet instrument en terme de caractérisation. Après avoir expliqué les choix technologiques dont découle l'architecture de notre dispositif, nous présenterons ses performances. Puis, nous expliquerons l'origine des multiples composantes du signal photothermique mesuré, dont on montrera qu'il peut être traité simplement pour s'affranchir de la plupart des artefacts expérimentaux. Enfin, pour conclure nous présenterons quelques applications académiques de ce microscope pour valider nos prédictions essentiellement théoriques.

Ces trois années de travail de thèse, partagées entre la région parisienne et la Touraine, ont été suivies par une année pendant laquelle j'ai occupé un poste d'Attaché Temporaire d'Enseignement et de Recherche à l'ENS Cachan. Les nouveaux développements que nous envisagions ou avons engagés ont pour la plupart abouti à des réalisations concrètes qui seront mentionnées au cours de cette présentation. Cet instrument a répondu à une partie des besoins exprimés à l'ONERA et au CEA et y a été accueilli de façon enthousiaste. Nous souhaitons que la lecture de ce manuscrit vous incitera à envisager son utilisation ou à proposer des développements qui permettront d'étendre les champs d'application de la microscopie photothermique.

Le 1 septembre 2003

Julien Jumel

PARTIE I

ETUDE BIBLIOGRAPHIE

Chapitre I

Contexte industriel et Caractérisation thermo-mécanique microscopique - Etat de l'art

I.1 Contexte Industriel, présentation des matériaux étudiés

I.1.1 Les barrières thermiques pour aube de turbine

I.1.1.1 Aspects thermiques

I.1.1.2 Aspects mécaniques

I.1.2 Les composites thermo-structuraux

I.1.2.1 Le carbone et les graphites

I.1.2.2 Fibres de carbone et matrices des composites thermo-structuraux

I.2 Caractérisation thermique microscopique

I.2.1 Mesures thermiques microscopiques, état de l'art

I.2.1.1 Sondes thermiques locales

I.2.1.2 Mesures non invasives de température

I.2.1.3 Caractérisation thermique des constituants des composites et des couches minces

I.2.2 Caractérisation thermique microscopique par photoréflexion

I.2.2.1 Principe de la mesure

I.2.2.2 Mise en oeuvre expérimentale

I.2.2.2 Exemples de mesure

I.3 Caractérisation mécanique microscopique

I.3.1 Caractérisation mécanique microscopique, état de l'art

I.3.1.1 Techniques invasives

I.3.1.2 Techniques ultrasonores

I.3.1.3 Caractérisation mécaniques des revêtements et des constituants de composites

I.3.1.4 Mesure des coefficients de dilatation thermique

I.3.2 Caractérisation mécanique microscopique par microscopie photothermique

I.4 Conclusions

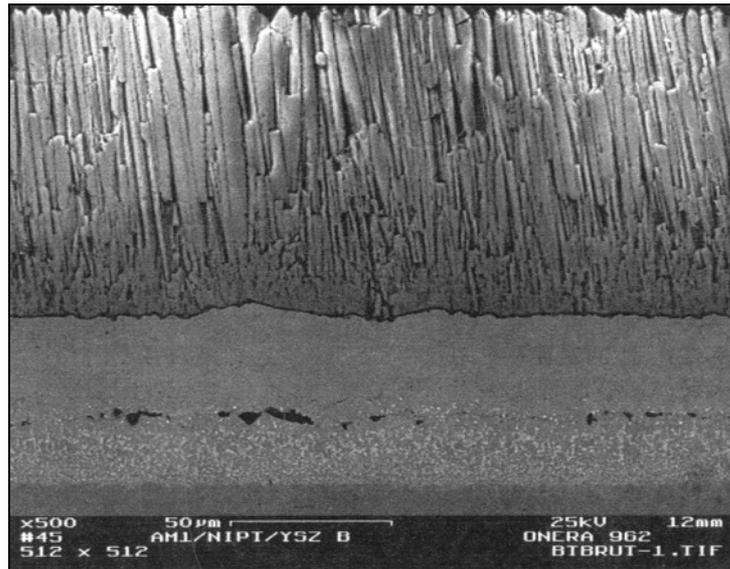


Figure 1.1.1 Description du système barrière thermique, de haut en bas dépôt EB-PVD de zircone, couche d'alumine, sous couche d'accrochage, aube (super alliage base nickel)

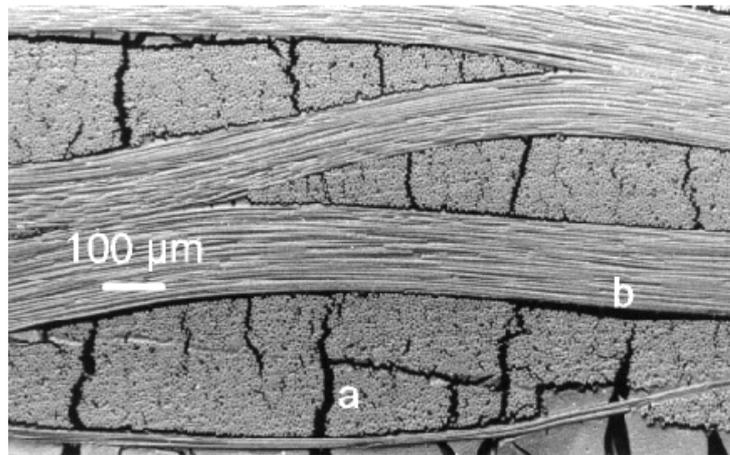


Figure 1.1.2 Architecture d'un composite C/C-SiC.

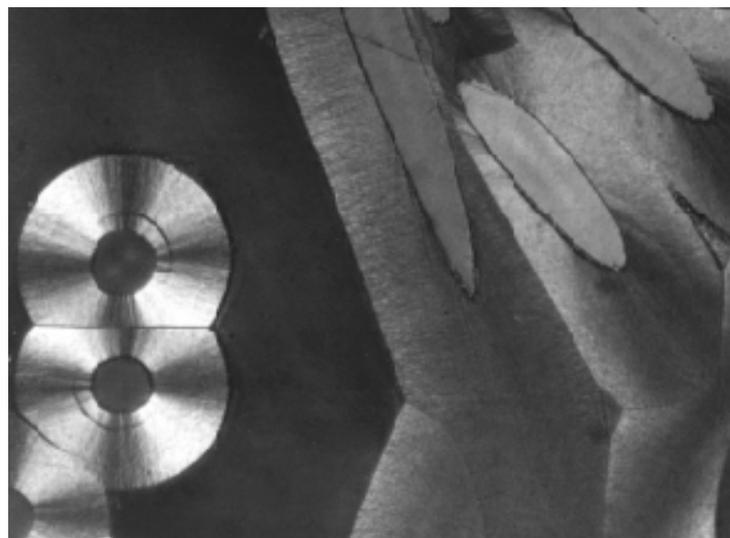


Figure 1.1.3 Fibre de carbone et matrice de pyrocarbone de composite carbone/carbone, le diamètre des fibres de carbone vaut 10μm.

I.1 Contexte industriel - Présentation des matériaux étudiés

Ce mémoire porte sur la caractérisation des barrières thermiques pour aube de turbine et des composites thermo-structuraux qui assurent, dans des applications aérospatiales, le rôle d'isolant thermique. En fonctionnement, ces matériaux sont soumis à des ambiances chimiques agressives mais surtout à des niveaux et gradients importants de température à l'origine de contraintes thermo-mécaniques élevées. Des études fines sont donc engagées pour comprendre et optimiser le comportement de ces barrières thermiques en terme d'isolation thermique et de tenue mécanique et garantir le niveau de fiabilité élevé que réclame ces applications. Dans ce paragraphe, sont présentées succinctement les caractéristiques spécifiques de ces matériaux ainsi que les travaux menés dans le cadre de leur développement afin de faire apparaître le besoin de techniques de caractérisation thermo-mécanique microscopique performantes.

I.1.1 Les barrières thermiques pour aubes de turbine

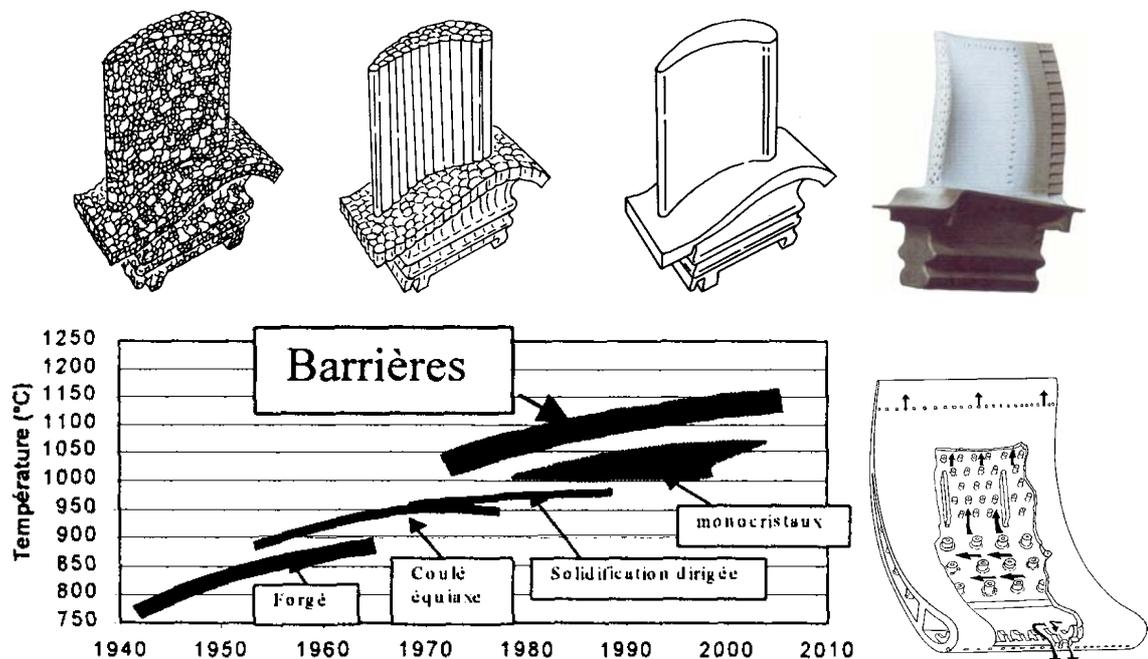


Figure 1.1.4 Accroissement de la température de fonctionnement des turboréacteurs, en lien avec les développements métallurgiques, et technologiques de fabrication des aubes de turbine. En haut évolution métallurgique, coulée équiaxe – solidification dirigée – monocristaux – aube revêtue d'une barrière thermique. Sur la droite, schéma de système de refroidissement d'une aube de turbine [ALP01, SNE91].

Le développement de barrières thermiques céramiques pour la protection thermique des turbomachines occupe aujourd'hui une place stratégique chez les motoristes du secteur aéronautique et les fournisseurs de turbines industrielles [ALP01]. En effet, l'accroissement de la puissance et du rendement de ces machines thermiques implique une augmentation de la température dans les parties chaudes. Ainsi, en aval des chambres de combustion, des pics de 1600°C sont atteints en régime transitoire, alors même que les super-alliages métalliques utilisés en cet endroit voient leur tenue mécanique dégradée au-delà de 1100°C. Un tel régime de fonctionnement est aujourd'hui atteint au prix de la mise en place d'un système de refroidissement complexe qui permet d'abaisser la température en dessous de ce seuil. Aujourd'hui, les gains potentiels les plus importants seraient obtenus en employant une technologie

barrière thermique (cf. figures 1.1.1 et 1.1.4), où un dépôt de céramique réfractaire est utilisé pour supporter un différentiel de température de l'ordre de 200°C sur une épaisseur de quelques centaines de micromètres. Cette technique proposée au début des années 80, a été employée sur des avions civils dès le début des années 90, et est maintenant mise en place dès la technologie maîtrisée par l'industriel.

Pour maîtriser et optimiser cette technologie, de nombreux travaux sont menés afin de trancher entre les alternatives possibles en terme de choix matériaux et de procédé de fabrication [SCH03]. Par ailleurs, cette technologie reste récente, le retour d'expérience est faible. Des études sont réalisées pour proposer des modèles prédictifs de comportement permettant de dimensionner et estimer la durée de vie de ces revêtement soumis à des mécanismes de dégradation thermo-mécanique et physico-chimique complexes [CAL01]. L'ONERA, à travers un projet transversal engagé des travaux sur ce thème de la protection thermique des aubes de turbine, en portant une attention particulière à l'étude du comportement thermique et mécanique [MEV01-02-03].

1.1.1.1 Aspects thermiques

L'isolation thermique étant la vocation première de ce revêtement, un effort important est fourni pour modéliser et optimiser le comportement thermique du système [KLE98]. Les dépôts sont aujourd'hui généralement constitués de zircone yttrée obtenus par dépôt plasma et dont la conductivité thermique est aussi faible que $1\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. Pour abaisser cette valeur, le choix des constituants mais aussi la structure du matériau à toutes les échelles d'observation sont autant de paramètres importants à examiner. Ainsi, un abaissement de la conductivité thermique est obtenu en favorisant la présence de pores ou de fissures parallèles à la surface qui bloquent le flux de chaleur (cf. figure 1.1.5). Si le choix de la zircone comme constituant semble arrêté, sa composition et le mode de dépôt peuvent encore être optimisés de façon à former une structure fortement désordonnée ce qui contribue aussi à diminuer la conductivité thermique.

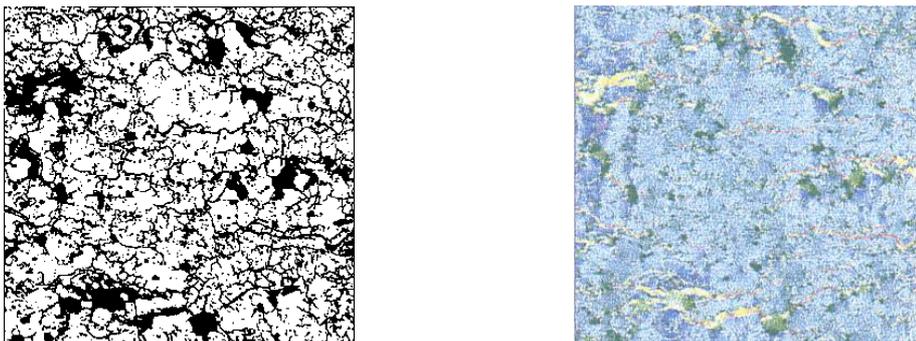


Figure 1.1.5 Modélisation des transferts thermiques à travers un revêtement thermique protecteur obtenue par dépôt plasma. La microstructure observée au microscope est représentée sous forme d'images binaires (figure de gauche) qui modélisent le réseau de fissuration dans le matériau. Un code aux différences finies permet de simuler les transferts thermiques à travers le dépôt (cf. image de droite, les niveaux sont associés au flux de chaleur). Images tirées de [MEV01-02-03].

Pour appuyer ces travaux, de nombreux outils tant numériques qu'expérimentaux sont nécessaires, pour évaluer l'influence de chacun des facteurs d'amélioration aux différentes échelles d'observation. Ainsi, des simulations par dynamique moléculaire permettent de comprendre le lien entre structure atomique et caractéristiques thermiques, tandis que le lien entre microstructure et comportement

global du revêtement peut être étudié au moyen d'un code de simulation de transfert thermique aux différences finies [POU01]. Pour effectuer ces changements d'échelle de façon réaliste, de nombreux paramètres morphologiques doivent être pris en compte qui sont mesurés par microscopie électronique ou optique, ainsi que par diffraction des rayons X. Enfin, la validation de ces modèles nécessite des caractérisations précises des propriétés thermiques du matériau. Si la méthode flash en face avant permet de mesurer de façon fiable le comportement global du revêtement [KRA02], les caractéristiques thermiques microscopiques, à l'échelle des grains ou du réseau de fissure, ne sont pas encore connues de façon fine. Cette mesure est pourtant centrale puisqu'elle valide le passage nano/micro, et fournit les paramètres d'entrée des simulations permettant le passage micro/macro.

1.1.1.2 Aspects mécaniques

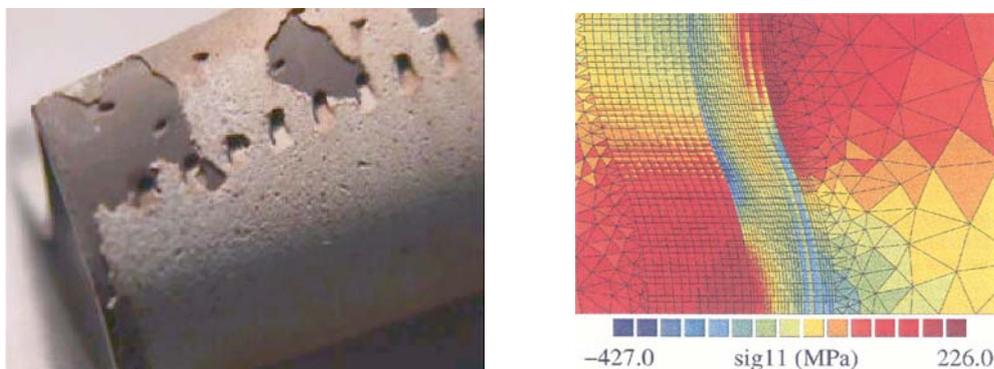


Figure 1.1.6 Sur la gauche, écaillage d'une barrière thermique assurant la protection des aubes de turbine par croissance d'une couche d'oxyde au niveau de la couche d'accrochage [JAC01]. Sur la droite simulation numérique de la croissance de la couche d'oxyde et des contraintes d'arrachement à l'interface [CAL01].

En fonctionnement, une couche d'oxyde se forme au niveau de la couche d'accrochage du revêtement, dont la croissance est à l'origine de l'écaillage de la barrière (cf. figure 1.1.6) [JAC01]. Ce mode de défaillance est critique car difficile à détecter de façon précoce. Pour comprendre les mécanismes d'endommagement, et garantir la fiabilité du système, des travaux de modélisation sont menés [CAL01]. Ils ont pour objectif de simuler la migration de l'oxygène, à travers le dépôt de zircon, et de l'aluminium, dans le super alliage, qui se mêlent pour former la couche d'alumine incriminée. Ces calculs de diffusion, sont couplés à des calculs élastoviscoplastiques, pour quantifier l'apparition et/ou la relaxation des contraintes d'accommodation dans ce système complexe. Ces simulations nécessitent la résolution couplée d'équations de diffusion, de transfert thermique et de mécanique en régime non linéaire, qui font chacune intervenir de nombreux paramètres environnement et matériaux.

Pour appuyer et/ou valider ces calculs, des techniques expérimentales performantes sont à nouveau nécessaires, de même que des observations par microscopie de l'évolution de la morphologie du système pour comprendre les mécanismes d'endommagement et observer la croissance de l'alumine. Ainsi, une technique de piezo-spectroscopie permet de mesurer in-situ l'apparition et la croissance des contraintes d'arrachement à l'interface dépôt/substrat [CHR96,MAR02], dont la décohésion peut être détectée par des méthodes ultrasonores [SAF00]. Cependant, la mesure in-situ des propriétés mécaniques des constituants reste toujours un problème, bien qu'un banc de micro-indentation instrumenté ait été réalisé pour mesurer les caractéristiques élasto-plastiques locales jusqu'à 1600°C. En effet, la détermination des

paramètres matériaux que permet réellement de mesurer cette technique est encore sujet à discussion, et les mesures qu'elle réalise sont aujourd'hui difficilement exploitables dans le cas de milieux hétérogènes et/ou anisotropes. A nouveau, des techniques alternatives et/ou complémentaires de caractérisation doivent être proposées.

1.1.2 Les composites thermo-structuraux



Figure 1.1.7 Pièce composite pour application aérospatiale. En haut à gauche, tuyère en composite C/C pour moteur de fusée. En haut à droite, corps de rentrée en composite C/C pour missile, en bas à gauche, prototype du nez de la navette de secours de la station internationale dont la pointe est constituée d'un composite C/C-SiC.

Pour réaliser des éléments de structure soumis à des températures supérieures à 2000°C utiliser une technologie composite est souvent inévitable. En effet, pour des températures supérieures à 1600°C, les propriétés mécaniques des alliages métalliques sont trop dégradées et deviennent très inférieures à celles des céramiques réfractaires. Par ailleurs, si les céramiques (type oxyde) sont de bonnes candidates pour résister à haute température à des ambiances chimiques et thermo-mécaniques sévères, leurs propriétés mécaniques demeurent insuffisantes à très haute température et l'utilisation du carbone reste ainsi la seule alternative.

Les composites qui sont étudiés dans ce mémoire sont destinés aux boucliers thermiques [OGA02] et tuyères des engins spatiaux [CHU02] (cf. figures 1.1.2 –1.1.3 et figure 1.1.7). Ces applications réclament des caractéristiques de tenue en température et de légèreté que seuls possèdent les composites thermo-structuraux à fibre et à matrice céramiques. Selon l'application tuyère ou corps de rentrée, et selon le type d'engin sur lequel ces éléments sont installés, la nature et les propriétés du matériau sont pourtant très différentes. Ainsi, si les composites Carbone/Carbone possèdent a priori les caractéristiques thermo-mécaniques les plus intéressantes, ils présentent le lourd désavantage de s'oxyder à haute température au contact de l'oxygène de l'air. Pour des engins récupérables, on pourra préférer une solution composite à matrice céramique

type C/C-SiC dont la matrice a la caractéristique avantageuse de former naturellement une couche protectrice de silice au contact de l'oxygène de l'air. Cependant, à très haute température, utiliser une matrice carbone reste incontournable et il faut s'accommoder de l'ablation du matériau.

Le choix du renfort de ces composites est "limité" puisque seules les fibres de carbone voient leur tenue mécanique, notamment la résistance au fluage, maintenue au delà de 2500°C. En pratique, ce choix est pourtant très vaste puisqu'il existe de nombreux types de fibres de carbone aux caractéristiques thermiques ou mécaniques très diverses (cf. figure 1.1.8 & 1.1.10). L'architecture et le comportement complexe de ces matériaux, ainsi que la mise en oeuvre de procédés de fabrication très spécifiques compliquent le développement de ces composites, et ceci d'autant plus que les environnements sévères auxquels ils sont soumis les rendent difficiles à qualifier en laboratoire. Enfin, en service voire en cours de fabrication, les propriétés des constituants de ces matériaux sont réputés évoluer fortement du fait des sollicitations thermo-mécaniques qui leur sont appliquées. Cet effet est d'autant plus difficile à prendre en compte qu'aucune méthode ne permet aujourd'hui de mesurer in-situ ces caractéristiques. Un instrument doit donc être développé en ce sens.

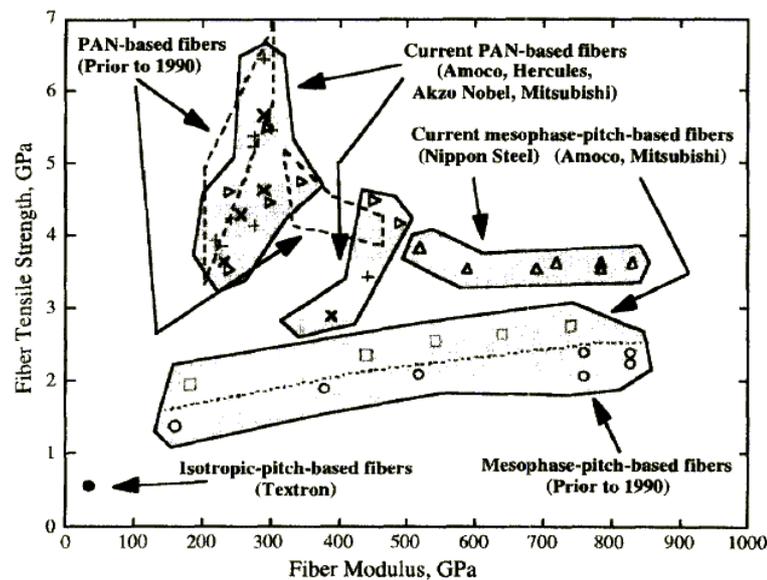


Figure 1.1.8 Propriétés mécaniques de quelques fibres Ex-PAN et Ex-Brai [EDI97].

1.1.2.1 Le carbone et les graphites

Le carbone étant le constituant incontournable des composites thermo-structuraux étudiés dans ce mémoire, il est nécessaire de rappeler brièvement les propriétés très particulières de ce matériau pour interpréter les analyses qui seront menées par la suite.

A condition normale de température et de pression, la phase stable du carbone est hexagonale et appelée graphite. Dans le plan basal, les atomes sont joints par des liaisons covalentes fortes, tandis que des forces de type Van Der Waals, beaucoup moins énergétiques, lient les plans de base. La faible énergie de faute d'empilement entre plans de base, désignés aussi par plan ou feuillets graphitiques, explique la présence de défauts cristallins nombreux. Les matériaux carbonés sont en pratique constitués d'un grand nombre de cristallites (USB) donc la dimension atteint au mieux et

au prix d'efforts importants 10 μ m dans le cas du graphite pyrolytique hautement orienté (GPOH).

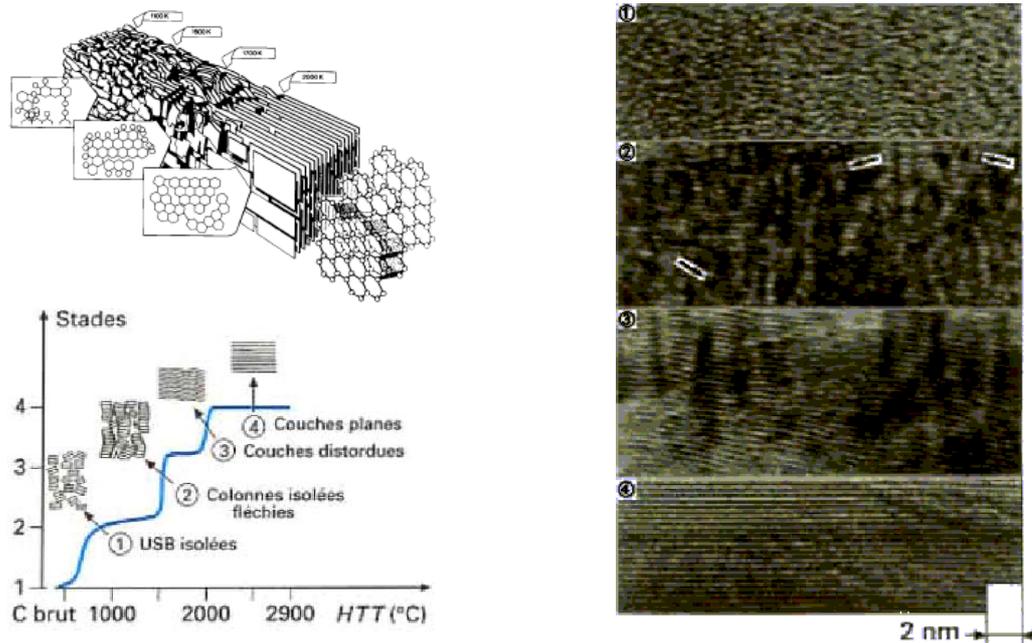


Figure 1.1.9 Evolution de la microstructure d'un carbone graphitisable lors d'un traitement thermique particulier (chauffe rapide) extrait de [COU]. Image 1 : Mise en évidence des unités structurales de base (USB) ou cristallites; plus petits éléments observables au microscope électronique à transmission, associés bord à bord en volumes orientés; Image 2 : 1300°C, association des USB en paquets de couches parallèles, croissance en épaisseur (structure discotique) ; Image 3 : 1600°C, coalescence latérale des USB ; croissance en diamètre donnant des couches continues distordues ; Images 4 : 2100°C, élimination des défauts conduisant à des couches graphitisées.

En outre, la structure atomique du graphite lui confère une forte anisotropie de comportement proche de celle du GPOH (cf. tableau 1.1.1). En conséquence, les propriétés macroscopiques des matériaux qui en sont constitués dépendent fortement de la texture/orientation des USB ainsi que de leur dimension (cf. figure 1.1.9), paramètre sur lequel agissent les élaborateurs pour obtenir les propriétés d'usage souhaitées. Enfin, ce matériau est particulièrement adapté aux applications à température élevée puisqu'il voit sa résistance mécanique maintenue jusqu'à 2500°C et se sublime à 3659°C. De plus, son coefficient de dilatation thermique peu élevé garanti, en service, une excellente stabilité dimensionnelle tout en évitant le développement de contraintes thermo-mécaniques.

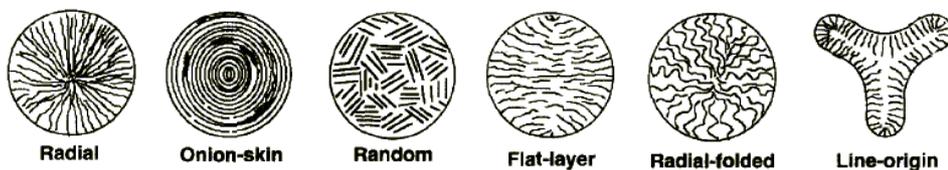


Figure 1.1.10 Microstructures transverses de fibres de carbone produites à partir de brai mésophase [EDI97].

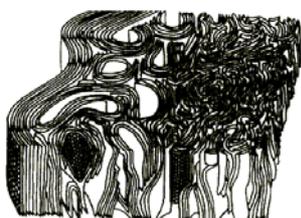


Figure 1.1.11 Modèle de la microstructure d'une fibre de carbone Ex-PAN.

| | Souple | Vitreux | Cuit | Filé | Isotrope | fibre | pyro | GPHO |
|---|---------|---------|------|------|----------|-------|-----------|------------|
| Densité g.cm ⁻³ | 1,1 | 1,5 | 1,6 | 1,7 | 1,75 | 1,8 | 2 | 2,26 |
| Résistance à la traction MPa | 4 | 100 | 9 | 12 | 25 | 3000 | 190 | |
| Module d'élasticité GPa | | 25 | 11 | 10 | 12 | 500 | 350 | 1000 |
| Conductivité thermique W.cm ⁻¹ .K ⁻¹ | 70 2 | 4 | 7 | 90 | 70 | 25 | 400 3 | 950 3,6 |
| Coefficient de dilatation thermique 10 ⁻⁶ .K ⁻¹ | 0 25 | 3 | 2,5 | 1,5 | 3 | 0 | 0,5 24 | -1 25 |

Tableau 1.1.1 Propriétés de différentes formes de matériaux carbone [COU,LUY], les valeurs indiquées sont celles mesurées parallèlement à la direction préférentielle d'orientation des feuillets graphitiques sauf les valeurs ombrées qui sont mesurées perpendiculairement aux feuillets graphitiques.

1.1.2.2 Fibres de carbone et matrices des composites thermo-structuraux

La fabrication de composés graphités est réalisée en général par pyrolyse de composés organiques (polymère, fibre naturelle) ou de dérivés de pétrole appelés précurseurs. La fabrication des renforts fibreux nécessite en outre une étape de filage (voire tissage) du précurseur. Dans ce cas, la pyrolyse est plus délicate puisque qu'elle nécessite un contrôle rigoureux de la tension appliquée au fil, au cours de processus pour ne pas le rompre; le paramètre tension étant par ailleurs très important vis à vis des propriétés du produit final.

Les procédés permettant la fabrication des matrices de carbone qui constituent les composites C/C varient à nouveau selon la nature du précurseur employé et les propriétés que l'on souhaite obtenir. En outre, ils peuvent être combinés. Ainsi, le carbone peut être produit par pyrolyse de la matrice polymère d'un composite carbone/résine, suivi d'étapes de densification par infiltration et pyrolyse successives d'un précurseur qui peut être de nature différente. Les matrices qui seront étudiées dans ce mémoire, sont quant à elles obtenues par craquage d'un gaz au contact de la préforme fibreuse portée à température élevée. Pour tous ces procédés, l'élaborateur peut agir sur de nombreux paramètres (température, pression, nature du précurseur, vitesse d'infiltration ...), qui contrôlent la morphologie et la texture finale du graphite, dont dépendent les propriétés locales et donc macroscopiques du composite. Enfin, la texture du graphite peut être accentuée au moyen de traitements thermiques à haute température, et évolue donc naturellement dans l'environnement que subit le matériau.

La matrice céramique des composites C/C-SiC (cf. figure 1.1.2) est constituée au plus de trois phases de carbone, de SiC et parfois de Si résiduel. Elle est obtenue à l'issue d'un procédé qui débute par la pyrolyse de la matrice d'un composite carbone/époxy pour produire la phase de carbone. Cette étape est suivie de l'infiltration d'un précurseur qui, porté à haute température, forme le silicium qui se mêle au carbone initial pour produire la phase de SiC. Ces étapes sont répétées jusqu'à densification du composite. Lorsque le matériau est pauvre en carbone, le silicium résiduel consomme les fibres et/ou forme la troisième phase de la matrice. Les propriétés thermo-mécaniques de ces trois constituants sont mal connues, car compte tenu de leurs modes particuliers d'obtention, ils trouvent difficilement des répliques macroscopiques.

L'exemple de ces deux types de matrice, démontre à nouveau le besoin de techniques de caractérisation thermo-mécanique in-situ, qui seules permettraient de mesurer les propriétés de ces volumes microscopiques de matière et dont on ne trouve

pas l'équivalent à l'échelle macroscopique. De telles mesures doivent permettre d'observer l'évolution des caractéristiques des constituants du matériau placé dans son environnement voire même durant sa fabrication et ainsi les sélectionner de façon optimale en vue d'une application donnée. Dans les paragraphes suivants, on dressera un bilan des techniques dédiées à la caractérisation des propriétés thermo-mécaniques de volumes microscopiques de matériaux.

I.2 Caractérisation thermique microscopique

Les fondements théoriques sur lesquels repose la mesure des grandeurs thermo-physiques microscopiques ne diffèrent pas de ceux utilisés à l'échelle macroscopique. Les grandeurs physiques qui doivent être mesurées sont la puissance, l'énergie, la température ou encore le flux de chaleur si on exclut du champ d'investigation les phénomènes radiato-convectifs. Le comportement thermique volumique d'un matériau isotrope est défini par deux coefficients indépendants qui sont, en régime statique, la conductivité thermique k et la chaleur spécifique c . Le premier paramètre issu de la loi de Fourier, relie flux de chaleur et gradient de température, le second relie élévation de température d'un volume de matériau à la chaleur (ou énergie) absorbée. En régime instationnaire, ces deux paramètres ne sont pas pertinents, et on fait apparaître la diffusivité et l'effusivité thermique du matériau, le premier caractérisant la capacité du matériau à propager la chaleur, tandis que le second correspond à l'impédance thermique du matériau.

Dès lors, parmi les techniques de caractérisation thermique, on peut distinguer les approches en régime stationnaire et instationnaire. Les premières techniques sont dédiées à la mesure de la conductivité thermique (conductivimétrie thermique) ou de la chaleur spécifique (calorimétrie). Leur mise en œuvre est délicate du fait de la difficulté de la mesure des grandeurs thermo-physiques (température, énergie, puissance ...) et de la maîtrise des conditions imposées (limitation des pertes ...). La seconde approche concerne surtout la mesure de la diffusivité thermique, l'effusivité thermique n'étant accessible le plus souvent que de façon relative. La diffusivité thermique, qui s'exprime en $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, est en théorie moins difficile à mesurer que les grandeurs véritablement thermiques k et c , puisqu'elle nécessite de déterminer soit un temps soit une distance caractéristique de propagation, grandeurs dont la métrologie est généralement bien maîtrisée.

Les techniques de caractérisation microscopiques sont souvent des versions miniaturisées de méthodes macroscopiques conventionnelles. L'objectif de ce chapitre n'est pas d'expliquer en détail les fondements théoriques sur lesquels reposent ces différentes techniques de mesure, qui sont présentés de façon extensive dans différents ouvrages et articles [DIO, DEG, DEP...]. Cet exposé se limite plutôt à une présentation des développements instrumentaux récents dans le domaine de la miniaturisation des sondes et capteurs thermiques ainsi que des sources de chaleur qui permettent de réaliser les mesures thermiques microscopiques. Les techniques de microscopie photothermique et en particulier la photoréflexion, dont on fera par la suite un usage extensif, seront présentées plus en détail. Pour conclure, un inventaire non exhaustif de différentes techniques de caractérisation thermique de revêtements minces et constituants de composites sera dressé.

I.2.1 Mesures thermiques microscopiques, état de l'art

On peut distinguer les techniques de caractérisation en fonction de l'évolution temporelle ou géométrique de la sollicitation thermique qui est imposée durant la mesure. A l'échelle microscopique, agir sur ces paramètres est difficile et on distingue essentiellement deux approches selon que la mesure est effectuée au moyen de micro-sondes thermiques, ou de façon non-intrusive souvent par voie optique.

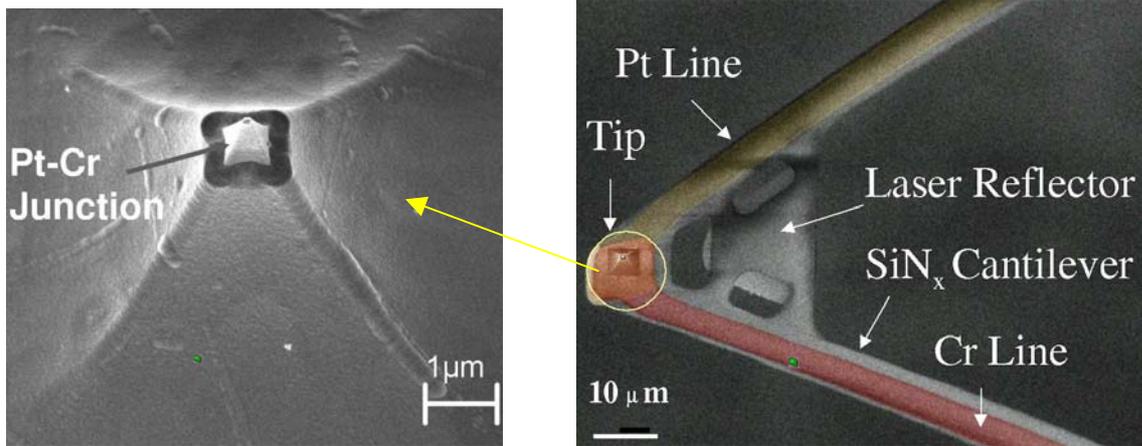


Figure 1.2.1.a Micro thermo-couple déposé à la pointe d'un levier AFM, le thermocouple est une jonction Pt-Cr (Origine présentation D^{Pt} of Mechanical Engineering – University of Texas / Austin).

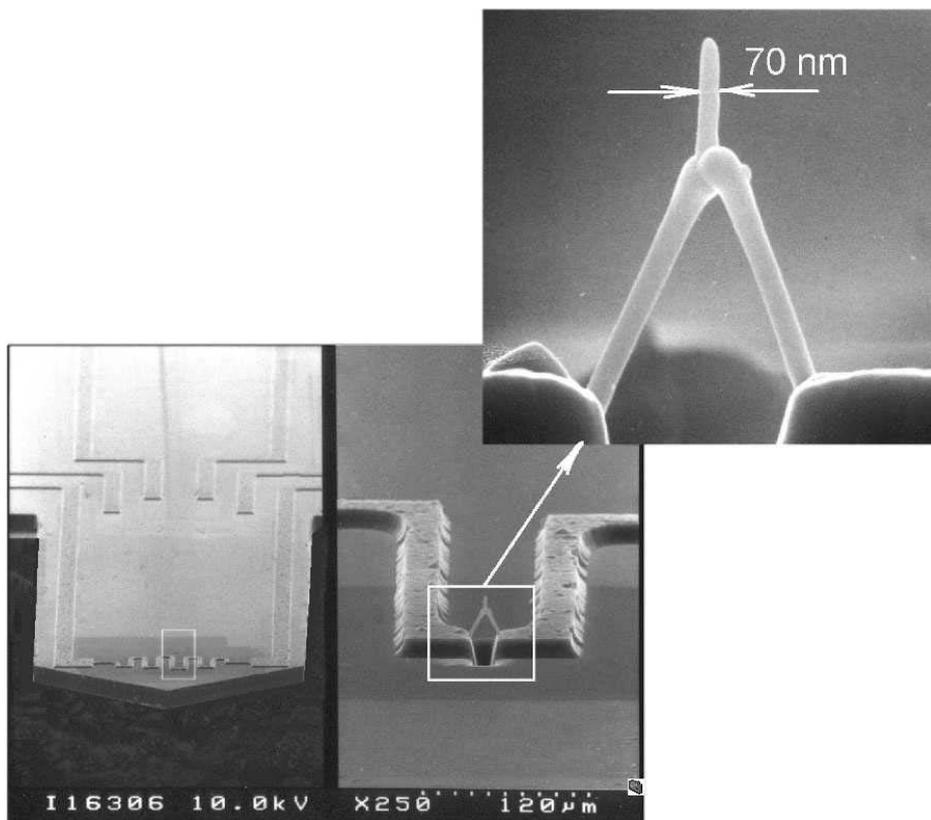


Figure 1.2.1.b Micro-sonde thermique de type fil chaud.

Figure 1.2.1 Exemple de nano/micro sondes thermiques de différente technologie. Sur la figure 1.1.9.a est présenté un microthermo-couple, sur la figure 1.1.9.b est présentée une sonde de type fil chaud. Ces deux capteurs sont placés sur une pointe AFM, et permettent d'effectuer en parallèle des mesures thermiques des mesures topographiques.

1.2.1.1 Sondes thermiques locales

L'accès généralisé aux micro/nano technologies autrefois réservées aux industriels du secteur microélectronique et informatique, permet aujourd'hui à de nombreuses équipes de proposer des sondes thermiques microscopiques de différentes conceptions (cf. figure 1.2.1) [RAN01]. Grâce aux progrès réalisés dans le domaine de la gravure, du marquage et des procédés de dépôt, on réalise aujourd'hui des thermocouples de dimension nanométrique, mais aussi des circuits actifs comme des résistances microscopiques qui produisent par effet Joules des échauffements localisés. Un type de sonde locale très répandu aujourd'hui est un fil chaud d'une longueur proche de $100\mu\text{m}$, et de quelques micromètres de diamètre [PRI99]. Ce fil résistif ou plus récemment piezo-résistif, est placé sur une pointe de microscope à force atomique, et peut être utilisé dans les mêmes conditions expérimentales que ces instruments, permettant ainsi d'imager la topographie de l'échantillon. Cet instrument dénommé Scanning Thermal Microscope (S_{Th}M) est commercialisé par la société TA Instruments (référence $\mu\text{TA 2990}$ microthermal analyser). Tout comme en anémométrie, la température T du fil est déduite de sa résistivité R . De nombreux types de configurations sont possibles [GME98]. La mesure est dite active lorsque le fil est alimenté par un courant I suffisamment intense pour produire une source de chaleur Q et passive dans le cas contraire. Dans le premier cas, deux mesures sont possibles selon que l'on maintient constant le courant d'alimentation (i.e. énergie dissipée) ou la résistivité (i.e. température) du fil. Enfin, comme en AFM on peut placer le fil en contact avec la surface de l'objet étudié ou maintenir constante leur distance relative. La résolution spatiale annoncée sur des détecteurs ce type est de l'ordre de 20nm , pour une sensibilité de 10^{-3}K . Outre les mesures AFM conventionnelles cette sonde permet de réaliser des cartographies de température, des images révélant le contraste thermique dans l'échantillon voire réaliser des caractérisations thermiques très locales en analysant l'évolution $R(I)$ (i.e. $Q(T)$). Schématiquement, l'exploitation de ces mesures repose sur l'hypothèse que le flux de chaleur dissipé dans l'échantillon en contact avec le fil chaud, qui est maintenu à température constante, est proportionnel au courant d'alimentation. Après calibration, la mesure du courant d'alimentation est sensé indiquer la conductivité locale de l'échantillon. En pratique, l'exploitation de ces mesures est plus complexe et de nombreux travaux sont actuellement menés pour prendre en compte le caractère intrusif de la sonde qui conduit à des artefacts expérimentaux. Ces modèles doivent permettre une interprétation plus riche des expériences, et de quantifier de plus nombreux paramètres (détection de température, de changement de phase, température de transition vitreuse, grandeurs électriques ...).

Pour mesurer la température, le fil chaud peut être remplacé par un thermo-couple dont la jonction est suffisamment petite pour obtenir une résolution spatiale microscopique. Les références [THI94, THI03], montrent plusieurs exemples différents de telles sondes. Pour travailler en mode actif, il faut produire une source de chaleur ce que permet l'ajout d'une micro-résistance intégrée au voisinage du micro-thermocouple. Dans ce cas, le détecteur et l'élément de chauffage sont distincts. Plutôt qu'une pointe AFM, une fibre optique étirée a aussi été utilisée, à l'Apex de laquelle un micro thermocouple (Cr-Ni) peut être réalisé. Ce capteur de dimension manométrique ne semble par avoir été pour l'instant utilisé pour réaliser des mesures de type S_{Th}M, mais dispose a priori des caractéristiques nécessaires, tout en offrant en outre des potentialités pour réaliser des mesures en champ proche optique. En effet, la fibre optique permet de convoyer de la lumière jusqu'à son extrémité qui en laisse filtrer une

partie. La densité lumineuse importante en pointe de fibre produit un échauffement important qui peut être mis à profit pour une utilisation de cette sonde en mode actif.

Outre ces microsondes de température et microdispositifs de chauffage, dont on trouvera un inventaire plus complet dans les références [THI98, WIN03], de multiples objets (microfluxmètres, microcalorimètre, micro module Peltier ...) ont été réalisés pour des applications très spécifiques essentiellement en micro-électronique. Ces réalisations peu "portables" n'ont pas été développées pour traiter des problèmes de caractérisation de matériaux et sont difficilement transposables à ces applications.

Ces thermocouples, d'une dimension inférieure à $0,5 \mu\text{m}$, possèdent une bande passante importante ($\approx 100 \text{ kHz}$), et du fait de leur faible volume sont réputés faiblement intrusifs (capacité thermique de quelques pJ.K^{-1}). Si ils disposent des caractéristiques souhaitées pour réaliser des analyses microscopiques, l'utilisation d'une sonde "matérielle" pour mesurer des phénomènes thermiques pose les mêmes problèmes qu'à l'échelle macroscopique. En effet, ces objets interagissent avec leur environnement et il faut évaluer, surtout dans le cas de phénomènes instationnaires et de champ hétérogènes la perturbation qu'il apporte au phénomène étudié. Des modèles souvent complexes du comportement de la sonde sont nécessaires pour interpréter correctement ces mesures, dont on s'aperçoit que la résolution est bien moindre que la dimension du capteur. Par ailleurs, des questions plus fondamentales se posent quant à l'utilisation des grandeurs conventionnelles de la thermique pour décrire les échanges thermiques dans des volumes dont la dimension est inférieure au libre parcours moyen des phonons. Enfin, la technologie employée rend ces sondes peu accessibles, fragiles et oblige à utiliser une instrumentation lourde. Pour les besoins exprimés ici, ces sondes ne semblent pas adaptées. En effet, la mesure réalisée est ponctuelle (même position de la source de chaleur et du point de mesure), ce qui rend difficile la prise en compte de l'anisotropie thermique du matériau (cf. chapitre II.2.).

1.2.1.2 Mesures non invasives de température

Pour réaliser des mesures non intrusives, des techniques optiques sont apparues très tôt, à l'image de la thermographie infra-rouge à l'échelle macroscopique. En fait, ces moyens ont été développés avant les microsondes dont la fabrication n'a pu être entreprise que récemment. Néanmoins, les méthodes optiques ont amplement profité des progrès technologiques récents réalisés sur les lasers et en optoélectronique. Elles reposent sur la mesure de l'évolution d'un paramètre ou une grandeur optique lors d'une variation de température. L'étalonnage nécessaire pour réaliser une mesure absolue est complexe et rarement réalisé, on se contente alors d'enregistrer les variations temporelles ou spatiales de la température. Néanmoins, ces techniques sont appropriées pour réaliser des caractérisations en régime instationnaire qui permettent la mesure de la diffusivité thermique. La détection optique des variations de température est réalisée en mesurant soit une variation d'indice, soit l'intensité du rayonnement infrarouge dus à l'échauffement. Ces mesures n'étant pas réalisées en champ proche optique, leur résolution spatiale est limitée par des phénomènes de diffraction et dépend de la longueur d'onde du rayonnement étudié ainsi que de la qualité des optiques.

La mesure de température la plus résolue qui puisse être obtenue par détection du rayonnement infra-rouge est obtenue en utilisant un objectif Cassegrain à forte ouverture numérique [BIS99]. La résolution théorique, correspondant au pouvoir séparateur du microscope est donné par la relation bien connue $1,22\lambda/ON$. La difficulté pour cette mesure est liée à la large bande spectrale du rayonnement infra-rouge qui évolue en fonction de la température de l'objet (cf. loi du corps noir) et est à l'origine de

phénomènes de convolution complexes. L'utilisation d'un monodétecteur adapté couplé à une détection synchrone, permet de mesurer les variations de température avec une sensibilité importante. D'autres instruments de la même famille ont été utilisés par ailleurs dont on trouvera une présentation plus approfondie ainsi que des exemples d'application dans les références [HILL01, ...]. Bien qu'optimisés, ces dispositifs ne disposent pas d'une résolution suffisante pour effectuer les caractérisations demandées.

De nombreux autres moyens ont été développés pour détecter les variations de température à la surface d'un objet soit en mesurant sa variation d'indice (coefficient de réflexion R ou indice n) soit de façon indirecte en mesurant la variation d'indice du milieu qui l'environne. Les dispositifs les plus répandus à ce jour utilisent l'effet mirage, le phénomène de lentille thermique, ou la technique de photoréflexion. Les deux premières méthodes reposent sur la mesure de la déviation ou défocalisation d'un faisceau laser, appelé faisceau sonde, à la traversée du gradient d'indice d'origine thermique, et qui agit comme une lentille. Ces instruments, possèdent une sensibilité remarquable et sont aujourd'hui utilisés dans des domaines aussi variés que la spectrographie, le contrôle non destructif ou encore la caractérisation thermique et optique des matériaux. Sauf en présence de milieux transparents à la longueur d'onde du faisceau sonde, la mesure est indirecte puisque la variation de température est détectée dans le milieu environnant (air, liquide d'immersion). Cette mesure est tomographique, puisque les perturbations sont sommées tout le long du trajet suivi par le faisceau sonde. Ce dernier, étant par ailleurs peu focalisé au droit de la zone de mesure, la résolution spatiale attendue ne répond pas au cahier des charges qui a été fixé.

La seule technique qui semble pouvoir rivaliser avec les micro-sondes thermiques en terme de résolution est la photoréflexion. Elle repose sur la mesure de la variation du coefficient de réflexion (i.e. variation d'indice) de l'échantillon analysé. Le principe de cette méthode ainsi que des exemples concrets de dispositifs réalisés sur ces concepts sont présentés dans le paragraphe 1.2.2. Enfin, les techniques de microscopie photothermique qui reposent sur la mesure de la dilatation de la surface sous l'effet de l'échauffement de l'échantillon, réputées méthodes de caractérisation thermique, et possédant une résolution microscopique, ne sont pas incluses dans cette famille. En effet, les dispositifs interférométriques ou de photodéflexion, montrent une sensibilité non négligeable à certains paramètres mécaniques dont la détermination fait l'objet d'une part importante du travail présenté dans ce mémoire. De même que les dispositifs dédiés à la mesure du coefficient de dilatation thermique, elles seront présentées au paragraphe 1.3. Enfin, pour conclure cet inventaire, des méthodes de caractérisation thermique microscopique, sont présentées dans le paragraphe suivant les techniques susceptibles d'être appliquées aux barrières thermiques et constituants de composite qui sont l'objet de ce travail.

1.2.1.3 Caractérisation thermique des constituants de composite et revêtements minces

La production de renforts fibreux et de matrices de composites, ainsi que des revêtements minces a posé dès le départ le problème de la mise au point de techniques qui permettent la caractérisation de ces éléments. Jusqu'à aujourd'hui, peu d'investigations locales ont été réalisées à l'échelle du constituant [YU97, MUN98, EDW00, BLA03], et les méthodes proposées restent souvent des transpositions des techniques d'analyse macroscopique permettant d'appliquer des sollicitations thermiques à ces géométries particulières.

Les caractéristiques longitudinales des fibres sont les seules étudiées de façon systématique puisqu'elles sont censées conférer au matériau ses propriétés d'usage macroscopiques. La mesure des propriétés thermiques des renforts est réalisée systématiquement ex-situ (hors composite). La difficulté réside surtout dans la réalisation de support de fibres qui permettent la mise en œuvre de techniques conventionnelles sur des objets d'aussi faible dimension. Essentiellement, elles sont dédiées à la mesure de la diffusivité thermique. Le chauffage peut être appliqué par voie optique, ou par effet Joules en injectant du courant directement dans la fibre. La variation de température dans la fibre est observée par thermographie ou encore au moyen de sonde de température adaptée. On trouvera dans les références [SAU02] des exemples de tels dispositifs, et dans la référence [SAU01] la description d'une approche originale pour mesurer la capacité thermique à chaud de fibre et qui encore en cours de validation. Aucune de ces méthodes ne permet de mesurer les caractéristiques transverses des fibres et aujourd'hui, les seuls travaux menés en ce sens consistent à déduire ces paramètres de mesures macroscopiques au moyen d'une méthode d'identification inverse couplée à un modèle d'homogénéisation. La caractérisation des matrices de composite est souvent négligée et on adopte pour ce constituant les propriétés d'un "même" matériau de dimension macroscopique.

Concernant la mesure des propriétés thermiques de revêtement mince, on dispose avec la méthode flash face avant et de l'interférométrie d'onde thermique, de deux méthodes performantes et validées sur de nombreux exemples, dédiées à la mesure des propriétés thermiques de films minces. Si leur résolution spatiale est élevée en profondeur, elle est nulle parallèlement au revêtement qui est soumis pour ces essais à un échauffement uniforme. Le principe de ces techniques sera présenté plus en détail au chapitre III.1. Enfin, on trouvera de nombreux autres travaux plus spécifiques, menés sur la caractérisation des films et revêtements minces et qui utilisent des techniques photothermiques ou des micro-sondes thermiques.

De cet exposé, non exhaustif, des différentes techniques de caractérisation thermique possédant une résolution spatiale élevée, il apparaît que seule la photoréflexion semble suffisamment aboutie pour être appliquée aux matériaux complexes qui sont étudiés ici. Dans le chapitre suivant, le principe et la mise en œuvre de cette technique de microscopie photothermique sont présentés plus en détail.

1.2.2 Caractérisation thermique microscopique par photoréflexion

Dans les trois paragraphes suivants seront exposés successivement le principe de la mesure de "température" par photoréflexion, l'architecture générale des dispositifs expérimentaux qui permettent cette mesure, puis des exemples académiques de mesure de la diffusivité thermique d'un matériau homogène isotrope réalisé avec cet instrument dans un volume microscopique de matériau.

1.2.2.1 Principe de la mesure

Comme son nom l'indique, la photoréflexion consiste à mesurer la variation du coefficient de réflexion d'un échantillon qui évolue avec la température de surface [ROS85]. Cette technique est plutôt adaptée aux matériaux opaques, et nécessite un polissage de qualité optique des échantillons analysés. Ces variations de réflectivité $1/R \cdot \partial R / \partial T$ sont très faibles et dépassent rarement 10^{-4}K^{-1} . En régime statique, les variations spatiales et/ou temporelles de la réflectivité thermiquement induites ne

peuvent être distinguées des fluctuations dues à l'hétérogénéité de l'échantillon, ou à la présence de défauts optiques (rayures ...). Pour isoler d'aussi faibles variations, le signal est marqué en produisant une élévation de température instationnaire à l'origine d'un signal qui, une fois détecté, peut être filtré et/ou moyenné.

Pour mesurer la variation de réflectivité on dirige un faisceau lumineux d'intensité continue vers la surface de l'objet étudié. La réflexion modifie l'intensité lumineuse du faisceau qui s'écrit :

$$I(x,y,t) = I_0 R(x,y,T(t)) \quad (1.2.1)$$

Au point (x,y) , on peut décomposer la température locale comme la somme de deux composantes stationnaire et instationnaire :

$$T(x,y,t) = T_{dc}(x,y) + T_{ac}(x,y,t) \quad (1.2.2)$$

En première approximation, si on suppose que le coefficient de réflexion varie linéairement avec la température, l'expression (1.2.1) devient :

$$I(x,y,t) = I_0 R(x,y,T_{dc}(x,y)) + I_0 \frac{\partial R}{\partial T}(x,y,T_{dc}(x,y)) T_{ac}(x,y,t) \quad (1.2.3)$$

L'intensité lumineuse du faisceau réfléchi est mesurée au moyen d'un photodétecteur (caméra CCD, photodiode), dont le signal est traité (détection synchrone, moyennage) pour n'extraire que la seule composante dynamique :

$$I_{ac}(x,y,t) = I_0 \frac{\partial R}{\partial T}(x,y,T_{dc}(x,y)) T_{ac}(x,y,t) \quad (1.2.4)$$

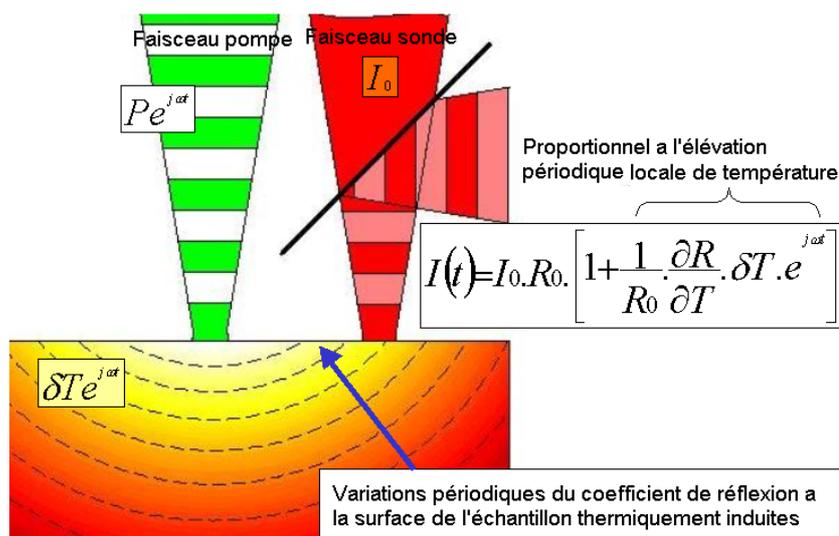


Figure 1.2.2 Principe de la photoréflexion. La détection de la variation de température à la surface de l'échantillon à mesurer la variation de réflectivité thermiquement induite. Pour ce faire on enregistre la variation d'intensité lumineuse d'un faisceau laser qui se réfléchit à la surface de l'objet et dont l'intensité initiale est continue. Pour caractériser le matériau, un échauffement est produit en focalisant un laser de "puissance" dont l'intensité varie de façon instationnaire (souvent modulé, ou impulsionnel).

La relation (1.2.4) montre qu'il est difficile de mesurer de façon absolue l'élévation de température T_{ac} . En effet, le signal mesuré est proportionnel à des paramètres optiques et expérimentaux mal connus, de sorte qu'une telle mesure nécessiterait un étalonnage précis de l'intensité incidente I_0 , mais aussi une connaissance précise en tout point de la surface du terme $\partial R/\partial T$ qui dépend en outre de la composante continue de l'élévation de température locale T_{ac} . La résolution spatiale de cette mesure optique, qui dépend de la longueur d'onde du faisceau d'illumination et de la qualité des optiques, est donc sub-micrométrique puisque les longueurs d'onde utilisées sont dans le spectre visible de la lumière. La sensibilité de cette technique ne peut être définie en terme de température mais plutôt en terme de variation de réflectivité détectable, la première dépendant en conséquence fortement de la nature du matériau, ainsi que de la longueur d'onde de la sonde optique. Selon la relation 1.2.4, le signal est directement proportionnel aux variations temporelles locales de la température de sorte que cette technique est adaptée à la caractérisation microscopique de matériaux en régime instationnaire.

Pour réaliser une mesure résolue spatialement, il faut aussi produire une source de chaleur confinée. Sur les circuits électroniques, la chaleur est produite, par exemple par effet Joules, dès la mise sous tension, et la photoréflexion permet de détecter la présence de points chauds dans le circuit qui nuisent à ses performances [FOU01]. Le plus souvent, les échantillons sont passifs et la source de chaleur doit être produite par l'extérieur. La méthode la plus simple consiste à pomper le matériau par voie optique avec un deuxième faisceau laser dont l'intensité suit une évolution temporelle de type échelon, porte, ou périodique et produit une évolution de température instationnaire et reproductible. Le champ de température à la surface de l'échantillon ayant été mesuré par photoréflexion, les propriétés thermiques du milieu sont ensuite identifiées au moyen d'un modèle prédictif simulant l'élévation de température mesurée et prenant en compte les différents paramètres expérimentaux ainsi que la nature parfois complexe de l'échantillon (hétérogène, non-linéaire, anisotrope ...). Dans cette configuration caractérisation thermique, la résolution de la mesure est donnée par la taille de la sonde optique et de la source de chaleur d'une part mais aussi par l'extension du volume de matériau qui s'échauffe lors de l'analyse et qu'il faut définir.

1.2.2.2 Mise en œuvre expérimentale

L'architecture des microscopes photothermiques qui utilisent ce phénomène de photoréflexion n'a pas connu d'évolution importante récente, et reste calquée sur le microscope de Pottier [POT94], dont les éléments essentiels sont décrit ci-dessous (cf. figure 1.2.3).

Le faisceau de chauffage, ou faisceau pompe, est produit par un laser de "puissance", souvent à argon ionisé ou plus récemment des Yag doublés en fréquence. L'évolution temporelle de l'intensité du faisceau pompe est imposée au moyen d'un chopper mécanique ou d'un modulateur acousto-optique qui sont pilotés par un générateur de fonction programmable. Le faisceau pompe est ensuite dirigé vers un microscope métallographique, au moyen d'un miroir dichroïque, avant d'être focalisé à la surface de l'échantillon étudié. Le microscope permet dans le même temps de visualiser la zone d'étude et de positionner les spots des faisceaux de chauffage et de détection. Ce dernier, aussi appelé faisceau sonde, est produit par un laser de moindre puissance d'intensité continue et collimaté. Les lasers He-Ne utilisés à l'origine ont été remplacés par des diodes laser beaucoup moins coûteuses et qui présentent dans le domaine fréquentiel utile de cet instrument un bruit d'intensité plus faible. Le faisceau

traverse un cube séparateur de polarisation, une lame quart d'onde qui rend sa polarisation circulaire, puis la lame dichroïque mentionnée précédemment. Il est ensuite focalisé à la surface de l'échantillon par le même microscope métallographique que le faisceau pompe. Après réflexion, il suit le trajet inverse, et voit sa polarisation tourner de 90° par rapport à sa direction initiale en traversant de nouveau la lame quart d'onde. Il est alors dévié par le cube séparateur de polarisation vers un photodétecteur dont le signal électrique est moyenné en régime transitoire avec un oscilloscope numérique et filtré en régime harmonique avec une détection synchrone, de façon à accroître le rapport signal/bruit.

A l'image des AFM thermiques, cet instrument peut être utilisé dans différentes configurations associées à autant de types de mesure (mode actif/passif, caractérisation locale/imagerie thermique). Ainsi, en déplaçant l'échantillon horizontalement dans le plan focal de l'objectif au moyen de platines de translations micrométriques, et en relevant pour chaque position occupée par les faisceaux le signal photothermique, on réalise des images thermiques de l'échantillon. En mode passif, seule la sonde est déplacée, ce qui met en évidence des points chauds à la surface de l'objet. En mode actif, le faisceau pompe chauffe l'échantillon, et le contraste observé sur les images révèle la variation des propriétés d'un point à l'autre de l'échantillon. Pour caractériser plus précisément mais aussi plus localement le milieu, on fait varier les conditions expérimentales (fréquence de modulation, distance pompe/sonde ...) et on enregistre simultanément la variation de température (de signal de photoréflexion) qui en résulte. Pour modifier la distance entre faisceaux pompe et sonde, on motorise le miroir dichroïque qui dirige le faisceau dont le spot est déplacé à la surface de l'échantillon. Sur les premiers dispositifs, le faisceau sonde était déplacé [LEP92], de sorte que la mesure se trouvait fortement affectée par la présence de défauts optiques. La solution retenue aujourd'hui consiste à déplacer le faisceau de chauffage plutôt que le faisceau sonde, ce qui est équivalent lorsque le milieu est homogène, et permet de s'affranchir de ces artefacts expérimentaux.

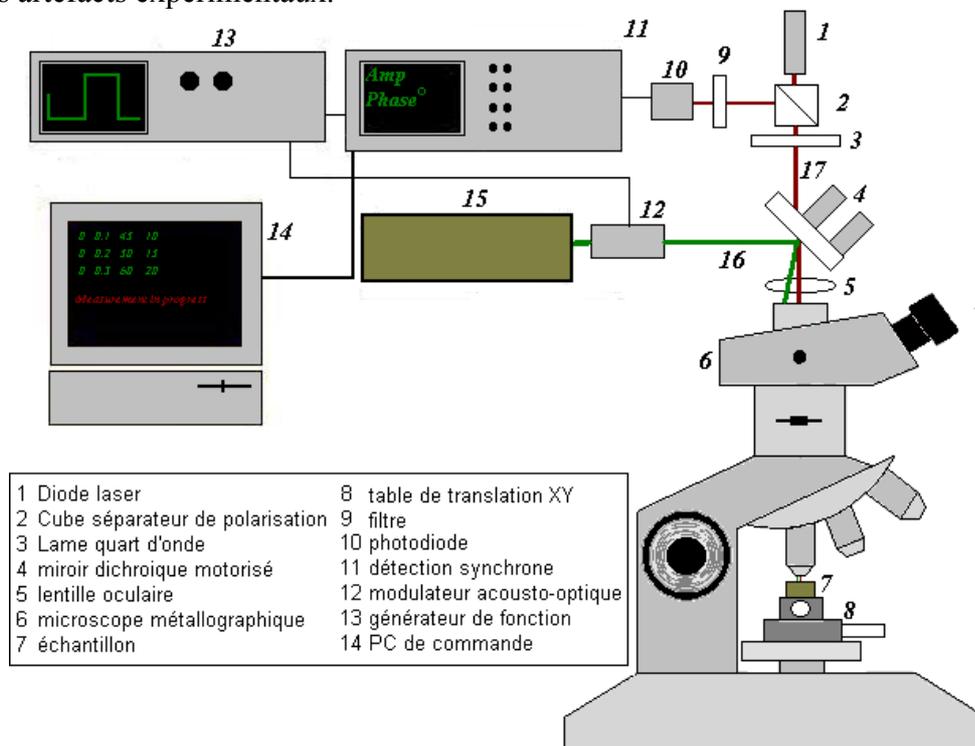


Figure 1.2.3 Schéma d'un microscope photothermique à photoréflexion permettant la mesure de la diffusivité thermique d'échantillons microscopiques.

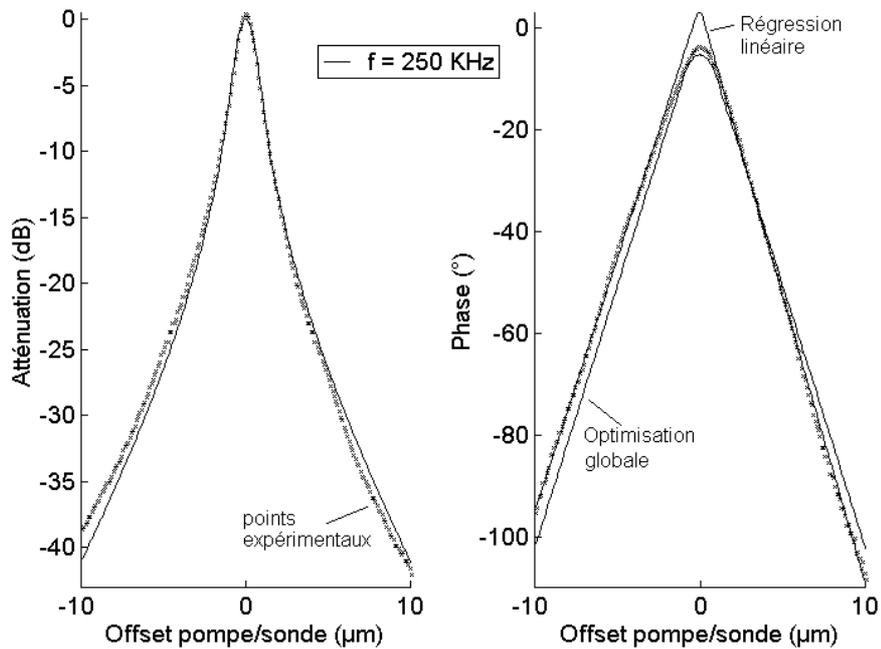


Figure 1.2.4 Mesure par photoréflexion de l'atténuation et de la phase de l'élévation périodique de température à la surface d'un grain de nickel chauffé par un faisceau laser focalisé et modulé en intensité à 250 kHz. La diffusivité thermique du milieu est déduite de la pente des portions linéaire de phase ou par ajustement de l'ensemble des données expérimentales à l'aide d'un modèle adapté et d'un algorithme d'optimisation.

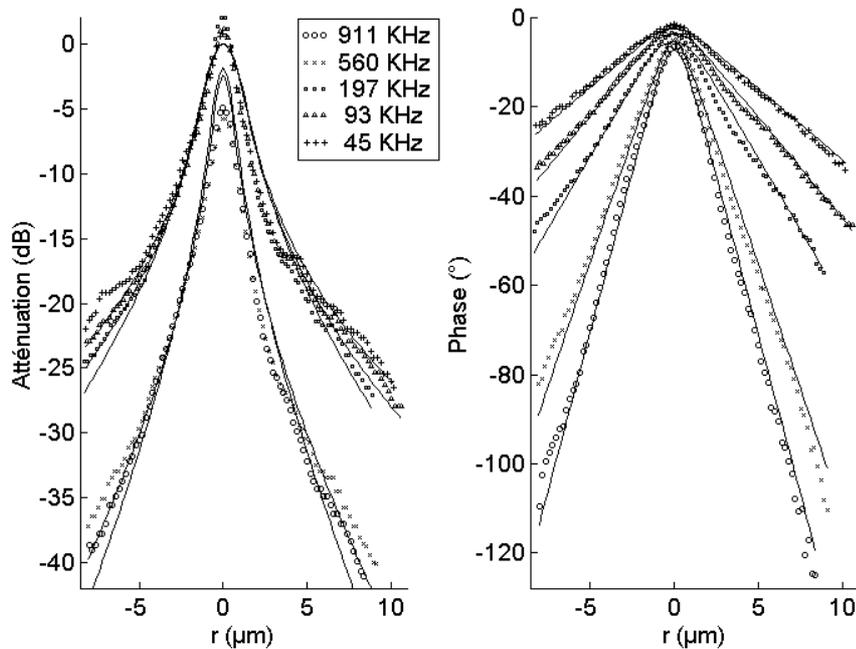


Figure 1.2.5 Mesure de l'élévation périodique de température par photoréflexion à la surface d'un échantillon d'AU4G. L'exploitation des données expérimentales indique une diffusivité thermique de $41,7\text{mm}^2\cdot\text{s}^{-1}$.

1.2.2.3 Exemple de mesure

La figure 1.2.4 montre l'évolution de l'élévation périodique de température δT mesurée par photoréflexion à la surface d'un grain de nickel, sur lequel est focalisé un faisceau laser modulé à 250 kHz, et obtenue en déplaçant le faisceau pompe. Cette mesure permet de déterminer très simplement la diffusivité thermique α du matériau. En effet, si on suppose en première approximation que l'extension spatiale de la source de chaleur, modulée en intensité (pulsation $\omega=2\pi f$) et produite par le faisceau laser, est très faible, l'élévation périodique de température qui s'établit dans le milieu s'écrit :

$$\delta T(r) = \frac{Q}{4\pi r} \exp\left(-\frac{r}{\mu}\right) \sin\left(\omega t - \frac{r}{\mu}\right) \quad (1.2.5)$$

où :

$$\mu = \sqrt{\frac{\alpha}{\pi f}} \quad (1.2.6)$$

Cette relation montre que moduler l'intensité de la source de chaleur permet aussi de confiner l'échauffement dans un volume de dimension microscopique (cf. chapitre II), ce qui est nécessaire pour réaliser une mesure résolue spatialement. En régime harmonique, la diffusion de la chaleur est assimilable à la propagation d'une onde évanescente comme l'indique l'évolution linéaire du déphasage entre élévation périodique locale de température et la modulation de la source de chaleur en fonction de r . Mesurer la pente, qui vaut $-1/\mu$ (cf. relations 1.2.5 & 1.2.6), et ne dépend de la fréquence de modulation et de la diffusivité thermique du matériau, permet d'obtenir ce dernier paramètre.

La mesure présentée sur la figure 1.2.4 montre effectivement une décroissance linéaire du déphasage de part et d'autre de la source de chaleur. La diffusivité thermique déduite de la pente relevée sur ces profils vaut $22 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, ce qui correspond aux valeurs indiquées dans la littérature pour ce type de matériau. Une série de mesures est par ailleurs réalisée sur un alliage d'aluminium (AU4G) qui montre l'évolution du champ de température en fonction la fréquence de modulation. La diffusivité thermique déduite de la pente de la phase mesurée sur ces différents profils vaut $51^{\pm 0.4} \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ et montre une dispersion relativement importante sur la diffusivité thermique déterminée par cette méthode. Un programme d'identification présenté plus en détail dans le chapitre II.1 afin de rendre la technique plus robuste et indique une diffusivité thermique de $47,7 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$. Cette technique a été mise en œuvre sur des matériaux "simples" homogènes et isotropes. Pour appliquer cette technique à la caractérisation de barrières thermiques et de constituants de composites, de nombreux développements sont nécessaires qui feront l'objet de la partie II de ce mémoire.

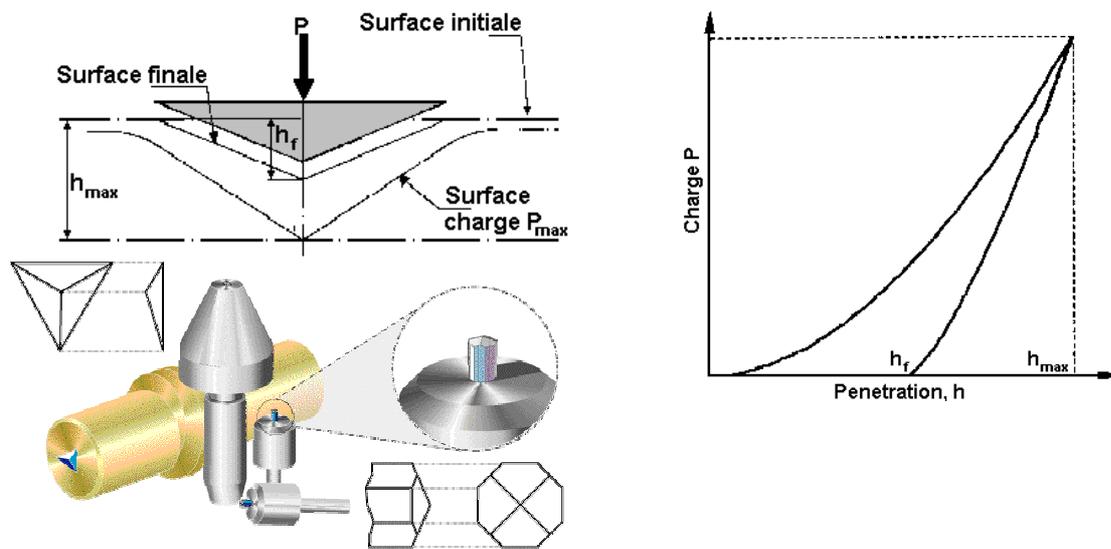


Figure 1.3.1 Description d’une expérience de micro-indentation (en haut à gauche). A gauche, en haut description de la géométrie, en bas, différents types d’indenteurs pyramidaux (à base triangulaire, à base carrée). A droite, allure typique d’une courbe charge/déplacement réalisée en indentation instrumentée. Le matériau plastifie dès le début de la mise en charge, ce qui explique l’évolution non linéaire de ces courbes. La rigidité du matériau est généralement déduite de la pente dP/dh , au début de la décharge, tandis que des méthodes plus sophistiquées peuvent être utilisées pour déterminer la limite d’élasticité et le coefficient d’écroutissage du matériau. Enfin, la taille de l’empreinte résiduelle est mesurée pour déterminer la dureté du matériau.

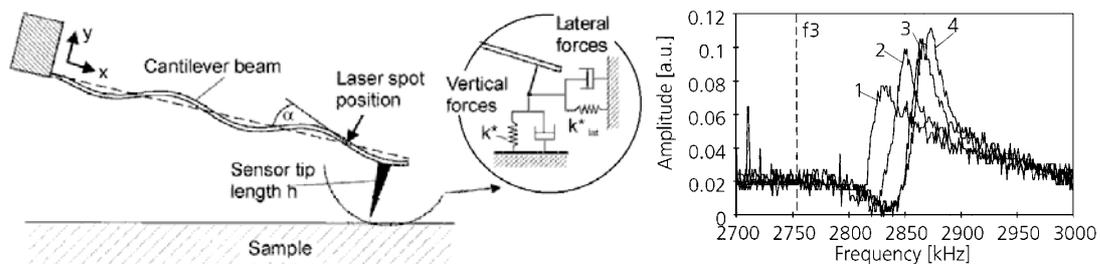


Figure 1.3.2 Mesure des propriétés élastiques nanoscopiques par microscopie acoustique à force atomique (AFAM) (extrait de [RAB00,RAB02]). Sur la droite, principe de la spectroscopie de résonance de contact d’AFM. Le levier AFM, peut être assimilé à une poutre en flexion encastree. Les conditions aux limites à l’autre extrémité dépendent de l’interaction entre pointe et échantillon. Si les amplitudes restent faibles les actions mécaniques peuvent être représentées par un système ressort/amortisseur [RAB02]. Sur la droite, spectre de résonance de contact expérimental mesuré sur un mono cristal de silicium, avec un levier de rigidité 55N/m. Les pics représentés sont associés au cinquième mode de résonance. Les numéros de 1 à 4 correspondent à des valeurs différentes de l’effort appliqué au levier (1 – 550 nN , 2 – 1100 nN, 3 – 1650 nN, 4 – 2200 nN), La fréquence propre correspondant du mode correspondant pour une poutre libre est indiqué par le trait en pointillé [RAB00].

I.3 Caractérisation mécanique microscopique

Malgré les besoins exprimés dans de nombreuses disciplines scientifiques et techniques, peu de techniques semblent à même de mesurer de façon fiable et résolue les propriétés thermo-élastiques des matériaux. La réalisation d'essais mécaniques nécessite de mesurer au moins deux grandeurs que sont la force et le déplacement (ou déformation) et qui semblent, macroscopiquement au moins, métrologiquement plus accessibles que les grandeurs thermo-physiques. Cependant mesurer la température reste nécessaire pour étudier le comportement thermo-mécanique du matériau (cf. coefficient de dilatation thermique). En pratique, transposer des essais mécaniques conventionnels à l'échelle microscopique pour mesurer in-situ des propriétés mécaniques est difficile, puisque outre les problèmes technologiques liés à la mesure d'efforts très faibles, il est difficile de réaliser un essai mécanique propre (champ homogène ...) sur un matériau massif et hétérogène.

Dans ce chapitre est dressé un inventaire non exhaustif des différentes techniques qui présentent une sensibilité à des grandeurs thermomécaniques à l'échelle microscopique. Comme dans le paragraphe précédent, on distinguera les techniques intrusives et sans contact qui reposent souvent sur l'analyse de la propagation d'ondes ultrasonores. On présentera ensuite quelques techniques développées pour caractériser des constituants de composite ou des revêtements. Enfin, dans un dernier paragraphe seront récapitulées les différentes techniques photothermiques qui ont montré une sensibilité à des caractéristiques thermo-mécaniques de matériau et qui à ce jour n'a toujours pas été exploitée quantitativement.

I.3.1. Caractérisation mécanique microscopique, état de l'art

1.3.1.1. Techniques invasives

On entend par techniques invasives l'utilisation d'une sonde extérieure pour appliquer par contact, de façon localisée mais souvent destructive, une sollicitation mécanique à un échantillon. Le plus souvent, ces techniques consistent à appuyer un indenteur de géométrie variée dont la dimension fixe la résolution de la mesure. Ces méthodes, qui dérivent des essais de dureté des métaux par pénétration [FRAN], ont été récemment instrumentées de façon à enregistrer l'évolution de l'effort appliqué au pénétrateur en même temps que son enfoncement (cf. figure 1.3.1). Selon l'échelle d'analyse, différentes technologies sont employées pour réaliser ces mesures. En micro-indentation, la mesure du déplacement est généralement réalisée au moyen de capteurs capacitifs, l'effort est d'origine mécanique (masse, vérin ...), magnétique ou appliqué au moyen d'un actionneur piezo-électriques. Pour transposer ces essais d'indentation à l'échelle nanométrique, la pointe d'un microscope à force atomique est utilisée en guise d'indenteur. Le déplacement est mesuré généralement de façon optique (par déflexion ou interférométrie), tandis que l'effort est déduit de la tension appliquée à l'actionneur piézo-électrique qui le produit

L'essai conventionnel réalisé sur ces instruments consiste à augmenter de façon quasi-statique l'effort appliqué à l'indenteur puis à le relâcher (cf. figure 1.3.1.). De cette mesure peut être déduits la rigidité, la limite d'élasticité et le coefficient d'écrouissage d'un matériau élasto-plastique, ou encore la raideur et à la ténacité de matériaux fragiles. D'autres trajets de chargement (cycliques, fluage, relaxation ...) peuvent aussi être réalisés pour étudier le comportement viscoplastique du matériau.

Enfin, l'état de contrainte dans le matériau (triaxialité, dimension des zones plastique et élastique) dépend fortement de la forme de l'indenteur (Brinell, Vickers, Berkovitch) qui doit être choisi avec soin.

Cet essai mécanique apparemment simple, cache en réalité une grande complexité qui explique qu'aujourd'hui les différentes méthodes d'analyse associées à cette mesure sont encore largement débattues. En effet, le matériau est non seulement soumis à un champ de contrainte très intense mais aussi local et hétérogène. La simulation de ce type d'essai nécessite l'utilisation de codes éléments finis pour réaliser des calculs non-linéaires en grandes déformations, et résoudre un problème de contact. Par ailleurs, ces mesures de « dureté » sont très éloignées des essais de caractérisation mécaniques conventionnels pour lesquels on s'efforce de réaliser un état de contrainte aussi homogène que possible et qui mettent bien souvent en défaut des modèles de comportement à trois paramètres (E , σ_e et n). Les seules évolutions de l'effort et du déplacement lors de l'essai semblent des informations trop pauvres pour interpréter pleinement ces expériences.

Une seconde approche qui est employée pour étudier les propriétés élastiques locales d'un échantillon consiste à faire vibrer la surface de l'échantillon en y propageant des ondes acoustiques, puis à mesurer les oscillations d'un levier AFM dont la pointe est en contact avec la surface étudiée. Le levier AFM est modélisé par une poutre encastree, tandis qu'un modèle à deux paramètres (raideur et amortissement) décrit l'interaction supposée élastique entre la pointe et l'échantillon et qui dépend donc de la raideur de ce dernier. Ces deux paramètres sont déduits de la valeur des fréquences de résonance et de l'amortissement du système qui sont relevés lors d'un balayage en fréquence (cf. figure 1.3.2). Cette technique permet aussi d'imager le contraste élastiques à la surface de l'échantillon. En effet, au voisinage d'une fréquence de résonance, l'amplitude des oscillations est très sensible aux variations de raideur à la surface de l'échantillon qui sont mis en évidence lorsque la pointe AFM est déplacée. La résolution de cette mesure, qui correspond à la dimension de la zone d'interaction élastique, est très élevée et permet de distinguer des particules de taille nanométrique. La limitation principale réside dans le faible nombre de paramètres matériaux qui peuvent être mesurés, puisque seul le comportement élastique est évalué. Par ailleurs, ce comportement est caractérisé de façon très phénoménologique en identifiant une raideur de contact. Cette mesure ponctuelle exclut par exemple la prise en compte de l'anisotropie locale.

1.3.1.2. Techniques ultrasonores

La deuxième approche utilisée pour effectuer des caractérisations mécaniques locales consiste à appliquer une sollicitation d'origine dynamique en propageant des ondes acoustiques dans le milieu étudié. La résolution spatiale de ces mesures est donnée par la longueur d'onde du phénomène et est donc d'autant plus grande que les fréquences utilisées sont élevées. L'analyse repose sur la mesure des vitesses de propagation des ondes élastiques générées qui dépendent des paramètres élastiques du milieu (module spécifique, et coefficient de Poisson). Ces techniques se distinguent par le type d'onde utilisé (volume, Rayleigh, Lamb ...), et par le fonctionnement des dispositifs expérimentaux employés pour les produire et détecter.

Les méthodes de caractérisation ultrasonores microscopiques les plus employées reposent sur l'analyse de la propagation d'ondes de surface (cf. ondes de Rayleigh), qui se propagent parallèlement à la surface de l'échantillon tout en restant confinées dans une épaisseur de l'ordre de la longueur d'onde qui fixe la résolution en profondeur de la

mesure. La résolution latérale reste beaucoup plus élevée puisque ces ondes acoustiques guidées sont peu atténuées et se propagent sur des distances importantes. A l'heure actuelle, trois techniques essentiellement semblent émerger.

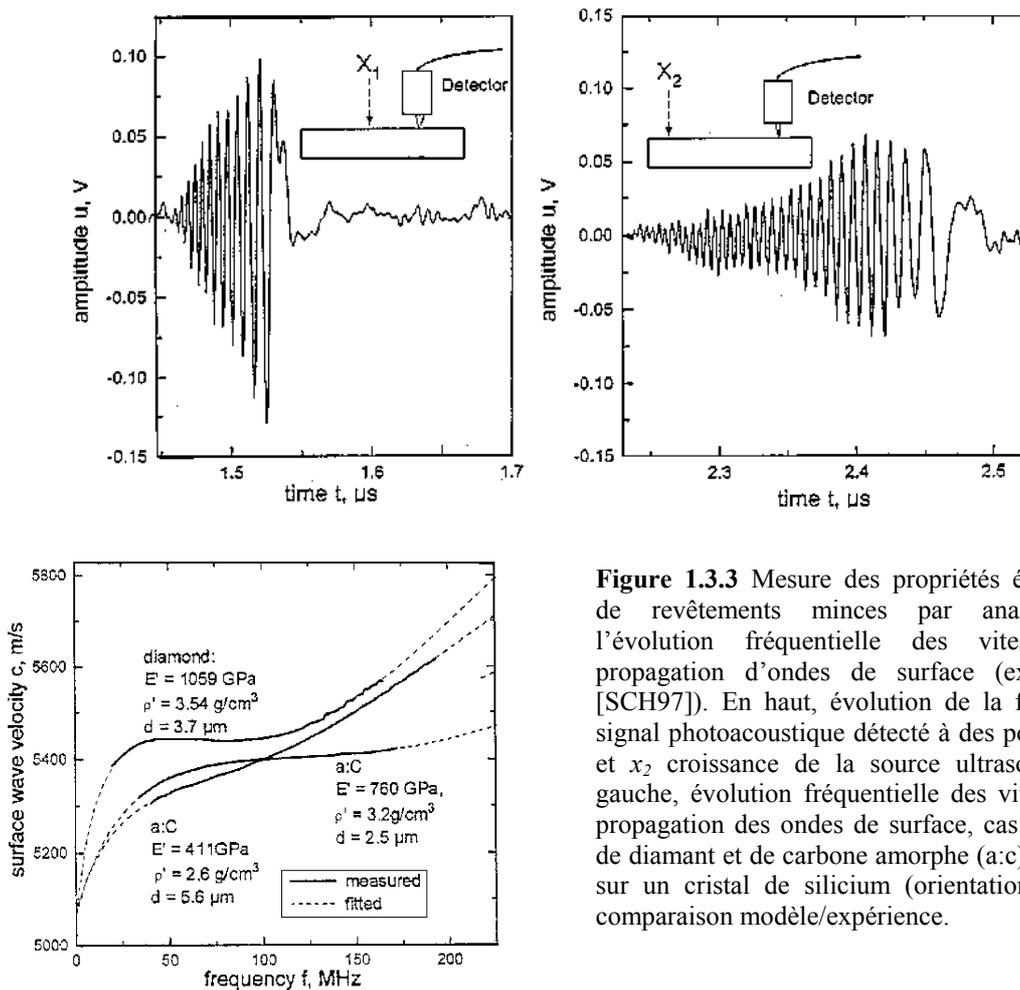


Figure 1.3.3 Mesure des propriétés élastiques de revêtements minces par analyse de l'évolution fréquentielle des vitesses de propagation d'ondes de surface (extrait de [SCH97]). En haut, évolution de la forme du signal photoacoustique détecté à des position x_1 et x_2 croissance de la source ultrasonore. A gauche, évolution fréquentielle des vitesses de propagation des ondes de surface, cas de films de diamant et de carbone amorphe (a:c) déposés sur un cristal de silicium (orientation (100)), comparaison modèle/expérience.

La première met en œuvre des moyens conventionnels (pastilles piézo-électriques, transducteurs à sabots, techniques optiques ...), pour produire en régime impulsionnel des ondes de Rayleigh dans une large plage fréquentielle. L'évolution fréquentielle de la vitesse de propagation est analysée avec une relation de dispersion adaptée qui permet au besoin de prendre en compte l'hétérogénéité du milieu et son anisotropie ... Ces dispositifs sont aujourd'hui employés pour mesurer les propriétés élastiques de revêtements dont l'épaisseur peut varier du nanomètre à des dimensions plus macroscopiques selon les fréquences utilisées et les caractéristiques des matériaux en présence. Pour caractériser des revêtements plus minces encore, des spectromètres Raman sont utilisés afin de détecter en mesurant la diffusion Brillouin de la lumière la propagation d'ondes de surface à très haute fréquence ($2\text{GHz} < f < 20\text{GHz}$) qui n'affectent qu'une épaisseur très faible de l'échantillon. A nouveau la résolution latérale de la mesure reste assez pauvre puisque cette mesure optique difficile à mettre en œuvre nécessite d'observer une surface assez large de l'échantillon.

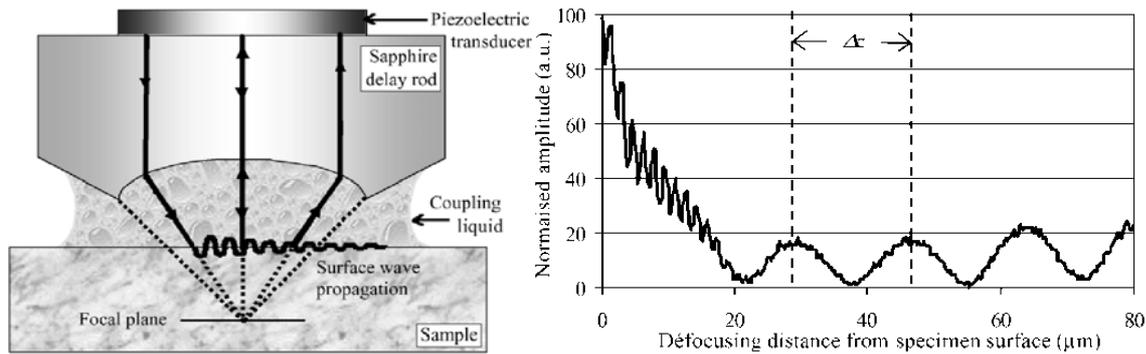


Figure 1.3.4 Mesure de propriétés élastiques microscopiques par microscopie acoustique (extrait de [COM2]). Sur la gauche, représentation schématique du fonctionnement d'une lentille acoustique). Le plan focal (ligne droite) peut se situer sous la surface de l'échantillon, au sein même du matériau. Sur la droite, signature acoustique d'une phase icosahédrique d'AlCuFe.

C'est pour effectuer des inspections ultrasonores à l'échelle de micromètre qu'a été développée la microscopie acoustique [ATT]. Cette technique met en œuvre des transducteurs acoustiques haute fréquence couplés à des dioptrés qui focalisent fortement à travers un couplant liquide le faisceau ultrasonore à la surface de l'échantillon analysé. La résolution latérale de la mesure est donnée par la relation classique $1,22 \lambda/ON$, où λ désigne la longueur d'onde du faisceau ultrasonore, et ON l'ouverture numérique du dioptré. L'amplitude de l'écho renvoyé par la surface indique l'impédance acoustique locale du milieu, de sorte que ce microscope permet de réaliser des images dont le contraste est élastique. Des caractérisations locales plus quantitatives sont obtenues en mesurant localement la vitesse de propagation des ondes de Rayleigh produite par l'impulsion ultrasonore. Pour cela on enregistre l'évolution de l'amplitude du signal lorsqu'on approche la lentille acoustique de la surface de l'échantillon. A une distance fixée, le signal enregistré résulte de l'interférence de l'ensemble des ondes rayonnées lors de la propagation de l'onde de Rayleigh, par la surface de l'échantillon, dans le couplant. Ces ondes sont déphasées périodiquement, si bien que le signal enregistré présente une périodicité (signature acoustique du matériau) caractéristique de la vitesse de propagation des ondes de surface. Par ailleurs des modèles sophistiqués permettent de tenir compte de l'hétérogénéité ou de l'anisotropie élastique du milieu. Enfin, cette technique de microscopie permet d'inspecter de façon non-destructive et en volume le matériau.

Enfin, les développements instrumentaux importants ont été réalisés récemment pour générer et détecter optiquement des ultrasons à très haute fréquence en utilisant des lasers femtoseconde. La déformation thermo-élastique produite par une impulsion laser très brève émet des ultrasons dans une bande fréquentielle très large, qui sont observés soit par interférométrie optique, soit en détectant la variation de réflectivité induite par la déformation. Les techniques d'analyse utilisées pour exploiter ces mesures sont similaires à celles développées à l'échelle macroscopique pour interpréter les mesures par ultrasons laser, et repose sur la mesure des temps de propagation des ondes volumiques, dont les longueurs d'onde avoisinent le micromètre (cf. figure 1.3.5). Des inspections de type pulse/écho permettent par exemple de détecter des variations d'épaisseur, ou de mesurer les propriétés élastiques de revêtement minces. Cette technique permet aussi de mettre en évidence l'anisotropie locale du matériau (cf. figure 1.3.5 [SUG02]), en observant le rayonnement de l'onde autour du point où est appliquée la sollicitation thermo-mécanique.

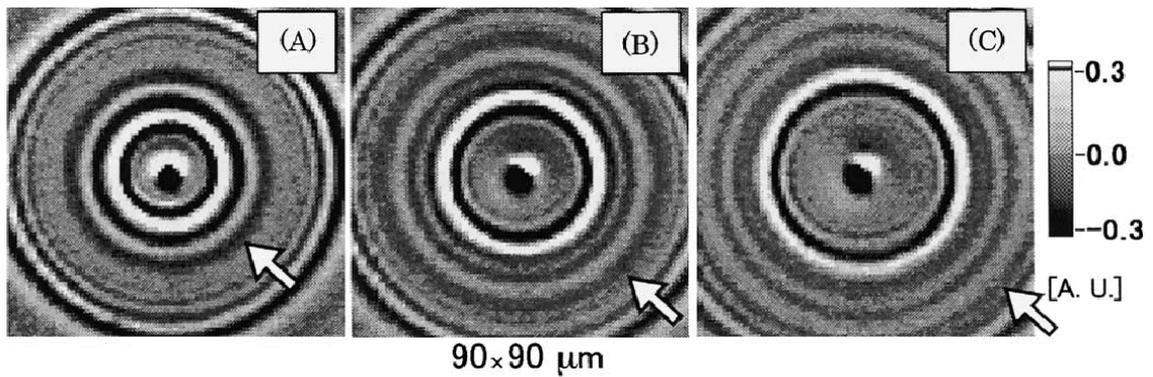
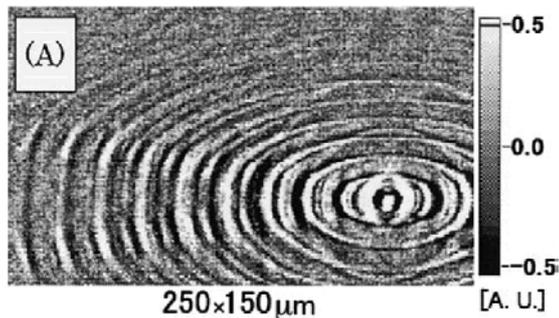


Figure 1.3.5 Visualisation par photoréflexion de la propagation d'ondes acoustiques produite par une impulsion laser de 510 ps (extrait de [SUG02]). En haut, évolution temporelle du front d'onde observé à la surface d'un échantillon de verre recouvert d'un film d'or de 70 nm d'or. Les images montrent les vitesses particulières de la surface 5,6 ns (A), 7,73 ns (B) et 9,86 ns (C) après l'impulsion laser. A gauche, front d'onde à la surface d'un monocristal (orientation (100)) de TeO_2 , recouvert de 400 nm d'or.



Les méthodes permettant de réaliser des caractérisations mécaniques locales ne se limitent pas aux seules techniques présentées ici. On aussi trouvera dans les référence [LAV01], une description détaillée de techniques développées pour des usages plus spécifiques où l'échantillon est sollicitée de façon dynamique. On notera que ces méthodes "acoustiques" ont pour inconvénient commun vis-à-vis des techniques de micro/nano-indentation, de ne pas permettre la caractérisation locale du milieu hors de son domaine d'élasticité. Par ailleurs, il est connu que les raideurs mesurées en régime dynamique sont souvent différentes de celles mesurées en régime quasi-statique, et un travail de raccordement reste encore à mener.

1.3.1.3. Caractérisation mécanique des revêtements et constituants de composites

Les méthodes décrites dans le paragraphe précédent ont toutes été appliquées voire même développées pour caractériser des revêtements. Soit elles disposent d'une résolution suffisante pour que la mesure n'affecte que le revêtement alors assimilé à un matériau massif, soit l'hétérogénéité du milieu est prise en compte au moyen de modèles spécifiques. La présence d'un revêtement peut se manifester même à l'échelle macroscopique, notamment lorsque ses propriétés et celles du substrat sont très contrastées, ce qui permet de mettre en œuvre des essais mécaniques conventionnels (traction, flexion 4 points ...) pour mesurer les propriétés mécaniques de dépôts même très minces [OLL96]. Plutôt que d'appliquer une sollicitation mécanique, coefficients de dilatation thermique et rigidités du substrat et du revêtement peuvent aussi être déterminés de façon relative en mesurant la courbure d'un bilame lors de son échauffement.

Aujourd'hui un problème fondamental touchant la caractérisation des revêtements concerne la caractérisation de sa couche d'accrochage ou interface avec son substrat, dont le comportement est défini par des paramètres souvent phénoménologiques. Outre les tests de rayure [OLL96], d'usure ..., des techniques ultrasonores sont maintenant employées pour identifier des paramètres homogènes à

une raideur d'interface, tandis que des méthodes thermiques permettent de mesurer des résistances thermiques de contact que l'on peut corrélérer à la qualité de l'accrochage.

Si de nombreuses techniques permettent aujourd'hui d'étudier à différentes échelles le comportement mécanique de revêtements, la caractérisation complète des constituants de composites reste un problème ouvert. Les renforts sont essentiellement testés selon leur direction longitudinale, par des essais mécaniques conventionnels réalisés sur torons ou sur monofilaments, ainsi qu'en thermique. La difficulté des mesures réside dans la conception d'outillage et de support qui permettent d'appliquer et de maîtriser les "faibles" efforts que peuvent supporter des fils dont le diamètre se réduit à quelques micromètres pour les fibres de carbone voire quelques nanomètres pour les nanotubes. Aujourd'hui, il semble qu'aucune technique ne permette de mesurer de façon satisfaisante les caractéristiques élastiques transverses de ces filaments, même si la nanoindentation ouvre des perspectives intéressantes pour mener à bien ce type d'investigation.

Enfin, de même qu'en thermique on attribue souvent à la matrice des composites, par défaut de techniques de mesures in situ, les propriétés mécaniques d'un matériau macroscopique massif "équivalent". Aujourd'hui, pour valider ces hypothèses, des investigations locales sont aujourd'hui menées par microscopie acoustique ou AFAM, qui mettent parfois en évidence sur certains matériaux de forte hétérogénéité locale du comportement mécanique.

Seules les techniques directes de mesure des caractéristiques mécaniques locales des matériaux ont été présentées ici. De même qu'en thermique, on notera que ces informations peuvent être déduites de mesures macroscopiques et utilisation de techniques d'identification couplées à des modèles de changement d'échelle [CIC02] ...

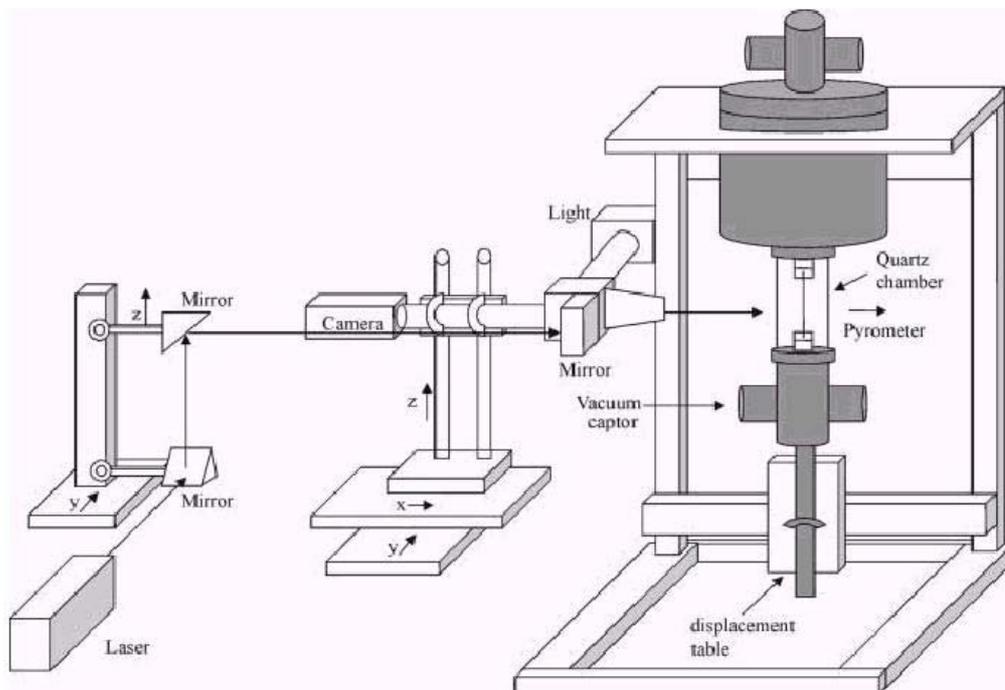


Figure 1.3.6 Schéma d'un dispositif permettant la caractérisation de fibre de carbone jusqu'à 3000°C. Ce système permet de mesurer la résistivité électrique le module d'Young, la résistance mécanique, le coefficient de dilatation thermique et la résistance mécanique des fibres dans le sens longitudinale, système développé par [SAU02].

1.3.1.4 Mesure des coefficients de dilatation thermique

Pour conclure, quant aux méthodes employées pour mesurer les propriétés thermomécaniques des matériaux, il est nécessaire de présenter les techniques de caractérisation des coefficients de dilatation thermique (dilatométrie) qui nécessitent une mesure conjointe de la température et de la déformation. La seule technique microscopique de dilatométrie est la SthEM (Scanning Thermal Expansion Microscopy) qui a déjà été décrite au paragraphe 1.2. Elle consiste à mesurer au moyen d'un AFM équipé d'une microsonde thermique l'élévation de température et l'élévation de la surface de l'échantillon chauffé par la sonde [HAM00], et constitue en ce sens une réelle mesure de dilatométrie microscopique.

Pour étudier les films et revêtements minces, une technique consiste à mesurer la courbure d'une bilame sous l'effet de la dilatation différentielle de deux matériaux [GUN02]. Cette mesure peut s'avérer extrêmement précise et très résolue mais nécessite une bonne connaissance des caractéristiques du substrat. Dans le cas de revêtements épais, la déflection importante est mesurée au moyen d'un comparateur ou de jauge. En présence de film minces, on peut réaliser des mesures de déformation par diffraction X [KRA98], ou réaliser des mesures interférométriques plein champ en appliquant sur la surface de l'échantillon un éclairage transitoire intense comme pour les techniques flash [TIE00]. Ces expériences permettent aussi de caractériser les propriétés élastiques du revêtement lorsque celles du substrat sont connues.

Différentes techniques sont aussi disponibles pour mesurer les coefficients de dilatation longitudinal et radial d'une fibre [TRI96,SAU02]. Les premières de façon "conventionnelle" sur une machine d'essai mécanique adaptée, les seconds par diffractométrie optique, ou par observation directe au moyen de microscopes et par traitement d'image. Si de multiples approches sont possibles, seule la SthEM permet des investigations locales et in-situ. Malheureusement cette technique ne réalise qu'une mesure de la dilatation au droit de la source de chaleur, et permet difficilement de prendre en compte et d'évaluer l'anisotropie locale de la dilatation.

1.3.2 Caractérisation mécanique microscopique par microscopie photothermique

Les techniques acoustiques picoseconde tirent parti de l'interaction rayonnement/matière pour générer des ultrasons et observer leur propagation. Cet exemple montre que les propriétés élastiques locales peuvent être mesurées au moyen de mesures photothermiques. D'autres expériences menées sur des dispositifs de conception différente ont déjà fait preuve d'une sensibilité d'origine mécanique, avec une résolution microscopique. Elles consistent à chauffer localement et de façon instationnaire un échantillon au moyen d'un faisceau laser focalisé, puis à mesurer un phénomène associé au déplacement de sa surface. L'intensité du faisceau est modulée ou suit une évolution temporelle transitoire (type fonction porte, Dirac), mais dont le contenu fréquentiel se situe dans un domaine bien inférieur à celui exploré en acoustique femtoseconde. La résolution de ces mesures apparaissant bien supérieure aux longueurs d'onde élastiques produites elles ne peuvent être considérées comme acoustiques.

De nombreux types de détection ont été utilisés sur ces instruments. La technique la plus ancienne consistait à détecter au moyen d'un microphone les variations de pression de l'air produites par les vibrations de la surface de l'échantillon.

Pour mesurer le même phénomène mais avec une sensibilité accrue, le microphone a été remplacé par capteur piezo-électrique collé en face avant ou arrière de l'échantillon. Par la suite, des mesures ont été réalisées par photodéflexion [ROC95], où une diode à cadran détecte la déviation d'un faisceau lumineux qui se réfléchit, au voisinage de la source de chaleur, à la surface de l'échantillon qui se déforme périodiquement. Enfin, le même type de mesure a été réalisé au moyen de dispositifs interférométriques (Nomarski, sonde hétérodyne), par microscopie optique en champ proche ou AFM. Enfin, pour produire l'effet photothermique, le faisceau laser a parfois été remplacé par un faisceau d'électron ou plus récemment encore par un faisceau d'ion plus énergétique.

Les figures 1.3.7 à 1.3.10 montrent les images obtenues, au moyen de certaines de ces techniques, où un contraste d'origine mécanique a clairement été mis en évidence. La démonstration la plus probante consiste à révéler les grains d'un matériau monophasé polycristallins. En présence de matériaux cubiques, et donc thermiquement isotropes, un contraste apparaît où chaque niveau de signal dépend de l'orientation cristalline, tandis que des images thermiques obtenues par photoréflexion sur un même matériau ne révèlent que la présence des joints de grain qui agissent comme des barrières thermiques. L'origine du contraste ne peut donc être attribué qu'à l'anisotropie élastique de chaque cristal.

Ces techniques, bien qu'apparemment prometteuses en terme de caractérisation thermo-mécanique microscopique, du fait du fort contraste observé, n'ont pourtant pas été suivies de développement et/ou applications importantes. En effet, les images réalisées ne s'appuient sur aucune modélisation qui permette de les exploiter de façon réellement quantitative. Dans des cas simples, ces modèles théoriques doivent être mis en place pour établir définitivement les paramètres mécaniques qui peuvent être mesurés au moyen de ces moyens expérimentaux et de quelle manière. Ce travail de modélisation et d'analyse constituera la partie III de ce mémoire.



Figure 1.3.7 A gauche, image photoacoustique d'un échantillon de Zinc polycristallin. L'échantillon poli de 4 mm d'épaisseur est excité par un faisceau d'électron modulé à 240 kHz, un capteur piézoélectrique collé en face arrière enregistre le signal acoustique, image extraite de [KRA90]. Au milieu et à droite, image d'un alliage Al-Zn grossissement x50. Au milieu l'image électronique est peu contrastée, à droite, l'image photoacoustique révèle les grains d'aluminium et de Zinc ainsi que la présence de précipités de Fer et de Silicium.

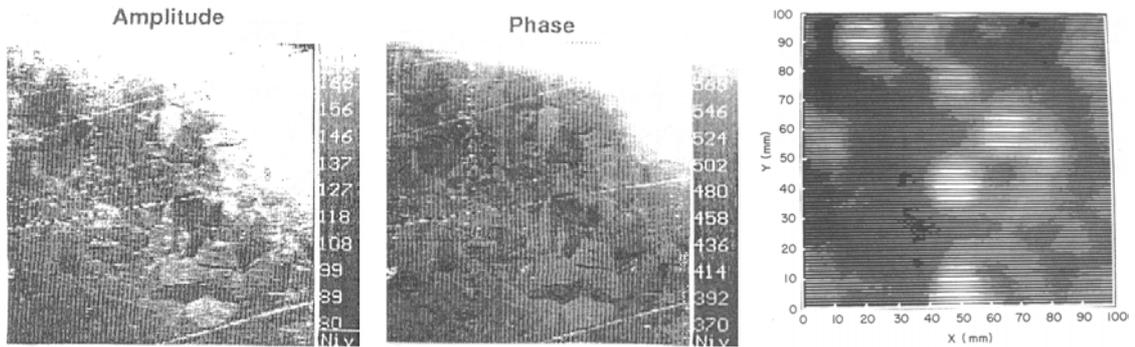


Figure 1.3.8 A gauche et au milieu, Images en thermodéflexion en amplitude et en phase d'un échantillon de nickel polycristallin, fréquence de modulation 80 kHz, dimension du champ représenté $200 \times 200 \mu\text{m}^2$. Image tirée de [ROC95]. A droite visualisation par thermodéflexion de la présence d'inclusions dans un échantillon d'aluminium 2024, image extraite de [DON86].

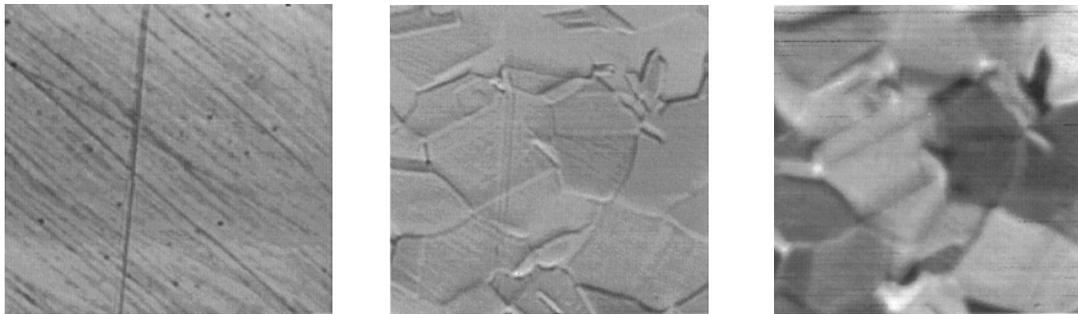


Figure 1.3.9 De gauche à droite, image optique thermique et thermo-élastique d'un échantillon de nickel polycristallin. Pour les images de phase photothermiques (thermique et thermoélastique), l'échantillon est chauffé par un laser focalisé dont l'intensité est modulé à 224 kHz. L'image thermique est obtenue en relevant la phase du signal de photoréflexion, à chaque position occupée par les faisceaux pompe et sonde focalisés au même point. L'image thermo-élastique est obtenue en relevant pour chaque position du faisceau pompe la phase du signal interférométrique obtenue par une sonde hétérodyne détectant l'élévation de la surface de l'échantillon au point de chauffage. Les trois images d'une dimension de $256 \times 256 \mu\text{m}^2$ montrent la même région de l'échantillon. Images Extraites de [FRA94].

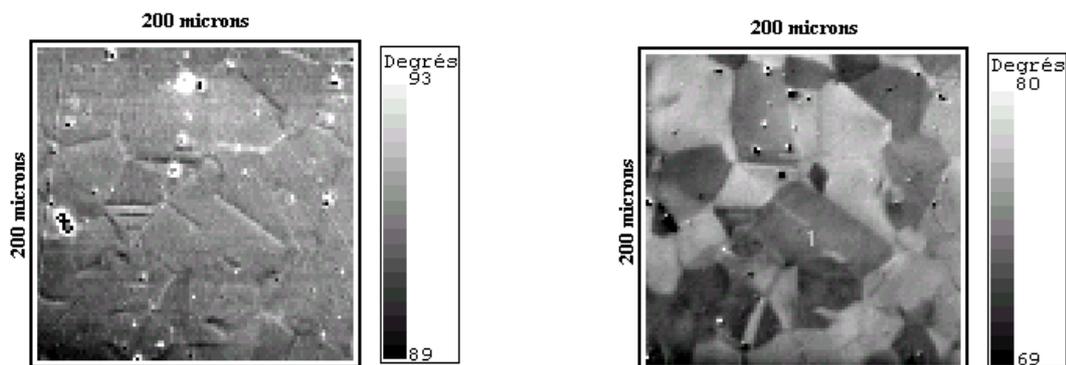


Figure 1.3.10 Images thermiques et thermo-élastiques de la même région d'un échantillon de nickel polycristallin. L'image thermique est réalisée par photoréflexion, tandis qu'un interféromètre de Nomarski est utilisé pour la seconde. Fréquence de modulation 300 kHz. Images extraites de [HIR97].

I.4 Conclusions

Cette étude bibliographique montre que parmi les nombreuses techniques expérimentales disponibles aujourd'hui pour mesurer les propriétés thermiques et/ou élastiques de la matière à l'échelle microscopique, peu d'entre elles peuvent être appliquées sans efforts supplémentaires sur un matériau aussi complexe que le graphite. Il possède en effet la particularité de présenter à une échelle très locale une anisotropie élevée qui met en échec toutes les techniques où sollicitation (thermique ou mécanique) et détection sont ponctuelles.

Les techniques de microscopies photothermiques seules semblent à même de faire face à cette difficulté. Cependant, des travaux doivent être menés pour particulariser les techniques d'analyse utilisées en photoréflexion au traitement de mesures réalisées sur constituants de barrières thermiques et de composites. Enfin, si des résultats prometteurs ont été obtenus en microscopie photothermique "élastique", il reste à préciser quels paramètres thermo-élastiques peuvent être déduits de telles mesures et à proposer une technique d'inversion des données expérimentales.

PARTIE II

CARACTERISATION THERMIQUE MICROSCOPIQUE

Chapitre II

Caractérisation thermique microscopique de matériaux homogènes par photoréflexion

II.1 Mesure de la diffusivité thermique de matériaux homogènes et isotropes

- II.1.1 Elévation périodique de température, Solution de Green
- II.1.2 Distribution énergétique de la source de Chaleur
- II.1.3 Evaluation numérique du champ de température
- II.1.4 Effet de l'étalement de la source de chaleur
- II.1.5 Mise en œuvre expérimentale

II.2 Cas des matériaux homogènes anisotropes

- II.2.1 Expression simplifiée du champ de température
- II.2.2 Effets de convolution, désalignement des axes principaux d'anisotropie
- II.2.3 Application à la caractérisation de fibres de carbone
 - II.2.3.1 Diffusion de la chaleur dans une fibre de carbone, effet de la morphologie*
 - II.2.3.2 Mesure des diffusivités thermiques longitudinale et « transversale » de fibres de carbone*
 - II.2.3.3 Apport de la photoréflexion pour l'étude des matériaux composites*

II.3. Cas des matériaux orthotropes à symétrie de révolution

- II.3.1 Expression approchée du champ de température
- II.3.2 Prise en compte des effets de convolution et du rayon de courbure
 - II.3.2.1 Calcul du champ de température en présence d'une source de chaleur étendue*
 - II.3.2.2 Détermination des propriétés matériau en présence d'une source de chaleur étendue*
- II.3.3 Caractérisation de matrice de pyrocarbone
 - II.3.3.1 Mise en œuvre expérimentale*
 - II.3.3.2 relation propriétés thermiques/morphologie/procédé*

II.4 Conclusions & Perspectives

- II.4.1 Bilan sur la caractérisation thermique microscopique de matériaux homogènes
 - II.4.2 Vers un bilan métrologique de la photoréflexion
-

II.1 MESURE DE LA DIFFUSIVITE THERMIQUE DE MATERIAUX HOMOGENES ET ISOTROPES

Avant de traiter la caractérisation de milieux anisotropes ou hétérogènes, on détaille la procédure permettant de mesurer la diffusivité thermique d'un milieu homogène et isotrope. On souligne ici l'importance d'un traitement correct des effets de convolution liés à la distribution énergétique finie de la source de chaleur et de la sonde optique. Par ailleurs, est présenté dans ce paragraphe, le schéma numérique utilisé pour calculer numériquement la transformation de Hankel des fonctions qui apparaîtront à chaque fois qu'un problème à symétrie de révolution sera traité. Des mesures réalisées sur un échantillon de Tantale viendront illustrer cette démarche.

II.1.1 Elévation périodique de température, Solution de Green

En première approximation, la source de chaleur produite dans l'échantillon par pompage optique peut être assimilée à un flux de chaleur ponctuel Q placé en surface. L'élévation périodique de température qui en résulte est décrite par la solution de Green de l'équation de diffusion de la chaleur [MAN95,GIL99] :

$$\delta T(r) = \frac{Q}{4\pi kr} \exp\left(-\frac{r}{\mu}\right) \cos\left(\omega t - \frac{r}{\mu}\right) \quad (2.1.1)$$

k désignant la conductivité thermique du milieu. On observe que le déphasage φ , entre l'élévation périodique de température à la surface du milieu et la modulation de la source de chaleur décroît linéairement à mesure que la distance à la source de chaleur r augmente. Du fait de ce caractère "propagatif", on désigne le phénomène par onde thermique. Sa propagation est caractérisée par le nombre d'onde :

$$-\frac{d\varphi}{dr} = \frac{1}{\mu} = \sqrt{\frac{\pi f}{\alpha}} \quad (2.1.2)$$

qui dépend de la fréquence de modulation f et de la diffusivité thermique du milieu α . En présence d'une source de chaleur confinée, on peut observer la propagation de cette onde en surface. En mesurant le déphasage φ , puis en utilisant la relation (2.1.2) on déduit ensuite la diffusivité thermique du milieu (cf. paragraphe 1.2). Cependant, cette analyse simple ne prend pas en compte l'étendue réelle de la source de chaleur qui doit alors rester petite devant les autres longueurs caractéristiques de la mesure. Dans le cas contraire, l'analyse doit tenir compte non seulement de la répartition énergétique réelle de la source de chaleur, mais aussi des effets de convolution liés à la forme de la sonde optique.

II.1.2 Distribution énergétique de la source de chaleur

Dans la littérature, plusieurs formulations sont utilisées pour décrire la distribution énergétique des faisceaux. Le faisceau pompe est généralement issu d'un laser monomode TEM00. En supposant que le faisceau reste gaussien lorsqu'il traverse

les éléments optiques du dispositif expérimental, sa répartition énergétique est décrite par la relation :

$$P(r) = \frac{P}{\pi r_g^2} \exp\left(-\left(\frac{r}{r_g}\right)^2\right) \quad (2.1.3)$$

où le paramètre dimensionnel r_g est le rayon gaussien à e^{-1} du faisceau, dont la puissance nominale est P .

Différentes sources laser ont été utilisées pour produire le faisceau sonde (laser hélium-néon [OPS83,LEP92], diode laser [LI99] ...). S'il reste raisonnable de supposer que la répartition énergétique d'un laser hélium-néon est gaussienne, cette hypothèse n'est plus valable dans le cas d'une diode laser dont le faisceau est de qualité très inférieure et généralement elliptique. Par ailleurs, le spot du faisceau focalisé est entouré d'anneaux lumineux qui marquent la présence de phénomènes de diffraction. Pour représenter simplement ces effets, on peut décrire la répartition énergétique $P(r)$ par une fonction d'Airy qui correspond à la figure de diffraction observée derrière une ouverture circulaire éclairée uniformément :

$$P(r) = P \pi \left(\frac{ON}{\lambda}\right)^2 A^2\left(2ON\frac{r}{\lambda}\right) \quad (2.1.4)$$

avec :

$$A(r) = 2 \frac{J_1(\pi r)}{\pi r} \quad (2.1.5)$$

et J_1 désigne la fonction de Bessel de première espèce d'ordre 1. Les paramètres ON et λ sont respectivement l'ouverture numérique du système optique et la longueur d'onde du faisceau considéré. La distribution énergétique est caractérisée par le paramètre dimensionnel λ/ON , ou encore par le rayon du premier anneau d'extinction qui vaut :

$$r = 0.61 \frac{\lambda}{ON} \quad (2.1.6)$$

Les figures 2.1.1 et 2.1.2 montrent les différences importantes entre une répartition énergétique gaussienne et une figure de diffraction, pour lesquelles 90% de l'énergie nominale est déposée sur un même disque de rayon $1,54\mu\text{m}$. La figure de diffraction est tout à la fois plus confinée et plus étalée que la répartition gaussienne. En effet, sa densité d'énergie est quatre fois plus importante et décroît beaucoup plus rapidement jusqu'au point d'extinction. Cependant, après ce point l'énergie restante est déposée sur une distance beaucoup plus courte dans le cas de la répartition gaussienne, qui en ce sens apparaît plus confinée.

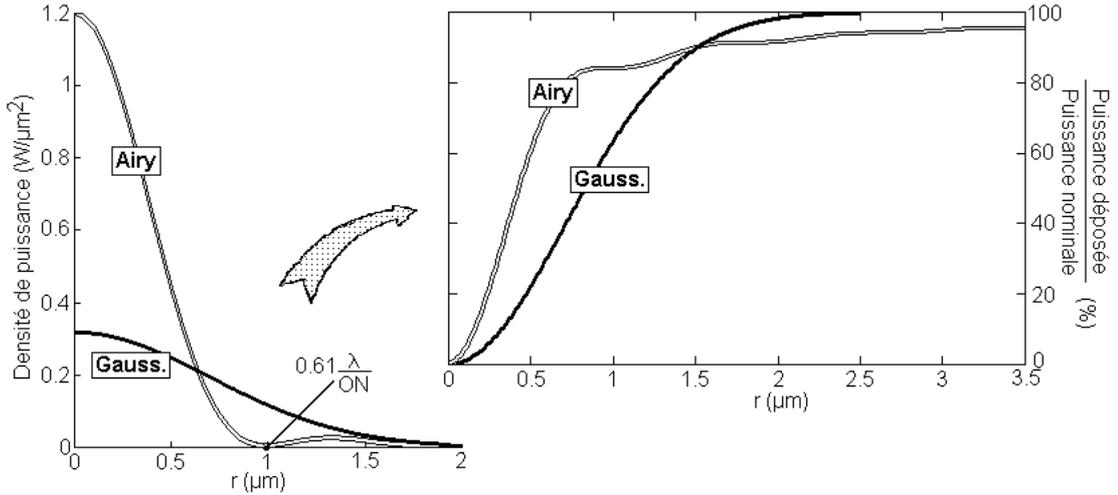


Figure 2.1.1 Comparaison entre des répartitions énergétiques de types gaussienne et tâche de diffraction. Le rayon à e^{-1} de la gaussienne vaut $1\mu\text{m}$, le paramètre λ/ON de la fonction d’Airy vaut $1,62\mu\text{m}$. Dans les deux cas 90% de l’énergie totale, qui vaut 1W, est déposée sur un disque de rayon $0,95\mu\text{m}$. Le calcul de l’évolution de l’énergie sur un disque de rayon croissant met en évidence la forte densité d’énergie de la tâche de diffraction en son centre mais aussi son étalement plus important.

L’hypothèse d’une source de chaleur infinitésimale est mise en défaut du fait de la distribution énergétique finie du faisceau de chauffage mais aussi parfois du fait des propriétés optiques du milieu étudié. En effet, s’il est transparent ou semi-transparent, la source de chaleur s’étale aussi en profondeur (direction z). Pour décrire le profil d’absorption on utilise le plus souvent la loi de Beer-Lambert qui suppose une atténuation exponentielle et caractérisée par le paramètre β appelé coefficient d’absorption optique. Dans ces conditions, il faut considérer une source de chaleur volumique notée $s(r,z)$ qui s’écrit :

$$s(r,z) = \beta P(r) \exp(-\beta z) \tag{2.1.7}$$

Les développements analytiques permettant de résoudre l’équation de diffusion de la chaleur pour un milieu isotrope soumis à une source de chaleur axisymétrique et distribuée en volume sont présentés dans l’annexe I. Ils aboutissent à une expression analytique de l’élévation périodique de température dans l’espace de Hankel d’ordre 0 :

$$\delta\tilde{T}(u) = \frac{\beta(1-R)\tilde{P}(u)}{k(\beta^2 - q_{th}^2)} \left[\frac{\beta}{q_{th}} \exp(-q_{th}(u)z) - \exp(-\beta z) \right] \tag{2.1.8}$$

où :

$$q_{th}^2(u) = 4\pi^2 u^2 + j \frac{\omega}{\alpha} \tag{2.1.9}$$

et où la transformée et la transformée inverse de Hankel de δT sont définies par :

$$\delta\tilde{T} = 2\pi \int_0^{+\infty} \delta T J_0(2\pi r u) r dr \qquad \delta T = 2\pi \int_0^{+\infty} \delta\tilde{T} J_0(2\pi r u) r dr \tag{2.1.10}$$

où J_0 désigne la fonction de Bessel de première espèce d'ordre 0. Dans le cas d'une répartition énergétique de type gaussienne on a :

$$P(u) = P \exp\left(-(\pi r_g u)^2\right) \quad (2.1.11)$$

et dans le cas d'une répartition énergétique de type tâche de diffraction on a :

$$P(u) = \frac{2P}{\pi} \left[\theta - \frac{1}{2} \sin(2\theta) \right] \quad \theta = \frac{\lambda u}{2ON} \quad (2.1.12)$$

Pour calculer le champ de température surfacique réellement détecté, il faut convoluer le champ de température δT avec la répartition énergétique transverse du faisceau sonde. Dans l'espace de Hankel, il suffit pour cela de multiplier l'expression (2.1.8) par la transformée de Hankel de la répartition énergétique du faisceau sonde. Enfin, pour déterminer le champ de température δT il faut intégrer la relation (2.1.8) ce qui ne peut être réalisé que numériquement. Pour ce faire, un schéma d'intégration spécifique a été utilisé, pour prendre en compte les spécificités de la transformation de Hankel et de la fonction (2.1.8) et ainsi optimiser temps de calcul et précision.

II.1.3 Evaluation numérique du champ de température

Effectuer numériquement la transformation de Hankel de la fonction (2.1.8) impose de borner l'intervalle d'intégration qui est théoriquement infini. Lorsque l'une des répartitions énergétiques des faisceaux pompe ou sonde est une fonction d'Airy, le spectre de δT est effectivement limité (cf. ANNEXE I) à la valeur :

$$u_{\max} = \inf\left(\frac{2ON_s}{\lambda_s}, \frac{2ON_p}{\lambda_p}\right) \quad (2.1.13)$$

Par contre, dans le cas où les répartitions énergétiques des faisceaux pompe et sonde sont toutes supposées gaussiennes le spectre est infini. Restreindre l'intervalle d'intégration à un domaine fini $[0, u_{\max}]$, revient à convoluer le champ de température vrai avec la transformée de Hankel d'une ouverture circulaire, c'est-à-dire avec une fonction d'Airy [BIS99].

$$2\pi \int_{u=0}^{u_{\max}} \delta \tilde{T}(u) J_0(2\pi ur) u du = \delta T(r) \otimes \frac{u_{\max} J_1(\pi u_{\max} r)}{2r} \quad (2.1.14)$$

En pratique, plusieurs tests ayant été réalisés, on constate que cette approximation ne produit pas d'effets significatifs dès que :

$$u_{\max} > \frac{10}{2\pi \sqrt{r_s^2 + r_p^2}} \quad (2.1.15)$$

Cette borne étant fixée, on partitionne l'intervalle d'intégration, pour appliquer sur chaque sous intervalle, une méthode de Gauss à 12 points. Ce schéma d'intégration

très performant, permet d'intégrer sans erreur tout polynôme de degré $2n-1$ (où $n=12$) [ABR82] en format double précision¹, qui est ici le plus précis disponible sous l'environnement MATLAB V. L'intégrale d'une fonction $f(x)$ sur un intervalle $[a b]$ est alors donnée par :

$$\int_{-a}^b f(x)dx \approx \frac{b-a}{2} \sum_{i=1}^{12} W_i f\left(\frac{b-a}{2}x_i + \frac{b+a}{2}\right) \quad (2.1.16)$$

où :

$$\begin{aligned} X &= [-0.981560634246719 ; -0.904117256370475 ; -0.769902674194305 ; \\ &\quad -0.587317954286617 ; -0.367831498998180 ; -0.125233408511469 ; \\ &\quad 0.125233408511469 ; 0.367831498998180 ; 0.587317954286617 ; \\ &\quad 0.769902674194305 ; 0.904117256370475 ; 0.981560634246719] \\ W &= [0.047175336386512 ; 0.106939325995318 ; 0.160078328543346 ; \\ &\quad 0.203167426723066 ; 0.233492536538355 ; 0.249147045813403 ; \\ &\quad 0.249147045813403 ; 0.233492536538355 ; 0.203167426723066 ; \\ &\quad 0.160078328543346 ; 0.106939325995318 ; 0.047175336386512] \end{aligned}$$

Enfin, étant proportionnelle à J_0 , la fonction intégrée oscille fortement. Des sous-intervalles d'intégration mal choisis, qui chevauchent plusieurs pseudo-périodes rendent la fonction difficile à approcher même avec un polynôme de degré aussi élevé que $2n-1=23$. Pour optimiser la discrétisation, le nombre de pseudo-périodes est calculé au préalable en utilisant la formule asymptotique de M^c Mahon [ABR82] qui indique la position r_n du $n^{i\text{ème}}$ zéro de $J_\nu(r)$, fonction de Bessel de première espèce d'ordre ν :

$$\begin{aligned} r_n \approx \beta & - \frac{\mu-1}{8\beta} - \frac{4(\mu-1)(7\mu-31)}{3(8\mu)^3} - \frac{32(\mu-1)(83\mu^2-982\mu+3779)}{15(8\beta)^5} \\ & - \frac{64(\mu-1)(6949\mu^3-153855\mu^2+1585743\mu-6277237)}{105(8\beta)^7} + \dots \end{aligned} \quad (2.1.17)$$

où :

$$\beta = \left(n + \frac{1}{2}\nu - \frac{1}{4} \right) \pi \quad (2.1.18)$$

II.1.4 Effet de l'étalement de la source de chaleur

Les simulations présentées sur les figures 2.1.2 et 2.1.3 montrent l'effet de l'étalement de la source de chaleur sur la température surfacique. Il se manifeste par la présence d'un profil qui raccorde les deux portions linéaires du profil de phase, et par la valeur finie de l'amplitude maximale de l'élévation de température. La largeur du profil de raccordement ainsi que les valeurs du déphasage et de l'amplitude au droit de la source de chaleur sont caractéristiques de la dimension de cette dernière [GIL99].

¹ Rappelons qu'un échantillonnage régulier à n points (méthode des trapèzes) ne permet d'intégrer sans erreur que des polynômes de degré $n-1$, où n est le nombre de points d'intégration.

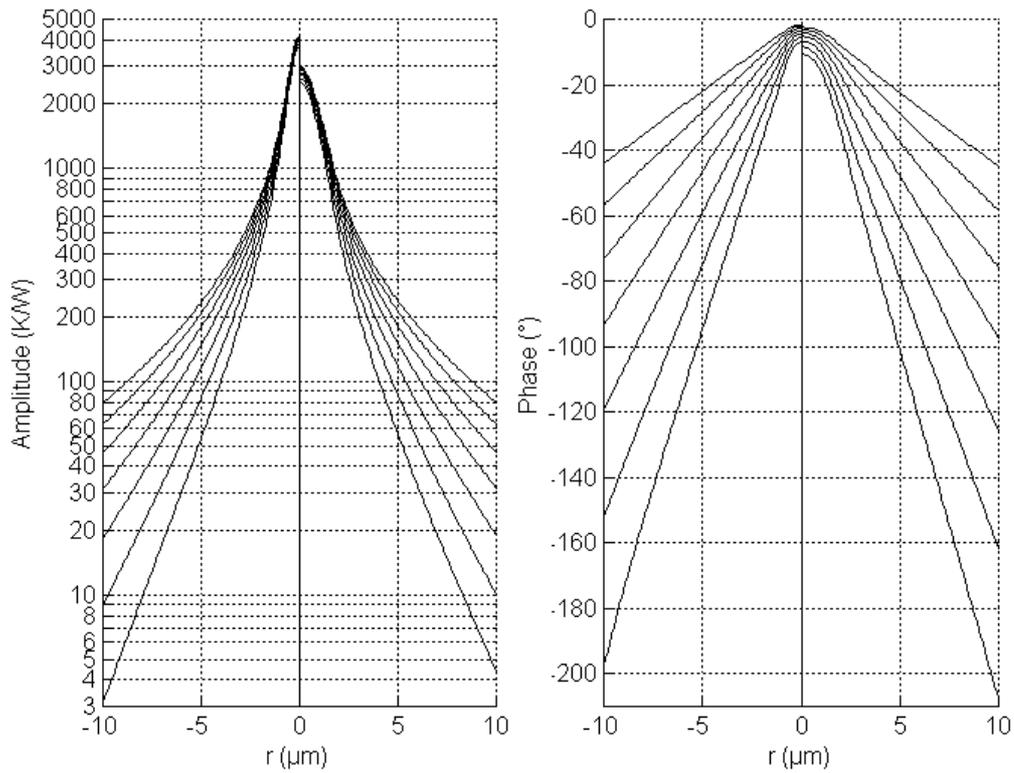


Figure 2.1.2 Elévation périodique de température à la surface d'un milieu semi-infini de type nickel ($\alpha=0,23\text{cm}^2.\text{s}^{-1}$, $k=90,7\text{W}.\text{m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) chauffé par un faisceau laser modulé en intensité. Sur la gauche ($r<0$) cas d'une répartition énergétique de type figure de diffraction ($\lambda/ON=1,62\mu\text{m}$), sur la droite ($r>0$) cas d'un profil gaussien de rayon $r_g=1\mu\text{m}$. Les profils de température représentés correspondent par atténuation et pente de phase croissantes aux fréquences 1MHz, 600 kHz, 360 kHz, 215 kHz, 130 kHz, 77 kHz et 46 kHz.

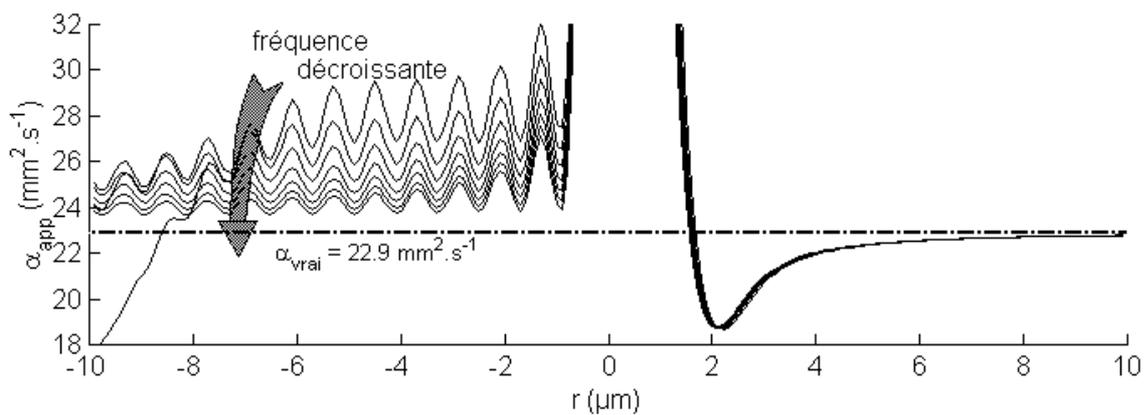


Figure 2.1.3 Diffusivité apparente calculée à partir des profils de phase présentés sur la figure 2.1.2 selon la relation 2.1.2. Sur la gauche ($r<0$) est représentée la diffusivité apparente calculée dans le cas d'une source de type figure de diffraction, sur la droite ($r>0$) dans le cas d'un profil gaussien. La diffusivité apparente dépend peu de la fréquence de modulation dans le cas d'une source gaussienne, dans le cas d'une tache d'Airy, l'écart à la diffusivité thermique vraie est d'autant plus important que la fréquence de modulation est élevée.

Ainsi, le déphasage varie de $\varphi=0^\circ$ dans le cas d'une source infinitésimale, à $\varphi = -45^\circ$ dans le cas d'une source uniformément répartie. Concernant, les champs de température produits par les répartitions énergétiques présentées sur la figure 2.1.1, on observe que l'élévation de température maximale est atteinte dans le cas d'une source de chaleur de type figure de diffraction, qui bien que globalement plus étalée (cf. figure 2.1.2), est caractérisée par une densité d'énergie plus importante au centre.

Lorsqu'on s'éloigne de la source de chaleur, et quel que soit le type de répartition énergétique, le déphasage semble décroître linéairement. Même à une distance importante de la source de chaleur, la diffusivité thermique apparente, calculée le long des profils de phase avec la relation 2.1.2, s'écarte de la valeur vraie. En présence d'une source de chaleur gaussienne, cet écart dépend peu de la fréquence de modulation et devient faible au-delà de $r > 3r_g$. En présence d'une répartition énergétique de type figure de diffraction, l'erreur est beaucoup plus importante et dépend fortement de la fréquence de modulation. Les anneaux de diffraction, agissent comme autant de sources de chaleur secondaires, de sorte que le champ de température surfacique résulte de l'interférence de plusieurs ondes thermiques, ce qui se manifeste par les oscillations observées sur la diffusivité apparente (cf. figure 2.1.3). Ce phénomène peut se révéler néfaste pour les faibles valeurs de μ dans la mesure où l'onde thermique produite par le lobe principal, lorsqu'elle est trop fortement atténuée au cours de sa propagation, peut être masquée au droit d'un lobe secondaire.

Cette analyse des effets de convolution est incomplète, puisque l'influence de l'étalement d'un unique faisceau a été étudiée. Si les deux répartitions énergétiques sont supposées gaussiennes, les résultats présentés ci-dessus restent valables puisqu'on peut considérer de façon équivalente que la détection est ponctuelle, et la source de chaleur gaussienne de rayon équivalent à e^{-1} :

$$r_g = \sqrt{r_s^2 + r_p^2} \quad (2.1.19)$$

r_p et r_s sont respectivement les rayons gaussiens à e^{-1} des faisceaux pompe et sonde. Dans le cas où l'une des deux répartitions énergétiques est une figure de diffraction, la convolution des deux distributions énergétiques ne correspond à aucune fonction particulière et reste définie par deux paramètres dimensionnels indépendants (r_g ou λ/ON) associés respectivement à la source de chaleur et au spot du faisceau sonde. Les artefacts mis en évidence en présence d'une unique figure de diffraction se manifestent de façon différente ou disparaissent totalement selon les caractéristiques des répartitions énergétiques qui sont convoluées.

La mise en évidence de tels artefacts montre qu'il est important, à défaut de s'en affranchir, de prendre en compte au mieux les effets de convolution. Pour cela un programme dédié à l'identification des nombreux paramètres expérimentaux a été entrepris. Son utilisation est illustrée dans le paragraphe suivant.

II.1.5 Mise en œuvre expérimentale

Pour mesurer la diffusivité thermique d'un échantillon supposé homogène et isotrope, la démarche suivante est adoptée. La plage de fréquence dans laquelle le microscope peut être utilisé s'étend de 10 kHz à 2 MHz. La borne supérieure est ici fixée par la bande passante de la détection synchrone tandis que la borne inférieure correspond à un seuil en dessous duquel le bruit d'intensité de la sonde devient

important (cf. chapitre IV.1), mais aussi en dessous duquel la résolution de la mesure est inférieure à $10\ \mu\text{m}$ pour des matériaux de diffusivité thermique courante ($1\ \text{mm}^2.\text{s}^{-1} < \alpha < 100\ \text{mm}^2.\text{s}^{-1}$). Le nombre de mesures étant fixé on échelonne les fréquences de modulation suivant une progression logarithmique de sorte que la longueur de diffusion thermique augmente linéairement.

Les mesures ayant été réalisées, la diffusivité thermique du milieu est déduite de la pente des profils de phase avant d'être déterminée plus rigoureusement en minimisant la fonction :

$$\chi^2 = W \sum_{mes} \sum_i \left(A_{cal}(R_i) - A_i - \Delta A_{mes} \right)^2 + \sum_{mes} \sum_i \left(\varphi_{cal}(R_i) - \varphi_i - \Delta \varphi_{mes} \right)^2 \quad (2.1.20)$$

où :

$$R_i^2 = \left(r_i - \Delta r_{mes} \right)^2 + d_{mes}^2 \quad (2.1.21)$$

au moyen d'un algorithme de Levenberg-Marcquard [MAT97,PRE88]. A et φ désignent ici respectivement l'atténuation et la phase du signal, et les paramètres Δr_{mes} , ΔA_{mes} , $\Delta \varphi_{mes}$ et d_{mes} sont des paramètres d'optimisation supplémentaires qui peuvent rester figés. Les grandeurs A et φ , n'ayant pas la même unité et présentant des sensibilités différentes aux paramètres identifiés, un paramètre W est introduit pour modifier le poids des mesures d'atténuation lors du processus d'identification.

La figure 2.1.4 illustre l'exploitation faite de mesures réalisées sur un échantillon de tantale. L'ajustement des données expérimentales a été effectué en supposant les répartitions énergétiques de type figure de diffraction et en identifiant deux paramètres dimensionnels à chaque fréquence. Afin d'affecter aux mesures d'atténuation et de phase une sensibilité équivalente aux paramètres expérimentaux on attribue au paramètre W la valeur 3. A haute fréquence les profils de température montrent une légère dissymétrie, ce qui perturbe le processus d'identification. Pour éviter tout problème, les offsets de position Δr_i affectés à chaque profil restent figés, tandis que les offsets de phase et d'atténuation restent libres. Suite à ce traitement, on trouve pour la diffusivité thermique de l'échantillon $\alpha = 23,33\ \text{mm}^2.\text{s}^{-1}$. En adoptant la même démarche, mais en supposant une répartition énergétique gaussienne, on trouve $\alpha = 22,96\ \text{mm}^2.\text{s}^{-1}$. L'écart entre les deux valeurs identifiées est correct. L'ajustement réalisé en supposant les répartitions énergétiques de type fonction d'Airy semble néanmoins de meilleure qualité, et conduit à une valeur de la norme $\chi = 95$ plus faible qu'en supposant des faisceaux gaussiens $\chi = 111$. Ce résultat n'est cependant par réellement étonnant dans la mesure où on offre plus de degrés de liberté au modèle. Il faut ensuite vérifier que les valeurs identifiées pour les différents paramètres d'ajustement (taille de spot, offsets ...) restent réalistes.

Le tableau 2.1.1 récapitule les données déduites des différents traitements. La première ligne de résultat indique les diffusivités thermiques apparentes déduites de la mesure de la pente de la phase, la seconde indique pour chaque mesure les rayons gaussiens équivalents identifiées qui permettent d'estimer la résolution spatiale de la mesure. La troisième ligne indique les ouvertures numériques identifiées en supposant la forme des « spots » de type tâche de diffraction. Enfin la dernière ligne donne la valeur de la longueur de diffusion thermique qui indique la profondeur de pénétration de l'onde thermique. Les divers offsets de phase et de position sont compatibles avec les incertitudes expérimentales sur la mesure ou le réglage de ces paramètres. Ainsi la

phase de référence n'est pas modifiée de plus de $0,5^\circ$ tandis que l'identification de l'offset d_{mes} , indique une erreur sur la mise en position initiale des faisceaux inférieure à $0,5\mu\text{m}$. Ce dernier paramètre doit absolument être pris en compte faute de quoi, la dimension des faisceaux est sous-estimée et l'identification faussée.

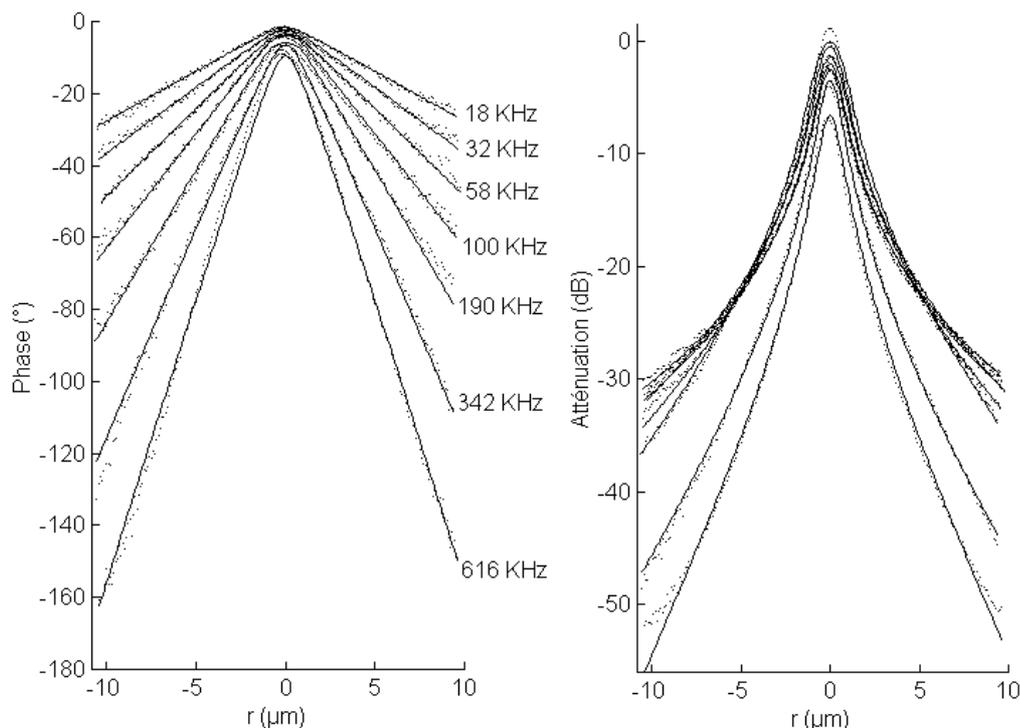


Figure 2.1.4 Identification de la diffusivité thermique d'un échantillon de Tantale à partir de mesures par photoréflexion. Sept mesures ont été réalisées à 18 kHz, 32 kHz, 58 kHz, 100 kHz, 190 kHz, 342 kHz, 616 kHz, pour identifier la diffusivité thermique du milieu en supposant des répartitions énergétiques de type figure de diffraction. La diffusivité thermique identifiée vaut $23,33\text{mm}^2.\text{s}^{-1}$.

| fréquence | 18 kHz | 32 kHz | 58 kHz | 100 kHz | 190 kHz | 342 kHz | 616 kHz |
|--|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|
| $\alpha_{app} (\text{mm}^2.\text{s}^{-1})$ | $23,4^{\pm 0,0}$ | $26,0^{\pm 1,1}$ | $27,6^{\pm 0,9}$ | $27,3^{\pm 0,8}$ | $26,6^{\pm 0,3}$ | $24,9^{\pm 2,5}$ | $23,5^{\pm 1,6}$ |
| $r_g (\mu\text{m})$ | 1,13 | 1,10 | 1,20 | 1,08 | 1,19 | 1,12 | 1,02 |
| ON_p | 0,34 | 0,32 | 0,25 | 0,23 | 0,19 | 0,42 | 0,50 |
| ON_s | 0,42 | 0,41 | 0,35 | 0,36 | 0,29 | 0,46 | 0,59 |
| $\mu (\mu\text{m})$ | 20,5 | 15,4 | 11,4 | 8,7 | 6,3 | 4,7 | 3,5 |

Tableau 2.1.1 Valeur des différents paramètres obtenus à l'issue du processus d'identification. En supposant des répartitions énergétiques de faisceau de type figure de diffraction, on trouve $23,33\text{mm}^2.\text{s}^{-1}$ pour la diffusivité thermique, et $22,96\text{mm}^2.\text{s}^{-1}$ dans le cas de faisceaux gaussiens. Ces valeurs sont à comparer à celles indiquées sur la première ligne qui sont déduites des pentes des deux portions linéaires des profils de phase.

II.2 Cas des matériaux homogènes anisotropes

Le graphite étant par nature anisotrope la démarche adoptée précédemment, ne peut être appliquée pour mesurer les propriétés thermiques des constituants des composites C/C et C/C-SiC (i.e. fibres de carbone et matrices de pyrocarbone). Des techniques spécifiques doivent être utilisées dont le principe est détaillé dans ce chapitre.

II.2.1 Expression simplifiée du champ de température

En présence d'un milieu anisotrope, une expression analytique simple peut être utilisée pour décrire l'élévation périodique de température δT mesurée lors d'une expérience photothermique en régime modulé. En supposant d'une part que la source de chaleur périodique, de dimension infinitésimale, est absorbée à la surface de l'échantillon, et d'autre part que deux axes principaux d'anisotropie sont parallèles à la surface de l'échantillon, l'élévation périodique de température, solution de Green de l'équation de diffusion de la chaleur s'écrit [CHA72,LU92-a,LU92-b] :

$$\delta T(x, y, z) = \frac{1}{4\pi\sqrt{k_x k_y k_z} R} \exp(-(1+j)\sqrt{\pi f c R}) \quad (2.2.1)$$

où :

$$R(x, y, z) = \sqrt{\frac{1}{k_x} x^2 + \frac{1}{k_y} y^2 + \frac{1}{k_z} z^2} \quad (2.2.2)$$

et où k_x, k_y, k_z désignent les conductivités thermiques principales du milieu.

Les lignes isothermes qui sont sphériques lorsque le milieu est isotrope, deviennent ellipsoïdales. Dans chaque plan principal, le degré d'ellipticité est égal à la racine carré du degré d'anisotropie thermique. La célérité de l'onde thermique selon chaque direction principale d'anisotropie X, Y et Z ne dépend que de la diffusivité thermique principale dans la direction correspondante via la relation 2.1.2. A l'examen des relations 2.2.1 et 2.2.2, des méthodes simples peuvent être proposées pour déterminer les propriétés thermiques d'un milieu anisotrope dont les axes principaux sont parallèles à sa surface libre [SAL96,HAR96]. L'orientation des axes principaux d'anisotropie X et Y , n'étant pas nécessairement connue, il est nécessaire de cartographier l'élévation périodique de température autour de la source de chaleur. Si la durée de la mesure augmente de façon significative, on dispose en contrepartie d'un plus grand nombre de données expérimentales à traiter.

La première approche consiste à extraire de la mesure, des profils de température selon plusieurs directions autour du point de chauffage dont l'orientation par rapport à la direction X est noté θ_i . D'après la relation 2.2.1, selon chacune de ces directions, la phase décroît linéairement avec une pente égale à :

$$\frac{\partial \varphi_i}{\partial r}(\theta_i) = -\sqrt{\pi f \left(\frac{\cos^2 \theta_i}{\alpha_x} + \frac{\sin^2 \theta_i}{\alpha_y} \right)} = -\sqrt{\frac{\pi f}{\alpha(\theta_i)}} \quad (2.2.3)$$

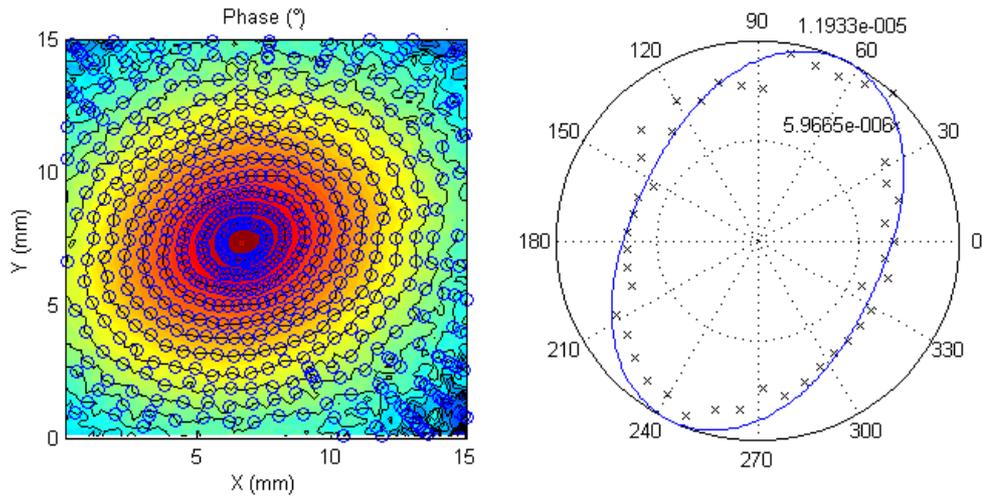


Figure 2.2.1.a Reconstruction et calcul des pentes des profils radiaux de phase. De ces données sont calculées à partir de la relation 2.2.3, l'anisotropie thermique et la diffusivité thermique maximale qui valent ici respectivement 1,5 et $11,6 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$.

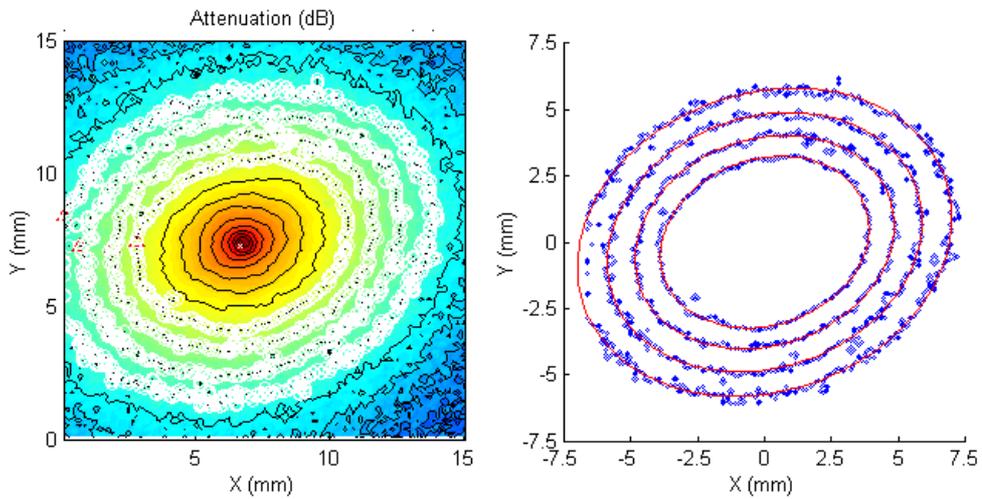


Figure 2.2.1.b L'ellipticité des lignes iso-atténuation indique un degré d'anisotropie thermique de 1,64.

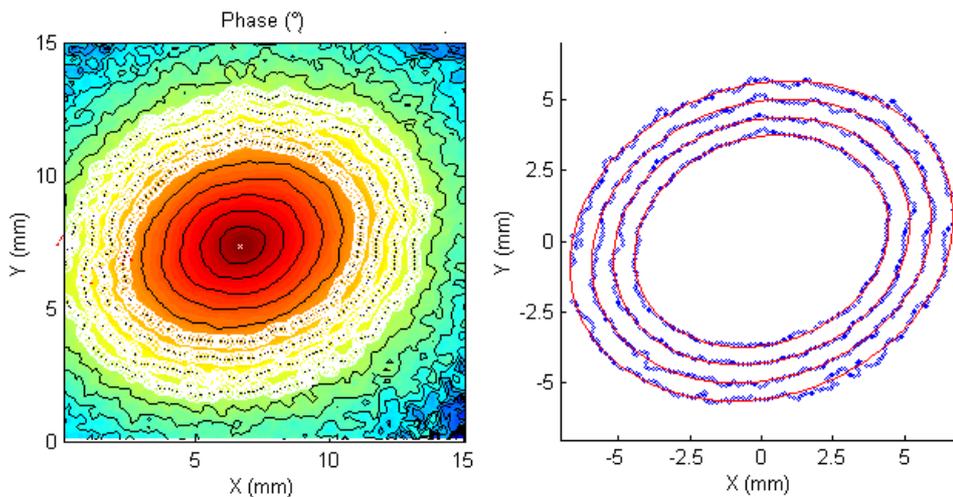


Figure 2.2.1.c L'ellipticité des lignes isophases indique une anisotropie thermique de 1,58. La diffusivité thermique maximale déduite de la distance entre isophases consécutives vaut $11,8 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$.

Figure 2.2.1 Mesure des diffusivités thermiques d'un composite C/C-SiC stratifié par ellipsométrie thermique. La surface de l'échantillon est perpendiculaire aux plis du composite, la fréquence de modulation vaut 0,2 Hz.

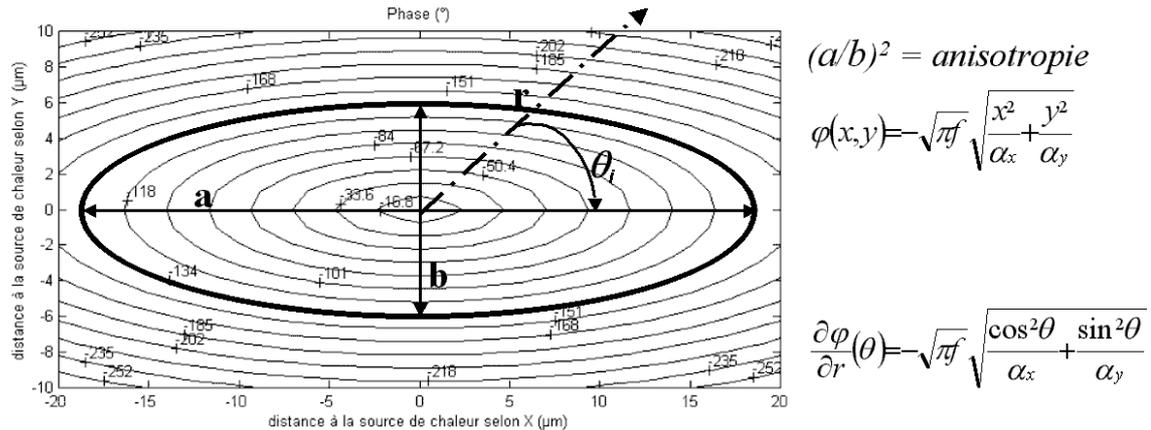


Figure 2.2.2 Détermination des propriétés thermiques d'un milieu anisotrope à partir de la mesure de la phase de l'élévation périodique de température (isophase à la surface d'un milieu chauffé par une source ponctuelle modulée en intensité à 500 kHz, direction X : $\alpha_x = 1 \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, direction Y : $\alpha_y = 0,1 \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$).

Trois profils de phase au moins sont donc nécessaires pour déterminer les deux diffusivités thermiques principales α_x et α_y sans connaissance a priori de l'orientation des directions principales d'anisotropie. En pratique, une méthode des moindres carrés est utilisée pour identifier ces paramètres en multipliant le nombre de directions selon lesquelles les profils de phase sont reconstruits. Une seconde méthode consiste à isoler sur les cartographies de température des lignes isothermes (iso-amplitude et/ou isophase), puis à identifier les ellipses qui passent au plus près de ces points expérimentaux. Du degré d'ellipticité est déduit le degré d'anisotropie du matériau. La distance entre isophases consécutives permet de calculer les diffusivités thermiques principales du milieu.

Ces différentes approches ont été testées sur des mesures d'élévation périodique de température réalisées par ellipsométrie thermique [KRA99-2] sur des composites C/C-SiC² (cf. figure 2.2.1). Si toutes conduisent aux mêmes résultats, l'identification des paramètres par ajustement des lignes isophases paraît à la fois plus directe et plus riche que les deux autres puisqu'elle ne met en œuvre aucun traitement intermédiaire et permet de déterminer les deux diffusivités thermiques. Sur ces mesures, la taille de la source de chaleur, inférieure au millimètre, est effectivement négligeable devant les dimensions du champ visé.

II.2.2 Effets de convolution, désalignement des axes principaux d'anisotropie

Les dimensions des cartographies de température réalisées par photoréflexion étant comparables aux diamètres des faisceaux pompe et sonde, il faut évaluer la robustesse des techniques d'analyse vis-à-vis des effets de convolution. Le calcul du champ de température périodique dans un milieu de symétrie quelconque en présence d'une source de chaleur périodique étendue [IRA87] est détaillé dans l'ANNEXE III. Il permet en outre de prendre en compte la désorientation des axes principaux d'anisotropie par rapport à la surface de l'échantillon.

² Mesures réalisées par J.C. Krapez, au D^{pt} Mécanique du Solide et de l'Endommagement de l'ONERA.

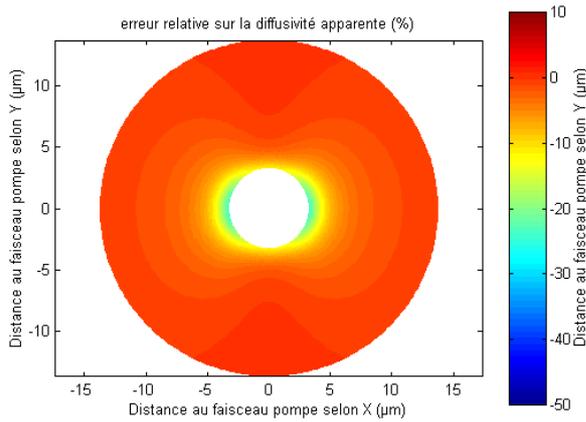


Figure 2.2.3.a anisotropie 2 ; $r_g = 2\mu\text{m}$

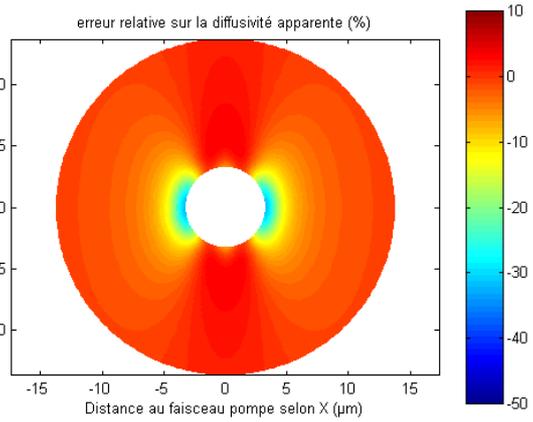


Figure 2.2.3.b anisotropie 5 ; $r_g = 2\mu\text{m}$

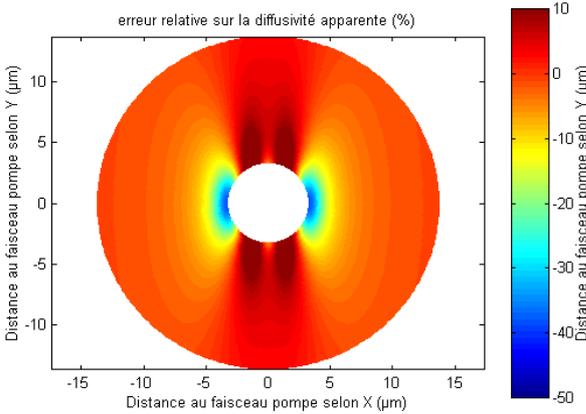


Figure 2.2.3.c anisotropie 10 ; $r_g = 2\mu\text{m}$

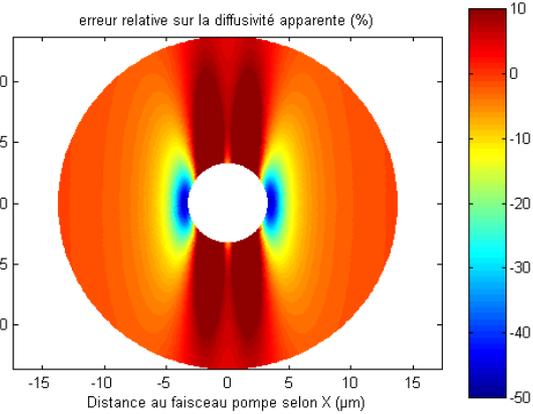


Figure 2.2.3.d anisotropie 20 ; $r_g = 2\mu\text{m}$

Figure 2.2.3 Erreur relative sur la diffusivité thermique apparente évaluée à partir de la relation 2.2.3 et des pentes locales en chacun des points des profils de phase dans les directions radiales. On a $\alpha_{\text{max}} = 1\text{cm}^2\cdot\text{s}^{-1}$ et $f = 1\text{MHz}$ soit $\mu_{\text{max}} = 5,6\mu\text{m}$.

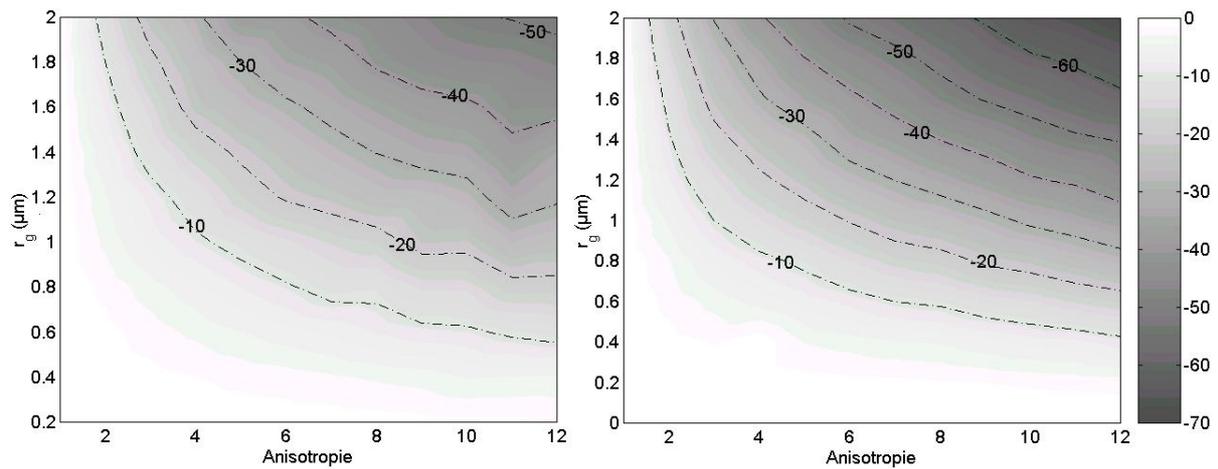


Figure 2.2.4 Erreur relative sur l'anisotropie thermique déduite de l'ellipticité d'isothermes simulée. La diffusivité thermique maximale vaut $1\text{cm}^2\cdot\text{s}^{-1}$ et la fréquence de modulation 100 MHz. Le degré d'anisotropie thermique varie entre 1 et 12 et le rayon gaussien de la source de chaleur entre $0,2\mu\text{m}$ et $2\mu\text{m}$. Le « grand axe » de l'ellipse utilisé pour l'identification vaut $10\mu\text{m}$ soit $r_{\text{max}}/\mu_{\text{max}} \approx 1,8$. Sur la gauche, erreur relative sur l'anisotropie thermique déduite des lignes iso-atténuation, sur la droite des lignes isophase.

La figure 2.2.3 montre l'écart entre la diffusivité thermique apparente $\alpha(r, \theta)$ calculée à partir du gradient radial de la phase, et la valeur théorique indiquée par la relation 2.2.3. Au voisinage de la source de chaleur, supposée gaussienne et absorbée en surface, on observe que l'écart est important, en particulier selon la direction de plus faible diffusivité thermique et ce d'autant plus que le degré d'anisotropie thermique est élevé. Les effets de convolution s'estompent à mesure que l'on s'éloigne de la source de chaleur, mais lentement lorsque l'anisotropie thermique du milieu est élevée. Au voisinage du faisceau pompe, il y a compétition entre le caractère isotrope d'une source de chaleur axisymétrique et la propagation anisotrope de l'onde thermique. Cette analyse conduit à privilégier l'exploitation des mesures de phase selon la direction de plus forte diffusivité. En effet, selon la direction de plus faible diffusivité la mesure est rendue difficile par l'atténuation plus rapide du signal et par des effets de convolution marqués.

Du fait des effets de convolution, la forme des lignes isothermes est aussi modifiée. Une erreur systématique est donc commise lorsqu'on déduit l'anisotropie thermique de "l'ellipticité" des lignes isothermes. Cette erreur peut être évaluée sur des cartographies de température simulées. La figure 2.2.4 montre que l'erreur croît rapidement lorsque la dimension de la source de chaleur (ici supposée gaussienne) et l'anisotropie thermique du milieu augmentent. Il apparaît surtout, que l'estimation de ce paramètre est entachée de moins d'erreur lorsqu'elle est réalisée à partir des lignes iso-atténuation. Enfin, l'évolution de l'anisotropie thermique apparente en fonction des paramètres a et r_g est monotone. Cette mesure, à défaut d'être exacte, permet donc de classer correctement les milieux étudiés par anisotropie thermique croissante, les données présentées sur la figure 2.2.4 pouvant éventuellement être utilisées dans un deuxième temps pour corriger ces effets de convolution.

Le champ de température surfacique est aussi très affecté par un désalignement des axes principaux d'anisotropie par rapport à la surface du milieu [IRA87, JOU95, HE86]. Cependant, des tests réalisés sur des données simulées montrent que lorsque le désalignement est faible ($\theta < 3^\circ$), l'utilisation des méthodes simplifiées décrites précédemment, bien que théoriquement inappropriée, ne conduit pas à une erreur relative supérieure à 10% sur la valeur des paramètres identifiés. La diffusivité thermique maximale est ici calculée comme la moyenne des diffusivités thermiques apparentes mesurées de part et d'autre de la source de chaleur.

Pour prendre rigoureusement en compte ces différents effets, il serait souhaitable d'identifier l'ensemble des paramètres ($\alpha_{X,Y,Z}$, r_g , orientation), en mettant en oeuvre une méthode d'identification similaire à celle proposée au chapitre précédent, et en utilisant le modèle complet décrit dans l'Annexe III. S'agissant de la caractérisation de fibres de carbone, il semble malgré tout préférable de se contenter de cette approche phénoménologique. Bien que simpliste, elle présente l'avantage d'être robuste, systématique et suffisamment rapide pour analyser les nombreuses mesures qui ont été réalisées.

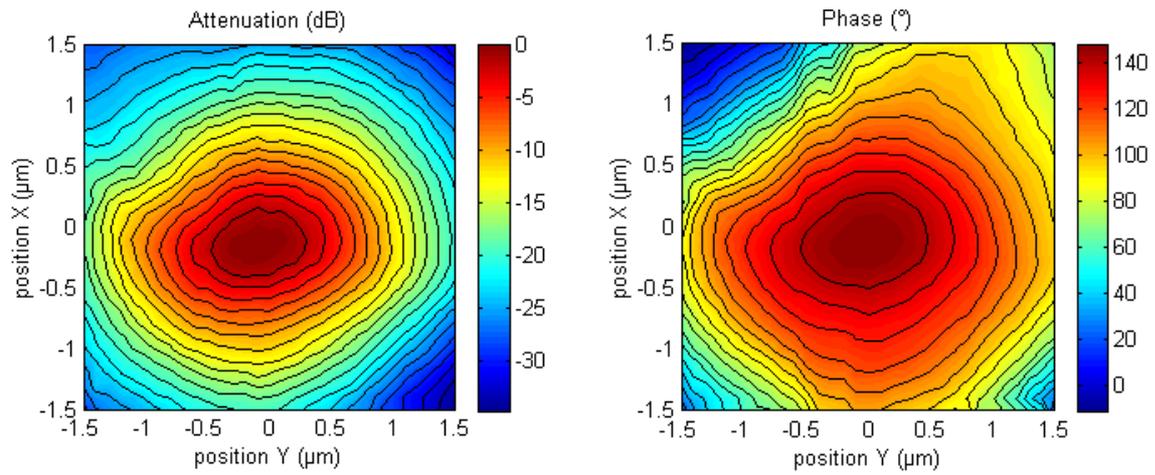


Figure 2.2.5 Visualisation de la diffusion transversale de la chaleur dans une fibre ex-PAN T300.

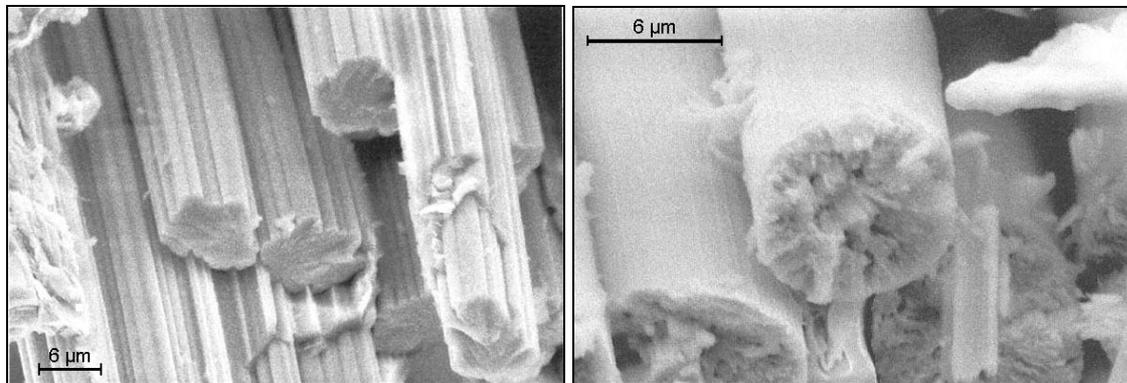


Figure 2.2.6 Sur la gauche, fractographie de fibres de carbone Ex-rayonne de type C2. Sur la droite, fractographie d'une fibre de carbone Ex-brai Mitsubishi K135, mettant en évidence la morphologie radiale marquée de cette fibre.

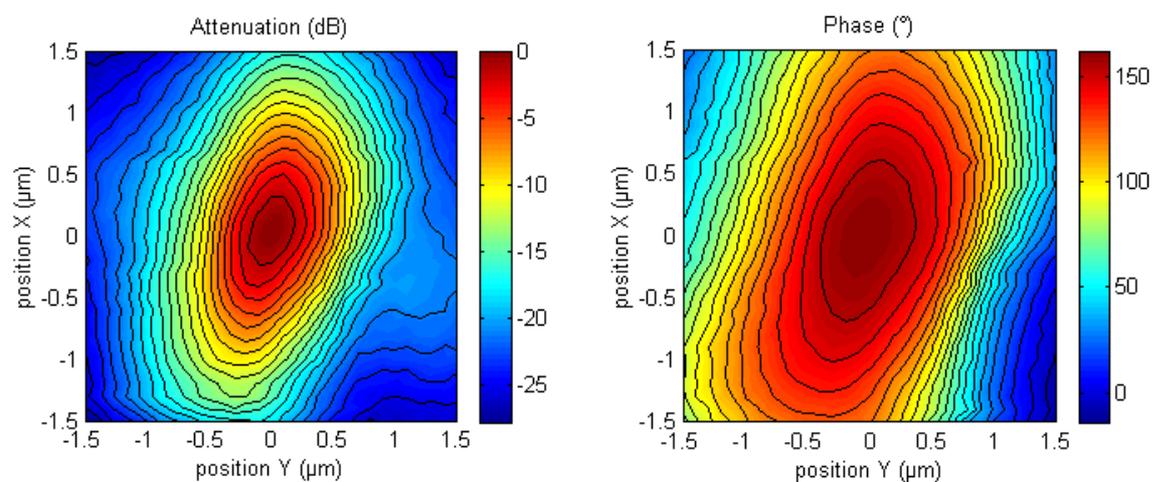


Figure 2.2.7 Visualisation de la diffusion transversale de la chaleur dans une fibre ex-rayonne de type C2.

II.2.3 Application à la caractérisation de fibres de carbone

Comme mentionné au chapitre I.2, la photoréflexion apparaît aujourd'hui comme la seule technique suffisamment aboutie pour visualiser avec la résolution nécessaire la propagation d'une onde thermique dans une fibre de carbone dont le diamètre n'excède parfois pas 10 μm . Ces dimensions réduites imposent de travailler à la fréquence maximale (1 MHz) autorisée, afin de disposer d'une résolution thermique maximale. Les mesures présentées ici sont réalisées sur des fibres noyées dans une résine d'enrobage ou encore dans la matrice d'un composite avant un polissage mécanique qui rend leur surface réfléchissante. Pour démontrer l'utilisation possible de la photoréflexion à ces matériaux, des mesures préliminaires ont été réalisées sur des fibres de différente nature.

II.2.3.1 Diffusion de la chaleur dans une fibre de carbone, effet de la morphologie

L'utilisation des méthodes décrites au paragraphe II.2.1 pour analyser des mesures réalisées sur fibres de carbone, nécessite au préalable de valider certaines hypothèses notamment concernant l'homogénéité du milieu étudié à l'échelle de la mesure. En effet, les fibres de carbone possèdent une structure marquée et sont donc par nature inhomogènes. Néanmoins, le lien entre morphologie et transferts thermiques microscopiques reste à ce jour méconnu. Une première série de mesures photothermiques sur des sections transverses de fibres de morphologie "connue" doit permettre la mise en évidence d'éventuels effets de structure.

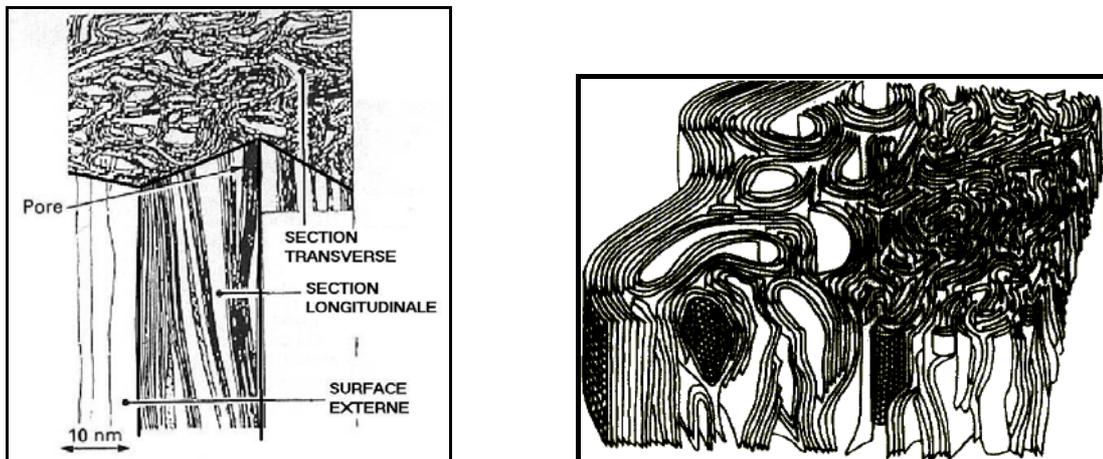


Figure 2.2.8 Microtexture d'une fibre Ex-PAN de haut module [LUY,EDI97].

Les premières fibres testées sont de type Ex-PAN. Leur microtexture transverse est généralement supposée isotrope, puisque les feuillets graphitiques sont comme froissés parallèlement à l'axe de la fibre (cf. figure 2.2.8). La forme circulaire des lignes isothermes de la cartographie de température obtenue par photoréflexion et présentée sur la figure 2.2.5 tend effectivement à montrer que cette structure confère à la fibre un comportement transversalement isotrope. Cependant le contour irrégulier des lignes isophases peut aussi marquer la présence d'hétérogénéités locales telles que des micropores ou des entrelacements de feuillets graphitiques qui modifient localement la propagation de l'onde thermique. Pour cette fibre, l'hypothèse d'un milieu homogène demeure néanmoins raisonnable.

La figure 2.2.7 montre le résultat d'une même mesure réalisée cette fois sur la section transverse d'une fibre ex-rayonne C2 (figure 2.2.6) à qui on attribue, du fait de

sa microtexture aléatoire un comportement isotrope transverse. Pourtant, l'ellipticité prononcée des lignes isotherme mesurées par photoréflexion semble indiquer un comportement homogène mais aussi anisotrope.

La figure 2.2.9 montre l'effet produit par une texture radiale sur la diffusion transversale de la chaleur. Ces deux mesures ont été réalisées dans deux régions d'une fibre Ex-brai Mitsubishi K135 (cf. figure 2.2.7), déportées par rapport au centre de la section. Les plans graphitiques étant orientés radialement, la forte anisotropie locale du milieu bloque la diffusion circonférentielle de la chaleur. Lorsque la source de chaleur est proche de l'axe de la fibre, la chaleur qui paraît bloquée au centre, ne peut diffuser que radialement vers l'extérieur de la fibre. Ces deux mesures mettent clairement en évidence l'influence de la morphologie d'une fibre de carbone à texture prononcée sur la diffusion de la chaleur. Ceci rend caduque la méthodologie proposée au chapitre II.2.1.

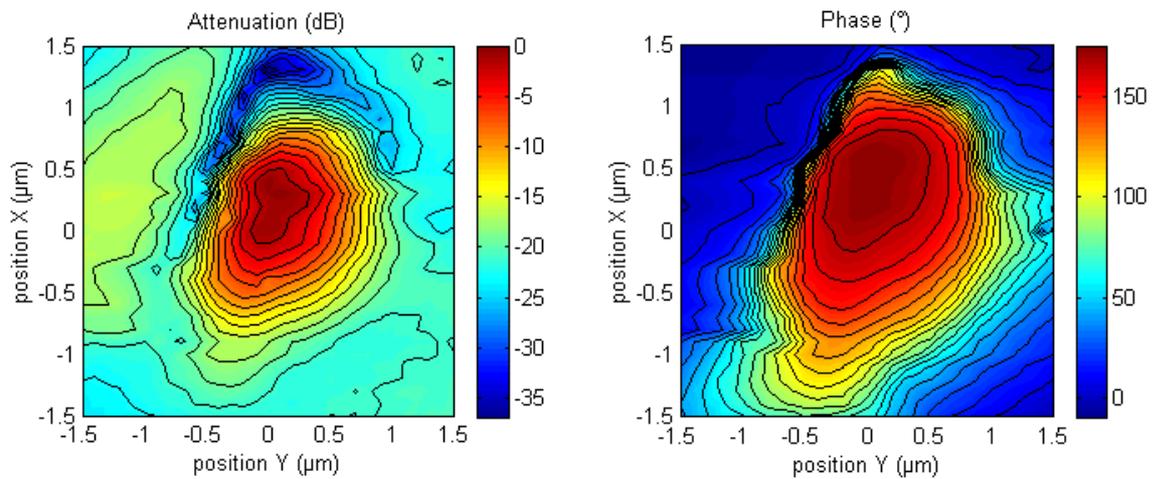


Figure 2.2.9.a Au voisinage de l'axe de la fibre (situé à $\approx 1\mu\text{m}$ du centre de la cartographie).

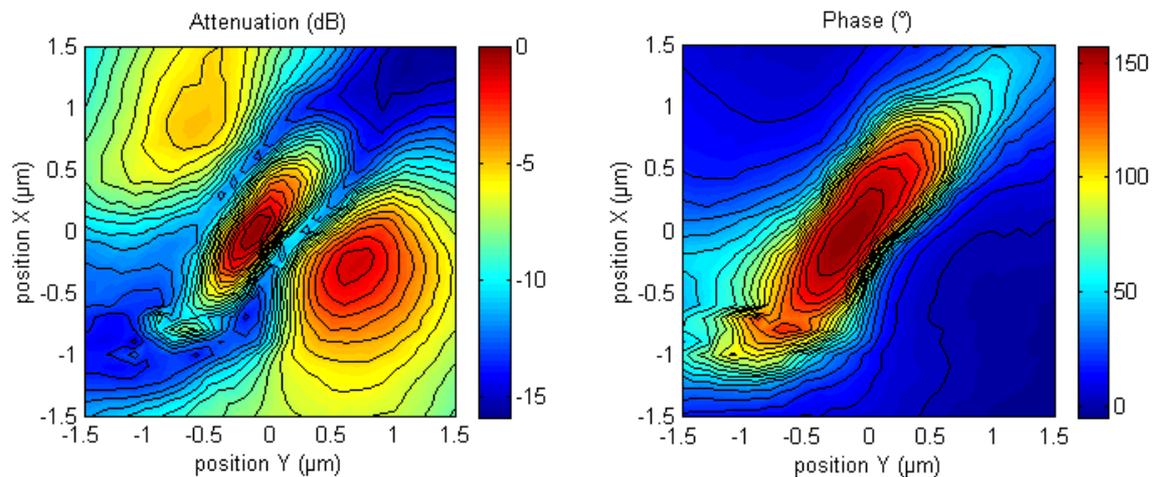


Figure 2.2.9.b "loin" du centre de la fibre (situé à $\approx 3\mu\text{m}$ du centre de la cartographie).

Figure 2.2.9 Mise en évidence de la perturbation induite par la texture radiale d'une fibre de carbone ex-brai (Mitsubishi K135) sur la diffusion de la chaleur. On remarque sur la figure 2.2.9.b, la présence de deux maximums secondaires sur la cartographie d'atténuation que l'on attribue au passage du faisceau pompe sur l'anneau de la figure de diffraction produit par le faisceau sonde.

Enfin, une fibre Ex-brai XNO5, réputée parfaitement isotrope a été étudiée par microscopie photothermique. Cette mesure présentée sur la figure 2.2.10, ne permet effectivement pas de mettre en évidence une direction privilégiée de diffusion de la chaleur. Si ce comportement va dans le sens d'un comportement isotrope, il faut aussi

noter l'aspect très chahuté des lignes isothermes qui est révélateur de la présence de nombreuses d'hétérogénéités thermiques.

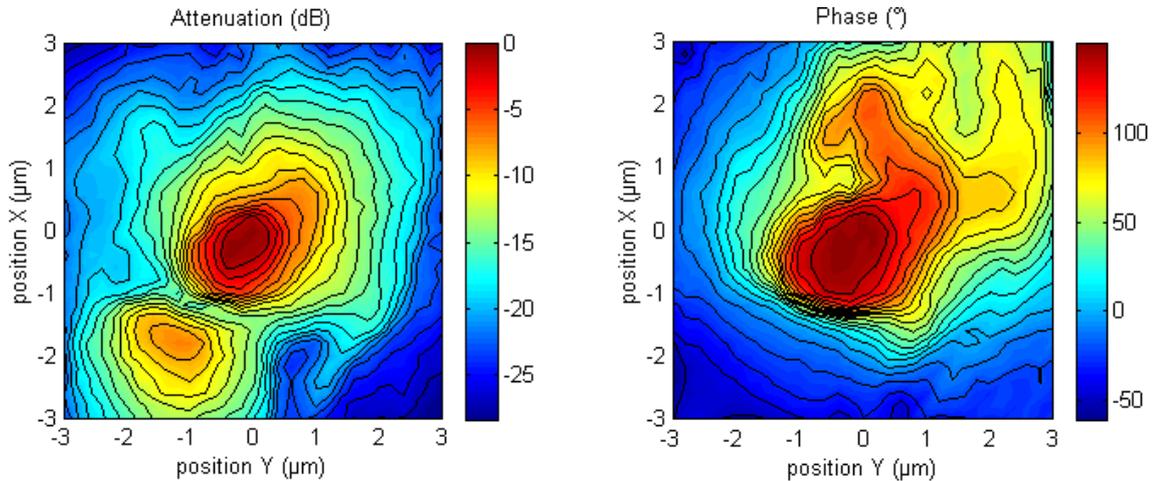


Figure 2.2.10 Visualisation de la diffusion transversale de la chaleur dans une fibre ex-brai XN05.

Ces premiers résultats confirment la corrélation marquée entre la morphologie des fibres et les processus de diffusion de la chaleur à l'échelle microscopique. Ils montrent aussi les limites de la photoréflexion dont la résolution spatiale reste encore trop limitée pour s'affranchir des effets de structure ou des hétérogénéités locales, qui empêchent une interprétation réellement quantitative des mesures. Mais avant tout, ces expériences montrent qu'il est incorrect de supposer a priori le comportement transverse d'une fibre de carbone isotrope. Dans le cas où cette hypothèse est vérifiée, il est plus pertinent de caractériser les propriétés thermiques de la fibre à partir de mesures réalisées sur des sections longitudinales desquelles peuvent être déduites simultanément ses diffusivités thermiques radiale et longitudinale. Cette configuration offre une surface plus grande pour mesurer le champ de température.

II.2.3.2. Mesure des diffusivités thermiques longitudinales et « transversales » de fibre de carbone.

A l'image des mesures réalisées sur les sections transverses, celles effectuées sur les sections longitudinales des fibres ex-Brai Mitsubishi K135 montrent un effet marqué de la morphologie. Pour éviter tout artefact, la source de chaleur devrait rester centrée sur l'axe de la fibre contenu rigoureusement dans le plan de coupe. Dans le cas contraire, la symétrie est rompue et les lignes isothermes deviennent dissymétriques (cf. figure 2.2.11). Notons que dans le cas où le milieu est hétérogène, déplacer le faisceau pompe ou le faisceau sonde, n'est plus équivalent. La figure 2.2.11, ainsi d'ailleurs que la figure 2.2.9 ne donnent pas une image fidèle de la température qui s'établit autour de la source de chaleur. Tous ces artefacts compliquent fortement la mesure et l'analyse si bien qu'on ne peut extraire d'autre paramètre que la diffusivité thermique longitudinale. On constate que quel que soit le plan de coupe, faiblement désaligné par rapport à l'axe de la fibre, la diffusivité thermique maximale apparente dans ce plan reste très proche de la diffusivité thermique longitudinale. De façon empirique on déduit ce paramètre de la mesure de la pente de la phase selon la direction où la diffusion de la chaleur est la plus rapide. Les deux mesures présentées sur la figure 2.2.11 indiquent pour cette fibre une diffusivité thermique longitudinale de $1,11^{\pm 0,2} \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$. Cette valeur élevée confirme la structure très orientée des plans graphitiques parallèlement à l'axe de la fibre.

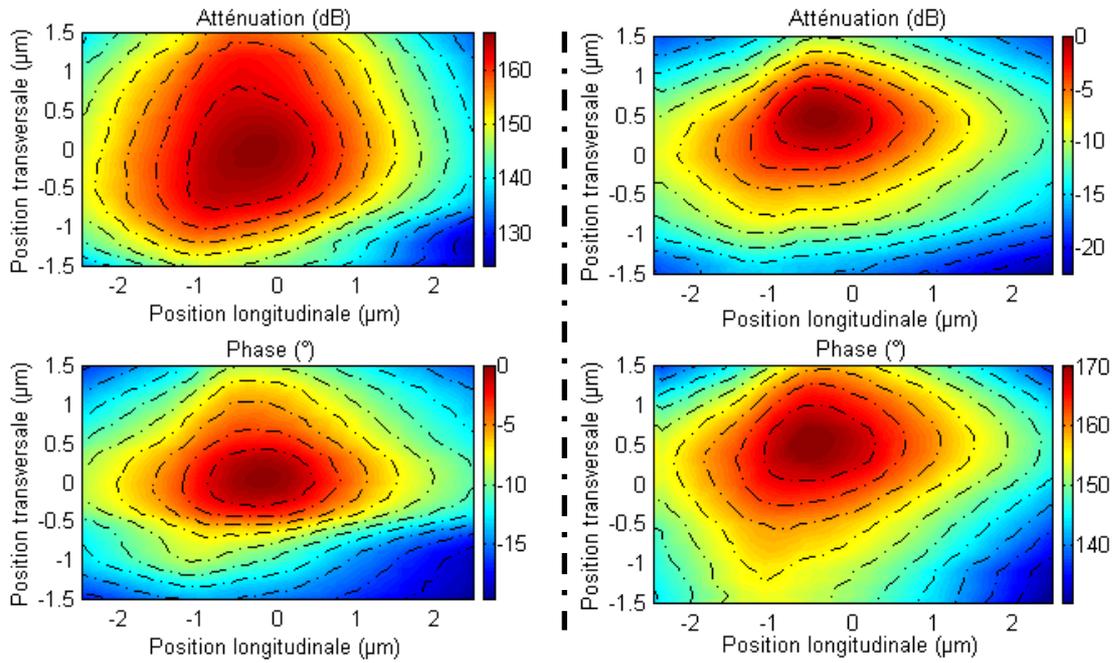


Figure 2.2.11 Diffusion de la chaleur dans une fibre ex-brai en coupe « longitudinale » visualisée par photoréflexion ($f = 1$ MHz).

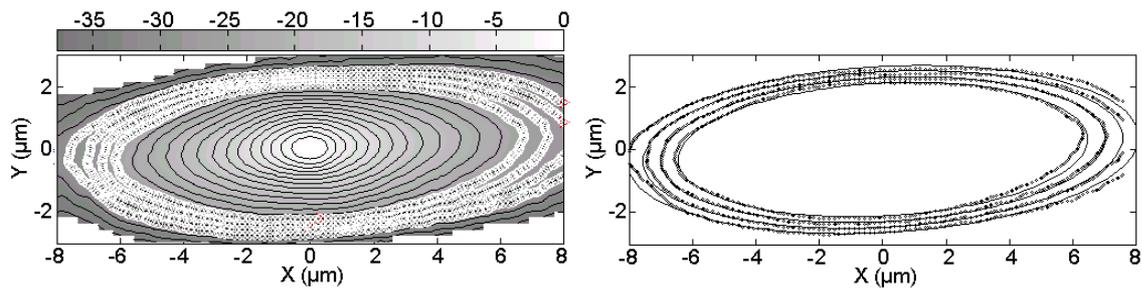


Figure 2.2.12 Propagation d'une onde thermique dans une fibre Ex-PAN T300 ayant subi un traitement thermique à très haute température, visualisée par photoréflexion (fréquence 1 MHz). La mesure de l'ellipticité des lignes iso-atténuation représentées ici indique une anisotropie thermique égale à 9,7.

| Fibre | Mitsubishi K135 | XN05 | C1 | C2 | Hitco | Toray T800 | Toray T300 |
|---------------------------|-----------------|----------------|----------------|--------------|-----------------|----------------|-----------------|
| Type | Brai | Brai | rayonne | rayonne | rayonne | PAN | PAN |
| Diffusivité Longitudinale | 110 | $3,6^{+/-2,2}$ | $1,4^{+/-0,7}$ | 1,6 | $1,75^{+/-0,3}$ | $8,5^{+/-1,4}$ | $10,6^{+/-1,3}$ |
| Diffusivité Transversale | | 2 | 1,2 | 1,6 | 1,75 | 2,5 | 3,75 |
| Anisotropie | | $1,7^{+/-0,5}$ | $1,2^{+/-0,4}$ | $1^{+/-0,1}$ | $1^{+/-0}$ | $3,6^{+/-0,3}$ | $2,9^{+/-0,6}$ |

Tableau 2.2.1 Récapitulatif des propriétés thermiques des fibres de carbone caractérisées par photoréflexion et comparaison avec les caractéristiques fournies par d'autres sources. Les diffusivités thermiques sont données en $\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$.

Lorsque les mesures ne présentent pas d'effet de structure trop marqué, on peut mettre en œuvre l'analyse présentée au chapitre 2.2.1. Les fibres Ex-Rayonne, Ex-PAN

ou encore la fibre XN05 supposées homogènes se prêtent donc bien à ces analyses. La figure 2.2.12 montre le résultat de l'analyse effectuée sur le champ de température mesuré sur la section longitudinale d'une fibre de carbone Ex-PAN T300. Pour évaluer les dispersions expérimentales ou liées au matériau, les mesures sont répétées au moins cinq fois. Les incertitudes bien que significatives (cf. tableau 2.2.1) restent suffisamment faibles pour différencier les différentes fibres testées.

Sont récapitulées dans le tableau 2.2.1 les diffusivités thermiques des fibres qui ont été étudiées. Les résultats obtenus sont en adéquation avec les valeurs communiquées par le fabricant et/ou obtenues au moyen d'autres techniques expérimentales. L'intérêt de la photoréflexion réside surtout dans la possibilité d'accéder via la mesure de l'anisotropie aux caractéristiques transverses de la fibre. Ces mesures confirment l'influence de la morphologie du graphite sur les propriétés d'usage. Les fibres ex-PAN réputées plus structurées que les fibres ex-rayonne et XN05 possèdent une diffusivité thermique longitudinale deux fois plus importante que ces dernières. Enfin, la fibre K135 fortement structurée possède une diffusivité thermique longitudinale 35 fois plus grande que les fibres Ex-rayonne.

II.2.3.3. Apport de la photoréflexion pour l'étude des matériaux composites

L'utilisation de la photoréflexion pour mesurer les propriétés thermiques de fibres de carbone s'avérant pertinente, on se propose de mettre en œuvre cette technique pour résoudre des problèmes matériaux. Une première campagne de mesure a été réalisée pour relier les propriétés macroscopiques de composites C/C-SiC mesurées par ellipsométrie thermique (cf. figure 2.2.1) aux caractéristiques microscopiques des fibres mesurées par photoréflexion. Les échantillons étudiés ne diffèrent que par la nature des fibres qui les constituent. Le composite, stratifié, est constitué d'un empilement de tissus de fibres de carbone. A l'échelle macroscopique, cette architecture confère au composite un comportement thermique isotrope transverse, la direction de plus faible diffusivité attendue étant la direction d'empilement des tissus.

| | | Fibres | Type 1 : HTA | Type 2 : T800 | Type 3 : M40 |
|-----------|---|--------|------------------------|------------------------|-------------------------|
| Fibre | α_{longi} ($\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) | | 28,8 ^{+/-3,5} | 30,4 ^{+/-1,9} | 88,5 ^{+/-27,5} |
| | α_{rad} ($\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) | | 4,7 | 4,2 | 15,7 |
| | Anisotropie | | 6,2 ^{+/-0,8} | 7,5 ^{+/-1,1} | 6,6 ^{+/-1,7} |
| Composite | α_{\perp} ($\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) | | 8 ^{+/-0,1} | 10,2 ^{+/-0,1} | 12,1 ^{+/-0,4} |
| | α_{\parallel} ($\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) | | 12 ^{+/-0,4} | 13,1 ^{+/-0,5} | 20,8 ^{+/-0,9} |
| | Anisotropie | | 1,5 | 1,3 | 1,7 |

Tableau 2.2.2 Récapitulatif des propriétés thermiques macroscopiques des composites C/C-SiC caractérisés par ellipsométrie thermique, et correspondance avec les propriétés thermiques des fibres mesurées par photoréflexion. Les diffusivités thermiques sont données en $\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$.

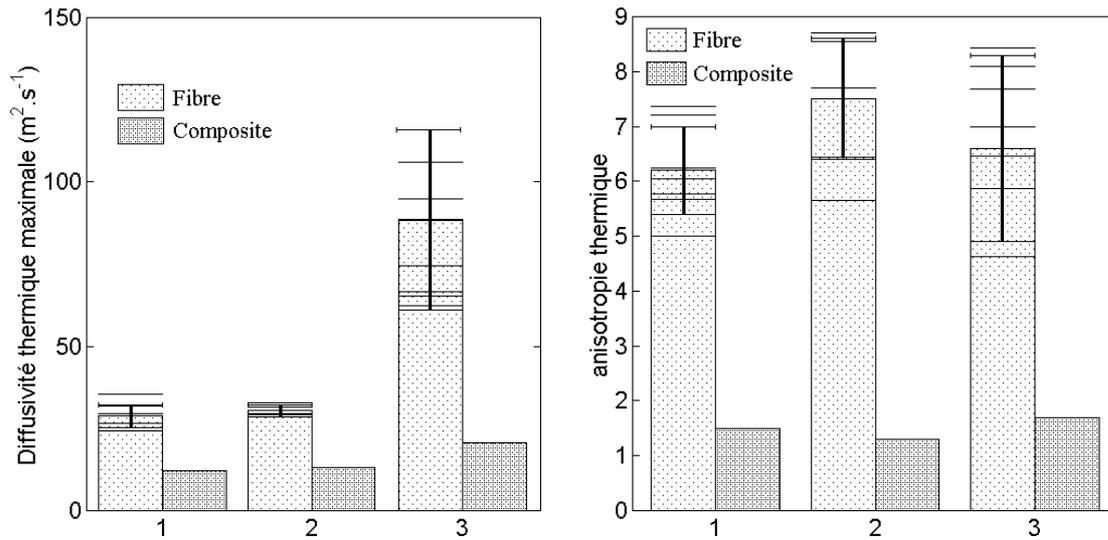


Figure 2.2.13 Corrélation entre propriétés thermiques microscopiques de fibres de carbone et les propriétés thermiques macroscopiques du composite.

Les résultats obtenus sont récapitulés dans le tableau 2.2.2 et sur la figure 2.2.13. Ils montrent pour cette architecture, que les propriétés thermiques du composite sont surtout pilotées par la diffusivité thermique longitudinale des fibres. Une valeur plus élevée de ce paramètre conduit en effet à une augmentation de la diffusivité thermique du composite parallèlement au tissu et à une plus forte anisotropie thermique.

Un problème toujours ouvert s’agissant de la caractérisation de fibres de carbone est celui de l’évolution de leurs propriétés lors de la fabrication du composite. En effet, la fibre est alors soumise à des sollicitations thermo-mécaniques et/ou chimiques sévères qui modifient sa microstructure et donc ses propriétés thermo-mécaniques. Les caractéristiques initiales de la fibre deviennent alors obsolètes, et une mesure in-situ sur les fibres du composite final s’avère nécessaire. Pour mettre en évidence ces phénomènes, l’évolution des propriétés de fibres de carbone T800, HTA et XN05, soumises à différents traitements a été examiné.

| Fibres HTA | C/C-SiC | C/C-SiC +TT | C/C-SiC + TT THT |
|---|------------------------|------------------------|------------------------|
| α_{longi} (mm ² .s ⁻¹) | 28,8 ^{+/-3,5} | 31 ^{+/-3,3} | 136 ^{+/-9,9} |
| α_{rad} (mm ² .s ⁻¹) | 4,7 | 4,3 | 12,9 |
| Anisotropie | 6,2 ^{+/-0,8} | 7,31 ^{+/-0,6} | 10,5 ^{+/-1} |
| Fibres T800 | Carbone epoxy | Carbone epoxy +TT | C/C-SiC |
| α_{longi} (mm ² .s ⁻¹) | 8,5 ^{+/-1,4} | 10,8 ^{+/-1,2} | 30,4 ^{+/-1,9} |
| α_{rad} (mm ² .s ⁻¹) | 2,3 | 2,5 | 4,2 |
| Anisotropie | 3,6 ^{+/-0,3} | 4,1 ^{+/-0,2} | 7,5 ^{+/-1,1} |
| Fibres XNO5 | Brute | TT THT | |
| α_{longi} (mm ² .s ⁻¹) | 3,6 ^{+/-2,2} | 24,3 ^{+/-9} | |
| α_{rad} (mm ² .s ⁻¹) | 1,9 | 7,7 | |
| Anisotropie | 1,7 ^{+/-0,5} | 3,1 ^{+/-0,6} | |

Tableau 2.2.3 Evolution des propriétés thermiques de fibres de carbone HTA et T800 entre les différentes étapes de la fabrication d’un composite C/C-SiC.

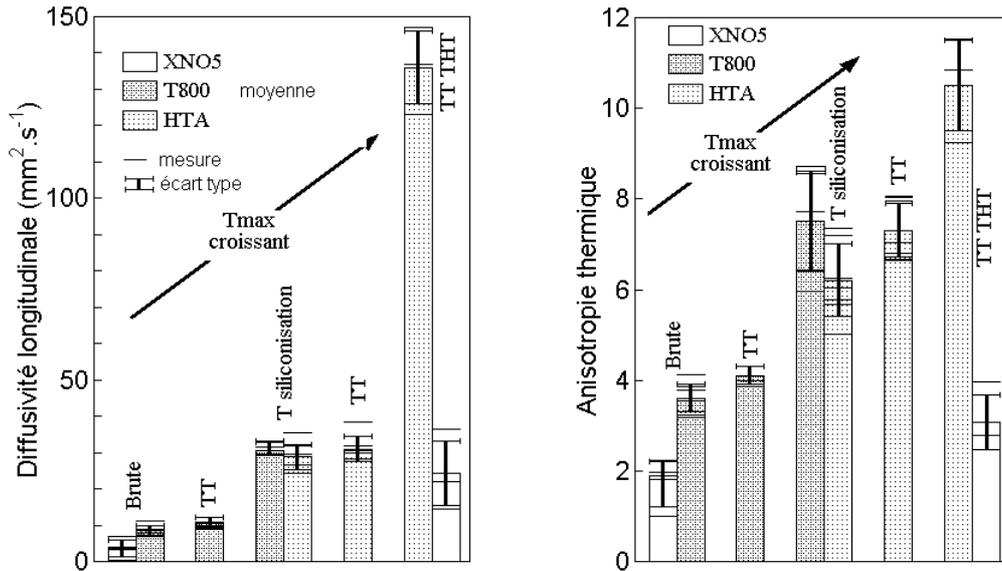


Figure 2.2.14 Evolution des propriétés thermiques de fibres de carbone soumises à différentes sollicitations thermomécaniques. La fibre XNO5 est soumise à un traitement à très haute température au moyen d'une torche à plasma. La fibre T800 insérée dans une matrice époxy est soumise à un traitement thermique faible température avant de subir les étapes de pyrolyse et de silicisation qui permettent l'obtention d'un composite C/C-SiC. La fibre HTA est caractérisée après obtention du composite C/C-SiC auquel on fait subir un premier traitement thermique haute température, puis un nouveau traitement à très haute température.

Des comportements différents sont observés. Les fibres XNO5 qui sont "amorphes" voient leur anisotropie augmenter faiblement malgré un traitement thermique à très haute température, durant lequel aucune tension n'est appliquée à la fibre. Les fibres ex-PAN, plus structurées, sont plus sensibles au traitement thermique puisque les fibres T800 voient leur anisotropie doubler à l'issue de la fabrication du composite. Cette augmentation importante ne peut être attribuée qu'à la seule élévation de température vue par le matériau, mais aussi aux contraintes mécaniques importantes auxquelles est alors soumise la fibre. L'augmentation est plus spectaculaire encore lorsqu'on applique un traitement thermique au composite puisque l'anisotropie thermique double tandis que la diffusivité thermique est multipliée par quatre.

Tous ces résultats montrent que la photoréflexion peut s'avérer d'une grande utilité pour la caractérisation des fibres de carbone. En visualisant à une échelle locale la diffusion de la chaleur, on peut mettre en évidence le comportement homogène ou au contraire très hétérogène du matériau, information qui peut être corrélée à sa morphologie ou à la présence d'hétérogénéités thermiques. Enfin, ces mesures permettent de mesurer très localement et in-situ les propriétés thermiques des fibres considérées comme homogènes. Elles constituent en ce sens l'unique moyen actuel pour mesurer directement les caractéristiques transverses de fibres de si faible diamètre.

II.3 Cas des matériaux orthotropes à symétrie de révolution

A l'anisotropie du milieu peut s'ajouter un effet géométrique lorsque l'orientation des axes principaux d'anisotropie varie à la surface du milieu. On rencontre ce problème lorsqu'on cherche à caractériser les matrices de pyrocarbone de composites carbone/carbone. Pour interpréter correctement les mesures, il importe de prendre en compte la distorsion du champ de température produit par la courbure des directions principales d'anisotropie. Après analyse, une méthode simple peut être proposée pour déterminer rigoureusement les propriétés thermiques du milieu.

II.3.1 Expression approchée du champ de température

Suivant la démarche adoptée précédemment, l'analyse proposée repose sur l'utilisation d'une fonction de Green, solution de l'équation de diffusion de la chaleur, pour décrire simplement l'élévation périodique de température mesurée. Une source de chaleur périodique ponctuelle d'intensité P étant placée à une distance R_s de l'axe de symétrie du milieu, l'équation de diffusion de la chaleur qu'il faut résoudre s'écrit en coordonnées polaires :

$$k_r \left(\frac{\partial^2}{\partial^2 r} + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \right) \delta T + k_\theta \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2}{\partial \theta^2} \delta T + k_z \frac{\partial^2}{\partial z^2} \delta T - j\omega c \delta T = P \delta(r - R_s, \theta, z) \quad (2.3.1)$$

où k_r , k_θ et k_z sont respectivement les conductivités thermiques principales du matériau selon les directions radiale, circonférentielle et axiale. Le calcul de la solution exacte [CHA77, PAD75] du problème est complexe et donc difficilement utilisable en vue d'une exploitation rapide des données expérimentales. On lui préfère donc une solution approchée qui est obtenue en effectuant dans la relation 2.3.1 le changement de variable :

$$\begin{aligned} \theta' &= \sqrt{\frac{k_r}{k_\theta}} \theta \\ z' &= \sqrt{\frac{k_r}{k_z}} z \end{aligned} \quad (2.3.2)$$

A un facteur près, la relation obtenue correspond à l'équation de diffusion de la chaleur pour un milieu homogène et isotrope :

$$\Delta \delta T - \frac{j\omega}{\alpha_r} \delta T = \frac{1}{\sqrt{k_z k_\theta}} \delta(r - R_s, \theta, z') \quad (2.3.3)$$

dont la solution est connue et s'écrit :

$$\delta T(r, \theta', z') = \frac{1}{4\pi \sqrt{k_z k_\theta} R(r, \theta, z')} \exp\left(-\frac{1+j}{\mu_r} R(r, \theta, z')\right) \quad (2.3.4)$$

avec :

$$R(r, \theta, z') = \sqrt{r^2 + R_s^2 - 2rR_s \cos \theta + z'^2} \quad (2.3.5)$$

En effectuant le changement de variable inverse, on obtient, dans le repère cylindrique (r, θ, z) , l'expression du champ de température produit par une source de chaleur périodique infinitésimale dans un milieu orthotrope à symétrie de révolution :

$$\delta T(r, \theta, z) = \frac{1}{4\pi \sqrt{k_r k_z k_\theta} R(r, \theta, z)} \exp\left(-\frac{(1+j)\sqrt{\pi f c} R(r, \theta, z)}{k_r}\right) \quad (2.3.6)$$

où :

$$R(r, \theta, z) = \sqrt{\frac{1}{k_r} \left(r^2 + R_s^2 - 2rR_s \cos \sqrt{\frac{k_r}{k_\theta}} \theta \right) + \frac{1}{k_z} z^2} \quad (2.3.7)$$

Cette solution de Green de l'équation de diffusion de chaleur dans un milieu orthotrope axisymétrique est approchée. En effet, cette solution simple est obtenue sans tenir compte des conditions de fermeture (continuité du flux de chaleur et de la température) en $r=0$ et $\theta=\pm\pi$, lors du changement de variable (2.3.2). L'équation (2.3.6) n'est donc valable que lorsque ces conditions aux limites peuvent effectivement être négligées, ce qui impose deux conditions. D'une part la zone où est calculée le champ de température doit être éloignée des points $r=0$, et $\theta=\pm\pi$. D'autre part les longueurs de diffusion thermique selon les directions radiale et circonférentielle doivent être petites devant respectivement le rayon R_s et la circonférence πR_s . Ces conditions signifient que l'onde thermique est très atténuée lorsqu'elle atteint les positions $r=0$ et $\theta=\pm\pi$:

$$R_s \gg \sqrt{\frac{\alpha_r}{\pi f}} \quad (2.3.8)$$

$$\pi R_s \gg \sqrt{\frac{\alpha_\theta}{\pi f}}$$

Ces conditions ne sont pas réellement restrictives ici puisqu'elles doivent être vérifiées pour s'assurer que la mesure est exempte d'effet de bord. Enfin, la relation 2.3.6 montre que les champs de température cartographiés par balayage de la source de chaleur ou du détecteur localisés respectivement en (R, Θ) et (r, θ) sont les mêmes puisque la condition :

$$\delta T(r, \theta, R, \Theta) = \delta T(R, \Theta, r, \theta) \quad (2.3.9)$$

est vérifiée.

On distingue deux cas particuliers. Si la surface du milieu contient les directions \vec{r} et \vec{z} (section longitudinale), le champ de température est le même que celui observé à la surface d'un milieu homogène anisotrope de conductivités thermiques principales k_r

et k_z . La courbure des directions principales d'anisotropie en profondeur ne produit donc pas d'effet apparent, et les techniques présentées dans le chapitre II.2.2 restent applicables.

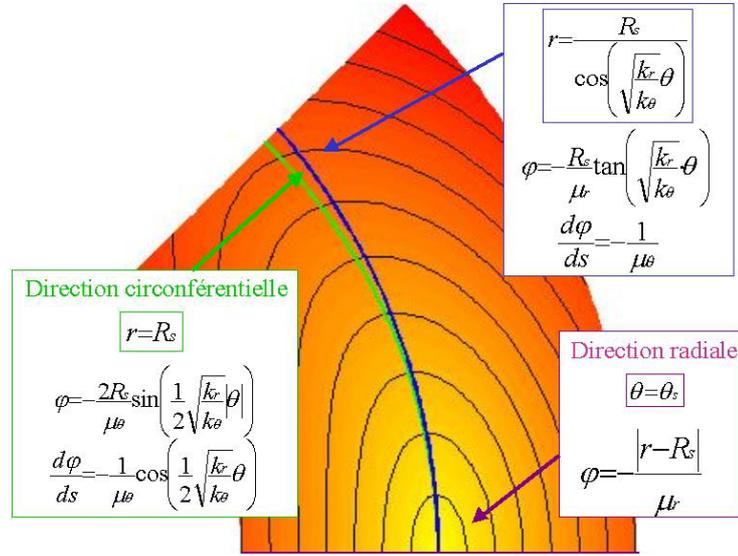


Figure 2.3.1 Evolution de la phase de la température selon des courbes particulières.

Si la surface du milieu est perpendiculaire à l'axe \vec{z} , les isothermes observées à la surface du milieu sont décrites par la relation :

$$\sqrt{r^2 + R_s^2 - 2rR_s \cos\sqrt{\frac{k_r}{k_\theta}}\theta} = c^{ste} \quad (2.3.10)$$

De la forme des lignes isothermes peut donc être déduit le degré d'anisotropie thermique k_r/k_θ , ce qui impose cependant d'identifier simultanément le rayon de courbure R_s . A nouveau, mesurer la phase de l'élévation périodique de température permet de mesurer les diffusivités thermiques radiale et circonférentielle α_r et α_θ du milieu. Ainsi, selon la direction radiale \vec{r} le déphasage décroît linéairement à mesure que l'on s'éloigne de la source de chaleur, avec une pente :

$$\frac{\partial \varphi}{\partial r} = -\frac{1}{\mu_r} = -\frac{\pi f}{\alpha_r} \quad (2.3.11)$$

Il est plus difficile de mesurer la diffusivité thermique circonférentielle α_θ . En effet, on observe que le déphasage relevé le long de la circonférence de rayon R_s suit la relation :

$$\varphi = -\frac{2R_s}{\mu_\theta} \sin\left(\frac{1}{2}\sqrt{\frac{k_r}{k_\theta}}|\theta|\right) \quad (2.3.12)$$

dont la dérivée vaut :

$$\frac{1}{R_s} \frac{\partial \varphi}{\partial \theta} = -\frac{1}{\mu_\theta} \cos\left(\frac{1}{2} \sqrt{\frac{k_r}{k_\theta}} \theta\right) \neq -\frac{1}{\mu_\theta} \quad (2.3.13)$$

et diffère de la valeur attendue $-1/\mu_\theta$. Néanmoins, pour θ petit, l'erreur commise sur la diffusivité thermique évaluée à partir d'une régression linéaire des profils de phase circonférentiels et de l'utilisation de la relation 2.1.2 reste du second ordre et est d'autant plus faible que l'anisotropie thermique k_r/k_θ est élevée. La courbe selon laquelle la pente du déphasage est constante et égale à $-1/\mu_\theta$ est définie par :

$$r = \frac{R_s}{\cos\left(\sqrt{\frac{k_r}{k_\theta}} \theta\right)} \quad (2.3.14)$$

Cette courbe est a priori inconnue puisqu'elle dépend de deux paramètres que l'on cherche à identifier (R_s et k_r/k_θ). Cependant, au voisinage de la source de chaleur, elle reste proche de la circonférence de rayon R_s , notamment lorsque l'anisotropie thermique est élevée.

L'approche qui consiste à déduire l'anisotropie thermique de la forme des lignes isothermes et les diffusivités thermiques de la pente de la phase selon les directions principales d'anisotropie est semblable à celle proposée au chapitre II.2. De même, l'importance des artefacts dus à la dimension finie des faisceaux pompe et sonde doit être évaluée.

II.3.2 Prise en compte des effets de convolution et du rayon de courbure

En présence d'une source de chaleur répartie, la fonction de Green solution de l'équation de diffusion de la chaleur, décrit mal le champ de température. Des erreurs systématiques peuvent être commises sur la valeur des paramètres matériaux identifiés à partir des relations simplifiées établies au paragraphe précédent. Evaluer l'importance de ces écarts nécessite de calculer le champ de température réellement mesuré en prenant en compte l'étalement de la source de chaleur ainsi que la distribution énergétique du faisceau sonde.

II.3.2.1. Calcul du champ de température en présence d'une source de chaleur étendue

Contrairement au cas des milieux homogènes, il n'existe pas de formulation semi-analytique simple du champ de température périodique δT_p produit par une source de chaleur étendue dans un milieu orthotrope à symétrie de révolution. Pour cela il est nécessaire de réaliser numériquement l'intégration :

$$\delta T_p(r, \theta, R_p, \theta_p) = \int_{R=0}^{+\infty} \int_{\Theta=-\pi}^{+\pi} \delta T(r, \theta, R, \Theta) S_p\left(\sqrt{R_p^2 + R^2 - 2R_p R \cos(\Theta - \theta_p)}\right) R dR d\Theta \quad (2.3.15)$$

notée ici :

$$\delta T_p(r, \theta, R_p, \theta_p) = \delta T(r, \theta, R, \Theta) \otimes S_p(r, \theta, R_s, \theta_s) \quad (2.3.16)$$

où $\delta T(r, \theta, R, \Theta)$ désigne la solution de Green de l'équation de diffusion de la chaleur pour une source placée en (R, Θ) et $S_p(r, \theta, R_s, \theta_s)$ la répartition énergétique de la source de chaleur centrée en (R_s, θ_s) axisymétrique et absorbée en surface. Le calcul de l'élévation périodique de température $\delta T_s(R_s, \theta_s, R_p, \theta_p)$ détectée lorsque le faisceau sonde est placé en (R_s, θ_s) nécessite de réaliser numériquement le produit de convolution :

$$\delta T_s(R_s, \theta_s, R_p, \theta_p) = \int_{r=0}^{+\infty} \int_{\theta=-\infty}^{+\infty} \delta T_p(r, \theta, R_p, \theta_p) S_s(\sqrt{r^2 + R_s^2 - 2rR_s \cos(\theta - \theta_s)}) r dr d\theta \quad (2.3.17)$$

noté :

$$\delta T_s(r, \theta, R_p, \theta_p) = S_s(r, \theta, R_s, \theta_s) \otimes \delta T_p(r, \theta, R_p, \theta_p) \quad (2.3.18)$$

$S_s(r, \theta, R_s, \theta_s)$ désigne la répartition énergétique transverse du faisceau pompe, supposée axisymétrique. Compte tenu de la propriété (2.3.9), l'ordre dans lequel sont effectuées ces opérations n'a pas d'effet. En présence d'une source de chaleur et d'une détection non ponctuelles, le champ de température est le même quel que soit le faisceau qui est déplacé. Cependant, il reste nécessaire de réaliser ces deux opérations successivement, et on ne peut traiter de façon équivalente ce problème en considérant une source de chaleur équivalente de répartition énergétique $S_s(r, \theta, R_s, \theta_s) \otimes S_p(r, \theta, R_p, \theta_p)$ et une détection ponctuelle :

$$\begin{aligned} S_s(r, \theta, R_s, \theta_s) \otimes (S_p(r, \theta, R_p, \theta_p) \otimes \delta T(r, \theta)) &= S_p(r, \theta, R_s, \theta_s) \otimes (S_s(r, \theta, R_p, \theta_p) \otimes \delta T(r, \theta)) \\ &\neq (S_s(r, \theta, R_s, \theta_s) \otimes S_p(r, \theta, R_p, \theta_p)) \otimes \delta T(r, \theta) \end{aligned} \quad (2.3.19)$$

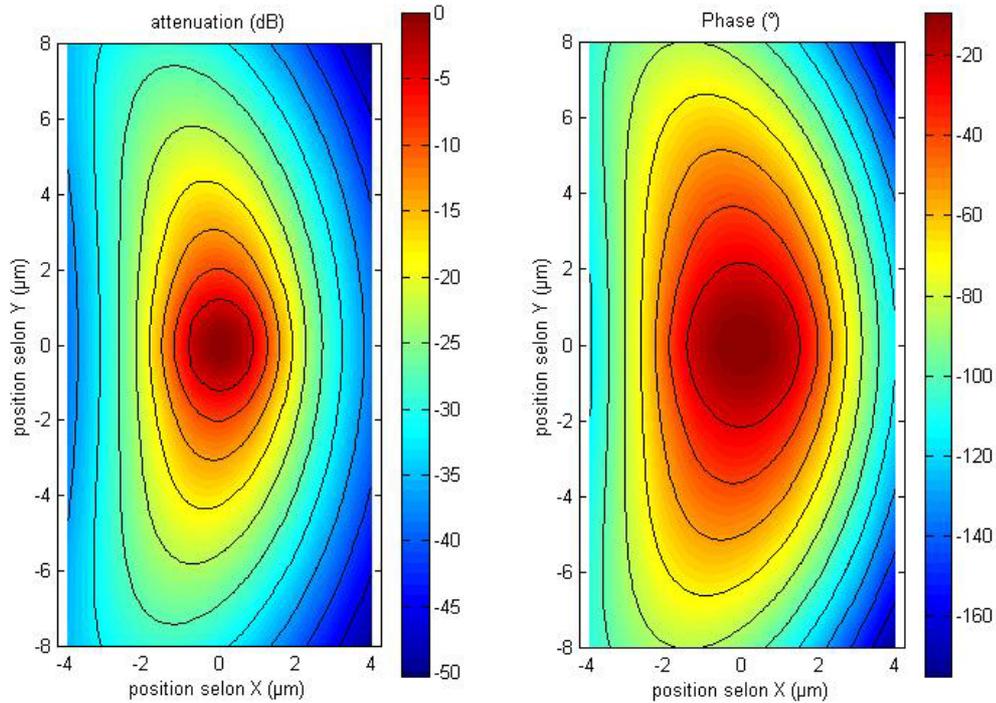


Figure 2.3.2 Champ de température à la surface d'un milieu orthotrope à symétrie de révolution chauffé par une source de chaleur gaussienne ($r_g = 1\mu\text{m}$), placée à une distance $R_s = 10\mu\text{m}$ de l'axe de symétrie du milieu et modulée en intensité à la fréquence $f=1\text{MHz}$. Le degré d'anisotropie vaut 10, la diffusivité $1\text{cm}^2.\text{s}^{-1}$ dans la direction circonférentielle et $0,1\text{cm}^2.\text{s}^{-1}$ dans la direction radiale.

En pratique, ce calcul est très coûteux et ne peut être envisagé pour exploiter de façon fine les mesures à l'aide d'un algorithme d'optimisation. Pour évaluer l'effet conjugué de la courbure d'une des directions principales d'anisotropie et du caractère non ponctuel de la source de chaleur, on se limite à effectuer le seul produit de convolution 2.3.16 qui donne le champ de température vrai à la surface du milieu (cf. figure 2.3.2). Ce calcul met en œuvre le schéma d'intégration de Gauss à 12 points, qui est présenté au paragraphe 2.1, et qui est transposé au cas bidimensionnel.

II.3.2.2 Détermination des propriétés matériau en présence d'une source étendue

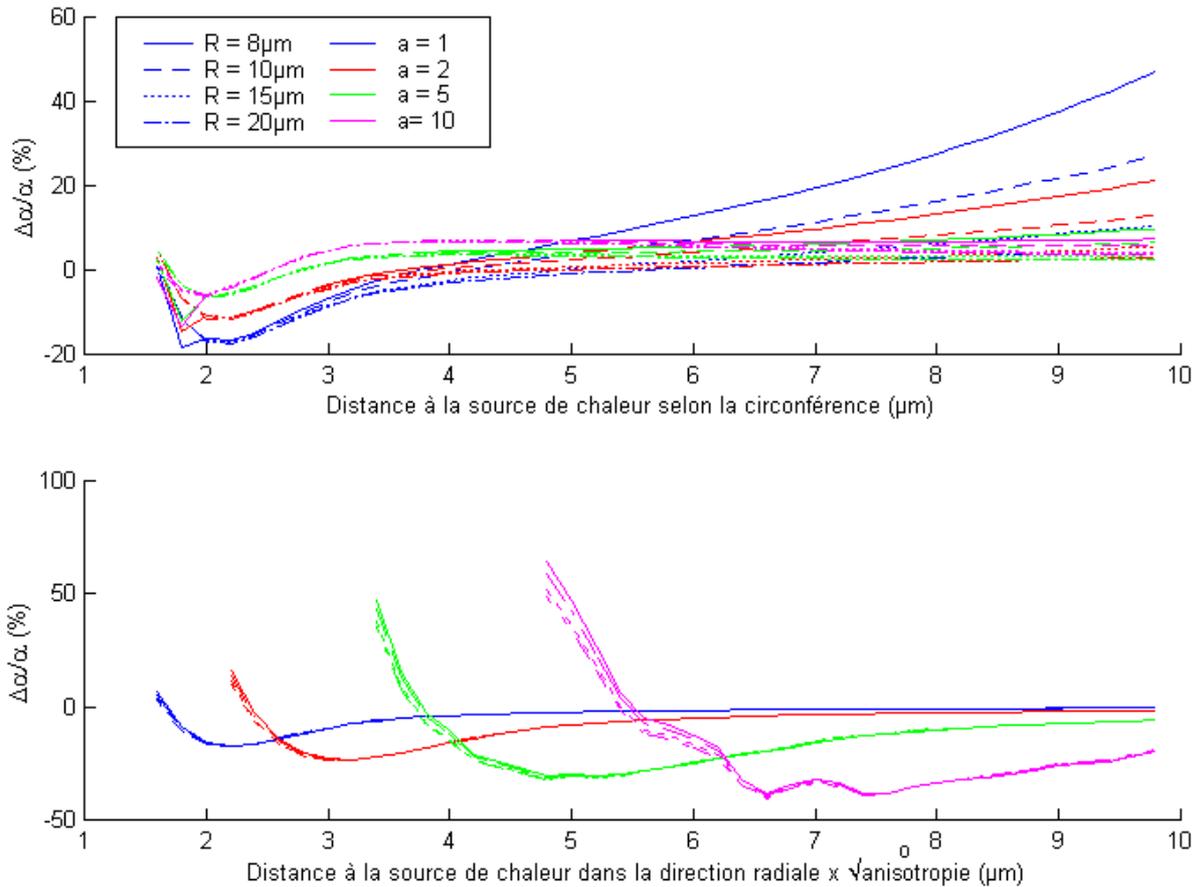


Figure 2.3.3 Erreur relative sur la valeur des diffusivités thermiques radiale et circonférentielle estimée à partir de la pente locale de la phase de l'élévation périodique de température. La diffusivité thermique est maximale dans la direction circonférentielle et vaut $1\text{cm}^2.\text{s}^{-1}$, la fréquence de modulation vaut 1 MHz.

La figure 2.3.3 montre l'évolution de l'écart relatif entre les diffusivités thermiques apparentes déduites du gradient de phase sur les profils radiaux et circonférentiels et les valeurs vraies. Concernant l'évaluation de la diffusivité thermique circonférentielle, l'écart est satisfaisant puisque l'erreur relative n'excède pas 10 % pour $a > 2$ et $R > 10\mu\text{m}$, gamme dans laquelle se situent les mesures qui seront traitées par la suite. Dans la zone proche de la source de chaleur, l'écart est du même type que celui déjà mis en évidence aux chapitres II.1 et II.2 qui est dû à l'étalement de la source de chaleur ici supposée gaussienne. A mesure que l'on s'éloigne du faisceau pompe, l'écart produit par l'effet géométrique devient prépondérant et croît proportionnellement à r^2/aR_s^2 , comme l'indique la relation 2.3.13. Il faut remarquer ici que cette approche conduit à une surestimation systématique de la diffusivité thermique circonférentielle. Ces deux sources d'erreur s'additionnent simplement. Ainsi, les écarts relevés sur les

profils radiaux ne dépendent pas du paramètre R_s . Comme en présence d'un milieu homogène anisotrope, les profils mesurés selon la direction de plus faible diffusivité thermique sont fortement affectés par l'étalement de la source de chaleur même en des points où la température a subi une atténuation notable.

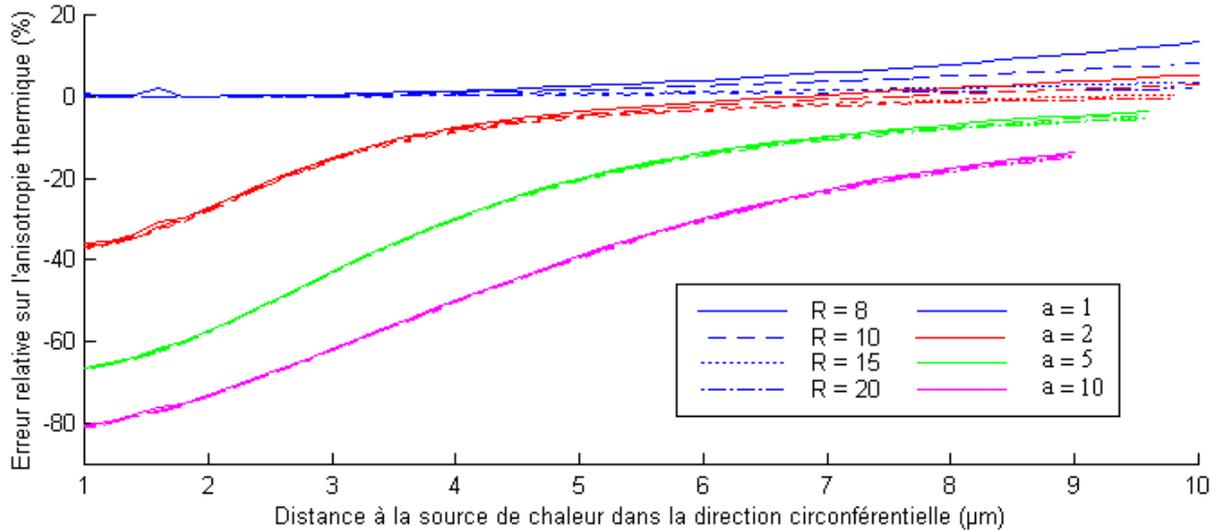


Figure 2.3.4 Erreur relative sur la valeur du degré d'anisotropie à partir de la forme des isothermes. (paramètres de simulation $\alpha_{max} = 1\text{cm}^2.\text{s}^{-1}$, $f=1\text{MHz}$, soit $\mu_{max}=5,6\mu\text{m}$, et $r_g = 1\mu\text{m}$.)

Comme le montre la figure 2.3.4, la forme des lignes iso-atténuation semble être la moins modifiée du fait de l'étalement de la source de chaleur. L'anisotropie thermique apparente est calculée comme le carré du rapport entre la "longueur" et la "largeur" d'une isotherme mesurées respectivement selon les directions circonférentielle et radiale. On observe que l'écart entre cette valeur et l'anisotropie thermique vraie (cf. 2.3.4) est d'autant plus important que le milieu est anisotrope. La présence d'effets de convolution importants au voisinage de la source de chaleur réduit l'atténuation de l'onde thermique et conduit à surestimer la largeur théorique des isothermes dans la direction radiale. En conséquence, l'ensemble de la ligne isotherme doit être analysée de façon à traiter un plus grand nombre de points éloignés de la source de chaleur. Une identification globale en utilisant la relation 2.3.10 permet en outre de corriger la perturbation produite par l'effet géométrique, importante lorsque le rayon de courbure R_s ou l'anisotropie thermique sont faibles.

II.3.3 Caractérisation de matrice de pyrocarbone

Les matrices de pyrocarbone étudiées sont obtenues par infiltration d'un précurseur sous phase gazeuse d'une préforme portée en température. Le carbone produit lors de la pyrolyse se dépose progressivement sous forme de plans graphitiques qui s'enroulent autour de la fibre jusqu'à densification de la préforme. Cet empilement radial du pyrocarbone produit un matériau qui peut être considéré comme orthotrope à symétrie de révolution ce qui correspond à la configuration décrite au paragraphe 2.3.1. L'axe de symétrie correspond à celui de la fibre tandis que la direction préférentielle d'empilement des plans graphitiques, correspond à la direction radiale du repère cylindrique supposée de plus faible diffusivité thermique. Les résultats présentés visent à montrer l'intérêt de la photoréflexion pour l'étude des propriétés thermiques de

matrices de pyrocarbone en lien avec des analyses morphologiques, et les conditions d'obtention.

II.3.3.1 Mise en oeuvre expérimentale

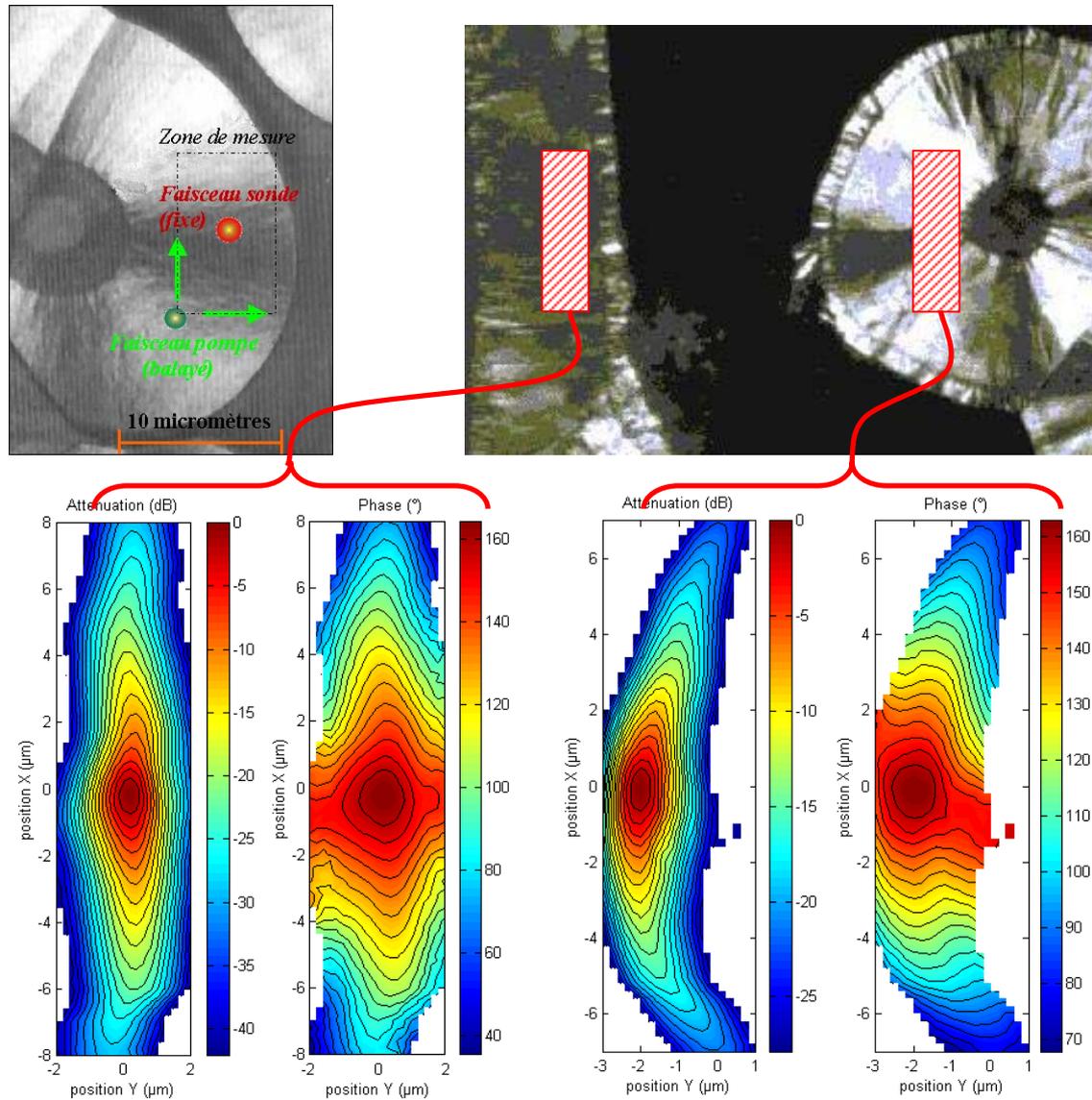


Figure 2.3.5 Caractérisation d'une matrice de pyrocarbone, mesure en coupe longitudinale et radiale. De la mesure longitudinale on déduit la diffusivité thermique axiale de la matrice qui vaut $\alpha_z=80\text{mm}^2.\text{s}^{-1}$ ainsi que le degré d'anisotropie thermique $a_l=\alpha_z/\alpha_r=22$. De la mesure sur la section transverse on déduit la diffusivité thermique circonferentielle de la matrice qui vaut $\alpha_\theta=78\text{mm}^2.\text{s}^{-1}$ ainsi que le degré d'anisotropie thermique $a=\alpha_\theta/\alpha_r=31$. La diffusivité thermique radiale déduite de ces deux mesures vaut $3^{\pm 0,5}\text{mm}^2.\text{s}^{-1}$

La figure 2.3.5 montre la configuration expérimentale adoptée pour caractériser les différentes matrices de pyrocarbone. Pour s'assurer de l'homogénéité du milieu, on sélectionne une zone de mesure parmi les zones matricielles isolées qui généralement entourent les fibres situées en bordure des torons de fibres. La cartographie de température est réalisée avec un pas de $0,2\ \mu\text{m}$ et à fréquence maximale (1 MHz) pour mesurer la diffusivité thermique circonferentielle avec la meilleure sensibilité. La zone matricielle retenue doit être suffisamment large pour éviter tout effet de bord, tandis

qu'il faut placer le centre de la zone de mesure aussi loin possible de la fibre pour obtenir un rayon de courbure local au moins supérieur à 10 μm .

Des mesures préliminaires ont été réalisées sur un échantillon où des sections longitudinales et transversales de la matrice étaient observables (cf. figure 2.3.5). Conformément au modèle, la cartographie de température obtenue sur la coupe longitudinale est semblable à celle attendue pour un matériau homogène anisotrope. La méthode présentée au paragraphe II.2, permet d'analyser la mesure. En revanche, la mesure réalisée sur la section transversale met en évidence l'effet géométrique produit par la courbure des plans graphitiques et montre le besoin de schémas d'analyse spécifiques. Ces deux mesures sont toutes deux nécessaires pour déterminer l'ensemble des coefficients du tenseur de diffusivité thermique de la matrice. On observe que les valeurs identifiées pour la diffusivité thermique radiale à partir de ces deux mesures indépendantes sont très proches ce qui est rassurant vis-à-vis de la robustesse de la méthode. En outre on observe que les diffusivités thermiques longitudinale et circonférentielle de la matrice sont très proches, ce qui était attendu sur ce matériau où l'empilement radial des feuillets graphitiques est réputé de bonne qualité.

La figure 2.3.6 montre plus en détail le traitement appliqué à une cartographie de température réalisée sur la coupe transversale d'une matrice de pyrocarbone. La première étape de l'analyse consiste à extraire de la cartographie le profil de phase circonférentiel. L'analyse du champ de température a mis en évidence la difficulté à déterminer précisément le lieu des points du profil qui permet par régression linéaire de déterminer la diffusivité thermique circonférentielle de la matrice. A défaut d'une méthode moins intuitive, ce profil est obtenu en interceptant un arc de cercle avec les lignes isophases mesurées. Cet arc passe au sens des moindres carrés au plus près des "extrémités" des lignes isophases qui sont pointées manuellement. Notons que seul le « bon sens » permet de repérer ces points particuliers. Cette approche intuitive est néanmoins retenue car elle ne nécessite la connaissance ni de l'anisotropie thermique ni du rayon de courbure R_s . En outre, compte tenu de la forte anisotropie des matériaux étudiés, l'utilisation d'un arc de cercle est raisonnable.

La dernière étape de la reconstruction consiste à déduire de la forme des lignes iso-atténuation l'anisotropie thermique du milieu. Ces lignes isothermes sont préférées aux isophases car moins affectées par les effets de convolution. Pour réduire plus encore ces artefacts, on affecte un poids plus important aux points les plus éloignés de la source de chaleur en effectuant l'ajustement par minimisation de la norme :

$$\chi^2 = \sum_i (d_{th} - d_{mes})^2 d_{mes} \quad (2.3.20)$$

où d_{th} et d_{mes} désignent la distance à la source de chaleur des points de la ligne isotherme théoriques et mesurés. Suite à ces deux étapes, on peut comparer les deux valeurs du paramètre R_s identifiées qui doivent rester proches pour considérer l'analyse valable.

II.3.3.2 Relation propriétés thermiques/morphologie/procédé

Les premiers résultats étant prometteurs, des mesures ont été réalisées pour mettre en évidence la corrélation entre les propriétés thermiques locales de la matrice et sa morphologie en relation avec les conditions d'élaboration du matériau.

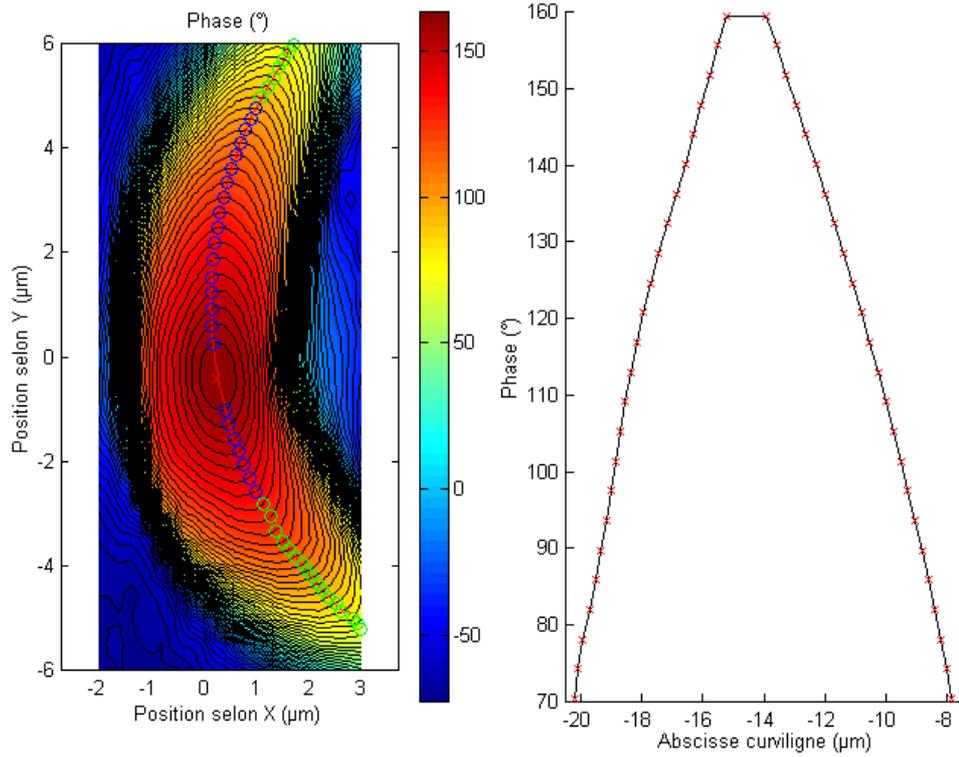


Figure 2.3.6.a Reconstruction du profil de phase "circonférentiel". La diffusivité thermique circonférentielle déduite de ce profil vaut : $50,2 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$.

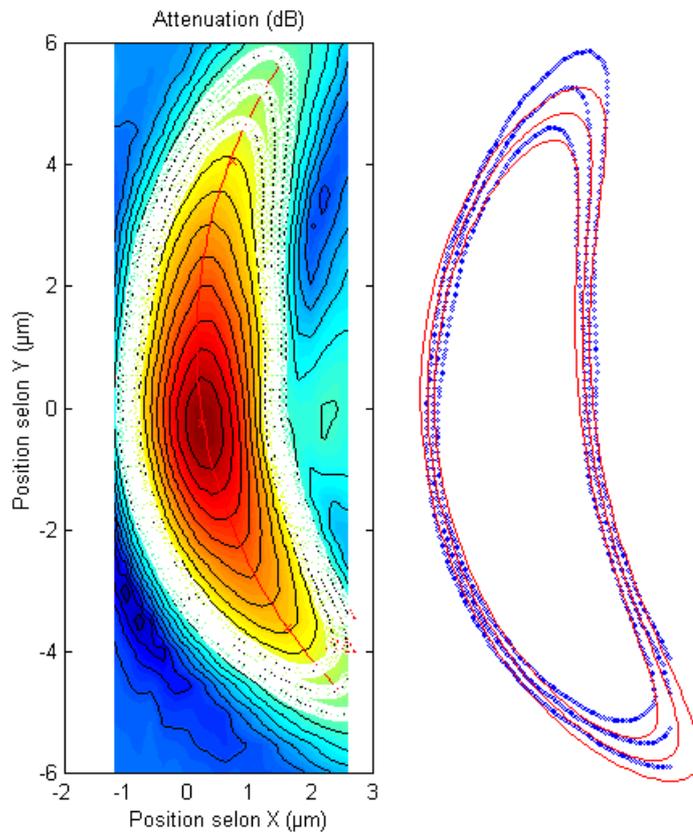


Figure 2.3.6.b Détermination du degré d'anisotropie par ajustement de la forme des lignes isoatténuation. L'anisotropie thermique identifiée vaut 24.

Figure 2.3.6 Analyse des cartographies d'atténuation et de phase de l'élévation périodique de température à la surface de la section transversale d'une matrice de pyrocarbone. Fréquence de modulation 995 kHz.

La mesure des propriétés thermiques ne porte que sur les caractéristiques transverses de la matrice, cette section étant la seule observable sur l'ensemble des échantillons fournis. La caractérisation morphologique des pyrocarbones est réalisée par microscopie optique en lumière polarisée [DOU89] de façon à les classer parmi les trois familles laminaire sombre lisse et rugueux. Les matrices observées en configuration polariseur/analyseur croisés apparaissent sous la forme d'une croix (4 alternances clair/foncé) dont l'aspect et le contraste sont caractéristiques de la qualité de l'empilement des plans graphitiques (cf. figure 2.3.7). Enfin, certains échantillons ont été étudiés par diffraction X de façon à déterminer la distance moyenne entre plans graphitiques, désignée par le paramètre $c/2$. Concernant les conditions d'obtention du matériau, seule a été indiquée la gamme de température du traitement thermique qui est appliqué au matériau.

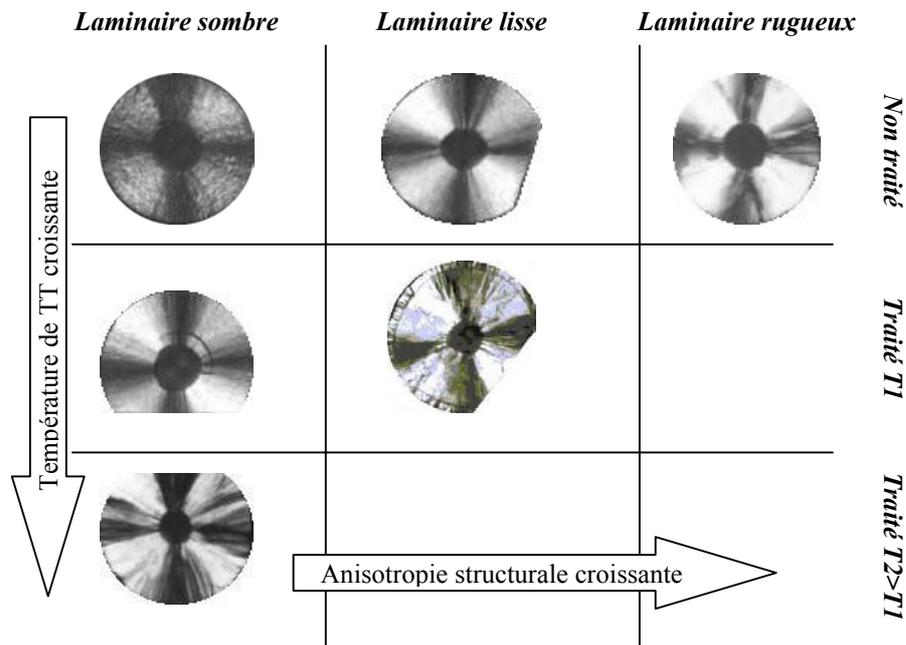


Figure 2.3.7 Classification morphologique de quelques échantillons testés par microscopie optique en lumière polarisée.

La figure 2.3.8 montre les résultats obtenus sur les différents échantillons étudiés. Ils confirment l'augmentation attendue de l'anisotropie thermique et de la diffusivité thermique circonférentielle avec la qualité de l'empilement des plans graphitiques. De plus, ils montrent une sensibilité croissante du matériau au traitement thermique en fonction du degré d'organisation initial de la matrice. Pour les échantillons laminaire rugueux on observe que la diffusivité thermique maximale tend vers la valeur ultime du graphite lorsqu'on augmente la température du traitement thermique.

Concernant les résultats expérimentaux, il faut noter que la dispersion sur l'anisotropie thermique identifiée est plus importante dans le cas des matrices de type laminaire rugueux. On peut attribuer ce phénomène à l'hétérogénéité plus importante de cette famille de pyrocarbones, constitués d'un agencement de cônes de croissance (cf. figure 2.3.10), qui rend la diffusion de la chaleur plus irrégulière. Ce phénomène pouvait déjà être observé sur les figures 2.3.5 et 2.3.6 correspondant à des mesures réalisées sur des matrices de type respectivement laminaire rugueux et laminaire lisse, et qui montrent une propagation de l'onde thermique plus régulière dans le second cas.

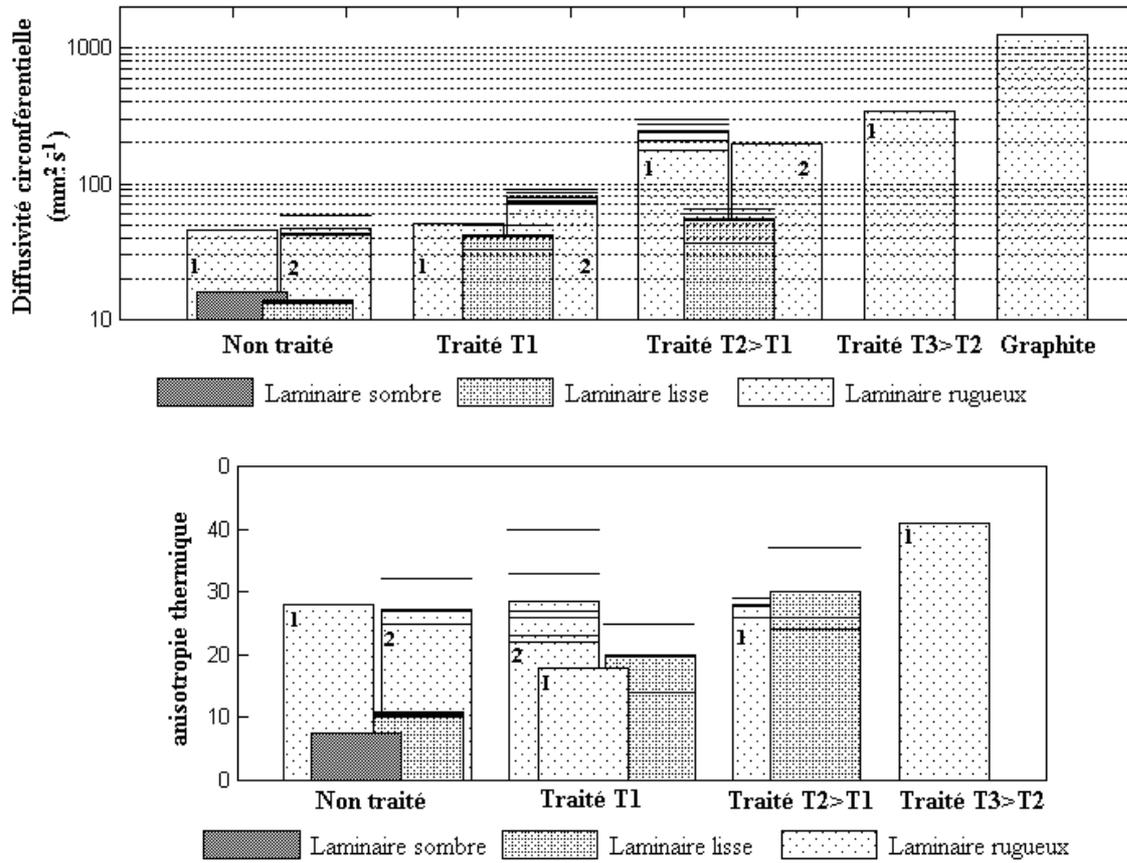


Figure 2.3.8 Evolution de la diffusivité thermique circumférentielle et de l'anisotropie thermique de matrice de pyrocarbone de type laminaire sombre, lisse et rugueux traité thermiquement.

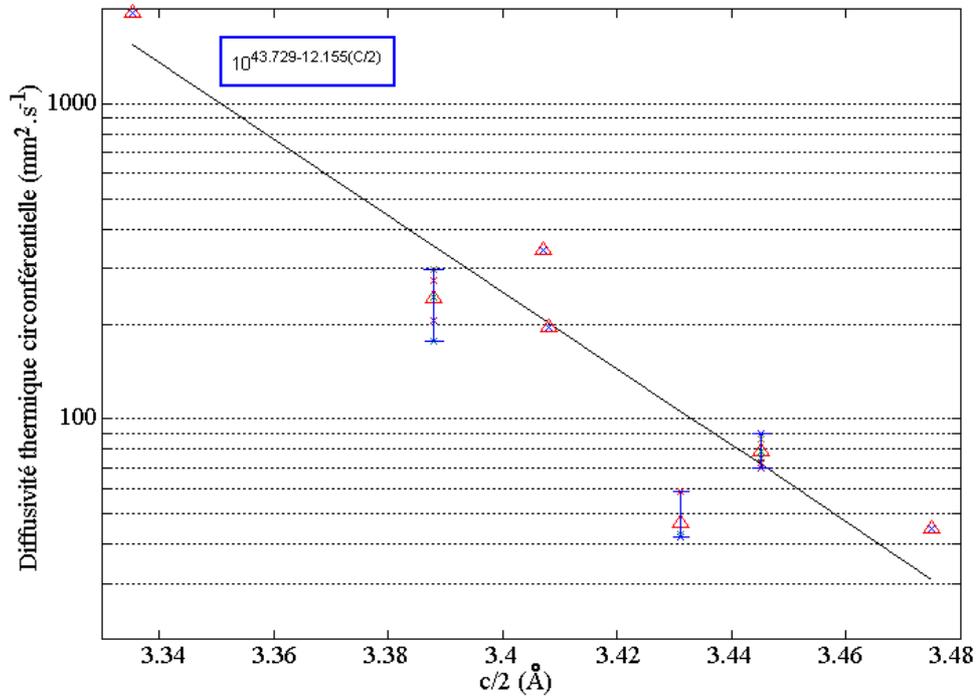


Figure 2.3.9 Evolution de la diffusivité thermique circumférentielle de matrices de pyrocarbone de type laminaire rugueux en fonction du paramètre de maille $c/2$.

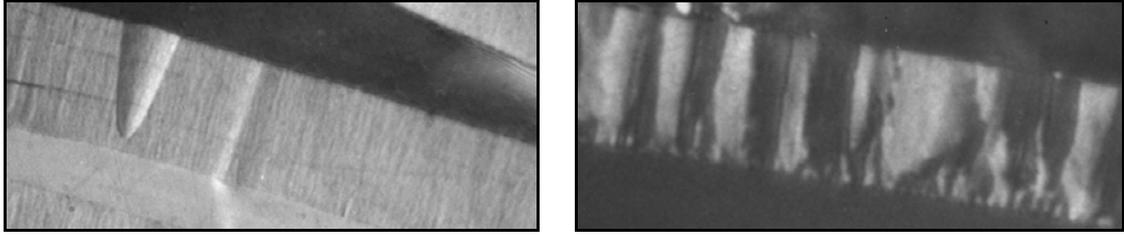


Figure 2.3.10 Matrice de pyrocarbone en coupe longitudinale. A gauche type laminaire lisse, à droite type laminaire rugueux.

Enfin, pour relier de façon réellement quantitative des informations morphologiques locales aux propriétés thermiques microscopiques, nous avons comparé les diffusivités thermiques circonférentielles de matrices de type laminaire rugueux au paramètre $c/2$ mesuré par diffraction des rayons X. La diffusivité thermique évolue en fonction de ce paramètre de façon exponentielle et tend bien vers le seuil ultime du graphite cristallin. Dans le cas des pyrocarbones de type laminaires lisses et laminaires sombres les évolutions sont du même type mais moins rapides de sorte que la valeur limite vers laquelle tend la diffusivité thermique circonférentielle est plus faible.

II.4 Conclusions et perspectives

Dans ce chapitre ont été abordés l'ensemble des problèmes qui concernent la caractérisation thermique de milieux homogènes par photoréflexion. On entend ici par homogène un matériau dont les propriétés intrinsèques restent les mêmes en tout point de l'espace.

II.4. Bilan sur la caractérisation thermique microscopique de milieux homogènes

Après avoir rappelé comment la diffusivité thermique α d'un milieu isotrope est déduite de la mesure de la vitesse de propagation d'une onde thermique qui s'y propage, la modélisation et l'algorithme adoptés pour simuler l'élévation périodique de température produite lors d'une mesure par photoréflexion sont présentés. Ce calcul montre notamment que les effets de convolution que produit l'étalement de la source de chaleur et du faisceau sonde doivent être pris en compte pour estimer précisément la diffusivité thermique du matériau analysé. Pour ce faire un programme est proposé, qui met en œuvre une méthode d'optimisation type moindres carrés, pour ajuster les profils de température simulés sur les courbes expérimentales. Les paramètres d'ajustement sont très nombreux. Ainsi, outre la diffusivité thermique du matériau, deux formes de répartitions énergétiques peuvent être considérées (tâche de diffraction, répartition énergétique gaussienne), et les erreurs expérimentales de mise en position et sur la mesure du déphasage de référence peuvent être aussi évaluées. Un maximum de degrés de liberté doit être laissé au modèle de façon à éviter de faire porter l'identification sur les données mesurées près de la source de chaleur qui restent soumises à de forts effets de convolution qui, malgré les efforts consentis, restent mal évalués.

Pour mesurer les propriétés thermiques de fibres de carbone, un protocole expérimental est proposé qui permet de prendre en compte la forte anisotropie thermique du milieu. Des cartographies de l'élévation périodique de température sont réalisées de façon systématique, qui montrent la forte anisotropie de la diffusion de la chaleur, caractéristique de celle du milieu. Avant de mettre en place des méthodes d'identification trop complexes, on propose d'analyser les données expérimentales au moyen de la solution de Green de l'équation de diffusion de la chaleur pour un milieu anisotrope dont deux des axes principaux d'anisotropie sont parallèles à sa surface libre. Compte tenu de la faible dimension de ces éléments, l'instrument est utilisé à la limite de sa résolution spatiale (fréquence de modulation maximale de 1 MHz) de sorte que des effets de convolution significatifs sont attendus. Pour réduire leur influence, on montre que l'anisotropie thermique du milieu doit être déduite de l'ellipticité des lignes iso-atténuation tandis que la diffusivité thermique maximale est déduite de la mesure de la vitesse de propagation de l'onde thermique dans la direction correspondante. Enfin, de nombreuses mesures ont été réalisées sur des fibres de carbone d'origine et de nature diverse. Ces résultats montrent qu'en présence d'un matériau localement très hétérogène, il est impossible de caractériser son comportement transverse par un unique paramètre diffusivité thermique, qui ne traduit pas la complexité des transferts thermiques au sein même de la fibre. Dans le cas des fibres Ex-PAN, considérées comme isotropes transverses, des mesures par photoréflexion sur des sections longitudinales permettent effectivement de mesurer la diffusivité thermique longitudinale de la fibre ainsi que son anisotropie thermique (longi/transverse). Ces mesures se révèlent très utiles pour quantifier l'influence des conditions d'élaboration d'un composite sur les propriétés

locales de son renfort, maintenant mesurées in-situ. On montre ainsi un accroissement important de la diffusivité thermique longitudinale et de l'anisotropie de la fibre lors de traitements thermiques haute température voire même lors de la fabrication du composite.

Enfin, pour conclure quant à la caractérisation thermique microscopique des composites carbone/carbone, la photoréflexion est utilisée pour mesurer les propriétés thermiques de la matrice. Du fait, de l'enroulement des feuillets graphitiques autour des fibres, l'orientation des axes principaux d'anisotropie varie dans la zone de mesure. Une fonction de Green approchée est proposée pour prendre en compte cet effet géométrique, et utiliser une démarche identique au cas des milieux anisotropes simples. Une nouvelle analyse des effets de convolution aboutit aux mêmes conclusions que précédemment. Le matériau étudié est localement homogène, et l'influence de différents paramètres de fabrication sur les propriétés thermiques locales du constituant est à nouveau évaluée.

Si, concernant le graphite, les résultats obtenus ne sont pas surprenants, ils sont pour la première fois réalisés à une échelle très locale sur des matériaux à base de graphite. Ces résultats montrent que la photoréflexion est un outil précieux, pour étudier in-situ les propriétés thermiques de matériaux complexes.

II.4.2 Vers un bilan métrologique de la photoréflexion

Des travaux importants restent cependant à accomplir pour fiabiliser ces mesures et mieux répondre aux besoins exprimés par les élaborateurs de ces matériaux. Ainsi, la résolution de la photoréflexion demeure trop faible compte tenu de la dimension des fibres de carbone étudiées. Pour palier à ce problème il est prévu de remplacer la diode laser de laquelle est issu le faisceau sonde par un laser "bleu" qui produit un faisceau de longueur d'onde plus faible et par ailleurs beaucoup mieux collimaté. Cette évolution technique est le préalable nécessaire à l'utilisation de techniques d'analyse plus sophistiquées similaires à celles mises en place pour les milieux isotropes et permettant de mieux tenir compte de divers artefacts expérimentaux (convolution, orientation quelconque des axes principaux d'anisotropie).

Bien que cette technique soit aujourd'hui largement utilisée, pour répondre à des besoins parfois très différents, elle ne semble pas avoir bénéficié d'un bilan métrologique qui permettrait d'indiquer de façon systématique, en plus des diffusivités thermiques mesurées, les incertitudes qui leur sont associées. Dans le cas des milieux isotropes, les diverses sources d'erreur sont maintenant répertoriées, de sorte que ce travail peut être entamé, ce qui constitue un enjeu important pour une utilisation plus systématique de la photoréflexion en laboratoire.

Chapitre III

Caractérisation thermique microscopique de matériaux hétérogènes

III.1 Caractérisation des revêtements et substrats homogènes et isotropes

III.1.1 Propagation et réflexion des ondes thermiques

III.1.1.1 Ecriture des coefficients de réflexion et de transmission

III.1.1.2 Caractérisation des revêtements par interférométrie d'onde thermique

III.1.1.3 Transposition à la photoréflexion

III.1.2. Cas d'une source confinée, analyse du champ de température

III.1.2.1 Mise en évidence de longueurs caractéristiques

III.1.2.2 Revêtements thermiques minces, écriture d'une relation de dispersion

III.1.2.3 Cas des revêtements peu diffusifs

III.1.3 Applications à la caractérisation de substrats et revêtements

III.1.3.1 Caractérisation d'un revêtement mince Au-Pd et d'un grain de céramique

III.1.3.2 Caractérisation de matrices de composites C/C-SiC

III.1.3.3 Caractérisation de dépôts épais

III.2 Analyse d'images photothermiques de milieux hétérogènes

III.2.1 Cas des discontinuités - interfaces verticales

III.2.1.1 Choix d'une configuration expérimentale

III.2.1.2 Cas d'une interface entre deux milieux

III.2.1.3 Cas des discontinuités thermiques

III.2.2 Caractérisation des milieux à gradient de propriétés

III.2.2.1 Propagation d'une onde thermique dans un milieu à gradient de propriétés

III.2.2.2 Caractérisation en mode cartographie/imagerie

III.3 Conclusions & Perspectives

III.3.1 Sur la caractérisation de milieux hétérogènes

III.3.2 Perspectives – Validation expérimentale

Lorsque la dimension des éléments analysés est proche, voire inférieure, à la longueur de diffusion thermique associée à la mesure, il est nécessaire de mettre en place des approches spécifiques prenant en compte l'hétérogénéité du milieu. Des phénomènes particuliers apparaissent qui peuvent être mis à profit pour extraire un nombre d'informations parfois plus important que dans le cas d'un milieu homogène. En rapport avec cette thématique, ressortent deux problèmes importants que sont la caractérisation des revêtements et substrats et l'exploitation quantitative des images thermiques de milieux hétérogènes qui seront tous deux abordés ici. On s'efforcera d'établir des relations simples qui permettent une exploitation rapide mais quantitative des résultats expérimentaux.

III.1 Caractérisation des revêtements et substrats homogènes et isotropes

Malgré la simplicité théorique apparente du problème, de nombreux travaux sont engagés aujourd'hui encore pour mettre au point des techniques performantes de caractérisation de revêtements. Les problèmes actuels semblent d'ordre technologique plus que conceptuel. Il semble donc intéressant de dresser un bilan soulignant les avantages propres aux différentes configurations qui sont utilisées en rappelant les relations simples et générales qui sont utilisées pour analyser les mesures. On pourra ainsi estimer la pertinence d'une configuration vis-à-vis des grandeurs qui doivent être mesurées et des caractéristiques attendues du système dépôt/substrat.

III.1.1 Propagation et réflexion des ondes thermiques

III.1.1.1 Ecriture des coefficients de réflexion et de transmission

Le choix de l'appellation "onde thermique" pour désigner un champ d'élévation périodique de température, se justifie non seulement par le comportement propagatif du phénomène, mais aussi par le fait que cette "onde" se réfléchit en présence d'une rupture d'impédance thermique [BER99]. Pour déterminer l'expression des coefficients de réflexion et de transmission thermiques il faut écrire la continuité du flux de chaleur et de température au niveau de ces discontinuités.

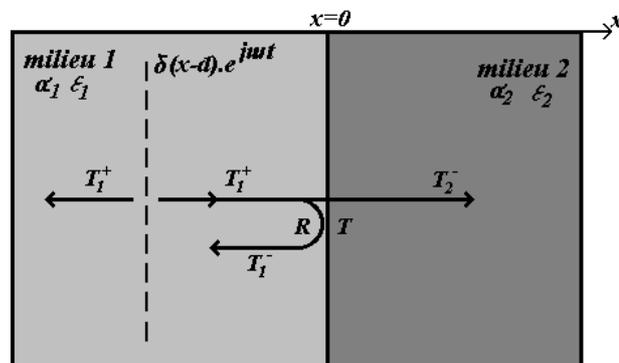


Figure 3.1.1 Réflexion et transmission d'une onde thermique unidimensionnelle faisant face à une rupture d'impédance thermique.

On considère la propagation d'une onde thermique unidimensionnelle produite par un plan de chaleur harmonique placé dans un milieu constitué de deux massifs semi-infinis 1 et 2 (cf. figure 3.1.1). α_1 et α_2 désignent leur diffusivité thermique respective et ε_1 et ε_2 leur effusivité thermique, grandeur définie par :

$$\varepsilon_i = \sqrt{k_i c_i} \quad i=(1,2) \quad (3.1.1)$$

A l'interface entre les deux milieux ($x=0$), la continuité du flux de chaleur impose :

$$k_1 \frac{\partial \delta T}{\partial x}(x=0^-) = k_2 \frac{\partial \delta T}{\partial x}(x=0^+) \quad (3.1.2)$$

tandis que la présence possible d'un saut de température à la traversée de cette interface lorsque le contact thermique est imparfait peut s'écrire :

$$R_{th} k_1 \frac{\partial \delta T}{\partial x}(0^-) = T(0^+) - T(0^-) \quad (3.1.3)$$

R_{th} désigne la résistance thermique de l'interface qui relie le flux de chaleur au saut de température. En présence d'une source harmonique, l'élévation périodique de température dans chaque milieu doit vérifier l'équation de diffusion de la chaleur. Dans le milieu 1, on a donc :

$$\delta T(x) = T_i(x) + R T_i(x=0) \exp\left(\frac{1+j}{\mu_1} x\right) \quad (3.1.4)$$

où :

$$T_i(x) = -\frac{P}{2\varepsilon_1(1+j)\sqrt{\pi f}} \exp\left(-\frac{1+j}{\mu_1} |x-d|\right) \quad (3.1.5)$$

et dans le milieu 2 :

$$\delta T(x) = T T_i(x=0) \exp\left(-\frac{1+j}{\mu_2} x\right) \quad (3.1.6)$$

On observe que dans le milieu où est placée la source de chaleur, le champ de température qui s'établit résulte de la superposition de l'onde incidente T_i produit par le plan de chaleur avec la réflexion de cette onde sur l'interface. Le coefficient de réflexion R s'écrit :

$$R = \frac{\varepsilon_1 - \varepsilon_2 + R_{th}(1+j)\sqrt{\pi f} \varepsilon_1 \varepsilon_2}{\varepsilon_1 + \varepsilon_2 + R_{th}(1+j)\sqrt{\pi f} \varepsilon_1 \varepsilon_2} \quad (3.1.7)$$

Dans le milieu 2, le champ de température correspond à la partie de l'onde incidente qui est transmise à travers l'interface où l'expression du coefficient de transmission T s'écrit :

$$T = \frac{2\varepsilon_1}{\varepsilon_1 + \varepsilon_2 + R_{th}(1+j)\sqrt{\pi f} \varepsilon_1 \varepsilon_2} \quad (3.1.8)$$

Ces relations montrent que pour analyser la propagation d'une onde thermique dans un milieu hétérogène, on peut considérer que la diffusivité thermique fixe la célérité et l'atténuation de l'onde, tandis que les phénomènes de réflexion/réfraction sont pilotés par les variations d'effusivité thermique, paramètre qui définit l'impédance thermique de chaque milieu.

L'expression des coefficients R et T a été établie dans le cas particulier d'une réflexion à incidence normale. Plus généralement, si on désigne par θ_1 l'angle d'incidence, les coefficients de réflexion $R(\theta_1)$ et de transmission $T(\theta_1)$, s'écrivent [BER99], en tenant compte de la présence de la résistance thermique :

$$R(\theta_1) = \frac{\varepsilon_1 \cos\theta_1 - \varepsilon_2 \cos\theta_2 + R_{th}(1+j)\sqrt{\pi f} \varepsilon_1 \varepsilon_2 \cos\theta_1 \cos\theta_2}{\varepsilon_1 \cos\theta_1 + \varepsilon_2 \cos\theta_2 + R_{th}(1+j)\sqrt{\pi f} \varepsilon_1 \varepsilon_2 \cos\theta_1 \cos\theta_2} \quad (3.1.9)$$

$$T(\theta_1) = \frac{2\varepsilon_1 \cos\theta_1}{\varepsilon_1 \cos\theta_1 + \varepsilon_2 \cos\theta_2 + R_{th}(1+j)\sqrt{\pi f} \varepsilon_1 \varepsilon_2 \cos\theta_1 \cos\theta_2} \quad (3.1.10)$$

où θ_2 désigne l'angle de réfraction de l'onde transmise qui est solution de l'équation :

$$\frac{\sin\theta_1}{\sqrt{\alpha_1}} = \frac{\sin\theta_2}{\sqrt{\alpha_2}} \quad (3.1.11)$$

Les coefficients $R(\theta_1)$ et $T(\theta_1)$ dépendent donc non seulement de la variation relative d'impédance thermique $\varepsilon_1/\varepsilon_2$, mais aussi, à travers la relation 3.1.11, de la variation relative de diffusivité thermique α_1/α_2 entre les deux milieux. Lorsque la diffusivité thermique du milieu 2 est la plus élevée, la condition 3.1.11 n'est plus vérifiée au-delà de $\theta_1 > \arcsin(\sqrt{\alpha_1/\alpha_2})$, le champ de température dans le milieu 2 devient alors hétérogène et les équations de Snell-Descartes ne suffisent plus pour décrire les phénomènes.

III.1.1.2 Caractérisation de revêtements par interférométrie d'onde thermique

La relation 3.1.4 montre qu'au droit de la source de chaleur ($x=d$), la température dépend des deux paramètres R et d/μ_1 . En présence d'un milieu constitué d'un revêtement et d'un substrat, une source assimilable à un plan de chaleur uniforme peut effectivement être produite en surface de façon à propager dans l'épaisseur une onde thermique unidimensionnelle dont la réflexion pourra être observée en surface. Détecter ce phénomène permet d'accéder théoriquement aux paramètres $R(\varepsilon_1/\varepsilon_2)$ et $\mu_1(\alpha_1)$. Cependant, la figure 3.1.1 ne décrit pas les conditions réelles d'une telle expérience, puisqu'à l'interface entre revêtement et substrat s'ajoute maintenant une interface entre l'échantillon et le milieu environnant. Placé dans l'air, dont l'impédance thermique est

très faible, on peut considérer que la réflexion de l'onde thermique à la surface de l'échantillon est totale.

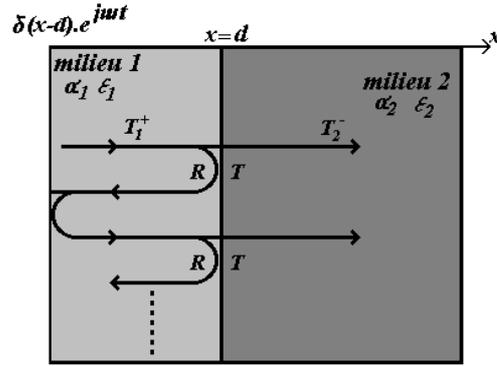


Figure 3.1.2 Propagation unidimensionnelle d'une onde thermique dans un revêtement.

La température qui s'établit dans le milieu résulte donc de la réflexion multiple de l'onde thermique dans le revêtement (cf. figure 3.1.2). Dans ce cas, la température de surface s'écrit :

$$T = \frac{P}{\epsilon_1(1+j)\sqrt{\pi f}} \frac{1 + \text{Re} \exp\left(-2\frac{1+j}{\mu_1}d\right)}{1 - \text{Re} \exp\left(-2\frac{1+j}{\mu_1}d\right)} \quad (3.1.12)$$

où d désigne maintenant l'épaisseur du revêtement. On observe que la température de surface T dépend toujours des deux paramètres réduits $R(\epsilon_1/\epsilon_2)$ et $d/\mu_1(\alpha_1)$ isolés précédemment.

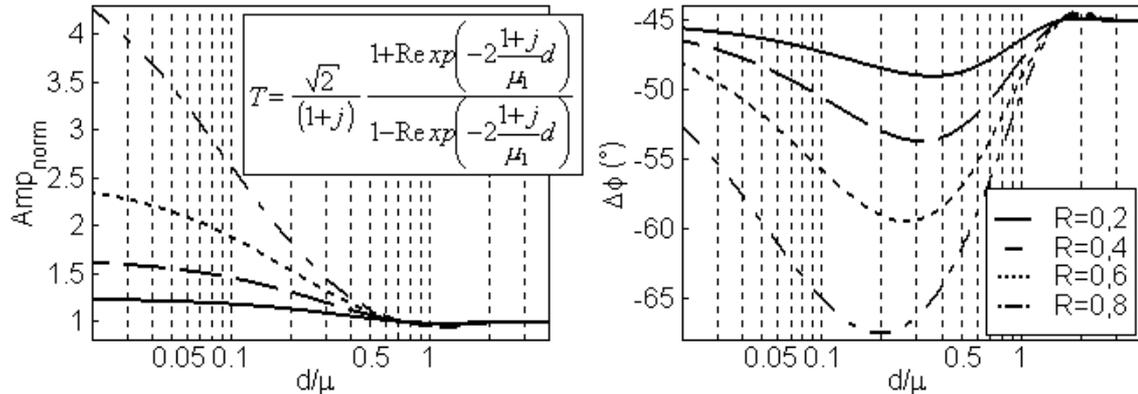


Figure 3.1.3 Evolution fréquentielle de l'amplitude normalisée et de la phase de l'élévation périodique de température à la surface d'un revêtement déposé sur un substrat semi infini en fonction des paramètres adimensionnels R et d/μ . L'amplitude normalisée correspond au rapport entre l'amplitude de l'élévation périodique de température observée à la surface du milieu bicouche et celle observée à la surface d'un massif possédant les propriétés thermiques du revêtement.

La figure 3.1.3 montre l'évolution fréquentielle de la température de surface en fonction du paramètre d/μ_1 et pour différentes valeurs de R , prévue par la relation 3.1.12. Pour décrire ces courbes expérimentalement, on agit sur la longueur de diffusion thermique μ_1 , en modifiant la fréquence de modulation de la source de chaleur. 3 domaines fréquentiels peuvent être isolés. A haute fréquence ($d/\mu_1 > 2$), l'onde

thermique est fortement atténuée et reste confinée dans le revêtement, aucun phénomène ne traduit l'hétérogénéité du milieu. Lorsque la longueur de diffusion thermique est grande devant l'épaisseur du revêtement (f petit), celui-ci devient isotherme. L'hétérogénéité du milieu n'apparaît qu'à travers l'évolution de l'amplitude de l'élévation périodique de température qui s'atténue d'autant plus rapidement lorsque la fréquence augmente que le substrat devient plus isolant (R augmente). Entre ces deux cas limites, on observe une variation importante de la phase, qui peut atteindre 45° et dont l'exploitation permet de déterminer les paramètres matériaux α_1 et $\varepsilon_1/\varepsilon_2$. Ainsi, l'expression 3.1.12 montre que le coefficient de réflexion R (i.e. la variation relative d'effusivité thermique $\varepsilon_1/\varepsilon_2$) peut être déduit de la valeur maximale du déphasage, tandis que la position de ce point (d/μ_1) indique la diffusivité thermique du revêtement. La sensibilité avec lesquels ces paramètres sont mesurés est d'autant plus importante que le contraste thermique entre revêtement et substrat est important (cf. figure 3.1.3).

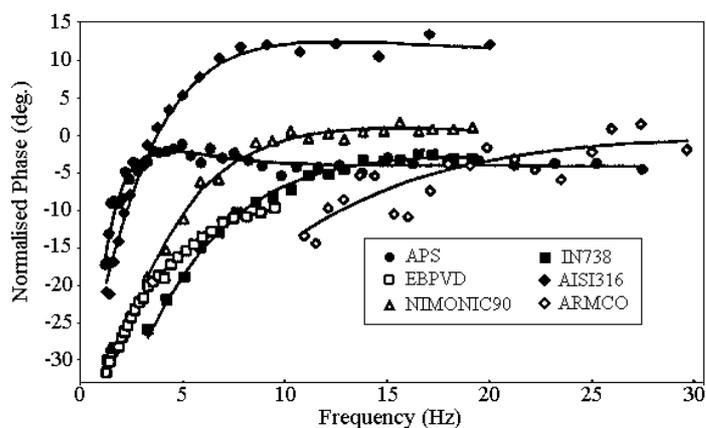


Figure 3.2.4 Exemple de mesures de propriétés thermiques de revêtements minces par interférométrie thermique. Données extraites de [CER00]. Les revêtements testés possèdent les caractéristiques suivantes : APS dépôt Zircône ($d = 280 \mu\text{m}$, $\alpha = 0.28 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) sur substrat Inox; EBPVD dépôt de zircône ($d = 625 \mu\text{m}$, $\alpha = 0.81 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) sur substrat inox, lame mince acier inox AISI316 ($d = 610 \mu\text{m}$, $\alpha = 3,7 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$), lame mince alliage base nickel NIMONIC90 ($d = 507 \mu\text{m}$, $\alpha = 3,3 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) et IN738 ($d = 415 \mu\text{m}$, $\alpha = 2,8 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$), lame mince de fer ARMCO ($d = 820 \mu\text{m}$, $\alpha = 18 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$).

On désigne parfois par interférométrie d'onde thermique [BER99], la technique qui consiste à appliquer une source de chaleur harmonique uniformément répartie à la surface d'un revêtement pour y mesurer l'élévation périodique de température qui en résulte. Généralement, la source de chaleur est produite en illuminant l'ensemble de la surface au moyen d'une source lumineuse intense, l'élévation de température étant ensuite souvent mesurée au moyen d'un détecteur infra-rouge. La figure 3.2.4 montre les évolutions de température obtenues par [CER00], sur des échantillons de caractéristiques (épaisseurs, propriétés thermiques) très diverses, qui sont en accord avec celles prévues théoriquement. Si cette solution technologique semble aujourd'hui la plus répandue, des techniques alternatives existent aussi bien pour produire la source de chaleur (effet Joules ...) que pour détecter la température de surface (thermocouples, détection mirage ...). Enfin, rappelons que ce type de mesure est aussi souvent mis en œuvre en régime transitoire plutôt que périodique. Cette méthode, alors appelée flash en face avant, est aussi très largement répandue dans le domaine de la caractérisation des revêtements et couches minces.

III.1.1.3 Transposition à la photoréflexion

L'apparente simplicité de l'interférométrie d'onde thermique, plaide en faveur de l'utilisation d'une source étendue plutôt que confinée pour caractériser les revêtements. L'objectif est de propager une onde unidimensionnelle sur une large plage fréquentielle qui dépend de la diffusivité thermique du revêtement. Pour réaliser cette condition en microscopie photothermique, il faut que l'extension de la source de chaleur produite par le faisceau pompe soit importante au regard des longueurs de diffusion thermique. L'établissement d'un régime unidimensionnel peut être vérifié en relevant le déphasage au droit de la source de chaleur qui vaut théoriquement -45° dans le cas d'un matériau homogène ($\approx 0^\circ$ dans le cas d'une source confinée).

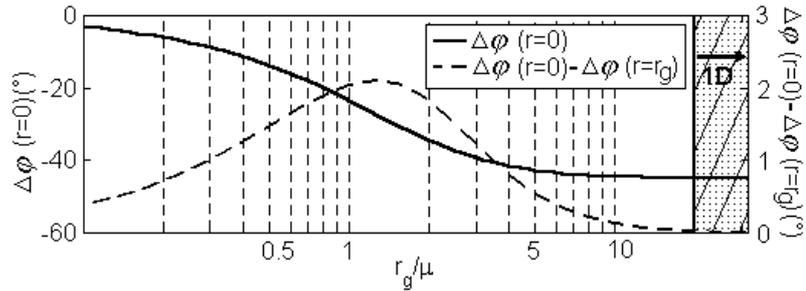


Figure 3.1.5 Evolution de la phase de l'élévation périodique de température, à la surface d'un milieu homogène et isotrope au droit du faisceau de chauffage supposé gaussien, en fonction du paramètre r_g/μ . La courbe en pointillés représente le déphasage entre les positions $r=0$ et $r=r_g$.

La figure 3.1.5 montre l'évolution du déphasage au droit de la source de chaleur, supposée gaussienne, en fonction du paramètre r_g qui définit son extension. On observe qu'un régime unidirectionnel est atteint lorsque :

$$\frac{r_g}{\mu} > 20 \tag{3.1.13}$$

Le domaine fréquentiel qu'il faut explorer pour caractériser le revêtement peut être restreint à l'intervalle $[0,1 < d/\mu < 3]$ cf. figure 3.1.3. Ces deux conditions imposent, pour pouvoir utiliser cette méthode, que le rayon gaussien qui définit l'extension de la source de chaleur dépasse $200d$, et ceci quelle que soit la diffusivité thermique du revêtement. Si cette condition sévère est appliquée dans le cas de la caractérisation d'un dépôt micrométrique, elle impose d'illuminer une surface de dimensions comparables voire supérieures au champ observable au microscope. Dans le même temps, la caractérisation de couches nanométriques nécessiterait d'explorer un domaine fréquentiel s'étendant bien au-delà de la bande passante limitée ($\approx 1\text{MHz}$) des détecteurs synchrones standards. Enfin, l'étalement important de la source de chaleur réduit fortement l'amplitude des variations de température de surface qui deviennent rapidement trop faibles pour être mesurées par photoréflexion. La sensibilité de cette dernière reste très inférieure à celle des dispositifs de détection infra-rouge ou de la méthode mirage qui restent les plus adaptés pour ce type de mesure. Enfin, cette approche présente l'inconvénient important d'être totalement insensible à la diffusivité thermique du substrat. Bien que performante, l'interférométrie d'onde thermique ne semble pas adaptée pour les problèmes traités ici.

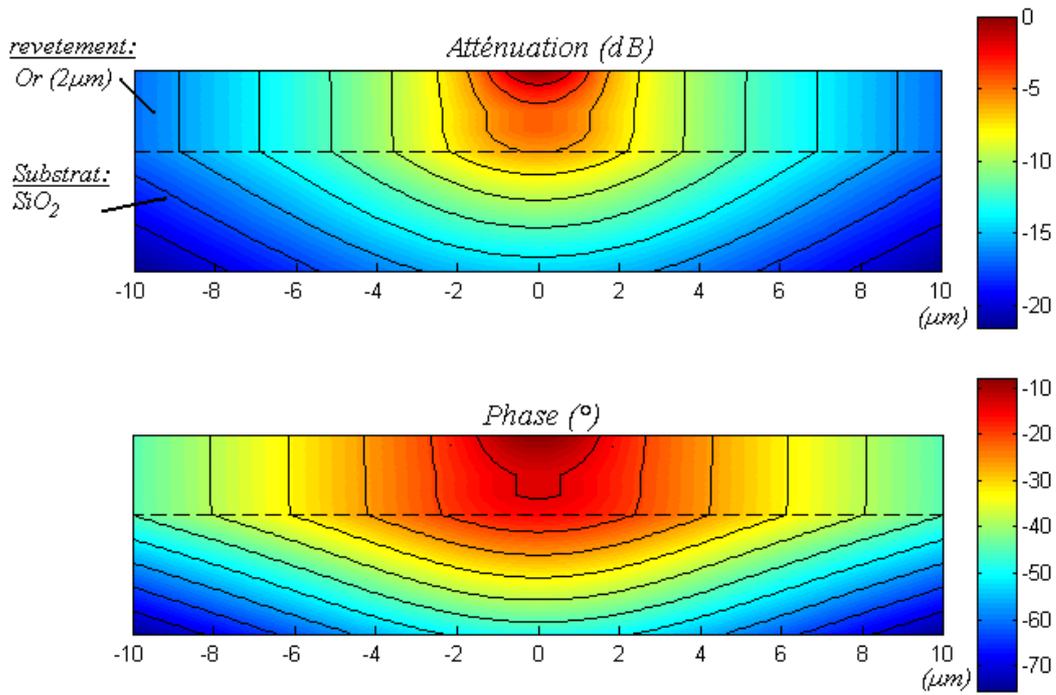


Figure 3.1.6 Propagation d'une onde thermique dans un milieu constitué d'un revêtement d'or ($\alpha_{\text{or}} = 1,28 \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) d'épaisseur $2 \mu\text{m}$, déposé sur un revêtement de silice ($\alpha_{\text{SiO}_2} = 0,84 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$). Le faisceau de chauffage supposé gaussien ($r_g = 1 \mu\text{m}$) est modulé en intensité à 100 kHz. Le coefficient de réflexion thermique R à l'interface vaut 0,9. Le rapport e/μ valant 0,1, plusieurs réflexions d'onde doivent être observables en surface.

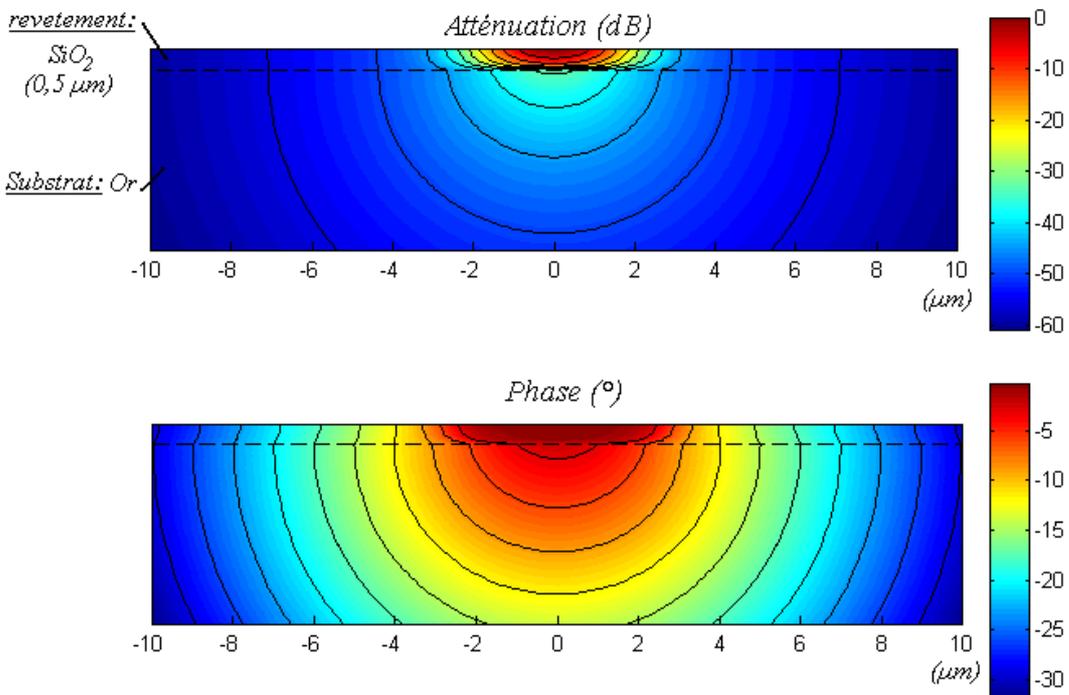


Figure 3.1.7 Propagation d'une onde thermique dans un milieu constitué d'un revêtement de silice ($\alpha_{\text{SiO}_2} = 8,44 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) d'épaisseur $0,5 \mu\text{m}$, déposé sur un substrat d'or ($\alpha_{\text{or}} = 1,28 \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$). Le faisceau de chauffage supposé gaussien ($r_g = 1 \mu\text{m}$) est modulé en intensité à 100 kHz. Le coefficient de réflexion thermique R à l'interface vaut $-0,9$. Le rapport e/μ valant 0,1, plusieurs réflexions d'onde doivent être observables en surface.

III.1.2. Cas d'une source confinée, analyse du champ de température

Les microscopes photothermiques sont conçus pour mesurer l'élévation de température autour d'une source de chaleur confinée. L'exploitation faite de ces mesures en présence de milieux homogènes est détaillée dans le chapitre II, il reste maintenant à préciser quelles informations peuvent être extraites de mesures réalisées sur un échantillon constitué de deux couches (dépôt et substrat) isotropes homogènes. Les calculs utilisés pour simuler, dans cette configuration, l'élévation périodique de température lors d'une expérience photothermique en régime modulé sont détaillés dans l'annexe II.

III.1.2.1 Mise en évidence de longueurs caractéristiques

En présence d'une source de chaleur confinée, il est difficile d'établir un nombre limité de relations analytiques qui permettent de décrire, dans toutes les configurations possibles, l'élévation périodique de température mesurée en surface. En effet, si on limite le cadre d'étude aux matériaux opaques et à un contact thermique parfait, l'écriture du problème fait apparaître six grandeurs homogènes, à l'exception du paramètre $\varepsilon_1/\varepsilon_2$, à une longueur. Ainsi, le champ de température mesuré à une distance r de la source de chaleur dépend des longueurs de diffusion thermique μ_1 et μ_2 , de l'extension de la source de chaleur (paramètre r_g) ainsi que de l'épaisseur du revêtement d . Par ailleurs, la chaleur spécifique variant peu entre les différents milieux solides, le paramètre $\varepsilon_1/\varepsilon_2$ reste proche du rapport $\sqrt{\alpha_1}/\sqrt{\alpha_2}$ et ne peut être considéré comme totalement libre.

Evaluer l'influence couplée de l'ensemble de ces paramètres sur le champ de température surfacique est difficile. Après avoir traité en détail dans le paragraphe III.1.1 le cas où l'extension de la source de chaleur est grande devant les autres paramètres, on supposera à présent que la source de chaleur est confinée (r_g petit). Dans ce cas, on peut s'intéresser dans un premier temps aux deux cas limites pour lesquels le contraste thermique entre revêtement et substrat est élevé (cf. figures 3.1.6 et 3.1.7). Un contraste thermique important entre les deux milieux implique un coefficient de réflexion $|R|$ proche de 1 et une propagation de l'onde thermique rapide dans un des deux milieux.

Lorsque le substrat est isolant (impédance thermique élevée, $R \approx 1$), on observe que l'onde thermique reste confinée dans le revêtement où elle se propage de façon cylindrique comme l'indique les isothermes verticales de la figure 3.1.6. Dans ce cas précis, la pente du déphasage de la température périodique de surface est proche de celle observée dans le cas d'un milieu homogène possédant la même diffusivité thermique que le revêtement. L'hétérogénéité du milieu est révélée ici par l'atténuation lente de la température de surface qui montre une diffusion plane plutôt que tridimensionnelle. Lorsque le revêtement est isolant ($\mu_1 \ll \mu_2$) (cf. figure 3.1.7), on distingue deux régions où la chaleur diffuse de façon très différente. Au voisinage de la source de chaleur, l'atténuation rapide de la température montre le confinement de l'onde thermique dû à la faible diffusivité thermique du revêtement. Dans cette région, le déphasage évolue pourtant peu. Loin de la source de chaleur, le champ de température suit celui observé à l'interface revêtement/substrat, qui apparaît piloté par la diffusion rapide et quasi sphérique de la chaleur dans le substrat. Cette analyse sommaire semble indiquer que lorsqu'une onde thermique affecte à la fois le revêtement et le substrat, le champ de température observé en surface révèle la diffusion de la chaleur dans le milieu qui possède la diffusivité thermique la plus élevée.

III.1.2.2 Revêtements thermiquement minces, écriture d'une relation de dispersion

L'analyse proposée par [MAZ95] permet d'appréhender simplement la diffusion de la chaleur dans le cas où le revêtement peut être considéré comme thermiquement mince. En effet, ainsi que le suggèrent les figures 3.1.6 et 3.1.7, cette configuration favorise l'apparition d'un mode particulier de propagation des ondes thermiques parallèlement à la surface libre du milieu, à l'image des ondes de Rayleigh en acoustique. En adoptant le même formalisme, on peut chercher les conditions d'existence de ces ondes "de surface".

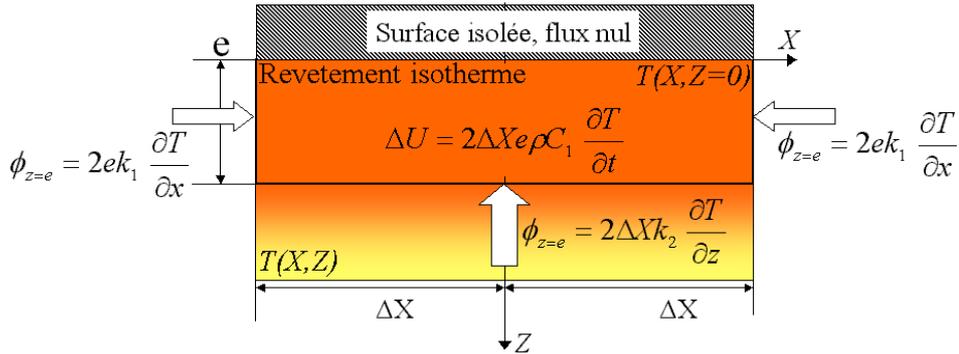


Figure 3.1.8 Propagation d'une onde thermique dans un système revêtement/substrat, cas d'un dépôt conducteur. Hypothèse d'un revêtement thermiquement mince (isotherme), permettant l'écriture d'une condition limite équivalente traduisant la présence du revêtement.

On considère donc la propagation d'une onde plane dans un plan (X,Z) perpendiculaire à la surface libre du milieu. On note X la direction de propagation parallèle à cette surface. L'élévation périodique de température δT s'écrit donc sous la forme :

$$0 < z < d : \quad \delta T(x,z) = T_1^+ \exp(\beta_1 z) \exp(-jqx) + T_1^- \exp(-\beta_1 z) \exp(-jqx) \quad (3.1.14)$$

$$z > d : \quad \delta T(x,z) = T_2^- \exp(-\beta_2 z) \exp(-jqx) \quad (3.1.15)$$

L'élévation périodique de température δT doit vérifier les équations de diffusion de la chaleur dans les milieux 1 et 2, ainsi que l'hypothèse de température nulle en $z = \infty$, qui imposent :

$$\beta_i^2 = q^2 + j \frac{\omega}{\alpha_i} \quad \text{et} \quad \text{Re}(\beta_2) > 0 \quad (3.1.16)$$

Enfin, l'existence d'une solution non nulle qui vérifie les conditions limites en température et flux en surface et à l'interface substrat/dépôt, n'est possible que si les coefficients $\beta_1(q)$ et $\beta_2(q)$ sont solutions de :

$$\cosh(\beta_2 d) + \left[R_{th} k_1 \beta_1 + \frac{k_1 \beta_1}{k_2 \beta_2} \sinh(\beta_1 d) \right] = 0 \quad (3.1.17)$$

qui constitue ici la relation de dispersion. Le calcul de la vitesse de propagation et de l'atténuation d'une onde thermique surfacique (respectivement partie réelle et imaginaire de q) nécessite de résoudre les équations couplées (3.1.17) et (3.1.18). En l'état, la recherche de pôles complexes de la relation de dispersion est périlleuse d'autant que rien ne garantit leur existence. Pour simplifier davantage l'analyse, [MAZ95] propose de se limiter au cas des revêtements thermiquement minces, pour lesquels les gradients de température sont négligeables à l'échelle du revêtement. Cette condition est équivalente à :

$$\beta_1 d \approx 0 \qquad \beta_2 d \approx 0 \qquad (3.1.18)$$

Dans ce cas, la relation de dispersion 3.1.17 est au premier ordre polynomial. Si on suppose par ailleurs nulle la résistance thermique de contact R_{th} , elle devient :

$$q^2 + j \frac{\omega}{\alpha_1} = -\frac{k_2}{k_1 d} \sqrt{q^2 + j \frac{\omega}{\alpha_2}} \qquad (3.1.19)$$

Cette équation possède une solution analytique unique qui s'écrit :

$$q^2 = j \frac{\omega}{\alpha_1} + \frac{1}{2} \left(\frac{k_2}{k_1 d} \right)^2 \left[1 - \sqrt{1 - 4 \left(d \frac{k_1}{k_2} \right)^2 \left(\frac{j\omega}{\alpha_2} - \frac{j\omega}{\alpha_1} \right)} \right] \qquad (3.1.20)$$

La relation 3.1.19 peut être obtenue plus directement en réécrivant l'équation de conservation de la chaleur dans une portion élémentaire de revêtement supposée isotherme (cf. figure 3.1.8). En présence d'un revêtement thermiquement mince à la surface d'un massif semi-infini, cette relation traduit la perturbation induite par la présence de cet élément sur la diffusion de la chaleur dans le substrat.

Dans le cas où le revêtement est isolant, la relation 3.1.20 permet d'isoler trois plages fréquentielles délimitées par les pulsations :

$$\omega_{\min} = \frac{1}{4} \left(\frac{k_2}{k_1 d} \right)^2 \left(\frac{\alpha_1 \alpha_2}{\alpha_1 - \alpha_2} \right) \qquad \omega_{\max} = \omega_{\min} \left(\frac{\alpha_1 - 1}{\alpha_2} \right)^2 \qquad (3.1.21)$$

A basse fréquence ($\omega \ll \omega_{\min}$), la propagation est entièrement pilotée par le substrat et le nombre d'ondes correspond à celui obtenu en présence de ce milieu seul. La fréquence $2\pi\omega_{\min}$ en dessous de laquelle ce régime est atteint peut être étonnamment basse. Ainsi dans la configuration présentée sur la figure 3.1.5, il faut se placer en dessous de 2 Hz pour masquer totalement la présence du revêtement, fréquence pour laquelle la longueur de diffusion thermique est pourtant 2000 fois plus grande que l'épaisseur du substrat.

A "haute" fréquence ($\omega \gg \omega_{\max}$), la propagation est au contraire entièrement pilotée par le revêtement et le nombre d'onde tend vers :

$$q^2 = j \frac{\omega}{\alpha_1} \qquad (3.1.22)$$

La fréquence $2\pi\omega_{max}$, peut être aussi très basse puisque pour la même configuration d'un revêtement d'Or ($d=2\mu\text{m}$) sur un substrat de silice (cf. figure 3.1.5), ce seuil vaut 60 kHz, fréquence pour laquelle la longueur de diffusion thermique reste 10 fois supérieure à l'épaisseur du revêtement. Entre ces deux bornes, la vitesse de propagation augmente de façon monotone à mesure que la fréquence de modulation augmente, marquant la transition d'un régime à l'autre.

III.1.2.3 Cas des revêtements peu diffusifs

Lorsque le revêtement est le milieu le moins diffusif, la relation 3.1.20 indique que quelle que soit la fréquence de modulation, le nombre d'onde q vaut :

$$q^2 = j \frac{\omega}{\alpha_2} \quad (3.1.23)$$

Sous l'hypothèse d'un revêtement mince, la propagation est donc pilotée par le substrat (figure 3.1.7). Cependant à fréquence élevée, lorsque l'onde thermique reste confinée dans le revêtement, la vitesse de propagation ne peut dépendre que de la diffusivité thermique de ce dernier. Or, la relation 3.1.20 ne fait pas apparaître la fréquence à partir de laquelle se produit cette transition. Une autre analyse est donc nécessaire pour estimer sa valeur.

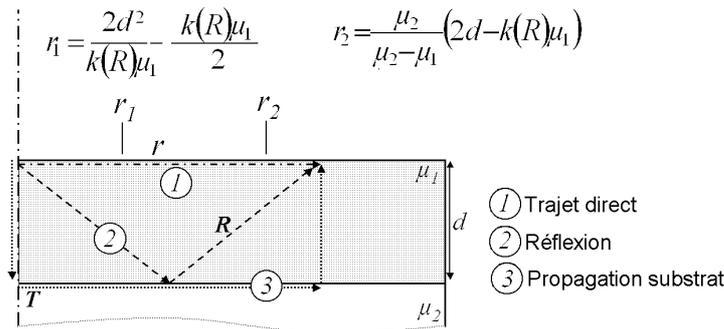


Figure 3.1.9 Comparaison des longueurs des chemins suivis par les ondes thermiques incidente, réfléchi par l'interface et se propageant sous la surface pour atteindre le point d'observation.

Une vision simpliste de ce problème, consiste à considérer la température observée en un point de la surface comme la superposition de l'ensemble des ondes thermiques qui le traverse. Comparer les atténuations subies par ces différentes ondes selon qu'elles rencontrent ou non l'interface durant leur parcours peut permettre de prévoir la transition. Arbitrairement, on fixe comme critère que l'onde incidente, qui provient directement de la source de chaleur, masque toute onde dont l'amplitude est $\exp(k)$ fois plus faible. En adoptant la valeur $k=4$, on s'assure que le critère reste valable quelle que soit la différence d'impédance thermique (cf. figure 3.1.3) entre les milieux en présence.

Une première onde susceptible d'affecter la température de surface est la réflexion de l'onde incidente sur l'interface revêtement/substrat (figure 3.1.9 - trajet 2). Selon le critère qui a été fixé, elle est masquée par l'onde directe en dessous d'une distance critique r_1 , qui vaut :

$$r_1 < \frac{2d^2}{k(R)\mu_1} - \frac{k(R)\mu_1}{2} \quad k(R) = 4 + \ln(|R|) \quad (3.1.24)$$

Ce critère est sévère puisqu'il ne prend pas en compte l'atténuation supplémentaire due à la propagation sphérique de l'onde. Par ailleurs, il faut théoriquement prendre en compte la variation du coefficient de réflexion R en fonction de l'angle d'incidence, voire de l'absence de réflexion au-delà d'un angle critique fixé par la relation (3.1.11).

Lorsque la diffusivité thermique du substrat est élevée, l'onde qui s'y propage (trajet 3) peut être à l'origine du champ de température observé en surface. Deux nouvelles distances caractéristiques r_2^{min} et r_2^{max} apparaissent qui sont associées à deux régimes distincts qu'indique la valeur du rapport μ_1/d .

$$r_2^{min} = (k'(T)\mu_1 - 2d) \frac{\mu_2}{\mu_2 - \mu_1} \qquad r_2^{max} = (2d - k'(T)\mu_1) \frac{\mu_2}{\mu_2 - \mu_1} \qquad (3.1.25)$$

où :

$$k'(T) = 4 + \ln(T_1 T_2) = 4 + \ln(1 - R^2) \qquad (3.1.26)$$

et T_1 et T_2 désignent respectivement les coefficients de transmission du milieu 1 vers 2 et du milieu 2 vers 1. Lorsque le revêtement est thermiquement mince ($k'(R)\mu_1 > 2d$), la propagation rapide de l'onde sous la surface affecte systématiquement la température de surface, et devient même prépondérante au-delà de $r = r_2^{min}$. Lorsque le revêtement est thermiquement "épais" ($k'(R)\mu_1 < 2d$), la température de surface reste la même que celle observée dans le cas d'un milieu massif tant que $r < r_2^{max}$, distance à partir de laquelle il devient nécessaire de prendre en compte l'hétérogénéité du milieu.

La figure 3.1.10 montre dans le cas de deux revêtements thermiquement minces le développement d'un régime propagatif piloté par le substrat. Les rayons r_1 et r_2^{min} calculés sont négatifs, ce qui est conforme au mode de diffusion de la chaleur observé. On distingue un point de cassure sur les profils d'atténuation et un minimum local sur l'évolution de la diffusivité thermique apparente. Leur position augmente proportionnellement à l'épaisseur du substrat de même que le rayon caractéristique r_2^{max} . La diffusivité thermique apparente évolue peu le long du profil et tend progressivement vers la diffusivité thermique du substrat. Dans cette configuration, les rayons r_1 et r_2^{min} sont proches ce qui indique que la température observée en surface est affectée tant par la réflexion de l'onde incidente que la propagation de l'onde thermique sous le substrat. En photoréflexion, on peut considérer que la température est mesurée jusqu'à une distance $r_{max} \approx 3\mu_{rev}$. Pour s'assurer que la mesure n'est perturbée jusqu'à ce point par aucun effet lié à la présence du substrat, il faut vérifier que :

$$\frac{d}{\mu_1} > \frac{1}{2} \sqrt{k(R)[6 - k(R)]} \qquad \frac{r_{max}}{\mu_1} < \frac{1}{2} \left[3 \left(1 - \frac{\mu_1}{\mu_2} \right) + k'(R) \right] \qquad (3.1.27)$$

Dans le cas du système Ti/Or on obtient respectivement $d > 2,96\mu_1$ et $d > 2,24\mu_1$ et pour le système Ti/Or $d > 2,94\mu_1$ et $d > 2,83\mu_1$, ce qui est proche du rapport $d/\mu = 3$ généralement indiqué.

L'analyse de la propagation d'une onde thermique dans un système dépôt/substrat, montre que la configuration classique utilisée en microscopie photothermique pour caractériser les échantillons homogènes et isotropes reste pertinente pour étudier les systèmes dépôts/substrat. Les paramètres α_1 , α_2 et $\varepsilon_1/\varepsilon_2$ influencent tous et de façon différente l'évolution fréquentielle de la température de

surface. Cependant, la bande passante "étroite" de l'instrument limite le champ d'investigation. Ainsi lorsque le revêtement est thermiquement mince, la diffusivité thermique la plus élevée des deux milieux en présence est souvent la seule qui puisse être mesurée précisément. Les quelques exemples présentés dans le paragraphe suivant montrent comment les phénomènes décrits ici aident à analyser et exploiter les mesures par photoréflexion destinées à la caractérisation microscopique de revêtements et/ou de substrats.

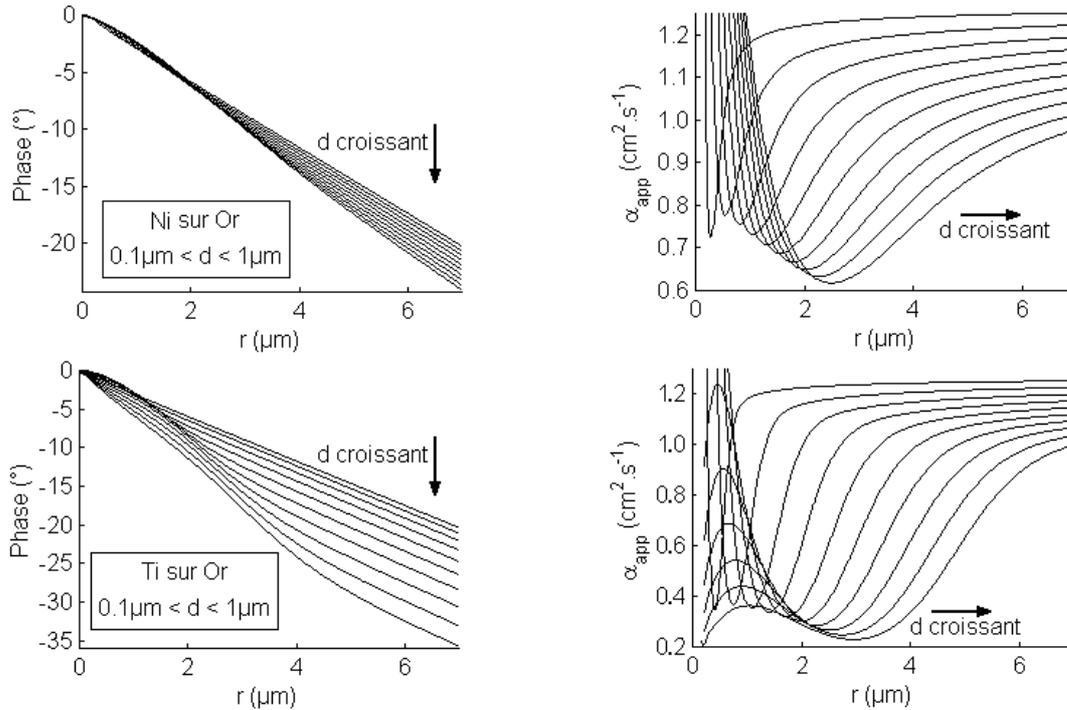


Figure 3.1.10 Evolution du déphasage de l'élevation périodique de la température de surface, cas de couches de nickel ($\alpha_{Ni} = 23,5 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) et de titane ($\alpha_{Ti} = 2,7 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) sur substrat d'Or ($\alpha_{Or} = 128 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$). Pour ces deux couples les coefficients de réflexion valent respectivement $R_{Ni/Or} = 0,2$ et $R_{Ti/Or} = 0,7$. Les 10 courbes représentées correspondent à des épaisseurs de revêtement croissantes variant avec un pas de $0,1 \mu\text{m}$ entre $0,1$ et $1 \mu\text{m}$. L'évolution des diffusivités apparentes déduites des profils de phase montre l'établissement progressif d'un régime propagatif piloté par le substrat. La fréquence de modulation vaut 100 kHz .

III.1.3 Application à la caractérisation de substrats et de revêtements

Pour déterminer les caractéristiques thermiques d'un ensemble revêtement/substrat par microscopie photothermique, la même démarche utilisée pour caractériser les milieux homogènes et isotropes est adoptée. Elle consiste à réaliser pour plusieurs fréquences de modulation des profils de l'élevation périodique de température. Une procédure d'optimisation type Levenberg-Marcquart permet ensuite d'identifier les paramètres du modèle qui ajustent au mieux les évolutions théoriques simulées sur les points expérimentaux [LI99,WAL99]. Les paramètres d'ajustement sont cependant nombreux ($\alpha_1, \alpha_2, \varepsilon_1/\varepsilon_2, R_{th}$, dimension des faisceaux, anisotropie du revêtement + paramètres expérimentaux) et examiner les résultats à l'aide des relations simplifiées établies précédemment permet d'évaluer la fiabilité de l'identification.

III.1.3.1 Caractérisation d'un revêtement mince Au-Pd et d'un grain de céramique

L'objectif de ces nouvelles mesures est de caractériser les grains de céramique qui composent les barrières thermiques. Constitué de Zircone, ce matériau présente la particularité d'être transparent à la longueur d'onde du faisceau pompe, ce qui rend le pompage optique inefficace. Un revêtement opacifiant est donc nécessaire pour absorber le flux lumineux. Pour que cette couche perturbe le moins possible la mesure de la diffusivité thermique du substrat, elle doit être aussi mince et isolante que possible. Ceci exclut les dépôts d'or qui sont fortement conducteurs, et qui, peu opaques à la longueur d'onde du faisceau pompe, doivent être déposés sur une épaisseur importante. Pour des raisons de disponibilité, on leur préfère ici un dépôt Or/Palladium, qui paraît suffisamment opaque pour absorber le faisceau pompe sur une épaisseur de 60 nm, tout en étant a priori moins diffusif que l'Or.

Le matériau que l'on souhaite caractériser est un silica de zirconium ($ZrSiO_4$), qui d'un coût plus faible que la zircone Yttriée ($ZrO_2+Y_2O_3$) est aussi supposé posséder une conductivité thermique plus faible, et pourrait, à terme, remplacer cette dernière comme constituant des barrières thermiques pour aubes de turbine. Ce substrat étant a priori isolant, il est essentiel pour mesurer précisément sa diffusivité thermique de bien connaître les caractéristiques du revêtement. La procédure adoptée est la suivante. On enrobe dans une même résine les grains de $ZrSiO_4$, et un barreau de Silice avant de réaliser le dépôt. La diffusivité thermique de la silice est supposée connue et proche de celle du second matériau ($\alpha_{SiO_2} = 0.81 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$). Ce matériau servira de substrat de référence pour mesurer les caractéristiques du revêtement. Compte tenu de la faible épaisseur du dépôt ($\approx 60 \text{ nm}$) il n'est pas nécessaire de connaître précisément son épaisseur d qui n'intervient qu'à travers le paramètre réduit $k_1 d / k_2$. Une incertitude sur la valeur du paramètre d se répercute cependant a priori sur le paramètre $\varepsilon_1 / \varepsilon_2$.

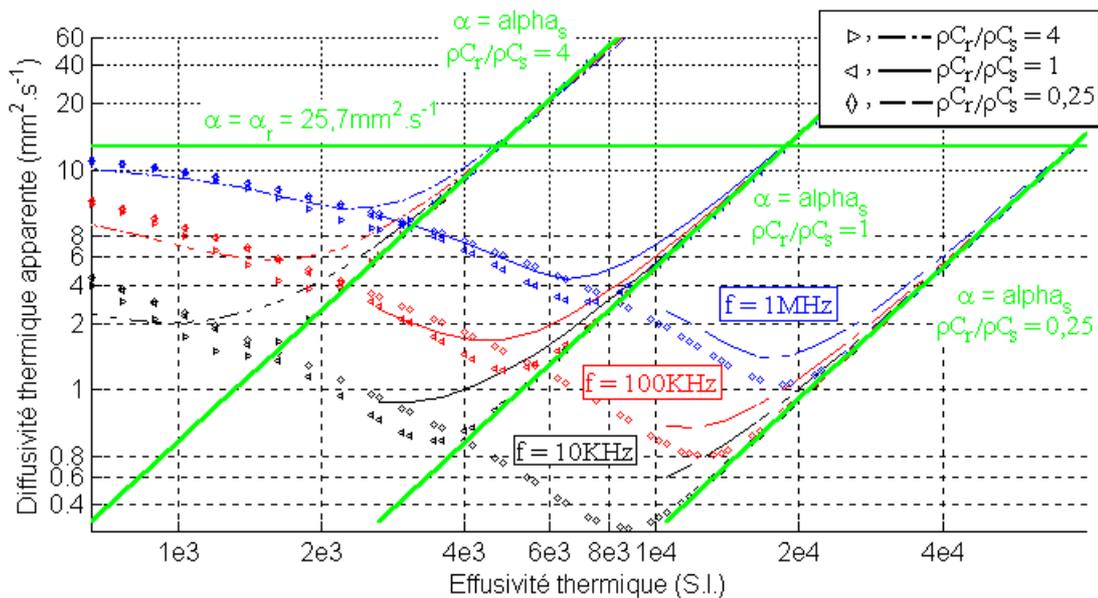


Figure 4.1.13 Diffusivité thermique apparente déduite de la pente de la partie linéaire de profils de phase de l'élévation périodique de température. On considère un milieu semi-infini sur lequel est déposé un revêtement mince d'épaisseur 64 nm du type dépôt Au-Pd ($\alpha = 25,7 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, $\varepsilon = 19000 \text{ S.I.}$) et chauffé par un faisceau gaussien dont rayon à e^{-1} vaut $1 \mu\text{m}$. Les trois faisceaux de courbe sont calculés pour des fréquences de modulation valant respectivement 1 MHz, 100 kHz et 10 kHz. On distingue les trois cas extrêmes pour lesquels $\rho C_r / \rho C_s$ vaut 4, 1 et 0,25. Enfin, on observe une bonne correspondance entre les diffusivités thermiques apparentes calculées à partir de la relation de dispersion (4.1.22) et représentées par les symboles \diamond , \triangleright et \triangleleft , et celle déduite des profils de phase qui sont représentées en traits continus.

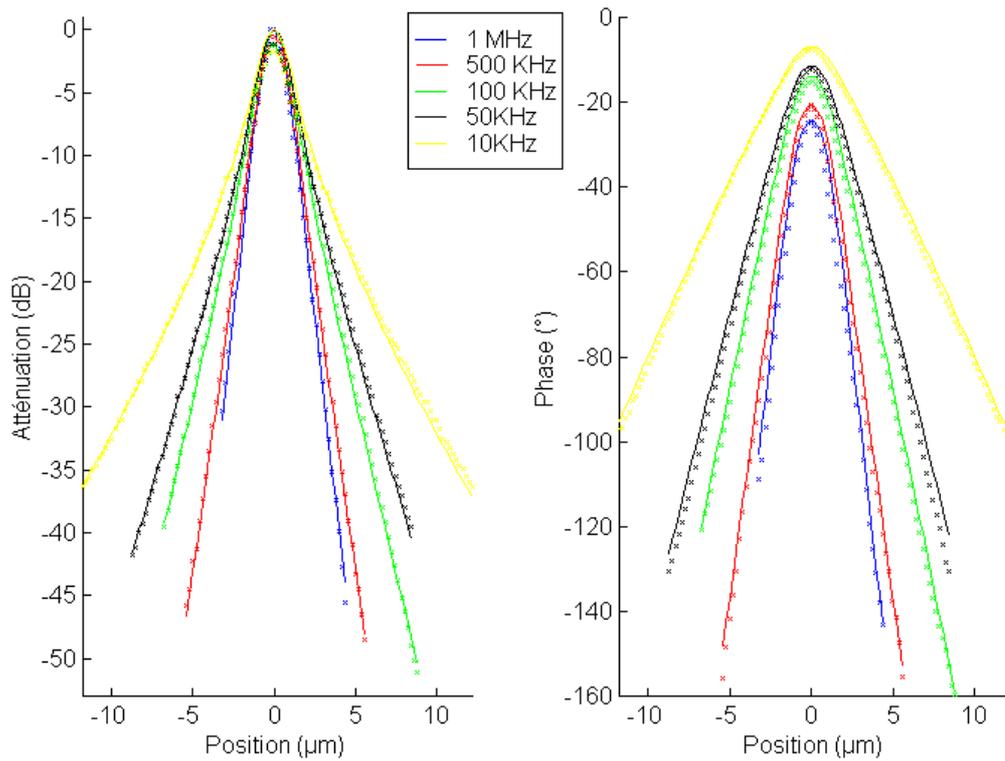


Figure 3.1.11 Identification des propriétés thermiques d'un revêtement de 60 nm d'AuPd déposé sur un substrat de SiO₂ de diffusivité thermique 0,81 mm².s⁻¹. On trouve $\alpha_{rev}=25,7 \text{ mm}^2.s^{-1}$; $\epsilon_{rev}/\epsilon_{sub}=4,7$, $r_g=0,87\mu\text{m}$, d'où $\rho C_r/\rho C_s=0,8$.

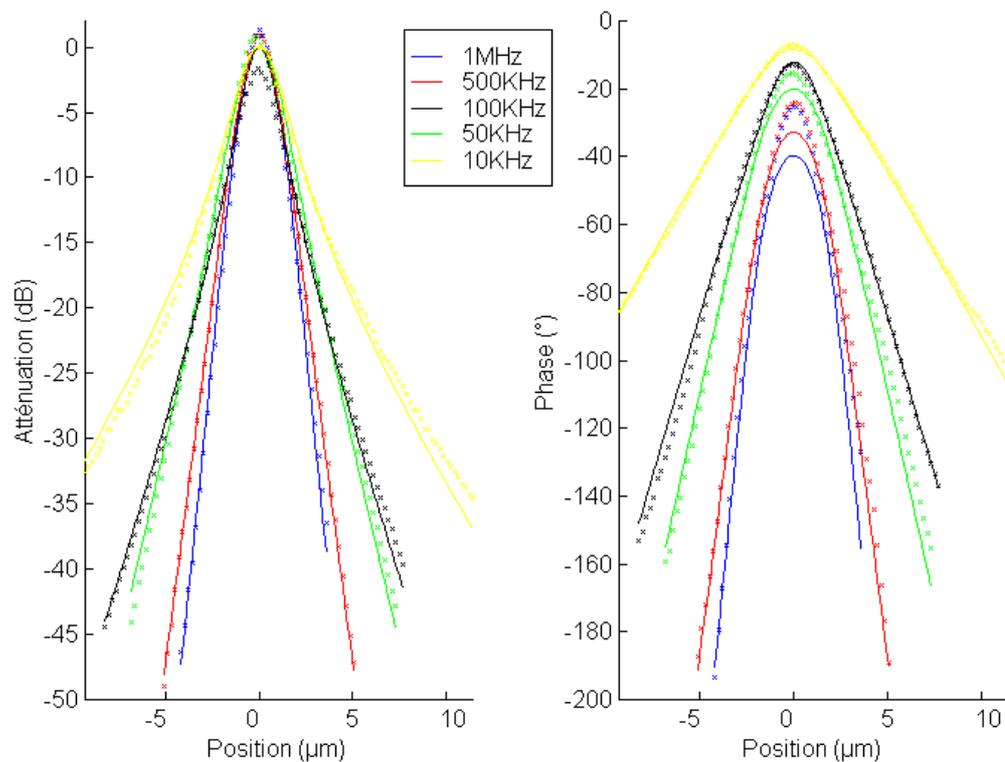


Figure 3.1.14 Identification des propriétés thermiques d'un substrat de ZrSiO₄ en présence d'un revêtement de 60 nm d'AuPd de diffusivité thermique supposée 25,7 mm².s⁻¹. On trouve $\alpha_{sub}=0,97 \text{ mm}^2.s^{-1}$; $\epsilon_{rev}/\epsilon_{sub}=2,17$, $r_g=1\mu\text{m}$.

La figure 3.1.13 montre les mesures et l'ajustement réalisés dans le cas du substrat de silice. Cet ajustement, en bon accord avec les résultats expérimentaux, indique pour le revêtement une diffusivité thermique $\alpha_r \approx 25 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$. Pour évaluer la sensibilité de cette mesure, les évolutions des vitesses de propagation des ondes thermiques de surface ont été calculées dans différentes configurations. Ces simulations, présentées sur la figure 3.1.12, indiquent que pour le revêtement et la gamme de fréquence utilisée et même en présence d'un substrat possédant une faible effusivité thermique (i.e. faible diffusivité thermique) l'évolution fréquentielle de la vitesse de propagation apparente dépend significativement de la diffusivité thermique du substrat ainsi que de celle du revêtement. En effet, dans le cas du substrat de silice, les fréquences $2\pi\omega_{min}$ et $2\pi\omega_{max}$ (cf. relation 3.1.21) correspondant aux valeurs identifiées valent respectivement 80 kHz et 2 MHz, la plage de fréquence dans laquelle ont été réalisées les mesures correspond à celle où évolue la vitesse de propagation apparente.

Les conditions étant a priori favorables, le substrat de ZrSiO_4 a été analysé dans les mêmes conditions. Après mesure et identification (cf. figure 3.1.14), on trouve pour ce matériau une diffusivité thermique de $0,97 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$.

III.1.3.2 Caractérisation de matrice de composites C/C-SiC

La matrice des composites C/C-SiC dont les fibres ont été étudiées au chapitre II.2 est constituée de plusieurs phases présentant chacune un comportement différent. Selon les proportions stœchiométriques des composants en présence, on trouve une part variable de carbone, de SiC voire de silicium résiduel. Ces trois phases sont amorphes et donc thermiquement isotropes. Du fait des conditions particulières de réalisation de la matrice, il est difficile de reproduire à l'échelle macroscopique ces matériaux dont les propriétés sont mal connues et doivent être mesurées in-situ. De couleurs différentes, les phases peuvent être distinguées au microscope optique, et paraissent suffisamment étendues pour être étudiées par photoréflexion. Cependant, faute de signal photothermique, des mesures exploitables n'ont pu être obtenues que dans la phase de silicium résiduel. La diffusivité thermique de la phase de silicium obtenue en utilisant le traitement indiquée au chapitre II.1, vaut $\alpha_{Si} = 26,4 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$. Pour accroître l'amplitude du signal photothermique, une solution consiste à déposer sur l'échantillon un revêtement opaque dont la réflectivité varie fortement avec la température. Le revêtement Au/Pd utilisé précédemment possédant des propriétés favorables ($\partial R / \partial T$ élevé, α peu élevée) pour la mesure de la diffusivité thermique de substrats. Il est déposé dans les mêmes conditions que précédemment à la surface du composite qui a préalablement subi un polissage mécanique. Par ailleurs, en présence de silicium, des porteurs sont parfois produits par effet photoélectrique. La présence du revêtement en surface évite toute perturbation du signal de photoréflexion par ce phénomène. Cependant, la présence d'un dépôt opaque empêche maintenant de distinguer les différentes phases. Pour les révéler, les faisceaux pompe et sonde sont déplacés simultanément à la surface de l'échantillon en laissant fixe leur position relative (configuration imagerie). En présence d'un dépôt homogène d'épaisseur constante, toute variation du signal photothermique ne peut être attribuée qu'à une modification des propriétés thermiques du substrat. Pour confiner au maximum l'onde thermique, et distinguer les différentes zones avec la meilleure résolution possible la fréquence de modulation est choisie aussi grande que possible (1 MHz).

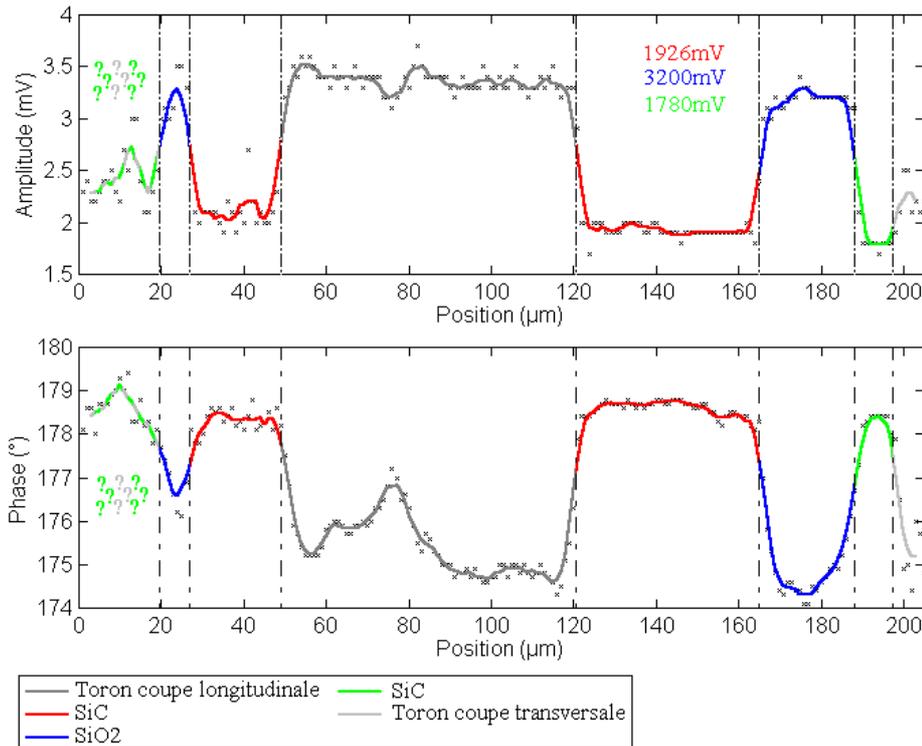


Figure 3.1.15 Evolution de l'amplitude et de la phase du signal de photoréflexion en mode imagerie thermique entre deux torons de fibre en section transversale. La distance entre les faisceaux pompe et sonde est nulle, la fréquence de modulation vaut 1 MHz. Cette mesure révèle clairement les torons de fibre (coupe longitudinale et transversale) ainsi que les deux zones matricielles (SiC et Si) présentes dans ce composite riche en silicium.

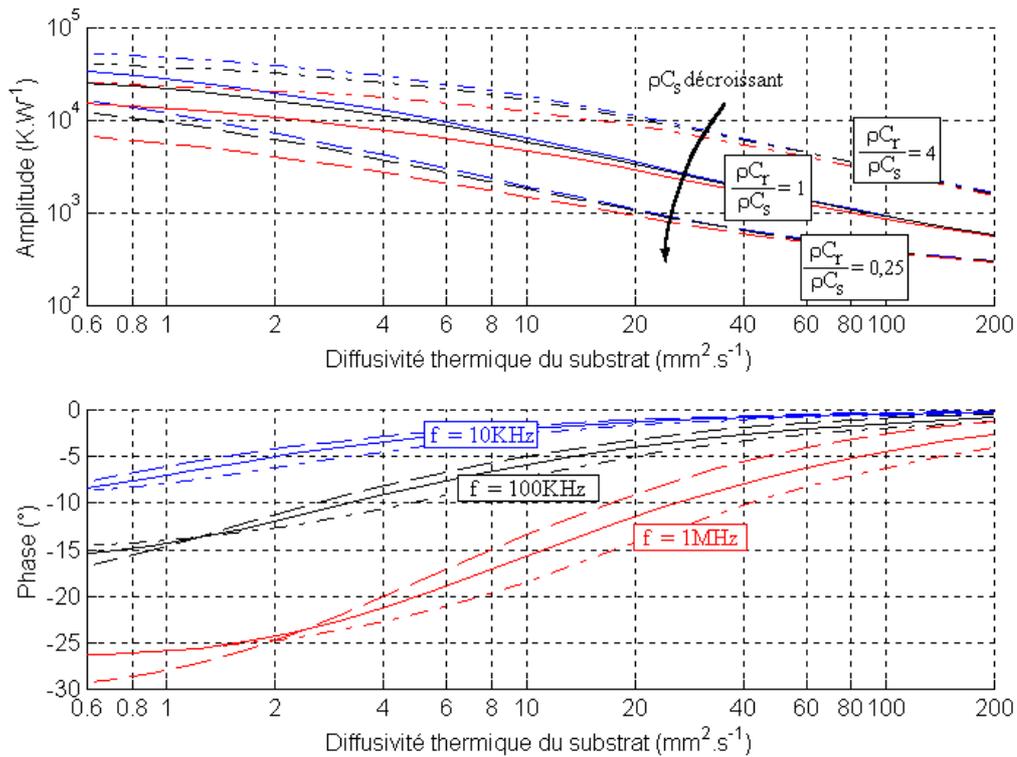


Figure 3.1.16 Simulation de l'évolution de l'amplitude et de la phase du signal photothermique en fonction des propriétés thermiques d'un substrat sur lequel est déposé 60 nm d' Au/Pd de diffusivité thermique 25,7 mm².s⁻¹. La fréquence de modulation vaut 1 MHz et le rayon équivalent à e^{-1} des faisceaux supposés gaussiens vaut 1 μm.

Enfin, ne disposant pour l'instant d'aucune méthode permettant d'exploiter quantitativement ce type de mesure, le balayage est réalisé avec un écartement nul entre les deux faisceaux. Cette configuration, souvent adoptée par ailleurs [ING83,MAN94], maximise l'amplitude du signal.

La figure 3.1.15 montre l'évolution du signal photothermique lors d'un balayage entre deux torons de fibres de carbone en coupe transversale d'un composite C/C-SiC riche en Si. Dans ce matériau seules coexistent des phases de SiC et Si, puisque tout le carbone de la matrice voire une partie des fibres sont consommés pour former le SiC. La mesure délimite nettement les différentes régions du composite auxquelles sont associés des niveaux d'amplitude et de phase du signal photothermique très différents. Les conditions expérimentales utilisées pour réaliser cette courbe permettent difficilement une exploitation plus quantitative. En effet, même si les caractéristiques du revêtement sont parfaitement connues, les simulations présentées sur la figure 3.1.16, montrent qu'il est en général impossible de déterminer indépendamment les paramètres α_s et $\rho C_s/\rho C_r$. En outre, cette mesure est très sensible à la dimension et à la forme des faisceaux qui sont des paramètres mal maîtrisés. Qualitativement, des valeurs de phase élevée et d'amplitude faible du signal dans la phase de SiC, semble indiquer une diffusivité thermique plus faible.

Les différentes régions étant clairement délimitées, l'évolution fréquentielle des profils d'élévation périodique de température est mesurée au centre de chacune d'entre elles. L'exploitation des mesures à l'aide de l'algorithme d'optimisation et selon la méthode présentée au paragraphe précédent permet de déterminer les propriétés thermiques locales du substrat. Deux matériaux ont été testés tous deux riches en phase de Si, de sorte que dans les deux cas, la plupart du carbone de la matrice est consommé pour former le SiC. Après identification, on trouve pour la phase de SiC une diffusivité thermique de $\alpha_{SiC}=6,3\text{mm}^2.\text{s}^{-1}$ et pour la phase de Si résiduel $\alpha_{Si} = 25 \text{mm}^2.\text{s}^{-1}$. En suivant ce protocole, on a pu accéder aux propriétés de la phase de SiC dans laquelle aucun signal photothermique n'était observable et vérifier la valeur obtenue dans la phase de Si résiduel en l'absence de dépôt.

III.1.3.3. Caractérisation de dépôts épais

Du fait du grand nombre de phénomènes qui interagissent, la caractérisation de revêtement "épais" est la configuration a priori la plus riche d'informations mais aussi, celle pour laquelle les mesures sont les plus difficilement exploitables. Les mesures présentées sur la figure 3.1.11 illustrent les difficultés qui surviennent lorsque la longueur de diffusion thermique est comparable à l'épaisseur du dépôt. Les échantillons sont constitués ici de lame de silice ou de silicium sur lesquelles est déposé un revêtement de titane ($d\approx 1\mu\text{m}$). Le titane est réputé posséder une faible diffusivité thermique de l'ordre de quelques $\text{mm}^2.\text{s}^{-1}$. Les deux cas présentés ici correspondent à des configurations pour lesquelles les substrats sont estimés 10 fois plus et 10 fois moins diffusifs que le revêtement. La gamme de fréquence utilisée [10 kHz 1 MHz], correspond pour cette épaisseur de revêtement à une plage fréquentielle pour laquelle la propagation n'est pas pilotée par un seul des deux milieux.

Toutes les tentatives d'identification automatique ainsi que les analyses simplifiées ont échoué à extraire des informations quantitatives et précises de ces mesures, même si les évolutions observées sont conformes à celles attendues pour ces couples de matériaux (cf. figures 3.1.17). L'exploitation des résultats expérimentaux est gênée par la présence d'un bruit anormalement élevé. Ce phénomène déjà observé par [GAR01] dans le cas de mesures par interférométrie d'onde thermique a été attribué à la

rugosité à l'interface des deux matériaux. Cette explication peut signifier les artefacts expérimentaux observés ici, dans la mesure où les substrats n'ont subi aucune préparation préalable et possèdent sans doute une rugosité significative au regard des longueurs de diffusion thermique haute fréquence dans le revêtement.

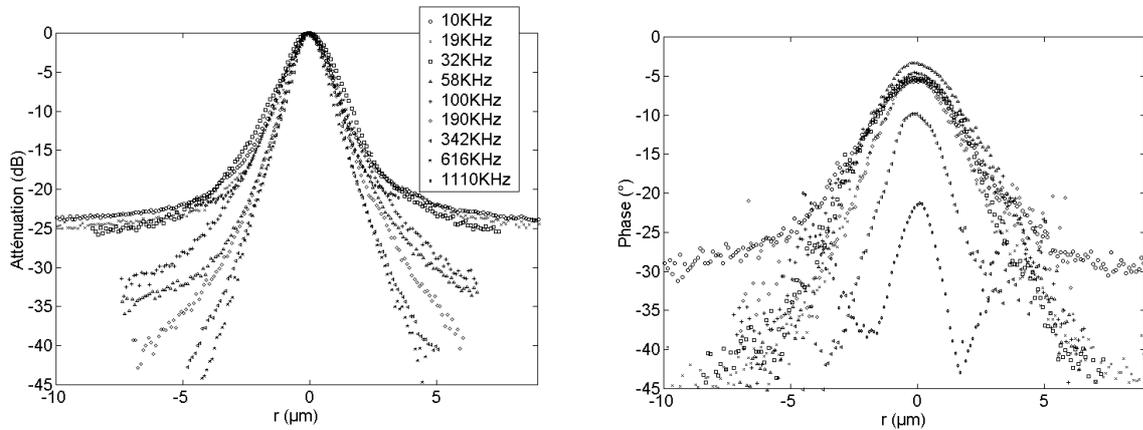


Figure 3.1.17.a Revêtement de titane sur substrat de silicium.

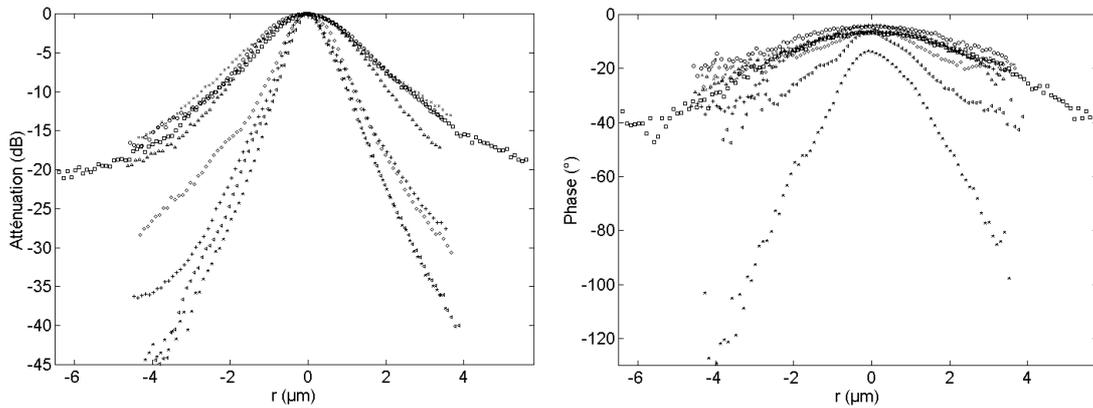


Figure 3.1.17.b Revêtement de Titane sur un substrat de silice.

Figure 3.1.17 Evolution de l'élévation périodique de surface en fonction de la fréquence de modulation, lors de mesures photothermiques réalisées sur des systèmes dépôts thermiquement "épais" sur substrat.

Cet exemple montre la difficulté liée à la caractérisation de dépôts "épais", mais insuffisamment pour être considérés comme homogènes au regard de la résolution spatiale limité du microscope photothermique. Dans cette configuration, des phénomènes particuliers apparaissent révélateurs, non seulement du comportement des deux milieux, mais aussi de celui de l'interface. Ils interviennent peu lorsque le revêtement est thermiquement mince.

III.2 Analyse d'images photothermiques de milieux hétérogènes

Les méthodes présentées jusqu'à présent, reposent toutes sur la mesure et l'analyse de l'élévation de température dans une région localisée. En présence de milieux hétérogènes, on souhaiterait "imager" à l'aide d'une mesure unique le contraste thermique entre les différentes régions, voire d'associer à chacune d'elle une donnée quantitative liée à son comportement thermique. Dans ce paragraphe, on supposera que les différentes régions du milieu sont isotropes et que les propriétés thermiques ne varient que selon une unique direction X parallèle à la surface libre. Pour cette configuration, on cherche quelles sont les conditions expérimentales qui permettent une exploitation simple et quantitative de mesures photothermiques. Sont abordés successivement le cas des discontinuités (interface verticale entre deux milieux homogènes), et le cas des milieux continûment hétérogènes (matériaux à gradient de propriétés).

III.2.1 Cas des discontinuités - interface verticale

III.2.1.1 Choix d'une configuration expérimentale

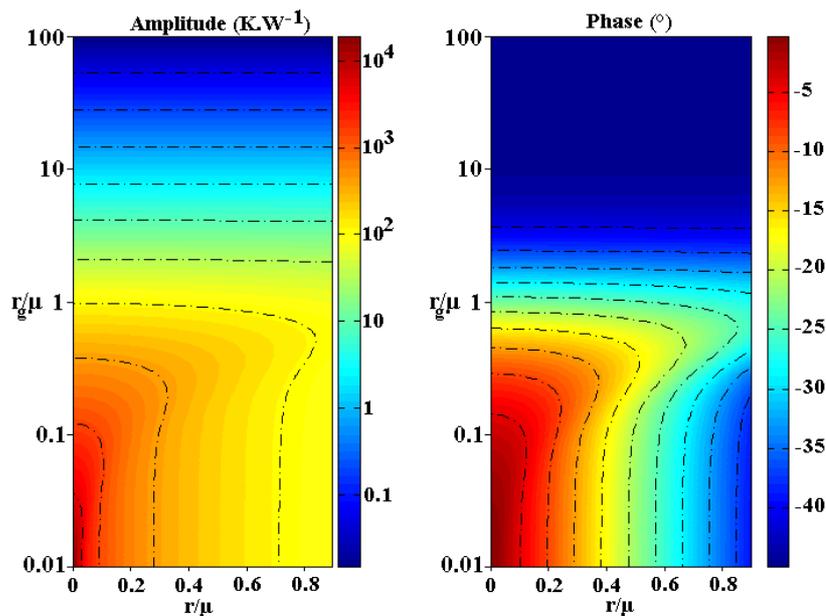


Figure 3.2.1 Evolution du signal photothermique en fonction des conditions expérimentales (fréquence de modulation, taille de la source de chaleur r_g , offset pompe/sonde) et de la diffusivité thermique du milieu dans le cas d'un milieu homogène isotrope.

Pour imager le contraste thermique à la surface d'un milieu hétérogène, il est d'usage de déplacer simultanément les faisceaux pompe et sonde à la surface de l'échantillon en figeant leur position relative [GER00,LEP94]. Les variations du signal photothermique entre les différentes positions occupées par les faisceaux sont révélatrices non seulement du contraste thermique mais aussi optique du milieu. Ainsi, en présence d'un matériau homogène et isotrope, l'élévation périodique de température est inversement proportionnelle à la conductivité thermique du milieu (cf. relation 2.1.1), tandis que la forme globale du champ de température dépend de deux paramètres adimensionnels r_g/μ et r/μ (cf. figure 3.2.1). Par ailleurs, l'amplitude du signal dépend aussi des propriétés optiques locales (R_p , $\partial R_s/\partial T$), ce qui rend ce terme inexploitable

faute d'une mesure absolue de la température de surface et de la puissance absorbée par l'échantillon.

Lorsque la source de chaleur est très étalée ($r_g/\mu > 2$), l'onde thermique générée se propage de façon unidimensionnelle (phase = -45°) en profondeur. Cette configuration est a priori défavorable pour mettre en évidence des discontinuités perpendiculaires à la surface de l'échantillon. En présence d'une source de chaleur concentrée ($r_g/\mu < 0.1$), la diffusion de la chaleur est observable en surface, et la température de surface est peu affectée par la dimension de la source, sauf à son voisinage immédiat. Entre ces deux domaines, le champ de température en surface dépend fortement de l'extension de la source de chaleur. Or, la volonté d'imager le contraste thermique avec une résolution optimale impose l'utilisation d'une fréquence de modulation élevée (1-2MHz). Dans ce cas, les conditions d'utilisation du microscope photothermique ($r_g \approx 1 \mu\text{m}$, $1 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1} < \alpha < 100 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) se situent précisément dans la région ($0,2 < r_g/\mu < 2$), où l'élévation de température au droit de la source de chaleur dépend de l'ensemble des paramètres. Si la mesure des variations du signal photothermique dans cette configuration offre un rapport signal/bruit optimal et une bonne sensibilité à la diffusivité thermique locale (cf. figure 3.1.2), sa mise en œuvre est délicate. Elle nécessite d'une part une maîtrise parfaite des conditions expérimentales (taille et forme des faisceaux ...), d'autre part, pour déduire la diffusivité thermique des variations du signal de phase, il n'existe pas de relation analytique, et une courbe d'étalonnage obtenue par simulation (cf. figure 3.1.2) doit être utilisée. Enfin, établir des relations simples permettant d'exploiter les effets observés en présence d'hétérogénéités semble difficile.

Déplacer les faisceaux pompe et sonde avec un offset Δ non nul, permet de lever la plupart de ces difficultés. Δ étant choisi suffisamment élevé pour s'affranchir des effets de convolution, et le milieu étant supposé homogène au voisinage des deux faisceaux, le déphasage ne dépend que de la diffusivité thermique locale. Celle ci peut être déduite de la relation :

$$\alpha = \frac{1}{\pi f} \left(\frac{\Delta}{\varphi} \right)^2 \quad (3.2.1)$$

Cette approche qui consiste à mesurer la vitesse de propagation des ondes thermiques, ne reste pour l'instant qu'une transposition des méthodes présentées au chapitre II. Cependant, s'agissant de la caractérisation de milieux hétérogènes, une analyse doit être proposée pour tenir compte des perturbations produites par les ruptures d'impédance thermique.

III.2.1.2 Cas d'une interface entre deux milieux

Pour traiter de façon simplifiée ce problème, il semble intéressant d'utiliser les relations établies au paragraphe III.1. Elles reposent sur l'hypothèse que la surface d'onde est plane, ce qui reste raisonnable pour la configuration expérimentale proposée si la température est mesurée loin de la source de chaleur.

Pour simplifier plus encore l'analyse, on suppose que les faisceaux, distants de Δ , sont alignés parallèlement à la direction de balayage, elle-même perpendiculaire à l'interface entre les milieux 1 et 2. On désigne par x la distance entre le faisceau sonde et cette discontinuité (cf. figure 3.2.2). Les distances x et Δ sont des grandeurs algébriques.

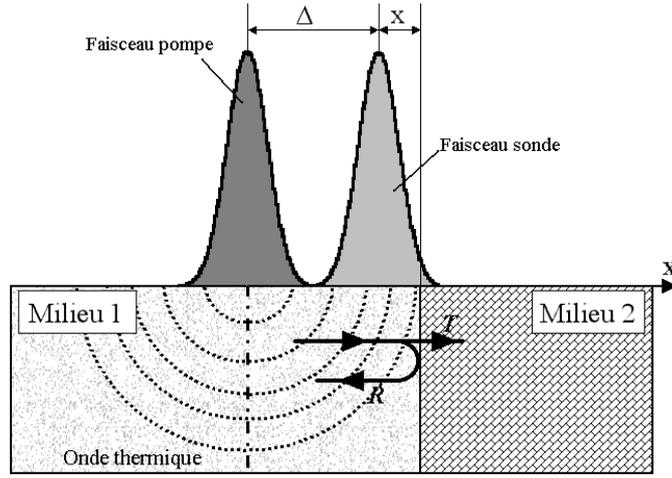


Figure 3.2.2 Image thermique d'une interface. On appelle Δ la distance du faisceau pompe au faisceau sonde, et x la distance de l'interface au faisceau sonde. La source de chaleur produit une onde thermique, considérée plane loin du faisceau pompe, dont l'interaction avec la discontinuité thermique est détectée par le faisceau sonde.

On suppose que loin de la source de chaleur l'onde thermique δT_i est plane, et que sa propagation peut être décrite en l'absence de discontinuité thermique par la relation :

$$\delta T_i(x) = \frac{-1}{2\varepsilon_i(1+j)\sqrt{\pi f}} \exp\left(-\frac{1+j}{\mu_i}|\Delta|\right) \quad (3.2.2)$$

Pour déterminer l'élévation périodique de température δT au droit du faisceau sonde, deux cas doivent être distingués. Ainsi, si les faisceaux pompe et sonde sont tous deux situés dans le milieu i , on trouve :

$$\delta T(x) = \frac{-1}{2\varepsilon_i(1+j)\sqrt{\pi f}} \left(\exp\left(-\frac{1+j}{\mu_i}|\Delta|\right) + \operatorname{Re} \exp\left(-\frac{1+j}{\mu_i}|2x + \Delta|\right) \right) \quad (3.2.3)$$

où R désigne le coefficient de réflexion thermique. Dans le cas où les faisceaux sont situés de part et d'autre de l'interface, le faisceau pompe étant placé dans le milieu 1, la température δT mesurée vaut :

$$\delta T(x) = -T \frac{1}{2\varepsilon_i(1+j)\sqrt{\pi f}} \exp\left(-\frac{1+j}{\mu_i}|\Delta|\right) \exp\left[-(1+j)\left(\frac{1}{\mu_2} - \frac{1}{\mu_1}\right)|x|\right] \quad (3.2.4)$$

où T désigne le coefficient de transmission thermique.

L'évolution du signal photothermique est différente selon que les faisceaux sont situés du même côté ou de part et d'autre de la discontinuité. Dans le premier cas, elle montre "l'interférence" entre les ondes thermiques incidente et réfléchie par la discontinuité, dont la mesure permet théoriquement (cf. paragraphe III.1) de déterminer la diffusivité thermique du milieu ainsi que le coefficient de réflexion R . Dans le second cas, on observe que le déphasage décroît linéairement avec une pente :

$$\frac{\partial \varphi}{\partial x} = \frac{1}{\mu_1} - \frac{1}{\mu_2} \quad (3.2.5)$$

qui indique donc la variation relative de la longueur de diffusion thermique entre les deux milieux. La largeur de cette région est égale à la distance Δ entre la source et le point où est mesurée la température.

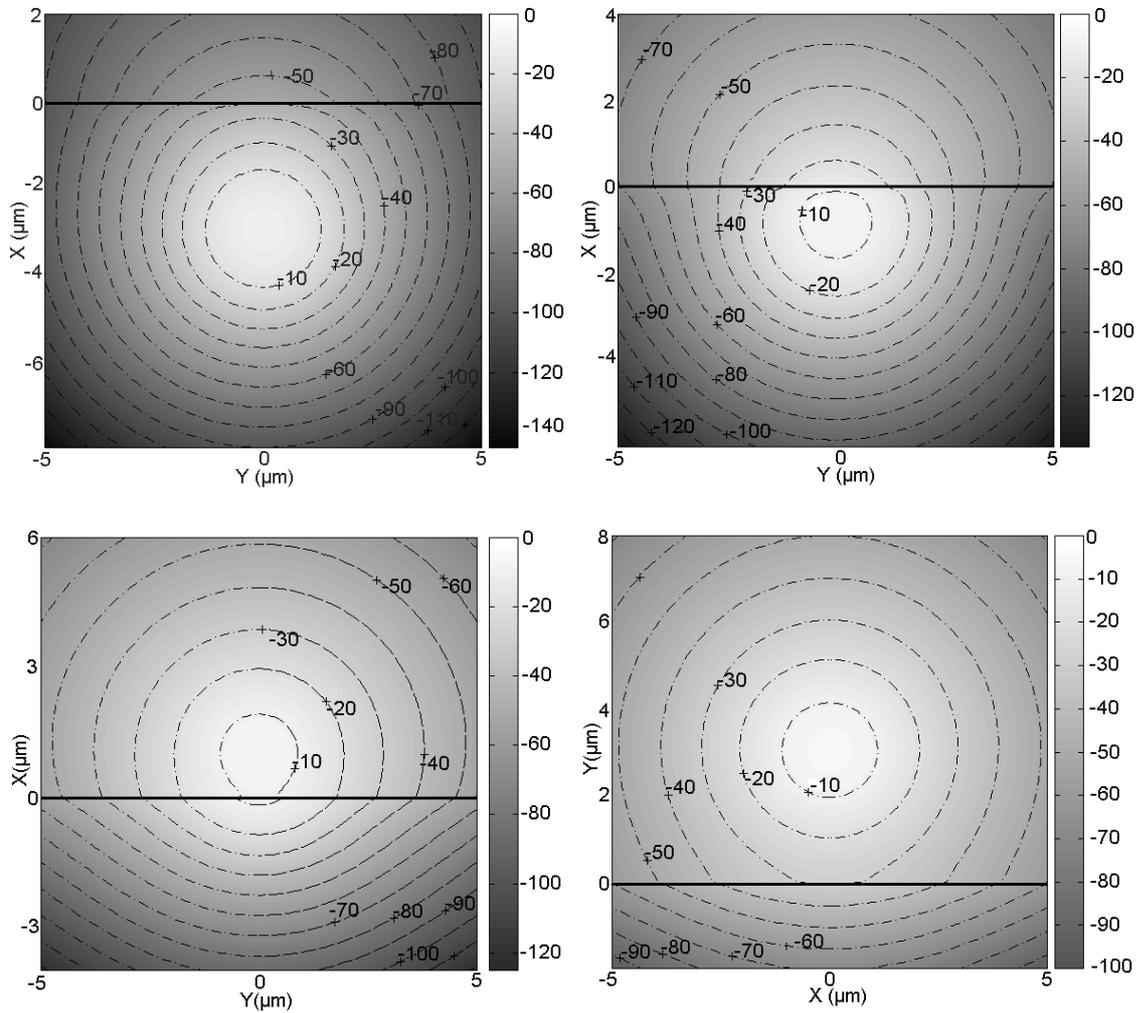


Figure 3.2.3 Evolution du champ de température périodique au passage de l'interface ($X=0$) entre un milieu isolant ($X<0$, nickel) et un milieu conducteur ($X>0$, cuivre). La fréquence de modulation vaut 1MHz, le rayon à e^{-1} du faisceau pompe supposé gaussien vaut 1 μm .

Ces relations certes simples reposent sur des hypothèses très fortes (onde plane, effets de convolution négligés). En condition réelle, l'onde thermique est produite par une source de chaleur étendue axisymétrique et se propage de façon tridimensionnelle. Pour simuler l'élévation périodique de température dans ce cas, un programme a été développé permettant de traiter le cas de tout milieu stratifié dont les interfaces sont perpendiculaires à la surface libre (cf. annexe IV). La source de chaleur produite par pompage optique est supposée absorbée en surface et sa répartition énergétique P_p gaussienne.

La prise en compte rigoureuse des conditions expérimentales nécessiterait en outre de tenir compte de la variation des propriétés optiques à la surface de l'échantillon. En effet, d'une part la variation du coefficient de réflexion optique $R_p(x,y)$ modifie l'efficacité du pompage optique et donc la répartition énergétique réelle de la source de chaleur. D'autre part, pour tenir compte de la détection non ponctuelle de la température par le faisceau sonde, il faut tenir compte de la variation du coefficient $\partial R_s / \partial T$ à la

surface du milieu. L'élévation réelle $\delta T_{réelle}$ de température, en (x,y) , lorsque le faisceau pompe est focalisé en (X_p, Y_p) s'écrit :

$$\delta T_{réelle}(x, y, X_p, Y_p) = \iint_{u,v} [1 - R_p(u, v)] \delta T(x, y, u, v) P_p(X_p - u, Y_p - v) du dv \quad (3.2.6)$$

où $\delta T(x,y,u,v)$ désigne la solution de Green de l'équation de diffusion de la chaleur dans le milieu à gradient de propriété pour une source infinitésimale placée en (u,v) . La température détectée par le faisceau sonde s'écrit ensuite :

$$\delta T_{mes}(X_s, Y_s, X_p, Y_p) = \iint_{x,y} \frac{\partial R_s}{\partial T}(x, y) \delta T(x, y, X_p, Y_p) P_s(X_s - x, Y_s - y) dx dy \quad (3.2.7)$$

Les coefficients R_p et $\partial R_s / \partial T$ étant souvent inconnus, et la réalisation du produit de convolution 3.2.7 étant trop coûteuse numériquement, seul a été pris en compte l'effet de l'étalement de la source de chaleur en supposant par ailleurs le coefficient R_p constant. La complexité de ces calculs montre la nécessité de conditions expérimentales qui permettent une mesure robuste vis-à-vis de ces nombreux artefacts expérimentaux.

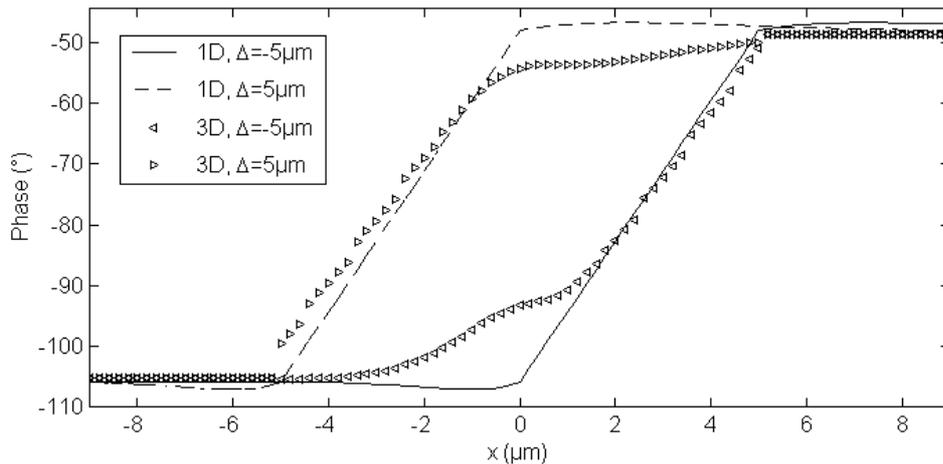


Figure 3.2.4 Comparaison entre les évolutions du signal de phase observés au passage d'un milieu isolant (Nickel) dans un milieu conducteur (Cuivre) dans le cas d'une source de chaleur plane et dans le cas d'une source de chaleur gaussienne axisymétrique approchant les conditions expérimentales réelles. La fréquence de modulation vaut 1 MHz, le rayon gaussien à e^{-1} de la source de chaleur axisymétrique vaut 1 μm .

La figure 3.2.3 montre des simulations de l'évolution de la phase de l'élévation périodique de température à la traversée d'une interface séparant deux milieux qui présentent un contraste thermique élevé (Nickel: $\alpha_{Ni} = 23 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, $\alpha_{Cuivre} = 112 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, $R = 0,3$). De ces cartographies de température est reconstruite point à point la courbe simulant le résultat d'un balayage dans la configuration expérimentale proposée (cf. figure 3.2.4). On observe que la variation du déphasage mesuré loin de la source de chaleur est très significative au regard de celle attendue au droit de la source. Outre les deux plateaux de phase qui indiquent les zones homogènes du milieu et desquels peuvent être déduites leurs diffusivité thermique respective, on retrouve une zone où l'évolution est quasi linéaire. La pente indique la variation relative de la longueur de diffusion thermique conformément à la relation 3.2.5.

Cependant, on observe que les effets de convolution couplés à la diffusion encore fortement tridimensionnelle de la chaleur rendent caduque l'expression 3.2.3, qui

minimise fortement l'effet produit par la réflexion de l'onde thermique. Utiliser une fréquence de modulation plus faible permettrait de s'affranchir au moins des effets de convolution, mais des efforts de modélisation restent encore nécessaires, pour exploiter pleinement ces mesures et mesurer en plus des diffusivités thermiques les coefficients de réflexion R . Ces simulations préliminaires incitent néanmoins à réaliser les images photothermiques avec un offset Δ non nul entre faisceaux, pour faciliter l'exploitation des données expérimentales.

3.2.1.3 Cas des discontinuités thermiques

La grande sensibilité de la photoréflexion permet de révéler des discontinuités thermiques aussi petites que celle due à la présence de joints de grains dans un polycristal [MAN94, FRA94]. Cependant, ces images restent souvent qualitatives, et il reste à établir des relations simples pour associer à ces discontinuités un paramètre quantitatif qui décrit son comportement thermique. On associe le plus souvent à ces interfaces une résistance thermique qui relie en régime statique le flux de chaleur qui traverse l'interface au saut de température. Les coefficients de réflexion et de transmission s'écrivent alors :

$$R = \frac{1}{\frac{2}{R_{th} \sqrt{\pi f} (1+j) \varepsilon} + 1} \quad (3.2.8)$$

$$T = \frac{1}{1 + \frac{R_{th} \sqrt{\pi f} (1+j) \varepsilon}{2}} \quad (3.2.9)$$

où on suppose ici que la résistance thermique sépare deux massifs possédant les mêmes caractéristiques. La configuration expérimentale proposée précédemment semble pertinente pour quantifier cette résistance thermique puisque la transmission de l'onde thermique à travers l'interface est correctement observée lorsque les deux faisceaux sont suffisamment écartés et placés de part et d'autre de la discontinuité. Dans ce cas, la température mesurée est donnée en première approximation par la relation 3.2.4 qui s'écrit dans le cas présent :

$$\delta T(x) = -T \frac{1}{2 \varepsilon_i (1+j) \sqrt{\pi f}} \exp\left(-\frac{1+j}{\mu_i} |\Delta|\right) \quad (3.2.10)$$

et où le coefficient de transmission T est complexe. Ainsi en présence d'une discontinuité de type résistance thermique, on doit observer un saut de phase qui vaut :

$$\arg(T) = -\tan\left(\frac{R_{th} \sqrt{\pi f} \varepsilon}{2 + R_{th} \sqrt{\pi f} \varepsilon}\right) \quad (3.2.11)$$

et reste donc compris dans l'intervalle $[0 -45^\circ]$. La relation (3.2.11) montre en outre que la résistance thermique ne peut être identifiée indépendamment de l'effusivité thermique du milieu.

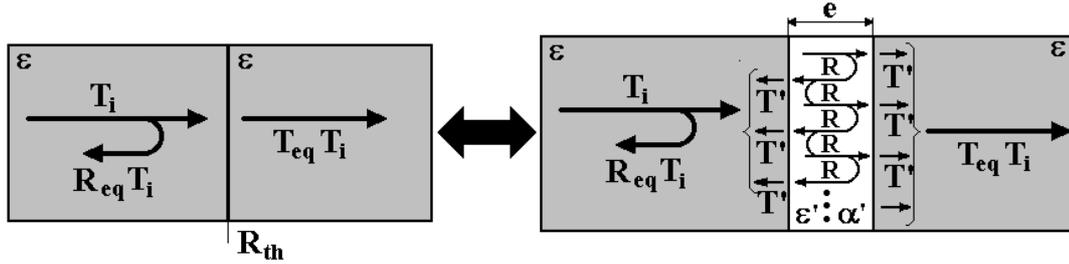


Figure 3.2.5 Représentation d'une "discontinuité" thermique par une couche d'épaisseur finie, produisant les mêmes ondes thermiques réfléchies et transmises.

A nouveau, il est nécessaire de tester la pertinence d'une telle mesure en condition réelle. En l'état, le programme mis au point ne permet pas de traiter le cas des résistances thermiques. Cependant, on peut tenter de représenter cette discontinuité comme une couche de très faible épaisseur et possédant un comportement équivalent.

En régime harmonique, le comportement de la discontinuité est défini par les coefficients de réflexion et de transmission thermique qui lui sont associés. Une couche d'épaisseur finie est le siège de réflexions multiples, la partie transmise à chaque interface contribue à former les ondes réfléchi et transmise (cf. figure 3.2.5).

$$R_{eq} = \frac{TT'R}{1 - R^2 \exp\left(-\frac{1+j}{\mu'} 2e\right)} \exp\left(-\frac{1+j}{\mu'} 2e\right) \quad (3.2.12)$$

$$T_{eq} = \frac{TT'}{1 - R^2 \exp\left(-\frac{1+j}{\mu'} 2e\right)} \exp\left(-\frac{1+j}{\mu'} e\right) \quad (3.2.13)$$

où les coefficients R, T et T' sont les coefficients de réflexion et de transmission du milieu équivalent vers le milieu environnant :

$$R = \frac{\varepsilon' - \varepsilon}{\varepsilon' + \varepsilon} \quad T = \frac{2\varepsilon}{\varepsilon' + \varepsilon} \quad T' = \frac{2\varepsilon'}{\varepsilon' + \varepsilon} \quad (3.2.14)$$

Le calcul du rapport :

$$\frac{R_{eq}}{T_{eq}} = R \exp\left(-\frac{1+j}{\mu'} e\right) \neq \frac{R_{th} \sqrt{\pi f} (1+j) \varepsilon}{2} \quad (3.2.15)$$

montre l'incompatibilité entre les deux modèles. Sauf en définissant un coefficient de réflexion R complexe, et même pour une couche thermiquement mince qu'est censée représenter une résistance thermique, les coefficients de réflexion et de transmission thermiques ne peuvent être égaux simultanément et dans une bande fréquentielle importante. Traitant de la propagation des ondes thermiques, il faut donc s'interroger sur la pertinence d'un modèle type résistance thermique, à un paramètre, pour décrire le comportement dynamique d'une interface dont l'épaisseur est nécessairement non nulle. En l'état, il est impossible d'invalider cette approche sauf en observant à la traversée de l'interface un déphasage supérieur à 45° que ne permet pas d'expliquer l'expression 3.2.9.

Par défaut, la discontinuité thermique est assimilée à une couche mince que permet de traiter le programme. Des simulations sont ensuite réalisées pour évaluer l'influence de l'étalement de la source de chaleur sur la mesure du saut de phase. La figure 3.2.6 montre la variation de la phase du signal photothermique à l'approche d'une couche verticale d'épaisseur $0,01\ \mu\text{m}$ caractérisée par les paramètres $R=1$ et $e/\mu'=0,53$, et placée dans un milieu de type nickel ($\alpha_{Ni}=23\text{mm}^2.\text{s}^{-1}$). La présence de la discontinuité se traduit par un saut de phase important de l'ordre de 70° . Lorsque l'offset Δ est faible la mesure au voisinage de l'interface est fortement affectée par l'étalement de la source de chaleur. Lorsque Δ est supérieur à $3r_g$, le saut de phase observé à la traversée de l'interface, qui s'étend sur un intervalle Δ , est égal à celui indiqué par la relation 3.2.13. A nouveau, ces simulations ne reproduisent pas fidèlement les conditions expérimentales dans lesquelles sont effectuées les mesures, puisque l'étalement du faisceau sonde n'est pas pris en compte. En pratique, il faut donc s'attendre à une évolution lente du déphasage plutôt qu'à un saut [LEP95]. Cependant, si l'offset Δ est suffisant le saut de phase maximal observé doit rester le même.

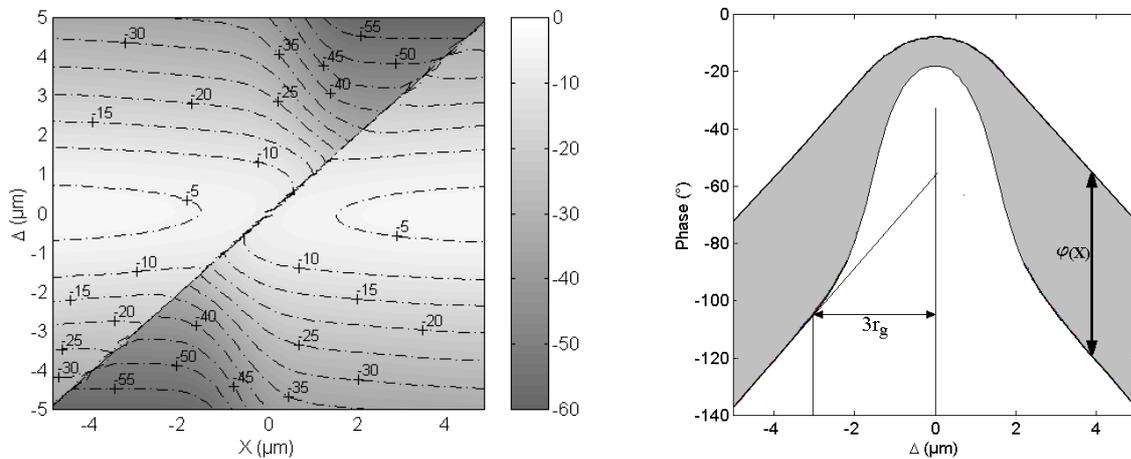


Figure 3.2.6 Détermination du coefficient de transmission thermique d'une interface en mode imagerie thermique. Le déphasage observé au passage d'un des deux faisceaux sur l'interface est lié aux paramètres R et e/μ' de l'interface. Dans le cas présent, le milieu considéré est du nickel ($\alpha=23\text{mm}^2.\text{s}^{-1}$, $\varepsilon=19000$ S.I.), L'interface est caractérisée par les paramètres $R=1$ et $e/\mu'=0,53$ (l'épaisseur de la couche est $0,01\ \mu\text{m}$). La source de chaleur est supposée gaussienne ($r_g=1\ \mu\text{m}$).

Cette analyse met en avant le problème du comportement qui doit être attribué à une "discontinuité" thermique. La notion de résistance thermique, définie en régime statique, semble inadaptée en régime instationnaire pour modéliser le comportement d'une couche de faible épaisseur au regard des autres dimensions caractéristiques. Mesurer l'évolution fréquentielle du déphasage à la traversée d'une interface doit permettre de lever l'indétermination sur la modélisation à adopter. Ainsi, un déphasage supérieur à 45° ne peut être observé à la traversée d'une résistance thermique. Au premier abord très conceptuel, ce problème est important compte tenu des nombreux travaux qui traitent de la caractérisation d'"interface" au moyen de techniques en régime modulé [HOR02].

III.2.2 Caractérisation des milieux à gradient de propriétés

Les développements présentés dans le paragraphe précédent peuvent être étendus au cas des matériaux continûment hétérogènes (matériaux à gradient de propriétés), dont la chaleur spécifique et la conductivité thermique varient selon une direction parallèle à la surface libre du milieu. La caractérisation des matériaux à gradient de propriétés a déjà été traitée à de nombreuses reprises, l'objectif consistant le plus souvent à mesurer l'évolution des propriétés thermiques dans l'épaisseur de l'échantillon [ARA90,KRA00,REI98]. Le choix d'une telle configuration est imposé par la nécessité d'effectuer une mesure non destructive. Au contraire, en microscopie photothermique il est souhaitable de visualiser le gradient de propriétés, de façon à réaliser d'autres analyses nécessitant l'emploi de méthodes plus invasives (microdureté...), ou ne permettant pas une investigation en profondeur du matériau. Il reste maintenant à proposer une approche permettant de mesurer les variations de propriétés thermiques à la surface d'un échantillon sur des distances souvent inférieures à la longueur de diffusion thermique associée à la mesure.

III.2.2.1 Propagation d'une onde thermique dans un milieu à gradient de propriétés

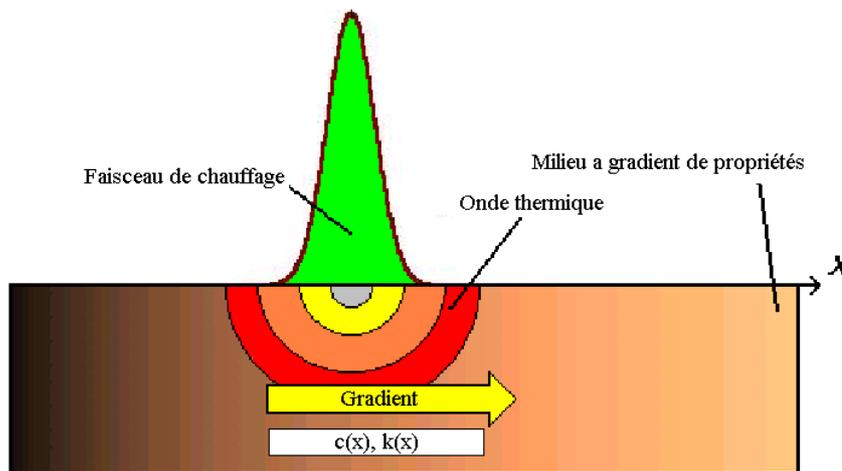


Figure 3.2.7 Expérience photothermique en régime modulé dans un milieu à gradient de propriétés.

Suivant la démarche adoptée jusqu'ici, on simplifie l'analyse en étudiant la propagation unidimensionnelle d'une onde thermique parallèlement au gradient de propriété. Pour cela, il faut résoudre l'équation de diffusion de la chaleur :

$$\frac{d}{dx} \left(k(x) \frac{d\delta T(x)}{dx} \right) - j\omega c(x) \delta T(x) = 0 \quad (3.2.15)$$

Les développements précédents montrent que les paramètres qui pilotent la diffusion de la chaleur sont la longueur de diffusion thermique $\mu(x)$ et l'effusivité thermique $\varepsilon(x)$, qu'il faut donc faire apparaître dans l'équation 3.2.15. On obtient :

$$\frac{d^2 \delta T(x)}{dx^2} + \left(\frac{1}{\mu} \frac{d\mu}{dx} + \frac{1}{\varepsilon} \frac{d\varepsilon}{dx} \right) \frac{d\delta T}{dx} - 2j \frac{\delta T(x)}{\mu^2} = 0 \quad (3.2.16)$$

Ces deux paramètres sont découplés puisqu'ils apparaissent dans des termes distincts. En supposant dans un premier temps l'effusivité thermique ε constante dans le milieu, on peut effectuer le changement de variable proposé par [DRAM00] :

$$u = \int_0^x \frac{dt}{k(t)} \qquad du = \frac{dx}{k(x)} \qquad (3.2.17)$$

qui aboutit à l'écriture suivante de l'équation de diffusion de la chaleur (3.2.16) :

$$\frac{d^2 \delta T(u)}{du^2} - j\omega \varepsilon^2 \delta T(u) = 0 \qquad (3.2.18)$$

dont la solution est analytique et s'écrit :

$$\delta T(x) = A \exp\left((1+j) \int_0^x \frac{dt}{\mu(t)} \right) + B \exp\left(-(1+j) \int_0^x \frac{dt}{\mu(t)} \right) \qquad (3.2.19)$$

A et B ne dépendent que des conditions aux limites du problème et :

$$\mu(x) = \sqrt{\frac{\alpha(x)}{\pi f}} \qquad (3.2.20)$$

Le formalisme des ondes thermiques reste adapté pour analyser l'élévation périodique de température dans un milieu à gradient de propriétés. Les relations 3.2.19 et 3.2.20 montrent que la diffusion de la chaleur reste un phénomène propagatif dont la vitesse de propagation ne dépend en tout point que de la diffusivité thermique locale :

$$\frac{d\varphi}{dx}(x) = -\frac{1}{\mu(x)} = -\sqrt{\frac{\pi f}{\alpha(x)}} \qquad (3.2.21)$$

Cette propagation est aussi perturbée par les variations locales d'impédance thermique (effusivité thermique), dont l'effet devient significatif (cf. 3.2.16) lorsque :

$$\frac{dR(x)}{dx} = \frac{1}{\varepsilon} \frac{d\varepsilon}{dx} \approx \frac{1}{\mu} \qquad (3.2.22)$$

Cette condition traduit simplement qu'il est d'autant plus nécessaire de prendre en compte les variations d'impédance thermique qu'elles sont brutales au regard de la longueur caractéristique associée à la diffusion de la chaleur définie par le paramètre μ . Pour atténuer leur effet, il faut donc utiliser une fréquence de modulation élevée. Dans ces conditions, la relation 3.2.21 indique que la diffusivité thermique locale peut être déduite de la dérivée de la phase de l'élévation périodique de température relevée le long du gradient de propriété. Cette analyse repose cependant sur des hypothèses fortes (propagation unidimensionnelle, source de chaleur infinitésimale), et il faut à nouveau la valider dans des conditions plus proches de celles réalisées expérimentalement.

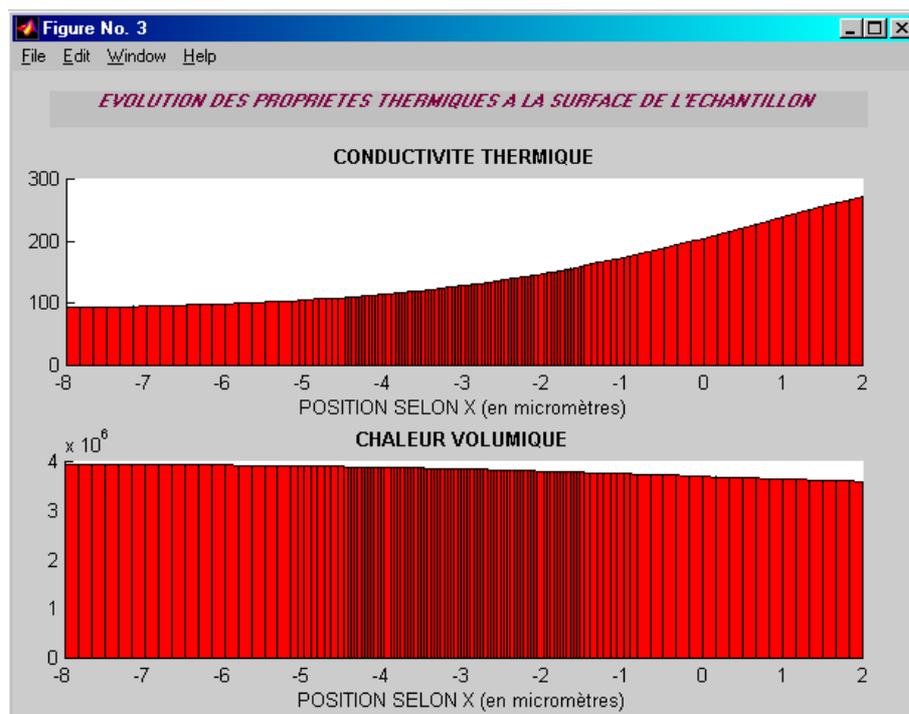


Figure 3.2.8 Discretisation d'un milieu continu à gradient de propriété et calcul de la conductivité thermique et de la chaleur volumique dans chaque couche du milieu stratifié équivalent.

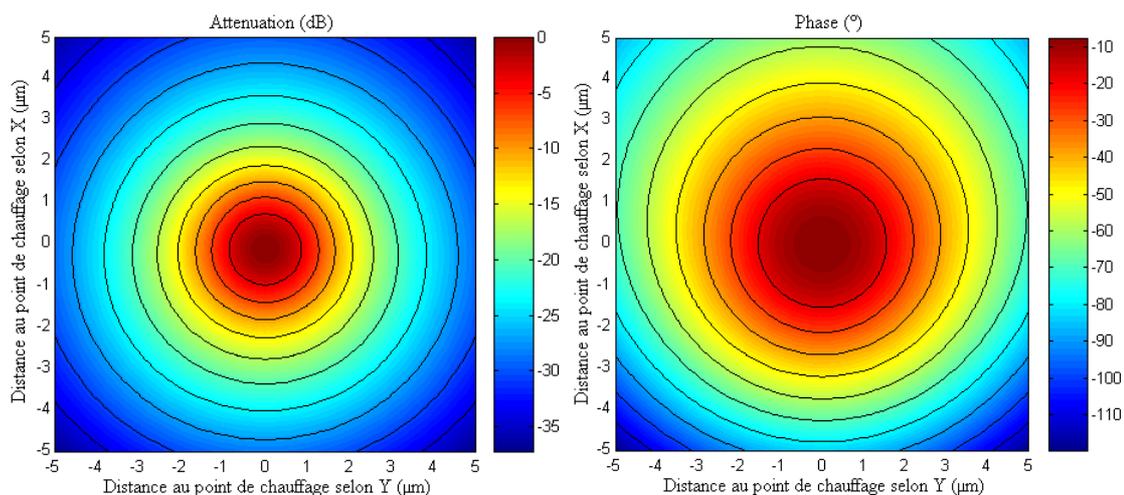


Figure 3.2.9 Calcul de l'élévation périodique de température à la surface d'un milieu stratifié dont les variations de propriétés sont décrites figure 4.2.2, fréquence de modulation 500 kHz, rayon gaussien à $e^{-1}=1\mu\text{m}$.

Aucune formulation analytique ne permet de calculer l'élévation périodique de température dans un milieu à gradient de propriétés en présence d'une source de chaleur confinée. Pour résoudre ce problème, une approche discrète a été adoptée qui consiste à assimiler le milieu continûment hétérogène à un milieu stratifié, homogène par morceau, où chaque couche est perpendiculaire à la surface du milieu (cf. figure 3.2.8). La propagation de l'onde thermique est ensuite simulée au moyen du programme mentionné au paragraphe III.1 et qui est détaillé dans l'annexe IV.

La figure 3.2.9, montre le résultat d'un tel calcul dans le cas de la distribution de propriétés présentée sur la figure 3.2.8. On observe que l'hétérogénéité du milieu dissymétrise fortement le champ de température. La diffusion apparaît naturellement plus rapide dans la région où la diffusivité thermique est la plus élevée, et où le gradient de phase est faible. Si l'influence de la variation de diffusivité thermique est manifeste,

celui des variations d'impédance thermique est moins évident. La durée d'un tel calcul étant trop importante pour envisager l'emploi d'un algorithme d'optimisation pour identifier les différents paramètres du modèle par ailleurs très nombreux (propriétés thermiques locales, paramètres expérimentaux ...), l'exploitation nécessite l'utilisation préalable d'une approche simplifiée reposant par exemple sur la relation 3.2.21. Pour valider cette dernière dans des conditions proches des conditions expérimentales réelles (diffusion tridimensionnelle de la chaleur, variation d'effusivité thermique, étalement de la source de chaleur), le cas particulier de variations linéaires de la diffusivité thermique est considéré.

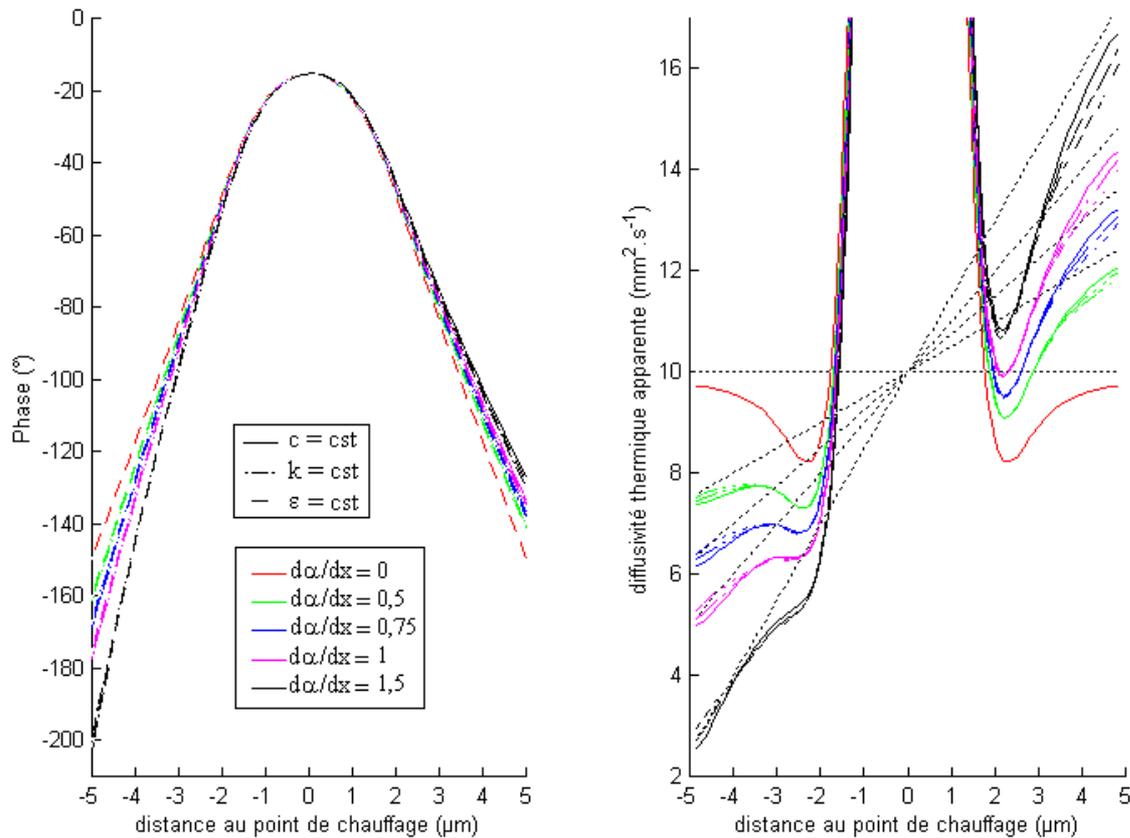


Figure 3.2.10 Sur la gauche, phase de l'élévation périodique de température dans la direction du gradient de diffusivité thermique pour une fréquence de modulation de 1 MHz. Le rayon gaussien de la source de chaleur vaut $1 \mu\text{m}$, la diffusivité thermique varie linéairement et vaut $0,1 \text{cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ au niveau de la source de chaleur. Sur la droite, diffusivité thermique apparente calculée à partir de la pente locale de la phase.

La figure 3.2.10 montre l'évolution de la phase de l'élévation périodique de température simulé le long de directions où la diffusivité thermique varie linéairement ainsi que les diffusivités thermiques locales vraies et apparentes calculées à partir de la relation 3.2.21. Les évolutions observées sont proches de celles prévues par une approche unidimensionnelle en l'absence de variations d'effusivité thermique. A haute fréquence, cette mesure montre avant tout la diffusion de la chaleur. Cependant, on observe que la présence d'effets de convolution importants reste préjudiciable et conduit à des erreurs sur la diffusivité thermique apparente estimée au voisinage de la source de chaleur bien supérieures à celles dues à l'utilisation de la relation approchée 3.2.21. Enfin, il faut remarquer que la relation 3.2.21 ne fait apparaître que la position X dans le repère échantillon où le gradient de phase est calculé, et non la position de la source de chaleur. Cette relation reste donc valable pour analyser des profils de phase obtenus en déplaçant la source de chaleur plutôt que la sonde de température.

III.2.2.2 Caractérisation en mode cartographie/imagerie

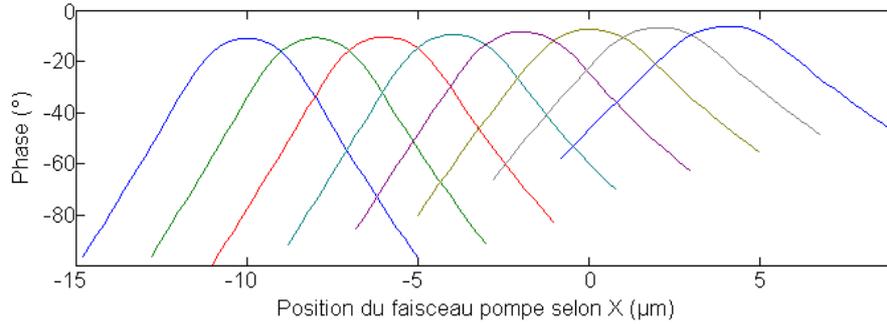


Figure 3.2.11.a Profil de phase de l'élévation périodique de température le long d'un gradient de propriété

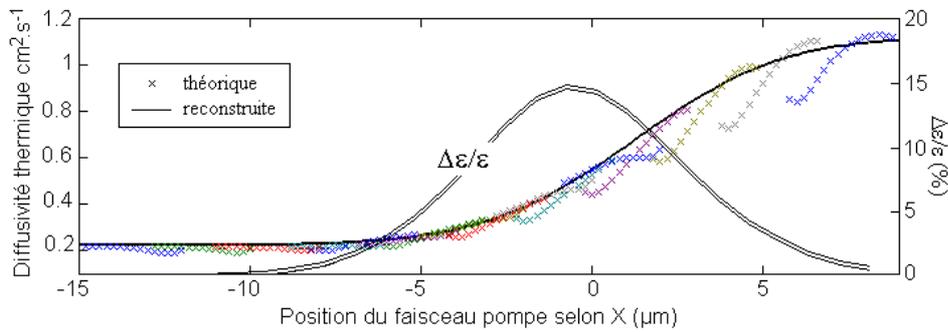


Figure 3.2.11.b Propriétés thermiques théoriques et reconstruites le long d'un gradient de propriété.

Figure 3.2.11 Reconstruction du profil de diffusivité thermique le long d'un gradient de propriétés. Les évolutions de la diffusivité thermique et de l'effusivité reproduisent celle attendues le long du profil de diffusion dans un assemblage de nickel et de cuivre. La diffusivité thermique est calculée à partir de la dérivée des profils phase mesurés selon le gradient de propriété. La fréquence de modulation utilisée vaut 1 MHz.

Pour valider cette méthode d'analyse, des simulations ont été réalisées reproduisant les profils de température mesurés sur un assemblage de nickel et de cuivre à l'interface desquels un gradient de propriétés est produit par interdiffusion des éléments. Les concentrations C_{Cu} et C_{Ni} de chaque élément sont obtenues par un calcul de diffusion :

$$C_{Ni}(X,t) = \frac{1}{2} \left[1 - \operatorname{erf} \left(\frac{X}{2\sqrt{Dt}} \right) \right] \quad C_{Cu}(X,t) = \frac{1}{2} \left[1 + \operatorname{erf} \left(\frac{X}{2\sqrt{Dt}} \right) \right] \quad (3.2.23)$$

$$\operatorname{erf}(u) = \frac{2}{\pi} \int_0^u \exp(-t^2) dt \quad (3.2.24)$$

où D est le coefficient d'interdiffusion du couple nickel cuivre qui vaut $2.10^{-5} \text{m}^2.\text{s}^{-1}$ à 700°C . Un calcul d'homogénéisation [BUD70,STR74] est ensuite réalisé pour estimer les caractéristiques locales du milieu, à partir des propriétés de chaque constituant et des concentrations locales. Ainsi, la chaleur volumique $c(X)$ est obtenue au premier ordre par une simple loi des mélanges :

$$c(X) = f_{Cu}(X)c_{Cu} + (1 - f_{Cu}(X))c_{Ni} \quad (3.2.25)$$

tandis que la conductivité thermique $k(X)$ est solution de l'équation :

$$f_{Cu} \left(\frac{2 + \frac{1}{3} k_{Cu}}{3} \right)^{-1} + (1 - f_{Cu}) \left(\frac{2 + \frac{1}{3} k_{Ni}}{3} \right)^{-1} = 1 \quad (3.2.26)$$

On adopte pour les simulations suivantes la distribution de propriétés présentée figure 6.2.11.b, qui correspond à un assemblage de nickel cuivre porté une heure à 700°C.

Le champ de température est ensuite simulé pour différentes positions de la source de chaleur le long du gradient de propriétés. A partir de ces données, les profils de température obtenus par déplacement de la source de chaleur plutôt que la sonde sont reconstruits point par point (figure 3.2.11.a), puis la dérivée de la phase est calculée le long de chacun de ces profils pour en déduire l'évolution de la diffusivité locale apparente (figure 3.2.11.b). Ces courbes sont superposées le long de la direction de balayage pour reconstruire l'évolution de la diffusivité thermique le long du gradient de propriété. Compte tenu du peu de traitements nécessaires à l'analyse, l'accord entre profils de diffusivité thermique théorique et reconstruit est très satisfaisant. Plus que le processus de reconstruction, la principale source d'erreur a pour origine l'étalement de la source de chaleur. Il faut donc multiplier le nombre d'acquisitions de façon à disposer d'un nombre suffisant de données qui soient peu affectées par cet artefact.

Pour cette raison, il est intéressant d'analyser les milieux à gradient de propriétés en adoptant la configuration utilisée pour réaliser des images photothermiques (cf. paragraphe III.2.1). En supposant l'offset Δ entre les faisceaux pompe et sonde suffisamment grand, la relation 3.2.21 permet d'écrire :

$$\frac{\partial \varphi(X, \Delta)}{\partial X} = \frac{1}{\mu(X + \Delta)} + \frac{1}{\mu(X)} \quad (3.2.27)$$

où X désigne la position du faisceau pompe à la surface de l'échantillon, et $\varphi(X, \Delta)$ l'évolution du signal de phase enregistré lors d'un déplacement simultané des deux faisceaux le long du gradient de propriétés. Cette relation, ne constitue que l'extension au cas d'un milieu continûment hétérogène de la relation 3.2.5. Les images photothermiques d'un milieu à gradient de propriétés révèlent donc les variations relatives de longueur de "diffusion thermique" à la surface du milieu qui sont liées aux variations de diffusivité thermique.

Les calculs réalisés précédemment dans le cas d'un profil de diffusion dans un assemblage Nickel/Cuivre, peuvent être utilisés ici pour valider cette nouvelle approche. Après reconstruction d'un profil de phase obtenu par déplacement simultané des deux faisceaux puis dérivation, on obtient la courbe présentée sur la figure 3.2.12. Cette évolution est très proche de la variation relative de la longueur de diffusion thermique vraie le long du trajet. L'écart entre les courbes théorique et reconstruite vient à nouveau essentiellement de l'étalement de la source de chaleur. Ainsi, on constate que réaliser deux balayages, pour deux valeurs différentes Δ et Δ' de l'offset entre faisceaux pompe et sonde permet de diminuer l'écart. La variation relative de longueur de diffusion thermique est alors calculée comme suit :

$$\frac{\partial \varphi(X, \Delta)}{\partial X} - \frac{\partial \varphi(X, \Delta')}{\partial X} = \frac{1}{\mu(X + \Delta)} - \frac{1}{\mu(X + \Delta')} \quad (3.2.29)$$

Il faut cependant noter que les deux approches présentées (cartographie, imagerie) nécessitent toutes deux de dériver les données expérimentales, opération réputée très peu robuste du fait des bruits expérimentaux. Les informations extraites de tels traitements sans précaution particulière sont donc fortement bruitées. Les informations susceptibles d'être extraites de mesures photothermiques sur matériaux à gradient de propriétés sont maintenant connues, il reste encore à proposer une mise en œuvre expérimentale pour les mesurer proprement.

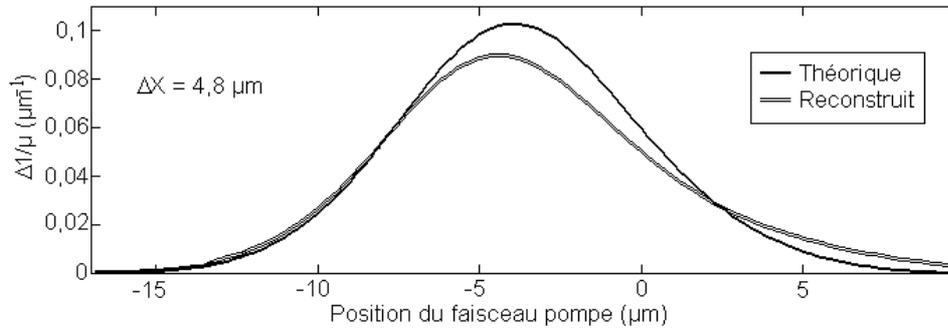


Figure 3.2.12 Profil de la variation de la longueur de diffusion thermique le long du gradient de propriétés thermique reconstruit à partir de la mesure de la phase de l'élévation périodique de température en un point à offset $\Delta X = 4.8 \mu\text{m}$. la fréquence de modulation vaut 1 MHz.

III.3 Conclusions et perspectives

La résolution spatiale élevée de la photoréflexion, se révèle insuffisante pour caractériser des objets de dimension micro voire nanométriques. Dans ce cas, les modèles utilisés pour exploiter les mesures doivent prendre en compte les phénomènes particuliers qui apparaissent lorsqu'une onde thermique se propage dans un milieu hétérogène, et qui traduisent les perturbations produites par les ruptures d'impédance thermique (i.e. effusivité thermique).

III.3.1 Sur la caractérisation de milieux hétérogènes

Dans une première partie, les problèmes liés à la caractérisation des revêtements ont été abordés, après avoir exprimé les coefficients de réflexion et de transmission d'une onde thermique faisant face à une rupture d'impédance thermique. Le principe ainsi que des exemples d'application de la technique de l'interférométrie d'onde thermique sont présentés. Cette méthode, dédiée à la caractérisation de revêtements, consiste à observer à la surface d'un échantillon éclairé uniformément, la réflexion de l'onde thermique qui se propage dans l'épaisseur et se réfléchit à l'interface revêtement/substrat. Cette analyse simple ne peut pourtant pas être utilisée sur un microscope photothermique dont la sensibilité à l'élévation de température est trop faible et dont la bande passante reste trop étroite. Des simulations du champ de température produit lors d'une mesure par photoréflexion conventionnelle, où la source de chaleur est confinée sont réalisées. Elles montrent que la diffusion tridimensionnelle de la chaleur est fortement perturbée par la présence d'hétérogénéités. Comme le suggèrent ces simulations, une relation de dispersion peut être établie qui montre l'existence d'ondes thermiques de surface lorsque le revêtement est thermiquement mince. Cette relation de dispersion permet d'exploiter sur toute la gamme fréquentielle l'évolution des vitesses de propagation dans le cas où la diffusivité thermique du revêtement est plus élevée que celle du substrat. Dans le cas contraire (revêtement faiblement diffusif), une analyse simplifiée est proposée pour évaluer les fréquences qui délimitent les domaines où la diffusion de la chaleur est pilotée par le revêtement ou le substrat. Toutes les relations établies doivent permettre de mieux évaluer les sensibilités attendues aux différents paramètres du système revêtement/substrat ainsi que les conditions expérimentales optimales pour réaliser ces expériences. Les applications traitées concernent la caractérisation des céramiques qui constituent les barrières thermiques et la matrice céramique des composites C/C-SiC pour lesquels il est nécessaire de déposer un revêtement opacifiant. Des essais ont aussi été réalisés sur des revêtements thermiquement épais ils montrent la limite des modèles utilisés qui ne traduisent pas correctement le comportement de l'interface revêtement/substrat.

Les analyses proposées jusqu'ici restant très locales, des relations sont établies pour exploiter de façon plus quantitative les images thermiques réalisées par photoréflexion. On montre, que des balayages réalisés avec une distance non nulle entre faisceaux pompe et sonde permettent d'imager la diffusivité thermique à la surface d'échantillons hétérogènes et les variations relatives de la longueur de diffusion thermique dans le cas de matériaux à gradient de propriétés, et autorisent une mesure des propriétés thermiques d'interfaces. L'analyse de ce dernier problème montre par ailleurs les limitations liées à la représentation d'une interface par une résistance thermique, un modèle à un paramètre semblant a priori inadapté pour traiter les problèmes de diffusion de la chaleur en régime dynamique.

III.3.2 Perspectives – Validation expérimentale

Les analyses menées dans ce chapitre ouvrent des perspectives intéressantes en terme de caractérisation de milieux hétérogènes, mais manquent cruellement de résultats expérimentaux pour illustrer et valider ces résultats avant tout théoriques.

S'agissant des revêtements, des essais plus nombreux doivent être menés pour proposer une analyse plus systématique reposant sur la mesure des vitesses de propagation par balayage en fréquence et utilisation de la relation de dispersion, dans le cas de revêtements diffusifs. Se doter de moyens pour produire des dépôts aux caractéristiques maîtrisées (épaisseur, propriétés thermiques) apparaît aussi important dans la perspective de la caractérisation de substrats pour lesquels la présence de revêtements opacifiants est nécessaire. Par ailleurs, la caractérisation des revêtements thermiquement épais et des interfaces n'est toujours pas traitée de façon satisfaisante par photoréflexion. Proposer un modèle d'interface (rugueuse, contact imparfait ...) est aussi une perspective intéressante proche des besoins industriels concernant l'étude des dépôts plasma type barrière thermique. Enfin, pour réaliser ces nouvelles mesures dans des conditions expérimentales plus favorables, des développements instrumentaux sont aussi à prévoir. Ainsi, il semble intéressant pour orienter la propagation des ondes thermiques en surface ou en profondeur d'agir sur la répartition énergétique de la source de chaleur à l'image des ultrasons laser, et produire par exemple une ligne de chaleur ou une source très étalée.

Une source de chaleur linéique serait intéressante dans le cadre de la caractérisation de milieux hétérogènes (à interface verticale) et à gradient de propriétés de façon à s'approcher au plus près de la configuration expérimentale proposée. Concernant cette thématique, des expériences sont actuellement menées pour valider la démarche et les relations simplifiées présentées ici. La perspective et problématique la plus intéressante reste la caractérisation des interfaces/discontinuités où la photoréflexion apparaît comme un moyen unique pour valider ou mettre en échec, à une échelle très locale, la modélisation du comportement thermique d'une interface par une résistance thermique dans le cas des problèmes en régime dynamique.

PARTIE III

CARACTERISATION THERMO-ELASTIQUE MICROSCOPIQUE

Chapitre IV

Caractérisation thermo-élastique microscopique

&

Microscopie photothermique Interférométrie

IV.1 Réalisation d'un microscope photothermique interférométrique

IV.1.1 Mesure de déplacement, interféromètre de Nomarski

IV.1.2 Description du dispositif expérimental

IV.1.2.1 Dispositif de chauffage, gestion du faisceau pompe

IV.1.2.2 Système de détection, combinaison de l'interféromètre et du réflectomètre

IV.1.2.3 Caractérisation du dispositif expérimental

IV.1.3. Exemple de mesures photothermiques interférométriques

IV.1.3.1 Cartographie en régime harmonique

IV.1.3.2 Régime impulsionnel

IV.1.3.3 Balayage fréquentiel

IV.2 Réponse thermo-élastique d'un milieu homogène isotrope

IV.2.1 Ecriture et résolution du problème thermo-élastique

IV.2.1.1 Réponse thermo-élastique en régime unidimensionnel

IV.2.1.2 Résolution du problème tridimensionnel

IV.2.1.3 Analyse des champs de température et de déplacement

IV.2.2 Analyse de sensibilité aux paramètres matériaux et expérimentaux

IV.2.2.1 Influence des paramètres thermiques

IV.2.2.2 Influence des paramètres élastiques – Analyse de sensibilité

IV.2.2 Exploitation d'une mesure photothermique interférométrique

IV.3 Potentialité de la microscopie photothermique interférométrique

IV.1 Réalisation d'un microscope photothermique interférométrique

Dans ce chapitre sont justifiées les raisons du choix d'un interféromètre de Nomarski comme système de détection d'un effet photothermique de nature mécanique. L'architecture et les caractéristiques techniques du dispositif expérimental sont présentées en détail ainsi que des résultats expérimentaux qui illustrent les différents types de mesures qui peuvent être réalisées.

IV.1.1 Mesure de déplacement, interféromètre de Nomarski

Parmi les nombreuses techniques déjà employées pour mesurer le déplacement de la surface d'un échantillon durant une expérience photothermique, plusieurs critères justifient le choix d'un interféromètre de Nomarski. Tout d'abord, le choix d'une mesure sans contact impose l'utilisation d'une méthode optique. La photodéflexion qui ne réalise pas une mesure directe du déplacement a été écartée. A été exclue la microscopie confocale dont la sensibilité ne rivalise pas avec celle des techniques interférométriques. Parmi ces dernières, nous nous sommes orientés vers les architectures différentielles (interféromètre compensé) qui permettent de s'affranchir naturellement des perturbations extérieures comme les vibrations mécaniques ou les variations d'indice de l'air. Les performances attendues pour ce type de dispositif sont remarquables puisqu'on annonce en régime dynamique et pour des mesures exemptes de dérive thermique une sensibilité picométrique avec une résolution spatiale microscopique [BOC95]. Enfin, plusieurs réalisations montrent qu'il est possible d'effectuer une mesure photothermique avec un interféromètre de Nomarski [FAN87,HIR97,BOY03], dont l'essentiel des composants sont déjà présents sur les microscopes photothermiques de type photoréflexion.

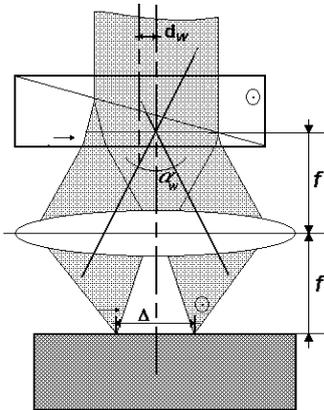


Figure 4.1.1 Schéma simplifié d'un interféromètre de Nomarski (cf. objectif à contraste interférentiel).

Schématiquement un interféromètre de Nomarski se compose d'un prisme de Wollaston et d'une optique de focalisation (cf. figure 4.1.1). Le prisme divise le faisceau lumineux incident en deux faisceaux de polarisations orthogonales déviés d'un angle $\pm\alpha_w/2$ par rapport à la direction du faisceau incident qui suit l'axe optique du système. On appelle α_w angle de séparation du prisme de Wollaston. En outre, la traversée de cette optique introduit un déphasage entre les faisceaux qui vaut :

$$\phi_w(\lambda) = 2\pi \frac{\alpha_w d_w}{\lambda} \quad (4.1.1)$$

où λ désigne la longueur d'onde du faisceau supposé monochromatique, et d_w la distance du faisceau incident à l'axe du prisme de Wollaston. Les deux faisceaux, se séparant au point focal de la lentille, sont focalisés à la surface de l'échantillon à incidence normale. La différence d'altitude Δh entre les deux points où sont focalisés les faisceaux introduit un déphasage supplémentaire. Après réflexion, ils sont repris par l'optique pour être envoyés sur le prisme de Wollaston, où ils se recombinaient. Le déphasage dû à la différence des longueurs des chemins optiques suivis par les faisceaux vaut finalement :

$$\Delta\varphi = 4\pi \left(\frac{\alpha_w d_w + \Delta h}{\lambda} \right) \quad (4.1.2)$$

Pour observer l'interférence des deux faisceaux, cet ensemble doit être placé entre polariseur et analyseur de façon à produire une variation d'intensité lumineuse qui vaut :

$$I(\varphi) = \frac{I_{\max} - I_{\min}}{2} + \frac{I_{\max} + I_{\min}}{2} \sin \Delta\varphi \quad (4.1.3)$$

Les différences de marche autres que celles dues à la topographie de l'échantillon et à la traversée du prisme de Wollaston sont négligées. En effet, les chemins suivis par les faisceaux sont très proches de sorte que les fluctuations d'indice de l'air perturbent très peu la mesure. En outre, la nature différentielle de l'interféromètre minimise les perturbations produites par les vibrations mécaniques auxquelles sont soumis le dispositif et l'échantillon.

Durant les expériences de microscopie photothermique, la surface de l'échantillon s'élève de façon instationnaire dans une région d'étendue limitée. Le déplacement de la surface noté \tilde{u}_z , peut être mesuré de façon absolue si un seul des faisceaux est focalisé au droit de la zone affectée par les phénomènes photothermiques. Ce faisceau, désigné à présent par faisceau sonde, subit un déphasage supplémentaire :

$$\varphi_\omega = \frac{2\pi}{\lambda} \tilde{u}_z e^{j\omega t} \quad (4.1.4)$$

par rapport au second faisceau dit de référence, et supposé focalisé au droit d'une région immobile de l'échantillon. En supposant que l'amplitude du déplacement est petite devant la longueur d'onde du faisceau sonde, la variation d'intensité en sortie de l'interféromètre s'écrit au premier ordre, d'après la relation 4.1.3 :

$$\delta\tilde{I}(\lambda) = \frac{I_{\max} - I_{\min}}{2} \frac{2\pi}{\lambda} \tilde{u}_z e^{j\omega t} \sin(\Delta\varphi) \quad (4.1.6)$$

La fluctuation d'intensité en sortie de l'interféromètre est donc, au premier ordre, directement proportionnelle à l'élévation périodique locale de la surface de l'échantillon, la sensibilité optimale au déplacement est obtenue pour $\Delta\varphi = \pm\pi/2$, c'est-à-dire au point d'inflexion de la frange d'interférence.

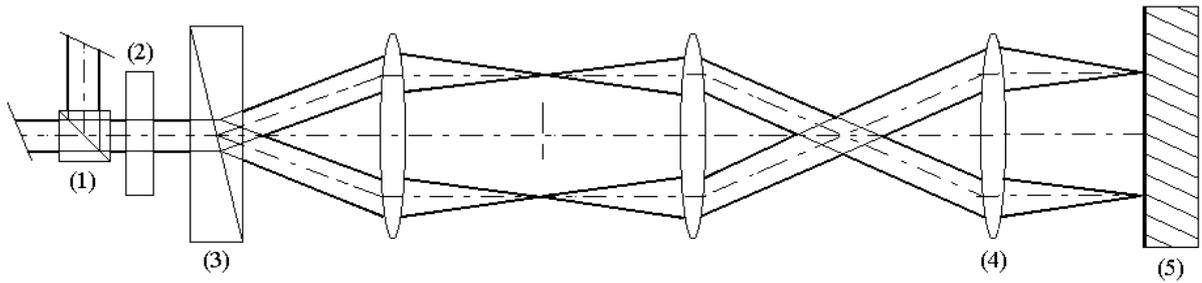


Figure 4.1.2 Schéma de l'interféromètre de Nomarski incorporé au microscope photothermique. (1) cube séparateur de polarisation, (2) lame quart d'onde, (3) Prisme de Wollaston, (4) ensemble lentille oculaire/lentille tube/objectif représentation simplifiée d'un microscope corrigé à l'infini, (5) échantillon.

L'architecture de l'interféromètre qui a été réalisée copie celle développée dans [GLE94, HIR97] (cf. figure 4.1.2). Un microscope optique corrigé à l'infini, schématiquement représenté par deux singlets associés respectivement à la lentille de tube et l'oculaire, est utilisé pour focaliser les faisceaux. En amont est placée une lentille, dite oculaire, dont le plan focal image est conjugué avec le plan focal objet de la lentille de tube. Elle remplace l'optique placée sur la sortie photo du microscope dont la focale trop faible pose des problèmes d'encombrement. Les angles de séparation disponibles sur les objectifs à contraste interférentiel sont trop faibles et on leur préfère un prisme de Wollaston spécifique et positionné dans le plan focal de la lentille oculaire.

Une diode laser infra-rouge équipée d'une lentille de collimation est utilisée pour produire un faisceau monochromatique, cohérent et parallèle. Dans cette configuration, la distance entre les points où sont focalisés les faisceaux sonde et de référence vaut :

$$\Delta = \alpha_w f_{obj} \frac{f_{occ}}{f_{tub}} = \alpha_w \frac{f_{occ}}{G} \quad (4.1.7)$$

où f_{obj} , f_{tub} , f_{occ} sont respectivement les distances focales de l'objectif, de la lentille tube et de l'oculaire, et G désigne le grandissement du microscope.

En guise de polariseur et d'analyseur, un cube séparateur de polarisation est placé derrière le laser suivi d'une lame quart d'onde orientée à 45° des directions de polarisation du cube. Initialement rectiligne, la polarisation du faisceau devient circulaire avant la traversée du prisme de Wollaston. Ce dernier n'ayant d'effet que sur la polarisation, on s'assure ainsi que l'intensité des faisceaux dans chaque branche de l'interféromètre est strictement égale, et donc d'un contraste optimum. En l'absence de toute différence de marche, la polarisation du faisceau redevient circulaire après recombinaison par le prisme de Wollaston. Après une nouvelle traversée de la lame quart d'onde, la polarisation redevenue rectiligne a tourné de 90° par rapport à sa direction originelle et le faisceau est entièrement dévié par le cube séparateur de polarisation vers une photodiode qui mesure son intensité. L'ensemble cube séparateur et lame quart d'onde est donc équivalent à une configuration polariseur/analyseur parallèle.

Le phénomène qui est observé étant de nature instationnaire, il n'est pas nécessaire d'ajouter de dispositif supplémentaire pour permettre un filtrage ultérieur du signal. En outre, l'intégration de cet interféromètre sur un microscope photothermique de type photoréflexion, ne nécessite a priori que l'ajout du prisme de Wollaston. Néanmoins quelques aménagements sont nécessaires pour optimiser les performances globales. Ils sont justifiés dans le paragraphe suivant.

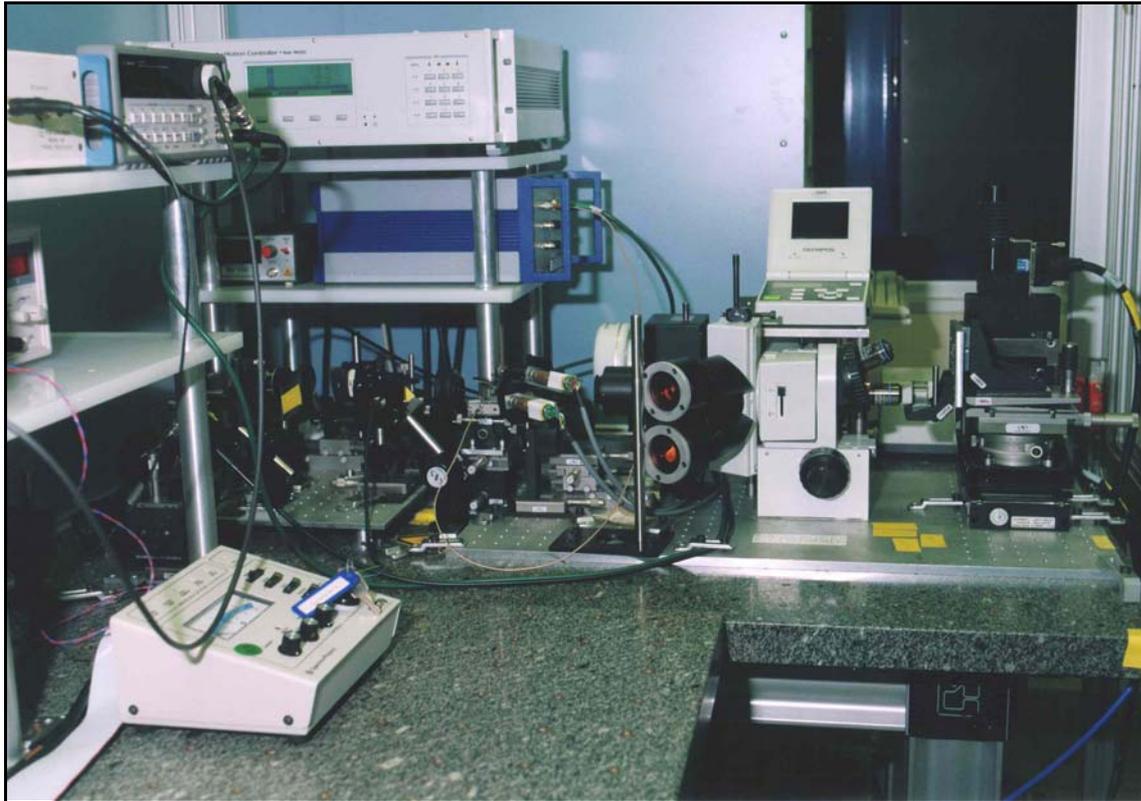


Figure 4.1.3 Vue d'ensemble du microscope photothermique interférométrique.

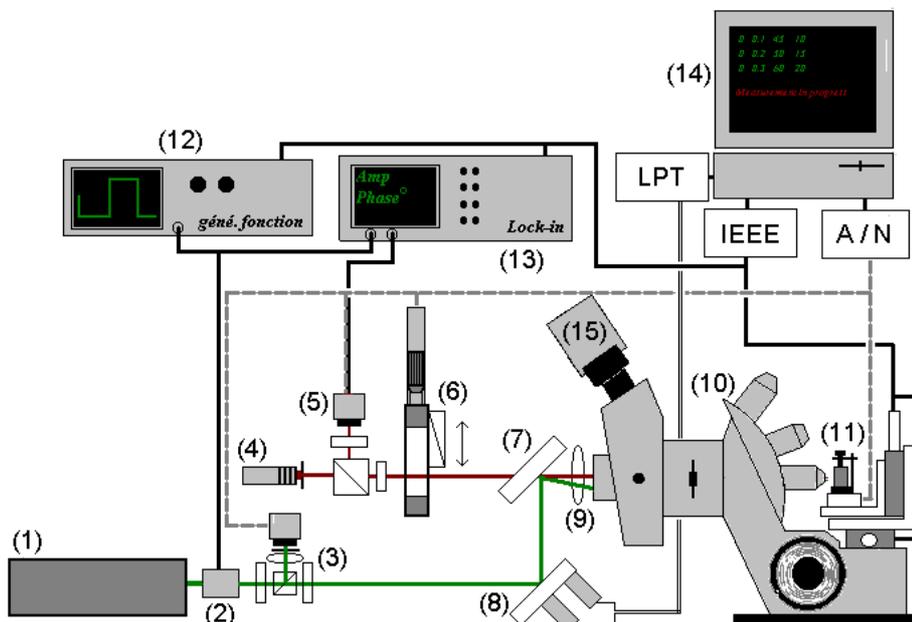


Figure 4.1.4 Schéma complet du dispositif expérimental. (1) laser argon, (2) modulateur acousto-optique, (3) sous-ensemble de mesure du flux réfléchi du faisceau pompe (lame $\lambda/2$ + cube séparateur de polarisation + lame $\lambda/4$ + lentille + photodétecteur), (4) diode laser, (5) sous-ensemble de mesure du flux réfléchi du faisceau sonde (cube séparateur de polarisation + lame $\lambda/4$ + filtre + photodétecteur), (6) système de mise en position du prisme de Wollaston (platine de translation micrométrique + actionneur piézo-électrique + prisme de Wollaston), (7) lame dichroïque, (8) miroir orientable, (9) lentille oculaire, (10) microscope métallographique, (11) porte-échantillon, (platines de translation micrométriques motorisées + actionneur piézo-électrique), (12) générateur de fonctions, (13) détection synchrone, (14) ordinateur + cartes IEEE + carte d'acquisition analogique numérique (15) caméra CCD.

IV.1.2 Description du dispositif expérimental

Pour construire un microscope photothermique et interférométrique trois sous-ensembles doivent être réalisés. Le premier permet la focalisation et le positionnement du faisceau pompe à la surface de l'échantillon. Le second réalise la détection interférométrique du déplacement et la mesure de la variation du coefficient de réflexion. Le troisième englobe l'ensemble des instruments de mesure et les moyens informatiques dédiés à la gestion de ces instruments, à l'automatisation de l'acquisition et à l'archivage.

IV.1.2.1 Dispositif de chauffage, gestion du faisceau pompe

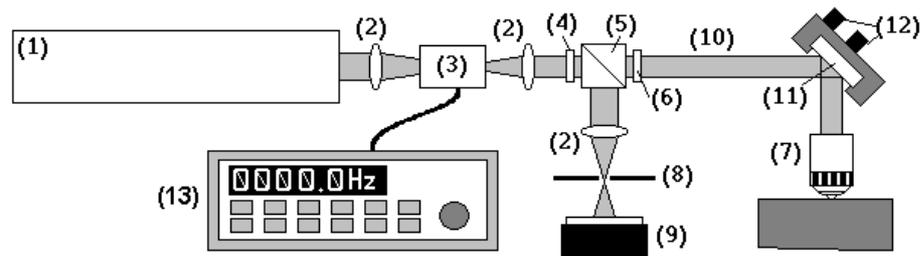


Figure 4.1.5 Schéma du dispositif de focalisation et de positionnement du faisceau pompe. (1) Laser Ar+, (2) lentilles de focalisation, (3) modulateur acousto-optique, (4) lame $\lambda/2$, (5) cube séparateur de polarisation, (6) lame $\lambda/4$, (7) optique de focalisation (microscope/objectif), (8) diaphragme, (9) échantillon, (10) faisceau laser, (11) lame dichroïque, (12) monture de miroir orientable et motorisée, (13) générateur de fonctions.

Le faisceau pompe, de longueur d'onde $\lambda_p=514\text{nm}$, est issu d'un laser à argon ionisé fonctionnant en mode TEM₀₀. Un modulateur acousto-optique piloté par un générateur de fonction contrôle l'évolution temporelle de l'intensité du faisceau de chauffage. Ce dernier est orienté par un miroir vers un microscope métallographique pour être focalisé à la surface de l'échantillon. Pour balayer le spot du faisceau pompe sur la surface de l'échantillon, la monture type "cardan" du miroir est équipée de deux moteurs pas à pas. Ils permettent de gérer à distance et/ou de façon automatique les mouvements du faisceau. Sur cette monture, l'axe de rotation du miroir passe en son centre que l'on positionne au cercle oculaire du microscope aussi situé dans le plan focal objet de la lentille oculaire. Cette disposition maximise l'excursion du spot à la surface de l'échantillon et assure que ce dernier reste focalisé à incidence normale, ce qui garantit une répartition énergétique axisymétrique de la source de chaleur.

En complément de ce dispositif minimal nécessaire à la gestion du faisceau pompe, des éléments ont été ajoutés pour mesurer l'intensité du faisceau pompe après réflexion. Ce système, schématisé sur la figure 4.1.5, facilite le réglage "en aveugle" de la focalisation du faisceau et permet de détecter en cours de mesure la présence de défauts optiques comme des rayures, ou tout problème de défocalisation. Pour améliorer la stabilité à long terme de l'échantillon, une électronique a été conçue pour asservir la distance relative objectif/échantillon sur le maximum d'intensité mesuré sur le photodétecteur [TAI03], à la façon d'un système confocal. Enfin, ce dispositif rend la polarisation du faisceau pompe circulaire avant réflexion. En présence d'un matériau optiquement anisotrope, l'absorption du faisceau pompe est donc indépendante de l'orientation des axes principaux d'anisotropie optique par rapport à la surface de l'échantillon.

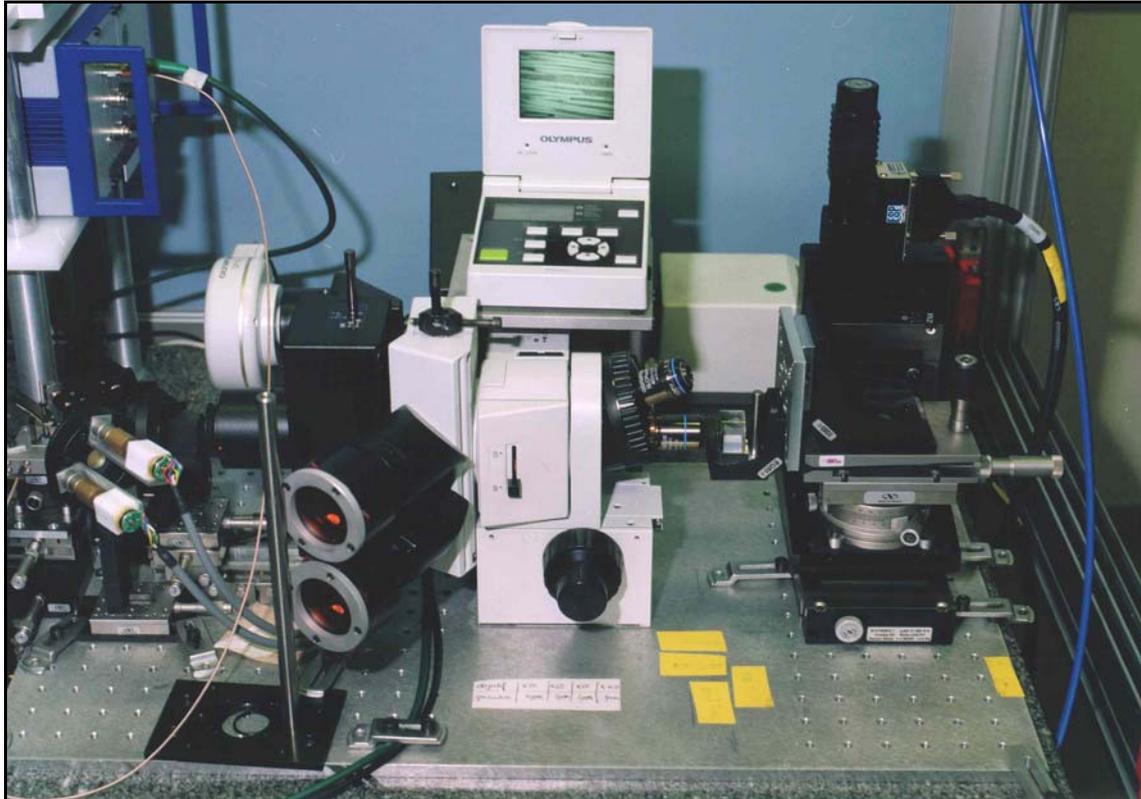


Figure 4.1.6 Le microscope métallographique, système de visualisation de l'échantillon, et porte échantillon.

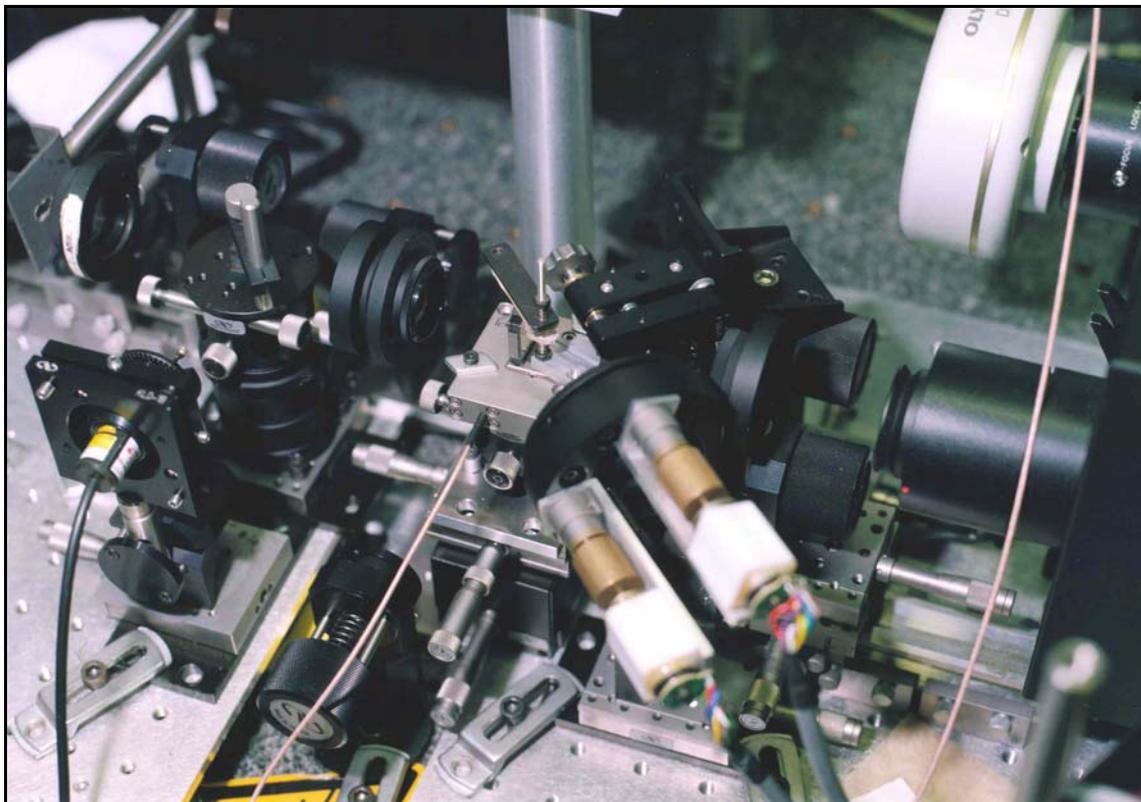


Figure 4.1.7 Système de détection en configuration interférométrique.

IV.1.2.2 Système de détection, combinaison de l'interféromètre et du réflectomètre

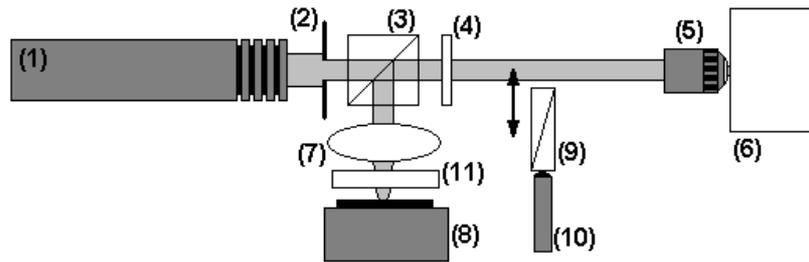


Figure 4.1.8 Schéma du système de détection du microscope photothermique et interférométrique permettant la mesure de la variation de réflectivité et la variation d'altitude de la surface de l'échantillon. (1) diode laser, (2) diaphragme, (3) cube séparateur de polarisation, (4) lame quart d'onde, (5) objectif/optique de focalisation, (6) échantillon, (7) lentille de focalisation, (8) photodiode, (9) prisme de Wollaston, (10) actionneur piezo-électrique, (11) filtre coloré.

Suivant les choix adoptés pour réaliser le microscope photothermique de type photoréflexion, une diode laser infra-rouge est utilisée pour produire le faisceau sonde ($\lambda_s = 780 \text{ nm}$), d'une puissance de 10 mW. A l'aller, le faisceau traverse un cube séparateur de polarisation suivi d'une lame quart d'onde qui rend sa polarisation circulaire. Le même microscope métallographique mentionné précédemment focalise le faisceau à la surface de l'échantillon. Après réflexion, il traverse à nouveau la lame $\lambda/4$. La polarisation redevenant rectiligne, a tourné de 90° par rapport à sa direction initiale. Le cube séparateur de polarisation dévie alors le faisceau réfléchi vers une lentille qui le focalise sur un photodétecteur. Un filtre est placé devant la photodiode pour éviter tout retour du faisceau pompe sur cette photodiode. Le faisceau issu de la diode laser est elliptique. En plaçant un diaphragme derrière cette dernière, on produit à la surface de l'échantillon un spot d'intensité réduite mais dont la forme semble axisymétrique et s'apparente à une tâche d'Airy. Comme préconisé par [POT94], le faisceau sonde reste fixe durant la mesure. En configuration photoréflexion, il doit suivre strictement l'axe optique du microscope pour être focalisé à incidence normale, au centre du champ visé au microscope.

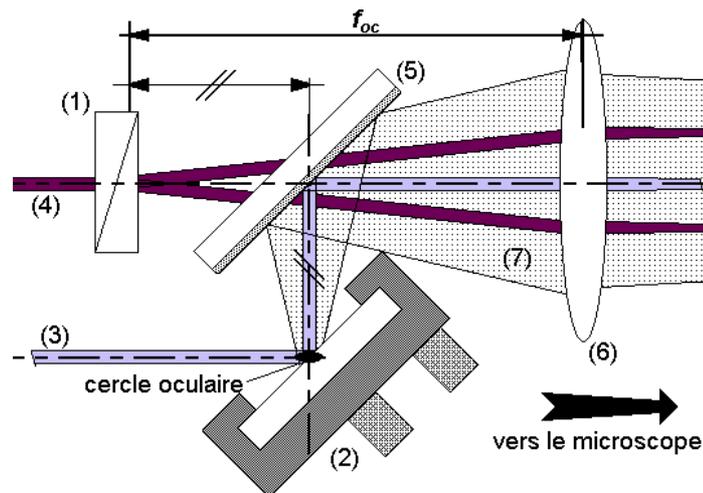


Figure 4.1.9 Liaison entre les sous-ensembles de chauffage et de détection. L'encombrement de ce sous-ensemble est donné par la distance focale de la lentille oculaire. Le prisme de Wollaston est placé dans le plan focal de la lentille oculaire, la distance séparant les centres des miroirs orientable et dichroïque doit être la même que celle séparant le centre du miroir dichroïque du prisme de Wollaston. (1) Prisme de Wollaston, (2) miroir orientable motorisé, (3) faisceau pompe, (4) faisceau sonde, (5) miroir dichroïque, (6) lentille oculaire, (7) lumière provenant de l'illuminateur du microscope.

Pour transformer ce système en interféromètre de Nomarski, un espace est aménagé pour insérer un prisme de Wollaston, positionné rigoureusement à la focale de la lentille oculaire. Notons que outre cette condition, la conjugaison stricte des optiques du microscope (cf. figure 4.1.2) est nécessaire pour assurer une focalisation à incidence normale des faisceaux ainsi que leur recombinaison après réflexion. Une platine de translation micrométrique couplée à un actionneur piézo-électrique permet de régler finement le déphasage statique $\Delta\varphi$ en agissant sur la distance d_w entre axe optique du microscope et axe du prisme de Wollaston.

En configuration interférométrique, le plan focal de la lentille oculaire doit être occupé à la fois par le prisme de Wollaston, et par le miroir qui contrôle la mise en position du faisceau pompe. Une lame dichroïque réfléchissant le visible et transmettant le proche infra-rouge, est donc intercalée entre le prisme de Wollaston et la lentille oculaire à 45° de l'axe optique, afin de déporter le miroir orientable (cf. figure 4.1.5). La distance focale de la lentille oculaire fixe l'encombrement de ce sous-ensemble (Wollaston/miroir dichroïque/miroir orientable/lentille oculaire).

IV.1.2.3 Traitement des signaux, automatisation du dispositif

Conçu pour réaliser des mesures photothermiques en régime modulé, le dispositif est équipé d'une détection synchrone d'une bande passante de 2 MHz pour filtrer le signal périodique mesuré sur le photodétecteur avec un rapport signal/bruit élevé. Une carte d'acquisition analogique/numérique permet la mesure des composantes continues des signaux issus des deux photodétecteurs mesurant l'intensité des faisceaux pompe et sonde après réflexion. Une sortie analogique de cette carte fournit la tension de commande de l'actionneur piézo-électrique assurant la mise en position au point d'inflexion de la frange d'interférence. Enfin, pour réaliser des images photothermiques, l'échantillon est placé sur une table de translation XY motorisée possédant d'une résolution de $0,1 \mu\text{m}$.

Une interface utilisateur, développée dans l'environnement Labwindows/CVI, guide l'opérateur durant les procédures de réglage, gère les communications du PC de contrôle avec les différents instruments et assure l'acquisition et l'archivage des données. La détection synchrone, le générateur de fonction et la table de translation XY communiquent avec le PC via un bus IEEE 488.2, les cartes de commande des moteurs pas-à-pas via le port parallèle du PC. L'ensemble du dispositif expérimental, dont l'architecture est détaillée dans ces trois paragraphes, est schématisé sur la figure 4.1.4.

IV.1.2.3 Caractérisation du dispositif expérimental

Pour mesurer le déplacement de la surface avec une sensibilité optimale, il faut se positionner au point d'inflexion de la frange d'interférence. Le prisme de Wollaston, est d'abord translaté sur toute la course offerte par l'actionneur piézo-électrique pour mesurer l'intensité moyenne et l'amplitude des franges d'interférence. Le prisme est ensuite déplacé dans l'autre sens jusqu'à atteindre l'intensité moyenne pour laquelle $\Delta\varphi = \pm\pi/2$, en prenant garde au sens de la pente (montant/descendant). Le nombre de niveaux de numérisation de la carte d'acquisition qui fournit la tension de commande est limité. Pour décrire correctement le frange d'interférence, on oriente le prisme de Wollaston par rapport à la direction de translation de façon à décrire un minimum d'alternance (ici 2,5). En supposant, "à tort", la réponse de l'actionneur linéaire et compte tenu du nombre de niveaux de numérisation, l'incertitude sur $\Delta\varphi$ vaut

approximativement $\pi/100$, sans tenir compte des erreurs qui entachent la mesure des intensités minimale et maximale.

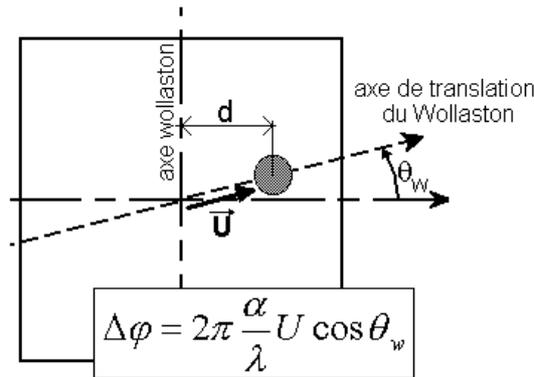


Figure 4.1.10 Orientation du prisme de Wollaston pour assurer un positionnement précis au point d'inflexion de la frange d'interférence.

Pour qualifier le dispositif, il reste à évaluer l'amplitude des bruits environnementaux en configuration photoréflexion et interférométrique. La figure 4.1.11 montre l'évolution de l'amplitude moyenne des "signaux" périodiques mesurés avec la détection synchrone en fonction de la fréquence du signal de référence et en l'absence de source de chaleur (constante de temps 500 ms). Le point faible du dispositif semble être la diode laser dont les fluctuations d'intensité produisent un bruit dont l'amplitude est de loin supérieure à celle du bruit de photon. Ainsi en configuration photoréflexion, on obtient pour un rapport signal/bruit de 1 une détectivité de 10^{-5} sur la mesure de $\Delta R/R$. En configuration interférométrique la détectivité atteint quelques picomètres sur la mesure de la différence de marche, performances bien inférieures à celles annoncées en supposant atteint le bruit de photon.

Les caractéristiques du système étant connues, il reste à présenter quelques exemples de mesures photothermiques interférométriques réalisées dans des conditions expérimentales variées pour tester les possibilités offertes par ce nouvel instrument.

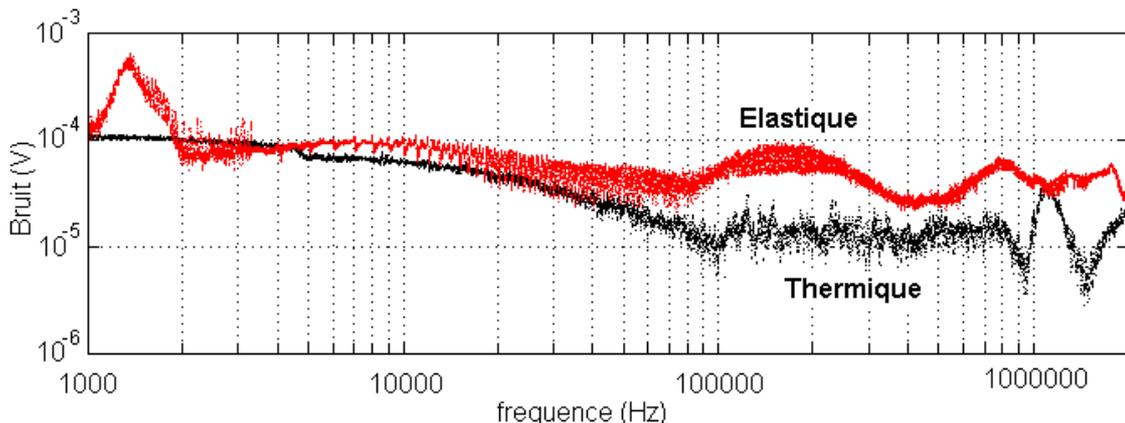


Figure 4.1.11 Evaluation des bruits environnementaux. L'amplitude représentée ici correspond au signal mesuré en sortie de la détection synchrone lorsque le faisceau pompe est éteint, la constante de temps vaut 500 ms. Le signal continu enregistré ici en configuration thermique vaut 4,2 V, en configuration interférométrique l'amplitude des franges d'interférence vaut 2 V. Ces mesures indiquent une sensibilité de l'ordre de 10^{-5} sur $\Delta R/R$, et quelques picomètres sur la mesure de la différence de marche.

IV.1.3. Exemple de mesures photothermiques interférométriques

IV.1.3.1 Cartographie en régime harmonique

La figure 4.1.12 montre les cartographies d'amplitude et de phase de la différence de marche périodique mesurées lors d'une expérience photothermique en régime modulé réalisée sur un échantillon d'AlPdMn quasicristallin. Malgré l'intérêt de ce type de mesure, souligné par différents travaux théoriques [WEL91], peu d'exploitations ont été faites. Du fait de sa structure cristalline, cet échantillon est "isotrope" thermiquement et mécaniquement pour la gamme de fréquence explorée [DUQ02], ce qui explique la symétrie de la mesure autour de la source de chaleur. L'évolution de la différence de marche est très différente de celle de la température mesurée en photoréflexion. Ainsi, On observe nettement la présence d'une cassure en $r \approx 7,7 \mu\text{m}$ qui sépare deux régions où l'atténuation décroît linéairement mais avec une pente différente.

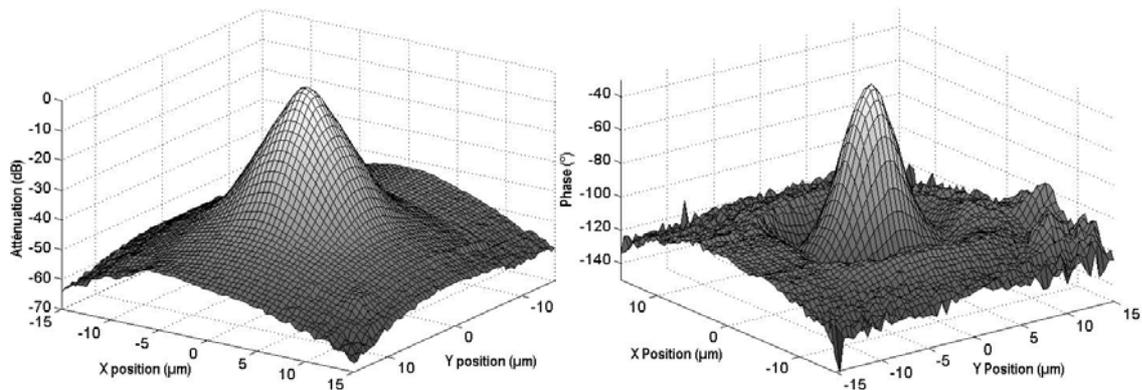


Figure 4.1.12 Mesure de l'élevation périodique à la surface d'un échantillon quasi cristallin d'Al-Pd-Mn durant un essai photothermique en régime modulé, fréquence de modulation 100 kHz.

Par ailleurs, l'évolution du déphasage présente un minimum local en $r \approx 5,9 \mu\text{m}$ qui a déjà été remarqué et exploité par [LEE00] sur des mesures par photodéflexion dans des conditions expérimentales différentes (milieu d'épaisseur fini, fréquence moyenne ...). Son analyse consiste à relier la longueur caractéristique qu'est la longueur de diffusion thermique à la position du minimum de phase à l'aide d'une relation polynomiale dont les coefficients ont été déterminés à partir d'une base de données simulées pour ses conditions expérimentales. Ces informations ne suffisent pas à étendre son analyse au cas d'un milieu thermiquement épais qui nous concerne. Cette approche n'en reste pas moins intéressante pour la suite, compte tenu de la présence des deux points particuliers aussi mis en évidence sur notre mesure.

IV.1.3.2 Régime impulsionnel

Sur ce même échantillon a été réalisé une série de mesures en appliquant une source de chaleur dont l'évolution temporelle est une fonction porte et en enregistrant en différents points de la surface la réponse transitoire du milieu. Ce type de mesure a déjà été réalisé par photodéflexion [ROT88,LI90,BAL91]. A ce jour, la méthode d'exploitation la plus simple de ces mesures a été proposée par [BEN98]. Elle consiste à exploiter les deux temps caractéristiques que sont le temps de montée $T_{montée}$ et la largeur de la réponse temporelle mesurée à mi-hauteur $T_{0.5hauteur}$.

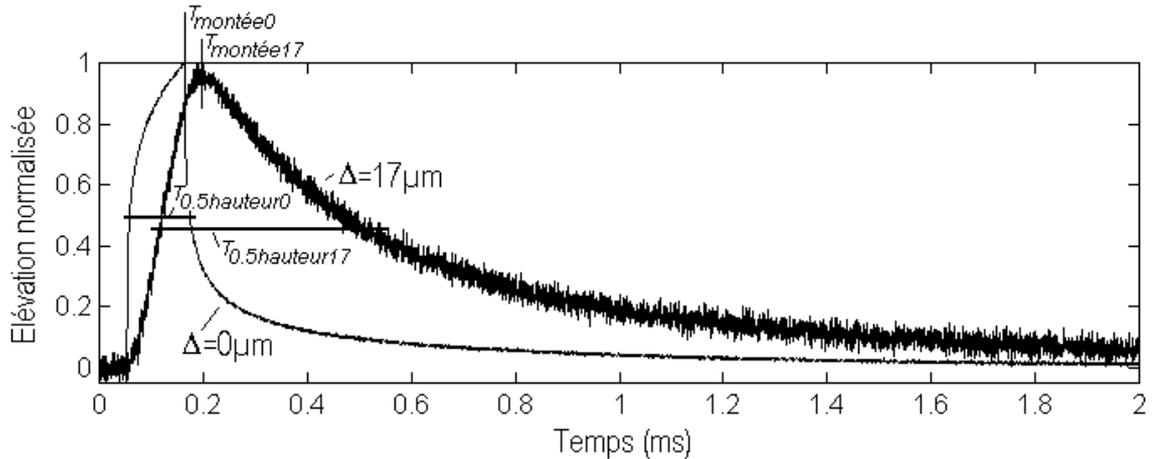


Figure 4.1.13 Comparaison entre les évolutions temporelles du déplacement de la surface de l'échantillon observées au droit de la source de chaleur et à $17 \mu\text{m}$ de la source de chaleur. L'augmentation du temps de montée et l'évasement des courbes montrent un effet de diffusion de la chaleur piloté par la diffusivité thermique du milieu.

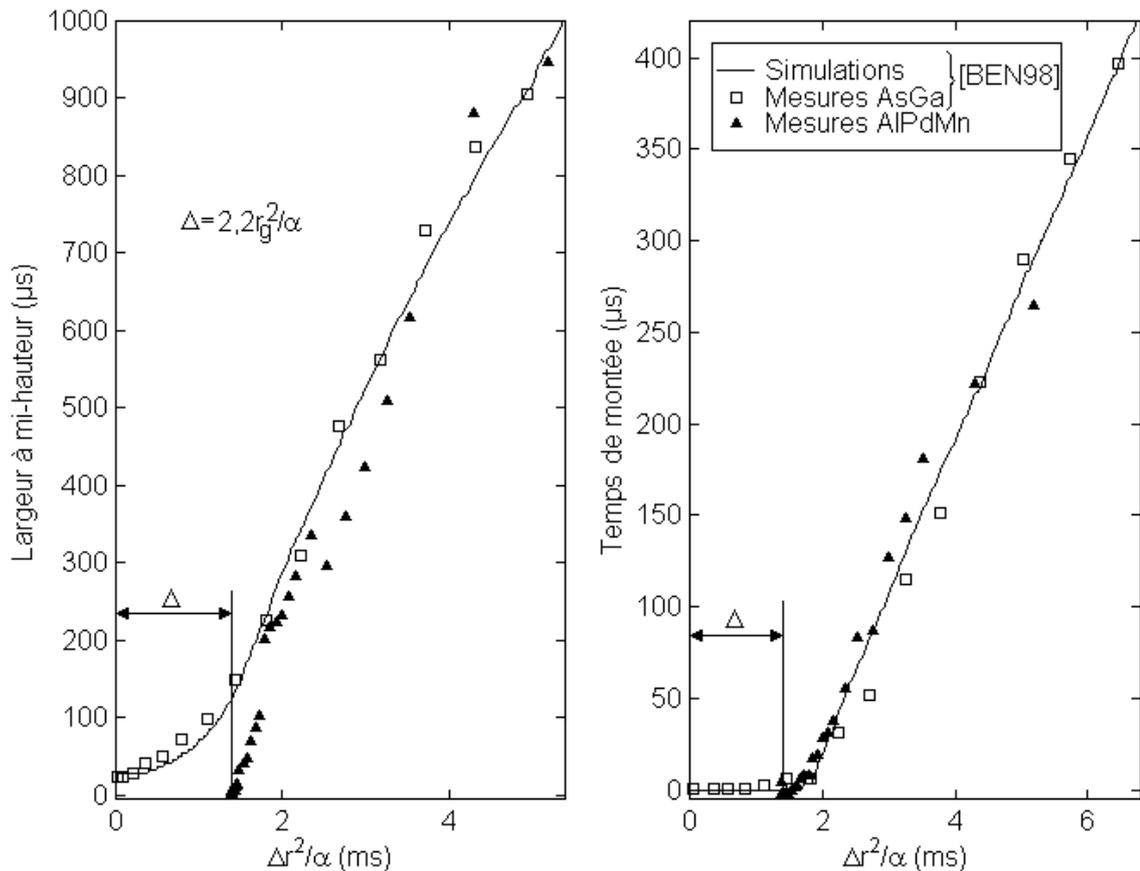


Figure 4.1.14 Temps caractéristiques de diffusion mesurés en configuration impulsionnelle sur le microscope interférométrique, comparés aux valeurs expérimentales et simulations réalisées par [BEN98] en photodéflexion. Le paramètre Δr^2 en abscisse est normalisé par la diffusivité thermique du milieu pour faire apparaître un temps caractéristique de diffusion. Les mesures initiales ont été réalisées sur un échantillon d'AsGa ($\alpha_{\text{AsGa}} = 0,29 \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$), avec une source de chaleur impulsionnelle de 10ns "étendue" ($r_g = 130 \mu\text{m}$). Nos mesures, beaucoup plus locales ont été réalisées sur un échantillon d'AlPdMn dont la diffusivité thermique identifiée vaut ici $0,42 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, la largeur de l'impulsion vaut $113 \mu\text{s}$ et la dimension de la source de chaleur $1 \mu\text{m}$.

En effet, à une distance suffisante de la source de chaleur, et lorsque l'impulsion est brève au regard du temps caractéristique de diffusion, ces deux paramètres augmentent proportionnellement au carré de la distance à la source de chaleur Δr (cf. figure 4.1.14), la pente étant théoriquement proportionnelle à la diffusivité thermique du milieu. Il faut rappeler ici l'expression de la solution de Green de l'équation de diffusion de la chaleur en régime impulsionnel [MAN95], qui justifie cette normalisation :

$$T_{impulsionnel}(r,t) = \left(\frac{1}{2\sqrt{\pi\alpha t}} \right)^3 \exp\left(-\frac{\Delta r^2}{4\alpha t} \right) H(t) \quad (7.1.8)$$

où $H(t)$ désigne la fonction de Heavyside.

Malgré des conditions expérimentales utilisées pour ces mesures (échantillon AlPdMn peu diffusif, largeur d'impulsion 100 ms, taille de spot $\approx 1\mu\text{m}$) très différentes de celles adoptées par [BEN98] (échantillon AsGa : $\alpha_{AsGa} = 29 \text{ mm}^2.\text{s}^{-1}$, largeur d'impulsion 10 ns, taille de la source 130 μm), on obtient un bon accord entre les résultats expérimentaux. Pour cela, un offset a été appliqué en abscisse pour tenir compte de l'extension différente de la source de chaleur, et l'axe des abscisses a été normalisé par la diffusivité thermique du matériau. Cette analyse rapide indique pour cet échantillon d'AlPdMn une diffusivité thermique de $0,42 \text{ mm}^2.\text{s}^{-1}$, valeur proche de celles trouvées dans la littérature [POP99,DUB00,LAN00,SWE02].

IV.1.3.3 Balayage fréquentiel

De nombreux travaux montrent que mesurer l'évolution fréquentielle de signaux photothermiques est intéressant pour étudier, par exemple, les propriétés de milieux hétérogènes. La figure 4.1.15 montre l'allure de l'évolution des signaux thermique et interférométrique mesurés dans le cas d'un échantillon constitué d'un substrat de silicium sur lequel est déposé un revêtement de Titane de $1\mu\text{m}$. La température et la différence de marche étant mesurées au droit de la source de chaleur, on observe des évolutions très différentes.

L'évolution du signal thermique est conforme à celle décrite à différentes reprises [LEP94,LEP95,LEP96] et par ailleurs discutée au chapitre IV de ce mémoire. A basse fréquence la propagation est tridimensionnelle ($\Delta\varphi=0$), à haute fréquence le déphasage diminue pour atteindre théoriquement la valeur 45° qui traduit l'apparition d'une propagation de nature unidimensionnelle. Autour de 20 kHz, le minimum local de phase traduit la réflexion de l'onde thermique à l'interface revêtement/substrat qui affecte la température de surface. Il est plus difficile de distinguer ce phénomène sur l'évolution fréquentielle du signal interférométrique. En effet, sur cette même plage fréquentielle, l'amplitude et la phase de la différence de marche varient de façon plus importante, ce qui peut masquer l'effet de la réflexion de l'onde thermique dont on ne sait encore sous quelle forme il se manifeste sur ce type de mesure. Des modèles doivent donc être proposés pour effectuer une analyse plus approfondie de ces résultats.

Ces premières mesures sont prometteuses quant à l'utilisation de la microscopie photothermique interférométrique pour la caractérisation thermique voire thermo-élastique des matériaux. En effet, ce dispositif permet de mesurer la réponse de l'échantillon à une sollicitation photothermique avec une sensibilité beaucoup plus importante qu'en photoréflexion. Des différences de marche aussi faible que 5pm ont pu être mesurées et l'amplitude maximale du signal interférométrique dépasse d'un ordre de grandeur l'amplitude de celui mesuré par photoréflexion. De plus, ces mesures semblent

aussi permettre d'accéder à la diffusivité thermique de milieux homogènes et isotropes au moyen d'analyses simples (minimum de phase en régime harmonique, temps de montée en régime impulsionnel). Il reste cependant à affiner ces résultats préliminaires notamment en proposant des modèles pour exploiter les mesures réalisées dans des configurations plus complexes. Avant d'aborder ces problèmes, il faut d'abord établir dans le cas simple d'un matériau homogène et isotrope, quels sont les phénomènes physiques qui sont observés. Cette analyse doit établir quels paramètres matériaux sont susceptibles d'être mesurés, de quelle manière et avec quelles résolution et sensibilité.

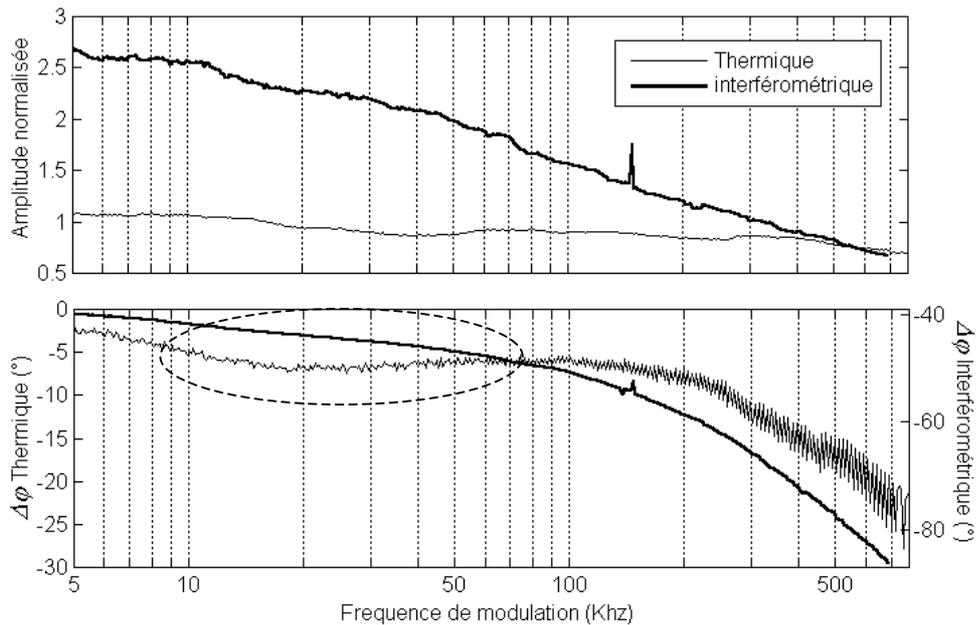


Figure 4.1.15 Evolution fréquentielle de l'amplitude et de la phase des signaux périodiques mesurés en configuration photoréflexion et interférométrique dans le cas d'un échantillon de silicium sur lequel est déposé un revêtement de titane de $1 \mu\text{m}$. Les faisceaux pompe et sonde occupent la même position. Les évolutions représentées sont obtenues après un traitement des évolutions brutes pour soustraire le déphasage et l'atténuation introduits par la traversée du modulateur acousto-optique. Le contour en pointillé entoure le domaine fréquentiel où la température de surface est affectée par la réflexion de l'onde thermique à l'interface revêtement/substrat.

IV.2 Réponse thermo-élastique d'un milieu homogène et isotrope

Dans ce paragraphe sont précisées les hypothèses et étapes du calcul qui permet de simuler le champ de déplacement dans un milieu semi-infini homogène et isotrope lors d'une expérience photothermique en régime modulé. Après analyse des champs de température et de déplacement que produit cette sollicitation thermo-mécanique, l'influence des différents paramètres matériaux sur l'élévation périodique de la surface sera analysée en détail. Ce travail permet d'évaluer les possibilités qu'offre la microscopie photothermique interférométrique en terme de caractérisation thermo-élastique de milieux homogènes et isotropes.

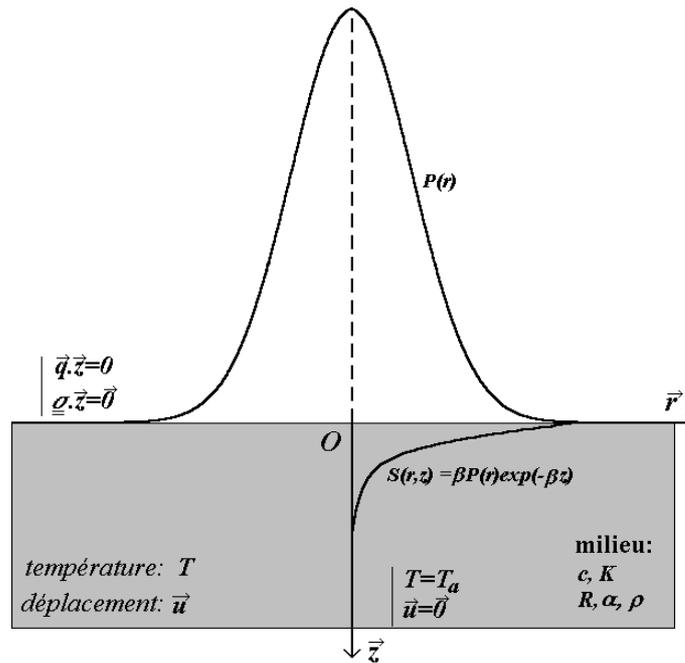


Figure 4.2.1 Solide soumis à une sollicitation photothermique en régime modulé, description du problème.

IV.2.1 Ecriture et résolution du problème thermo-élastique

Le calcul de la réponse thermo-élastique d'un milieu homogène et isotrope soumis à une sollicitation photothermique en régime modulé a déjà été présenté à de nombreuses reprises. Dans ce paragraphe, ce problème est d'abord résolu dans le cas particulier d'un régime unidimensionnel, pour faire apparaître les grandeurs physiques qui pilotent le phénomène. Les champs de température et de déplacement produits dans les conditions réelles des expériences de microscopie photothermique sont ensuite simulés en résolvant numériquement le problème thermo-élastique dont les développements analytiques sont présentés en détail dans l'annexe I.

IV.2.1.1 Réponse thermo-élastique en régime unidimensionnel

L'oscillation de la surface de l'échantillon durant une mesure photothermique est la conséquence de la dilatation du milieu sous l'effet de l'élévation périodique de température δT . L'analyse de la réponse thermo-élastique nécessite donc au préalable de connaître ce champ de température, dont l'étude et l'analyse font l'objet de la première

partie de ce mémoire et qui sera dorénavant supposé connu. Pour calculer le champ de déplacement périodique $\delta\bar{u}$, il faut résoudre l'équation de la dynamique :

$$\rho \frac{\partial^2 \delta\bar{u}}{\partial t^2} = \text{div} \sigma \quad (4.2.1)$$

où ρ est la masse volumique du milieu et σ le tenseur des contraintes. Les contraintes sont reliées au tenseur des déformations et à l'élévation de température par la loi de Hooke qui s'écrit dans le cas d'un milieu isotrope, et sous l'hypothèse des petites perturbations :

$$\sigma = \lambda_l \text{tr}(\varepsilon - \alpha \Delta T \mathbf{1}) \mathbf{1} - 2\mu_l (\varepsilon - \alpha \Delta T \mathbf{1}) \quad (4.2.2)$$

où, λ_l et μ_l sont les coefficients de Lamé du milieu, α le coefficient de dilatation thermique, $\mathbf{1}$ la matrice identité et :

$$\varepsilon = \frac{1}{2} (\text{grad}(\bar{u}) + \text{grad}^T(\bar{u})) \quad (4.2.3)$$

Ces deux équations conduisent à l'équation de Navier :

$$\mu_l \Delta \bar{u} + \frac{1}{1-2\nu} \text{grad}(\text{div} \bar{u}) - \frac{2(1+\nu)}{E} \rho \frac{\partial^2 \bar{u}}{\partial t^2} = \alpha \frac{2(1+\nu)}{1-2\nu} \text{grad} T \quad (4.2.4)$$

où E et ν désignent le module d'Young et le coefficient de Poisson qui peuvent s'écrire en fonction de λ_l et μ_l . Pour calculer l'élévation périodique de la surface du milieu, on résout cette équation en tenant compte de la nature harmonique de l'élévation de température et du déplacement, ainsi que des conditions aux limites du problème.

En régime unidimensionnel, le champ de température périodique δT que produit une source de chaleur harmonique uniformément répartie sur la surface libre du milieu s'écrit :

$$\delta T(z) = \frac{P}{\varepsilon \sqrt{\pi f} (1+j)} \exp\left(-\frac{1+j}{\mu} z\right) \quad (4.2.5)$$

et l'équation de Navier devient :

$$\frac{\partial^2 \delta u}{\partial z^2} + k_l^2 \delta u = m \frac{\partial \delta T}{\partial z} \quad (4.2.6)$$

avec :

$$m = \alpha \frac{3\lambda_l + 2\mu_l}{\lambda_l + 2\mu_l} = \alpha \frac{1+\nu}{1-\nu} \quad (4.2.7)$$

$$k_l^2 = \sqrt{\frac{\rho \omega^2}{\lambda_l + 2\mu_l}} = \frac{2\pi}{\lambda_l} \quad (4.2.8)$$

k_l^2 et λ_l^2 désignent respectivement les nombres d'onde des ondes acoustiques longitudinales et transversales susceptibles de se propager dans le milieu à la pulsation ω . Le champ de déplacement périodique $\delta\vec{u}$ qui s'établit dans le milieu et solution de l'équation de propagation 4.2.6 s'écrit comme la somme d'une onde propagative et d'une "onde évanescente" :

$$\delta u = A \exp(-jk_l z) + B \exp\left(-\frac{1+j}{\mu} z\right) \quad (4.2.9)$$

où :

$$A = \frac{-mP}{\rho C \pi f [2j + k_l^2 \mu^2]} \quad (4.2.10)$$

et B dépend des conditions appliquées aux frontières du milieu. Dans le cas présent, on suppose que la surface de l'échantillon est libre d'effort, soit :

$$\underline{\sigma} \cdot \vec{z} \Big|_{z=0} = \vec{0} \quad \frac{\partial \delta u}{\partial z} - m \delta T \Big|_{z=0} = 0 \quad (4.2.11)$$

et qui conduit à la condition :

$$\frac{A}{B} = -\frac{1+j}{2} \mu k_l = -(1+j) \sqrt{\frac{\rho \alpha}{\lambda_l + 2\mu_l}} \sqrt{\pi f} \quad (4.2.12)$$

Cette analyse fait apparaître deux longueurs caractéristiques que sont la longueur de diffusion thermique μ et la longueur d'onde λ_l , qu'il faut par ailleurs comparer à la distance z qui sépare le point d'observation de la surface où est imposée la source de chaleur. Selon la valeur du paramètre μk_l , on distingue deux comportements distincts.

Le domaine $\mu k_l \ll 1$, correspond à un régime "basse fréquence" pour lequel les longueurs d'onde acoustiques sont très grandes devant la distance caractéristique de diffusion de la chaleur μ . Dans ce cas, le déplacement au voisinage de la source de chaleur traduit uniquement la dilatation que produit l'élévation périodique de température associée au terme évanescent. Ce déplacement, peut être calculé en supposant le régime quasi-statique soit :

$$\delta u = m \int_0^{+\infty} \delta T(z) dz \quad (4.2.13)$$

Ce phénomène n'est piloté que par la diffusivité thermique de l'échantillon et est donc atténué sur une même distance caractéristique μ . On note au passage que l'élévation de la surface de l'échantillon est proportionnelle au paramètre $m/\rho C$ et suit une atténuation en $1/f$. Loin de cette région ($z \gg \mu$), la propagation d'une onde acoustique longitudinale de très faible amplitude, mais non atténuée n'est plus masquée par la dilatation quasi-statique de l'échantillon. Cette propagation, qui est pilotée par les caractéristiques élastiques du milieu, n'est cependant pas observable au voisinage de la source de chaleur, et la distance caractéristique sur laquelle elle se produit est supérieure de plusieurs ordres de grandeur à la longueur de diffusion thermique μ si bien qu'elle ne

peut être exploitée pour effectuer des mesures localisées. Ce régime basse fréquence est rencontré et exploité sur les techniques dites photoacoustiques, aujourd'hui largement utilisées en spectroscopie par exemple.

A très haute fréquence, les longueurs d'ondes acoustiques deviennent comparables voire supérieures à la longueur de diffusion thermique et le régime devient dynamique. L'élévation périodique de la surface du milieu dépend du comportement élastique de ce dernier via le terme μk_t qui pilote l'atténuation de l'amplitude et l'évolution du déphasage. Cette génération d'ondes acoustiques à très haute fréquence par effet photothermique est aujourd'hui possible, grâce à la mise au point de laser produisant des impulsions lumineuses très brèves. En outre, des détecteurs type photoréflexion ou interférométrie permettent aujourd'hui d'observer la propagation de ces ondes ultrasonores [PER96,HUR00].

Pour les régimes basse fréquence ou haute fréquence, sur le thème des techniques photoacoustiques ou des ultrasons laser, de nombreuses études théoriques ont été produites pour appuyer les résultats expérimentaux issus de ces différentes techniques. On dispose donc d'un grand nombre de travaux dans lesquels puiser pour proposer une modélisation adaptée qui permet d'interpréter et d'analyser les mesures réalisées en microscopie photothermique interférométrique.

IV.2.1.2 Résolution du problème tridimensionnel

Le déplacement mesuré par microscopie photothermique interférométrique, est produit par une source de chaleur confinée et modulée en intensité. Le déplacement en tout point du milieu ne se réduit plus à sa seule composante verticale. Cependant, en présence d'un milieu homogène isotrope et d'une source de chaleur axisymétrique, ce problème est à symétrie de révolution et seules les deux composantes verticales $\delta u_z(r,z)$ et radiale $\delta u_r(r,z)$ du déplacement doivent être calculées. Le détail des développements analytiques nécessaires à la résolution de ce problème thermo-élastique est rappelé dans l'Annexe I, mais aussi développé dans les références [SEV96,GIL97,FRAN94 ...]. Pour résoudre l'équation de Navier 4.2.4, une décomposition classique du champ de déplacement en deux champs potentiel et potentiel vecteur est d'abord réalisée. On fait apparaître deux fonctions $\varphi(r,z)$ et $\psi(r,z)$ telles que :

$$u_r(r,z) = \frac{\partial \varphi(r,z)}{\partial r} - \frac{\partial \psi(r,z)}{\partial z} \qquad u_z(r,z) = \frac{\partial \varphi(r,z)}{\partial z} + \frac{\partial \psi(r,z)}{\partial r} \quad (4.2.14)$$

de sorte que l'équation différentielle vectorielle de Navier se décompose en deux équations scalaires en $\varphi(r,z)$ et $\psi(r,z)$,

$$\Delta \varphi + k_t^2 \varphi = m \delta T \qquad \Delta \psi - \frac{\psi}{r^2} + k_t^2 \psi = 0 \quad (4.2.15)$$

où :

$$k_t = \sqrt{\frac{\rho}{\mu}} \omega = \frac{2\pi}{\lambda_t} \quad (4.2.18)$$

désigne le nombre d'onde des ondes acoustiques de cisaillement qui se propagent dans le milieu à la pulsation ω . Ces deux équations différentielles ne sont couplées qu'à

travers les conditions aux limites imposées aux frontières du milieu. On suppose toujours que la surface est libre d'effort, et que la perturbation thermo-élastique est confinée au voisinage de la source de chaleur.

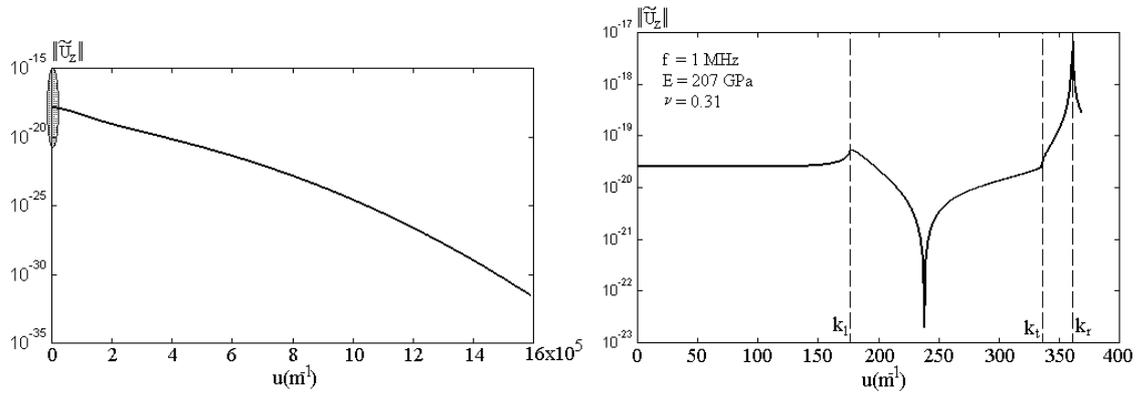


Figure 4.2.2 Mise en évidence des pôles dans le spectre de la fonction à intégrer. Cas d'un échantillon de type nickel à 1 MHz, le nombre d'onde $2\pi/\mu$ associé au champ évanescents vaut $\approx 2 \cdot 10^6$ à comparer aux nombres d'onde associés aux ondes acoustiques de l'ordre de 100.

De même que le champ de température, l'expression analytique du champ de déplacement est obtenue dans l'espace de Hankel (cf. Annexe I). La résolution du problème se conclut par une transformation de Hankel inverse numérique de cette expression analytique. Pour cela, la méthode présentée au paragraphe II.1 ne peut être utilisée sans précaution. En effet, le spectre des fonctions $\delta u_z(r, z)$ et $\delta u_r(r, z)$ fait apparaître au dénominateur l'équation de Rayleigh :

$$(4\pi u)^2 \sqrt{k_l^2 - 4\pi^2 u^2} \sqrt{k_t^2 - 4\pi^2 u^2} - (8\pi^2 u^2 - k_l^2)(8\pi^2 u^2 - k_t^2) = 0 \quad (4.2.18)$$

qui possède trois racines qui correspondent respectivement aux nombres d'ondes des ondes acoustiques longitudinale, transversale et de Rayleigh qui se propagent dans le milieu à la pulsation ω . Le spectre spatial du champ de déplacement présente trois singularités qui possèdent un sens physique fort et qui doivent donc être intégrées avec soin.

Pour cela, l'algorithme réalisant la transformation de Hankel numérique est modifié. Dans une première étape, on place les pôles $2\pi k_l$ et $2\pi k_t$ dont on connaît l'expression analytique ainsi que le pôle associé à l'onde de Rayleigh dont la valeur est indiquée en première approximation par l'approximation de Viktorov puis calculée plus précisément par dichotomie. Trois sous-domaines d'intégration sont constitués autour de ces valeurs, sur lesquelles on teste la convergence de l'intégration en itérant sur le nombre de points d'intégration. Sur le reste du domaine d'intégration, le calcul est réalisé en utilisant la procédure présentée au paragraphe II.1.

En prenant en compte la présence de ces pôles, on supprime les problèmes numériques rencontrés notamment lors de simulations réalisées à fréquence de modulation élevée. En effet, si à fréquence moyenne, les pôles sont situés près de l'origine et sont éloignés du premier point d'intégration qui apparaît lorsqu'on utilise la méthode d'intégration conventionnelle (cf. figure 4.2.2), à haute fréquence ils se décalent vers la borne supérieure du domaine d'intégration, marquant de ce fait la transition vers un régime dynamique où ils doivent être pris en compte. Cette méthode, bien que sommaire, suffit à rendre plus robustes les simulations du déplacement mesuré en microscopie photothermique interférométrique, mais n'a pas été testé pour traiter le

cas des régimes hautes fréquence. Pour un traitement plus rigoureux de ces problèmes, on peut envisager l'utilisation d'une intégration par la méthode des résidus ou encore, la mise en œuvre de méthodes numériques plus évoluées telle que proposée par [GEO99].

La modélisation adoptée ici ne fait aucune hypothèse sur la nature quasi-statique ou dynamique du problème. Seul a été supposé un couplage faible entre l'équation de la chaleur et l'équation de la dynamique, hypothèse par ailleurs justifiée par [GIL97] pour les régimes basse et moyenne fréquence.

IV.2.1.3 Analyse des champs de température et de déplacement

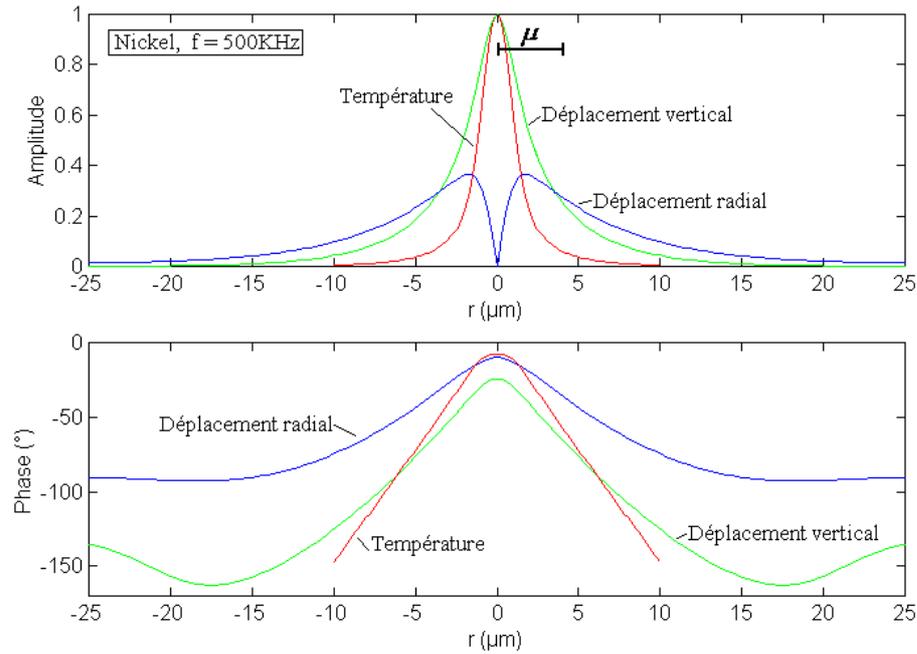


Figure 4.2.3 Comparaison entre la forme du champ de déplacement périodique et l'évolution de l'élévation périodique de température à la surface d'un milieu de type nickel ($\alpha_{Ni} = 23 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, $f = 500 \text{ kHz}$, $r_g = 1 \text{ } \mu\text{m}$, $\mu = 3,83 \text{ } \mu\text{m}$). Sont représentés sur l'axe supérieur les amplitudes normalisées du déplacement hors-plan et de la température, ainsi que l'amplitude du déplacement radial normalisé par la valeur maximale du déplacement hors-plan.

La figure 4.2.3 montre les évolutions simulées de l'atténuation et du déphasage de l'élévation périodique de température ainsi que du déplacement périodique à la surface d'un milieu semi-infini de type nickel ($\alpha_{Ni} = 23 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, $f = 500 \text{ kHz}$, $r_g = 1 \text{ } \mu\text{m}$, $\mu = 3,83 \text{ } \mu\text{m}$). Ce premier calcul, montre que la zone affectée par la perturbation thermo-élastique est beaucoup plus étendue que la région dans laquelle est confinée l'onde thermique. On remarque que l'allure générale des profils d'atténuation et de phase du déplacement périodique est très différente de l'évolution de l'élévation périodique de température. Si au voisinage de la source de chaleur où se propage l'onde thermique, les évolutions du déphasage des composantes verticale et radiale du déplacement sont quasi-linéaires, ces évolutions sont ensuite suivies de minima locaux et de paliers caractéristiques du champ de déplacement et déjà observés expérimentalement. Enfin, compte tenu des paramètres de simulation adoptés on peut s'attendre à un régime quasi-statique basse fréquence pour lequel la relation 4.2.13 semble constituer une bonne approximation de l'élévation périodique de la surface du milieu. Après calcul, les champs de déplacement et de température en volume (cf. figures 4.2.4, 4.2.5 et 4.2.6), on observe que cette relation ne permet absolument pas de décrire l'élévation périodique de la surface de l'échantillon. Cet écart montre

l'importance de la prise en compte du caractère tridimensionnel de la perturbation thermo-élastique. On observe que, dans le volume le déplacement s'oriente préférentiellement radialement par rapport à la source de chaleur sauf à son voisinage où une composante orthoradiale apparaît vraisemblablement pour vérifier la condition de bord libre.

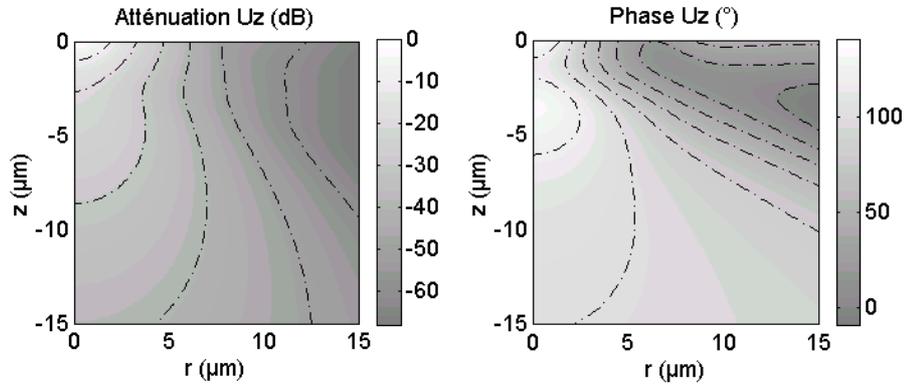


Figure 4.2.4 Champ de l'atténuation et de la phase du déplacement vertical dans l'épaisseur d'un milieu de diffusivité thermique $0,55 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, $f = 100 \text{ kHz}$, $r_g = 0,9 \text{ μm}$, $\mu = 1,32 \text{ μm}$.

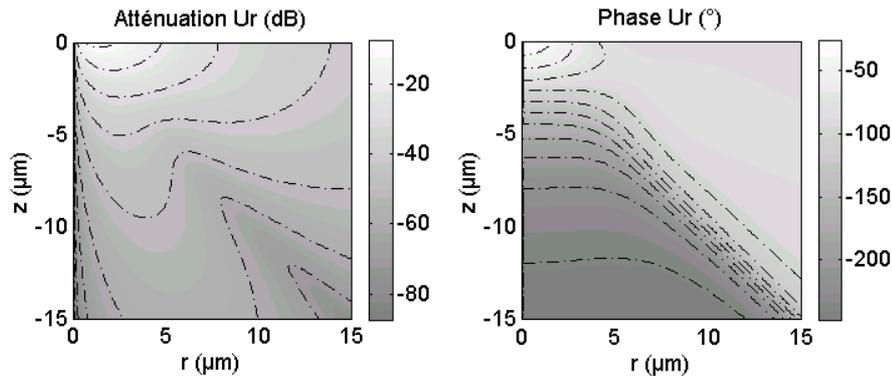


Figure 4.2.5 Champ de l'atténuation et de la phase du déplacement radial dans l'épaisseur d'un milieu de diffusivité thermique $0,55 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, $f = 100 \text{ kHz}$, $r_g = 0,9 \text{ μm}$. L'amplitude du déplacement radial l'atténuation représentée est normalisée par l'amplitude maximale du déplacement vertical.

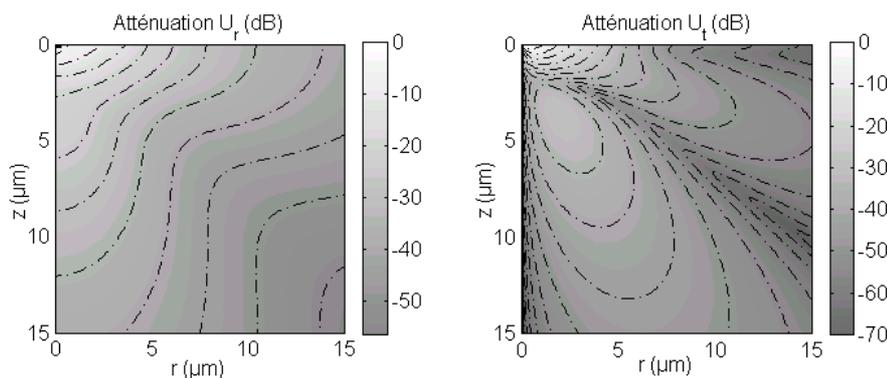


Figure 4.2.6 Atténuation de la composante "radiale" et orthoradiale du déplacement au sein d'un échantillon de diffusivité thermique $0,55 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ ($f = 100 \text{ kHz}$, $r_g = 0,9 \text{ μm}$). La composante radiale correspond à la projection du vecteur déplacement sur le rayon vecteur ayant pour origine le point de coordonnée $(0,0)$.

Enfin, ce calcul fait apparaître que la résolution de la mesure en volume est beaucoup plus faible que celle espérée en observant la seule atténuation de la composante verticale du déplacement à la surface du milieu [CRE98]. En réalité, en surface, la résolution est fixée par la composante radiale du déplacement, tandis qu'en

profondeur la composante verticale s'atténue beaucoup plus lentement qu'en surface. Certes cette description est très qualitative, mais il semble difficile de décrire simplement le champ de déplacement périodique observé lors d'une expérience photothermique en régime modulé dont on s'aperçoit qu'il est fortement tridimensionnel. Dans la gamme de fréquence explorée sur le dispositif, il est difficile d'atteindre le régime dynamique où une sensibilité aux paramètres élastiques peut apparaître. Néanmoins, il est nécessaire de valider et de préciser les conditions de l'hypothèse d'un régime quasi-statique. Dans le cas contraire, il faut évaluer plus précisément l'influence respective des divers paramètres thermo-élastiques qui sont isolés lors de la résolution du problème thermo-élastique, et mener une analyse de sensibilité plus fine.

IV.2.2 Analyse de sensibilité aux paramètres matériaux et expérimentaux

Le rôle exact de certains paramètres matériaux et expérimentaux est simple à établir. Ainsi, à l'examen de l'équation de Navier et des relations établies dans l'annexe I, il apparaît que l'amplitude des déplacements périodiques est proportionnelle à la puissance lumineuse incidente ainsi qu'au paramètre m . En régime quasi statique, on peut par ailleurs supposer que l'amplitude est inversement proportionnelle à la chaleur spécifique du milieu. On ne s'attardera pas plus longtemps sur ces paramètres dont dépend l'amplitude du déplacement. En effet, pour les mêmes raisons qu'en photoréflexion, il semble difficile d'exploiter quantitativement ce terme qui dépend outre des paramètres matériaux de multiples paramètres expérimentaux mal connus. En revanche, il faut s'intéresser aux paramètres qui contrôlent l'évolution du champ de déplacement surfacique (i.e. atténuation et déphasage). En présence d'un milieu semi-infini homogène et isotrope, l'écriture du problème thermo-élastique montre que le champ de déplacement ne dépend que de trois paramètres homogènes à une longueur que sont la longueur de diffusion thermique, la dimension de la source de chaleur, ainsi que les longueurs des ondes acoustiques longitudinale et transversale qui se propagent dans le milieu à la fréquence de modulation f .

Le rôle de la longueur de diffusion thermique et de la dimension de la source de chaleur est simple à établir puisque ces paramètres contrôlent tous deux la forme et l'extension du champ de température à l'origine de la perturbation thermo-élastique observée. L'analyse unidimensionnelle indique par ailleurs qu'il faut distinguer la zone de champ proche acoustique où les paramètres élastiques ont une influence négligeable du champ lointain, et de façon similaire, les domaines haute et basse fréquence marqués respectivement par l'absence et la présence de phénomènes dynamiques. Pour effectuer cette distinction, on choisit de normaliser les distances par la longueur de diffusion thermique dans le milieu, paramètre qui contrôle l'extension de la "sollicitation" appliquée au milieu. La dimension de la source de chaleur étant un paramètre expérimental figé, on doit faire apparaître de cette façon le rôle des autres paramètres matériaux.

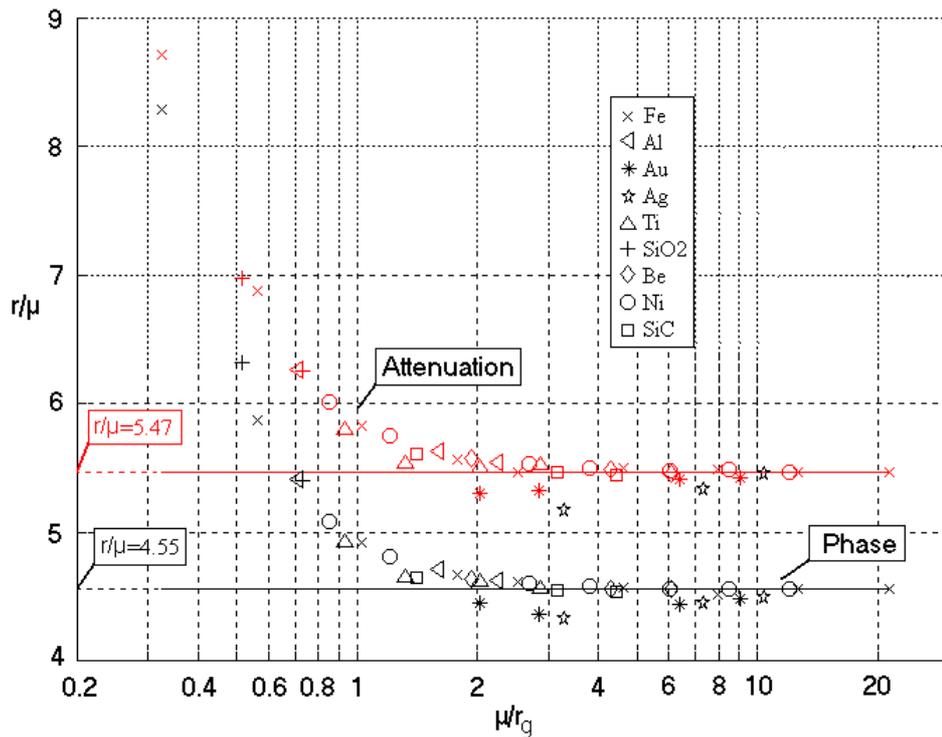


Figure 4.2.7 Influence de la diffusivité thermique sur la position du minimum de phase et du point de cassure des profils d'atténuation de l'amplitude du déplacement périodique. On constate que celle-ci dépend essentiellement du rapport μ/r_g , et que lorsque la longueur de diffusion thermique est grande la position de ces deux points est proportionnelle à la longueur de diffusion thermique.

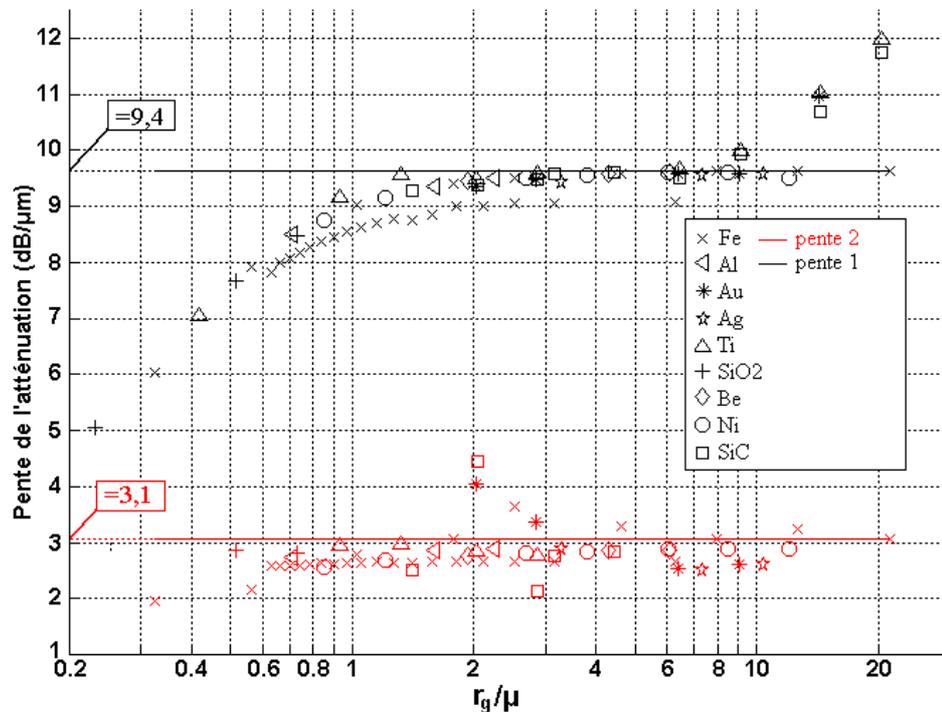


Figure 4.2.8 Influence de la diffusivité thermique sur la pente apparente des profils d'atténuation. On constate que la première asymptote dépend essentiellement du rapport μ/r_g . L'évolution suivie par seconde est plus aléatoire et dépend de façon plus sensible des propriétés élastiques du milieu lorsque celui-ci est fortement diffusif.

IV.2.2.1 Influence des paramètres thermiques

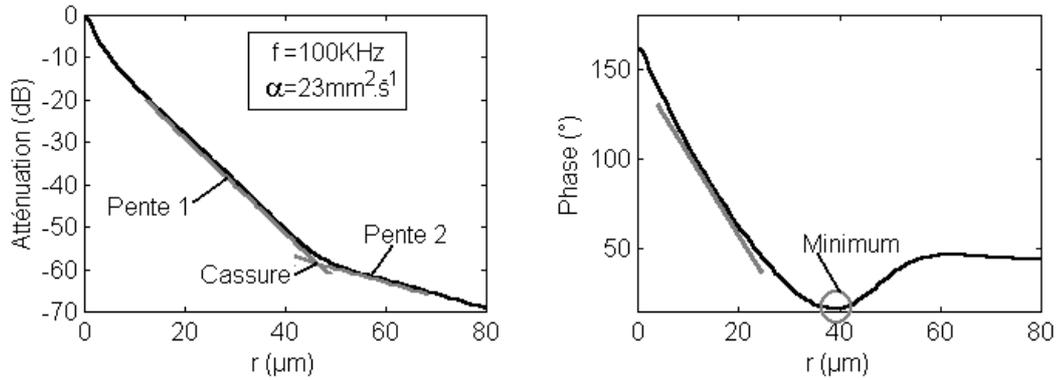


Figure 4.2.9 Profils de l'atténuation et de la phase de l'élévation périodique de température à la surface d'un milieu de diffusivité thermique $\alpha = 23 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ durant une mesure photothermique en régime modulé ($f = 100 \text{ kHz}$, $r_g = 1 \text{ μm}$). Des longueurs caractéristiques peuvent être déduites de la mesure de la position du point de cassure sur le profil d'atténuation et du minimum de phase, ainsi que de la mesure des pentes des deux portions linéaires des profils d'atténuation.

Les premières simulations réalisées montrent qu'au voisinage de la source de chaleur, le champ de déplacement ne dépend que de la forme du champ de température c'est-à-dire de la longueur de diffusion thermique μ et de l'extension de la source de chaleur. Déterminer la diffusivité thermique revient donc à mesurer une longueur caractéristique qui peut être ramenée au paramètre μ . Or, les simulations font ressortir deux points particuliers que sont les minimums locaux relevés sur les profils du déphasage et une cassure nette sur l'évolution de l'atténuation de l'élévation périodique de la surface du milieu. Enfin, sur ce dernier, on distingue deux portions où l'évolution est quasi-linéaire, et dont la pente est sans doute reliée à la longueur de diffusion thermique μ . Plusieurs simulations ont été réalisées soit dans des conditions similaires à celles réalisées sur le dispositif ($10 \text{ kHz} < f < 2 \text{ MHz}$, $r_g \approx 1 \text{ μm}$) et pour des milieux de caractéristiques variées, soit pour un milieu donné et en modifiant la valeur des paramètres r_g et f . Pour chacune de ces simulations, ont été relevées les valeurs des pentes des portions linéaires des profils d'atténuation ainsi que la position des deux points particuliers. La figure 4.2.7 récapitule ces résultats. On observe que toutes les valeurs relevées sont comprises dans un faisceau dont l'évolution dépend du paramètre μ/r_g , paramètre qui, comme en photoréflexion, caractérise l'extension de la source de chaleur (i.e. effet de convolution) par rapport à celle du phénomène mesuré. La largeur de ce faisceau est due aux erreurs de reconstruction ou de relevé des pentes des positions. Ces courbes montrent que lorsque la source de chaleur est concentrée (i.e. $r_g < \mu/2$), la position du minimum de phase [LEE00] et de la cassure des profils d'atténuation par rapport à la source de chaleur sont données respectivement par les relations :

$$r_\phi \approx 4,5\mu \qquad r_{att} \approx 5,5\mu \qquad (4.2.20)$$

De même, lorsque $r_g < \mu/2$ les pentes des deux portions des profils d'atténuation valent :

$$r < r_{att} : \qquad \frac{\partial att}{\partial r} \approx \frac{9,4}{\mu} \qquad (4.2.21)$$

$$r > r_{att} : \qquad \frac{\partial att}{\partial r} \approx \frac{3,1}{\mu} \qquad (4.2.22)$$

L'utilisation de ces relations "empiriques" offre un moyen simple pour déduire la diffusivité thermique d'un milieu thermiquement et mécaniquement isotrope de la mesure de l'élévation périodique de sa surface durant une expérience photothermique en régime modulé. Compte tenu de la dispersion observée sur la figure 4.2.7, on estime à moins de 10 % l'incertitude sur la diffusivité thermique identifiée due aux erreurs de reconstruction si on se place dans les conditions où les effets de convolution perturbent peu la mesure (i.e. $\mu/r_g > 2$). On note que si cette mesure est moins résolue que la mesure du champ de température par photoréflexion, elle s'avère beaucoup moins sensible que cette dernière aux effets de convolution. En effet, en photoréflexion, lorsque $r_g/\mu = 2$, le champ de température observé en surface ne dépend plus de la diffusivité thermique puisque l'onde thermique se propage de façon unidimensionnelle en volume (cf. chapitre III). Cette technique semble donc bien adaptée à la mesure des faibles longueurs de diffusion thermique (i.e. matériaux isolants). Dans des conditions expérimentales usuelles, où on cherche à accroître la résolution spatiale de la mesure, la taille de source de chaleur devient comparable à la longueur de diffusion thermique (i.e. $\mu < 2r_g$), il devient important de prendre en compte les effets de convolution faute de quoi la diffusivité sera surestimée. Enfin, on peut noter sur la figure 4.2.7, que les positions du minimum de phase et de la cassure relevées dans le cas des milieux possédant une diffusivité thermique élevée (i.e. Or et Argent) s'écartent sensiblement des positions qu'indiquent les relations (4.2.21) et (4.2.22). Or dans ce cas le rapport longueur de diffusion thermique sur longueur d'onde acoustique est proche de 10 % et on peut suspecter la présence de phénomènes dynamiques qui dépendent des caractéristiques élastiques du milieu et perturbent la mesure de la diffusivité thermique. Pour évaluer l'importance de cette perturbation, mais aussi dans quelle condition elle devient suffisamment significative pour permettre une mesure des paramètres élastiques, une analyse de sensibilité plus fine doit être menée.

IV.2.2.2 Influence des paramètres élastiques - Analyse de sensibilité

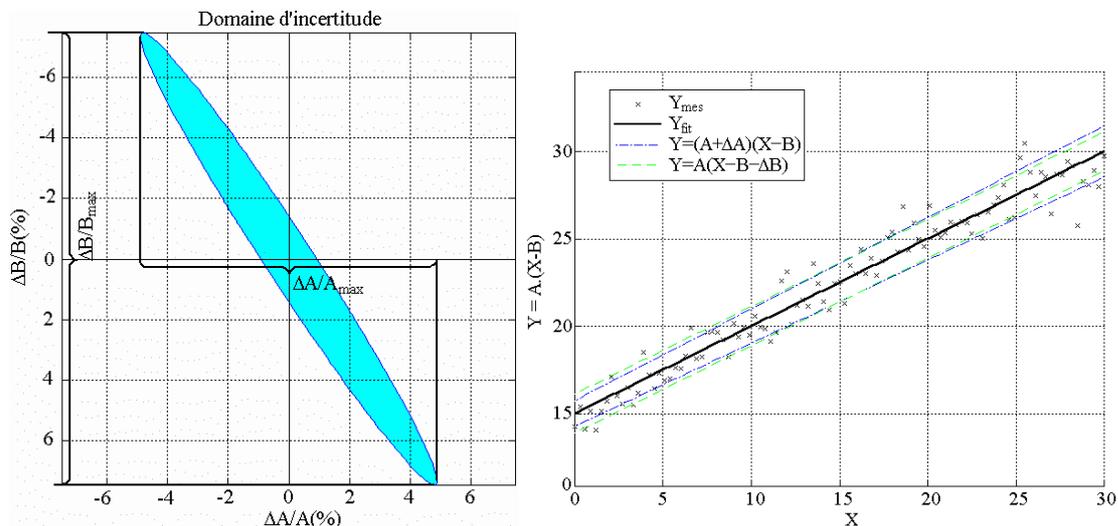


Figure 4.2.10 Domaine d'incertitude associé à une régression linéaire et régression linéaire au sens des moindres carrés. Sont reportés les domaines encadrant les points "expérimentaux" déduits des domaines d'incertitude.

Lorsque l'effet de certains paramètres expérimentaux sur les données expérimentales est difficile à évaluer, une démarche systématique permet de quantifier la sensibilité de la mesure à ces paramètres. Cette démarche très générale peut être utilisée pour toute conception d'expérience [GER99,KRA02].

Un modèle numérique ayant été préalablement établi, les sensibilités aux différents paramètres peuvent être déterminés par simulation. Suivant la démarche adoptée dans la partie II, on souhaite à terme identifier les différents paramètres expérimentaux, par minimisation d'une fonction mérite qui quantifie l'écart entre données expérimentales et simulation. On note N le nombre de paramètres p_j , $j=\{1, \dots, N\}$ à identifier. Si l'écart-type σ_i sur chacune des K valeurs expérimentales est connu, minimiser la fonction χ^2 :

$$\chi^2 = \sum_{i=1}^K \left(\frac{y_i(x_i) - \bar{y}_i(x_i, p_j)}{\sigma_i} \right)^2 \quad (4.2.23)$$

permet naturellement d'affecter un point plus fort aux données expérimentales $y_i(x_i, p_j)$ entachées d'une incertitude plus faible. $\bar{y}_i(x_i, p_j)$ désigne ici la valeur obtenue par simulation pour un jeu de paramètres (x_i, p_j) où x_i sont des paramètres connus et donc figés durant l'identification. Pour déterminer le jeu de paramètres p_j qui minimise la fonction mérite χ^2 , différents algorithmes (Génétiques, Gauss, Levenberg-Marquardt ...) peuvent être utilisés.

L'utilisation d'une fonction mérite de ce type permet en outre d'évaluer l'écart-type sur les valeurs identifiées dues aux incertitudes expérimentales. Ainsi, si on désigne par M le nombre de degrés de liberté du modèle, l'incertitude $\Delta\chi^2$, sur la valeur du minimum atteint, associée à une probabilité Q fixée vaut :

$$Q = \Gamma_{inc} \left(\frac{\Delta\chi^2}{2}, \frac{M}{2} \right) \quad (4.2.24)$$

où, la fonction gamma incomplète Γ_{inc} est définie par :

$$\Gamma_{inc}(x, a) = \frac{1}{\Gamma(a)} \int_0^x \exp(-t) t^{a-1} dt \quad \text{avec} \quad \Gamma(a) = \int_0^{+\infty} \exp(-t) t^{a-1} dt \quad (4.2.25)$$

La valeur minimum $\Delta\chi^2$ de la fonction mérite atteinte à l'issue de l'identification est liée au bruit qui entache les valeurs mesurées et est à l'origine des incertitudes sur la valeur des paramètres identifiés. On note V le vecteur formé par les paramètres p_j et δV le vecteur formé par leur incertitude δp_j respective. La frontière du domaine d'incertitude dans lequel les paramètres identifiés peuvent varier simultanément sans produire de variation de la valeur de la fonction mérite supérieure à $\Delta\chi^2$, est un ellipsoïde défini par :

$$\Delta\chi^2 = \frac{1}{2} \delta V^T C \delta V \quad (4.2.26)$$

où C est la matrice de covariance définie par :

$$C_{ij} = \frac{1}{2} \frac{\partial^2 \chi^2}{\partial V_i \partial V_j} = \sum_{k=1}^N \left[\frac{1}{\sigma_k^2} \frac{\partial \bar{y}_k}{\partial V_i} \frac{\partial \bar{y}_k}{\partial V_j} + \frac{1}{\sigma_k^2} \frac{\partial^2 \bar{y}_k}{\partial V_i \partial V_j} (y_k - \bar{y}_k) \right] \quad (4.2.27)$$

En tout point de mesure, bruit et modèle sont décorrélés de sorte que la matrice C ne dépend que des sensibilités $\frac{\partial \bar{y}_k}{\partial V_i}$ aux différents paramètres aux points de mesure, ainsi que des incertitudes σ_k :

$$C_{ij} = \sum_{k=1}^N \frac{1}{\sigma_k^2} \frac{\partial \bar{y}_k}{\partial V_i} \frac{\partial \bar{y}_k}{\partial V_j} \quad (4.2.28)$$

Les sensibilités peuvent être calculées analytiquement ou numériquement à l'aide du modèle utilisé pour l'identification. Le domaine défini par la relation (4.2.26) est un ellipsoïde (cf. figure 4.2.10).

L'intervalle de confiance dans lequel est compris chaque paramètre correspond non pas à la largeur de l'ellipsoïde mesuré sur les axes associés à chaque paramètre mais, compte tenu de la corrélation entre les paramètres, à la projection du domaine sur cet axe. Il faut remarquer que cette analyse ne permet en aucun cas de valider la pertinence d'un modèle au regard des résultats expérimentaux. Une comparaison visuelle entre simulations et courbes expérimentales suffit en général à mettre en évidence les insuffisances d'un modèle. Enfin, cette approche ne permet pas de conclure quant à l'unicité du jeu de paramètres identifiés en condition réelle. Dans le cas présent, l'évolution monotone des courbes 4.2.7 et 4.2.8 indique qu'il y a unicité du couple (μ, r_g) identifié, mais aucune conclusion ne peut être formulée quant au cas des coefficients d'élasticité.

L'influence des propriétés élastiques du milieu sur l'évolution du champ de déplacement observé à la surface de l'échantillon durant une mesure photothermique est difficile à décrire dans le cas présent à l'aide de relations analytiques simples. Par défaut, il faut mettre en œuvre la méthode proposée précédemment de façon à préciser la sensibilité d'une mesure photothermique interférométrique aux paramètres matériaux et expérimentaux et notamment à la diffusivité thermique. Cette approche peut être transposée aux mesures par microscopie photothermique en général et est un premier pas vers un bilan métrologique de ces instruments

Dans un premier temps, l'élévation périodique de la surface de l'échantillon est simulée, dans des conditions expérimentales similaires à celles réalisées sur le dispositif expérimental. En chaque point, sont calculées les sensibilités de la mesure de l'atténuation et du déphasage aux quatre paramètres (diffusivité thermique α , dimension de la source de chaleur r_g , module d'Young E , coefficient de Poisson ν) dont dépend la réponse thermo-élastique du milieu. Le calcul est effectué en 120 points espacés régulièrement jusqu'à une distance de la source de chaleur égale à dix fois la longueur de diffusion thermique. La fonction mérite χ^2 s'écrit dans le cas présent :

$$\chi^2 = \sum_{i=1}^N \left(\frac{A_k - \bar{A}_k}{\sigma(A_k)} \right)^2 + \sum_{i=1}^N \left(\frac{\varphi_k - \bar{\varphi}_k}{\sigma(\varphi_k)} \right)^2 \quad (4.2.29)$$

où, A_k et φ_k sont respectivement l'atténuation et la phase de la composante verticale du déplacement en chaque point, et $\sigma(A_k)$, $\sigma(\varphi_k)$ les écarts-types associés à ces deux termes.

Pour déterminer l'intervalle de confiance dans lequel peut varier la valeur des paramètres identifiés, il faut que les valeurs adoptées pour $\sigma(A_k)$ et $\sigma(\varphi_k)$ traduisent de façon réaliste l'évolution réelle des incertitudes expérimentales en chaque point de

mesure. On suppose ici que la mesure est entachée d'un bruit expérimental gaussien sur les signaux de phase $X=A\cos(\varphi)$ et de quadrature $Y=A\cos(\varphi)$, dont l'écart-type est proportionnel à l'amplitude du signal au point courant, qui peut représenter par exemple une erreur de numérisation sur la chaîne d'acquisition. On ajoute en outre, un bruit qui pour une fréquence de modulation donnée possède une amplitude constante quel que soit le point considéré qui représente le bruit de l'instrument (cf. figure 4.2.12). Enfin, à ces bruits $\sigma(A_k)_{exp}$ et $\sigma(\varphi_k)_{exp}$, s'ajoutent les erreurs dues à une mise en position incorrecte du détecteur et une lecture inexacte de la fréquence de modulation, de sorte que les incertitudes sur les signaux d'atténuation et de phase valent en tout point :

$$\sigma(A_k)^2 = \sigma(A_k)_{exp}^2 + \left(\frac{\partial A_k}{\partial f} \sigma(f) \right)^2 + \left(\frac{\partial A_k}{\partial x} \sigma(x) \right)^2 \quad (4.2.30)$$

$$\sigma(\varphi_k)^2 = \sigma(\varphi_k)_{exp}^2 + \left(\frac{\partial \varphi_k}{\partial f} \sigma(f) \right)^2 + \left(\frac{\partial \varphi_k}{\partial x} \sigma(x) \right)^2 \quad (4.2.31)$$

Après calcul, on constate que les deux derniers termes des relations (4.2.30) et (4.2.31) sont totalement négligeables au regard des erreurs de mesure dues à la chaîne d'acquisition.

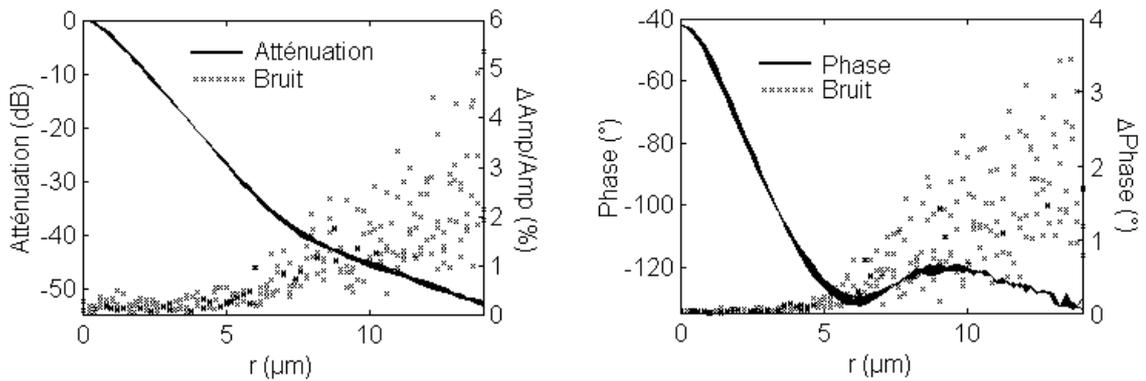


Figure 4.2.11 Mesure photothermique interférométrique réalisée à 102 kHz sur un échantillon d'AlPdMn quasi-cristallin, et bruit associé à la mesure des signaux d'atténuation et de phase. Chaque point expérimental correspond à la moyenne d'une série de 20 mesures et le bruit correspond à l'écart-type.

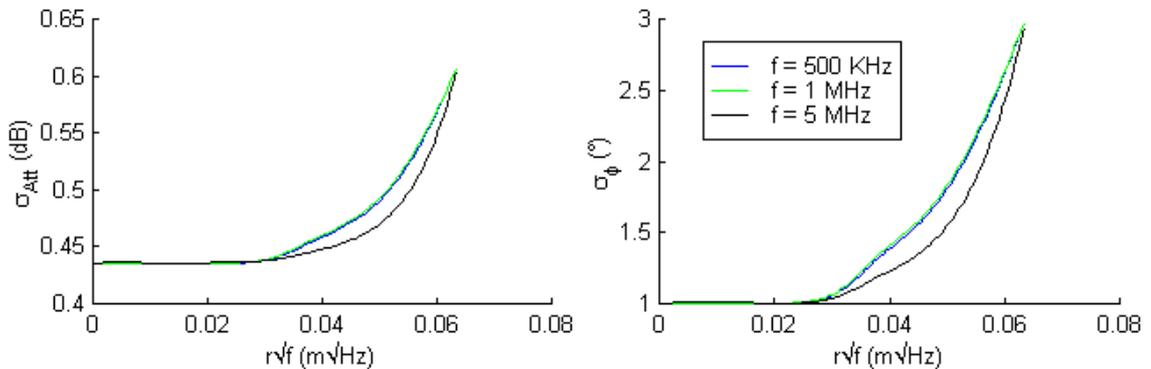


Figure 4.2.12 Evolution de l'écart-type des bruits d'atténuation et de phase ajoutés aux courbes théoriques de l'élévation périodique de la surface de l'échantillon lors d'une mesure photothermique en régime modulé. Cas d'un milieu de type Or ($\alpha = 1,28 \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, $r_g = 1 \text{ μm}$, $E = 78 \text{ GPa}$, $\nu = 0,45$). (paramètres de simulation : bruit continu de phase 1° , bruit continu d'amplitude $1/20$ amplitude mini du signal, bruit d'amplitude $1/20^{\text{ième}}$ du signal au point courant).

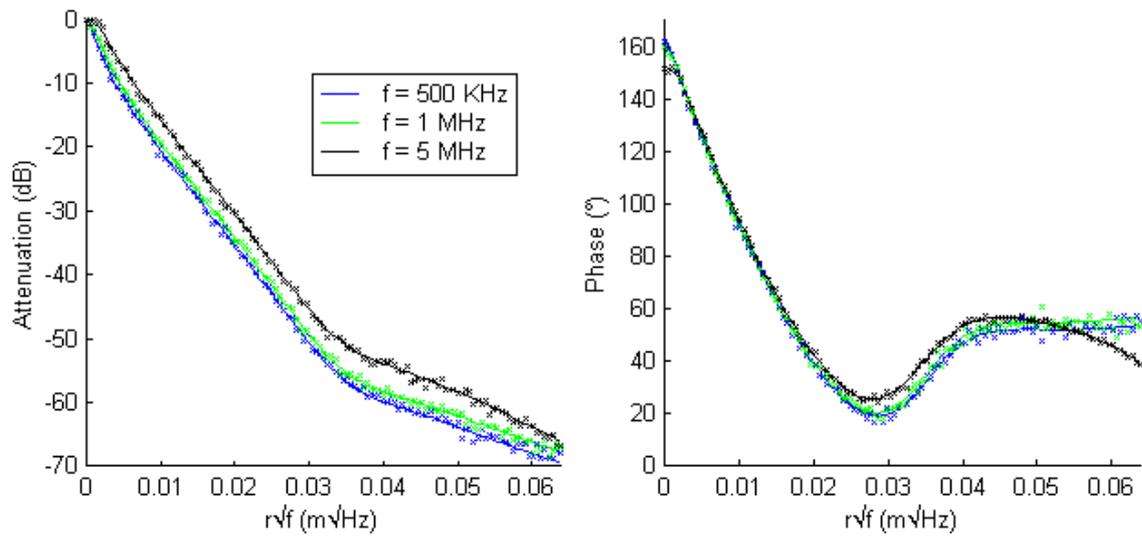


Figure 4.2.13 Atténuation et phase théoriques et bruitées de l’élévation périodique de la surface de l’échantillon lors d’une mesure photothermique en régime modulé. On suppose la source de chaleur gaussienne et absorbée en surface. Pour faire apparaître d’éventuels effets dynamiques, on adopte des fréquences de modulation élevées ($f = 500$ KHz, $f = 1$ MHz, $f = 5$ MHz). Cas d’un milieu de type Or ($\alpha = 1,28 \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, $r_g = 1 \text{ }\mu\text{m}$, $E = 78 \text{ GPa}$, $\nu = 0,45$).

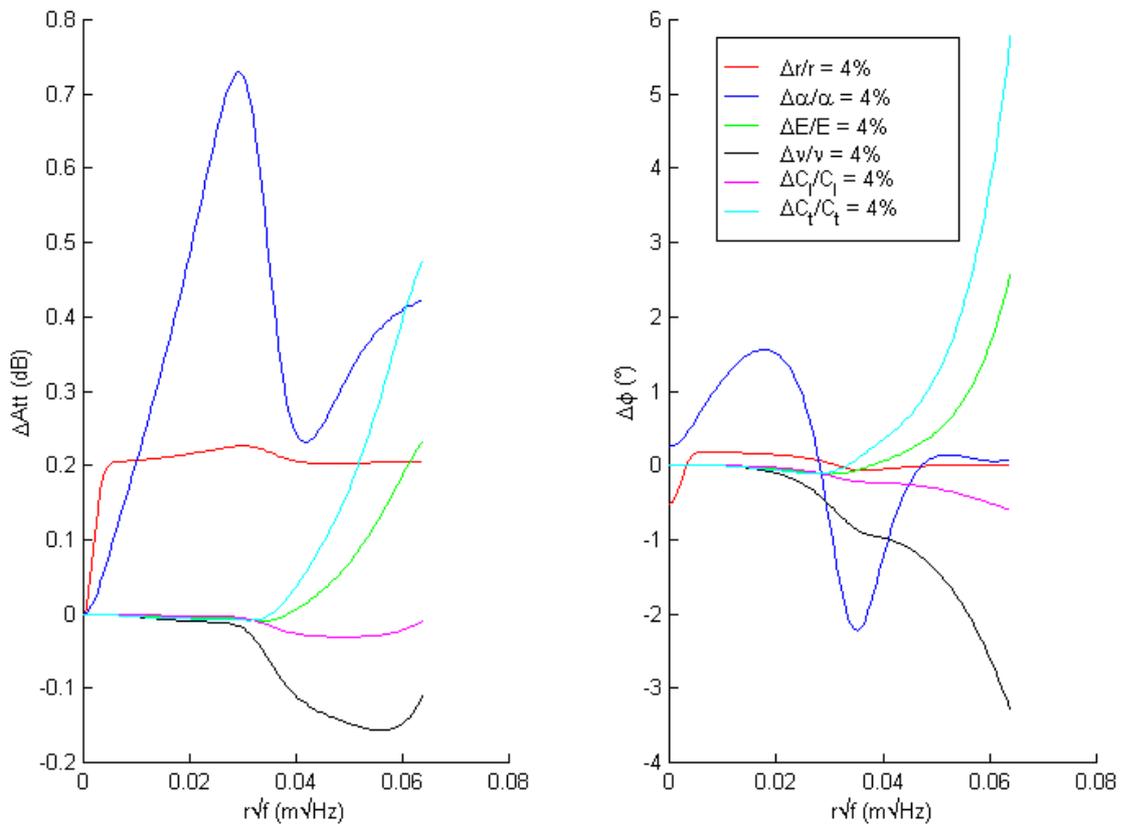


Figure 4.2.14 Variation du signal d’atténuation et de phase dans le cas de l’Or, $f = 5$ MHz pour une variation de 4 % des paramètres r_g , α , E , ν , C_l , C_t .

Cette représentation très simpliste des incertitudes expérimentales, permet de représenter assez fidèlement, l'augmentation des bruits sur la mesure de l'amplitude et de la phase du signal lorsqu'on s'éloigne de la source de chaleur, et qui traduit essentiellement la diminution du rapport signal/bruit. On note que les incertitudes augmentent systématiquement au voisinage de la position du minimum de phase. Les évolutions expérimentales et simulées étant similaires, on peut utiliser ce modèle pour évaluer ou en tout cas comparer les incertitudes sur les différents paramètres identifiés.

Pour cela, les évolutions des sensibilités aux différents paramètres ont été calculées (cf. figures 4.2.14). On considère ici un milieu de diffusivité thermique élevée (cf. or), configuration pour laquelle on peut s'attendre à une sensibilité non négligeable aux caractéristiques élastiques du milieu. Comme attendu, la mesure montre une sensibilité importante à la diffusivité thermique du milieu, dont on constate qu'elle reste constante quelle que soit la fréquence de modulation. La sensibilité affichée sur la dimension de la source de chaleur à partir des courbes d'atténuation est trompeuse. En effet, travailler sur l'atténuation répercute sur l'ensemble des valeurs d'amplitude la valeur mesurée au droit de la source dont on sait qu'elle dépend fortement de la taille de cette dernière. Ainsi, qu'en photoréflexion, il faut donc autoriser un degré de liberté supplémentaire (i.e. offset sur la valeur de l'atténuation), pour ne pas affecter un poids artificiellement trop élevé au paramètre extension de la source de chaleur.

Comme le laisse attendre l'analyse unidimensionnelle, la sensibilité aux paramètres élastiques augmente avec la fréquence de modulation f , mais reste très faible, dans les configurations testées, dans la zone qui précède le minimum de phase. Ceci confirme que dans la zone centrale le phénomène qui domine reste la dilatation du matériau sous l'effet de la diffusion de la chaleur. Plutôt que de calculer les sensibilités aux paramètres élastiques E et ν , on préfère évaluer celles sur C_l et C_t (vitesse de propagation des ondes acoustiques longitudinales et transversales), grandeurs qui apparaissent plus naturellement lorsqu'on s'intéresse à un problème élastique en régime harmonique. Le tableau 4.2.1, récapitule les écarts-types sur la valeur des paramètres matériaux calculés en suivant la méthode décrite ici, pour des milieux de différentes natures. Ces calculs confirment la forte sensibilité de la mesure à la diffusivité thermique du milieu. En outre, ils montrent que lorsque la valeur de ce dernier paramètre est élevée, la sensibilité aux paramètres élastiques devient significative.

| Matériau | μ/λ_l (5MHz) | μ/λ_t (5MHz) | $\Delta\alpha/\alpha$ | $\Delta r/r$ | $\Delta C_l/C_l$ | $\Delta C_t/C_t$ |
|------------------|------------------------|------------------------|-----------------------|--------------|------------------|------------------|
| Argent | 2,89% | 6,37% | 0,54% | 2,28% | 3,37% | 3,36% |
| Or | 2,29% | 7,61% | 0,56% | 2,14% | 7,87% | 1,74% |
| Aluminium | 1,15% | 2,27% | 0,66% | 0,79% | 26,8% | 41,9% |
| Béryllium | 0,49% | 0,71% | 0,58% | 1,79% | 203% | 646% |
| SiC | 1,17% | 1,84% | 0,61% | 1,47% | 20,9% | 98,7% |
| Nickel | 0,67% | 1,17% | 0,62% | 1,31% | 52,2% | 138% |
| Titane | 0,23% | 0,42% | 0,76% | 0,46% | 715% | 15512% |
| SiO ₂ | 0,12% | 0,20% | 1,15% | 0,38% | 459% | 17628% |

Tableau 4.2.1 Incertitudes sur la valeur des paramètres r , α , C_l et C_t identifiés pour différents types de matériaux.

Si cette approche semble à même d'évaluer correctement le rapport entre les écarts types, leur valeur exacte dans le cas de la diffusivité thermique semble très optimiste. On s'attend plutôt, de même qu'en photoréflexion, à un écart-type de l'ordre de 5%. Cette sous-estimation des incertitudes expérimentales, s'explique par une sous-

estimation importante des bruits d'amplitude et de phase représentés sur la figure 4.2.12 ainsi que ceux considérés dans les calculs. Des mesures plus précises seront réalisées sous peu en mettant en oeuvre une fonction de la détection synchrone installée sur le dispositif expérimental dédiée à cet effet, et qui n'a pas encore été mise en oeuvre de façon systématique. Quelques relevés manuels confirment néanmoins que le bruit présenté sur la figure 4.2.11 sous-estime le bruit réel.

S'il est établi que la sensibilité à la diffusivité thermique du milieu reste excellente dans toutes les configurations testées, il apparaît que la sensibilité aux paramètres C_l et C_t bien que faible peut s'avérer suffisante dans certaines configurations pour perturber l'identification de r_g et μ . Bien que minime, les paramètres élastiques (E, ν) doivent donc parfois être identifiés simultanément.

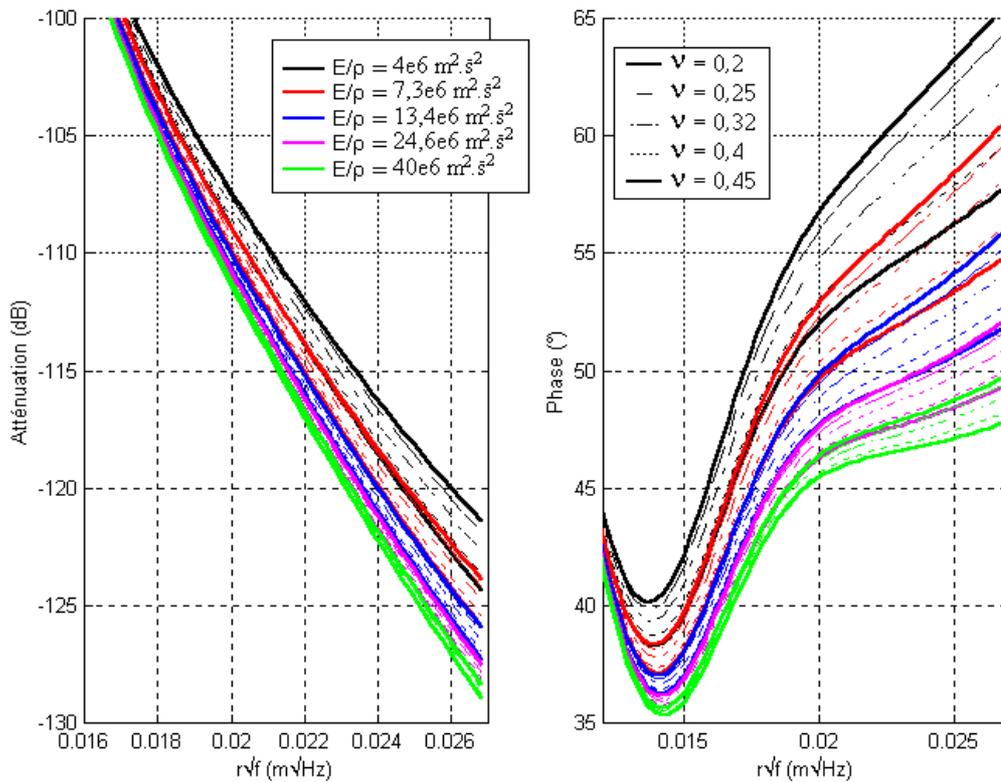


Figure 4.2.15 Evolution de l'atténuation et de la phase du déplacement hors-plan périodique après le minimum de phase et le point de cassure. Fréquence de modulation 5 MHz, $r_g = 2 \mu\text{m}$, $\alpha = 128 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$.

La figure 4.2.15 confirme que, dans le cas d'un milieu de forte diffusivité thermique (cf. or $\alpha_{Or} = 128 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) et à fréquence élevée ($f = 5 \text{ MHz}$), l'évolution de l'atténuation et de la phase au-delà du minimum de phase dépend de façon significative du couple de paramètres (E, ν). Si l'identification de ces paramètres est de ce fait nécessaire, ces évolutions indiquent aussi que le couple de paramètre qui minimise la fonction χ^2 n'est sans doute pas unique, puisque au delà du minimum de phase, les faisceaux des courbes d'atténuation et de phase simulés pour différents couples de valeurs (E, ν) se recouvrent. Ce résultat reste valable si on distingue ces évolutions en fonction des paramètres C_l et C_t .

IV.2.3 Exploitation d'une mesure photothermique interférométrique

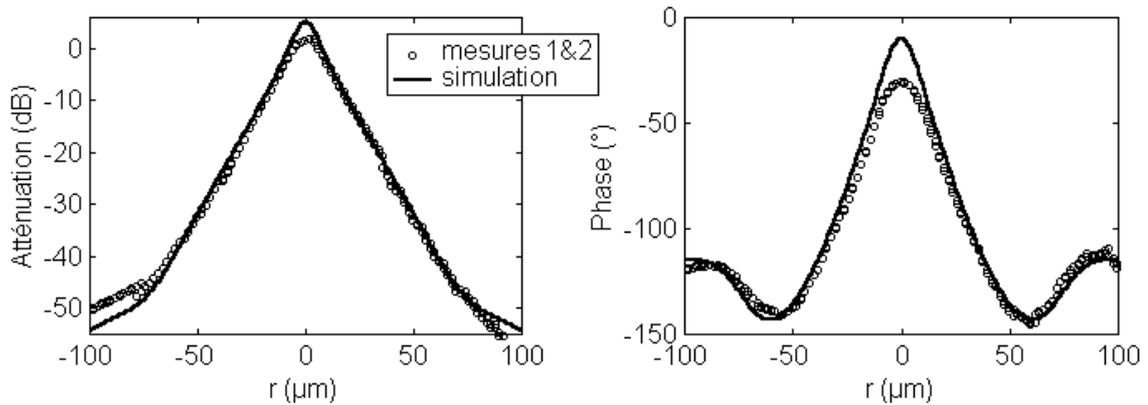


Figure 4.2.16 Mesure photothermique interférométrique réalisée sur un échantillon d'AlPdMn quasi-cristallin isotrope. La position des points de cassure, des minimums de phase ainsi que les pentes des portions linéaires des profils d'atténuation indiquent une diffusivité thermique de l'ordre de $0,55 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$. Sont représentés les profils d'atténuation et phase simulés pour cette valeur de diffusivité thermique et en fixant arbitrairement la valeur du paramètre $r_g = 5 \text{ } \mu\text{m}$. (Objectif x20, fréquence de modulation 1 kHz).

Les développements présentés dans les paragraphes précédents montrent que les mesures photothermiques interférométriques doivent permettre la mesure de la diffusivité thermique de milieux homogènes et isotropes. Une mesure est donc réalisée sur l'échantillon d'AlPdMn quasi-cristallin utilisé précédemment que l'on sait parfaitement isotrope. Pour tenter d'une part de valider par l'expérience la modélisation proposée, et d'autre part de caractériser cet échantillon à l'aide de la méthode du minimum de phase. La figure 4.2.16 montre le résultat d'une mesure réalisée à 1 kHz, et la comparaison avec une simulation de la composante hors-plan du déplacement surfacique. Cette mesure répétée fournit les mêmes résultats, indiquant une bonne répétabilité de l'expérience. On adopte pour cette simulation une valeur de diffusivité thermique de $0,55 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ qu'indiquent la position des points particuliers (cassure et minimum de phase), ainsi que les pentes des portions linéaires des profils d'atténuation, on pose ici arbitrairement $r_g = 5 \text{ } \mu\text{m}$. Différentes valeurs du couple (E, ν) ont été testées qui comme attendu pour cette faible fréquence de modulation n'influencent pas la forme du champ de déplacement.

Malgré l'utilisation d'une approche très sommaire, on obtient une adéquation très satisfaisante entre simulation et expérience. La diffusivité obtenue est conforme à celle indiquée dans la littérature pour ce type de matériau, et est proche de celle qu'indique l'exploitation empirique des données expérimentales obtenues en régime impulsionnel. En l'état, on peut attribuer l'écart entre simulation et expérience aux effets de convolution, de sorte que pour faciliter l'exploitation de ces mesures, une méthode d'identification itérative des paramètres expérimentaux est à nouveau souhaitée. Cependant, la mise en place de ce programme est prématurée, compte tenu des nombreux artefacts expérimentaux qui perturbent la mesure et dont l'étude fait l'objet du chapitre suivant.

IV.3 Potentialités de la microscopie photothermique interférométrique

Dans ce chapitre est détaillée la conception d'un microscope interférométrique dédié à la mesure de l'élévation périodique de la surface d'un échantillon lors d'une expérience de microscopie photothermique interférométrique, mais qui permet aussi de réaliser des mesures par photoréflexion. L'analyse des caractéristiques et performances de l'instrument indique notamment une sensibilité de 10^{-5} sur la mesure des variations relatives de réflectivité, et de quelques picomètres sur la mesure de la différence de marche périodique mesurée par interférométrie différentielle. Des exemples de mesures sont présentés qui montrent que cet instrument permet d'accéder au moins à la diffusivité thermique du milieu.

Pour mieux cerner les phénomènes observés par microscopie photothermique interférométrique, le cas des milieux isotropes est étudié en détail. Cette analyse montre que le champ de déplacement mesuré dans la gamme de fréquence explorée par le dispositif est produit par la dilatation en régime statique du matériau. En conséquence, la sensibilité aux paramètres élastiques du matériau est trop pauvre pour espérer accéder aux module d'Young et coefficient de Poisson de ce dernier. La zone affectée par la dilatation thermo-élastique est beaucoup plus étendue en volume que celle affectée par l'élévation périodique de température, de sorte que la résolution spatiale des mesures interférométriques est plus pauvre que celle des mesures par photoréflexion. Cet inconvénient relatif est compensé par un rapport signal/bruit plus grand de près d'un ordre de grandeur, et signifie surtout que la caractérisation porte sur un volume élémentaire représentatif plus grand. Enfin, une méthode d'exploitation très simple est proposée qui repose sur la localisation de deux points particuliers (minimum de phase et point de cassure d'atténuation) situés à une distance de la source de chaleur proportionnelle à la longueur de diffusion thermique dans le milieu.

Les perspectives qu'offre cet instrument en terme de caractérisation thermique microscopique sont d'ores et déjà intéressantes puisqu'il permet de mesurer la diffusivité thermique de milieux homogènes et isotropes avec une sensibilité au moins aussi importante que par photoréflexion. Les techniques d'analyse doivent être cependant affinées, et des modèles doivent être proposés pour traiter le cas de configurations plus complexes (milieux hétérogènes, anisotropes). Si des développements instrumentaux sont sans doute nécessaires, ils n'apparaîtront qu'avec le recul lorsque des campagnes de mesures plus systématiques et sur des échantillons divers auront été réalisés. Cependant, quelques artefacts expérimentaux ont déjà pu être observés, sur cet instrument ou sur des dispositifs de conception similaire et par d'autres équipes. L'analyse de ces phénomènes fait l'objet du chapitre suivant.

Chapitre VII

Conclusions et Perspectives

VII.1 Conclusions

Ce mémoire traite de la caractérisation thermo-élastique microscopique des constituants des composites carbone-carbone et des barrières thermiques pour aube de turbine. Plus que l'étude de ces matériaux, de nature très différente, le travail réalisé a pour objectif de mettre en place une technique expérimentale qui permette de réaliser ces analyses. Après avoir décrit les propriétés particulières de ces matériaux, une étude bibliographique a été menée pour répertorier les nombreuses techniques qui sont aujourd'hui à même de mesurer des propriétés thermiques et/ou mécaniques à une échelle très locale. Parmi ces dernières, les techniques de microscopie photothermique seules semblent permettre ces deux types d'investigation et laisser espérer obtenir des résultats à court terme sur ces matériaux complexes.

VII.1.1 Caractérisation thermique microscopique

Dans une première partie, après avoir rappelé comment la photoréflexion permet de mesurer la diffusivité thermique de volumes microscopiques de matériaux isotropes, des mesures sont réalisées sur des fibres de carbone puis sur des matrices de pyrocarbone. Les résultats montrent un effet marqué de la morphologie/texteure de ces matériaux graphités sur les transferts thermiques microscopiques au sein de ces constituants. Concernant les fibres de carbone, il apparaît que les transferts thermiques "transverses" sont souvent complexes, auquel cas le matériau ne peut être considéré comme homogène et aucune caractéristique transverse "équivalente" ne suffit à décrire le comportement observé. Lorsque des mesures par photoréflexion révèlent un comportement isotrope transverse, une méthode d'analyse simplifiée permet d'extraire de ces mesures réalisées sur les sections longitudinales de fibres, les diffusivités thermiques longitudinale et transverse.

Les matrices de pyrocarbone qui sont étudiées ici sont thermiquement homogènes. Cependant, leur anisotropie thermique élevée couplée à la rotation des axes principaux d'anisotropie thermique, traduisant l'enroulement des feuillets graphitiques autour des fibres, est à l'origine d'un effet géométrique observé sur les mesures réalisées par photoréflexion. Pour prendre en compte cet artefact, une fonction de Green approchée est proposée qui permet de transposer à ces milieux la technique d'analyse mise en oeuvre pour les fibres de carbone.

Dans une seconde partie, ont été traités les problèmes liés à la caractérisation des milieux hétérogènes. En effet, en présence de matériaux "transparents" tels que les constituants de barrières thermiques, le pompage optique qui produit l'échauffement observé par photoréflexion est inefficace, de sorte qu'un revêtement opacifiant doit être déposé. En contrepartie, la présence de cet élément supplémentaire modifie fortement le champ de température mesuré, et doit être pris en compte dans les modèles d'analyse. Après avoir rappelé la nature des phénomènes observés en présence d'hétérogénéités thermiques, des relations simplifiées sont établies à partir d'analyses unidimensionnelles qui permettent d'établir quelles propriétés du système dépôt/substrat peuvent être déduites de mesures par photoréflexion. Les mesures conventionnelles permettent théoriquement de déterminer les diffusivités des deux milieux ainsi que le rapport entre leurs effusivités thermiques au moyen d'un programme d'identification couplé à un modèle adapté. Cependant les sensibilités sur la mesure de ces trois paramètres dépendent fortement des caractéristiques du système. S'agissant de la caractérisation d'un substrat, on montre qu'elle est d'autant plus précise que le revêtement est mince et isolant, la caractérisation d'un revêtement "mince" nécessitant plutôt de pouvoir explorer une large plage fréquentielle. Les exemples présentés valident la méthode dans le cas des revêtements minces et diffusifs mais montrent aussi ses insuffisances dans le cas de revêtements thermiquement épais, où on suspecte notamment que la modélisation du comportement thermique de l'interface dépôt/substrat est insuffisante.

Dans un deuxième temps, des simulations sont réalisées pour proposer une configuration expérimentale ainsi que des techniques d'analyse qui permettent d'exploiter quantitativement les images photothermiques de milieux hétérogènes. On montre que la variation de la phase observée sur les images réalisées en déplaçant simultanément les faisceaux sonde et pompe à offset non nul peut être reliée aux variations de la longueur de diffusion thermique entre les différentes régions imagées de l'échantillon. Les cas des discontinuités et des milieux continûment hétérogènes sont examinés. En outre une analyse est effectuée qui montre que la notion statique de résistance thermique est certainement inadaptée pour décrire le comportement thermique d'une interface en régime dynamique.

VIII.1.2. Caractérisation thermoélastique microscopique

Pour tenter de caractériser par microscopie photothermique les propriétés thermo-élastiques de volumes microscopiques de matière, un interféromètre différentiel de type Nomarski est incorporé au dispositif expérimental de façon à observer l'élévation de la surface de l'échantillon sous l'effet du pompage optique. L'architecture de ce nouveau dispositif est détaillée, avant de présenter ses performances ainsi que des résultats expérimentaux typiques qu'il permet de réaliser (régime modulé, impulsif, balayage fréquentiel). Pour confirmer la sensibilité apparente de ces mesures à la diffusivité thermique du milieu et évaluer la possible sensibilité à ses caractéristiques

élastiques, une analyse théorique est proposée pour traiter le cas des milieux homogènes et isotropes. Cette analyse permet de préciser l'extension de la perturbation thermo-élastique qui s'avère beaucoup plus étendue que la région où se produit l'élévation de température. En outre, on observe qu'à la surface de l'échantillon, la composante verticale du déplacement s'atténue plus rapidement que la composante plane, cette dernière fixant donc la résolution spatiale de la mesure. Enfin, une analyse de sensibilité est menée qui montre que la diffusivité thermique du milieu peut être déduite de la mesure de l'élévation périodique de la surface et notamment de la position du point de cassure de l'atténuation et du minimum de phase. Enfin, on montre que les paramètres élastiques du milieu peuvent difficilement être déduits de telles mesures. En effet, dans la plage fréquentielle explorée par le microscope la sensibilité à ces paramètres est faible, tandis que leurs effets semblent fortement corrélés.

Cette méthode semblant néanmoins intéressante pour effectuer des caractérisations thermiques, une analyse plus détaillée est menée dans le cas d'un échantillon d'AlPdMn quasicristallin. On montre que le signal interférométrique est en réalité affecté par de nombreux signaux parasites et notamment de façon prépondérante par un effet de type photoréflexion. Un traitement simple est proposé pour s'affranchir de ces différents effets. La différence de marche mesurée par l'interféromètre est aussi affectée de façon non négligeable par la variation de l'indice de l'air dans la zone de mesure. Une modélisation plus complète est proposée pour prendre en compte ce phénomène mais celle-ci se révèle insuffisante. En plus d'effets de convolution complexes, il semble nécessaire de prendre en compte la variation non linéaire de l'indice et des propriétés thermiques de l'air avec la température. Des mesures réalisées sous vide partiel confirment que la variation d'indice de l'air est bien à l'origine de la perturbation, effet dont on peut par ailleurs supposer qu'il sature rapidement du fait de l'élévation importante de la température dans la zone de mesure, et est peu présent lorsque les matériaux étudiés ont une diffusivité thermique moyenne.

Enfin, dans une dernière partie est abordé le cas des milieux anisotropes. Ces milieux ont motivés les développements présentés sur le thème de la microscopie photothermique interférométrique. Les analyses théoriques et expérimentales présentées ici démontrent la sensibilité importante de ces mesures à l'anisotropie élastique du milieu. Une analyse simplifiée est proposée dans le cas des milieux cubiques. On déduit de ces mesures la diffusivité thermique, l'orientation des axes principaux d'anisotropie ainsi que l'anisotropie élastique du milieu. Cette méthode est appliquée à des échantillons monocristallins d'AM1 d'orientation connue et dont les résultats sont en accord avec les données disponibles pour ce matériau. En outre, l'analyse indique que la diffusivité thermique et l'anisotropie élastique des grains peuvent être déduites des images photothermiques interférométriques de matériaux polycristallins. Cependant, une seule image est insuffisante pour déterminer l'orientation de chaque grain. Enfin, le cas de la symétrie hexagonale étant abordé, on montre que des résultats expérimentaux observables sur des milieux de symétrie faible sont difficiles à exploiter car l'anisotropie de comportement peut avoir plusieurs origines. Néanmoins, ces résultats ouvrent des perspectives intéressantes pour la caractérisation d'anisotropies locales et pour la mesure de l'orientation des axes principaux d'anisotropie. Une application potentielle concerne l'anisotropie induite par la texture, qui est peu connue dans le cas des revêtements et dépôts minces de nature diverse.



Figure 7.1 Mise en place de la platine chauffante permettant de réaliser des mesures photothermiques sous atmosphère contrôlée et à température élevée (i.e. jusqu'à 1500°C).

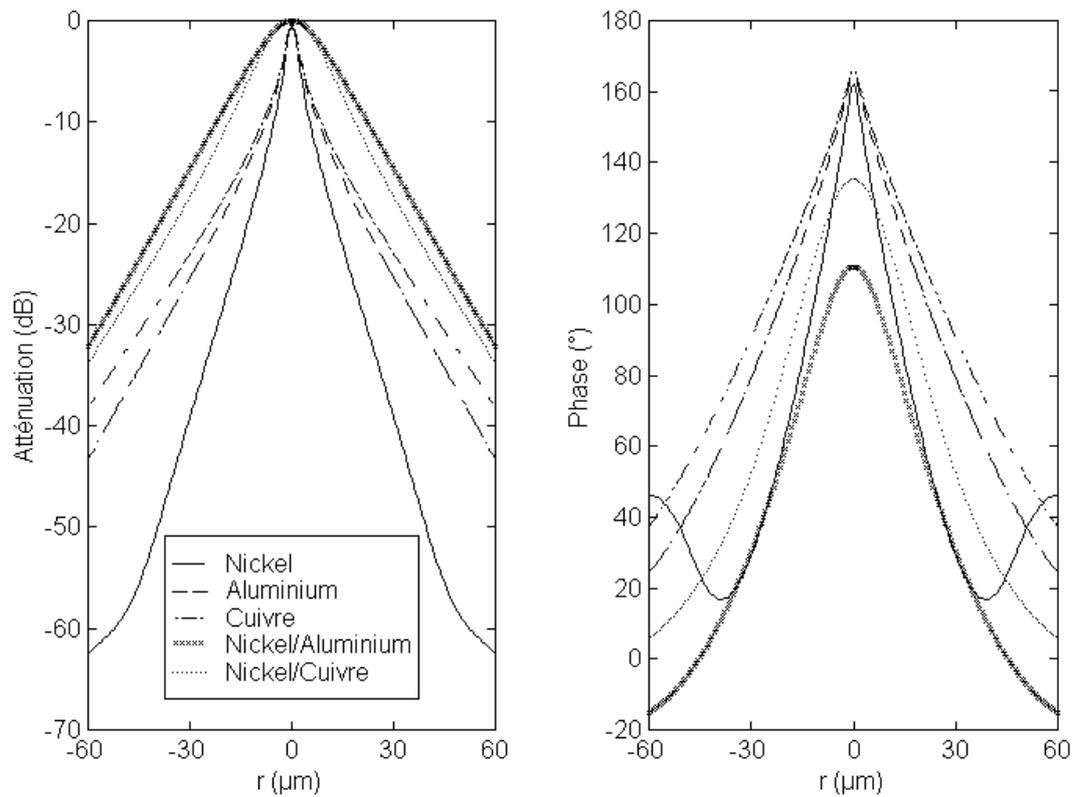


Figure 7.2 Profils de l'élévation périodique de la surface d'un milieu semi-infini revêtu lors d'une expérience photothermique en régime modulée. Comparaison entre les profils obtenus pour trois milieux massifs (Nickel, Aluminium, Cuivre) et deux milieux revêtus (Nickel/aluminium & Nickel/cuivre). Fréquence de modulation 100 kHz, $r_g=1\mu\text{m}$, épaisseur de revêtement $10\mu\text{m}$.

VII.2 Perspectives

Les suites à donner à ce travail sont nombreuses. Les développements proposés ici sur le thème de la photoréflexion ne font qu'étendre un peu plus les possibilités qu'offre cet instrument, par ailleurs déjà extensivement utilisé pour accéder aux propriétés thermiques locales des matériaux. A l'opposé, le travail qu'il reste à produire pour transformer la microscopie photothermique interférométrique en un outil de caractérisation thermo-"élastique" microscopique est encore important. Sont récapitulées ci-dessous les voies qui n'ont pas été pleinement explorées ou exposées dans ce mémoire.

VIII.2.1 Développements instrumentaux

Si le travail mené avait pour objectif principal de proposer des techniques d'analyse, un dispositif expérimental a aussi été réalisé pour effectuer les mesures. Pour améliorer les possibilités d'analyse plusieurs développements instrumentaux sont apparus nécessaires et ont été parfois réalisés. Parmi les réalisations non présentées dans ce mémoire, citons la mise en place d'un système "autofocus" assurant la focalisation optimale du faisceau pompe à la surface de l'échantillon et donc la stabilité et la répétabilité de la mesure [TAI03]. Un tel système est réellement nécessaire notamment pour réaliser les images photothermiques. Enfin, les matériaux étudiés ici étant soumis à des ambiances sévères en température et pression, une enceinte permettant de réaliser les mesures photothermiques sous atmosphère contrôlée jusqu'à 1500°C (cf. figure 7.1) a été installée sur le montage dont l'utilisation est déjà validée sur des matériaux de référence, et dont la validation est en cours sur des composites C/C [LEH03].

Pour rendre le système plus performant encore, la diode laser dont est issu le faisceau sonde a été remplacée par un laser OPO, qui produit un faisceau de meilleure qualité et de longueur d'onde plus faible ($\approx 460\text{nm}$) permettant un accroissement significatif de la résolution spatiale de la mesure et de la sensibilité de l'interféromètre. L'installation de ce nouveau laser doit être finalisée sous peu. Il est aussi prévu d'installer un oscilloscope numérique qui permettrait de réaliser en parallèle des mesures conventionnelle et en régime impulsionnel. Pour exploiter ces mesures, une modélisation adaptée devra être proposée.

Un étalonnage doit être effectué pour estimer l'intensité lumineuse absorbée par l'échantillon, en mesurant le flux réfléchi du faisceau pompe (cf. système autofocus). Connaître ce paramètre permettrait d'exploiter plus pleinement la mesure simultanée de l'élévation de température (i.e. $\Delta R/R$) et du déplacement en configuration interférométrique. Enfin, l'électronique du système autofocus peut être détournée pour asservir l'interféromètre au sommet d'une frange d'interférence. Grâce à ce système, mesurer le déplacement en détectant le second harmonique du signal photothermique et la température en mesurant le premier devient possible. Cette approche éviterait la recherche fastidieuse des points d'inflexion de la frange d'interférence, tâche pour laquelle un système d'asservissement peut aussi être mis au point.

VII.2.2 Modélisation et expérience

Concernant la caractérisation photothermique, le travail souffre avant tout d'un manque de données expérimentales concernant la caractérisation de milieux hétérogènes. Des mesures sont actuellement réalisées pour illustrer les développements théoriques présentés sur ce thème (revêtement/substrat, interfaces, milieux à gradient de propriétés). Des lacunes importantes demeurent s'agissant du problème de la caractérisation des dépôts thermiquement épais où il apparaît notamment que les modèles proposés pour traduire le comportement thermique d'une interface en régime dynamique sont insuffisants. Cette thématique de la caractérisation des interfaces est intéressante pour mettre en œuvre les techniques d'analyse des mesures par photoréflexion en mode imagerie thermique.

Concernant la caractérisation des fibres et matrices de composite, le travail réalisé semble répondre aux besoins exprimés par les élaborateurs qui sont demandeurs de ces informations. Cependant l'analyse des données expérimentales repose encore sur une modélisation très simpliste qui peut sans doute être améliorée. En outre, il n'a pas été possible de fournir les caractéristiques demandées de certaines fibres au comportement trop complexe. La photoréflexion s'étant alors montrée à la fois trop et trop peu résolue, cette étude pourra être entamée à nouveau lorsque la résolution du microscope sera améliorée.

S'agissant de la microscopie interférométrique, il faut proposer à court terme une modélisation plus complète de la mesure de la différence de marche qui prenne en compte de façon satisfaisante l'influence des variations d'indice de l'air. Ce calcul complexe devra prendre en compte les variations non-linéaires de l'indice et des propriétés thermiques en fonction de la température. Ce travail une fois effectué, des mesures fiables pourront être envisagées sur des matériaux faiblement diffusifs.

Une application immédiate de la microscopie photothermique interférométrique porte sur la mesure de l'anisotropie élastique locale. Pour mener à bien ces caractérisations, des travaux importants restent à engager pour proposer des techniques dédiées à l'analyse de milieux de symétrie faible. Pour conclure quant au problème de la mesure de l'anisotropie et de l'orientation des axes principaux d'anisotropie il faut mentionner qu'un travail est mené pour exploiter de façon quantitative les images photothermiques de polycristaux.

Enfin, l'application potentielle de la microscopie photothermique interférométrique à la caractérisation de revêtements et substrats a été explorée (cf. figure 7.2, cf. Annexe II). N'étant pas finalisé, ce travail n'a pas été présenté ici, mais montre déjà qu'en plus des diffusivités thermiques et du rapport des effusivités thermiques, déjà mesurables par photoréflexion, il serait possible d'accéder de façon relative au coefficient de dilation thermique des milieux en présence voire à leur rigidité.

A plus long terme, on peut souhaiter que ce dispositif prenne une place plus importante dans les laboratoires d'analyse et de caractérisation, où il devra faire ses preuves face aux techniques émergentes à sondes locales et intrusives. Cependant, la photoréflexion est aujourd'hui une technique bien établie, et le passage vers une configuration mixte photoréflexion/interférométrique qui offre à moindre frais des possibilités de mesures nouvelles, d'une grande sensibilité, et des applications potentielles à court terme semble une évolution naturelle des microscopes photothermiques.

Annexes

Annexe I

Calcul des champs de température et de déplacement lors d'une expérience photothermique en régime modulé. Cas d'un milieu homogène et isotrope

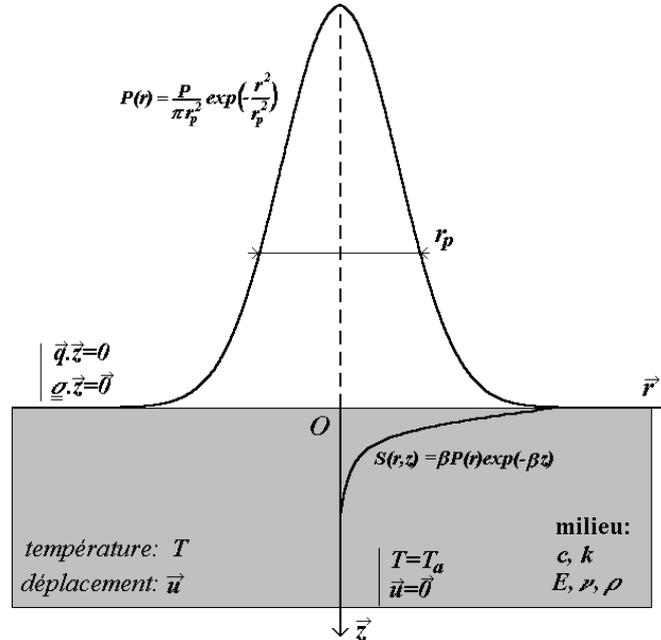


Figure AI.1 Modélisation adoptée pour calculer le champ de température et de déplacement dans un milieu semi-infini homogène et isotrope lors d'une expérience photothermique en régime modulé.

Considérons un milieu semi-infini homogène à la surface duquel est focalisé un faisceau laser, dont l'intensité est modulée à la fréquence f (pulsation ω). La surface du milieu correspond au plan (O, \vec{r}) , d'un repère cylindrique dont l'axe (O, \vec{z}) est confondu avec l'axe de symétrie du faisceau, et orienté vers l'intérieur du milieu (cf. fig. AI.1). On désigne respectivement par $T(r,z)$ et $\vec{u}(r,z)$ la température et le déplacement en chacun des points du milieu.

A1.1 Equations constitutives

En mode TEM00, la répartition énergétique transverse d'un faisceau laser est gaussienne et caractérisée par le rayon r_p pour lequel l'atténuation vaut e^{-1} . Cette énergie lumineuse est partiellement absorbée par le milieu selon la loi de Beer-Lambert puis convertie en chaleur. La distribution en volume S de la source de chaleur ainsi produite est décrite par la relation :

$$S(r, z) = \frac{1}{2} P \frac{\beta_p (1 - R_p)}{\pi r_p^2} \exp\left(-\left(\frac{r}{r_p}\right)^2\right) \exp(-\beta_p z) [1 + \cos(\omega t)] \quad (\text{A1.1})$$

où P est la puissance du faisceau pompe, R_p et β_p sont respectivement les coefficients de réflexion et d'absorption optiques du milieu à la longueur d'onde du faisceau pompe.

L'élévation de la température du milieu produite par cette source de chaleur est calculée en résolvant l'équation de conservation de la chaleur :

$$c \frac{\partial T}{\partial t} = -\text{div}(\vec{q}) + S \quad (\text{A1.2})$$

où c est la chaleur volumique du milieu. Si le milieu est thermiquement isotrope le flux de chaleur \vec{q} est relié au gradient de température par la loi de Fourier :

$$\vec{q} = -k \overrightarrow{\text{grad}}(T) \quad (\text{A1.3})$$

où k est la conductivité thermique du milieu. En remplaçant (A1.3) dans (A1.2), on obtient :

$$\frac{\partial cT}{\partial t} = -k\Delta T + S \quad (\text{A1.4})$$

Enfin, il faut écrire les conditions aux limites du problème. Au-delà d'une fréquence seuil, on considère que le flux de chaleur transmis du milieu vers l'air environnant est statique. En effet, la très faible impédance thermique de l'air permet de négliger en première approximation les transferts par conduction par ailleurs plus importants que les dissipations radiato-convectives [ROU84] :

$$\left. \frac{\partial \vec{q} \cdot \vec{z}}{\partial t} \right|_{z=0} = - \left. \frac{\partial k \cdot \frac{\partial T}{\partial z}}{\partial t} \right|_{z=0} = 0 \quad (\text{A1.5})$$

lorsque $r, z = +\infty$, la température T est supposée égale à la température ambiante notée T_a :

$$\lim_{z \rightarrow +\infty} T = T_a \quad (\text{A1.6})$$

Cette élévation de température $T - T_a$ déforme le milieu qui se dilate. Le champ de déplacement \vec{u} résultant est obtenu en résolvant l'équation de la dynamique :

$$\rho \frac{\partial^2 \vec{u}}{\partial t^2} = \overrightarrow{\text{div}} \sigma \quad (\text{A1.7})$$

où ρ est la masse volumique du milieu et σ le tenseur des contraintes. En régime thermo-élastique, si le milieu est isotrope, le comportement est régi par la loi de Hook qui fait intervenir trois coefficients d'élasticité et qui s'écrit dans l'hypothèse des petites perturbations :

$$\sigma = \lambda \text{tr}(\epsilon - \alpha \Delta T \mathbf{1}) + 2\mu(\epsilon - \alpha \Delta T \mathbf{1}) \quad (\text{A1.8})$$

où λ et μ sont les coefficients de Lamé, α le coefficient de dilatation thermique linéaire et ϵ le tenseur de déformation qui vaut :

$$\epsilon = \frac{1}{2}(\text{grad}(\vec{u}) + \text{grad}^T(\vec{u})) \quad (\text{A1.9})$$

Les coefficients de Lamé peuvent s'écrire en fonction du module d'Young E et du coefficient de Poisson ν comme suit :

$$\lambda = \frac{E}{(1-2\nu)(1+\nu)} \quad \mu = \frac{E}{1+\nu} \quad (\text{A1.10})$$

L'ensemble des relations (A1.7) à (A1.10) conduisent à la relation de Navier :

$$\mu \Delta \vec{u} + \frac{1}{1-2\nu} \overrightarrow{\text{grad}(\text{div} \vec{u})} - \frac{2(1+\nu)}{E} \rho \frac{\partial^2 \vec{u}}{\partial t^2} = \alpha \frac{2(1+\nu)}{1-2\nu} \overrightarrow{\text{grad} T} \quad (\text{A1.11})$$

Enfin, on suppose que la surface du milieu est libre d'efforts :

$$\vec{\sigma} \vec{z} \Big|_{z=0} = \vec{0} \quad (\text{A1.12})$$

et que loin de la source de chaleur ($r, z \rightarrow +\infty$), le milieu n'est plus affecté par la perturbation thermo-élastique :

$$\vec{u} \Big|_{r, z \rightarrow +\infty} = \vec{0} \quad (\text{A1.13})$$

A1.2 Calcul du champ de température

Le problème étant linéaire, on peut décomposer la température en trois termes qui peuvent être calculés indépendamment :

$$T = T_a + T_c + \delta T e^{j\omega t} \quad (\text{A1.14})$$

T_c désigne la composante continue de l'élévation locale de température et δT l'amplitude complexe de sa composante harmonique, produites par les parties respectivement continue et alternative de la source de chaleur s . On désigne par δS cette composante alternative dont l'amplitude vaut :

$$\delta S(r, z) = \frac{1}{2} P \frac{\beta_p (1 - R_p)}{\pi r_p^2} \exp\left(-\left(\frac{r}{r_p}\right)^2\right) \exp(-\beta_p z) \quad (\text{A1.15})$$

A1.2.1 Calcul de l'élévation périodique de température

En régime périodique, l'équation (A1.4) s'écrit comme une équation de propagation :

$$\Delta(\delta T) - j \frac{\omega}{\alpha} \delta T = -\frac{\delta S}{k} \quad (\text{A1.16})$$

Le problème étant axisymétrique, cette équation s'écrit dans le repère cylindrique (O, \vec{r}, \vec{z}) :

$$\frac{\partial^2 \delta T}{\partial z^2} + \frac{\partial^2 \delta T}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial \delta T}{\partial r} - j \frac{\omega}{\alpha} \delta T = -\frac{\delta S}{k} \quad (\text{A1.17})$$

En appliquant à (A1.17) une transformée de Hankel d'ordre 0 on obtient :

$$\frac{\partial_2 \delta \tilde{T}(u, z)}{\partial z^2} - (4\pi^2 u^2 + j \frac{\omega}{\alpha}) \delta \tilde{T} = -\frac{\delta \tilde{S}}{k} \quad (A1.18)$$

où $\delta \tilde{T}(u, z)$ et $\delta \tilde{S}(u, z)$ désignent respectivement les transformées de Hankel d'ordre 0 de $\delta T(r, z)$ et de $\delta S(r, z)$, définies par :

$$\delta \tilde{T} = 2\pi \int_0^{+\infty} \delta T J_0(2\pi r u) r dr \quad \delta \tilde{S} = 2\pi \int_0^{+\infty} \delta S J_0(2\pi r u) r dr \quad (A1.19)$$

où J_0 est la fonction de Bessel de première espèce d'ordre 0, et u la variable conjuguée de r dans l'espace de Hankel, où les conditions aux limites (A1.5) et (A1.6) s'écrivent :

$$\left. \frac{\partial \delta \tilde{T}}{\partial z} \right|_{z=0} = 0 \quad \lim_{z=0} \delta \tilde{T} = 0 \quad (A1-20)$$

Ainsi posé, le problème se réduit à la résolution d'une équation différentielle du second ordre dont la solution est analytique et vaut :

$$\delta \tilde{T} = \frac{\beta(1-R)P}{2k(\beta^2 - q_{th}^2)} \exp(-(\pi r_g u)^2) \left[\frac{\beta}{q_{th}} \exp(-q_{th} z) - \exp(-\beta z) \right] \quad (A1.21)$$

avec :

$$q_{th}^2(u) = 4\pi^2 u^2 + j \frac{\omega}{\alpha} \quad (A1.22)$$

L'élévation périodique de température δT est ensuite calculée en réalisant numériquement la transformation de Hankel inverse de $\delta \tilde{T}$:

$$\delta T = 2\pi \int_0^{+\infty} \delta \tilde{T} J_0(2\pi r u) u du \quad (A1.23)$$

A1.1.2 Calcul de l'élévation continue de température

Il est utile de pouvoir estimer la composante continue de l'élévation de température du milieu. Les références [LOZ97, LOZ98] présentent le moyen de mener à bien ces calculs en considérant différentes hypothèses. On retiendra surtout l'expression de l'élévation maximale de la température d'un milieu opaque, en l'absence de dissipation thermique en surface [LAX77] :

$$T_c^{\max} = \frac{P}{2\sqrt{\pi k r_g}} \quad (A1.24)$$

qui indique l'augmentation maximale de température qu'est susceptible de voir le milieu. Une extension non linéaire de ce calcul est proposée [LAX78] dans le cas où la conductivité thermique du milieu varie en fonction de la température.

A1.3 Calcul du champ de déplacement

L'élévation de la température du milieu $T-T_a$ étant désormais connue, il reste à calculer le champ de déplacement \vec{u} dû à la dilatation du milieu. N'est présenté ici que le calcul de la composante alternative $\delta\vec{u}$ du déplacement qui est associée à l'élévation périodique de température δT . La première étape de la résolution consiste à écrire que le vecteur déplacement est la somme d'un gradient et d'un terme rotationnel :

$$\vec{u} = \overrightarrow{\text{grad}}\varphi + \overrightarrow{\text{rot}}\vec{\psi} \quad (\text{A1.25})$$

avec :

$$\text{div}\vec{\psi} = 0 \quad (\text{A1.26})$$

Où φ est appelé potentiel scalaire, et $\vec{\psi}$ potentiel vecteur. En utilisant cette décomposition dans l'équation de Navier (A1-11), on obtient deux équations d'onde indépendantes :

$$(\lambda + 2\mu)\Delta\varphi - \rho\frac{\partial^2\varphi}{\partial t^2} = \alpha(3\lambda + 2\mu)T \quad (\text{A1.27})$$

$$\mu\Delta\vec{\psi} - \rho\frac{\partial^2\vec{\psi}}{\partial t^2} = 0 \quad (\text{A1.28})$$

qui sont couplées à travers les conditions aux limites. Ainsi, la condition (A1.12) impose :

$$\sigma_{zz} = 2\mu\left(\frac{\partial^2\varphi}{\partial z^2} + \frac{\partial}{\partial z}\left(\frac{\psi}{r} + \frac{\partial\psi}{\partial r}\right)\right) + \lambda\Delta\varphi - \alpha(3\lambda + 2\mu)T = 0 \quad (\text{A1.29})$$

$$\sigma_{rz} = \mu\left(2\frac{\partial^2\varphi}{\partial r\partial z} - k_i^2\psi - 2\frac{\partial^2\psi}{\partial z^2}\right) = 0 \quad (\text{A1.30})$$

et la condition (A1.13) :

$$\varphi\Big|_{r,z=+\infty} = 0 \quad \vec{\psi}\Big|_{r,z=+\infty} = \vec{0} \quad (\text{A1.31})$$

Du fait de la symétrie du problème, le déplacement en tout point du milieu, se réduit à ses seules composantes radiale et verticale :

$$\vec{u} \cdot \vec{e}_r = u_r e^{j\omega t} \quad (\text{A1.32})$$

$$\vec{u} \cdot \vec{e}_z = u_z e^{j\omega t} \quad (\text{A1.33})$$

et le potentiel vecteur $\vec{\psi}$, exprimé dans le repère (O, \vec{r}, \vec{z}) , à sa seule composante circonférentielle ψ_θ , notée désormais ψ . Dans ces conditions, :

$$u_r = \frac{\partial \varphi}{\partial r} - \frac{\partial \psi}{\partial z} \quad (\text{A1.34})$$

$$u_z = \frac{\partial \varphi}{\partial z} + \frac{\partial \psi}{\partial r} \quad (\text{A1.35})$$

On pose:

$$m = \alpha \frac{3\lambda + 2\mu}{\lambda + 2\mu} \quad (\text{A1.36})$$

$$k_l^2 = \frac{\omega^2}{C_l^2} = \frac{\rho\omega^2}{\lambda + 2\mu} \quad (\text{A1.37})$$

$$k_t^2 = \frac{\omega^2}{C_t^2} = \frac{\rho\omega^2}{\mu} \quad (\text{A1.38})$$

Où C_l et C_t correspondent respectivement aux célérités des ondes élastiques longitudinales et transversales qui se propagent dans le milieu et k_l et k_t les nombres d'ondes associés pour une pulsation ω . En utilisant ces notations, les équations (A1.27) et (A1.28) s'écrivent :

$$\Delta \varphi + k_l^2 \varphi = m \delta T \quad (\text{A1.39})$$

$$\Delta \psi - \frac{\psi}{r^2} + k_t^2 \psi = 0 \quad (\text{A1.40})$$

Pour résoudre ce problème analytiquement, une transformée de Hankel d'ordre 0 et appliquée à φ et une transformée de Hankel d'ordre 1 à ψ . On les note respectivement :

$$\tilde{\varphi}(u, z) = 2\pi \int_0^{+\infty} \varphi(r, z) J_0(2\pi ur) r dr \quad (\text{A1.41})$$

$$\tilde{\psi}(u, z) = 2\pi \int_0^{+\infty} \psi(r, z) J_1(2\pi ur) r dr \quad (\text{A1.42})$$

Cette opération transforme les équations (A1.39) et (A1.40) en :

$$\frac{d^2 \tilde{\varphi}}{dz^2} + (k_l^2 - 4\pi^2 u^2) \tilde{\varphi} = m \tilde{T} \quad (\text{A1.43})$$

$$\frac{d^2 \tilde{\psi}}{dz^2} + (k_t^2 - 4\pi^2 u^2) \tilde{\psi} = 0 \quad (\text{A1.44})$$

et les conditions aux limites (A1.29), (A1.31) et (A1.31) en :

$$\mu \left[4\pi u \frac{d\tilde{\psi}}{dz} + (8\pi^2 u^2 - k_i^2) \tilde{\rho} \right] = 0 \quad (\text{A1.45})$$

$$-\mu \left[4\pi u \frac{d\tilde{\phi}}{dz} + (8\pi^2 u^2 - k_i^2) \tilde{\rho} \right] = 0 \quad (\text{A1.46})$$

$$\tilde{\phi} \Big|_{z,r=+\infty} = 0 \quad (\text{A1.47})$$

$$\tilde{\psi} \Big|_{z,r=+\infty} = 0 \quad (\text{A1.48})$$

Les expressions analytiques des potentiels $\tilde{\phi}$ et $\tilde{\psi}$ sont obtenues en inversant ce système différentiel du second ordre. Les composantes u_r et u_z du déplacement sont finalement calculées en réalisant numériquement les intégrations suivantes :

$$u_r = 2\pi \int_0^{+\infty} \left(-2\pi u \tilde{\phi} - \frac{d\tilde{\psi}}{dz} \right) J_1(2\pi ur) u du \quad (\text{A1.49})$$

$$u_z = 2\pi \int_0^{+\infty} \left(2\pi u \tilde{\psi} + \frac{d\tilde{\phi}}{dz} \right) J_0(2\pi ur) u du \quad (\text{A1.50})$$

Annexe II

Calcul des champs de température et de déplacement lors d'une expérience photothermique en régime modulé. Cas d'un revêtement homogène isotrope sur un substrat homogène isotrope.

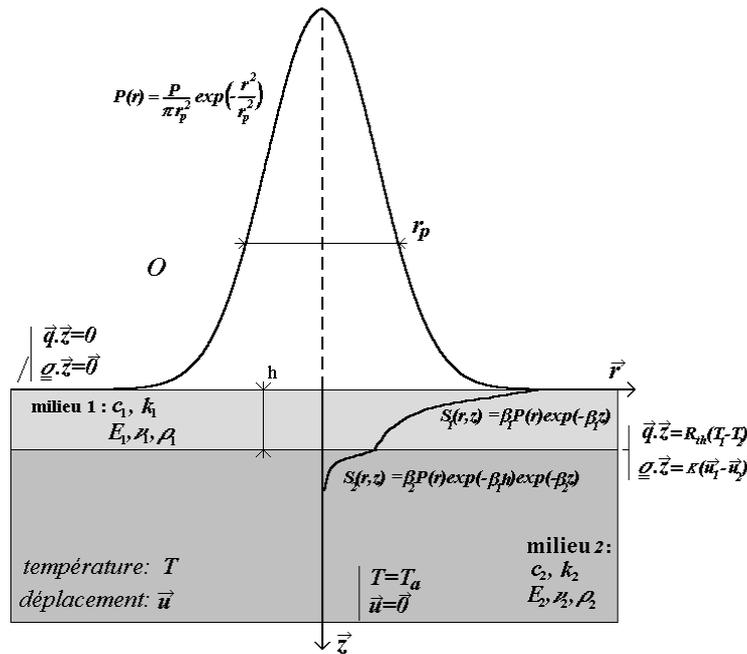


Figure A2.1 Modélisation adoptée pour calculer la réponse thermo-élastique d'un milieu soumis à une sollicitation photothermique en régime modulé, constitué d'un revêtement homogène isotrope déposé sur un substrat semi-infini homogène isotrope.

On considère un milieu constitué d'un substrat semi-infini homogène et isotrope sur lequel est déposé un revêtement d'épaisseur h lui-même homogène et isotrope (cf. figure A2.1). On focalise à la surface du revêtement un faisceau laser, dont l'intensité est modulée à la fréquence f (pulsation ω), et dont la répartition énergétique transverse $P(r)$ est supposée axisymétrique. Par la suite, on se place dans un repère cylindrique dont l'axe (O, \vec{z}) correspond à la normale intérieure au milieu confondue avec l'axe de symétrie du faisceau. A la surface libre du milieu correspond le plan (O, \vec{r}) (cf. figure A2.1). Sont résumées ici les étapes du calcul de l'élévation périodique de température δT et du déplacement harmonique $\delta \vec{u}$ en chaque point du milieu. Les équations fondamentales dont sont solutions ces deux grandeurs sont déjà écrites dans l'Annexe I. Les mêmes développements mathématiques étant utilisés, on se limite ici à la présentation et au traitement des hypothèses nouvelles propre à ce modèle.

A2.1 Calcul du champ de température

La présence d'un revêtement modifie le profil d'absorption de l'énergie. Pour décrire l'évolution en profondeur de l'intensité de la source de chaleur produite par pompage optique, la loi de Beer-Lambert (relation A1.1) est modifiée comme suit :

$$s(r,z)_{|z<h} = \frac{1}{2}\beta_1(1-R_1)P(r)\exp(-\beta_1 z)[1+\cos(\omega t)] \quad (\text{A2.1})$$

$$s(r,z)_{|z>h} = \frac{1}{2}\beta_2(1-R_1)P(r)\exp(-\beta_1 h)\exp(-\beta_2(z-h))[1+\cos(\omega t)] \quad (\text{A2.2})$$

R_1 , β_1 et β_2 désignent respectivement le coefficient de réflexion du revêtement et les coefficients d'absorption optique du revêtement et du substrat à la longueur d'onde du faisceau pompe. L'élévation de température est solution dans chacune des couches de l'équation de conservation de la chaleur (A1.2). Les milieux étant supposés isotropes, le flux de chaleur \vec{q} est relié au gradient de température par la loi de Fourier :

$$\vec{q} = -k_i \overrightarrow{\text{grad}}(T) \quad (\text{A2.3})$$

où k_1 et k_2 sont les conductivités thermiques du revêtement et du substrat. A fréquence élevée, on considère que la dissipation thermique en régime dynamique à la surface du milieu est négligeable, soit :

$$\left. \frac{\partial \vec{q} \cdot \vec{z}}{\partial t} \right|_{z=0} = -\left. \frac{\partial}{\partial t} k_1 \frac{\partial T}{\partial z} \right|_{z=0} = 0 \quad (\text{A2.4})$$

Enfin, loin de la source de chaleur, on suppose l'élévation de température nulle, soit :

$$\lim_{z \rightarrow +\infty} T = T_a \quad (\text{A2.5})$$

où T_a est la température ambiante.

Enfin, à l'interface du revêtement et du substrat, la continuité du flux de chaleur s'écrit :

$$-k_2 \left. \frac{\partial T}{\partial z} \right|_{z=h^+} = -k_1 \left. \frac{\partial T}{\partial z} \right|_{z=h^-} \quad (\text{A2.6})$$

Tandis que pour prendre en compte le saut de température associé à un contact thermique imparfait, il faut introduire la variable R_{th} , telle que :

$$-R_{th} k_1 \left. \frac{\partial T}{\partial z} \right|_{z=h} = T_1 \Big|_{z=h^-} - T_2 \Big|_{z=h^+} \quad (\text{A2.7})$$

aussi appelée résistance thermique.

Pour obtenir une expression semi-analytique de l'élévation périodique de température δT , une transformée de Hankel d'ordre 0 est appliquée à l'équation de conservation de la chaleur écrite en régime harmonique de façon à obtenir le système d'équations différentielles :

$$\frac{\partial^2 \delta \tilde{T}(u,z)}{\partial z^2} - (4\pi^2 u^2 + j \frac{\omega}{\alpha_i}) \delta \tilde{T} = -\frac{\delta \tilde{s}}{k_i} \quad (\text{A2.8})$$

où α_1 et α_2 désignent respectivement les diffusivités thermiques du revêtement et du substrat. Dans l'espace de Hankel d'ordre 0, le champ de température solution de ce système différentiel et vérifiant la condition (A2.5) est de la forme :

$$\delta\tilde{T}(u, z) = A \exp(-q_{th1}z) + B \exp(q_{th1}z) + C \exp(-\beta_1 z) \quad (\text{A2.9})$$

$$\delta\tilde{T}(u, z) = D \exp(-q_{th2}z) + E \exp(-\beta_2 z) \quad (\text{A2.10})$$

avec :

$$q_{thi} = \sqrt{4\pi^2 u^2 + j \frac{\omega}{\alpha_i}} \quad (\text{A2.11})$$

Les coefficients C et E correspondent à la solution particulière de l'équation de diffusion de la chaleur (A2.8), tandis que les coefficients A , B et D sont déduits des conditions aux limites (A2.4) (A2.6) et (A2.7). Ces coefficients ayant été déterminés, l'élévation périodique de température réelle δT est calculée en réalisant numériquement la transformée de Hankel inverse de (A2.9) et (A2.10).

A2.2 Calcul du champ de déplacement

Lorsque le revêtement et le substrat sont homogènes et isotropes, le champ déplacement périodique $\delta\vec{u}$ qui s'y développe par dilatation thermique sous l'effet de l'élévation de température δT s'obtient en résolvant dans chacun des deux milieux l'équation de Navier :

$$\mu_i \Delta \vec{u} + \frac{1}{1-2\nu_i} \overrightarrow{\text{grad}(\text{div} \vec{u})} - \frac{2(1+\nu_i)}{E_i} \rho_i \frac{\partial^2 \vec{u}}{\partial t^2} = \alpha_i \frac{2(1+\nu_i)}{1-2\nu_i} \overrightarrow{\text{grad}T} \quad (\text{A2.12})$$

ρ_i est la masse volumique, E_i le module d'Young, ν_i le coefficient de Poisson et α_i le coefficient de dilatation thermique linéaire du milieu considéré. Les coefficients de Lamé correspondants valent :

$$\lambda_i = \frac{E_i}{(1-2\nu_i)(1+\nu_i)} \quad \mu_i = \frac{E_i}{1+\nu_i} \quad (\text{A2.13})$$

Pour résoudre ce problème, il faut exprimer conditions appliquées aux frontières du milieu. Ainsi, on suppose que la surface du milieu ($z=0$) libre d'efforts :

$$\vec{\sigma} \Big|_{z=0} = \vec{0} \quad (\text{A2.14})$$

tandis que loin de la source de chaleur, l'élévation de température étant nulle, on suppose que la perturbation subie par le milieu est négligeable :

$$\vec{u} \Big|_{r,z=+\infty} = \vec{0} \quad (\text{A1.15})$$

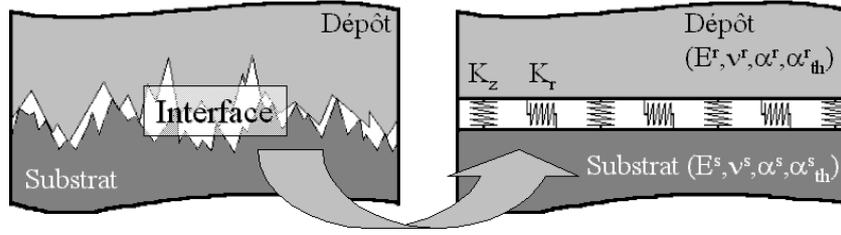


Figure A2.2 Modélisation mécanique du comportement de l'interface revêtement/substrat.

Enfin, de même qu'une discontinuité de température peut être observée à l'interface, on supposera que l'interface est élastique et caractérisée par sa raideur K . Les conditions de continuité entre revêtement et substrat s'écrivent donc :

$$\vec{\sigma}_z|_{z=h^-} = \vec{\sigma}_z|_{z=h^+} \quad (\text{A2.16})$$

$$\vec{\sigma}_z|_{z=h^-} = K \left(\vec{u}|_{z=h^+} - \vec{u}|_{z=h^-} \right) \quad (\text{A2.17})$$

Ce modèle à deux paramètres suppose que le vecteur contrainte est continu, dans le cas contraire un terme d'inertie supplémentaire peut être introduit dans la relation (A2.16).

Pour résoudre ce problème, la même technique décrite dans l'annexe I est à nouveau employée. On décompose donc le vecteur déplacement comme la somme d'un gradient et d'un terme rotationnel :

$$\vec{u} = \overrightarrow{\text{grad}}\varphi + \overrightarrow{\text{rot}}\vec{\psi} \quad \text{div}\vec{\psi} = 0 \quad (\text{A2.19})$$

et on pose :

$$m_i = \alpha \frac{3\lambda_i + 2\mu_i}{\lambda_i + 2\mu_i} \quad (\text{A2.20})$$

$$k_{l,i}^2 = \frac{\omega^2}{C_{l,i}^2} = \frac{\rho_i \omega^2}{\lambda_i + 2\mu_i} \quad (\text{A2.21})$$

$$k_{t,i}^2 = \frac{\omega^2}{C_{t,i}^2} = \frac{\rho_i \omega^2}{\mu_i} \quad (\text{A2.22})$$

$C_{l,i}$ et $C_{t,i}$ désignent respectivement les célérités des ondes élastiques longitudinales et transversales qui se propagent dans le milieu considéré, et $k_{l,i}$ et $k_{t,i}$ les nombres d'ondes associés. L'équation (A2.12) est équivalente aux deux équations différentielles :

$$\Delta\varphi + k_l^2\varphi = m\delta T \quad (\text{A2.23})$$

$$\Delta\psi - \frac{\psi}{r^2} + k_t^2\psi = 0 \quad (\text{A2.24})$$

qui sont couplées par l'intermédiaire des conditions aux limites. Des expressions analytiques du potentiel φ et du potentiel vecteur ψ , peuvent être obtenues dans l'espace de Hankel de 0 pour le premier et d'ordre 1 pour le second en tenant compte des conditions (A2.14), (A2.15) et (A16.17). Les déplacements δu_z et δu_r sont finalement obtenus par intégration numérique des relations (A1.49) et (A1.50).

Annexe III

Calcul de l'élévation périodique de température et du champ de déplacement périodique lors d'une mesure photothermique en régime modulé. Cas d'un milieu homogène anisotrope.

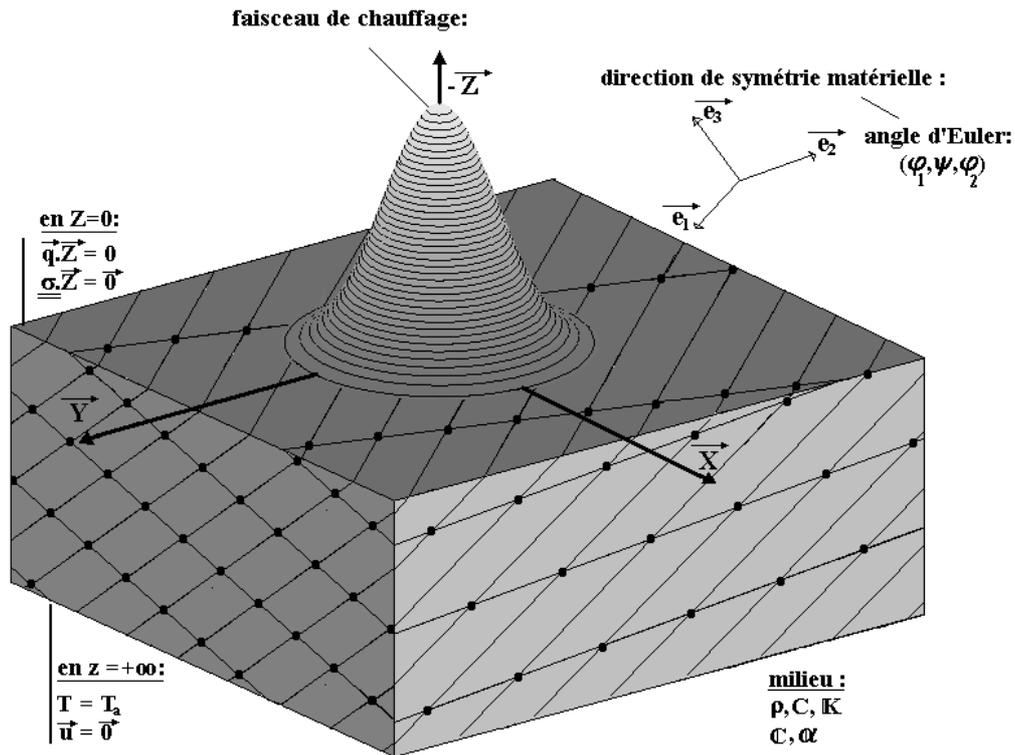


Figure A3.1. Hypothèses du modèle permettant de calculer la réponse thermo-élastique d'un milieu anisotrope lors d'une mesure photothermique en régime modulé.

Comme pour les annexes I et II, on considère un milieu semi-infini homogène chauffé par un laser modulé en intensité à la fréquence f (pulsation ω). Le milieu est maintenant supposé thermiquement et/ou élastiquement anisotrope. On associe au milieu un repère cartésien $(O, \vec{X}, \vec{Y}, \vec{Z})$, dont le plan (O, \vec{X}, \vec{Y}) correspond à la surface libre du milieu et dont l'axe (O, \vec{Z}) est confondu avec l'axe du faisceau de chauffage orienté vers l'intérieur du milieu.

A3.1 Equations constitutives

L'essentiel des hypothèses qui ont été faites précédemment pour calculer l'élévation périodique de température et le champ de déplacement périodique dans le cas d'un milieu homogène et isotrope est conservé. Ainsi, on suppose que la source de chaleur produite par le pompage optique reste décrite par la loi de Beer-Lambert (A1.1). L'élévation périodique de température s'obtient et résolvant l'équation de conservation de la chaleur (A1.2) en supposant, à nouveau, que la dissipation thermique à la surface libre du

milieu est statique (A1.5) et que loin de la source de chaleur, l'élévation périodique de température est nulle (A1.6). Pour prendre en compte l'anisotropie du milieu, on remplace dans la loi de Fourier le paramètre scalaire conductivité thermique k par le tenseur symétrique d'ordre 2 :

$$\mathbf{K} = \begin{bmatrix} K_{11} & K_{12} & K_{13} \\ K_{12} & K_{22} & K_{23} \\ K_{13} & K_{23} & K_{33} \end{bmatrix} \quad (\text{A3.1})$$

appelé tenseur de conductivité thermique.

Le champ de déplacement périodique est calculé en résolvant l'équation de la dynamique (A1.7) en supposant de même que la surface libre du milieu est libre d'effort (A1.12) et que la perturbation thermo-élastique est négligeable loin de la source de chaleur (A1.13). L'anisotropie élastique du milieu intervient lors de l'écriture de la loi de Hooke qui s'écrit en présence d'un milieu anisotrope de symétrie quelconque et dans l'hypothèse des petites perturbations :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{C}}[\underline{\underline{\varepsilon}} - \underline{\underline{\alpha}}\Delta T] \quad (\text{A3.2})$$

où $\underline{\underline{C}}$ est le tenseur de rigidité, qui est symétrique d'ordre 4, et $\underline{\underline{\alpha}}$ est le tenseur de dilatation thermique, qui est symétrique d'ordre 2.

Le tenseur de conductivité thermique est symétrique et donc diagonalisable. Ses valeurs propres, appelées conductivités thermiques principales, sont des grandeurs intrinsèques du matériau. On note \mathbf{R} la matrice de changement de repère de $(O, \vec{X}, \vec{Y}, \vec{Z})$ vers la base $(O, \vec{e}_1, \vec{e}_2, \vec{e}_3)$ dans laquelle la matrice est diagonale, et qui est associée aux symétries matérielles du milieu (cubique, orthotrope, ...).

La symétrie du tenseur de rigidité permet de le représenter sous forme matricielle en adoptant la convention suivante sur les indices (notation de Voigt) :

$$\begin{array}{ccc} 11 \leftrightarrow 1 & 22 \leftrightarrow 2 & 33 \leftrightarrow 3 \\ 23 \leftrightarrow 32 \leftrightarrow 4 & 13 \leftrightarrow 31 \leftrightarrow 5 & 21 \leftrightarrow 12 \leftrightarrow 6 \end{array} \quad (\text{A3.3})$$

de sorte que l'on peut écrire le tenseur de rigidité comme une matrice 6x6 et les tenseurs de contrainte et de déformation comme des vecteurs de dimension 6 :

$$\underline{\underline{C}} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & C_{12} & C_{12} & C_{12} \\ C_{12} & C_{12} & C_{12} & C_{12} & C_{12} & C_{12} \\ C_{12} & C_{12} & C_{12} & C_{12} & C_{12} & C_{12} \\ C_{12} & C_{12} & C_{12} & C_{12} & C_{12} & C_{12} \\ C_{12} & C_{12} & C_{12} & C_{12} & C_{12} & C_{12} \\ C_{12} & C_{12} & C_{12} & C_{12} & C_{12} & C_{12} \end{bmatrix} \quad \underline{\underline{\sigma}} = \begin{bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{13} \\ \sigma_{12} \end{bmatrix} \quad \underline{\underline{\varepsilon}} = \begin{bmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ 2\varepsilon_{23} \\ 2\varepsilon_{13} \\ 2\varepsilon_{12} \end{bmatrix} \quad (\text{A3.4})$$

la relation (A3.2) devenant :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{C}}(\underline{\underline{\varepsilon}} - \underline{\underline{\alpha}}\Delta T) \quad (\text{A3.5})$$

Les symétries matérielles du milieu se traduisent par des relations particulières entre les 21 coefficients du tenseur de rigidité exprimés dans la base $(O, \vec{e}_1, \vec{e}_2, \vec{e}_3)$. On calcule la

valeur des coefficients de la matrice de rigidité exprimés dans le repère échantillon, en utilisant la relation de changement de base suivante :

$$C_{ijkl}(\vec{e}_1, \vec{e}_2, \vec{e}_3) = R_{im} R_{jn} R_{kp} R_{lq} C_{mnpq}(\vec{X}, \vec{Y}, \vec{Z}) \quad (\text{A3.6})$$

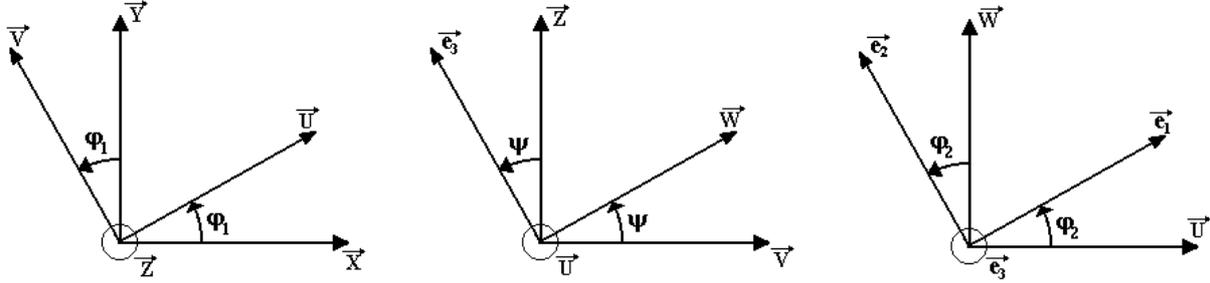


Figure A3.2 Définition de l'orientation du repère matériel par rapport au repère échantillon à l'aide des angles d'Euler ($\varphi_1, \psi, \varphi_2$).

Pour repérer l'orientation du repère matériel par rapport au repère échantillon, on utilise les angles d'Euler ($\varphi_1, \psi, \varphi_2$), où φ_1 , ψ et φ_2 sont appelés respectivement angles de précession, de nutation et de rotation propre (cf. figure A3.2).

A3.2 Calcul du champ de température

Désormais, l'utilisation d'une transformation de Hankel, que permettait la symétrie de révolution des problèmes traités précédemment est impossible. Pour résoudre ce problème, on applique maintenant une transformation de Fourier bidimensionnelle à l'équation de diffusion de la chaleur selon les directions X et Y parallèles à la surface libre du milieu. On note :

$$\tilde{\delta T}(u, v, z) = \iint \delta T(x, y, z) e^{2j\pi(ux+vy)} dx dy \quad \tilde{\delta s}(u, v, z) = \iint \delta s(x, y, z) e^{2j\pi(ux+vy)} dx dy \quad (\text{A3.7})$$

Les transformées de Fourier bidimensionnelles respectives de l'élévation périodique de température δT et de la composante modulée de la source de chaleur δs . Dans l'espace de Fourier, l'équation de diffusion de la chaleur s'écrit :

$$a\tilde{\delta T} + b\frac{\partial \tilde{\delta T}}{\partial z} + c\frac{\partial^2 \tilde{\delta T}}{\partial z^2} = \tilde{\delta s} \quad (\text{A3.8})$$

où :

$$\begin{aligned} a &= j\omega\rho C - 4\pi^2(K_{11}u^2 + K_{22}v^2 + 2K_{12}uv) \\ b &= -4j\pi(K_{13}u + K_{23}v) \\ c &= K_{33} \end{aligned} \quad (\text{A3.9})$$

et la condition de flux nul perpendiculairement à la surface libre du milieu s'écrit :

$$-2j\pi(K_{12}u + K_{23}v)\tilde{\delta T} + K_{33}\frac{\partial \tilde{\delta T}}{\partial z} = 0 \quad (\text{A3.10})$$

A nouveau, le problème se réduit à la résolution d'une équation différentielle du second ordre avec second membre. On remarque que les parties réelles des racines de l'équation sans second membre sont opposées puisque le terme b est imaginaire pur. Pour vérifier la condition (A1.6) on ne retient du polynôme caractéristique que la racine à partie réelle négative r^- . On note :

$$\delta\tilde{T}(u,v,z)=S(u,v)\exp(r^-(u,v)z) \quad (A3.11)$$

la solution générale de l'équation sans second membre. La solution particulière de l'équation (A3.8) vaut :

$$\delta\tilde{T}(u,v,z)=\frac{1}{a-b\beta+c\beta^2}\tilde{P}(u,v)\exp(-\beta z)=V(u,v)\exp(-\beta z) \quad (A3.12)$$

Enfin, on déduit de la relation (A3.10) le terme $S(u,v)$ qui vaut :

$$S(u,v)=\frac{2\beta c-b}{2r^-c+b}V(u,v) \quad (A3.13)$$

Finalement, l'élévation périodique de température dans l'espace réel est calculée numériquement en utilisant des algorithmes classiques de transformation de Fourier inverse (FFT2).

A3.3 Calcul du champ de déplacement

Le champ de déplacement se décompose en une composante statique \vec{U} et une composante périodique d'amplitude complexe $\delta\vec{u}$:

$$\vec{u}(x,y,z,t)=\vec{U}(x,y,z)+\delta\vec{u}(x,y,z)e^{j\omega t} \quad (A3.14)$$

associées respectivement à la composante continue et alternative de la source de chaleur. On s'intéresse uniquement au calcul de cette dernière composante qui est solution de l'équation de la dynamique. Dans l'espace de Fourier bidimensionnel utilisé précédemment, cette relation s'écrit :

$$[A]\delta\vec{u}+[B]\frac{\partial\delta\vec{u}}{\partial z}+[D]\frac{\partial^2\delta\vec{u}}{\partial z^2}=\lambda\iint\overrightarrow{grad}(\delta T)e^{2j\pi(ux+vy)}dxdy \quad (A3.15)$$

où :

$$\lambda_{ij}=C_{ijkl}\alpha_{kl} \quad (A3.16)$$

et :

$$\delta\vec{u}(u,v,z)=\iint\delta\vec{u}(x,y,z)e^{2j\pi(ux+vy)}dxdy \quad (A3.17)$$

est la transformée de Fourier bidimensionnelle du champ de déplacement périodique $\vec{\delta u}$. Les matrices $[A]$, $[B]$ et $[D]$ sont symétriques et ne dépendent que des coefficients d'élasticité du matériau et de la pulsation ω . On a :

$$A_{11} = \rho\omega^2 - (2\pi)^2 (C_{11}u^2 + C_{66}v^2 + 2C_{16}uv) \quad (A3.18)$$

$$A_{12} = A_{21} = -(2\pi)^2 (C_{16}u^2 + C_{26}v^2 + (C_{66} + C_{12})uv) \quad (A3.19)$$

$$A_{22} = \rho\omega^2 - (2\pi)^2 (C_{66}u^2 + C_{22}v^2 + 2C_{26}uv) \quad (A3.20)$$

$$A_{13} = A_{31} = -(2\pi)^2 (C_{15}u^2 + C_{46}v^2 + (C_{14} + C_{56})uv) \quad (A3.21)$$

$$A_{33} = \rho\omega^2 - (2\pi)^2 (C_{55}u^2 + C_{44}v^2 + 2C_{45}uv) \quad (A3.22)$$

$$A_{23} = A_{32} = -(2\pi)^2 (C_{56}u^2 + C_{24}v^2 + (C_{46} + C_{25})uv) \quad (A3.23)$$

$$B_{11} = -4j\pi(C_{15}u + C_{56}v) \quad (A3.24)$$

$$B_{12} = B_{21} = -2j\pi((C_{14} + C_{56})u + (C_{46} + C_{25})v) \quad (A3.25)$$

$$B_{22} = -4j\pi(C_{46}u + C_{24}v) \quad (A3.26)$$

$$B_{23} = B_{32} = -2j\pi((C_{13} + C_{55})u + (C_{36} + C_{45})v) \quad (A3.27)$$

$$B_{33} = -4j\pi(C_{35}u + C_{34}v) \quad (A3.28)$$

$$B_{12} = B_{21} = -2j\pi((C_{36} + C_{45})u + (C_{23} + C_{44})v) \quad (A3.29)$$

$$D_{11} = C_{55} \quad (A3.30)$$

$$D_{12} = D_{21} = C_{45} \quad (A3.31)$$

$$D_{22} = C_{44} \quad (A3.32)$$

$$D_{13} = D_{31} = C_{35} \quad (A3.33)$$

$$D_{33} = C_{33} \quad (A3.34)$$

$$D_{23} = D_{32} = C_{34} \quad (A3.35)$$

L'élévation périodique de température δT étant connue, le second membre de l'équation (A3.15) est connu et se met sous la forme :

$$\lambda \iint \overrightarrow{\text{grad}}(\delta T) e^{2j\pi(ux+vy)} dx dy = \begin{bmatrix} -2j\pi u \delta \tilde{T} \\ -2j\pi v \delta \tilde{T} \\ \frac{\partial \delta \tilde{T}}{\partial z} \end{bmatrix} = U_1 e^{-\beta z} + U_2 e^{r-z} \quad (A3.36)$$

Le problème se réduit donc à la résolution d'un système de trois équations différentielles couplées d'ordre 2 avec second membre. La solution particulière de l'équation (A3.15) peut être écrite analytiquement et se met sous la forme :

$$\tilde{u}_p = ([A] - \beta[B] + \beta^2[D])^{-1} U_1 \exp(-\beta z) + ([A] - r[B] + r^{-2}[D])^{-1} U_2 \exp(r-z) \quad (A3.37)$$

Pour obtenir la solution générale de l'équation différentielle sans second membre, on écrit cette équation sous la forme :

$$\begin{bmatrix} \frac{\partial \vec{\delta u}}{\partial z} \\ \frac{\partial^2 \vec{\delta u}}{\partial z^2} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 1 \\ [-C_{-1}A] & & & [-C_{-1}B] & & \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \vec{\delta u} \\ \frac{\partial \vec{\delta u}}{\partial z} \end{bmatrix} = M \begin{bmatrix} \vec{\delta u} \\ \frac{\partial \vec{\delta u}}{\partial z} \end{bmatrix} \quad (A3.38)$$

dont la solution est connue et s'écrit :

$$\begin{bmatrix} \vec{\delta u} \\ \frac{\partial \vec{\delta u}}{\partial z} \end{bmatrix} = V \begin{bmatrix} \exp(r_1 z) & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & \exp(r_2 z) & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \exp(r_3 z) & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \exp(r_4 z) & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \exp(r_5 z) & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \exp(r_6 z) \end{bmatrix} V^T \begin{bmatrix} U_1 \\ U_2 \\ U_3 \\ U_4 \\ U_5 \\ U_6 \end{bmatrix} \quad (A3.39)$$

$r_1 \dots r_6$ sont les valeurs propres de M , et V la matrice des vecteurs propres qui leur sont associés, et $U_1 \dots U_6$ sont les inconnues du problème qu'il reste à déterminer et qui dépendent des conditions aux limites appliquées au système. Si on note r_1, r_2 et r_3 les racines à partie réelle négative et r_4, r_5 et r_6 celles à partie réelle positive, la condition (A1.13) impose que :

$$\begin{bmatrix} U_1 \\ U_2 \\ U_3 \\ U_4 \\ U_5 \\ U_6 \end{bmatrix} = \alpha V_1 + \beta V_2 + \gamma V_3 \quad (A3.40)$$

α, β et γ sont ensuite calculés de façon à vérifier la condition (A1.12) qui, dans l'espace de Fourier bidimensionnel, s'écrit :

$$\text{en } z=0 : \quad [E] \vec{\delta u} + [F] \frac{\partial \vec{\delta u}}{\partial z} = \lambda_z \vec{\delta T} \quad (A3.41)$$

et où les coefficients des matrices E et F ne dépendent à nouveau que des propriétés élastiques du milieu :

$$E_{11} = -2j\pi [C_{15}u + C_{36}v] \quad (A3.42)$$

$$E_{12} = E_{21} = -2j\pi [C_{36}u + C_{25}v] \quad (A3.43)$$

$$E_{13} = E_{31} = -2j\pi [C_{35}u + C_{45}v] \quad (A3.44)$$

$$E_{22} = -2j\pi [C_{46}u + C_{24}v] \quad (A3.45)$$

$$E_{23} = E_{32} = -2j\pi [C_{45}u + C_{44}v] \quad (A3.46)$$

$$E_{33} = -2j\pi [C_{35}u + C_{34}v] \quad (A3.47)$$

$$F_{11}=C_{55} \quad (A3.48)$$

$$F_{12}=F_{21}=C_{45} \quad (A3.49)$$

$$F_{13}=F_{31}=C_{35} \quad (A3.50)$$

$$F_{22}=C_{44} \quad (A3.51)$$

$$F_{23}=F_{32}=C_{34} \quad (A3.52)$$

$$F_{33}=C_{33} \quad (A3.53)$$

En remarquant que :

$$V_i = \begin{bmatrix} v_i \\ \frac{\partial v_i}{\partial z} \end{bmatrix} \quad (A3.54)$$

On peut écrire la relation (A3-41) sous la forme :

$$\begin{bmatrix} ([D]+n[E])v_1 & ([D]+r_2[E])v_2 & ([D]+r_3[E])v_3 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \alpha \\ \beta \\ \gamma \end{bmatrix} = \lambda z \tilde{T}(z=0) - [D](U_1+U_2) - [E](-\beta U_1 + \sigma U_2) \quad (A3.55)$$

Equation dont la résolution permet de déduire les inconnues α , β et γ .

Ces calculs réalisés numériquement pour la plupart, permettent de déterminer le champ de déplacement périodique dans l'espace de Fourier. La transformation de Fourier inverse est ensuite réalisée numériquement afin d'obtenir le champ de déplacement périodique dans l'espace réel.

Annexe IV

Calcul du champ de température dans un milieu isotrope à gradient de propriétés lors d'une expérience photothermique en régime modulé.

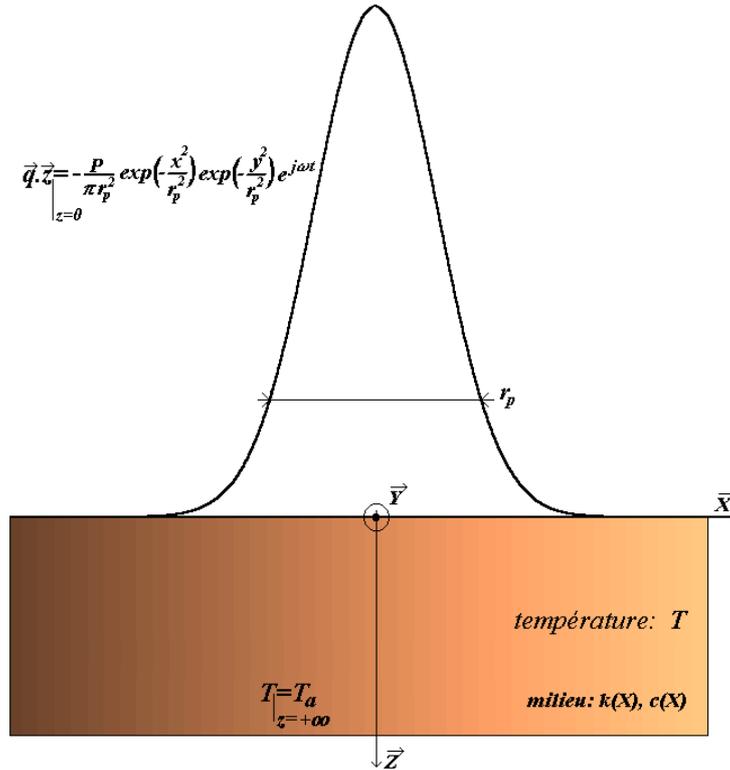


Figure A4.1 Calcul de l'élevation périodique de température dans un milieu à gradient de propriétés, schéma du problème.

Dans cette annexe, sont écrites les relations qui permettent de calculer l'élevation périodique de température dans un milieu à gradient de propriétés durant une expérience photothermique en régime modulé. On suppose que les propriétés thermiques varient continûment selon une direction notée \vec{X} parallèle à la surface libre $(0, \vec{X}, \vec{Y})$ du milieu, la direction \vec{Z} du repère cartésien dans lequel sont écrites les relations suivantes, désigne la normale la surface libre, orientée vers l'intérieur du milieu. L'élevation de température est produite par pompage optique, en focalisant à la surface du milieu un laser, modulé en intensité à la fréquence f (pulsation ω), dont la répartition énergétique transverse $P(x, y)$, supposée gaussienne, et est décrite par les relations :

$$P(x, y) = f_x(x) f_y(y) \quad (\text{A4.1})$$

où :

$$f_x(x) = \frac{P}{\pi r_p^2} \exp\left(-\frac{x^2}{r_p^2}\right) \quad \text{et} \quad f_y(y) = \exp\left(-\frac{y^2}{r_p^2}\right) \quad (\text{A4.2})$$

A4.1 Equations constitutives

Pour déterminer le champ de température, il faut résoudre l'équation de conservation de la chaleur qui, dans le cas d'un milieu inhomogène, s'écrit en tout point :

$$c(x)\frac{\partial T}{\partial t} = -\text{div}(\vec{q}) \quad (\text{A4.3})$$

Lorsque le milieu est isotrope, la loi de Fourier :

$$\vec{q} = -k(x)\overrightarrow{\text{grad}}(T) \quad (\text{A4.4})$$

relie, en tout point, le flux de chaleur \vec{q} au gradient de température. $c(x)$ et $k(x)$ désignent respectivement la chaleur volumique et la conductivité thermique locale du milieu. Lorsque le milieu continûment inhomogène, la relation (A4.3) s'écrit :

$$\frac{\partial c(x)T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(k(x) \frac{\partial T}{\partial x} \right) + k(x) \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + k(x) \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \quad (\text{A4.5})$$

On considère le cas de milieux parfaitement opaques (coefficient d'absorption optique grand). Dans ces conditions, la source de chaleur produite par le faisceau de chauffage, et donc la répartition énergétique en volume était précédemment décrite par la relation de Beer-Lambert (A1.1), est déposée en surface. Elle est alors assimilable à un flux de chaleur imposé en $z=0$:

$$-\vec{q} \cdot \vec{z} \Big|_{z=0} = k(x) \frac{\partial T}{\partial z} = \frac{1}{2} P(x, y) (1 + e^{j\omega t}) \quad (\text{A4.6})$$

Le problème étant linéaire, on peut déterminer indépendamment les composantes continue T_c et alternative $\delta T e^{j\omega t}$ de l'élévation de température, produites respectivement par la partie continue et la partie modulée du chauffage :

$$T(x, y, z, t) = T_a + T_c(x, y, z) + \delta T(x, y, z) e^{j\omega t} \quad (\text{A4.5})$$

A priori, aucune solution analytique ou approchée ne permet de résoudre ce problème, qui est traité de façon discrète en remplaçant le milieu à gradient de propriétés par un milieu stratifié.

A4.2 Discrétisation du problème

Dans un premier temps, pour calculer l'élévation périodique de température $\delta T e^{j\omega t}$, on remplace le flux de chaleur appliqué à la surface libre du milieu par un flux de chaleur linéique distribué selon l'axe X :

$$-\vec{q} \cdot \vec{z} \Big|_{z=0} = P(x, y) = f_x(x) \delta(y) e^{j\omega t} \quad (\text{A4.6})$$

$\delta(y)$ désignent la fonction de Dirac, et $f_x(x)$ la répartition énergétique du faisceau de chauffage selon X (cf. A4.2).

En utilisant la méthode des images, on peut remplacer ce problème par celui équivalent d'un milieu infini inhomogène ayant la même distribution de propriétés thermiques $(c(x),k(x))$ selon X et chauffé par une source de chaleur linéique périodique d'amplitude δs :

$$\delta s(x,y) = 2f_x(x)\delta(y)\delta(z) \tag{A4.7}$$

Ce problème est axisymétrique, \bar{X} étant l'axe de symétrie. La relation (A4.5) s'écrit donc :

$$c(x)\frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x}\left(k(x)\frac{\partial T}{\partial x}\right) + k(x)\frac{1}{r}\frac{\partial}{\partial r}\left(r\frac{\partial T}{\partial r}\right) + \delta s \tag{A4.8}$$

avec :

$$r = \sqrt{x^2 + y^2} \tag{A4.9}$$

Une transformation de Hankel d'ordre 0 est alors appliquée à la relation (A4.8) pour obtenir, si on se limite à la partie périodique du problème :

$$\rho C(x)j\omega\tilde{T} = \frac{\partial}{\partial x}\left(k(x)\frac{\partial \tilde{T}}{\partial x}\right) - k(x)u^2\tilde{T}(u,x) + 2f_x(x) \tag{A4.10}$$

où :

$$\delta\tilde{T}(u,x) = 2\pi \int_0^{+\infty} \delta T(r,x) \cdot J_0(2\pi ru) \cdot r dr \tag{A4.11}$$

est la transformée de Hankel d'ordre zéro de δT , et u est la variable conjuguée de r dans l'espace de Hankel.

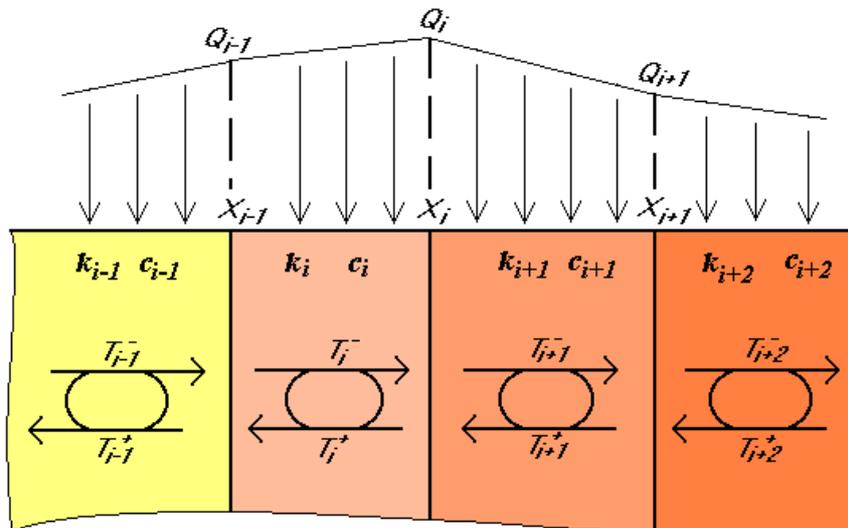


Figure A4.2 Discrétisation du problème, et notations associées.

Le milieu à gradient de propriétés est maintenant remplacé par un milieu stratifié dont chacune des $2N+2$ couches est homogène et thermiquement isotrope. La $i^{\text{ème}}$ couche est limitée par les deux plans perpendiculaires à l'axe X qui occupent respectivement les positions X_{i-1} et X_i . On note k_i la conductivité thermique et c_i la chaleur volumique de cette couche (fig. A4.2). La répartition énergétique $f_x(x)$ est approchée dans cet intervalle $[X_{i-1}, X_i]$ par une fonction linéaire $Q(x)$:

$$Q(x) = \frac{f_x(X_i) - f_x(X_{i-1})}{X_i - X_{i-1}}(X - X_{i-1}) + f_x(X_{i-1}) \quad (\text{A4.12})$$

Dans chaque couche, l'équation (A4.10) s'écrit :

$$\frac{\partial^2 \delta \tilde{T}(u, x)}{\partial x^2} - \left(4\pi^2 u^2 + j \frac{\omega}{\alpha_i} \right) \delta \tilde{T}(u, x) = -2 \frac{Q(x)}{k_i} \quad (\text{A4.13})$$

où :

$$\alpha_i = \frac{k_i}{\rho C_i} \quad (\text{A4.14})$$

désigne la diffusivité thermique de la couche i . Aux frontières de chacune des couches doivent être écrites des conditions de raccordement qui, si on suppose que température et flux de chaleur sont continus, s'écrivent :

$$k_i \left. \frac{\partial \delta \tilde{T}(u, x)}{\partial x} \right|_{x=X_i} = k_{i+1} \left. \frac{\partial \delta \tilde{T}(u, x)}{\partial x} \right|_{x=X_i} \quad (\text{A4.15})$$

$$\delta \tilde{T}(u, x) \Big|_{x=X_i} = \delta \tilde{T}(u, x) \Big|_{x=X_i} \quad (\text{A4.16})$$

Enfin, loin de la source de chaleur ($r, z = +\infty$) l'élévation température est supposée négligeable :

$$\delta \tilde{T} \Big|_{u, z = \pm \infty} = 0 \quad (\text{A4.18})$$

Finalement, la température à chaque interface est calculée en utilisant la méthode récursive présentée ci-dessous.

A4.3 Méthode récursive

La relation (A4.13) correspond à l'équation de diffusion de la chaleur qui décrit la propagation d'une onde thermique unidimensionnelle selon l'axe X et caractérisée par son nombre d'onde :

$$q_{thi}(u) = \sqrt{4\pi^2 u^2 + j \frac{\omega}{\alpha_i}} \quad (\text{A4.19})$$

Dans chaque couche, $\delta\tilde{T}$ est donc de la forme :

$$\delta\tilde{T}(u,x)_i = T_i^+ \exp(q_{thi}(u)(x-X_{i-1})) + T_i^- \exp(-q_{thi}(u)(x-X_{i-1})) + \frac{1}{k_i q_{thi}^2} Q(x) \quad (A4.20)$$

où T_i^+ et T_i^- sont les inconnues à déterminer. La condition (A4.18) impose que :

$$\lim_{x \rightarrow -\infty} \delta\tilde{T}(u,x) = 0 \quad (A4.21)$$

$$\lim_{x \rightarrow +\infty} \delta\tilde{T}(u,x) = 0 \quad (A4.22)$$

et donc que :

$$T_i^- = 0 \quad \text{et} \quad T_{2N+2}^+ = 0 \quad (A4.23)$$

Par ailleurs, les relations (A4.15) et (A4.16) peuvent être écrites de façon matricielle pour introduire les fonctions de transfert M_i^+ et S_i^+ qui relient $[T_{i+1}^-, T_{i+1}^+]$ et $[T_i^-, T_i^+]$:

$$\begin{bmatrix} T_{i+1}^- \\ T_{i+1}^+ \end{bmatrix} = M_i^+ \begin{bmatrix} T_i^- \\ T_i^+ \end{bmatrix} + S_i^+ \quad (A4.24)$$

On a :

$$M_i^+ = \frac{1}{2 \cdot k_{i+1} \cdot q_{thi+1}} \begin{bmatrix} (k_{i+1} \cdot q_{thi+1} + k_i \cdot q_{thi}) \exp(-q_{thi}(x_i - x_{i-1})) & (k_{i+1} \cdot q_{thi+1} - k_i \cdot q_{thi}) \exp(q_{thi}(x_i - x_{i-1})) \\ (k_{i+1} \cdot q_{thi+1} - k_i \cdot q_{thi}) \exp(-q_{thi}(x_i - x_{i-1})) & (k_{i+1} \cdot q_{thi+1} + k_i \cdot q_{thi}) \exp(q_{thi}(x_i - x_{i-1})) \end{bmatrix} \quad (A4.25)$$

$$S_i^+ = \frac{1}{2 \cdot k_{i+1} \cdot q_{thi+1}} \begin{bmatrix} k_{i+1} \cdot q_{thi+1} \cdot A^+ - B^+ \\ k_{i+1} \cdot q_{thi+1} \cdot A^+ + B^+ \end{bmatrix} \quad (A4.26)$$

et :

$$A^+ = \frac{Q(x_i)}{k_i \cdot q_{thi}^2} - \frac{Q(x_i)}{k_{i+1} \cdot q_{thi+1}^2} \quad (A4.27)$$

$$B^+ = \frac{1}{q_{thi}^2} \cdot \frac{Q(x_i) - Q(x_{i-1})}{x_i - x_{i-1}} - \frac{1}{q_{thi+1}^2} \cdot \frac{Q(x_{i+1}) - Q(x_i)}{x_{i+1} - x_i} \quad (A4.28)$$

De même, une relation :

$$\begin{bmatrix} T_i^- \\ T_i^+ \end{bmatrix} = M_{i+1}^- \begin{bmatrix} T_{i+1}^- \\ T_{i+1}^+ \end{bmatrix} + S_{i+1}^- \quad (A4.29)$$

permet de relier la couche $i+1$ à i , où :

$$M_{i+1}^- = \frac{1}{2 \cdot k_i \cdot q_{thi}} \begin{bmatrix} (k_i \cdot q_{thi} + k_{i+1} \cdot q_{thi+1}) \exp(q_{thi}(x_i - x_{i-1})) & (k_i \cdot q_{thi} - k_{i+1} \cdot q_{thi+1}) \exp(q_{thi}(x_i - x_{i-1})) \\ (k_i \cdot q_{thi} - k_{i+1} \cdot q_{thi+1}) \exp(-q_{thi}(x_i - x_{i-1})) & (k_i \cdot q_{thi} + k_{i+1} \cdot q_{thi+1}) \exp(-q_{thi}(x_i - x_{i-1})) \end{bmatrix} \quad (A4.30)$$

$$S_{i+1}^- = \frac{1}{2 \cdot k_i \cdot q_{thi}} \begin{bmatrix} (k_i \cdot q_{thi} A^- - B^-) \exp(q_{thi}(x_i - x_{i-1})) \\ (k_i \cdot q_{thi} A^- + B^-) \exp(-q_{thi}(x_i - x_{i-1})) \end{bmatrix} \quad (A4.31)$$

et :

$$A^- = \frac{Q(x_i)}{k_{i+1} \cdot q_{ih_{i+1}}^2} - \frac{Q(x_i)}{k_i \cdot q_{ih_i}^2} \quad (\text{A4.32})$$

$$B^- = \frac{1}{q_{ih_{i+1}}^2} \frac{Q(x_{i+1}) - Q(x_i)}{x_{i+1} - x_i} - \frac{1}{q_{ih_i}^2} \frac{Q(x_i) - Q(x_{i-1})}{x_i - x_{i-1}} \quad (\text{A4.33})$$

En appliquant la relation de récurrence (A4.24) entre l'interface l et $N+1$ d'une part et la relation (A4.29) entre l'interface $2N+1$ et $N+1$ d'autre part, puis en réécrivant la condition (A4.29) au niveau de l'interface $N+1$, on obtient un système de deux équations à deux inconnues T_1^+ et T_{2N+2}^- .

$$\begin{bmatrix} T_{N+1}^- \\ T_{N+1}^+ \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} U_{N+1}^- \\ U_{N+1}^+ \end{bmatrix} T_1^+ + \begin{bmatrix} V_{N+1}^- \\ V_{N+1}^+ \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} W_{N+1}^- \\ W_{N+1}^+ \end{bmatrix} T_{2N+2}^- + \begin{bmatrix} Y_{N+1}^- \\ Y_{N+1}^+ \end{bmatrix} \quad (\text{A4.34})$$

de laquelle sont déduits T_1^+ et T_{2N+2}^- :

$$T_1^+ = \frac{W_{N+1}^- (Y_{N+1}^+ - V_{N+1}^+) - W_{N+1}^+ (Y_{N+1}^- - V_{N+1}^-)}{U_{N+1}^+ W_{N+1}^- - U_{N+1}^- W_{N+1}^+} \quad (\text{A4.35})$$

$$T_{2N+2}^- = \frac{U_{N+1}^- (Y_{N+1}^+ - V_{N+1}^+) - U_{N+1}^+ (Y_{N+1}^- - V_{N+1}^-)}{U_{N+1}^+ W_{N+1}^- - U_{N+1}^- W_{N+1}^+} \quad (\text{A4.36})$$

Ces deux valeurs une fois calculées, les relations (A4.24) et (A4.29) sont utilisées de nouveau pour calculer de proche en proche T_i^+ et T_i^- , et donc la température à chaque interface :

$$\tilde{T}(u, x_i) = T_{i+1}^- + T_{i+1}^+ + \frac{Q(x_i)}{k_i \cdot q_{ih_i}^2} \quad (\text{A4.37})$$

4.2.4 Transformation de Hankel inverse et convolution

Une fois connue l'élévation périodique de température $\delta\tilde{T}$ exprimée dans l'espace de Hankel à chaque interface X_i , une transformation de Hankel inverse d'ordre 0 lui est appliquée pour déterminer le champ de température produit par le chauffage linéique $f_x(X)$ solution de l'équation (A4.10) :

$$\delta T(r, x) = 2\pi \int_0^{+\infty} \tilde{T}(u, x) J_0(2\pi r u) u du \quad (\text{A4.38})$$

Pour calculer l'élévation périodique de température δT_t produite par le faisceau de chauffage, le champ de température δT , calculé numériquement, est convolué avec la répartition énergétique du faisceau de chauffage selon l'axe Y , $f_y(y)$ en réalisant l'intégration :

$$\delta T_s(x, y, z) = \int_0^{+\infty} \delta T(\sqrt{(y-y_s)^2 + z^2}, x) f_y(y_s) dy_s \quad (\text{A4.39})$$

Annexe V

Origine et expression des signaux interférométriques

Si l'origine du signal mesuré en configuration photoréflexion est claire, celui mesuré en configuration interférométrique est affecté par de nombreux phénomènes qui perturbent la mesure de la différence de marche. Pour étudier finement leur contribution respective, on rappelle dans un premier temps le rôle de chacun des éléments de l'interféromètre en décrivant l'évolution du champ électrique qui les traverse. L'expression de l'intensité lumineuse mesurée sur le photodétecteur étant écrite, on cherche quels paramètres sont affectés par les effets photothermiques qui se produisent au voisinage de l'échantillon ainsi que l'expression des signaux qui leur sont associés.

A5.1 Origine du signal d'interférence

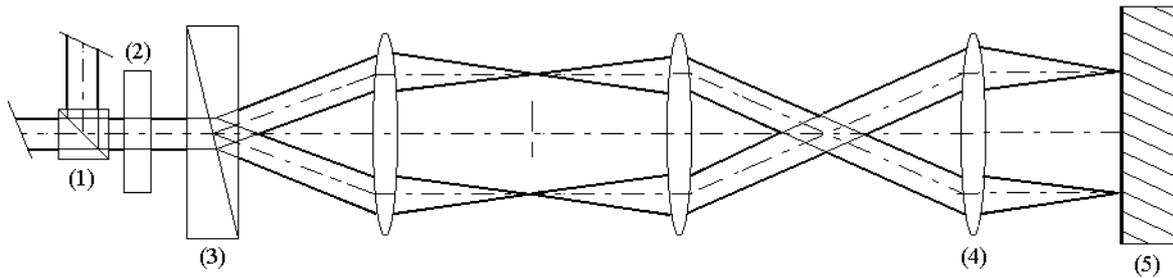


Figure A5.1. Schéma de l'interféromètre de Nomarski. (1) cube séparateur de polarisation, (2) lame quart d'onde, (3) prisme de Wollaston, (4) objectif, (5) échantillon.

Pour mesurer le déplacement de la surface de l'échantillon durant une expérience photothermique en régime modulé, un interféromètre différentiel de type Nomarski (figure A5.1) est utilisé. Pour cela, on place un prisme de Wollaston dans le plan focal objet de l'oculaire du microscope. Pour écrire l'expression du signal d'interférence, il faut étudier l'évolution du champ électrique du faisceau issu de la diode laser.

Le faisceau sonde est issu d'une diode laser qui émet un faisceau supposé monochromatique de longueur d'onde λ_s , polarisé rectilignement selon une direction notée \vec{x} . Il traverse un cube séparateur de polarisation qui dans le sens aller ne modifie pas la polarisation du faisceau dont le champ électrique s'écrit :

$$\vec{E} = E_0 \vec{x} \quad (\text{A5.1})$$

Le faisceau traverse ensuite une lame quart d'onde dont l'axe lent \vec{e}_1 fait avec la direction \vec{x} un angle α_1 :

$$\alpha_1 = (\vec{e}_1, \vec{x}) \quad (\text{A5.2})$$

La polarisation du faisceau sonde devient elliptique et le champ électrique s'écrit :

$$\vec{E} = E_0 \cos(\alpha_1) e^{j\pi/2} \vec{e}_1 + E_0 \sin(\alpha_1) \vec{e}_2 \quad (\text{A5.3})$$

Le faisceau sonde traverse ensuite le prisme de Wollaston qui le divise en deux faisceaux de polarisations orthogonales que l'on désignera respectivement par faisceaux 1 et 2. Leurs directions de polarisation, qui correspondent aux axes du prisme, sont notées respectivement \vec{e}_1' et \vec{e}_2' . On note α_2 l'angle entre la direction \vec{e}_1' et \vec{x} :

$$\alpha_2 = (\vec{e}_1', \vec{x}) \quad (\text{A5.4})$$

E_1 et E_2 sont champs électriques des faisceaux 1 et 2 qui s'écrivent :

$$E_1 = E_0 \cos(\alpha_1) \cos(\alpha_2 - \alpha_1) e^{j\frac{\pi}{2}} + E_0 \sin(\alpha_1) \sin(\alpha_2 - \alpha_1) \quad (\text{A5.5})$$

$$E_2 = (-E_0 \cos(\alpha_1) \sin(\alpha_2 - \alpha_1) e^{j\frac{\pi}{2}} + E_0 \sin(\alpha_1) \cos(\alpha_2 - \alpha_1)) e^{j\psi_w} \quad (\text{A5.6})$$

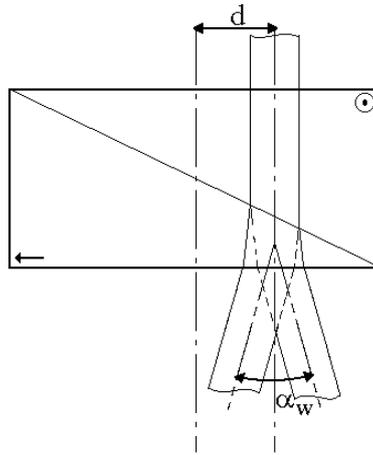


Figure A5.2 Séparation du faisceau sonde à la traversée du prisme de Wollaston.

ψ_w correspond au déphasage optique entre les faisceaux 1 et 2 qui est produit par la traversée du prisme. Ce déphasage vaut :

$$\psi_w = 2\pi \frac{\alpha_w d}{\lambda} \quad (\text{A5.7})$$

d est la distance entre le faisceau incident et l'axe du prisme de Wollaston, α_w l'angle de séparation du prisme (cf. figure A5.2.).

Les faisceaux 1 et 2 sont ensuite focalisés par le microscope en deux points distincts de la surface de l'échantillon à incidence supposée normale. En ces deux points, les coefficients de réflexion valent respectivement R_1 et R_2 . Après réflexion, on obtient :

$$E_1 = \sqrt{R_1} (E_0 \cos(\alpha_1) \cos(\alpha_2 - \alpha_1) e^{j\frac{\pi}{2}} + E_0 \sin(\alpha_1) \sin(\alpha_2 - \alpha_1)) \quad (\text{A5.8})$$

$$E_2 = \sqrt{R_2} (-E_0 \cos(\alpha_1) \sin(\alpha_2 - \alpha_1) e^{j\frac{\pi}{2}} + E_0 \sin(\alpha_1) \cos(\alpha_2 - \alpha_1)) e^{j\psi_w + \psi_d} \quad (\text{A5.9})$$

où :

$$\psi_d = 4\pi \cdot \frac{\Delta h}{\lambda} \quad (\text{A5.10})$$

est le déphasage optique entre les faisceaux 1 et 2, que produit la différence entre les longueurs des deux chemins optiques Δh suivis par les faisceaux 1 et 2. Après réflexion, les

faisceaux traversent de nouveau le microscope puis sont recombinaés par le prisme de Wollaston. A nouveau, ils subissent un déphasage ψ_w de sorte que le champ électrique du faisceau résultant vaut :

$$\vec{E} = E_1 \vec{e}_1 + E_2 e^{j\psi_w} \vec{e}_2 \quad (\text{A5.11})$$

Ce faisceau, traverse la lame quart d'onde qui agit sur la polarisation du faisceau qui devient :

$$\vec{E} = E_1 \left(\cos(\alpha_2 - \alpha_1) e^{j\pi/2} \vec{e}_1 + \sin(\alpha_2 - \alpha_1) \vec{e}_2 \right) + E_2 e^{j\psi_w} \left(-\sin(\alpha_2 - \alpha_1) e^{j\pi/2} \vec{e}_1 + \cos(\alpha_2 - \alpha_1) \vec{e}_2 \right) \quad (\text{A5.12})$$

Enfin, le cube séparateur de polarisation, qui joue ici le rôle d'analyseur, envoie sur la photodiode la seule composante \vec{y} du champ électrique, qui vaut :

$$\vec{E} \cdot \vec{y} = \frac{E_0}{2} \left(\sqrt{R_1} + \sqrt{R_2} \cdot e^{j(\psi_d + 2\psi_w)} \right) \left(-\sin(2\alpha_1) \cos(2(\alpha_2 - \alpha_1)) + \sin(2(\alpha_2 - \alpha_1)) e^{j\pi/2} \right) \quad (\text{A5.13})$$

En agissant sur la position du prisme de Wollaston des phénomènes d'interférence peuvent être observés, que produisent la variation du déphasage statique ψ_w . Pour calculer l'intensité du faisceau, mesurée sur la photodiode, on effectue le produit :

$$I = \frac{1}{2} \left(\vec{E} \cdot \vec{y} \right) \cdot \overline{\left(\vec{E} \cdot \vec{y} \right)} \quad (\text{A5.14})$$

pour aboutir à l'expression suivante de la variation d'intensité lumineuse :

$$I = \frac{1}{4} I_0 \left(\left(\sin(2\alpha_1) \cos(2(\alpha_2 - \alpha_1)) \right)^2 + \left(\sin(2(\alpha_2 - \alpha_1)) \right)^2 \right) \left(R_1 + R_2 + 2\sqrt{R_1 R_2} \cos(\psi_d + 2\psi_w) \right) \quad (\text{A5.15})$$

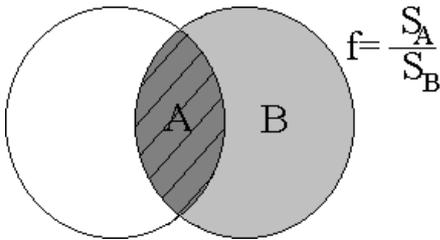


Figure A5.3 Définition du taux de recouvrement

En pratique, les faisceaux se recouvrent partiellement au niveau du prisme de Wollaston. On désigne par f le taux de recouvrement, qui correspond au rapport entre l'aire de la zone d'interférence et l'aire totale de la section transverse des faisceaux (cf. figure A5.3). En supposant que la répartition énergétique transverse des faisceaux est uniforme, l'intensité I continue mesurée sur la photodiode s'écrit :

$$\begin{aligned} I(\phi) = & \frac{1}{4} f I_0 \left(\left(\sin(2\alpha_1) \cos(2(\alpha_2 - \alpha_1)) \right)^2 + \left(\sin(2(\alpha_2 - \alpha_1)) \right)^2 \right) \left(R_1 + R_2 + 2\sqrt{R_1 R_2} \cos(\phi) \right) \\ & + (1-f) I_0 R_1 \left[\left(\cos\alpha_1 \cos(\alpha_2 - \alpha_1) \right)^2 + \left(\sin\alpha_1 \sin(\alpha_2 - \alpha_1) \right)^2 \right] \\ & + (1-f) I_0 R_2 \left[\left(\sin 2\alpha_1 \cos(\alpha_2 - \alpha_1) \right)^2 + \left(\sin 2(\alpha_2 - \alpha_1) \right)^2 \right] \end{aligned} \quad (\text{A5.16})$$

où :

$$\phi = \psi_d + 2\psi_w \quad (\text{A5.17})$$

est le déphasage "statique" total entre les faisceaux 1 et 2, que produit la traversée du Wollaston et la différence des longueurs des chemins optiques suivis par les deux faisceaux (variation d'indice et rugosité de l'échantillon).

Lorsque l'instrument est "correctement" réglé, les axes de la lame quart d'onde sont orientés à 45° de l'axe \vec{x} ($\alpha_l = 45^\circ$), l'orientation du prisme de Wollaston par rapport à la lame quart d'onde ne joue alors plus aucun rôle puisque la polarisation du faisceau incident est circulaire et l'intensité I vaut :

$$I(\phi) = \frac{1}{4} f I_0 (R_1 + R_2 + 2\sqrt{R_1 R_2} \cos(\phi)) + (1-f) I_0 \frac{R_1 + R_2}{2} \quad (\text{A5.18})$$

L'amplitude des franges d'interférence est alors maximale. Une légère désorientation de la lame quart d'onde ($\alpha_l = 45^\circ + \varepsilon \alpha_l$) se traduit par une faible modification de l'amplitude des franges d'interférence qui vaut au premier ordre :

$$I \approx \frac{1}{4} f I_0 (R_1 + R_2 + 2\sqrt{R_1 R_2} \cos(\phi)) + (1-f) I_0 \frac{R_1 + R_2}{2} - (1-f) \frac{I_0}{2} R_1 \cos(2(\alpha_2 - \alpha_l)) \varepsilon \alpha_l \quad (\text{A5.19})$$

On note que lorsque $R_1 = R_2$, l'orientation de la lame quart d'onde modifie l'amplitude des franges d'interférence :

$$I = \frac{1}{2} f I_0 ((\sin(2\alpha_1) \cos(2(\alpha_2 - \alpha_l)))^2 + (\sin(2(\alpha_2 - \alpha_l)))^2) + (1 + \cos(\phi)) + (1-f) I_0 \quad (\text{A5.20})$$

de même que la recombinaison partielle des faisceaux 1 et 2 la diminue.

A5.2 Expression du signal modulé

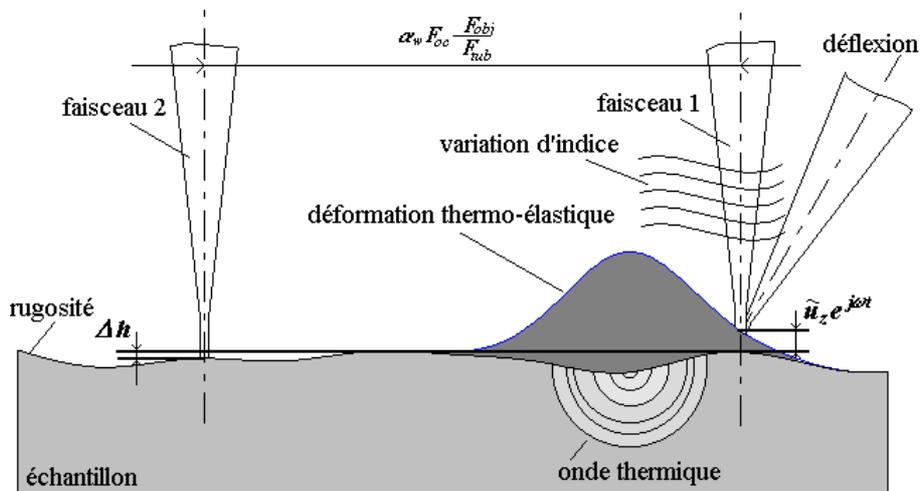


Figure A5.4 Phénomènes photothermiques détectables par interférométrie.

Dans les développements suivants, on supposera qu'un seul des faisceaux est focalisé dans la région où se produisent les phénomènes photothermiques (cf. figure A5.4). Si on

suppose que seule la variation périodique de la longueur du chemin optique que suit le faisceau 1 est modulé, on peut décomposer le déphasage optique ϕ , à l'origine du signal d'interférence comme suit :

$$\psi_d + 2\psi_w = \phi + 4\pi \frac{\tilde{\delta h}}{\lambda} e^{j\omega t} \quad (\text{A5.21})$$

où $\tilde{\delta h}$ désigne l'amplitude complexe de la modulation de longueur chemin optique et où :

$$\phi = 4\pi \left(\frac{\alpha_w d + \Delta h}{\lambda} \right) \quad (\text{A5.22})$$

Si on suppose, par ailleurs, que l'amplitude de la modulation est faible devant la longueur d'onde du faisceau sonde, la composante synchrone de l'intensité lumineuse mesurée sur la photodiode s'obtient en développant au premier ordre l'expression (A5.19) et vaut :

$$I = -\frac{1}{2} f I_0 \sqrt{R_1 R_2} \sin(\phi) \frac{4\pi}{\lambda} \tilde{\delta h} e^{j\omega t} \quad (\text{A5.23})$$

Si la différence de marche n'est attribuable qu'au seul déplacement de la surface de l'échantillon, la variation périodique du signal envoyé par la photodiode est directement proportionnelle à cette grandeur. En pratique, de nombreux phénomènes photothermiques se produisent au voisinage de la source de chaleur qui donnent chacun naissance à un signal parasite.

Trois principaux phénomènes semblent devoir être pris en compte. Le premier est la variation du coefficient de réflexion optique R_l liée à l'élévation périodique locale de température $\delta T e^{j\omega t}$ qui est mesurée par photoréflexion et qui s'écrit au premier ordre :

$$R_l = R_l \left(1 + \frac{1}{R_l} \frac{\partial R_l}{\partial T} \delta T e^{j\omega t} \right) \quad (\text{A5.24})$$

Par ailleurs, l'élévation périodique de la température de l'air dans la zone de mesure, module l'indice de ce fluide, et donc la longueur du chemin optique du faisceau qui le traverse :

$$\tilde{\delta h}' = 2 \frac{\partial n}{\partial T} \int \frac{\partial T}{\partial s} dl \quad (\text{A5.25})$$

Enfin, le taux de recouvrement f est aussi affecté par les phénomènes photothermiques. En effet, tant la déformation périodique de la surface de l'échantillon que les variations de l'indice de l'air dans la zone de mesure, dévient et défocalisent périodiquement le faisceau sonde. Ces phénomènes modifient la géométrie de la zone d'interférence et donc le contraste des franges.

En première approximation, on suppose que l'interférence résulte de la superposition de deux faisceaux d'intensités $R_1 I_0/2$ et $R_2 I_0/2$, dont les sections sont circulaires et de rayons respectifs r_1 et r_2 , et dont la répartition énergétique transverse est uniforme. On note d la distance entre ces deux faisceaux. Ce décalage d (cf. figure A5.5) est inévitable sur le montage et est attribué à une mauvaise conjugaison des optiques.

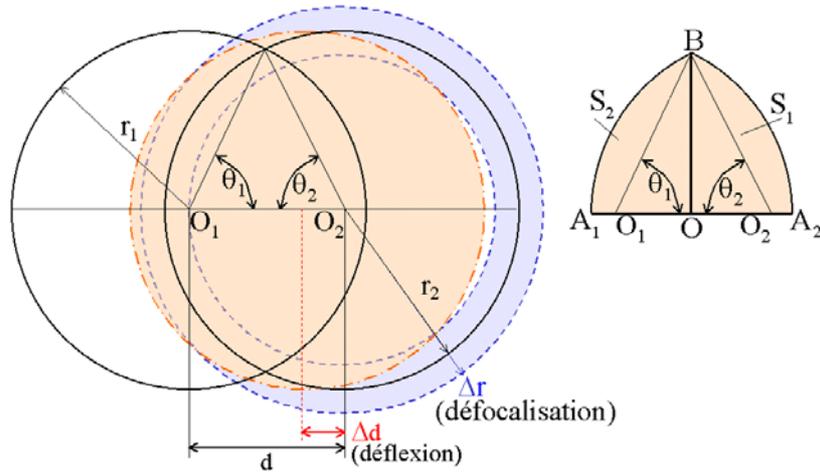


Figure A5.5 Calcul de l'aire de la zone d'interférence des faisceaux sonde et de référence, permettant de déterminer le contraste des franges d'interférence.

Dans le cas où $d < r_1 + r_2$, on a :

$$r_1 \sin \theta_1 = r_2 \sin \theta_2 \quad (\text{A5.26})$$

$$r_1 \cos \theta_1 + r_2 \cos \theta_2 = d \quad (\text{A5.27})$$

θ_1 et θ_2 (cf. figure A5.5) sont solutions des équations :

$$\sqrt{r_1^2 - r_2^2 \sin^2 \theta_2} + r_2 \cos \theta_2 = d \quad (\text{A5.28})$$

$$\sqrt{r_2^2 - r_1^2 \sin^2 \theta_1} + r_1 \cos \theta_1 = d \quad (\text{A5.29})$$

les aires S_1 et S_2 (cf. figure A5.5) valent :

$$S_1 = \frac{r_1^2}{2} \left[\theta_1 - \frac{\sin 2\theta_1}{2} \right] \quad (\text{A5.30})$$

$$S_2 = \frac{r_2^2}{2} \left[\theta_2 - \frac{\sin 2\theta_2}{2} \right] \quad (\text{A5.31})$$

tandis que l'intensité I mesurée sur la photodiode, qui résulte de l'interférence partielle des deux faisceaux 1 et 2 vaut :

$$I(\phi) = \frac{R_1 + R_2}{2} I_0 - \frac{I_0}{2} \frac{R_1 S_1 + R_2 S_2}{\pi} \left(\frac{1}{r_1^2} + \frac{1}{r_2^2} \right) + 2I_0 \frac{\sqrt{R_1 S_1 R_2 S_2}}{\pi r_1 r_2} \cos \phi \quad (\text{A5.32})$$

Si on suppose que $r_1 = r_2$, le taux de recouvrement f défini par la relation (A5.16) vaut :

$$f = \frac{2}{\pi} \left[\theta_0 - \frac{\sin(2\theta_0)}{2} \right] \quad \text{avec} \quad \theta_0 = \arccos \left(\frac{d_0}{2r} \right) \quad (\text{A5.33})$$

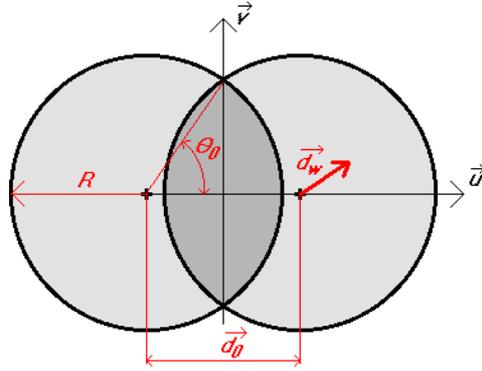


Figure A5.6 Variation du taux de recouvrement dû au déplacement du spot du faisceau sonde.

Par effet photothermique (variation d'indice de l'air, déformation de la surface de l'échantillon ...), le faisceau sonde est dévié périodiquement d'un angle $\tilde{\theta}$, ce qui ajoute au décalage statique d_0 un décalage périodique d'amplitude d_ω :

$$d_w = F_{obj} \frac{F_{oc}}{F_{tub}} \tilde{\theta} \quad (\text{A5.34})$$

où F_{obj} , F_{tub} et F_{oc} désignent respectivement les distances focales de l'objectif, de la lentille de tube et de l'oculaire du microscope. En supposant l'amplitude d_ω de la déviation périodique du faisceau 1 petite devant d_0 , on fait apparaître, en développant l'expression (A5.32) au second ordre, les variations harmoniques du taux de recouvrement f aux pulsations ω et 2ω . En effet, au second ordre, la distance d est donnée par :

$$d = \sqrt{d_0^2 + d_w^2 + 2d_w d_0 \cos\alpha} \approx d_0 + d_w \cos\alpha + \frac{d_w^2}{d_0} \sin^2\alpha \quad (\text{A5.35})$$

Où α correspond à l'angle entre la direction définie par les centres des spots des faisceaux 1 et 2 et la direction selon laquelle est déplacé le faisceau 1 à la surface de l'échantillon (cf. figure A5.6). La variation périodique f_ω du taux de recouvrement à la pulsation ω vaut :

$$f_\omega = \frac{2}{\pi} (\cos(2\theta_0) \theta_\omega + \theta_\omega^2) \quad \text{où} \quad \theta_\omega = \frac{-1}{\sqrt{1 - \left(\frac{d_0}{2r}\right)^2}} \frac{d_\omega \cos\alpha}{2r} \quad (\text{A5.36})$$

et la variation périodique $f_{2\omega}$ du taux de recouvrement à la pulsation 2ω vaut :

$$f_{2\omega} = \frac{1}{\pi} [\theta_{2\omega} + \cos(2\theta_0) \theta_{2\omega}^2 - \sin(2\theta_0) \theta_\omega^2] \quad (\text{A5.37})$$

où :

$$\theta_{2\omega} = \frac{-1}{\sqrt{1 - \left(\frac{d_0}{2R}\right)^2}} \frac{(\sin\alpha d_\omega)^2}{2R d_0} \frac{d_0}{(2R)^3} \frac{1}{\left[1 - \left(\frac{d_0}{2R}\right)^2\right]^{3/2}} (d_\omega \cos\alpha)^2 \quad (\text{A5.38})$$

Lorsque d_0 est nul, cette analyse n'est plus valable, puisque l'hypothèse $d_\omega \ll d_0$ qui permet le développement limité (A5.37) est fautive. Dans ce cas, compte tenu de la symétrie du problème, seule une oscillation $f_{2\omega}$ de pulsation 2ω demeure, où :

$$f_\omega = 0 \quad \text{et} \quad f_{2\omega} = -\frac{1}{\pi} \left| \frac{d_\omega}{R} \right| \quad (\text{A5.39})$$

Enfin, ces mêmes effets photothermiques défocalisent le faisceau sonde, de sorte que le rayon r_1 de son spot dans la zone d'interférence oscille autour de sa valeur moyenne, supposée égale à r_2 . Soit Δr l'amplitude de ces oscillations, θ_1 et θ_2 varient périodiquement avec une même amplitude $\Delta\theta$:

$$\Delta\theta_1 = \frac{\Delta r}{r} \frac{1}{\sin 2\theta} \quad (\text{A5.40})$$

ce qui produit une modulation ΔS_1 et ΔS_2 des surfaces de recouvrement S_1 et S_2 :

$$\Delta S_1 = \frac{r^2}{2} (\Delta\theta - \cos(2\theta)\Delta\theta) \quad (\text{A5.41})$$

$$\Delta S_2 = \frac{r^2}{2} (\Delta\theta - \cos(2\theta)\Delta\theta) + r\Delta r \left(\theta - \frac{\sin 2\theta}{2} \right) \quad (\text{A5.42})$$

La variation d'intensité produite par défocalisation et mesurée sur la photodiode vaut alors :

$$\Delta I(\phi) = \frac{I_0}{\pi r^2} \left(\sqrt{R_1 R_2} (\Delta S_1 + \Delta S_2) \cos \psi - R_1 \Delta S_1 - R_2 \Delta S_2 \right) \quad (\text{A5.43})$$

En tenant compte dans l'expression (A5.20) des variations périodiques du déphasage ϕ , du contraste des franges d'interférence et du coefficient de réflexion R_1 , on fait apparaître les différentes composantes qui contribuent à la modulation de l'intensité lumineuse mesurée sur la photodiode. La composante harmonique à la pulsation ω s'écrit dans le cas particulier où $\alpha_1 = 45^\circ$:

$$I_\omega = \tilde{T} [1 + A \cos \phi] - \tilde{U}_2 \sin \phi + \tilde{f}_\omega [B \cos \phi - 1] + \Delta I(\phi) \quad (\text{A5.44})$$

avec :

$$\tilde{T} = \left(1 - \frac{f_0}{2} \right) \frac{I_0}{2} \frac{\partial R_1}{\partial T} \delta T \quad \tilde{f}_\omega = I_0 \frac{R_1 + R_2}{4} f_\omega \quad \tilde{U}_2 = \frac{\sqrt{R_1 R_2}}{2} f_0 I_0 \frac{4\pi}{\lambda} \tilde{u}_z \quad (\text{A5.45})$$

et :

$$A = \frac{f_0}{2} \sqrt{\frac{R_2}{R_1}} \frac{1}{1 - \frac{f_0}{2}} \quad B = \frac{2\sqrt{R_1 R_2}}{R_1 + R_2} \quad (\text{A5.46})$$

Enfin, si on ne tient pas compte de la seconde harmonique du signal produite par la variation de la géométrie de la zone d'interférence, la seconde harmonique du signal interférométrique s'écrit :

$$I_{2\omega} = -\tilde{U}_{2\omega} \cos\phi + \tilde{f}_{2\omega} [B \cos\phi - 1] \quad (\text{A5.47})$$

où :

$$\tilde{f} = I_0 \frac{R_1 + R_2}{4} f_{2\omega} \quad \tilde{U}_{2\omega} = \frac{\sqrt{R_1 R_2}}{2} f_0 I_0 \left(\frac{4\pi \tilde{u}_z}{\lambda} \right)^2 \quad (\text{A5.48})$$

Enfin, en toute rigueur, lorsque l'amplitude du déplacement périodique n'est pas petite devant la longueur d'onde du faisceau de l'interféromètre, les amplitudes de \tilde{U}_ω et $\tilde{U}_{2\omega}$ sont respectivement proportionnelles à $J_1\left(\frac{4\pi}{\lambda} \|\tilde{u}_z\|\right)$ et $J_2\left(\frac{4\pi}{\lambda} \|\tilde{u}_z\|\right)$. Il faut tenir compte de cette effet si on souhaite déterminer de façon précise l'amplitude réelle de différences de marche importante.

Bibliographie

A.

- [ABR82] *Handbook of mathematical functions*, M. Abramovitz., I.A. Stegun, Dover Publication Inc., New York, 1982.
- [AGE99] *Experiments to relate carbon-fibre surface treatments to composite mechanical properties*, C. Ageorges, K. Friedrich, L. Ye, Composites Sciences and Technology, volume 59, 1999, pages 2101-2113.
- [AIH90] *Numerical analysis of compositional distribution change in metal/carbide functionally gradient material by thermal diffusion*, T. Aihara, M. Kaji, T. Igarashi, The first international Symposium, FGM, Sendai, 1990.
- [AKH03] *Analysis of microstructures using the ion acoustic effect*, Ch. Akhmadaliev, L. Bischoff, Materials science and Engineering, 2003.
- [ALP01] *Enjeux "Recherche et Technologie" pour l'application des barrières thermiques aux turboréacteurs*, S. Alpérine, S. Poutonnet, Journée Scientifique Barrières Thermiques, ONERA – Châtillon, 23 janvier 2001.
- [ARA90] *Evaluation of thermal diffusivity of functionally gradient material obtained by transient measuring methods*, N. Araki, J. Mihara, A. Makino, The first international Symposium, FGM, Sendai, 1990.
- [ARN00] *Measurement by EDX of Diffusion Profiles of Ni/Cu Assembly*, O. Arnould, F. Hild, The Americas Microscopy and Analysis, July 2000, pages 25-27.
- [ATT] *Microscopie acoustique*, J. Attal, Les Techniques de l'Ingénieur, R1402.
- [AUG00] *Microstructure des matériaux par microscopie acoustique, Mesure locale non destructive de paramètres mécaniques (Application à l'étude de l'endommagement de l'acier inoxydable 304L)*, F. Augereau, G. Despau, Matériaux et Techniques, n°3-4, 2000, pages 17-24.

B.

- [BAL91] *Le contrôle non destructif par méthodes thermiques*, D. Balageas, Revue Générale de Thermique, n° 356-357, août-septembre 1991, pages 483-498.
- [BAL91] *Photoacoustic microscopy by photodeformation applied to the determination of the thermal diffusivity*, D. Balageas, D. Boscher, A. Deom, F. Enguehard, L. Noiro, Thermosense XIII, SPIE Conference, Orlando-FL, USA, 3-5 avril 1991, SPIE proceedings series, vol 1467, pages 278-289.
- [BAR] *Spectrométrie Raman*, J. Barbillat, D. Bougeard, G. Buntix, M. Delhaye, P. Dhamelincourt, F. Fillaux, Les Techniques de l'Ingénieur, article P2865.
- [BEG01-a] *Measurement of Coatings Elastic Properties by Mechanical Methods : Part 1. Consideration on Experimental Errors*, M. Beghini, L. Bertini, F. Frento, Experimental Mechanics, volume 41, n° 4, Décembre 2001, pages 293-304.
- [BEG01-b] *Measurement of Coatings Elastic Properties by Mechanical Methods : Part 2. Application to thermal Barrier Coatings*, M. Beghini, G. Benamati, L. Bertini, F. Frento, Experimental Mechanics, volume 41, n° 4, Décembre 2001, pages 305-304.
- [BEI99] *Photothermal Characterization of amorphous thin films*, B.K. Bein, J. Bolte, D. Dietzel, A.H. Daoud, G. Kalus, F. Macedo, A. Linnenbrügger, H. Bosse, J. Pelzl, Surface and Coatings Technology, volume 116-119, 1999, pages 147-154.
- [BEN98] *Thermal diffusivity measurement of solids materials by the pulsed photothermal displacement techniques*, G.L. Bennis, R. Vyas, R. Gupta, S. Ang, W.D. Brown, Journal of Applied Physics, Volume 84, n°7, 1 octobre 1998, pages 3602-3610.
- [BER99] *Thermal characterization of porous silicon via thermal wave interferometry*, U. Bernini, P. Maddalena, E. Massera, A. Ramaglia, Optics Communications, n°168, 1999, pages 305-314.
- [BERT99] *Thermal wave reflection and refraction: theoretical and experimental evidence*, M. Bertolotti, G.L. Liakhov, R.L. Voti, S. Paoloni, C. Sibilia, Journal of applied physics, volume 85, n°7, 1 avril 1999, pages 3540-3545.
- [BIS99] *Réalisation d'un diffusivimètre à haute résolution spatiale utilisant la thermographie infrarouge stimulée*, J.F. Bisson, Thèse de doctorat de l'université Paris VI, 1999.

- [BLA03] *The stabilisation of carbon fibres studied by micro-thermal analysis*, C. Blanco, S. Lu, S.P. Appleyard, B. Rand, Carbon, volume 41, 2003, pages 165-171.
- [BOC95] *Nanométries : Interférométrie et microscopie*, A.C. Boccara, Bulletin du BNM n°102, octobre 1995, pages 19-25.
- [BON97] *Application of the picosecond ultrasonic technique to the study of elastic and time-resolve thermal properties of materials*, B. Bonello, B. Perrin, E. Romatet, J.C. Jeannet, Ultrasonics, volume 35, (1997), pages 223-231.
- [BOY03] *Imaging single metal nanoparticles in scattering media by photothermal interference contrast*, D. Boyer, P. Tamarat, A. Maali, M. Orrit, B. Lounis, Physica E, volume 17, (2003), pages 537-540.
- [BRA98] *High-performance autofocus circuit for biological microscopy*, M. Bravo-Zanoguera, B.V. Massenbach, A.L. Kellner, J.H. Price, Review of Scientific Instruments, volume 69 n° 11, novembre 1998, pages 3966-3977.
- [BR198] *Anisotropic elastic characterization of surfaces from 2 MHz to 20 GHz*, A. Briggs, O. Kolosov, Ultrasonics, volume 36, 1998, pages 317-321.
- [BUD70] *Thermal and thermoelastic properties of isotropic composites*, B. Budiansky, Journal of Composite Materials, volume 4, July 1970, pages 286-295.

C.

- [CAL01] *"Approche locale pour la modélisation de l'écaillage des barrières thermiques EBPVD"*, M. Caliez, Thèse de doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001.
- [CAS92] *Photoacoustic interactions by modulation and laser impact: applications in mechanics and physics of anisotropic solids*, B. Castagnède, Y. Berthelot, Journal d'Acoustique, volume 5, octobre 1992, pages 417-453.
- [CAZ03] *Extrema of Young's Modulus for cubic and transversely isotropic solids*, A. Cazzani, M. Rovati, International Journal of Solids and Structures, volume 40, 2003, pages 1713-1744.
- [CER00] *Thermal wave interferometry for measuring the thermal diffusivity of thin slabs*, F. Cernuschi, A. Figari, L. Fabri, Journal of Materials Science, volume 35, 2000, pages 5891-5897.
- [CET01] *An efficient study of transient wave generation in a thermoelastic layer with a pulsed laser*, C. Cetinkaya, J. Wu, C. Li, Journal of NonDestructive Evaluation, volume 20, n° 2, juin 2001, pages 49-59.
- [CHA72] *The use of fundamental green's functions for the solution of problems of heat conduction in anisotropic media*, Y.P. Chang, C.S. Kang, D.J. Chen, International Journal of Heat and Mass Transfer, volume 16, 1972, pages 1905-1918.
- [CHA77] *Heat Conduction in an Anisotropic Medium Homogeneous in Cylindrical Regions – Unsteady State*, Y.P. Chang, R.C.H. Tsou, Journal of Heat Transfert, février 1997, pages 41-46.
- [CHA99] *Measurement of thermal expansion coefficient of poly-Si using microgauge sensors*, Jung-Hun Chae, Jae-Youl Lee, Sang-Won Kang, Sensor and Actuator, volume 75, 1999, pages 222-229.
- [CHE91] *Three-dimensional theory to study photothermal phenomena of semiconductors. II Modulated photothermal deflection*, J.C. Cheng, S.Y. Zhang, Journal of Applied Physics volume 71 n°11, 1 décembre 1991, pages 7007-7013.
- [CHE91] *Three-dimensional theory to study photothermal phenomena of semi-conductors. II. Modulated photothermal deflection*, J.-C. Cheng, S.-Y. Zhang, Journal of Applied Physics, volume 70, n°11, 1 decembre 1991, pages 7007-7013.
- [CHR96] *Non-Destructive Evaluation of Oxidation Stress through Thermal Barrier Coating Using Cr³⁺ Piezospectroscopy*, R. Christensen, D.M. Lipkin, D.R. Clarke, K. Murphy, Applied Physics Letters, volume 69, 1996, pages 3754-3756.
- [CHU02] *The experience and the outlook of the use of high-temperature materials in the design of propulsions*, V. Chunaev, P. Udintsev, M. Sokolovsky, G. Zykov, S. Bondarenko, S. Petukhov, AAAF 6^{ème} International Symposium on Propulsion for Space Transportation of the XXI Century, Versailles – France, mai 2002.
- [CIC02] *Thermoelastic anisotropy of a natural fibre*, F.R. Cichocki Jr., J.L. Thomason, Composites Science and Technology, volume 62, 2002, pages 669-678.
- [COL00] *Pratique des matériaux industriels : propriétés, choix, utilisation*, M. Colombie, 2000, éditions Dunod - Paris.
- [COM02] *Microprobe-type measurement of Young's modulus and Poisson coefficient by means of depth sensing indentation and acoustic microscopy*, C. Comte, J. von Stebut, Surface and Coatings Technology, volume 154, 2002, pages 42-48.

- [COU] *Le carbone en électrotechnique*, M. Coulon, C. Reynvaan, J. Maire, Les techniques de l'ingénieur, D2660.
- [CRE91] *Nondestructive Evaluation of Solids by thermoelastic Testing with Laser Beam*, B. Cretin, D. Hauden, A. Mahmoud, J.-L. Lesne, Nondestructive Characterization of Materials IV, edited by C.O. Ruud et al., Plenum Press, New York 1991.
- [CRE92] *Metallurgical applications of the thermoelastic microscope*, B. Cretin, Thin Solid Films, n°209, 1992, pages 127-131.
- [CRE93] *Microscopie acoustique à point vibrante : une nouvelle microscopie à super résolution*, B. Cretin, F. Sthal, Spectra Analyse, n°172, avril-mai 1993, pages 32-35.
- [CRE98] *Super-résolution en microscopie photothermique et thermoélastique: extension du concept de champ proche*, B. Cretin, Revue Générale de Thermique, volume 37, 1998, pages 556-564.

D.

- [DIO] *Capacités thermiques*, M. Diot, Les techniques de l'Ingénieur, articles R2970.
- [DEG] *Conductivité et diffusivité thermique des solides*, A. Degiovanni, Les techniques de l'Ingénieur, articles R2850.
- [DEP] *Conductivité thermique des isolants*, Francesco De Ponte, S. Klarsfeld, Les techniques de l'Ingénieur, articles R2930.
- [DOK88] *Signal generation in optically detecting thermal-wave instruments*, O. Doka, A. Miklos, A. Lorincz, Journal of Applied Physics, volume 63, n° 6, 15 mars 1988, pages 2156-2157.
- [DON85] *Photoacoustic, photothermal, and related techniques: a review*, F.A. Mc Donald, Canadian Journal of Physic, volume 64, 1986, pages 1023-1029.
- [DON86] *Photothermal beam-deflection imaging of vertical interfaces in solids*, F.A. Mc Donald, G.C. Wetsel, G.E. Jamieson, Canadian Journal of Physic, volume 64, 1986, pages 1265-1268.
- [DOU89] *Les carbones éclairés en lumière polarisée*, F. Doux, Documents Snecma Moteurs, (1989).
- [DRAC00] *Noncontact determination of the thermal conductivity of fibres*, V. Drach, H.P Ebert, J. Fricke, High Temperature – High Pressures, volume 32, 2000, pages 337-346, ou dans Proceedings of the 15th European Conference on Thermophysical Properties, pages 323-332.
- [DRAM98] *Conduction of heat in inhomogeneous solids*, M.D. Dramicanin, Z.D. Ristovski, V. Djokovic, S. Galovic, Applied Physics Letters, volume 73, n°3, 20 july 1998, pages 321-323.
- [DRAM00] *Theory of photothermal effect in thermally inhomogeneous solids with constant effusivity*, M.D. Dramicanin, V. Djokovic and S. Galovic, Journal of Physics D: Applied Physics, volume 33, 2000, pages 1736-1738.
- [DUB00] *New Prospects from potential applications of quasicrystalline materials*, J.-M. Dubois, Materials Science and Engineering, volume 294-296, 2000, pages 4-9.
- [DUQ02] *Elastic wave interaction in icosahedral AlPdMn*, J.-Y. Duquesne, B. Perrin, Physica B, volume 316-317, 2002, pages 317-320.

E.

- [EDI98] *The effect of processing on the structure and properties of carbon fibers*, D.D. Edie, Carbon, Volume 36, n° 4, 1998, pages 345-362.
- [EDW00] *Probing the interface behaviour of injection molded thermoplastics by micro-thermal analysis and temperature-modulated differential scanning*, S.A. Edwards, M. Ginic-Markovic, N. Roy Choudhury, Polymer, A paraître.
- [ELP96] *Thermoelasticity problem for a multilayer coating-substrate assembly irradiated by a laser beam*, T. Elperin, G. Rudin, International Communications in Heat and Mass Transfer, Volume 23, n° 1, 1996, pages 133-142.
- [EYR00] *Texture measurement of shaped material by impulse acoustic microscopy*, V. Eyraud, M.-H. Nadal, C. Gondard, Ultrasonics, Volume 38, 2000, pages 438-442.

F.

- [FANG98] *Modeling for laser-induced surface thermal lens in semiconductors*, J.W. Fang, S.Y. Zhang, Applied Physics B, Lasers and Optics, volume 67, 1998, pages 633-639.
- [FANT87] *High-sensitivity laser probe for photothermal measurements*, J.T. Fanton, G.S. Kino, Applied Physics Letters, volume 51, n° 2, 13 juillet 1987, pages 66-68.
- [FAR96] *Contribution à l'étude d'un microscope thermo-élastique fonctionnant en champ proche*, Etienne Farnaut, Thèse de l'université de Franche-Comté, 1996.
- [FEL99] *Algorithm for the solutions of the thermal diffusion equation in a stratified medium with modulated heating source*, Albert Feldman, High Temperature-high pressures, 1999, volume 31, pages 293-298.
- [FIE00] *Separation of thermal wave induced displacements and thermorefectance variations using a rotated beamsplitter cube interferometer*, C.J. Fiedler, J.W. Wagner, K.E. Henseler, Review of Scientific Instrument, volume 71, n° 10, octobre 2000, pages 3853-3859.
- [FIS00] *A review of analysis methods for sub-micron indentation testing*, A.C. Fischer-Cripps, Vacuum, volume 58, 2000, pages 569-585.
- [FIV94] *Thermal waves in materials with linearly inhomogeneous thermal conductivity*, J. Fivez, Jan Thoen, Journal of applied physics, volume 75, n° 12, 15 juin 1994, pages 7696-7699.
- [FIV96] *Thermal waves in materials with inhomogeneous thermal conductivity: An analytical approach*, J. Fivez, Jan Thoen, Journal of Applied Physics, volume 79, n° 5, 1 march 1996, pages 2225-2228.
- [FOU00] *Micron scale photothermal imaging*, Danièle Fournier, Benoît C. Forget, Christine Boué, J.P. Roger, International Journal of Thermal Science, volume 39, 2000, pages 514-518.
- [FOU01] « *Les ondes thermiques* » : sondes de la matière à l'échelle microscopique, D. Fournier, J. Jumel, F. Lepoutre, G. Tessier, Instrumentation Mesure Métrologie, volume 1 n°01-02, pages 69-99, (2001).
- [FRA] *Essais mécaniques des métaux, Essais de dureté*, Dominique François, Les Techniques de l'Ingénieur, article M 123.
- [FRA94] *Microscopie thermoélastique : application à la caractérisation de structures et d'endommagement dans les métaux*, O. Franquet, Thèse de l'université de Franche-Comté, 14 octobre 1994.
- [FRA96] *Analytical thermal lens instrumentation*, M. Franko, C. D. Tran, Review of Scientific Instruments, volume 67, n°1, janvier 1996, pages 1-18.
- [FRI92] *Definition, resolution, and contrast in photothermal imaging*, K. Friedrich, K. Haupt, U. Seidel, H.G. Walther, Journal of Applied Physics, volume 72, n°8, 15 octobre 1992, pages 3759-3764.

G.

- [GAL00] *The thermal conductivity of ribbon-shaped carbon fibers*, N.C. Gallego, D.D Edie, B. Nysten, J.P. Issi, J.W. Treleven, G.V. Deshpande, Carbon, volume 38, 2000, pages 1003-1010.
- [GAR01] *Photothermal Radiometry of Thermal Sprayed Coatings: Novel Roughness Elimination Methodology*, Jose A. Garcia, L. Nicolaidis, P. Park, A. Mandelis, B. Farahkhabsh, Analytical Sciences, volume 17, numéro spécial, avril 2001, pages 89-92.
- [GEO99] *Numerical implementation of the integral-transform solution to Lamb's point-load problem*, H.G. Georgiadis, D. Vamvatsikos, I. Vardoulakis, Computational Mechanics, volume 24, 2000, pages 90-99.
- [GER00] *Local Thermal Characterization of Inner Gun Barrel Coatings*, C. Gervaise, O. Gagliano, J.J. Serra, B. Claudet, M. Commandré, S. Serror, Heat Transport and Transport Phenomena in Microsystems (HTTPM 2000), Banff Canada, 15-20 Octobre 2000, pages 398-404.
- [GER99] *Study of Gluingd by periodic method : Optimal design of experiments*, C. Gervaise, J.J. Serra, C. Nouals, C. Calderan, S. Benet, Third International conference on Inverse problems in Engineering, Port-Ludlow, WA, 13-18 juin 1999.
- [GER00] *On the Abilities of the Thermal Periodic Waves to Characterize Gluings Application to Thermally Cycled Gluings*, C. Gervaise, C. Nouals, J.J. Serra, C. Durin, 5^{ème} Conférence Internationale sur la protection des matériaux et des structures en environnement spatial, Arcachon, France, 05-09 juin 2000.
- [GIL97] *Analyse thermoélastique appliquée à la microscopie électroacoustique*, Y. Gillet, Thèse de l'université de Reims-Champagne-Ardennes, 1997.
- [GIL99] *Diffusion harmonique de la chaleur appliquée au contrôle non destructif par méthodes photothermiques*, Y. Gillet, International Journal of Thermal Science, volume 38, 1999, pages 530-540.

- [GLE94] *Profilométrie picométrique par interférométrie de polarisation. I. L'approche monodétecteur*, P.Gleyzes, F. Guernet, A.C. Boccara, Journal of Optics, volume 25, n°5, 1994, pages 207-224.
- [GLE95] *Profilométrie picométrique par interférométrie de polarisation. II. L'approche multidétecteur et la détection synchrone multiplexée*, P.Gleyzes, F. Guernet, A.C. Boccara, Journal of Optics, volume 26, n°6, 1995, pages 251-265.
- [GLE97] *Multichannel Nomarski microscope with polarization modulation : performances and applications*, P.Gleyzes, A.C. Boccara, H. Saint-Jalmes, *Opt. Lett.*, vol. 22, p. 1, 1997.
- [GME98] *Sub-micrometer thermal physics – An overview on SThM techniques*, E. Gmelin, R. Fischer, R. Stitzinger, *Thermochimica Acta*, volume 310, 1998, pages 1-17.
- [GOC96] *Application of the finite-element method and the finite-difference method to photothermal inspections*, G.Goch, M. Reigl, Journal of Applied Physics, volume 79, n° 12, 15 June 1996, pages 9084-9089.
- [GOM99] *D.C. thermal microscopy: Study of the thermal exchange between a probe and a sample*, S. Gomes, N. Trannoy, P. Grossel, *Measurement Science and Technology*, volume 10, 1999, pages 805-811.
- [GOM00] *A.C. scanning thermal microscopy: Tip-sample interaction and buried defects modellings*, S. Gomes, N. Trannoy, F. Depasse, P. Grossel, *International Journal of Thermal Science*, volume 39, 2000, pages 526-531.
- [GOM01] *D.C. scanning thermal microscopy: Characterization and interpretation of the measurement*, S. Gomes, N. Trannoy, P. Grossel, F. Depasse, C. Bainier, D. Charrat, *International Journal of Thermal Science*, volume 40, 2001, pages 949-958.
- [GRO98] *Alternating heat diffusion in thermophysical depth profiles: multilayer and continuous descriptions*, P. Grossel, F. Depasse, *Journal of Physics D: Applied Physics*, volume 31, 1998, pages 216-223.
- [GRO97] *Multicouche thermique et profils thermophysiques continus : l'approche récursive*, P. Grossel, F. Depasse, N. Trannoy, *Journal de Physique III*, volume 7, 1997, pages 13-33.
- [GUN02] *Determination of growth-induced strain and thermo-elastic properties of coatings by curvature measurements*, J. Gunnars, U. Wiklund, *Materials Science and Engineering*, volume A336, 2002, pages 7-21.
- [GUS94] *Non-linear photothermal response of thin solid films and coating*, V. Gusev, A. Mandelis, R. Bleiss, *Materials Science and Engineering*, B26, 1994, pages 111-119.

H.

- [HAN90] *Photothermal bending of a layered sample in plate form*, K. Hane, S. Hattori, *Applied Optics*, volume 29, n° 1, 1 janvier 1990, pages 145-150.
- [HAN88] *Photothermoelastic probing for a clamped plate sample*, K. Hane, T. Kanie, S. Hattori, *Applied Optics*, volume 27, n° 2, 15 janvier 1988, pages 386-393.
- [HAN99] *Pulsed photothermal deflection and diffraction effects : numerical modelling based on Fresnel diffraction theory*, Yue Han, Z.L. Wu, Joseph S. Rosensheim, Marshall Thomsen, Qiang Zhao, Kent Moncur, *Optical Engineering*, volume 38, n° 12, décembre 1999, pages 2122-2128.
- [HAM00] *Two new microscopical variants of thermomechanical modulation: scanning expansion microscopy and dynamic localized thermomechanical analysis*, A. Hammiche, D.M. Price, E. Dupas, G. Mills, A. Kulik, M. Reading, J.M.R. Weaver, H.M. Pollock, *Journal of Microscopy*, volume 199, Pt 3, Septembre 2000, pages 180-190.
- [HAR96] *Photothermal measurement of thermal anisotropy in pyrolytic graphite*, J. Hartmann, P. Voigt, M. Reichling, E. Mathias, *Applied Physics B, Lasers and Optics*, volume 62, 1996, pages 493-497.
- [HE86] *Suggestion Regarding Thermal Diffusivity Measurements on Pyrolytic Graphite and Pyrolytic Boron Nitride by the Laser Pulse Method*, G.H. He, X.Z. Zhang, Z. Wei, S.Q. Dong, Z.Q. Di, B.L. Lou, *International Journal of Thermophysics*, volume 7, n° 4, 1986, pages 789-802.
- [HE97] *Photothermal lensing detection : theory and experiment*, Qifang He, Reetas Vyas, Rajendra Gupta, *Applied Optics*, volume 36, n°27, 20 septembre 1997, 7046-7058.
- [HEL99] *Temperature dependance of the reflectivity of silicon with surface oxide at wavelengths of 633 and 1047*, J. Heller, J.W. Bartha C.C. Poon, A.C. Tam, *Applied Physics Letters*, volume 75, n°1, 5 juillet 1999, pages 43-45.
- [HILL01] *Space and time resolved surface temperature distribution in Si power diodes operating under self-heating conditions*, Leonardo M. Hillkirk, Bo Breitholtz, Martin Domeij, *Solid-State Electronics*, volume 45, 2001, pages 2057-2067.

[HIR97] *Interferometric polarization microscope for thermoelastic imaging of polycrystalline materials: experiments and model*, S. Hirschi, A.C. Boccara, F. Lepoutre, Z. Bozoki, *Journal of Optics*, volume 25, 1997, pages 142-150.

[HOR02] *Applications des techniques inverses à la caractérisation thermophysique de dépôts minces; relations avec les contraintes mécaniques et l'adhérence*, N. Horny, Thèse de doctorat de l'université de Reims Champagne-Ardenne, Soutenue de 5 janvier 2002.

[HUR00] *Laser picosecond acoustics in isotropic and anisotropic materials*, D.H. Hurley, O.B. Wright, O. Matsuda, V.E. Gusev, O.V. Kolosov, *ultrasonics*, volume 38, 2000, pages 470-474.

[HUR01] *Thin-film elastic-property measurements with laser-ultrasonic SAW spectrometry*, D.C. Hurley, V.K. Tewary, A.J. Richards, *Thin Solid Films*, volume 398-399, 2001, pages 326-330.

I.

[IRA87] *Photothermal waves in anisotropic media*, M. Vaez Iravani, M. Nikoonahad, *Journal of Applied Physics*, volume 62, n°10, 15 novembre 1987, pages 4065-4071.

[ING83] *Spatial resolution of thermal wave microscopes*, L.J. Inglehart, K.R. Grice, L.D. Favro, P.K. Kuo, R.L. Thomas, *Applied Physics Letters*, volume 43, n°2, 1 septembre 1983, pages 446-448.

J.

[JAC01] *Aspects industriels du dépôt de barrières thermiques par EBPVD*, F. Jacquot, A. Malié, Journée Scientifique Barrières Thermiques, ONERA – Châtillon, 23 janvier 2001.

[JOU95] *Mesure de la diffusivité thermique de matériaux anisotropes à l'échelle du grain*, J.L. Joulaud, D. Rochais, D. Balageas, A. Déom, F. Lepoutre, *Revue générale de Thermique*, volume 34, n° 397, janvier 1995, pages 43-48.

[JUM03] *Thermo-elastic properties characterization by photothermal microscopy*, J.Jumel, F. Taillade, F. Lepoutre, *The European Physical Journal – Applied Physics*, volume 23, 2003, pages 217-225.

[JUR95] *Studies on the diffraction image of a thermal lens*, Frank Jürgensen, Wolfram Schröer, *Applied Optics*, volume 34, n°1, 1 janvier 1995, pages 41-50.

K.

[KAL98] *Photomodulated thermoreflectance detection of hydrogen gas using optically thin palladium film on silicon oxide*, K. Kalli, A. Othonos, C. Christofides, A. Spetz, I. Lündström, *Review of Scientific Instrument*, volume 69, n°3, mars 1998, pages 1505-1511.

[KLE98] *Thermal conductivity of thermal barrier coatings*, P.G. Klemens, M. Gell, *Materials Science and Engineering A245*, 1998, pages 143-149.

[KLE99] *Finite-element modeling of heat transfer in carbon/carbon composites*, J.W. Klett, V.J. Erwin, D.D. Edie, *Composites Science and Technology*, volume 59, 1999, pages 593-607.

[KOL90] *Surface response in the laser irradiation of a solid: Rayleigh waves and precursors*, A.L.A. Kolomenskii, A.A. Maznev, *Soviet Physical Acoustic*, volume 36, n° 3, mai-juin 1990.

[KOP03] *Nanoscale imaging of elastic and piezoelectric properties of nanocrystalline lead calcium titanate*, M. Kopycinska, C. Zierbert, H. Schmitt, Ute Rabe, S. Hirsekorn, W. Arnold, *Surface Science*, 2003.

[KOR02] *Thermal conductivity of unidirectional copper matrix carbon fibre composites*, J. Korab, P. Stephanik, S. Kavecki, P. Sebo, G. Korb, *Composite part A*, volume 33, 2002, pages 577-581.

[KRA90] *Ultrasonic Testing of Materials*, J. Krautkrämer, H. Krautkrämer, 4^{ème} édition, Springer-Verlag, Berlin 1990.

[KRAF98] *Measurement of the lattice thermal expansion coefficients of thin metal films on substrates*, O. Kraft, W.D. Nix, *Journal of Applied Physics*, volume 83, n° 6, 15 mars 1998, pages 3035-3038.

[KRAP99-1] *Inversion method for effusivity depth profile retrieval. Application to characterisation of case hardened steel*, J.C. Krapez, *Workshop on Advanced Infrared Technology and Applications, Venice (Italy)*, september 28-30, 1999.

[KRA99-2] *Métrologie thermique: des matériaux jusqu'aux structures*, J.C. Krapez, *Journées techniques GAMI-CETIM, Senlis (France)*, 22-23 juin 1999.

[KRAP00] *Thermal effusivity profile characterization from pulse photothermal data*, J.C. Krapez, *Journal of Applied Physics*, volume 87 n° 9, 1 mai 2000, pages 4514-4524.

[KRAP02] *Méthode Flash en Face Avant. Optimisation de l'Expérience pour un Monocouche et un Bicouche*, J.C. Krapez, B. Hay, D. Demange, G. Gardette, P. Levesque, F. Passily, Congrès de la société Française des Thermiciens (SFT2002), Vittel (France), 03-06 juin 2002.

L.

[LAL99] *The Improved Performance of GaAs Micromachined Power Sensor Microsystem*, T. Lalinsky, S. Hascik, Z. Mozolova, E. Burian, M. Drzik, Sensors and Actuators, volume 76, 1999, pages 241-246.

[LAN00] *Quasicrystalline Coatings: Thermal Evolution of Structure and Properties*, C.I. Lang, D.J. Sordelet, M.F. Besser, D. Shechtman, F.S. Biancianiello, E.J. Gonzalez, Journal of Materials research, volume 15, n°9, pages 1894-1904.

[LAN95] *Experimental results of photothermal microstructural depth profiling*, T.T.N. Lan, U. Seidel, H.G. Walther, G. Goch, B. Schmitz, Journal of Applied Physics, volume 78, n°6, 15 September 1995, pages 4108-4111.

[LAV01] *An ultrasonic method for determination of elastic moduli, density, attenuation and thickness of a polymer coating on a stiff plate*, A.I. Lavrentyev, S.I. Rokhlin, Ultrasonics 39, volume 39, 2001, pages 211-221.

[LAX77] *Temperature rise induced by a laser beam*, M. Lax. Journal of applied physics, Volume 48, numéro 9, septembre 1977, pages 3919-3924.

[LAX78] *Temperature rise induced by a laser beam II. The nonlinear case*, M.Lax. Applied Physics Letters, Volume 33, numéro 8, 15 octobre 1978, pages 786-788.

[LEE00] *Measurement of thermal diffusivity based on the photothermal displacement technique using the minimum phase method*, E.H. Lee, K.J. Lee, P.S. Jeon, Journal of Applied Physics, volume 88, n°1, 1 juillet 2000, pages 588-590.

[LEE01] *Using differential confocal microscopy to detect the phase transition of lipid vesicle membranes*, C.H. Lee, W.C. Lin, J. Wang, Optical Engineering, volume 40, n°10, Octobre 2001, pages 2077-2083.

[LEG92] *Le matériau carbone: des céramiques noires aux fibres de carbone*, A. Legendre, 1992, Editions Eyrolles - Paris.

[LEH03] *Microscopic thermal characterization at temperature up to 1500°C by photoreflectance microscopy*, H. Le Houëdec, D. Rochais, F. Enguehard, J.Jumel, F. Lepoutre, Microscale Heat Transfert II, 75^{ième} séminaire Eurotherm, 08-10 juillet 2003, Reims - France.

[LEP92] *Heat diffusion at microscopic scale*, Photoacoustic and Photothermal Phenomena III, proceedings 1992, Springer Series in Optical Sciences, vol 69.

[LEP94] *Micronic thermal characterizations of cracks and interfaces in composite materials by photoreflectance*, F. Lepoutre, P. Forge, F.C. Chen, D. Balageas, La Recherche Aérospatiale, 1994, n° 1, pages 39-52.

[LEP95] *Micron-scale thermal characterizations of interfaces parallel or perpendicular to the surface*, F. Lepoutre, D. Balageas, Ph. Forge, S. Hirschi, J.L. Joulaud, D. Rochais, F.C. Chen, Journal of Applied Physic, volume 78, n° 4, 15 août 1995, pages 2208-2223.

[LEP96] *Mesures thermiques microscopiques*, F. Lepoutre, J. Lefebvre, T. Lhermitte, L. Ainouch, P. Delpech, P. Forge, S. Hirschi, J.L. Joulaud, Revue Générale de Thermique, volume 35, 1996, pages 344-354.

[LES88] *Probe beam size effects in photothermal deflection experiments*, E. Legal-Lasalle, F. Lepoutre, J.P. Roger, Journal of Applied Physics, volume 64, n°1, 1988, pages 1-5.

[LI90] *Three-dimensional theory of pulsed photothermal deformation*, B.C. Li, Journal of Applied Physics, volume 68, n°2, 15 juillet 1990, pages 482-487.

[LI91] *Modulated photothermal deformation in solids*, Bing Cheng. Li, Zhaoxin Zhen, Shunhua He, Journal of Physics D : Applied Physics, volume 24, 1991, pages 2196-2201.

[LI99] *Complete thermal characterization of film-on-substrate system by modulated thermoreflectance microscopy and multiparameter fitting*, B.C. Li, J.P. Roger, L. Pottier, D. Fournier, Journal of Applied Physics, volume 86, n° 9, 1 novembre 1999, pages 5314-5316.

[LI99] *Measuring the anisotropic thermal diffusivity of silicon nitride grains by thermoreflectance microscopy*, B.C. Li, L. Pottier, J.P. Roger, D. Fournier, K. Watari, K. Hirao, Journal of the European Ceramic Society, volume 19, 1999, pages 1631-1639.

[LI99] *Thermal characterization of thin superconducting films by modulated thermoreflectance microscopy*, B.C. Li, L. Pottier, J.P. Roger, D. Fournier, Thin Solid Films, n° 352, 1999, pages 91-96.

- [LI02] *A review of nanoindentation continuous stiffness measurement technique and its applications*, Xiaodong Li, Bharat Bhushan, *Materials Characterization*, volume 48, 2002, pages 11-36.
- [LIU94] *Response of interferometer based probe systems to photodisplacement in layered media*, M. Liu, B. Suddendorf, M.G. Somekh, *Journal of Applied Physics* volume 76, n°1, 1 juillet 1994, pages 207-215.
- [LOH97] *Digital method for measuring the focus error*, A.W. Lohmann, D. Mendlovic, Z. Zalevski, *Applied Optics*, volume 36 n° 28, octobre 1997, pages 7204-7209.
- [LOR99] *Propagation of thermal waves in a composite medium with interface thermal boundary resistance*, W.B. Lor, H.S. Chu, *Numerical Heat Transfer, Part A*, n° 36, 1999, pages 681-697.
- [LOR00] *Effect of interface thermal resistance on heat transfer in a composite medium using the thermal wave model*, W.B. Lor, H.S. Chu, *International Journal of Heat and Mass Transfer*, n°43, 2000, pages 653-663.
- [LOZ97] *Temperature distribution in semi-infinite and finite-thickness media as a result of absorption of laser light*, M.K. Loze, C.D. Wright, *Applied Optics*, volume 36, n°2, 10 janvier 1997, pages 494-507.
- [LOZ98] *Temperature distribution in laser-heated semi-infinite and finite-thickness media with convective surface losses*, M.K. Loze, C.D. Wright, *Applied Optics*, volume 37, n°28, 1 octobre 1998, pages 6822-6832.
- [LUY] *Fibres de carbone*, J. Luyckx, *Les Techniques de l'Ingénieur*, A 2210.
- [LU92-a] *Transform of dynamic heat equation in anisotropic media and its application in laser-induced temperature rise*, Y.-F. Lu, *Applied Physics Letters*, volume 61, n° 20, 16 novembre 1992.
- [LU92-b] *Laser-induced temperature rise in anisotropic substrates*, Y.-F. Lu, *Journal of Applied Physics*, volume 72, n° 10, 15 novembre 1992.

M.

- [MAL03] *Comment on hardness definitions*, J. Malzbender, *Journal of the European Ceramic Society*, volume 23, 2003, pages 1355-1359.
- [MAN92] *Progress in photothermal and photoacoustic science and technology, volume 1: Principles and perspectives of photothermal and photoacoustic phenomena*, édité par A. Mandelis, 1992, publié chez Elsevier Science Publishing Company, Inc.
- [MAN94] *Photothermal microscopy: Thermal contrast at grain interface in sintered metallic materials*, A.M. Mansanares, T. Velinov, Z. Bozoki, D. Fournier, A.C. Boccara, *Journal of Applied Physics*, volume 75, n° 7, 1 avril 1994, pages 3344-3350.
- [MAN95] *Green's function in thermal-wave physics: Cartesian coordinate representations*, A. Mandelis, *Journal of Applied Physics*, volume 78 numéro 2, 15 juillet 1995, pages 647-655.
- [MAN96] *Generalized methodology for thermal diffusivity depth profile reconstruction in semi-infinite and finitely thick inhomogeneous solids*, A. Mandelis, F. Funak, M. Munidasa, *Journal of Applied Physics*, volume 80, n°10, 15 novembre 1996, pages 5570-5578.
- [MAN99] *Nonlinear fundamental photothermal response in three-dimensional geometry: Theoretical model*, A. Mandelis, A. Salnick, J. Opsal, A. Rosencwaig, *Journal of Applied Physics*, volume 85, n°3, 1, février 1999, pages 1811-1821.
- [MAR02] *Determination by piezospectroscopy of residual stresses in alumina scales at the interface of thermal barrier coatings*, S. Margueron, F. Lepoutre, 45^{ème} Colloque de métallurgie sur les surfaces, interfaces et rupture, 25-27 juin 2002, Saclay.
- [MAT97] *Optimization Toolbox User's Guide*, The MathWorks Inc., 1999, Documentation Matlab V5.
- [MAZ95] *Thermal wave propagation in thin films on substrates*, A.A. Maznev, J. Hartmann, M. Reichling, *Journal of Applied Physics*, volume 78, n° 9, 1 novembre 1995, pages 5266-5269.
- [MEV01-02-03] *Projet de Recherche Fédérateur – ONERA/Département Matériaux Métalliques et Procédés*, Rémi Mévrel et al. Rapport Technique Intérieur ONERA, années 2001-2002-2003.
- [MUN98] *The scanning force microscope as a tool for the detection of local mechanical properties within the interphase of the fibre reinforced polymers*, M. Munz, H. Sturm, E. Schultz, G. Hinrichsen, *Composites part A*, volume 29A, 1998, pages 1251-1259.
- [MUR86] *Image Contrast Processes in Thermal and Thermoacoustic Imaging*, J.-C. Murphy, J.-W. Maclachlan, L.-C. Aamodt, *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, volume UFFC-33, n°5, Septembre 1986, pages 529-541.

N.

- [NAG01] *Non-destructive evaluation of thermal diffusivity distributions of functionally graded materials by photothermal radiometry*, Y. Nagasaka, T. Sato, T. Ushiku, Measurement science and technology, volume 12, 2001, pages 2081-2088.
- [NAK02] *Microscale temperature measurement by scanning thermal microscopy*, O. Nakabeppu, T. Suzuki, Journal of thermal Analysis and Calorimetry, volume 69, 2002, pages 727-737.
- [NOW99] *Elastic and plastic properties of GaN determined by nano-indentation of bulk crystal*, R. Nowak, M. Pessa, M. Suganuma, M. Leszczynski, I. Grzegory, S. Porowski, F. Yoshida, Applied Physics Letters, volume 75, n° 14, 4 octobre 1999, pages 2070-2073.

O.

- [OCA96] *Photothermal characterization of vertical and slanted thermal barriers : A quantitative comparison of mirage, thermoreflectance, and infrared radiometry*, A. Ocariz, A. Sanchez-Lavega, A. Salazar, D. Fournier, A.C. Boccara, Journal of Applied Physics, volume 80, n°5, 1 septembre 1996, pages 2968-2982.
- [OGA02] *Reentry Vehicle Crossrange Ability Improvement by Using High Temperature Ceramics*, Ko Ogasawara, Tetsuya Nagase, Hiroyuki Yamao, Kenji Fujii, AAAF 6^{ième} International Symposium on Propulsion for Space Transportation of the XXI Century, Versailles – France, mai 2002.
- [OLL96] *A Comparative Study of the mechanical properties of TiN coatings using the non-destructive surface acoustic wave method, scratch test and four-point bending test*, H. Ollendorf, D. Schneider, Th. Scharwz, G. Kirchoff, A. Mucha, Surface and Coatings Technology, volume 84, 1996, pages 458-464.
- [OLI99] *Filtering out contrast reversals for microscopy autofocus*, M.A. Oliva, M. Bravo-Zanoguera, J. H. Price, Applied Optics, volume 38 n°4, février 1999, pages 638-646.
- [OPS83] *Thermal waves detection and thin film thickness measurement with laser beam deflection*, J. Opsal, A. Rosencwaig, D.L. Willenborg, Applied Optics, volume 22, n°20, 15 octobre 1983, pages 3169-3176.
- [OPS86] *Temporal behavior of modulated optical reflectance in silicon*, Jon Opsal, Michael W. Taylor, W.Lee Smith, Allan Rosencwaig, Journal of Applied Physics, volume 61, n°1, 1 janvier 1987, pages 240-248.
- [ORA00] *Thermal conductivity of ZrO₂ thin films*, Stéphane Orain, Yves Scudeller, Thierry Brousse, International Journal of Thermal Science, volume 39, 2000, pages 537-543.

P.

- [PAD75] *Solution of transient temperature fields in laminated anisotropic slabs and cylinders*, Joseph Padovan, International Journal of Engineering Science, volume 13, 1975, pages 247-260.
- [PER96] *Picosecond ultrasonics study of metallic multilayers*, B. Perrin, B. Bonello, J.-C. Jeannet, E. Romatet, Physica B, volume 219-220, 1996, pages 681-683.
- [PER99] *Interferometric detection in picosecond ultrasonics*, B. Perrin, C. Rossignol, B. Bonello, J.-C. Jeannet, Physica B, volume 263-264, 1999, pages 571-573.
- [POP99] *Thermal and electrical transport properties of the single-phase quasicrystalline material : Al_{70.8}Pd_{20.9}Mn_{8.3}*, A.L. Pope, Terry M. Tritt, M.A. Chernikov, M. Feuerbacher, Applied Physics Letters, volume 75, n° 13, 27 septembre 1999, pages 1854-1856.
- [POT94] *Micrometer scale visualization of thermal waves by photoreflectance microscopy*, L. Pottier, Applied Physics Letters, volume 64, n° 13, 28 mars 1994, pages 1618-1619.
- [POU01] *Modelling of the thermal conductivity of plasma sprayed TBCs*, M. Poulain, J.M. Dorvaux, O. Lavigne, R. Mévrel, Surface Modification Technologies XIV, ASM international and IOM communications, 11-13 septembre 2001, Paris, pages 495-502.
- [POW90] *Pulsed mode thermal lens effect detection in the near field via thermally induced probe beam spatial phase modulation : a theory*, J.F. Power, Applied Optics, volume 29, n° 1, 1 janvier 1990, pages 52-63.
- [PRE88] *Numerical Recipes in C, the Art of Scientific Computing*, W.H. Press, S.A. Teukolsky, W.T. Vetterling, B.P. Flannery, Cambridge U.K., Cambridge Univ. Press, 1988.
- [PRI99] *Micro-thermal analysis: scanning thermal microscopy and localised thermal analysis*, Duncan M. Price, Michael Reading, Azzedine Hammiche, Hubert M. Pollock, International Journal of Pharmaceutics, volume 192, 1999, pages 85-96.

R.

- [RAB97] *Nanomechanical surface characterization by atomic force acoustic microscopy*, U. Rabe, V. Scherer, S. Hirsekorn, W. Arnold, Journal of Vacuum Technology, B, volumes 25, n°4, juillet/août 1997, pages 1506-1511.
- [RAB00] *Quantitative determination of contact stiffness using atomic force acoustic force microscopy*, U. Rabe, S. Amelio, E. Kester, V. Scherer, S. Hirsekorn, W. Arnold, Ultrasonics, volumes 38, 2000, pages 430-437.
- [RAB02] *Evaluation of the contact resonance frequencies in atomic force microscopy as a method for surface characterization*, U. Rabe, M. Kopycinska, S. Hirsekorn, W. Arnold, Ultrasonics, volumes 40, 2002, pages 49-54.
- [RAN90] *Photothermal Determination of Vertical Crack Lengths in Silicon Nitride*, J. Rantala, J. Hartikainen, J. Jaarinen, Applied physics A, volumes 50, 1990, pages 465-471.
- [RAN01] *Thermal nano-probe*, I.W. Rangelow, T. Gotszalk, N. Abedinov, P. Grabiec, K. Edinger, Microelectronic Engineering, volumes 57-58, 2001, pages 737-748.
- [RAN93] *Determination of thermal diffusivity of low-diffusivity materials using the mirage method with multiparameter fitting*, J. Rantala, L. Wei, P.K. Kuo, J. Jaarinen, M. Luukkala, R.L. Thomas, Journal of Applied Physics, volume 73, n° 6, 15 mars 1993.
- [RAT99] *High frequency scanning acoustic microscopy: a novel non-destructive surface analytical tool for assessment of coating-specific elastic moduli and tomographic study of subsurface defects*, D. Rats, J. von Stebut, F. Augereau, Thin Solid Films, volumes 355-356, 1999, pages 347-352.
- [RAV99] *Digital method for defocus corrections: experimental results*, I. Raveh, D. Mendlovic, Z. Zalevski, A.W. Lohmann, Optical Engineering, volume 38 n° 10, octobre 1999, pages 1620-1626.
- [REIC94] *Harmonic heat flow in isotropic layered systems and its use for thin film thermal conductivity measurements*, M. Reichling, H. Grönberg, Journal of Applied Physics, volume 75, n° 4, 15 février 1994, pages 1914-1922.
- [REIG98] *Thermal wave analysis of hardened samples: evaluation with the finite-difference method*, M. Reigl, G. Goch, Measurement, volume 23, 1998, pages 215-220.
- [ROB99] *Characterization of TiN and carbon-doped chromium thin film coatings by acoustic microscopy*, L. Robert, N. Brunet, T. Flaherty, T. Randles, E. Matthaei-Schultz, H. Vettors, D. Rats, J. von Stebut, Surface and Coatings Technology, volume 116-119, 1999, pages 327-334.
- [ROC95] *Génération et Détection par Voie Optique de Déformations Élastiques dans les Solides Hétérogènes. Application au Contrôle Non Destructif*, D. Rochais, Thèse de Doctorat de l'Université Paris 6, 1995.
- [ROC98] *New autofocusing algorithm for cytological tissue in a microscopy environment*, X. Roca, X. Binefa, J. Vitrià, Optical Engineering, volume 37 n° 2, février 1998, pages 635-641.
- [ROG95] *Optical and thermal characterization of coatings*, J.P. Roger, P. Gleyzes, H. El Rhaleb, D. Fournier, A.C. Boccara, Thin Solid Films, volume 261, 1995, pages 132-138.
- [ROS79] *Thermal wave microscopy with photoacoustics*. A. Rosencwaig, Journal of Applied Physics, volume 51, n°4, Avril 1979, pages 2210-2211.
- [ROS85] *Detection of thermal waves through optical reflectance*, A. Rosencwaig, J. Opsal, W.L. Smith, D.L. Willenborg, Applied Physics letters, volume 46, n°11, 1 juin 1985, pages 1013-1015.
- [ROS86] *Thermal wave imaging with thermoacoustic detection*. A. Rosencwaig, J. Opsal. IEEE transaction on ultrasonics ferroelectrics and frequency control, volume UFFC-33, n°5 septembre 1986, pages 516-527.
- [ROT88] *Observation of the transient expansion of heated surfaces by picosecond photothermal deflection spectroscopy*, J.E. Rothenberg, Optics Letters, volume 13, n° 9, Septembre 1988, pages 713-715.
- [ROU84] *Influence of radiative and convective transfers in a photothermal experiment*, G. Rousset, F. Charbonnier, F. Lepoutre, Journal of Applied Physics, volume 56, n° 7, 1 octobre 1984, pages 2093-2096.

S.

- [SAF00] *Investigation of the interfacial condition between bioceramic coatings and metallic substrates using guided waves*, N. Saffari, C.S. Ong, Review of Progress in Non-Destructive Evaluation, vol. 20, Ames-IOWA, 2000.
- [SAL94] *Thermal diffusivity measurements using linear relations from photothermal wave experiments*, A. Salazar, A. Sanchez-Lavega, Review of Scientific Instruments volume 65, n° 9, septembre 1994, pages 2896-2900.

- [SAL96] *Thermal diffusivity of anisotropic materials by photothermal methods*, A. Salazar, A. Sanchez-Lavega, A. Ocariz, J. Guittony, G.C. Pandey, D. Fournier, A.C. Boccara, *Journal of Applied Physics*, volume 79, n° 8, 15 avril 1996, pages 3984-3993.
- [SAN94] *Thermal Diffusivity Measurements in opaque solids by the mirage technique in the temperature range from 300 to 1000 K*, A. Sanchez-Lavega, A. Salazar, *Journal of Applied Physics*, volume 76, n° 3, 1 août 1994, pages 1462-1468.
- [SAU01] *Mesure de la capacité thermique massique de fibres à très haute température. Dispositif expérimental et premiers résultats*, C. Sauder, J.-Marc Goyheneche, R. Pailler, *Actes du Congrès Français de Thermique, SFT 2001*, Nantes, 29-31 mai 2001, pages 561-566.
- [SAU02] *Thermomechanical properties of carbon fibres at high temperature (up to 2000°C)*, C. Sauder, J. Lamon, R. Pailler, *Composites Science and Technology*, volume 62, 2002, pages 499-504.
- [SAV98] *Thermal diffusivity measurements of sub-micron organic dye thin films using a high temperature superconductor bolometer*, S.M. Savoy, C.A. Wells, J.T. McDevitt, *Applied Physics Letters*, volume 73, n° 23, 7 décembre 1998, pages 3387-3389.
- [SCH96] *Non-Destructive characterization and evaluation of thin films by laser induced surface acoustic waves*, D. Schneider, M.D. Tucker, *Thin Solid Films*, volume 290-291, 1996, pages 305-311.
- [SCH97-1] *Non-Destructive evaluation of diamond and diamond-like carbon films by laser induced surface acoustic waves*, D. Schneider, T. Scharwz, H.-J. Scheibe, M. Panzner, *Thin Solid Films*, volume 295, 1997, pages 107-116.
- [SCH97-2] *A Photoacoustic Method for Characterizing Thin Films*, D. Schneider, T. Scharwz, *Surface and Coatings Technology*, volume 91, 1997, pages 136-146.
- [SCH03] *Some recent trends in research and technology of advanced thermal barrier coatings*, U. Schultz, C. Leyens, K. Fritscher, M. Peters, B. Saruhan-Brings, O. Lavigne, J.-M. Dorvaux, M. Poulain, R. Mevrel, M. Caliez, *Aerospace Science and Technology*, volume 7, 2003, pages 73-80.
- [SEA95] *Photothermal measurements on amorphous thin films deposited on crystalline silicon*, A. Seas, C. Christofides, M. Munidasa, *Applied Physics Letters*, volume 68, n° 4, 22 janvier 1996, pages 538-540.
- [SEE01] *The determination of material parameters of microcomponents using digital holography*, *Optics and Laser in Engineering*, volume 36, 2001, pages 103-126.
- [SEI95] *An attempt toward quantitative photothermal microscopy*, U. Seidel, K. Haupt, H.G. Walther, J.A. Burt, Munidasa, *Journal of Applied Physics*, volume 78, n° 3, 1 août 1995, pages 1-7.
- [SEV96] *Etude de la réponse photoacoustique d'objets massifs en 3D*, H. Sérerac, M. Mousseigne, J.L. Franceschi, *Journal de Physique III*, volume 6, 1996, pages 1451-1465.
- [SHI91] *A temporally resolved position sensing device for autofocusing*, J.S. Shie, G.D. Chang, *Review of Scientific Instrument*, volume 62 n° 3, mars 1991, pages 825-827.
- [SMA02] *Tomographic imaging and scanning thermal microscopy: thermal impedance tomography*, R. Smallwood, P. Metherall, D. Hose, M. Delves, H. Pollock, A. Hammiche, C. Hodges, V. Mathot, P. Willcocks, *Thermochimica Acta*, volume 385, 2002, pages 19-32.
- [SNE91] *Voyage au centre d'un turboréacteur*, Documentation SNECMA, 1991.
- [SOL99] *Temperature dependance of the thermal diffusivity of GaAs in the 100-305K range measured by the pulsed photothermal displacement technique*, M. Soltanolkotabi, G.L. Bennis, R. Gupta, *Journal of Applied Physics* volume 85, n°2, 15 janvier 1999, pages 794-798.
- [STR74] *Generalized effective-medium approach to the conductivity of an inhomogeneous material*, D. Stroud, *Physical Review B*, volume 12, n° 8, 15 octobre 1975, pages 3368-3373.
- [SUB93] *Focusing techniques*, M. Subbarao, T. Choi, A. Nikzad, *Optical Engineering*, volume 32 n° 11, novembre 1993, pages 2824-2836.
- [SUG02] *Spatiotemporal mapping of surface acoustic waves in isotropic and anisotropic materials*, Y. Sugawara, O.B. Wright, O. Matsuda, V.E. Gusev, *Ultrasonics*, volume 40, 2002, pages 55-59.
- [SUR90] *Influence of the dc laser heating on the optical beam deflection*, S. Surnev, D. Iranov, *Revue de Physique Appliquée*, volume 25, 1990, pages 457-462.
- [SWE02] *Icosahedral quasicrystal $Al_{71}Pd_{21}Mn_{08}$ and its ξ' approximant : Linear expansivity, specific heat, magnetic susceptibility, electrical resistivity, and elastic constants*, C.A. Swenson, I.R. Fisher, N.E. Anderson Jr, P.C. Canfield, *Physical Review B*, volume 65, 2002.

T.

- [TAI03] *Autofocusing system for a photothermal microscope*, F. Taillade, N.N. Hoang, J. Jumel, F. Lepoutre, Review of Scientific Instruments, volume 74, n° 1, janvier 2003, pages 543-544.
- [TAY93] *Thermal conductivity of carbon fibres*, R. Taylor, S.P. Turner, K. Garner, dans Proceedings of the 13th European Conference on Thermophysical Properties, 1993, pages 271-278, ou High Temperature – High Pressures, volume 25, 1993, pages 443-450.
- [TES01] *Quantitative thermal imaging by synchronous thermoreflectance with optimized illumination wavelengths*, G. Tessier, S. Holé, D. Fournier, Applied Physics Letters, volume 78, n° 16, 16 avril 2001.
- [THI94] *Performance limits of microthermocouples as opto-thermal sensors*, L. Thiery, R. Porcar, J.P. Prenel, Optics Communications, n° 107, 15 avril 1994, pages 309-317.
- [THI94] *Microcapteurs thermoélectriques, applications aux mesures locales*, L. Thiery, Revue Générale de Thermique, volume 394, octobre 1994, pages 551-561.
- [THI98] *Evolution des techniques de micromesures thermiques au travers de quelques applications*, L. Thiery, Y. Bailly, F. Lanzetta, H. Gualous, E. Gavignet, International Journal of Thermal Science, volume 39, 2000, pages 519-525.
- [THI00] *Temperature profile measurements of near-field optical microscopy fiber tips by means of sub-micronic thermocouple*, L. Thiery, N. Marini, J.-P. Prenel, M. Spajer, C. Bainier, D. Courjon, International Journal of Thermal Science, volume 39, 2000, pages 519-525.
- [THI03] *Thermal behavior modelling of tapered optical fibres for scanning near-field microscopy*, L. Thiery, N. Marini, Ultramicroscopy, volume 94, 2003, pages 49-69.
- [TIE00] *Simultaneous determination of the thermal expansion coefficient and the elastic modulus of Ta₂O₅ thin film using phase shifting interferometry*, C.L. Tien, C.C. Jaing, C.C. Lee, K.P. Chuang, Journal of Modern Optics, volume 40, n° 10, 2000, pages 1681-1691.
- [TIE01] *Determination of the of the mechanical properties of thin films by digital phase shifting interferometry*, C.-L. Tien, C.-C. Lee, Y.-L. Tsai, W.-S. Sun, Optics Communications, volume 198, 2001, pages 325-331.
- [TRI96] *High temperature thermal and mechanical properties of high tensile carbon single filaments*, M. Trinquocoste, J.L. Carlier, A. Derré, P. Delhaés, P. Chadeyron, Carbon, volume 34, n° 7, 1996, pages 923-929.

V.

- [VAE87] *Photothermal waves in anisotropic media*, M. Vaez Iravani, M. Nikoonahad, Journal of Applied Physics, volume 62, n°10, 15 novembre 1987, pages 4065-4071.
- [VEL95] *On analysis of signals from a photothermal microscope*, T. Velinov, Measurement Science Technology, volume 6, 1995, pages 28-32.
- [VOG02] *Micro and nanomaterials characterization by image correlation methods*, D. Vogel, A. Gollhardt, B. Michel, Sensor and Actuator A 99, 2002, pages 165-171.

W.

- [WAL99] *Inspection of inhomogeneous samples by combined laterally scanned and frequency resolved photothermal measurements*, H.G. Walther, V. Aleshin, Journal of applied physics, volume 86, n° 11, 1 décembre 1999, pages 6512-6518.
- [WEI99] *Determining thermal expansion coefficients of thin films using micromachined cantilevers*, W. Fang, H.-C. Tsai, C.-Y. Lo, Sensors and Actuators, volume 77, 1999, pages 21-27.
- [WEL88] *Low-absorption measurement of optical thin films using the photothermal surface deformation technique*, E. Welsch, H.G. Walther, P. Eckardt, T. Lan, Canadian Journal of Physics, volume 66, 1988, pages 638-644.
- [WEL91] *Photothermal surface deformation technique – a goal for non-destructive evaluation in thin-film optics*, E. Welsch, Journal of Modern Optics, volume 38, n° 11, 1991, pages 2159-2176.
- [WET86] *Photothermal beam-deflection imaging of vertical interfaces in solids*, F.A. McDonald, G.C. Wetsel, G.E. Jamieson, Canadian Journal of Physic, volume 64, 1986, pages 1265-1268.
- [WIL86] *Scanning thermal profiler*, C.C. Williams, H.K. Wickramasinghe, Applied Physic Letters, volume 49, n° 23, 8 décembre 1986, pages 1587-1589.

[WIN03] *Chip-calorimeter for small samples*, W. Winter, G.W.H. Höhne, Thermochemica Acta, A paraître en 2003.

[WOL99] *Mechanical properties of quasicrystals studied by scanning probe microscopy*, B. Wolf, P. Paufler, European Microscopy and Analysis, november 1999, pages 21-23.

[WON98] *Low thermal diffusivity measurements of thin films using mirage technique*, P.K. Wong, P.C. Fung, H.L. Tam, Journal of Applied Physics, volume 84, n° 12, 15 decembre 1998, pages 6623-6627.

X.

[XU98] *Reconstruction theory of thermal conductivity depth profiles by the modulated photoreflectance technique*, M.H. XU, J.C. Cheng, S.Y. Zhang, Journal of Applied Physics, volume 84, n°2, 15 july 1998, pages 675-682.

Y.

[YAM94] *The measurement of thermal conductivity of carbon fibers*, T. Yamane, S. Katayama, M. Todoki, I. Hatta, dans Proceedings of the 22nd Thermal Conductivity Conference, 1994, édité par T.W. Tong, Technomic Publishing CO inc., pages 313-317

[YU97] *Measurement of in situ fiber/matrix interface strength in graphite/epoxy composites*, Allen Yu, Vijay Gupta, Composites Sciences and Technology, volume 58, 1998, pages 1827-1837.

Z.

[ZHO99] *Research on the thermal expansion behavior of anodic films on aluminium*, Junbiao Zhou, Jiansheng Wu, Yuxing Yang, Thin Solid Films, volume 346, 1999, pages 280-283.

[ZIN99] *Determination of density and elastic constants of a thin phosphoric acid-anodized oxide film by acoustic microscopy*, P. Zinin, O. Lefeuvre, A. Briggs, B.D. Zeller, P. Cawley, A. Kinloch, X. Zhou, G. Thompson, Journal of the Acoustical Society of America, volume 106, n°5, novembre 1999, pages 560-2567.

[ZIM94] *Modelling of signal detection by using the photothermal probe beam deflection technique*, Peter Zimmermann, Eberhard Welsch, Review of Scientific Instruments, volume 65, n° 1, janvier 1994, pages 97-101.

Titre : Microscopie photothermique : Application à la caractérisation des propriétés thermo-élastiques microscopiques de composites Carbone/Carbone et des barrières thermiques.

Résumé :

Ce mémoire présente deux techniques de microscopie photothermique dédiées à la mesure de propriétés thermo-élastiques locales appliquée ici aux barrières thermiques pour aubes de turbine et aux composites thermo-structuraux.

La première partie est consacrée à la photoréflexion utilisée pour caractériser les propriétés thermiques locales de fibres et matrices de carbone ainsi que celles de milieux hétérogènes (revêtements minces et milieux à gradient de propriétés). Les développements théoriques qui permettent l'analyse des mesures réalisées sur ces matériaux sont présentés ainsi que les résultats de plusieurs campagnes de mesures.

La deuxième partie, est consacrée à la microscopie photothermique interférométrique. Le dispositif expérimental étant décrit, l'analyse du signal photothermique mesuré révèle la présence d'artefacts expérimentaux dont on peut partiellement s'affranchir. Cette technique est utilisée pour mesurer la diffusivité thermique d'un quasicristal d'AlPdMn ainsi que l'anisotropie élastique et l'orientation cristallographique de monocristaux cubiques d'AM1.

Mots clés :

Microscopie Photothermique, Composites Carbone/carbone, Barrières Thermiques, Photoréflexion, Interférométrie de Nomarski, Diffusivité Thermique, Anisotropie, Orientation Cristallographique.

Title : Photothermal Microscopy : Application to the microscopic thermo-elastic properties characterization of Carbone/Carbone composite and thermal barrier coatings.

Summary :

Two photothermal microscopy techniques are presented, which are devoted to the local material thermo-elastic properties measurement. Here, we focus on thermal barrier coatings for turbine blades and carbon/carbon composites.

In the first part, photoreflectance technique is used for local thermal properties characterization of carbon fibres and matrix so as heterogeneous media (thin coating and functionally graded materials). Theoretical development required for experimental results analysis are presented so as results of numerous experimental data.

The second part deals with interferometric photothermal microscopy technique. Once the experimental set-up is described, the photothermal signal origin is analysed to point out several experimental artefacts which can be partially experimental removed. This technique is used for thermal diffusivity measurement of an AlPdMn quasicristal so as the elastic anisotropy and crystallographic orientation of AM1 single cristal.

Key Words :

Photothermal Microscopy, Carbon/Carbon Composites, Thermal Barrier Coatings, Photoreflectance, Nomarski Interferometer, Thermal Diffusivity, Anisotropy, Crystallographic Orientation.

