



**HAL**  
open science

# Etude de membranes photoniques dans le MIR pour le confort thermique individuel

Mohamed Boutghatin

► **To cite this version:**

Mohamed Boutghatin. Etude de membranes photoniques dans le MIR pour le confort thermique individuel. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université de Lille, 2022. Français. NNT : 2022ULILN007 . tel-04112769

**HAL Id: tel-04112769**

**<https://theses.hal.science/tel-04112769>**

Submitted on 1 Jun 2023

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

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

## **Thèse**

Pour obtenir le grade de Docteur de l'Université de Lille

En Sciences de l'ingénierie et des systèmes

Spécialité : Electronique, photonique

Préparée au sein de l'**Institut d'Electronique, de Microélectronique  
et de Nanotechnologies**

Dans le cadre de l'école doctorale **Sciences de l'ingénierie et des systèmes**

Soutenue le 29 Mars 2022 par

**Mohamed Boutghatin**

# **Etude de membranes photoniques dans le MIR pour le confort thermique individuel**

Soutenue devant le jury composé de :

Rapporteurs :

**Béatrice Dagens**, Directrice de recherche, Université Paris Sud, Paris, France

**Fadi Baida**, Professeur, Université de Franche-Comté, Besançon, France

Examineurs :

**Joël Charrier**, Maître de conférences, Université de Rennes, Rennes, France

**Jean-Marie Raquez** (Président), Maître de recherche, Université de Mons, Mons, Belgique

**Stéphane Giraud**, Maître de conférences, ENSAIT-Ecole Nationale Supérieure des Arts et Industries Textiles, Lille, France

**Valérie Gaucher**, Professeure, Université de Lille, Lille, France

Invitée :

**Michèle Carette**, Maîtresse de conférences, Université de Lille, Lille, France

Directeurs de thèse :

**Yan Pennec**, Professeur, Université de Lille, Lille, France

**Vincent Thomy**, Professeur, Université de Lille, Lille, France



## Remerciements

Tout d'abord, je tiens à remercier mes directeurs de thèse Prof. Yan Pennec et Prof. Vincent Thomy pour m'avoir donné l'opportunité de poursuivre une thèse de doctorat. Je les remercie pour leurs discussions fructueuses, leurs efficacités, leurs soutiens continus, leurs bienveillances et leurs confiances qui ont contribué à rendre la période de thèse très agréable. Malgré leurs emplois du temps chargés, ils étaient toujours présents pour répondre à mes interrogations. Je les remercie aussi pour leurs commentaires et leurs corrections tout au long de ma thèse qui ont amélioré mes compétences rédactionnelles.

Ensuite, je tiens à remercier Dr. Michèle Carette pour son aide à apprendre les bases du travail en salle blanche, ses discussions, sa relecture minutieuse de manuscrit de thèse, ses remarques et commentaires.

Je souhaite exprimer ma profonde gratitude au Prof. Bahram Djafari-Rouhani et Prof. Abdellatif Akjouj pour leurs discussions scientifiques, leurs disponibilités et pour leurs questions qui ont largement nourri ce travail.

Je remercie également Salim Assaf pour son aide et sa collaboration qui m'ont permis de comprendre mieux le sujet et ses objectifs.

Je voudrais remercier tous les membres de l'équipe EPHONI et BIOMEMS, pour leur accueil sympathique.

Mes sincères remerciements sont adressés aux membres de jury : Béatrice Dagens, Directrice de recherche, Prof. Fadi Baida, Dr. Joël Charrier, Dr. Jean-Marie Raquez, Dr. Stéphane Giraud et Prof. Valérie Gaucher, d'avoir accepté d'examiner et de rapporter sur mes travaux de thèse.

J'adresse aussi mes remerciements à Manuel Goubet et Pascal Dréan avec qui j'ai effectué mon stage de M2. Je remercie aussi Claire Pirim, Emeline Dudognon, Isabelle Jankowiak, Bruno Capoen, Laurent Carpentier et Roman Motienko avec qui j'ai enseigné des cours de physique pendant ma thèse et mon post ATER. Je les remercie pour leurs sympathies, leurs qualités humaines et leurs confiances.

J'adresse aussi mes remerciements aux Professeurs de physique du Master OM (Optique et Matériaux) du département de physique de la Faculté des Sciences d'Oujda, en particulier Prof. El Houssaine EL Boudouti et Prof. Driss Bria qui m'ont toujours encouragé.

Je remercie également l'ensemble de mes collègues et mes amis avec qui j'ai partagé des moments inoubliables tout au long de la période de thèse.

Enfin, je remercie ma famille qui m'a accompagné, encouragé et soutenu tout au long de la réalisation de ma thèse.

# Table de matières

<b>Introduction générale.....</b>	<b>12</b>
Références .....	17
<b>Chapitre I : Transfert de chaleur radiatif à travers les textiles pour le confort thermique individuel .....</b>	<b>18</b>
Introduction .....	19
I. Transfert thermique .....	19
I.1 Généralités et principe .....	19
I.2 Modes fondamentaux de transfert thermique .....	19
I.2.1 Conduction .....	19
I.2.2 Convection .....	20
I.2.3 Radiation .....	20
I.2.3.1 Rayonnement électromagnétique .....	20
I.2.3.2 Notion du corps noir .....	21
II. Concept de confort thermique et thermorégulation .....	22
II.1 Confort thermique .....	22
II.2 Thermorégulation du corps humain .....	23
II.2.1 Mécanismes inconscients .....	23
II.2.2 Mécanismes conscients .....	23
II.3 Mécanismes de transfert thermique entre la peau et l'environnement .....	24
II.3.1 Transfert thermique par conduction .....	24
II.3.2 Transfert thermique par convection .....	24
II.3.3 Transfert thermique par évaporation .....	24
II.3.4 Transfert thermique par radiation .....	24
III. Textiles proposés pour la gestion des rayonnements thermiques .....	26
Conclusion .....	36
Références .....	37
<b>Chapitre II : Méthodes et matériaux .....</b>	<b>41</b>
Introduction .....	42
I. Cristaux photoniques .....	42
I.1 Généralités .....	42

I.2 Cristal photonique unidimensionnel (1D) : Miroir de Bragg .....	43
I.3 Cristal photonique bidimensionnel (2D) .....	45
I.4 Cristal photonique tridimensionnel (3D) .....	46
I.5 Equations de Maxwell dans une structure diélectrique périodique .....	47
I.6 Zone de Brillouin et diagramme de bande .....	49
I.6.1 Zone de Brillouin irréductible .....	49
I.6.2 Diagramme de bande .....	51
I.7 Résonance de Fano .....	52
II. Méthode des éléments finis .....	52
II.1 Définition et principe .....	52
II.2 Conditions aux limites .....	54
II.2.1 Conditions aux limites périodiques .....	54
II.2.2 Conditions absorbantes aux limites .....	55
III. Théorie des milieux effectifs .....	55
III.1 Définition et principe .....	55
III.2 Modèles .....	56
III.2.1 Maxwell Garnett .....	56
III.2.2 Brugmann .....	56
IV. Modèle de transfert thermique .....	57
IV.1 Concept et approximations du modèle .....	57
IV.2 Formalisme mathématique du modèle .....	58
V. Matériaux .....	60
V.1 Impact des propriétés optiques du textile sur le confort thermique .....	60
V.2 Choix des matériaux .....	62
VI. Méthodes de fabrication .....	64
VII. Méthodes de caractérisation optique .....	67
VII.1 Spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) .....	67
VII.2 Spectromètre ultraviolet-visible (UV-vis) .....	67
VIII. Méthode de caractérisation thermique .....	68
Conclusion .....	68

Références .....	70
<b>Chapitre III : Impact de l'intégration de particules diélectriques dans une membrane de polyéthylène .....</b>	<b>73</b>
Introduction .....	74
I. Impact des particules de SiO <sub>2</sub> sur une membrane de polyéthylène.....	75
I.1 Taille des particules de SiO <sub>2</sub> .....	75
I.1.1 Section efficace de diffusion d'une particule SiO <sub>2</sub> dans un milieu PE .....	75
I.1.2 Section efficace d'absorption d'une particule SiO <sub>2</sub> dans un milieu PE .....	76
I.2 Indice de réfraction effectif dans la gamme 5-15 μm .....	77
I.3 Le cas d'une membrane PE mince .....	78
I.3.1 Coefficients optiques dans la gamme 5-15 μm .....	78
I.3.2 Coefficients d'efficacité .....	80
I.3.3 Analyse thermique .....	81
I.4 Effet de l'épaisseur de la membrane PE .....	83
I.4.1 Coefficients optiques dans la gamme 5-15 μm .....	83
I.4.2 Coefficients d'efficacité .....	84
I.4.3 Analyse thermique .....	85
I.5 Cas d'une membrane PE nanoporeuse, dopée, épaisse .....	86
I.5.1 Propriétés optiques .....	87
I.5.1.1 Section efficace de diffusion d'un nanopore d'air dans le milieu PE .....	87
I.5.1.2 Indice de réfraction effectif dans la gamme 5-15 μm .....	87
I.5.1.3 Coefficients optiques dans la gamme 5-15 μm .....	88
II. Membrane de polyéthylène mince dopée TiO <sub>2</sub> .....	89
II.1 Caractérisation morphologique de la membrane composite .....	89
II.2 Propriétés optiques dans la gamme visible et le moyen infrarouge .....	90
II.2.1 Opacité dans le visible 400-800 nm .....	90



II.2.2	Section efficace de diffusion et d'absorption d'une particule de TiO <sub>2</sub> dans la gamme moyen infrarouge 5-15 μm .....	91
II.2.3	Indice de réfraction effectif dans la gamme 5-15 μm .....	92
II.2.4	Comparaison des mesures FTIR et simulation numérique .....	93
II.2.4.1	Cas du milieu effectif .....	93
II.2.4.2	Prise en compte des particules de TiO <sub>2</sub> .....	94
II.3	Analyse thermique .....	98
II.3.1	Caractérisation de l'effet des particules de TiO <sub>2</sub> sur l'émissivité infrarouge de la membrane PE .....	98
II.3.2	Modèle thermique analytique .....	99
III.	Membrane composite mixte contenant des particules de SiO <sub>2</sub> et TiO <sub>2</sub> .....	100
III.1	Propriétés optiques dans la gamme 5-15 μm .....	100
III.2	Analyse thermique .....	101
	Conclusion .....	102
	Références .....	103
	<b>Chapitre IV : Tissus asymétriques pour le réchauffement radiatif haute performance.</b>	<b>104</b>
	Introduction .....	105
I.	Structure asymétrique mince à base de particules de SiO <sub>2</sub> .....	106
I.1	Propriétés optiques dans la gamme moyenne infrarouge 5-15 μm .....	106
I.2	Analyse thermique .....	107
I.2.1	Structure asymétrique à 2 mm de la peau .....	107
I.2.2	Effet de l'épaisseur du microclimat .....	110
I.3	Transfert de la structure asymétrique sur un textile conventionnel .....	111
I.4	Respirabilité de la structure .....	112
II.	Structure asymétrique mince à base de particules de TiO <sub>2</sub> .....	114

II.1 Métallisation .....	114
II.2 Propriétés optiques dans la gamme moyen-infrarouge 5-15 $\mu\text{m}$ .....	114
II.3 Mesure qualitative de l'émissivité .....	117
II.4 Analyse thermique théorique .....	119
III. Structure équivalente épaisse .....	120
III.1 Propriétés optiques dans l'infrarouge moyen 5-15 $\mu\text{m}$ .....	121
III.2 Analyse thermique .....	122
III.3 Caractérisation qualitative de l'émissivité .....	123
Conclusion .....	123
Références .....	125
<b>Chapitre V : Membranes photoniques pour la thermorégulation individuelle basée sur la modulation de la réflexion et de la transmission .....</b>	<b>126</b>
Introduction .....	127
I. Membrane photonique à base de polymère .....	128
I.1 Géométrie .....	128
I.2 Membrane photonique à base de polyéthylène (PE) .....	129
I.2.1 Simulation de l'effet de la structuration par FEM .....	129
I.2.1.1 Effet du facteur d'échelle $\alpha_1$ .....	129
I.2.1.2 Variation du facteur d'échelle $\alpha$ .....	133
I.2.1.3 Variation du diamètre D .....	133
I.2.1.4 Variation de l'épaisseur h .....	134
I.2.2 Estimation quantitative de l'effet de la structuration .....	135
I.2.3 Analyse thermique de la membrane structurée .....	136
I.3 Membrane photonique à base de polyimide (PI) .....	137
I.3.1 Fabrication de la membrane photonique .....	137

I.3.1.1	Préparation du substrat de dépôt .....	137
I.3.1.2	Dépôt de la membrane de PI .....	138
I.3.1.3	Structuration de la membrane de PI .....	139
I.3.1.3.1	Exposition à la lumière UV .....	139
I.3.1.3.2	Développement et rinçage .....	140
I.3.1.3.3	Recuit dans un four tubulaire .....	140
I.3.1.4	Libération de la membrane PI .....	141
I.3.2	Caractérisation morphologique de la membrane photonique et discussions .....	141
I.3.2.1	Avant la libération de la membrane .....	141
I.3.2.2	Après la libération de la membrane .....	144
I.3.3	Caractérisation de l'effet de la structuration et discussions .....	145
I.3.3.1	Caractérisation par FTIR et comparaison avec FEM .....	145
I.3.3.2	Caractérisation par caméra thermique .....	146
I.3.3.3	Caractérisation par thermocouple type K et comparaison avec le modèle thermique analytique .....	147
II.	Structure photonique de type membrane-métal-membrane .....	149
II.1	Géométrie et matériaux .....	149
II.2	Propriétés optiques dans la gamme 5-15 $\mu\text{m}$ .....	150
II.2.1	Combinaison de l'effet du métal et de la structuration .....	150
II.2.2	Effet du facteur d'échelle $\alpha$ .....	152
II.3	Analyse thermique .....	153
II.4	Illustration du fonctionnement d'un tissu thermorégulateur dynamique .....	154
	Conclusion .....	155
	Références .....	157
	<b>Conclusion générale .....</b>	<b>158</b>

<b>Perspectives .....</b>	<b>161</b>
<b>Annexe .....</b>	<b>164</b>
Annexe A .....	165
Annexe B .....	167
Annexe C .....	168
<b>Résumé .....</b>	<b>169</b>
<b>Abstract .....</b>	<b>171</b>
<b>Curriculum vitae .....</b>	<b>173</b>

## **Introduction générale**

## Introduction générale

Maintenir le corps humain dans un état de confort thermique est une nécessité pour notre équilibre biologique. Bien que le corps humain dispose de mécanismes de régulation de la température corporelle fiables, notamment la transpiration, les frissons et la circulation sanguine, les fluctuations météorologiques peuvent facilement dégrader le confort thermique des individus. Pour créer une enveloppe thermique appropriée dans les espaces intérieurs, il existe deux stratégies : l'utilisation de systèmes de climatisation (CVC) pour refroidir ou réchauffer l'espace intérieur et/ou les vêtements pour ajuster la température autour du corps humain. La première stratégie montre sa limitation en raison de la consommation d'énergie considérable. Dans l'Union Européenne, le secteur du bâtiment utilise plus de 40 % de la consommation totale d'énergie [1]. Plus de 50 % de cette énergie est dédiée uniquement à la régulation thermique des locaux [2]. Cette énorme consommation d'énergie est une contribution inquiétante au réchauffement climatique [3]. Les vêtements, qui sont donc la deuxième stratégie, jouent un rôle clé dans notre vie pour satisfaire le confort thermique du corps humain. Ils fournissent ainsi un refroidissement dans un environnement chaud ou un réchauffement dans un environnement froid. Cependant, les vêtements conventionnels ont des performances d'isolation thermique très limitées. En effet, une variation brutale de la température de la pièce affecte le confort thermique du corps. Le développement de nouveaux textiles capables de gérer la température du corps humain sur une large gamme de températures ambiantes, sans apporter d'énergie externe supplémentaire, apparaît comme une nécessité d'actualité.

Récemment, *la gestion thermique individuelle* s'est avérée être une solution efficace pour remplacer les méthodes traditionnelles de chauffage ou de refroidissement [4]. Cette nouvelle stratégie s'intéresse au contrôle de la température dans l'espace d'air entre la peau et les textiles appelé le *microclimat*.

Le corps humain, à travers le vêtement qui le recouvre, échange sa chaleur avec son environnement par conduction, convection, évaporation et radiation en proportions diverses. À la température normale de la peau de 34 °C, le corps humain émet des rayonnements infrarouges (IR) thermiques avec un pic autour de la longueur d'onde de 9 µm. Lorsqu'un individu est au repos dans une pièce, le rayonnement infrarouge représente plus de 50 % des pertes totales de chaleur corporelle [5].

De ce fait, la communauté scientifique s'est naturellement orientée vers la conception de textiles capables de moduler les rayonnements infrarouges émis par le corps humain. En

contrôlant l'émissivité, la transmissivité et la réflectivité du rayonnement infrarouge du corps humain à travers les textiles, la température du microclimat peut être ajustée. Malgré les efforts déjà réalisés dans le domaine, le control du confort thermique, par des textiles permettant la gestion thermique radiative reste, à ce jour, un défi majeur.

Cette thématique a été introduite à l'IEMN sous l'impulsion des groupes BioMEMS et EPHONI avec la soutenance de Maud Viallon en 2017. Il s'agissait de montrer que le concept des cristaux photoniques pouvait moduler le spectre électromagnétique dans l'IR moyen. La démonstration a été faite sur du Si, compte tenu de l'environnement technologique de l'IEMN [6]. Cette thèse a été suivie par celle de Salim Assaf en 2020 qui a proposé le transfert des connaissances sur une étude théorique basée sur différents polymères [7]. Mon travail se situe dans la continuité de ces deux thèses.

L'objectif de cette thèse est donc de concevoir, fabriquer et caractériser des membranes capables d'agir sur les transferts radiatifs afin de maintenir le confort thermique de l'individu dans les espaces intérieurs où l'effet des rayonnements solaires est négligeable. L'originalité de ce travail réside dans la conception et la réalisation de structures flexibles, respirantes et transférables sur un textile conventionnel dont la propriété est de maintenir le confort thermique sur une large gamme de température ambiante sans apport énergétique extérieur. Les méthodologies et les processus de fabrication innovants présentés dans ce manuscrit peuvent être transférés sur différents polymères, statique et dynamique.

Ce manuscrit de thèse est divisé en cinq chapitres :

- ❖ Dans le premier chapitre, nous introduisons les lois fondamentales de transfert thermique et les différents mécanismes d'échange thermique entre la peau et l'environnement. Nous discutons la contribution majeure des échanges thermiques par radiation dans les pertes de chaleur du corps humain. Ensuite, nous définissons le concept de confort thermique et celui de thermorégulation dans le cadre de l'application textile. Enfin, nous présentons les travaux issus de la littérature sur les textiles innovants pour la gestion thermique individuelle ainsi que le positionnement de nos travaux par rapport à l'état de l'art.
- ❖ Dans le deuxième chapitre, nous présentons des généralités sur les cristaux photoniques qui sont exploités dans le dernier chapitre de ce manuscrit. Nous poursuivons le chapitre par la présentation de différentes méthodes théoriques utilisées pour les calculs optiques et thermiques. Ensuite nous définissons les

différents matériaux utilisés dans notre étude. Enfin, nous présentons les différentes méthodes expérimentales utilisées pour fabriquer et caractériser les échantillons.

- ❖ Dans le troisième chapitre, nous étudions théoriquement et expérimentalement l'effet de particules diélectriques absorbantes sur la réponse optique des membranes de polyéthylène (PE). L'étude théorique a été faite en fonction de la fraction volumique des particules, de l'épaisseur et de la porosité de la membrane. L'étude expérimentale a comme objectif de démontrer par des mesures qu'un faible pourcentage de particules diélectriques est capable de moduler l'émissivité de la membrane PE dans le moyen infrarouge.
- ❖ Dans le quatrième chapitre, sur la base des résultats du troisième chapitre, nous proposons, pour le réchauffement, un tissu asymétrique à haute performance à base de particules diélectriques. Nous commençons le chapitre par une étude théorique pour démontrer le rôle majeur de la face externe du textile dans l'équilibre du bilan thermique. Ensuite, nous démontrons expérimentalement le cas d'un tissu asymétrique capable à la fois de contrôler les pertes de chaleur radiative et de changer sa couleur. Enfin, nous proposons un tissu asymétrique équivalent, sans apport de particules.
- ❖ Enfin, dans le dernier chapitre, nous étudions théoriquement et expérimentalement des membranes basées sur les propriétés des cristaux photoniques. La première partie du chapitre présente l'étude théorique faite sur une membrane photonique à base de PE et les conséquences sur les spectres de réflexion, de transmission et d'absorption du rayonnement EM incident. Nous démontrons comment agit la membrane photonique vis à vis des radiations thermiques émises par le corps humain et les conséquences sur la variation de la température ambiante requise. Dans la deuxième partie, nous décrivons les étapes de fabrication de la membrane photonique à base de polyimide (PI). Ensuite, nous présentons des caractérisations morphologiques des membranes fabriquées en salle blanche. Nous présentons les mesures qualitatives et quantitatives confirmant nos prédictions théoriques, démontrant ainsi expérimentalement l'effet de la structuration. Enfin, nous proposons une structure multicouche photonique pour la gestion thermique individuelle sur une large gamme de températures ambiantes. Alors que les travaux précédents ont été initiés et développés dans le cadre de mes travaux de thèses, cette partie s'inscrit dans la continuité des travaux des thèses de Maud Viallon et Salim Assaf, par une approche



complète et systématique du PE et la mise en place expérimentale, en collaboration avec Salim Assaf en Post Doc dans le groupe BioMEMS, de la structuration du PI.

Les travaux présentés dans ce manuscrit s'inscrivent dans le cadre du projet transfrontalier INTERREG PHOTONITEX dont les partenaires sont Matérianova (porteur), l'Université de Mons, l'Université de Gand, l'ENSAIT, HEI-JUNIA et l'IEMN [8]. Ce travail a donné lieu à 2 publications et 2 proceedings.

## Références

- [1] Directive 2010/31/EU of the European Parliament and of the Council of 19 May 2010 on the Energy Performance of Buildings, 23 (n.d.).
- [2] C. A. Balaras, A. G. Gaglia, E. Georgopoulou, S. Mirasgedis, Y. Sarafidis, and D. P. Lalas, European Residential Buildings and Empirical Assessment of the Hellenic Building Stock, Energy Consumption, Emissions and Potential Energy Savings, *Building and Environment* **42**, 1298 (2007).
- [3] L. Pérez-Lombard, J. Ortiz, and C. Pout, A Review on Buildings Energy Consumption Information, *Energy and Buildings* **40**, 394 (2008).
- [4] P.-C. Hsu, X. Liu, C. Liu, X. Xie, H. R. Lee, A. J. Welch, T. Zhao, and Y. Cui, Personal Thermal Management by Metallic Nanowire-Coated Textile, *Nano Lett.* **15**, 365 (2015).
- [5] J. D. Hardy and E. F. DuBois, Regulation of Heat Loss from the Human Body, *Proceedings of the National Academy of Sciences* **23**, 624 (1937).
- [6] M. Viallon, Réalisation et caractérisation de membranes polymères microstructurées capables de moduler leurs propriétés de réflexion dans le domaine de moyen infrarouge : application aux textiles pour le confort thermique., 178 (n.d.).
- [7] S. A. Assaf, Innovative Nanostructured Textiles for Thermal Comfort, 199 (n.d.).
- [8] Photonitex - Textiles Infrarouge - Home, <http://www.photonitex.eu/>.

**Chapitre I :**  
**Transfert de chaleur radiatif à travers les textiles  
pour le confort thermique individuel**

# Chapitre I : Transfert de chaleur radiatif à travers les textiles pour le confort thermique individuel

## Introduction

Le contrôle et le développement des performances de refroidissement et de réchauffement des textiles courants nécessitent une compréhension des lois physiques gérant le transfert thermique entre le corps humain et son environnement. La maîtrise de ces lois, la notion de confort thermique ainsi que celle de thermorégulation sont essentielles pour répondre à la problématique. Dans ce chapitre, les lois fondamentales du transfert thermique sont introduites dans la **section I**. Nous définissons ensuite la notion de confort thermique et de thermorégulation selon différents mécanismes, inconscients et conscients (**section II**). Nous discutons enfin des différents travaux publiés dans la littérature sur la thématique du sujet dans la **section III** avant de conclure et de présenter les axes de recherche de ce travail.

## I. Transfert thermique

### I.1 Généralités et principe

Le transfert thermique, ou le transfert de chaleur, est une discipline de la physique qui cherche à prédire le transfert d'énergie qui peut avoir lieu entre les corps matériels en raison d'une différence de température [1]. La chaleur peut passer d'un corps chaud vers un autre froid suivant trois mécanismes - conduction, convection et radiation - appelés *modes fondamentaux de transfert thermique* [1–4].

### I.2 Modes fondamentaux de transfert thermique

#### I.2.1 Conduction

La conduction représente le processus de propagation de la chaleur lorsqu'un gradient de température existe. Ce processus se fait par le contact direct entre des particules constituantes (molécules, atomes, électrons libres) d'un corps ou entre deux corps ayant des températures différentes. La loi de conduction peut s'exprimer par des expressions mathématiques. C'est en 1822, que Jean-Baptiste Fourier a établi la loi fondamentale de la conduction. Dès lors, le flux de chaleur transféré par la conduction s'exprime par la loi de Fourier :

$$\vec{Q} = -k A \overrightarrow{gradT} \quad \text{I.1}$$

Avec  $\vec{Q}$  (en W) le flux de chaleur transféré par conduction,  $k$  (en  $W m^{-1}K^{-1}$ ) la conductivité thermique du matériau et  $A$  (en  $m^2$ ) la section normale à la direction du flux thermique.

Dans le cas d'un champ de température à une dimension (suivant l'axe des abscisses  $x$  par exemple), la loi de Fourier se simplifie et s'exprime par :

$$Q = -k A \frac{dT}{dx} \quad I.2$$

## I.2.2 Convection

La convection représente le processus de transport de chaleur qui implique le déplacement d'un fluide (liquide ou gaz). Ce processus se fait par un échange de chaleur entre un fluide en mouvement et la surface d'un corps solide ayant une température différente, ou entre des zones du fluide qui n'ont pas la même température. Selon les causes qui produisent le mouvement du fluide, nous pouvons distinguer deux types de convection : la convection forcée et la convection naturelle (ou libre). Pour la convection forcée, le mouvement du fluide est engendré par une cause extérieure (pompe, ventilateur, etc.). Dans le cas d'une convection naturelle, le mouvement du fluide est une conséquence d'une différence de température entre les parties du fluide. La convection s'exprime par une équation appelée loi de Newton :

$$Q_{conv} = h A (T_s - T_f) \quad I.3$$

Avec  $Q_{conv}$  (en W) le flux de chaleur transféré par convection,  $h$  (en  $W m^{-2} K^{-1}$ ) le coefficient de convection,  $A$  (en  $m^2$ ) la surface perpendiculaire au flux thermique,  $T_s$  (en K) la température de la surface considérée et  $T_f$  (en K) la température du fluide en mouvement.

## I.2.3 Radiation

### I.2.3.1 Rayonnement électromagnétique

Tout matériau, solide, liquide ou gaz, ayant une température supérieure au zéro absolu, émet des ondes électromagnétiques. Dans le vide, ces ondes sont caractérisées par leur longueur d'onde  $\lambda_0$  et leur fréquence  $\nu$ . Selon la longueur d'onde, nous pouvons distinguer plusieurs types d'ondes électromagnétiques. Le spectre électromagnétique est reporté sur la **figure I.1**. La partie visible (VIS) du spectre s'étend d'environ 0,4 à 0,8  $\mu m$ , tandis que l'infrarouge moyen (MIR) se situe entre 3 et 30  $\mu m$ .

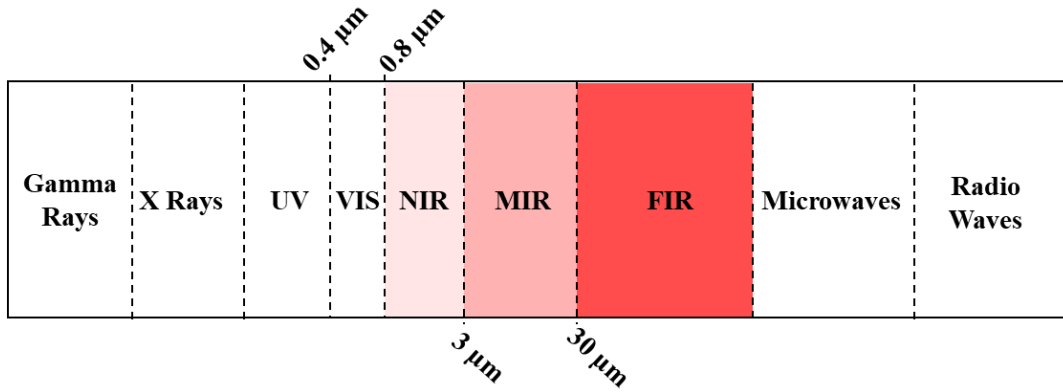


Figure I.1 Spectre des ondes électromagnétiques.

La propagation d'une onde électromagnétique a lieu sous forme de quanta discrets. Pour les ondes du domaine infrarouge par exemple, chaque quantum possède une énergie thermique de :

$$E = h\nu \quad \text{I.4}$$

Avec  $h$  ( $h = 6,62 \cdot 10^{-34}$  J. s), constante de Planck.

### I.2.3.2 Notion du corps noir

Le corps noir est un corps qui, à une température donnée, émet ou absorbe le plus de rayonnement. La distribution spectrale de l'émittance dans le vide d'un corps noir est donnée par la loi de Planck qui s'exprime par :

$$E_{o\lambda} = \frac{2 h c_0^2}{\lambda_0^5 (e^{hc/\lambda_0 k_B T} - 1)} \quad \text{I.5}$$

Avec  $c_0$  ( $c_0 = 2,998 \cdot 10^8$  m. s<sup>-1</sup>) la vitesse de la lumière dans le vide,  $\lambda_0$  (en m) la longueur d'onde de la radiation dans le vide,  $k_B$  ( $k_B = 1,38 \cdot 10^{-23}$  J. K<sup>-1</sup>) la constante de Boltzmann et  $T$  (en K) la température du corps noir.

Pour un corps noir à une température  $T$  constante, l'émittance dépend uniquement de la longueur d'onde de la radiation. La dérivation de l'équation I.5 par rapport à  $\lambda_0$  permet d'obtenir la valeur de  $\lambda_{0 \max}$  comme solution de l'équation suivante :

$$5 + \frac{hc_0/k_B}{\lambda_0 T (e^{hc_0/k_B \lambda_{0 \max} T} - 1)} = 0 \quad \text{I.6}$$

En remplaçant les constantes de l'équation I.6 par leur valeur, nous obtenons :

$$\lambda_{0\max} = \frac{2897,8}{T} \text{ (en } \mu\text{m)} \quad \text{I.7}$$

En portant l'équation I.6 dans l'équation I.5, nous obtenons l'expression de l'émittance maximale dans le spectre d'émission :

$$E_{0\lambda} = 1,2864 \cdot 10^{-11} T^5 \text{ (W. m}^{-2} \cdot \mu\text{m}^{-1}) \quad \text{I.8}$$

Les équations I.7 et I.8 sont appelées respectivement la première loi de Wien et la deuxième loi de Wien.

L'intégration de l'équation I.5 sur tout le spectre de l'émittance spectrale, permet d'obtenir la loi de Stefan-Boltzmann qui relie l'émittance totale  $E_0(T)$  à la température de la surface du corps noir T :

$$E_0(T) = \sigma T^4 \quad \text{I.9}$$

où  $\sigma = 5,6696 \cdot 10^{-8} \text{ W. m}^{-2} \cdot \text{K}^{-4}$  est la constante de Stefan-Boltzmann.

## II. Concept de confort thermique et thermorégulation

### II.1 Confort thermique

Les êtres humains sont des endothermes qui maintiennent leur température corporelle constante autour de 37 °C. Cette température interne est fortement liée à la température surfacique de la peau qui est régulée par les différents transferts de chaleur qui se produisent au niveau de l'interface cutanée (peau-milieu extérieur). La notion de confort thermique peut être associée à la température surfacique de la peau qui converge autant que possible vers la température interne du corps. Une grande divergence de la température surfacique de la peau peut engendrer une variation de la température interne ce qui peut gêner le fonctionnement normal des organismes du corps humain. Le concept de confort thermique pour un individu dépend à la fois de son activité physique, des textiles portés et de plusieurs paramètres environnementaux (température, humidité, etc.) [5–9]. Pour qu'un individu maintienne un état de confort thermique stable, son corps doit stabiliser sa température autour de 37 °C. Pour cela, le corps humain est doté d'un ensemble de mécanismes formant un phénomène biophysique appelé la *thermorégulation* [9,10].

## II.2 Thermorégulation du corps humain

La thermorégulation est la régulation entre la chaleur produite par le corps (la thermogenèse), via le métabolisme, et les pertes de chaleur vers le milieu extérieur (la thermolyse) pour maintenir une température interne constante (37 °C) [11]. Les mécanismes de thermorégulation peuvent être inconscients ou conscients. L'intérêt et le principe de chacun de ces mécanismes sont brièvement décrits ci-dessous.

### II.2.1 Mécanismes inconscients

Les mécanismes de thermorégulation inconscients se produisent naturellement et sont activés par le corps en fonction des conditions extérieures. Ils se déclenchent inconsciemment pour stabiliser la température corporelle. Nous pouvons distinguer trois mécanismes :

- **Sudation** : Dans un environnement chaud, la transpiration devient un moyen important d'évacuation de la chaleur. La sudation est un mécanisme de thermolyse qui permet la dissipation de la chaleur par évaporation de la pellicule d'eau qu'elle produit à la surface de la peau. Ce mécanisme prédomine lorsque la température ambiante est élevée ou dans le cas d'une activité physique intense [13, 14].
- **Contraction musculaire** : Mécanisme d'augmentation de la chaleur via le frisson. Il s'agit d'une succession de contractions involontaires des muscles pour produire de la chaleur lorsqu'une sensation du froid a lieu. Lorsque le corps se trouve dans un état d'hypothermie (diminution de la température corporelle), le cerveau déclenche des contractions brèves et successives des muscles squelettiques permettant d'augmenter la température corporelle [12].
- **Vasodilatation et vasoconstriction** : La vasodilatation permet de favoriser la thermolyse par évacuation de la chaleur interne vers la périphérie en augmentant le diamètre des vaisseaux sanguins de la surface cutanée. La vasoconstriction permet de limiter la thermolyse par la diminution de la dissipation de la chaleur interne en réduisant le diamètre des vaisseaux sanguins [12].

### II.2.2 Mécanismes conscients

Les mécanismes de thermorégulation conscients constituent l'ensemble des actions volontaires qui permettent de gérer les pertes de chaleur par le corps humain. Par exemple :

- Modifier le niveau d'activité physique. Une activité physique intense se traduira par une augmentation de la production de chaleur résultant de l'activité musculaire.



- L'usage de la climatisation ou du chauffage dans une pièce.
- Ajouter ou enlever des vêtements, pour modifier l'isolation entre le corps humain et l'environnement.

La peau est l'organe principal qui contrôle les flux de chaleur et d'humidité vers et depuis le milieu environnant [14]. Par l'intermédiaire de la peau, le corps humain peut échanger du flux thermique avec le milieu extérieur par conduction, convection, évaporation et radiation. Le principe de chaque mode de transfert de chaleur entre la peau et l'environnement est décrit dans la section suivante.

## **II.3 Mécanismes de transfert thermique entre la peau et l'environnement**

### **II.3.1 Transfert thermique par conduction**

La majorité des échanges conducteurs se réalisent entre la peau et les solides à son contact (pied/sol, main/objets, etc.) et entre la peau et les vêtements. Dans ce dernier cas, la conduction peut avoir lieu non seulement avec les vêtements en contact avec la peau, mais aussi dans la couche d'air, appelée microclimat (mc), située entre la surface de la peau et la surface interne des vêtements. L'expression de transfert thermique par conduction est donnée par la loi de Fourier (voir l'équation I.1).

### **II.3.2 Transfert thermique par convection**

Dans nos régions, la température surfacique de la peau est généralement supérieure à la température ambiante de la pièce. L'air situé autour de la peau est donc chauffé et un transfert de chaleur par convection naturelle est engendré. Dans le cas où la peau est en contact avec de l'air en mouvement, en présence d'un ventilateur par exemple, on parle de convection forcée.

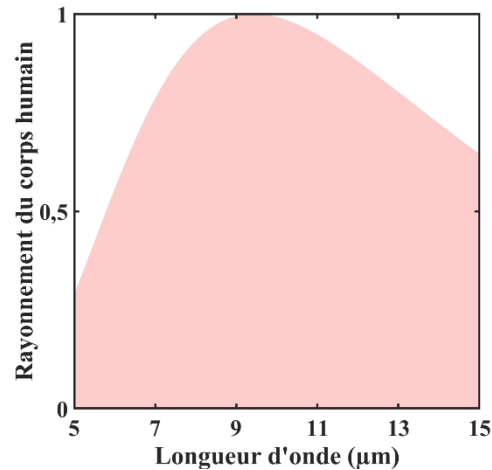
### **II.3.3 Transfert thermique par évaporation**

Le transfert de chaleur par évaporation se produit au niveau de la peau et aussi des voies respiratoires. Les échanges thermiques par évaporation sont en général des pertes : plus l'air est chaud, plus l'évaporation sudorale sera importante.

### **II.3.4 Transfert thermique par radiation**

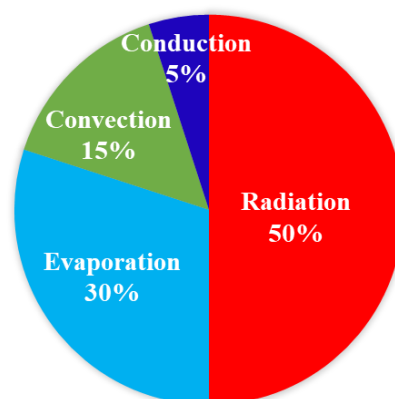
À une température normale de 34 °C, la peau humaine émet des radiations thermiques dans la gamme infrarouge moyen (MIR) avec un pic autour de la longueur d'onde de 9,5 μm [15]. En effet, en assimilant le corps humain à un corps noir, l'émission des radiations MIR par la peau du corps humain est caractérisée par la loi de Planck (équation I.5). La figure I.2

représente l'émission électromagnétique du corps humain dans la gamme MIR [5 - 15]  $\mu\text{m}$ . Le corps humain reçoit également de la chaleur sous forme d'ondes électromagnétiques porteuses d'énergie thermique de la part de son environnement.



**Figure I.2** Spectre normalisé d'émission électromagnétique de la peau humaine (assimilée à un corps noir) dans la gamme 5-15  $\mu\text{m}$  à température normale de la peau 34 °C.

Les mécanismes de transfert de chaleur cités ci-dessus (conduction, convection, évaporation et rayonnement) ne représentent pas tous la même contribution dans la dissipation de la chaleur du corps humain. La **figure I.3** montre la distribution en pourcentage de chaque mécanisme dans des conditions normales (repos ou activité modérée, température ambiante de 25 °C, vêtements standard) [16]. Dans la plupart des cas, les transferts radiatifs prédominent et sont responsables d'environ 50 % des pertes de chaleur produites par le corps humain.



**Figure I.3** Répartition des différents modes de perte de chaleur dans des conditions standard (repos ou activité modérée, température ambiante de 25 °C, vêtements standards).

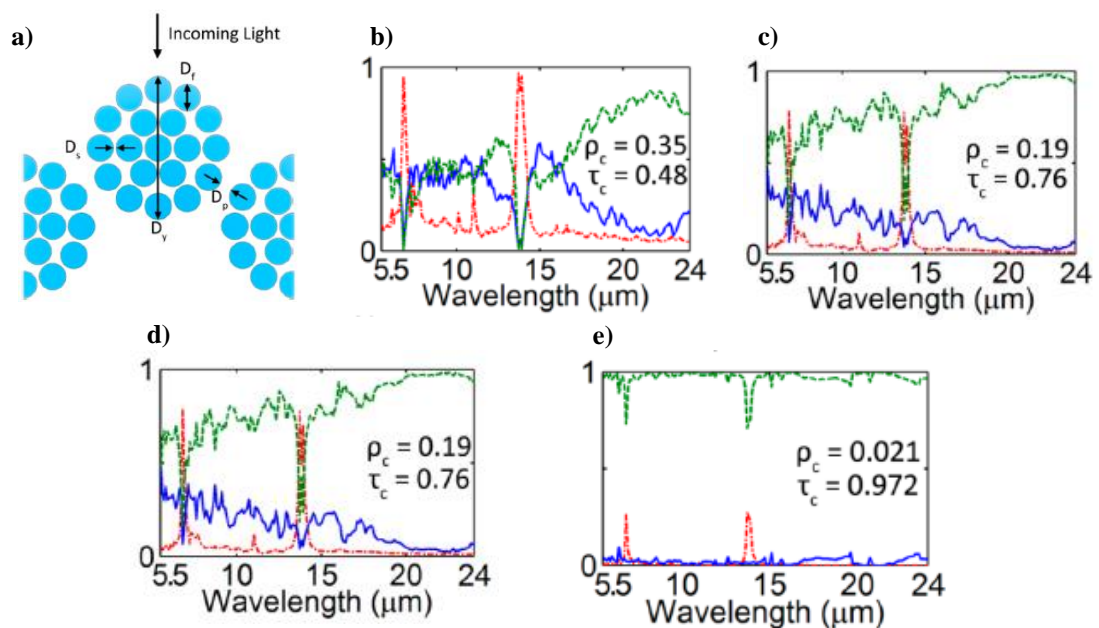
Le corps humain est conçu pour vivre dans un environnement tempéré où il peut maintenir ses fonctions vitales sans artifice, en particulier par thermorégulation. Une variation de la température ambiante fait varier la température surfacique de la peau, modifie la thermorégulation du corps et peut entraîner une déstabilisation de la température corporelle [9, 17, 18]. Les vêtements jouent un rôle important pour maintenir l'équilibre thermique. Ils agissent comme une barrière au transfert de chaleur et de vapeur entre la peau et l'environnement afin de maintenir le corps dans un état de confort, quelles que soient les conditions extérieures, et permettent ainsi de réduire le coût métabolique de la thermorégulation [19]. Cependant, les vêtements courants ont une performance d'isolation thermique très limitée. Une variation de la température ambiante soudaine peut affecter le confort thermique du corps. D'où la nécessité d'améliorer les performances thermorégulatrices des textiles pour gérer la température du corps humain sur une large gamme de température ambiante. La gamme de température ambiante pour laquelle un textile est capable de maintenir l'état du confort est appelée *zone de confort thermique*.

De nombreux efforts ont récemment été consacrés au développement de textiles thermorégulateurs, notamment des textiles à gestion thermique radiative. Contrairement aux stratégies conventionnelles basées sur la gestion thermique globale des bâtiments, ces textiles sont basés sur une approche appelée *gestion thermique individuelle*, qui consiste à réguler la température locale autour du corps humain en modulant les rayonnements infrarouges. Du point de vue économique et écologique, cette nouvelle approche apparaît comme une stratégie prometteuse participant à la réduction de la consommation énergétique et à la résolution des problèmes de changement climatique. Dans la littérature, plusieurs solutions ont été proposées pour le refroidissement, le réchauffement radiatif ou encore la double fonctionnalité (refroidissement et réchauffement radiatifs). Les différents textiles proposés dans la littérature sont discutés dans la section suivante.

### **III. Textiles proposés pour la gestion des rayonnements thermiques**

La contribution majeure du mode de radiation dans la dissipation de chaleur de notre corps (voir **section II.3.4**) a poussé la communauté scientifique à concevoir et fabriquer plusieurs textiles pour la gestion des rayonnements thermiques [20, 21]. Le principe de ces propositions est d'augmenter ou de minimiser la dissipation des rayonnements infrarouges vers l'extérieur pour respectivement refroidir ou réchauffer le corps humain.

Pour le refroidissement radiatif, plusieurs travaux récents ont proposé des structures fibreuses [22–24] ou membranaires [25–27] capable d’augmenter à la fois la transmission des rayonnements infrarouges à travers le textile et l’émissivité infrarouge du textile lui-même vers l’environnement. Tong *et al.* ont proposé un tissu opaque dans le visible mais transparent dans l’infrarouge [22]. Ce textile assure, par un mécanisme passif, la dissipation du rayonnement thermique émis par le corps humain directement dans l’environnement. Comme illustré sur la **figure I.4**, par un ajustement de diamètre et un arrangement particulier des fibres de polyéthylène, le tissu permet de moduler la transmission et la réflexion dans la gamme [5,5 – 24]  $\mu\text{m}$ .

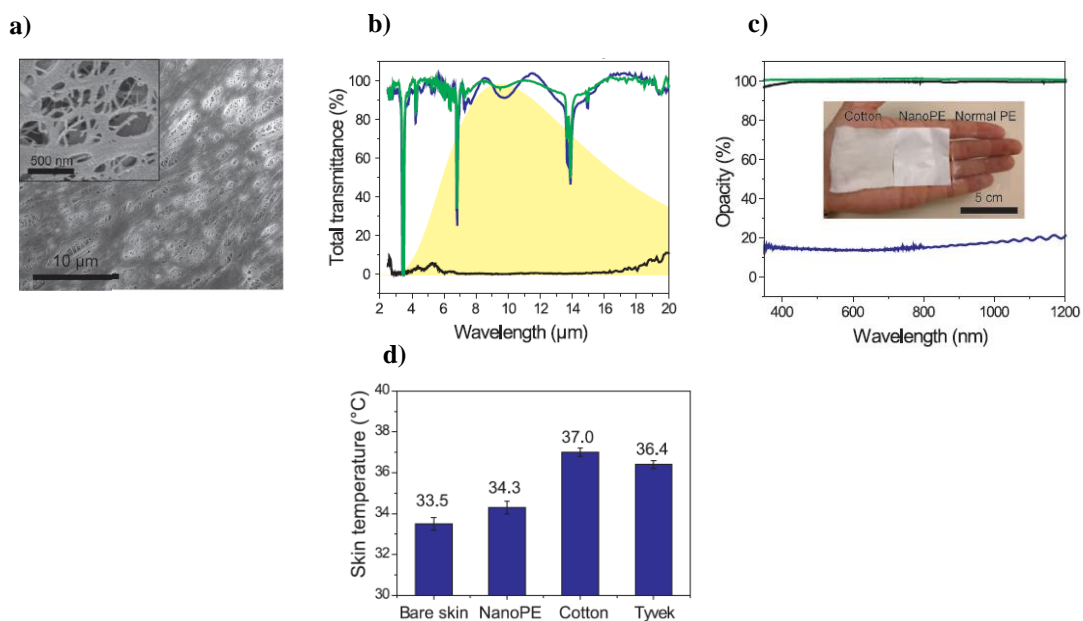


**Figure I.4** Textile pour le refroidissement thermique à base de fibres synthétiques. a) Modèle utilisé pour les calculs numériques.  $D_y$ ,  $D_f$ ,  $D_s$ , et  $D_p$  représentent respectivement le diamètre de fil, le diamètre de fibre, la distance entre deux fibres, et la distance entre deux fils. Réflexion (bleu), transmission (vert), et absorption (rouge) pour un diamètre de fibres fixe ( $D_f = 10 \mu\text{m}$ ) et pour un diamètre de fils b)  $D_y = 100 \mu\text{m}$  et c)  $D_y = 30 \mu\text{m}$ . Réflexion (bleu), transmission (vert), et absorption (rouge) pour un diamètre de fils fixe ( $D_y = 30 \mu\text{m}$ ) et pour un diamètre de fibres b)  $D_f = 10 \mu\text{m}$  et c)  $D_f = 1 \mu\text{m}$  [22].

Le groupe de Peng *et al.* a proposé un tissu à base de microfibres de polyéthylène nanoporeux (nanoPE) [23]. La taille des nanopores (50-1000 nm) permet une opacité dans le domaine du visible [400-800] nm, tout en assurant une transparence au rayonnement infrarouge. Les nanopores intégrés dans les fibres de polyéthylène garantissent non seulement l’opacité mais aussi une douceur semblable à celle du coton.

Dans le cas des membranes, P.C. Hsu *et al.* ont démontré expérimentalement qu’un film de polyéthylène nanoporeux (nanoPE) présentait une transparence infrarouge élevée, semblable à

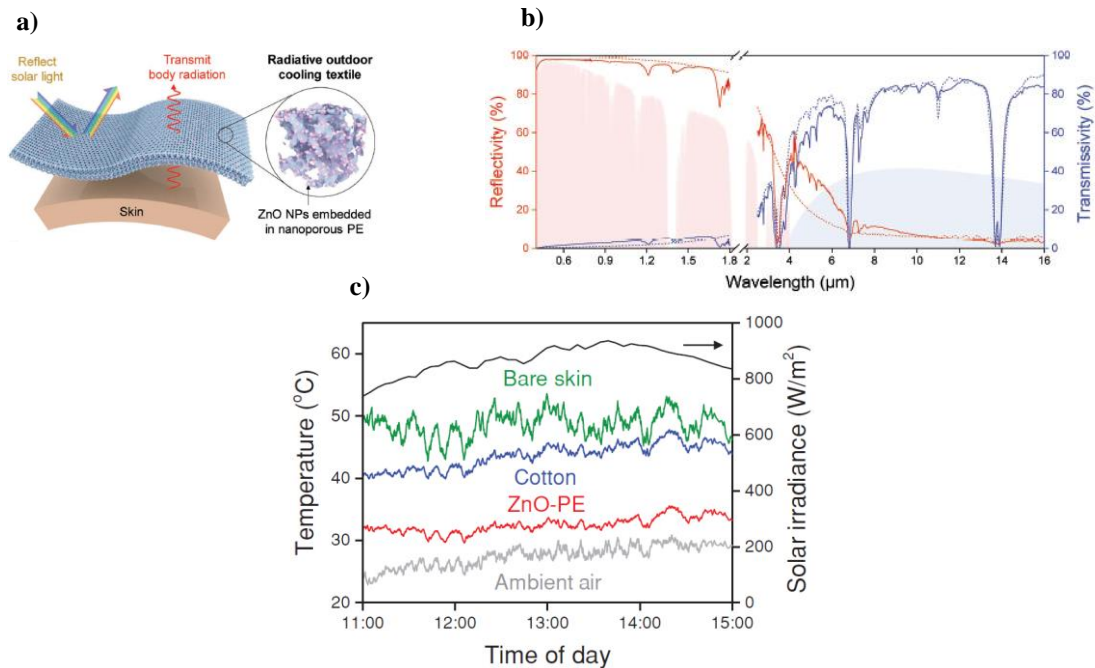
celle d'un film PE normal (**figure I.5b**). Couplée à son opacité dans le visible, semblable à celle du coton (**figure I.5c**), la membrane de nanoPE représente un bon candidat pour le refroidissement radiatif [25]. En effet, l'onde électromagnétique émise par le corps humain est quasi-intégralement transmise vers l'environnement à travers le nanoPE. La taille des pores, faible devant la longueur d'onde infrarouge, n'affecte pas la transparence intrinsèque du polyéthylène dans la gamme infrarouge. Ces auteurs ont démontré, par une expérience thermique, que le nanoPE diminuait la température superficielle de la peau de 0,8 °C. Ceci signifie que le film nanoPE possède une excellente dissipation thermique par rapport aux autres textiles conventionnels (**figure I.5d**).



**Figure I.5** Textile pour le refroidissement thermique formé d'un film de polyéthylène nanoporeux (nanoPE). a) Image du film de nanoPE prise par microscopie électronique à balayage (MEB) qui montre une taille des nanopores comprise entre 50 et -1000 nm. b) Spectre de transmission mesuré par FTIR pour du nanoPE (vert), du PE normal (bleu), et du coton (noir). Les radiations infrarouges du corps humain sont indiquées par la couleur jaune. c) L'opacité dans le visible observée (insert) et mesurée pour le nanoPE (vert), le PE normal (bleu), et le coton (noir) [25].

Pour un refroidissement quand l'individu se trouve à l'extérieur, plusieurs propositions ont été élaborées afin d'augmenter la réflexion des rayonnements solaires sans sacrifier la transparence dans l'infrarouge [26, 27]. Cai *et al.* ont proposé une membrane de nanoPE nanocomposite [26]. Des nanoparticules inorganiques d'oxyde de zinc (ZnO) ont été intégrées dans une matrice nanoPE (**figure I.6a**). Ce textile réfléchit plus de 90 % des radiations solaires tout en conservant une haute transparence infrarouge (**figure I.6b**). Les mesures de température d'une peau artificielle placée sous le soleil ont montré que le textile ZnO-PE était capable de

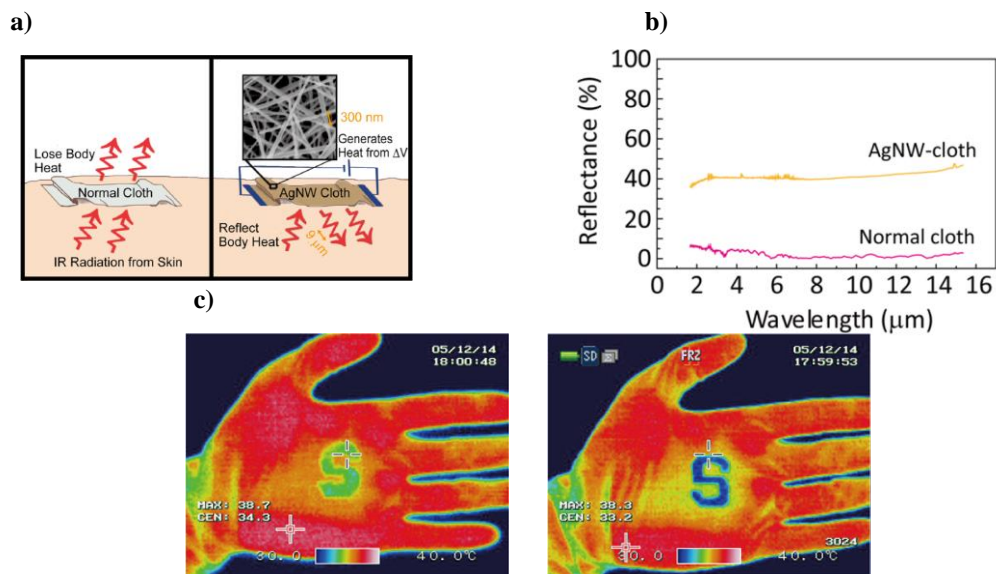
diminuer la température de la peau nue de plus de 20 °C, tandis que la différence de température entre une peau nue et une peau recouverte du coton ne dépassait pas 10 °C (**figure I.6c**). Notons que dans ce dernier cas, la contribution des radiations solaires et le mode d'évaporation sont pris en compte dans l'analyse thermique.



**Figure I.6** Textile pour le refroidissement (individu situé à l'extérieur) obtenu par l'intégration des nanoparticules de ZnO dans une matrice de nanoPE. a) Schéma de la structure montrant la distribution aléatoire des nanoparticules à l'intérieur du nanoPE. b) Spectres mesurés (lignes continues) et simulés (lignes discontinues) de réflexion et de transmission du film ZnO-PE dans la gamme [0.3-16] μm. La zone en rose montre le spectre solaire et la zone en bleu montre les radiations infrarouges du corps humain. c) Comparaison entre les températures mesurées dans le cas de la peau artificielle recouverte de ZnO-PE, de coton, et de la peau artificielle nue. Ces mesures sont réalisées en fonction du temps passé sous le rayonnement solaire [26].

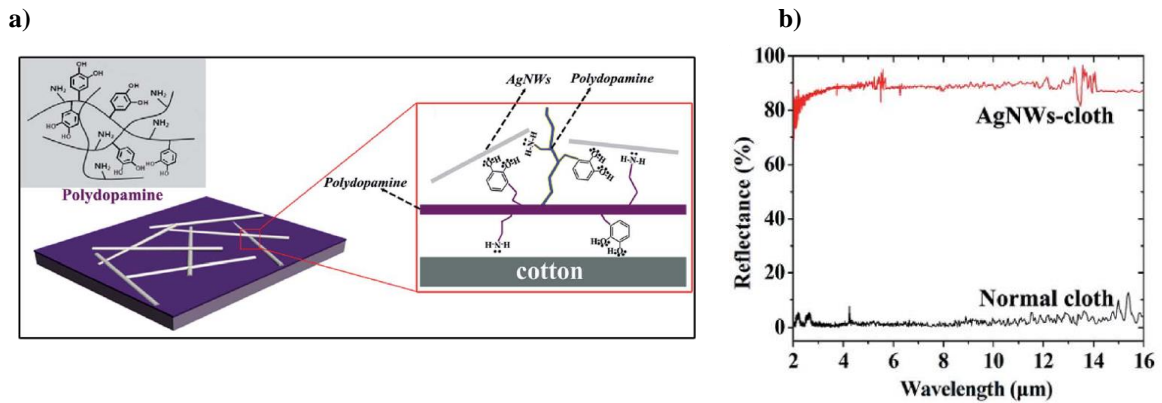
Pour le chauffage radiatif, plusieurs textiles commerciaux existent actuellement (couverture spatiale, technologie de Omni-Heat, etc). Ces textiles sont basés sur l'augmentation de la réflexion du rayonnement infrarouge en utilisant des métaux à haute réflectivité. Cependant, ces textiles ont quelques inconvénients. Pour les couvertures spatiales, les films métalliques continus utilisés dégradent la respirabilité du corps. Pour la technologie Omni-Heat, la réflexion est faible ce qui diminue les performances de réchauffement [28]. Par conséquent, les études récentes se sont tournées vers le développement de textiles chauffants à haute performance, sans sacrifier leur respirabilité [20, 21, 28–32]. Ainsi un nouveau textile pour le chauffage a été proposé par Hsu *et al.* [32]. Le textile consiste à intégrer des nanofils d'argent dans du coton (**figure I.7a**). Le textile AgNW réfléchit plus de 40% des rayonnements infrarouges dans la

gamme 2-15  $\mu\text{m}$ , tandis qu'un textile normal réfléchit moins de 10 % (**figure I.7b**). Les nanofils d'argent connectés permettent de compléter le réchauffement passif par une génération de chaleur par effet Joule en appliquant une tension électrique sur le textile AgNW. Les images thermiques de la **figure 7.Ic** montrent que l'augmentation de la réflexion par insertion de nanofils métalliques a amélioré l'isolation thermique radiative du textile. En effet, la couleur bleue du textile AgNW (figure de droite) signifie que la dissipation de chaleur vers l'extérieur est faible comparativement au textile classique (figure de gauche) qui montre une couleur verte, plus proche de la couleur de la main nue.



**Figure I.7** Textile pour le réchauffement, obtenu en intégrant des nanofils d'argent dans un textile classique. a) Schémas illustrant la comparaison du mécanisme radiatif de transfert de chaleur à travers un textile normal et un textile contenant des nanofils d'argent. b) Spectre de réflexion mesuré par FTIR dans la gamme [2-15]  $\mu\text{m}$  pour un textile normal et un textile Ag-NW. Les nanofils métalliques augmentent la réflexion du textile normal jusqu'à 40%. c) Image thermique d'un textile normal (gauche) et d'un textile contenant des nanofils d'argent (droite) indiquant la bonne performance d'isolation thermique radiative du textile AgNW. Les deux textiles sont déposés sur la main [32].

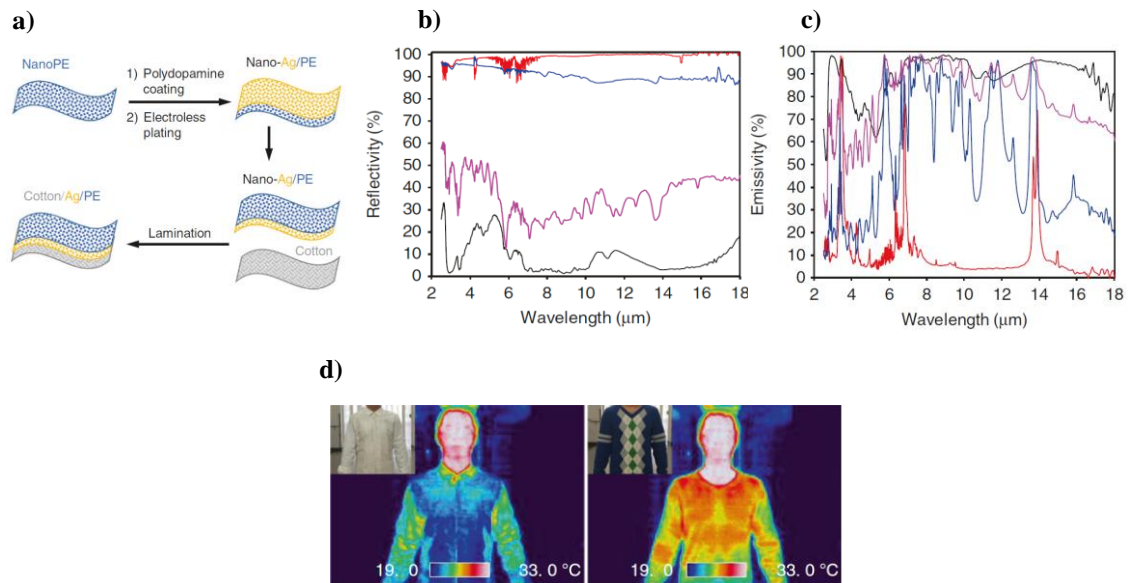
Pour augmenter la réflexion infrarouge, Yu *et al.* [30] ont déposé des nanofils d'argent sur du coton modifié avec de la polydopamine pour améliorer la capacité adhésive des AgNW par réticulation intermoléculaire (**figure I.8a**). Le textile réfléchit plus de 80 % des radiations dans la gamme 2-16  $\mu\text{m}$ , tandis qu'un textile normal réfléchit moins de 2 % dans cette même gamme de longueur d'onde (**figure I.8b**). Grâce à sa haute réflexion infrarouge, le textile obtenu présente une isolation thermique radiative. En outre, ce textile peut générer de la chaleur par effet Joule par application d'une tension électrique.



**Figure I.8** Textile pour le réchauffement obtenu en déposant des nanofils d'argent sur la surface du coton. a) Schéma montrant l'interaction entre la polydopamine et les nanofils d'argent. b) Spectre de réflexion mesuré pour un textile normal et un textile modifié par des nanofils d'argent [30].

Des nanoparticules et des films métalliques ont également été proposés pour une fonction de réchauffement en raison de leur réflectivité infrarouge élevée [28, 30]. Minimiser l'émission des rayonnements thermiques vers le milieu extérieur pour réchauffer le corps est aussi une solution démontrée par plusieurs études. Cai *et al.* ont démontré théoriquement et expérimentalement qu'une faible émissivité de la face extérieure du textile joue un rôle majeur pour minimiser la dissipation de chaleur du corps humain dans un espace froid [28]. Ils ont proposé un textile pour le réchauffement par voie passive en utilisant un nanoPE métallisé. La structure bicouche consiste à métalliser un film de nanoPE par une couche d'argent (**figure I.9a**). Cette structure est laminée à une couche du coton pour obtenir un textile multicouche (coton/Ag/nanoPE) qui présente une émissivité infrarouge minimale vers le milieu extérieur. La **figure I.9b** montre que la structure Ag/nanoPE réfléchit presque la totalité des rayonnements infrarouges dans la gamme 2-18  $\mu\text{m}$ , ce qui n'est pas le cas pour la couverture spatiale composée de la couche métallique continue d'Ag. La **figure I.9c** montre que le textile Ag/nanoPE possède une émissivité infrarouge minimale par rapport aux autres textiles conventionnels et commerciaux. La caractérisation par une caméra thermique d'un corps habillé de la structure proposée permet de démontrer une bonne isolation thermique radiative par rapport à un corps habillé d'un textile régulier (**figure I.9d**). La couleur bleue obtenue dans le cas de la structure coton/Ag/nanoPE signifie que l'émissivité du textile est minimale, donc la dissipation de chaleur vers l'environnement est faible.

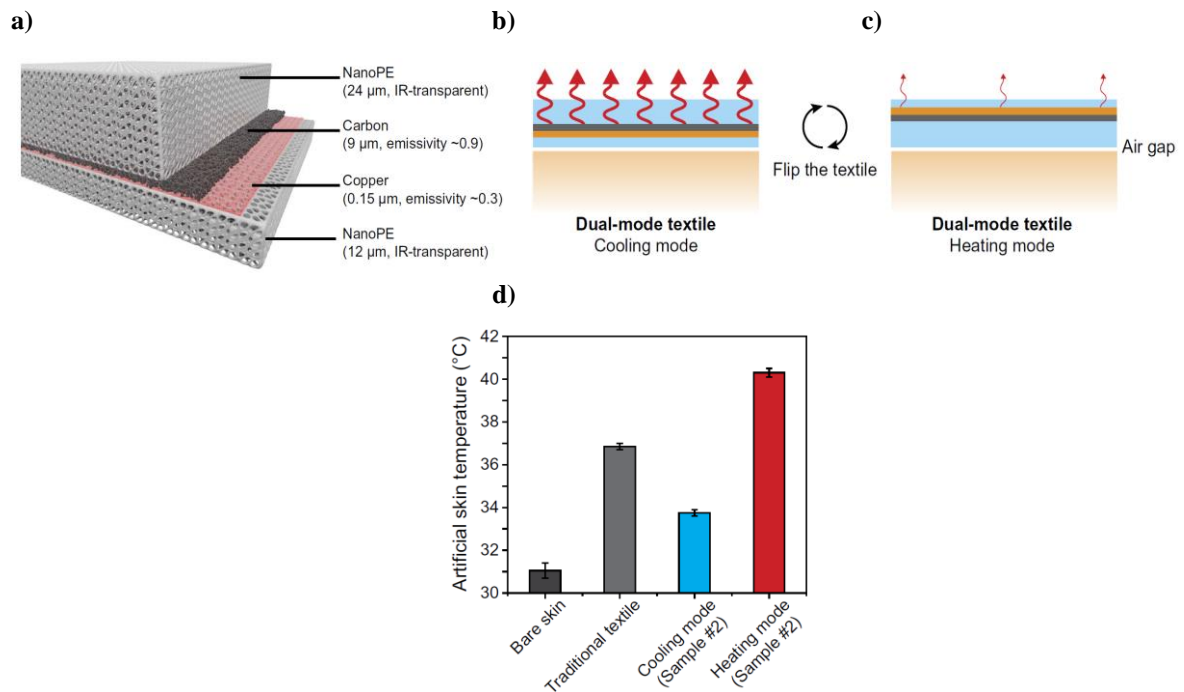




**Figure I.9** Textile pour le réchauffement réalisé par la métallisation d'un film de nanoPE (nano-Ag/PE). a) Processus de fabrication du textile nano-Ag/PE. b) Spectre de réflexion de la surface intérieure de la bicouche nano-Ag/PE (rouge), comparé à celui du coton (noir), de la couverture spatiale (bleu), et de l'Omni-Heat (mauve). c) Spectres d'absorption (émissivité) de la surface extérieure de la bicouche nano-Ag/PE (rouge), comparé à celui du coton (noir), de la couverture spatiale (bleu), et de l'Omni-Heat (mauve). d) Image thermique du corps humain portant des vêtements en coton/nano-Ag/PE (à gauche) et en textile traditionnel (à droite) [28].

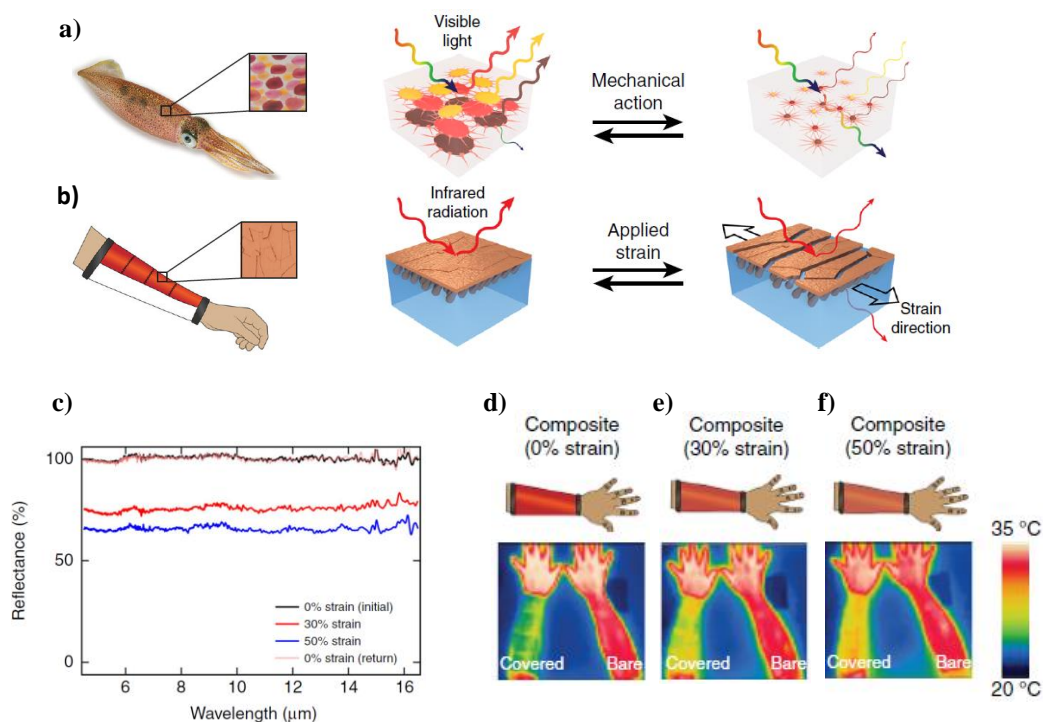
Les textiles à double mode sont des nouvelles générations de textile qui peuvent basculer du mode de refroidissement à un mode de réchauffement. Ils agissent par modulation de la transmission, de l'émissivité ou de la réflexion des rayonnements thermiques émis par le corps humain. De récentes études proposent plusieurs structures présentant la double fonctionnalité [20, 21, 33– 37]. Hsu *et al.* [33] ont démontré un textile à double mode en utilisant une structure bicouche composée d'une couche du carbone (haute émissivité infrarouge) et d'une couche de cuivre (faible émissivité infrarouge). Cette structure est intégrée dans un film de nanoPE (**figure I.10a**). Le textile asymétrique permet de passer du mode refroidissement (couche du carbone vers l'extérieur) au mode réchauffement (couche du cuivre vers l'extérieur) en inversant ces deux faces (**figure I.10b, c**). La **figure I.10d** présente des mesures de températures de la peau artificielle dans les quatre cas suivants : peau nue, peau recouverte de textile traditionnel et recouverte de la structure pour les deux modes de fonctionnement. La température de la peau artificielle nue est fixée comme référence à 31°C. Lorsqu'elle est recouverte par un textile traditionnel, la température augmente jusqu'à 37 °C. Si maintenant, la peau artificielle est recouverte de la structure en mode de refroidissement, la température redescend à 34 °C. En inversant les deux faces du textile, on passe en mode de réchauffement et la température atteint

une valeur de 40 °C. L'asymétrie de la structure a permis de réaliser avec la même pièce de textile la double fonctionnalité de refroidissement / réchauffement.



**Figure I.10** Textile pour la double fonctionnalité réalisé par intégration d'une bicouche (carbone/cuivre) dans une matrice de nanoPE. a) Schéma de la structure montrant les épaisseurs de chaque couche. L'épaisseur de la couche de nanoPE supérieure et inférieure est asymétrique. Schéma du transfert thermique radiatif dans le cas du mode b) de refroidissement et c) de réchauffement. d) Comparaison des températures de la peau artificielle dans quatre cas différents : peau nue, peau recouverte d'un textile traditionnel, peau recouverte du textile asymétrique en mode refroidissement et réchauffement [33].

Au cours des dernières années, plusieurs thermorégulateurs dynamiques ont été développés pour la thermorégulation individuelle. Ces textiles sont capables de contrôler dynamiquement les radiations du corps humain par réponse à un stimulus extérieur (température ou humidité). De nombreuses espèces animales possèdent des mécanismes spécifiques qui modulent la propagation des ondes électromagnétiques dans le visible et l'infrarouge afin de changer leurs couleurs ou satisfaire leur confort thermique [38–41]. Par biomimétisme, certaines structures dynamiques ont été développées afin d'obtenir la double fonctionnalité via l'ajustement des propriétés optiques des matériaux. En combinant le concept de la couverture spatiale et le mécanisme dynamique de changement de couleur du calamar (**figure I.11a**), Leung *et al.* ont fabriqué un matériau thermorégulateur dynamique [34]. La structure est composée d'une matrice polymère transparente dans l'infrarouge et de nanostructures métalliques déposées à la surface et intégrées dans la matrice polymère à travers des nanostructures colonnaires (**figure I.11b**).



**Figure I.11** Textile dynamique pour la double fonctionnalité inspirée de la peau de calamar. a) Schémas d'une couche de la peau de calmar, qui consiste en des organes chromatophores intégrés dans une matrice dermique transparente dans le visible. L'action mécanique des cellules musculaires fait basculer les chromatophores entre des états expansés et des points contractés ce qui permet à la peau de moduler la réflexion et la transmission de longueurs d'onde spécifiques de la lumière visible. b) Schéma du matériau composite. La surface extérieure de la structure contient des domaines métalliques intégrés dans la matrice polymère par des colonnes. c) Spectre de réflexion infrarouge mesuré pour le matériau composite soumis à différentes forces mécaniques. La réflexion observée dans le cas du matériau non déformé (pas de force appliquée) est retrouvée même après plusieurs déformations. d) Image thermique d'un bras nu (à droite) comparée avec un bras recouvert de matériau composite sous déformation de 0% (d), 30 % (e), et 50 % (f) [34].

La **figure I.11c** montre la réflexion du matériau composite lorsque celui-ci n'est soumis à aucune force, puis lorsqu'il est soumis à une déformation de 30 % et de 50 %. Par application des forces de traction mécaniques, les domaines métalliques à la surface du polymère s'ouvrent pour laisser passer les rayonnements infrarouges vers l'extérieur, refroidissant le corps. Par contre si les domaines métalliques sont fermés, la structure réfléchit la totalité des rayonnements infrarouges, réchauffant le corps. Les **figures I.11d-f** représentent des images thermiques en comparant un bras nu avec un bras recouvert du matériau composite non déformé, puis soumis respectivement à une déformation de 30 % et de 50 %. Lorsque les domaines métalliques sont fermés (force nulle), la transmission des rayonnements émis par le bras est nulle, d'où la couleur froide par rapport à un bras nu. Par contre, lorsque la force appliquée sur le matériau composite

est non nulle, la couleur devient proche de la couleur du bras nu, ce qui signifie que la transmission des rayonnements infrarouge via le matériau est importante.

Parmi les travaux discutés ci-dessus, beaucoup de textiles proposés pour la fonctionnalité de réchauffement se basent sur la voie active (effet Joule) pour compléter la voie passive qui montre des performances de réchauffement faibles. Bien qu'une combinaison de voies active et passive permette d'améliorer les performances du textile cela peut conduire à des inconvénients comme une consommation d'énergie électrique, une durée de vie limitée des piles et différents problèmes de sécurité. A notre connaissance, le seul travail qui a démontré qu'un textile puisse effectuer un réchauffement radiatif par voie passive est celui de Cai *et al* [32]. Leur approche se base sur des propriétés optiques constantes dans le MIR ce qui limite les performances de réchauffement du textile proposé. De plus un autre inconvénient présenté par cette solution concerne une variation soudaine de la température de la pièce qui peut déséquilibrer le confort thermique ressenti à cause d'une zone de confort thermique limitée.

Dans ce manuscrit, nous nous intéressons dans un premier temps à une compréhension théorique de l'effet des coefficients optiques (réflexion, transmission et absorption) dans le MIR d'un textile sur le confort thermique d'un individu dans un état au repos, à l'intérieur d'une pièce. Nous proposons des structures capables de moduler les radiations thermiques, afin de maintenir le confort thermique par une voie purement passive. Pour cela, nous allons agir sur les propriétés optiques des membranes en matériau polymère compatible avec le textile et dans lequel il est possible d'intégrer des particules diélectriques submicroniques. Nous étudierons l'émissivité de polymères usuels dans l'industrie textile modifiée par des particules compatibles avec les directives sanitaires européennes de tailles inférieures à la longueur d'onde MIR et distribuées aléatoirement dans la matrice polymère (voir **chapitre III**). Sur la base de l'insertion de nanoparticules, nous allons proposer une structure à émissivité infrarouge asymétrique, flexible, à hautes performances de réchauffement radiatif pour les espaces intérieurs (voir **chapitre IV**). En bénéficiant des résonances photoniques dans la gamme MIR, nous allons mettre en évidence, théoriquement et expérimentalement, des structures photoniques microstructurées, flexibles, respirantes et capables de moduler la transmission des radiations thermiques (voir **chapitre V**). L'originalité du travail proposé résulte de deux axes principaux :

- La modulation d'ondes électromagnétiques dans la gamme MIR (intégration de particules diélectriques et cristaux photoniques) pour la modélisation, la réalisation et la caractérisation de textiles dédiés à la thermorégulation individuelle au sein de bâtiments,

- Une approche dynamique de la thermorégulation que nous démontrons théoriquement sur des polymères statiques et qui peut être appliquée par la suite à des polymères dynamiques (polymères sensibles à la température).

## **Conclusion**

Dans ce chapitre, nous avons introduit les différents modes de transfert de chaleur dans un cadre général. Nous avons détaillé la notion de confort thermique ainsi que les différents mécanismes de thermorégulation du corps humain. Des études précédentes ont montré que le corps humain perdait plus de 50 % de sa chaleur sous forme d'ondes électromagnétiques dans la gamme moyen infrarouge. La modulation de ces rayonnements infrarouges pour réguler la température du corps humain est devenue un intérêt majeur de quelques groupes de recherche à l'échelle internationale. Les résultats majeurs de ces travaux sur le développement de textiles, pour la thermorégulation radiative, ont été discutés. Malgré les progrès actuels dans la conception de textiles dédiés à la gestion thermique par modulation des rayonnements infrarouges, les défis de cette problématique restent, à ce jour, nombreux et les enjeux sont majeurs. Le travail présenté ici est focalisé sur la conception de membranes capables de moduler la réflexion, la transmission et l'absorption des ondes électromagnétiques dans la gamme moyen infrarouge (5-15  $\mu\text{m}$ ) afin de maintenir le confort thermique d'un individu dans un espace intérieur et dans un état sédentaire. En se basant sur une compréhension des phénomènes physiques, notre objectif est à la fois d'étudier l'effet des propriétés optiques du textile dans le spectre du moyen infrarouge et de proposer des structures pour une thermorégulation individuelle passive. L'originalité du travail est liée à la fois aux concepts physiques utilisés pour modifier les propriétés optiques des matériaux compatibles textile : soit par l'intégration de particules diélectriques submicroniques soit par l'utilisation des propriétés des cristaux photoniques. L'approche dynamique présente la perspective de pouvoir être transférée à des polymères dynamiques (membranes à mémoires de forme, matériaux à changement de phase ...) et pourra faire l'objet d'études ultérieures. Le travail présenté dans ce manuscrit est composé d'une partie théorique qui porte sur l'étude des spectres infrarouges de différentes structures et une partie expérimentale avec fabrication de prototypes et leurs caractérisations optiques et thermiques. Les différentes méthodes théoriques, outils de simulation numérique, méthodes de fabrication, méthodes de caractérisation et les matériaux choisis sont présentés dans le chapitre suivant.

## Références

- [1] J.P.Holman, *Heat Transfer*, Eighth SI Metric Edition (n.d.).
- [2] Fleury Pierre and Mathieu Jean-Paul, *Chaleur thermodynamique, états de la matière*, 5th ed. (Eyrolles, 1968).
- [3] André B. De Vriendt, *La transmission de la chaleur*, Vol. 1 (1982).
- [4] Ana-Maria Bianchi, Yves Fautrelle, and Jacqueline Etay, *Transferts Thermiques* (n.d.).
- [5] L. Peng, B. Su, A. Yu, and X. Jiang, *Review of Clothing for Thermal Management with Advanced Materials*, Cellulose 26, 6415 (2019).
- [6] G. Havenith, J. M. L. Coenen, L. Kistemaker, and W. L. Kenney, *Relevance of Individual Characteristics for Human Heat Stress Response Is Dependent on Exercise Intensity and Climate Type*, European Journal of Applied Physiology 77, 231 (1998).
- [7] D. Zhao, X. Lu, T. Fan, Y. S. Wu, L. Lou, Q. Wang, J. Fan, and R. Yang, *Personal Thermal Management Using Portable Thermoelectrics for Potential Building Energy Saving*, Applied Energy 218, 282 (2018).
- [8] I. Sahta, I. Baltina, J. Blums, and V. Jurkans, *The Control of Human Thermal Comfort by the Smart Clothing*, SHS Web of Conferences 10, 00040 (2014).
- [9] K. Parsons, *Human Thermal Environments: The Effect of Hot, Moderate And*. (CRC Press, London, 2002).
- [10] *Intelligent Textiles and Clothing by H. Mattila (z-Lib.Org).Pdf*.
- [11] M. Mokhtari Yazdi and M. Sheikhzadeh, *Personal Cooling Garments: A Review*, The Journal of The Textile Institute 105, 1231 (2014).
- [12] J. D. Hardy and E. F. DuBois, *Regulation of Heat Loss from the Human Body*, Proceedings of the National Academy of Sciences 23, 624 (1937).
- [13] A. T. (Author) Johnson, *Biomechanics and Exercise Physiology: Quantitative Modeling*, 686 (n.d.).
- [14] E. A. Arens and H. Zhang, *The Skin's Role in Human Thermoregulation and Comfort*, 51 (n.d.).

- [15] J. Steketee, *Spectral Emissivity of Skin and Pericardium*, Phys. Med. Biol. 18, 686 (1973).
- [16] M. Viallon, *Réalisation et caractérisation de membranes polymères microstructurées capables de moduler leurs propriétés de réflexion dans le domaine de moyen infrarouge : application aux textiles pour le confort thermique.*, 178 (n.d.).
- [17] L. Yi, L. Fengzhi, L. Yingxi, and L. Zhongxuan, *An Integrated Model for Simulating Interactive Thermal Processes in Human–Clothing System*, Journal of Thermal Biology 29, 567 (2004).
- [18] Y. Epstein and D. S. Moran, *Thermal Comfort and the Heat Stress Indices*, Ind Health 44, 388 (2006).
- [19] R. A. Haslam and K. C. Parsons, *Quantifying the Effects of Clothing for Models of Human Response to the Thermal Environment*, Ergonomics 31, 1787 (1988).
- [20] X. Lan, Y. Wang, J. Peng, Y. Si, J. Ren, B. Ding, and B. Li, *Designing Heat Transfer Pathways for Advanced Thermoregulatory Textiles*, Materials Today Physics 100342 (2021).
- [21] R. Hu, Y. Liu, S. Shin, S. Huang, X. Ren, W. Shu, J. Cheng, G. Tao, W. Xu, R. Chen, and X. Luo, *Emerging Materials and Strategies for Personal Thermal Management*, Adv. Energy Mater. 10, 1903921 (2020).
- [22] J. K. Tong, X. Huang, S. V. Boriskina, J. Loomis, Y. Xu, and G. Chen, *Infrared-Transparent Visible-Opaque Fabrics for Wearable Personal Thermal Management*, ACS Photonics 2, 769 (2015).
- [23] Y. Peng, J. Chen, A. Y. Song, P. B. Catrysse, P.-C. Hsu, L. Cai, B. Liu, Y. Zhu, G. Zhou, D. S. Wu, H. R. Lee, S. Fan, and Y. Cui, *Nanoporous Polyethylene Microfibres for Large-Scale Radiative Cooling Fabric*, Nat Sustain 1, 105 (2018).
- [24] P. B. Catrysse, A. Y. Song, and S. Fan, *Photonic Structure Textile Design for Localized Thermal Cooling Based on a Fiber Blending Scheme*, ACS Photonics 3, 2420 (2016).
- [25] P.-C. Hsu, A. Y. Song, P. B. Catrysse, C. Liu, Y. Peng, J. Xie, S. Fan, and Y. Cui, *Radiative Human Body Cooling by Nanoporous Polyethylene Textile*, Science 353, 1019 (2016).

- [26] L. Cai, A. Y. Song, W. Li, P. Hsu, D. Lin, P. B. Catrysse, Y. Liu, Y. Peng, J. Chen, H. Wang, J. Xu, A. Yang, S. Fan, and Y. Cui, *Spectrally Selective Nanocomposite Textile for Outdoor Personal Cooling*, *Adv. Mater.* 30, 1802152 (2018).
- [27] R. Xiao, C. Hou, W. Yang, Y. Su, Y. Li, Q. Zhang, P. Gao, and H. Wang, *Infrared-Radiation-Enhanced Nanofiber Membrane for Sky Radiative Cooling of the Human Body*, *ACS Appl. Mater. Interfaces* 11, 44673 (2019).
- [28] L. Cai, A. Y. Song, P. Wu, P.-C. Hsu, Y. Peng, J. Chen, C. Liu, P. B. Catrysse, Y. Liu, A. Yang, C. Zhou, C. Zhou, S. Fan, and Y. Cui, *Warming up Human Body by Nanoporous Metallized Polyethylene Textile*, *Nat Commun* 8, 496 (2017).
- [29] X. Yue, T. Zhang, D. Yang, F. Qiu, Z. Li, G. Wei, and Y. Qiao, *Ag Nanoparticles Coated Cellulose Membrane with High Infrared Reflection, Breathability and Antibacterial Property for Human Thermal Insulation*, *Journal of Colloid and Interface Science* 535, 363 (2019).
- [30] Z. Yu, Y. Gao, X. Di, and H. Luo, *Cotton Modified with Silver-Nanowires/Polydopamine for a Wearable Thermal Management Device*, *RSC Adv.* 6, 67771 (2016).
- [31] H. Zhou, T. Zhang, X. Yue, Y. Peng, F. Qiu, and D. Yang, *Fabrication of Flexible and Superhydrophobic Melamine Sponge with Aligned Copper Nanoparticle Coating for Self-Cleaning and Dual Thermal Management Properties*, *Ind. Eng. Chem. Res.* 58, 4844 (2019).
- [32] P.-C. Hsu, X. Liu, C. Liu, X. Xie, H. R. Lee, A. J. Welch, T. Zhao, and Y. Cui, *Personal Thermal Management by Metallic Nanowire-Coated Textile*, *Nano Lett.* 15, 365 (2015).
- [33] P.-C. Hsu, C. Liu, A. Y. Song, Z. Zhang, Y. Peng, J. Xie, K. Liu, C.-L. Wu, P. B. Catrysse, L. Cai, S. Zhai, A. Majumdar, S. Fan, and Y. Cui, *A Dual-Mode Textile for Human Body Radiative Heating and Cooling*, *Sci. Adv.* 3, e1700895 (2017).
- [34] E. M. Leung, M. Colorado Escobar, G. T. Stiubianu, S. R. Jim, A. L. Vyatskikh, Z. Feng, N. Garner, P. Patel, K. L. Naughton, M. Follador, E. Karshalev, M. D. Trexler, and A. A. Gorodetsky, *A Dynamic Thermoregulatory Material Inspired by Squid Skin*, *Nat Commun* 10, 1947 (2019).
- [35] X. A. Zhang, S. Yu, B. Xu, M. Li, Z. Peng, Y. Wang, S. Deng, X. Wu, Z. Wu, M. Ouyang, and Y. Wang, *Dynamic Gating of Infrared Radiation in a Textile*, *Science* 363, 619 (2019).



- [36] M. G. Abebe, G. Rosolen, E. Khousakoun, J. Odent, J.-M. Raquez, S. Desprez, and B. Maes, *Dynamic Thermal-Regulating Textiles with Metallic Fibers Based on a Switchable Transmittance*, *Phys. Rev. Applied* 14, 044030 (2020).
- [37] X. Yue, T. Zhang, D. Yang, F. Qiu, G. Wei, and H. Zhou, *Multifunctional Janus Fibrous Hybrid Membranes with Sandwich Structure for On-Demand Personal Thermal Management*, *Nano Energy* 63, 103808 (2019).
- [38] S. Berthier, *Iridescences: The Physical Colors of Insects* (Springer, New York ; London, 2007).
- [39] S. Tadepalli, J. M. Slocik, M. K. Gupta, R. R. Naik, and S. Singamaneni, *Bio-Optics and Bio-Inspired Optical Materials*, *Chem. Rev.* 117, 12705 (2017).
- [40] S. Dou, H. Xu, J. Zhao, K. Zhang, N. Li, Y. Lin, L. Pan, and Y. Li, *Bioinspired Microstructured Materials for Optical and Thermal Regulation*, *Adv. Mater.* 2000697 (2020).
- [41] L. M. Mäthger, E. J. Denton, N. J. Marshall, and R. T. Hanlon, *Mechanisms and Behavioural Functions of Structural Coloration in Cephalopods*, *J. R. Soc. Interface.* 6, (2009).

## **Chapitre II :**

### **Méthodes et matériaux**

## Chapitre II : Méthodes et matériaux

### Introduction

Les travaux présentés dans ce manuscrit sont une combinaison d'une partie théorique et d'une partie expérimentale. Dans la partie théorique, nous avons simulé les propriétés optiques, dans la gamme moyen infrarouge, de différentes membranes composites et microstructurées en utilisant des modèles analytiques et des méthodes de calcul numériques. La partie théorique contient également une partie d'analyse thermique pour laquelle nous avons développé un modèle thermique analytique adapté à notre cas d'étude. Celui-ci sera utilisé pour déterminer l'effet des structures sur le confort thermique d'un individu. La partie expérimentale se compose d'une partie de fabrication des prototypes au laboratoire UMET (en collaboration avec Prof. Valérie Gaucher) et en salle blanche du laboratoire IEMN ainsi que d'une partie de caractérisation optique faite au laboratoire HEI. Des généralités sur les cristaux photoniques, méthodes de calculs théoriques, modèle thermique, méthodes de fabrication et méthodes de caractérisation sont détaillées dans les quatre premières sections de ce chapitre. Dans la **section V**, nous introduisons les différents matériaux choisis pour notre étude avant de conclure.

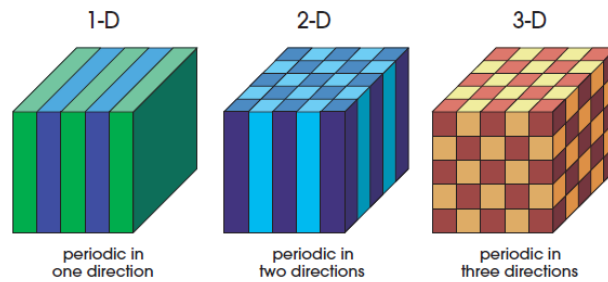
### I. Cristaux photoniques

Cette partie présente la notion de cristal photonique utilisée dans le **chapitre V**. Le cristal photonique est défini à travers la citation de quelques exemples de la littérature. En particulier, nous rappelons la définition de la résonance de type Fano (**section I.7**) dont la propriété physique sera utilisée dans le **chapitre V**.

#### I.1 Généralités

Depuis les travaux de Yablonovitch et John [1,2], les cristaux photoniques sont devenus un centre d'intérêt dans plusieurs domaines de la recherche scientifique. Un cristal photonique (CP) est une structure composée de deux matériaux (ou plus) caractérisés par des constantes diélectriques (ou indices de réfraction) différentes. Ces structures présentent un arrangement périodique de ses matériaux constitutifs suivant une, deux ou trois directions de l'espace. La direction de la périodicité permet de distinguer trois types de cristaux photoniques : cristal photonique unidimensionnel (1D), bidimensionnel (2D) et tridimensionnel (3D) [3]. Un schéma simplifié de chaque type est représenté sur la **figure II.1**.

La variation périodique de la constante diélectrique au sein du cristal photonique lui offre des propriétés optiques particulières. L'avantage des cristaux photoniques par rapport aux autres structures est leur capacité de contrôler la propagation des ondes électromagnétiques. Depuis leurs découvertes, plusieurs cristaux photoniques ont été étudiés et réalisés pour différentes applications. Dans la partie suivante, nous citons quelques exemples issus de la littérature montrant la modulation de l'onde électromagnétique par les cristaux photoniques.



**Figure II.1** Représentation schématisques des trois types de structures photoniques [3]. Chaque couleur représente un matériau de constante diélectrique différente.

## I.2 Cristal photonique unidimensionnel (1D) : Miroir de Bragg

La structure connue sous le nom de miroir de Bragg est une alternance de deux matériaux d'épaisseurs  $e_1$  et  $e_2$  de constantes diélectriques  $\epsilon_1$  et  $\epsilon_2$  différentes, suivant une direction de l'espace (voir **figure II.2a**). Lorsqu'une onde électromagnétique se propage dans l'un des deux milieux de la structure et arrive à leur interface, une partie de cette onde est réfléchi. L'autre partie est transmise dans l'autre milieu et se propage jusqu'à la deuxième interface où elle subit une deuxième réflexion. L'opération que nous venons de décrire va se répéter tout au long du miroir de Bragg, comme le montre la **figure II.2b**. Selon les valeurs de déphasages des ondes réfléchies à chaque interface, nous pouvons obtenir des interférences constructives ou destructives. Pour obtenir une structure parfaitement réfléchissante, il faut choisir judicieusement les épaisseurs des couches de telle façon à ce que l'épaisseur optique totale des alternances soit égale à la moitié de la longueur d'onde  $\lambda$  :

$$n_1 e_1 + n_2 e_2 = \frac{\lambda}{2}$$
 avec  $n_1$  et  $n_2$  ( $n_1 > n_2$ ) les indices de réfraction des deux milieux de la structure.

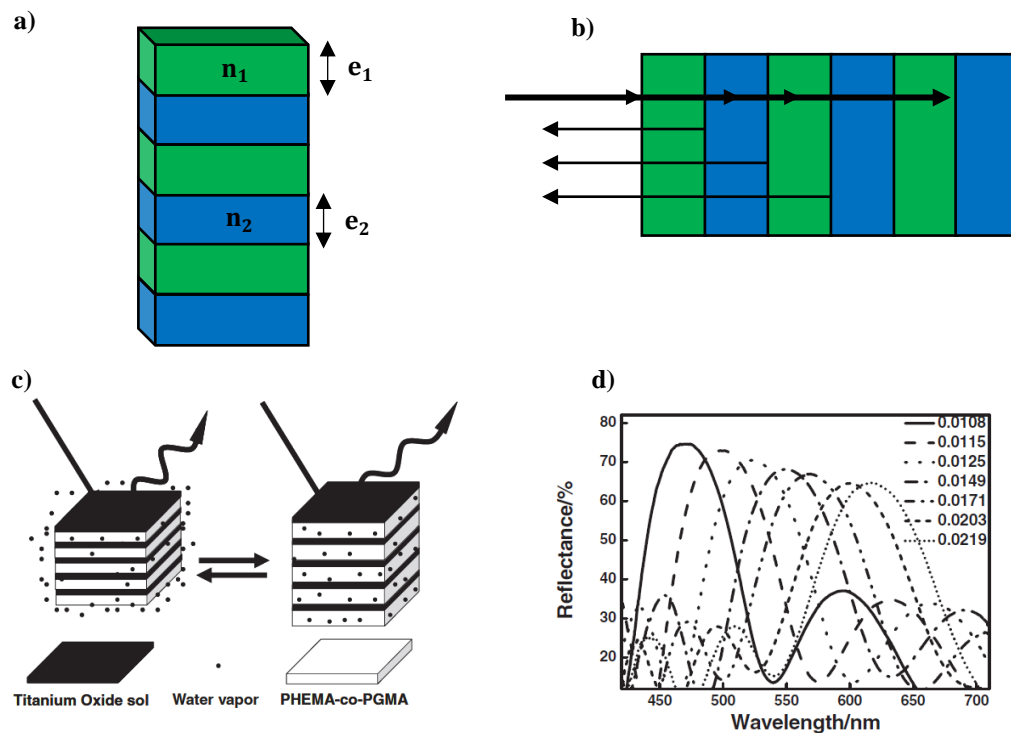
Dans ce cas, les interférences deviennent constructives en réflexion, l'onde subit une réflexion totale et ne peut se propager. Cela revient à dire que le miroir de Bragg possède une

bande interdite photonique pour cette longueur d'onde  $\lambda$ . La bande interdite la plus large correspond à une épaisseur optique des deux couches égale au quart de la longueur d'onde :

$$n_1 e_1 = n_2 e_2 = \frac{\lambda}{4}.$$

Dans ce cas, la largeur de la bande interdite ne dépend que du contraste d'indice entre les deux milieux.

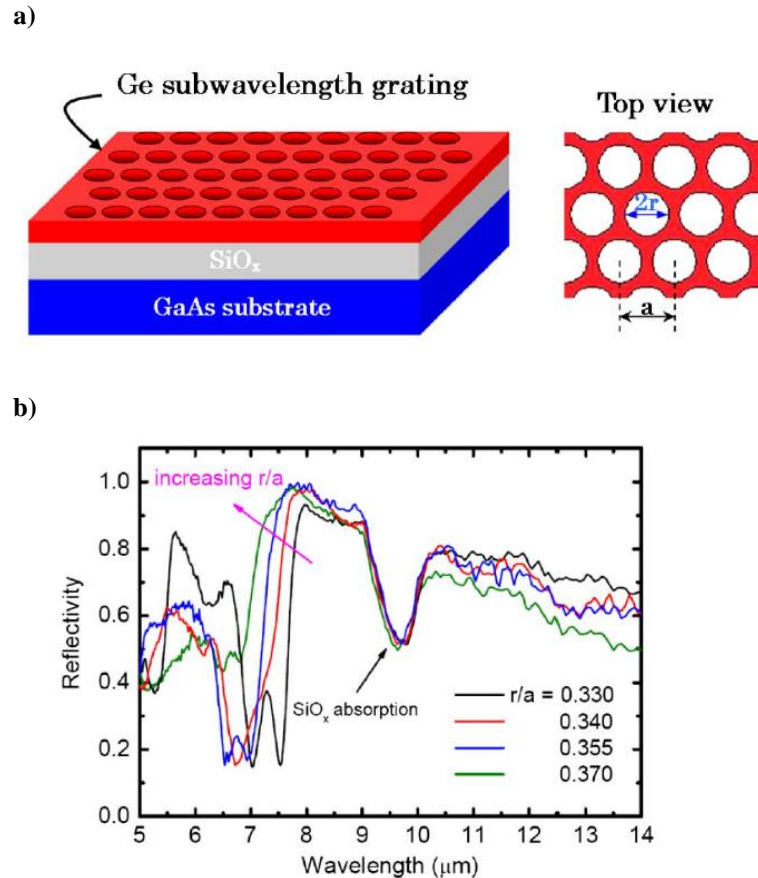
Les cristaux photoniques unidimensionnels ont été proposés dans diverses applications. Zhang *et al.* [4] ont fabriqué une structure photonique 1D composée d'une alternance de films d'oxyde de titane (indice de réfraction élevé) et de copolymère sensible à l'humidité, d'indice de réfraction faible (**figure II.2c**). Cette structure se comporte comme un miroir de Bragg en réfléchissant plus de 80 % de la lumière autour de 500 nm. La sensibilité du copolymère à l'humidité permet à la structure de changer dynamiquement sa période ce qui permet de décaler le pic de réflexion vers d'autres longueur d'onde (**figure II.2d**).



**Figure II.2** Cristal photonique unidimensionnel (1D). a) Représentation schématique d'un cristal photonique 1D. b) Schéma simplifié du phénomène d'interférences multiples dans un miroir de Bragg. c) Représentation schématique de la structure photonique 1D [4]. d) Variation de la réflexion en fonction de l'humidité relative [4].

### I.3 Cristal photonique bidimensionnel (2D)

Un cristal photonique bidimensionnel (2D) est une structure qui présente une alternance périodique de la permittivité diélectrique dans deux directions de l'espace. Il existe plusieurs façons d'obtenir un cristal photonique 2D. Par exemple, en plaçant des piliers diélectriques isolés sur un substrat [5], ou encore en produisant des trous d'air dans un semi-conducteur [6,7] pour créer un contraste d'indice de réfraction suivant deux directions. Précédemment, Lai *et al.* ont étudié la réponse optique dans la gamme moyen infrarouge d'un cristal photonique 2D à base de germanium [6]. Comme le montre la **figure II.3a**, la structure est un réseau hexagonal de trous dans une couche de germanium déposée sur une couche diélectrique SiO<sub>x</sub>. L'ensemble est déposé sur un substrat de GaAs. Les auteurs ont démontré expérimentalement qu'autour de la longueur d'onde de 8 μm, la structure réfléchit pratiquement 100 % des radiations incidentes sous une incidence normale (voir **figure II.3b**). La **figure II.3b** montre aussi la modulation de la réflexion en fonction du rapport entre le rayon des trous ( $r$ ) et la période du réseau ( $a$ ). L'augmentation du rapport  $r/a$  (large trous) élargit la bande de réflexion vers les basses longueurs d'onde de la gamme. Ceci est dû à l'augmentation de l'indice de réfraction effectif du guide d'onde de Ge en surface.



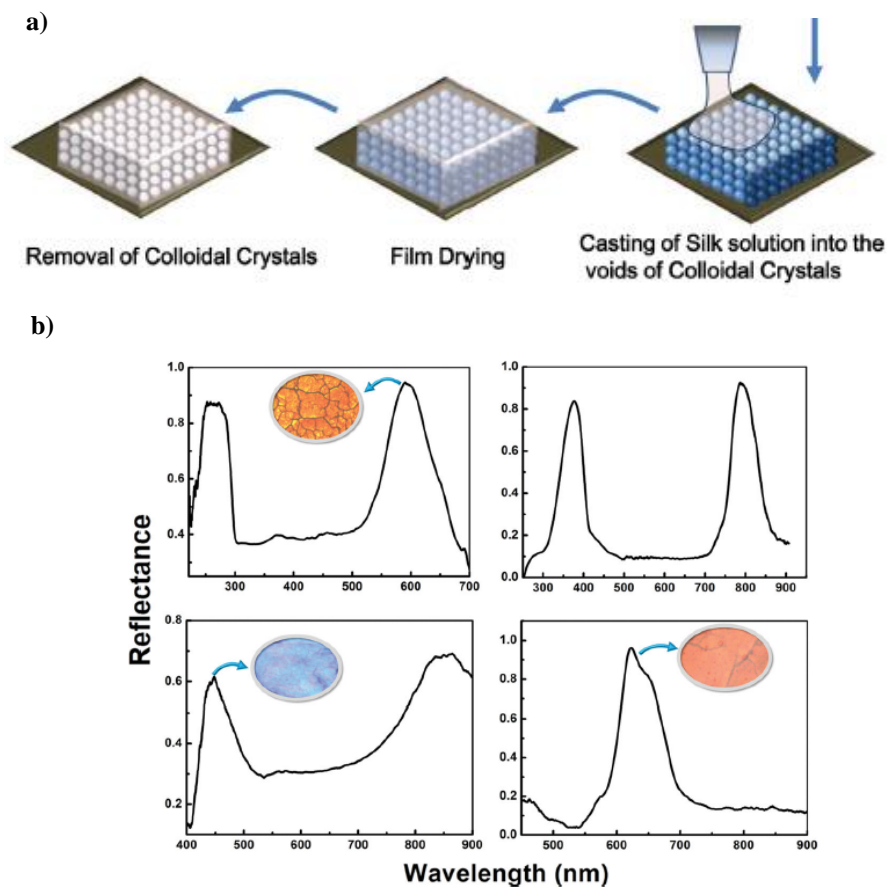
**Figure II.3** Cristal photonique bidimensionnel (2D) [6]. a) Représentation schématique du cristal photonique à base de germanium et sa vue de dessus. La structure est caractérisée par le rayon des trous d'air  $r$  et la période du réseau  $a$ . b) Spectres de réflexion mesurés pour différents rapports  $r/a$ , dans la gamme 5-14  $\mu\text{m}$ .

Dans le **chapitre V**, nous reprendrons le principe de cet exemple pour proposer un cristal photonique bidimensionnel (2D) à base de polymère modulant la réflexion dans la gamme 5-15  $\mu\text{m}$ .

#### I.4 Cristal photonique tridimensionnel (3D)

Un cristal photonique tridimensionnel (3D) est une structure caractérisée par un arrangement périodique de la permittivité diélectrique le long des trois directions de l'espace. Plusieurs structures photoniques 3D ont été conçues et construites, les plus célèbres étant les structures Yablonovite [3,8,9], tas de bois [3,10] et opale inverse [3,11]. En s'inspirant des ailes de deux papillons, Diao *et al.* [11] ont fabriqué trois structures opales inverses présentant une double réflexion dans des gammes différentes de longueur d'onde. Une présentation schématique de la procédure de fabrication est illustrée sur la **figure II.4a**. Les structures ont été fabriquées par autoassemblage colloïdal de sphères de polystyrène en un cristal de géométrie cubique faces

centrées. Le vide entre les sphères a ensuite été rempli par une solution de fibroïne de soie. Le film de fibroïne est séché et le cristal de sphères de polystyrène est dissout par gravure chimique, donnant une matrice avec des trous d'air interconnectés. Ces auteurs ont montré qu'en fonction du diamètre des sphères choisi pour fabriquer la structure opale inverse, la double réflexion est obtenue dans l'UV et le visible pour un diamètre de 350 nm, dans l'UV et l'IR pour un diamètre de 450 nm, dans le visible et le proche IR pour un diamètre de 500 nm et dans le visible et l'IR plus lointain pour un diamètre de 700 nm (voir **figure II.4b**).



**Figure II.4** Cristal photonique tridimensionnel (3D) [11]. a) Schéma de la procédure de fabrication de la structure. b) Spectres de réflexion mesurés pour les structures opales inverses dans le cas de sphères de diamètre 350 nm, 450 nm, 500 nm et 700 nm.

## I.5 Equations de Maxwell dans une structure diélectrique périodique

La mise en place théorique de la capacité des cristaux photoniques à moduler l'onde électromagnétique s'appuie sur la résolution des équations de Maxwell.

Les équations de Maxwell caractérisent la propagation d'une onde électromagnétique à l'intérieur d'un milieu par l'intermédiaire des champs électrique  $\vec{E}$  et magnétique  $\vec{H}$ . Dans cette



partie, nous supposons que le cristal photonique s'étend à l'infini le long de toutes les directions de l'espace, caractérisé par une permittivité diélectrique relative  $\varepsilon_r(x, y, z)$  supposée réelle et périodique selon N directions (avec  $N = 1, 2$  ou  $3$ ) et invariant le long des  $3 - N$  autres directions orthogonales. La cellule élémentaire du cristal photonique peut être obtenue à partir du vecteur  $\mathbf{r}$  qui définit la position de tout le réseau direct du cristal :

$$\mathbf{r} = \sum_{i=1,N} \rho_i \mathbf{a}_i \quad \text{avec } \rho_i \in [0, 1] \quad \text{II.1}$$

où  $\mathbf{a}_i$  sont les vecteurs décrivant la cellule élémentaire du réseau et  $i$  variant de 1 jusqu'à N.

Dans le cas d'un milieu non magnétique (la perméabilité magnétique relative  $\mu_r = 1$ ) et non chargé, les équations de Maxwell peuvent s'écrire sous la forme suivante :

$$\vec{\nabla} \cdot \varepsilon_0 \varepsilon_r \vec{E} = 0 \quad \text{II.2}$$

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{H} = 0 \quad \text{II.3}$$

$$\vec{\nabla} \wedge \vec{E} = -\mu_0 \frac{\partial \vec{H}}{\partial t} \quad \text{II.4}$$

$$\vec{\nabla} \wedge \vec{H} = \vec{j} + \frac{\partial \varepsilon_0 \varepsilon_r \vec{E}}{\partial t} \quad \text{II.5}$$

où  $\vec{j}$  désigne la densité de courant,  $\mu_0$  la perméabilité magnétique du vide et  $\varepsilon_0$  la permittivité diélectrique du vide.

Les **équations II.2, II.3, II.4 et II.5** sont appelées équation de Maxwell-Gauss, Maxwell-Thomson, Maxwell-Faraday et Maxwell-Ampère respectivement.

Les équations de propagation de l'onde, obtenues à partir des deux **équations II.4 et II.5**, s'écrivent alors :

$$\frac{1}{\varepsilon_r(x, y, z)} \nabla \wedge [\nabla \wedge \vec{E}] - \frac{\omega^2}{c^2} \vec{E} = 0 \quad \text{II.6}$$

$$\nabla \wedge \left[ \frac{1}{\varepsilon_r(x, y, z)} \nabla \wedge \vec{H} \right] - \frac{\omega^2}{c^2} \vec{H} = 0 \quad \text{II.7}$$

où  $\omega$  et  $c$  désignent la pulsation de l'onde et la vitesse de la lumière respectivement.

Soient  $\vec{O}_1$  et  $\vec{O}_2$  deux opérateurs, les deux équations de propagation peuvent être réécrites sous la forme suivante :

$$\vec{O}_1 \vec{E} = \frac{\omega^2}{c^2} \vec{E} \quad \text{II.8}$$

$$\overrightarrow{O_2} \vec{H} = \frac{\omega^2}{c^2} \vec{H} \quad \text{II.9}$$

Avec  $\overrightarrow{O_1} = \left( \frac{1}{\varepsilon_r(x,y,z)} \nabla \wedge \nabla \wedge \right)$  et  $\overrightarrow{O_2} = \left( \nabla \wedge \frac{1}{\varepsilon_r(x,y,z)} \nabla \wedge \right)$ .

A partir des **équations II.8 et II.9**, nous déduisons que  $\vec{E}$  et  $\vec{H}$  sont des fonctions propres des deux opérateurs  $\overrightarrow{O_1}$  et  $\overrightarrow{O_2}$ , respectivement avec les valeurs propres  $k^2 = \frac{\omega^2}{c^2}$ .

La périodicité de la fonction diélectrique est donnée par :

$$\varepsilon(\vec{r} + \vec{R}) = \varepsilon(\vec{r}) \quad \text{II.10}$$

avec  $\vec{R}$ , vecteur du réseau direct.

Les solutions de l'équation de propagation prennent la forme de modes de Bloch. Le théorème de Bloch implique que les modes de Bloch peuvent s'écrire comme suit :

$$\vec{E}_k = e^{i.\vec{k}.\vec{r}} u_{n,k}(\vec{r}) \quad \text{II.11}$$

$$\vec{H}_k = e^{i.\vec{k}.\vec{r}} u_{n,k}(\vec{r}) \quad \text{II.12}$$

$$u_{n,k}(\vec{r} + \vec{R}) = u_{n,k}(\vec{r}) \quad \text{II.13}$$

avec  $k$  vecteur de Bloch dans la première zone de Brillouin (voir la **section I.6**) et  $n$  un entier indiquant le numéro de la bande. Les modes de Bloch pouvant se propager dans le cristal photonique sont déterminés par le calcul des fonctions de Bloch périodiques  $u_k$  et des  $\omega(k)$  pour chaque vecteur d'onde  $k$ . La présentation de l'ensemble des solutions  $\omega$  en fonction des vecteurs d'ondes constitue la *structure de bande* ou le *diagramme de dispersion* du cristal photonique. Sans entrer dans les détails, nous rappelons dans la section suivante des généralités sur la zone de Brillouin et le diagramme de bande.

## I.6 Zone de Brillouin et diagramme de bande

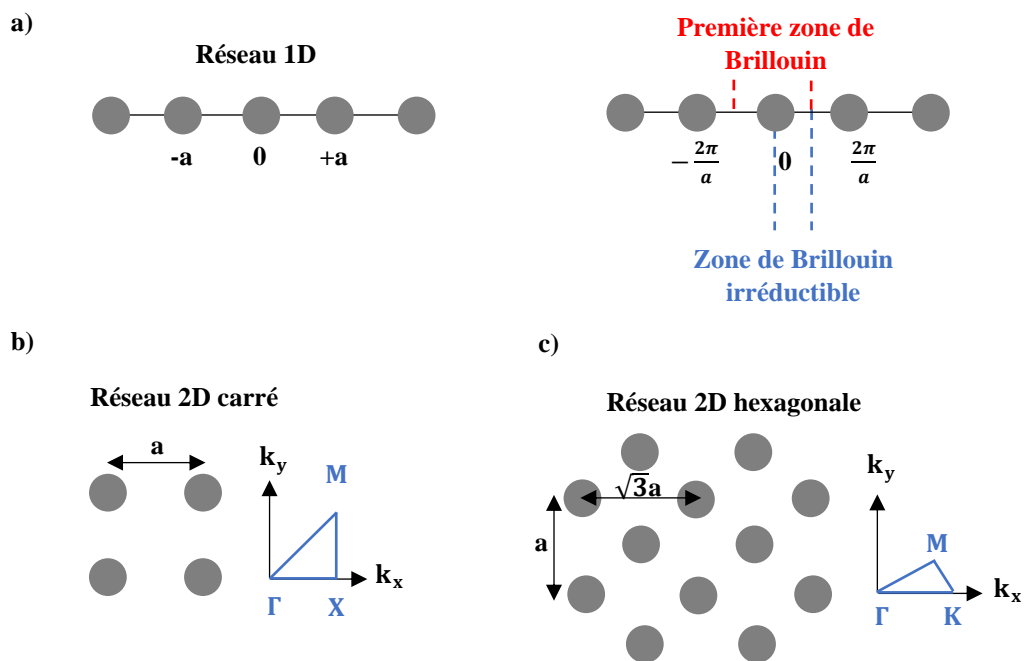
### I.6.1 Zone de Brillouin irréductible

La première zone de Brillouin est la cellule élémentaire de l'espace réciproque où les points sont plus proches de l'origine que tous les autres nœuds du réseau périodique. Nous montrons **figure II.5** trois exemples de cristaux photoniques ainsi que leur zone de Brillouin irréductible correspondante. Pour les cas d'un cristal photonique à 1D et 2D, la première zone de Brillouin est obtenue en traçant les médianes des segments reliant l'origine aux nœuds les plus proches du réseau périodique.

Pour représenter l'ensemble des courbes de dispersion du cristal, il suffit de faire évoluer le vecteur d'onde  $k$  dans la première zone de Brillouin ( $k \in \left[-\frac{\pi}{a}, \frac{\pi}{a}\right]$  pour le cristal 1D). Le cristal peut posséder certaines symétries, ce qui réduit encore le domaine d'étude.

Pour le cas à 1D par exemple, la symétrie par rapport à l'origine permet de réduire la première zone de Brillouin à une zone dite *zone de Brillouin irréductible* ( $k \in \left[0, \frac{\pi}{a}\right]$ ) (**figure II.5a**)

Pour le cas d'un cristal à 2D, nous considérons une structure à symétrie carrée. Le réseau réciproque est aussi un réseau carré et la première zone de Brillouin est définie par  $-\frac{\pi}{a} \leq k_x \leq \frac{\pi}{a}$  et  $-\frac{\pi}{a} \leq k_y \leq \frac{\pi}{a}$ . La zone de Brillouin irréductible de cette structure est un triangle isocèle rectangle (voir **figure II.5b**). Les sommets du triangle sont les trois points  $\Gamma(0,0)$ ,  $X(\frac{\pi}{a}, 0)$  et  $M(\frac{\pi}{a}, \frac{\pi}{a})$ . Pour l'étude des diagrammes de dispersion, nous nous limiterons aux trois côtés du triangle.



**Figure II.5** Exemples de cristaux photoniques (à gauche) et les zones de Brillouin irréductibles correspondantes (à droite).

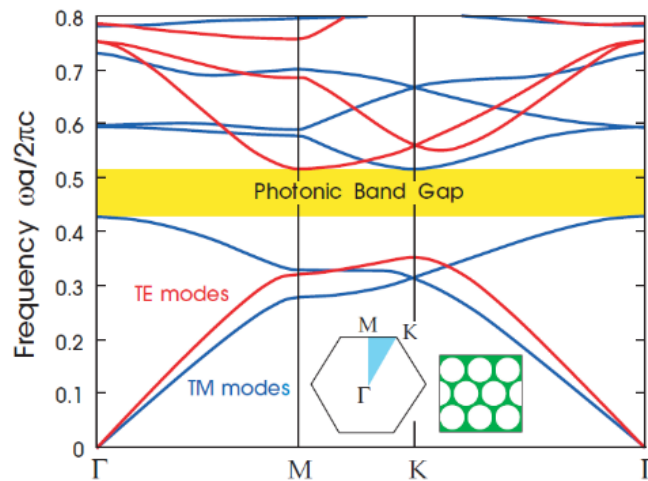
Un autre exemple du cristal 2D est le réseau à symétrie hexagonale (voir **figure II.5c**). Le réseau réciproque est aussi un réseau hexagonal. La zone de Brillouin irréductible dans ce cas est un demi-triangle équilatéral dont les sommets sont les trois points  $\Gamma(0,0)$ ,  $K(\frac{4\pi}{3a}, 0)$  et

$M\left(\frac{\pi}{a}, \frac{\pi}{\sqrt{3}a}\right)$ . Comme dans le cas précédent, nous nous limitons, dans l'étude de diagramme de dispersion, aux trois côtés du triangle.

### I.6.2 Diagramme de bande

La relation entre la pulsation  $\omega$  et le vecteur d'onde  $k$ ,  $\omega(k) = k$ , est appelée *relation de dispersion* et sa représentation est appelée *courbe de dispersion*. La représentation de la courbe de dispersion pour les différents vecteurs d'onde appartenant à la zone de Brillouin irréductible est appelée diagramme de bande. Dans cette partie nous introduisons la courbe de dispersion de quelques structures photoniques issues de la littérature [3]. Nous nous limitons au cas de la structure photonique à 2D.

La **figure II.6** représente la courbe de dispersion dans la zone de Brillouin irréductible pour une structure à 2D pour un champ électrique dans le plan d'incidence (polarisation TE, rouge) et pour un champ électrique perpendiculaire au plan d'incidence (polarisation TM, bleu). Le cristal photonique est sous forme d'un substrat diélectrique avec des trous d'air de rayon  $r$  et de constante diélectrique  $\varepsilon = 1$ . L'idée est de placer des régions de faible constante diélectrique ( $\varepsilon = 1$ ) dans un milieu de forte constante diélectrique ( $\varepsilon = 13$ ). La structure montre alors une bande interdite autour de la pulsation réduite 0,45.



**Figure II.6** Diagramme de bande pour un substrat diélectrique ( $\varepsilon = 13$ ) percé par un réseau triangulaire de trous d'air ( $\varepsilon = 1$ ), de rayon  $r$ , pour la polarisation TM (lignes bleus) et TE (lignes rouges) [3].

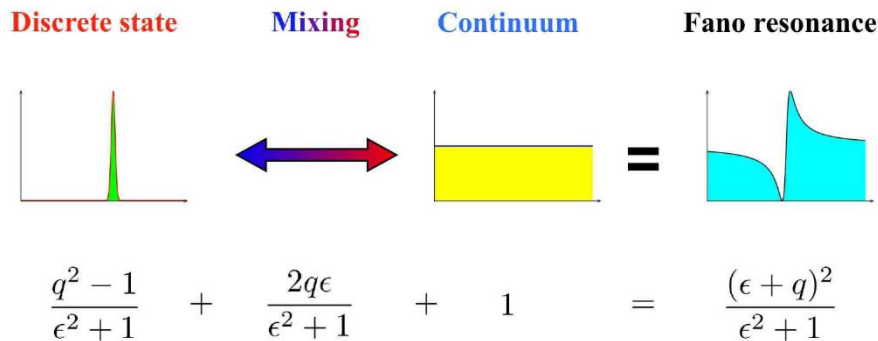
## I.7 Résonances de Fano

La modulation de l'onde électromagnétique par un cristal photonique peut donner lieu à des résonances de type Fano. Dans cette partie, nous définissons brièvement ce type de résonance qui sera utile pour l'interprétation des pics de réflexion dans le **chapitre V**.

Les résonances de Fano sont définies comme le résultat d'un couplage entre un état localisé discret et un continuum, par un effet d'interférences, donnant lieu à des pics de profil asymétriques [12–14]. La **figure II.7** illustre cette résonance par un schéma simplifié. Ce type de résonance peut être observé dans plusieurs domaines physiques, comme la physique quantique, la plasmonique [15,16] et aussi la photonique [17]. Une explication théorique du profil asymétrique de la résonance de Fano a été proposée pour la première fois par Ugo Fano [12]. Le profil de la section efficace  $\sigma$  du phénomène est décrit d'une façon simple par la formule suivante :

$$\sigma = \frac{(\epsilon + q)^2}{\epsilon^2 + 1} \quad \text{II.14}$$

Avec  $q$  le paramètre d'asymétrie qui quantifie l'interaction entre l'état discret et le continuum et  $\epsilon$  l'énergie réduite, donnée par l'expression suivante :  $\epsilon = \frac{2(E-E_F)}{\Gamma}$  où  $E_F$  est l'énergie résonante et  $\Gamma$  la largeur de l'état discret.



**Figure II.7** Illustration de la **formule II.14** comme superposition de l'état discret et le continuum [16].

## II. Méthode des éléments finis

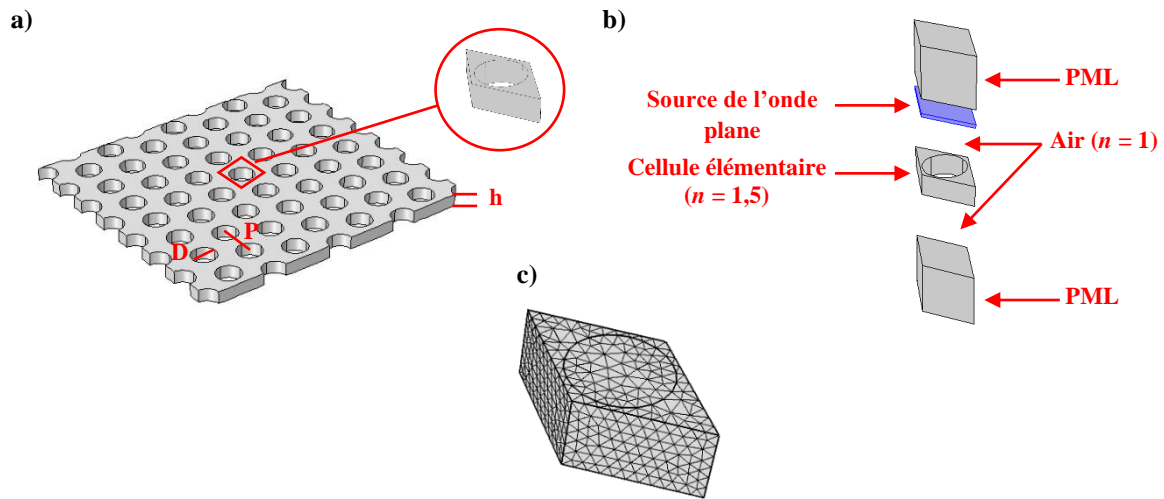
### II.1 Définition et principe

Les simulations numériques des propriétés optiques dans la gamme MIR des différentes structures étudiées dans ce manuscrit ont été effectuées en utilisant un logiciel basé sur la méthode des éléments finis (FEM).

La méthode des *éléments finis* (*FEM*) est une méthode numérique utilisée pour résoudre les équations de Maxwell. Par une discrétisation de l'espace, la FEM permet de décrire le comportement physique de structures ayant des géométries complexes. Parmi les utilisations de cette méthode, nous trouvons la modélisation des spectres optiques de structures photoniques dans différentes gammes fréquentielles.

Le principe de la méthode repose sur une discrétisation du domaine de calcul en un certain nombre d'éléments appelés *éléments finis*. Selon le domaine étudié et les équations résolues, les éléments finis peuvent être des triangles, rectangles ou tétraèdres. En remplaçant le domaine entier par les éléments finis convenables, la fonction inconnue du problème est simplifiée par des fonctions d'interpolation simples à coefficients inconnus aux nœuds des petits éléments.

Nous utilisons un logiciel commercial, COMSOL Multiphysics, qui permet de résoudre des problèmes multiphysiques et qui présente une interface performante. La modélisation numérique d'une structure par COMSOL suit quelques étapes basiques. Pour introduire ces étapes, nous présentons dans la **figure II.8** les trois étapes de base d'une analyse numérique pour une géométrie photonique 2D qui sera étudiée en détails dans le **chapitre V**. La **figure II.8a** représente la géométrie à étudier. Il s'agit d'une membrane d'épaisseur  $h$  structurée par des trous cylindriques d'air de diamètre  $D$  répartis sous la forme d'un réseau photonique triangulaire de période  $P$ . Comme illustré sur la **figure II.8a**, le réseau triangulaire est caractérisé par une cellule élémentaire qui permet, par translation dans les deux directions de l'espace, d'engendrer le réseau entier. La première étape est de dessiner la géométrie à simuler dans l'interface du logiciel (**figure II.8b**). Ensuite, nous définissons chaque matériau par ses propriétés optiques (indice de réfraction  $n$  par exemple). La troisième étape consiste à appliquer à la géométrie les conditions aux limites appropriées.



**Figure II.8** Représentation schématique des étapes de simulation numérique par le logiciel COMSOL Multiphysics. (a) Géométrie complète de la structure à étudier. La géométrie est sous forme d'un réseau triangulaire de trous d'air, de période  $P$  et de diamètre  $D$  dans une membrane d'épaisseur  $h$ . (b) Dessin de la cellule élémentaire à simuler dans le logiciel, définition des différents matériaux du domaine d'étude par leurs indices de réfraction  $n$  et application des conditions aux limites absorbantes, PML. La périodicité de la structure permet de simuler une cellule élémentaire au lieu d'étudier la géométrie entière, en appliquant des conditions aux limites périodiques sur les arêtes extérieures de la cellule. (c) Discretisation de la cellule élémentaire en éléments triangulaires fins en surface et tétraonaux en volume.

A titre d'exemple, nous affichons sur la **figure II.8b** les conditions aux limites absorbantes, connues sous le nom de *perfect matching layers* (PML). Le rôle de chaque type de condition aux limites est détaillé dans la **section II.2**. La quatrième étape est représentée sur la **figure II.8c**, dans laquelle la géométrie est discrétisée en éléments finis (petits triangles dans ce cas).

## II.2 Conditions aux limites

### II.2.1 Conditions aux limites périodiques

L'une des méthodes les plus puissantes pour décrire les champs électromagnétiques dans une structure périodique est basée sur le théorème de Floquet-Bloch, qui permet de décomposer l'onde à l'intérieur d'une structure en un ensemble de modes. Le théorème de Floquet-Bloch permet de calculer les champs dans une période spatiale du réseau (c'est-à-dire au sein de la cellule élémentaire). L'application des conditions aux limites périodiques sur une cellule élémentaire permet de connaître le champ électrique sur la structure entière. Dans l'exemple de la **figure II.8**, l'application de ces conditions suivant les axes  $x$  et  $y$  permet de décrire le comportement du champ à l'intérieur de la structure photonique 2D.

## II.2.2 Conditions absorbantes aux limites

L'étude par éléments finis d'une géométrie de dimension finie est toujours altérée par des réflexions sur les bords du domaine d'étude. Pour résoudre ce problème, nous appliquons des conditions aux limites absorbantes. Dans le logiciel de simulation, nous déclarons ces conditions sous forme de couches d'épaisseur finie. Ces couches absorbent la totalité des ondes qui se propagent à l'intérieur d'elles sans réflexion. Dans le cas de l'exemple de la **figure II.8**, l'application des conditions absorbantes le long de l'axe  $z$  permet d'éviter les réflexions parasites provoquées par les limites supérieure et inférieure du domaine de simulation.

## III. Théorie des milieux effectifs

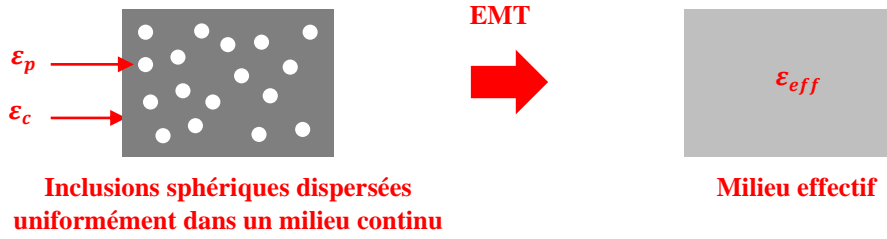
Dans les **chapitre III** et **IV**, nous déterminerons les propriétés optiques des membranes composites à l'aide de la *théorie des milieux effectifs (EMT)*. Le principe ainsi que quelques modèles de la *théorie des milieux effectifs* sont détaillés ci-dessus.

### III.1 Définition et principe

Les milieux hétérogènes sont constitués d'un mélange de matériaux non miscibles qui présentent des propriétés physico chimiques différentes. Pour étudier ce type de milieu, nous définissons un milieu homogène fictif qui présente, pour une ou quelques propriétés physiques données, la même réponse que le milieu hétérogène. On définit ainsi le concept de milieu effectif (voir **figure II.9**).

*La théorie des milieux effectifs (EMT)* permet de calculer les propriétés optiques des milieux composites. Un tel procédé n'est valable que dans certaines conditions, liées notamment à la taille des composants qui doit être suffisamment faible pour négliger la diffusion de l'onde incidente. Il existe de nombreux modèles de théorie des milieux effectifs, dépendant du types d'inclusions (sphères, ellipsoïdes,...) ou de leur concentration [18]. Les modèles les plus connus sont ceux de *Maxwell-Garnett (MG)* et de *Bruggeman (BG)*. Dans la partie suivante, nous introduisons le principe et les expressions mathématiques de ces deux modèles qui seront utilisés ultérieurement pour calculer les indices de réfraction des membranes polymères dopées par des particules diélectriques (voir **chapitre III, section I.2**).





**Figure II.9** Schéma explicatif du principe de la théorie des milieux effectifs.

## III.2 Modèles

### III.2.1 Maxwell Garnett

Le modèle de MG considère un seul type d'inclusions de forme sphérique, identiques et noyées dans une matrice continue [18]. Le calcul de la constante diélectrique effective se fait par l'équation suivante :

$$\varepsilon_{MG} = \varepsilon_c \left[ 1 - \frac{3f(\varepsilon_c - \varepsilon_p)}{2\varepsilon_c + \varepsilon_p + f(\varepsilon_c - \varepsilon_p)} \right] \quad \text{II.15}$$

où  $\varepsilon_c$  et  $\varepsilon_p$  sont respectivement les constantes diélectriques du milieu continu et des inclusions et où  $f$  est la fraction volumique des inclusions.

Les propriétés optiques effectives ne dépendent que des propriétés optiques des deux matériaux et de la fraction volumique d'inclusion.

### III.2.2 Bruggeman

Contrairement au modèle de MG, le modèle de BG est valable dans le cas d'un type ou plus d'inclusions noyées dans un milieu continu [18]. BG présente en plus l'avantage d'être mieux adapté aux fractions volumiques élevées. La constante diélectrique est obtenue en résolvant l'équation suivante :

$$\sum_{n=1}^N f_n \frac{\varepsilon_n - \varepsilon_{BG}}{\varepsilon_n + 2\varepsilon_{BG}} = 0 \quad \text{II.16}$$

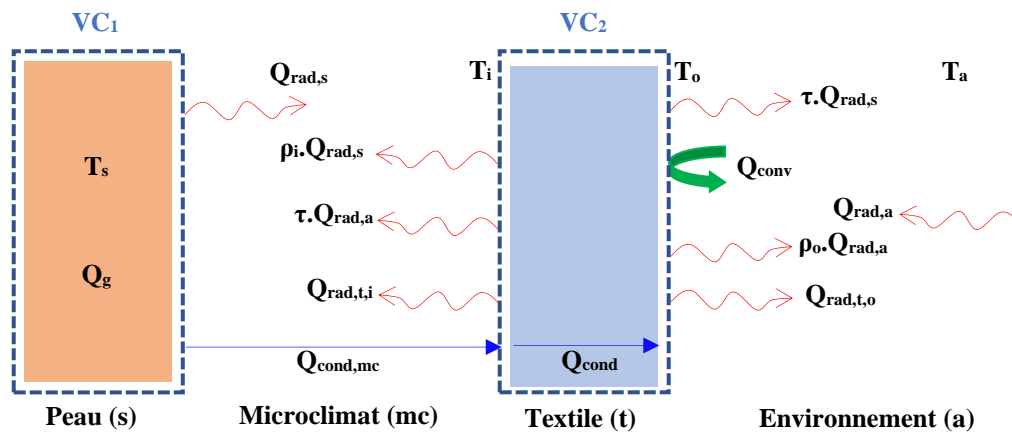
où  $\varepsilon_n$  et  $f_n$  sont respectivement la constante diélectrique et la fraction volumique de l'inclusion  $n$ .

## IV. Modèle de transfert thermique

### IV.1 Concept et approximations du modèle

Afin de démontrer l'effet de la modulation des rayonnements MIR sur l'état du confort thermique d'un individu, nous analyserons le bilan thermique du corps humain recouvert des différentes structures proposées dans ce manuscrit.

Pour analyser les échanges thermiques entre le corps humain et son environnement à travers les vêtements, un modèle unidimensionnel de transfert de chaleur, dans un régime stationnaire, a été adopté dans un travail de thèse précédent [19]. L'objectif de cette partie est de présenter le concept général du modèle et de détailler ses différentes formules analytiques.



**Figure II.10** Représentation schématique du modèle analytique de transfert thermique, en considérant les mécanismes radiatifs (rad), conducteurs (cond) et convectifs (conv). Les volumes de contrôle choisis dans cette analyse sont VC<sub>1</sub> autour du corps humain et VC<sub>2</sub> autour du textile.

Le modèle théorique consiste à considérer deux volumes de contrôle, intégrant respectivement le corps humain (VC<sub>1</sub>) et le vêtement (VC<sub>2</sub>) (**figure II.10**). Les trois modes de transfert de chaleur, à savoir *conducteur*, *convectif* et *radiatif*, sont inclus dans cette analyse. Ce modèle est bâti sur les approximations résumées ci-dessous :

1. Les épaisseurs des textiles et du microclimat considérées dans les calculs sont faibles, donc nous supposons que le transfert de chaleur se fait dans une seule direction, perpendiculaire au textile.
2. Le corps humain est considéré au repos avec un métabolisme et une température de la peau uniformes.
3. Le textile est supposé recouvrir la totalité du corps humain.

4. L'air du microclimat est supposé stationnaire, assumant une convection thermique négligeable.
5. La peau humaine et l'environnement sont considérés comme des corps noir idéaux.
6. La diffusion à l'intérieur du textile est négligée.
7. L'absorption du rayonnement IR à l'intérieur du textile est supposée linéaire.

## IV.2 Formalisme mathématique du modèle

Le modèle est constitué de trois équations. Les deux premières sont établies à partir du bilan thermique des flux entrants et sortants à travers les deux volumes de contrôle, tandis que la troisième équation est définie en considérant la conduction thermique au sein du textile.

1. Le bilan thermique du premier volume de contrôle peut s'exprimer par :

$$Q_g + Q_{rad,t,i} + \tau \cdot Q_{rad,a} - (1 - \rho_i) \cdot Q_{rad,s} - Q_{cond,mc} = 0 \quad \text{II.17}$$

2. Le bilan thermique du deuxième volume de contrôle peut s'exprimer par :

$$(1 - \rho_i - \tau) \cdot Q_{rad,s} + (1 - \rho_o - \tau) \cdot Q_{rad,a} + Q_{cond,mc} - Q_{rad,t,i} - Q_{rad,t,o} - Q_{conv} = 0 \quad \text{II.18}$$

où  $Q_g$  ( $Q_g = 70 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2}$ ) est la production de chaleur métabolique du corps humain dans un état sédentaire,

$Q_{rad,t,i}$  le flux de chaleur radiatif de la surface intérieure du textile,

$Q_{rad,t,o}$  le flux de chaleur radiatif de la surface extérieure du textile,

$Q_{rad,a}$  le flux de chaleur radiatif de l'environnement,

$Q_{rad,s}$  le flux de chaleur radiatif de la peau,

$Q_{cond,mc}$  le flux de chaleur conducteur à l'intérieur du microclimat entre la peau et la surface intérieure du textile

et  $Q_{conv}$  le flux de chaleur convectif entre l'air ambiante et la surface extérieure du textile.

Prenons le cas général dans lequel les deux surfaces du textile n'ont pas les mêmes propriétés optiques dans la gamme du MIR (Moyen Infra Rouge). La surface interne est caractérisée par sa réflectance ( $\rho_i$ ) et son absorbance ( $\alpha_i$ ), tandis que la surface externe est caractérisée par sa

réflectance ( $\rho_o$ ) et son absorbance ( $\alpha_o$ ). Si  $\tau$  désigne la transmittance à travers le textile, les propriétés optiques du textile sont liées par  $\rho_i + \alpha_i + \tau = 1$  et  $\rho_o + \alpha_o + \tau = 1$ . Les différents flux de chaleur sont exprimés par les trois modes fondamentaux de transfert thermiques introduits dans le **chapitre I**, soit :

$$Q_{rad,t,i} = \varepsilon_{t,i} \sigma (T_i)^4 \quad \text{II.19}$$

$$Q_{rad,t,o} = \varepsilon_{t,o} \sigma (T_o)^4 \quad \text{II.20}$$

$$Q_{rad,a} = \varepsilon_a \sigma T_a^4 \quad \text{II.21}$$

$$Q_{rad,s} = \varepsilon_s \sigma T_s^4 \quad \text{II.22}$$

$$Q_{cond,mc} = k_a \frac{T_s - T_i}{h_{mc}} \quad \text{II.23}$$

$$Q_{conv} = h_c (T_o - T_a) \quad \text{II.24}$$

où  $\varepsilon_{t,i}$  (selon la loi de Kirchhoff  $\varepsilon_{t,i} = \alpha_{t,i}$ ) est l'émissivité dans le MIR de la surface intérieure du textile,  $\varepsilon_{t,o}$  (selon la loi de Kirchhoff  $\varepsilon_{t,o} = \alpha_{t,o}$ ) l'émissivité dans le MIR de la surface extérieure du textile,  $\varepsilon_s$  ( $\varepsilon_s = 1$ ) l'émissivité dans le MIR de la peau considérée comme un corps noir idéal,  $\varepsilon_a$  ( $\varepsilon_a = 1$ ) l'émissivité MIR de l'environnement considéré comme un corps noir idéal,  $T_i$  (en K) la température de la surface interne du textile,  $T_o$  (en K) la température de la surface externe du textile,  $T_s$  (en K) la température de la peau,  $T_a$  (en K) la température ambiante,  $k_a$  ( $k_a = 0.026 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ) la conductivité thermique de l'air,  $h_c$  ( $h_c = 3 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ ) le coefficient de convection naturelle,  $\sigma$  ( $\sigma = 5,67 \times 10^{-8} \text{ Wm}^{-2}\text{K}^{-4}$ ) la constante de Stefan-Boltzmann et  $h_{mc}$  (en m) l'épaisseur du microclimat.

3. En régime non stationnaire, l'équation de conservation d'énergie à l'intérieur du textile s'écrit :

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} = -div(\overrightarrow{Q_{cond,t}} + \overrightarrow{Q_{rad}}) \quad \text{II.25}$$

où  $\rho$  est la masse volumique,  $C_p$  la chaleur massique,  $T$  la température,  $\overrightarrow{Q_{cond,t}}$  le vecteur densité de flux conductif à l'intérieur du textile et  $\overrightarrow{Q_{rad}}$  le vecteur densité de flux radiatif à l'intérieur du textile. Dans notre cas, le transfert thermique est considéré stationnaire et unidimensionnel (suivant l'axe x), donc l'équation **II.25** se simplifie et s'écrit :

$$\frac{\partial Q_{cond,t}}{\partial x} = -\frac{\partial Q_{rad}}{\partial x} \quad \text{II.26}$$

En remplaçant le flux conductif par son expression (loi de Fourier), l'équation II.26 devient :

$$k_t \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} - \frac{\partial Q_{rad}}{\partial x} = 0 \quad \text{II.27}$$

où  $k_t$  est la conductivité thermique du textile. Nous négligeons les diffusions à l'intérieur du textile et seules les réflexions aux limites (face interne et externe) du textile sont considérées. Le flux radiatif de l'équation II.27 est la contribution des quatre flux radiatifs, l'émission radiative du textile vers la peau ( $Q_{rad,ts}$ ), l'émission radiative du textile vers l'environnement ( $Q_{rad,ta}$ ), l'absorption des radiations émises par la peau ( $Q_{rad,st}$ ) et l'absorption des radiations émises par l'environnement ( $Q_{rad,at}$ ). L'équation II.27 devient :

$$k_t \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = \frac{\partial Q_{rad,ts}}{\partial x} + \frac{\partial Q_{rad,ta}}{\partial x} + \frac{\partial Q_{rad,st}}{\partial x} + \frac{\partial Q_{rad,at}}{\partial x} \quad \text{II.28}$$

L'expression des absorptions et émissions radiatives est supposée linéaire sous la forme suivante :

$$Q_{rad}(x) = A \cdot x + B \quad \text{II.29}$$

où, A et B sont des coefficients à déterminer en fonction des conditions aux limites pour chaque flux (voir l'annexe A).

Tout calcul fait et pour  $x = h_t$  ( $h_t$  est l'épaisseur de la couche textile), nous obtenons l'expression suivante :

$$T_o = \frac{h_t}{2k_t} (\varepsilon_{t,i} \sigma (T_i)^4 + \varepsilon_{t,o} \sigma (T_o)^4 - \alpha_i \varepsilon_s \sigma (T_s)^4 - \alpha_o \varepsilon_a \sigma (T_a)^4) - \frac{k_a h_t (T_s - T_i)}{k_t h_{mc}} + T_i \quad \text{II.30}$$

L'équation II.17, II.18 et II.30 sont les trois équations du modèle thermique décrit dans cette section. Les trois inconnues sont : la température interne du textile  $T_i$ , la température externe du textile  $T_o$  et la température ambiante  $T_a$ .

## V. Matériaux

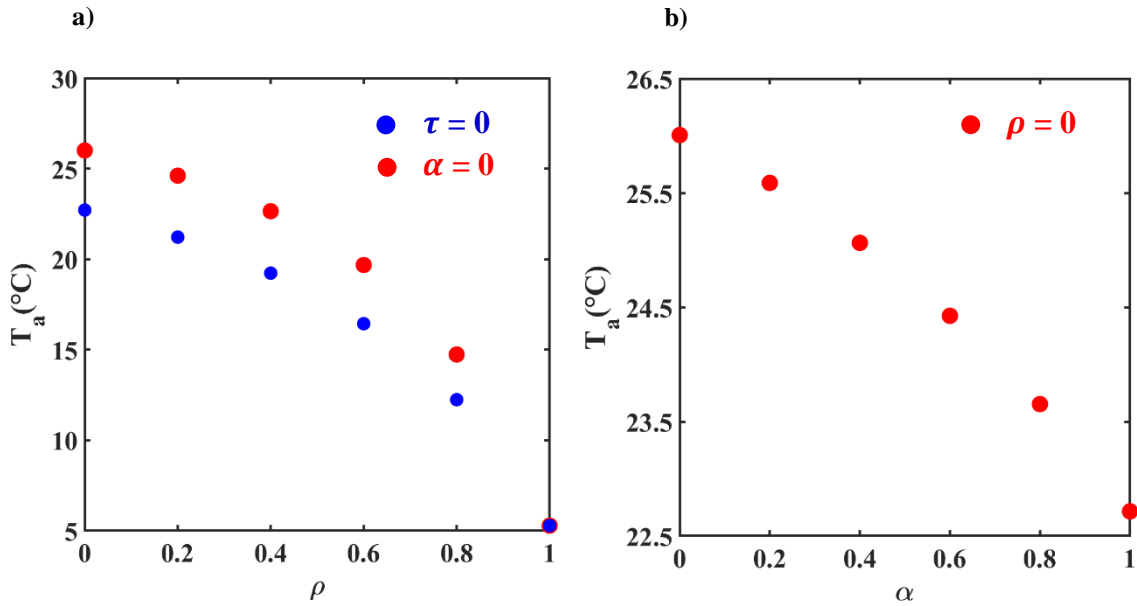
### V.1 Impact des propriétés optiques du textile sur le confort thermique

L'objectif de cette section est de déterminer l'impact des propriétés optiques d'un textile, dans la gamme du moyen infrarouge, sur l'état du confort thermique d'un individu au repos ( $Q_g = 70 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2}$ ) et placé dans un espace dans lequel l'effet des rayonnements solaires est

négligeable (espace intérieur). Nous prenons pour température de confort thermique la température normale de la peau  $T_s = 34 \text{ °C}$ . Pour les différentes propriétés du textile, nous résolvons les trois équations de la section précédente pour obtenir la température ambiante nécessaire à l'état du confort thermique.

La **figure II.11** montre l'effet de réflexion, de transmission et d'absorption sur la température ambiante nécessaire pour obtenir un état du confort dans une pièce. L'épaisseur du textile est choisie égale à  $10 \text{ }\mu\text{m}$  et sa conductivité thermique est supposée égale à  $0,44 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ . La **figure II.11a** montre l'évolution de  $T_a$  en fonction de la réflectance du textile pour une transmittance nulle ( $\rho + \alpha = 1$ ) et une absorbance nulle ( $\rho + \tau = 1$ ) séparément. Dans les deux cas, la température ambiante est très sensible à la variation de réflectance. Lorsque le textile est très réfléchissant ( $\rho = 1$  et  $\tau = \alpha = 0$ ), la température ambiante atteint des valeurs très basses (autour de  $5 \text{ °C}$ ). Lorsque le textile est transparent ( $\rho = \alpha = 0$  et  $\tau = 1$ ) ou absorbant ( $\rho = \tau = 0$  et  $\alpha = 1$ ), le confort thermique n'est atteint que pour des hautes températures ambiantes (autour de  $25 \text{ °C}$ ). La **figure II.11b** montre la variation de  $T_a$  en fonction de l'absorbance du textile dans le cas d'une réflectance nulle ( $\alpha + \tau = 1$ ). La température ambiante est moins sensible à la variation de l'émissivité infrarouge dans le cas d'un textile de faible réflectance.

A partir de cette analyse nous constatons que l'état de confort ( $T_s = 34 \text{ °C}$ ) d'un individu est fortement lié aux propriétés optiques infrarouges du textile qu'il porte. D'autre part, nous remarquons que la température demandée pour maintenir un état du confort est très sensible à la variation de la réflectance d'un textile dans les deux cas  $\alpha = 0$  et  $\tau = 0$ .

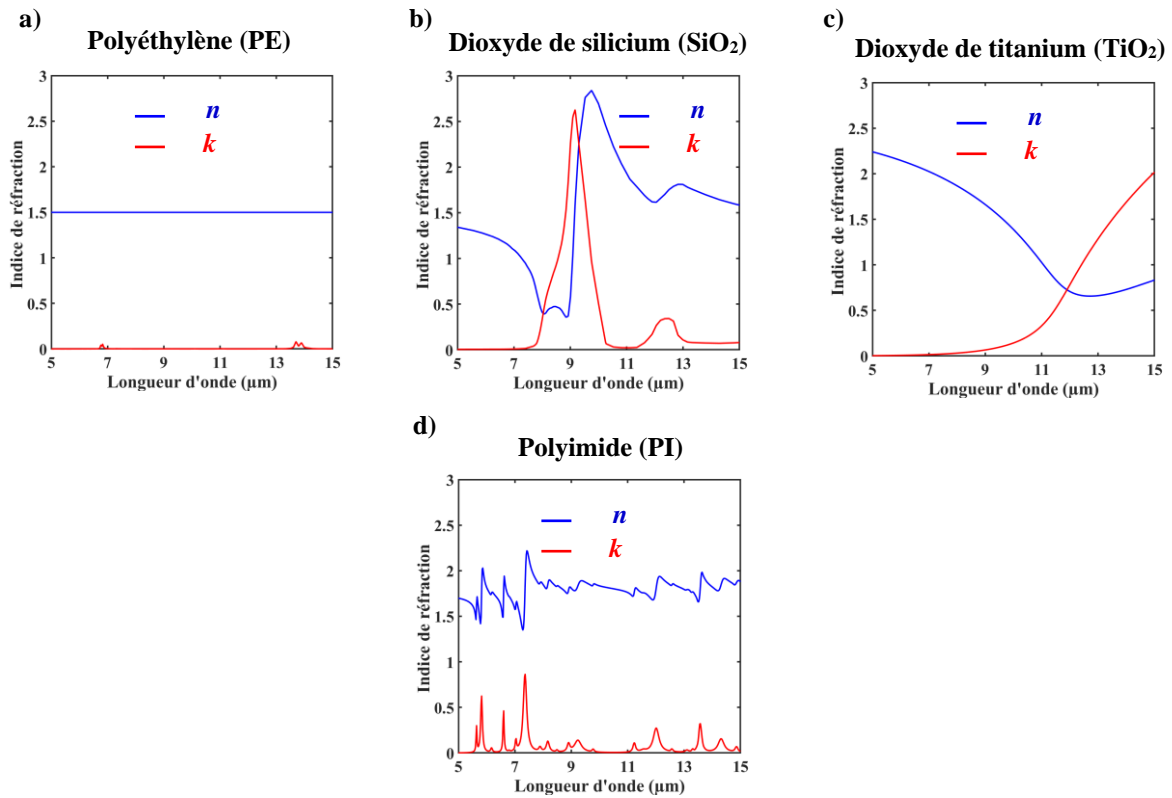


**Figure II.11** Impact des propriétés optiques du textile sur l'état du confort thermique d'un individu. Température ambiante demandée pour maintenir  $T_s = 34\text{ }^\circ\text{C}$  en fonction de (a) la réflectance à une transmittance nulle (bleu) et à une absorbance nulle (rouge) et en fonction de (b) l'absorbance à une réflectance nulle. L'épaisseur du textile est choisie égale à  $10\text{ }\mu\text{m}$  et sa conductivité thermique est supposée égale à  $0,44\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ .

En se basant sur la **figure II.11** et le fait que la majorité des matériaux compatibles textiles ont une absorption non nulle dans la gamme moyen infrarouge, nous nous intéresserons dans ce manuscrit dans un premier temps à la modulation de l'absorption au profit de la transmission à réflexion constante. Ensuite, nous modulerons l'absorption au profit de la réflexion à transmission nulle. Enfin, nous nous intéresserons à un cas où la transmission est modulée au profit de la réflexion.

## V.2 Choix des matériaux

Le travail présenté dans ce manuscrit est focalisé sur des membranes polymères photoniques et composites. Le choix des matériaux à utiliser repose à la fois sur les prédictions théoriques discutées dans la **section V.1** et sur les normes d'application textile qui exigent de choisir des matériaux flexibles et non toxiques. L'objectif de cette partie est d'introduire les différents matériaux utilisés tout au long du travail de thèse.



**Figure II.12** Indices de réfraction complexes dans la gamme 5-15  $\mu\text{m}$  des matériaux utilisés dans ce manuscrit. Partie réelle (lignes bleues) et partie imaginaires (lignes rouges) de l'indice de réfraction du (a) polyéthylène, (b)  $\text{SiO}_2$ , (c)  $\text{TiO}_2$  et (d) polyimide. Les données des indices de réfraction sont extraites des références [24-26].

Nous nous sommes intéressés au polyéthylène (PE) qui fait partie des polymères thermoplastiques les plus produits au monde. Comme on peut le voir sur la **figure II.12a**, le PE possède deux pics d'absorption dans le MIR, autour des longueurs d'onde 7 et 14  $\mu\text{m}$  et dus aux modes vibrationnels (Rocking et Bending) [20,21]. Pour moduler son absorption, la membrane de PE doit être dopée par des particules possédantes, dans la gamme d'intérêt à savoir [5-15]  $\mu\text{m}$ , une partie imaginaire de l'indice de réfraction plus élevée que celle du PE. La modulation de l'absorption va dépendre de la nature des inclusions à introduire dans la matrice polymère. Nous étudions l'effet des particules diélectriques submicroniques de dioxyde de silicium ( $\text{SiO}_2$ ) et de titane ( $\text{TiO}_2$ ). L'indice de réfraction du  $\text{SiO}_2$  (**figure II.12b**) montre un pic d'absorption large et très élevé autour du pic d'émissivité du corps humain (9  $\mu\text{m}$ ), dû à un étirement moléculaire asymétrique, et un autre, moins élevé, autour de 12  $\mu\text{m}$  dû à un étirement symétrique de la molécule [22,23]. Le  $\text{TiO}_2$ , quant à lui, présente une large bande d'absorption qui s'étend sur toute la gamme [9 - 15]  $\mu\text{m}$  (**figure II.12c**). Les indices de réfraction du PE,  $\text{SiO}_2$  et  $\text{TiO}_2$  sont extraits des références [24,25].

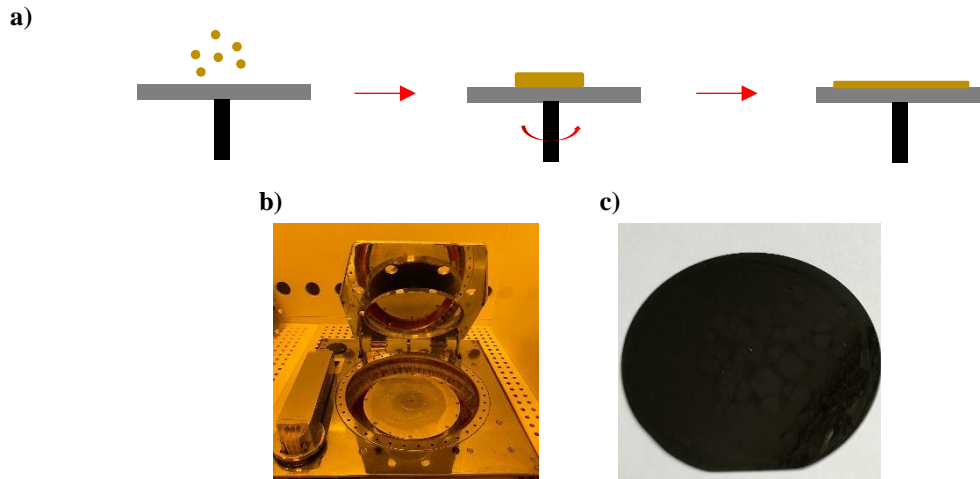


Pour moduler la réflexion, nous avons utilisé deux approches. La première s'appuie sur les propriétés de diffusion dans les cristaux photoniques (voir la **section I**). Dans ce cas, le contraste d'indice entre la matrice et les inclusions doit être important. Les membranes polymères seront simplement percées par des trous d'air. Nous avons choisi le polyimide (PI) qui présente un indice de réfraction moyen supérieur au PE. Comme on peut le voir sur la **figure II.12d**, le PI possède une partie réelle de l'indice de réfraction autour de 1,8. Contrairement au PE, le PI représente plusieurs pics d'absorption dans la gamme [5- 15]  $\mu\text{m}$  dus aux vibrations moléculaires. L'indice de réfraction complexe du PI, présenté **figure II.12d**, a été calculé par le modèle de Lorentz en utilisant les paramètres donnés dans la référence [26]. L'autre approche pour moduler la réflexion infrarouge a été d'utiliser des métaux, connus pour leurs réflexions infrarouges élevées.

## **VI. Méthodes de fabrication**

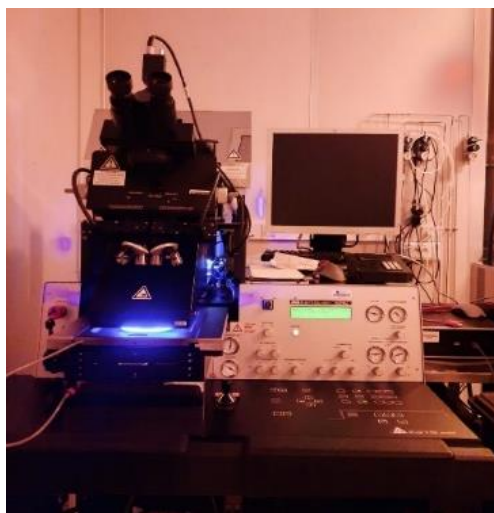
Les échantillons présentés dans ce manuscrit ont été réalisés au laboratoire IEMN au sein de la salle blanche ainsi qu'au laboratoire UMET de l'Université de Lille. L'objectif de cette partie est de décrire les différents dispositifs et équipements utilisés pour la partie fabrication et la caractérisation des membranes.

La réalisation des membranes photoniques se base sur les principes développés par l'industrie microélectronique autour du dépôt de couches minces et du principe de photolithographie. Le polyimide présente l'avantage d'être très utilisé pour des applications dans le domaine de l'électronique comme couches de passivation ou comme couches isolantes dans un composant électrique. Les membranes de polyimide (PI) ont été réalisées par la technique de dépôt centrifuge (*Spin Coating*) du PI sous forme liquide sur un substrat de silicium (**figure 13a**). C'est une technique rapide de dépôt basée sur la force centrifuge induite par la rotation d'un support tournant appelé tournette ou *spin-coater* (**figure II.13b**). La force centrifuge permet d'étaler le solvant uniformément sur la surface du substrat. Le réglage de la vitesse et de l'accélération de rotation permet de contrôler l'épaisseur de la couche polymère obtenue. La **figure II.13c** montre un exemple d'une couche PI déposée sur un substrat silicium trois pouces. Les paramètres utilisés ainsi que les étapes de séchage et de recuit sont détaillés dans le **chapitre IV**.



**Figure II.13** Dépôt de couches minces par la méthode Spin Coating. (a) Représentation schématique du procédé de dépôt de couches minces par la technique de Spin Coating. (b) Image de la tournette à capot ouvert. (c) Image d'une couche de polyimide (PI) déposée sur un substrat de silicium trois pouces.

La création des motifs micrométriques dans des couches polymères peut se faire en utilisant plusieurs méthodes [27–32]. Dans notre cas, le PI choisi étant une résine photosensible négative, nous avons utilisé la technique de *photolithographie* pour structurer le polymère par des trous d'air. La structuration par photolithographie est une technique reposant sur l'insolation par ultraviolet (UV) de la résine au travers d'un masque optique comprenant des zones opaques et transparentes. Dans notre cas, nous avons utilisé un masque optique transparent qui contient des plots opaques pour protéger les zones que nous souhaitons garder après le développement (**figure II.14a**). Comme dispositif, l'insolation est réalisée sur un aligneur (**figure II.14b**) permettant de générer la lumière UV (puissance 320 mW, longueur d'onde 365 nm) et de contrôler le temps d'insolation. Tous les paramètres d'insolation UV et les étapes de développement sont décrits dans le **chapitre V**.



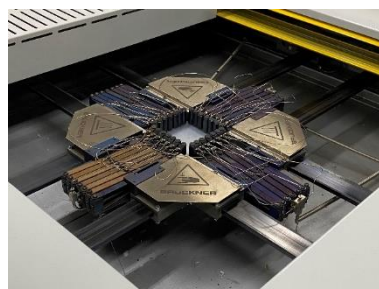
**Figure II.14** Image de l'aligneur utilisé pour insoler la couche PI déposée sur le substrat silicium.

Les films minces de PE ont été obtenus à partir de plaques épaisses de PE (préforme) en utilisant la technique de bi-étirage, développée au laboratoire UMET. La **figure II.15** représente une photo de la machine Brücker CARO IV utilisée pour fabriquer les films de PE : un système de prise en pince permet de fixer la plaque PE afin de l'attirer dans les deux directions. La plaque initiale doit avoir une épaisseur qui ne dépasse pas 2 mm et une surface minimum de  $(115 \times 115)$  mm<sup>2</sup>. En contrôlant la température et les contraintes appliquées sur la plaque, l'épaisseur finale du film obtenu peut être contrôlée.

a)



b)

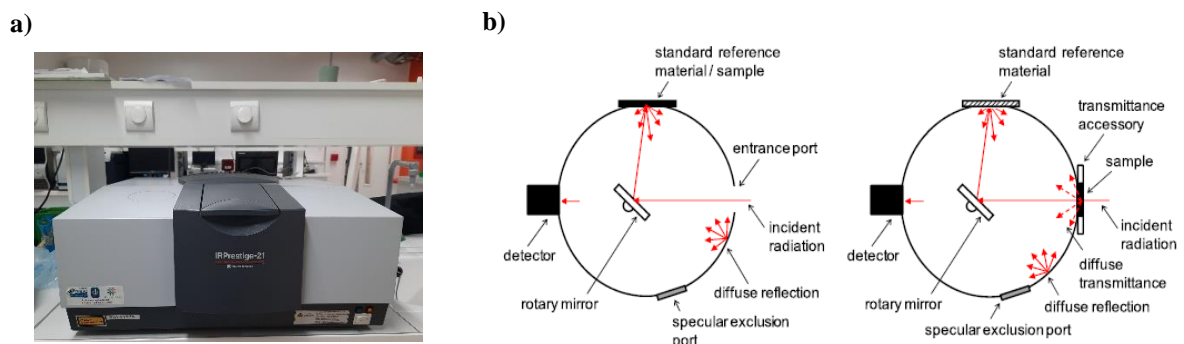


**Figure II.15** Fabrication des films minces de polyéthylène (PE) par la technique de bi-étirage. Image du (a) Brücker CARO IV et (b) du système de prise en pince de l'échantillon (Laboratoire UMET, Université de Lille).

## VII. Méthodes de caractérisation optique

### VII.1 Spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

Pour caractériser les propriétés optiques de nos échantillons dans la gamme moyen infrarouge, nous avons utilisé un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) Prestige 21 de la marque Shimadzu. La **figure II.16** présente le dispositif et un schéma explicatif du principe de la mesure [33]. Le FTIR permet de mesurer la réflexion et la transmission dans une large gamme de fréquences (2 - 29  $\mu\text{m}$ ). Le dispositif est équipé d'une sphère d'or intégrante de la marque Pike permettant de mesurer la réflexion ou la transmission hémisphérique. Pour la mesure en réflexion, le rayonnement infrarouge entre dans la sphère d'intégration pour être dirigé vers l'échantillon sous une incidence de  $12^\circ$  par rapport à la normale à l'aide d'un miroir fixe. Le rayonnement réfléchi (diffusé et spéculaire) par l'échantillon est focalisé par la sphère puis dirigé vers un détecteur qui enregistre un signal électrique appelé interférogramme. L'interférogramme subit une transformation de Fourier qui permet d'obtenir un spectre de réflexion en intensité en fonction de la fréquence. Pour la mesure en transmission, le rayonnement traverse l'échantillon sous une incidence normale et entre dans la sphère, qui focalise la partie transmise vers le détecteur. Le rayonnement détecté subit les mêmes étapes que dans le cas d'une mesure en réflexion. Le dispositif est lié à un logiciel de pilotage appelé IR Solution qui permet de contrôler les mesures, d'afficher les spectres mesurés et d'enregistrer les résultats.

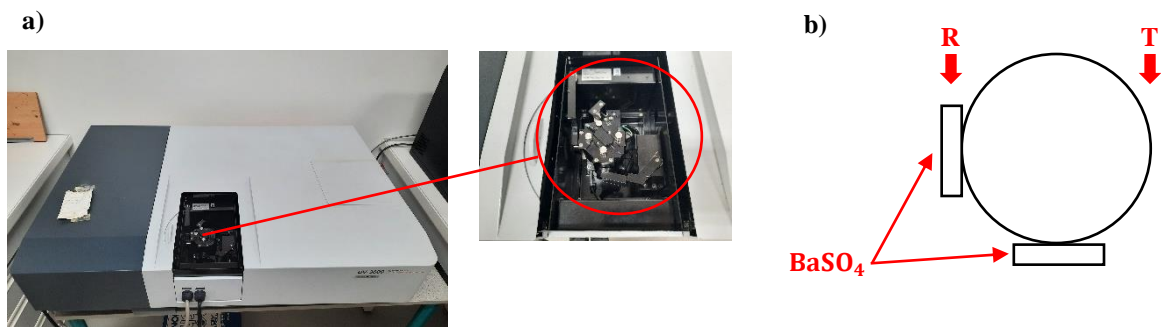


**Figure II.16** Spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (FTIR, HEI-JUNIA). (a) Dispositif de caractérisation constitué d'une sphère d'intégration en or. (b) Représentation schématique du principe de mesure en réflexion (à gauche) et en transmission (à droite) [33].

### VII.2 Spectromètre ultraviolet-visible (UV-vis)

Pour caractériser l'opacité des échantillons dans la gamme visible ([400 – 800] nm), nous utilisons un spectromètre UV-VIS-NIR de la marque Shimadzu UV-3600 (**figure II.17a**). Pour

mesurer la réflexion et la transmission des échantillons solides, l'instrument est équipé d'une sphère d'intégration ISR-3100 (voir le zoom sur **figure II.17a**). Le sulfate de baryum ( $\text{BaSO}_4$ ) est utilisé ici comme échantillon de référence. Pour mesurer la réflexion, nous plaçons l'échantillon de spectre inconnu à la place de  $\text{BaSO}_4$  comme le montre la **figure II.17b**. Dans le cas d'une mesure en transmission, l'échantillon est placé à l'entrée de la sphère (voir **figure II.17b**). La sphère intégrée permet de focaliser le rayonnement réfléchi diffusé et spéculaire vers le détecteur. Le spectromètre est piloté par le logiciel UVProbe 2.51.



**Figure II.17** Spectromètre UV-VIS-NIR. (a) Dispositif de caractérisation constitué d'une sphère intégrée (voir le zoom à droite). (b) Représentation schématique de la sphère d'intégration contenant une couche de  $\text{BaSO}_4$  comme échantillon de référence. Pour mesurer la réflexion (R) ou la transmission (T), la position de l'échantillon est indiquée sur le schéma par les flèches rouges.

### VIII. Méthodes de caractérisation thermique

Pour caractériser qualitativement le comportement des échantillons face aux radiations thermiques émises par le corps humain, nous avons utilisé une caméra infrarouge (thermique). La caméra thermique détecte l'énergie infrarouge (IR) émise sous forme d'ondes électromagnétiques par les objets. L'interaction de l'énergie IR avec les pixels de la caméra produit un signal électronique. La caméra affiche une carte en couleur de distribution de la température de l'objet appelée *image thermique*. Une température élevée signifie que les radiations infrarouges sont importantes.

Pour mesurer la température au sein du microclimat, nous avons utilisé le thermocouple le plus courant, de type K. En général, les incertitudes sur les mesures obtenues sont de l'ordre de  $0,1\text{ }^\circ\text{C}$ .

### Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les différentes méthodes théoriques et outils de simulation numérique utilisés dans ce manuscrit. Nous avons présenté un modèle thermique

analytique adapté à notre problématique qui sera utilisé dans les analyses de bilan thermique entre le corps humain, le textile et l'environnement. Afin de prédire théoriquement les matériaux à utiliser, nous avons étudié systématiquement l'effet des différentes propriétés optiques du textile sur l'état du confort thermique d'un individu au repos. Les différentes techniques et les équipements de fabrication utilisés ont été décrits. Nous avons présenté les deux spectromètres utilisés pour mesurer expérimentalement les propriétés optiques des échantillons dans la gamme moyen infrarouge et visible. Les paramètres utilisés dans la partie calcul et simulation ainsi que les différentes étapes de fabrication seront détaillées ultérieurement.

## Références

- [1] E. Yablonovitch, *Inhibited Spontaneous Emission in Solid-State Physics and Electronics*, Phys. Rev. Lett. **58**, 2059 (1987).
- [2] S. John, *Strong Localization of Photons in Certain Disordered Dielectric Superlattices*, Phys. Rev. Lett. **58**, 2486 (1987).
- [3] J. D. Joannopoulos, editor, *Photonic Crystals: Molding the Flow of Light*, 2nd ed (Princeton University Press, Princeton, 2008).
- [4] Z. Wang, J. Zhang, J. Xie, C. Li, Y. Li, S. Liang, Z. Tian, T. Wang, H. Zhang, H. Li, W. Xu, and B. Yang, *Bioinspired Water-Vapor-Responsive Organic/Inorganic Hybrid One-Dimensional Photonic Crystals with Tunable Full-Color Stop Band*, Adv. Funct. Mater. **20**, 3784 (2010).
- [5] D. Zhou, Y. Pennec, B. Djafari-Rouhani, O. Cristini-Robbe, T. Xu, Y. Lambert, Y. Deblock, M. Faucher, and D. Stiévenard, *Optimization of the Optical Properties of Nanostructured Silicon Surfaces for Solar Cell Applications*, Journal of Applied Physics **115**, 134304 (2014).
- [6] K.-W. Lai, S.-D. Lin, Z.-L. Li, and C.-C. Wang, *Long-Wavelength Mid-Infrared Reflectors Using Guided-Mode Resonance*, Appl. Opt. **52**, 6906 (2013).
- [7] M. Viallon, S. Assaf, A. Treizebré, H. Gidik, D. Dupont, G. Bedek, M. Caillibotte, B. Djafari-Rouhani, V. Thomy, Y. Pennec, and V. Senez, *Modulation of the Refractive Properties of 1D and 2D Photonic Crystal Polycrystalline Silicon-Based Membranes in the MIR Frequency Range*, J. Phys. D: Appl. Phys. **52**, 205101 (2019).
- [8] *Yablonovitch1991.Pdf*.
- [9] *Yablonovitch91p3380.Pdf*.
- [10] S. Y. Lin, J. G. Fleming, D. L. Hetherington, B. K. Smith, R. Biswas, K. M. Ho, M. M. Sigalas, W. Zubrzycki, S. R. Kurtz, and J. Bur, *A Three-Dimensional Photonic Crystal Operating at Infrared Wavelengths*, Nature **394**, 251 (1998).
- [11] Y. Y. Diao, X. Y. Liu, G. W. Toh, L. Shi, and J. Zi, *Multiple Structural Coloring of Silk-Fibroin Photonic Crystals and Humidity-Responsive Color Sensing*, Adv. Funct. Mater. **23**, 5373 (2013).

- [12] *EffectsShifts61.Pdf*.
- [13] M. B. Pierre-François, *Diffusion de second harmonique par les nanoparticules métalliques à symétrie sphérique*, 174 (n.d.).
- [14] W. Qiu, *Study of Photonic Crystals on Thin Film Lithium Niobate for Sensing Applications - Design, Fabrication and Characterization*, 227 (n.d.).
- [15] A. Ueda and M. Eto, *Resonant Tunneling and Fano Resonance in Quantum Dots with Electron-Phonon Interaction*, Phys. Rev. B **73**, 235353 (2006).
- [16] A. E. Miroschnichenko, S. Flach, and Y. S. Kivshar, *Fano Resonances in Nanoscale Structures*, Rev. Mod. Phys. **82**, 2257 (2010).
- [17] W. Zhou, D. Zhao, Y.-C. Shuai, H. Yang, S. Chuwongin, A. Chadha, J.-H. Seo, K. X. Wang, V. Liu, Z. Ma, and S. Fan, *Progress in 2D Photonic Crystal Fano Resonance Photonics*, Progress in Quantum Electronics **38**, 1 (2014).
- [18] A. Garahan, L. Pilon, J. Yin, and I. Saxena, *Effective Optical Properties of Absorbing Nanoporous and Nanocomposite Thin Films*, Journal of Applied Physics **101**, 014320 (2007).
- [19] J. K. Tong, X. Huang, S. V. Boriskina, J. Loomis, and Y. Xu, *Supplementary Information*, 13 (n.d.).
- [20] S. V. Boriskina, *An Ode to Polyethylene*, MRS Energy & Sustainability **6**, 14 (2019).
- [21] S. Krimm, C. Y. Liang, and G. B. B. M. Sutherland, *Infrared Spectra of High Polymers. II. Polyethylene*, The Journal of Chemical Physics **25**, 549 (1956).
- [22] M. K. Gunde, *Vibrational Modes in Amorphous Silicon Dioxide*, Physica B: Condensed Matter **292**, 286 (2000).
- [23] T. G. Mayerhöfer, Z. Shen, E. Leonova, M. Edén, A. Kriltz, and J. Popp, *Consolidated Silica Glass from Nanoparticles*, Journal of Solid State Chemistry **181**, 2442 (2008).
- [24] E. D. Palik, editor, *Handbook of Optical Constants of Solids II* (Academic Press, Boston, 1991).
- [25] J. Kischkat, S. Peters, B. Gruska, M. Semtsiv, M. Chashnikova, M. Klinkmüller, O. Fedosenko, S. Machulik, A. Aleksandrova, G. Monastyrskiy, Y. Flores, W. Ted Masselink, *Appl. Opt.* 2012, 51, 6789.



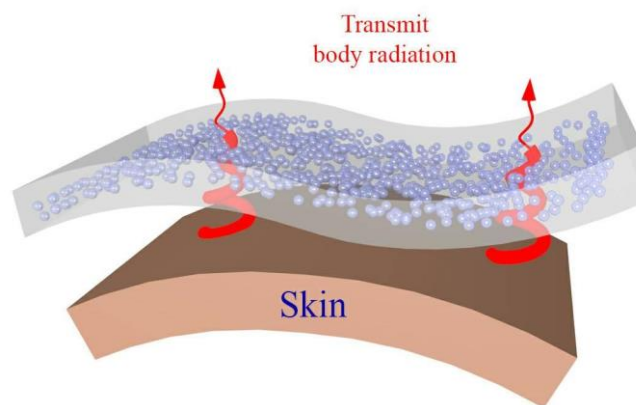
- [26] Z. M. Zhang, G. Lefever-Button, and F. R. Powell, *Infrared Refractive Index and Extinction Coefficient of Polyimide Films*, 12 (n.d.).
- [27] E. Bormashenko, *Breath-Figure Self-Assembly, a Versatile Method of Manufacturing Membranes and Porous Structures: Physical, Chemical and Technological Aspects*, *Membranes* **7**, 45 (2017).
- [28] K. Du, J. Ding, Y. Liu, I. Wathuthanthri, and C.-H. Choi, *Stencil Lithography for Scalable Micro- and Nanomanufacturing*, *Micromachines* **8**, 131 (2017).
- [29] H. Schiff, S. Park, B. Jung, C.-G. Choi, C.-S. Kee, S.-P. Han, K.-B. Yoon, and J. Gobrecht, *Fabrication of Polymer Photonic Crystals Using Nanoimprint Lithography*, *Nanotechnology* **16**, S261 (2005).
- [30] J. H. Moon, A. Small, G.-R. Yi, S.-K. Lee, W.-S. Chang, D. J. Pine, and S.-M. Yang, *Patterned Polymer Photonic Crystals Using Soft Lithography and Holographic Lithography*, *Synthetic Metals* **148**, 99 (2005).
- [31] T. Nakamura, K. Seki, K. Nagase, and M. Nakagawa, *Gold Microelectrodes Fabricated by a Print-and-Imprint Method Using Laser-Drilled Polyimide through-Hole Masks*, *Journal of Vacuum Science & Technology B, Nanotechnology and Microelectronics: Materials, Processing, Measurement, and Phenomena* **35**, 06G301 (2017).
- [32] H. Yabu, M. Tanaka, K. Ijiro, and M. Shimomura, *Preparation of Honeycomb-Patterned Polyimide Films by Self-Organization*, *Langmuir* **19**, 6297 (2003).
- [33] P. Honnerová, J. Martan, Z. Veselý, and M. Honner, *Method for Emissivity Measurement of Semitransparent Coatings at Ambient Temperature*, *Sci Rep* **7**, 1386 (2017).

**Chapitre III :**  
**Impact de l'intégration de particules diélectriques  
dans une membrane de polyéthylène**

# Chapitre III : Impact de l'intégration de particules diélectriques dans une membrane de polyéthylène

## Introduction

Le polyéthylène (PE) est un polymère transparent dans la gamme infrarouge moyen (5-15  $\mu\text{m}$ ). Sa capacité de transmettre les radiations thermiques directement vers l'environnement fait de lui un bon candidat pour concevoir des textiles réalisant la fonctionnalité de refroidissement [1–3]. La modulation des propriétés optiques d'une membrane de PE dans l'infrarouge moyen peut améliorer ses performances de gestion thermique. Dans ce chapitre, nous étudions l'impact de l'intégration de particules submicroniques de dioxyde de silicium ( $\text{SiO}_2$ ) et de titane ( $\text{TiO}_2$ ) sur la réponse optique dans l'infrarouge moyen d'une membrane de PE. Dans notre cas, les particules diélectriques sont distribuées de façon aléatoire et uniforme dans la membrane PE (voir **figure III.1**). Afin de démontrer l'amélioration des performances thermorégulatrices apportées par les particules, nous calculerons le bilan thermique du corps humain, recouvert de la membrane composite (contenant des particules), en utilisant le modèle thermique analytique défini au **chapitre II**. Dans le cas d'une membrane PE dopée avec des particules  $\text{TiO}_2$ , nous reportons des mesures optiques expérimentales et des caractérisations thermiques qualitatives faites à l'aide d'une caméra thermique.



**Figure III.1** Représentation schématique de la membrane de PE composite contenant des particules diélectriques distribuées aléatoirement et uniformément. Les flèches rouges représentent les radiations thermiques émises par le corps humain et transmises à travers la membrane composite.

## I. Impact des particules de SiO<sub>2</sub> sur une membrane de polyéthylène

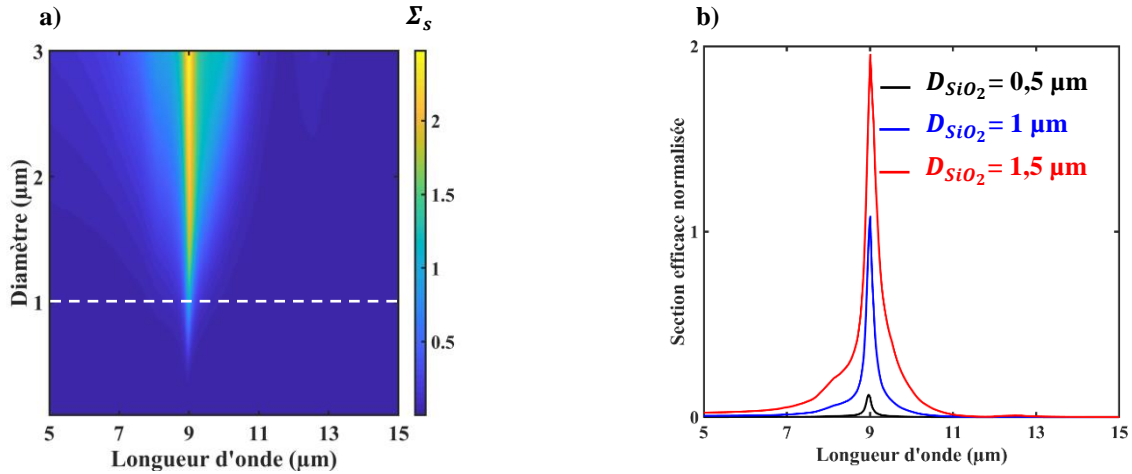
### I.1 Taille des particules de SiO<sub>2</sub>

Afin d'étudier les propriétés optiques de la membrane composite dans la gamme du moyen infrarouge, nous utiliserons, pour calculer l'indice de réfraction, la théorie des milieux effectifs (EMT) (voir **chapitre II**). Pour cela, les particules de SiO<sub>2</sub> doivent être suffisamment petites pour négliger la diffusion de l'onde dans la gamme 5-15 μm. Pour estimer l'intervalle de validité de la théorie des milieux effectifs, nous calculons, à l'aide de la théorie de Mie [4] (voir **l'annexe B**), la section efficace de diffusion pour une particule de SiO<sub>2</sub> en fonction de son diamètre. L'effet du diamètre de la particule sur la section efficace normalisée de diffusion et de l'absorption de la particule SiO<sub>2</sub> dans la gamme 5 - 15 μm est discuté dans les **sections I.1.1** et **I.1.2** de ce chapitre.

#### I.1.1 Section efficace de diffusion d'une particule SiO<sub>2</sub> dans un milieu PE

Nous présentons sur la **figure III.2** la section efficace normalisée d'une seule particule de SiO<sub>2</sub> supposée sphérique, dans un milieu PE, calculée par la théorie de Mie. La **figure III.2a** montre l'effet du diamètre ( $D_{SiO_2}$ ) de la particule sur la diffusion de l'onde électromagnétique dans la gamme 5-15 μm. Nous pouvons voir que pour les diamètres inférieurs à 1 μm, la diffusion du rayonnement moyen infrarouge est très faible. Lorsque le diamètre de la particule dépasse 1 μm, la particule SiO<sub>2</sub> présente une diffusion importante autour de la longueur d'onde 9 μm. La **figure III.2b** représente une comparaison de la section efficace normalisée de diffusion pour trois diamètres différents  $D_{SiO_2} = 0,5 \mu\text{m}$ ,  $D_{SiO_2} = 1 \mu\text{m}$  et  $D_{SiO_2} = 1,5 \mu\text{m}$ . Le pic de diffusion autour de 9 μm augmente en amplitude avec  $D_{SiO_2}$  ; il est maximal dans le cas des particules de diamètres importants ( $D_{SiO_2} = 1,5 \mu\text{m}$ ).

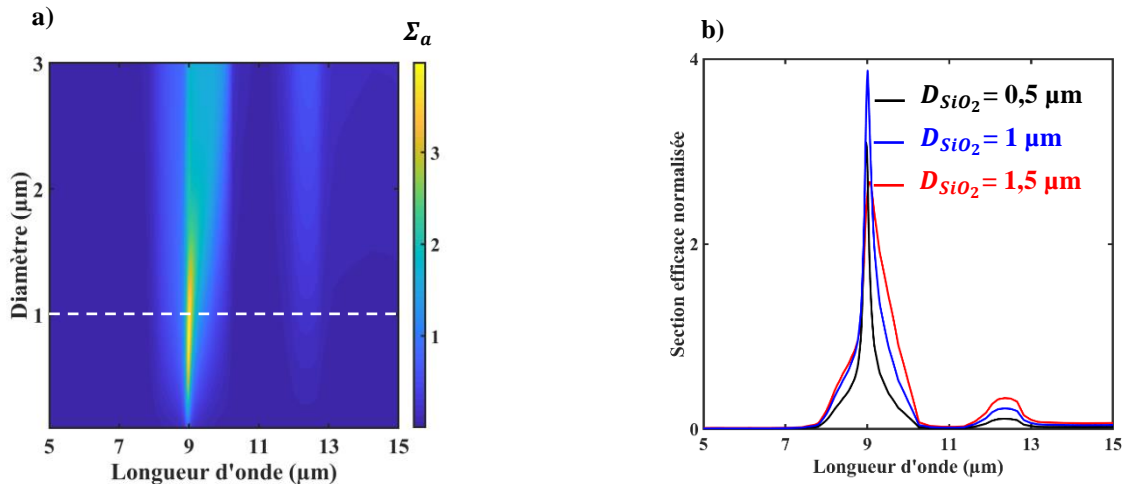
Dans une membrane de PE, la diffusion du rayonnement moyen infrarouge par une particule de SiO<sub>2</sub> de diamètre  $D_{SiO_2} > 1 \mu\text{m}$  n'est pas négligeable. Par conséquent l'utilisation de la théorie des milieux effectifs est limitée dans notre cas aux particules de diamètre inférieur à 1 μm.



**Figure III.2** Section efficace de diffusion d'une particule de  $\text{SiO}_2$  dans un milieu PE, calculée par la théorie de Mie. (a) Section efficace  $\Sigma_s$  de diffusion normalisée en fonction du diamètre  $D_{\text{SiO}_2}$  de la particule, dans la gamme moyen infrarouge (5-15  $\mu\text{m}$ ). (b) Section efficace de diffusion normalisée dans la gamme 5-15  $\mu\text{m}$  pour un diamètre de  $D_{\text{SiO}_2} = 0,5 \mu\text{m}$  (courbe noire),  $D_{\text{SiO}_2} = 1 \mu\text{m}$  (courbe bleue) et  $D_{\text{SiO}_2} = 1,5 \mu\text{m}$  (courbe rouge).

### I.1.2 Section efficace d'absorption d'une particule $\text{SiO}_2$ dans un milieu PE

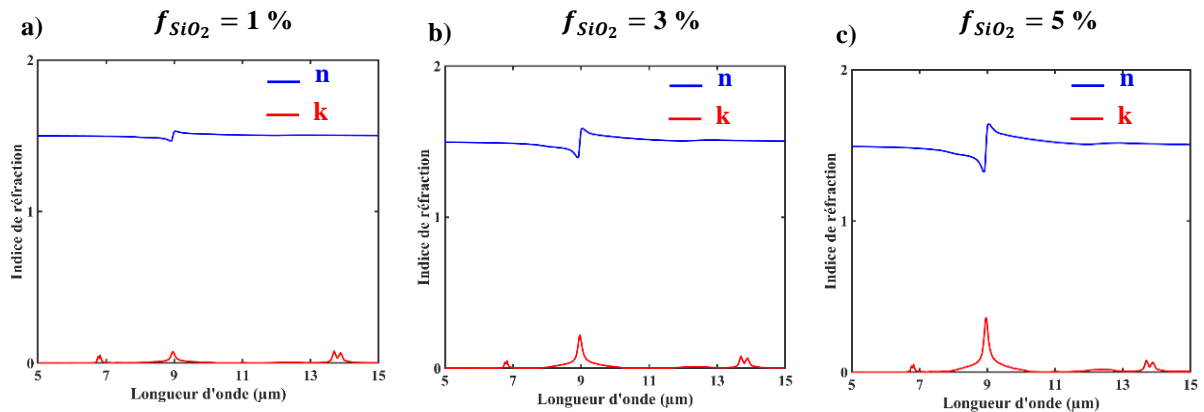
La **figure III.3a** représente l'évolution de la section efficace normalisée d'absorption,  $\Sigma_a$ , en fonction du diamètre  $D_{\text{SiO}_2}$  d'une particule de  $\text{SiO}_2$  dans un milieu PE, calculée par la théorie de Mie. La particule de  $\text{SiO}_2$  montre une forte absorption autour de 9  $\mu\text{m}$  pour  $D_{\text{SiO}_2} < 1,5 \mu\text{m}$  et une faible absorption autour 12  $\mu\text{m}$  qui augmente progressivement en fonction de  $D_{\text{SiO}_2}$ . Ces deux pics d'absorption sont dus à la partie imaginaire de l'indice de réfraction de  $\text{SiO}_2$  qui présente deux pics autour de ces longueurs d'onde (voir **chapitre II**). Nous présentons sur la **figure III.3b** la section efficace normalisée d'absorption pour  $D_{\text{SiO}_2} = 0,5 \mu\text{m}$ ,  $D_{\text{SiO}_2} = 1 \mu\text{m}$  et  $D_{\text{SiO}_2} = 1,5 \mu\text{m}$ . Le pic d'absorption autour de 9  $\mu\text{m}$  augmente en amplitude avec  $D_{\text{SiO}_2}$  tant que  $D_{\text{SiO}_2} < 1,5 \mu\text{m}$  puis diminue en s'élargissant pour les diamètres  $D_{\text{SiO}_2} \geq 1,5 \mu\text{m}$ . L'amplitude du petit pic d'absorption autour de 12  $\mu\text{m}$ , quant à elle, augmente constamment en fonction du diamètre de la particule.



**Figure III.3** Section efficace d'absorption d'une particule  $\text{SiO}_2$  dans un milieu PE calculée par la théorie de Mie. (a) Section efficace d'absorption normalisée,  $\Sigma_a$ , en fonction du diamètre  $D_{\text{SiO}_2}$  de la particule dans la gamme moyen infrarouge (5-15  $\mu\text{m}$ ). (b) Section efficace d'absorption normalisée dans la gamme 5-15  $\mu\text{m}$  pour un diamètre  $D_{\text{SiO}_2} = 0,5 \mu\text{m}$  (courbe noir),  $D_{\text{SiO}_2} = 1 \mu\text{m}$  (courbe bleue) et  $D_{\text{SiO}_2} = 1,5 \mu\text{m}$  (courbe rouge).

## I.2 Indice de réfraction effectif dans la gamme 5-15 $\mu\text{m}$

L'indice de réfraction de la membrane composite est calculé par la théorie des milieux effectifs sous condition que la dimension des particules soit inférieure à 1  $\mu\text{m}$ . Dans ce cas nous utilisons le modèle Maxwell Garnett (MG) défini dans le **chapitre II**. La **figure III.4** représente l'indice de réfraction effectif calculé pour une membrane PE qui contient  $f_{\text{SiO}_2} = 1 \%$  (**figure III.4a**),  $f_{\text{SiO}_2} = 3 \%$  (**figure III.4b**) et  $f_{\text{SiO}_2} = 5 \%$  (**figure III.4c**) de particules submicroniques de  $\text{SiO}_2$  en volume. L'effet des particules de  $\text{SiO}_2$  sur la partie réelle et imaginaire de l'indice de réfraction est principalement localisé autour de la longueur d'onde 9  $\mu\text{m}$  et 12  $\mu\text{m}$ . Les particules de  $\text{SiO}_2$  impactent la partie réelle de l'indice de réfraction du PE qui suit la même allure que celle du  $\text{SiO}_2$  (voir **chapitre II**). L'effet de ces particules consiste ainsi à augmenter la partie imaginaire de l'indice de réfraction de PE autour de 9  $\mu\text{m}$  et de 12  $\mu\text{m}$ . L'effet du  $\text{SiO}_2$  sur l'indice de réfraction devient plus important lorsque la fraction volumique des particules augmente. Nous pouvons cependant voir que l'effet des particules autour de 12  $\mu\text{m}$  reste faible en comparaison de celui autour de 9  $\mu\text{m}$ .



**Figure III.4** Indice de réfraction effectif de la membrane composite dans la gamme 5-15  $\mu\text{m}$ . (a) Partie réelle (courbe bleue) et partie imaginaire (courbe rouge) de l'indice de réfraction effectif pour une membrane PE contenant (a)  $f_{SiO_2} = 1\%$ , (b)  $f_{SiO_2} = 3\%$  et (c)  $f_{SiO_2} = 5\%$  de particules  $SiO_2$  en volume. L'indice de réfraction effectif est calculé par le modèle de Maxwell Garnett (MG), à partir de l'équation II.15.

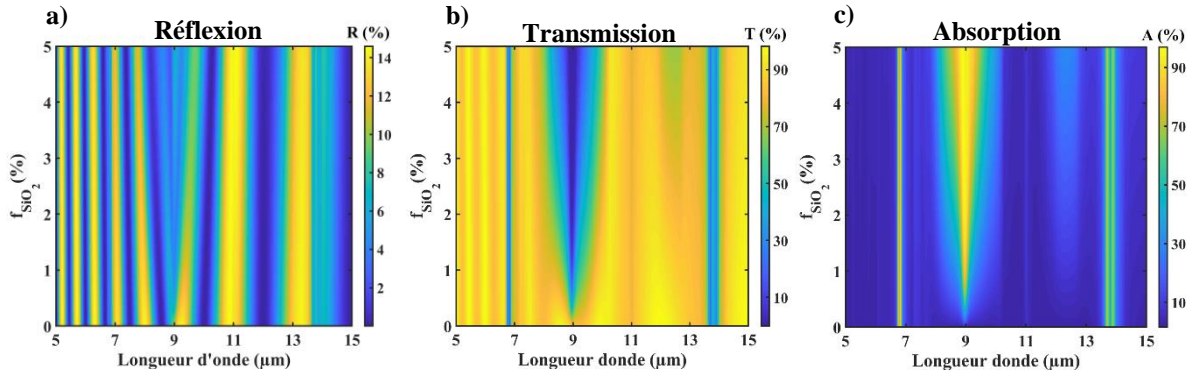
### I.3 Le cas d'une membrane PE mince

#### I.3.1 Coefficients optiques dans la gamme 5-15 $\mu\text{m}$

Considérons maintenant une membrane de PE, d'épaisseur  $h_{PE} = 20 \mu\text{m}$ , contenant une fraction volumique  $f_{SiO_2}$  de particules de  $SiO_2$ . L'objectif de cette partie est de démontrer l'effet de  $f_{SiO_2}$  sur le spectre de réflexion (R), de transmission (T) et d'absorption (A) dans la gamme 5 - 15  $\mu\text{m}$ . Les spectres (R) et (T) ont été calculés numériquement pour une incidence normale à l'aide du logiciel COMSOL Multiphysics reposant sur la méthode des éléments finis (voir **chapitre II**). Le coefficient A est déduit par la formule  $A = I - (R + T)$ . Numériquement, la membrane composite est simulée comme un milieu homogène possédant des propriétés optiques effectives calculées en utilisant le modèle MG. Les spectres optiques peuvent être calculés aussi par d'autres méthodes comme celle de la matrice de transfert [5].

Le **figure III.5** représente l'effet de la fraction volumique,  $f_{SiO_2}$ , sur les trois coefficients optiques dans la gamme 5-15  $\mu\text{m}$ . L'impact des particules  $SiO_2$  sur les trois spectres de la membrane PE est localisé autour des deux longueurs d'onde de 9  $\mu\text{m}$  et 12  $\mu\text{m}$ . Nous pouvons voir que le coefficient R est peu impacté par la présence des particules au sein de la membrane PE. Le coefficient de réflexion présente des oscillations plutôt de type Fabry-Perot avec un maximum de 15%. Autour des longueurs d'onde 9  $\mu\text{m}$  et 12  $\mu\text{m}$ , la réflexion est nulle ou le devient lorsque la fraction de particule augmente. En revanche, les coefficients T et A sont fortement modifiés par le taux de particules. Lorsque  $f_{SiO_2}$  augmente, la transmission diminue en amplitude autour de 9  $\mu\text{m}$  et 12  $\mu\text{m}$  (**figure III.5b**). Cette diminution s'accompagne d'une

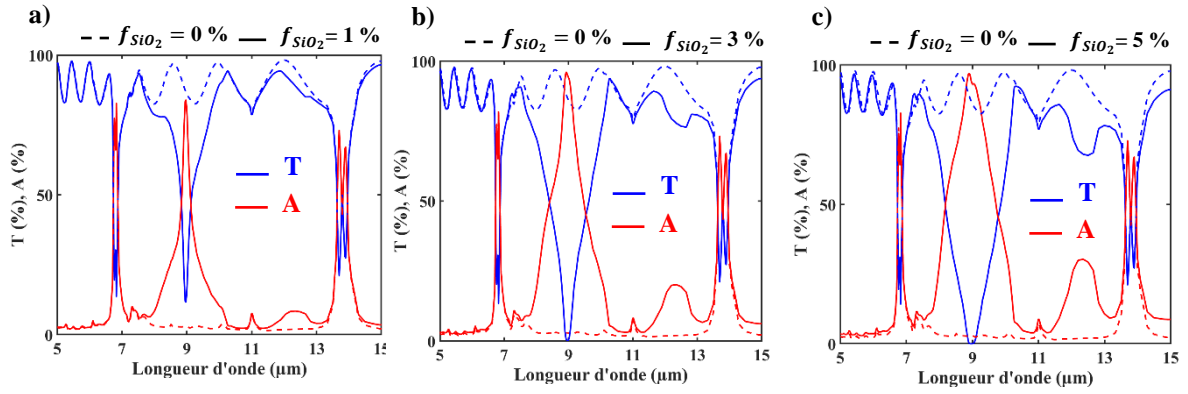
forte augmentation de l'absorption autour de ces deux mêmes longueurs d'onde (**figure III.5c**). L'apparition des deux pics d'absorption se compense par une réflexion et une transmission nulle autour de 9  $\mu\text{m}$  et 12  $\mu\text{m}$ . Celle-ci est liée aux deux pics de la partie imaginaire de l'indice de réfraction de la membrane effective (voir **figure III.4**).



**Figure III.5** Evolution de (a)  $R$ , (b)  $T$  et  $A$  (c) en fonction de la fraction volumique des particules,  $f_{SiO_2}$ , dans la gamme 5-15  $\mu\text{m}$ . L'épaisseur de la membrane de PE est  $h_{PE} = 20 \mu\text{m}$ .

Pour analyser l'effet des particules sur la transmission et l'absorption de la membrane PE, nous rapportons sur la **figure III.6** les coefficients  $T$  et  $A$  pour une membrane PE sans particules (courbes discontinues) et une membrane PE contenant des particules (courbes continues). Nous choisissons trois fractions volumiques  $f_{SiO_2} = 1 \%$  (**figure III.5a**),  $f_{SiO_2} = 3 \%$  (**figure III.5b**) et  $f_{SiO_2} = 5 \%$  (**figure III.5c**). La membrane PE présente une faible absorption avec deux pics autour de 7  $\mu\text{m}$  et 14  $\mu\text{m}$ , dus aux vibrations moléculaires du polymère. L'insertion de particules de  $SiO_2$  dans la membrane fait apparaître deux nouveaux pics d'absorption autour de 9  $\mu\text{m}$  et 12  $\mu\text{m}$ . Ces deux pics d'absorption proviennent de la partie imaginaire de l'indice de réfraction effectif. En effet, l'amplitude des deux pics d'absorption devient de plus en plus importante au fur et à mesure que  $f_{SiO_2}$  augmente en cohérence avec l'augmentation de l'indice imaginaire (voir **figure III.4a, b, c**). L'augmentation de  $A$  engendre une forte diminution de  $T$  et dans une moindre mesure du coefficient  $R$ .





**Figure III.6** Spectres de transmission (courbe bleue) et d'absorption (courbe rouge) pour une membrane d'épaisseur  $h_{PE} = 20 \mu\text{m}$  dans la gamme 5-15  $\mu\text{m}$ . Les courbes discontinues correspondent à une membrane PE sans particules et les continues correspondent à une membrane contenant les fraction volumiques  $f_{SiO_2} = 1 \%$ , (b)  $f_{SiO_2} = 3 \%$  et (c)  $f_{SiO_2} = 5 \%$  de particules  $SiO_2$ .

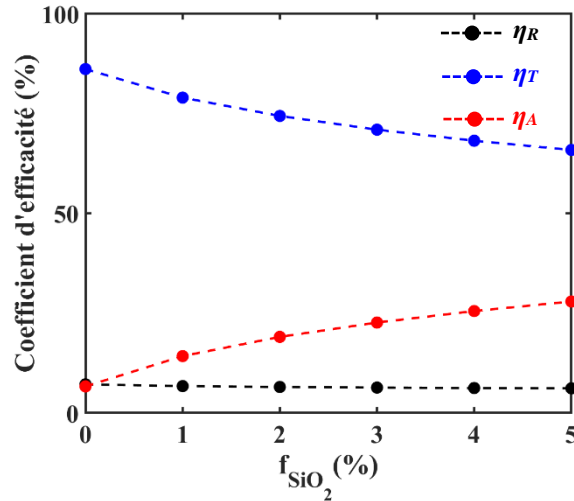
### I.3.2 Coefficients d'efficacité

Comme discuté ci-dessus, l'insertion de particules de  $SiO_2$  a pour effet d'augmenter l'absorption de la membrane PE au détriment de sa transmission. Pour obtenir une estimation quantitative de la réponse optique, nous définissons un coefficient d'efficacité  $\eta$ , correspondant à l'intégration des coefficients  $R$ ,  $T$  et  $A$  sur la gamme 5-15  $\mu\text{m}$ . Un tel coefficient est couramment utilisé pour l'estimation du rendement des cellules solaires photovoltaïques [6]. Ce coefficient s'exprime par la formule :

$$\eta = \frac{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} E_{0\lambda} \cdot \chi_{\lambda} \cdot d\lambda}{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} E_{0\lambda} \cdot d\lambda} \quad \text{III.1}$$

où  $E_{0\lambda}$  est l'émissivité du corps humain à la température de la peau  $T_s = 34 \text{ }^\circ\text{C}$  calculée par la loi de Planck (équation I.5) et  $\chi_{\lambda}$  est l'un des coefficients  $R$ ,  $T$  ou  $A$ . L'intégration en longueur d'onde se fait sur l'intervalle  $[\lambda_1, \lambda_2] = [5, 15] \mu\text{m}$ .

La **figure III.7** reporte l'évolution du coefficient d'efficacité  $\eta$  pour la réflexion ( $\eta_R$ ), la transmission ( $\eta_T$ ) et l'absorption ( $\eta_A$ ) en fonction de la fraction volumique  $f_{SiO_2}$ . Nous pouvons voir que  $f_{SiO_2}$  n'impacte pas  $\eta_R$  qui reste quasiment stable autour de 6%. En augmentant  $f_{SiO_2}$  de 0% (membrane sans particules) jusqu'à 5%,  $\eta_A$  varie de 6% à 28% au détriment de  $\eta_T$  qui passe de 86% pour  $f_{SiO_2} = 0\%$  à 65% lorsque  $f_{SiO_2} = 5\%$ . Comme démontré **section I.3.1**, ce comportement du coefficient d'efficacité en fonction de  $f_{SiO_2}$  est lié à l'effet des particules  $SiO_2$  sur le spectre de transmission et d'absorption autour 9  $\mu\text{m}$  et 12  $\mu\text{m}$ .



**Figure III.7** Evolution du coefficient d'efficacité associé à la réflexion  $\eta_R$  (point noir), la transmission  $\eta_T$  (point bleu) et l'absorption  $\eta_A$  (point rouge) en fonction de la fraction volumique des particules  $f_{SiO_2}$ .

Nous avons démontré que les particules submicroniques de  $SiO_2$  avaient un impact significatif sur le comportement optique de la membrane de PE mince ( $h_{PE} = 20 \mu m$ ) en augmentant l'absorption de façon sélective autour de  $9 \mu m$  et  $12 \mu m$ . Ces longueurs d'onde se retrouvent dans le spectre d'émissivité du corps humain pour une température de la peau  $T_s = 34 \text{ }^\circ C$ . En nous basant sur le comportement optique de la membrane, nous allons étudier l'influence du taux de particules de  $SiO_2$  sur le bilan thermique et établir les performances thermorégulatrices de la membrane composite.

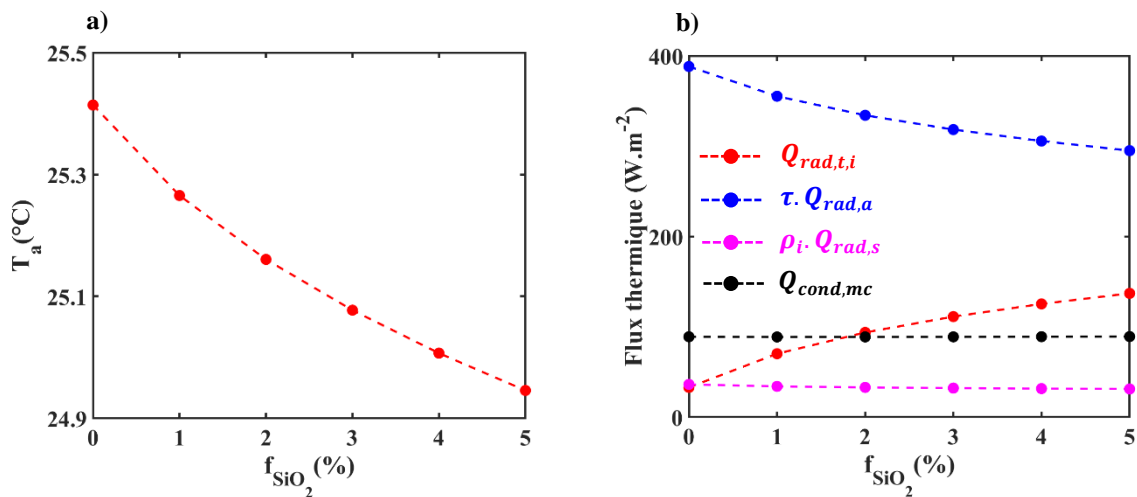
### I.3.3 Analyse thermique

L'objectif de cette section est d'étudier l'effet des propriétés optiques, démontrées précédemment, sur les flux thermiques entre le corps humain et le milieu environnant, à travers la membrane composite. Nous supposons qu'un individu est initialement dans un état de confort thermique ( $T_s = 34 \text{ }^\circ C$ ), au repos, à l'intérieur d'une pièce dont les rayonnements solaires sont négligeables. Nous considérons de plus que la membrane composite est située à  $2 \text{ mm}$  de la peau. Nous pouvons calculer la température ambiante ( $T_a$ ) de la pièce nécessaire pour maintenir cet état de confort thermique à partir du modèle analytique détaillé dans le **chapitre II**.

La **figure III.8a** montre l'évolution de la température ( $T_a$ ) pour maintenir  $T_s = 34 \text{ }^\circ C$  en fonction de  $f_{SiO_2}$  pour une membrane d'épaisseur  $h_{PE} = 20 \mu m$ . Lorsque la membrane ne contient pas de particules ( $f_{SiO_2} = 0 \%$ ), nous trouvons une température ambiante de  $T_a = 25,4 \text{ }^\circ C$ . Lorsque  $f_{SiO_2}$  augmente de  $5 \%$ ,  $T_a$  diminue progressivement jusqu'à  $24,9 \text{ }^\circ C$ . La

présence de 5 % de particules de  $\text{SiO}_2$  dans la membrane PE mince a permis de gagner  $0,5\text{ }^\circ\text{C}$  sur la température de la pièce pour maintenir le corps humain dans son état de confort thermique. Pour analyser ce comportement, nous représentons sur la **figure III.8b** l'évolution des flux thermiques qui contribuent aux échanges de chaleur à la surface de la peau en fonction de  $f_{\text{SiO}_2}$ . Prenons l'équation II.17 qui décrit le bilan thermique autour du corps humain. Les flux qui peuvent dépendre de  $f_{\text{SiO}_2}$  sont :

- ❖ le flux venant de l'environnement via la membrane ( $\tau \cdot Q_{rad,a}$ )
- ❖ le flux émis par la peau et réfléchi par la surface interne de la membrane ( $\rho_i \cdot Q_{rad,s}$ )
- ❖ le flux émis par la surface interne de la membrane ( $Q_{rad,t,i}$ )
- ❖ le flux de conduction au sein du microclimat ( $Q_{cond,mc}$ )



**Figure III.8** (a) Evolution de la température ambiante  $T_a$  demandée par la peau pour atteindre  $T_s = 34\text{ }^\circ\text{C}$ , en fonction de la fraction volumique  $f_{\text{SiO}_2}$  de particules  $\text{SiO}_2$ . (b) Représentation du flux émis par la surface interne de la membrane ( $Q_{rad,t,i}$ , rouge), du flux transmis de l'air ambiant via la membrane ( $\tau \cdot Q_{rad,a}$ , bleu), du flux réfléchi par la membrane vers la peau ( $\rho_i \cdot Q_{rad,s}$ , violet), et du flux conduit à travers le microclimat ( $Q_{cond,mc}$ , noir), en fonction de la fraction volumique des particules de  $\text{SiO}_2$ .

Comme on peut le voir sur la **figure III.8b**, les flux qui présentent une variation importante en fonction de  $f_{\text{SiO}_2}$  sont ( $\tau \cdot Q_{rad,a}$ ) et ( $Q_{rad,t,i}$ ). Nous pouvons voir que lorsque  $f_{\text{SiO}_2}$  augmente, le corps humain minimise ses besoins énergétiques venant de l'extérieur en les compensant par l'énergie radiative émise par la surface interne de la membrane. Cette compensation explique pourquoi pour maintenir son confort thermique, le corps humain recouvert de la membrane composite (5 % de  $\text{SiO}_2$ ) a besoin d'une température de la pièce de  $24,9\text{ }^\circ\text{C}$ , soit  $0,5\text{ }^\circ\text{C}$  inférieure à celle de  $25,4\text{ }^\circ\text{C}$  lorsque la membrane de PE est non dopée. L'augmentation de l'absorption

ou, selon la loi de Kirchhoff, de l'émissivité, due à la présence de 5 % de particules submicroniques de SiO<sub>2</sub>, a amélioré le flux radiatif de la face interne de la membrane vers la peau permettant ainsi de réduire la température de la pièce de 0,5 °C.

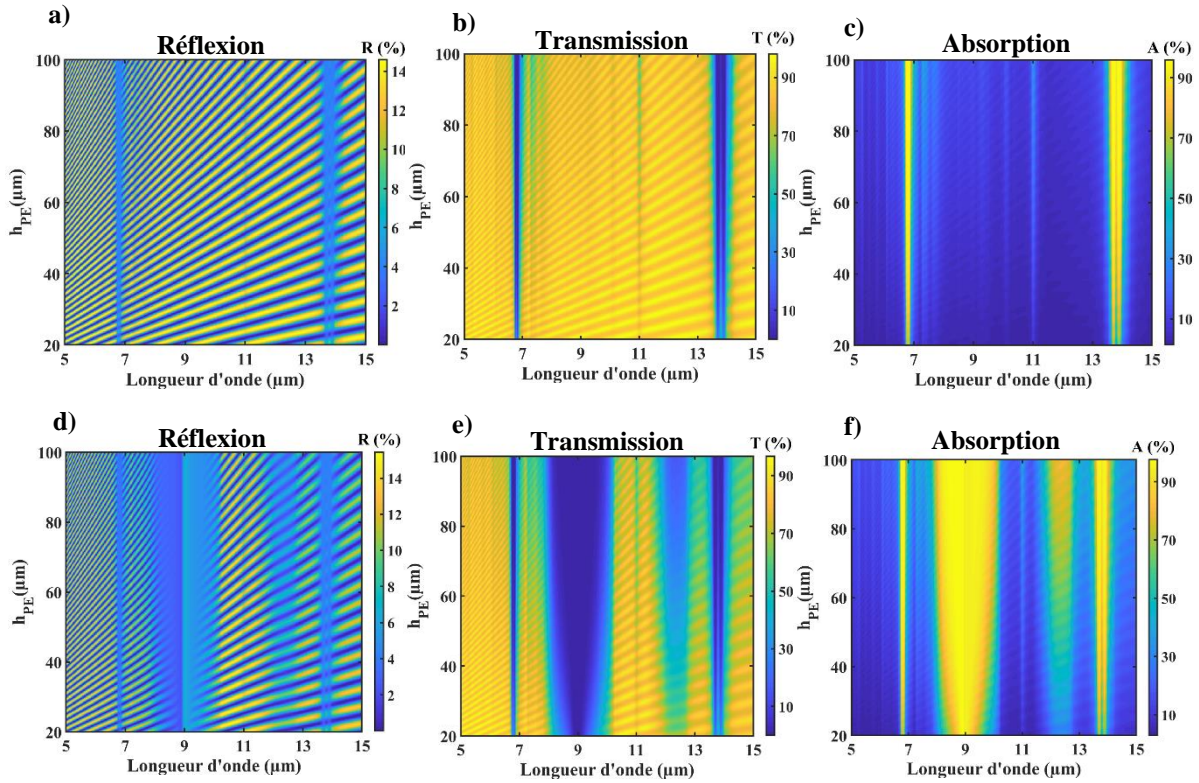
L'insertion de particules de SiO<sub>2</sub> dans une membrane mince de PE impacte le coefficient d'absorption (émissivité) dans la gamme 5-15 μm. Nous avons démontré que cet impact est sélectif, autour de deux longueurs d'onde 9 μm et 12 μm. L'analyse du bilan thermique a montré qu'une fraction volumique de particules de 5 % permet de réduire de 0,5 °C la température ambiante de la pièce nécessaire au maintien du confort thermique de l'individu. L'émissivité de la membrane composite (20 μm d'épaisseur et 5 % de particules) peut être améliorée par une augmentation des pics d'absorption intrinsèques au polymère. Ceci peut se faire en augmentant l'épaisseur de la membrane de PE comme nous allons le voir dans le paragraphe suivant.

## **I.4 Effet de l'épaisseur de la membrane de PE**

### **I.4.1 Coefficients optiques dans la gamme 5-15 μm**

Considérons une membrane de PE d'épaisseur  $h_{PE}$  variable contenant une fraction volumique  $f_{SiO_2} = 5\%$  de particules de SiO<sub>2</sub>. L'objectif de cette partie est de démontrer l'effet de l'épaisseur  $h_{PE}$  de la membrane composite sur le spectre de réflexion (R), de transmission (T) et d'absorption (A) dans la gamme 5-15 μm pour une incidence normale.

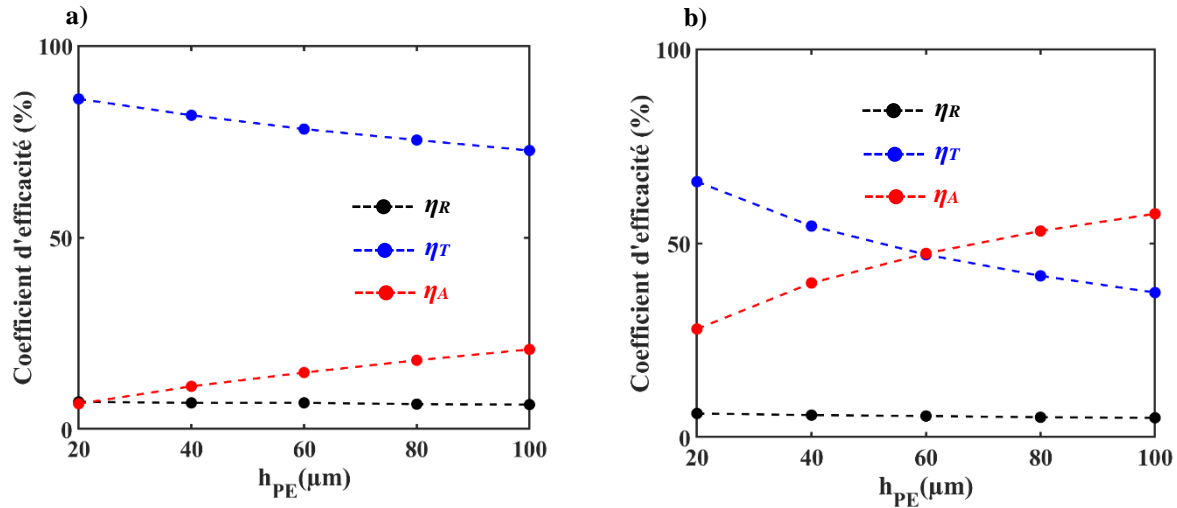
La **figure III.9** représente l'évolution de  $R$ ,  $T$  et  $A$  en fonction de l'épaisseur  $h_{PE}$  d'une membrane respectivement sans particules (**figure III.9a, b, c**) et contenant 5 % de particules de SiO<sub>2</sub> (**figure III.9d, e, f**). Dans les deux cas, lorsque la membrane devient épaisse, de nouveaux pics de réflexion apparaissent, dus au phénomène de Fabry-Pérot à l'intérieur de la membrane. Ces pics ont la même amplitude que les pics présentés par une membrane mince ( $h_{PE} = 20\ \mu\text{m}$ ), soit autour de 15% maximum, l'épaisseur agissant sur le nombre d'oscillations dans l'intervalle de fréquences considéré. Au contraire, l'augmentation de  $h_{PE}$  aura un effet sur l'amplitude des pics de  $T$  et  $A$ . Dans le cas de la membrane sans particules, lorsque  $h_{PE}$  augmente, ce sont les pics d'absorption du matériau PE, autour de 7 μm et 14 μm, qui sont amplifiés, au détriment des pics de transmission aux mêmes longueurs d'ondes. Pour la membrane composite avec 5 % de particules, ce sont les amplitudes des deux pics associés aux particules SiO<sub>2</sub>, autour de 9 μm et 12 μm, qui sont amplifiées avec l'épaisseur  $h_{PE}$ .



**Figure III.9** Evolution de (a) R, (b) T et A (c) en fonction de l'épaisseur  $h_{PE}$  de la membrane de PE sans particules. Evolution de (d) R, (e) T et (f) A en fonction de l'épaisseur  $h_{PE}$  de la membrane composite avec particules ( $f_{SiO_2} = 5\%$ ).

#### I.4.2 Coefficients d'efficacité

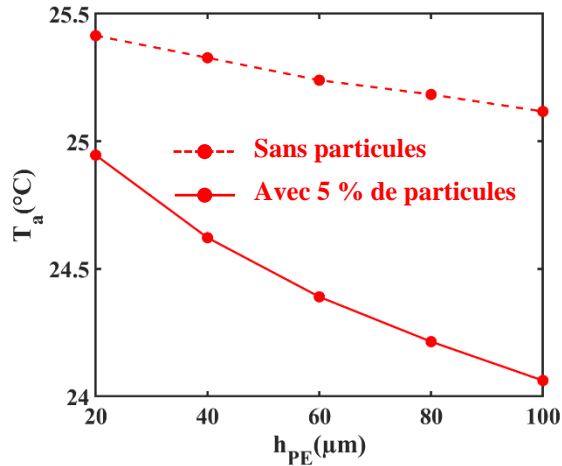
Pour quantifier la réponse optique de la membrane, nous calculons les coefficients d'efficacité  $\eta_R$ ,  $\eta_T$  et  $\eta_A$  en fonction de l'épaisseur  $h_{PE}$  pour respectivement la membrane sans particules (**figure III.10a**) et contenant 5% de particules  $SiO_2$  (**figure III.10b**). Pour la membrane sans et avec particules,  $\eta_R$  est quasiment constant, autour de 6%. Ceci est lié à l'amplitude du coefficient  $R$  qui n'est impactée en moyenne ni par la variation de  $f_{SiO_2}$ , ni par l'épaisseur de la membrane  $h_{PE}$ . Par contre, pour la membrane sans particules,  $\eta_T$  passe de 86% lorsque  $h_{PE} = 20 \mu m$  (membrane mince) à 72% lorsque  $h_{PE} = 100 \mu m$  (membrane épaisse) et  $\eta_A$  passe de 5% pour la membrane mince à 20% pour la membrane épaisse. Pour la membrane contenant 5% de particules, lorsque l'épaisseur  $h_{PE}$  varie de  $20 \mu m$  à  $100 \mu m$ ,  $\eta_T$  passe de 66% à 37% et  $\eta_A$  passe de 28% à 57%. Ce comportement de  $\eta_T$  et  $\eta_A$  en fonction de  $h_{PE}$  est directement corrélé aux évolutions des coefficients  $T$  et  $A$  montrés ci-dessus (**figure III.9**).



**Figure III.10** Evolution du coefficient d'efficacité associé à la réflexion  $\eta_R$  (point noir), à la transmission  $\eta_T$  (point bleu) et à l'absorption  $\eta_A$  (point rouge) en fonction de l'épaisseur  $h_{PE}$  de (a) la membrane sans particules et (b) la membrane composite contenant 5% de  $\text{SiO}_2$ .

### I.4.3 Analyse thermique

Pour étudier l'effet de l'épaisseur sur le bilan thermique, nous calculons, comme précédemment, la température ambiante nécessaire pour maintenir la température de la peau à  $T_s = 34 \text{ }^\circ\text{C}$ . La **figure III.11** montre l'évolution de  $T_a$  nécessaire en fonction de l'épaisseur  $h_{PE}$  de la membrane PE sans ( $f_{\text{SiO}_2} = 0 \%$ ) et avec particules ( $f_{\text{SiO}_2} = 5 \%$ ). Dans le cas d'un corps recouvert d'une membrane PE sans particules (traits pointillés),  $T_a$  passe de  $25,4 \text{ }^\circ\text{C}$  pour une membrane mince ( $h_{PE} = 20 \text{ } \mu\text{m}$ ) à  $25,1 \text{ }^\circ\text{C}$  pour membrane épaisse ( $h_{PE} = 100 \text{ } \mu\text{m}$ ), soit un gain de  $0,3 \text{ }^\circ\text{C}$ . Lorsque la membrane d'épaisseur  $h_{PE} = 20 \text{ } \mu\text{m}$  contient  $5 \%$  de particules, nous retrouvons  $T_a = 24,9 \text{ }^\circ\text{C}$ , obtenu précédemment. Mais cette température peut encore être diminuée de  $0,9 \text{ }^\circ\text{C}$  lorsque la membrane composite devient épaisse ( $h_{PE} = 100 \text{ } \mu\text{m}$ ). La combinaison de l'effet des particules avec celui de l'épaisseur permet donc de réduire encore la température de la pièce nécessaire pour le confort thermique.



**Figure III.11** Evolution de la température ambiante de la pièce,  $T_a$ , nécessaire pour que la peau atteigne  $T_s = 34$  °C, en fonction de l'épaisseur de la membrane  $h_{PE}$  sans particules (courbe discontinue) et contenant 5% de particules (courbe continue).

La flexibilité de la membrane, son opacité dans le visible et sa respirabilité sont des points essentiels pour l'application textile. Bien qu'une membrane PE composite épaisse ( $f_{SiO_2} = 5$  % et  $h_{PE} = 100$   $\mu\text{m}$ ) permette de réduire la température de la pièce de 1,4 °C par rapport à une membrane sans particules mince ( $f_{SiO_2} = 0$  % et  $h_{PE} = 20$   $\mu\text{m}$ ), elle devient rigide du fait de son épaisseur. De plus, elle présente l'inconvénient d'être transparente dans le visible due à l'indice de réfraction du PE et du  $SiO_2$  ( $n_{PE} = n_{SiO_2} = 1,5$ ) et non respirante. Dans la section suivante, nous proposons une solution à ces inconvénients majeurs en présentant une membrane qui conserve l'efficacité thermique tout en gagnant en flexibilité, en opacité dans le visible et en respirabilité.

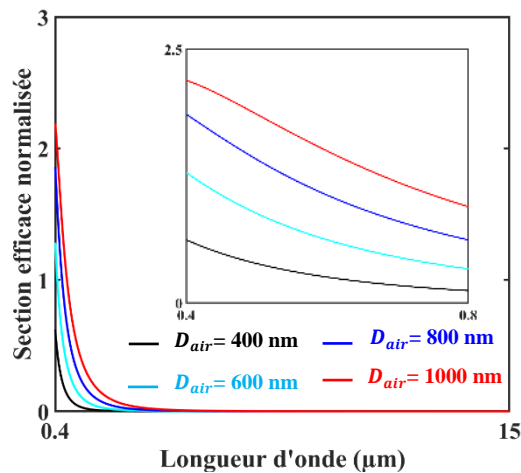
### I.5 Cas d'une membrane PE nanoporeuse, dopée, épaisse

Parmi les solutions proposées dans la littérature, l'intégration de nanopores dans la matrice ou dans les fibres du polymère représente un des meilleurs atouts pour assurer la respirabilité et l'opacité des films polymères [2, 3, 7]. Ces nanopores permettent également de diminuer la rigidité du polymère. Compte tenu de ces avantages, nous proposons d'étudier ici une membrane de PE nanoporeuse, constituée de nanopores distribués aléatoirement dans l'épaisseur du film, dont la taille varie entre 400 nm et 1000 nm. La membrane étudiée est d'épaisseur  $h_{PE} = 100$   $\mu\text{m}$  et contient ( $f_{SiO_2} = 5$  %) de particules de  $SiO_2$ .

## I.5.1 Propriétés optiques

### I.5.1.1 Section efficace de diffusion d'un nanopore d'air dans le milieu PE

En utilisant la théorie de Mie, nous calculons la section efficace de diffusion d'un nanopore dans un milieu PE. L'indice de réfraction du nanopore est celui de l'air  $n_{air} = 1$ . La **figure III.12** représente la section efficace de diffusion normalisée pour un nanopore de diamètre  $D_{air} = 400$  nm (courbe noir),  $D_{air} = 600$  nm (courbe bleu clair),  $D_{air} = 800$  nm (courbe bleu foncé) et  $D_{air} = 1000$  nm (courbe rouge) dans la gamme 0,4 - 15  $\mu\text{m}$ . Le nanopore de l'air ne diffuse que les longueurs d'onde situées dans la gamme visible 0,4 - 0,8  $\mu\text{m}$ . Cette diffusion augmente avec le diamètre du nanopore. Si les nanopores ont une taille inhomogène mais dans l'intervalle 400 – 1000 nm, la membrane nanoporeuse diffuse la presque totalité de la lumière visible. Par conséquent, la membrane nanoporeuse sera opaque dans le visible contrairement à la membrane sans nanopores.



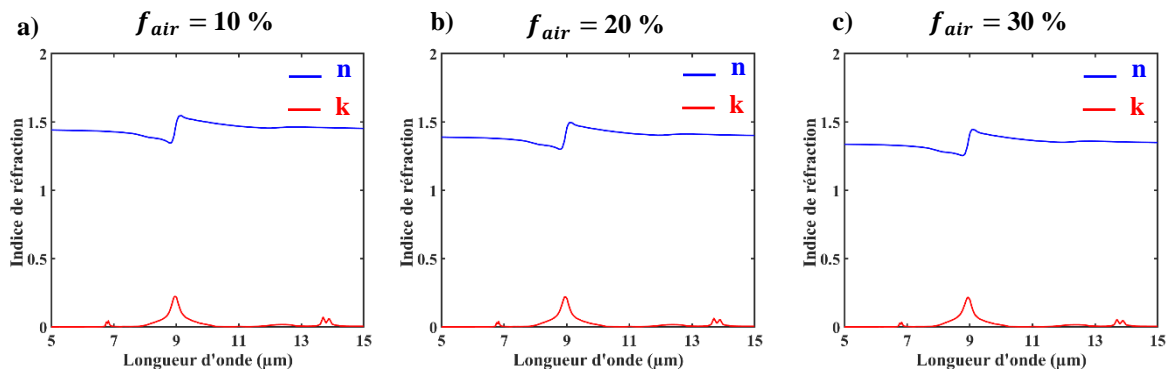
**Figure III.12** Section efficace de diffusion normalisée dans la gamme 0,4 - 15  $\mu\text{m}$  pour un nanopore dans un milieu PE de diamètre  $D_{air} = 400$  nm (courbe noir),  $D_{air} = 600$  nm (courbe bleu),  $D_{air} = 800$  nm (courbe bleu) et  $D_{air} = 1000$  nm (courbe rouge).

### I.5.1.2 Indice de réfraction effectif dans la gamme 5-15 $\mu\text{m}$

La taille des nanopores étant supposée inférieure à la longueur d'onde, l'utilisation de la théorie des milieux effectifs est justifiée pour calculer l'indice de réfraction de la membrane composite nanoporeuse. Pour calculer l'indice de réfraction effectif de la membrane composite nanoporeuse, c'est-à-dire contenant à la fois les particules de  $\text{SiO}_2$  et les nanopores, nous utilisons le modèle du Bruggmann (BG), détaillé dans le **chapitre II**. La **figure III.13** montre l'effet du pourcentage des nanopores  $f_{air}$  sur l'indice de réfraction de la membrane composite



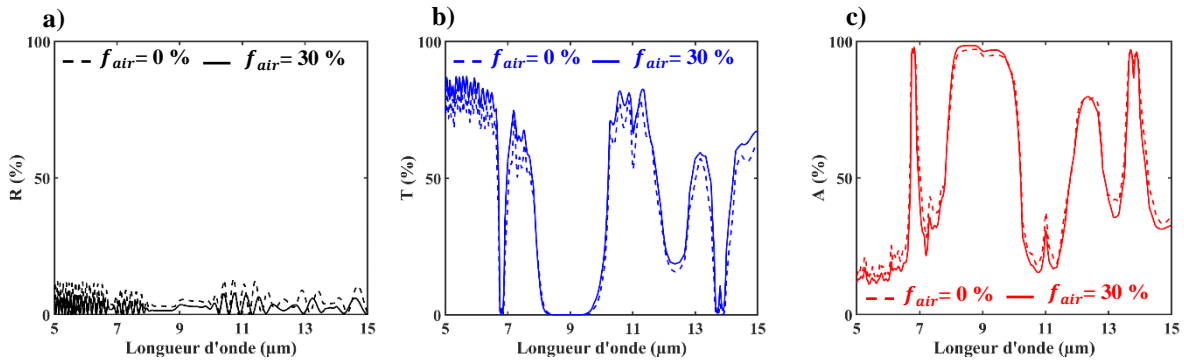
à 5% de  $\text{SiO}_2$ . Nous présentons l'indice de réfraction effectif pour  $f_{air} = 10\%$  (**figure III.13a**),  $f_{air} = 20\%$  (**figure III.13b**) et  $f_{air} = 30\%$  (**figure III.13c**). Nous pouvons voir que l'allure des parties réelle et imaginaire de l'indice de réfraction est la même, quel que soit le pourcentage des nanopores. L'amplitude de la partie imaginaire n'est pas affectée par la présence des nanopores car l'air est considéré non absorbant (indice de réfraction réel). Enfin, comme l'indice de l'air  $n_{air} = 1$  est inférieur l'indice effectif de la membrane composite (à  $n_{PE-SiO_2} = 1,5$ ), la valeur moyenne de la partie réelle diminue lorsque  $f_{air}$  augmente.



**Figure III.13** Indice de réfraction effectif de la membrane composite ( $f_{SiO_2} = 5\%$ ) et nanoporeuse ( $f_{air}$  variable) dans la gamme 5 - 15  $\mu\text{m}$ . Partie réelle (courbe bleue) et partie imaginaire (courbe rouge) de l'indice de réfraction effectif pour une membrane PE composite contenant (a)  $f_{air} = 10\%$ , (b)  $f_{air} = 20\%$  et (c)  $f_{air} = 30\%$  de nanopores d'air en volume. L'indice de réfraction effectif est calculé par le modèle de Bruggmann (BG), défini par l'équation II.16.

### I.5.1.3 Coefficients optiques dans la gamme 5-15 $\mu\text{m}$

La **figure III.14** représente les coefficients  $R$  (**figure III.14a**),  $T$  (**figure III.14b**) et  $A$  (**figure III.14c**) pour une membrane sans nanopores (courbe discontinue) et une membrane nanoporeuse à 30 % (courbe continue) dans le cas d'incidence normale. L'amplitude du coefficient  $R$  diminue légèrement sur toute la gamme 5-15  $\mu\text{m}$ . Cette diminution est liée à l'effet des nanopores sur la partie réelle de l'indice de réfraction. On observe une légère augmentation du coefficient de  $T$ , rendant la membrane plus transparente dans le MIR. Le coefficient  $A$  n'est pratiquement pas affecté par la présence des nanopores. En conclusion, la membrane PE composite ( $f_{SiO_2} = 5\%$ ) et nanoporeuse présente pratiquement les mêmes propriétés optiques que la membrane composite sans nanopores étudiée dans la **section I.4**. Par conséquent, elle présente, de fait, les mêmes propriétés thermiques démontrées dans la **section I.4.3** tout en offrant flexibilité, respirabilité et opacité dans le visible.



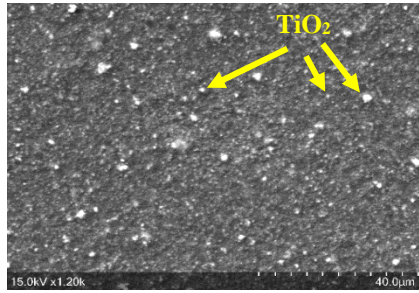
**Figure III.14** Spectre de réflexion (a), transmission (b) et absorption (c) pour une membrane d'épaisseur  $h_{PE} = 100 \mu\text{m}$  dans la gamme 5-15  $\mu\text{m}$ . Les courbes discontinues correspondent à une membrane PE composite sans nanopores et les continues correspondent à une membrane composite nanoporeuse contenant  $f_{air} = 30\%$  des nanopores d'air.

Nous avons démontré dans la **section I** que l'effet des particules de  $\text{SiO}_2$  intégrées dans une membrane de PE était sélectif autour de deux longueurs d'onde. Les particules de  $\text{SiO}_2$  ont eu pour effet d'augmenter l'absorption autour de 9  $\mu\text{m}$  et de 12  $\mu\text{m}$  au détriment de la transmission. Dans la section suivante, nous allons démontrer théoriquement et expérimentalement l'effet de particules de  $\text{TiO}_2$  intégrées dans la membrane de PE. Pour faire le lien avec les résultats expérimentaux, nous proposons de nous limiter dans cette section au cas d'une membrane PE mince ( $h_{PE} = 20 \mu\text{m}$ ).

## II. Membrane de polyéthylène mince dopée $\text{TiO}_2$

### II.1 Caractérisation morphologique de la membrane composite

La membrane de PE composite contenant 5 % de  $\text{TiO}_2$  en volume, fournie par le laboratoire UMET de l'Université de Lille, a été d'abord caractérisée par microscopie à balayage électronique (MEB). La **figure III.15a** montre l'image MEB réalisée sur la surface supérieure de la membrane avec une amplification élevée. Sur ce cliché, chaque point blanc correspond à un agrégat ou un amas de particules de  $\text{TiO}_2$ . Nous pouvons voir que la distribution des particules  $\text{TiO}_2$  est aléatoire et répartie uniformément à la surface de la membrane de PE. La taille des agrégats n'est pas homogène. En ce qui concerne la forme des agrégats  $\text{TiO}_2$ , nous pouvons voir que la majorité montre une forme irrégulière.



**Figure III.15** Image MEB montrant la morphologie des particules de  $\text{TiO}_2$  et leur distribution dans la membrane de PE.

## II.2 Propriétés optiques dans la gamme visible et le moyen infrarouge

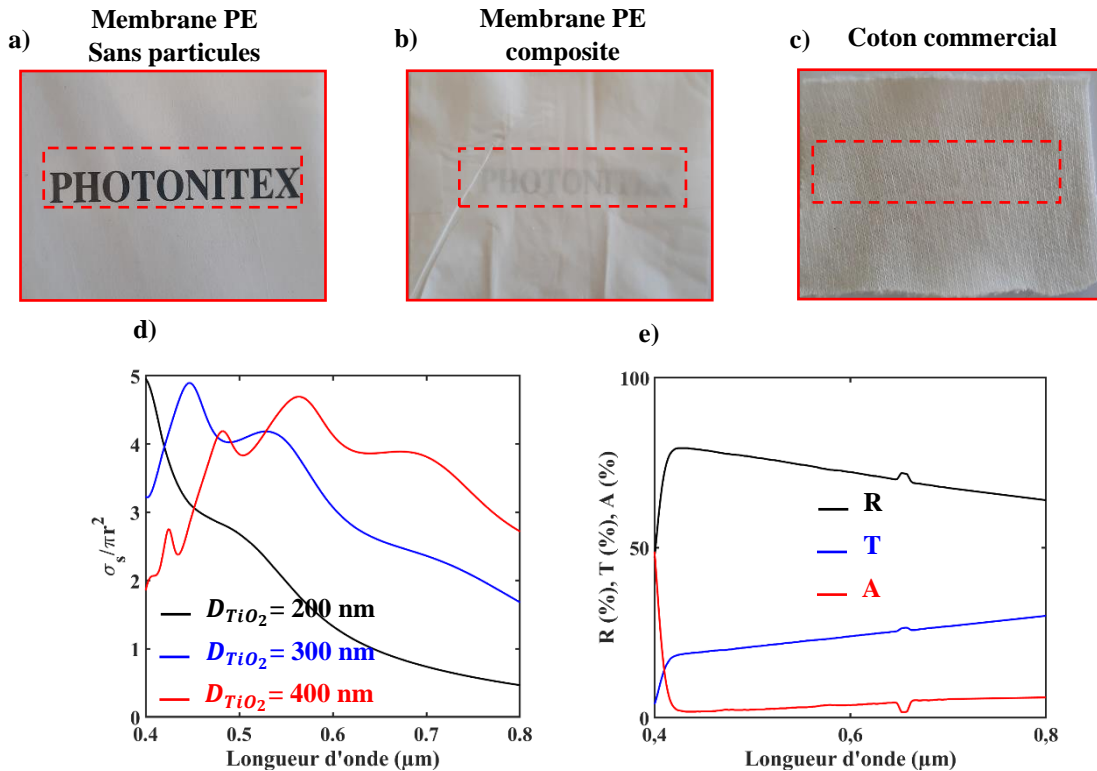
### II.2.1 Opacité dans le visible 400-800 nm

La membrane de PE d'épaisseur  $20 \mu\text{m}$  est transparente dans la gamme visible comme le montre la **figure III.16a**. En revanche, la membrane de PE contenant 5 % de particules  $\text{TiO}_2$  est opaque (**figure III.16b**). Ainsi, nous pouvons voir que la présence des particules  $\text{TiO}_2$  dans la membrane PE donne une couleur blanche identique à celle du coton commercial (**figure III.16c**).

L'origine de ce comportement dans le domaine visible est justifiée en calculant la section efficace normalisée à l'aide de la théorie de Mie pour une particule  $\text{TiO}_2$  de diamètre  $D_{\text{TiO}_2}$  dans du PE. Les résultats sont présentés sur la **figure III.16d** pour  $D_{\text{TiO}_2} = 200 \text{ nm}$  (courbe noire),  $D_{\text{TiO}_2} = 300 \text{ nm}$  (courbe bleue) et  $D_{\text{TiO}_2} = 400 \text{ nm}$  (courbe rouge). Nous pouvons voir que la particule de  $\text{TiO}_2$  présente une diffusion élevée dans la gamme 400 nm et 800 nm. Les pics de diffusion se décalent vers les grandes longueurs d'onde lorsque le diamètre de la particule augmente. Compte tenu de la distribution de taille des nanoparticules, la diffusion de la lumière s'étend entre 400 et 800 nm et recouvre donc le domaine visible. Cette diffusion coopérative de l'ensemble des particules de différentes tailles améliore l'opacité de la membrane PE dans le visible.

En utilisant un spectromètre UV-vis (voir **chapitre II**), nous avons mesuré la réflexion  $R$  et la transmission  $T$  de la membrane composite dans la gamme 400 - 800 nm. L'absorption est déduite par  $A = I - R - T$ . La **figure III.16e** illustre le coefficient de réflexion (courbe noire), transmission (courbe bleue) et absorption (courbe rouge). La membrane PE avec les particules  $\text{TiO}_2$  montre une réflexion autour de 60 %, une transmission autour de 30 % et une absorption faible autour de 10 %. La réflexion élevée de la membrane composite explique son opacité dans

la gamme visible et sa couleur blanche. Ces mesures expérimentales confirment que la présence des particules  $\text{TiO}_2$  de différentes tailles augmente la réflexion par la diffusion des longueurs d'onde visibles, conduisant à une opacité de la membrane.



**Figure III.16** Propriétés optiques dans la gamme visible. Image de la membrane de PE (a) sans particules, (b) avec 5% des particules  $\text{TiO}_2$  et (c) d'un coton commercial. (d) Section efficace normalisée de diffusion d'une particule de  $\text{TiO}_2$  dans du PE pour un diamètre  $D_{\text{TiO}_2} = 200 \text{ nm}$  (courbe noire),  $D_{\text{TiO}_2} = 300 \text{ nm}$  (courbe bleue) et  $D_{\text{TiO}_2} = 400 \text{ nm}$  (courbe rouge) dans la gamme visible 400 - 800 nm. (e) Coefficient  $R$  (courbe noire),  $T$  (courbe bleue) et  $A$  (courbe rouge) de la membrane PE avec 5% de particules  $\text{TiO}_2$  mesurés à l'aide du spectromètre UV-vis dans la gamme 400-800 nm.

## II.2.2 Section efficace de diffusion et d'absorption d'une particule de $\text{TiO}_2$ dans la gamme moyen infrarouge 5-15 $\mu\text{m}$

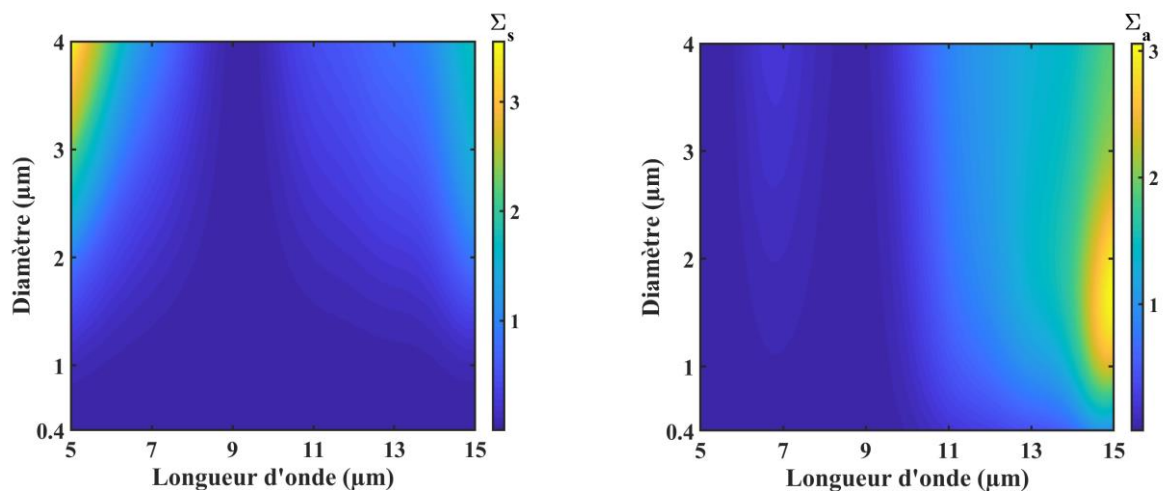
Dans cette partie, nous démontrons l'effet du diamètre de la particule  $\text{TiO}_2$  sur la diffusion et l'absorption de l'onde électromagnétique dans la gamme 5 - 15  $\mu\text{m}$ . En utilisant la théorie de Mie nous avons calculé la section efficace normalisée de diffusion ( $\Sigma_s$ ) et d'absorption ( $\Sigma_a$ ) en fonction du diamètre de la particule.

Nous pouvons voir sur la **figure III.17a** que la particule de  $\text{TiO}_2$  diffuse les longueurs d'onde dans la gamme 5 – 8  $\mu\text{m}$  et 10 – 15  $\mu\text{m}$  ; elle présente une diffusion nulle autour de 9  $\mu\text{m}$ . Pour les particules de diamètre inférieur à 1  $\mu\text{m}$ , la diffusion est faible. Lorsque la particule possède

un diamètre supérieur à 1  $\mu\text{m}$ , la diffusion augmente progressivement jusqu'à atteindre sa valeur maximale pour un diamètre de 4  $\mu\text{m}$ .

La **figure III.17b** représente la section efficace de l'absorption en fonction du diamètre de la particule dans la gamme 5 – 15  $\mu\text{m}$ . La particule de  $\text{TiO}_2$  absorbe les grandes longueurs d'onde (9 – 15  $\mu\text{m}$ ). Nous pouvons voir que l'absorption est maximale pour des diamètres entre 1  $\mu\text{m}$  et 2,5  $\mu\text{m}$ .

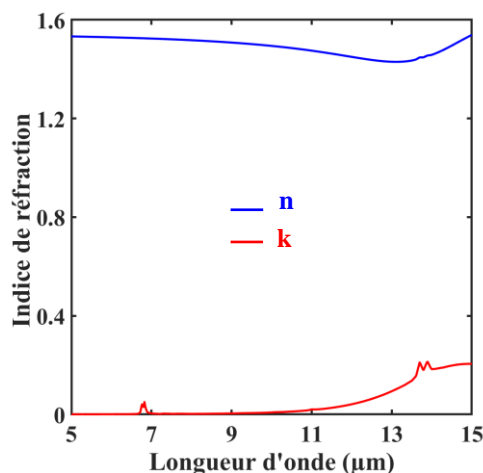
A partir de la **figure III.17** seules les particules de tailles 0,4 – 3  $\mu\text{m}$  influencent fortement l'absorption de la membrane PE, sans diffuser l'onde électromagnétique. Au-delà de 3  $\mu\text{m}$ , la particule diffuse plus et absorbe moins.



**Figure III.17** Section efficace normalisée de diffusion (a) et d'absorption (b) d'une particule de  $\text{TiO}_2$  dans un milieu PE calculée par la théorie de Mie en fonction du diamètre de la particule, dans la gamme 5-15  $\mu\text{m}$ .

### II.2.3 Indice de réfraction effectif dans la gamme 5-15 $\mu\text{m}$

Si nous supposons que la taille des particules de  $\text{TiO}_2$  est bien inférieure à la longueur d'onde dans la gamme 5 – 15  $\mu\text{m}$ , la membrane composite peut être considérée comme un milieu homogène caractérisé par ses propriétés optiques effectives. L'indice de réfraction effectif de la membrane PE contenant 5 % des particules  $\text{TiO}_2$  en volume est calculé par la théorie des milieux effectifs. La **figure III.18** représente l'indice de réfraction calculé par le modèle de MG. La partie imaginaire de  $\text{TiO}_2$  étant supérieure à celle de PE dans la gamme 9 – 15  $\mu\text{m}$ , la partie imaginaire de l'indice de réfraction effectif augmente sur cette gamme de longueurs d'onde.

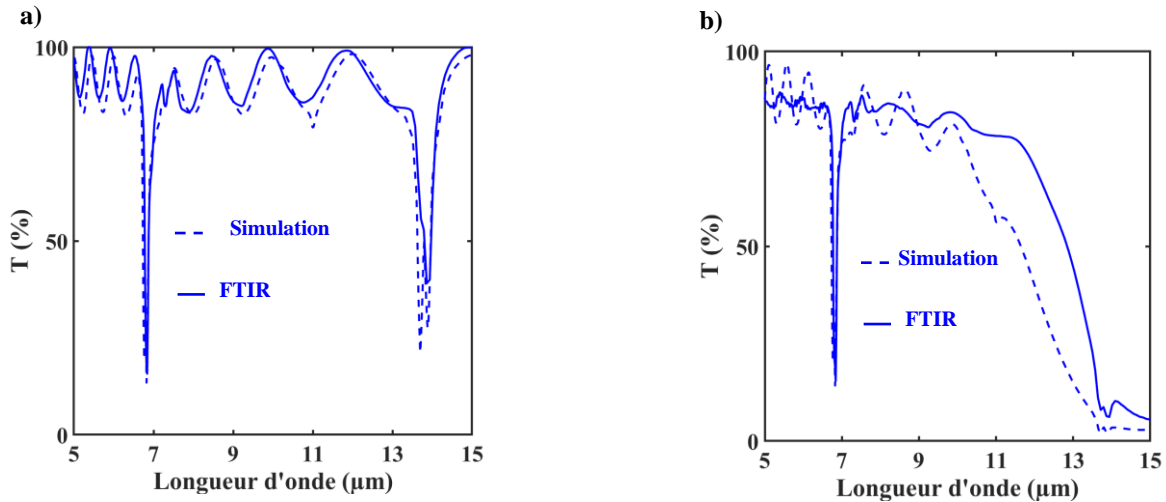


**Figure III.18** Indice de réfraction effectif de la membrane composite dans la gamme 5-15  $\mu\text{m}$ . Partie réelle (courbe bleue) et partie imaginaire (courbe rouge) de l'indice de réfraction effectif pour une membrane PE composite contenant 5 % de particules de  $\text{TiO}_2$  en volume.

## II.2.4 Comparaison des mesures FTIR et simulation numérique

### II.2.4.1 Cas du milieu effectif

Dans cette partie, nous discutons les spectres de transmission mesurés et simulés dans le cas d'une incidence normale pour une membrane PE sans particules et une membrane PE contenant 5 % de particules  $\text{TiO}_2$  en volume. Les deux films possèdent la même épaisseur, de l'ordre de 20  $\mu\text{m}$ . La **figure III.19** représente la comparaison entre la transmission mesurée par FTIR (courbe continue) et celle simulée par FEM (courbe discontinue). Pour la membrane PE sans particules (**figure III.19a**), les deux courbes sont en bon accord en fréquence et amplitude. La membrane PE montre une transmission élevée sur toute la gamme 5 – 15  $\mu\text{m}$  sauf autour de 7  $\mu\text{m}$  et 14  $\mu\text{m}$  où la transmission chute à cause aux propriétés d'absorption intrinsèques du PE. La **figure III.19b** représente le coefficient de transmission pour la membrane composite ( $f_{\text{TiO}_2} = 5\%$ ). Dans ce cas, la simulation du spectre de transmission a été effectuée par FEM en utilisant l'indice de réfraction effectif calculé précédemment par la méthode EMT (**figure III.18**). Le résultat théorique montre un bon accord avec les mesures FTIR à l'exception du seuil pour lequel la transmission tombe à zéro. Cette différence pourrait être due aux inhomogénéités de dispersion des particules de  $\text{TiO}_2$  au sein de la matrice polymère. L'effet des particules  $\text{TiO}_2$  sur le coefficient de transmission est ainsi démontré théoriquement et expérimentalement. Cet effet consiste à diminuer la transmission dans la gamme 9 - 15  $\mu\text{m}$  par l'absorption élevée du  $\text{TiO}_2$ .

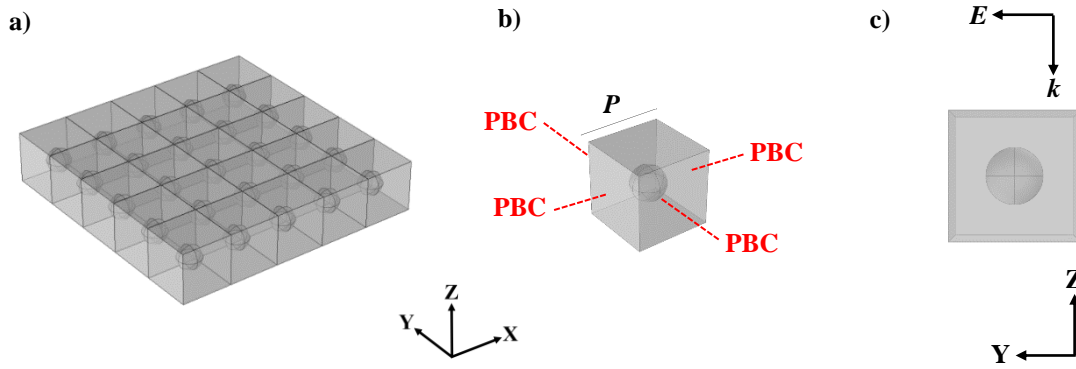


**Figure III.19** Transmission calculée (courbe discontinue) et mesurée (courbe continue) dans la gamme moyenne infrarouge 5-15  $\mu\text{m}$  pour une membrane PE (a) sans particules et (b) contenant 5 % de particules  $\text{TiO}_2$  en volume. L'épaisseur des deux membranes est de 20  $\mu\text{m}$ .

#### II.2.4.2 Prise en compte des particules de $\text{TiO}_2$

La théorie des milieux effectifs permet de considérer le milieu homogène. La simulation du spectre de transmission dans ce cas se fait sans tenir compte ni de la taille des particules, ni de leurs formes, ni de leurs distributions spatiales. Dans cette partie, le but est d'estimer l'effet réel des particules sur le spectre de transmission afin de mettre en évidence les limites d'utilisation de la méthode EMT. Pour cela, nous allons comparer les spectres de transmission et de réflexion obtenus par EMT avec ceux simulés par FEM lorsque les particules de  $\text{TiO}_2$  sont modélisées sous la forme de sphères de rayon  $r$ . Bien que la distribution des particules de  $\text{TiO}_2$  au sein de la membrane composite soit aléatoire, nous considérerons ici, par soucis de simplification des calculs numériques, que les particules de  $\text{TiO}_2$  forment un réseau carré de période  $P$  insérées dans une matrice PE.

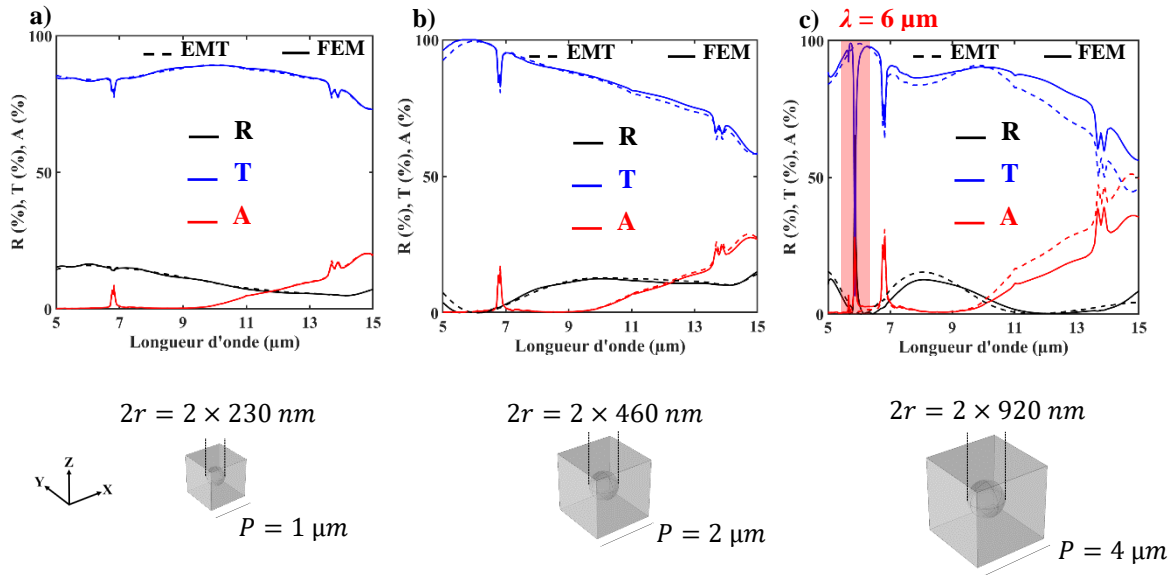
Dans un premier temps, le calcul par FEM porte sur une monocouche périodique de particules de  $\text{TiO}_2$  de période  $P$  variable et dont le rayon des particules est tel que  $f_{\text{TiO}_2} = 5\%$  en volume (**figure III.20a**). Nous appliquons les conditions aux limites périodiques (PBC) suivant X et Y afin de générer la membrane complète (**figure III.20b**). La cellule élémentaire est placée dans l'air et excitée sous une incidence normale par une onde plane se propageant selon l'axe Z (**figure III.20c**).



**Figure III.20** (a) Monocouche périodique de particules de  $\text{TiO}_2$  dans du PE. (b) Cellule élémentaire de côté  $P$  utilisée pour le calcul par FEM. Les conditions aux limites périodiques (PBC) sont appliquées suivant X et Y pour générer la membrane complète supposée infinie suivant ces deux axes. (c) Représentation de la cellule élémentaire dans le plan (YZ) montrant l'orientation du champ électrique ( $E$ ) et le vecteur de propagation ( $k$ ).

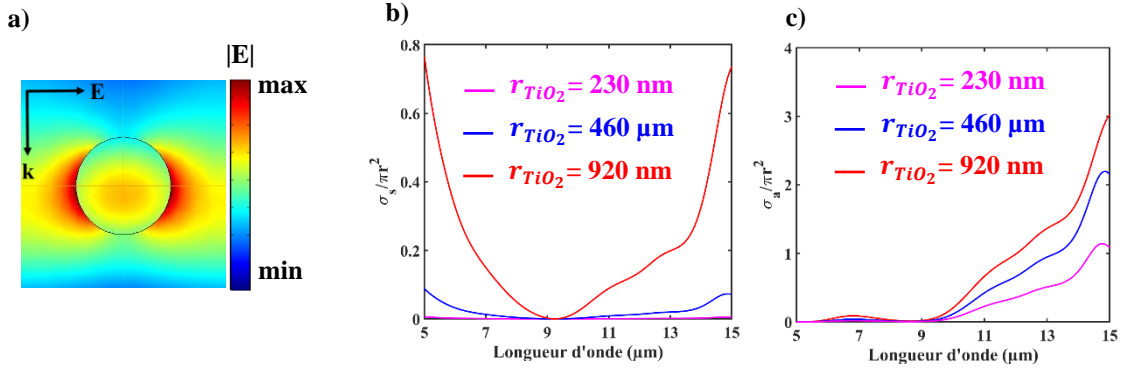
Le calcul numérique par FEM est réalisé pour  $P = 1 \mu\text{m}$  ( $r = 230 \text{ nm}$ ),  $P = 2 \mu\text{m}$  ( $r = 460 \text{ nm}$ ) et  $P = 4 \mu\text{m}$  ( $r = 920 \text{ nm}$ ). Ces valeurs sont choisies de manière à encadrer le diamètre de la particule de  $\text{TiO}_2$  entre des valeurs critiques d'utilisation des propriétés effectives. Dans le cas de la méthode EMT, les coefficients de transmission et de réflexion pour une membrane d'épaisseur  $P$  et d'indice de réfraction effectif sont estimés par MG pour  $f_{\text{TiO}_2} = 5 \%$  (**figure III.18**). La **figure 21** montre la comparaison des coefficients optiques  $R$ ,  $T$  et  $A$  calculés par EMT (courbes discontinues) et FEM (courbes continues) dans la gamme 5-15  $\mu\text{m}$ . Les deux méthodes montrent un bon accord pour les cas ( $P = 1 \mu\text{m}$ ,  $r = 230 \text{ nm}$ ) et ( $P = 2 \mu\text{m}$ ,  $r = 460 \text{ nm}$ ). Nous pouvons dire que dans ces deux cas, les membranes composites peuvent être considérées comme des milieux homogènes effectifs et la présence des particules n'engendrent pas de diffusion de l'onde électromagnétique. Pour le cas ( $P = 4 \mu\text{m}$ ,  $r = 920 \text{ nm}$ ), un pic de réflexion apparaît autour de 6  $\mu\text{m}$  dans le calcul par FEM.





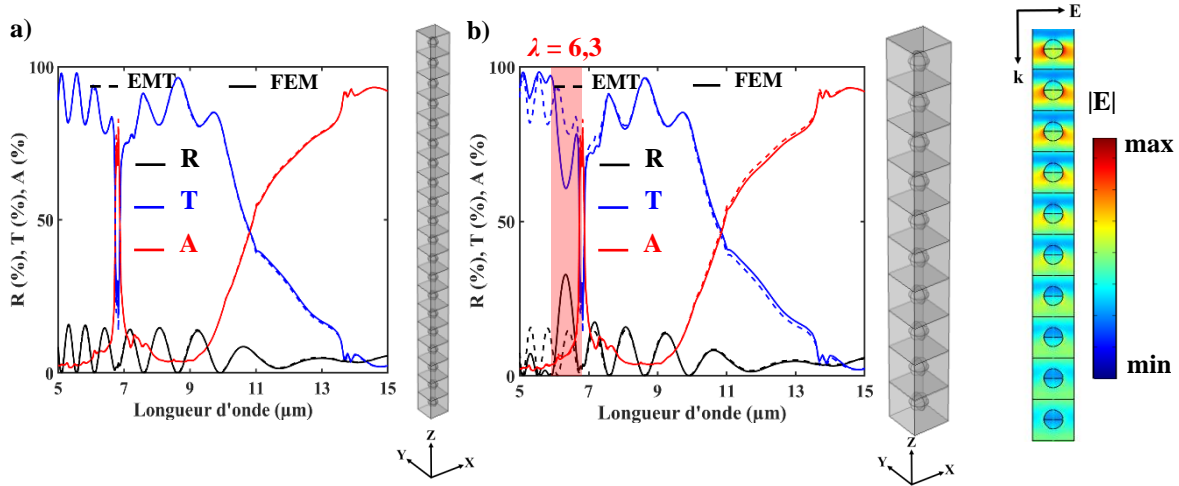
**Figure III.21** Comparaison entre les coefficients de réflexion (noir), transmission (bleue) et absorption (rouge) calculés par EMT (courbe discontinue) et FEM (courbe continue). Le calcul des trois coefficients par FEM est réalisé pour (a) ( $P = 1 \mu\text{m}$ ,  $r = 230 \text{ nm}$ ), (b) ( $P = 2 \mu\text{m}$ ,  $r = 460 \text{ nm}$ ) et (c) ( $P = 4 \mu\text{m}$ ,  $r = 920 \text{ nm}$ ).

Le module du champ électrique calculé à la longueur d'onde  $\lambda = 6 \mu\text{m}$  (**figure III.22a**) montre une diffusion importante de l'onde électromagnétique par la particule. Pour analyser l'origine de ce pic qui n'apparaît pas dans le cas de ( $P = 1 \mu\text{m}$ ,  $r = 230 \text{ nm}$ ) et ( $P = 2 \mu\text{m}$ ,  $r = 460 \text{ nm}$ ), nous présentons sur la **figure III.22b** la section efficace normalisée de diffusion pour  $r = 230 \text{ nm}$  (courbe noire),  $r = 460 \text{ nm}$  (courbe bleue) et  $r = 920 \text{ nm}$  (courbe rouge). Nous pouvons voir qu'autour de  $6 \mu\text{m}$ , la particule du rayon  $r = 920 \text{ nm}$  présente une diffusion très importante par rapport aux deux autres dimensions. Le pic de réflexion autour de  $6 \mu\text{m}$  (voir **figure III.23c**) ne peut être lié qu'à cette diffusion de l'onde électromagnétique par la particule de  $\text{TiO}_2$  du rayon  $r = 920 \text{ nm}$ . D'après la **figure III.22b**, la particule  $\text{TiO}_2$  du rayon  $920 \text{ nm}$  diffuse aussi les longueurs d'onde dans la gamme  $9\text{-}15 \mu\text{m}$ . Cependant, dans cette gamme, la particule présente une forte absorption comme le montre la **figure III.22c** (courbe rouge). La forte absorption au-delà de  $9 \mu\text{m}$  explique donc l'effet de diffusion visible uniquement autour de  $6 \mu\text{m}$ . La **figure III.22c** illustre l'augmentation de l'absorption dans la gamme  $9\text{-}15 \mu\text{m}$  en fonction du rayon de la particule (**figure III.21a, c**).



**Figure III.22** (a) Carte du champ du module du champ électrique montrant la diffusion élevée de la particule  $\text{TiO}_2$  autour de la longueur d'onde  $6 \mu\text{m}$  pour ( $P = 4 \mu\text{m}$ ,  $r = 920 \text{ nm}$ ). La carte de champ est simulée par FEM en utilisant le logiciel COMSOL. Section efficace normalisée de diffusion (a) et d'absorption (b) d'une particule  $\text{TiO}_2$  dans le milieu PE pour  $r = 230 \text{ nm}$  (courbe violette),  $r = 460 \text{ nm}$  (courbe bleue) et  $r = 920 \text{ nm}$  (courbe rouge). Les sections efficaces ont été calculées en utilisant le théorème de Mie.

Dans un second temps, nous avons simulé une membrane composite d'épaisseur  $20 \mu\text{m}$ . Pour cela, nous avons dupliqué la monocouche de cellules élémentaires suivant l'axe Z, 20 fois lorsque  $P = 1 \mu\text{m}$  ( $r = 230 \text{ nm}$ ) et 10 fois lorsque  $P = 2 \mu\text{m}$  ( $r = 460 \text{ nm}$ ). La **figure III.23** montre les résultats obtenus par les deux méthodes, EMT et FEM. Les courbes donnant les trois coefficients  $R$ ,  $T$  et  $A$  concordent pour la cellule  $P = 1 \mu\text{m}$  ( $r = 230 \text{ nm}$ ). Pour la cellule  $P = 2 \mu\text{m}$  ( $r = 460 \text{ nm}$ ), un écart entre les résultats des deux méthodes apparaît dans la gamme  $5-7 \mu\text{m}$  (**figure III.23b**). Contrairement au cas de la monocouche, la répétition de la cellule ( $P = 2 \mu\text{m}$ ,  $r = 460 \text{ nm}$ ) dix fois suivant Z fait apparaître un pic de réflexion autour de  $6 \mu\text{m}$  (**figure III.23b**). Même si une particule de  $\text{TiO}_2$  de rayon  $r = 460 \text{ nm}$  diffuse peu l'onde électromagnétique autour de  $6 \mu\text{m}$  (**figure III.22b**), l'arrangement de plusieurs particules dans un réseau carré amplifie cette diffusion. La carte de module de champ électrique présentée sur la **figure III.23** à droite montre que le pic est principalement dû à la contribution des quatre premières particules. L'effet du désordre de particules micrométriques de  $\text{TiO}_2$  mériterait d'être étudié pour approfondir la compréhension liée à l'origine du pic de réflexion. En effet, l'effet pourrait provenir de l'apparition d'une bande interdite liée aux propriétés de diffusion des particules de type Bragg. L'étude systématique des paramètres géométriques permettrait de déplacer la bande interdite dans le domaine autour de  $9 \mu\text{m}$  et d'obtenir une modulation substantielle de la transmission.



**Figure III.23** Coefficients de réflexion (noir), transmission (bleu) et absorption (rouge) calculés par EMT (courbe discontinue) et FEM (courbe continue) dans le cas de (a) 20 monocouche ( $P = 1 \mu\text{m}$ ,  $r = 230 \text{ nm}$ ) et (b) 10 monocouche ( $P = 2 \mu\text{m}$ ,  $r = 460 \text{ nm}$ ) suivant  $Z$ . L'image à droite représente la carte du module du champ électrique associée à la figure III.23b autour de la longueur d'onde  $6 \mu\text{m}$ .

## II.3 Analyse thermique

### II.3.1 Caractérisation de l'effet des particules de $\text{TiO}_2$ sur l'émissivité infrarouge de la membrane PE

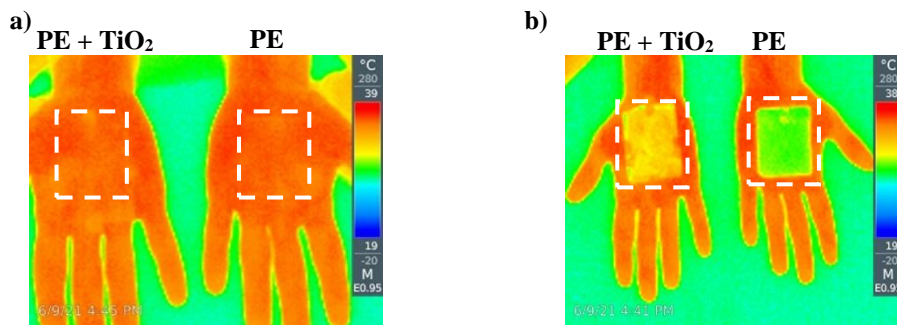
Compte tenu de ce qui est discuté au-dessus, l'effet de 5 % des particules  $\text{TiO}_2$  contribue à augmenter l'absorption de la membrane de PE dans la gamme  $9 - 15 \mu\text{m}$ . Selon la loi de Kirchhoff, nous avons l'équivalence entre l'absorption et l'émissivité. Dans cette partie, nous nous intéressons à la caractérisation expérimentale de l'émissivité d'une membrane de PE d'épaisseur ( $20 \mu\text{m}$ ) sans particules puis avec 5 % de particules de  $\text{TiO}_2$ . Pour réaliser cette expérience, nous avons utilisé une caméra thermique pour observer le comportement de chacune des membranes lorsqu'elles sont déposées sur la main.

La main, à une température d'environ  $34 \text{ }^\circ\text{C}$ , émet de la chaleur sous forme d'ondes électromagnétiques dans la gamme moyen-infrarouge ( $5\text{-}15 \mu\text{m}$ ). Selon la loi de Stefan-Boltzmann, le flux thermique radiatif s'écrit sous la forme suivante :

$$Q_{rad} = \varepsilon\sigma T^4 \quad \text{III.2}$$

Avec  $\varepsilon$  est l'émissivité de matériau,  $\sigma$  est la constante de Stefan-Boltzmann et  $T$  est sa température. Cette équation signifie qu'à la même température, les matériaux à haute émissivité rayonnent plus que les matériaux à faible émissivité.

La **figure III.24a** illustre les images thermiques pour la membrane PE avec 5% de particules (main à gauche) et, comme référence, sans particules (main à droite). Nous remarquons que les deux membranes sont invisibles et présentent une couleur identique proche du rouge de l'échelle thermique qui est également celle de la main. Ceci signifie une même émissivité, pour les deux membranes. Cependant, l'origine de l'émissivité est différente dans les deux cas. Lorsque la membrane est libre de charges, la caméra enregistre directement le flux émis par la main car la membrane est transparente. Lorsque la membrane est chargée de particules, elle absorbe le rayonnement émis par la main. La caméra enregistre alors le flux réémis par la membrane suite à cette absorption. Pour confirmer cette hypothèse, nous proposons d'éliminer la transmission afin de caractériser uniquement l'émissivité. Pour cela nous déposons les deux membranes sur un film d'aluminium qui réfléchit fortement les radiations infrarouges de la main. Nous pouvons voir sur l'image thermique (**figure III.24b**) que, cette fois, la membrane contenant 5% des particules apparaît avec une couleur chaude 'orange' alors que la membrane sans particule apparaît avec une couleur froide 'verte'. Ceci signifie que la présence des particules  $\text{TiO}_2$  dans la membrane PE a permis d'augmenter l'émissivité de la membrane.



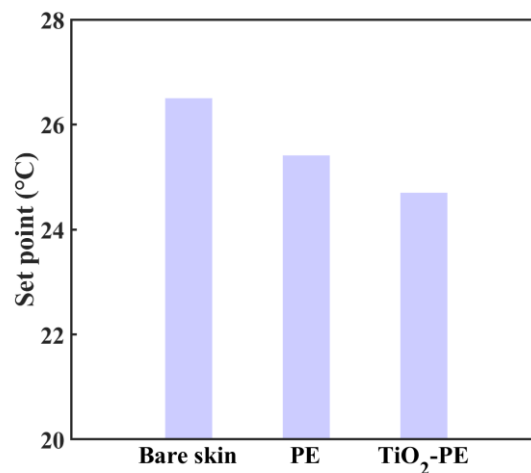
**Figure III.24** Images thermiques de la membrane PE avec 5 % de particules  $\text{TiO}_2$  (à gauche) et PE sans particules (à droite) prise comme référence lorsque (a) les deux membranes sont déposées directement sur la main et (b) sur un film d'aluminium. Toutes les images thermiques sont prises dans les mêmes conditions de température ambiante et d'humidité.

### II.3.2 Modèle thermique analytique

De même que dans le cas d'une membrane PE contenant des particules de  $\text{SiO}_2$ , nous avons calculé la température ambiante nécessaire pour maintenir le confort thermique ( $T_s = 34 \text{ }^\circ\text{C}$ ) lorsque le corps humain est recouvert d'une membrane PE contenant 5 % des particules de  $\text{TiO}_2$ . L'épaisseur du microclimat est de 2 mm. Le calcul a été réalisé en utilisant le modèle thermique analytique développé dans le **chapitre II**. La **figure III.25** montre la température de la pièce nécessaire pour maintenir le confort thermique dans le cas de la peau nue, la peau recouverte d'une membrane PE sans et avec 5 % de particules  $\text{TiO}_2$ . Par rapport à la peau nue,

la membrane PE avec les particules est capable de maintenir  $T_s = 34 \text{ }^\circ\text{C}$  pour une température ambiante de  $T_a = 25 \text{ }^\circ\text{C}$  au lieu de  $T_a = 26,5 \text{ }^\circ\text{C}$ . Les résultats démontrent aussi que l'insertion de 5 % de particules de  $\text{TiO}_2$  permet de diminuer la température ambiante de  $0,7 \text{ }^\circ\text{C}$ .

La membrane de PE avec 5 % de particules émet de façon symétrique à la fois vers l'environnement et vers la peau. La réduction de la température de la pièce est directement liée à l'émissivité élevée de la membrane avec 5 % de particule vers la peau.



**Figure III.25** Température ambiante nécessaire pour maintenir le confort thermique ( $T_s = 34 \text{ }^\circ\text{C}$ ) pour la peau nue, puis recouverte d'une membrane de PE sans et avec 5 % de particules de  $\text{TiO}_2$ . Les calculs ont été effectués en utilisant le modèle thermique détaillé dans le **chapitre II**.

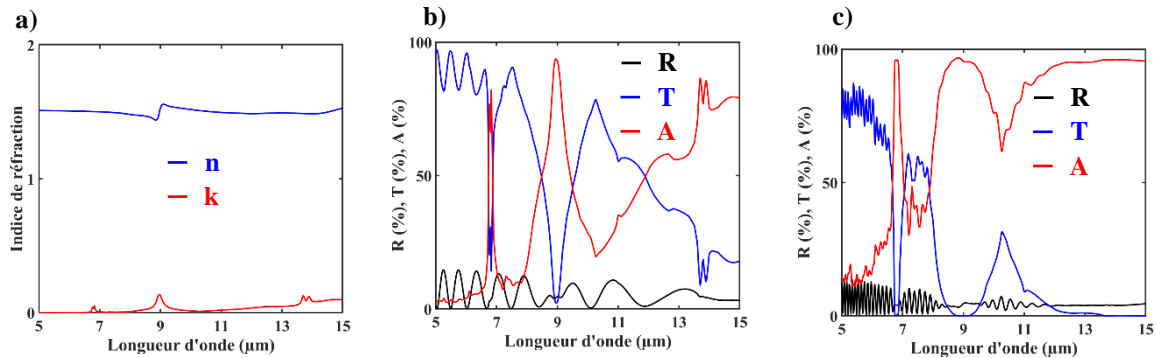
### III. Membrane composite mixte contenant des particules de $\text{SiO}_2$ et $\text{TiO}_2$

#### III.1 Propriétés optiques dans la gamme 5-15 $\mu\text{m}$

L'effet cumulé d'insertion de particules de  $\text{SiO}_2$  et de  $\text{TiO}_2$  permet d'augmenter la gamme d'absorption (d'émissivité). En effet, le  $\text{SiO}_2$  a un impact sélectif autour de  $9 \mu\text{m}$  et  $12 \mu\text{m}$  tandis que  $\text{TiO}_2$  affecte une large gamme entre  $9 \mu\text{m}$  et  $15 \mu\text{m}$ . Dans cette partie nous démontrons l'effet simultané des deux particules sur une membrane PE. Pour éviter des problèmes de tenue mécanique de la membrane chargée, nous nous sommes limités à un total de 5% de particules en volume.

La **figure III.26a** montre l'effet de  $f_{\text{SiO}_2} = 2,5 \%$  et  $f_{\text{TiO}_2} = 2,5 \%$  sur l'indice de réfraction du PE dans la gamme 5 – 15  $\mu\text{m}$ . La partie imaginaire de l'indice effectif présente dorénavant les deux variations d'indice des particules de  $\text{SiO}_2$  et  $\text{TiO}_2$ . Nous représentons l'effet des deux types de particules sur les coefficients optiques dans le cas d'une incidence normale pour une

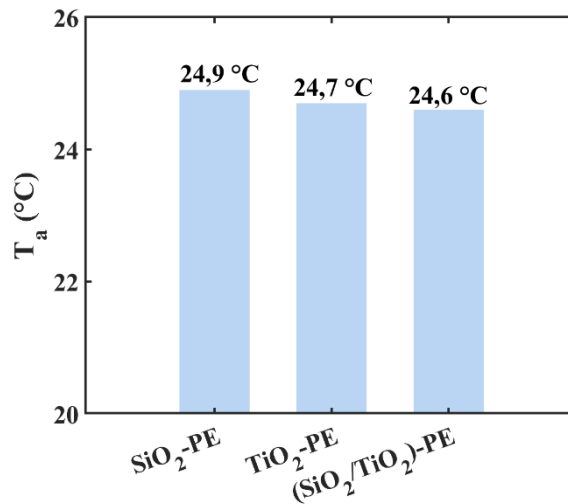
membrane PE mince (**figure III.26b**) et épaisse (**figure III.26c**). L'augmentation de l'absorption est visible par les contributions respectives des 2,5 % de SiO<sub>2</sub> et de TiO<sub>2</sub>. Pour la membrane mince ( $h_{PE} = 20 \mu\text{m}$ ), nous pouvons voir l'effet de SiO<sub>2</sub> autour de 9  $\mu\text{m}$  et 12  $\mu\text{m}$  et l'effet de TiO<sub>2</sub> entre 9  $\mu\text{m}$  et 15  $\mu\text{m}$ . Dans le cas de la membrane épaisse ( $h_{PE} = 100 \mu\text{m}$ ), les effets des deux particules sont encore amplifiés par l'augmentation de l'épaisseur. L'effet du SiO<sub>2</sub> autour de 12  $\mu\text{m}$  se superpose à celui de TiO<sub>2</sub>.



**Figure III.26** Propriétés optiques de la membrane contenant 2,5 % de SiO<sub>2</sub> et 2,5 % de TiO<sub>2</sub> dans la gamme 5-15  $\mu\text{m}$ . (a) Partie réelle (courbe bleue) et imaginaire (rouge) de l'indice de réfraction effectif calculé par le modèle BG. Coefficients de réflexion (courbe noire), transmission (courbe bleue) et absorption (courbe rouge) pour une membrane composite de PE (a) mince (a) et (b) épaisse.

### III.2 Analyse thermique

En utilisant le modèle thermique analytique, nous avons calculé la température ambiante nécessaire pour maintenir  $T_s = 34 \text{ }^\circ\text{C}$  pour la membrane contenant les deux types de particules. Nous comparons les résultats obtenus avec les résultats discutés dans les cas d'un seul type de particule. La **figure III.27** représente la température ambiante  $T_a$  nécessaire pour maintenir le confort thermique lorsque le corps humain est recouvert d'une membrane composite mince dans les trois cas suivants : membrane contenant 5 % de SiO<sub>2</sub>, 5 % de TiO<sub>2</sub> et simultanément 2,5 % de SiO<sub>2</sub> plus 2,5 % de TiO<sub>2</sub>. Nous pouvons voir que les trois températures sont pratiquement identiques, avec un léger avantage lorsque les particules sont mixtes. Par conséquent, l'effet intégré de l'insertion de 5% de SiO<sub>2</sub>, 5% de TiO<sub>2</sub> et 2,5% de SiO<sub>2</sub> et 2,5% de TiO<sub>2</sub> affecte peu le bilan thermique.



**Figure III.27** Température ambiante nécessaire pour maintenir le confort thermique ( $T_s = 34$  °C) pour la peau recouverte de la membrane PE avec 5 % de SiO<sub>2</sub>, 5 % de TiO<sub>2</sub> et l'association de 2,5 % de SiO<sub>2</sub> avec 2,5 % de TiO<sub>2</sub>. Les calculs ont été fait en utilisant le modèle thermique détaillé dans le **chapitre II**.

## Conclusion

Dans ce chapitre nous avons étudié l'impact, sur la réponse optique d'une membrane de PE dans la gamme moyen-infrarouge 5-15  $\mu\text{m}$ , de particules diélectriques de SiO<sub>2</sub> et de TiO<sub>2</sub> de taille inférieure à la longueur d'onde dans la gamme 5-15  $\mu\text{m}$ . Nous avons démontré théoriquement et expérimentalement que l'effet de ces particules consiste à améliorer l'émissivité de chaleur radiative depuis la membrane vers la peau, conduisant à compenser une partie des pertes de chaleur du corps humain. En utilisant un modèle thermique analytique, nous avons démontré que cette amélioration de l'émissivité de la membrane PE conduisait à une réduction de la température ambiante nécessaire pour maintenir le confort thermique. En nous basant sur les démonstrations théoriques et expérimentales reportées dans ce chapitre, nous allons proposer dans le chapitre suivant un tissu capable de maintenir le confort thermique sur une large gamme de température ambiante.

## Références

- [1] J. K. Tong, X. Huang, S. V. Boriskina, J. Loomis, Y. Xu, and G. Chen, *Infrared-Transparent Visible-Opaque Fabrics for Wearable Personal Thermal Management*, ACS Photonics 2, 769 (2015).
- [2] Y. Peng, J. Chen, A. Y. Song, P. B. Catrysse, P.-C. Hsu, L. Cai, B. Liu, Y. Zhu, G. Zhou, D. S. Wu, H. R. Lee, S. Fan, and Y. Cui, *Nanoporous Polyethylene Microfibres for Large-Scale Radiative Cooling Fabric*, Nat Sustain 1, 105 (2018).
- [3] P.-C. Hsu, A. Y. Song, P. B. Catrysse, C. Liu, Y. Peng, J. Xie, S. Fan, and Y. Cui, *Radiative Human Body Cooling by Nanoporous Polyethylene Textile*, Science 353, 1019 (2016).
- [4] Bohren, C.F.; Huffman, D.R. Absorption and Scattering of Light by Small Particles; Wiley: New York, NY, USA, 1983.
- [5] Katsidis, C.C.; Siapkas, D.I. General transfer-matrix method for optical multilayer systems with coherent, partially coherent, and incoherent interference. *Appl. Opt.* 2002, 41, 3978–3987.
- [6] D. Zhou, Y. Pennec, B. Djafari-Rouhani, O. Cristini-Robbe, T. Xu, Y. Lambert, Y. Deblock, M. Faucher, and D. Stiévenard, *Optimization of the Optical Properties of Nanostructured Silicon Surfaces for Solar Cell Applications*, Journal of Applied Physics 115, 134304 (2014).
- [7] L. Cai, A. Y. Song, W. Li, P. Hsu, D. Lin, P. B. Catrysse, Y. Liu, Y. Peng, J. Chen, H. Wang, J. Xu, A. Yang, S. Fan, and Y. Cui, *Spectrally Selective Nanocomposite Textile for Outdoor Personal Cooling*, Adv. Mater. 30, 1802152 (2018).



**Chapitre IV :**  
**Tissus asymétriques pour le réchauffement radiatif**  
**haute performance**

# Chapitre IV : Tissus asymétriques pour le réchauffement radiatif haute performance

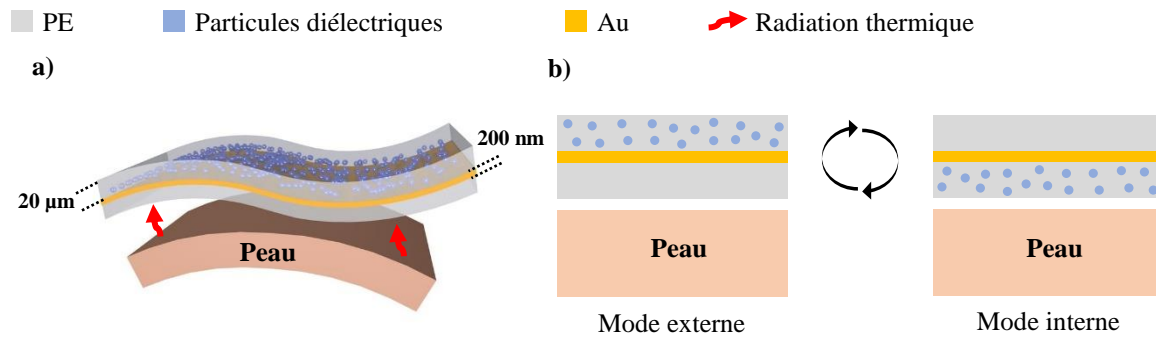
## Introduction

Dans le chapitre précédent, nous avons démontré théoriquement et expérimentalement qu'un faible pourcentage de particules diélectriques ( $\text{SiO}_2$  et  $\text{TiO}_2$ ) dans une membrane de polyéthylène (PE) était capable de moduler l'absorption (l'émissivité) dans la gamme 5-15  $\mu\text{m}$ . Cette modulation a permis d'améliorer le flux thermique radiatif de la membrane dopée PE vers la peau et vers l'environnement de manière indifférenciée. Dans ce chapitre, nous allons démontrer que l'émissivité de la face externe du textile joue un rôle majeur dans la thermorégulation du corps humain. Pour cela, nous proposons d'étudier différents tissus présentant une structure multicouche asymétrique. Nous allons montrer que ces tissus sont capables de maintenir un confort thermique sur une large gamme de température ambiante dans des environnements froids (autour de 10 °C) et froids modérés (autour de 16 °C).

Dans la **section I**, nous étudierons théoriquement une structure multicouche asymétrique à base de particules submicroniques de  $\text{SiO}_2$ . La structure asymétrique est constituée d'une fine couche d'or (200 nm) prise en sandwich entre deux membranes de PE de même épaisseur (20  $\mu\text{m}$ ). L'asymétrie est produite par l'insertion de particules diélectriques dans l'une des deux membranes PE (voir **figure IV.1a**). Cette structure multicouche permet de combiner l'effet d'absorption des particules diélectriques aux propriétés parfaitement réfléchissantes du métal. Nous distinguerons alors deux modes de fonctionnement. Le premier, appelé *mode externe*, est obtenu lorsque la membrane PE dopée est orientée vers l'environnement ; le second, appelé *mode interne* est obtenu en retournant la structure (voir **figure IV.1b**). L'utilisation de ces deux modes permettra de moduler l'émissivité des radiations thermiques vers l'environnement.

Dans la **section II**, nous étudierons théoriquement et expérimentalement un tissu asymétrique à base de particules submicroniques de  $\text{TiO}_2$ . Nous verrons que, par inversion, ce tissu permet non seulement de contrôler l'émissivité, comme dans le cas précédent, mais également de modifier sa couleur apparente dans le visible.

La **section III** portera sur l'étude d'une structure asymétrique par modification d'épaisseur, sans ajout de particules diélectriques. Dans ce cas, l'effet des particules diélectriques est remplacé par une modification de l'épaisseur d'une des deux membranes de PE. L'étude confrontera également les aspects expérimentaux et théoriques.



**Figure IV.1** Représentation schématique de la structure asymétrique. (a) Représentation 3D de la structure multicouche avec des particules diélectriques distribuées aléatoirement dans la membrane supérieure de PE. (b) Représentation 2D des deux modes de fonctionnement de la structure. Le *mode externe* est obtenu lorsque la membrane de PE avec particules est orientée vers l'environnement, le *mode interne* lorsque la structure est retournée.

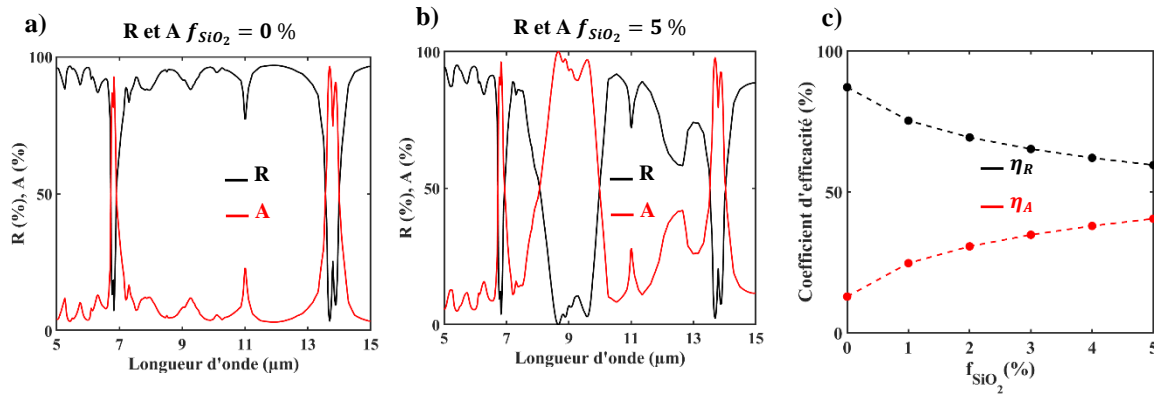
## I. Structure asymétrique mince à base de particules de SiO<sub>2</sub>

### I.1 Propriétés optiques dans la gamme moyenne infrarouge 5-15 μm

L'indice effectif de réfraction de la membrane de PE contenant des particules de SiO<sub>2</sub> est calculé par le modèle de Maxwell Garnett (MG). Dans cette partie nous discutons l'effet des particules de SiO<sub>2</sub> submicroniques sur la réponse optique. Du point de vue optique, la couche métallique joue le rôle d'un réflecteur parfait dans la gamme 5-15 μm. Aussi, au lieu de simuler la structure entière (PE-Au-PE ou PE/SiO<sub>2</sub>-Au-PE), les calculs seront réalisés en considérant une partie seulement de la structure, c'est-à-dire l'incidence de l'onde sur la face de la membrane de PE sans particules (PE-Au) ou avec particules (PE/SiO<sub>2</sub>-Au). Nous nous intéressons à l'incidence normale de l'onde électromagnétique.

La **figure IV.2** représente le coefficient de réflexion  $R$  (courbe noire) et le coefficient d'absorption  $A$  (courbe rouge) pour la structure bicouche PE-Au sans particules (**figure IV.2a**) et PE/SiO<sub>2</sub>-Au avec 5 % de particules de SiO<sub>2</sub> (**figure IV.2b**). La membrane de PE métallisée présente une réflexion élevée sur toute la gamme 5-15 μm sauf autour de 7 μm et 14 μm provenant des deux pics d'absorption intrinsèques du PE. La présence de 5 % de particules SiO<sub>2</sub> dans la membrane PE métallisée fait apparaître de nouveaux pics d'absorption autour de 9 μm et 12 μm. Ces deux pics sont dus à la variation de l'indice de réfraction produit par l'insertion du SiO<sub>2</sub> (voir **chapitre III**). La transmission étant nulle, l'augmentation de  $A$  entraîne une diminution de  $R$  autour de ces deux longueurs d'onde.

Pour quantifier cet effet en fonction de la fraction  $f_{SiO_2}$  de particules de  $SiO_2$ , nous calculons les coefficients d'efficacité  $\eta_R$  et  $\eta_A$ , associés respectivement aux coefficients R et A. Comme on peut le voir sur la **figure IV.2c**, l'efficacité  $\eta_A$  augmente avec l'augmentation de la fraction  $f_{SiO_2}$  ce qui entraîne une diminution de  $\eta_R$  dans les mêmes proportions.



**Figure IV.2** Coefficients de réflexion R (courbe noir) et d'absorption A (courbe rouge) simulés dans l'infrarouge moyen pour une membrane de PE métallisée sur une face (a) sans particules (PE-Au) et (b) avec 5% de particules de  $SiO_2$  (PE/ $SiO_2$ -Au). L'épaisseur de la membrane de PE et de la couche d' Au sont  $h_{PE} = 20 \mu m$  et  $h_{Au} = 200 \text{ nm}$  respectivement. (c) Evolution des coefficients d'efficacité  $\eta_R$  (noir) et  $\eta_A$  (rouge), associés respectivement à la réflexion et à l'absorption, en fonction de la fraction volumique  $f_{SiO_2}$  de particules.

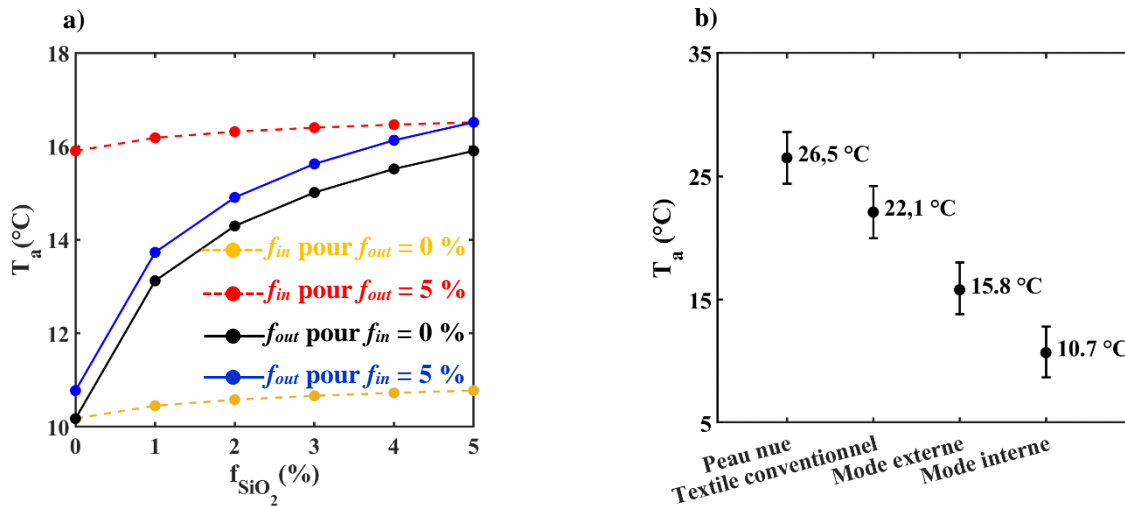
## I.2 Analyse thermique

### I.2.1 Structure asymétrique à 2 mm de la peau

Sur la base du modèle général de la **figure IV.1**, nous avons étudié le comportement thermique de la structure asymétrique lorsque celle-ci est éloignée de la peau d'une distance de 2 mm, correspondant à l'épaisseur du microclimat  $h_{mc} = 2 \text{ mm}$ . Nous calculons alors la température ambiante  $T_a$  nécessaire pour maintenir le corps humain à une température de peau de  $T_s = 34 \text{ }^\circ\text{C}$  correspondant au confort thermique. Pour cela, nous avons repris le modèle de transfert de chaleur unidimensionnel détaillé dans le **chapitre II**. La température ambiante a été calculée en fonction de la fraction volumique de particules, variant de 0 % à 5 %. La **figure IV.3a** représente différentes situations selon le pourcentage de particules dans les faces interne ( $f_{in}$ ) et/ou externe ( $f_{out}$ ) de la structure, tournées vers la peau ou l'environnement respectivement. L'analyse se fait en considérant les deux situations suivantes :

- $f_{out}$  est fixe et  $f_{in}$  est variable (traits pointillés sur la **figure IV.3a**) : on obtient deux températures ambiantes moyennes, une autour de  $10,5 \text{ }^\circ\text{C}$  lorsque  $f_{out} = 0 \text{ } \%$  (jaune) et une seconde autour de  $16 \text{ }^\circ\text{C}$  lorsque  $f_{out} = 5 \text{ } \%$  (rouge). Dans ces deux cas, la variation de la fraction interne de particules,  $f_{in}$ , a un faible impact sur la température ambiante.

-  $f_{in}$  est fixe et  $f_{out}$  est variable (traits pleins sur la **figure IV.3a**) : on obtient une variation continue de la température ambiante couvrant deux larges plages de température allant pour la première de 10,0 °C à 16,0 °C lorsque  $f_{in} = 0\%$  (noir) et pour la seconde de 10,5 °C à 16,5 °C lorsque  $f_{in} = 5\%$  (bleu).



**Figure IV.3** (a) Evolution de la température ambiante  $T_a$  (i) en fonction de  $f_{in}$  pour  $f_{out} = 0\%$  (courbe pointillée jaune) et  $f_{out} = 5\%$  (courbe pointillée rouge) et (ii) en fonction de  $f_{out}$  pour  $f_{in} = 0\%$  (courbe continue noire) et  $f_{in} = 5\%$  (courbe continue bleue). (b) Zone de confort thermique (segments noirs) et température ambiante moyenne (points noirs) pour une peau nue, un textile conventionnel et le tissu asymétrique en mode externe et interne. La zone de confort thermique correspond à la température ambiante calculée pour une température de la peau comprise entre 32°C et 36°C.

Ces résultats montrent que, quelle que soit la fraction volumique interne,  $f_{in}$ , la température ambiante peut être contrôlée principalement par la fraction volumique externe des particules,  $f_{out}$ . En effet, la température ambiante passe de 10,0 °C à 16,0 °C ou de 10,5 °C à 16,5 °C lorsque la fraction volumique extérieure varie de 0 à 5 %. Ce comportement peut être compris comme suit : l'insertion de particules dans la membrane PE augmente l'absorption et, du fait de la loi de Kirchhoff, l'émissivité thermique. Lorsque les particules appartiennent à la face externe, l'émissivité est tournée vers l'environnement. Le flux thermique est alors perdu pour le microclimat. Pour maintenir l'équilibre thermique, il faut alors augmenter la température ambiante.

Sur la **figure IV.3a**, on peut également voir que la température ambiante est toujours inférieure de 0,5 °C lorsque  $f_{in} = 0\%$  (courbe noire continue) par rapport à  $f_{in} = 5\%$  (courbe bleue continue). Le décalage vient du fait que la réflexion est plus élevée dans le cas du PE pur que dans le cas de PE dopé à 5 %. La réflexion augmente au niveau de la face interne de la

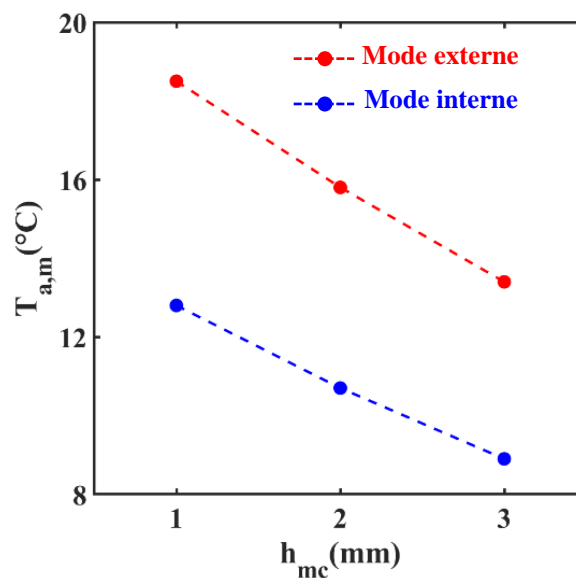
membrane, pour laquelle le rayonnement thermique est renvoyé vers le microclimat, conduisant ainsi à limiter les pertes thermiques et à la nécessité d'une contribution plus faible de la température ambiante.

Ainsi, comme on peut le voir sur la **figure IV.3a**, plusieurs conceptions de structure asymétrique peuvent être proposées en fonction des fractions  $f_{in}$  et  $f_{out}$ . Pour couvrir une zone de température ambiante large de 10 à 16,5 °C, nous avons sélectionné une structure asymétrique avec une membrane PE sans particules, l'autre contenant 5 % de SiO<sub>2</sub> en volume. Les deux orientations de la membrane sont envisagées à savoir le *mode externe* lorsque la membrane de PE dopée est tournée vers l'environnement, et le *mode interne* lorsqu'elle est face au corps humain. Nous avons également étendu la température de confort thermique de la peau de 34 °C à la gamme [32°C - 36°C] [1]. En effet, le confort thermique varie d'un individu à l'autre. L'ensemble des températures ambiantes qui maintiennent le confort thermique est appelé la *zone de confort thermique*. Celle-ci est représentée par une barre verticale sur les figures. Dans ce qui suit, la zone de confort thermique a été calculée pour les deux modes, et comparée à des références telles que la peau nue et un textile conventionnel. Comme le montre la **figure IV.3b**, toutes les zones de confort thermique couvrent une gamme de température d'environ 4 °C. La différence essentielle réside dans la température moyenne, indiquée par un point au centre des barres.

En mode externe, c'est-à-dire lorsque le PE dopé est face à l'environnement, la température moyenne atteint  $T_{out} = 15,8$  °C. En retournant la membrane dopée face au corps humain, le mode interne permet d'atteindre une température moyenne de  $T_{in} = 10,7$  °C. Cela signifie qu'en passant d'un mode à l'autre, on peut couvrir une large zone de confort de 9,3 °C ceci dans la gamme basse température allant de 8,7 °C à 18,0°C. Par comparaison, nous avons obtenu une température ambiante moyenne de  $T_{bare} = 26,5$  °C et  $T_{trad} = 22,1$  °C respectivement pour une peau nue puis recouverte d'un textile traditionnel comme le coton. Dans ce dernier cas, le calcul a été fait pour une couche de coton d'épaisseur 180 µm avec les propriétés optiques infrarouges ( $\rho_c = 9$  %,  $\tau_c = 3$  %,  $\alpha_c = \epsilon_c = 88$  %) issues d'un travail précédent [2]. En raison de son émissivité asymétrique, le tissu asymétrique proposé montre une performance de réchauffement élevée par rapport à un textile conventionnel et pouvant être utilisé dans un environnement intérieur modéré (15,8 °C) à froid (10,7 °C).

## I.2.2 Effet de l'épaisseur du microclimat

Le microclimat correspond à la couche d'air entre le corps et le textile. A cause de sa souplesse, le textile peut se trouver à une distance plus ou moins proche de la peau, conduisant à une variation de l'épaisseur du microclimat  $h_{mc}$ . Tous les calculs précédents ont été faits pour une épaisseur constante  $h_{mc} = 2$  mm. Aussi, à l'aide du modèle thermique, nous avons calculé la zone de confort thermique des deux modes de fonctionnement, externe et interne, pour deux autres épaisseurs,  $h_{mc} = 1$  mm, et  $h_{mc} = 3$  mm (voir **figure IV.4**). Pour les deux modes, la température ambiante moyenne requise pour maintenir le confort thermique diminue lorsque l'épaisseur du microclimat augmente. Dans l'équation du bilan thermique, l'épaisseur  $h_{mc}$  affecte le flux thermique de conduction entre la peau et la face interne de la structure. La conductivité thermique de l'air étant de  $0,026 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ , la couche d'air joue le rôle d'un bon isolant thermique. Par conséquent, lorsque la structure est loin de la peau, le microclimat devient plus isolant et la température ambiante peut être choisie plus basse. Au contraire, lorsque la structure est proche de la peau, la température ambiante doit être augmentée. Toutefois, même avec  $h_{mc} = 1$  mm, la température moyenne requise pour le mode externe est encore de  $3,6 \text{ }^\circ\text{C}$  inférieure à celle du textile traditionnel de type coton.

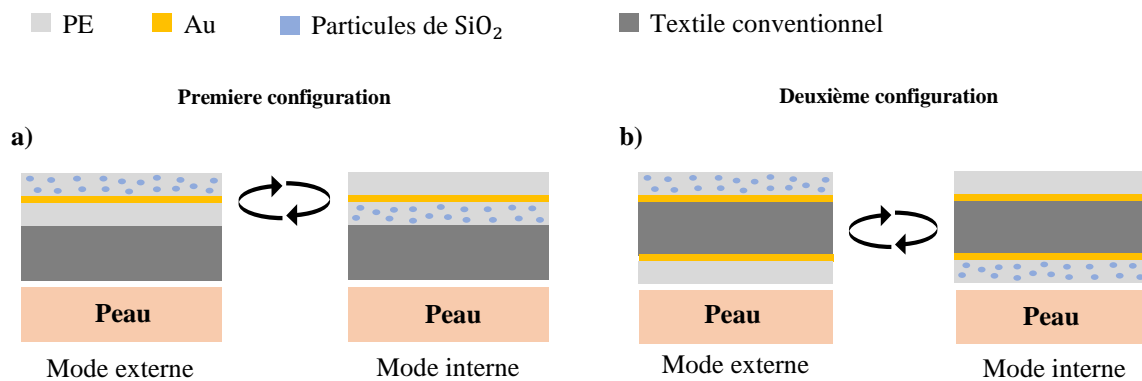


**Figure IV.4** Evolution de la température ambiante moyenne  $T_{a,m}$  requise pour maintenir le confort thermique en fonction de l'épaisseur du microclimat pour le mode externe (point rouge) et le mode interne (point bleu).

### I.3 Transfert de la structure asymétrique sur un textile conventionnel

L'objectif de cette section est d'étudier le comportement de la structure asymétrique lorsqu'elle est transférée sur un textile conventionnel de type coton d'épaisseur 180  $\mu\text{m}$ . Les propriétés optiques du textile conventionnel sont données par  $\rho_c = 9\%$ ,  $\tau_c = 3\%$ , et  $\alpha_c = \varepsilon_c = 88\%$ . Deux configurations peuvent être envisagées, la première lorsque la structure asymétrique est directement transférée sur le côté extérieur du textile (voir **figure IV.5a**). Dans ce cas, le mode de fonctionnement doit être choisi à l'avance. Dans la deuxième configuration, la structure est séparée en deux parties qui sont alors reportées de chaque côté du textile (voir **figure IV.5b**). Le choix entre les modes interne et externe se fait alors simplement en inversant le textile, ce qui permet une utilisation quotidienne plus aisée que dans la première configuration (**figure IV.5b**).

Dans la première configuration, les propriétés optiques d'A et de R de la face extérieure (au-dessus du métal), ont déjà été calculées précédemment dans les deux modes de fonctionnement. Les réponses spectrales de la couche interne, formée de l'association du coton et du PE avec et sans particules, sont considérées égales aux propriétés du coton seul ( $\rho_c = 9\%$ ,  $\tau_c = 3\%$  et  $\alpha_c = \varepsilon_c = 88\%$ ). Dans la seconde configuration, les propriétés optiques des deux modes ont également été calculées précédemment.



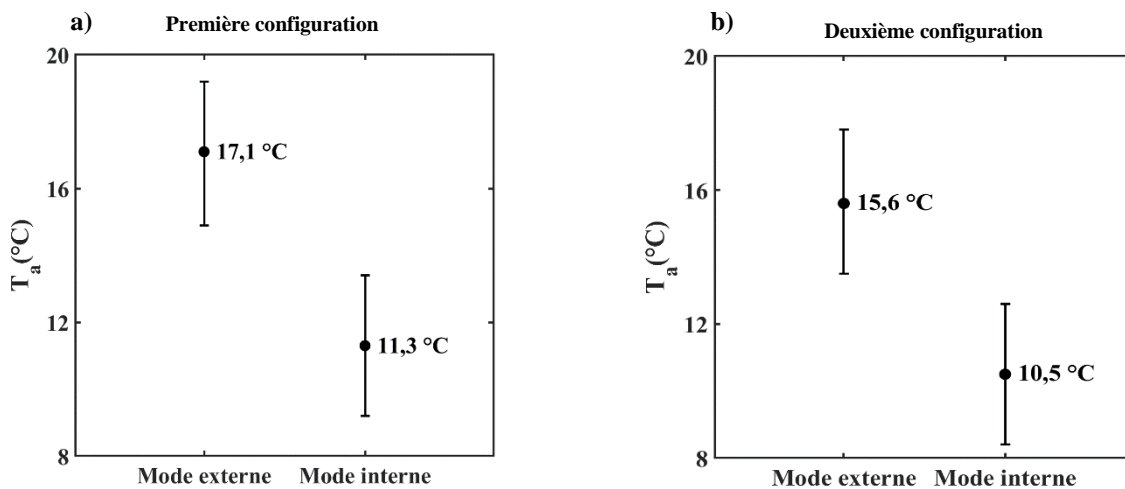
**Figure IV.5** Illustration en 2D du transfert de la structure asymétrique sur du coton traditionnel. (a) Première configuration dans laquelle la structure multicouche est fixée sur la face externe du textile. Le mode voulu est choisi avant de réaliser le report. (b) Deuxième configuration dans laquelle la moitié de la structure est fixée sur la face interne du textile et l'autre sur sa face externe. Le passage d'un mode à l'autre se fait par simple retournement du textile.

Nous avons calculé la zone de confort thermique pour chaque configuration. Due à la faible épaisseur de la structure asymétrique, la conductivité thermique de l'ensemble est supposée égale à la conductivité thermique du textile conventionnel, soit  $0,05 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ .



Pour la première configuration, comme le montre la **figure IV.6a**, la zone de confort thermique pour les modes externe et interne est de 17,1 °C et 11,3 °C, respectivement. Ces températures sont 1,3 °C et 0,6 °C supérieures à celles obtenues avec la structure asymétrique non intégrée au coton. La raison vient du fait que la présence de la couche de coton diminue la réflexion des radiations du corps humain sur la face interne.

Pour la deuxième configuration, les deux températures centrées sont cette fois diminuées de 0,2 °C par rapport à celles obtenues avec la structure asymétrique seule (**figure IV.6b**). Cette diminution est due à la conductivité de la couche de textile conventionnel qui est plus faible que celle de la structure asymétrique, conduisant à une réduction des pertes de chaleur par conduction à travers la couche textile. Les résultats présentés sur la **figure IV.6** signifient que la structure asymétrique peut être facilement intégrée à un textile conventionnel sans dégrader ses performances de réchauffement, les améliorant même de 0,2°C.

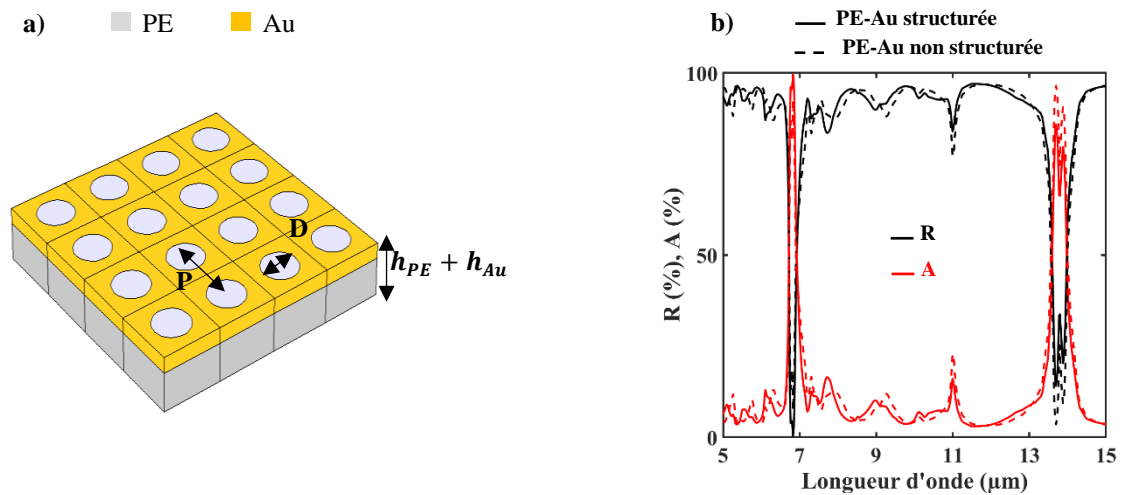


**Figure IV.6** Zones de confort thermique (barres noires) et températures moyennes (points noirs) associées à (a) la première et (b) la deuxième configuration.

#### I.4 Respirabilité de la structure

Une autre préoccupation d'un textile à usage quotidien est sa respirabilité. Pour satisfaire cette exigence, nous proposons de percer la structure par des nano-trous d'air (**figure IV.7a**). La simulation numérique par FEM montre que la même réponse optique est obtenue tant que le diamètre des nano-trous d'air est inférieur aux longueurs d'onde dans le MIR (**figure IV.7b**). A cette condition, les nano-trous ont néanmoins un diamètre suffisamment important pour évacuer les molécules de vapeur [3]. Par conséquent, la structure proposée offre une bonne respirabilité

sans sacrifier les performances de réchauffement. Dans le cas des trous d'air de taille proche de la longueur d'onde, d'autres phénomènes photoniques apparaissent comme les phénomènes de transmission et de diffusion par la membrane. Des structures photoniques montrant ces phénomènes seront étudiées et proposées pour la thermorégulation individuelle dans le chapitre suivant.



**Figure IV.7** (a) Représentation à 3D de la structure bicouche PE-Au d'épaisseur  $h_{PE} + h_{Au} = 20 \mu\text{m} + 200 \text{nm}$ , percée d'un réseau carré de nanotrous d'air de période  $P = 1 \mu\text{m}$  et de diamètre  $D = 300 \text{nm}$ . (b) Spectres de réflexion (courbe noire) et d'absorption (courbe rouge) sous incidence normale du PE-Au non structuré (courbe discontinue) et du PE - Au structuré (courbe continue).

Nous avons démontré théoriquement l'efficacité d'un tissu asymétrique à base des particules de  $\text{SiO}_2$  pour réchauffer le corps humain dans des environnements à basse et moyenne température. L'insertion de  $\text{SiO}_2$  d'un côté du tissu permet d'augmenter l'absorption (l'émissivité) au profit de la réflexion.

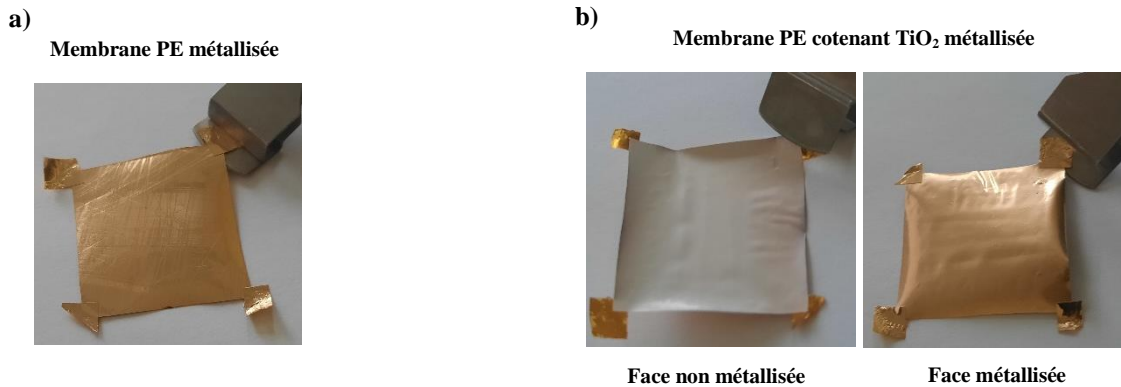
Nous avons démontré dans le **chapitre III** que les particules de  $\text{SiO}_2$  pouvaient être remplacées par des particules de  $\text{TiO}_2$  (**figure III.28**). En plus de la forte absorption des rayonnements dans la gamme 5-15  $\mu\text{m}$ , les particules de  $\text{TiO}_2$  diffusent fortement la lumière visible, conduisant à une opacité élevée de la membrane PE (**chapitre III**).

Dans la section suivante, nous étudions théoriquement et expérimentalement un tissu asymétrique à base de particules de  $\text{TiO}_2$ . En inversant ces deux faces, ce tissu permet à la fois d'élargir la plage de température amenant à un confort thermique et de modifier l'opacité du textile.

## II. Structure asymétrique mince à base de particules de TiO<sub>2</sub>

### II.1 Métallisation

Pour obtenir le tissu asymétrique, nous déposons une fine couche d'or ( $h_{Au} = 200$  nm) par évaporation sur une des faces d'une membrane de PE non dopée ainsi que sur une des faces d'une membrane de PE contenant 5 % des particules de TiO<sub>2</sub> (voir **figure IV.8**). Les deux membranes utilisées dans cette partie sont des membranes d'épaisseur  $h_{PE} = 20$   $\mu$ m, étudiées dans le **chapitre III**. Due à sa transparence élevée dans la gamme visible, les deux faces de la membrane PE non dopée prennent la même couleur jaune de l'Au (voir **figure IV.8a**). Par contre, la membrane de PE qui contient 5% de TiO<sub>2</sub>, opaque dans le visible, présente deux couleurs différentes : la face métallisée est jaune et la face non métallisée est blanche, comme le montre la **figure IV.8b**.



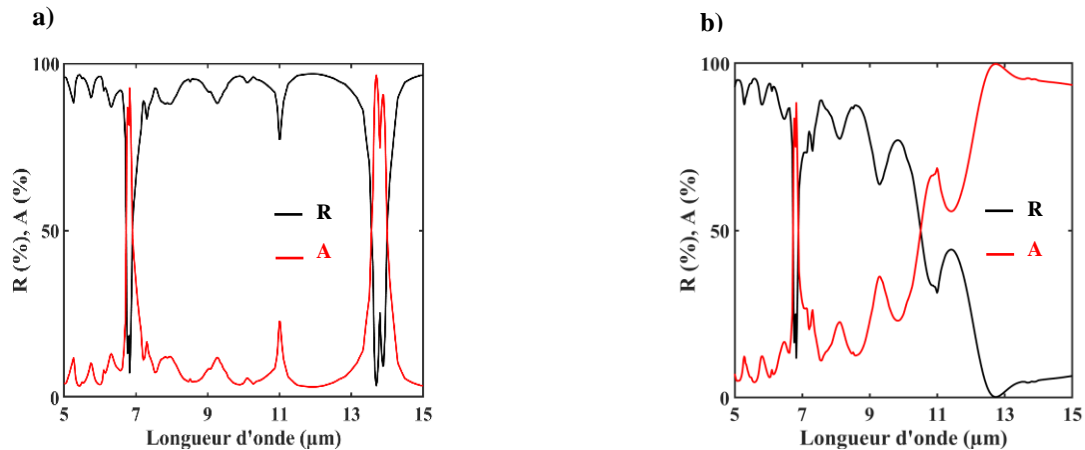
**Figure IV.8** Image de la membrane de PE après métallisation (a) sans particules et (b) avec 5% de particules de TiO<sub>2</sub> présentée face PE (gauche) et face métal (droite).

### II.2 Propriétés optiques dans la gamme moyen-infrarouge 5-15 $\mu$ m

Afin de démontrer l'asymétrie du tissu, nous discutons dans cette section les propriétés optiques dans la gamme 5-15  $\mu$ m des deux membranes métallisées. Dans un premier temps, nous comparons les coefficients optiques théoriques obtenus pour la membrane de PE/TiO<sub>2</sub>-Au avec ceux de la membrane PE sans particules PE-Au. Les résultats théoriques seront comparés avec les mesures expérimentales effectuées à l'aide du spectromètre FTIR.

La **figure IV.9b** représente les coefficients  $R$  (courbe noir) et  $A$  (courbe rouge) sous incidence normale simulés pour la membrane 5% TiO<sub>2</sub>-PE métallisée comparée à la membrane de PE non dopée rappelée **figure IV.9a**. Pour rappel, la transmission à travers la structure est nulle car la couche métallique réfléchit la totalité des rayonnements dans la gamme MIR. Par

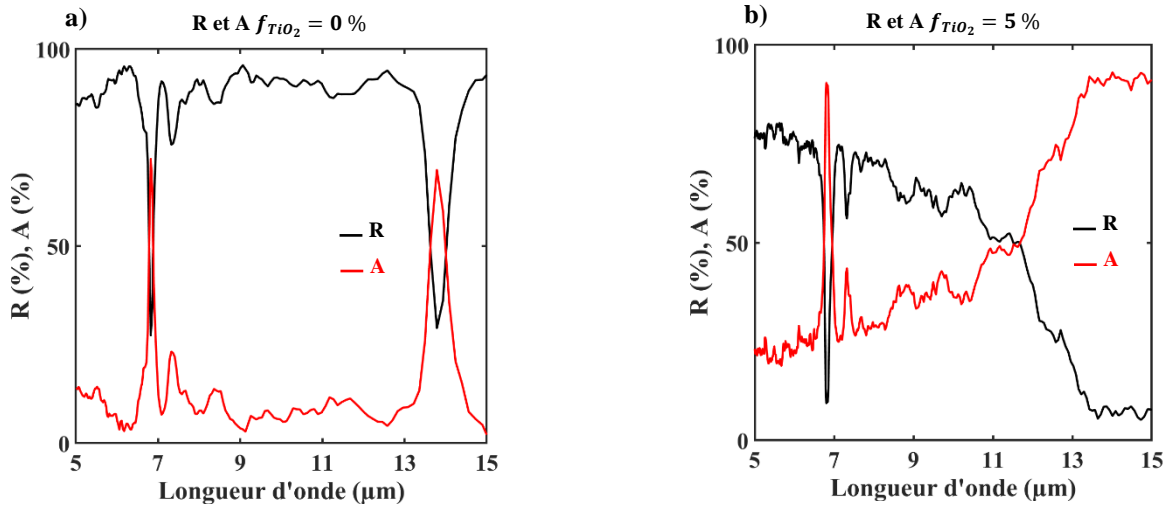
conséquence,  $R$  et  $A$  sont liés par  $R + A = 100 \%$ . Par rapport à la membrane PE sans particules métallisée, nous pouvons voir que  $A$  augmente dans la gamme 9-15  $\mu\text{m}$  au profit de  $R$ . Ce comportement est lié directement à la présence des particules  $\text{TiO}_2$ , caractérisées par une absorption élevée dans cette gamme des longueurs d'onde (voir **chapitre III**). Comparée au  $\text{SiO}_2$ , sélectif autour de 9 et 12  $\mu\text{m}$ , l'absorption dans le  $\text{TiO}_2$  est large bande, entre 9  $\mu\text{m}$  et 15  $\mu\text{m}$ .



**Figure IV.9** Coefficients de réflexion (courbe noire) et d'absorption (courbe rouge) simulés dans l'infrarouge moyen 5-15  $\mu\text{m}$  pour la membrane PE (a) non dopée et (b) dopée avec 5 % de  $\text{TiO}_2$  (PE/ $\text{TiO}_2$ -Au). L'épaisseur des membranes PE et de la couche Au sont de  $h_{PE} = 20 \mu\text{m}$  et  $h_{Au} = 200 \text{ nm}$  respectivement.

La **figure IV.10** représente les coefficients  $R$  (courbe noire) et  $A$  (courbe rouge) mesurés par FTIR pour les deux membranes PE et PE composite métallisées. Nous retrouvons les allures des courbes théoriques de la **figure IV.9** avec une bonne concordance.

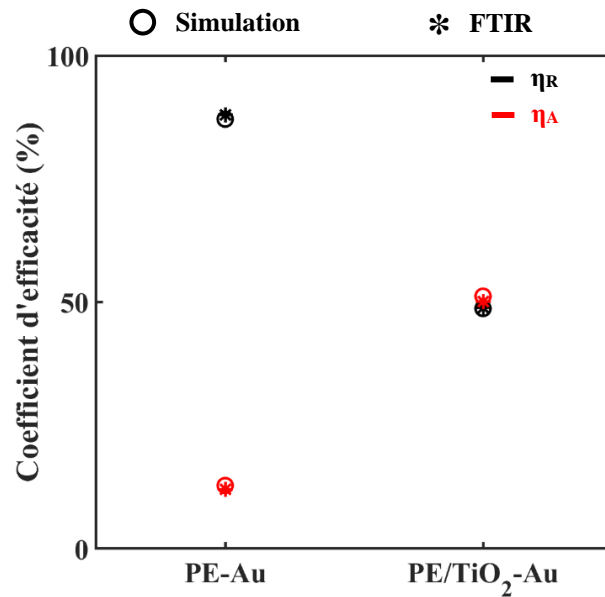
Notons que les mesures en réflexion par FTIR ont été réalisées sous incidence de  $12^\circ$  (voir **chapitre II**). La valeur de l'angle d'incidence a été prise en compte dans les calculs numériques. Les résultats obtenus sont quasiment identiques à ceux obtenus sous incidence normale, ceci pour les deux polarisations TE et TM. Les résultats seront donc présentés sous incidence normale et en polarisation TE tout au long du chapitre.



**Figure IV.10** Coefficients de réflexion (courbe noir) et d'absorption (courbe rouge) mesurés par FTIR dans l'infrarouge moyen pour le PE métallisée (a) non dopé (PE-Au) et (b) dopé avec 5% de  $\text{TiO}_2$  (PE/ $\text{TiO}_2$ -Au). L'épaisseur de la membrane PE et de la couche Au est  $h_{\text{PE}} = 20 \mu\text{m}$   $h_{\text{Au}} = 200 \text{ nm}$  respectivement.

Cependant, en comparant  $R$  et  $A$  simulés et mesurés pour la structure PE-Au (**figures IV.9a** et **IV.10a**), nous pouvons voir qu'il existe une différence d'amplitude sur les deux pics d'absorption intrinsèque du PE autour de 7  $\mu\text{m}$  et 14  $\mu\text{m}$ . Cette différence peut s'expliquer comme étant une conséquence du bi-étirage réalisé pour obtenir la membrane et qui diminue la densité du PE.

Pour la structure PE/ $\text{TiO}_2$ -Au, nous remarquons un décalage d'amplitude d'environ 15% entre les courbes théoriques et expérimentales, sur toute la gamme 5-15  $\mu\text{m}$  (**figures IV.9b** et **IV.10b**). L'origine de ce décalage, qui n'apparaît pas dans le cas du PE-Au, peut-être lié à des pertes par diffusion à l'intérieur de la sphère d'or du spectromètre. Par conséquent, le détecteur du spectromètre ne détecte pas la totalité du signal réfléchi par l'échantillon, conduisant à une réflexion mesurée inférieure d'environ 15 % par rapport à celle simulée, comme cela a été observé et reporté ultérieurement [4]. Afin de quantifier cette différence sur la gamme 5 - 15  $\mu\text{m}$ , nous avons comparé les coefficients d'efficacité  $\eta$  obtenus par simulation numérique avec ceux mesurés expérimentalement pour PE-Au et PE/ $\text{TiO}_2$ -Au. La **figure IV.11** représente  $\eta_R$  (noir) et  $\eta_A$  (rouge) issus des coefficients  $R$  et  $A$  calculés (cercle) et mesurés (étoile). Nous pouvons voir que les coefficients d'efficacité sont peu affectés par les différences observées entre les spectres de simulation et de mesure.

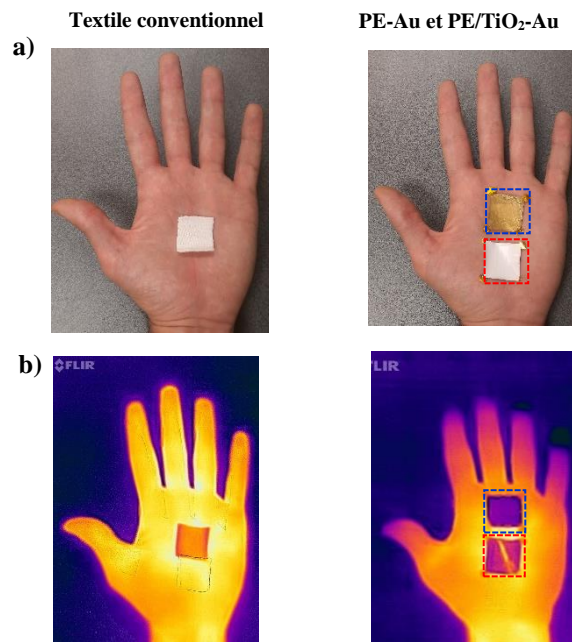


**Figure IV.11** Coefficients d'efficacité  $\eta$  associés à la réflexion (noir) et à l'absorption (rouge) obtenus théoriquement (cercle) et expérimentalement (étoile) pour PE-Au et PE/TiO<sub>2</sub>-Au.

### II.3 Mesure qualitative de l'émissivité

Comme nous l'avons vu précédemment dans le cas des particules de SiO<sub>2</sub>, l'absorption et donc l'émissivité de la face extérieure de la membrane asymétrique joue un rôle essentiel dans le processus de réchauffement et de modulation de la température. Nous proposons ici de mesurer qualitativement, à l'aide d'une caméra thermique, les émissivités des structures asymétriques et de les comparer avec celles d'un coton conventionnel. La **figure IV.12a** présente les images optiques numériques des trois échantillons déposés sur la main, à savoir, le textile conventionnel (cliché gauche), le PE - Au et le PE/TiO<sub>2</sub>-Au (cliché droit). Dans ce dernier cas, les faces métallisées sont orientées vers la main. Sur ces images, la membrane dopée TiO<sub>2</sub> se différencie clairement par son opacité dans le visible. Les images thermiques prises dans les mêmes conditions de température ambiante et d'humidité sont présentées **figure IV.12b**. Nous pouvons voir que le coton présente une couleur chaude (orange) par rapport à PE-Au et PE/TiO<sub>2</sub>-Au, qui est le signe d'une émissivité élevée conduisant à des pertes de chaleur par radiation. En comparant les images thermiques des deux structures PE-Au et PE/TiO<sub>2</sub>-Au (**figure IV.12b**, cliché droit), nous pouvons voir que PE/TiO<sub>2</sub>-Au montre une émissivité plus élevée que PE-Au. Cette observation démontre que la présence des particules de TiO<sub>2</sub> a augmenté l'émissivité de la membrane vers l'extérieur, tout en restant inférieure à celle du coton traditionnel. Nous avons donc à notre disposition trois échantillons dont l'émissivité varie de forte (coton) à faible (PE-Au) en passant par modérée (PE/ TiO<sub>2</sub>-Au).

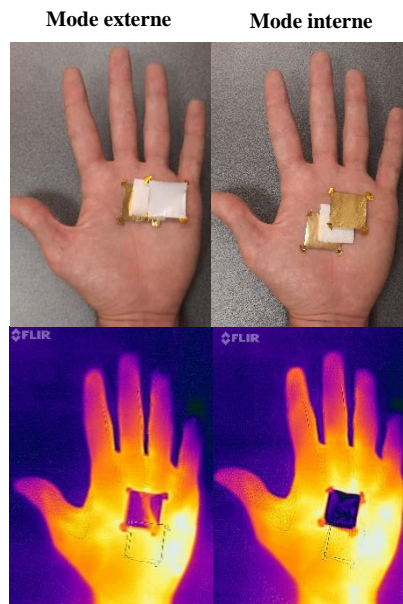
Notons que dans ce dernier cas, l'émissivité peut être modulée en jouant sur la fraction de particules de  $\text{TiO}_2$ .



**Figure IV.12** (a) Clichés optiques numériques du coton (gauche), du PE - Au (bleue) et du PE/TiO<sub>2</sub>-Au (rouge), face métallique vers la main. (b) Images thermiques correspondantes prises dans les mêmes conditions de température ambiante et d'humidité.

Les trois couches précédentes ont été associées afin de constituer un textile asymétrique intégré à une couche de coton. Le schéma du multicouche réalisé correspond à la deuxième configuration présentée **figure IV.5b** dans le cas des particules de  $\text{SiO}_2$  : la moitié de la structure est fixée sur la face interne du textile et l'autre sur sa face externe. Cette configuration permet la caractérisation des deux modes de fonctionnement, *interne* et *externe*. La **figure IV.13a** montre par les images obtenues par caméra thermique du multicouche selon les deux modes de fonctionnement. Dans le *mode externe*, la membrane de PE dopée est orientée vers l'extérieur. Cela se traduit par la couleur blanche caractéristique de la présence des particules de  $\text{TiO}_2$ . Pour le *mode interne*, l'ensemble de la structure multicouche est retourné et c'est maintenant la face PE non dopée, transparente dans le visible, qui apparaît à la surface. En comparant les images thermiques, nous pouvons voir qu'en inversant la structure multicouche, l'émissivité est différente (**figure IV.13b**). En effet, lorsque la membrane de PE contenant les particules  $\text{TiO}_2$  est orientée vers l'extérieur (*mode externe*), la couleur est chaude. Si maintenant la membrane de PE sans particules est orientée vers l'extérieur (*mode interne*), la couleur devient froide. Le transfert de la structure asymétrique sur une couche du coton n'a

donc pas dégradé la capacité de modulation de l'émissivité des radiations thermiques vers l'environnement.

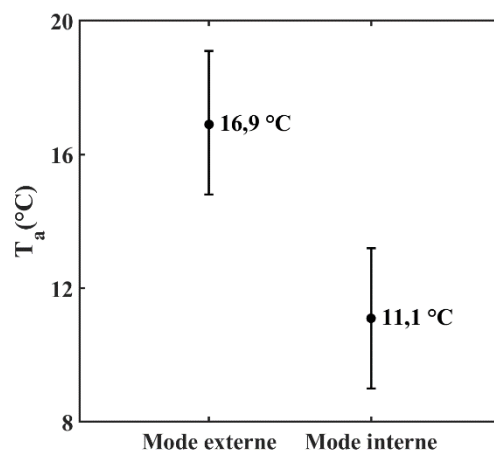


**Figure IV.13** Cliché optique numérique (a) et image thermique (b) de la structure multicouche asymétrique suivant le modèle de la deuxième configuration schématisée **figure V.5b**, selon les deux modes, externe (gauche) et interne (droite).

#### II.4 Analyse thermique théorique

Comme dans le cas des particules de  $\text{SiO}_2$ , nous avons évalué la zone de confort thermique de la structure asymétrique à base des particules de  $\text{TiO}_2$  en utilisant le modèle analytique. La **figure IV.14** représente la zone de confort thermique pour le *mode externe* et le *mode interne*. Comme on peut le voir, la structure asymétrique à base de  $\text{TiO}_2$  permet de maintenir le confort thermique sur une large zone de température ambiante, de  $9^\circ\text{C}$  à  $19^\circ\text{C}$ . En comparaison avec la structure asymétrique à base de  $\text{SiO}_2$  (voir figure IV.3b), nous remarquons que la température centrée est augmentée d'environ  $1^\circ\text{C}$  et  $0,5^\circ\text{C}$  respectivement dans le mode externe et interne. Cette différence est liée à la différence des coefficients d'efficacité d'absorption, légèrement supérieur dans le cas du  $\text{TiO}_2$ .

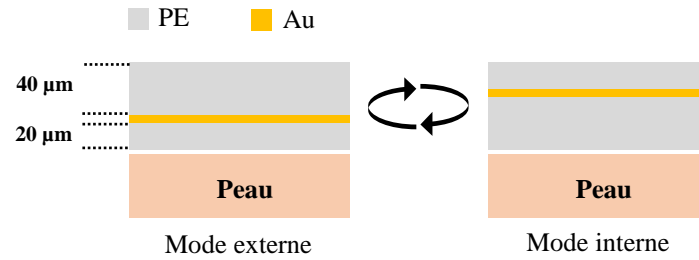




**Figure IV.14** Zone de confort thermique (barres noires) et température moyenne (points noirs) associée à la structure asymétrique à base de particules de  $\text{TiO}_2$ .

### III. Structure équivalente épaisse

Enfin, en suivant le même schéma de principe que dans le cas des membranes dopées par insertion de particules, nous étudions dans cette dernière partie une structure asymétrique en jouant sur l'épaisseur d'une des membranes de PE. En effet, l'augmentation de l'épaisseur d'une membrane de PE permet également d'augmenter son absorption. Sur la base de la **figure IV.2c**, nous trouvons que la structure équivalente à la membrane dopée PE/ $\text{SiO}_2$  avec  $f_{\text{SiO}_2} = 5\%$  est une structure PE-Au qui présenterait une épaisseur  $h_{\text{PE}} = 130 \mu\text{m}$ . Du fait des contraintes expérimentales, nous n'avons pas réussi à obtenir un film de PE homogène d'épaisseur supérieure à  $40 \mu\text{m}$ . Au-delà de cette épaisseur, le film de PE devient très rigide et présente une surface corruguée, non appropriée à une métallisation homogène. Aussi, la structure asymétrique que nous avons étudié dans la suite est composée de deux membranes de PE métallisées sur une face et d'épaisseur respective  $20 \mu\text{m}$  et  $40 \mu\text{m}$  (**figure IV.15**). La membrane de PE la plus épaisse remplace ainsi une membrane de PE dopée avec quelques pourcents de particules diélectriques.



**Figure IV.15** Représentation de la structure d'épaisseur asymétrique. Dans ce schéma équivalent, la membrane de PE avec particules est remplacée par une membrane de PE de 40  $\mu\text{m}$ .

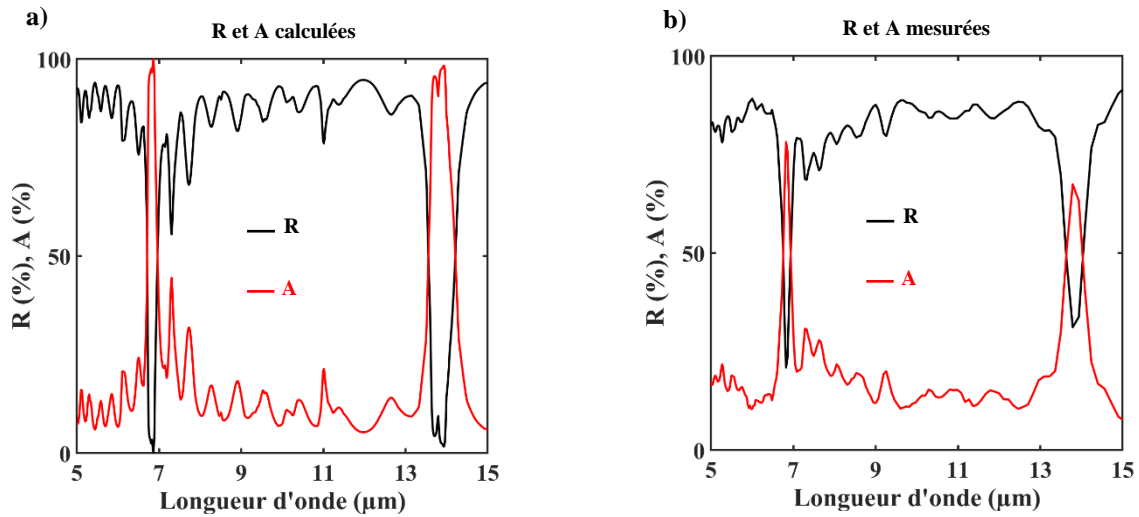
### III.1 Propriétés optiques dans l'infrarouge moyen 5-15 $\mu\text{m}$

La **figure IV.16** représente les coefficients de  $R$  et d' $A$  calculés (**figure IV.16a**) et mesurés (**figure IV.16b**) pour la structure PE-Au d'épaisseur  $h_{PE} = 40 \mu\text{m}$ . Un bon accord est obtenu entre les spectres expérimentaux et les spectres simulés. Comme déjà exprimé précédemment, les différences d'amplitudes entre les deux pics d'absorption intrinsèques du PE, peuvent être dues au bi-étirage qui diminue la densité du matériau PE. Cependant, les pics étant très fins, les effets sur les coefficients d'efficacité seront faibles. Les coefficients d'efficacité de réflexion et d'absorption ont été évalués pour les deux épaisseurs de PE et sont reportés dans le tableau suivant.

Épaisseur $h_{PE}$	$\eta_R$	$\eta_A$
20 $\mu\text{m}$	88 %	12 %
40 $\mu\text{m}$	81 %	19 %

**Tableau IV.1** Coefficient d'efficacité de réflexion et d'absorption pour PR-Au avec  $h_{PE} = 20 \mu\text{m}$  et  $h_{PE} = 40 \mu\text{m}$ .

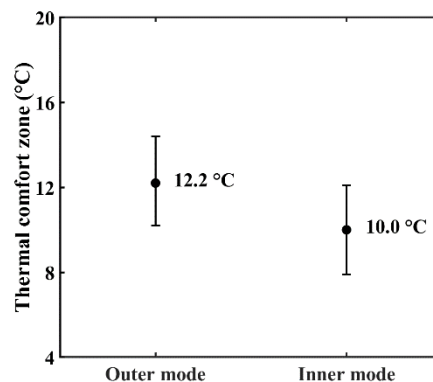
La membrane de PE métallisée d'épaisseur 40  $\mu\text{m}$  présente clairement une réflexion moins élevée et une absorption (émissivité) plus élevée que celle de 20  $\mu\text{m}$ . Les coefficients  $\eta_R$  et  $\eta_A$  dus à la membrane PE métallisée épaisse sont équivalents à une fraction volumique de particules de  $\text{SiO}_2$  inférieure à 1 % (estimée à partir de la **figure IV.2c**). L'association des deux membranes métallisées permet ainsi d'obtenir la structure asymétrique schématisée sur la **figure IV.15**.



**Figure IV.16** Coefficient de réflexion (courbe noir) et d'absorption (courbe rouge) (a) calculé numériquement et (b) mesuré par FTIR pour une membrane PE métallisée d'épaisseur  $h_{PE} = 40 \mu\text{m}$ .

### III.2 Analyse thermique

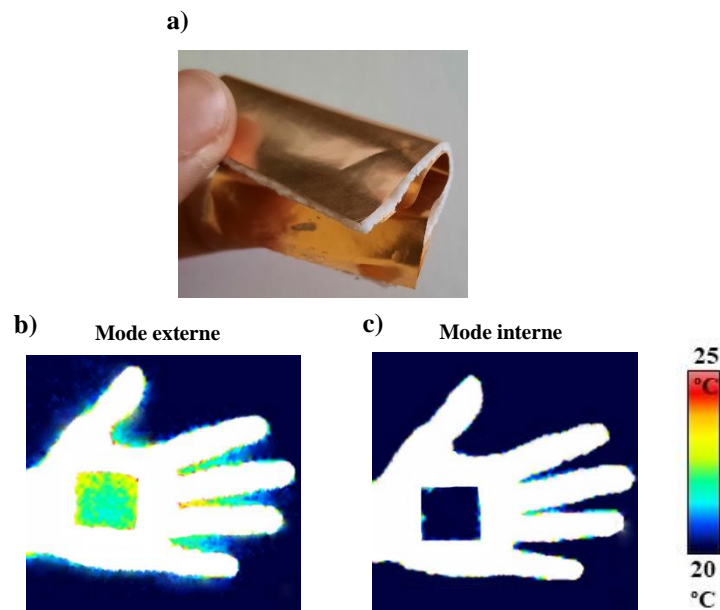
A l'aide du modèle thermique, nous avons calculé la zone de confort thermique correspondant aux modes interne et externe de la structure asymétrique d'épaisseur différentes. Comme on peut le voir sur la **figure IV.17**, la structure présente une zone de confort thermique pour des températures ambiantes comprises entre  $[8,0 - 14,4] \text{ } ^\circ\text{C}$ , par commutation des deux modes. Cette structure est donc performante plutôt aux basses températures. Malgré ses performances de réchauffement, l'épaisseur de la structure, d'environ  $60 \mu\text{m}$ , augmente sa rigidité ce qui est un point faible pour les applications textiles.



**Figure IV.17** Zone de confort thermique (barres noires) et température moyenne (points noirs) associées à la structure asymétrique d'épaisseur différente schématisée **figure IV.15**.

### III.3 Caractérisation qualitative de l'émissivité

Comme précédemment, nous avons caractérisé expérimentalement l'émissivité des deux modes de fonctionnement de la structure équivalente en épaisseur par transfert de part et d'autre d'une couche de coton (**figure IV.18a**). Puis, nous avons utilisé la caméra thermique IR pour caractériser l'émissivité des deux surfaces de l'échantillon, lorsqu'il est déposé sur la main. Sur la **figure IV.18b**, la membrane d'épaisseur  $h_{PE} = 40 \mu\text{m}$  est tournée vers l'environnement (mode externe) tandis que sur la **figure IV.18c**, l'échantillon a été retourné et c'est la membrane d'épaisseur  $h_{PE} = 20 \mu\text{m}$  qui est maintenant tournée vers l'environnement (mode interne). Pour obtenir une résolution plus élevée, l'échelle de couleur thermique de la caméra a été ajustée dans la gamme [20 - 25] °C, qui sature l'échelle de couleur de la main. On peut voir que, dans le mode externe, la couleur est proche du vert, correspondant à une émissivité élevée, tandis que dans le mode interne, la couleur est bleue, correspondant à une faible émissivité. D'un point de vue qualitatif, le comportement est en accord avec le comportement attendu.



**Figure IV.18** (a) Photo de l'échantillon fabriqué. L'échantillon multicouche asymétrique est constitué d'un textile de type coton pris en sandwich entre PE-Au avec  $h_{PE} = 20 \mu\text{m}$  et PE-Au avec  $h_{PE} = 40 \mu\text{m}$ . Image thermique de l'échantillon lorsque (b) la membrane PE épaisse est orienté vers l'extérieur (mode externe) et (c) lorsque la structure est renversée (mode interne).

### Conclusion

En résumé, nous avons démontré théoriquement et expérimentalement l'efficacité de trois types de tissus asymétriques pour la fonctionnalité de chauffage radiatif dans un environnement à moyenne et basse température. Une fine couche d'or insérée entre deux membranes de PE est

utilisée comme miroir optique parfait dans le MIR. L'insertion de particules diélectriques comme le SiO<sub>2</sub> et le TiO<sub>2</sub> dans l'une des deux membranes PE offre la possibilité de réduire la réflexion en augmentant l'absorption et donc l'émissivité. Nous avons montré que l'émissivité thermique était modifiée par inversion des faces de la structure asymétrique. Nous avons ensuite proposé une conception multicouche pour application textile où les deux structures de PE - Au, avec et sans particules, sont transférées sur un textile conventionnel. La structure asymétrique résultante est légère, flexible, respirante et conserve les mêmes performances thermorégulatrices que celle des structures individuelles. Enfin, une structure asymétrique équivalente a été proposée en modifiant l'épaisseur d'une des membranes de PE, évitant ainsi le dopage par des particules. Cette structure a montré une grande efficacité thermique mais son épaisseur totale lui confère une faible flexibilité, déconseillée pour l'application textile. Elle peut néanmoins être utilisée pour d'autres types d'application comme les bâches de protection, les toiles de tentes, certains rideaux...pour lesquels sa rigidité peut représenter un atout.

Jusqu'à maintenant, nous avons proposé des structures pour la thermorégulation individuelle basées sur la modulation de l'absorption et donc de l'émissivité des radiations thermiques dans la gamme 5-15  $\mu\text{m}$ . Dans le **chapitre II**, nous avons démontré que la modulation de la réflexion permettait d'élargir la zone du confort thermique (**figure II.12**). Dans ce contexte, nous allons concevoir dans le **chapitre V** des structures textiles plus complexes pour contrôler la réflexion, la transmission, la diffusion et l'absorption des ondes électromagnétiques dans le moyen infrarouge.

## Références

- [1] P.-C. Hsu, C. Liu, A. Y. Song, Z. Zhang, Y. Peng, J. Xie, K. Liu, C.-L. Wu, P. B. Catrysse, L. Cai, S. Zhai, A. Majumdar, S. Fan, and Y. Cui, *A Dual-Mode Textile for Human Body Radiative Heating and Cooling*, *Sci. Adv.* **3**, e1700895 (2017).
- [2] L. Cai, A. Y. Song, W. Li, P. Hsu, D. Lin, P. B. Catrysse, Y. Liu, Y. Peng, J. Chen, H. Wang, J. Xu, A. Yang, S. Fan, and Y. Cui, *Spectrally Selective Nanocomposite Textile for Outdoor Personal Cooling*, *Adv. Mater.* **30**, 1802152 (2018).
- [3] P.-C. Hsu, X. Liu, C. Liu, X. Xie, H. R. Lee, A. J. Welch, T. Zhao, and Y. Cui, *Personal Thermal Management by Metallic Nanowire-Coated Textile*, *Nano Lett.* **15**, 365 (2015).
- [4] M. Viallon, S. Assaf, A. Treizebré, H. Gidik, D. Dupont, G. Bedek, M. Caillibotte, B. Djafari-Rouhani, V. Thomy, Y. Pennec, and V. Senez, *Modulation of the Refractive Properties of 1D and 2D Photonic Crystal Polycrystalline Silicon-Based Membranes in the MIR Frequency Range*, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **52**, 205101 (2019).

**Chapitre V :**  
**Membranes photoniques pour la thermorégulation  
individuelle basée sur la modulation de la réflexion  
et de la transmission**

# Chapitre V : Membranes photoniques pour la thermorégulation individuelle basée sur la modulation de la réflexion et de la transmission

## Introduction

Nous avons démontré dans le **chapitre II** (voir **figure II.12**) que la modulation de la réflexion dans la gamme moyen infrarouge 5-15  $\mu\text{m}$  permettait d'agir sur la température ambiante nécessaire au confort thermique individuel. Nous avons utilisé cette propriété en proposant dans le chapitre précédent une couche métallique qui jouait le rôle de réflecteur parfait, combiné à l'insertion de particules de  $\text{SiO}_2$  dans les couches de polymère pour moduler la réflexion et l'absorption.

Dans ce chapitre, nous allons étudier théoriquement et expérimentalement une membrane photonique à base de polymère, sans aucun composant métallique. En bénéficiant des propriétés des cristaux photoniques, nous allons montrer qu'il est possible de moduler la réflexion, la transmission et donc l'absorption dans la gamme d'émission du corps humain, 5-15  $\mu\text{m}$ . À l'aide de calculs analytiques du bilan thermique et de démonstrations expérimentales, nous allons montrer qu'une membrane photonique, définie avec des paramètres géométriques appropriés, présente des propriétés de réchauffement considérables. Notons que les paramètres géométriques utilisés dans ce chapitre pour la simulation numérique ont été définie précédemment dans le cadre de la thèse de Salim Assaf, après une étude exhaustive sur les comportements des coefficients optique en fonction des paramètres géométriques [1,2]. Le développement expérimental de la membrane de polymère de PI structurée a été fait en collaboration avec Salim Assaf lors de son travail post-doctoral à l'IEMN.

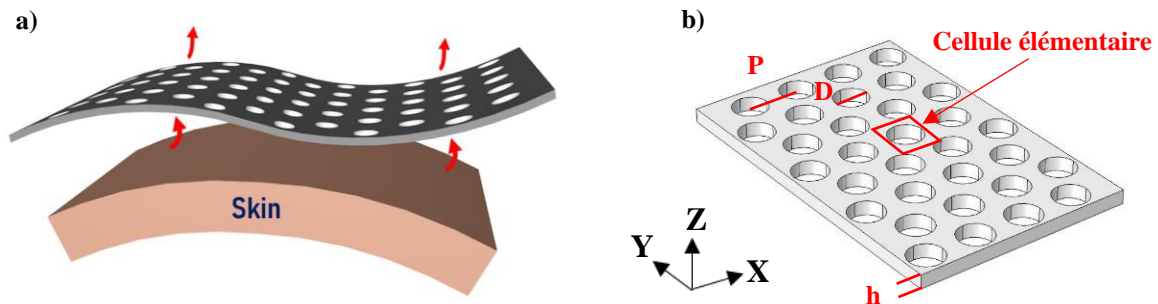
Dans la dernière partie de ce chapitre, nous étudierons théoriquement une structure photonique de type membrane-métal-membrane. Nous démontrons que la variation des paramètres géométriques de la structure permet de contrôler l'évacuation des radiations thermiques vers l'environnement, conduisant à un contrôle de l'état de confort thermique d'un individu sur une large gamme de température ambiante. Enfin, nous proposerons une approche théorique d'un tissu répondant dynamiquement à une variation de la température ambiante.



## I. Membrane photonique à base de polymère

### I.1 Géométrie

La membrane photonique proposée pour la modulation des rayonnements électromagnétiques du corps humain est schématisée sur la **figure V.1a**. Elle se compose d'une fine couche de polymère d'épaisseur  $h$  percée d'un réseau triangulaire de trous d'air de diamètre  $D$  et de période  $P$  (voir **figure V.1b**). La cellule élémentaire du réseau périodique est un losange comme illustré sur la **figure V.1b**.



**Figure V.1** (a) Représentation schématique de la membrane photonique sous rayonnement EM (flèches rouges) du corps humain. (b) Schéma de la membrane photonique d'épaisseur  $h$ , percée d'un réseau triangulaire de trous d'air de diamètre  $D$  et de période  $P$ . Le losange représente la cellule élémentaire du réseau périodique.

Nous définissons un facteur de proportionnalité  $\alpha$  qui s'applique aux trois paramètres géométriques de la membrane photonique ( $h$ ,  $D$ ,  $P$ ). Les paramètres géométriques choisis ont été optimisés par Salim Assaf pendant sa thèse, sur une membrane à base de Benzocyclobutène (BCB) [1]. Les facteurs  $\alpha_i$ ,  $i \in [-1,9]$ , sont classés dans le **tableau V.1** :

Facteur d'échelle $\alpha$	Période $P$ ( $\mu\text{m}$ )	Diamètre $D$ ( $\mu\text{m}$ )	Epaisseur $h$ ( $\mu\text{m}$ )
$\alpha_{-1} = 0,72$	5	3,9	2,9
$\alpha_0 = 0,86$	6	4,7	3,4
$\alpha_1 = 1,0$	7	5,5	4,0
$\alpha_2 = 1,14$	8	6,3	4,6
$\alpha_3 = 1,28$	9	7,1	5,1
$\alpha_4 = 1,42$	10	7,9	5,7
$\alpha_5 = 1,56$	11	8,6	6,3
$\alpha_6 = 1,70$	12	9,4	6,9
$\alpha_7 = 1,84$	13	10,2	7,4
$\alpha_8 = 1,98$	14	11,0	8,0
$\alpha_9 = 2,12$	15	11,8	8,6

**Tableau V.1** Paramètres géométriques de la membrane photonique suivant un facteur d'échelle  $\alpha$ .

Les paramètres géométriques  $h_1 = 4 \mu\text{m}$  et  $D_1 = 5,5 \mu\text{m}$  et  $P_1 = 7 \mu\text{m}$ , associés au premier facteur d'échelle  $\alpha_1 = 1,0$ , sont le résultat d'une optimisation. Ces paramètres font apparaître l'effet de la structuration aux faibles longueurs d'onde. Par variation de la période  $P$ , nous définissons les autres facteurs d'échelles comme suit : nous prenons  $P_i$  (tel que  $P_i < P_1$  ou  $P_i > P_1$ ) et le rapport  $\frac{P_i}{P_1}$  donne la valeur du facteur d'échelle  $\alpha_i$ . La multiplication de  $h_1$ ,  $D_1$  et  $P_1$  par  $\alpha_i$  donne la valeur des paramètres géométriques  $h_i$  et  $D_i$  associés à  $\alpha_i$ .

## I.2 Membrane photonique à base de polyéthylène (PE)

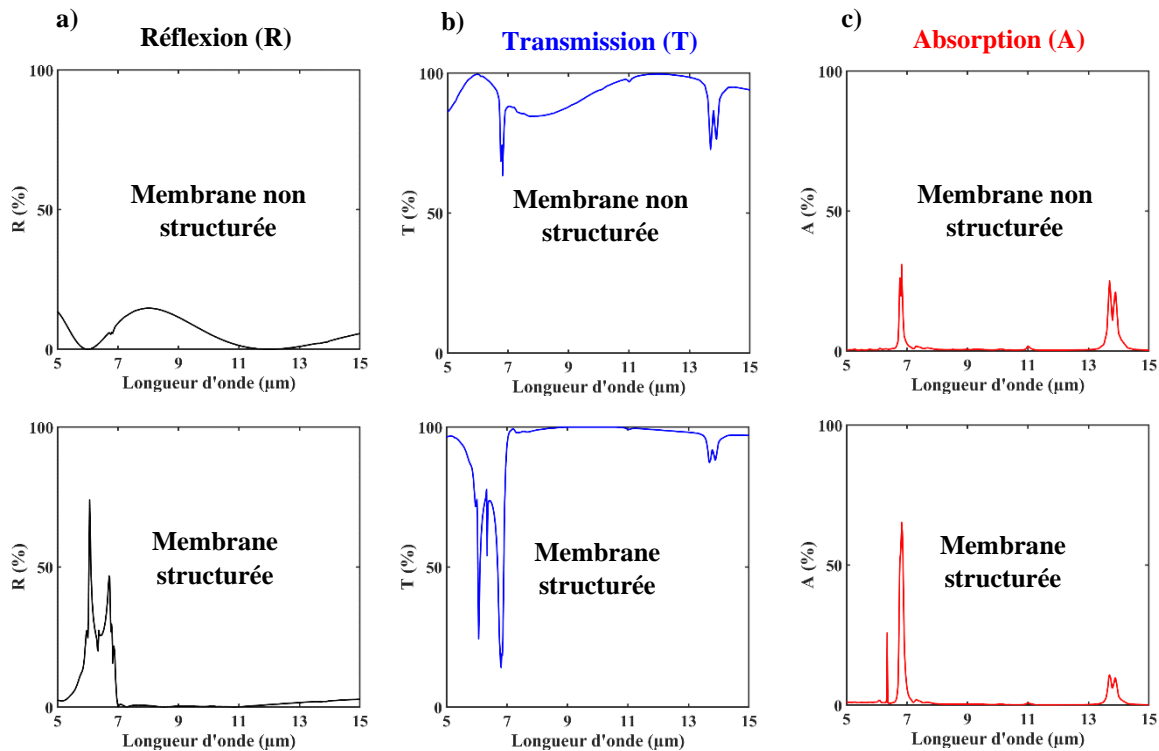
Le polyéthylène (PE) est un des polymères les plus utilisés dans l'industrie textile et sa faible absorption dans le moyen infrarouge ouvre la possibilité d'une modulation thermique en agissant sur les propriétés de réflexion et de transmission par modification de sa géométrie et/ou de sa nature physique.

### I.2.1 Simulation de l'effet de la structuration par FEM

#### I.2.1.1 Effet du facteur d'échelle $\alpha_1$

Dans cette section, nous allons nous intéresser à démontrer l'effet de la structuration de la membrane PE, par des trous d'air, sur la réponse optique dans la gamme 5-15  $\mu\text{m}$ . En utilisant la méthode FEM, nous calculons les coefficients de réflexion (R), de transmission (T) et

d'absorption (A) d'une membrane PE non structurée d'épaisseur  $h_I = 4 \mu\text{m}$ . La membrane de PE réfléchit moins de 20 % (**figure V.2a**) et transmet plus de 80 % (**figure V.2b**) de l'onde plane EM envoyée sous incidence normale. L'absorption est quasiment nulle sur toute la gamme 5-15  $\mu\text{m}$  sauf autour des deux longueurs d'onde 7  $\mu\text{m}$  et 14  $\mu\text{m}$  (**figure V.2c**), déjà identifiées comme étant des pics d'absorption intrinsèque du PE.

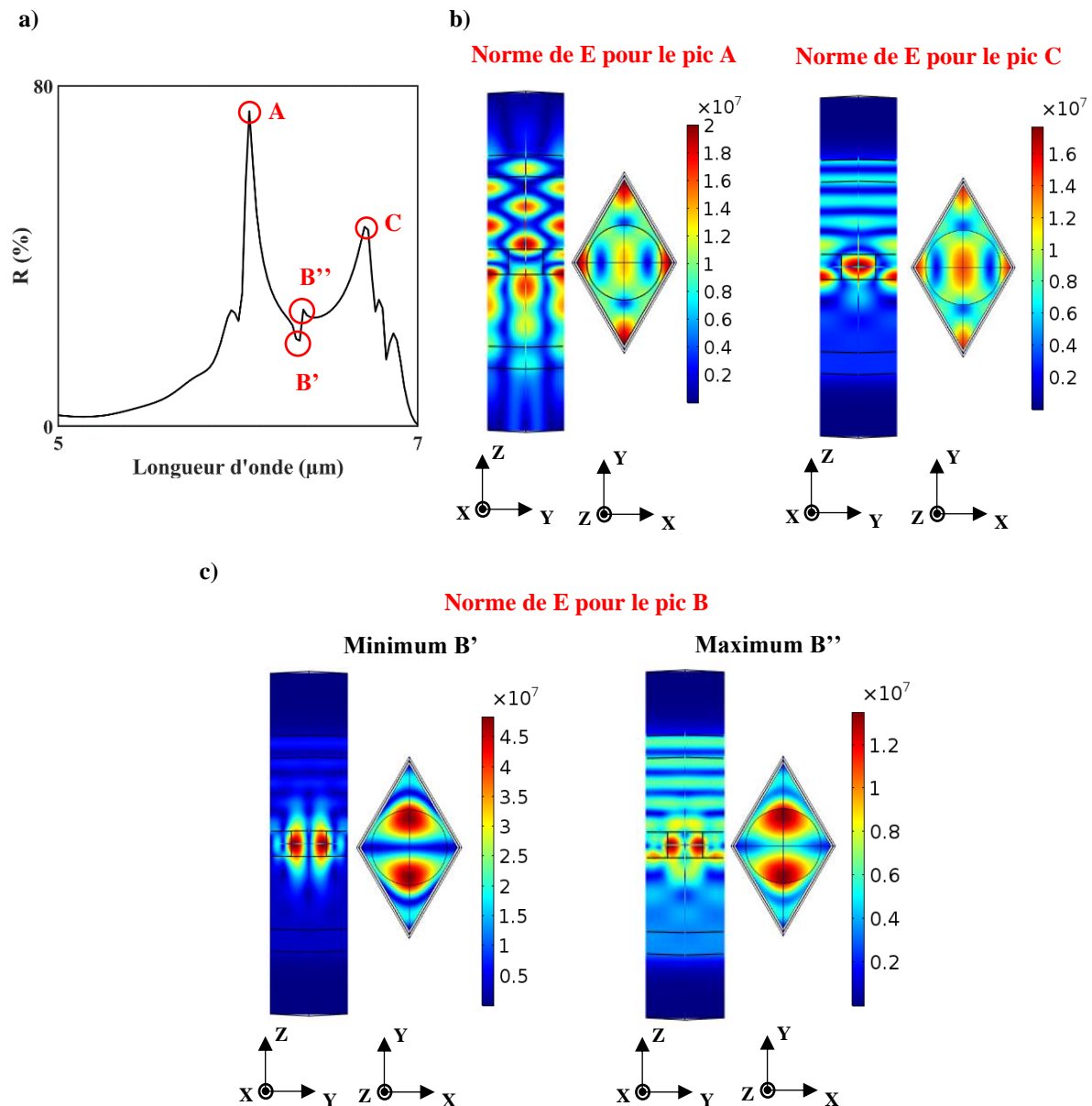


**Figure V.2** Coefficients de (a) réflexion, (b) transmission et (c) d'absorption pour une membrane de PE d'épaisseur  $h_I = 4 \mu\text{m}$  non structurée (en haut) et structurée (en bas) par des trous d'air de diamètre  $D_I = 5,5 \mu\text{m}$  selon un réseau triangulaire de période  $P_I = 7 \mu\text{m}$ .

La membrane PE précédente d'épaisseur  $h_I = 4 \mu\text{m}$  est maintenant percée par des trous d'air de diamètre  $D_I = 5,5 \mu\text{m}$  suivant un réseau triangulaire de période  $P_I = 7 \mu\text{m}$ . Les résultats de la simulation numérique par FEM sont présentés sur la deuxième ligne de la **figure V.2**. Nous retrouvons les deux pics d'absorption de PE autour de 7  $\mu\text{m}$  et 14  $\mu\text{m}$ . En comparaison avec la membrane non structurée, de nouveaux pics et creux apparaissent entre 5 et 7  $\mu\text{m}$  respectivement dans les spectres réflexion et de transmission. Dans le spectre d'absorption, on note une augmentation notable de celle-ci autour de 7  $\mu\text{m}$ , dépassant 50%. Sous incidence normale, nous avons démontré que la direction du champ électrique  $\mathbf{E}$  n'impactait pas la réponse optique de la membrane (voir **Annexe.C**). Dans tout ce qui suit, les calculs ont été fait pour un champ  $\mathbf{E}$  dirigé suivant l'axe Y.

Pour plus de lisibilité, la courbe de réflexion est agrandie sur la **figure V.3a**. Nous pouvons voir que la réflexion présente deux pics principaux (A et C) à  $6,06 \mu\text{m}$  et  $6,70 \mu\text{m}$ , et un pic étroit (B) à  $6,34 \mu\text{m}$ . Notons que parmi les 3 pics, A et C représentent la contribution la plus importante. Pour comprendre l'origine physique de l'effet de la structuration, nous avons calculé la distribution du module du champ électrique (E) aux longueurs d'onde de A, B et C (**figure V.3b-c**). Pour A et C, nous pouvons voir que l'onde plane venant du haut est faiblement transmise à travers la membrane. Ce comportement est associé à l'excitation d'un mode stationnaire qui appartient à la membrane de PE. Les deux pics hautement réfléchissants (A et C) correspondent à des modes guidés appartenant à la membrane de PE (**figure V.3b**). Par rapport au plan médian de la membrane, le premier mode est antisymétrique, le second symétrique.

Concernant le pic B, nous pouvons voir qu'il correspond à un mode fortement confiné à l'intérieur du trou d'air (**figure V.3c**). Nous pouvons noter que ce mode localisé, en interaction avec l'onde incidente propagative, donne lieu à un pic de forme asymétrique dans le spectre de réflexion. Ce type de phénomène d'interaction ondulatoire, connu sous le nom de résonance de Fano, a été introduit dans le **chapitre II** (voir la **section I.7**).

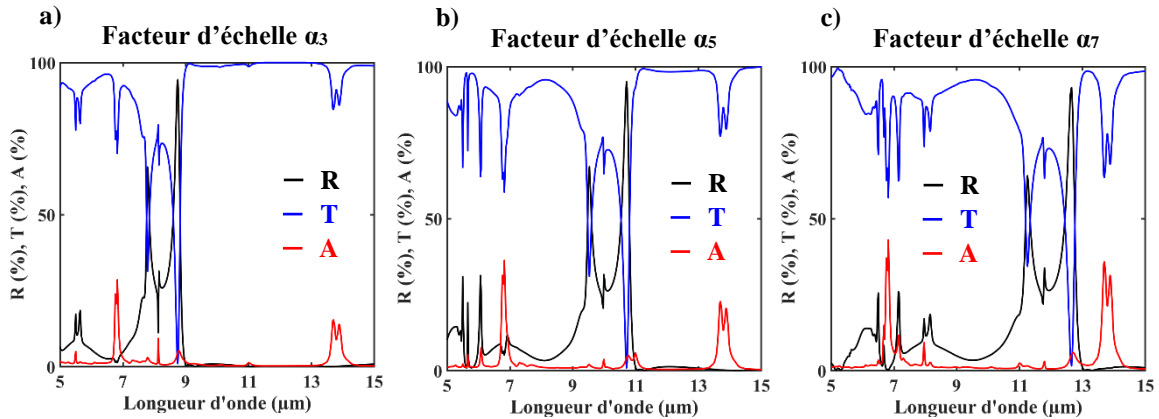


**Figure V.3** (a) Agrandissement de la courbe de réflexion représentée sur la **figure V.2a** dans la gamme 5-7  $\mu\text{m}$ . Cartes de la norme du champ E correspondant aux pics de réflexion (a) A, (b) B et (c) C dans le plan YZ (gauche) et XY (droite). L'onde plane incidente est placée en haut de la cellule élémentaire.

En résumé, la structuration photonique a induit un effet de diffusion de l'onde incidente à l'intérieur de la membrane. Avec l'ensemble des paramètres géométriques choisis ici, les effets de diffusion ont impacté à la fois la transmission, la réflexion et l'absorption dans la partie basse des longueurs d'onde du domaine MIR, c'est-à-dire autour de 6  $\mu\text{m}$ . Dans ce qui suit nous étudions l'influence des paramètres géométriques sur les propriétés photoniques démontrées dans cette section.

### I.2.1.2 Variation du facteur d'échelle $\alpha$

Pour étudier l'effet de  $\alpha$ , nous avons choisi  $\alpha_1$  comme référence et calculé les trois coefficients R, T et A pour  $\alpha_3$ ,  $\alpha_5$  et  $\alpha_7$ . Les résultats sont présentés **figure V.4**. Nous pouvons voir que lorsque  $\alpha$  augmente, l'effet de la structuration se décale vers les grandes longueurs d'onde. La variation de  $\alpha$  a ainsi permis de parcourir toute la gamme d'émissivité du corps humain, entre 5 et 15  $\mu\text{m}$ . Notons que l'absorption est peu affectée par la structuration.

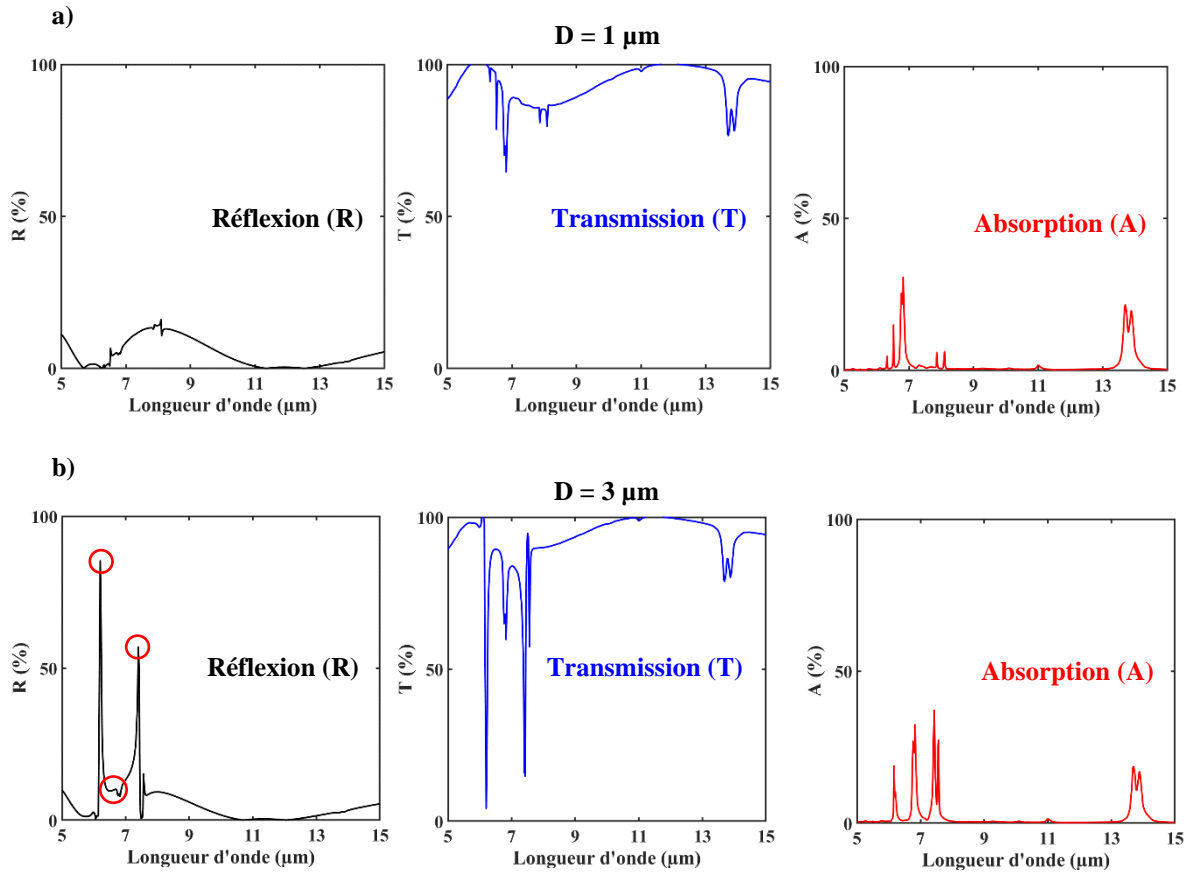


**Figure V.4** Evolution des coefficients de réflexion (courbe noir), de transmission (courbe bleue) et d'absorption (courbe rouge) en fonction de la longueur d'onde dans l'infrarouge moyen pour les facteurs d'échelle (a)  $\alpha_3$ , (b)  $\alpha_5$  et (c)  $\alpha_7$ .

Dans cette section, nous nous sommes intéressés à l'effet du facteur d'échelle  $\alpha_i$ , de manière globale. Dans ce qui suit, nous allons chercher à comprendre l'effet de chaque paramètre géométrique,  $P_i$ ,  $D_i$  et  $h_i$ , pris séparément à partir de la géométrie  $\alpha_1$  prise comme référence.

### I.2.1.3 Variation du diamètre D

Nous avons calculé les coefficients de réflexion, de transmission et d'absorption en fonction du diamètre D des trous d'air ( $h_1 = 4 \mu\text{m}$ ,  $P_1 = 7 \mu\text{m}$ ). La **figure V.5** représente l'évolution des coefficients R, T et A pour les diamètres de 1  $\mu\text{m}$  et de 3  $\mu\text{m}$ . Lorsque le diamètre est petit (1  $\mu\text{m}$ ), nous retrouvons le comportement d'une membrane non structurée (**figure V.5a**). Lorsque le diamètre augmente (3  $\mu\text{m}$ ), nous reproduisons le comportement de la membrane structurée avec les paramètres géométriques associés à  $\alpha_1$  (**figure V.5b**). Les trois pics A, B et C sont maintenant clairement dissociés les uns des autres dans les courbes de T et d'A.

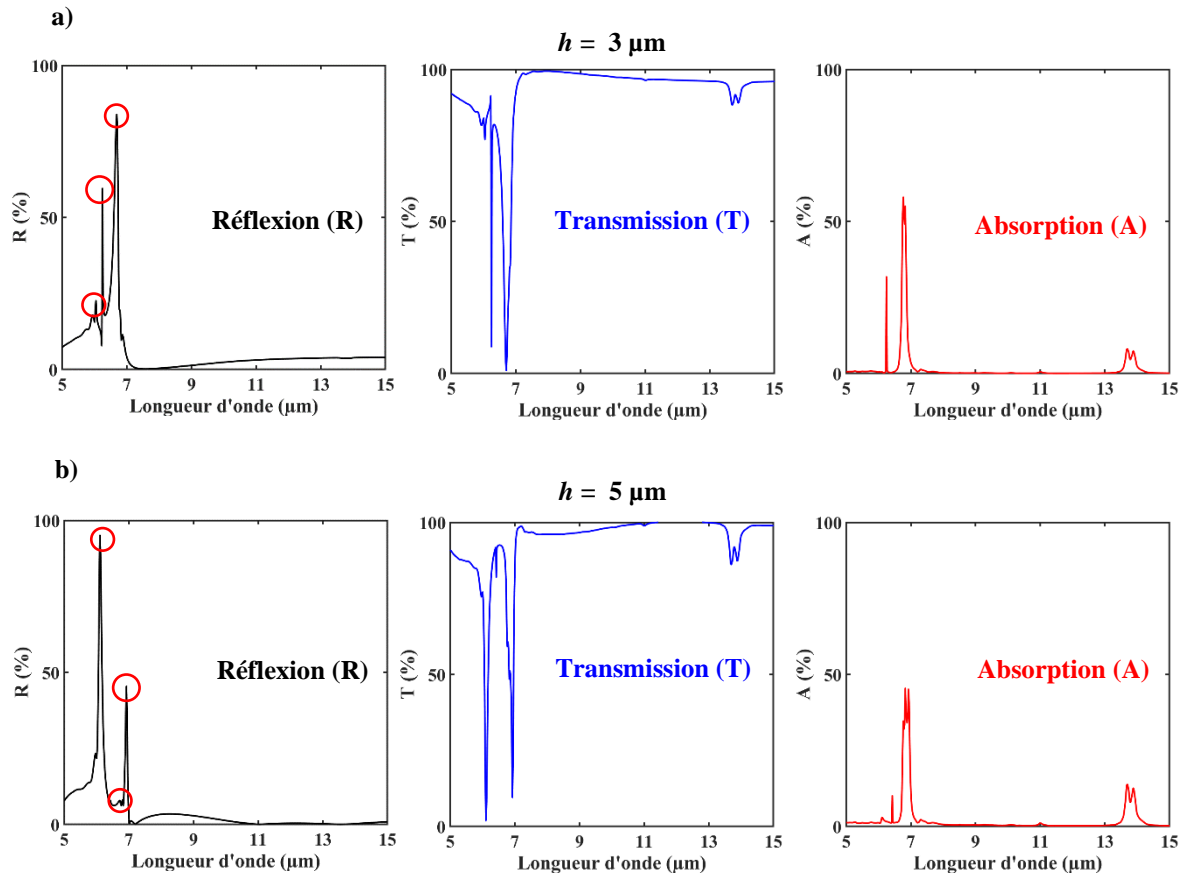


**Figure V.5** Coefficient de réflexion (courbe noire), de transmission (courbe bleue) et d'absorption (courbe rouge) pour une membrane structurée avec des trous d'air de diamètre (a)  $D = 1 \mu\text{m}$  et (b)  $D = 3 \mu\text{m}$ . L'épaisseur de la membrane est  $h_1 = 4 \mu\text{m}$  et la période du réseau est  $P_1 = 7 \mu\text{m}$ .

#### I.2.1.4 Variation de l'épaisseur $h$

Nous étudions maintenant l'effet de l'épaisseur de la membrane. En conservant  $D_1 = 5,5 \mu\text{m}$  et  $P_1 = 7 \mu\text{m}$ , nous avons fait varier les épaisseurs en prenant  $h = 3 \mu\text{m}$  et  $h = 5 \mu\text{m}$  (**figure V.6**).

Nous distinguons les trois pics de réflexion A, B et C (cercles rouges) avec des variations d'amplitude selon les épaisseurs. Par rapport à  $h_1 = 4 \mu\text{m}$ , la membrane fine ( $h = 3 \mu\text{m}$ ) présente une faible amplitude pour le pic A et une grande amplitude pour le pic B. Dans le cas d'une membrane épaisse ( $h = 5 \mu\text{m}$ ), l'amplitude de C diminue.



**Figure V.6** Coefficients de réflexion (courbe noir), de transmission (courbe bleue) et d'absorption (courbe rouge) pour une membrane d'épaisseur (a)  $h = 3 \mu\text{m}$  et (b)  $h = 5 \mu\text{m}$  ( $D_1 = 5,5 \mu\text{m}$ ,  $P_1 = 7 \mu\text{m}$ ).

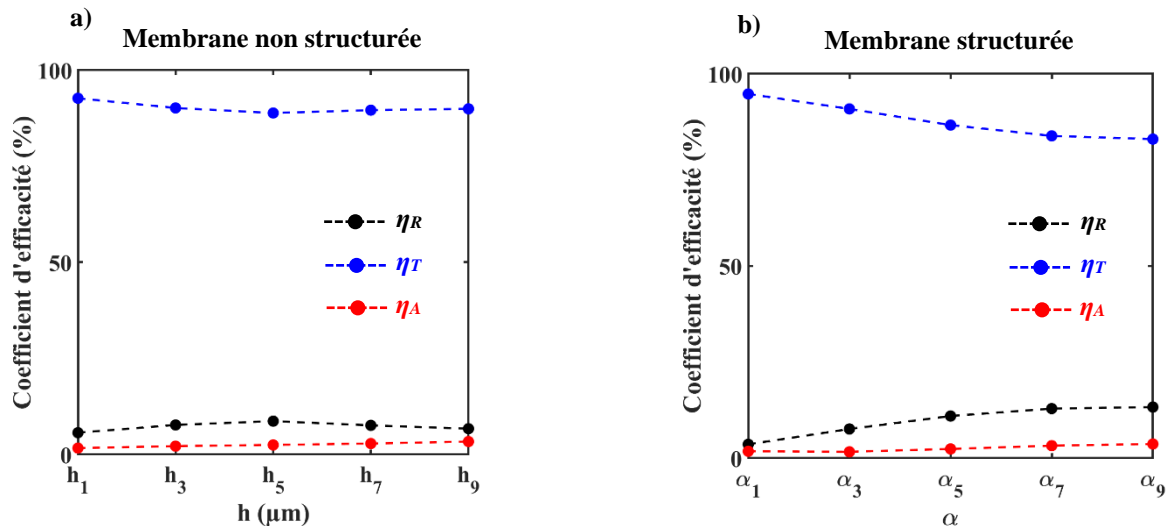
## I.2.2 Estimation quantitative de l'effet de la structuration

Pour quantifier l'effet de la structuration sur la membrane PE, nous avons évalué le coefficient d'efficacité  $\eta$  en fonction du facteur d'échelle  $\alpha$ . Les facteurs d'efficacité d'une membrane non structurée sont aussi calculés et pris comme référence.

La **figure V.7** représente l'évolution de  $\eta$  associée à R (noir), T (bleue) et A (rouge) pour une membrane non structurée en fonction de l'épaisseur  $h$  (**figure V.7a**) et une membrane structurée en fonction du facteur d'échelle  $\alpha$  (**figure V.7b**). Pour la membrane non structurée, les coefficients d'efficacité sont peu affectés par la variation de  $h$ . Lorsque la membrane PE est structurée par des trous d'air, nous pouvons voir que  $\eta_R$  passe de 3,5 % pour  $\alpha_1$  à 13 % pour  $\alpha_9$ ,  $\eta_T$  passe de 95 % pour  $\alpha_1$  à 83 % pour  $\alpha_9$  et  $\eta_A$  est constant, autour de 2,5 %. Ce comportement est cohérent avec le décalage des trois pics A, B et C vers les grandes longueurs d'onde (voir **figure V.4**). Par rapport à la membrane non structurée, l'effet de la structuration consiste donc à diminuer  $\eta_R$  et à augmenter  $\eta_T$ . Cependant, comparée à la membrane non structurée, la



réflexion à travers la membrane structurée peut être soit plus *petite* ( $\alpha \leq \alpha_3$ ), soit plus grande ( $\alpha > \alpha_3$ ). Le résultat opposé est obtenu pour la transmission.

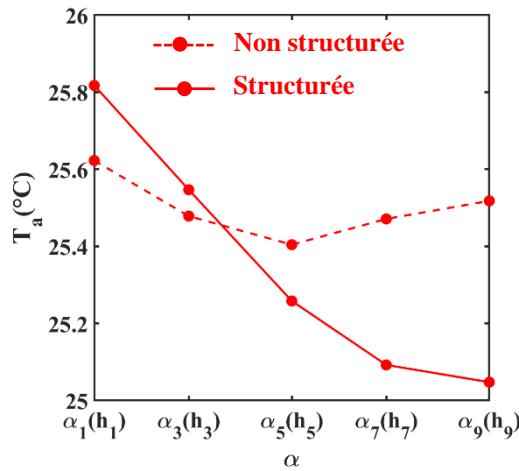


**Figure V.7** Evolution du coefficient d'efficacité associé à la réflexion  $\eta_R$  (point noir), à la transmission  $\eta_T$  (point bleu) et à l'absorption  $\eta_A$  (point rouge) en fonction de (a) l'épaisseur  $h$  pour une membrane non structurée et (b) le facteur d'échelle  $\alpha$  pour une membrane structurée.

### I.2.3 Analyse thermique de la membrane structurée

En utilisant le modèle thermique analytique développé dans le **chapitre II** (voir **section IV**), nous avons calculé la température ambiante  $T_a$  nécessaire pour maintenir le confort thermique ( $T_s = 34 \text{ °C}$ ) du corps humain.  $T_a$  est calculée pour une membrane située à 2 mm de la peau. Compte tenu des épaisseurs faibles des membranes, nous prendrons pour cette membrane structurée une conductivité thermique égale à celle du PE, c'est-à-dire en négligeant la présence des trous d'air.

La **figure V.8** représente l'évolution de la température ambiante requise,  $T_a$ , en fonction de l'épaisseur et du facteur d'échelle, respectivement pour une membrane non structurée (discontinue) et structurée (continue). Pour la membrane non structurée,  $T_a$  est quasiment constante autour  $25,5 \text{ °C}$  ( $\pm 0,1 \text{ °C}$ ). Ce comportement s'explique par les coefficients d'efficacité, faiblement affectés par la variation de l'épaisseur  $h$ . Lorsque la membrane est structurée, la température requise est soit supérieure avec  $T_a = 25,8 \text{ °C}$  pour  $\alpha_1$ , soit inférieure avec  $T_a = 25,1 \text{ °C}$  pour  $\alpha_9$ . Ce comportement est directement lié à la réflexion du rayonnement EM de la membrane qui, comme vu précédemment, est soit inférieure ( $\alpha \leq \alpha_3$ ), soit supérieure ( $\alpha > \alpha_3$ ) à celle de la membrane non structurée. Ceci conduit donc à une modulation de la température du microclimat.



**Figure V.8** Evolution de la température ambiante  $T_a$  nécessaire pour atteindre  $T_s = 34$  °C, en fonction de l'épaisseur  $h$  pour une membrane non structurée (discontinue) et du facteur d'échelle  $\alpha$  pour une membrane structurée (continue).

### I.3 Membrane photonique à base de polyimide (PI)

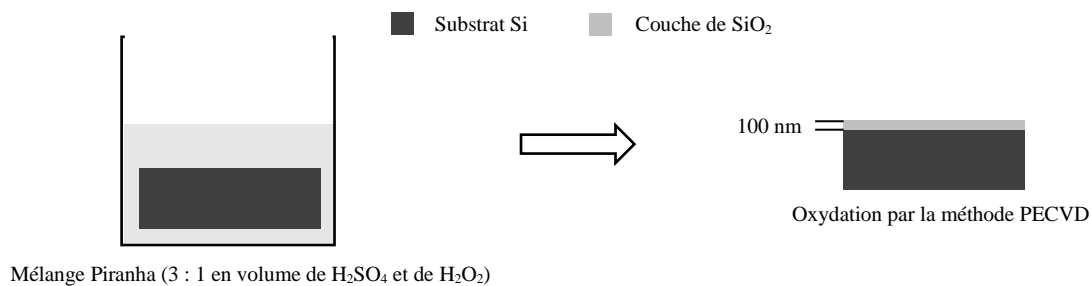
Avant d'envisager un transfert dans le milieu industriel, il est essentiel de démontrer expérimentalement les propriétés optiques et thermiques de la membrane photonique à l'échelle du laboratoire. Techniquement, il est compliqué de mettre en œuvre au laboratoire une structuration de membrane de PE. Nous nous sommes tournés vers un autre polymère, le polyimide (PI), également très utilisé dans l'industrie textile et qui présente l'avantage d'être photosensible et également connu dans la centrale de technologie de l'IEMN pour diverses applications, contrairement au PE [3]. Dans le MIR, le PI possède une partie réelle de l'indice de réfraction supérieure à celle du PE, conduisant à un contraste d'indice avec l'air plus important (voir **chapitre II**). Dans la partie suivante, nous allons étudier expérimentalement et théoriquement une membrane photonique à base de PI.

#### I.3.1 Fabrication de la membrane photonique

##### I.3.1.1 Préparation du substrat de dépôt

Avant de procéder au dépôt de la couche polymère, nous avons préparé le substrat de silicium (Si). La première étape consiste à nettoyer le substrat afin d'enlever les contaminants organiques à sa surface. Nous utilisons une solution de nettoyage *Piranha* qui est un mélange 3:1 en volume d'acide sulfurique ( $H_2SO_4$ ) et de peroxyde d'hydrogène ( $H_2O_2$ ).

Notre objectif est de réaliser une membrane de polyimide libre, facile à manipuler pour la caractériser optiquement et thermiquement. Pour cela, nous avons oxydé le substrat de Si avec une fine couche d'oxyde de silicium ( $\text{SiO}_2$ ) d'épaisseur 100 nm, ceci afin de limiter l'adhésion du polymère sur le Si. À la fin du processus de fabrication nous graverons la couche de  $\text{SiO}_2$  pour libérer la membrane de PI (voir **section I.3.1.4**). Pour déposer la couche de  $\text{SiO}_2$ , deux méthodes sont possibles, l'oxydation par la méthode PECVD (Plasma-Enhanced Chemical Vapor Deposition en anglais) ou oxydation thermique. Dans notre cas, nous avons utilisé la méthode PECVD. La **figure V.9** représente un schéma simplifié de l'étape de nettoyage et de dépôt de la couche de  $\text{SiO}_2$ .

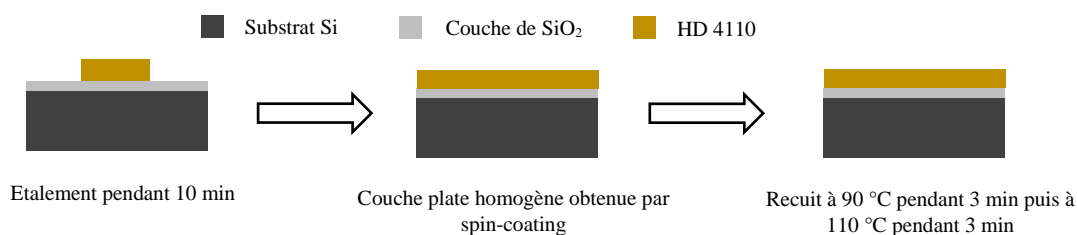


**Figure V.9** Préparation du substrat de Si. (*gauche*) Nettoyage par solution Piranha. (*droite*) Dépôt d'une couche de  $\text{SiO}_2$  par la méthode PECVD.

### I.3.1.2 Dépôt de la membrane de PI

Après la préparation du substrat, nous procédons au dépôt de la couche mince de PI. Nous avons utilisé le produit HD 4110 (de HD Microsystems<sup>TM</sup>) qui est un nouveau précurseur de polyimide photosensible négatif. Pour les paramètres de fabrication, nous nous sommes inspiré d'un document technique que nous avons optimisé pour l'adapter à notre situation [4].

Nous versons la résine HD 4110 sur le substrat oxydé et nous laissons le solvant s'étaler lentement pendant environ 10 min. Cette étape est très importante pour s'assurer que les petites bulles qui pourraient apparaître aient le temps de s'évaporer. Enfin, par la technique de spin-coating (voir **chapitre II**), suivie d'un recuit doux sur une plaque chauffante à 90 °C pendant 3 min puis à 110 °C pendant 3 min, nous obtenons une couche bien étalée et homogène (voir **figure V.10**).



**Figure V.10** Dépôt de la résine HD 4110 par spin-coating. (*gauche*) Etalement du HD 4110 sur le substrat pendant 10 min. (*milieu*) Couche d'épaisseur homogène obtenue par spin-coating. (*droite*) Recuit de la couche sur une plaque chauffante.

La vitesse de centrifugation et le temps déterminent l'épaisseur de la membrane obtenue. Nous avons obtenu quatre membranes d'épaisseurs différentes. Les paramètres utilisés pour obtenir ces épaisseurs sont résumés dans le **tableau V.2**. Les épaisseurs maximale et minimale que nous pouvons obtenir sont de 28  $\mu\text{m}$  et 13  $\mu\text{m}$  respectivement. Dans notre cas l'épaisseur choisie pour le processus de la structuration est 13  $\mu\text{m}$ .

Paramètres	Membrane 1	Membrane 2	Membrane 3	Membrane 4
Vitesse (RPM)	2000	2500	3000	4500
Temps (s)	30	30	30	30
Epaisseur ( $\mu\text{m}$ )	28	23	19	13

**Tableau V.2** Paramètres de dépôt du HD 4110 par spin-coating.

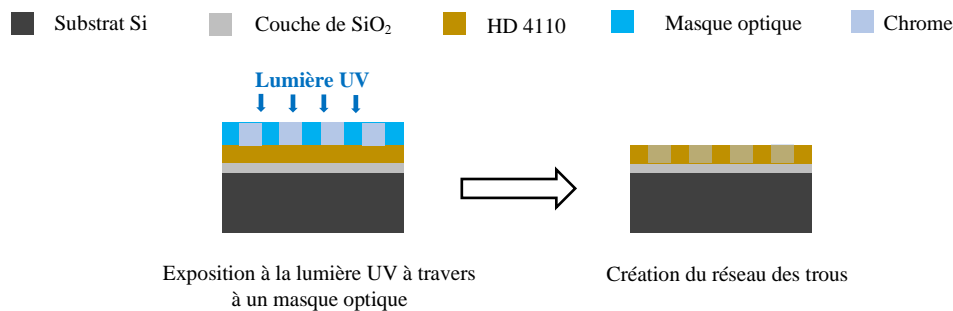
### I.3.1.3 Structuration de la membrane de PI

#### I.3.1.3.1 Exposition à la lumière UV

La série HD 4110 est une résine photosensible négative. Pour créer le réseau de trous, nous avons utilisé la technique de photolithographie. Ainsi, un masque optique en chrome a été utilisé comprenant un réseau de trous sur une surface circulaire de diamètre 2,3 cm. Ce masque a été appliqué sur la surface de la membrane HD 4110 d'épaisseur 13  $\mu\text{m}$  de sorte que seules les zones non masquées soient exposées à la lumière UV (365 nm) (voir **figure V.11**).

Dans notre cas, nous avons utilisé deux réseaux, le premier présente une période de 9  $\mu\text{m}$  et un diamètre des trous de 4  $\mu\text{m}$  et le deuxième une période de 12  $\mu\text{m}$  et un diamètre des trous de 7  $\mu\text{m}$  [5]. Les paramètres d'exposition sont très importants et doivent être choisis

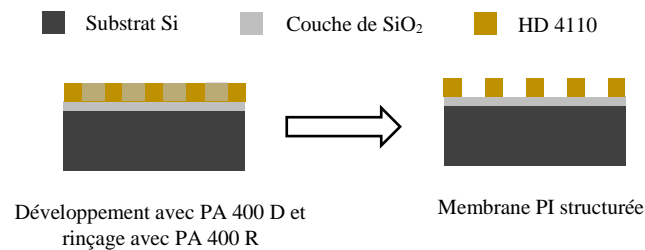
soigneusement. L'optimisation du temps d'insolation et le nombre de cycles d'exposition sont discutés dans la **section I.3.3**.



**Figure V.11** Processus de photolithographie. (*gauche*) Exposition de l'échantillon à la lumière UV à travers un masque optique en chrome. (*droite*) Création du réseau périodique de trous dans les zones protégées par le chrome. L'épaisseur de la membrane PI est de 13  $\mu\text{m}$ .

### I.3.1.3.2 Développement et rinçage

Après un nouveau recuit à 80 °C pendant 60 secondes, l'échantillon a été développé avec le révélateur PA 400 D pendant 5 minutes, suivi d'un rinçage avec PA 400 R pendant 2 minutes (voir **figure V.12**). Notons que nous avons remarqué que l'épaisseur de la membrane, après cette étape, dépendait du temps d'insolation UV (voir **section I.3.3**).



**Figure V.12** Processus de développement et de rinçage. (*gauche*) Développement et rinçage de l'échantillon dans une solution de PA 400 D et de PA 400 R respectivement. (*droite*) Membrane PI structurée par des trous d'air.

### I.3.1.3.3 Recuit dans un four tubulaire

Enfin, nous avons placé l'échantillon dans un four programmable sous environnement d'azote afin d'éviter l'incorporation de résidus dans la couche de polymère. Le four est programmé pour que la température augmente progressivement jusqu'à 200 °C avec un pas de 10 °C.min<sup>-1</sup>. Cette température est maintenue pendant 30 min, puis elle augmente de nouveau avec le même pas jusqu'à 310 °C pour être maintenue à cette température pendant 60 min. Après ce recuit, les épaisseurs des membranes diminuent. Le **tableau V.3** résume les nouvelles épaisseurs obtenues après le recuit dans le four pour une membrane de PI non structurée insolée

aux UV pendant environ 20 s. Nous remarquons que le recuit a diminué les épaisseurs d'un facteur de deux environ.

	Membrane 1	Membrane 2	Membrane 3	Membrane 4
Epaisseur ( $\mu\text{m}$ )	18	13	11	7

Tableau V.3 Epaisseurs des membranes après recuit dans le four tubulaire

### I.3.1.4 Libération de la membrane de PI

La dernière étape de processus de fabrication consiste à libérer la membrane de PI. Pour cela, nous gravons la couche de  $\text{SiO}_2$  sous la membrane par gravure chimique en utilisant l'acide hydrofluorique (HF). Nous immergeons l'échantillon dans la solution HF diluée pendant 1 min, puis nous rinçons dans l'eau. La membrane obtenue est séchée à température ambiante.

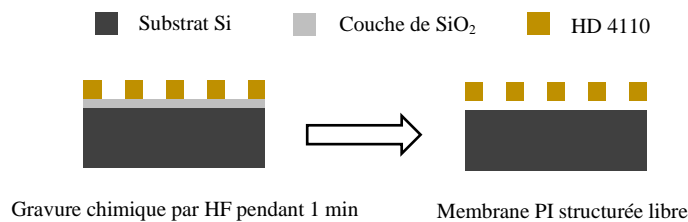


Figure V.13 Schéma de libération de la membrane par gravure chimique en utilisant l'acide hydrofluorique (HF) liquide.

## I.3.2 Caractérisation morphologique de la membrane photonique et discussions

### I.3.2.1 Avant la libération de la membrane

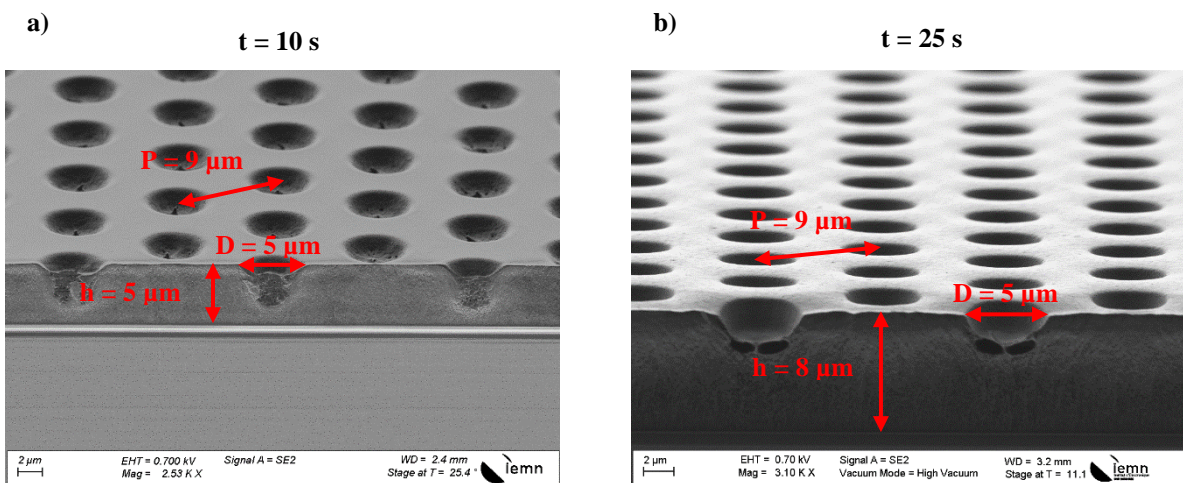
Dans cette section nous nous sommes intéressés à la caractérisation morphologique des échantillons fabriqués (après recuit dans le four). Les résultats sont discutés en fonction des paramètres d'exposition à la lumière UV.

La **figure V.14** représente les images MEB avant la libération de la membrane PI structurée obtenue avec le premier réseau ( $P = 9 \mu\text{m}$  et  $D = 4 \mu\text{m}$ ), pour deux temps d'exposition aux UV. Nous pouvons voir que pour les deux temps 10 s et 25 s, le diamètre  $D$  des trous et la période  $P$  du réseau obtenus correspondent bien aux paramètres du masque optique utilisé (premier réseau).

Dans le cas de  $t = 10$  s, nous pouvons voir sur la **figure V.14a** que plus de 70 % de l'épaisseur totale de la membrane a été révélée. En revanche le profil des trous est conique avec un diamètre de la deuxième base d'environ  $2 \mu\text{m}$ . Nous pouvons voir sur la **figure V.14b** le réseau des trous obtenu pour  $t = 25$  s. Comme pour  $t = 10$  s, les trous ne sont pas complètement ouverts et ils montrent un profil conique. En comparant avec  $t = 10$  s, nous pouvons remarquer que l'épaisseur de la membrane est d'environ  $8 \mu\text{m}$  au lieu de  $5,5 \mu\text{m}$ .

L'épaisseur des deux membranes avant l'étape de développement est la même, à savoir  $13 \mu\text{m}$ . Les deux échantillons ont été développés de la même manière et le recuit dans le four tubulaire est fait dans les mêmes conditions pour les deux échantillons. En conséquence, la différence d'épaisseur observée ne peut être liée qu'au temps d'insolation  $t$ . Nous pouvons déduire que plus l'échantillon est exposé aux UV, plus la matière non protégée devient insoluble dans PA 400 D, permettant de conserver la même épaisseur mesurée avant l'étape de développement.

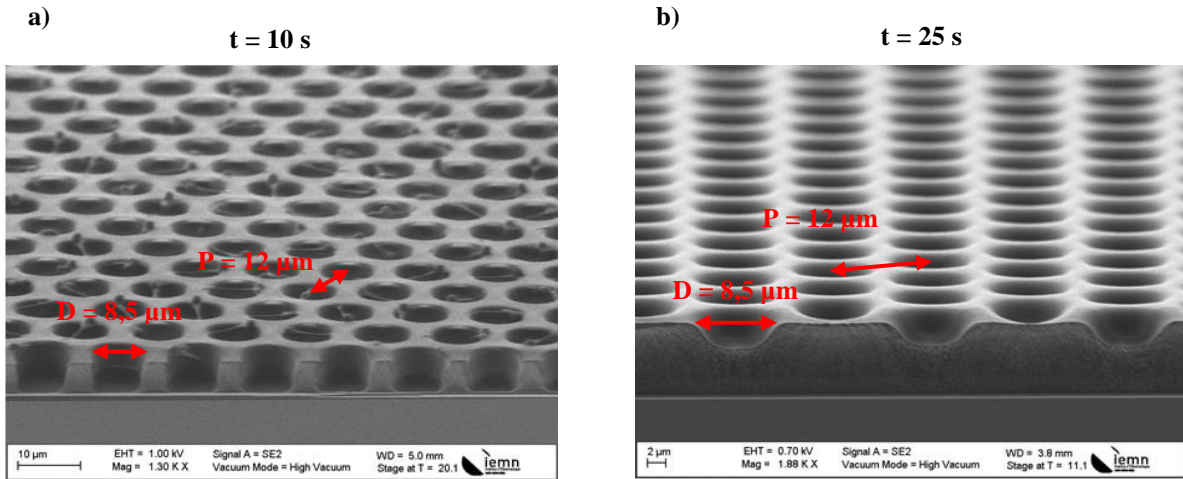
Pour expliquer la révélation incomplète et le profil des trous obtenus, nous avons posé l'hypothèse suivante : la taille des trous est trop faible, ce qui empêche la solution de développement de révéler la totalité de la matière contenante dans les trous, conduisant à une révélation incomplète et un profil des trous coniques.



**Figure V.14** Images MEB du réseau des trous avant la libération de la membrane PI en appliquant le premier réseau ( $P = 9 \mu\text{m}$  et  $D = 4 \mu\text{m}$ ) pour un temps d'exposition à la lumière UV de (a) 10 s et (b) 25 s.

Pour vérifier notre hypothèse, nous avons augmenté les paramètres géométriques du réseau des trous. La **figure V.15** représente les images MEB avant la libération de la membrane PI

structurée, obtenue avec le deuxième réseau ( $P = 12 \mu\text{m}$  et  $D = 7 \mu\text{m}$ ) pour les mêmes temps d'exposition aux UV que précédemment. Pour les deux temps d'insolation, la valeur de  $P = 12 \mu\text{m}$  et  $D = 7 \mu\text{m}$  est obtenue.



**Figure V.15** Images MEB du réseau des trous avant libération de la membrane de PI, dans le cas du deuxième réseau ( $P = 12 \mu\text{m}$  et  $D = 7 \mu\text{m}$ ) et pour un temps d'exposition à la lumière UV de (a) 10 s et (b) 25 s.

Pour  $t = 10 \text{ s}$ , nous pouvons voir sur la **figure V.15a** que les résultats sont améliorés par rapport au premier réseau (voir **figure V.14a**). Le profil des trous est proche d'un cylindre et la révélation est quasi-complète à l'exception de quelques résidus qui apparaissent sous forme des nanofibres. L'épaisseur de la membrane est de l'ordre de  $6,5 \mu\text{m}$ .

Pour  $t = 25 \text{ s}$ , la **figure V.15b** montre que moins de 50 % de la matière est révélée. La partie révélée présente de plus un profil conique. L'épaisseur de la membrane est de l'ordre de  $7 \mu\text{m}$ .

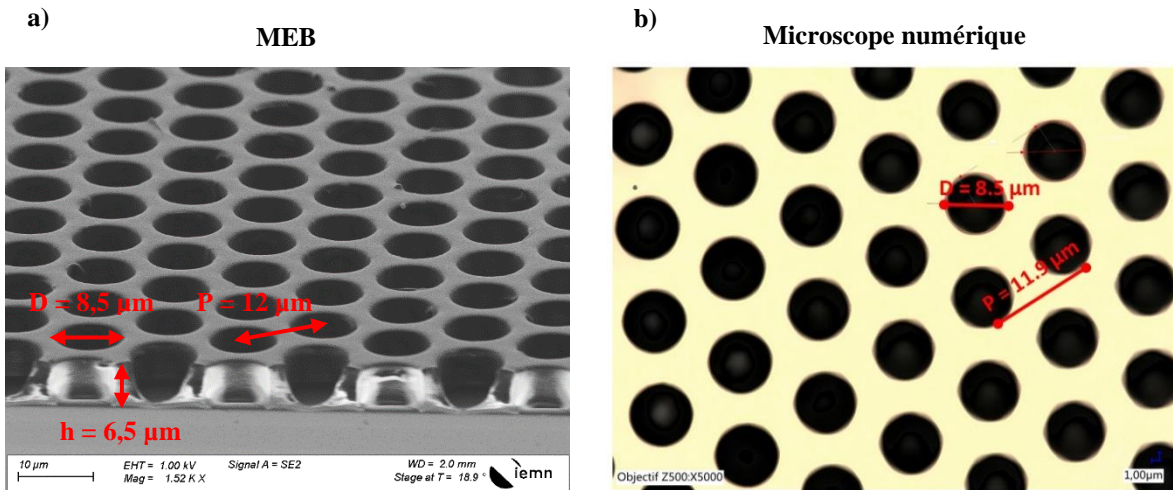
A partir de la discussion ci-dessus, nous pouvons confirmer que :

- l'épaisseur de la membrane est fortement liée au temps d'insolation.
- la taille des trous affecte le processus de révélation. Plus les trous sont grands, meilleure est la révélation avec un profil des trous proche de la forme du cylindre.
- le temps qui donne le meilleur résultat jusque-là est de 10 s mais il nécessite une optimisation.

Après l'optimisation, nous avons trouvé que les paramètres typiques de l'exposition étaient deux cycles de  $t = 5 \text{ s}$  séparé d'un temps de relaxation de 8 s. La **figure V.16** représente une caractérisation morphologique de la membrane photonique obtenue avant l'étape de libération.

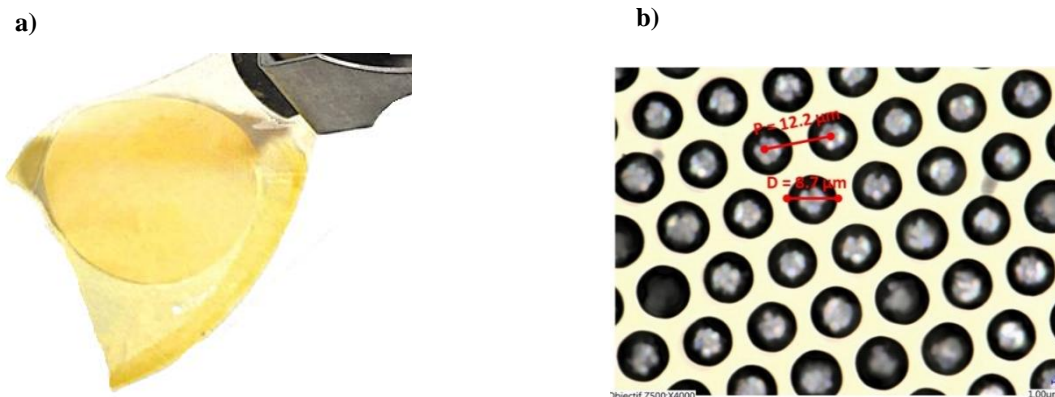


Les images MEB et la caractérisation par microscope numérique montrent que les trous obtenus sont des cylindres de diamètre  $D = 8,5 \mu\text{m}$  arrangés suivant un réseau triangulaire de période  $P = 12 \mu\text{m}$ . L'épaisseur de la membrane est de l'ordre  $6,5 \mu\text{m}$ .



### I.3.2.2 Après libération de la membrane

A la fin du processus, nous obtenons une membrane de couleur jaune comme le montre la **figure V.17a**. La **figure V.17b** représente une image de microscopie optique de la membrane photonique libérée du substrat de Si qui illustre le réseau triangulaire de trous de taille homogène.



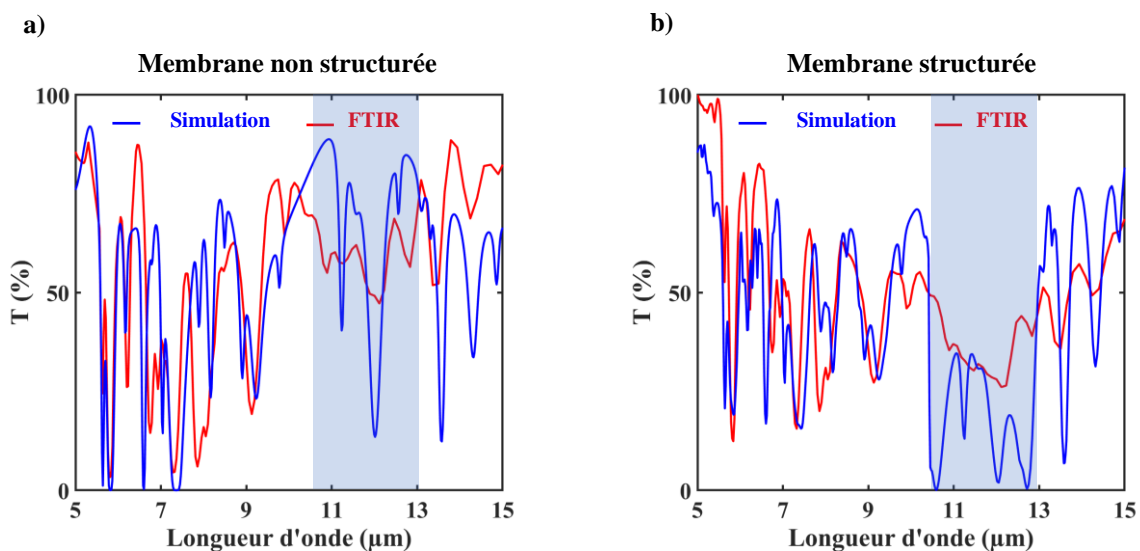
**Figure V.17** (a) Photographie de la membrane photonique après la libération. (b) Image par microscopie numérique de la membrane photonique après libération montrant l'arrangement des trous d'air.

### I.3.3 Caractérisation de l'effet de la structuration et discussions

#### I.3.3.1 Caractérisation par FTIR et comparaison avec FEM

Afin de démontrer les propriétés optiques de la membrane de PI et l'effet de la structuration, nous avons caractérisé, par spectrométrie FTIR, les membranes fabriquées. Nous avons mesuré le coefficient de transmission  $T$  de la membrane non structurée et de la membrane photonique de même épaisseur dans la gamme 5-15  $\mu\text{m}$ . Pour discuter les résultats obtenus, nous avons simulé numériquement le coefficient  $T$  pour les deux membranes et avons comparé les spectres avec les mesures.

La **figure V.18** représente le coefficient de transmission  $T$  dans la gamme 5-15  $\mu\text{m}$  simulé (courbe bleue) et mesuré (courbe rouge) pour une membrane (a) non structurée et (b) structurée.



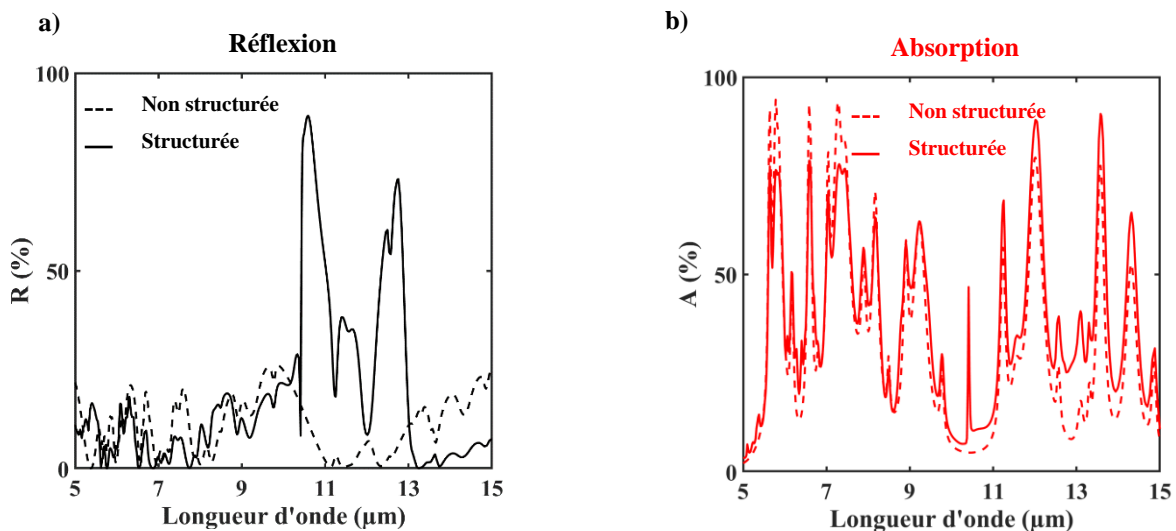
**Figure V.18** Coefficient de transmission simulé (courbe bleue) et mesuré (courbe rouge) pour (a) une membrane PI non structurée et (b) structurée avec les paramètres géométriques :  $h = 6,5 \mu\text{m}$ ,  $D = 8,5 \mu\text{m}$  et  $P = 12 \mu\text{m}$ . La partie hachurée en bleu montre la gamme de longueur d'onde où se produit l'effet de la structuration.

Un bon accord est observé entre la simulation et les mesures FTIR. Pour la membrane non structurée, les minimums de transmission sur toute la gamme 5-15  $\mu\text{m}$  sont dus aux pics d'absorption du PI (**figure V.18a**). Un décalage d'amplitude de certains pics est observé entre la simulation et les mesures. Ce décalage d'amplitude observé peut être expliqué par la différence de structure moléculaire entre HD 4110 et les types de PI étudiés dans la littérature dont les paramètres ont été repris pour les simulations. Une mesure des indices de réfraction par ellipsométrie optique permettrait probablement d'améliorer ce résultat. La **figure V.18b** représente le coefficient  $T$  pour une membrane de même épaisseur mais structurée par des trous

d'air de diamètre  $D = 8,5 \mu\text{m}$ , suivant un réseau triangulaire de période  $P = 12 \mu\text{m}$ . Comme prévu par la simulation numérique, l'effet de la structuration qui consiste à diminuer la transmission apparaît dans la gamme de longueur d'onde 10-13  $\mu\text{m}$  (partie hachurée en bleu).

Pour analyser l'origine de l'effet de la structuration sur la transmission, nous comparons les coefficients  $R$  et  $A$  simulés de la membrane photonique avec ceux de la membrane non structurée.

La **figure V.19** représente les coefficients simulés  $R$  (**figure V.19a**) et  $A$  (**figure V.19b**) pour la membrane sans structuration (courbe discontinue) et pour la membrane photonique (courbe continue). Nous pouvons voir que la diminution de  $T$  dans la gamme 10-13  $\mu\text{m}$  due à la structuration est principalement la conséquence d'apparition des nouveaux pics de  $R$  dans cette même gamme. Tandis que l'absorption est peu affectée par la structuration.

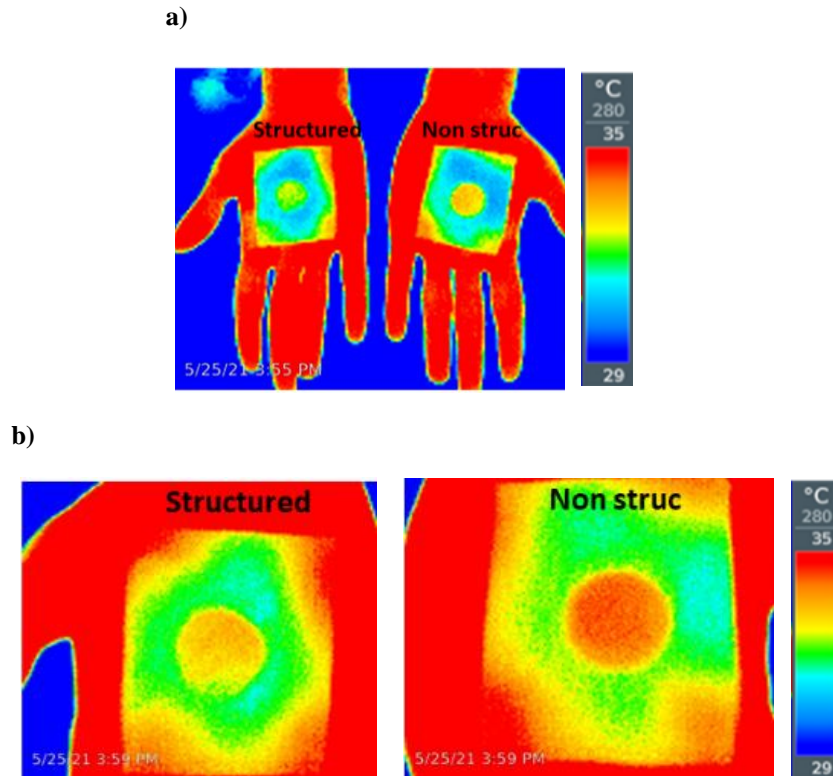


**Figure V.19** Coefficient (a) de réflexion et (b) d'absorption simulés pour la membrane de PI non structurée d'épaisseur  $h = 6,5 \mu\text{m}$  (courbe discontinue) et la membrane de PI structurée avec les paramètres géométriques :  $h = 6,5 \mu\text{m}$ ,  $D = 8,5 \mu\text{m}$  et  $P = 12 \mu\text{m}$ .

### I.3.3.2 Caractérisation par caméra thermique

Nous avons démontré par simulation numérique et par les mesures FTIR que la structuration diminuait la transmission des rayonnements infrarouges à travers la membrane de PI. Dans cette section, nous proposons de caractériser qualitativement la transmission des radiations thermiques émises par le corps humain à travers la membrane PI structurée ou non. La **figure V.20** représente les images thermiques des deux membranes déposées sur la main. Nous pouvons voir, sur l'image agrandie de droite, que la membrane structurée montre une couleur plus froide (à gauche) que la membrane non structurée (à droite). Ceci signifie que la caméra

thermique reçoit moins de radiations thermiques dans le cas d'une membrane structurée. Par conséquent, la structuration affecte la transmission des radiations thermique émises par la main, conduisant à une diminution des pertes de chaleur par radiation vers le milieu extérieur.



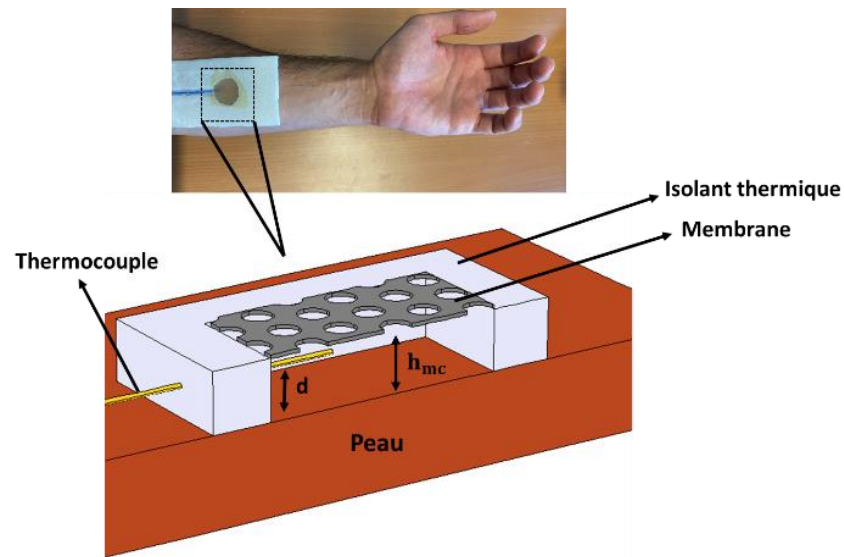
**Figure V.20** Images thermiques d'une membrane photonique PI structurée (à gauche) et non structurée (à droite) prise par une caméra thermique à une distance de (a) 30 cm et (b) 10 cm.

### I.3.3.3 Caractérisation par thermocouple type K et comparaison avec le modèle thermique analytique

Dans cette section, nous démontrons quantitativement les performances de réchauffement de la membrane photonique. Pour cela, nous mesurons à l'aide d'un thermocouple de type K la température au sein du microclimat lorsque la membrane de PI recouvre une partie du bras. Toutes les mesures ont été faites dans un environnement à température ambiante de 25 °C.

La **figure V.21** représente une photographie et un schéma simplifié du processus de mesure réalisé. Nous déposons la membrane PI sur un support percé au centre. Le support est une plaque isolante du point de vue thermique. L'épaisseur de la plaque, de 2 mm, permet de reproduire l'espace d'air entre la membrane et la peau correspondant au microclimat. Notons  $h_{mc}$  l'épaisseur du microclimat et  $d$  la distance entre la peau et le thermocouple. Les mesures

ont été effectuées dans le microclimat en évitant le contact avec la surface interne de la membrane et de la peau.



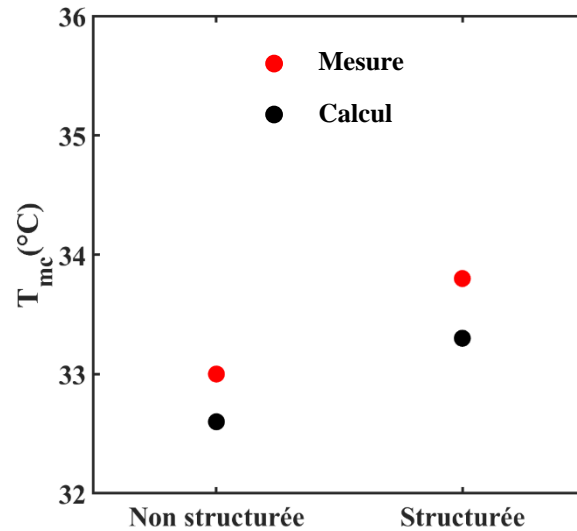
**Figure V.21** Représentation schématique du montage de mesure utilisé pour mesurer la température au sein du microclimat. Le montage est composé d'un thermocouple de type K et d'une plaque isolante percée.

Théoriquement, nous avons utilisé le modèle thermique analytique détaillé au **chapitre II** pour calculer la température de la face interne de la membrane,  $T_l$ , et celle de la peau,  $T_s$ , pour une température ambiante de 25 °C. Ensuite, nous en déduisons la température au sein du microclimat,  $T_{mc}$ , pour une distance donnée  $d$  de la peau, en appliquant l'équation suivante, issue de la conservation du flux thermique conductif :

$$T_{mc} = T_s \left(1 - \frac{d}{h_{mc}}\right) + T_l \frac{d}{h_{mc}} \quad \text{V.1}$$

La **figure V.22** représente les résultats du calcul analytique (point noir) et de la mesure (point rouge) obtenus pour une épaisseur du microclimat  $h_{mc} = 2$  mm. Le thermocouple est placé à la distance  $d = 1,6$  mm de la peau. À la fois du point de vue théorique et expérimental, nous avons obtenu l'augmentation de la température  $T_{mc}$  d'environ 0,8 °C lorsque la membrane était structurée. Un écart de 0,4°C est systématiquement observé entre le calcul analytique et les mesures. Cet écart peut être lié à plusieurs paramètres : le flux métabolique, la position du thermocouple dans le microclimat, l'écart de la réponse optique observé précédemment (voir **figure V.18**).

A partir de l'équation V.1, on voit que  $T_{mc}$  peut être modifiée par la température  $T_s$ . Or,  $T_s$  peut augmenter par apport de réflexion dû à la structuration qui renvoie les radiations thermiques vers la peau. Ensuite, par conduction thermique au sein du microclimat, la température  $T_{mc}$  augmente.



**Figure V.22** Température  $T_{mc}$  au sein du microclimat calculée (point noir) et mesurée (point rouge), pour  $h_{mc} = 2$  mm (thermocouple placé à une distance  $d = 1,6$  mm) pour la membrane PI non structurée et structurée.

En résumé nous avons étudié des membranes photoniques à base de PE et de PI. Nous avons démontré qu'en bénéficiant des propriétés d'un cristal photonique, la réflexion et la transmission peuvent être modulées dans la gamme 5-15  $\mu\text{m}$ . En augmentant la réflexion au profit de la transmission, la membrane photonique à base de PI est capable de contrôler la température au sein du microclimat de plus de 0,8 °C.

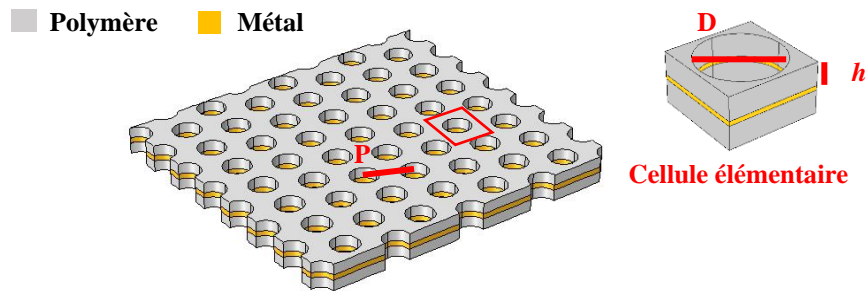
La membrane photonique étudiée dans cette première partie est capable de moduler R et T sur une bande étroite de longueurs d'onde. Dans la deuxième partie nous présentons théoriquement une structure capable de moduler la transmission sur une large bande de longueurs d'onde.

## II. Structure photonique de type membrane-métal-membrane

### II.1 Géométrie et matériaux

La géométrie de la structure étudiée est présentée sur la **figure V.23**. La structure est composée d'une couche métallique ultra-mince prise en sandwich entre deux membranes

polymères de même épaisseur  $h$ . Comme la structure étudiée dans la première partie, l'ensemble de la structure est percé par des trous d'air de diamètre  $D$ , suivant un réseau triangulaire de période  $P$ . Les valeurs de  $h$ ,  $D$  et  $P$  sont les mêmes que dans le cas de la membrane photonique (voir **tableau V.1**). Nous utiliserons les mêmes facteurs d'échelle que pour la membrane photonique.



**Figure V.23** Géométrie de la structure constituée d'un film métallique en sandwich entre deux membranes polymères de même épaisseur  $h$ . L'ensemble est percé par des trous d'air de diamètre  $D$  suivant un réseau périodique triangulaire de période  $P$ .

Dans cette partie, nous proposons une étude théorique générale sans viser ni un polymère ni un métal précis. Pour la simulation numérique, nous prenons un polymère d'indice de réfraction réel  $n = 1,5$  dans la gamme 5-15  $\mu\text{m}$ . Notons que la même étude peut être faite sur un polymère réel à condition qu'il soit transparent dans le moyen infrarouge (PE par exemple). Le rôle du métal dans la structure est de réfléchir la totalité des rayonnements qui arrivent à sa surface dans la gamme 5-15  $\mu\text{m}$ . Par conséquent, tous les métaux sont acceptés pour notre étude. Pour simplifier l'étude, nous proposons de remplacer le film métallique par la condition numérique de conducteur électrique parfait (PEC) qui produit une réflexion totale de l'onde électromagnétique incidente.

## II.2 Propriétés optiques dans la gamme 5-15 $\mu\text{m}$

### II.2.1 Combinaison de l'effet du métal et de la structuration

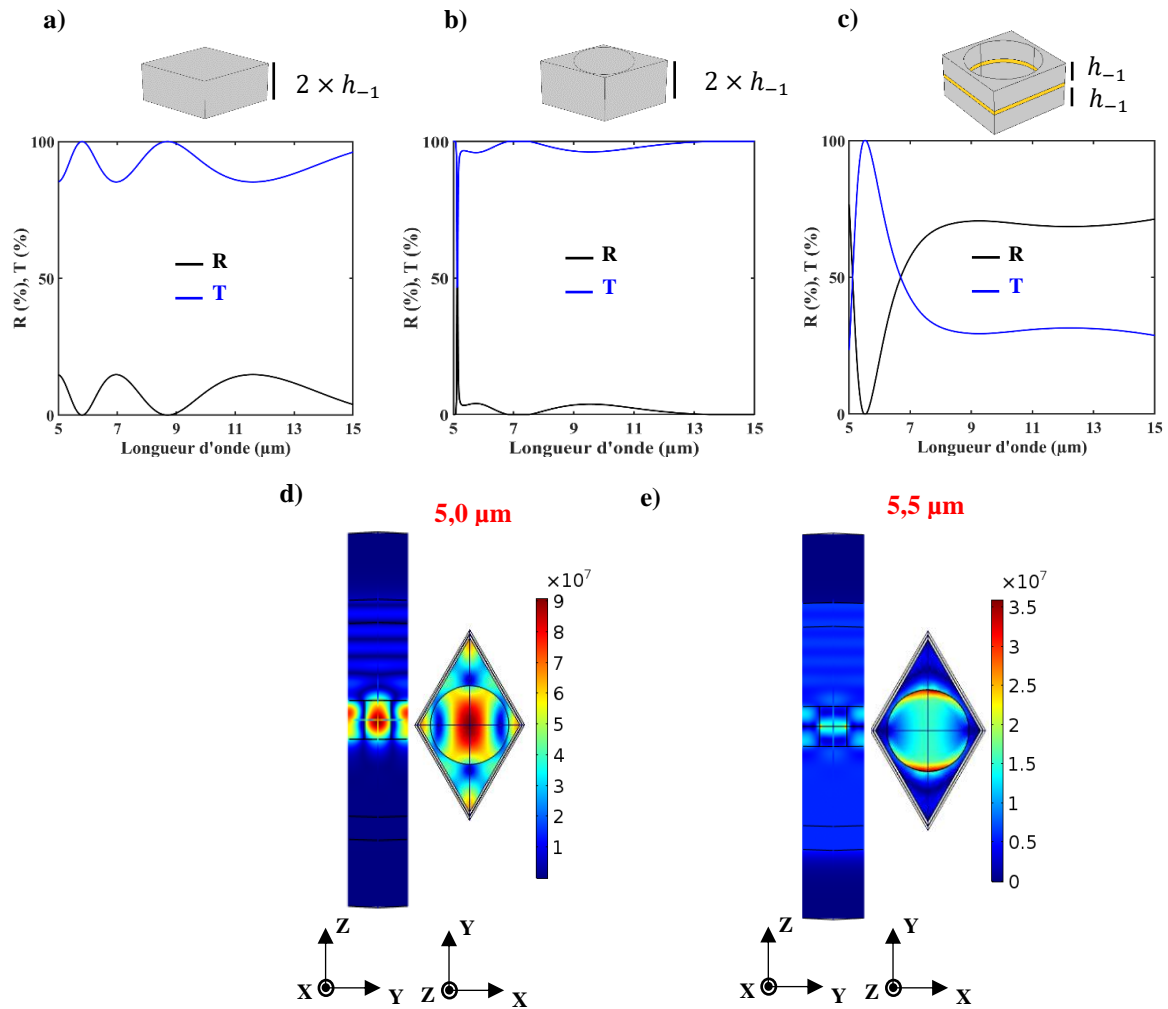
Dans cette partie nous démontrons l'effet résultant de la combinaison des propriétés réfléchissantes du métal et de la structuration périodique. Nous prendrons comme référence une membrane d'épaisseur  $h = 2 \times h_{-1}$  (avec  $h_{-1} = 2,9 \mu\text{m}$ , voir **tableau V.1**). Pour démontrer l'effet de la structuration, la membrane précédente est structurée par des trous d'air de diamètre  $D_{-1} = 3,9 \mu\text{m}$  suivant un réseau triangulaire de période  $P_{-1} = 5 \mu\text{m}$ . Pour démontrer l'effet de la combinaison du métal et de la structuration, nous considérons la géométrie membrane-métal-membrane structurée représentée **figure V.23**.

La **figure V.24** représente le coefficient R (courbe noire) et T (courbe bleue) pour la membrane d'épaisseur  $h$  (**figure V.24a**), la membrane d'épaisseur  $h$  structurée (**figure V.24b**) et la membrane-métal-membrane structurée (**figure V.24c**). Nous pouvons voir que la membrane simple est très transparente et présente des oscillations de type Pérot-Fabry. Lorsque cette membrane est structurée par des trous d'air, nous remarquons qu'un pic sélectif de réflexion apparaît autour de la longueur d'onde  $5 \mu\text{m}$ , et reste transparente aux autres longueurs d'onde. Lorsqu'une couche métallique percée est ajoutée (membrane-métal-membrane structurée), nous remarquons qu'une large bande de transmission d'amplitude élevée apparaît, recouvrant la gamme  $5\text{-}7 \mu\text{m}$  (**figure V.24c**). Au-delà de  $7 \mu\text{m}$ , la structure réfléchit plus de 50% du signal.

Pour comprendre l'origine du pic de réflexion dans le cas de la membrane photonique, nous avons représenté la distribution de la norme du E à la longueur d'onde  $5 \mu\text{m}$  (**figure V.24d**). La carte de champ E montre un mode guidé de la membrane comme nous avons pu le voir précédemment dans le cas de la membrane de PE structurée (pic C, **figure V.3b**).

Nous avons analysé de la même manière l'origine de la bande de transmission observée dans le cas de la structure membrane-métal-membrane. La **figure V.24e** montre la carte de champ E à la longueur d'onde de  $5,5 \mu\text{m}$ , correspondant au maximum de transmission. À l'interface polymère-métal, nous pouvons voir que E est intense à l'intérieur du trou d'air. Pour aller plus loin dans la compréhension de ce phénomène, une étude des courbes de dispersion et des comportements en fonction des paramètres géométriques s'avère nécessaire.



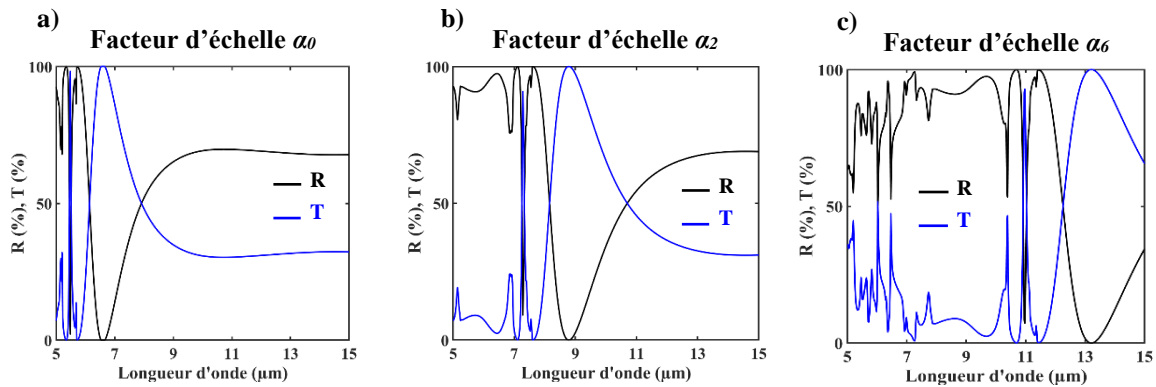


**Figure V.24** Coefficient de réflexion (courbe noire) et de transmission (courbe bleue) pour une membrane (a) non structurée, (b) structurée et (c) une membrane-métal-membrane structurée. Carte de la norme du champ E correspondant (d) au pic de réflexion à  $5 \mu\text{m}$  pour la membrane structurée et (e) au maximum de la bande de transmission autour de  $5.5 \mu\text{m}$ .

## II.2.2 Effet du facteur d'échelle $\alpha$

La **figure V.25** représente R (courbe noire) et T (courbe bleue) pour les facteurs d'échelle  $\alpha_0$ ,  $\alpha_2$  et  $\alpha_6$ . Par rapport à  $\alpha_{-1}$ , nous pouvons voir que la bande de transmission se déplace vers les longueurs d'onde supérieures. Pour  $\alpha < \alpha_2$  la structure présente une bande de transmission en dehors de la zone d'émission du corps humain. Par conséquent, elle réfléchit plus de 60 % des radiations du corps humain. Quand  $\alpha = \alpha_2$ , nous remarquons que la bande de transmission se décale et atteint le maximum d'émissivité du corps humain, à savoir  $9,5 \mu\text{m}$ . Dans ce cas, une grande partie des radiations EM sera transmise vers l'environnement. Lorsque  $\alpha > \alpha_2$ , la bande de transmission s'éloigne de nouveau du pic d'émissivité ( $9,5 \mu\text{m}$ ) par les valeurs supérieures. Par une modulation de sa structuration, la membrane est capable de contrôler de

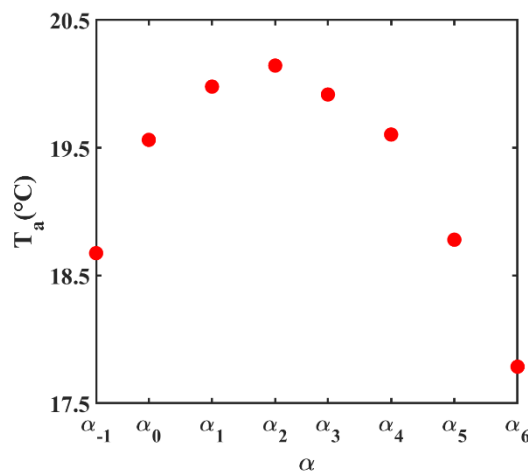
façon continue la transmission des radiations EM du corps humain, en passant par un maximum à  $9,5 \mu\text{m}$ .



**Figure V.25** Evolution des coefficients de réflexion (courbe noir) et transmission (courbe bleue) en fonction de la longueur d'onde dans l'infrarouge moyen pour les facteurs d'échelle (a)  $\alpha_0$ , (b)  $\alpha_2$  et (c)  $\alpha_6$ .

### II.3 Analyse thermique

Afin de déterminer les performances de thermorégulation de la structure membrane-métal-membrane percée, nous avons calculé la température ambiante  $T_a$  demandée pour maintenir le confort thermique ( $T_s = 34 \text{ }^\circ\text{C}$ ). La **figure V.26** représente  $T_a$  en fonction du facteur d'échelle  $\alpha$  variant de  $\alpha_{-1}$  jusqu'à  $\alpha_6$ .



**Figure V.26** Evolution de la température ambiante  $T_a$  nécessaire pour maintenir le confort thermique en fonction du facteur d'échelle  $\alpha$ .  $\alpha$  varie de  $\alpha_{-1}$  à  $\alpha_6$ .

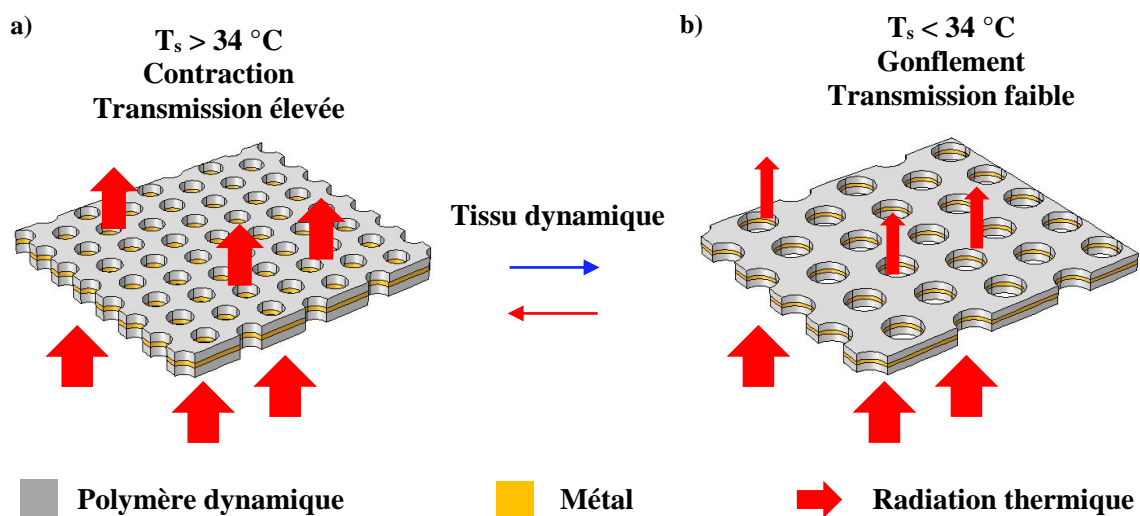
L'allure de la courbe obtenue est corrélée à la position de la bande de transmission dans la gamme  $5\text{-}15 \mu\text{m}$  selon le facteur d'échelle. Plus la bande de transmission est proche du pic

d'émissivité du corps humain plus les pertes de chaleur radiative sont importantes et les besoins énergétiques extérieures (température de la pièce  $T_a$ ) nécessaires pour maintenir le confort thermique. Le facteur d'échelle  $\alpha_2$  correspond à la valeur maximale de  $T_a$  car la bande de transmission se situe autour du pic d'émissivité du corps humain. Pour  $\alpha < \alpha_2$ , la structure est capable de maintenir le confort thermique entre 18,6 °C et 20,4 °C. Tandis que pour  $\alpha > \alpha_2$ , le confort thermique est maintenu entre 17,6 °C et 20,4 °C.

#### II.4 Illustration du fonctionnement d'un tissu thermorégulateur dynamique

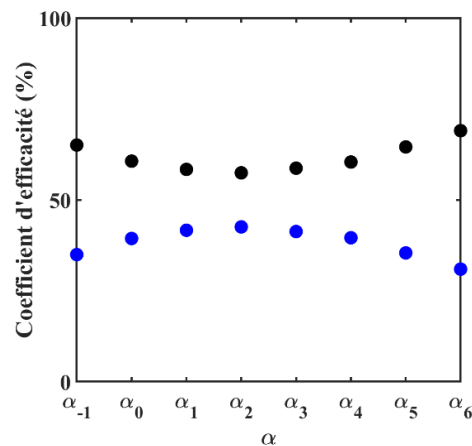
Sur la base des résultats discutés ci-dessus, nous proposons dans cette dernière partie de décrire le principe de fonctionnement d'une membrane thermorégulatrice dynamique sensible à la température. Pour cela, nous nous appuyons sur les comportements de la structure membrane-métal-membrane obtenus dans la section précédente.

Le Poly(N-isopropylacrylamide) (PNIPAM) se caractérise par une température critique autour de la température du confort du corps humain 34 °C. Ce polymère n'est pas connu au niveau de notre laboratoire IEMN et a été introduit par nos partenaires de l'Université de Mons dans le cadre du projet PHOTONITEX. Le PNIPAM possède une partie réelle de l'indice de réfraction autour de 1,5 dans la gamme 5-15  $\mu\text{m}$ . Le PNIPAM est un polymère thermosensible qui se caractérise par une contraction lorsque la température passe au-dessus de 34°C et un gonflement lorsque la température passe en dessous de 34°C. Compte tenu de ce comportement, nous définissons (**figure V.27**) le sens '*refroidissement*' dans lequel le réseau de trou diminue (contraction) et le sens '*réchauffement*' dans lequel la taille du réseau augmente.



**Figure V.27** Mécanisme de fonctionnement du tissu dynamique en configuration (a) réchauffement et (b) refroidissement.

Prenons  $\alpha_4$  comme géométrie initiale du tissu. Supposons qu'un individu habillé de ce tissu se trouve dans une pièce où la température ambiante est autour de 19,5 °C. L'individu se trouve dans un état du confort thermique à 34°C (**figure V.26**). Supposons une augmentation soudaine de la température de la peau. Dans ce cas, le PNIPAM se contracte et la taille du réseau diminue ( $\alpha < \alpha_4$ ). La **figure V.28** reporte les coefficients d'efficacité en transmission et en réflexion. Lorsque le réseau diminue en dessous de  $\alpha_4$ , la transmission EM augmente car la bande de transmission se rapproche du pic d'émissivité du corps humain conduisant à un refroidissement du tissu. Dans le cas contraire, si  $T_s$  diminue, le tissu se dilate ( $\alpha > \alpha_4$ ), la transmission diminue, le tissu se réchauffe et le corps humain retrouve sa zone de confort thermique.



**Figure V.28** Evolution du coefficient d'efficacité associé à la réflexion  $\eta_R$  (point noir) et à la transmission  $\eta_T$  (point bleu) en fonction du facteur d'échelle  $\alpha$ .  $\alpha$  varie de  $\alpha_{-1}$  à  $\alpha_6$ .

Dans cette partie nous avons étudié une structure percée de type membrane-métal-membrane. Il s'agit d'un transfert de l'idée de la structuration par des trous d'air appliquée à une membrane simple vers une structure multicouche. Cette structure nécessite une étude approfondie pour déterminer l'effet des différents paramètres géométrique et faire un démonstrateur expérimental sur un polymère statique et dynamique. Ceci fait partie des perspectives et de la continuité du travail présenté dans ce manuscrit.

## Conclusion

En résumé, nous avons démontré théoriquement et expérimentalement les performances de thermorégulation de membranes photoniques. Nous avons commencé par l'étude théorique d'une membrane à base de PE, structurée par des trous d'air. La simulation numérique des propriétés optiques dans la gamme 5-15  $\mu\text{m}$  a montré que la structuration de la membrane PE était capable de moduler la réflexion au profit de la transmission. Nous avons démontré que la

variation des paramètres géométriques suivant un facteur d'échelle permettait de balayer l'effet de la structuration sur toute la gamme infrarouge moyen. En utilisant un modèle thermique analytique, nous avons montré que la membrane photonique à base de PE était capable de diminuer la température ambiante nécessaire au confort thermique de plus de 0,5 °C.

Ensuite, nous avons transféré l'idée de la structuration sur le PI qui est un polymère photosensible et connu dans le domaine textile. Sur la base de l'étude faite sur le PE, nous avons choisi soigneusement les paramètres géométriques pour fabriquer une membrane photonique à base de PI qui présente un effet de thermorégulation. Nous avons décrit en détails les étapes de fabrication et les optimisations faites pour atteindre les bonnes conditions de réalisation de structuration de la membrane. La caractérisation par FTIR a validé nos prédictions théoriques et a montré un bon accord avec nos résultats de simulation. La caractérisation qualitative par une caméra thermique de la membrane fabriquée a démontré clairement l'effet de la structuration sur les radiations thermiques émises par la peau. Nous avons pu mesurer à l'aide d'un thermocouple l'effet de la structuration sur la température du microclimat. Les mesures ont montré que la membrane photonique était capable d'augmenter la température du microclimat de 0,8°C par rapport à une membrane non structurée, dans les mêmes conditions de température ambiante.

Enfin, nous avons introduit une structure originale de type membrane-métal-membrane structurée par des trous d'air. Nous avons démontré théoriquement que cette structure montrait une large bande de transmission. La variation des paramètres géométriques a permis de balayer la bande de transmission sur toute la gamme 5-15  $\mu\text{m}$ , rendant plus efficace encore le rôle de thermorégulation de la membrane. Le chapitre se termine par une proposition de tissu dynamique à base d'un polymère sensible à la variation de la température, le PNIPAM.

## Références

- [1] S. A. Assaf, *Innovative Nanostructured Textiles for Thermal Comfort*, 199 (n.d.).
- [2] Assaf, S.; Boutghatin, M.; Pennec, Y.; Thomy, V.; Korovin, A.; Treizebre, A.; Carette, M.; Akjouj, A.; Djafari-Rouhani, B. Polymer photonic crystal membrane for thermo-regulating textile. *Sci. Rep.* 2020, 10, 9855.
- [3] K. Ziouche, G. Savelli, Z. Bougrioua, D. Hauser, P. Lejeune, P.-M. Michon, T. Lasri, and D. Leclercq, *Thermoelectric Infrared Microsensors Based on a Periodically Suspended Thermopile Integrating Nanostructured Ge/SiGe Quantum Dots Superlattice*, *Journal of Applied Physics* **116**, 043701 (2014).
- [4] *Resists.HD-4100\_ProcessGuide.Pdf*.
- [5] M. Viallon, Réalisation et caractérisation de membranes polymères microstructurées capables de moduler leurs propriétés de réflexion dans le domaine de moyen infrarouge : application aux textiles pour le confort thermique., 178 (n.d.).

## **Conclusion générale**

## Conclusion générale

Les rayonnements infrarouges contribuent pour plus de 50 % des mécanismes de transfert de chaleur entre le corps humain et son environnement. Cette proportion élevée a motivé notre travail en l'orientant vers la conception de textiles capables d'agir sur les rayonnements infrarouges émis par le corps humain. Ce sujet représente pour les secteurs de l'énergie, de l'économie et de l'environnement, un axe de recherche majeur et urgent à développer.

Dans ce manuscrit de thèse, notre contribution a été de démontrer théoriquement et expérimentalement que des structures à base de polymères, simples à mettre en œuvre, flexibles, respirantes, peu coûteuses, étaient capables de moduler les rayonnements émis par le corps humain dans la gamme 5-15  $\mu\text{m}$ . Nous avons évalué les performances thermiques de ces structures démontrant ainsi l'apport énergétique potentiel qu'elles représentent pour notre quotidien.

Nous avons étudié l'effet de particules diélectriques de  $\text{SiO}_2$  et de  $\text{TiO}_2$  sur la réponse optique d'une membrane de polyéthylène (PE), polymère transparent dans l'infrarouge moyen. À l'aide de la simulation numérique et des caractérisations expérimentales, nous avons démontré qu'une faible fraction volumique de particules était capable d'augmenter l'absorption et donc l'émissivité de la membrane de PE dans la gamme 5-15  $\mu\text{m}$ . Nous avons montré que cette augmentation de l'émissivité permettait de réduire la température ambiante de la pièce de 0,7 °C, nécessaire pour un confort thermique individuel.

Sur la base de ce résultat, nous avons proposé un tissu asymétrique composé d'une couche métallique insérée dans un PE dont une des faces contient des particules diélectriques. Cette insertion de particules a permis de moduler l'absorption EM et donc l'émissivité des radiations thermiques vers le milieu extérieur. Les calculs numériques par FEM ont été confirmés par les caractérisations expérimentales par FTIR. Au niveau thermique, les caractérisations qualitatives à l'aide d'une caméra thermique ont montré le rôle majeur des particules dans la variation de l'émissivité vers le milieu extérieur. Par rapport à un textile conventionnel, nous avons montré que ce tissu était capable de maintenir le confort thermique d'un individu (entre 32°C et 36°C) sur une large gamme de température ambiante, allant de 10 °C jusqu'à 16 °C. Le tissu que nous proposons peut-être intégrer sur une couche de textile conventionnel sans dégrader ses performances thermorégulatrices.

Nous avons également étudié une membrane photonique à base de polymères de faible indice de réfraction. La structuration de la membrane sous forme d'un cristal photonique a permis de



moduler la diffusion de l'onde incidente, et ainsi de moduler les spectres EM de transmission, de réflexion et d'absorption. Dans un premier temps, nous avons étudié théoriquement une membrane à base de PE structurée par des trous d'air. Nous avons étudié le comportement optique de cette membrane en fonction des paramètres géométriques du réseau de trous dans la gamme 5-15  $\mu\text{m}$ . L'effet de la structuration qui consiste à augmenter la réflexion au profit de la transmission a été démontré. L'analyse thermique a montré que pour des paramètres géométriques appropriés, la membrane permettait de réduire la température ambiante nécessaire de 0,5 °C afin de conserver le confort thermique de l'individu. Nous avons poursuivi cette étude vers un démonstrateur, basé sur une fabrication en salle blanche d'une membrane photonique à base de polyimide (PI). Ce travail s'est fait en collaboration avec Mr Salim Assaf, lors de son travail post-doctoral à l'IEMN. Les paramètres géométriques ont été choisis pour que la membrane agisse dans la gamme de longueur d'onde d'émissivité maximale du corps humain. La membrane fabriquée présente une structure hexagonale de trous d'air (période 12  $\mu\text{m}$ , diamètre 8,5  $\mu\text{m}$ ). Les résultats de caractérisation par FTIR ont permis de mettre en évidence l'effet de la structuration et un bon accord a été obtenu avec la simulation numérique par FEM. Nous avons mis au point une expérience de caractérisation thermique dans laquelle il est possible de mesurer la température au sein du microclimat lorsque le textile est déposé sur la main. En comparaison avec une membrane non structurée, nous avons mesuré une augmentation d'environ 0,8°C montrant ainsi quantitativement les performances de réchauffement apportées par la structuration de la membrane de PI.

Enfin, nous avons étudié théoriquement une structure de type membrane-métal-membrane structurée sous forme d'un cristal photonique de réseau hexagonal. Cette structure montre une bande de transmission large pouvant se déplacer sur toute la gamme 5-15  $\mu\text{m}$  en fonction des paramètres géométriques. Le bilan thermique a montré qu'en variant les paramètres géométriques, la structure permettait de maintenir le confort thermique sur une large gamme de températures ambiantes allant de 17,5°C à 20 °C. En remplaçant le polymère par un polymère thermo sensible, nous avons décrit le principe de fonctionnement d'un textile thermorégulateur dynamique, ouvrant la voie à une nouvelle génération de textile.

## **Perspectives**

## Perspectives

Jusqu'à maintenant, nous avons considéré des particules diélectriques de taille inférieure à la longueur d'onde infrarouge. Dans ce cas, nous avons démontré que l'effet de ces particules consistait à modifier l'indice de réfraction effectif de la matrice polymère (voir **chapitre III**). La continuité de cette approche est de considérer des particules de plus grande taille. Dans ce cas, les effets de diffusion des rayonnements infrarouges par des particules microniques pourront être étudiés et utilisés dans la modulation IR (dispersion, bandes passantes et interdites).

Dans le **chapitre V** les procédés expérimentaux de préparation et de dépôt de couches minces du polyéthylène (PE) par la méthode de spin-coating en salle blanche nécessitent un développement futur. En effet, comme le PE n'est pas un polymère photosensible, la photolithographie ne peut pas être utilisée pour créer les trous d'air dans la membrane PE. La méthode de *Hot-embossing*, appliquée sur des membranes du polyimide (PI) a été récemment testée et pourrait être transférée sur toute sorte de polymère. Pour la structure photonique de type membrane-métal-membrane démontrée dans la dernière partie du **chapitre V**, le travail théorique initié reste à compléter. La fabrication d'un démonstrateur expérimental, en utilisant un polymère transparent dans la gamme 5-15  $\mu\text{m}$  et disponible à IEMN tel que le SU8 (résine époxy), est envisagée.

Dernièrement, avec notre partenaire de l'Université de Mons dans le projet PHOTONITEX, nous avons évoqué les possibilités de transfert de la structuration photonique sur un polymère thermosensible comme le PNIPAM. Les procédés de fabrication de membranes photoniques de PNIPAM, non utilisés en microfabrication, restent à développer. La mise au point et le contrôle de ces polymères thermosensibles autour de la température du corps ( $34^\circ\text{C}$ ) permettra de démontrer et concevoir une nouvelle génération de textile capable de thermoréguler dynamiquement le corps humain dans des environnements thermiques instables.

Un textile capable à la fois de contrôler la température proche du corps humain et de changer sa couleur en conséquence présente un argument esthétique attrayant. Dans le tissu étudié dans le **chapitre IV**, le film d'or joue le rôle de miroir parfait. Pour autant, la présence du métal peut aussi être un élément de variation de la couleur par l'excitation des plasmons de surface dans le domaine du visible. Il sera alors possible de modifier la couleur du textile en jouant sur les paramètres géométriques de la couche métallique, en plus de ses propriétés thermiques.

Enfin, tout le travail présenté dans ce manuscrit concerne des membranes textiles. Une autre étude parallèle peut aussi se faire sur des fibres textiles. Des résultats préliminaires obtenus dans le cadre de ce travail de thèse, mais que nous ne reportons pas dans ce manuscrit, montrent qu'un réseau périodique triangulaire de fibres polymères permet d'obtenir des propriétés photoniques de type miroir de Bragg dans la gamme 5-15  $\mu\text{m}$ . Une étude de fibres dopées par des particules diélectriques pourra également apporter de nouvelles perspectives.

## **Annexes**

## Annexe A

- Le flux radiatif du textile vers la peau :

$$Q_{rad,ts}(x = 0) = -Q_{rad,t,i}$$

$$Q_{rad,ts}(x = h_t) = 0$$

$$\text{Donc : } A = \frac{Q_{rad,t,i}}{h_t} \text{ et } B = -Q_{rad,t,i}$$

$$\text{Par conséquence : } Q_{rad,ts}(x) = \frac{Q_{rad,t,i}}{h_t} \cdot x - Q_{rad,t,i}$$

- Le flux radiatif émis du textile vers l'environnement :

$$Q_{rad,ta}(x = 0) = 0$$

$$Q_{rad,ts}(x = h_t) = Q_{rad,t,o}$$

$$\text{Donc : } A = \frac{Q_{rad,t,o}}{h_t} \text{ et } B = 0$$

$$\text{Par conséquence : } Q_{rad,ts}(x) = \frac{Q_{rad,t,o}}{h_t} \cdot x$$

- Le flux radiatif absorbé par le textile de la part de la peau

$$Q_{rad,st}(x = 0) = (1 - \rho_i) \cdot Q_{rad,s}$$

$$Q_{rad,st}(x = h_t) = \tau \cdot Q_{rad,s}$$

$$\text{Donc : } A = -\frac{\alpha_i \cdot Q_{rad,s}}{h_t} \text{ et } B = (1 - \rho_i) \cdot Q_{rad,s}$$

$$\text{Par conséquence : } Q_{rad,ts}(x) = -\frac{\alpha_i \cdot Q_{rad,s}}{h_t} \cdot x + (1 - \rho_i) \cdot Q_{rad,s}$$

- Le flux radiatif absorbé par le textile de la part de l'environnement

$$Q_{rad,at}(x = 0) = -\tau \cdot Q_{rad,a}$$

$$Q_{rad,at}(x = h_t) = -(1 - \rho_o) \cdot Q_{rad,a}$$

$$\text{Donc : } A = -\frac{\alpha_o \cdot Q_{rad,a}}{h_t} \text{ et } B = (\alpha_o + \rho_o - 1) \cdot Q_{rad,a}$$

$$\text{Par conséquence : } Q_{rad,ts}(x) = -\frac{\alpha_o \cdot Q_{rad,a}}{h_t} \cdot x + (\alpha_o + \rho_o - 1) \cdot Q_{rad,a}$$

La dérivée par rapport à  $x$  des expressions des quatre flux donne le coefficient directeur de la droite linéaire  $A \cdot x + B$ . En remplaçant la dérivée de chaque flux dans l'équation **II.28**, nous obtenons :

$$k_t \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = \frac{Q_{rad,t,i}}{h_t} + \frac{Q_{rad,t,o}}{h_t} - \frac{\alpha_i \cdot Q_{rad,s}}{h_t} - \frac{\alpha_o \cdot Q_{rad,a}}{h_t} \quad \text{A.1}$$

En remplaçant chaque flux par son expression, nous obtenons :

$$k_t \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = \frac{1}{h_t} (\varepsilon_{t,i} \sigma (T_i)^4 + \varepsilon_{t,o} \sigma (T_o)^4 - \alpha_i \varepsilon_s \sigma (T_s)^4 - \alpha_o \varepsilon_a \sigma (T_a)^4) \quad \text{A.2}$$

Pour obtenir l'expression de la température au sein du textile, nous intégrons l'équation A.2 par rapport à  $x$  :

$$\frac{\partial T}{\partial x} = \frac{1}{k_t h_t} (\varepsilon_{t,i} \sigma (T_i)^4 + \varepsilon_{t,o} \sigma (T_o)^4 - \alpha_i \varepsilon_s \sigma (T_s)^4 - \alpha_o \varepsilon_a \sigma (T_a)^4) \cdot x + C_1 \quad \text{A.3}$$

$$T(x) = \frac{1}{2 k_t h_t} (\varepsilon_{t,i} \sigma (T_i)^4 + \varepsilon_{t,o} \sigma (T_o)^4 - \alpha_i \varepsilon_s \sigma (T_s)^4 - \alpha_o \varepsilon_a \sigma (T_a)^4) \cdot x^2 + C_1 \cdot x + C_2 \quad \text{A.4}$$

Pour déterminer les deux constantes d'intégration  $C_1$  et  $C_2$ , nous utilisons les conditions aux limites de continuité de la température et du flux de conduction à la surface interne du textile ( $x = 0$ ) :

$$T(x = 0) = T_i$$

$$-k \frac{\partial T}{\partial x} (x = 0) = Q_{cond,mc}$$

Nous appliquons les deux équations précédentes à l'équation A.4, nous déduisons que :

$$C_1 = -Q_{cond,mc} \text{ et } C_2 = T_i$$

En remplaçant dans l'équation A.4 les deux constantes par leurs expressions, nous obtenons :

$$T(x) = \frac{1}{2 k_t h_t} (\varepsilon_{t,i} \sigma (T_i)^4 + \varepsilon_{t,o} \sigma (T_o)^4 - \alpha_i \varepsilon_s \sigma (T_s)^4 - \alpha_o \varepsilon_a \sigma (T_a)^4) x^2 - \frac{k_a (T_s - T_i)}{k_t h_{mc}} x + T_i \quad \text{A.4}$$

## Annexe B

Pour une particule sphérique du rayon  $R$ , les coefficients de diffusion de Mie  $a_n$  et  $b_n$  sont donnés par :

$$a_n = \frac{m\Psi_n(mx)\Psi'_n(x) - \Psi_n(x)\Psi'_n(mx)}{m\Psi_n(mx)\xi'_n(x) - \xi_n(x)\Psi'_n(mx)} \quad \text{B.1}$$

$$b_n = \frac{\Psi_n(mx)\Psi'_n(x) - m\Psi_n(x)\Psi'_n(mx)}{\Psi_n(mx)\xi'_n(x) - m\xi_n(x)\Psi'_n(mx)} \quad \text{B.2}$$

Où  $\Psi_n$  et  $\xi_n$  sont les fonctions de Riccati-Bessel,  $m = \frac{n_p}{n_m}$  est le rapport entre l'indice de réfraction de la particule  $n_p$  et du milieu  $n_m$  et  $x = \frac{2\pi n_m R}{\lambda}$  est le paramètre de taille ( $\lambda$  est la longueur d'onde). La valeur maximale de  $n$  est donnée par :  $N = x + 4x^{\frac{1}{3}} + 2$ .

Les sections efficaces de diffusion ( $\sigma_s$ ), d'extinction  $\sigma_e$  et d'absorption  $\sigma_a$  sont données par :

$$\sigma_s = \frac{2\pi}{x^2} R^2 \sum_{n=1}^{\infty} (2n+1)(|a_n|^2 + |b_n|^2) \quad \text{B.3}$$

$$\sigma_e = \frac{2\pi}{x^2} R^2 \sum_{n=1}^{\infty} (2n+1) \text{Re}\{a_n + b_n\} \quad \text{B.4}$$

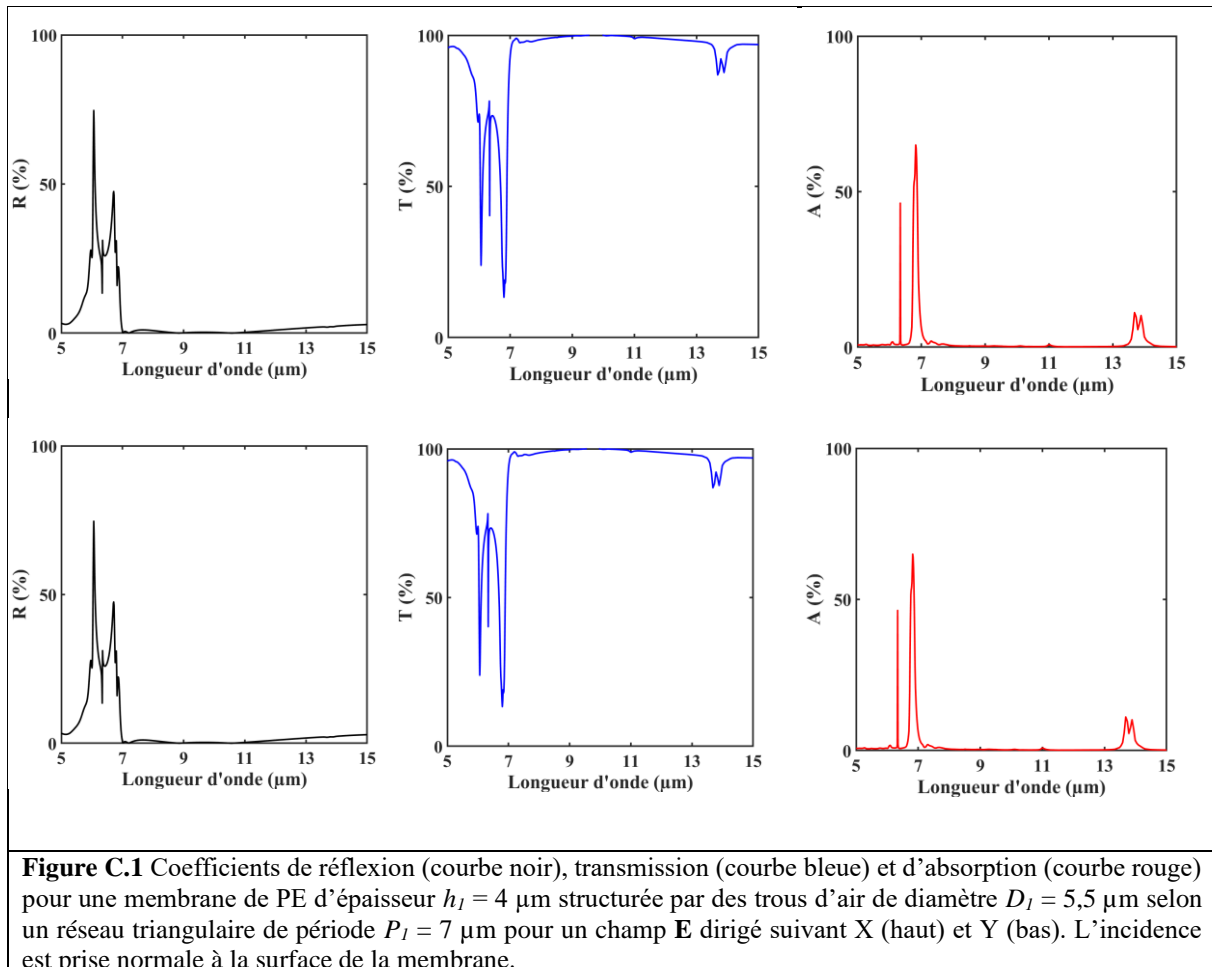
$$\sigma_a = \sigma_e - \sigma_s \quad \text{B.5}$$



## Annexe C

La **figure C.1** présente la comparaison entre le coefficient  $R$  (courbe noir),  $T$  (courbe bleue) et  $A$  (courbe rouge) sous incidence normale et un champ électrique dirigé suivant l'axe **X** (**figure C.1a**) et suivant **Y** (**figure C.1b**).

A partir de la figure C.1 on peut voir que sous incidence normale, la direction du champ électrique n'impacte pas les coefficients  $R$ ,  $T$  et  $A$ .



## Résumé

Les vêtements sont des acteurs essentiels de notre quotidien afin de satisfaire le confort thermique du corps humain. Cependant, les vêtements conventionnels présentent généralement des performances thermiques médiocres et peu contrôlées. En effet, une variation brutale de la température de la pièce affecte considérablement le confort thermique du corps. D'où la nécessité d'utiliser de manière continue des systèmes de chauffage, ventilation, et climatisation (CVC) dans des espaces clos, afin de maintenir un environnement thermique approprié de la pièce. Cependant cette solution montre clairement ses limites par une consommation énergétique considérable qui affecte les secteurs de l'économie, de l'énergie et de l'environnement. Le développement de nouveaux textiles capables de gérer, à proximité de la peau, la température du corps humain sur une large gamme de températures ambiantes, sans apport d'énergie supplémentaire, apparaît alors comme une solution alternative d'une urgente nécessité.

Le corps humain, pour une température de peau de 34°C, émet des rayonnements électromagnétiques (EM) dans le moyen infrarouge (MIR) responsables de plus de 50% des pertes thermiques d'un individu. Une compréhension et une maîtrise de ces rayonnements permettraient de contrôler la température du microclimat, espace d'air entre le corps et le textile. Dans ce contexte, concevoir des textiles passifs, qui modulent les rayonnements MIR, présente un défi pour la communauté scientifique.

Le but de la thèse est d'étudier théoriquement et expérimentalement les réponses spectrales dans le MIR (5-15  $\mu\text{m}$ ) de différentes membranes à faibles indices de réfraction afin de contrôler la thermorégulation individuelle. Nous avons démontré que l'insertion de particules dans des membranes permettait de moduler son absorption et donc, selon la loi de Kirchhoff, son émissivité. Sur la base de ces résultats, nous avons proposé un tissu asymétrique à réchauffement radiatif haute performance pour des environnements présentant des températures allant de froides à modérées. Dans un deuxième temps, nous avons élargi l'étude aux propriétés de transmission, réflexion, absorption et diffusion de membranes photoniques à base de polymère. Nous avons montré que celles-ci, sous certaines conditions géométriques, étaient capables de moduler le rayonnement EM dans le MIR, permettant ainsi d'agir sur la thermorégulation du microclimat.

Le travail de thèse est basé sur des calculs analytiques et numériques par la méthode des éléments finis (FEM). L'étude numérique a été accompagnée par des expériences de fabrication en salle blanche à l'IEMN et de caractérisation par spectroscopie infrarouge (FTIR).

**Mots clés :** membrane, infrarouge moyen (MIR), particules diélectrique, photonique, FEM, FTIR, textile, confort thermique, thermorégulation.

## Abstract

Clothing is an essential part of our daily life in order to satisfy the thermal comfort of the human body. However, conventional clothing generally exhibits poor thermal performance and low means of control. Indeed, a sudden change in room temperature considerably affects the thermal comfort of the body. Hence the need for continuous use of heating, ventilation, and air conditioning (HVAC) systems in indoor areas, in order to maintain an appropriate thermal environment of the room. However, this solution clearly shows its limitations by the huge energy consumption implied which affects the sectors of economy, energy, and environment. Therefore, the development of new textiles able to manage the temperature of the human body close to the skin over a wide range of ambient temperatures, without additional energy input, appears to be an urgently needed alternative solution.

The human body, at a skin temperature of 34 °C, emits electromagnetic (EM) radiation in the mid-infrared (MIR) responsible for more than 50% of individual's heat loss. Understanding and control those radiation would enable to control the temperature of the microclimate temperature, corresponding to the air space between the body and the textile. In that context, designing passive textiles, which modulate MIR radiation, presents a challenge for the scientific community.

The objective of the thesis is to theoretically and experimentally study the spectral responses in the MIR (5-15  $\mu\text{m}$ ) of different membranes with low refractive indexes in order to control individual thermoregulation. We have shown that the insertion of particles into membranes modulates its absorption and therefore, according to Kirchhoff's law, its emissivity. Based on these results, we proposed a high performant radiative warming asymmetric fabric for environments from cold to moderate temperatures. Secondly, we extended the study to the transmission, reflection, absorption and diffusion properties of polymer-based photonic membranes. We have shown that these latter, under specific geometric conditions, were able to modulate the EM radiation in the MIR, thus making it possible to act on the thermoregulation of the microclimate.

The thesis work is based on analytical and numerical calculations by the finite element method (FEM). The numerical study was coupled with cleanroom manufacturing experiments at IEMN and infrared spectroscopy characterization (FTIR).

**Keywords:** membrane, mid infrared (MIR), dielectric particles, photonic, FEM, FTIR, textile, thermal comfort, thermoregulation.

# Mohamed BOUTGHATIN

Né le 13 Février 1995 – Maroc.  
E-mail : mohamed.boutghatin@univ-lille.fr  
Adresse : 2 allée de la Tamise  
Villeneuve d'Ascq 59650

## Cursus dans l'enseignement supérieur

---

- 2018-2022**      **Doctorat**, Université de Lille
- Titre* : Etude de membranes photoniques dans le MIR pour le confort thermique individuel.  
*Directeurs de thèse* : Yan PENNEC et Vincent THOMY.  
*Laboratoire* : Institut d'Electronique de Microélectronique et de Nanotechnologie (IEMN), Université de Lille.
- 2016-2018**      **Master Recherche**, Optique et Matériaux, Université Mohammed I, Maroc.  
**Master Recherche** (double diplôme), Lumière-Matière, Université de Lille, France.
- 2013-2016**      **Licence**, Science de la matière-Physique, Université Mohammed I, Maroc.  
**Licence** (double diplôme), physique, Université de Lille, France.

## Expériences professionnelles

---

- **Activités de recherche**

Mes activités de recherche portent sur la propagation des ondes électromagnétiques dans les matériaux microstructurés et les conséquences sur le bilan thermique, par une approche théorique (simulation numérique par la méthode des éléments finis) et expérimentale : fabrication de membranes polymères structurées en salle blanche et caractérisation par spectrométrie FTIR.

**Du 01/04/2022 au 31/09/2022**      Post doc, IEMN, Université de Lille  
- Financement européen Interreg. PHOTONITEX

**Du 01/10/2021 au 31/03/2022**      ATER, IEMN, Université de Lille  
- Département de physique  
- Financement ATER Université de Lille

**Du 01/10/2018 au 30/09/2021**

Doctorant contractuel, IEMN, Université de Lille  
 -Encadrants : Yan PENNEC et Vincent THOMY  
 -Intitulé du sujet : Etude de membranes photoniques dans le MIR pour le confort thermique individuel  
 -Financement européen Interreg. PHOTONITEX

**Du 01/03/2018 au 30/06/2018**

Stage de recherche M2, PhLAM, Université de Lille  
 -Encadrant : Manuel Goubet  
 -Intitulé du sujet : Caractérisation de molécules atmosphériques par spectroscopie microonde et calculs quantiques

- **Activités d'enseignement**

Les activités d'enseignement présentées ci-dessous ont été effectuées pendant les années universitaires 2019 - 2022 à l'université de Lille. Pendant cette période, j'ai assuré des travaux pratiques, des travaux dirigés et des cours de physique.

**Du 01/10/2021 Au 31/03/2022 : ATER**

Activité	Niveau	Parcours	Sujets	Volume horaire
<b>TP</b> de Mécanique des fluides	L1	SVTE	-Statique des fluides. Poussée d'Archimède. -Ecoulement de l'eau et perte de charge dans une conduite. -Détermination de la viscosité d'un fluide : le viscosimètre à chute.	24 heures
<b>Cours/TD</b> de Mécanique des fluides	L1	SVTE	-Généralités. -Statique des fluides. -Dynamique des fluides parfaits. -Dynamique des fluides visqueux.	40 heures
<b>TD</b> de Mécanique du point	L1	MP	-Coordonnées polaires + cylindriques. -Energie. -Forces centrales.	13 heures

## 2019-2021 : Doctorant contractuel (Moniteur)

Activité	Niveau	Parcours	Sujets	Volume horaire
TP	L1	SESI et PEIP	-Frottement d'un solide. -Mobile autoporté. -Loi de Laplace. -Condensateur. -Goniométrie.	64 heures
TP	L1	MP et LAS	-Schéma équivalent. -Mesures en régime alternatif. -Circuit RLC en régime permanent sinusoïdal. -Filtres linéaires passifs du premier ordre. -Régimes transitoires du premier ordre. -Pendule. -Loi de Laplace.	64 heures

### Publications

#### *Papiers publiés*

1. **M. Boutghatin**, S. Assaf, Y. Pennec, M. Carette, V. Thomy, A. Akjouj, and B. Djafari Rouhani, *Impact of SiO<sub>2</sub> Particles in Polyethylene Textile Membrane for Indoor Personal Heating*, *Nanomaterials* 10, 1968 (2020). <https://doi.org/10.3390/nano10101968>
2. S. Assaf, **M. Boutghatin**, Y. Pennec, V. Thomy, A. Korovin, A. Treizebre, M. Carette, A. Akjouj, and B. Djafari Rouhani., *Polymer Photonic Crystal Membrane for Thermo-Regulating Textile*, *Sci Rep* 10, 9855 (2020). <https://doi.org/10.1038/s41598-020-66731-1>

#### *Papiers soumis*

1. **M. Boutghatin**, Y. Pennec, B. Djafari-Rouhani, A. Akjouj, V. Gaucher, H. Gidik, S. Assaf, M. Carette, and V. Thomy, *Asymmetric Design for a high Performance Indoor Radiative Heating Fabric*, *Adv. Mater. Technol.*

#### *Papiers en cours d'écriture*

1. Double-Sided Fabric for Personal Thermal Management.
2. 2D photonic crystal polyimide polymer membrane for passive warming textiles.



## Communications

1. **M. Boutghatin**, Y. Pennec, S. Assaf, M. Carette, V. Thomy, A. Akjouj, B. Djafari-Rouhani, *Structure dynamique à base de cristaux photoniques pour la thermorégulation individuelle*, Neuvième Conférence Plénière du GDR ONDES, 30 Novembre-01 Décembre, 2021 (**Poster**).
2. **Mohamed Boutghatin**, Yan Pennec, Salim Assaf, Michèle Carette, Vincent Thomy, Abdellatif Akjouj, Bahram Djafari-Rouhani, *Dynamic thermoregulatory photonic crystal fabric for personal thermal management*, IEEE SENSORS 2021, Virtual conference, October 31- November 04, 2021 (**Oral**).  
10.1109/SENSORS47087.2021.9639828
3. **Mohamed Boutghatin**, Salim Assaf, Yan Pennec, Michèle Carette, Vincent Thomy , Abdellatif Akjouj and Bahram Djafari Rouhani, *Improving the Radiative Heating of Polyethylene Textile Membrane by TiO<sub>2</sub> Submicron Particles*, 3<sup>rd</sup> international workshop of IEEE sensors France Chapter, Virtual conference, November 26-27, 2020 (**Poster**).
4. **Mohamed Boutghatin**, Salim Assaf, Michèle Carette, Vincent Thomy, Abdellatif Akjouj, Bahram Djafari- Rouhani, Yan Pennec, *Polymer Photonic Crystal Membrane for Human Body Thermoregulation*, The Eleventh International Conference on Sensor Device Technologies and Applications, Virtual conference, November 21-25, 2020 (**Oral**).
5. **M. Boutghatin**, S. Assaf, Y. Pennec, M. Carette, V. Thomy, A. Akjouj, B. Djafari Rouhani, *Effect of nanoparticles on the optical response of a photonic membrane for thermoregulation*, Huitième conférence plénière biennale du GDR ONDES, 28-29 Octobre, 2019 (**Poster**).
6. Assaf S., **Boutghatin M.**, Yan Pennec Y., Korovin A., Treizebre A., Thomy V., Djafari-Rouhani B., *ABSORPTION OF PHOTONIC CRYSTAL TEXTILE IN THE MID INFRARED FOR THERMOREGULATION*, AUTEX2019 – 19th World Textile Conference on Textiles at the Crossroads, June 11-15, 2019.

## Compétences et Langues

---

- Techniques :** Lithographie, microscope optique, microscope numérique, microscope à balayage électronique, profilomètre mécanique, réflectomètre, spectromètre FTIR.
- Logiciels scientifiques :** MATLAB, COMSOL Multiphysics.
- Langues :**
- |                 |                   |
|-----------------|-------------------|
| <u>Arabe</u>    | Langue maternelle |
| <u>Français</u> | Courant           |
| <u>Anglais</u>  | Courant           |

## **Références Académiques**

---

Yan PENNEC, Professeur à l'université de Lille  
yan.pennec@univ-lille.fr

Vincent THOMY, Professeur à l'université de Lille  
vincent.thomy@univ-lille.fr

Michèle CARETTE, Maîtresse de conférences à l'université de Lille  
michele.carette@univ-lille.fr