

FIGURE 2.13 – Évolution typique d'un film suspendu : mesure du temps de vie. Le temps indiqué correspond au temps après le début de l'enregistrement des images. La flèche rouge indique les premières franges d'interférences qui définissent le début du temps de vie du film t_0 . La fin t_{max} correspond à la première image pour laquelle nous n'observons plus d'interférences (image totalement noire).

une dizaine de microsecondes. Comme nous imageons à 70 images par seconde, nous passons donc en une seule image d'un film mince avec des interférences à un fond noir. La définition du début du temps de vie du film t_0 est plus délicate. Nous ne pouvons pas utiliser le temps à partir duquel nous appliquons la différence de pression car l'épaisseur du film à ce moment-là n'est pas toujours la même, le temps de drainage n'est donc pas toujours le même. Pour éviter ce problème, nous considérons que t_0 correspond à l'image pour laquelle nous observons les premières franges d'interférences, cela correspond donc toujours à la même épaisseur. L'inconvénient est que ce temps est défini à plus ou moins deux images près, donc ± 0.03 s. Cela donne toutefois des mesures très reproductibles et avec une précision suffisante puisque le temps de vie des films est souvent de l'ordre d'une dizaine de secondes. Le temps de vie du film T est alors défini comme : $T = t_{max} - t_0$. Notons que le rayon du film est d'autant plus grand que le film vieillit.

2.4.3.2 Mesure de l'épaisseur des films : calcul d'interférences

Les images obtenues permettent également de mesurer l'évolution du profil d'épaisseur au cours du temps par interférométrie. Nous rappelons d'abord le principe de ces mesures puis expliquons la procédure développée sur Matlab pour extraire les profils d'épaisseur.

Interférences à deux ondes en lumière monochromatique Le film mince est éclairé en lumière réfléchiée et filmé avec une caméra couleur. Lorsque son épaisseur est inférieure à quelques micromètres, des franges colorées apparaissent. Nous commençons ici par calculer l'épaisseur d'un film éclairé en lumière monochromatique à partir de l'intensité lumineuse mesurée.

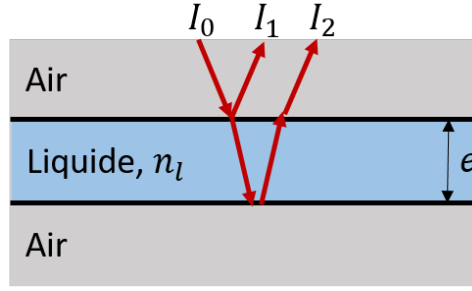


FIGURE 2.14 – Schéma d'un film mince et des rayons lumineux considérés. Une partie du rayon I_0 est réfléchi à l'interface air-liquide et donne le rayon I_1 . Une autre partie est transmise, traverse une épaisseur e de liquide puis est réfléchi à l'interface liquide-air et transmise à l'interface liquide-air, ce qui donne le rayon I_2 . Cela induit une différence de marche entre les rayons I_1 et I_2 : $\delta = \frac{4\pi n_l e}{\lambda}$.

Le schéma sur la Fig. 2.14 résume la situation. Considérons un film mince de liquide d'épaisseur e et d'indice optique n_l , entouré d'air (d'indice optique $n_a = 1$). I_0 représente le rayon lumineux émis par la source. Ce rayon est réfléchi à deux interfaces : l'interface air-liquide (rayon I_1) et l'interface liquide-air (rayon I_2). L'épaisseur de liquide e induit une différence de marche $\delta = \frac{4\pi n_l e}{\lambda}$.

Nous supposons que le film est éclairé en incidence normale. Notons l'onde incidente : $\psi_0 = \phi_0 e^{i(\omega t + \Phi)}$.

La première onde réfléchie s'écrit donc :

$$\psi_1 = r_{al}\psi_0 ;$$

et la seconde onde réfléchie :

$$\psi_2 = t_{al}r_{la}t_{la} \underbrace{e^{i\frac{2\pi n_l 2e}{\lambda}}}_{\text{différence de marche}} \psi_0,$$

avec r_{12} et t_{12} les coefficients de réflexion et de transmission du milieu 1 vers le milieu 2. L'indice a correspond à l'air et l au liquide.

L'onde résultante est : $\psi_{12} = \psi_1 + \psi_2$, ce qui correspond à une intensité lumineuse : $I_{12} = (\psi_1 + \psi_2)(\psi_1^* + \psi_2^*)$. D'où :

$$\begin{aligned} I_{12} &= \psi_1\psi_1^* + \psi_2\psi_2^* + \phi_0^2 r_{al}t_{al}r_{la}t_{la} \left(e^{-i\frac{2\pi n_l 2e}{\lambda}} + e^{-i\frac{2\pi n_l 2e}{\lambda}} \right) \\ &= I_1 + I_2 + 2\phi_0^2 r_{al}t_{al}r_{la}t_{la} \cos\left(\frac{4\pi n_l e}{\lambda}\right). \end{aligned}$$

Or $r_{al} = \frac{n_a - n_l}{n_a + n_l} < 0$ et $t_{al} = \frac{2}{n_a + n_l} > 0$. Compte tenu des signes de r_{al} et t_{al} , $\phi_0^2 r_{al}t_{al}r_{la}t_{la}$ est négatif. Nous trouvons donc :

$$\phi_0^2 r_{al}t_{al}r_{la}t_{la} = -\sqrt{I_1 I_2},$$

ce qui donne ensuite :

$$I_{12} = I_1 + I_2 - 2\sqrt{I_1 I_2} \cos\left(\frac{4\pi n_l e}{\lambda}\right).$$

Posons $I_{12} = A - B \cos\left(\frac{4\pi n_l e}{\lambda}\right)$, avec $A = I_1 + I_2$ et $B = 2\sqrt{I_1 I_2}$. L'intensité lumineuse reçue est périodique en fonction de l'épaisseur. Elle est maximale pour $\frac{4\pi n_l e}{\lambda} = \pi + 2k\pi$ (on trouve $I_{max} = A + B$) et minimale pour $\frac{4\pi n_l e}{\lambda} = 2k\pi$ (on trouve $I_{min} = A - B$) avec k entier. Nous exprimons A et B en fonction de I_{max} et I_{min} , ce qui donne :

$$A = \frac{I_{max} + I_{min}}{2} ; B = \frac{I_{max} - I_{min}}{2}.$$

Supposons que l'on ajuste le contraste de l'image de sorte que $I_{min} = 0$. Nous avons alors $A = B$, d'où :

$$I_{12} = A \left(1 - \cos\left(\frac{4\pi n_l e}{\lambda}\right)\right). \quad (2.10)$$

Nous obtenons l'intensité réfléchie en fonction de l'épaisseur du film. Cependant, du fait de la périodicité de la fonction cosinus, cette équation ne peut être inversée : l'épaisseur du film en fonction de l'intensité est définie à une constante près. Pour obtenir l'épaisseur absolue, il est nécessaire de mesurer l'intensité pour plusieurs longueurs d'ondes. C'est la raison pour laquelle nous utilisons une source de lumière blanche et une caméra couleur.

Interférences en lumière blanche. Le calcul précédent s'applique pour une longueur d'onde λ mais, dans notre cas, le film est illuminé avec une source de lumière blanche ayant son propre spectre et observé avec une caméra couleur pour laquelle chaque pixel est composé de trois capteurs (Rouge, Vert, Bleu) ayant chacun une sensibilité spectrale différente. Nous prenons donc en compte un spectre continu de longueurs d'ondes, ce qui permet d'obtenir une mesure absolue de l'épaisseur.

La sensibilité spectrale de chaque capteur est notée $\xi_i(\lambda)$ avec i pouvant être R (Rouge), G (Vert) or B (Bleu). Le spectre de la lampe est noté $\Xi(\lambda)$. Notons que nous avons au préalable effectué la "balance des blancs" de la caméra : cela consiste à appliquer un coefficient multiplicateur spécifique à chaque couleur (Rouge, Vert, Bleu) pour faire en sorte que, lorsqu'on observe une surface blanche (ici du dioxyde de titane), on ait :

$$\int_{400}^{750} \xi_R(\lambda) \Xi(\lambda) d\lambda = \int_{400}^{750} \xi_G(\lambda) \Xi(\lambda) d\lambda = \int_{400}^{750} \xi_B(\lambda) \Xi(\lambda) d\lambda.$$

L'intensité réfléchie sur chaque capteur est donc :

$$I_i = \frac{1}{\int_{400}^{750} \xi_i(\lambda) \Xi(\lambda) d\lambda} \int_{400}^{750} \xi_i(\lambda) \Xi(\lambda) A \left(1 - \cos\left(\frac{4\pi n_l e}{\lambda}\right)\right) d\lambda. \quad (2.11)$$

Cette expression permet de relier un triplet (I_R, I_G, I_B) à chaque épaisseur e et ainsi d'obtenir une échelle de conversion entre couleur RGB et épaisseur. Cette échelle est présentée sur la Fig. 2.15. Remarquons que pour des épaisseurs inférieures à 100 nm, la couleur passe du blanc au noir. Ces deux couleurs sont spécifiques à cette gamme d'épaisseur et ne se répètent pas : leur

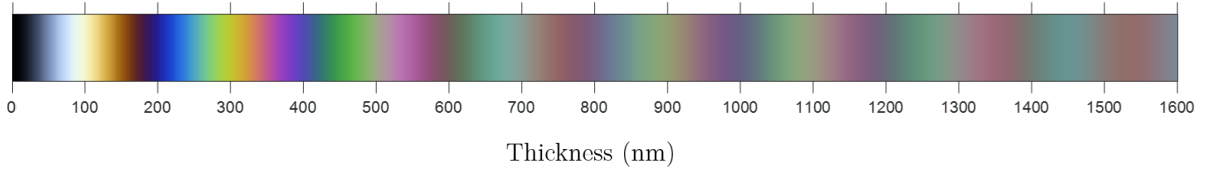


FIGURE 2.15 – Échelle de conversion entre les couleurs observées dues aux interférences lumineuses et l'épaisseur du film.

présence sur un film permet d'estimer très rapidement l'épaisseur. Jusqu'à 600 nm, les couleurs sont suffisamment contrastées pour déterminer également l'épaisseur du film. Nous obtenons alors une mesure absolue de l'épaisseur. En revanche, pour une épaisseur supérieure à 600 nm, on observe une alternance de couleurs verte et rose peu contrastées qui rend la mesure difficile. Toutefois, pour des films dont au moins une zone fait moins de 600 nm, on peut remonter à des épaisseurs plus élevées en prenant en compte la continuité de l'épaisseur.

Code Matlab pour convertir le profil d'intensité en profil d'épaisseur L'objectif est maintenant d'obtenir le profil d'épaisseur du film à partir d'une image telles que celles présentées sur la Fig. 2.13. Pour cela, nous avons développé un traitement automatisé qui ne nécessite pas de spécifier manuellement des informations telles que les minimums et maximums d'intensité, les changements de pente ou encore la gamme d'épaisseur à considérer. Le code Matlab est disponible en ligne [36]. Le protocole est le suivant :

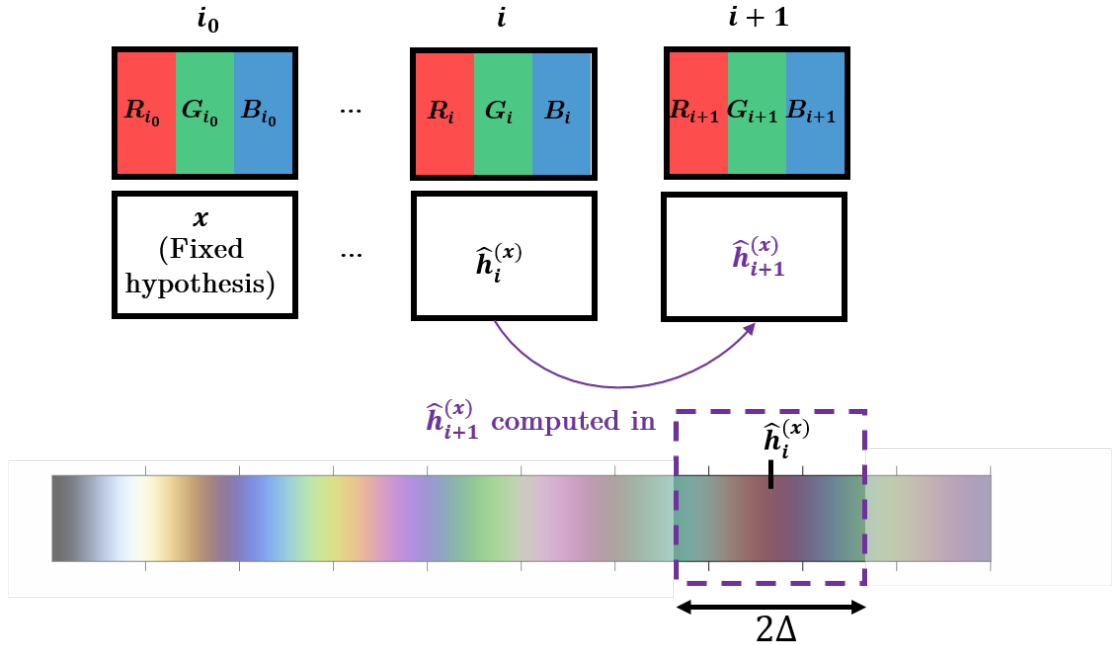


FIGURE 2.16 – Schéma de la procédure utilisée pour convertir un profil d'intensité en profil d'épaisseur.

- pour chaque épaisseur théorique h , entre 0 et 1000 nm, nous calculons le triplet correspon-

dant : $(I_R(h), I_G(h), I_B(h))$ grâce à l'Eq. (2.11).

- Sur l'image, nous repérons le centre du film et son diamètre. Nous sélectionnons une ligne de pixel passant par le centre du film. Nous indexons les pixels de cette ligne par $i \in \{1, \dots, n\}$ où n est la taille de la ligne en pixels. Soit i_0 l'indice du pixel central. Nous notons (R_i, G_i, B_i) le triplet d'intensité du pixel i .
- Nous faisons l'hypothèse que l'épaisseur au niveau du pixel i_0 est de x nm où x est une valeur arbitraire fixée. Nous allons calculer de proche en proche l'épaisseur $\hat{h}_i^{(x)}$ du pixel i à partir de i_0 . Plus précisément, pour calculer $\hat{h}_{i+1}^{(x)}$ à partir de $\hat{h}_i^{(x)}$, nous choisissons l'épaisseur qui minimise la différence entre le triplet d'intensité $(R_{i+1}, G_{i+1}, B_{i+1})$ du pixel $i+1$ et les triplets d'intensité théoriques, tout en ne considérant que des épaisseurs proches de $\hat{h}_i^{(x)}$. En d'autres termes :

$$\hat{h}_{i+1}^{(x)} = \underset{h \in [\hat{h}_i^{(x)} - \Delta, \hat{h}_i^{(x)} + \Delta]}{\operatorname{argmin}} (R_i - I_R(h))^2 + (G_i - I_G(h))^2 + (B_i - I_B(h))^2, \quad (2.12)$$

où Δ définit l'intervalle d'épaisseur considéré. Ce paramètre permet de prendre en compte la continuité de l'épaisseur : nous supposons que l'épaisseur pour un pixel donné ne peut pas être éloignée de plus de Δ nm de celle du pixel adjacent. En effet, deux couleurs proches peuvent correspondre à des épaisseurs assez différentes : par exemple, le bleu vers 230 et 400 nm. En général, nous choisissons $\Delta = 80$ nm.

- Cette procédure est répétée pour de nombreuses valeurs de $x \in [0; 1000]$ nm. Pour chaque valeur de x , nous obtenons un profil différent. Nous choisissons finalement le profil minimisant la distance avec les triplets d'intensité mesurées, c'est-à-dire que l'on choisit x^* selon :

$$x^* = \underset{x \in [0; 1000 \text{ nm}]}{\operatorname{argmin}} \sum_{i=1}^n \left(R_i - I_R(\hat{h}_i^{(x)}) \right)^2 + \left(G_i - I_G(\hat{h}_i^{(x)}) \right)^2 + \left(B_i - I_B(\hat{h}_i^{(x)}) \right)^2. \quad (2.13)$$

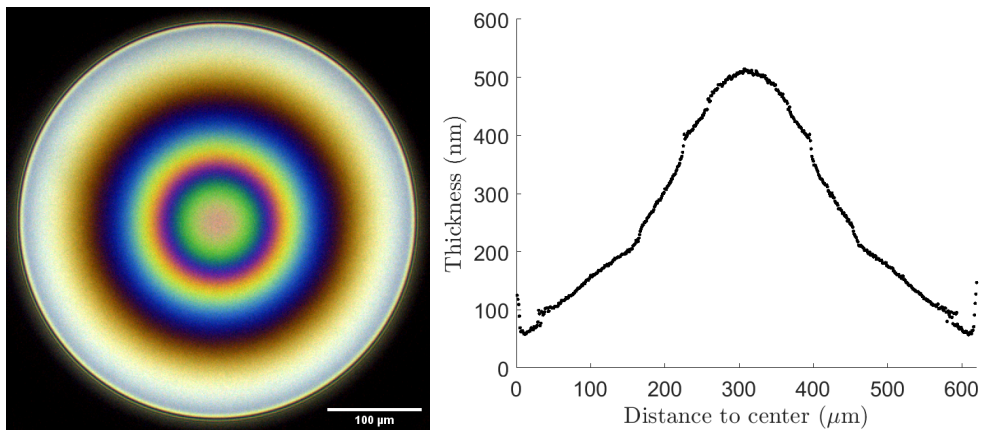


FIGURE 2.17 – Exemple de profil mesuré (droite) à partir de l'image de gauche. L'image correspond à la dernière image du film présenté sur la Fig. 2.13 pour laquelle le contraste a été ajusté.

Cette procédure est schématisée sur la Fig. 2.16. Finalement nous mesurons bien le profil

d'épaisseur du film à partir de son profil d'intensité (voir un exemple sur la [Fig. 2.17](#)). L'épaisseur minimale qu'il est possible de mesurer est d'environ 15 nm. En dessous de cette limite, le contraste entre les différentes couleurs devient très faible. **Je ne sais pas comment estimer la résolution.**

Dans ce chapitre, nous avons choisi et caractérisé un système modèle composé de deux huiles, le décane et le cyclopentanol, ainsi que d'un additif antimoussant, le PDMS. Celui-ci peut être dispersé sous forme de gouttes dans le mélange par émulsification spontanée et nous avons montré que la taille des gouttes croît par coalescence. Nous avons présenté deux techniques utilisées dans la suite de la thèse : la mesure de la moussabilité d'un liquide grâce à la méthode de Bikerman ainsi que l'étude du drainage de films uniques de liquide avec la méthode de "thin film balance". Dans le chapitre suivant, nous discutons de l'effet du PDMS sur la moussabilité du mélange d'huiles étudié.