

Microscopie infrarouge par thermotransmittance modulée : mesure de champs de température dans des milieux semi-transparents.

Coline BOURGES^{1*}, Stéphane CHEVALIER¹, Jérémie MAIRE¹, Christophe PRADERE², Stefan DILHAIRE³

¹Univ. Bordeaux, ENSAM, CNRS, Bordeaux INP, I2M (UMR 5295)

351 Cours de la Libération - 33400 Talence

² Epsilon-Alcen

Esplanade des Arts et Métiers - 33405 Talence Cedex

³Univ. Bordeaux, CNRS, LOMA (UMR 5798)

351 Cours de la Libération - 33400 Talence

*(auteur correspondant : coline.bourges@u-bordeaux.fr)

Résumé - L'imagerie infrarouge par thermotransmittance modulée est une méthode non destructive de mesure des propriétés thermiques et des champs de température pour des milieux semi-transparents à l'infrarouge. A l'échelle micrométrique, un échantillon de SiO₂ est chauffé par effet Joule grâce à une résistance métallique déposée à sa surface dont la température est mesurée par la méthode 3ω . L'étude comparative entre le modèle et les mesures permet de déterminer la diffusivité thermique ($a = 1.3 \pm 0.2 \times 10^{-7} \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) et son coefficient de thermotransmittance ($\kappa = -1.6 \pm 0.2 \times 10^{-3} \text{K}^{-1}$).

Nomenclature

a	diffusivité thermique, $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$	<i>Symboles grecs</i>	
E	émission propre, $\text{W} \cdot \text{m}^{-2}$	α_n	valeurs propres, m^{-1}
f_I	fréquence du courant, Hz	β	coefficient de température de résistance, K^{-1}
f_T	fréquence thermique, Hz	Γ	transmittance
I_0	amplitude du courant, A	Γ_0	transmittance à température ambiante
L_x	longueur, m	ΔT	variation de température, K
L_z	épaisseur, m	$\Delta T_{2\omega}$	variation de température de la résistance, K
n	indice des valeurs propres	ΔT_z	température intégrée dans l'épaisseur, K
R_0	résistance électrique, Ω	$\delta(x)$	distribution de Dirac
S	flux IR mesuré par la caméra, $\text{W} \cdot \text{m}^{-2}$	λ	longueur d'onde, m
T	température, K	κ	coefficient de thermotransmittance, K^{-1}
T_0	température ambiante, K	φ	flux, $\text{W} \cdot \text{m}^{-2}$
t	temps, s	ϕ	phase, rad
$U_{3\omega}$	tension à la fréquence 3ω , V	ω	pulsation, $\text{rad} \cdot \text{s}^{-1}$

1. Introduction

La mesure de champs de température est un enjeu majeur pour la caractérisation des systèmes énergétiques, le développement de nouveaux matériaux, ou encore l'étude de réactions chimiques ou biologiques.

La thermographie infrarouge [1, 2, 3, 4] est la méthode la plus utilisée pour la caractérisation de milieux opaques et non réfléchissants. Lorsque cette méthode est appliquée à des milieux semi-transparents, ces derniers absorbent, réfléchissent et transmettent les radiations émises par leur milieu environnant. Discriminer le signal provenant de l'échantillon des rayonnements parasites est donc un véritable verrou scientifique pour ces matériaux. De plus, la provenance exacte des

radiations infrarouges dans le cas d'un échantillon épais pose question.

Afin de s'affranchir de cette contrainte, nous avons développé une méthode basée sur la dépendance thermique de l'indice de réfraction optique des matériaux [5]. La thermoréfectance [6, 7, 8] utilise cette propriété pour la caractérisation de matériaux opaques et réfléchissants. Par analogie, la thermotransmittance est l'étude de la variation de la transmission optique en fonction de la température d'un échantillon semi-transparent. Au premier ordre, la transmission optique varie linéairement avec la température : les deux grandeurs sont reliées par le coefficient de thermotransmittance, κ . Toutefois, le signal mesuré est faible ($\kappa \approx 10^{-4} K^{-1}$) et donc sensible aux différents bruits de mesure.

De premiers travaux ont permis de développer une nouvelle technique d'imagerie basée sur la thermotransmittance modulée : comme pour la thermographie lock-in [9, 10], le signal est modulé afin de supprimer les composantes fréquentielles parasites et d'améliorer le rapport signal à bruit. Des mesures de champs de température, appliquées à un échantillon centimétrique ne présentant pas de gradient thermique dans son épaisseur, ont déjà fait l'objet de communications [11]. L'étude du coefficient de thermotransmittance du matériau pour différentes longueurs d'onde a également été possible. Ces premières mesures expérimentales ont permis le développement de nouveaux modèles sur l'évolution des propriétés optiques en fonction de la température dans la gamme infrarouge, un domaine moins étudié que la gamme visible, mais nécessaire pour la mesure du signal thermique.

Cette communication porte sur l'adaptation de la thermotransmittance modulée à l'échelle micrométrique. Afin d'adapter le système de chauffe à ces dimensions, un fil résistif en or a été déposé sur l'échantillon. La résistance est alimentée par un courant modulé en intensité qui permet de chauffer l'échantillon par effet Joule. Afin de mesurer la diffusivité thermique ainsi que le coefficient de thermotransmittance du matériau à cette échelle, il est nécessaire de caractériser la température du fil métallique. La mesure simultanée de la tension aux bornes du fil par la méthode 3ω [12] permet d'utiliser le dépôt métallique non seulement comme source de chaleur, mais également comme thermomètre local. Nous détaillerons dans un premier temps le montage expérimental pour la mesure de microscopie infrarouge par thermotransmittance modulée, appliquée à une lame de verre. Puis, nous exposerons le modèle thermique qui, comparé aux mesures expérimentales, permet de déterminer les propriétés thermiques de l'échantillon (diffusivité et coefficient de thermotransmittance). Enfin, nous présenterons les mesures des propriétés thermiques ainsi que les champs de température de la lame de verre étudiée.

2. Dispositif pour la mesure de thermotransmittance à l'échelle micrométrique

L'expérience de thermotransmittance consiste à mesurer l'intensité d'un faisceau infrarouge transmis par un échantillon semi-transparent en fonction de sa température. La variation de transmittance $\Delta\Gamma$ est directement liée à la variation de température de l'échantillon ΔT par le coefficient de thermotransmittance κ (voir équation 1). Le coefficient de thermotransmittance dépend notamment de la longueur d'onde λ du faisceau incident.

$$\frac{\Delta\Gamma(\lambda, t)}{\Gamma_0(\lambda)} = \kappa(\lambda)\Delta T(t) \quad (1)$$

Avec Γ_0 la transmittance à la température T_0 , et $\Delta\Gamma = \Gamma - \Gamma_0$. La transmittance s'obtient en faisant le ratio entre les flux mesurés avec et sans l'échantillon, S et S_i : $\Gamma(T) = S(T)/S_i$ et $\Gamma_0 = S(T_0)/S_i$. Finalement : $\Delta\Gamma(\lambda, t)/\Gamma_0(\lambda) = \Delta S(\lambda, t)/S(T_0, \lambda)$.

2.1. Description du montage expérimental

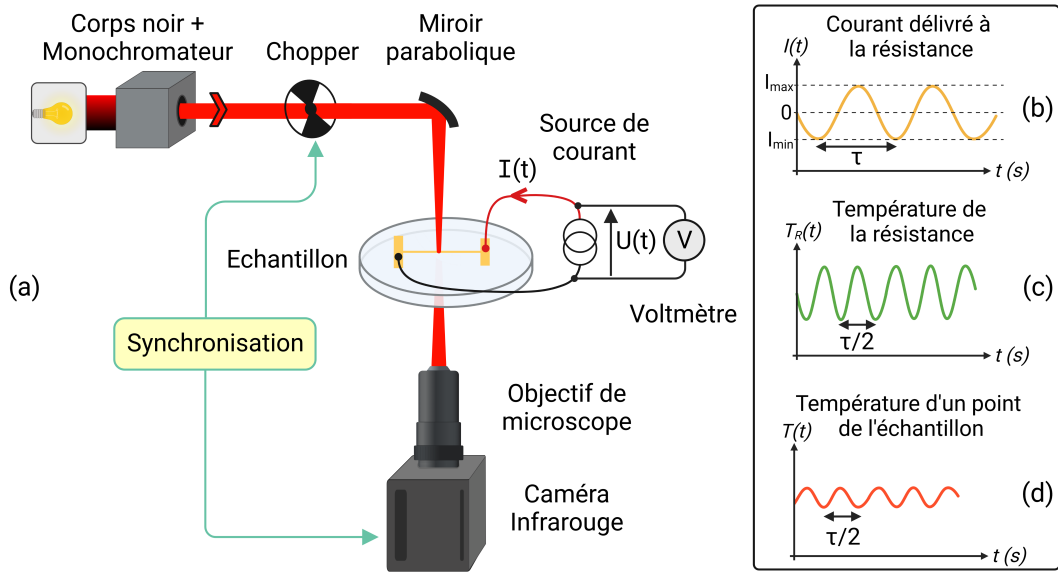


Figure 1 : (a) Montage expérimental pour la mesure de thermotransmittance d'une lame de verre chauffée par effet Joule. (b) Courant sinusoïdal délivré à la résistance. Température de la résistance (c) et d'un point de la lame de verre (d) au cours du temps.

Le montage expérimental pour la microscopie infrarouge par thermotransmittance modulée est présenté à la figure 1. L'échantillon est éclairé par un faisceau infrarouge monochromatique dont la longueur d'onde est contrôlée par un monochromateur à réseaux de diffraction (Bentham TMc300). Le faisceau transmis par l'échantillon est ensuite collecté par une caméra infrarouge InSb FLIR SC7000 dont la gamme spectrale est $\lambda \in [2.5 - 5.5] \mu\text{m}$. Afin de travailler à l'échelle micrométrique, la caméra est équipée d'un objectif de microscope de grandissement 1 qui permet d'atteindre une résolution spatiale de $15 \mu\text{m}/\text{pixel}$.

De plus, la caméra collecte à la fois le faisceau infrarouge transmis par l'échantillon, S , et son émission propre, E . Afin de supprimer la composante due à l'émission de l'environnement, un chopper mécanique est placé en sortie du monochromateur et est synchronisé avec la caméra. Cette dernière enregistre successivement une image de l'émission propre seule lorsque le faisceau est coupé par le chopper (E), puis une image contenant l'émission propre et le faisceau transmis ($S + E$). La composante de l'émission propre est supprimée par la soustraction des deux images successives.

L'échantillon est chauffé par effet Joule par une résistance métallique en or déposée à sa surface. Le dépôt en or a pour dimensions $45 \text{ mm} \times 30 \mu\text{m} \times 300 \text{ nm}$ et pour résistance $R_0 = 189 \pm 1 \Omega$. Les dimensions ont été spécifiquement choisies pour de l'or afin d'avoir une résistance électrique suffisamment élevée pour chauffer l'échantillon et supporter un courant électrique de plusieurs dizaines de mA. Le courant délivré dans la résistance est sinusoïdal, de la forme : $I = I_0 \cos(\omega t)$ (voir figure 1 (b)). La mesure de la tension aux bornes de la résistance permet de connaître sa température moyenne, $\Delta T_{2\omega}$, grâce à la méthode 3ω [12], avec $U_{3\omega}$ la tension mesurée à la fréquence 3ω .

$$\Delta T_{2\omega} = \frac{2U_{3\omega}}{R_0 I_0 \beta} \quad (2)$$

Connaissant l'amplitude du courant I_0 , la résistance R_0 , et le coefficient de température de résistance $\beta = 3 \times 10^{-3} K^{-1}$ mesuré au préalable, il est donc possible de déterminer l'amplitude de la variation de température de la résistance en or au cours de la mesure.

Enfin, pour chaque pixel des images prises par la caméra nous souhaitons obtenir l'amplitude crête à crête et la phase du signal de thermotransmittance modulée (voir figure 1 (d)). La méthode à quatre images [10] permet de mesurer l'amplitude et la phase d'un signal modulé. L'amplitude, $\Delta\Gamma(\lambda, t)/\Gamma_0(\lambda)$, donne accès à la température intégrée dans l'épaisseur du matériau grâce à la relation 1, à condition de connaître le coefficient de thermotransmittance.

L'échantillon utilisé dans cette étude est une lame de verre (SiO₂), d'épaisseur 2 mm, sur laquelle a été déposée la résistance métallique décrite précédemment.

2.2. Modèle du champ de température dans l'épaisseur de l'échantillon

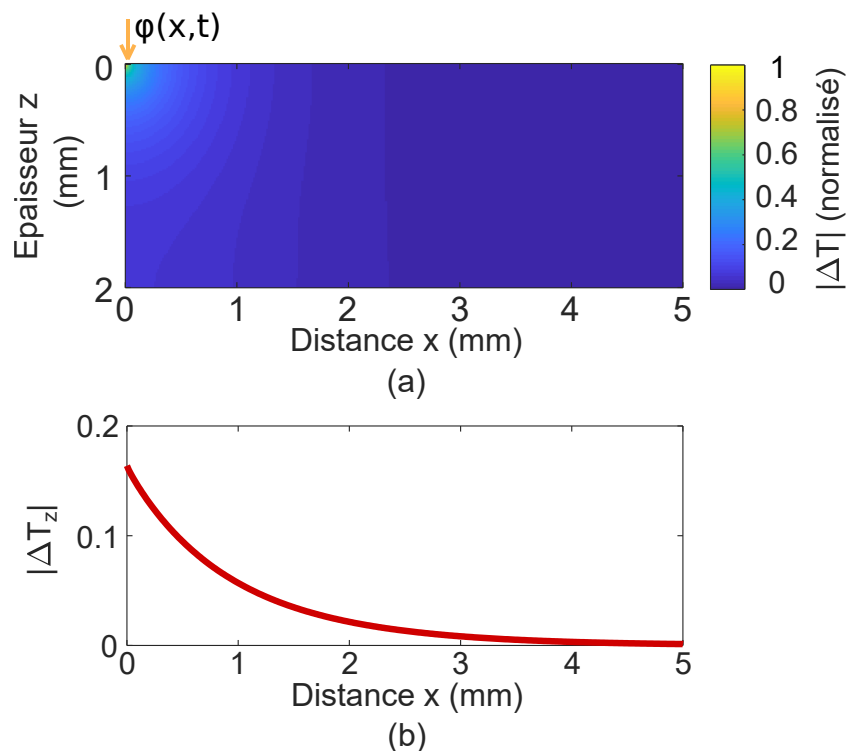


Figure 2 : Champs de température calculés par le modèle analytique. (a) Module de température $|\Delta T|$ normalisé par rapport à $|\Delta T(x = 0, z = 0)|$, à la fréquence $f = 40$ mHz. (b) Module de température moyenne dans l'épaisseur $|\Delta T_z|$ en fonction de l'éloignement x par rapport à la résistance, calculé à partir de $|\Delta T|$ normalisé.

Afin de déterminer les propriétés thermiques et les variations de température dans l'échantillon, il est nécessaire de comparer les mesures expérimentales à un modèle thermique. Le modèle développé doit donc représenter l'amplitude des variations de température $\Delta T(x, z, \omega)$ en chaque point (x, z) .

Considérons un flux périodique $\varphi(x, t) = \varphi_0 \delta(x) \cos(\omega t)$ délivré par la résistance métallique à la surface de l'échantillon (voir figure 2(a)), avec $\delta(x)$ une distribution de Dirac. Le problème étant symétrique par rapport à la résistance, le système est considéré adiabatique en $x = 0$. De plus, l'étude de modèles avec et sans pertes montre que celles-ci sont négligeables dans nos

conditions expérimentales. Pour simplifier la résolution du problème, nous négligeons donc les pertes avec le milieu extérieur en $z = 0$ et $z = L_z$. La solution complexe s'écrit sous la forme :

$$\Delta T(x, z, \omega) = \frac{1}{L_x} \theta_0(\alpha_0, z, \omega) + \sum_{n=1}^N \theta_n(\alpha_n, z, \omega) \cos(\alpha_n x) \quad (3)$$

Avec $\theta_n(\alpha_n, z, \omega)$ le champ obtenu après avoir réalisé une transformée en cosinus. Les α_n sont les valeurs propres telles que : $\alpha_n = n\pi/L_x$ avec $n = 0, 1, \dots$.

Le montage expérimental permettant de déterminer la température moyenne dans l'épaisseur, le champ de température $\Delta T(x, z)$ modélisé est ensuite intégré dans l'épaisseur z afin d'être comparé aux mesures. Nous noterons $\Delta T_z(x)$ la température dans l'épaisseur de l'échantillon (voir équation 4).

$$\Delta T_z(x, \omega) = \int_0^{L_z} \Delta T(x, z, \omega) dz \quad (4)$$

La figure 2 (a) montre que le module de température $|\Delta T(x, z)|$ n'est pas homogène dans l'épaisseur à la fréquence de modulation $f_T = 40$ mHz, et pour une diffusivité thermique estimée à $2 \times 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$. Ainsi, le signal moyen dans l'épaisseur $|\Delta T_z(x)|$ est de 16% par rapport à la température de la résistance en surface en $x = 0$, et chute à 5% à la distance $x = 1$ mm (voir figure 2 (b)).

3. Résultats

La résistance métallique est parcourue par un courant sinusoïdal, $I = I_0 \cos(2\pi f_I t)$, qui a pour amplitude $I_0 = 80$ mA et pour fréquence $f_I = 20$ mHz. La fréquence d'excitation thermique est donc $f_T = 2f_I = 40$ mHz. Afin de maximiser le signal de thermotransmittance, les mesures sont réalisées à la longueur d'onde $\lambda = 3300$ nm qui correspond au maximum de transmission de la lame de verre dans la gamme spectrale de la caméra. La mesure de la variation de température de la résistance par méthode 3ω donne une amplitude crête à crête $\Delta T_{2\omega} = (42.8 \pm 1.0)^\circ\text{C}$.

3.1. Mesure des propriétés thermiques : diffusivité thermique et coefficient de thermotransmittance

La première étape consiste à identifier la diffusivité thermique du matériau, paramètre inconnu dans le modèle. La figure 3 (b) montre la phase du signal de thermotransmittance obtenue après démodulation par la méthode à quatre images des mesures. Puis, la fonction coût (equation 5) associée à un algorithme de minimisation (type simplex, fonction *fminsearch* Matlab) permet de déterminer la diffusivité.

$$J(a) = \|\phi_{\text{modele}}(a) - \phi_{\text{mesure}}\|^2 \quad (5)$$

La diffusivité mesurée est $a = (1.3 \pm 0.2) \times 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, et correspond comme attendu à celle d'un isolant thermique. Pour estimer l'incertitude sur la valeur de a , nous avons réalisé le calcul précédent pour chaque ligne y (figure 3 (a)) et avons pris l'écart type de répétabilité correspondant. La méthode permet donc d'identifier de faibles diffusivités thermiques, inférieures à $10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$.

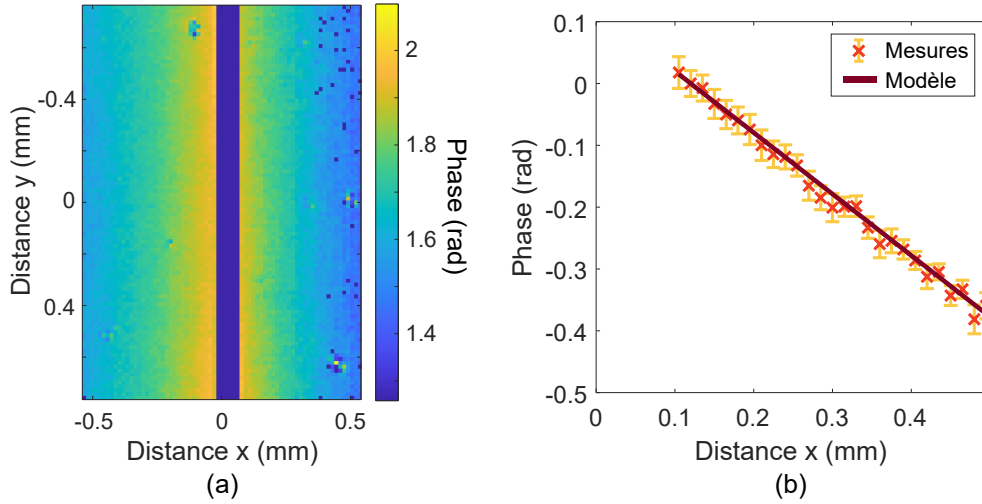


Figure 3 : (a) Phase du signal de thermotransmittance, obtenue après démodulation par la méthode à quatre images. Un masque a été appliqué afin de ne pas tenir compte du fil métallique situé au centre de l'image. (b) Comparaison entre le modèle thermique et les mesures expérimentales pour la phase du signal de thermotransmittance.

Maintenant que la diffusivité thermique a et la température $\Delta T(0, 0)$ (supposée égale à celle de la résistance) sont connues, nous pouvons grâce au modèle déterminer le champ du module de température moyen $|\Delta T_z(x)|$ (voir équations 3 et 4). En le comparant à l'amplitude du signal de thermotransmittance, $\Delta\Gamma/\Gamma_0$, nous pouvons estimer le coefficient de thermotransmittance grâce à la relation 1. La figure 4 (a) représente l'amplitude de la thermotransmittance en fonction de la variation de température $|\Delta T_z|$ calculée à partir du modèle thermique. Le coefficient directeur de la régression linéaire donne le coefficient de thermotransmittance $\kappa = -(1.6 \pm 0.2) \times 10^{-3} K^{-1}$. Pour l'incertitude, nous avons calculé indépendamment le coefficient de thermotransmittance pour chaque mesure (figure 4 (a)) et pris l'écart type résultant. Le signe négatif vient de l'opposition de phase entre l'excitation thermique et la réponse du matériau (déphasage de π). Ainsi, plus la lame de verre est chauffée, plus elle devient opaque à la longueur d'onde $\lambda = 3300$ nm.

3.2. Mesure du champ des variations de température dans la lame de verre

Grâce à la connaissance du coefficient de thermotransmittance et à la relation 1, il est désormais possible de mesurer le champ de température moyen dans l'épaisseur de la lame de verre, $|\Delta T_z(x)|$, sans utiliser le modèle thermique. La figure 4 (b) donne la cartographie obtenue à une fréquence de modulation thermique de 40 mHz.

Le bruit de mesure sur le signal de thermotransmittance est $\sigma_{\Delta\Gamma/\Gamma_0} = 1.5 \times 10^{-3}$, ce qui signifie qu'en dessous de ce seuil, nous ne sommes pour le moment pas capables de différencier les variations de température du bruit. Cela se traduit par une température minimale détectée $\sigma_T \approx 1^\circ\text{C}$ pour la lame de verre étudiée.

De plus, il est difficile de distinguer nettement où s'arrête la résistance sur l'image. Les vibrations de la caméra provoquées par son moteur de refroidissement Stirling empêchent la mesure à proximité immédiate de la résistance thermique.

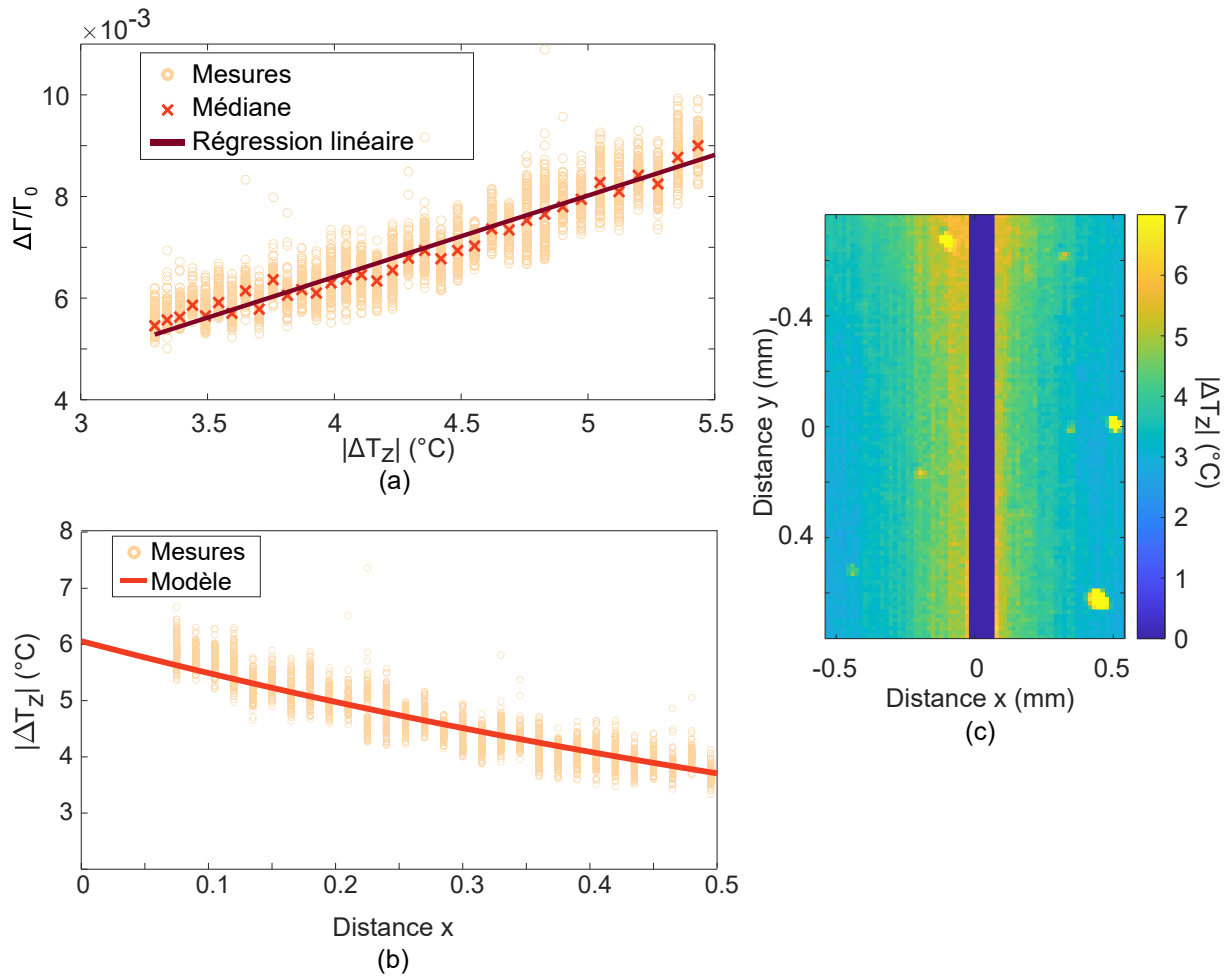


Figure 4 : (a) Amplitude de thermotransmittance mesurée en fonction du module de température dans l'épaisseur $|\Delta T_z|$. La pente de la régression linéaire donne le coefficient de thermotransmittance. (b) Comparaison entre le modèle et la mesure du module de température $|\Delta T_z|$. (c) Champ de température moyenne dans l'épaisseur de la lame de verre $|\Delta T_z|$.

4. Conclusion

Dans cette étude, nous avons montré que la microscopie infrarouge par thermotransmittance modulée est une méthode particulièrement adaptée à la mesure des propriétés thermiques et des champs de température d'un matériau semi-transparent, en régime périodique établi. Le montage expérimental actuel a un seuil de détection de variation de température d'environ $\sigma_T = 1^\circ\text{C}$. Afin d'améliorer cette limite, plusieurs pistes sont envisagées : augmenter la puissance du faisceau incident (utilisation de lasers par exemple), améliorer l'algorithme de démodulation afin de réduire davantage le rapport signal à bruit (filtrage, acquisition de plus de périodes, ...), et enfin, changer la caméra actuelle pour un détecteur plus sensible.

Finalement, étant capable de déterminer le champ de température moyen dans l'épaisseur du matériau, la thermotransmittance est très prometteuse pour la mesure volumétrique de la température dans un milieu semi-transparent à l'infrarouge. Les travaux en cours se focalisent sur l'amélioration du montage expérimental et des algorithmes de traitement afin d'acquérir des tomographies du champ de température dans l'épaisseur de l'échantillon. Cette méthode permettra d'étudier des milieux non homogènes, des multicouches ou encore des sources de chaleur internes.

Références

- [1] G.M. Carlomagno and G. Cardone. *Infrared thermography for convective heat transfer measurements*, volume 49. 2010.
- [2] X. Maldague and S. Marinetti. Pulse phase infrared thermography. *Journal of Applied Physics*, 79(5) :2694–2698, 1996.
- [3] F. Cernuschi, A. Russo, L. Lorenzoni, and A. Figari. In-plane thermal diffusivity evaluation by infrared thermography. *Review of Scientific Instruments*, 72(10) :3988–3995, 2001.
- [4] R. Usamentiaga, P. Venegas, J. Guerediaga, L. Vega, J. Molleda, and F. G. Bulnes. Infrared thermography for temperature measurement and non-destructive testing. *Sensors (Switzerland)*, 14(7) :12305–12348, 2014.
- [5] H. H. Li. Refractive index of silicon and germanium and its wavelength and temperature derivatives. *Journal of Physical and Chemical Reference Data*, 9(3) :561–658, 1980.
- [6] David G Cahill. Analysis of heat flow in layered structures for time-domain thermoreflectance. *Review of Scientific Instruments*, 75(12) :5119–5122, 2004.
- [7] S. Dilhaire, S. Grauby, and W. Claeys. Calibration procedure for temperature measurements by thermoreflectance under high magnification conditions. *Applied Physics Letters*, 84(5) :822–824, 2004.
- [8] J. Christofferson and A. Shakouri. Thermoreflectance based thermal microscope. *Review of Scientific Instruments*, 76(2) :024903–1–024903–6, 2005.
- [9] O. Breitenstein, M. Langenkamp, F. Altmann, D. Katzer, A. Lindner, and H. Eggers. Microscopic lock-in thermography investigation of leakage sites in integrated circuits. *Review of Scientific Instruments*, 71(11) :4155–4160, 2000.
- [10] G. Busse, D. Wu, and W. Karpen. Thermal wave imaging with phase sensitive modulated thermography. *Journal of Applied Physics*, 71(8) :3962–3965, 1992.
- [11] C. Bourgès, S. Chevalier, J. Maire, A. Sommier, C. Pradère, and S. Dilhaire. Infrared thermotransmittance-based temperature field measurements in semitransparent media. *Review of Scientific Instruments*, 94(3) :034905, 2023.
- [12] M. Beaudhuin. Mesure de la conductivité thermique par la méthode 3-oméga. *Techniques de l'ingénieur Mesures physiques*, base documentaire : TIP672WEB.(ref. article : r2918), 2019.