

# Thermographie infrarouge modulée appliquée à l'étude de l'interaction sonde - échantillon en microscopie thermique à balayage (SThM).

Jean-François HENRY, Hervé PRON et Mihai CHIRTOC

UTAP/LTP, EA 3802 Laboratoire de ThermoPhysique, Unité de Thermique et Analyse Physique  
UFR Sciences de Reims, Moulin de la Housse, B.P. 1039, F-51 687 REIMS Cedex 2  
(Auteur correspondant: [jf.henry@univ-reims.fr](mailto:jf.henry@univ-reims.fr))

**Résumé** – Nous avons utilisé la thermographie infrarouge modulée pour mesurer les échanges thermiques en régime périodique entre une sonde résistive utilisée en microscopie thermique à balayage et un échantillon composite assimilable à une ailette circulaire. Nous dissociions le transfert conductif *via* l'air ambiant du transfert de chaleur par conduction directe entre sonde et échantillon. Ce dernier est obtenu par soustraction des températures complexes obtenues sans contact de celles mesurées avec contact sonde-échantillon pour différentes fréquences d'excitation. Il représente environ 8% de la puissance totale dissipée par la sonde et est indépendant de la fréquence d'excitation. Le transfert par conduction dans l'air varie de 23% à 6% pour des fréquences de 0,2 à 40 Hz pour un rayon équivalent de la source thermique d'environ  $r = 0,2 \text{ mm}$ .

## Nomenclature

$a$	diffusivité thermique, $m^2.s^{-1}$	$k$	conductivité thermique, $W.m^{-1}.K^{-1}$
$c$	chaleur volumique, $J.m^{-3}.K^{-1}$	$K_0$	fonction de Bessel d'ordre zéro
$d$	épaisseur de l'échantillon, $m$	$r$	rayon, $m$
$f$	fréquence de modulation thermique, $Hz$	$P$	source thermique (effet Joule), $W$

### Symboles grecs

$\mu$	longueur de diffusion thermique, $m$	$\varphi$	phase, $rad$
$\theta$	écart de température, $K$	$\gamma$	constante d'Euler

## 1. Introduction

La motivation de ce travail réside dans le manque de connaissance au niveau des transferts thermiques entre une sonde résistive (ThP, sonde de type Wollaston) et l'échantillon en microscopie thermique à balayage [1]. Notre objectif est d'établir un bilan thermique équilibré incluant la sonde thermique et l'échantillon en régime périodique. Quand le sommet de la sonde est en contact avec l'échantillon, la puissance est dissipée par différents modes de transferts : conduction avec le support de la sonde, conduction et convection avec l'air ambiant, conduction *via* l'air ambiant vers l'échantillon et enfin conduction directe vers l'échantillon par la très petite surface de contact. C'est ce dernier mécanisme de transfert de chaleur qui rend possible les mesures en microscopie thermique à sonde locale [2].

## 2. Théorie

L'amplitude de la température  $\theta(r,f)$  dans une ailette circulaire isolée et thermiquement mince ( $d \ll \mu$ ) est équivalente à celle générée par une source linéique périodique, de puissance par unité de longueur  $P/d$  [ $W/m$ ], dans un milieu infini homogène en géométrie cylindrique [3]:

$$\theta(r, f) = \frac{P/d}{2\pi k} K_0(\sigma r) \quad (1)$$

avec  $K_0$  fonction de Bessel modifiée de 2<sup>ème</sup> espèce d'ordre zéro d'argument complexe  $\sigma = (1+i)/\mu$ ,  $\mu$  étant la longueur de diffusion thermique dans le milieu  $\mu = [a/(\pi f)]^{1/2}$  avec  $a = k/c$ . La source  $P$  est le flux thermique total transféré au point de contact (et autour), de la pointe à l'échantillon. Pour  $r/\mu \ll 1$  (proche du point de contact), le développement en série de la fonction  $K_0$  permet d'écrire [4] :

$$\theta(r, f) = -\frac{P/d}{2\pi k} \left( \gamma + \ln \frac{\sigma r}{2} \right) = -\frac{P/d}{2\pi k} \left( \ln \frac{1.26 r}{\mu} + i \frac{\pi}{4} \right) \quad (2)$$

où  $\gamma = 0,5772$  est la constante d'Euler. Dans l'équation (2),  $\text{Re}[\theta(r, f)] > \text{Im}[\theta(r, f)]$  et par conséquent, les tracés de  $\theta(r, f)$  en fonction de  $\ln(r)$  forment une famille de droites parallèles dont les pentes et les offset verticaux dépendent respectivement de  $P$  et de  $f$ .

L'écart entre la phase de la température  $\varphi(r, f)$  et la phase au centre  $\varphi_0(0, f)$  vaut :

$$\varphi(r, f) - \varphi_0(0, f) = \Delta\varphi(r, f) \approx \tan[\Delta\varphi(r, f)] = \frac{\pi/4}{\ln(1.26 r / \mu)} \quad (3)$$

tandis qu'à partir de la partie réelle de l'équation (2), nous obtenons :

$$\frac{P}{2\pi k d} = \frac{-\text{Re}[\theta(r, f)]}{\ln(1.26 r / \mu)} \quad (4)$$

L'ajustement des données expérimentales par la méthode des moindres carrés permet la détermination de la phase initiale  $\varphi_0$  et de la diffusivité thermique  $a$  de l'échantillon (avec l'éq. 3) et du flux de chaleur  $P$  transféré à l'échantillon (avec l'éq. 4).

### 3. Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental est schématisé sur la figure 1. L'échantillon est une feuille de papier carbone de plus de  $2 \times 2 \text{ cm}^2$  dont la structure est composée d'un substrat de papier de  $20 \mu\text{m}$  d'épaisseur côté sonde thermique et d'un revêtement de  $10 \mu\text{m}$  à base de poudre carbone côté caméra de thermographie. La caméra utilisée est une CEDIP type JADE IRC 320-4 LW munie d'un objectif de grandissement 1. Les images sont constituées de  $320 \times 240$  pixels de  $30 \times 30 \mu\text{m}^2$  chacun représentant une surface totale de  $9,6 \times 7,2 \text{ mm}^2$ .

La pointe thermique est constituée d'un fil de  $\text{Pt}_{0,9}\text{Rh}_{0,1}$  de  $5 \mu\text{m}$  de diamètre et de  $200 \mu\text{m}$  de long pliée en son milieu et incurvée de façon à créer un V (fil Wollaston). Elle est mise en contact avec la face arrière de l'échantillon par translation d'une platine micrométrique. Sa résistance électrique est de  $2,1 \Omega$  et elle est alimentée par un courant alternatif de  $I_{\text{eff}} = 14,3 \text{ mA}$  à la fréquence  $f/2$ . La puissance moyenne dissipée dans la sonde sous forme de chaleur est donc de  $430 \mu\text{W}$  avec une amplitude crête à crête de modulation à la fréquence  $f$ , de  $860 \mu\text{W}$ .

Pour chaque fréquence de modulation, une série de 600 images est traitée à l'aide d'un algorithme de détection synchrone [5,6] afin d'obtenir les thermogrammes d'amplitude et de phase (fig. 2).

## 4. Résultats et discussions

Les figures 3 et 4 montrent les distributions radiales des profils de températures complexes obtenues sur les figures 2. Le champ de température obtenu lorsque la sonde est en contact est supérieur à celui obtenu sans contact mais il est important de constater que ce dernier est loin d'être négligeable. En conséquence, pour dissocier le transfert de chaleur direct par contact, nous avons procédé à la soustraction des valeurs complexes sans contact (fig. 4) des valeurs avec contact (fig. 3). Cette méthode repose sur l'hypothèse que le flux transféré par l'air reste identique avant et après contact et que les deux mécanismes de transfert sont additifs et indépendants l'un de l'autre. Bien qu'en principe ce n'est pas exactement le cas, on peut accepter ce point de vue dû au fait que le flux transféré par le contact est assez faible, comme on va le montrer en fin de paragraphe.

Sur la figure 5, la superposition de toutes les données expérimentales sur la courbe théorique unique  $\Delta\varphi(r/\mu)$  (éq. 3), a été possible grâce à un ajustement à deux paramètres indépendants: les phases absolues  $\varphi_o(0,f)$  et la diffusivité thermique équivalente dans le sens radial  $a = 2,93 \times 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ . Cette dernière correspond à une conductivité thermique équivalente du matériau composite  $k = 4,32 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ , la chaleur volumique étant déterminée par calorimétrie différentielle DSC,  $c = 1,47 \times 10^6 \text{ J} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{K}^{-1}$ . D'autre part, la valeur obtenue pour la diffusivité donne une longueur de diffusion thermique minimale de  $\mu = 153 \text{ } \mu\text{m}$  à 40 Hz, qui est largement supérieure à l'épaisseur de l'échantillon. En conséquence, on suppose que la distribution de température est identique sur les deux faces de l'échantillon, à l'exception d'une zone autour de l'origine en  $r = 0$  (qui n'est pas représentée dans les figures 3-8), d'un diamètre comparable à l'épaisseur.

Sur la figure 6, la quantité représentée en ordonnée est proportionnelle à la puissance totale  $P$  transférée à l'échantillon conformément à l'équation (4), et devrait être constante (une famille de droites horizontales) en fonction de  $r$ . En réalité, les courbes expérimentales ont une partie ascendante suivie d'un plateau plus ou moins large et d'une partie descendante. La montée est due au fait que la source n'est pas ponctuelle. Elle est transformée en source volumique par le transfert diffusif à travers l'air, qui fait remonter les courbes par apport de flux thermique jusqu'à une distance radiale (étonnamment large) d'environ  $r = 200 \text{ } \mu\text{m}$  (fig. 6, droite). Nous considérons cette valeur comme le rayon équivalent de la source générée par le transfert par l'air.

Les niveaux maxima atteints par les courbes servent à calculer l'amplitude crête à crête de la puissance  $P$  transférée dans chaque situation (avec  $k$  et  $d$  connues). Dans la situation de non-contact (fig. 6, droite),  $P$  décroît lorsque la fréquence augmente du fait de l'atténuation des transferts par conduction à travers la couche d'air. Dans la situation de contact (fig. 6, gauche), la puissance transférée est incrémentée par le passage direct de la chaleur sur la surface de contact. L'amplitude en température correspondant au transfert par conduction du contact seul est obtenue par la soustraction décrite précédemment (fig. 7). L'absence de plateau à faible rayon tel qu'observé sur la figure 4 prouve que la source de chaleur est très localisée ( $r < 20 \text{ } \mu\text{m}$ ). Ce constat est renforcé par la figure 8 (à comparer avec fig. 6 droite) où la fraction de la puissance transférée par contact est indépendante de la distance radiale de la mesure, en accord avec le modèle d'ailette circulaire à source ponctuelle décrit dans la section de théorie. En plus, cette puissance est indépendante aussi de la fréquence, ce qui confirme le caractère de conductance de contact (absence de partie imaginaire de l'impédance thermique de contact), qui s'explique par l'étendue spatiale beaucoup plus réduite du contact par rapport à la longueur de diffusion thermique  $\mu$  [1] jusqu'à des fréquences de l'ordre du MHz.

Les parties descendantes des courbes dans les figures 6 et 8 sont dues aux pertes de chaleur vers l'ambient qui augmentent avec la surface (proportionnelle à  $r^2$ ) et donc qui deviennent non négligeables aux grandes valeurs de  $r$ .

En termes de puissance moyenne, sur un total de  $430 \mu W$  dissipés par la sonde, entre  $26,5$  et  $100 \mu W$  sont transmis à l'échantillon par conduction dans l'air pour des fréquences respectivement égales à  $40$  et  $0,2 Hz$ . La fraction transférée par conduction directe est stable jusqu'à environ  $20 Hz$  et peut-être évaluée à  $35 \pm 5 \mu W$ , ce qui ne représente qu'environ  $8 \%$  du flux total dissipé par la sonde thermique. Du bilan global il en résulte que plus des deux tiers ( $295 \dots 369 \mu W$ ) de la puissance dissipée dans la sonde est soit évacuée par conduction dans les supports du fil chaud, soit transférée à l'ambient.

## 5. Conclusion

Nous avons montré que la puissance transférée entre la pointe d'une sonde SThM et l'échantillon en mode alternatif résulte de deux contributions que nous avons quantifiées: conduction directe sonde - échantillon (transfert localisé, représentant  $\approx 8\%$  du flux total) et transfert conductif *via* l'air environnant (rayon équivalent  $r = 200 \mu m$ , représentant  $\approx 6 \dots 23\%$  du flux total).

La technique d'investigation par thermographie infrarouge modulée présentée ici peut être utilisée ultérieurement pour déterminer les impédances thermiques de contact (en général, des quantités complexes) entre sonde et échantillon, ce qui est un des obstacles majeurs aux études quantitatives en microscopie thermique à sonde locale.

## Références

- [1] S. Lefèvre, S. Volz and P.-O. Chapuis, Nanoscale heat transfer at contact between a hot tip and a substrate, *Int. J. Heat and Mass Transfer* 49 (2006), 251-258.
- [2] I. Moon, R. Androsch, W. Chen and B. Wunderlich, The principles of micro-thermal analysis and its applications to the study of macromolecules, *J. Thermal Analysis and Calorimetry* 59 (2000), 187-203.
- [3] H.S. Carslaw and J.C. Jaeger, *Conduction of Heat in Solids*, Second ed., Oxford Univ. Press, London (1959).
- [4] D.G. Cahill, Thermal conductivity measurement from 30 to 750 K: the  $3\omega$  method, *Rev. Sci. Instrum.* 61 (1990), 802-808.
- [5] H. Pron, J.F. Henry, S. Offermann, C. Bissieux and J.L. Beaudoin, *Estimation of local thermophysical properties by means of front-face photothermal infrared thermography: application to mechanical stress analysis. High Temp. High Pressures* 32 (2000), 473 - 477.
- [6] H. Pron and C. Bissieux, "3D thermal modelling applied to stress-induced anisotropy of thermal conductivity", *Int. J. Therm. Sci.* Vol 43/12 (2004) pp 1161-1169.

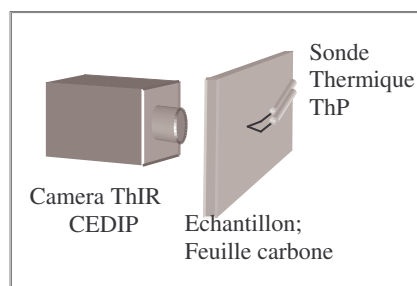


Figure 1 : Schéma du dispositif expérimental

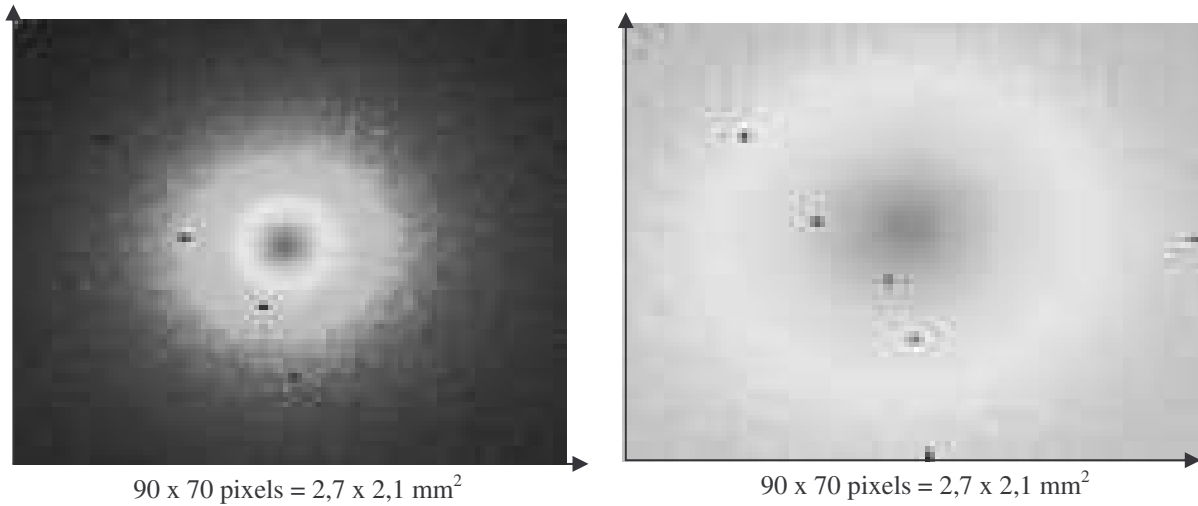


Figure 2 : Exemples de thermogrammes issus du processus de détection synchrone sur 600 images. ( partie centrale des images ) à gauche: amplitude, à droite: phase

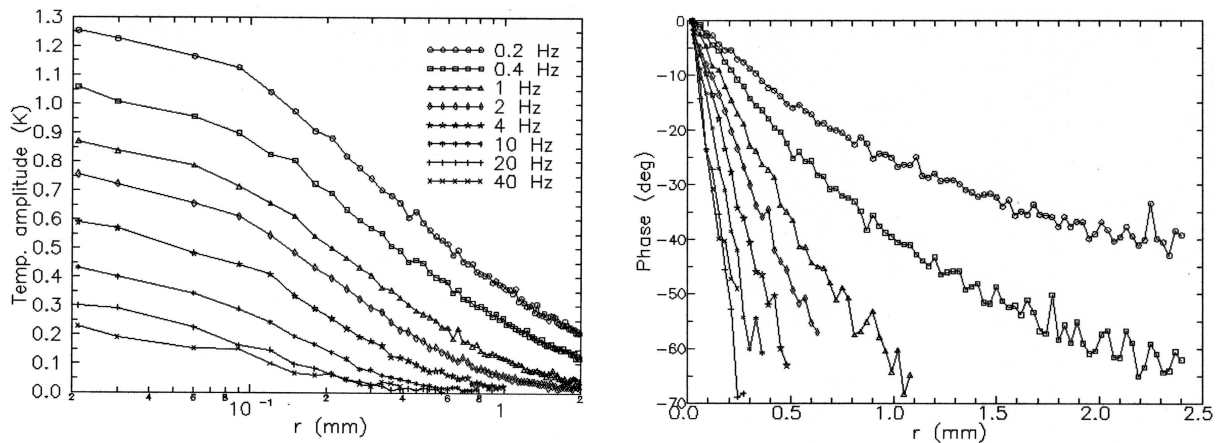


Figure 3 : Distribution radiale de l'amplitude crête à crête de la température (gauche) et des phases relatives (droite). Cas du contact sonde échantillon.

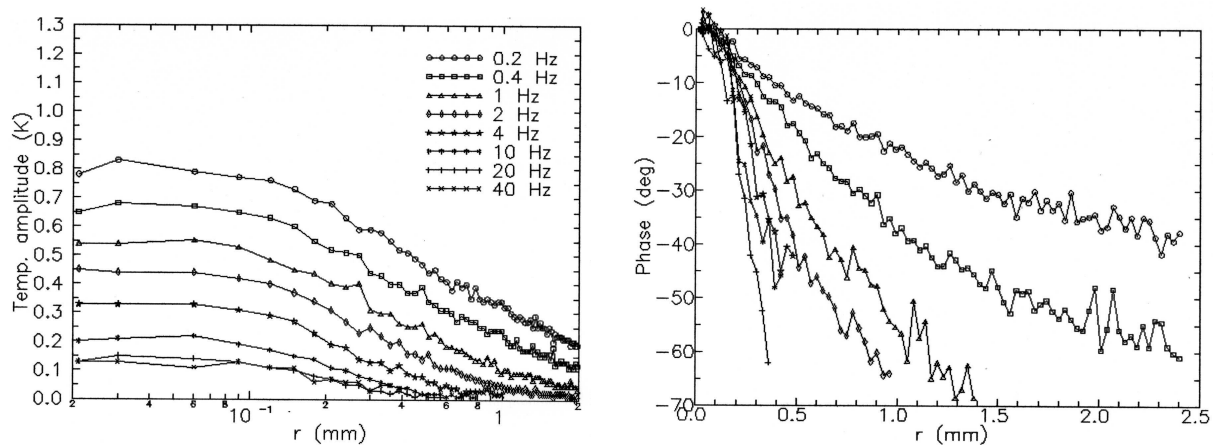


Figure 4 : Mêmes représentations qu'en figure 3 : Cas d'une sonde placée à 20 μm de l'échantillon.

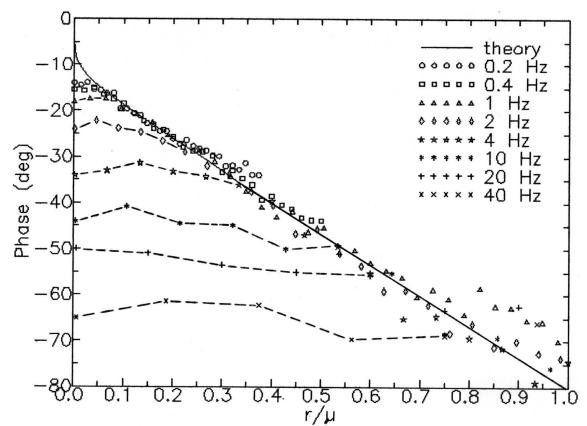
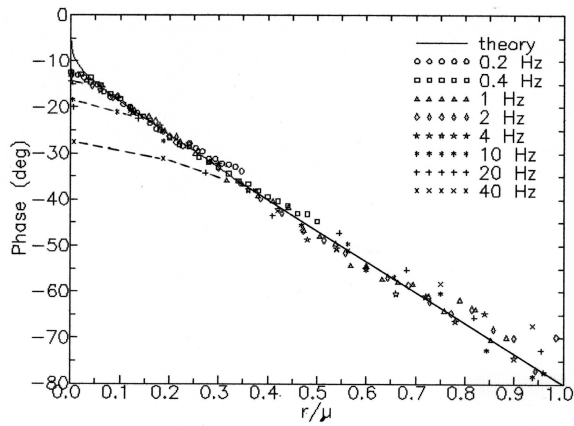


Figure 5 : Courbes de phases des Figure 3 (gauche, en contact) et Figure 4 (droite, sans contact) rapportées à la courbe de phase théorique (ligne pleine) calculée selon l'équation (3). Les deux paramètres de l'ajustement sont le décalage de phase  $\varphi_0$  à l'origine et la diffusivité thermique  $a$  de l'échantillon.

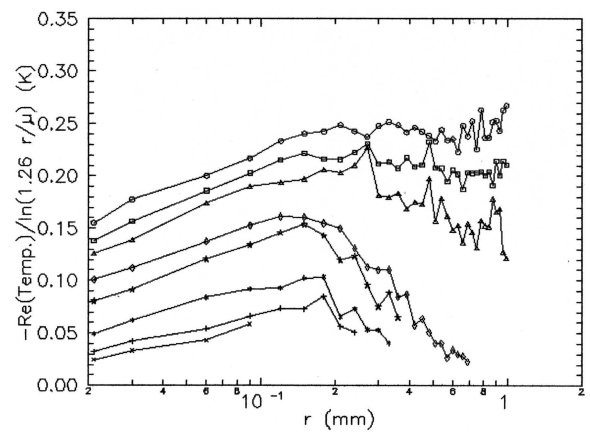
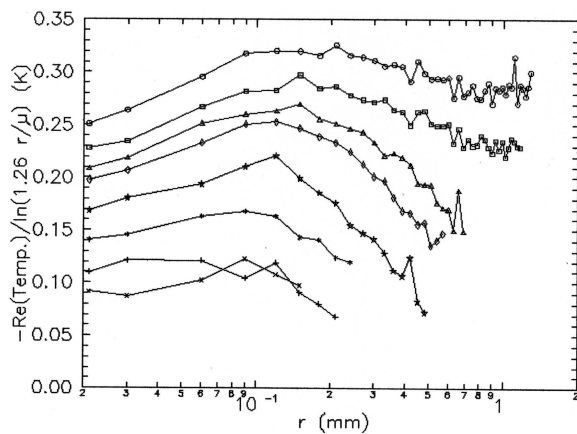


Figure 6 : L'axe des ordonnées représente les puissances transférées à l'échantillon (Equation 4) dans le domaine radial où les valeurs suivent la courbe théorique de la Figure 5 (gauche, sonde en contact et droite, sans contact).

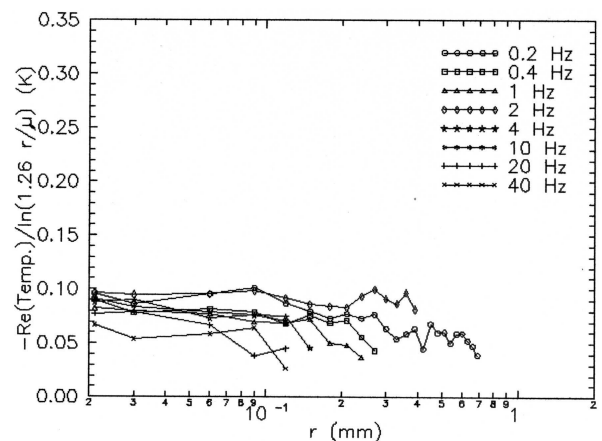
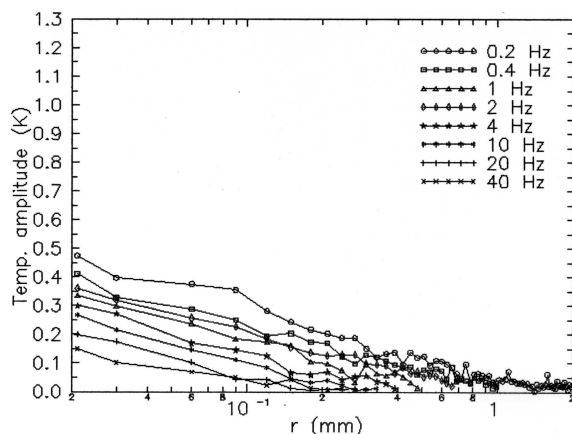


Figure 7 : Distribution radiale de l'amplitude crête à crête de la température résultant de la soustraction vectorielle des données (Figure 3 – Figure 4)

Figure 8 : Même représentation qu'en Figure 6 : Différence entre « sonde en contact » et « sans contact ». (Figure 6 gauche – Figure 6 droite)