

De la méthode multi-spectrale au réseau de diffraction pour la mesure de la température dans les ultraviolets

Thomas PIERRE*, Benjamin REMY et Alain DEGIOVANNI

LEMTA, Nancy-Université, CNRS,
02, avenue de la Forêt de Haye – BP 160, 54 504 Vandœuvre-lès-Nancy Cedex, France.

*auteur correspondant : thomas.pierre@ensem.inpl-nancy.fr

Résumé – La méthode multi-spectrale dans les ultraviolets est intéressante ; du fait de la forte sensibilité de la mesure dans cette gamme de longueur d’onde, il est possible de travailler sur une gamme spectrale réduite où on fait l’hypothèse que l’émissivité est constante tout en conservant une forte sensibilité du flux photonique à la température. Nous avons montré [1] qu’il était important pour des mesures précises de connaître la fonction de transfert des filtres monochromatiques. Une seconde partie de la communication porte sur la prise en compte d’une fonction de transfert quadratique sur l’intervalle de travail grâce à une mesure à trois bandes. Enfin, une troisième partie propose une méthode multi-spectrale basée sur l’utilisation d’un réseau de diffraction par réflexion. Ce dernier présente l’avantage de réaliser des mesures à différentes longueurs d’onde en utilisant les mêmes composants optiques, contrairement aux filtres monochromatiques qui ont chacun leur propre fonction de transfert.

Nomenclature

c	vitesse de la lumière, $m.s^{-1}$
d	diamètre, m
h	constante de Planck, $J.s$
n	flux photonique, $photons.s^{-1}$
C_1	constante de la loi de Planck, $W.m^2$
C_2	constante de la loi de Planck, $m.K$
M	émittance, $W.m^{-2}$

T température, K et $^{\circ}C$

Symboles grecs

$\delta\lambda$	demi-largeur de bande, nm
ε	émissivité
λ	longueur d’onde, nm
Δt	temps d’intégration, ms

Indices, exposants et autres symboles

λ	spectral(e)
o	corps noir

1. Introduction

Dans le cadre de mesures de température à l’échelle microscopique, cette communication poursuit les travaux effectués dans les ultraviolets à l’aide de filtres monochromatiques [1]. Parmi toutes les techniques existantes pour mesurer la température aux petites échelles, celles qui utilisent la physique du champ proche (S_{Th}M [2]) sont performantes en terme de résolutions spatiale (quelques 10nm) et thermique (quelques 10mK). Cependant cette résolution dépend de la forme et de la taille de la sonde mais aussi de la distance sonde/échantillon ; cette proximité perturbe la mesure et crée des nombreux échanges thermiques difficiles à évaluer. De plus, les informations topographique et thermique sont corrélées et il est difficile d’extraire la température de manière quantitative. Les efforts dans ce domaine sont donc principalement portés sur la modélisation des échanges autour de la sonde [3]. Enfin, la durée de vie des sondes étant limitée, se pose le problème de leur reproductibilité qui s’avère très difficile, compliquant encore plus les simulations. Devant les problèmes que pose le champ proche, les techniques en champ lointain s’avèrent être intéressantes puisqu’elles ne perturbent pas la mesure ; mais la résolution cette fois-ci est fixée par le critère de Rayleigh ($\Delta x \approx \lambda/2$). Si de nombreux dispositifs utilisent les infrarouges

(IR) proches et lointains, P. Hervé s'est tourné vers les ultraviolets [4] et a montré la faisabilité de ces mesures. Il a appuyé ses travaux à partir des propriétés émissives ε_λ de nombreux matériaux [5] ou encore à partir de la loi de Drude (1) qui montrent que l'émissivité a tendance à être plus élevée aux courtes qu'aux grandes longueurs d'onde [6] ; par conséquent, l'erreur de mesure (entre T et T_L , T_L température de luminance pour $\varepsilon_\lambda = 1$) et l'erreur relative e_T/T (3) sur la température sera plus faible dans les ultraviolets (UV).

$$\varepsilon_\lambda = \alpha_\lambda = A\lambda^{-1/2}, \quad (1)$$

$$M_\lambda(T) = \varepsilon_\lambda C_1 \lambda^{-5} e^{-C_2/\lambda T}, \quad (2)$$

$$\frac{1}{T} = \frac{1}{T_L} + \frac{\lambda}{C_2} \ln(\varepsilon_\lambda), \quad \frac{e_T}{T} = \frac{\lambda T}{C_2} \frac{e_{\varepsilon_\lambda}}{\varepsilon_\lambda}. \quad (3)$$

À partir de ses travaux, nous avons mis au point un microscope optique équipé d'un objectif UV avec une grande distance de travail (non-intrusif). Cependant l'énergie émise dans les UV est très faible et l'est d'autant plus que la surface investie est dans notre cas microscopique. Pour la mesure, un système de comptage de photons (photomultiplicateur PMT refroidi à faible bruit de mesure) a été adopté ; cependant il existe un seuil de détectivité photonique en-dessous duquel l'exploitation des résultats n'est pas possible. En partant de l'approximation de Wien (pour $\lambda_m T < 3000 \mu\text{m.K}$), le flux radiatif émis sous forme d'énergie peut donc être exprimé en terme de flux photonique grâce l'énergie d'un photon $E = hc/\lambda$. Cette nouvelle expression du flux monochromatique émis $n_\lambda^e(T)$ par une surface s peut alors s'écrire (4) :

$$n_\lambda^e(T) = \varepsilon_\lambda \frac{C_1 s}{hc} \lambda^{-4} e^{-C_2/\lambda T}. \quad (4)$$

Après avoir traversé le dispositif de mesure, le flux photonique monochromatique reçu $n_\lambda^r(T)$ par le PMT peut finalement s'écrire sous la forme suivante :

$$n_\lambda^r(T) = \varepsilon_\lambda \frac{C_1 s}{hc} \text{FT}_\lambda \lambda^{-4} e^{-C_2/\lambda T}. \quad (5)$$

FT_λ étant la fonction de transfert du microscope dépendant des transmittivités spectrales des différents éléments le composant (objectif, oculaire, PMT).

2. La méthode multi-spectrale

2.1. Les filtres monochromatiques

L'émissivité ε_λ est une grandeur difficile à évaluer ; en monochromatique, il faut que le terme FT_λ de (5) soit parfaitement connu pour pouvoir remonter à la température. Si ce n'est pas le cas, une solution consiste à mesurer T à des longueurs d'onde différentes (méthode multi-spectrale) ; il faut cependant que FT_λ soit le même pour chaque longueur d'onde de sorte que le rapport $n_{\lambda_i}^r(T)/n_{\lambda_j}^r(T)$, pour deux mesures effectuées à λ_i et λ_j , le suppriment. L'intérêt de la méthode réside donc dans le choix judicieux des longueurs d'onde de travail, ces dernières devant être les plus proches possibles les unes des autres de sorte que l'hypothèse $\varepsilon_{\lambda_i} \approx \varepsilon_{\lambda_j}$ soit valable, sans pour autant introduire une erreur trop grande sur la température, mais aussi pour que l'on puisse éliminer les autres termes inconnus (6). Le choix des UV n'est pas anodin puisque cette gamme est relativement étroite ($[0,150 \mu\text{m} - 0,400 \mu\text{m}]$) comparée à celle des IR avec une sensibilité de mesure importante (forte pente de la partie ascendante de la loi de Planck).

$$T = \frac{C_2(1/\bar{\lambda}_j - 1/\bar{\lambda}_i)}{\ln\left(\frac{n_{\lambda_i}^r}{n_{\lambda_j}^r} \left(\frac{\bar{\lambda}_j}{\bar{\lambda}_i}\right)^{-4}\right)}. \quad (6)$$

Les longueurs d'onde de travail ont donc été choisies assez proches les unes des autres pour avoir $\varepsilon_{\lambda_i} \approx \varepsilon_{\lambda_j}$, tout en ayant de fortes variations de flux photonique entre chaque longueur d'onde, ce qui est possible dans l'UV. Comme il n'existe pas de réel optimum, l'idée est d'imposer un rapport α entre les signaux (7) pour au final obtenir deux longueurs d'onde λ_i et λ_j répondant à nos conditions. Pour pouvoir vérifier les résultats par inter-comparaison, nous avons défini une troisième longueur d'onde λ_k proche des deux autres. En posant $x = \lambda_i/\lambda_j$, le rapport de deux signaux mesurés à λ_i et λ_j permet d'obtenir :

$$x^{-4} e^{-\frac{C_2(1-x)}{T\lambda_i}} = \alpha \rightarrow x^* e^{x^*} = -\frac{C_2}{5\lambda_j T} \frac{1}{\alpha^{1/5}} e^{-\frac{C_2}{5\lambda_j T}}, \quad (7)$$

en posant $x^* = -C_2x/5\lambda_i T$. Cette expression, pour une température T donnée, permet de remonter à un rapport λ_i/λ_j en fonction de α (Figure 1). Ainsi, par exemple, pour des rapports $\alpha = 0,5$, λ_i/λ_j vaut environ 0,975, ce qui correspond aux longueurs d'onde 380nm et 390nm ou bien 390nm et 400nm : ces trois longueurs serviront pour faire des mesures par inter-comparaison. À noter qu'elles sont distantes seulement de 10nm chacune.

2.2. Les mesures expérimentales

Les filtres utilisés ne sont pas réellement monochromatiques et peuvent être caractérisés par une longueur d'onde centrale $\bar{\lambda}$, une bande passante $2\delta\lambda$, et par une transmittivité maximale τ (Figure 2). Il faut donc en tenir compte dans l'expression du flux photonique (8). D'abord par un Dirac, puis par une Gaussienne, c'est finalement sous la forme d'un créneau que la modélisation des filtres s'est avérée être la meilleure (Figure 2) en prenant bien soin de conserver l'aire des filtres originaux.

$$n_{\lambda}^r(T) = \frac{C_1 S}{hc} \int_{\bar{\lambda}-\delta\lambda}^{\bar{\lambda}+\delta\lambda} \varepsilon_{\lambda} \text{FT}_{\lambda} \tau_{\lambda} \lambda^{-4} e^{-\frac{C_2}{\lambda T}} d\lambda = \varepsilon_{\lambda} \frac{C_1 S}{hc} \overline{\text{FT}\tau\lambda^{-4}} e^{-C_2/\bar{\lambda}T}. \quad (8)$$

Expérimentalement, la mise au point de l'objectif microscopique s'effectue à l'aide d'un premier élément chauffant en visant une zone de 10 μ m environ d'un fil chaud horizontal de Chromel ; son petit diamètre (127 μ m) facilite l'obtention de la surface microscopique. Les mesures du flux photonique, donc de température, sont réalisées à l'aide d'un corps noir hautes températures en céramique à double cavités où cette fois-ci le microscope vise le fond de la première cavité pour avoir au mieux $\varepsilon = 1$. En réglant la température de consigne du corps noir à 1 000°C (sachant que les mesures exploitables sont possibles à partir de 800°C), on mesure le flux photonique pour les trois longueurs d'onde et pour différents temps de comptage ; en effet, une carte de comptage dénombre les Y photons collectés par le PMT pendant un temps Δt . Comme l'émission photonique est un phénomène aléatoire [1], le nombre de photons Y et donc le flux photonique $N = Y/\Delta t$ sont des grandeurs aléatoires qui permettent de remonter au flux photonique $n_{\lambda}^r(T)$ grâce aux lois statistiques classiques (lois Normale ou de Poisson). Ainsi, pour un grand nombre q de comptages et pour des temps d'intégration très courts ($\Delta t = q\delta t$), on démontre qu'il est possible de calculer ce flux à l'aide de l'espérance ou bien de la variance $n_{\lambda}^r(T) = E(N) = V(N)\Delta t$, sachant que la distribution de

l'émission photonique P peut s'écrire sous la forme (9). Les résultats des mesures sont répertoriés dans le Tableau 1.

$$P(Y = k) = \frac{1}{\sqrt{2\pi V(N)}} \exp\left(-\frac{(k - E(N))^2}{2V(N)}\right). \quad (9)$$

2.3. La fonction de transfert du dispositif expérimental

Les résultats précédents considèrent que ε_λ est constante, mais surtout que la fonction de transfert du microscope \overline{FT} est connue dans la gamme spectrale de travail. Même si nous avons pris soin de la choisir la plus étroite possible ([370nm – 410nm]), il est cependant possible qu'elle évolue en fonction de la longueur d'onde (Figure 3). Ainsi, dans l'expression (5), on peut considérer les termes dépendant de λ (FT_λ et ε_λ) comme une fonction $f(\lambda)$.

Soit alors :

$$n_\lambda^r(\lambda) = f(\lambda)\lambda^{-4}e^{-C_2/\lambda T}. \quad (10)$$

On réalise un développement limité autour de $\lambda_m = (\lambda_i + \lambda_j + \lambda_k)/3 \simeq \lambda_{ij}$:

$$f(\lambda) = f(\lambda_m) + (\lambda - \lambda_m)f'(\lambda_m) + \frac{(\lambda - \lambda_m)^2}{2}f''(\lambda_m). \quad (11)$$

Le rapport de deux signaux $n_{\lambda_i}^r(T)/n_{\lambda_j}^r(T) = n_i/n_j$ donne l'expression suivante pour T :

$$T = \frac{C_2\left(\frac{1}{\lambda_j} - \frac{1}{\lambda_i}\right)}{\ln\left[\frac{\left(\frac{n_i}{n_j}\right)\left(1 + (\lambda_j - \lambda_m)f'(\lambda_m)/f(\lambda_m) + (\lambda_j - \lambda_m)^2 f''(\lambda_m)/2f(\lambda_m)\right)\left(\frac{\lambda_j}{\lambda_i}\right)^{-4}}{\left(\frac{n_j}{n_i}\right)\left(1 + (\lambda_i - \lambda_m)f'(\lambda_m)/f(\lambda_m) + (\lambda_i - \lambda_m)^2 f''(\lambda_m)/2f(\lambda_m)\right)\left(\frac{\lambda_i}{\lambda_j}\right)^{-4}}\right]}. \quad (12)$$

Posons $\Delta T_{ij} = C_2(1/\lambda_j - 1/\lambda_i)$. Si $f'(\lambda_m) = f''(\lambda_m) = 0$, alors $T = T_{ij}$; d'où :

$$T = T_{ij} \frac{1}{1 + \ln\left(\frac{1 + \delta_j}{1 + \delta_i}\right) \frac{\Delta T_{ij}}{T_{ij}}} \quad (a) \approx T_{ij} - \underbrace{\ln\left(\frac{1 + \delta_j}{1 + \delta_i}\right) \Delta T_{ij}}_{e_{T_{ij}}} \quad (b), \quad (13)$$

où le logarithme de (13) représente une erreur $e_{T_{ij}}$ et δ_{ij} les corrections apportées par les dérivées première et seconde de $f(\lambda)$; T est la température vraie, T_{ij} la température mesurée.

À partir des flux $e_{T_{ij}}$ s'écrit sous la forme :

$$e_{T_{ij}} = \ln\left(\frac{1 + \delta_j}{1 + \delta_i}\right) \simeq \ln(1 + (\delta_j - \delta_i)) \simeq \delta_j - \delta_i, \quad (14)$$

$$e_{T_{ij}} = \left\{ (\lambda_j - \lambda_i)f'(\lambda_m)/f(\lambda_m) + [(\lambda_j - \lambda_m)^2 - (\lambda_i - \lambda_m)^2]f''(\lambda_m)/2f(\lambda_m) \right\} \Delta T_{ij}. \quad (15)$$

Si finalement on pose $X = f'(\lambda_m)/f(\lambda_m)$ et $Y = f''(\lambda_m)/2f(\lambda_m)$, alors pour les trois longueurs λ_i , λ_j , et λ_k dont les flux photoniques sont n_i , n_j , et n_k , on se retrouve avec un système de trois équations à trois inconnues, qui, une fois résolue, nous donne la valeur des trois paramètres : X , Y , et T (16) dont les valeurs sont regroupées dans le Tableau 1. On a :

$\sup_{n=i,j,k} |(\lambda_n - \lambda_m)f'(\lambda_m)/f(\lambda_m)| = 3.78 \cdot 10^{-4}$ et $\sup_{n=i,j,k} |(\lambda_n - \lambda_m)^2 f''(\lambda_m)/2f(\lambda_m)| = 0,0125$. A partir

de ces valeurs approchées obtenues à partir du problème linéarisé, il est possible ensuite d'initialiser la résolution du système non-linéaire de départ à partir des relations (13a) pour les trois filtres. Les résultats obtenus sont identiques à la solution linéarisée.

$$\begin{aligned}
T + (\lambda_j - \lambda_i)\Delta T_{ij} \cdot X + \left[(\lambda_j - \lambda_m)^2 - (\lambda_i - \lambda_m)^2 \right] \Delta T_{ij} \cdot Y &= T_{ij} \\
T + (\lambda_k - \lambda_i)\Delta T_{ik} \cdot X + \left[(\lambda_k - \lambda_m)^2 - (\lambda_i - \lambda_m)^2 \right] \Delta T_{ik} \cdot Y &= T_{ik} \\
T + (\lambda_k - \lambda_j)\Delta T_{jk} \cdot X + \left[(\lambda_k - \lambda_m)^2 - (\lambda_j - \lambda_m)^2 \right] \Delta T_{jk} \cdot Y &= T_{jk}
\end{aligned} \tag{16}$$

Le Tableau 1 présente les comptages de photons $n_\lambda^r(T)$ pour les trois filtres notés 1, 2, et 3. Les températures sont obtenues à l'aide des relations (6) pour T_{SFT} (sans fonction de transfert FT), de (8) pour avoir T_{AFT} (avec FT), et enfin de (16) pour avoir T .

$n_\lambda^r(T)$ (photons/s)	i/j	T_{SFT} (°C)	T_{AFT} (°C)	T (°C)	X	Y
10 536	1/2	1 298	1 088			
18 221	1/3	1 184	1 075	1 075	-1,4598.10 ⁻⁴	1,0863.10 ¹⁴
34 132	2/3	1 082	1 063			

Tableau 1 – Résultats en température des différentes techniques.

3. Le réseau de diffraction

La forte sensibilité du détecteur rend sensible la mesure à la fonction de transfert des filtres. La méthode multi-spectrale permet d'éliminer les termes indépendants de λ , cependant une bonne connaissance des caractéristiques des filtres est requise : $\bar{\lambda}$, $2\delta\lambda$, et τ . Pour tenter de s'affranchir de cette difficulté, nous avons choisi d'utiliser un réseau holographique de diffraction par réflexion (Figure 4) ; il n'y a cette fois-ci plus qu'une seule optique. Sa réflectivité spectrale a été choisie la plus constante possible dans la gamme [0,370 μm – 0,410 μm] (Figure 5). Ceci ne signifie pas que la fonction de transfert n'intervient plus dans le calcul, mais dans ce cas sa variation peut être obtenue analytiquement. Comme dans un spectromètre, le balayage spectral s'effectue par la rotation du réseau. En se positionnant à un certain angle entre la normale du réseau et celle de l'objectif, on se place à une certaine longueur d'onde donnée par la relation suivante :

$$a(\sin \theta_m - \sin \theta_i) = m\lambda \tag{13}$$

a étant le pas du réseau (2 400 traits/mm), m l'ordre (ici $m = 1$), et θ_m et θ_i respectivement les angles d'incidence et de diffraction. Les premiers essais ont permis de voir que le spectre se décalait de 10nm quand le réseau tournait de 2° (Figure 6), ce qui est conforme à la théorie.

4. Conclusion et perspectives

On voit clairement dans le Tableau 1 l'importance de la prise en compte de la fonction de transfert du microscope ($T_{\text{SFT}} \neq T_{\text{AFT}}$). Ici, grâce à une mesure à 3 canaux, une dépendance quadratique a pu être prise en compte et diminuer ainsi l'erreur de mesure sur la température. De plus, la fonction $f(\lambda_m)$ est très intéressante puisqu'elle permet de prendre en compte les possibles variations des termes spectraux dans la bande $\delta\lambda$, elle apporte une précision de mesure et montre que le terme X relatif à la dérivée première à moins d'impact que Y de la dérivée seconde, ce qui se comprend aisément puisque les filtres ont été choisis proches du maximum de la fonction de transfert du microscope (Figure 3). Concernant le réseau, les premiers résultats sont encourageants ; reste donc à remonter à la température à partir des rapports de flux sachant que nous serons *a priori* moins gênés par la fonction de transfert du réseau puisqu'il n'y a à présent qu'une seule optique à prendre en compte à la place de trois dans le cas des filtres monochromatiques.

Références

- [1] T. Pierre, B. Rémy, A. Degiovanni., *Micro-scale temperature measurement by multi-spectral and statistic method in the ultraviolet-visible wavelengths*, J. Appl. Phys. 103-1 (2008).
- [2] A. Majumdar, *Scanning thermal microscopy*, Annu. Rev. Mater. Sci., 29, pp. 505-585 (1999).
- [3] N. Trannoy, *Des premiers microscopes à sonde locale au S.Th.M.(II) : historique de la microscopie thermique à sonde locale*, Première école d'Hiver Micro et Nanothermique, Aussois, 7-12 mars 2004.
- [4] P. Hervé, V. Pinat, *Thermographie par comptage de photons dans l'ultraviolet*, Deuxième colloque francophone – Méthodes et techniques optiques pour industrie – vol.1, S.F.O., Trégastel, France, pp. 31-38 (2001).
- [5] Y.S. Touloukian, "Thermal radiative properties", Plenum, New York (1970).
- [6] J. Taine, J.P. Petit, *Transferts Thermiques*, éditions DUNOD (1989).

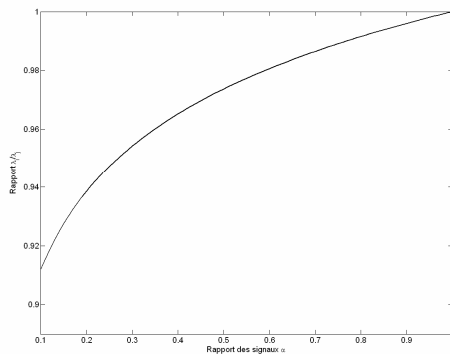


Figure 1 : Choix des longueurs d'onde en fonction du rapport des signaux.

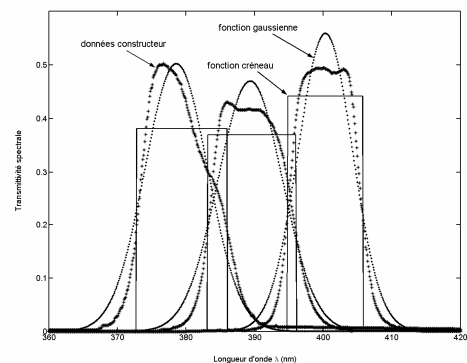


Figure 2 : Modélisation des filtres

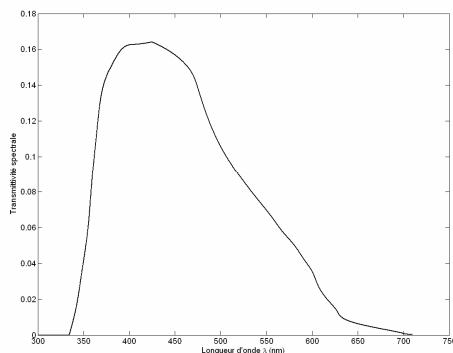


Figure 3 : Fonction de transfert du microscope



Figure 4 : Montage avec le réseau de diffraction

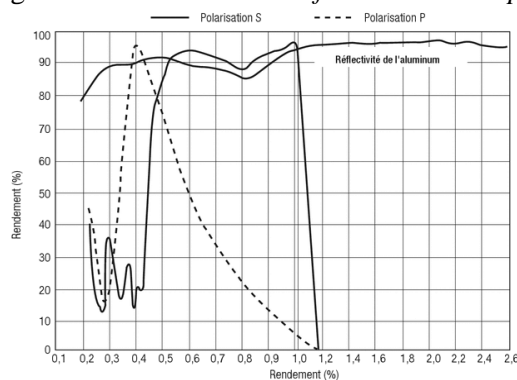


Figure 5 : Réflectivité spectrale du réseau de diffraction

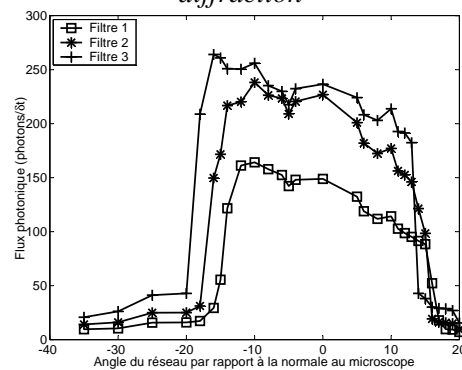


Figure 6 : Premiers résultats avec le réseau : la diffraction du réseau se décale de 10nm pour une rotation de 2°