



V. SCOARNEC

Développement d'un réflectomètre absolu pour l'étalonnage de miroirs dans l'infrarouge

Development of an absolute reflectometer for reflectance calibration of mirrors in the infrared

Vincent SCOARNEC, Jacques HAMEURY, Antoine VERDURE, Arnaud BLANCHIN, David RAULET et Bruno HAY

Laboratoire national de métrologie et d'essais (LNE), 29 Avenue Roger Hennequin, 78197 Trappes Cedex, France, Jacques.Hameury@lne.fr.

Résumé

Actuellement, il existe très peu de moyens de mesure de haut niveau métrologique du facteur de réflexion spéculaire spectral dans le domaine de l'infrarouge. Le Laboratoire national de métrologie et d'essais (LNE) a développé une installation de mesure absolue de ce paramètre fonctionnant dans le domaine de l'infrarouge sur la base de la technique du goniomètre. Cette méthode est particulièrement adaptée pour mesurer le facteur de réflexion spéculaire des matériaux à surface plane, non diffusante et à haute réflectivité, tels que les miroirs. L'appareil fonctionne sur une grande partie du domaine infrarouge (de 1 μm à 16 μm) et peut aussi couvrir le domaine du visible et du proche infrarouge. Les alignements des miroirs, le système de détection et les concentricités des éléments optomécaniques du goniomètre ont été optimisés pour obtenir des incertitudes de mesure allant de 0,001 à 0,015 suivant les longueurs d'ondes.

MOTS CLÉS : RÉFLEXION SPÉCULAIRE, ÉTALONNAGE MIROIRS, INFRAROUGE, PROPRIÉTÉS RADIATIVES, GONIOMÈTRE.

Abstract

Nowadays, there are few high level metrological devices able to measure accurately the regular reflectance in the infrared region. The Laboratoire national de métrologie et d'essais (LNE) has developed an apparatus designed for the absolute measurement of this parameter in the infrared using the goniometer technique. This method is well appropriate for the measurement of spectral regular reflectance of materials with flat, non-scattering and high reflectivity surfaces such as mirrors. The apparatus works in a wide part of the infrared region (from 1 μm to 16 μm) and can operate in the visible and near infrared spectrum too. Mirror alignments, detection system and concentricity of

opto-mechanics elements were optimized to reach uncertainties going from 0,001 to 0,015 depending on the wavelengths.

KEY WORDS: REGULAR REFLECTANCE, MIRROR CALIBRATION, INFRARED, RADIATIVE PROPERTIES, GONIOMETER.

1. Introduction

La connaissance des propriétés optiques des matériaux dans l'infrarouge (IR) est nécessaire pour de nombreuses applications telles que l'analyse spectroscopique dans l'industrie pharmaceutique ou chimique, l'isolation thermique des bâtiments, l'instrumentation pour les mesures radiométriques, la régulation thermique des satellites spatiaux, ou encore le guidage et la détection infrarouge dans le secteur de la défense. Durant ces 40 dernières années, de nombreuses méthodes de mesure de réflexion spectrale des matériaux ont été développées afin de répondre aux besoins de ces secteurs industriels. Malgré cet essor important, il reste toujours difficile d'obtenir des mesures de référence avec de faibles incertitudes, particulièrement en ce qui concerne le facteur de réflexion spéculaire spectral dans le domaine de l'infrarouge. Actuellement, il existe très peu de laboratoires nationaux de métrologie (LNM) disposant d'appareillage permettant de mesurer précisément ce paramètre optique.

La technique de mesure la plus répandue pour la mesure du facteur de réflexion spéculaire spectral est la

technique du « VW ». Très largement utilisée pour les caractérisations donnant des incertitudes de mesure inférieures à 1 % dans le domaine de rayonnement allant de l'ultraviolet au proche infrarouge, cette technique donne néanmoins des résultats de mesure peu satisfaisants au-delà de $1 \mu\text{m}$ [1]. Les principales sources d'erreur de cette technique sont les défauts d'alignement des miroirs combinés à la dégradation des performances des systèmes de détections utilisables dans l'infrarouge. De plus, la technique du VW introduit des erreurs de mesure importantes pour des grandes incidences de faisceau, c'est pourquoi le LNE a choisi de développer un appareillage utilisant la technique de mesure absolue de type goniométrique. Le nouveau gonioréfectomètre conçu pour la caractérisation des matériaux hautement réflecteurs et non diffusants peut fonctionner dans le domaine des longueurs d'onde (λ) allant de $1 \mu\text{m}$ à $16 \mu\text{m}$ (soit pour $\frac{1}{\lambda}$ variant de 10^4 cm^{-1} à 600 cm^{-1}), avec un faisceau incident polarisé ou non polarisé et des angles d'incidence compris entre $6,5^\circ$ et 70° .

Cet article présente les principales caractéristiques du réfectomètre, l'optimisation du système optomécanique ainsi que le bilan des incertitudes de mesure. Des mesures ont été réalisées sur un miroir en aluminium ainsi que sur un miroir doré pourvus d'un traitement SiO_2 .

2. Principales méthodes de mesure du facteur de réflexion spéculaire spectral

2.1. Définition du paramètre

La réflexion spéculaire obéit aux lois de Snell-Descartes; elle est la fraction de rayonnement incident réfléchi par une surface lisse non diffusante telle que celle réfléchi par un miroir. Le facteur de réflexion spéculaire spectral est défini comme étant, à une longueur d'onde donnée, le ratio du flux d'un faisceau monochromatique réfléchi φ_r , situé dans le plan d'incidence, par rapport au flux d'un faisceau monochromatique incident φ_i (généralement appelé faisceau de référence). La réflexion spéculaire d'une surface (fig. 1) est telle que l'angle θ' du faisceau réfléchi par rapport à la normale est égal à l'opposé de l'angle θ du faisceau incident ($\theta' = -\theta$).

Il existe de nombreuses techniques pour la mesure du facteur de réflexion spéculaire spectral. Néanmoins, seules les techniques les plus utilisées, telles que la technique du VW et du gonioréfectomètre, sont discutées dans cet article. Une autre technique utilisant une sphère intégrante permet également de réaliser des mesures absolues avec de faibles incertitudes mais elle nécessite de déterminer des corrections [2] liées aux imperfections des sphères intégrantes (car les parois sont supposées être lambertiennes et parfaitement réfléchissantes et diffusantes). De plus, l'usage d'une sphère intégrante limite les possibilités de variations de l'angle d'incidence du faisceau. Actuellement, très peu de LNM utilisent cette technique [3, 4].

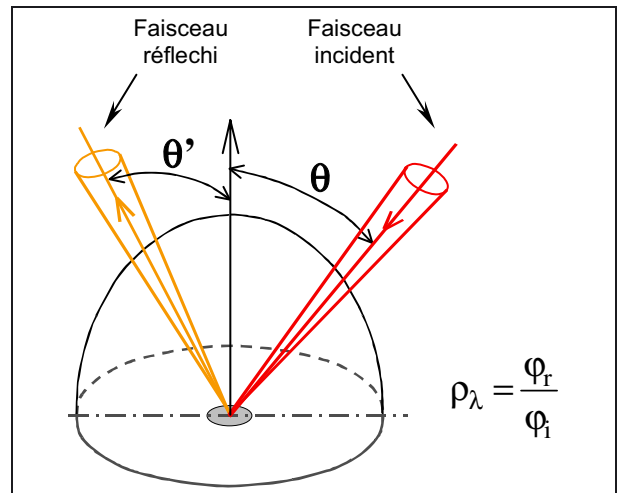


Fig. 1. – Définition de la réflexion spéculaire.

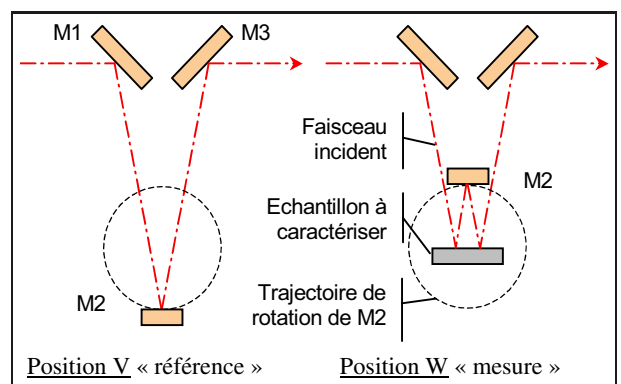


Fig. 2. – Principe de la technique de mesure VW.

2.2. La technique du VW

La technique du VW, la plus connue et la plus courante, a été développée il y a plus de 70 ans [5]. Elle est séduisante en raison de la compacité des systèmes optiques constitués d'accessoires prêts à l'emploi dans les spectromètres commerciaux, et également par la simplicité des réglages de l'échantillon à caractériser. Cette technique réfectométrique consiste à mesurer une double réflexion du miroir à caractériser lorsque l'appareillage est en configuration W (fig. 2). Le flux de référence est mesuré lors de la configuration optique en V après retrait de l'échantillon à caractériser et par une rotation du miroir M2.

Les deux principaux inconvénients de cette technique sont les suivants :

L'angle d'incidence de mesure est généralement figé et défini pour un angle proche de la normale. Certains appareils permettent de définir différents angles d'incidence mais cela entraîne des défauts d'alignement et de maîtrise de l'incidence à cause de l'écart angulaire entre les deux réflexions (fig. 3). Dans ce cas, la valeur de l'angle d'incidence retenue correspond à la moyenne de l'incidence des deux faisceaux réfléchis. Les erreurs de mesures augmentent pour les incidences élevées sur les miroirs car le facteur de réflexion varie fortement avec

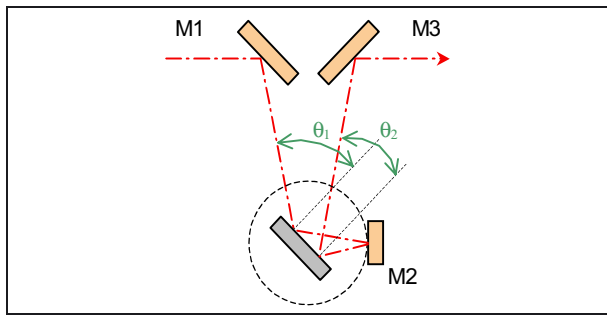


Fig. 3. – Différences angulaires en incidences obliques.

l'incidence de mesure, particulièrement pour les miroirs à surface traitée [6].

Les systèmes optiques sont conçus de manière très compacte pour pouvoir faire des mesures à des angles très proches de la normale. L'ouverture de faisceau en est considérablement réduite, tout comme le flux reçu par le système de détection. Cela est particulièrement pénalisant dans l'infrarouge car les technologies des capteurs sont moins performantes que dans le domaine visible ou le proche-infrarouge (tailles de détecteurs plus petites et capteurs plus sensibles aux défauts d'alignement) ; de surcroît, les sources d'émission de rayonnement sont moins puissantes.

L'utilisation, par les industriels, de spectromètres infrarouges commerciaux équipés d'accessoires VW standards, ne permet pas de réaliser des mesures précises du facteur de réflexion spéculaire spectral. Ces problèmes de mesure sont généralement mis en évidence par l'observation de discontinuités sur le spectre de mesure lors du changement de réseau ou de détecteur [1].

C'est pourquoi les appareils utilisés dans l'industrie nécessitent d'être étalonnés à l'aide de matériaux de référence certifiés. Or actuellement, il est difficile de se procurer des miroirs étalons dont le facteur de réflexion est donné avec de faibles incertitudes dans l'infrarouge car peu de LNM peuvent fournir ce type de mesure ou de matériau [7]. Le LNE a donc conçu et mis au point un réflectomètre de type goniométrique pour la mesure absolue du facteur de réflexion dans l'infrarouge en vue de répondre à ce besoin de raccordement et de références.

2.3. La technique du goniomètre

La technique de la goniométrie est exploitée depuis presque un siècle, particulièrement pour des applications dans le domaine de la photométrie pour l'étude de la diffusion angulaire des rayonnements réfléchis ou les mesures de BRDF (*Bidirectional Reflectance Distribution Function*) [8]. Cette technique fait partie d'un ensemble de moyens technologiques utilisés pour la caractérisation de l'apparence des matériaux (appareils de mesure de réflexion diffuse ou brillancemètres...). Elle s'avère efficace pour l'étude de la répartition angulaire des réflexions autour du pic spéculaire dans le cas des matériaux peu diffusants. Le principe de mesure (fig. 4) consiste à mesurer, à l'aide d'un système de détection, le flux réfléchi par un échantillon à caractériser

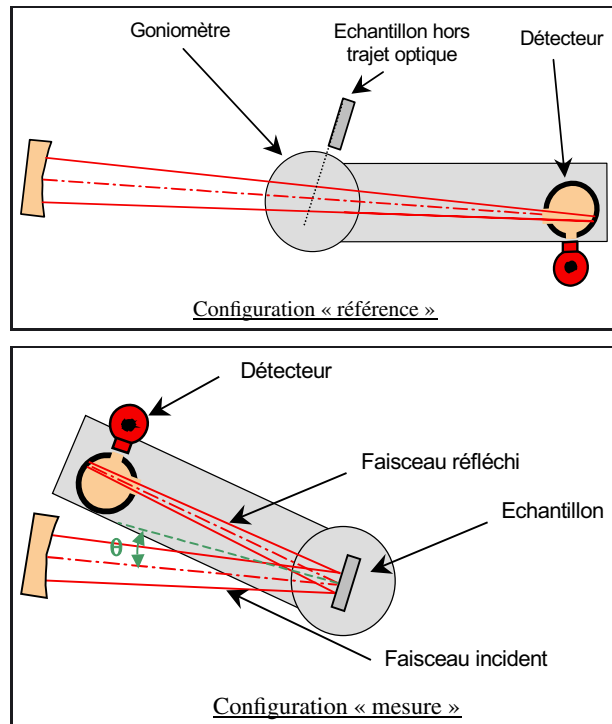


Fig. 4. – Principe de mesure avec le goniomètre.

(configuration « mesure »). L'échantillon est ensuite retiré du trajet optique, puis le système de détection est positionné pour collecter le flux du faisceau incident (configuration « référence »).

L'angle d'incidence θ , défini par rapport à la normale à la surface de l'échantillon, peut varier d'une incidence quasi normale à des incidences très inclinées. Mais pour les cas des inclinaisons élevées, les tailles d'échantillons ou les ouvertures de faisceau doivent être adaptées en raison de l'« étalement » du faisceau sur la surface à caractériser.

La technique goniométrique présente également l'avantage, par rapport à la technique du VW, de réduire le nombre de miroirs sur le trajet optique. En effet, le système optique intègre deux miroirs de moins. Cela améliore la capacité de détection de l'appareillage, notamment pour les mesures aux grandes longueurs d'onde pour lesquelles les sources d'émission et les systèmes de détection sont moins performants.

Néanmoins, les erreurs de mesure liées aux défauts de réglage optique de l'échantillon à caractériser et du système optomécanique restent une source importante d'incertitudes de mesure qui doit être quantifiée. La surface de l'échantillon doit être réglée précisément dans l'axe de rotation du goniomètre qui, lui-même, doit être réglé précisément dans l'axe du faisceau incident.

3. Dispositif expérimental développé par le LNE

3.1. Description du goniométre

Le schéma de principe du système optique du réflectomètre est présenté en figure 5. Le goniométre

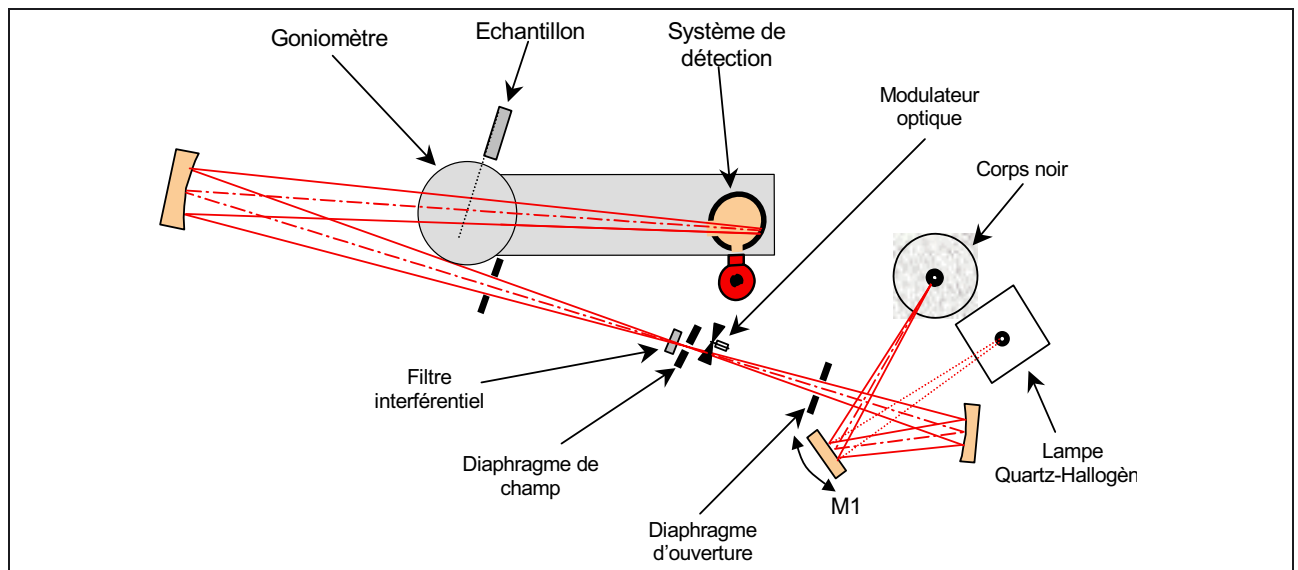


Fig. 5. – Schéma du système optique du goniométre absolu développé au LNE.

est composé de sources de rayonnement dont l'image est réalisée sur un système de détection au moyen d'éléments optiques. Ce type de réalisation optique (conjugaison source/image) n'est pas original; sa spécificité réside dans la conception technologique et mécanique (tolérances géométriques en particulier) et dans l'optimisation des réglages optiques du goniomètre et du système de détection qui permettent d'obtenir de très faibles incertitudes de mesure.

Les différents éléments du système optique sont décrits ci-après.

3.1.1. Sources de rayonnement

L'appareillage peut fonctionner avec deux types de source de rayonnement en fonction des domaines de longueurs d'onde à étudier, par une rotation du miroir plan M1.

Pour les mesures dans les domaines visible et proche infrarouge, la source utilisée est une lampe quartz-hallogène. Celle-ci permet de générer un flux suffisant pour faire des mesures de réflexion à partir de $0,5 \mu\text{m}$ jusqu'à $2,5 \mu\text{m}$ avec un système de détection adéquat.

Pour les mesures dans l'infrarouge, la source de rayonnement est un barreau résistif en chromite de lanthane porté à une température maximale de $1\,900\text{ K}$ sous air. Cette technologie présente l'intérêt de pouvoir fonctionner sous air à haute température sans utiliser de fenêtres (de type ZnSe) qui ont l'inconvénient d'absorber une partie du rayonnement infrarouge. En effet, les flux énergétiques reçus par le système de détection sont faibles aux grandes longueurs d'onde; ce qui dégrade le rapport signal sur bruit.

3.1.2. Sélection spectrale

La plupart des spectromètres infrarouges actuels réalisent l'analyse spectrale par la transformation de Fourier.

Ces appareils introduisent généralement des effets importants de polarisation de faisceau qui nécessitent de segmenter la mesure de réflexion en réalisant des mesures pour les directions de polarisation parallèle et perpendiculaire au plan d'incidence. L'usage de polariseurs réduit le flux arrivant sur le système de détection et réduit ainsi le rapport signal sur bruit mesuré. De plus, le fait de décomposer la mesure dans les deux directions de polarisation augmente également les incertitudes.

Le réflectomètre du LNE utilise une sélection spectrale à l'aide de filtres interférentiels de type passe-bande. Le faisceau incident généré par le système optique a été contrôlé en vue de vérifier que sa polarisation est uniforme compte tenu de la résolution des moyens de mesure utilisés pour ce contrôle.

La largeur spectrale des filtres interférentiels est telle que le flux reçu par le système de détection est suffisant pour obtenir un rapport signal sur bruit élevé. Néanmoins, cette largeur ne permet pas de mesurer les variations spectrales de réflexion de l'échantillon à caractériser dans la bande de transmission du filtre. Cela a peu d'influence lors des mesures sur des matériaux dont le facteur de réflexion varie peu dans cette bande spectrale. Dans les cas de fortes variations spectrales, la réflexion peut être corrigée à partir de la courbe de transmission spectrale du filtre interférentiel et de la variation relative du facteur de réflexion qui auront été déterminés avec un dispositif ayant une résolution spectrale suffisante. En règle générale, dans le cas des miroirs, le facteur de réflexion varie peu dans les bandes de transmission des filtres interférentiels.

3.1.3. Goniomètre : positionnement de l'échantillon

Le goniomètre a été conçu et fabriqué au LNE. Ses principaux éléments constitutifs sont présentés sur les figures 6 et 7. Le goniomètre permet de faire des mesures avec des angles d'incidence allant de $6,5^\circ$ à 70° voire davantage (80° à incidence rasante) en fonction des tailles

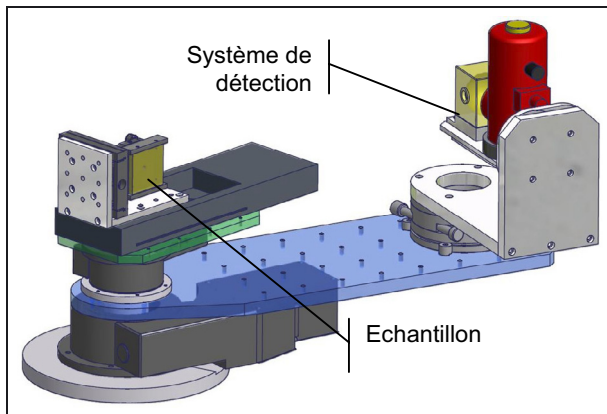


Fig. 6. – Vue d'ensemble du goniomètre du LNE.

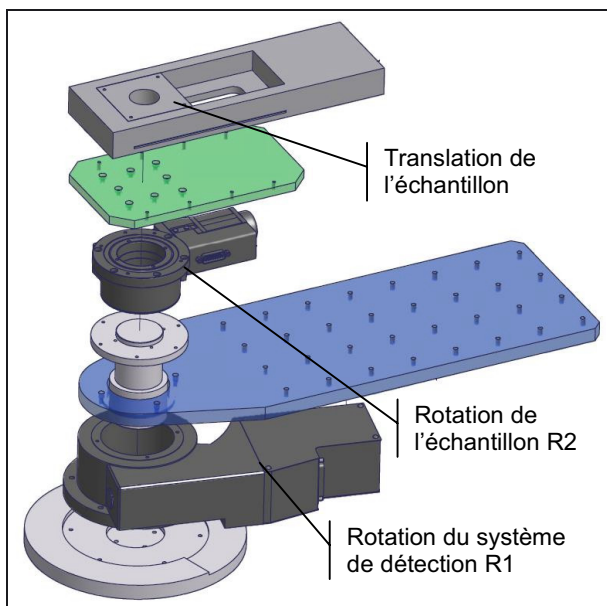


Fig. 7. – Vue éclatée du goniomètre du LNE.

d'échantillon. Pour les incidences élevées, l'ouverture du faisceau et le support mécanique peuvent nécessiter des adaptations. Ce type de goniomètre pourrait également être exploité pour les mesures de BRDF.

La concentricité des axes de rotation de la platine de rotation du système de détection R1 et de la platine de rotation de l'échantillon R2 est, par construction, de 0,04 mm (fig. 7). En conséquence, les erreurs de mesure liées aux défauts d'alignement de l'échantillon à caractériser sont dues essentiellement au décalage du plan de sa surface par rapport aux axes de rotation.

3.1.4. Système de détection

Le système de détection est composé d'un détecteur infrarouge de type MCT (HgCdTe) associé à une sphère intégrante de 75 mm de diamètre pourvue d'une surface diffusante dorée. Les détecteurs infrarouges sont connus pour leurs défauts d'uniformité de sensibilité spatiale et de directivité qui se traduisent par une sensibilité

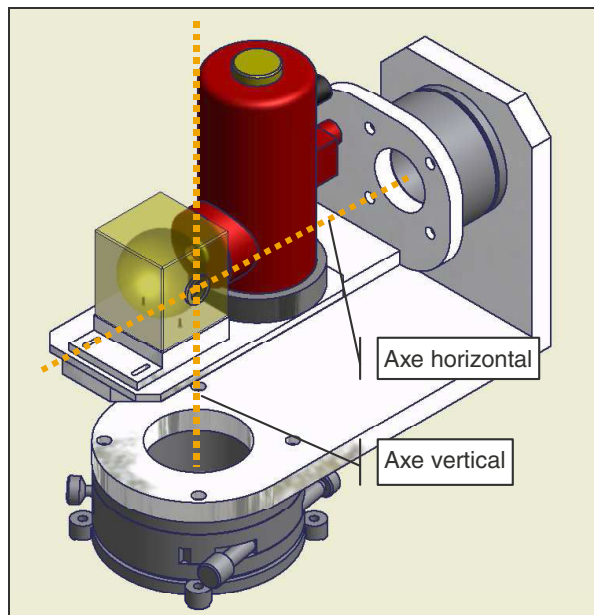


Fig. 8. – Définition des axes de rotation pour la caractérisation de sensibilité angulaire du système de détection.

angulaire qui est très préjudiciables lors des mesures de comparaison de flux. Particulièrement pour la configuration de comparaison d'un signal de mesure à un signal de référence, pour laquelle les conditions d'éclairage du détecteur doivent être identiques pour les deux positions. Si ces conditions ne sont pas réunies, l'hypothèse de linéarité du détecteur n'est pas respectée. Il est généralement indispensable d'utiliser une sphère intégrante pour uniformiser l'éclairage à la surface sensible du détecteur.

Cependant, la surface réfléchissante des sphères intégrantes n'a jamais de parfaites propriétés de diffusion du rayonnement incident, en particulier dans le domaine de l'infrarouge, qui nécessite l'usage de revêtements dorés. L'or est parmi les matériaux les plus réfléchissants dans l'infrarouge, or toutes les surfaces métalliques, en règle générale, sont très peu diffusantes par nature. Malgré les rugosités élevées des surfaces dorées utilisées dans les sphères intégrantes, il est difficile d'obtenir un éclairage parfaitement uniforme à la surface sensible du détecteur.

C'est pourquoi il est nécessaire de caractériser le système de détection en sensibilité angulaire. Ainsi, les conditions optimales d'incidence d'entrée du faisceau dans la sphère intégrante pourront être connues. La sensibilité angulaire relative du système de détection du goniométre du LNE a été caractérisée expérimentalement par une méthode consistant à étudier la variation relative du signal délivré par le détecteur à différentes incidences par rapport au signal fourni à incidence nulle. Les mesures ont été réalisées pour des variations d'incidence suivant une rotation autour de l'axe de rotation vertical et horizontal, ces axes sont définis suivant la figure 8.

La courbe représentative de cette variation relative est présentée sur la figure 9. Les conditions d'inclinaisons

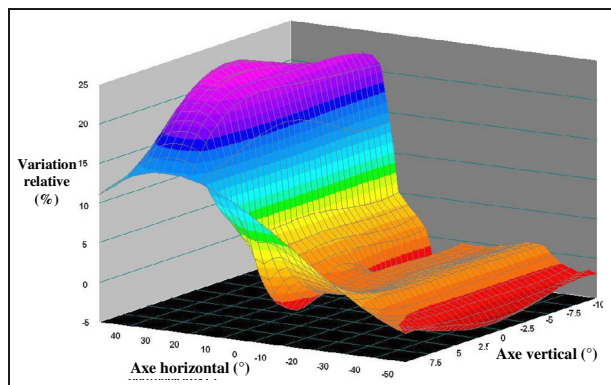


Fig. 9. – Sensibilité angulaire relative du système de détection.

optimales autour des axes verticaux et horizontaux sont déterminées, à partir de cette courbe, pour les angles dont la variation relative est minimale en fonction des deux axes de rotation.

3.1.5. Mesure du flux

Le facteur de réflexion est le rapport des flux énergétiques du faisceau réfléchi et du faisceau incident. Dans le cas de matériaux hautement réflecteurs, tels les miroirs, on fait l'hypothèse de l'absence de défauts de linéarité de sensibilité du système de détection. Le rapport des flux énergétiques est considéré comme égal au rapport des signaux électriques délivrés par le système de détection.

Les signaux sont amplifiés puis analysés par une détection synchrone. Le faisceau incident est préalablement modulé à l'aide d'un hacheur optique (fig. 5) cadencé à 230 Hz. La modulation en fréquence permet de réduire l'influence des rayonnements parasites des sources.

4. Résultats expérimentaux

4.1. Procédure de mesure

La procédure de mesure du facteur de réflexion est la suivante :

- sélection de la longueur d'onde de mesure ;
- réglage du système de détection en position « référence » (fig. 4) ;
- mesure du signal délivré par le système de détection ;
- positionnement de l'échantillon à caractériser sur le trajet optique du faisceau ;
- rotation du système de détection en position « mesure » (fig. 4) ;
- mesure du signal délivré par le système de détection.

Le facteur de réflexion spéculaire est calculé pour chaque longueur d'onde sélectionnée par les filtres interférentiels. La procédure de mesure décrite précédemment est reproduite plusieurs fois (de 3 à 5 fois) suivant différentes conditions expérimentales (ouverture de faisceau,

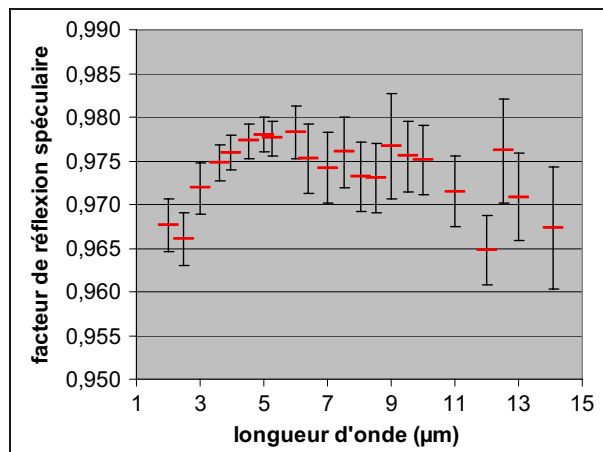


Fig. 10. – Facteur de réflexion spéculaire du miroir aluminium mesuré à une incidence de $6,5^\circ$.

rapport signal sur bruit...). La valeur retenue du facteur de réflexion spéculaire est calculée à partir de la moyenne de la série de mesure.

Les incertitudes de ces résultats de mesure dépendent des paramètres expérimentaux utilisés, particulièrement de l'ouverture du faisceau ou encore de la surface analysée. L'ouverture du faisceau influence surtout le rapport signal sur bruit et a des conséquences non négligeables sur les incertitudes de mesure. Quant à la surface d'analyse, plus celle-ci est grande, plus elle intègre les défauts d'hétérogénéité de l'échantillon à caractériser. Il est donc intéressant d'avoir une surface de mesure proche de la surface totale de l'échantillon si l'on recherche la valeur de réflexion moyenne de toute sa surface.

4.2. Mesures sur un miroir en aluminium

Les mesures ont été réalisées pour une incidence proche de la normale sur un miroir en aluminium traité avec du dioxyde de silicium (SiO_2).

Les paramètres de mesure utilisés sont :

- angle d'incidence : $6,5^\circ$;
- ouverture du faisceau : 2° par rapport à l'axe ;
- domaine spectral : $2 \mu\text{m}$ à $14 \mu\text{m}$;
- surface analysée : diamètre de 26 mm ;
- taille de miroir : $30 \text{ mm} \times 50 \text{ mm}$.

Les résultats de mesure du facteur de réflexion spéculaire en fonction de la longueur d'onde, ainsi que les incertitudes de mesure associées, sont présentés sur la figure 10. La valeur moyenne a été déterminée à partir d'une série de cinq mesures consécutives. Les mesures ont été réalisées avec un faisceau incident de polarisation uniforme. La courbe du facteur de réflexion spéculaire spectral montre des variations de réflexion relativement importantes par rapport aux incertitudes de mesure. Ces variations sont vraisemblablement dues au traitement de

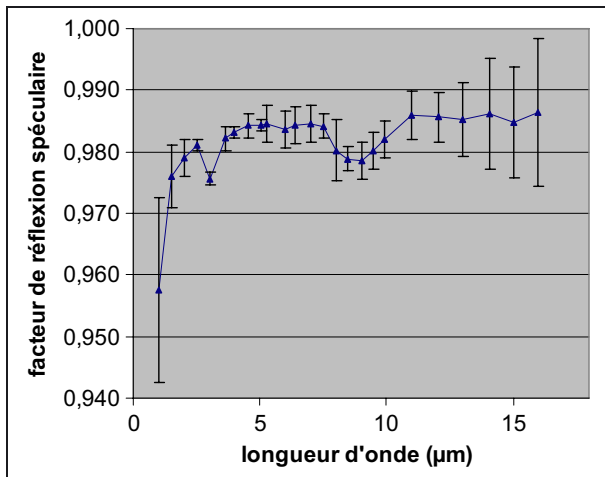


Fig. 11. – Facteur de réflexion spéculaire du miroir doré mesuré à une incidence de 10° .

surface qu'a subi le miroir. Une mesure complémentaire au spectromètre à transformée de Fourier dans l'IR pourrait valider les variations relatives de la réflexion spectrale observées dans cette série de mesures.

4.3. Mesures sur un miroir doré

Les mesures ont été réalisées sur un miroir doré ayant les caractéristiques suivantes : substrat en silice pourvu d'une couche d'accrochage en chrome, d'une couche d'or et d'un traitement à l'oxyde de silicium.

Les dimensions du miroir sont suffisantes pour exploiter l'intégralité de l'ouverture des éléments optiques du gonioréfectomètre et donc pour avoir les meilleures conditions de rapport signal sur bruit.

Les paramètres de mesure utilisés sont :

- angle d'incidence : 10° à 60° ;
- ouverture faisceau : 3° par rapport à l'axe ;
- domaine spectral : $1\ \mu\text{m}$ à $16\ \mu\text{m}$;
- surface analysée : diamètre de $40\ \text{mm}$;
- taille de miroir : $60\ \text{mm} \times 60\ \text{mm}$.

La taille de la surface analysée dépend de celle du faisceau incident ; celle-ci forme une ellipse qui est de plus en plus étalée au fur et à mesure que l'incidence augmente. Le petit axe de l'ellipse ainsi formée mesure $40\ \text{mm}$.

Les résultats de mesure du facteur de réflexion spéculaire sont présentés sous la forme de graphique représentant les valeurs moyennes mesurées dans les figures 11 à 14.

La figure 11 présente les résultats de mesure avec les incertitudes associées pour une incidence proche de la normale ($i = 10^\circ$) avec un faisceau incident dépolarisé.

La figure 12 présente les résultats de mesure pour un faisceau incident uniformément polarisé allant de 10°

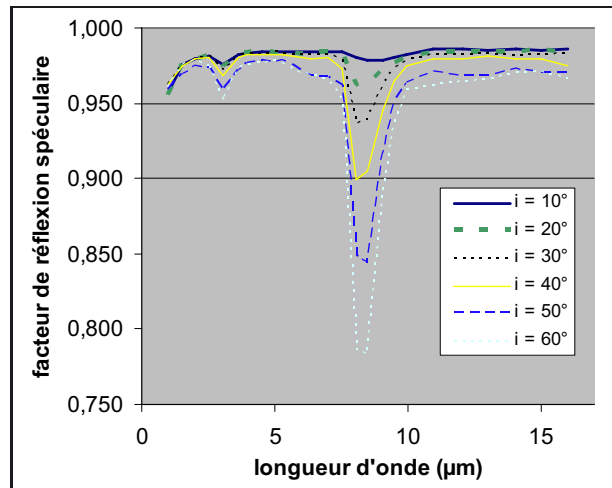


Fig. 12. – Facteur de réflexion spéculaire du miroir doré mesuré pour différentes incidences.

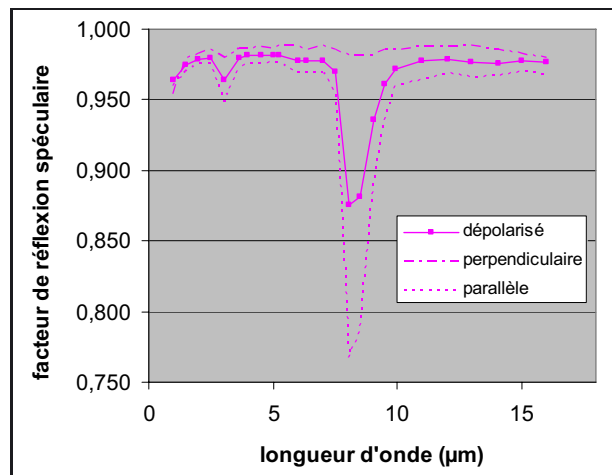


Fig. 13. – Facteur de réflexion spéculaire du miroir doré à 45° pour différentes polarisations de faisceau.

à 60° par pas de 10° . Les résultats de mesure mettent en évidence deux pics d'absorption situés à $3\ \mu\text{m}$ et $8\ \mu\text{m}$. Ces pics d'absorption sont probablement liés au traitement de surface du miroir.

Pour les incidences importantes, l'effet de polarisation de faisceau incident influence beaucoup les valeurs de facteur de réflexion. C'est pourquoi il est important de pouvoir démontrer l'uniformité de polarisation du faisceau incident lors des mesures en mode non polarisé. Une étude expérimentale a été réalisée afin de valider l'uniformité de polarisation du faisceau incident du réfectomètre du LNE. La manipulation consiste à mesurer le facteur de réflexion spéculaire avec un faisceau incident non polarisé, puis en polarisation perpendiculaire et ensuite en polarisation parallèle au plan d'incidence. Ces mesures sont réalisées avec une incidence de faisceau relativement élevée (45°) afin de générer un écart significatif entre les facteurs de réflexion des deux directions de polarisation. Les courbes représentatives des facteurs de réflexion spéculaire mesurés sont présentées sur la figure 13.

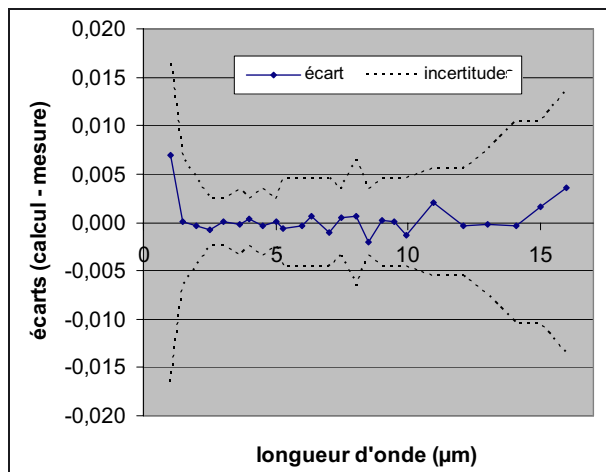


Fig. 14. – Écart entre le facteur de réflexion calculé et le facteur de réflexion mesuré en mode non polarisé.

Le facteur de réflexion spéculaire en faisceau non polarisé peut être calculé à partir de la moyenne des valeurs mesurées en polarisation perpendiculaire et parallèle. Le facteur de réflexion non polarisé calculé est ensuite comparé au facteur de réflexion mesuré en calculant l'écart entre les deux méthodes (« calculé » – « mesuré »). La courbe représentative des écarts entre les deux méthodes est présentée sur la figure 14 avec les incertitudes de mesure associées. Les écarts calculés sont nuls aux incertitudes de mesure près, ce qui valide l'hypothèse de non polarisation du faisceau incident du réflectomètre.

4.4. Évaluation de l'incertitude de mesure

4.4.1. Sources d'incertitudes

Les composantes de l'incertitude de mesure ont été évaluées en prenant en compte les sources d'erreur suivantes :

- erreurs d'alignement angulaire : ces erreurs de mesure sont dues à la différence de pénétration angulaire du faisceau dans le système de détection entre la position de référence et la position de mesure. L'angle d'incidence de pénétration du faisceau dans la sphère intégrante a été paramétré dans les conditions de sensibilité minimales en vue de limiter ce terme d'incertitude. Les paramètres de pénétration du faisceau ont été déterminés lors de la mesure de sensibilité angulaire du système de détection (fig. 9). La composante d'incertitude correspondante est déterminée expérimentalement au cours des séries de mesure.
- erreurs d'alignement de l'échantillon à caractériser : le défaut d'alignement de l'échantillon dans l'axe de rotation du goniomètre est une source d'incertitude qui provient du différentiel de chemin optique entre le faisceau de référence et le faisceau de mesure. L'effet de ce différentiel intervient d'une part, sur l'absorption atmosphérique du faisceau mais également sur la géométrie du faisceau incident pénétrant dans le système de détection. La variation de géométrie de faisceau entre les configurations de référence et

de mesure génère des effets analogues à la sensibilité angulaire du système de détection. L'incertitude de mesure liée au défaut d'alignement du miroir est déterminée expérimentalement par une mesure de sensibilité.

- bruits de mesure : l'incertitude associée est déterminée expérimentalement à partir des signaux mesurés.
- linéarité du système de détection : dans le cas des mesures réalisées sur des matériaux hautement réflecteurs, les rapports des signaux sont très proches de 1. La sensibilité du système de détection est supposée constante sur des faibles variations de flux incident. En conséquence, aucune incertitude n'est prise en compte pour ce paramètre.
- rayonnements parasites : les rayonnements parasites ont été estimés en occultant le faisceau incident et en mesurant le signal délivré par le système de détection. Les valeurs mesurées sont très proches du bruit de mesure ; il est donc raisonnable de faire l'hypothèse de l'absence de rayonnements parasites.
- polarisation du faisceau incident : le niveau de polarisation du faisceau a été étudié. Les résultats de caractérisation et de mesure (fig. 13) ont montré que ce paramètre n'est pas significatif par rapport aux bruits de mesure.
- défauts d'état de surface de l'échantillon : les défauts les plus courants des surfaces sont la non-uniformité et la diffusion des surfaces. Ces défauts doivent être étudiés expérimentalement au cas par cas. Dans le cas des miroirs plans non diffusants, l'incertitude liée aux états de surfaces est considérée comme négligeable.
- répétabilité et reproductibilité : ces paramètres ont été étudiés expérimentalement et sont en accord avec l'incertitude de mesure calculée.

4.4.2. Bilan d'incertitude

L'incertitude de mesure a été calculée pour chaque condition expérimentale et pour chaque matériau caractérisé. Les valeurs de l'incertitude ($k = 2$) sont présentées avec les séries de mesures sur les graphiques des figures 10, 11 et 14. Les valeurs numériques de l'incertitude de mesure déterminées pour le miroir doré à une incidence de 10° sont présentées dans le tableau 1. Celles-ci ont été déterminées pour des conditions expérimentales optimales. L'incertitude de mesure est très liée aux conditions expérimentales dont les paramètres les plus influents sont le rapport signal sur bruit (fortement impacté par la valeur de l'ouverture de faisceau) et les erreurs d'alignement optique (pour la réduction des défauts de sensibilités).

4.4.3. Analyse et réduction possible de l'incertitude de mesure

Les deux composantes prépondérantes de l'incertitude proviennent du rapport signal sur bruit et des défauts de positionnement de l'échantillon. Il convient donc de travailler principalement sur ces éléments pour réduire l'incertitude de mesure globale.

Tableau 1

Incertitude de mesure du facteur de réflexion du miroir doré, pour une incidence de 10° , en fonction de la longueur d'onde de mesure.

Longueur d'onde (μm)	Facteur de réflexion spéculaire	Incertitude ($k = 2$)
2	0,979 1	0,002 3
3	0,975 6	0,001 0
4	0,983 2	0,001 0
5	0,984 3	0,001 0
6	0,983 7	0,002 5
7	0,984 6	0,002 5
8	0,980 2	0,004 3
9	0,978 5	0,002 9
10	0,982 1	0,002 4
11	0,986 0	0,003 9
12	0,985 6	0,003 7
13	0,985 1	0,005 4
14	0,986 1	0,008 1
15	0,984 7	0,008 8
16	0,986 3	0,011 9

Concernant le rapport signal sur bruit, les détecteurs fonctionnant dans le domaine infrarouge moyen sont connus pour leur sensibilité bien plus faible que ceux qui fonctionnent dans le visible ou l'infrarouge proche. L'usage d'une sphère intégrante est indispensable pour pallier les défauts de sensibilité spatiale et angulaire des détecteurs infrarouges ; les sphères ont cependant le défaut de réduire sérieusement le flux reçu par la surface du détecteur. En effet, malgré le facteur de réflexion élevé de leur surface, il y a de nombreuses absorptions de rayonnement avant que le faisceau n'atteigne le détecteur. Plus le diamètre de la sphère est petit, plus l'absorption est réduite. C'est pourquoi le rapport signal sur bruit pourrait être augmenté en réduisant le diamètre de la sphère, mais cela aurait comme contrepartie d'augmenter les défauts de sensibilité angulaire du système de détection. Dans ce cas, la caractérisation en sensibilité angulaire devra être déterminée de nouveau, et les alignements optiques devront être établis avec une précision accrue.

L'incertitude liée aux erreurs de positionnement de l'échantillon peut, quant à elle, être réduite relativement simplement par la conception d'un système de réglage à butée mécanique qui permettrait de positionner finement le plan du miroir dans l'axe de rotation du goniomètre.

5. Conclusion

Le LNE a conçu et mis au point un nouveau réflectomètre utilisant une technique absolue pour la mesure du facteur de réflexion spéculaire spectral (fig. 15). Cet équipement permet d'obtenir une très faible incertitude de mesure comparable à celles d'autres laboratoires nationaux de métrologie (NIST et NPL en particulier). Une comparaison interlaboratoire permettrait de valider la technique de mesure développée par le LNE. Actuellement, il est très difficile de s'approvisionner en miroirs étalonnés en réflexion dans l'infrarouge moyen.

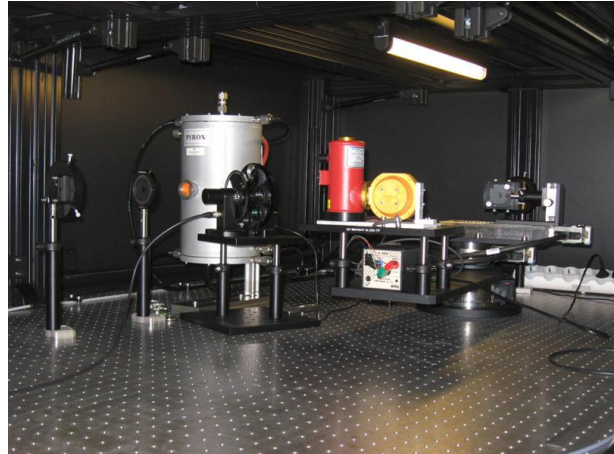


Fig. 15. – Photographie du goniométre IR du LNE.

Le bruit de mesure est la principale source d'incertitude du goniométre. Il devient davantage problématique aux grandes longueurs d'ondes pour lesquelles les signaux mesurés deviennent plus faibles. Une modification du système de détection pourrait permettre d'améliorer l'incertitude de mesure du facteur de réflexion par une réduction du diamètre de la sphère intégrante. Il est également possible d'étendre les possibilités de mesure sur un plus large domaine de longueurs d'onde infrarouge en utilisant un second détecteur pour les mesures entre $16 \mu\text{m}$ et $25 \mu\text{m}$.

Outre la possibilité d'intervenir aisément sur toutes les configurations optiques de mesure de la réflexion spectrale, ce réflectomètre offre une modularité pour la mesure de différentes grandeurs dans l'infrarouge. Il peut en effet être utilisé pour les mesures de transmission régulière, de transmission hémisphérique ou de réflexion hémisphérique. Ces paramètres optiques sont très utiles pour la modélisation ou la détermination de bilans thermiques. Cette installation peut également servir à la mesure de BRDF pour les évaluations de la réflexion pour des directions de faisceau incluses dans le plan d'incidence.

Références

- [1] CLARKE F.J.J., "Metrology and standards at NPL for the infrared region", *Elsevier Science Publishers BV*, **2**, 1987, 235-256.
- [2] SNAIL K.A., MORRISH A.A. et HANSSEN L.M., "Absolute specular reflectance measurements in the infrared", *Materials and Optics for Solar Energy Conversion and Advanced Lighting Technology*, Proc. SPIE 692, 1986, 143-150.
- [3] HANSSEN L.M., "Integrated sphere system and method for absolute measurement of transmittance, reflectance, and absorptance of specular samples", *Appl. Opt.*, **40**, 19, 2001.
- [4] KAPLAN S.G., HANSSEN L.M., "Infrared regular reflectance and transmittance instrumentation and standards at NIST", *Analytica Chimica Acta*, **380**, 1999, 303-310.

- [5] STRONG J., "Procedures in experimental physics 1st edn.", *Prentice-Hall Inc.*, New York, 1938, 376.
- [6] VAN NIJNATTEN P.A., DE WOLF J.M.C. et SCHOOFS I.J.E., "Directional Reflection measurement on highly reflecting coatings", *OMT Solutions BV*.
-
- Article reçu le 6 mars 2013, version révisée reçue le 13 février 2014.
- [7] CHUNNILALL C.J., CLARKE F.J.J., HANSEN L.M. et KAPLAN S.G., "NIST-NPL comparison of mid-infrared regular transmittance and reflectance", *Metrologia*, **40**, 2003, S55-S59.
- [8] HUNTER R.S. et HAROLD R.W., "The measurement of appearance", Chap. 13, *Instruments for the geometric attributes of object appearance*, 1987, 275.