



SAPIENZA
UNIVERSITÀ DI ROMA

Tecniche Fototermiche e Fotoacustiche per la caratterizzazione ottica e termica dei materiali

Roma, 13 Giugno 2012

**Roberto LI VOTI, Grigore L. LEAHU,
Maria Cristina LARCIPRETE,
Concita SIBILIA, Mario BERTOLOTTI**

Dipartimento SBAI, Università di ROMA “*La Sapienza*”
Via Scarpa 16, 00161 ITALY, Email: *Roberto.Livoti@uniroma1.it*



Tecniche Fototermiche e Fotoacustiche

Applicazioni

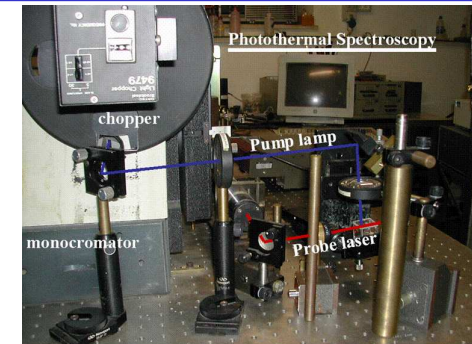
- Misura della diffusività termica dei materiali
- Misura dello spettro ottico di assorbimento
- Misura della attenuazione nelle guide ottiche
- Misura di spessori di strati submillimetrici
- Rivelazione di inquinanti gassosi
- Caratterizzazione dei parametri fotoelastici

Nuove Applicazioni dal 2008

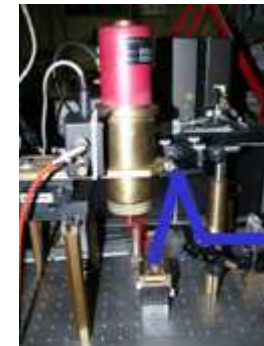
- Stratigrafia della diffusività termica e della durezza degli acciai – AVIO S.p.A
- Misura della rugosità superficiale con lo scattering ottico – ENEA
- Caratterizzazione di nanostrutture opaline – IOFFE S.Pietroburgo, CSIC Madrid
- Caratterizzazioni con 3D-AFM – Hokkaido University – Sapporo - Japan
- Progettazione di moduli fotovoltaici – Progetto TecnoTiberis Filas Lazio
- Progettazione di filtri IR per la riduzione della signature IR – Ministero Difesa
- Progettazione di Metalli Trasparenti

Collaborazioni attive con Università ed Industrie

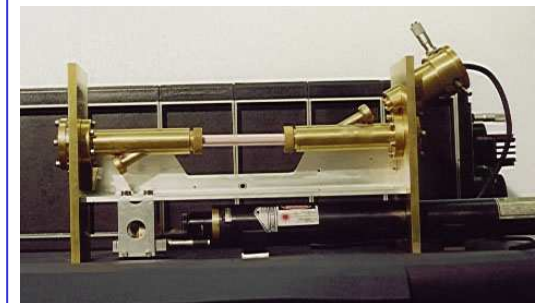
- Hokkaido University, Sapporo, Dipartimento di Fisica Applicata, Prof. O.B. Wright
- Università di Jena, Istituto di Ottica ed Elettronica Quantistica, Prof. H.G. Walther
- Università di Toronto, Dipartimento di Ingegneria Meccanica, Prof. A. Mandelis
- Università di Leuven, Dipartimento di Fisica, Prof. C. Glorieux
- Brown University Prof. G. Diebold
- Università Pierre e Marie Curie, Parigi, ESPCI, Prof. D. Fournier e G. Tessier
- IOFFE Institute of S. Petersburg – Prof. V. Golubev
- ICMM Madrid – Prof. Cefè Lopez
- CNRS Network on Nanophononics - S. Volz
- ENEA, V. Violante e F. Sarto,
- AVIO S.p.A
- MDM Mechatronics Minerbio Bologna
- MICROLA Spinoff Politecnico di Torino
- IRPEM Sistemi Fotovoltaici Roma



Deflessione fototermica



Radiometria fototermica



Dispositivo fototermico per la rivelazione di inquinanti gassosi

Tecniche Fototermiche e Fotoacustiche

Principio di funzionamento

Le tecniche fototermiche e fotoacustiche sono tecniche laser non distruttive per la caratterizzazione ottica e termica dei materiali. Le tecniche in uso nel laboratorio fototermico del Dipartimento SBAI sono la **deflessione fototermica**, la **fotoacustica** e la **radiometria fototermica**.

Eccitazione: il campione in esame viene riscaldato con un fascio laser (pump beam) modulato temporalmente con otturatore meccanico o modulatore acusto ottico così da generare nel campione e nel mezzo circostante un campo di temperatura pseudo ondulatorio noto come "onda termica"

Rivelazione:

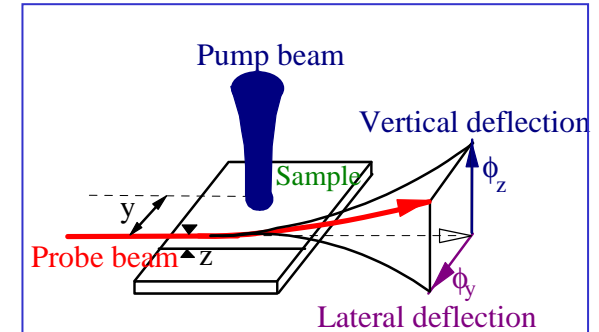
Le tecniche differiscono nel meccanismo di rivelazione del campo termico indotto: nella **deflessione fototermica** un fascio laser collimato (He-Ne probe beam) viaggia nello strato d'aria soprastante la regione riscaldata. Esso viene deviato dalla traiettoria rettilinea per effetto miraggio. L'angolo di deviazione del fascio viene rilevato con sensore di posizione a quadrante.

Nella **fotoacustica** l'onda termica sulla superficie del campione agisce come un pistone generando nel gas contenuto nella cella di misura un'onda acustica rivelata da microfono.

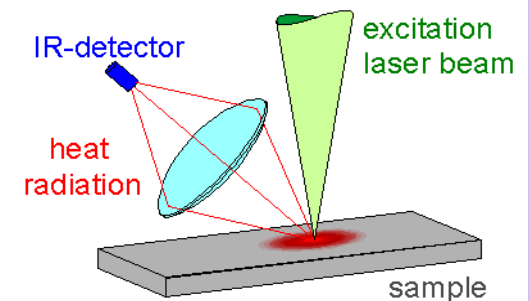
Nella **radiometria fototermica** a causa dell'onda termica indotta, la superficie del campione emette una radiazione infrarossa variabile nel tempo che viene raccolta da una lente al Ge su un sensore IR HgCdTe.

Bibliografia

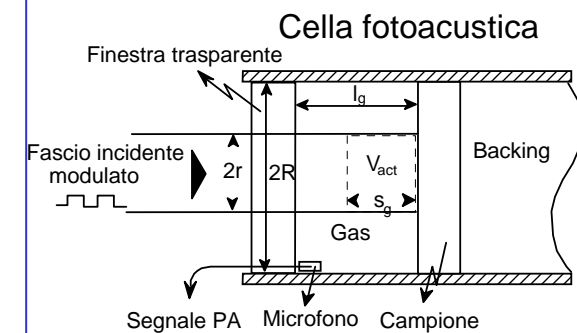
- M.Bertolotti, G.L.Liakhov, R.Li Voti, S.Paoloni, C.Sibilia, *J.Appl.Phys* 83 p.966 (1998)
- M.Bertolotti, G.L.Liakhov, R.Li Voti, S.Paoloni, C.Sibilia, *J. Appl. Phys* 85, p.3540 (1999)
- C. Glorieux, R.Li Voti, J.Thoen, M.Bertolotti, C.Sibilia, *J. Appl. Phys.* 85 p.7059 (1999)
- M. Bertolotti et al, *J. Appl.Phys.* 85 p.2881 (1999)
- H. G. Walther, T. Kitzing, Z. Bozoki, G. L. Liakhov, and S. Paoloni *J.A.P.* 85, 7540 (1999)
- S.Paoloni, L.Nicolaidis, A.Mandelis, *Rev. Sci. Instrum.* 71, 2445 (2000)
- O.B.Wright, R.Li Voti, O.Matsuda, M.C.Larciprete, C.Sibilia, M.Bertolotti, *accJ.A.P.* (2002)



Schema della deflessione fototermica



Schema della radiometria fototermica



Schema della cella fotoacustica

Principali progetti di ricerca dal 1997

•2009-2012 - Contratto di Ricerca con AVIO S.p.A

Sviluppo di tecniche radiometriche per la misura della profondità efficace di cementazione e nitrurazione su ingranaggi

•2009–2012 - Ministero della Difesa – Progetto FISEDA

Filtri selettivi in banda infrarossa per riduzione della “segnatura” IR del bersaglio.

•2010-2012 – Progetto Tecnotiberis in collaborazione con Consorzio Sapienza Innovazione

Sviluppo di un modulo fotovoltaico a film sottile a concentrazione di campo con bandgap fotonico in tecnologia CIGS/CIS

•2009-2010 - Progetto di Ateneo Federato Riservato ai Ricercatori

Caratterizzazione di ceramiche archeologiche con metodi fototermici e spettroscopici.

•2008-2009 - Network di Eccellenza di Nanofotonica “Phoremot” – Progetto di ricerca con IOFFE di S. Petersburg

Photothermal study of electromagnetic field localization effects in 3D Opal-VO₂ Photonic Crystals

•2007-2008 -Network di Eccellenza di Nanofotonica “Phoremot” – Progetto di ricerca con ICMM Madrid

Optothermal Characterisation of Ordered Metallic Structures Template on Opals

•2004 – 2006 - Ministero della Difesa

Metalli Trasparenti a Cristallo Fotonico per Filtri di Radiazioni Elettromagnetiche Passivi e Attivi

•1998-2000 -Euroean Thematic Network BRRT CT97-5032 (HARDPHOTOTEC)

Determinazione del profilo di indurimento negli acciai con tecniche fototermiche

•1999 – 2000 Contratto di Ricerca commissionato da IPEG

Realizzazione di un dispositivo per la rivelazione di inquinanti gassosi prodotti da forni per ceramiche

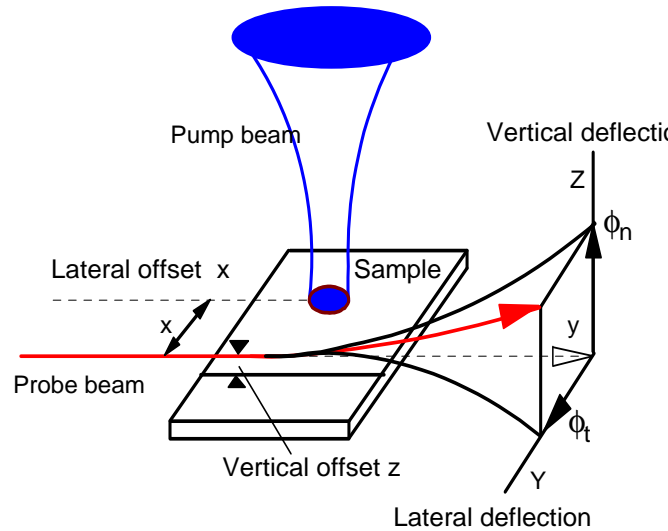
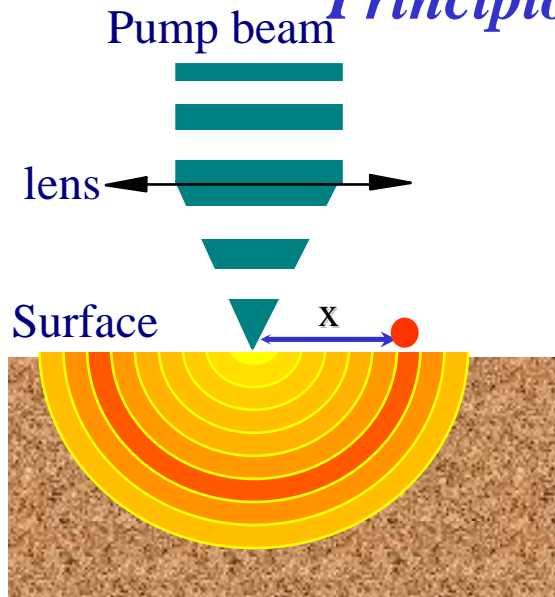
•1997- Progetto finalizzato Beni Culturali CNR n.97.00590.PF36

Analisi nondistruttive per il ripristino e la conservazione dei materiali cartacei

•Contratto di Ricerca con ITALTEL

Studio della dissipazione di calore in amplificatori a radio frequenza

Principio di misura della diffusività termica con Mirage



Deflection angle

$$\vec{\Phi} = \frac{1}{n} \frac{dn}{dT} \int_{path} \nabla_t T ds$$

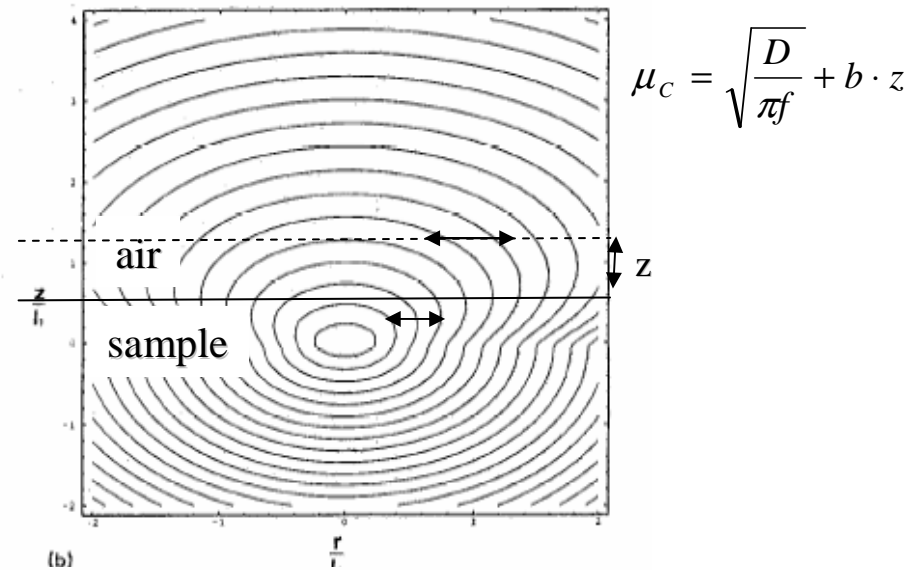
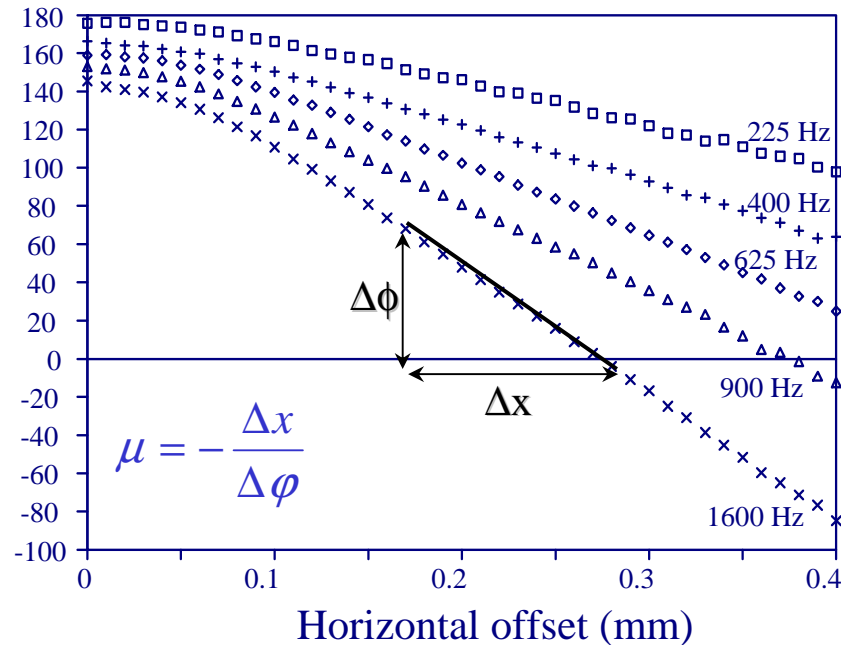
Thermal wave

$$\Delta T(x, t) = A e^{-x/\mu} \cos(\omega t - x/\mu)$$

Thermal diffusion length

$$\mu = \sqrt{D/\pi f}$$

Phase (degree)



Rev. Sci. Instrum. 64 (6), June 1993

FIG. 4. Equimodulus (a) and equiphase (b) thermal surfaces for a diffusivity ratio $D_1/D_0=0.25$ and $a/l_1=0.2$, as a function of the r/l_1 (abscissa) and z/l_1 (ordinate), respectively. The phase shift between two contiguous surfaces is $\pi/10$.

Misura della diffusività termica con Mirage

J. Appl. Phys. 83 (2), 15 January 1998

Analysis of the photothermal deflection technique in the surface reflection scheme: Theory and experiment

M. Bertolotti,^{a)} G. L. Liakhov,^{b)} R. Li Voti, S. Paoloni, and C. Sibilia
 Dipartimento di Energetica, Università degli Studi di Roma "La Sapienza" Via A. Scarpa 16, 00161
 Roma, Italy and GNEQP of CNR and INFN, Italy

(Received 18 June 1997; accepted for publication 3 October 1997)

Deflessione in aria

$$\Phi_y = -\frac{1}{n_{\text{air}}} \left(\frac{dn_{\text{air}}}{dT} \right) \frac{2\alpha P \operatorname{tg}(\theta)}{\cos(\theta)} \int_0^\infty \int \frac{\exp\{-[(a^2 + b^2/\sin^2(\theta))\delta_x^2 + (a^2 + b^2)\delta_y^2]/8\} \delta_y \beta_{\text{air}} \cos(\delta_x x) \sin(\delta_y y)}{\pi^2 (k_{\text{air}}\beta_{\text{air}} + k_s\beta_s)(\beta_s + \alpha)(\beta_{\text{air}} \operatorname{tg}^2(\theta) + \delta_x^2)} d\delta_x d\delta_y. \quad (\text{D6})$$

Deflessione per dilatazione della superficie

$$\left. \frac{\partial u_z}{\partial r} \right|_{z=0} = \frac{-1}{2\pi} \int_0^\infty \delta^2 J_1(\delta r) \tilde{u}_z(\delta) d\delta = \frac{-(1+\nu)\alpha_{\text{th}}\alpha P}{\pi k_s} \int_0^\infty \frac{\delta^2 J_1(\delta r) \exp[-(\delta a)^2/8] [k_s(\alpha + \delta + \beta_s) + k_{\text{air}}\beta_{\text{air}}]}{(k_{\text{air}}\beta_{\text{air}} + k_s\beta_s)(\beta_s + \delta)(\alpha + \delta)(\beta_s + \alpha)} d\delta. \quad (\text{E9})$$

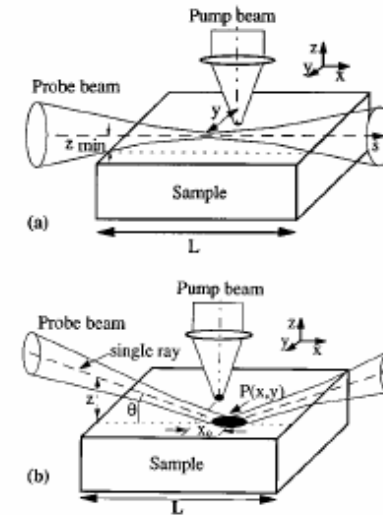


FIG. 1. Schematic representation of the photodeflection transverse configuration: (a) the skimming scheme, (b) the bouncing scheme.

Rev. Sci. Instrum., Vol. 68, No. 3, March 1997

New photothermal deflection method for thermal diffusivity measurement of semiconductor wafers

M. Bertolotti,^{a)} V. Dorogan,^{b)} G. Liakhov,^{b)} R. Li Voti, S. Paoloni, and C. Sibilia
 Dipartimento di Energetica, Università di Roma "La Sapienza," GNEQP of CNR, INFN,
 Via Scarpa 16, 00161 Roma, Italy

(Received 10 September 1996; accepted for publication 3 December 1996)

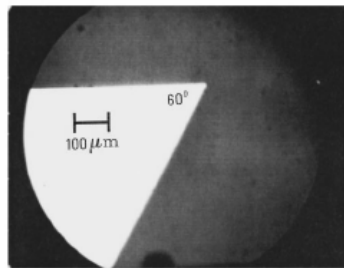
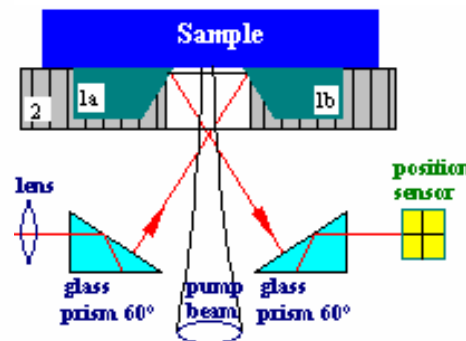


FIG. 4. Microscope photo of a prism edge obtained by cleaving a GaP (111) wafer 0.5 mm thick. The magnification factor is 100X. The horizontal surface is used to fix the prism in the sample holder while the other surface, which reflects the probe beam, is coated with an aluminum (or gold) film.



Sample	Type	L (μm)	D _{th} (cm ² /s) (Fig. 1)	D _{th} (cm ² /s) (Fig. 2)	D _{th} (cm ² /s) (Fig. 3)	Nominal value (cm ² /s)	Ref.
InSb	n	550	0.20	0.19	0.21	0.19	12
	n	350	0.20	0.19	0.19		
InAs	n	1300	0.21	0.20	0.21	0.19	2
	n	350	0.20	0.21	0.19	0.22	3
InP	i	330	0.40	0.45	0.44	0.46	2
	p	400	0.39	0.43	0.42	0.45	3
GaAs	i	360	0.25	0.26	0.25	0.25	3
	n	350	0.28	0.27	0.28	0.26	2
	p	350	0.23	0.24	0.24		
GaP	i	360	0.43	0.46	0.45	0.45	12
	n	400	0.36	0.38	0.38	0.37	12
Si	n	470	0.76	0.85	0.80	0.88	12
	p	250	0.67	0.66	0.64		

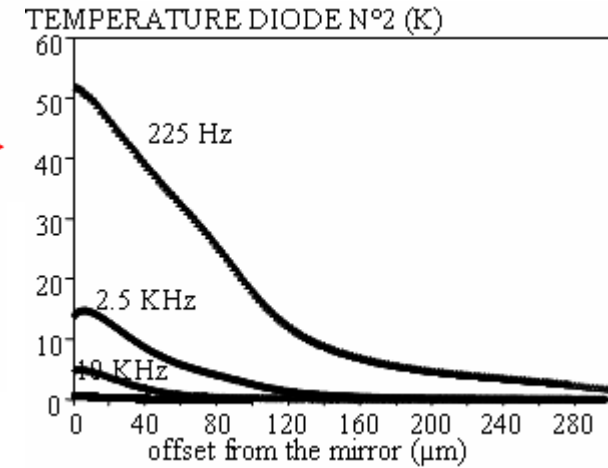
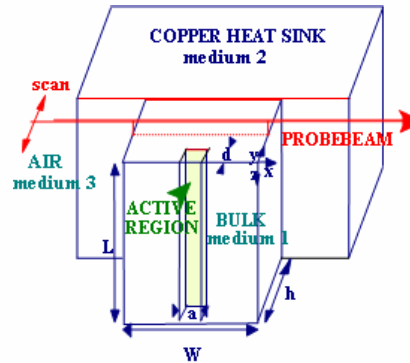
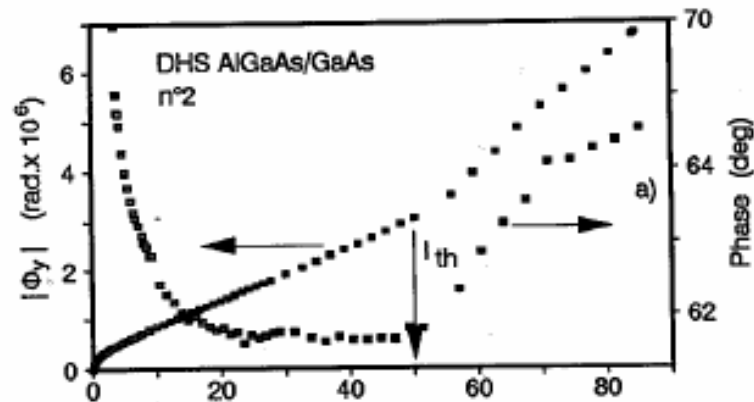
Misura della diffusività termica con Mirage

Appl. Phys. Lett. **65** (18), 31 October 1994

New method for the study of mirror heating of a semiconductor laser diode and for the determination of thermal diffusivity of the entire structure

M. Bertolotti, G. L. Liakhov,^{a)} R. Li Voti, C. Sibilia, A. Syrbu,^{a)} and R. P. Wang^{b)}
 Dipartimento di Energetica, Università Roma I, Via Scarpa 16-00161, Roma, Italy

(Received 20 July 1994; accepted for publication 24 July 1994)



Rev. Sci. Instrum., Vol. 66, No. 12, December 1995

A cryostatic setup for the low-temperature measurement of thermal diffusivity with the photothermal method

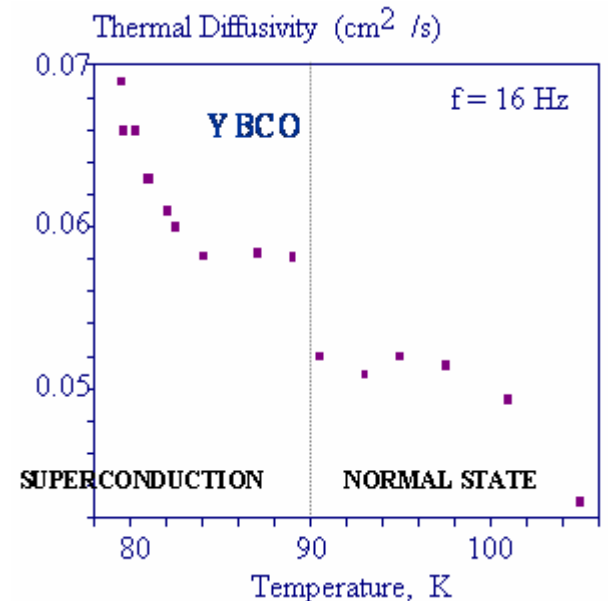
M. Bertolotti
 Dipartimento di Energetica, Università di Roma "La Sapienza," Via Scarpa 16, 00161 Roma, Italy,
 GNEQP of CNR, Italy, and INFN, Italy

G. Liakhov
 Technical University of Moldova, Stephan Cel Mare, 277012 Kishinev, Moldova

R. Li Voti, S. Paoloni, and C. Sibilia
 Dipartimento di Energetica, Università di Roma "La Sapienza," Via Scarpa 16, 00161 Roma, Italy,
 GNEQP of CNR, Italy, and INFN, Italy

N. Sparvieri
 ALENIA, Via Tiburtina Km 12.4, 00131 Roma, Italy

(Received 5 June 1995; accepted for publication 5 July 1995)

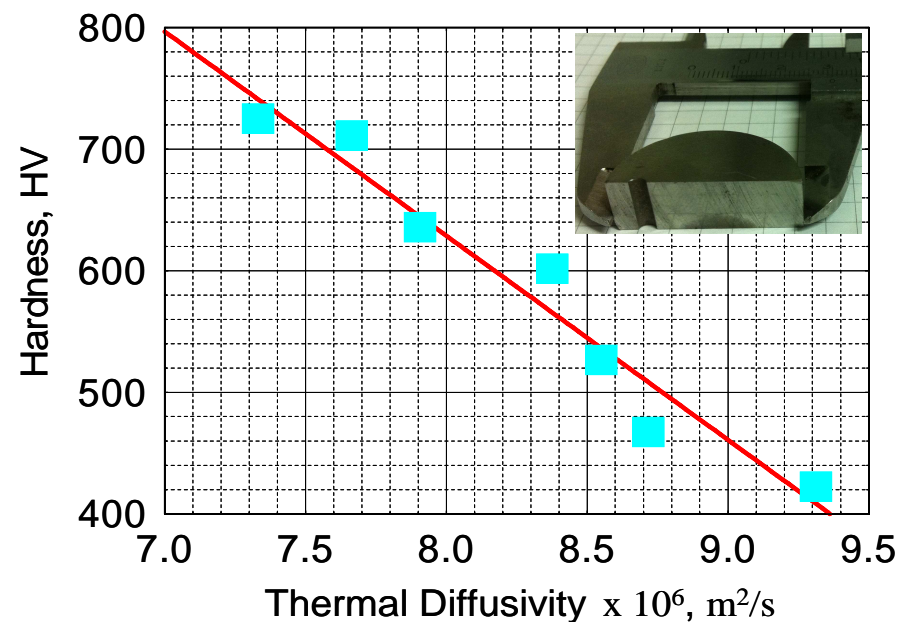
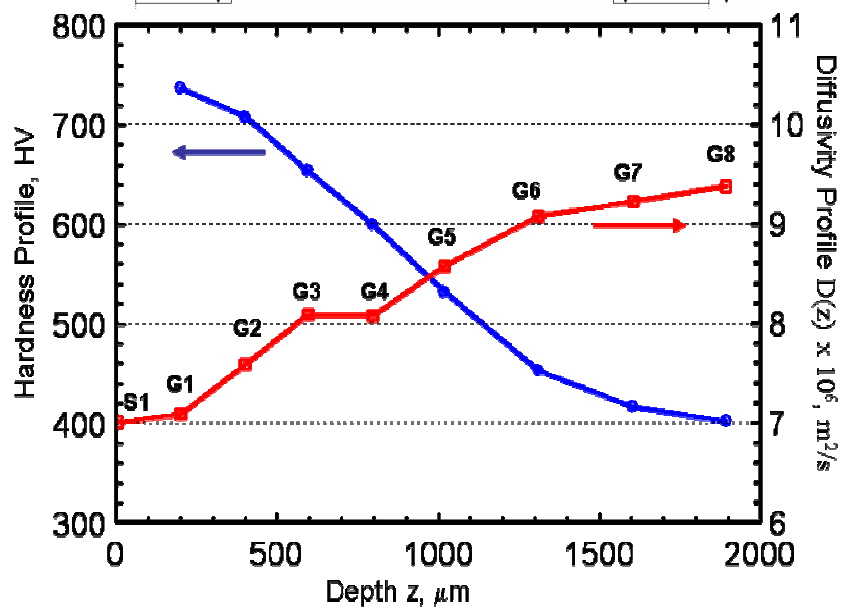
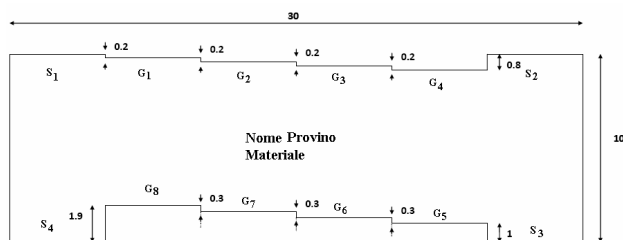
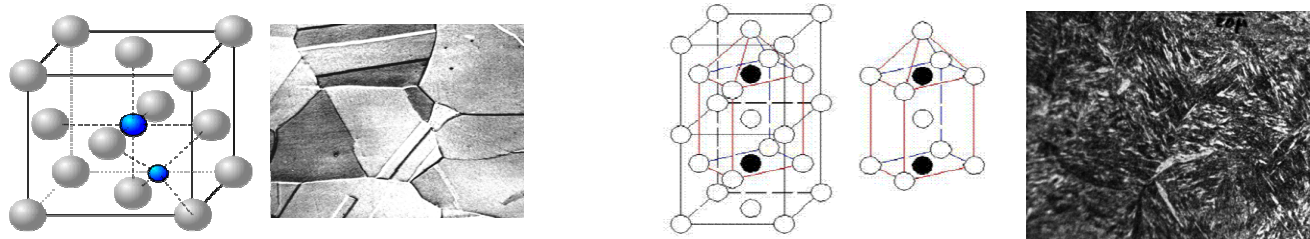




Misure di diffusività termica e anticorrelazione con la durezza negli acciai



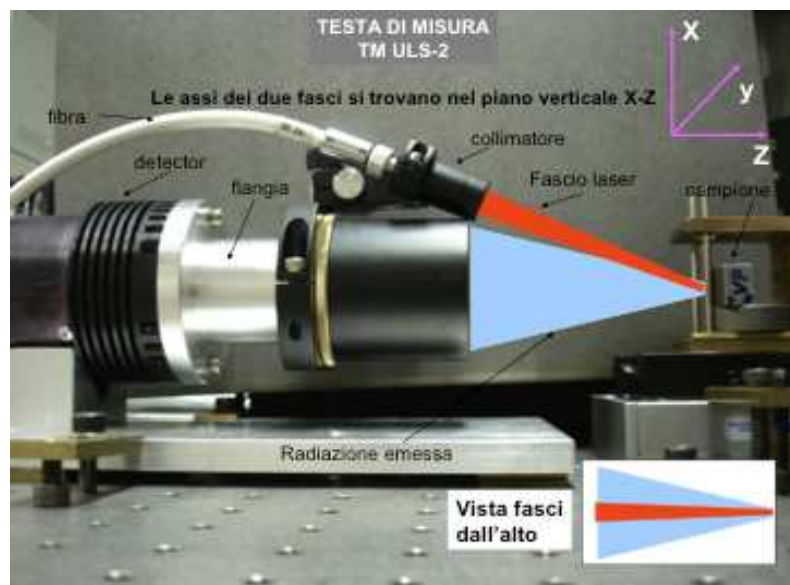
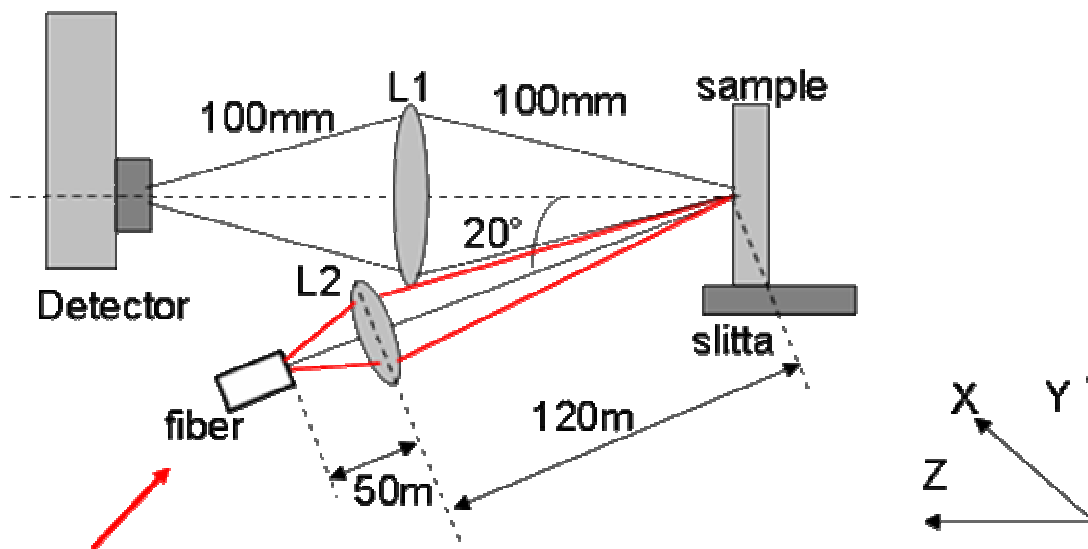
microstruttura di austenite e martensite





Misure di radiometria fototermica

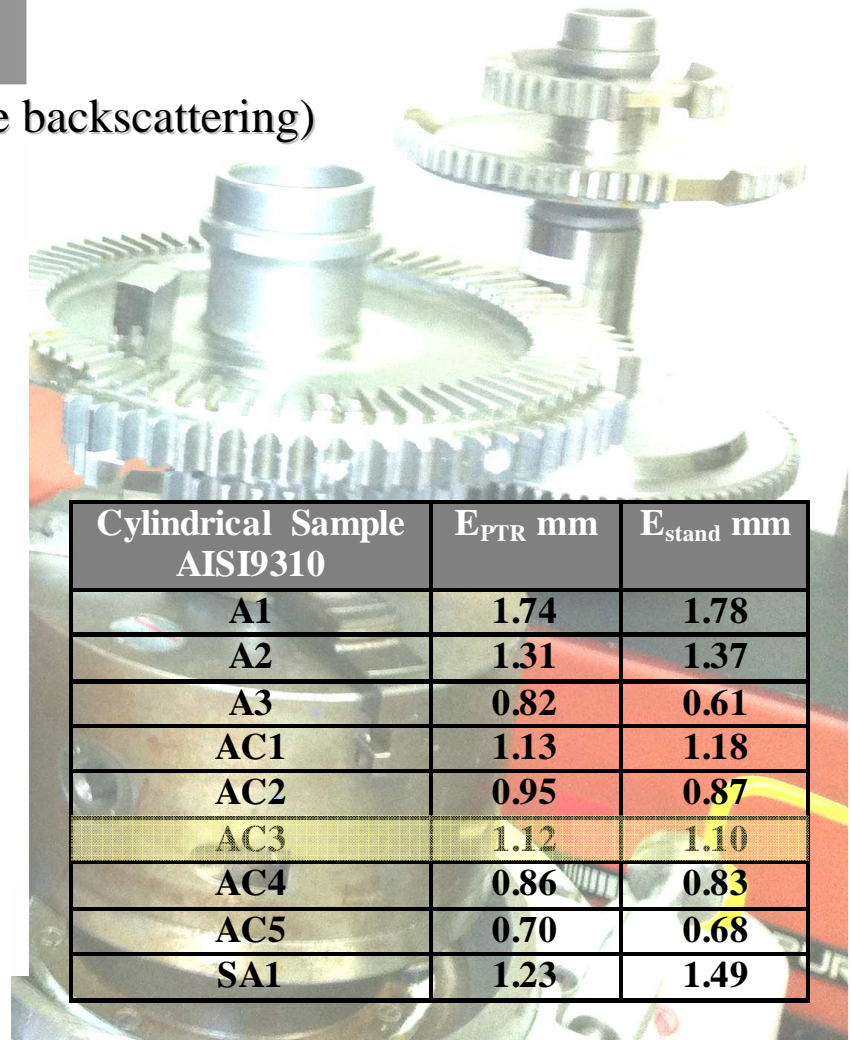
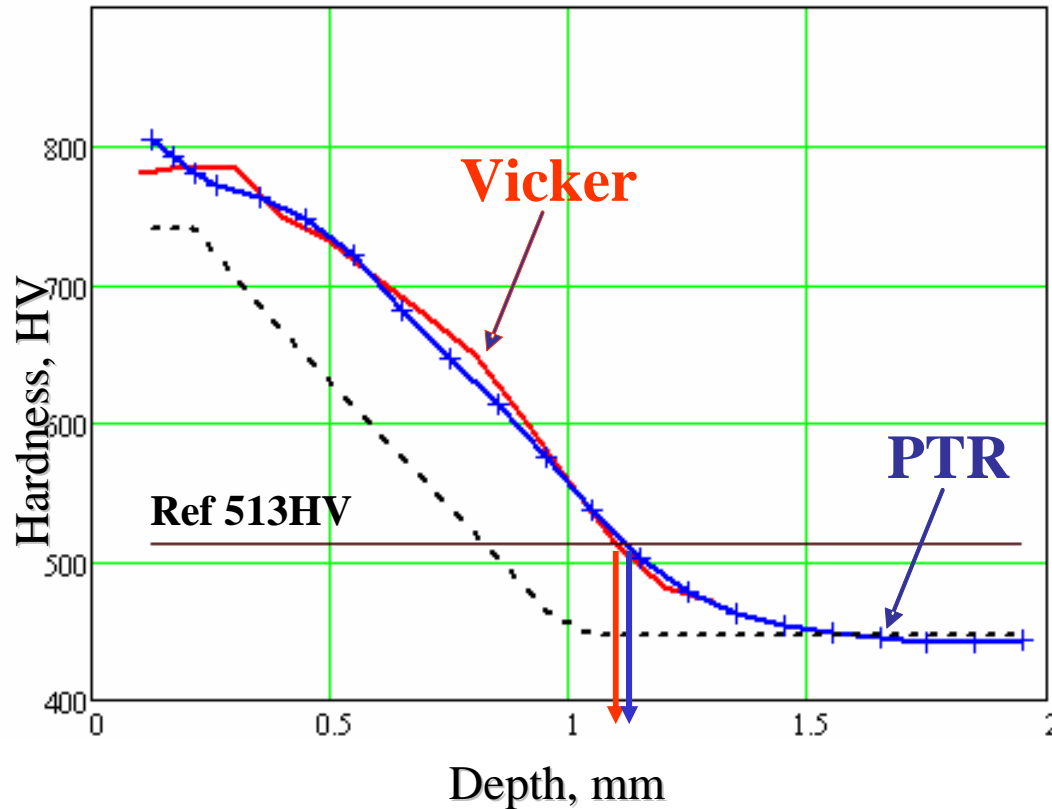
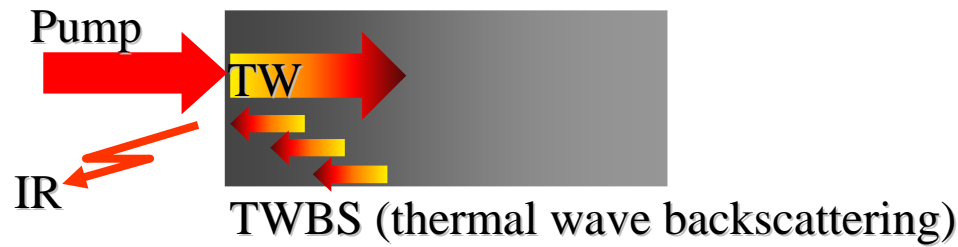
Setup del dispositivo - immagini





Stratigrafia della diffusività termica e della durezza degli acciai

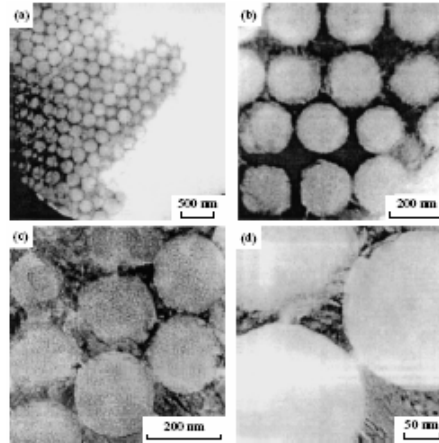
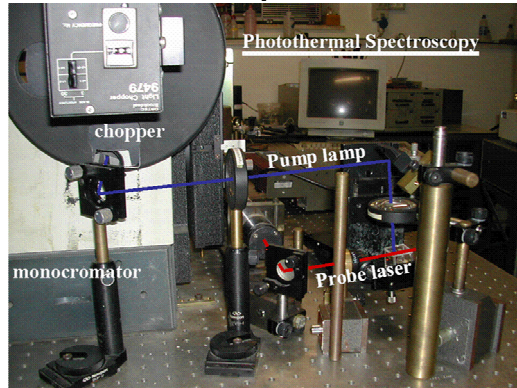
Ricostruzione del profilo di durezza tramite inversione





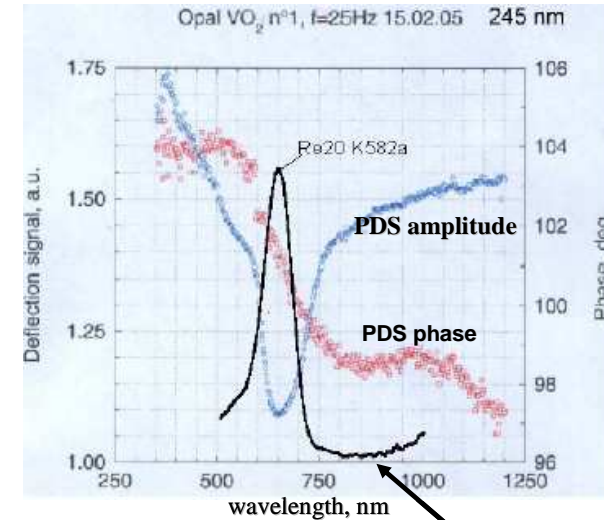
Caratterizzazione di Opali e di PBG con Tecniche PA&PT

PDS Setup



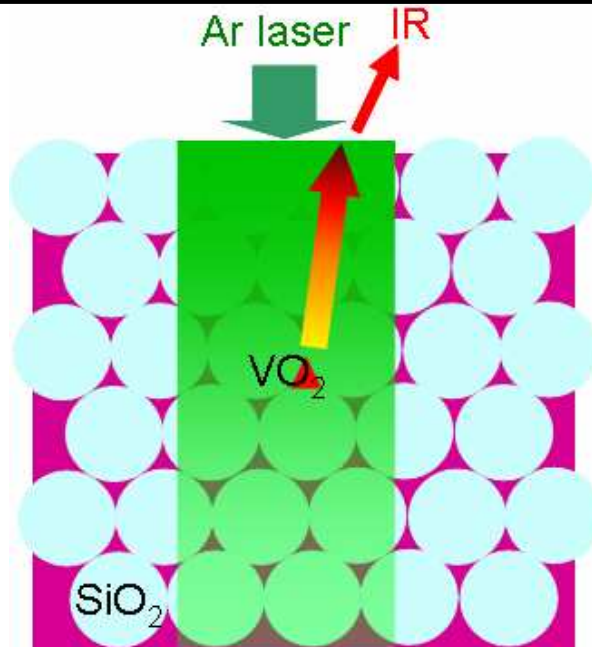
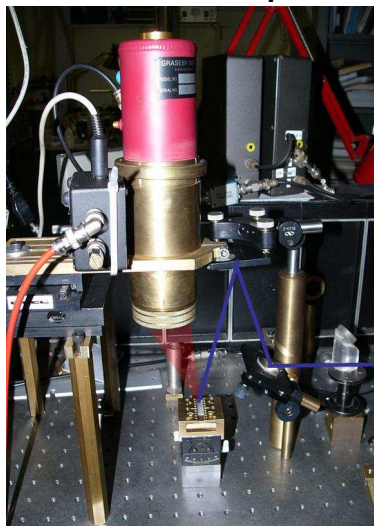
Opali diretti - IOFFE – S.Petersburg

Spettro di assorbimento

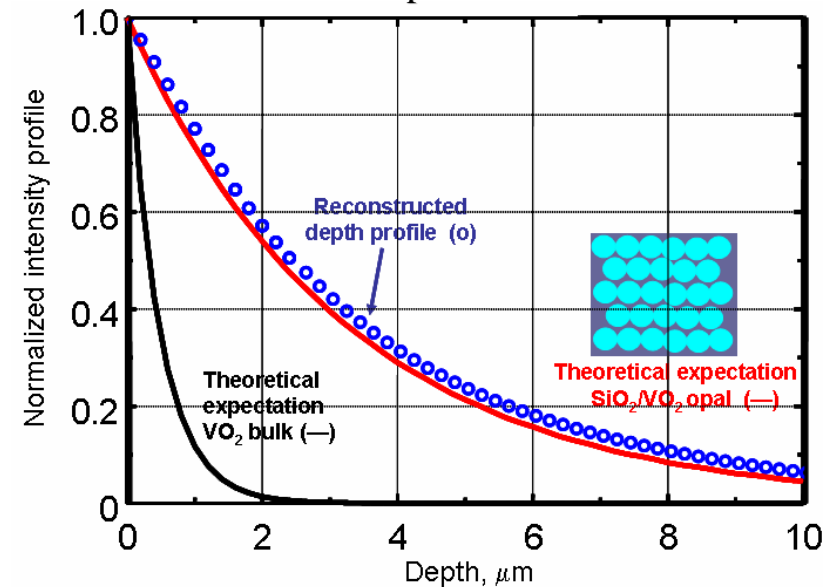


Bragg optical reflection

PTR Setup



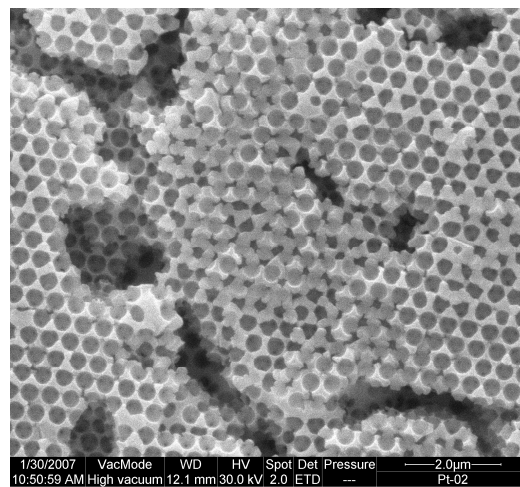
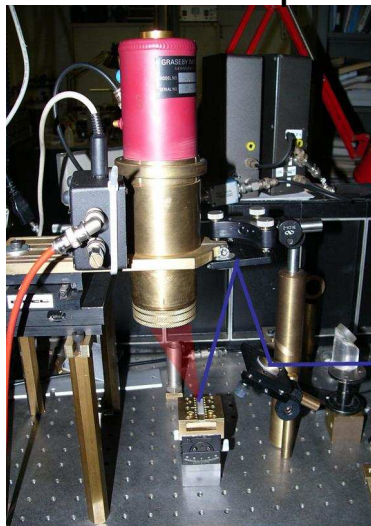
ricostruzione del profilo di radiazione assorbita





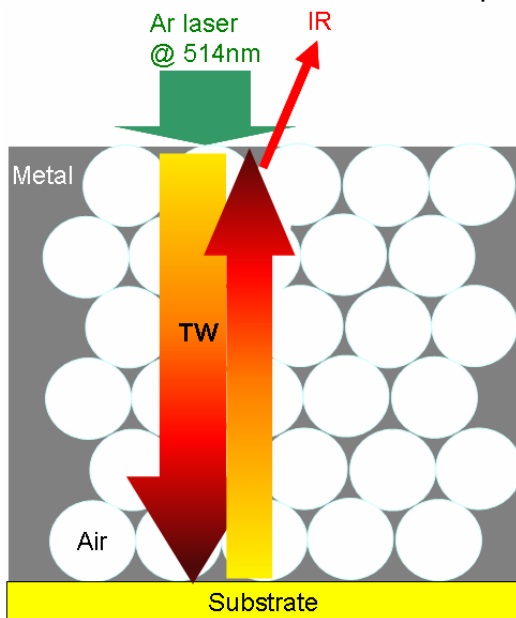
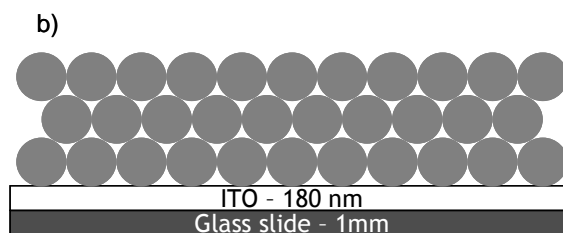
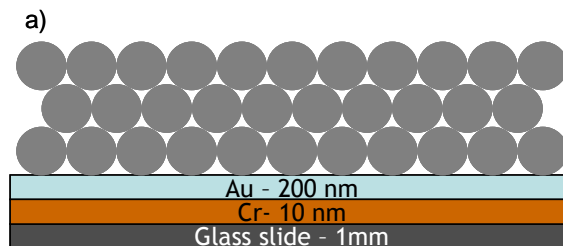
Caratterizzazione di Opali Metallici con Tecniche PA&PT

PTR setup



1/30/2007 VacMode WD HV Spot Det Pressure --- 2.0µm
10:50:59 AM High vacuum 12.1 mm 30.0 kV 2.0 ETD --- Pt-02

Opale inverso di Ni e Pd - C.Lopez - CSIC Madrid



Radiometry

Sample n°	Opal type	PS diam.	Thickness	Area	Porosity
NiIt-0	Reference (a)	-	280 nm	1.2 cm ²	-
NiIt-1	Reference (b)	-	830 nm	1.6 cm ²	-
NiIt-2	(a)	320 nm	600 nm	1.1 cm ²	52 %
NiIt-3	(a)	320 nm	1100 nm	1.2 cm ²	49 %
NiIt-4	(a)	320 nm	1600 nm	1.2 cm ²	59 %
NiIt-5	(a)	457 nm	2000 nm	0.9 cm ²	71 %
NiIt-6	(a)	457 nm	180 nm	1.0 cm ²	0
NiIt-7	(a)	457 nm	3900 nm	1.0 cm ²	0

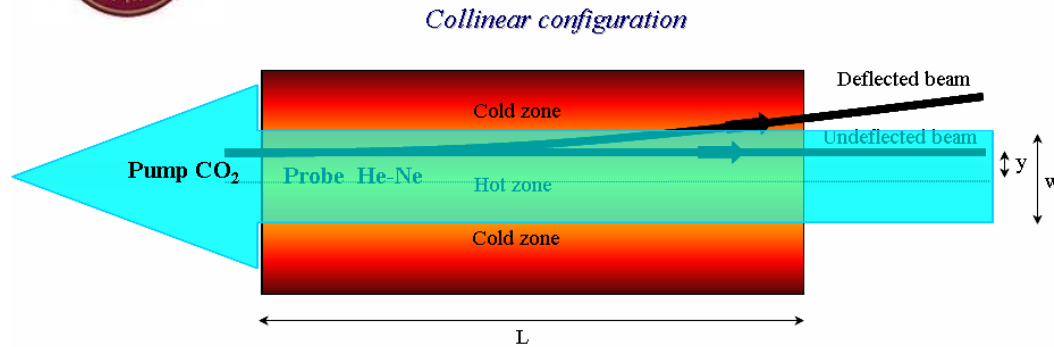
Table 1 – Nickel opal structures

Sample n°	Opal type	PS diam.	thickness	Area	Porosity
PdIt-1	Reference (b)	-	100 nm	0.9 cm ²	misfit
PdIt-2	(b)	457 nm	370 nm	0.7 cm ²	0
PdIt-3	(b)	457 nm	3200 nm	0.5 cm ²	66 %
PdIt-4	(b)	457 nm	1200 nm	0.7 cm ²	0
PdIt-5	(b)	457 nm	2400 nm	0.7 cm ²	4 %
PdIt-6	(b)	676 nm	4900 nm	0.4 cm ²	57 %
PdIt-7	(a)	320 nm	370 nm	0.7 cm ²	misfit
PdIt-8	(a)	457 nm	?	0.8 cm ²	-
PdIt-9	(a)	457 nm	?	0.4 cm ²	-

Table 2 – Palladium opal structures

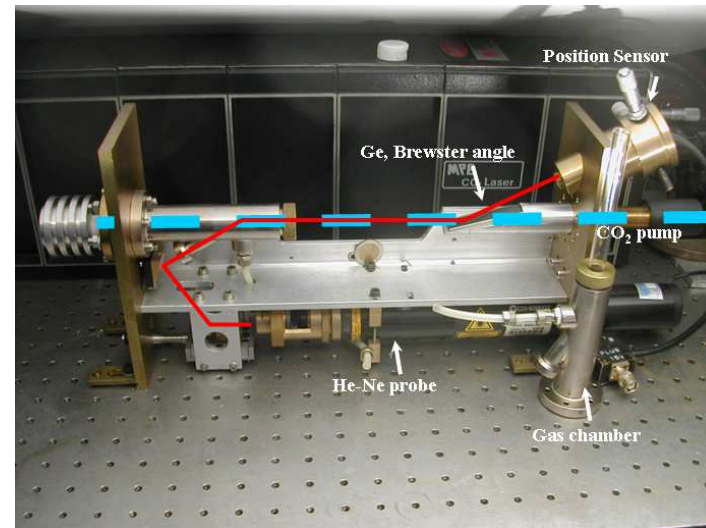


Rivelazione di tracce di inquinanti gassosi con PDS



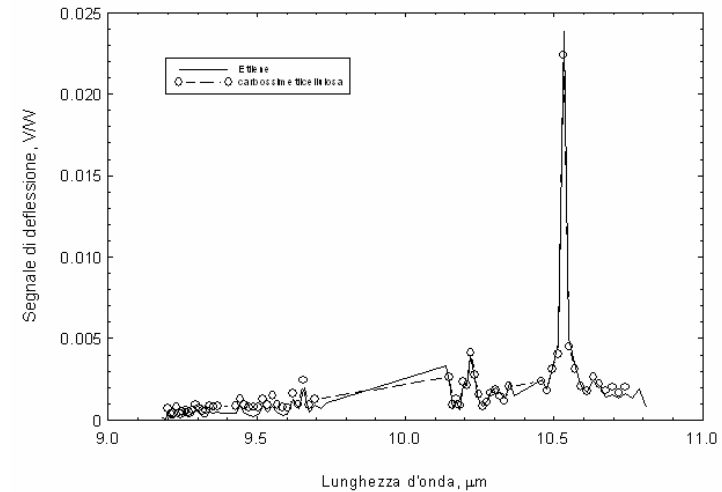
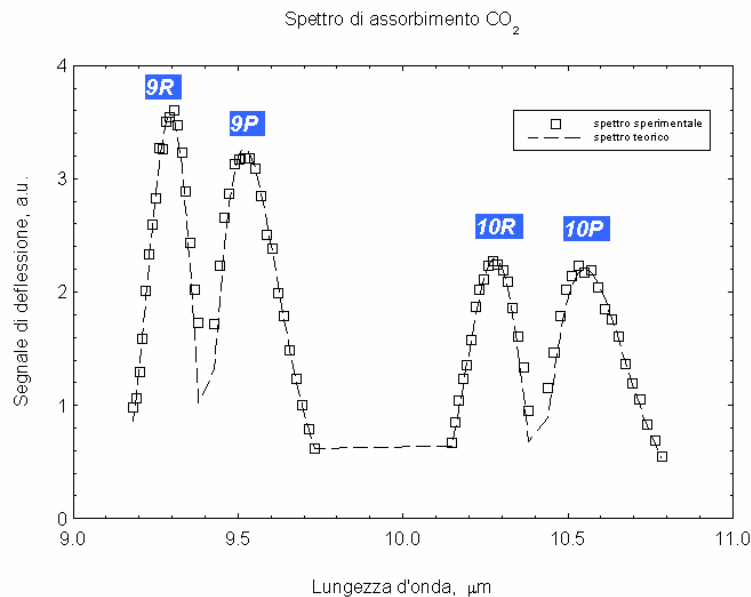
Photothermal deflection angle

$$\bar{\Phi}(y) = -2 \left(\frac{1}{n} \frac{dn}{dT} \right) \frac{P(1 - e^{-\alpha L})}{\omega \rho c \pi^2 w^2} \left(\frac{y}{w} \right) \cdot e^{-(y/w)^2} \cong A \alpha L$$



Experimental results on carbosimetilcellulosa

Experimental results – Test on CO₂

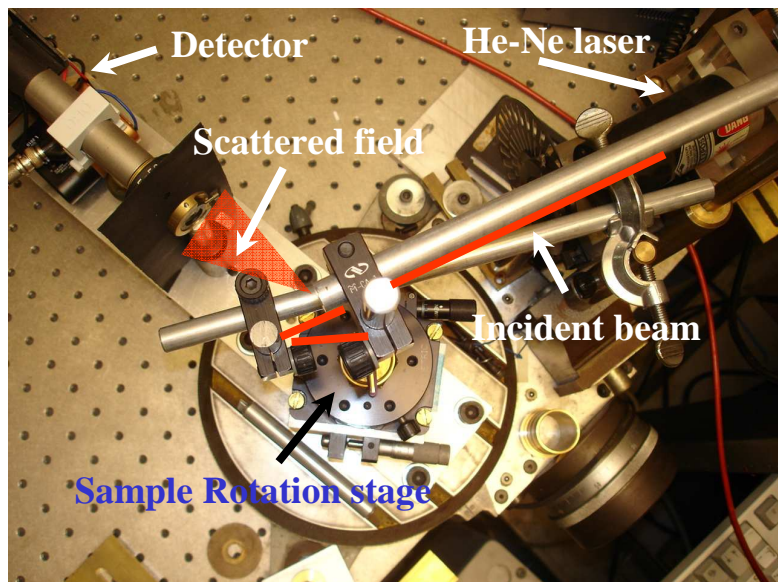


Carbosimetilcellulosa	
Temperature of the treatment	Concentration of the emitted ethylene
450°C	7.07 ppm
480°C	46.8 ppm

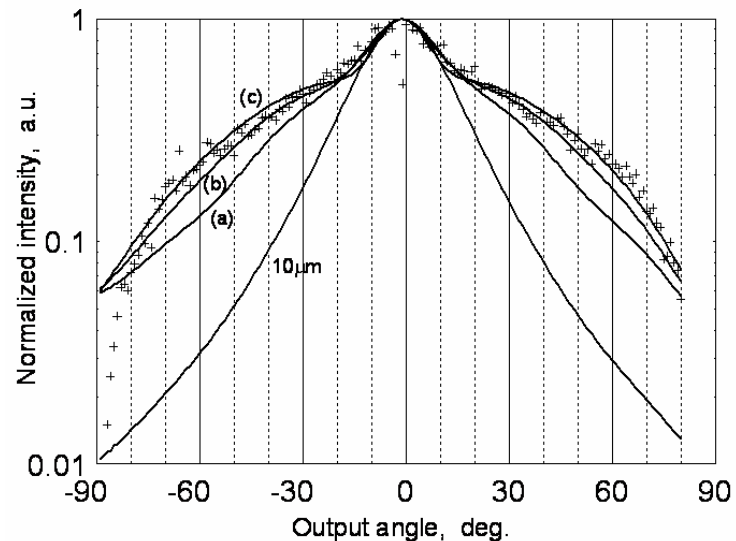


Misure di scattering ottico da superfici metalliche rugose

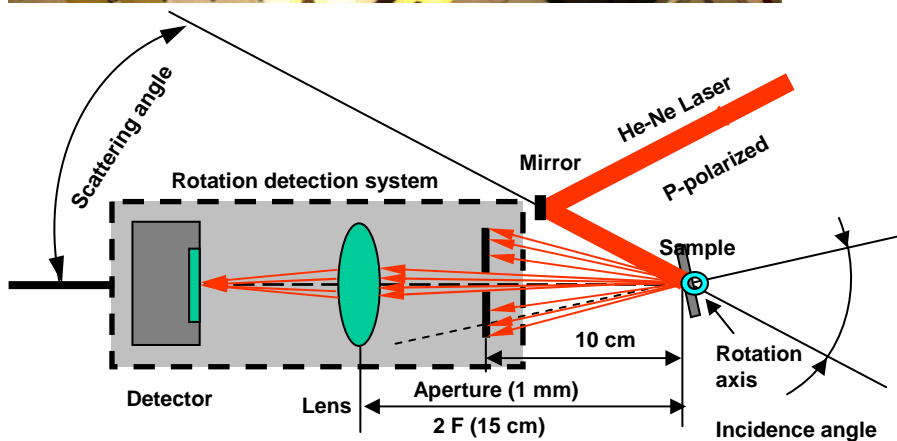
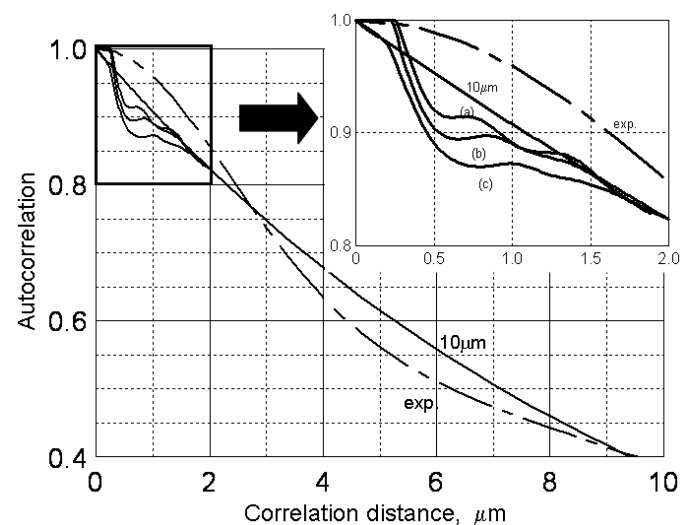
Set-up Sperimentale



Misura dell'intensità scatterata



Ricostruzione della funzione di autocorrelazione

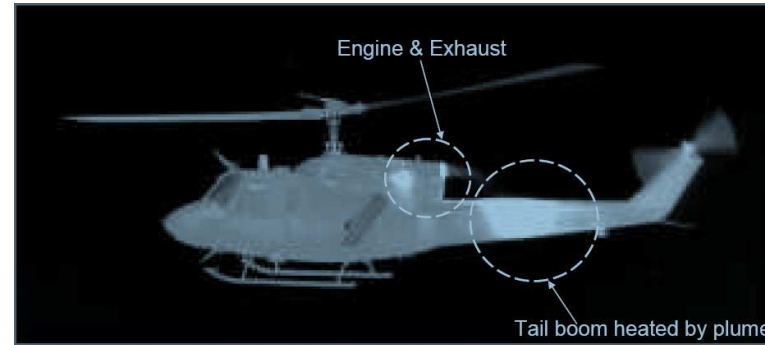
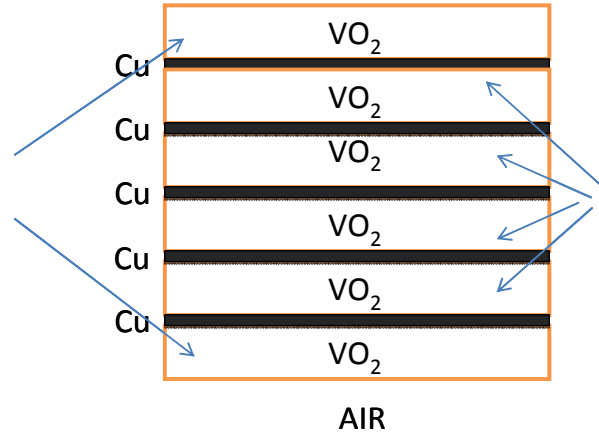


R. Li Voti, G. Leahu *et al.* J. Opt. Soc. Am. B, **26**, 1585 (2009)

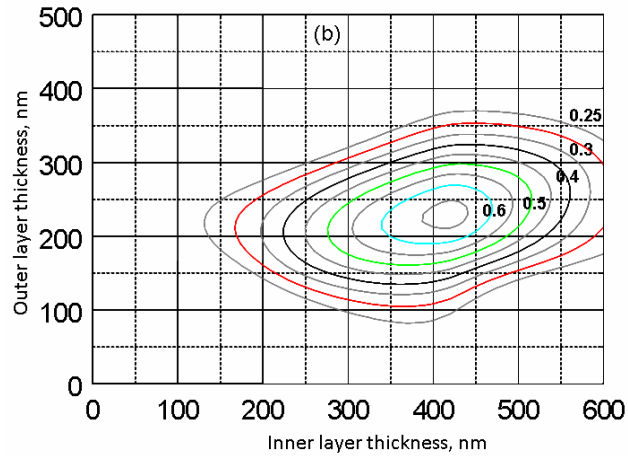


Progettazione di filtri IR per la riduzione della signature IR

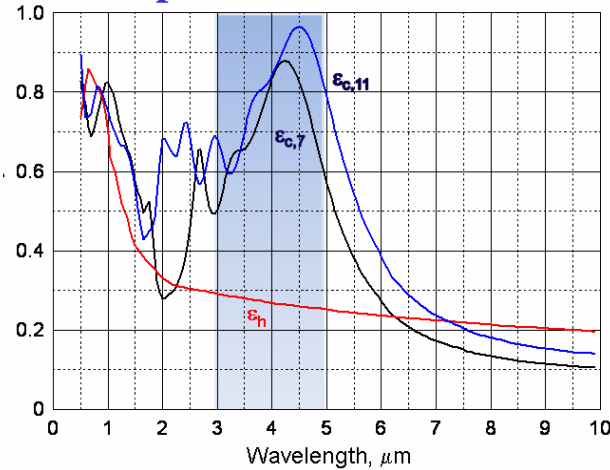
Filtro multistrato AIR



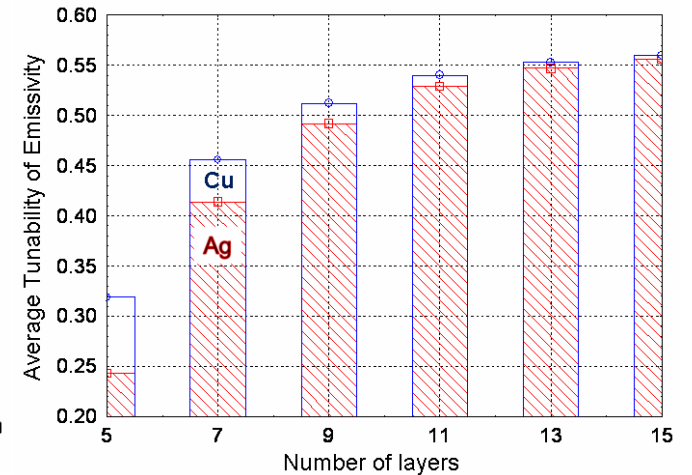
Mappa della tunabilità IR 3-5 μm



Spettro di emissività

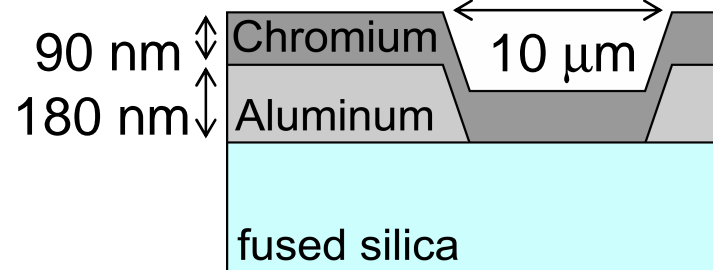
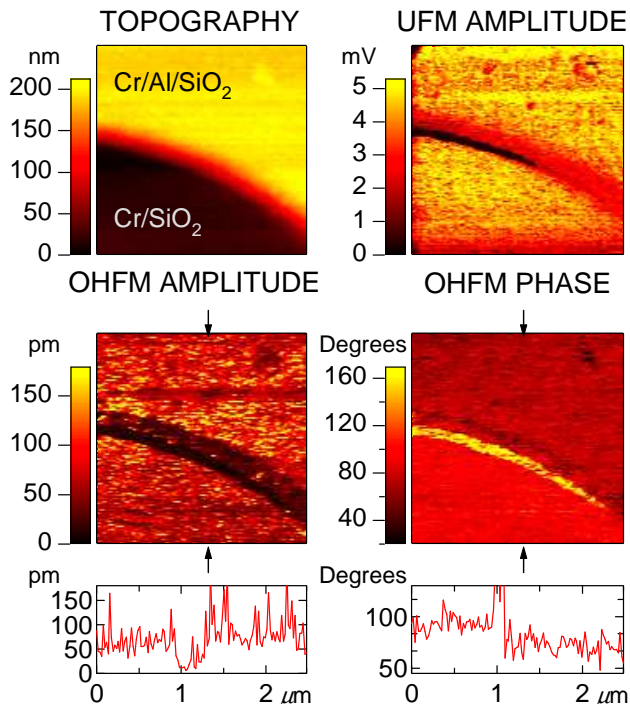
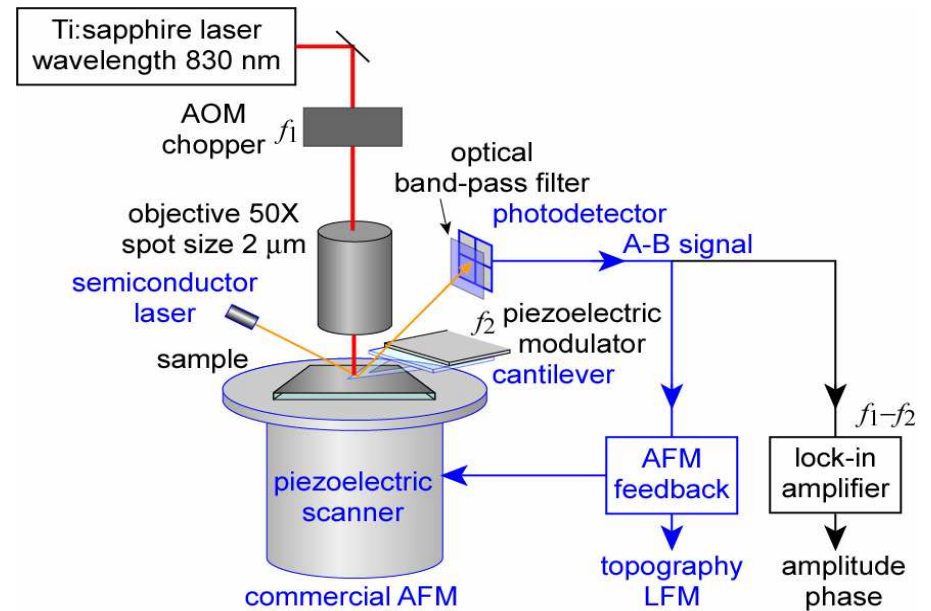
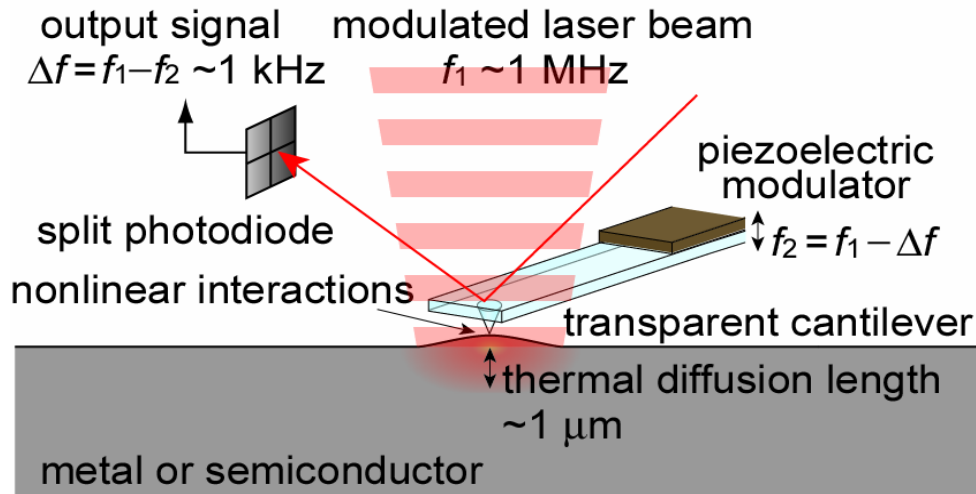


Massima tunabilità vs numero di strati





Caratterizzazione di nanostrutture con 3D-AFM – Hokkaido Univ.



M. Tomoda, R. Li Voti, et al., Appl. Phys. Lett. 90, 041114 (2007)

M. Tomoda, O. B. Wright, R. Li Voti, Appl. Phys. Lett. 91, 071911 (2007)

T. Dehoux, O. B. Wright, R. Li Voti, V. E. Gusev, Phys Rev B 80 235409 (2009)

Coordinamento di Conferenze Internazionali Periodiche

Direzione di Convegni al Centro Ettore Majorana Erice EMFCSC

1 International Workshop on Photoacoustic & Photothermal Phenomena 2010 July 11-18

2 International Workshop on Photoacoustic & Photothermal Phenomena 2012 April 19-26

3 International Workshop on Photoacoustic & Photothermal Phenomena 2014 October 5-12

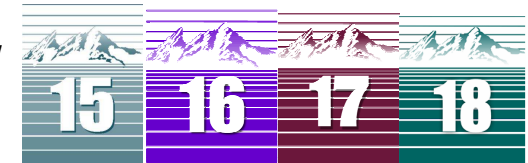
Organizzazione delle Sessioni “Inverse Problems and NDE” @ Boulder Colorado USA

15 Symposium on Thermophysical Properties 2003 June 25-30

16 Symposium on Thermophysical Properties 2006 July 30- Aug 4

17 Symposium on Thermophysical Properties 2009 June 21-26

18 Symposium on Thermophysical Properties 2012 June 24-29



Comitato Scientifico delle “International Conference on PA&PT Phenomena”

14 ICPPP - Cairo Egypt 2007 – Jan 6-9

15 ICPPP – Leuven Belgium 2009 - July 19-23

16 ICPPP – Merida Mexico 2011 - Nov 27 Dec 1

17 ICPPP – Suzhou - China 2013 - Oct 20-24



ICPPP15

