HAL
open science

# Modélisation et élaboration des métrologies de microscopie thermique à sonde locale résistive

Stéphane Lefèvre

## To cite this version:

Stéphane Lefèvre. Modélisation et élaboration des métrologies de microscopie thermique à sonde locale résistive. Energie électrique. Université de Poitiers, 2004. Français. NNT : . tel-00007145

**HAL Id: tel-00007145**

**https://theses.hal.science/tel-00007145v1**

Submitted on 18 Oct 2004

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# THÈSE

pour l'obtention du grade de

## Docteur de l'université de Poitiers

(Faculté des sciences fondamentales et appliquées)
(Diplôme national — Arrêté du 25 avril 2002)

École doctorale : sciences pour l'ingénieur
Secteur de recherche : énergie, thermique et combustion

Présentée par

Stéphane Lefèvre

# Modélisation et élaboration des métrologies de microscopie thermique à sonde locale résistive

Directeurs de Thèse

Sebastian Volz, Jean-Bernard Saulnier

Soutenue le 15 Juin 2004

devant la commission d'examen

**— JURY —**

| | | |
|---|---|---|
| *Examinateurs* | Azzedine Hammiche | Docteur à l'Université de Lancaster (UK) |
| | Jean-Bernard Saulnier | Professeur à l'ENSMA de Poitiers |
| | Nathalie Trannoy | Maître de Conférences à l'Université de Reims |
| | Sebastian Volz | Chargé de Recherche CNRS à l'École Centrale Paris |
| *Rapporteurs* | Bernard Cretin | Professeur à l'Institut FEMTO-ST de Besançon |
| | Roger Martin | Professeur à l'IUSTI de Marseille |

*À Myriam,*
*À ma famille.*

# Remerciements

J'aimerais profiter de cet espace pour remercier toutes les personnes qui m'ont permis de réaliser cette thèse dans les meilleures conditions possibles.

Je tiens avant tout à remercier mes directeurs de thèse, Monsieur Jean-Bernard Saulnier et Monsieur Sebastian Volz, qui m'ont donné l'occasion de réaliser cette étude dans les conditions nécessaires au bon déroulement de ce projet, et qui, grâce à l'ensemble de leur conseils et remarques, ont su m'accompagner tout au long de ce travail.

Bien entendu, je remercie l'ensemble du Laboratoire d'Études Thermiques pour son accueil et sa sympathie et en particulier M. Petit, Directeur du LET pour m'avoir accueilli au sein de son laboratoire.

J'adresse mes plus sincères remerciements à Catherine, Jean-Louis, André, Jaques, Christophe et Hélène pour toute l'aide qu'ils m'ont apportée en ce qui concerne les problèmes techniques, d'instrumentation et de mises au point, pour leur disponibilité et pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail. Je remercie aussi vivement Catherine pour ses conseils et son aide logistique.

Je tiens à exprimer toute ma gratitude au Professeur Roger Martin et au Professeur Bernard Cretin pour l'intérêt qu'ils ont bien voulu apporter à ce travail en acceptant d'en être rapporteurs.

Je remercie également Azzedine Hammiche et Nathalie Trannoy pour avoir accepté de faire partie de mon jury.

J'aimerais remercier les équipes de Bordeaux, Stefan Dilhaire, Luis David Patino Lopez et Amine Salhi, ainsi que l'équipe de Grenoble, Gilles Gaudin et Emmanuelle Algré, avec lesquelles j'ai eu l'occasion de travailler, et plus globalement l'ensemble du GdR micro-nano thermique.

Je tiens à remercier l'ensemble des membres du laboratoire avec qui j'ai passé ces trois années. J'ai énormément apprécié la bonne ambiance qui règne au sein de ce laboratoire, grâce à laquelle cette thèse a pu être réalisée dans d'excellentes conditions. Merci aux permanents : Ben, Vital, Denis, François, Frédéric et aux thésards de tout acabit... : Yo, Maria, Manu, Béa, Olive, Jack, Emilie, Nicolas, Christine, Steph, Matthieu, Fabien, Juju, Jean-François, ... Un remerciement privilégié à Seb et Gigi qui ont eu à supporter mes humeurs et mon humour durant ces trois années dans le même bureau.

Enfin, je voudrais remercier celle qui a partagé tous les instants de cette thèse, et qui a toujours été présente à mes côtés, surtout pour les périodes difficiles... : merci Myriam pour ta présence et ton soutien de tous les instants.

# Table des matières

**Introduction générale** **xiii**

**1 Introduction** **3**
1.1 Objectif et Motivations . . . . . 4
1.1.1 Objectif . . . . . 4
1.1.2 Motivations . . . . . 5
La micro-électronique . . . . . 5
Caractérisation locale des matériaux . . . . . 7
Le stockage magnétique . . . . . 8
1.2 Notions de température et de flux aux nano-échelles . . . . . 10
1.2.1 Limite spatiale à la définition d'une température . . . . . 10
1.2.2 Problème de la définition d'une température d'un volume hors équilibre . . . . . 11
1.2.3 Conclusion . . . . . 12
1.3 Architecture du rapport . . . . . 12

**2 Introduction à la microscopie à sonde locale** **15**
2.1 Introduction à la microscopie . . . . . 16
2.2 Exemples de microscopies thermiques par voies optiques . . . . . 19
2.2.1 Effet Mirage . . . . . 20
2.2.2 Thermoréflectométrie . . . . . 22
2.2.3 Conclusion . . . . . 23
2.3 Microscopie à sonde locale . . . . . 23
2.3.1 Généralités . . . . . 23
2.3.2 Le Microscope à effet tunnel : STM . . . . . 26
2.3.3 Le Microscope à Force Atomique : L'AFM . . . . . 29
2.4 La microscopie thermique à balayage - Scanning Thermal Microscopy . . . 30
2.4.1 Le premier microscope thermique à sonde locale : SThP (Scanning Thermal Profiler) . . . . . 30
2.4.2 Sonde thermocouple . . . . . 31
2.4.3 Sonde bilame . . . . . 31
2.4.4 Sonde résistive . . . . . 33
2.4.5 D'autres types de microscopie à sonde locale thermique . . . . . 34
Le STWM : Scanning Thermal Wave Microscopy . . . . . 34
Microscope à Champ Proche Optique : SNOM ou STOM . . . . . 36
2.4.6 Conclusion . . . . . 36
2.5 Les techniques connexes . . . . . 37

2.5.1 Introduction . . . 37
2.5.2 L'anémométrie . . . 38
Anémométrie à fil chaud . . . 38
Anémométrie à fil froid . . . 41
2.5.3 La méthode $3\omega$ . . . 43
2.6 Introduction aux modèles thermiques utilisés pour la microscopie à sonde locale résistive . . . 44
2.6.1 La sonde . . . 44
Une sonde non-isotherme . . . 44
Le mode alternatif : mode AC . . . 45
2.6.2 L'échantillon . . . 45
2.6.3 Le contact thermique . . . 47
2.6.4 Calibrations . . . 47
2.7 Conclusion . . . 48

**3 L'ensemble expérimental 53**
3.1 Principe de mise en œuvre du microscope à force atomique . . . 54
3.1.1 Présentation du microscope à force atomique utilisé (AFM) . . . 54
3.1.2 Positionnement de la sonde par rapport à l'échantillon . . . 56
3.1.3 Environnement du microscope . . . 59
Vibrations . . . 59
Salle d'expérimentation . . . 59
3.1.4 L'outil logiciel . . . 59
3.2 Instrumentation du microscope à force atomique pour la microscopie thermique à sonde locale . . . 60
3.2.1 La sonde thermique : géométrie, constitution et caractéristiques . . . 60
La géométrie de la sonde . . . 60
Les données thermophysiques . . . 61
Propriétés mécaniques . . . 62
3.2.2 Les modes de fonctionnement du microscope thermique à sonde locale (SThM) . . . 62
Introduction . . . 62
Mode de contraste de conductivité (CC) . . . 63
Mode de contraste de température (TC) . . . 63
Mode DC (Direct Current) et AC (Alternative Current) . . . 64
3.2.3 Mesures de température sur des échantillons *actifs* . . . 64
3.2.4 Conclusion . . . 64
3.3 Mise en œuvre de la mesure de conductivité thermique en mode alternatif (AC) . . . 64
3.3.1 Introduction . . . 64
3.3.2 La méthode $3\omega$ . . . 65
3.3.3 Le générateur de signal . . . 66
3.3.4 Le pont soustracteur dédié à la méthode $3\omega$ . . . 67
3.3.5 Le détecteur synchrone . . . 69
3.4 Conclusion . . . 70

**4 Caractérisation thermique de la sonde thermique en régime continu 75**
4.1 Introduction et motivations . . . 76
4.2 Modélisation thermique . . . 76
4.2.1 Pertinence de l'hypothèse de milieu continu . . . 76
Dans la pointe et l'échantillon . . . 76
Dans l'air ambiant . . . 77
4.2.2 Modélisation thermique du système sonde-échantillon . . . 77
Validité de l'hypothèse de stationnarité . . . 77
Les symétries de l'ensemble sonde - échantillon . . . 78
Modélisation du contact thermique . . . 79
Modélisation de l'échantillon . . . 81
La modélisation de la sonde thermique . . . 81
Estimation du coefficient de convection autour de la sonde . . . 83
4.3 Simulation par volumes finis du système pointe échantillon . . . 86
4.3.1 Système thermique simulé . . . 86
4.3.2 Structure du maillage . . . 87
4.3.3 Méthode aux volumes finis . . . 87
4.3.4 Détermination des conditions aux limites . . . 90
4.3.5 Résultats de la méthode aux volumes finis . . . 90
Champs de températures dans la pointe et l'échantillon . . . 91
Bilan de flux sur le système pointe-échantillon . . . 93
Influence des paramètres . . . 94
4.3.6 Conclusion . . . 95
4.4 Modèle analytique . . . 96
4.4.1 Introduction . . . 96
4.4.2 Simplification du modèle d'ailette pour la sonde . . . 96
Objectif . . . 96
Mise en équation et simplifications . . . 96
Traitements exacts et simplifiés de l'équation d'ailette thermique . . . 98
4.4.3 Modélisation de la sonde en contact avec un échantillon . . . 100
4.4.4 Résolution analytique du problème thermique . . . 100
4.5 Exploitation du modèle analytique . . . 102
4.5.1 Que mesure-t-on? . . . 102
4.5.2 Influence de la conductivité thermique de l'échantillon sur les profils de températures de la sonde . . . 102
4.5.3 Température de l'échantillon . . . 106
4.5.4 Comparaison du modèle analytique et de la simulation numérique . 107
4.5.5 Sensibilité de la mesure aux paramètres de contact et géométriques 107
4.5.6 Calibration du mode DC . . . 109
4.6 Conclusion . . . 111

**5 Caractérisation thermique par microscopie à sonde locale en régime alternatif 113**
5.1 Introduction . . . 114
5.2 Étalonnage des propriétés géométriques de la sonde hors contact . . . 115
5.2.1 Introduction . . . 115
5.2.2 Loi de comportement de la sonde dans l'air . . . 115

5.2.3 Comportements asymptotiques . . . 117
Les hautes fréquences : . . . 117
Les basses fréquences : . . . 118
Domaine intermédiaire . . . 118
5.2.4 Étude du modèle direct . . . 120
Résultats donnés par le modèle direct . . . 120
Procédure de minimisation . . . 124
Minimisation sur les données simulées issues du modèle analytique (Fig. 5.8) . . . 124
5.2.5 Calibration des sondes dans l'air . . . 125
5.2.6 Conclusion . . . 126
5.3 Modèle de la sonde thermique en contact . . . 127
5.3.1 Expression analytique de la température de la sonde en contact avec un échantillon . . . 128
5.3.2 Étude du modèle direct . . . 129
5.3.3 Les échantillons de calibration . . . 130
5.3.4 Calibration du mode AC . . . 131
5.4 Conclusion . . . 134

**6 Analyse des transferts thermiques entre la sonde et l'échantillon 137**
6.1 Introduction . . . 138
6.2 Les Transferts radiatifs . . . 141
6.2.1 Transfert radiatif dans l'approximation de l'optique géométrique . . 141
6.2.2 Transfert radiatif en champ proche . . . 143
6.3 Transfert conductif solide - solide . . . 144
6.4 Transfert conductif dans l'air . . . 145
6.4.1 Introduction . . . 145
6.4.2 Acquisition d'une courbe d'approche . . . 147
6.4.3 Modélisation de la sonde . . . 150
6.4.4 Modélisation du transfert diffusif dans l'air . . . 150
6.4.5 Résultats . . . 151
Comparaison des mesures et du modèle . . . 151
Identification et sens physique du rayon de contact . . . 152
6.5 Conduction dans le ménisque d'eau . . . 157
6.6 Récapitulatif . . . 159
6.7 Conclusion . . . 159

**Conclusions et perspectives 161**

**A Conductance de constriction 165**
A.1 La constriction et son mécanisme . . . 165
A.2 Fonction de constriction . . . 165
A.3 Constriction en milieu semi-infini . . . 166
A.4 Constriction en milieu semi-infini borné . . . 167

**B Loi de comportement en flexion d'une poutre 169**

**C Environnement logiciel utilisé pour la microscopie 171**

**D Champ de température instationnaire dans un milieu sphérique semi-infini 173**

**E Couplage électro-thermique dans la sonde thermique 175**
E.1 Introduction . . . . . 175
E.2 Influence de la constriction des lignes de courant dans le fil de Wollaston . 175
E.2.1 Cas d'un milieu semi-infini . . . . . 175
E.2.2 Différence entre milieu semi-infini et milieu semi-infini borné . . . . 176
E.3 L'effet Thomson . . . . . 177
E.4 Conclusion . . . . . 177

**Nomenclature 179**

**Sigles et acronymes 183**

**Liste des figures 185**

**Liste des tableaux 192**

**Bibliographie 195**

# Introduction générale

Dans l'Histoire des Sciences, les nanosciences et les nanotechnologies sont extrêmement récentes [Pau03]. Il faut attendre la conférence visionnaire de Richard P. Feynmann, « There is plenty of room at the bottom », à Caltech en 1959, pour que soit évoquées les questions des limites physiques du stockage d'informations et de la manipulation.L'outil qui permet tout d'abord de *voir* les atomes et de les déplacer, le microscope à effet tunnel, n'apparaît qu'en 1981 et vaut le prix Nobel à ses inventeurs Gerd Binnig et Heinrich Rohrer. Parallèlement, dans le domaine de la microélectronique, c'est en 1971 qu'apparaît le premier *micro*processeur (Intel) dont les transistors sont séparés de plus de 10 µm. Cette dimension a considérablement diminué depuis, suivant la loi de Moore, pour atteindre quelques dizaines de nanomètres aujourd'hui.

Dans ce contexte, ont aussi été développés plus récemment (1996) des micromécanismes, les MEMS, nécessitant en particulier une maîtrise des transferts de chaleur aux petites échelles, comme les microcellules à effet Peltier. Du point de vue des lois physiques, il apparaît que ces transferts changent de comportement en-deçà d'une certaine longueur, caractérisant chaque type de transfert.

Le changement de comportement des systèmes lorsqu'ils deviennent microscopiques, peut être illustré en prenant l'exemple d'un écoulement macroscopique en conduite. Les effets de bord demeurent localisés dans une zone proche des parois et sont souvent négligeables au-delà, au vue des distances macroscopiques de l'écoulement. Pourtant, en considérant cet écoulement dans un tube de quelques micromètres, les effets d'interface faisant intervenir les forces électriques, les frottements deviennent prépondérants dans tout le volume.

Tous les modes de transferts thermiques sont concernés par les effets de taille. Le rayonnement thermique change de formulation lorsque la distance entre les objets devient inférieure à la longueur d'onde de l'émission thermique (environ 10 µm). Une formulation électromagnétique doit alors remplacer celle aux luminances utilisée à l'échelle macroscopique. Le transfert n'est plus assuré par rayonnement électromagnétique classique propagatif, mais par ondes évanescentes de surface. La conduction thermique modélisée par la loi de Fourier n'est plus décrite correctement lorsque la taille des objets diminue jusqu'à des dimensions de l'ordre du libre parcours moyen des porteurs d'énergie. La convection thermique, par exemple dans l'air, elle-même est décrite par un modèle de gaz raréfié lorsque le transfert s'effectue entre deux parois séparées par une distance inférieure au libre parcours moyen des molécules d'air.

Des remarques identiques peuvent être formulées concernant les échelles de temps. En transfert conductif, la loi de Fourier implique que l'information thermique est transportée à une vitesse infinie, le flux thermique s'établissant dès qu'une température est imposée. Or, il existe un temps très court, le temps de libre parcours moyen, de l'ordre de quelques picosecondes, durant lequel le transfert de chaleur s'établit.

L'impact de cette maîtrise des transferts touche des domaines aussi variés que la microbiologie pour la cryoconservation des cellules vivantes, la microélectronique pour la description de la dissipation dans les microprocesseurs, l'optoélectronique en ce qui concerne l'échauffement des diodes lasers et le traitement de surface des matériaux. La bonne connaissance des transferts de chaleur aux petites échelles est vitale pour expliquer, par exemple, la diminution de conductivité thermique, d'une ou deux décades, d'un film mince sur un substrat suivant son épaisseur.

Au plan théorique, plusieurs approches sont possibles pour prédire et modéliser ces transferts, prenant en compte les porteurs de chaleur tels que les phonons et les électrons dans les solides, les molécules dans les gaz ou les fluides et les lois de l'électromagnétisme pour le transferts radiatif.L'équation de Boltzmann est par exemple appliquée au transport de phonons et permet de modéliser la conduction de manière similaire au transfert radiatif à l'échelle macroscopique (équation aux luminances). Citons aussi la dynamique moléculaire qui consiste à modéliser les trajectoires atomiques au sein d'un matériau, amorphe ou cristallin, pour en déduire ses propriétés thermiques.

Avec quels moyens peut-on observer et mesurer des objets aux micro-échelles ? Tout d'abord, avec les microscopes optiques qui sont capables d'observer des détails avec une résolution limitée à la longueur d'onde optique intrinsèque (un micromètre) du fait du phénomène de diffraction de la lumière. Ensuite, avec une meilleure résolution, les microscopes électroniques utilisant une longueur d'onde de porteurs plus faible atteignent la résolution atomique. Une autre approche consiste, non pas à utiliser un phénomène ondulatoire pour sonder un objet, mais à faire interagir un élément physique concret, une sonde, avec la surface d'un matériau. Cette catégorie de microscopes, nommée à *sonde locale*, a émergé avec le microscope à effet tunnel (STM) d'une part, et à force atomique (AFM) d'autre part. La résolution de ces microscopies dépend en particulier de la géométrie de la sonde utilisée et des informations recherchées, et peut atteindre la résolution atomique avec les deux microscopes précités.

Concernant les transferts de chaleur et leur caractérisation à petite échelle (de l'ordre du micromètre, voire en-dessous), plusieurs méthodes sont possibles pour mesurer des températures et des caractéristiques thermiques sur des échantillons. Les méthodes optiques, largement employées et développées, permettent de recueillir une information sur la diffusivité thermique des matériaux à l'aide d'un laser pompe, qui excite localement l'échantillon, et d'un laser sonde permettant de mesurer l'information, qui est souvent la variation de réflectivité, dépendante de la température locale de surface. Ces méthodes ont une réponse temporelle rapide autorisant des balayages rapides sur les échantillons. Tout comme les méthodes optiques, celles-ci sont limitées à cause de la diffraction. Pour franchir cette limite, une méthode alternative s'est développée alors, utilisant des sondes locales, lesquelles sont principalement de deux types : les micro-thermocouples et les fils

résistifs. Les premiers, dérivés des pointes d'AFM, ont une bonne résolution spatiale et peu d'inertie thermique, ce qui leur permettent l'acquisition de phénomènes rapides, sont passifs et dépendent d'une source externe de chaleur.Les seconds reposent sur les échanges thermiques entre un fil chauffé par effet Joule et son environnement. Ce fil est utilisé en anémométrie et permet d'effectuer des mesures à la fois de température et de flux thermique. Mais à la différence de la mesure de vitesse en écoulement, le fil est approché de manière contrôlée au contact d'un substrat. Le flux thermique qui est perdu dans l'air et avec lequel il est possible de retrouver la vitesse de l'écoulement en anémométrie conventionnelle, est maintenant aussi perdu dans l'échantillon par l'intermédiaire du contact. Comment maîtriser ce transfert par le contact, l'analyser et le relier à la conductivité thermique de l'échantillon ? Est-il possible de réaliser des cartographies thermiques d'un échantillon en déplaçant le fil sur la surface du substrat ? Et plus généralement, à quelle information a-t-on accès ? C'est là l'objet de ce mémoire.

Les problèmes posés par l'utilisation d'une sonde thermique locale résistive sur un échantillon sont liés à la bonne connaissance à la fois de la sonde, et aussi à la nature complexe des transferts de chaleur entre la sonde et l'échantillon, par le contact mécanique, par le film d'eau adsorbée en surface, et enfin par l'air. De plus, son utilisation peut être variée, allant des mesures de températures sur des échantillons *actifs* aux mesures de flux sur des échantillons passifs, et ceci en régime stationnaire ou alternatif.

Les enjeux d'une nouvelle métrologie thermique fiable aux petites échelles sont par exemple de quantifier précisément la température sur un microcircuit incluant un défaut dissipant de l'énergie pour prévenir sa destruction prématurée, de mesurer la conductivité thermique de nanostructures ou plus généralement de contrôler les températures et les caractéristiques thermiques locales de tous types d'échantillons.

Partant d'un outil commercial, le microscope à sonde locale résistive, notre objectif a été tout d'abord d'en comprendre le fonctionnement et son comportement thermique. Cette étape nous a permis d'identifier son domaine d'utilisation et ses limitations, pour ensuite concevoir un nouveau procédé de mesures utilisant le régime alternatif afin d'étendre ses capacités. L'analyse rétrospective de nos résultats conduira enfin à une identification des contributions relatives de chaque mode de transfert de chaleur entre la pointe et la surface.

# CONTEXTE INDUSTRIEL ET ÉTAT DE L'ART EN MICROSCOPIE THERMIQUE

# Chapitre 1

# Introduction

## Contents

**1.1 Objectif et Motivations** . . . . . **4**
1.1.1 Objectif . . . . . 4
1.1.2 Motivations . . . . . 5
**1.2 Notions de température et de flux aux nano-échelles** . . . . . **10**
1.2.1 Limite spatiale à la définition d'une température . . . . . 10
1.2.2 Problème de la définition d'une température d'un volume hors équilibre . . . . . 11
1.2.3 Conclusion . . . . . 12
**1.3 Architecture du rapport** . . . . . **12**

## 1.1 Objectif et Motivations

### 1.1.1 Objectif

Les travaux de recherche présentés dans ce rapport visent à la caractérisation thermique à l'échelle submicrométrique de matériaux au moyen de la microscopie à sonde locale. L'étude s'est appuyée sur un microscope à force atomique commercial, l'Explorer™ de *Topometrix* muni d'une sonde thermique : cette sonde est un fil résistif dont le coefficient de résistance est exploité afin d'obtenir des mesures de flux ou de températures, sur les échantillons d'études.

Les mesures effectuées dépendent de la nature du contact et des échanges de chaleur entre la sonde et l'échantillon, de sorte qu'une mesure quantitative ne peut être réalisée que si ces transferts thermiques de contact sont clairement compris. Ces transferts dépendent de la nature et de la géométrie de la sonde et de l'échantillon, de l'environnement atmosphérique et de la distance séparant la sonde de l'échantillon.

Les différents transferts thermiques entre la sonde et l'échantillon peuvent en effet varier considérablement suivant la distance les séparant. Le transfert radiatif ne se modélise pas de la même manière si cette distance est inférieure ou supérieure à la longueur d'onde de l'émission infrarouge qui est de l'ordre de 10 µm. Le transfert à travers le gaz change radicalement de régime suivant que la distance entre les objets est supérieure ou inférieure au libre parcours moyen des molécules d'air ($\sim$ 60 nm) : l'échange est convectif sur de grandes échelles pour lesquelles les molécules d'air possèdent un mouvement moyen, puis devient conductif sur des dimensions plus réduites mettant en jeu une transmission d'énergie par collision entre molécules. Cet échange devient enfin balistique lorsque les molécules se déplacent de paroi à paroi sans collision. Chaque domaine se caractérise par un coefficient d'échange entre les surfaces différent, qui tend à augmenter quand les surfaces se rapprochent.

Deux objets en contact échangent de l'énergie par deux autres voies. En effet, la présence de molécules d'eau dans l'atmosphère va créer par condensation capillaire un ménisque autour de l'extrémité de la pointe. Ce transfert dépend des caractéristiques de surface à la fois de l'échantillon et de la pointe, mais aussi des propriétés hydrophiles ou hydrophobes des matériaux étudiés. De plus, l'épaisseur du ménisque dépend du taux d'humidité du gaz ambiant, et de la température de la pointe et de l'échantillon. Le dernier mode est la conduction à travers les micro-contacts. Ce transfert croît quand la force exercée entre les objets augmente, et dépend aussi de la qualité des surfaces mises en contact notamment de la rugosité de l'échantillon.

De cette analyse des échanges entre la sonde et l'échantillon dépendent les mesures quantitatives correctes de la conductivité thermique car le contact oppose une résistance à ces échanges. Ils ont déjà fait l'objet d'évaluations théoriques par plusieurs auteurs mais n'ont jamais été prouvés expérimentalement. Nous proposons d'évaluer par des moyens expérimentaux et de modélisation ces divers modes décrit dans la figure 1.1.

De précédentes études ont déjà présentée des mesures quantitatives sur divers échan-

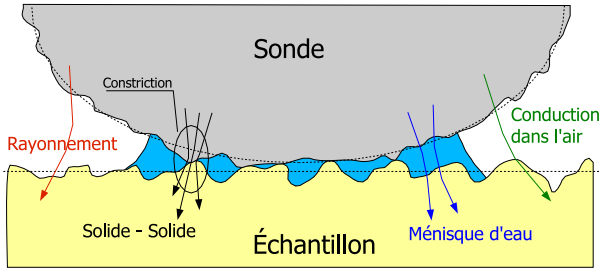



FIG. 1.1 – *Les différents modes de transfert entre la pointe et l'échantillon*

tillons en utilisant la sonde en régime continu (mode DC). Nous proposons une réévaluation des méthodes employées dans ce mode pour affiner les résultats et surtout une nouvelle approche permettant une mesure précise de conductance aboutissant à des informations quantitatives.

### 1.1.2 Motivations

Les applications industrielles, de la microélectronique, des nanomatériaux et du stockage local, nécessitent une meilleure compréhension des phénomènes régissant les transferts aux nano-échelles. Nous développons de manière non exhaustive dans cette section différentes applications illustrant le besoin d'une instrumentation capable de caractériser les micro et nano-systèmes. Nous allons présenter cinq études fondées sur l'utilisation de microscope dans ses modes de mesures de contraste de flux et de température. Ces études sont restées limitées à un niveau qualitatif du fait de l'absence de maîtrise des échanges thermiques entre la pointe et la surface. Nous insistons, en exposant ces cas, sur le besoin marqué de quantifier ces échanges.

#### La micro-électronique

La recherche de la meilleure performance au moindre coût a engagé le monde de la micro-électronique dans une miniaturisation des circuits et puces. La loi de Moore [Moo65], représentée dans la figure 1.2, prédit une augmentation linéaire de la puissance dégagée par effet Joule des puces, suivant l'accroissement du nombre de transistors par unité de surface et la fréquence d'utilisation de ces transistors. De plus, la densité surfacique de flux atteindra bientôt 100 W.cm$^{-2}$, correspondant à des densités atteintes au cœur des centrales nucléaires, comme le souligne la figure 1.3. Dès lors, apparaissent des questions liées à la fois à la tenue en température et à l'évacuation de la chaleur. Dans ce contexte, de nouveaux moyens de contrôle et de test tels que les sondes locales thermiques sont donc nécessaires pour déceler des points chauds au sein de microcircuits ou pour contrôler les champs de températures atteintes.

**Le test** Un des enjeux de l'élaboration des micro-circuits est leur durée de vie. Il suffit qu'un défaut apparaisse lors de la fabrication pour voir cette durée de vie largement diminuée. Ainsi, un léger rétrécissement d'une piste peut suffire à créer localement un *point chaud* responsable de la destruction du circuit. Il est possible de placer in-situ des capteurs permettant de mesurer la température en divers points, mais les capteurs sont

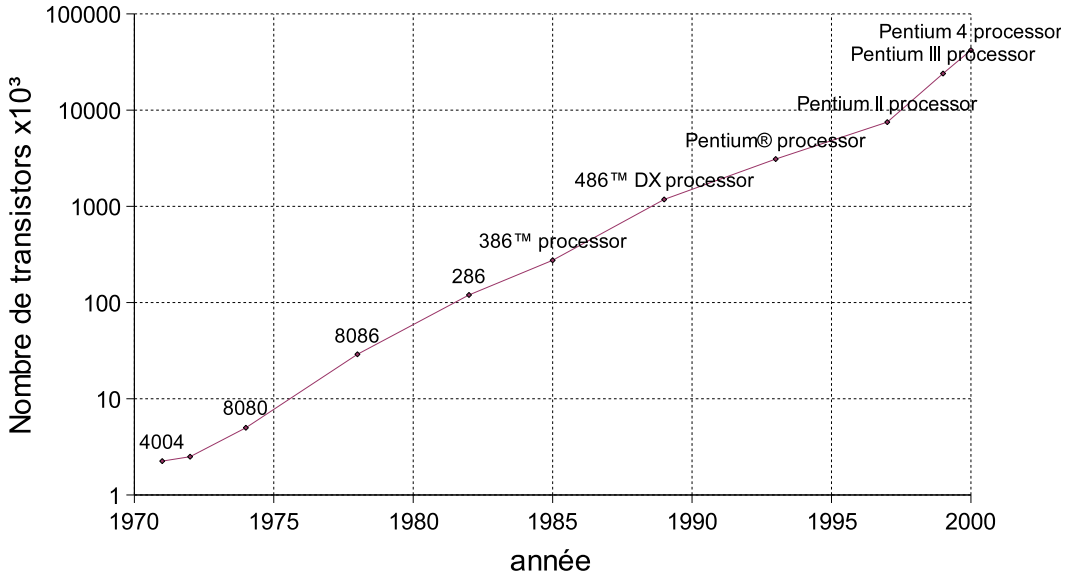



FIG. 1.2 – *Loi de Moore : le nombre de transistors utilisé dans les microprocesseurs double tous les deux ans. (Source : www.intel.com/research/silicon/ mooreslaw.htm)*

inamovibles alors que l'utilisation de la sonde thermique permet un balayage complet du circuit.

Des travaux ont été menés au Laboratoire d'Études Thermiques conjointement avec le CPMOH de Bordeaux pour détecter un point chaud sur un micro-circuit [ADV+02]. L'image thermique de la figure 1.5 permet d'identifier les lignes métalliques du système, moins chaudes car plus conductrices, et le dispositif chauffant, un transistor MOS décrit sur la figure 1.4, jouant le rôle de défaut dissipant. La source est modulée à la fréquence de 123 Hz de façon à utiliser une détection synchrone augmentant nettement la sensibilité. La passivation atténue peu le signal thermique, ce qui permet de détecter le point chaud.

**Les microsystèmes thermiques** De manière générale, la réduction de la taille des systèmes dans les domaines de la mécanique, de la thermique et de l'électronique amène à de nouvelles problématiques. Ce champ est celui des MEMS, les Micro-Systèmes Électro-Mécaniques. On pourra citer par exemple les sujets de recherche concernant l'amélioration des convertisseurs d'énergie basés sur l'effet Peltier. Les thermoélectriques sont généralement évalués par leur facteur de mérite : $Z = \dfrac{S_c^2 \sigma_e}{\lambda}$, où $S_c$ est le coefficient de Seebeck, $\sigma_e$ est la conductivité électrique et $\lambda$ la conductivité thermique. Améliorer ce facteur peut se faire en diminuant la conductivité thermique sans diminuer l'électrique. Dans ce contexte, nous avons pu réaliser une analyse thermique d'une jonction PN 1.6 soumise à une excitation électrique et ainsi obtenir les informations thermiques nécessaires à l'évaluation des performances de cette jonction.

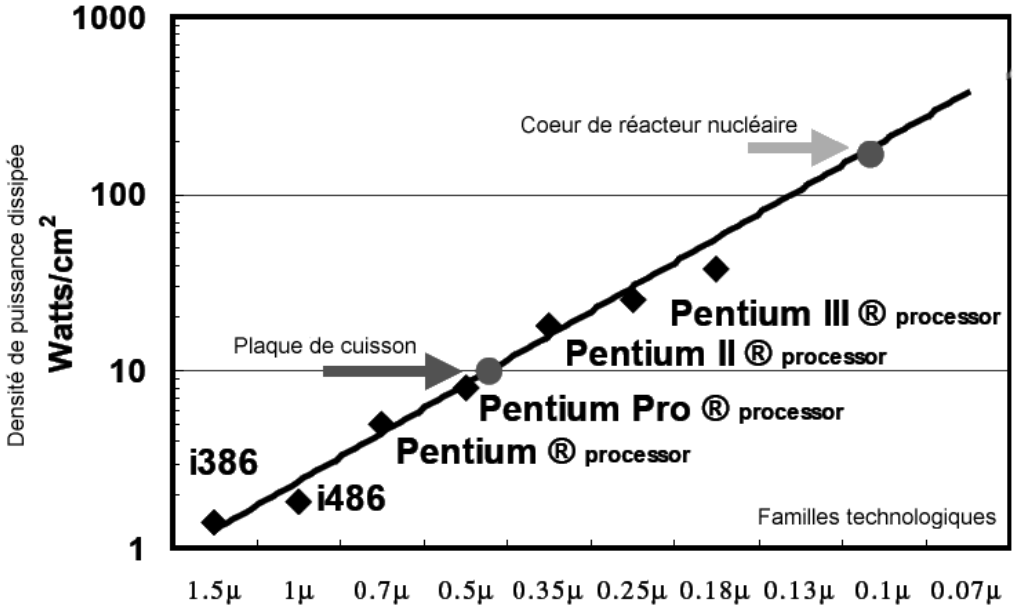



FIG. 1.3 – *Évolution de la densité de puissance dissipée dans un processeur en fonction de taille de motif décroissant : la densité de puissance dissipée actuelle dans un processeur est d'environ* 50 *W.cm*$^{-2}$ *[Anc01] et [Pol00]. (Source : Pollack (Intel))*

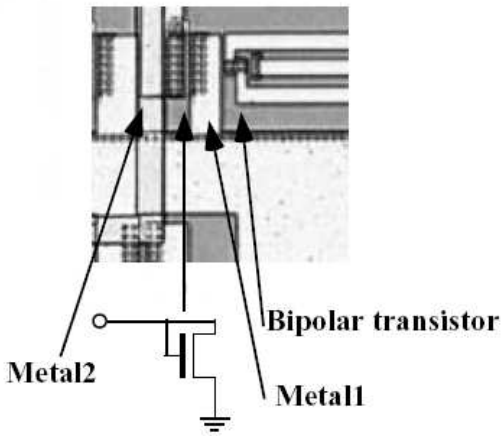
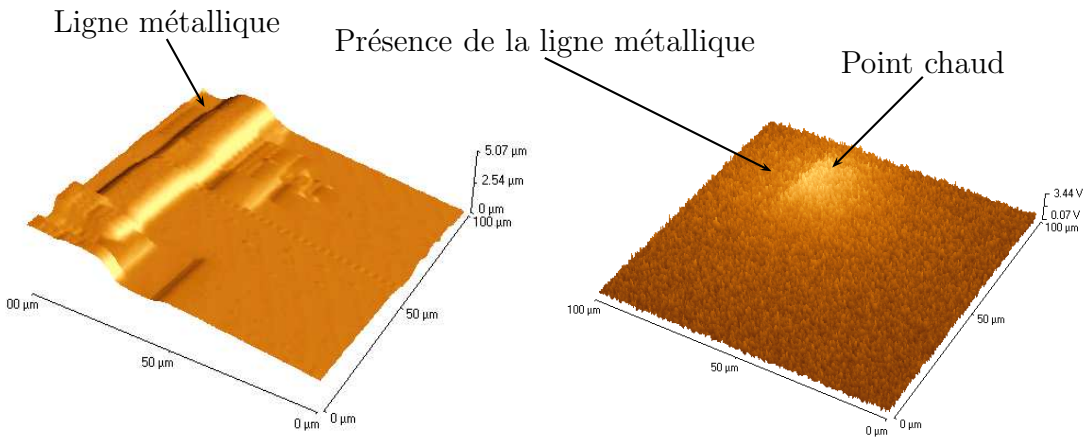



FIG. 1.4 – *Schématisation du montage pour la détection du point chaud [ADV+02]*

### Caractérisation locale des matériaux

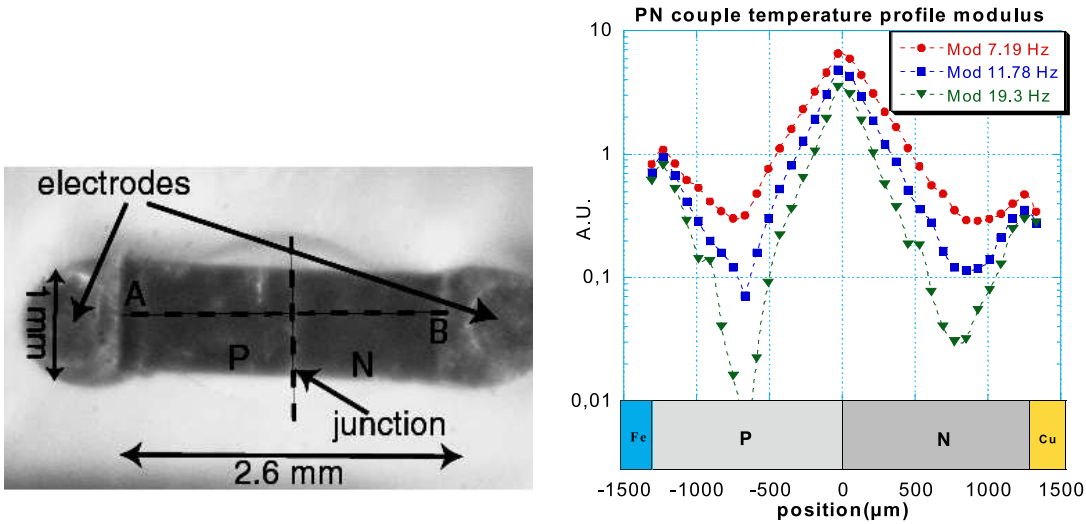
L'émergence des matériaux nanostructurés tels que les nano-fils (FIG. 1.7(a)), les aérogels (FIG. 1.7(b)), les films fins et poreux ou les super-réseaux (FIG. 1.7(c)) nécessite un moyen de contrôle et de caractérisation. La microscopie thermique à sonde locale constitue là aussi un instrument adapté pour l'analyse non destructive de surfaces.

Nous avons pu mettre en évidence la capacité du microscope à caractériser le vieillissement local des échantillons de silice dans lesquels se trouvait inclus le composé $K_2O$ [MHV+02]. Ce type de matériau est utilisé pour le stockage des déchets radioactifs et son altération pose donc un problème vital. Le microscope a permis d'étudier l'influence de




(a) Topographie (b) Module de température

FIG. 1.5 – *Localisation d'un point chaud créé par un transistor : cartographie de l'amplitude de la 1re harmonique de la température du circuit étudié [ADV+02]*




(a) Jonction PN (b) Module de température

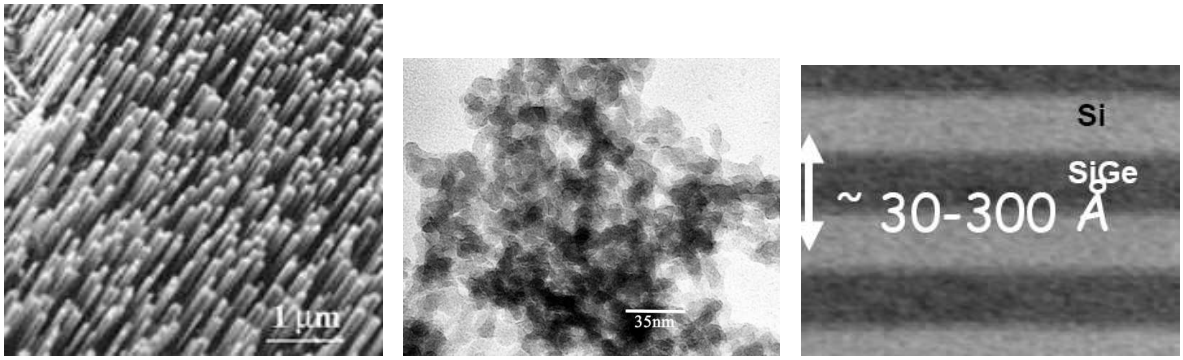
FIG. 1.6 – *Profils de température d'une jonction PN traversée par un courant alternatif [PLSL+03]*

l'altération de l'eau sur cet échantillon et de détecter des phénomènes de dissolution sous la surface de l'échantillon.

La caractérisation d'un échantillon de silicium poreux [LV00] a été menée. Cet échantillon ne pouvait pas être analysé ni par voie optique car les états de surface affectent les propriétés optiques, ni à l'aide d'un microscope électronique, le dépôt métallique préalable à la mesure détruisant l'état de surface de l'échantillon. Le SThM est alors un outil adapté à ce type d'étude.

### Le stockage magnétique

L'analyse du transfert thermique entre une pointe et un échantillon a fait apparaître un transfert fort via l'air dû à un transfert balistique. Nous avons collaboré avec le CEA



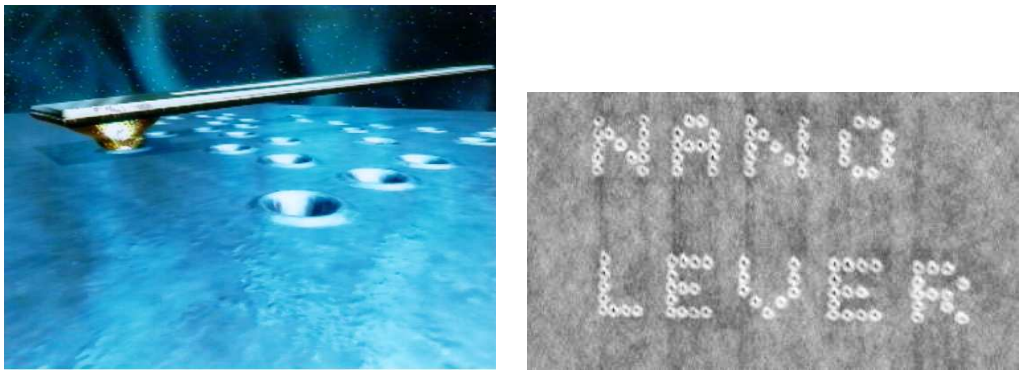

(a) Nano-fils de ZnO. Source : www.nano.me.berkeley.edu/research/nano-thermal/nanowire_array_ht.htm

(b) Image au microscope électronique à transmission d'un aérogel de triethoxysilane, Source : www.mtsc.unt.edu/faculty/reidy/te2.jpg

(c) Super-réseaux silicium germanium

FIG. 1.7 – *Exemples de matériaux nano-structurés*

de Grenoble (Spintec, CEA-Minatec) pour étudier la faisabilité du stockage d'informations sur des plots magnétiques à l'aide de notre sonde. Le principe consiste à diminuer le champ coercitif en chauffant localement un plot pour en inverser le moment magnétique. Bien que l'étude n'ait pas encore abouti, la question du stockage d'informations sur des surfaces micro voir nano-métriques est un des enjeux fondamentaux pour l'avenir de l'informatique. D'ores et déjà, les technologies se développent pour améliorer les capacités de stockage d'informations et ne reposent plus uniquement sur des techniques magnétiques mais s'orientent aussi vers le changement de principe comme l'illustre la figure 1.8, [VDD+00], [DBD+02] et [LNK+03].



(a) Vue d'artiste de la pointe utilisée en mode écriture. Source : site IBM

(b) Plots gravés sur un film de polymère

FIG. 1.8 – *La pointe chaude permet l'écriture d'un bit sur un film de polymère. La lecture s'effectue par un passage de la sonde au-dessus du film et l'effacement par une chauffe externe du polymère. L'écart entre chaque bit est de* 70 *nm permettant d'atteindre une densité de* 150 *Gbits / in*$^2$ *[DBD+02].*

Les applications développées au Laboratoires d'Études thermique par l'équipe *Micro et Nano transfert* à l'aide du microscope thermique à sonde locale constituent des enjeux industriels forts. Il s'agit du stockage de l'information, de la mise en forme de nanomaté-

riaux hyperisolants ou de la caractérisation du vieillissement de matériaux pour le stockage des déchets nucléaires. Cependant, ces études soulignent la nécessité d'aboutir à une autre métrologie, non plus de contraste, mais quantitative des températures et des flux.

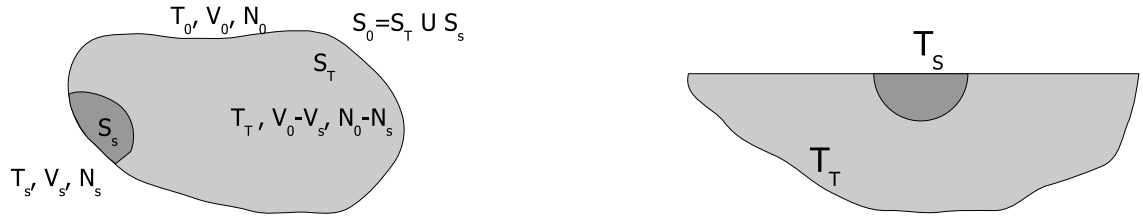
## 1.2 Notions de température et de flux aux nano-échelles

Examinons maintenant si ces mesures de températures et de flux ont un sens du point de vue physique.

### 1.2.1 Limite spatiale à la définition d'une température

La température est une grandeur statistique définie couramment comme liée à l'énergie d'agitation des atomes. C'est une grandeur d'équilibre qui requiert, en thermodynamique irréversible, l'hypothèse de l'équilibre thermodynamique local. Cette hypothèse n'est assurée que si les porteurs d'énergie peuvent relaxer vers l'équilibre. Une longueur de relaxation, le libre parcours moyen des porteurs, semble donc être une limite inférieure à la définition d'une température, et donc à la résolution d'une mesure de température. Pourtant, la physique statistique indique que l'hypothèse de l'équilibre thermodynamique locale n'est pas indispensable à cette définition. Nous montrons dans la suite, que le couplage de notre microvolume à un bain thermique suffit.

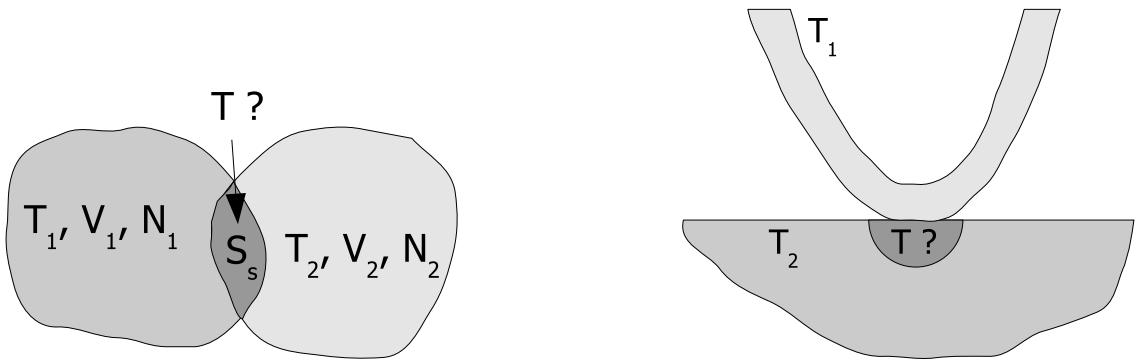
Considérons un système $S_\mathrm{o}$, décrit sur la figure 1.9, isolé caractérisé par sa température $T_\mathrm{o}$, son nombre de particules $N_\mathrm{o}$, son énergie $E_\mathrm{o}$ et son volume $V_\mathrm{o}$, et un sous-système $S_\mathrm{s}$ caractérisé par un nombre de molécules $N_\mathrm{s} \ll N_\mathrm{o}$ et une énergie $E_\mathrm{s} \ll E_\mathrm{o}$. Ce sous-système $S_\mathrm{s}$ échange de la chaleur avec l'ensemble restant $S_\mathrm{T}$. L'énergie du sous-système $S_\mathrm{s}$ peut être sensiblement modifiée par la chaleur transférée vers $S_\mathrm{T}$, contrairement à l'énergie de l'ensemble $S_\mathrm{T}$ qui varie peu : la température $T_\mathrm{T}$ de $S_\mathrm{T}$, qui reste donc inchangée, est celle de $S_\mathrm{o}$ et joue le rôle de thermostat. De plus, le système $S_\mathrm{o}$ est isolé, ce qui signifie que $dS_\mathrm{o} = dS_\mathrm{s} + dS_\mathrm{T} = 0$. La conservation du flux échangé entre les ensembles $S_\mathrm{s}$ et $S_\mathrm{T}$ impliquant que $T_\mathrm{s} dS_\mathrm{s} = -T_\mathrm{T} dS_\mathrm{T}$ donne $T_\mathrm{s} = T_\mathrm{T}$, et permet alors à la température de l'ensemble $S_\mathrm{s}$, aussi petit soit-il, d'être constante, et fixée à $T_\mathrm{o}$.




(a) Représentation de l'ensemble canonique

(b) Représentation adaptée à la microscopie de l'ensemble canonique

FIG. 1.9 – *Notion de température aux nano-échelles et ensemble canonique*




(a) Représentation thermodynamique du système de mesure sur un échantillon

(b) Représentation du système de mesure physique

FIG. 1.10 – *Notion de mesures aux nano-échelles*

### 1.2.2 Problème de la définition d'une température d'un volume hors équilibre

Lorsque la sonde (indice 1) vient en contact avec un échantillon (indice 2), la zone de l'échantillon perturbée $S_\mathrm{s}$ est en contact avec deux thermostats, celui constitué par la sonde et celui formé par l'échantillon. Cet état ne lui permet pas d'être en équilibre. La notion de température au sens thermodynamique ne peut plus être *a priori* définie pour l'ensemble $S_\mathrm{s}$.

En effet, cet ensemble sera traversé par une distribution de porteurs d'énergie à $T_1$ et une autre à $T_2$. Si ces porteurs sont des phonons, la différence de température apparaîtra dans la population définie par la statistique de Bose-Einstein $n(\omega,T) = \frac{k_b T}{\hbar\omega}$, à la limite classique définie lorsque l'énergie du quantum $\hbar\omega$ reste inférieure à $k_b T$. La différence relative de distribution s'écrira donc $\frac{dn}{n} = \frac{T_1 - T_2}{T_1}$. Une définition étendue de la température pourra être proposée hors-équilibre si $\Delta T \ll T$. Ces conditions sont généralement facilement remplies dans les nanostructures pour lesquelles les différences de température restent faibles : si une différence de 1 K est appliquée sur les faces d'un film de 10 nm d'épaisseur, le gradient thermique vaut $10^8$ K.m$^{-1}$, ce qui est considérable. Une différence de 1 K à l'ambiante conduit à des déviations de 0,3 %. En pratique, il sera donc presque toujours possible de définir une température dans le cas d'un systèmes nanométrique couplé à deux thermostats.

Si l'on suppose maintenant que le système formé par les deux thermostats et le système $S_\mathrm{s}$ représenté dans la figure 1.10 est isolé, le flux de chaleur $dQ_1$ échangé entre $S_\mathrm{s}$ et $S_1$, et $dQ_2$ entre $S_\mathrm{s}$ et $S_2$ sont égaux par conservation de l'énergie :

$$dQ_1 = T_1 \delta S_1 \tag{1.1}$$

$$dQ_2 = T_2 \delta S_2 \tag{1.2}$$

La variation d'entropie du système $S_\mathrm{s}$ s'écrit, avec $dQ_1 = -dQ_2 = dQ$ :

$$\delta S_\mathrm{s} = \delta S_1 + \delta S_2 = dQ \left( \frac{T_2 - T_1}{T_1 T_2} \right) \tag{1.3}$$

Face à des températures $T_1$ et $T_2$ nettement différentes, le système $S_s$ peut ne pas être à l'équilibre et donc sa température ne pas être définie. Cependant le flux transféré découle de l'équation 1.3. Il est donc possible de définir ainsi un flux transféré à travers le système $S_s$ bien que sa température ne soit pas rigoureusement définie.

### 1.2.3 Conclusion

Nous avons mis en évidence que la température peut être définie à des échelles nanométriques, et qu'elle peut être mesurée par contact sous certaines conditions. Un flux peut aussi être défini et mesuré.

## 1.3 Architecture du rapport

Ce rapport débute par un état de l'art du domaine de la microscopie thermique à sonde locale, qui permet de cerner les enjeux et les atouts de ce type de microscopie thermique (SThM). En particulier, nous replaçons cette microscopie dans son contexte, en explicitant les domaines qui l'ont fait émerger, les microscopies à sondes locales (SPM) et les techniques d'anémométrie, et en la comparant avec d'autres moyens de mesures thermiques aux petites échelles, telles que les méthodes optiques, et d'autres sondes locales reposant sur des thermocouples, des thermistances et l'effet bilame. Nous introduirons aussi les différents modèles thermiques développés jusqu'à présent pour exploiter les mesures réalisées à l'aide d'une pointe SThM.

Suivra un descriptif des dispositifs expérimentaux. Dans un premier temps sera explicité le fonctionnement du microscope utilisé, de ses appareils satellites et les caractéristiques de la sonde thermique. Dans un second temps, nous développerons la mise en œuvre des moyens de mesures en régime alternatif, donnant accès à la mesure d'une conductance à l'extrémité de la sonde, et une analyse des transferts thermique dans le dernier chapitre.

Dans le chapitre 4, notre objectif est d'établir un modèle thermique pertinent de la mesure de conductivité thermique par microscopie à sonde locale. Dans un premier temps, nous avons créé un modèle thermique pour représenter la géométrie et la représentation thermique de la sonde, de l'échantillon et du contact. Dans un deuxième temps, une simulation aux volumes finis de cette modélisation nous a permis de clarifier les contributions relatives des flux thermiques mis en jeu. Un modèle analytique a alors pu être écrit, reliant la tension aux bornes de la sonde à la conductivité thermique de l'échantillon. Le contenu physique du modèle analytique sera largement explicité à travers le calcul des sensibilités et l'identification des paramètres de contact à partir de la mesure.

Dans le chapitre 5, nous modéliserons la mesure en régime alternatif, afin de dépasser les limites soulignés en mode DC. Nous identifierons une conductance équivalente incluant les conductances de contact et d'échantillon mises en série. Les objectifs seront multiples. Tout d'abord, il s'agira d'identifier la longueur et le rayon de la sonde de manière à rendre le modèle thermique cohérent avec les mesures effectuées lorsque la pointe est hors contact. Ensuite, nous produirons des images de signaux à la seconde harmonique en température, et enfin effectuerons une calibration reliant la conductivité thermique d'échantillons de

référence avec les valeurs identifiées de conductance équivalentes. Cette démarche permettra de valider le modèle thermique et d'identifier les paramètres de contact à partir des valeurs de la conductance équivalente.

Le dernier chapitre est une analyse rétrospective des différents modes de transferts de chaleur. À l'aide du modèle développé dans le chapitre 5, qui nous permet d'identifier une conductance équivalente au contact et à l'échantillon, et à l'aide de séries de mesures, notamment en phase d'approche de la sonde sur l'échantillon, et en faisant varier la force appliquée par la sonde sur l'échantillon, ce chapitre tente de répondre à la problématique des résolutions spatiales et des comportements thermiques divergents évoqués dans la littérature.

# Chapitre 2

# Introduction à la microscopie à sonde locale

## Contents


**2.1 Introduction à la microscopie . . . . . 16**
**2.2 Exemples de microscopies thermiques par voies optiques . . 19**
2.2.1 Effet Mirage . . . . . 20
2.2.2 Thermoréflectométrie . . . . . 22
2.2.3 Conclusion . . . . . 23
**2.3 Microscopie à sonde locale . . . . . 23**
2.3.1 Généralités . . . . . 23
2.3.2 Le Microscope à effet tunnel : STM . . . . . 26
2.3.3 Le Microscope à Force Atomique : L'AFM . . . . . 29
**2.4 La microscopie thermique à balayage - Scanning Thermal Microscopy . . . . . 30**
2.4.1 Le premier microscope thermique à sonde locale : SThP (Scanning Thermal Profiler) . . . . . 30
2.4.2 Sonde thermocouple . . . . . 31
2.4.3 Sonde bilame . . . . . 31
2.4.4 Sonde résistive . . . . . 33
2.4.5 D'autres types de microscopie à sonde locale thermique . . . . 34
2.4.6 Conclusion . . . . . 36
**2.5 Les techniques connexes . . . . . 37**
2.5.1 Introduction . . . . . 37
2.5.2 L'anémométrie . . . . . 38
2.5.3 La méthode $3\omega$ . . . . . 43
**2.6 Introduction aux modèles thermiques utilisés pour la microscopie à sonde locale résistive . . . . . 44**
2.6.1 La sonde . . . . . 44
2.6.2 L'échantillon . . . . . 45
2.6.3 Le contact thermique . . . . . 47
2.6.4 Calibrations . . . . . 47
**2.7 Conclusion . . . . . 48**

## 2.1 Introduction à la microscopie

Étymologiquement, le terme microscopie vient de $\mu\iota\kappa\rho o\sigma$ qui signifie petit et $\sigma\kappa o\pi\epsilon\iota\nu$, regarder. La microscopie est donc l'art et la technique d'examiner des objets indiscernables à l'oeil nu. Dans ce domaine, il est commun de distinguer deux grandes classes de microscopies : les microscopies utilisant des rayonnements électromagnétiques et de particules (microscopies optiques ou électroniques) et les microscopies à sonde locale (STM , AFM...).

Historiquement, la première microscopie à apparaître est la microscopie *optique*, utilisée essentiellement en sciences naturelles. Il semble que cet art soit connu depuis l'Antiquité puisqu'il était déjà utilisé avant Jésus-Christ : Aristophane (-500) mentionne la faculté des *sphères ardentes*, en cristal de roche ou en émeraude, à *grossir* les objets.

Toutefois, il faudra attendre le XVI^e siècle pour que le grossissement soit utilisé à des fins scientifiques. Ainsi, l'utilisation d'une simple lentille permit l'observation des insectes (Hufnagel, 1592) et même des bactéries (Van Leeuwenhoek, 1680). L'amélioration du dispositif, et notamment l'utilisation de plusieurs lentilles, accroissant encore le grossissement, autorisa l'observation des cellules (Purkinje, 1825), le bacille de la tuberculose (Koch, 1882) et des virus tels que celui de la peste (Yersin, 1834) et de la lèpre (Hansen, 1873). Bien qu'ayant permis à l'humanité d'accroître son champ de perception vers l'infiniment petit et de lui faire accomplir des progrès substantiels en matière de biologie, de médecine et de santé publique, la microscopie optique demeure limitée, en terme de résolution spatiale, à cause des phénomènes de diffraction.

En effet, l'image d'un point de l'échantillon à travers un objectif est une tache de diffraction communément appelée tache de diffraction d'Airy. Cette tache est caractérisée par un disque principal de forte intensité entouré d'anneaux dont l'intensité décroît de façon sensible (FIG. 2.1).

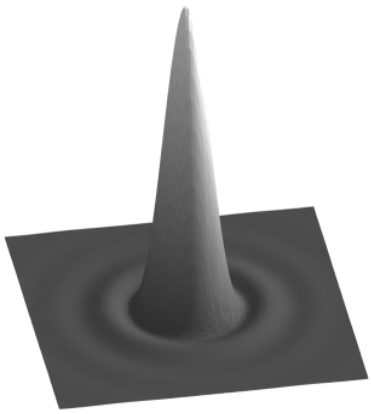
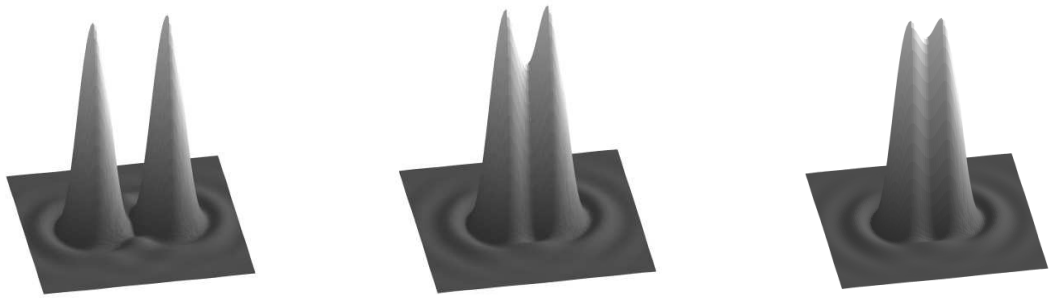


FIG. 2.1 – *Représentation de la fonction d'Airy*

La dimension de cette tache limite la qualité des images obtenues : en effet deux points très proches de l'échantillon vont superposer les taches d'Airy et compromettre la résolution spatiale du microscope (voir FIG. 2.2(a), 2.2(b) et 2.2(c)). Le critère de Rayleigh

permet de fixer la limite de résolution d'un appareil : les deux taches doivent être éloignées de façon à ce que le maximum d'intensité de l'une d'entre elle se situe à une distance supérieure à celle définie par le premier minimum de l'autre. A l'aide de ce critère, il est possible de définir la limite de résolution de la microscopie optique $d$ tel que $d = \dfrac{0{,}61\lambda_o}{NA}$, où $NA$ est l'ouverture optique et $\lambda_o$ la longueur d'onde.



(a) Image de deux points distincts

(b) Image de deux points à la limite de résolution

(c) Image de deux points non distincts

FIG. 2.2 – *Limite de résolution d'un microscope optique : interaction entre les taches d'Airy*

La longueur d'onde des photons du spectre visible est située dans le domaine 400 nm - 700 nm conduisant en pratique une résolution d'environ 500 nm pour la microscopie optique.

Un des moyens pour améliorer la résolution de la microscopie ondulatoire est de diminuer la longueur d'onde des particules utilisées. Ainsi, il pourrait être intéressant d'utiliser les rayons X ($10^{-11}$ m à $10^{-8}$ m) ou gamma ($10^{-14}$ m à $10^{-12}$ m) pour atteindre des dimensions atomiques et subatomiques. Malheureusement, il n'existe pas de *lentilles* pour ce type de rayonnement.

Grâce à la mise au point de lentilles électroniques (H. Busch, 1926), l'utilisation d'un faisceau d'électrons (De Broglie, 1924) permet d'atteindre une résolution en théorie subatomique. En effet, la tension accélératrice $V$ des microscopes électroniques (Ruska, 1932) peut atteindre 200 kV, ce qui donne une longueur d'onde $\lambda_o = \frac{h_p}{p} = \frac{h_p}{\sqrt{2meV}}$ dont la valeur numérique $2{,}74.10^{-12}$ m s'obtient pour $h_p = 6{,}626.10^{-34}$ J.s, $m = 9{,}11.10^{-31}$ kg et $e = 1{,}6.10^{-19}$ C. Pourtant, la résolution de cette microscopie atteint 0,2 nm à cause d'une plus faible ouverture numérique que les microscopes optiques. Les microscopies électroniques à balayage (MEB) et à transmission (MET) permettent d'atteindre des résolutions atomiques pour ces dernières, comme le prouve la figure 2.3, mais peuvent présenter l'inconvénient d'être destructives. En effet, l'analyse d'un échantillon au MEB doit être précédée d'une métallisation dans le cas de matériaux non conducteurs et l'analyse au MET nécessite la découpe de l'échantillon en films fins permettant aux électrons de les traverser.

Depuis les années 1980, les microscopies de contact dites *à sonde locale* se sont développées sous l'impulsion de la réalisation du microscope à effet tunnel (STM : Scanning Tunneling Microscope) [BRGW82], [BR86] et du microscope à force atomique (AFM :

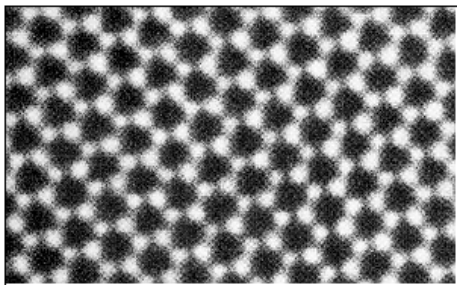


FIG. 2.3 – *Projection de la structure cristalline d'un monocristal de cordiérite (200 Å d'épaisseur) obtenue à partir d'un microscope électronique à transmission à haute résolution. Les domaines noirs représentent des rangées vides dans la structure et les domaines blancs représentent des régions de haute densité atomique. La distance entre les domaines noirs est à peu près 9,7 Å (De Putnis, 1992 ). (Source : homepages.ulb.ac.be/∼jscoates/teach/GEOL019/ chap3/geol019_chap3.html).*

Atomic Force Microscope) [BQG86]. La résolution de ces microscopes n'est plus limitée par la diffraction mais est surtout une conséquence de la géométrie de la pointe utilisée et des forces d'interaction. Ainsi, il est possible avec une pointe à l'extrémité très fine, d'atteindre une résolution atomique en utilisant ces microscopies.

La microscopie thermique s'est développée depuis les années 1980 pour mesurer la température, le flux et la conductivité thermique des échantillons observés. Ainsi, deux grandes familles de microscopies thermiques ont été développées : celles utilisant des méthodes optiques comme la photoréflectométrie, ou celles utilisant l'effet mirage [BFB80] et celles utilisant des sondes locales tels les microthermocouples [WW86], les thermistances, les sondes résistives et l'effet bilame. La résolution de la première méthode est limitée à environ 200 nm du fait de la limite de diffraction des lasers généralement utilisés dont la longueur d'onde peut valoir pour un laser He-Ne, 632 nm. Les microscopies thermiques à sondes locales permettent d'atteindre, quant à elles, des résolutions de quelques dizaines de nanomètres.

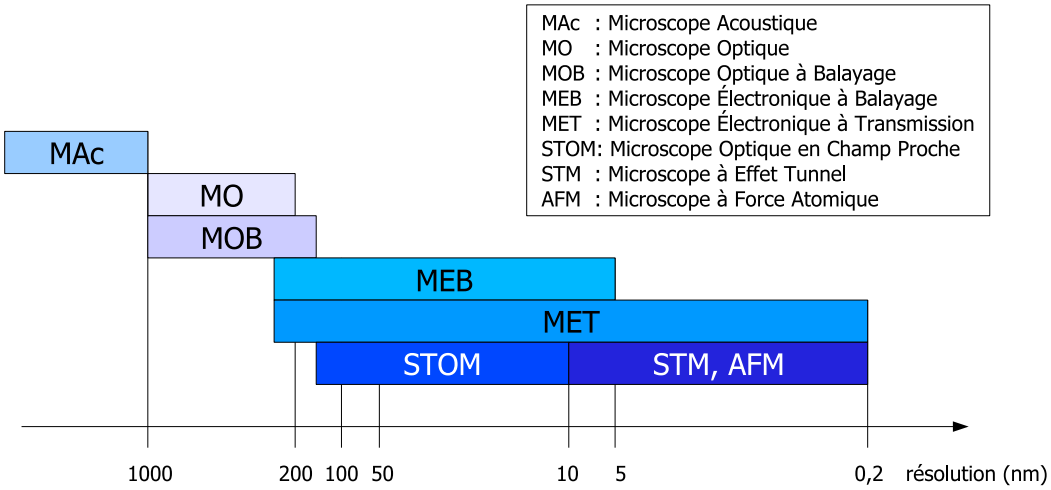



FIG. 2.4 – *Comparatif des domaines de résolution latérale des différents types de microscopie [Rob98]*

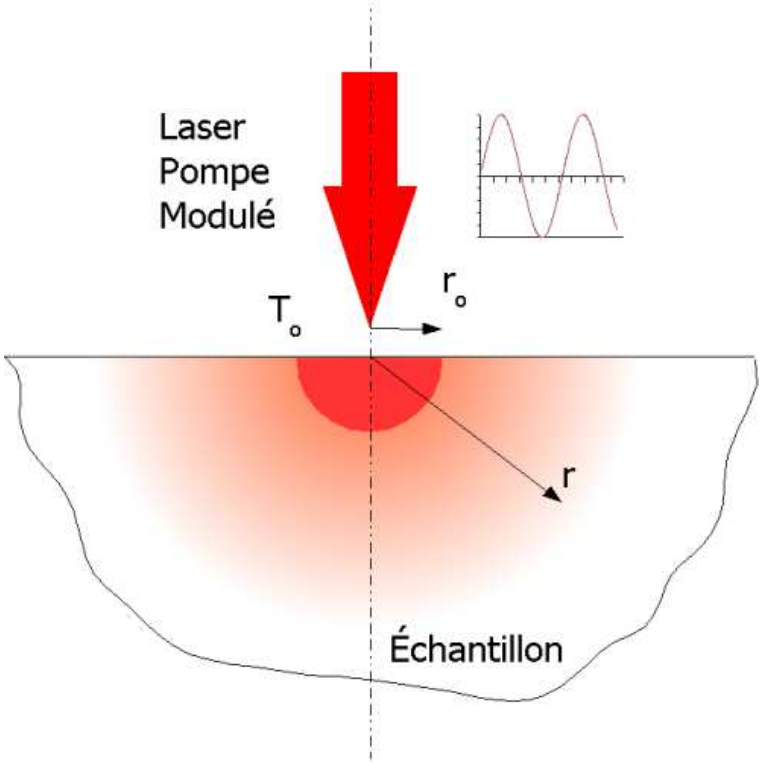



FIG. 2.5 – *Champ de température dans l'échantillon soumis à un faisceau laser modulé*

## 2.2 Exemples de microscopies thermiques par voies optiques

La méthode utilisée par les différentes microscopies thermiques par voies optiques reposent sur la même approche : **chauffer de manière modulée**, à la pulsation $\omega = 2\pi f$, une hémisphère d'environ 1 µm sur un échantillon grâce à un laser pompe, et analyser l'interaction d'un autre faisceau laser, le laser sonde, de faible puissance, avec la zone de l'échantillon chauffée. Nous présentons dans cette section deux microscopies photothermiques parmi les plus utilisées : l'Effet Mirage et la réflectométrie. Le principe de ces microscopies repose sur l'absorption par l'échantillon du flux du laser pompe.

Le champ de température de l'échantillon chauffé représentée dans la figure 2.5, dans le cas d'une approximation sphérique et en dehors de la zone de chauffe, a pour expression :

$$T(r,t) = \frac{T_0 r_0}{r} \mathrm{e}^{-\frac{r-r_0}{\mu}} \cos\left(\omega t - \frac{r-r_0}{\mu}\right) \tag{2.1}$$

où $\mu = \sqrt{\left(\frac{a}{\pi f}\right)}$ figure la profondeur de pénétration thermique, $a$ la diffusivité thermique, $f$ la fréquence d'excitation du laser pompe et $r_0$ le rayon du faisceau laser. L'analyse de l'amplitude et de la phase du signal de température permet de connaître la diffusivité thermique du matériau étudié à l'aide de l'équation (2.1).

### 2.2.1 Effet Mirage

Lorsque le laser pompe chauffe l'échantillon, l'air à proximité de cette surface va lui-même s'échauffer, entraînant un gradient de température et donc un gradient d'indice dans l'air et dans l'échantillon. Le faisceau sonde traversant ces milieux (air ou échantillon) se voit donc défléchi par le gradient d'indice de réfraction : cet effet est appelé *Effet Mirage* [BFB80].

Bien que cet effet puisse être détecté par un faisceau sonde traversant l'air ou même un échantillon transparent, il semble que la situation la plus utilisée soit celle du faisceau parallèle à la surface traversant l'air. Les résultats peuvent faire clairement apparaître le décalage normal et transverse du faisceau comme le montrent les résultats 2.6 de [FCR01] et 2.7(a) et 2.7(b) de [GBS+00]. La résolution en température dépend de la nature du milieu traversé par le faisceau sonde et atteint $10^{-5}$ K.

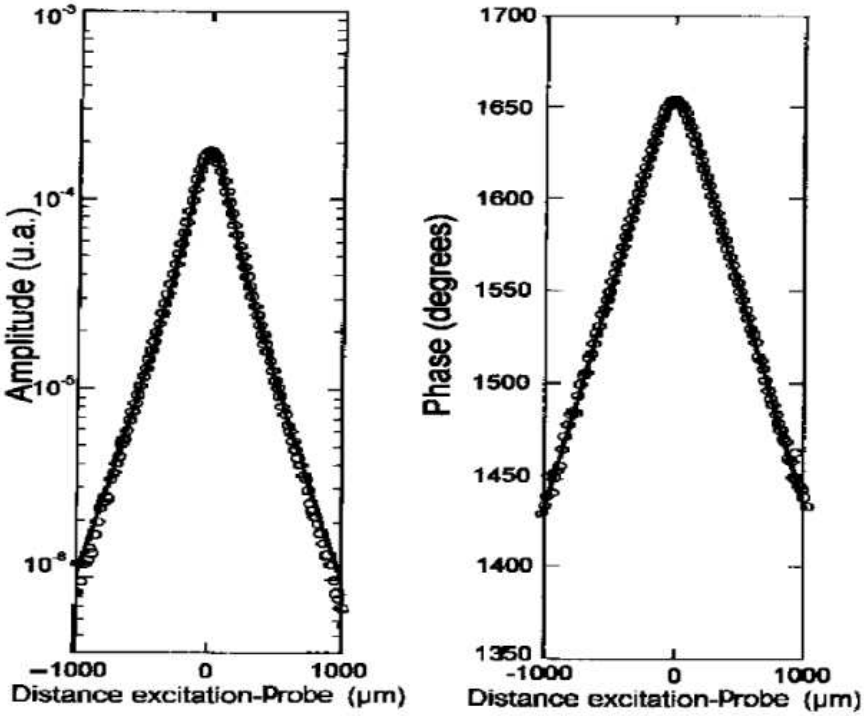
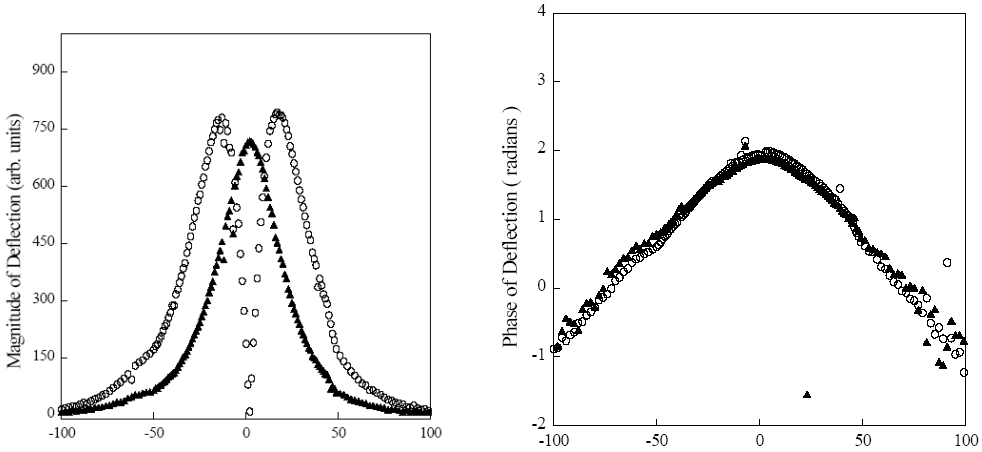



FIG. 2.6 – *Mesure de l'Effet Mirage sur un échantillon de cuivre à l'aide d'un laser pompe modulé à* 620 *Hz [FCR01]*




(a) Module (b) Phase

FIG. 2.7 – *Module et décalage de phase de la déflexion normale (triangles noirs) et transverse (cercles blancs) en fonction de la distance horizontale entre les faisceaux pompe et sonde sur un échantillon multicouches aluminium / titane. On notera la symétrie des profils par rapport au faisceau pompe et la déflexion transverse nulle à l'origine pour cause de symétrie cylindrique [GBS+00].*

### 2.2.2 Thermoréflectométrie

De nombreux paramètres thermophysiques varient en fonction de la température. La thermoréflectométrie permet, grâce aux variations du coefficient de réflectivité $R$ en fonction de la température (Cardona, 1969), de cartographier (Fig. 2.8) ce dernier [JLR+00].

Les variations de ce coefficient sont fonction des matériaux, de la longueur d'onde du laser sonde utilisé ou de la température de l'échantillon. Ces variations prennent des valeurs comprises entre $10^{-6}$ et $10^{-4}$ pour un métal ou un semi-conducteur. L'échantillon est en fait souvent étudié, comme pour l'effet mirage, suivant des profils de module ou de phase (Fig. 2.9) passant par le faisceau pompe donnant alors une information sur la diffusivité thermique locale de l'échantillon.

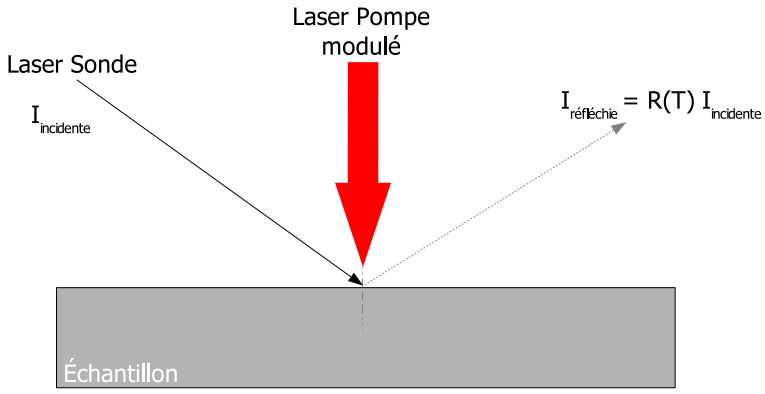



Fig. 2.8 – *Principe de thermoréflectométrie : le coefficient de réflectivité $R$ dépend de la température. Le rayon réfléchi transporte l'information locale thermique de l'échantillon.*

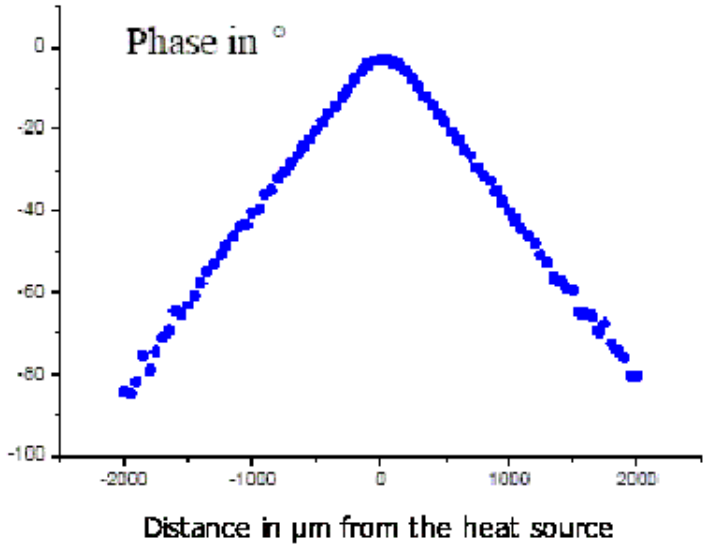



Fig. 2.9 – *Profil typique de la phase de la température relevée par thermoréflectométrie donnant l'accès à la diffusivité thermique [FRB+01]*

Cette méthode s'applique à la cartographie de température de microsystèmes, à la détermination de caractéristiques thermophysiques telle que la diffusivité thermique [FRB+01]

et aussi à la détection des barrières thermiques aux interfaces [LBF+95].

### 2.2.3 Conclusion

Cette section a présenté deux méthodes thermiques par voies optiques. Bien entendu, il en existe d'autres telles que la thermométrie infrarouge [BB89] ou l'utilisation des déflexions dues aux déformations thermiques de surface [LLJY00] qui reposent toutes sur le même principe, qui consiste à générer une source chaude modulée sur l'échantillon à l'aide d'un faisceau pompe de petit diamètre pour en extraire localement des informations à l'aide d'un faisceau sonde. Elles présentent toutes l'avantage de ne pas nécessiter de contact entre une sonde et l'échantillon, et de conduire à une très bonne réponse temporelle (inférieure à 1 ns [Ees83], [Yon99]) permettant de travailler à hautes fréquences.

Elles possèdent cependant quelques inconvénients. Il est nécessaire que l'échantillon absorbe le flux laser incident, ce qui peut nécessiter un traitement de surface. La calibration est délicate en présence de plusieurs matériaux et aussi de changements d'état de surface ou de topographie.

De plus, elles sont toutes limitées en résolution spatiale par la longueur d'onde utilisée pour le faisceau sonde : la limite de diffraction fixe en effet cette résolution à environ une demi-longueur d'onde.

## 2.3 Microscopie à sonde locale

La microscopie à sonde locale a pris son essor depuis la mise au point du STM en 1982 [BRGW82]. Les sondes placées à proximité des surfaces permettent de les cartographier et vont révéler des propriétés (topographie, densité électronique, force d'interaction ...) qui dépendent de la sonde utilisée (Tab. 2.1). La résolution de ce type de microscopie peut atteindre pour certaines la dimension atomique et dans ce cas, elles prennent le relais des microscopies classiques.

### 2.3.1 Généralités

Contrairement aux microscopies *classiques* utilisant un faisceau de matière ou de particules pour étudier la réponse d'un échantillon, la microscopie à sonde locale consiste à placer une sonde en interaction avec un échantillon à proximité immédiate de celui-ci et ainsi d'en obtenir des informations.

Cette technique permet de s'affranchir des problèmes de propagation d'ondes et de diffraction limitant la résolution des microscopes traditionnels. La résolution latérale obtenue alors par un microscope à sonde locale dépend de la forme de la sonde et de l'échantillon ainsi que de la distance sonde-échantillon et peut atteindre la résolution atomique pour les microscopies à effet tunnel et à force atomique.

Pour avoir à l'esprit les différentes caractéristiques des microscopes à sondes locales, nous avons regroupé dans le tableau (Tab. 2.1) les grandeurs mesurées sur des échantillons dont les particularités ainsi que la résolution sont indiquées.

| Nom | Grandeur mesurée | Échantillon | Résolution latérale (nm) | Informations |
|---|---|---|---|---|
| STM | courant | conducteur | 0,1 | Caractéristiques structurales et électroniques Manipulation d'atomes Nanogravure |
| AFM | force | tout type | 0,1 | Topographie Mesure de forces |
| MFM | force magnétique | magnétique | 10 | Magnétisation locale |
| SNOM | champ proche optique | transparent ou réfléchissant | 10 | Caractérisation optique locale Spectroscopie |
| SJM | capacité | isolant | 10 | Capacité locale Profil de dopant |
| MAc | tension et fréquence d'oscillation | | 1 000 | Cartographie d'impédance acoustique |
| SThM | tension | tout type | de 10 à 100 | Cartographie de température de surface et de flux |

TAB. 2.1 – *Caractéristiques des différents microscopes à sonde locale. On notera l'unification des sondes thermiques locales thermocouples et résistives sous le terme générique SThM.* ***Note :*** *se reporter à la page 183 pour la signification des sigles et acronymes*

Nous représentons un schéma général d'un tel microscope (FIG. 2.10) qui est en général constitué de trois éléments :

1. La sonde est l'élément clé du microscope. Elle va interagir avec l'échantillon et permettre de collecter de l'information.
2. Le système de déplacement est essentiellement assuré par des actionneurs piezoélectriques et peut être sous-divisé en deux éléments : le premier est le déplacement (Z) d'altitude et asservi l'altitude de la sonde par rapport à l'échantillon et le second est le déplacement horizontal (X, Y) qui permet les cartographies.
3. Le signal de contrôle donne l'information au système de déplacement d'altitude et peut être la force appliquée (AFM), le courant tunnel (STM) ou tout autre signal représentatif de l'interaction entre la sonde et l'échantillon. Dans une grande majorité des cas, le signal de contrôle est la force appliquée par la sonde sur l'échantillon, elle-même donnée par une mesure de déflexion de laser sur le porte-pointe s'il est réfléchissant, ou à défaut sur un miroir.

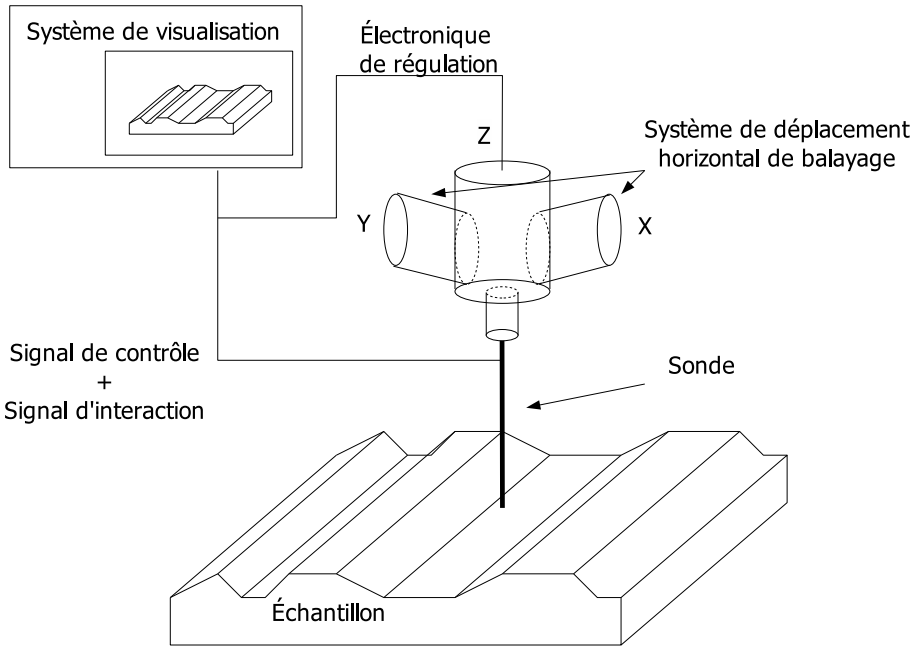



FIG. 2.10 – *Schématisation de principe d'un microscope à sonde locale*

### 2.3.2 Le Microscope à effet tunnel : STM

Ce microscope fonctionne sur l'effet tunnel électronique. La distance séparant une sonde métallique comme celle reportée dans la figure 2.11 portée à un potentiel $V$ et un échantillon conducteur à un potentiel $V' < V$, joue le rôle d'une barrière de potentiel pour les électrons de la sonde. La mécanique quantique explique le franchissement de cette barrière dû à une densité de présence non nulle des électrons de la sonde dans l'échantillon. Plus la distance entre la sonde et l'échantillon est faible, plus le nombre d'électrons traversant la barrière de potentiel croît, générant alors un courant dit *tunnel*.

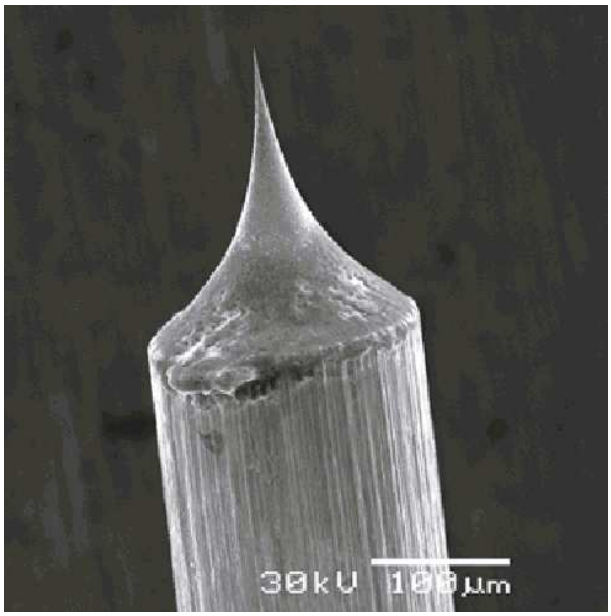


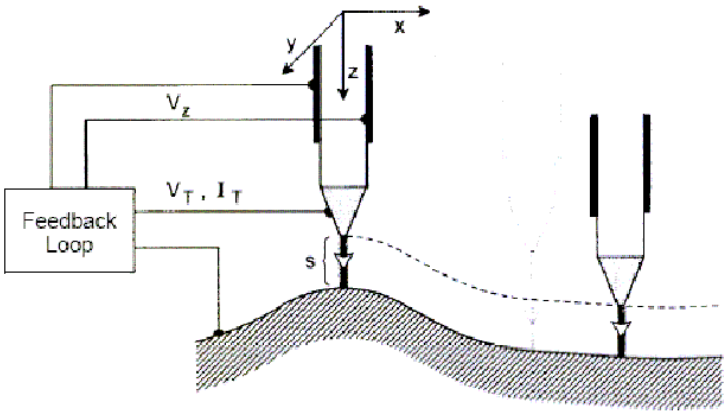

FIG. 2.11 – *Image MEB d'une pointe en tungstène utilisée en STM (diamètre du fil :* 0,35 *mm). Source : http://pelletier.chez.tiscali.fr/chap1/c1.htm♯l133*

Ce courant tunnel $I_{\mathrm{T}}$ varie fortement avec la distance $l$ de la barrière puisque $I_{\mathrm{T}}$ est proportionnel à $\exp(-2Kl)$, où $K$ dépend des niveaux d'énergie des électrons dans la pointe et dans l'échantillon. Ce courant varie, selon cette expression d'un ordre de grandeur par Angström. Cette rapide décroissance rend possible une résolution atomique car l'interaction n'a lieu qu'avec le ou les atomes à l'extrémité de la pointe.

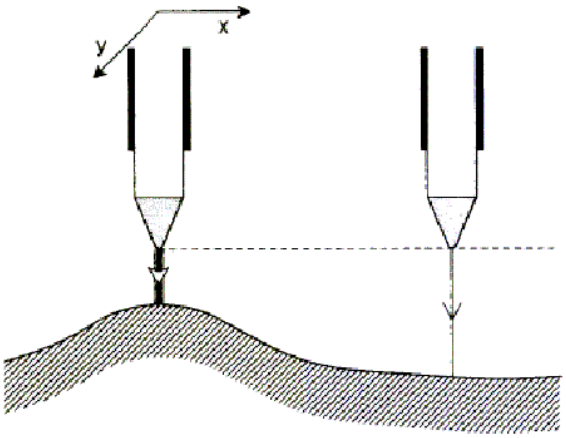
Le microscope à effet tunnel (STM, Scanning Tunneling Microscope) fut mis au point en 1981 par des chercheurs d'IBM, Gerd Binnig et Heinrich Rohrer [BRGW82], qui reçurent le Prix Nobel de physique en 1986. Ce microscope utilise ainsi l'effet tunnel pour déterminer la morphologie et la densité d'états électroniques de surfaces conductrices ou semi-conductrices avec une résolution spatiale pouvant être égale ou inférieure à la taille des atomes.

La pointe se déplaçant au-dessus d'un échantillon, il est possible d'utiliser le microscope en courant constant ou en altitude constante pour en connaître la topographie (FIG. 2.12). En mode courant tunnel constant (FIG. 2.12(a)), la sonde parcourt la surface de l'échantillon à une intensité de consigne fixée par l'intermédiaire d'une boucle de rétroaction ajustant l'altitude de la sonde en permanence. L'information relevée est la

tension appliquée pour maintenir l'altitude de la sonde constante. Dans le mode altitude constante (Fig. 2.12(b)), la sonde conserve une altitude indépendante de l'échantillon. La mesure s'effectue par le courant tunnel qui dépend de la distance entre la sonde et l'échantillon.




(a) Courant tunnel constant



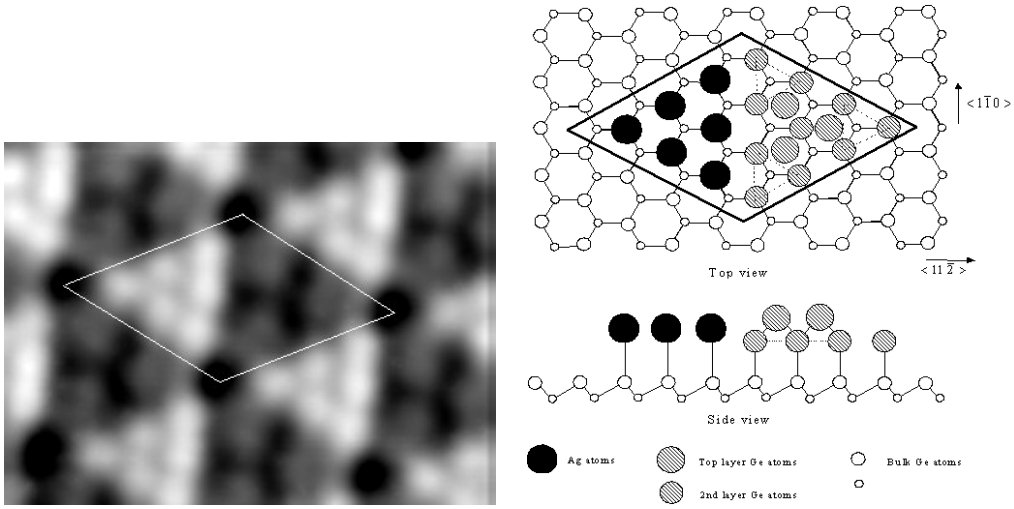

(b) Altitude constante

Fig. 2.12 – *Les deux modes de fonctionnement du STM : courant tunnel constant ou altitude constante [BR86]*

Les courants impliqués étant très petits, quelques nA, voire quelques pA, un système électronique d'amplification performant est indispensable.

La microscopie à effet tunnel nécessite d'avoir un échantillon conducteur d'électricité. De plus, il est conseillé d'effectuer les expérimentations sous vide pour éviter la contamination ou l'oxydation de la pointe qui diminuent alors la résolution spatiale. Les propriétés de la pointe sont critiques pour les performances de l'instrument. De ce fait, différents types de pointes sont utilisés selon la nature de la surface à étudier et de l'information recherchée. Tant que la surface est approximativement plane à l'échelle atomique, la variation très rapide du courant tunnel avec la distance pointe-surface fait que seul l'atome de la pointe le plus proche de la surface importe. Dans ce cas, la forme de la pointe n'a pas d'influence sur la résolution. La sensibilité à la hauteur du courant tunnel permet d'at-

teindre des résolutions atomiques comme le montre la figure 2.13 d'une couche d'Argent et de Germanium [ST98].




(a) Image tirée du STM (b) Modèle atomique associé

FIG. 2.13 – *Image obtenue à l'aide d'un STM d'une surface en Ag/Ge(111) : la résolution est atomique. Un modèle d'organisation atomique a pu être mis au point à l'aide de l'image. Source : www-users.york.ac.uk/∼phys24/stm.htm*

### 2.3.3 Le Microscope à Force Atomique : L'AFM

La microscopie AFM (Atomic Force Microscopy) a été développée par G. Binnig et al. en 1986 [BQG86]. Elle repose sur le principe qu'une pointe et une surface sont en étroite interaction et qu'il est possible de maîtriser ces forces d'interactions pour cartographier la topographie de la surface d'un échantillon selon le dispositif de la figure 2.14. La sonde utilisée est couramment réalisée en Nitrure de Silicium ou en Silice, présentant des allures tantôt pyramidale (Fig. 2.15(a)), tantôt conique (Fig. 2.15(b)) et l'échantillon peut être conducteur ou isolant.

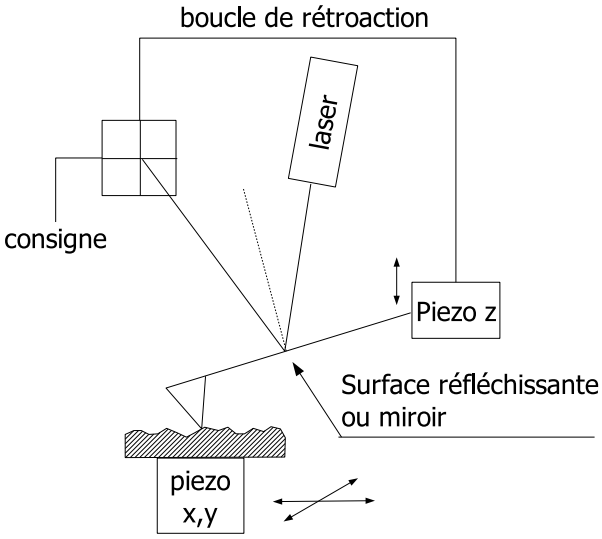
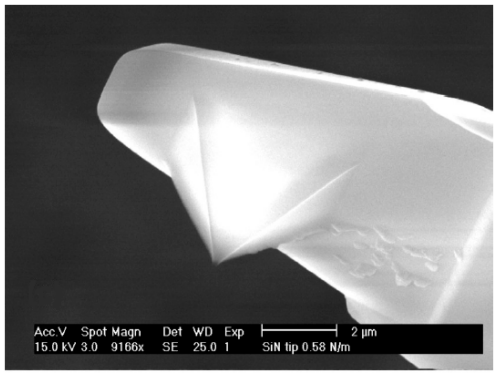
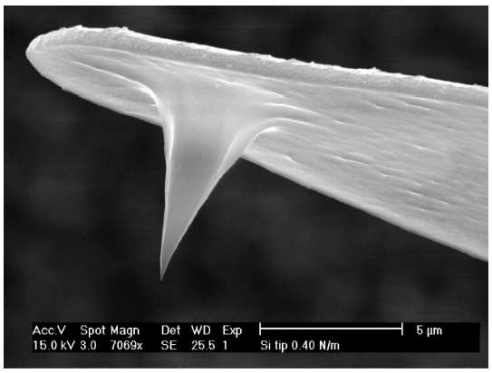



Fig. 2.14 – *Montage de principe d'un AFM*




(a) Sonde pyramidale en Nitrure de Silicium.




(b) Sonde conique en Silicium.

Fig. 2.15 – *Exemple de sondes utilisées en AFM [Kop01].*

Les forces existantes entre la pointe et l'échantillon sont d'ordre électrostatique (Van der Waals : dipôle-dipôle induit), et capillaire (présence d'un ménisque d'eau entre la pointe et l'échantillon). Au contact de la surface, les forces de répulsions à courte portée dominent : les cortèges électroniques de la pointe et de la surface entrent en interaction

ce qui conduit à une répulsion liée au principe d'exclusion de Pauli. À de plus grandes distances, i.e. quelques nanomètres, ce sont les forces de Van Der Waals qui attirent la sonde sur la surface comme l'indique la figure 2.16.

Lorsqu'un balayage est effectué, les défauts de topographie de la surface vont agir sur la force appliquée par l'échantillon sur la sonde. Cette force est proportionnelle à la déflexion du porte-sonde sous l'hypothèse de petites déformations. Dès lors, la réflexion d'un laser sur le levier permet de connaître les variations de force et de topographie. Un système de rétroaction peut maintenir la distance pointe-échantillon afin d'éviter l'endommagement de l'un ou de l'autre.

Il existe plusieurs modes de fonctionnement suivant la distance séparant la pointe de l'échantillon : un mode contact, un mode *tapping* où la sonde vient en contact rapidement et de manière intermittente, et un mode hors contact pour étudier les forces à plus longues distances.

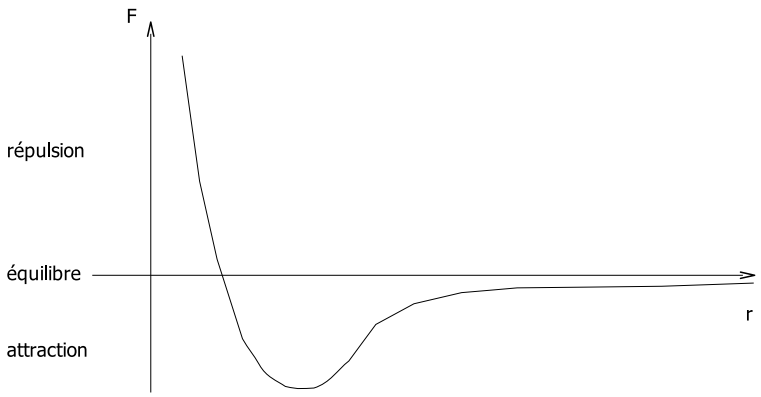



FIG. 2.16 – *Force d'interaction interatomique en fonction de la distance entre deux atomes*

## 2.4 La microscopie thermique à balayage - Scanning Thermal Microscopy

### 2.4.1 Le premier microscope thermique à sonde locale : SThP (Scanning Thermal Profiler)

Ce microscope a été mis au point par Wickramasinghe [WW86] sous la dénomination de *Scanning Thermal Profiler* (SThP). Une sonde munie d'un thermocouple à son extrémité remplace la sonde utilisée pour la microscopie à effet tunnel (STM) (FIG. 2.17). Cette sonde est constituée d'un support en nickel recouvert successivement par une couche d'isolant et une couche de tungstène. Avant de recouvrir la sonde de la dernière couche, un traitement local est effectué à l'extrémité de la sonde pour ôter l'isolant. Cette opération permet aux deux métaux conducteurs de créer une jonction de thermocouple. La sonde se déplace alors au-dessus d'une surface et un système de contrôle conserve la température relevée par le thermocouple constante en ajustant son altitude. Tout comme la

microscopie à force atomique, ce type de microscope permet d'étudier la topographie des matériaux isolants. La taille de la jonction permet d'atteindre une résolution de 100 nm.

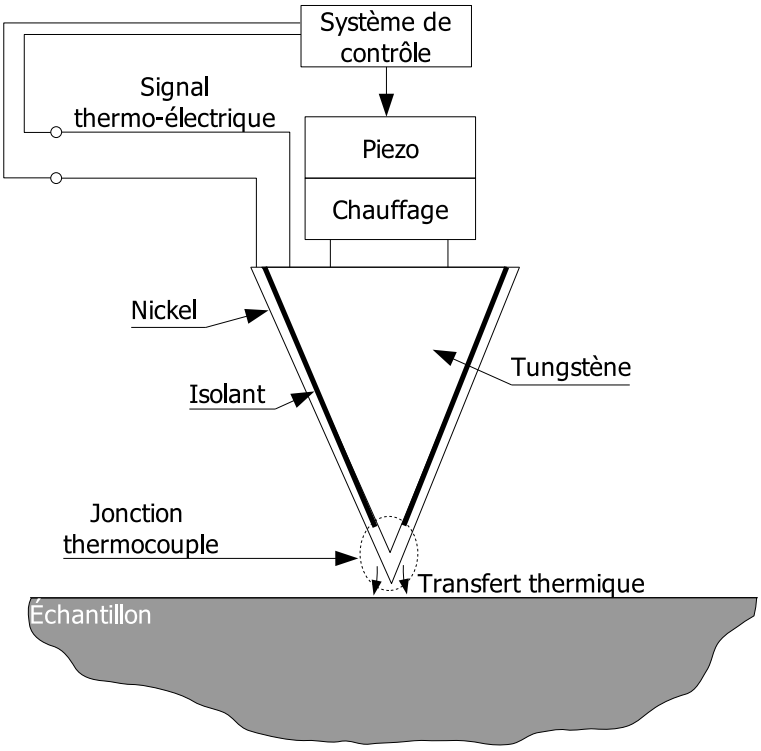



FIG. 2.17 – *Principe de fonctionnement d'un SThP : l'altitude d'une sonde thermocouple chauffée est contrôlée pour maintenir la température du thermocouple constante [WW86]*

### 2.4.2 Sonde thermocouple

Les thermocouples sont utilisés couramment pour la métrologie thermique à une échelle macroscopique. Ces dispositifs reposent sur l'effet Seebeck, utilisant deux métaux différents soudés à leurs extrémités placées à deux températures différentes, faisant apparaître une force électromotrice entre une *soudure* dite *chaude* et une *froide*.

La réduction de ce dispositif a permis de l'insérer dans un AFM [MCL93].

Cette pointe est constituée par l'assemblage de deux métaux jouant le rôle de soudure chaude. La f-é-m produite par les deux métaux et la différence de températures entre cette soudure chaude et une soudure froide de référence permet de mesurer la température de l'échantillon avec une haute résolution spatiale. Le SThP fait partie de cette catégorie.

Cette microscopie permet d'atteindre des résolutions spatiales d'environ 10 nm comme l'indique par exemple [LHMP97] et [Suz96].

Ce microscope peut être utilisé à la fois comme capteur de température lorsque l'échantillon est plus chaud que la sonde ou comme moyen de mesure de flux à l'aide d'un dispositif de chauffe disposé sur la sonde (voir le SThP, page 30).

### 2.4.3 Sonde bilame

Sous l'effet de la chaleur, une barre de métal s'allonge d'un $\Delta L = \alpha_L \Delta T$ où $\alpha_L$ est le coefficient linéaire de dilatation thermique et $\Delta T$, la différence de température entre

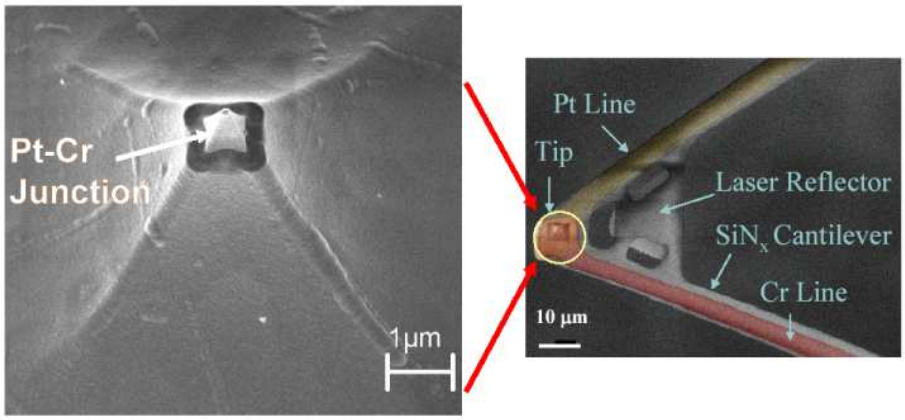



FIG. 2.18 – *Exemple de micro-thermocouple [SKMM01]*

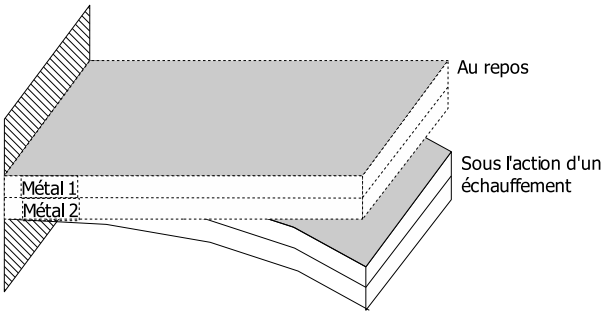



FIG. 2.19 – *Bilame - Le métal 1 possède un coefficient de dilatation thermique supérieur au métal 2 et permet au dispositif de s'infléchir vers le bas*

l'état à l'ambiante et l'état final chaud. Ce coefficient dépend du matériau : il vaut par exemple $9.10^{-6}$ m.K$^{-1}$ pour le platine et $30.10^{-6}$ m.K$^{-1}$ pour le zinc.

L'effet bilame est utilisé de manière courante pour créer des contacts intermittents dans les clignotants de voiture et plus généralement dans les relais thermiques, jouant le rôle de contrôleur d'intensité.

Lorsque deux métaux différents sont collés ensemble (FIG. 2.19), l'échauffement de l'ensemble provoque une déformation qui peut être utilisée en microscopie thermique à sonde locale.

Des sondes thermiques locales ont été mises au point sur le même principe [GGMS94]. Un échauffement de la pointe est nécessaire pour la cartographie de conductivité d'échantillon froid. Les échanges thermiques entre la sonde et l'échantillon faisant varier la température de la sonde, il est possible, grâce à un laser, et de la même manière que pour un AFM, de connaître la déformation mécanique du dispositif, traduisant l'information thermique de l'échantillon (température, flux).

Ce type de microscopie possède une excellente résolution en température (quelques dizaines de µK) et en énergie (quelques nJ), et une résolution spatiale de plusieurs centaines de nanomètres [NCW+95] mais semble peu employé en microscopie de contact.

La résolution en température de ce type de microscopie dépend en fait du système de détection optique utilisée. Dans le cas d'une technologie courante en AFM, les photodiodes peuvent détecter des écarts de position de l'ordre de 10 Å du laser. Cet écart est le résultat d'une réflexion sur le levier, qui amplifie la variation de fléchissement de la pointe. Ainsi, il est possible de détecter des variations inférieures à l'Angström [SM03] permettant d'atteindre une sensibilité de la sonde à la température de l'échantillon d'environ $10^{-5}$ K.

Ce type de sonde est plutôt utilisé dans d'autres configurations [BGLG97] telles que la spectrométrie ou la calorimétrie. Par exemple, il est possible de détecter le changement de phase d'un échantillon d'alcane solide [BGG+96].

### 2.4.4 Sonde résistive

La microscopie locale à sonde résistive est à la rencontre de deux techniques bien différentes : la microscopie à sondes locales comme l'AFM ou le STM et l'anémométrie fil chaud et froid (section 2.5.2, page 38). En effet, cette microscopie conjugue à la fois le principe de l'interaction sonde / échantillon et la mesure de flux perdu ou de température par un fil résistif. Cette sonde a l'avantage considérable d'être active, c'est-à-dire ne nécessitant pas de chauffage externe, ce qui permet autonomie et facilité d'emploi pour mesurer à la fois température et flux. La sonde peut être considérée à la fois comme un actionneur en imposant une température à l'échantillon et comme un récepteur car la mesure s'effectue aux bornes de la sonde, exploitant ainsi la variation linéaire de la résistance avec la température. La sonde peut aussi être utilisée en mode courant continu (mode DC) et mode courant alternatif (mode AC). Nous verrons plus particulièrement dans la section suivante le détail de cette microscopie.

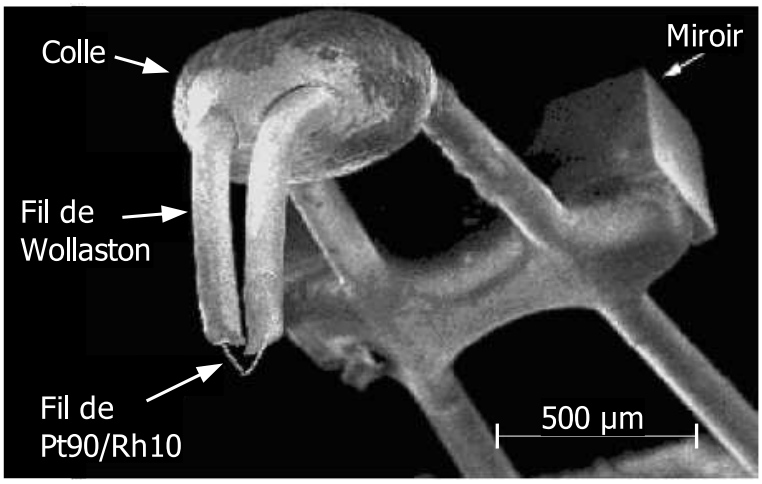



FIG. 2.20 – *La sonde résistive proposée par Dinwiddie [DPW94]. (Source [PH01])*

Nous décrivons sur l'image MEB de la figure 2.20 la sonde thermique originelle [DPW94]. L'élément de base est un fil de Wollaston de 75 µm de diamètre : ce fil est constitué de deux fils coaxiaux, le fil central est un fil de platine rhodié (Pt90/Rh10) de 5 µm de diamètre gainé d'un fil d'argent. Ce fil est couramment utilisé en anémométrie fil chaud. Dans le cas de la microscopie thermique, il est nécessaire d'avoir la meilleure résolution spatiale

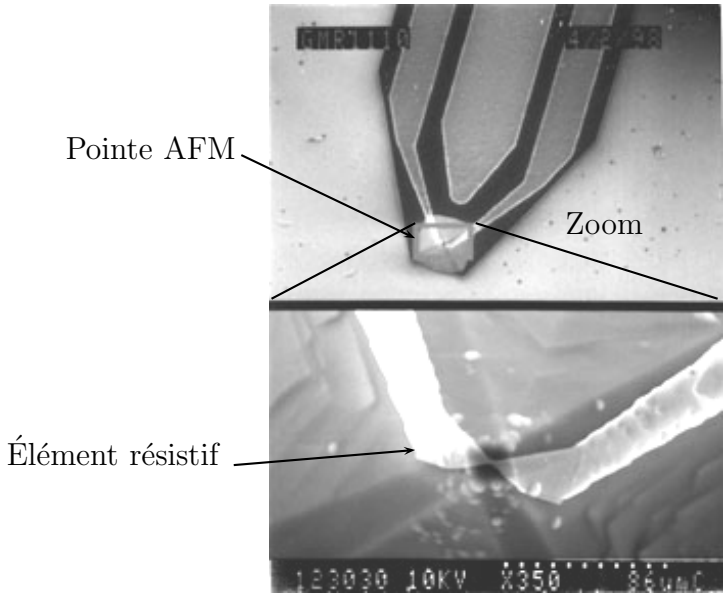



FIG. 2.21 – *Sonde thermique appelée thermistance : un élément résistif apparaît clairement sur la pointe AFM. (Source : www.elec.gla.ac.uk/groups/nano/afm/AfmPage.html)*

et donc d'utiliser l'extrémité pliée du fil de Wollaston. La partie active (Pt90/Rh10) est dénudée par attaque acide sur une longueur d'environ 200 µm.

Le fil de Wollaston remplace le porte sonde couramment utilisé en microscopie, par exemple pour l'AFM. Il est donc nécessaire d'ajouter un miroir permettant de réfléchir le faisceau laser de contrôle. Un point de colle permet de rigidifier la structure. Nous reviendrons plus en détail sur cette sonde dans la suite de ce mémoire (voir la section sur la sonde thermique, page 60).

Un autre type sonde résistive a été développé sur la base d'une pointe AFM sur l'extrémité de laquelle est déposé un élément résistif (FIG. 2.21), appelé *sonde à thermistance*. La résolution annoncée pour cette sonde est d'environ 100 nm. Son principal inconvénient est sa fragilité autant mécanique qu'électrostatique.

Pour les deux sondes, deux modes de fonctionnement sont envisageables. Le mode de mesure de températures consiste à cartographier la température d'un échantillon actif tel qu'un microcircuit en utilisant la sonde en mode fil froid et un mode de mesure de flux avec une sonde chaude échangeant un flux thermique avec l'échantillon.

La sonde thermique résistive fabriquée à partir d'un fil de Wollaston sera l'objet des recherches présentées dans ce mémoire.

### 2.4.5 D'autres types de microscopie à sonde locale thermique

#### Le STWM : Scanning Thermal Wave Microscopy

Récemment [KSM03] a été mis au point le STWM par l'équipe de A. Majumdar qui utilise un système similaire à celui que nous avons développé [ADV+02] pour le mode en

courant alternatif, mais nous n'en parlerons pas dans ce mémoire.

Le principe consiste à chauffer par effet Joule des éléments dans un échantillon par un courant alternatif et de mesurer à la surface de l'échantillon l'amplitude et le retard de phase du signal de température pour localiser le lieu des sources de chaleur dans l'échantillon.

À la différence de notre étude, ce type de microscopie a été ici développé avec une sonde thermocouple. Le montage (Fig. 2.22) nécessite un générateur de signal pour échauffer les éléments actifs aux fréquences voulues, un détecteur synchrone pour filtrer le signal mesuré et un microscope AFM classique pour contrôler l'altitude de la sonde au-dessus de l'échantillon.

Les essais ont été réalisés et démontrent pleinement la faisabilité d'un tel dispositif de mesure. De plus, une simulation par éléments finis a permis de vérifier les résultats mesurés. Les échantillons utilisés pour ces essais contiennent deux éléments actifs d'environ 3 µm de longueur dont un totalement intégré à la matrice et indétectable à l'analyse topographique de surface. Les résultats laissent clairement apparaître la possibilité de contrôler de manière non destructive des micro / nanostructures lorsqu'elles contiennent des éléments actifs.

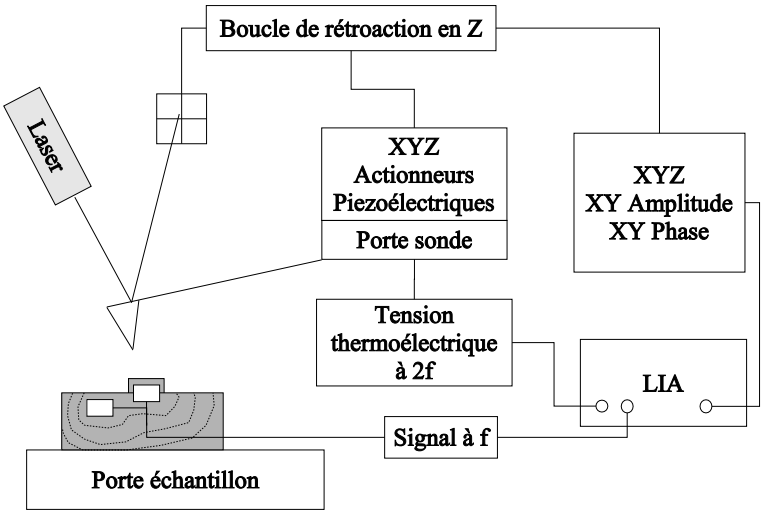



Fig. 2.22 – *Schéma du montage utilisé pour le STWM*

**Microscope à Champ Proche Optique : SNOM ou STOM**

Comme nous l'avons vu précédemment, la microscopie optique est limitée en terme de résolution spatiale par la limite de diffraction. Pour atteindre des résolutions inférieures, ont été développés des microscopes à *champ proche* (SNOM pour Scanning Near-Field Optical Microscope). Dans cette technique une fibre optique conique est enduite d'un film opaque en métal partant de l'extrémité de diamètre $d$ de la fibre (Fig. 2.23, 2.24(a) et 2.24(b)).

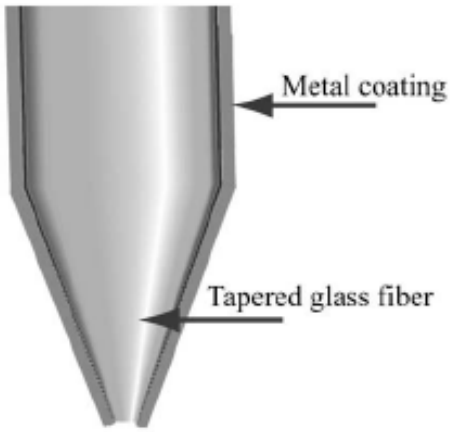



Fig. 2.23 – *Schématisation d'une pointe utilisée en Microscopie Optique à Champ Proche (SNOM). (Source [SZD03])*

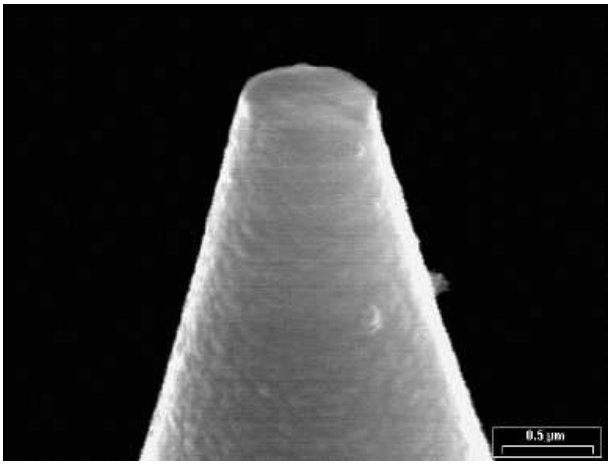
Le bout de cette pointe est alors amené à proximité (de 1 à 10 nm) d'un échantillon. Cette pointe peut être utilisée, soit comme source lumineuse en faisant se propager une onde lumineuse dans la fibre optique et permet ainsi de faire interagir l'onde évanescente à l'extrémité de la sonde avec l'échantillon, soit comme collecteur de l'onde évanescente à la surface de l'échantillon créée par une source lumineuse externe. En balayant horizontalement la pointe au-dessus de l'échantillon, une image optique peut être obtenue. La cartographie du coefficient de réflectivité peut donc être effectuée avec une meilleure résolution que celle obtenue avec un microscope optique classique, révélant ainsi, de la même manière qu'en thermoréfléctivité (voir section 2.2.2, page 22), une cartographie de températures.

La résolution spatiale de SNOM est limitée par la taille $d$ de l'ouverture au bout de la pointe, qui est habituellement d'environ 50 nm (Fig. 2.24(b)) [RYH97].

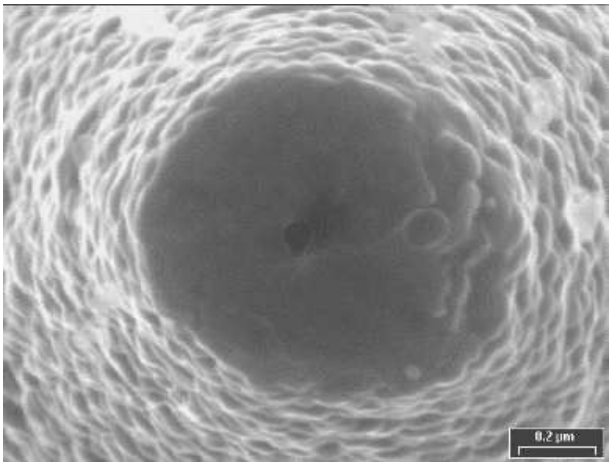
Le SNOM peut être employé pour la mesure de la température en utilisant la thermoréflectivité, la spectroscopie Raman, ou la thermométrie infrarouge.

### 2.4.6 Conclusion

Nous avons dressé un état des lieux des différentes microscopies thermiques classiquement utilisées. Nous avons souhaité ne pas être limités en terme de résolution spatiale, nous orientant alors vers les sondes locales. De plus, nous voulions une sonde active thermiquement, c'est-à-dire jouant le rôle à la fois d'émetteur et de récepteur, aisément manipulable




(a) Profil d'une pointe SNOM




(b) Zoom sur l'ouverture à l'extrémité de la pointe SNOM

FIG. 2.24 – *Image MEB d'une pointe SNOM : l'ouverture à l'extrémité est d'un diamètre inférieur à* 100 *nm. (Source : Alexandre Bouhelier , Université de Basel - Suisse)*

et robuste mécaniquement. Notre choix s'est porté sur la pointe SThM résistive, offrant à la fois une maniabilité favorable - utilisée avec l'Explorer™ - aux diverses utilisations tels que le test de microcircuit et l'étude des matériaux, mais aussi des qualités thermiques appréciables puisqu'elle peut atteindre plusieurs centaines de degrés et qu'elle peut être alimentée par une intensité continue ou alternative.

## 2.5 Les techniques connexes

### 2.5.1 Introduction

Nous discuterons dans cette section des techniques de métrologie connexes à celle de la microscopie thermique à sonde locale. En effet, en considérant les transferts thermiques, la sonde thermique utilisée pour cette étude fonctionne d'une manière relativement analogue aux sondes utilisées en anémomètrie (FIG. 2.25). Plus particulièrement, nous introduirons les principes utilisés dans la mesure de caractéristiques des fluides que sont les anémo-

métries fil chaud (Hot-wire) et fil froid (Cold-wire) et la mesure résistive de conductivité thermique de matériaux utilisant une bande chauffée et collée (Hot-strip) et utilisant la méthode dite $3\omega$.

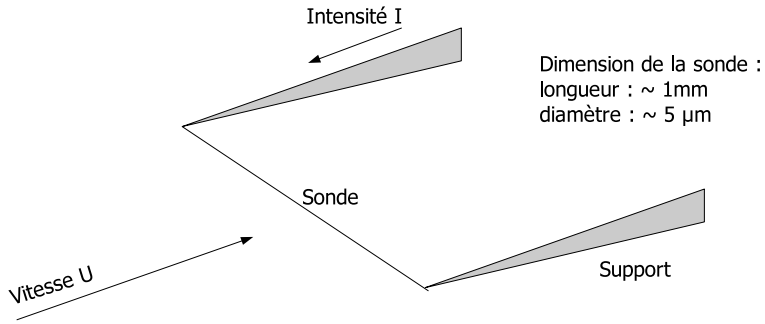



FIG. 2.25 – *Sonde utilisée en anémométrie*

## 2.5.2 L'anémométrie

### Anémométrie à fil chaud

**Introduction** L'anémométrie à fil chaud est une technique largement employée dans la caractérisation des fluides. Le principe est de déterminer les caractéristiques d'un fluide telle que sa vitesse en identifiant le flux thermique perdu par un fil chaud par convection à la vitesse du fluide par exemple. La méthode utilisée le plus couramment est la CTA (Constant Temperature Anemometry) pour sa simplicité de mise en œuvre et sa haute fréquence de coupure (environ 10 kHz [Jør02]). Comme l'indique la figure (FIG. 2.26). La température du fil chaud est maintenue constante grâce à un pont de Wheatstone, dans lequel est insérée la sonde, associée à une boucle de rétroaction.

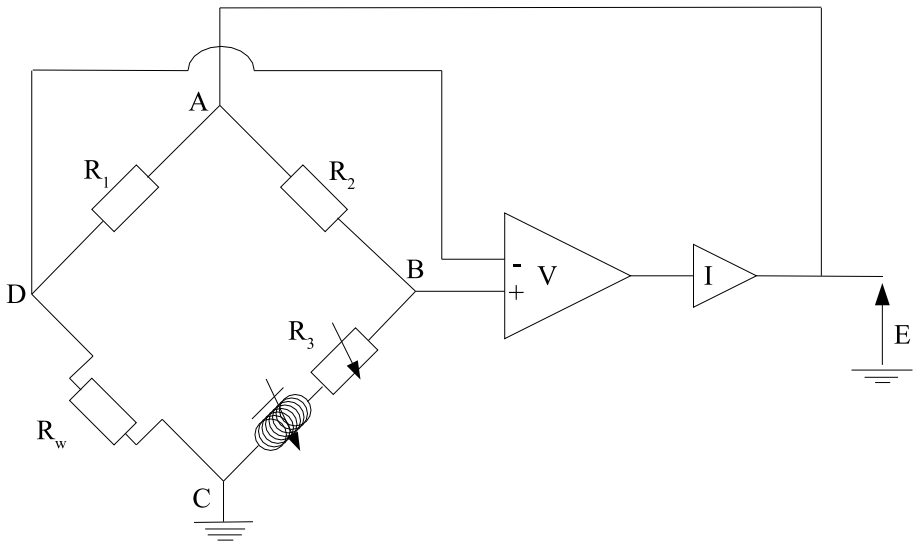



FIG. 2.26 – *Circuit électrique pour l'anémométrie en mode CTA : la sonde est symbolisée par la résistance* $R_{\mathrm{w}}$

Le circuit fonctionne de la manière suivante : si, au cours de l'expérimentation, la température du fil vient à diminuer, l'équilibre du pont se rompt. La différence sur la tension de pont se répercute alors sur l'amplificateur différentiel et génère un surcroît d'intensité alimentant le pont. Cette augmentation d'intensité vient donc compenser la diminution de température du fil en dissipant un surcroît d'énergie par effet Joule. Bien entendu, une variation opposée entraîne une réaction opposée. Ce système permet de conserver la température moyenne du fil constante. Le pont agissant comme un diviseur de tension, la tension mesurée $E$ est un multiple de la tension aux bornes du fil chaud.

**Mise en équation en régime stationnaire** Pour bien exploiter le signal mesuré, il est nécessaire de comprendre exactement ce que représente la mesure, ce qui peut s'envisager grâce à un modèle thermique. Le modèle que nous développons dans cette section nous permet de poser les jalons qui nous servirons pour la sonde étudiée dans ce mémoire (voir le chapitre 4 sur la modélisation thermique de la sonde)

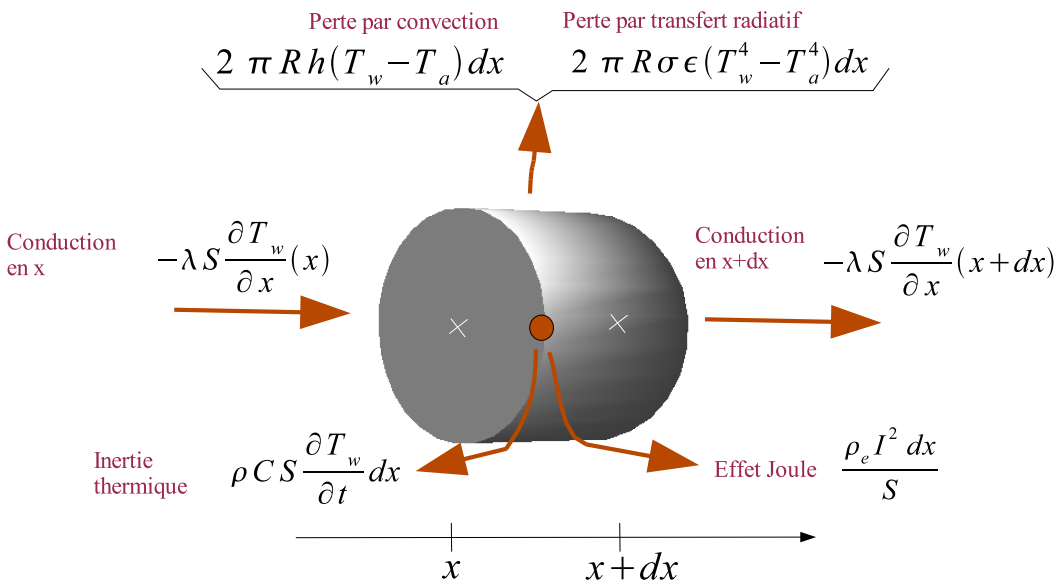



FIG. 2.27 – *Bilan thermique sur un élément de fil*

Un bilan sur un élément d$x$ de fil de résistivité électrique $\rho_\mathrm{e}$, de chaleur volumique $\rho C$, de conductivité thermique $\lambda$, d'émissivité $\epsilon$, de rayon $R$ et de section $S$, traversé par une intensité $I$, nous permet d'écrire (voir figure 2.27) :

$$\begin{aligned}\rho C \frac{\partial T_\mathrm{w}}{\partial t} S dx = & \frac{I^2 \rho_\mathrm{e} dx}{S} \\ & - \lambda S \frac{\partial T_\mathrm{w}}{\partial x}(x) + \lambda S \frac{\partial T_\mathrm{w}}{\partial x}(x+dx) \\ & - 2\pi R h(T_\mathrm{w} - T_\mathrm{a})dx - 2\pi R\sigma\epsilon(T_\mathrm{w}^4 - T_\mathrm{a}^4)dx\end{aligned} \tag{2.2}$$

dans l'hypothèse qu'une section est isotherme, et où $T_\mathrm{w}$ est la température de l'élément de fil, $T_\mathrm{a}$ est la température ambiante, $h$ le coefficient d'échange entre le fil et le fluide environnant et $\sigma$ la constante de Stefan-Boltzmann.

Le terme radiatif disparaît lors de la résolution, face au terme convectif. En effet, pour un cylindre de 5 µm, le coefficient de convection vaut environ 1 000 W.m$^{-2}$.K$^{-1}$ [Pay01], [Gom99] en convection naturelle dans l'air pour une température de sonde d'environ 100°C. Pour des conditions d'utilisation courante ($\sigma = 5{,}67.10^{-8}$ W.m$^{-2}$.K$^{-4}$, $\epsilon = 1$, température ambiante $T_\mathrm{a} = 293$ K, $T_\mathrm{w} = 393$ K et $h = 1\,000$ W.m$^{-2}$.K), le rapport $\dfrac{\sigma\epsilon(T_\mathrm{w}^4 - T_\mathrm{a}^4)}{h(T_\mathrm{w} - T_\mathrm{a})}$ est inférieur à 1%.

Pour que l'hypothèse de la section isotherme soit vérifiée, il faut que les termes de flux radiaux soient négligeables vis-à-vis des flux axiaux. La première vérification consiste à calculer le nombre de Biot, $Bi = \dfrac{hD}{4\lambda}$, qui vaut $3^{-5}$ avec $h = 1\,000$ W.m$^{-2}$.K$^{-1}$, $D = 5$ µm, et $\lambda = 38$ W.m$^{-1}$.K$^{-1}$ pour un fil de Wollaston dénudé. Néanmoins, l'examen du nombre de Biot ne suffit pas à caractériser le problème en présence d'un terme de production d'énergie par effet Joule. Pour s'assurer de la validité de cette hypothèse d'isothermie radiale, il est nécessaire de résoudre un modèle purement radial avec production de chaleur par effet Joule.

Sur une tranche de sonde, dont la température est supposée uniforme, un bilan thermique donne :

$$-\frac{I^2\rho_\mathrm{e}}{\lambda S^2} = \frac{1}{r}\frac{\partial}{\partial r}\left(r\frac{\partial T}{\partial r}\right) \tag{2.3}$$

avec

$$\frac{\partial T}{\partial r}(r=0) = 0 \tag{2.4}$$

$$-\lambda\frac{\partial T}{\partial r}(r=R) = h(T - T_a) \tag{2.5}$$

Pour un tel problème, on peut effectuer un changement de variable en posant $\theta = T - T_\mathrm{a}$. La résolution conduit à :

$$\theta(r) = \frac{I^2\rho_\mathrm{e}}{2\pi^2R^2}\left(-\frac{r^2}{2\lambda R^2} + \frac{1}{hR} + \frac{1}{2\lambda}\right) \tag{2.6}$$

On peut donc constater que la différence relative entre la température au cœur du cylindre et à sa périphérie est :

$$\left|\frac{\theta(R) - \theta(0)}{\theta(0)}\right| = \frac{1}{1 + \frac{2\lambda}{hR}} \tag{2.7}$$

qui vaut environ $3.10^{-5}$ et est donc parfaitement négligeable dans le cas envisagé plus haut.

**Profil longitudinal de température** La résolution de l'équation (2.2) avec $T_\mathrm{w}(x = 0) = T_\mathrm{a}$permet alors de connaître le profil de température longitudinal dans le fil chaud (Fig. 2.28).

On constate que pour une longueur de fil infinie, la température le long du fil est quasiment uniforme avec deux gradients très marqués, localisés aux extrémités, alors que pour des longueurs plus courtes, il existe de forts gradients bien distincts le long de la

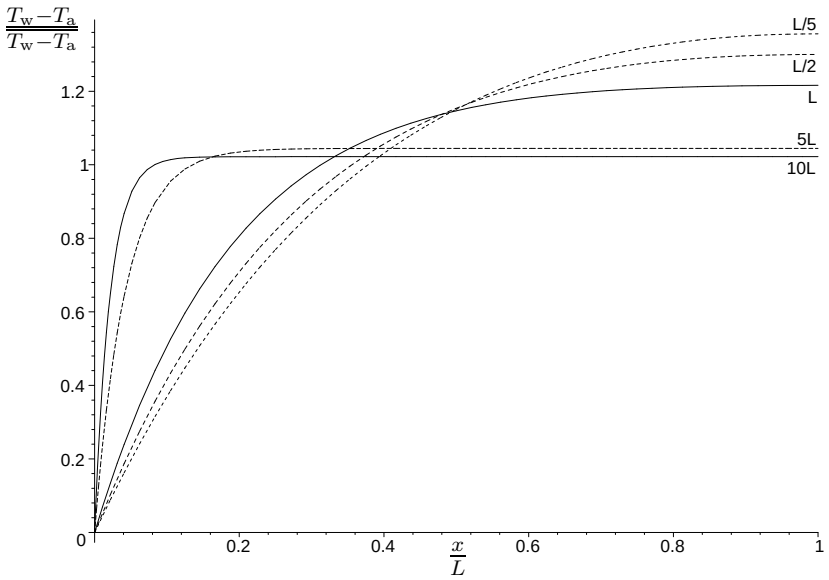



FIG. 2.28 – *Profil longitudinal de température adimensionnée et stationnaire du fil chaud en fonction de différentes demi-longueurs de fil : $L = 100$ µ$m$. Ces profils sont bien sûr symétriques par rapport à la droite $x/L = 1$*

sonde. Pour des valeurs faibles de longueur, le profil est quasiment parabolique dans le fil de l'anémomètre.

Dans la plupart des cas, le coefficient d'échange est considéré comme constant. Pourtant il peut apparaître un comportement oscillant de l'écoulement qui perturbe les transferts thermiques autour de la sonde : des bouffées cycliques de fluide ont été montrées clairement par PIV (Particle Image Velocimetry) pour des cylindres de diamètre 30 mm [ACMF01], caractérisées par un temps caractéristique d'environ 20 secondes. La mesure étant stable et non oscillante, nous admettrons que $h$ est constant pour notre étude.

### Anémométrie à fil froid

L'anémométrie, tout comme la microscopie thermique à sonde locale résistive, permet, selon un deuxième mode, de mesurer la température du fluide en écoulement $T_g$. Placé dans un écoulement chaud, un fil fin peut, par échanges convectifs, donner une information sur la température du fluide. Un courant de faible intensité $I$ parcourant le fil conduit alors à la variation de résistance :

$$R = R_0(1 + \alpha(T - T_0)) \tag{2.8}$$

où le coefficient de température $\alpha$ vaut 1,66.10$^{-3}$ K$^{-1}$ pour un alliage tel que le Platine-Rhodié 90/10.

En admettant que le fil, de longueur $L$, soit suffisamment long pour le considérer comme isotherme, l'énergie apportée par la faible intensité surchauffe légèrement le fil d'une valeur $\Delta T$, qui se déduit par l'équation :

$$\Delta T = T\mathrm{w} - T_g = \frac{RI^2}{N_u \pi L \lambda_g} \tag{2.9}$$

traduisant l'équilibre entre la puissance dissipée par effet Joule et l'énergie convectée et où $N_u = \dfrac{hD}{\lambda_g}$ et $\lambda_g$ est la conductivité thermique de l'air.

Ce type d'anémométrie permet de relever des informations sur des phénomènes répétitifs tels que des tourbillons au sein d'un fluide. Il est par conséquent important de connaître sa dynamique face à des perturbations oscillantes. Deux comportements peuvent être relevés : le premier à basses fréquences, où les variations de température de fluide sont suffisamment lentes pour être perçues comme constantes par la sonde. Le deuxième comportement à hautes fréquences révèle l'inertie de la sonde qui ne peut plus alors suivre les variations de températures. L'utilisation d'un filtre adapté permet de repousser la fréquence de coupure de la sonde et d'atteindre des fréquence d'utilisation de l'ordre de la centaine de kiloHertz (Fig. 2.29). Nous utiliserons ces résultats pour l'analyse thermique de notre résistance.

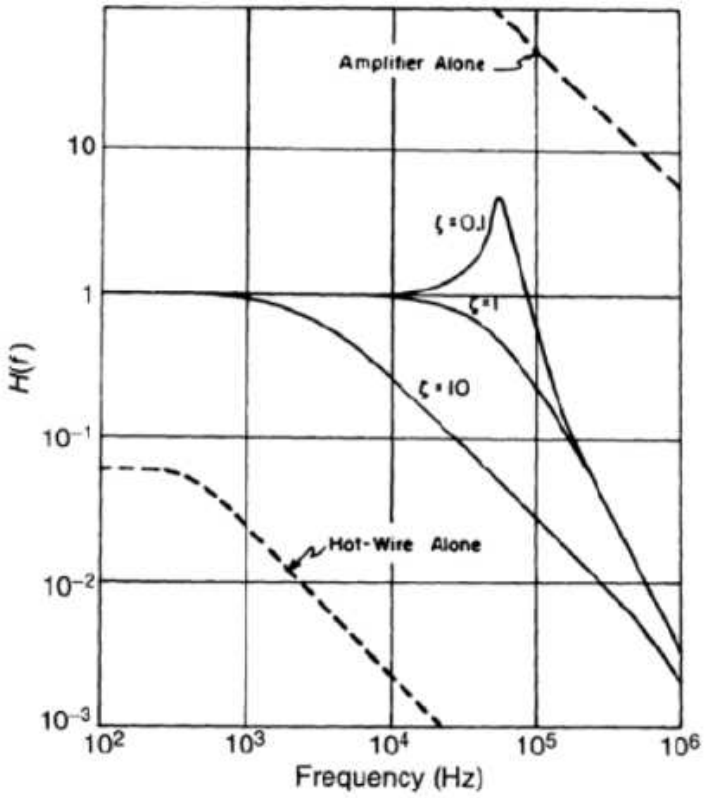



Fig. 2.29 – *Fonction de transfert caractéristique d'une sonde fil froid de* 5 µ*m de diamètre, du filtre généralement adapté pour amplifier la diminution du signal en température et de l'ensemble repoussant ainsi la fréquence de coupure de cette technique à plusieurs dizaines de kHz [Jør02]*

### 2.5.3 La méthode $3\omega$

Cette technique a été mise au point et développée durant les années 1990 [CP87], [CFK+89] et est utilisée pour la caractérisation de matériaux et de films minces [BTKC01]. Elle consiste à déposer une fine bande par évaporation sur un échantillon et à étudier la réponse fréquentielle de cette bande traversée par un courant sinusoïdal de pulsation $\omega$. Deux plots (I+ et I-) (Fig. 2.30) permettent de faire passer ce courant alternatif dans cette bande résistive et deux autres plots (V+ et V-) permettent d'effectuer la mesure de tension aux bornes d'un segment de cette bande. Cette configuration permet de relever la résistance dans une zone isotherme de la bande en s'affranchissant des effets de bord, similaires à ceux évoqués en anémométrie (Fig. 2.28).

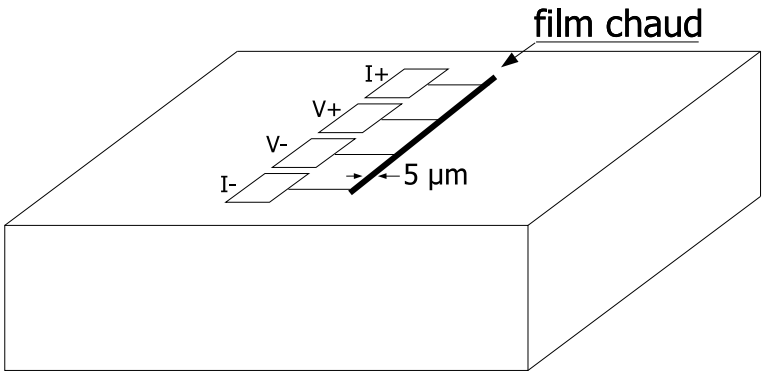



Fig. 2.30 – *Montage pour la technique du film chaud*

Pour un échantillon homogène, l'analyse des mesures repose sur un modèle de conduction cylindrique [CJ59] :

$$\Delta T(r) = \frac{P}{l\pi\lambda_{\mathrm{e}}} K_o(qr) \tag{2.10}$$

où $\Delta T(r)$ représente l'amplitude de la température au sein de l'échantillon, $\frac{P}{l}$ la densité linéique de puissance dissipée par effet Joule, $\lambda_{\mathrm{e}}$ la conductivité thermique de l'échantillon, $K_o$ la fonction de Bessel modifiée d'ordre 0 et $q = \sqrt{\frac{2i\omega}{a}}$, où $\omega$ figure la pulsation du signal de chauffe et $a$ la diffusivité thermique de l'échantillon.

L'exploitation des résultats requiert que la profondeur de pénétration ($|1/q|$) soit très supérieure à la largeur de la ligne, soit $|qr| \ll 1$, ce qui permet alors d'approcher l'expression (2.10) par un développement limité de $K_o$:

$$\Delta T = \frac{P}{\pi l \lambda_{\mathrm{e}}} \left( \frac{1}{2} ln\left(\frac{a}{r^2}\right) + ln(2) - 0{,}5772 - \frac{1}{2} ln(2\omega) - \frac{i\pi}{4} \right) \tag{2.11}$$

Ceci amène à un comportement logarithmique de la température en fonction de la pulsation et permet en principe de retrouver la conductivité thermique à partir de la pente de la courbe.

Il est possible de détecter des variations liées à la présence de matériaux enfouis en jouant sur la profondeur de pénétration du signal. L'inconvénient majeur d'une telle méthode est la destruction de l'échantillon, car la bande ne peut être enlevée après utilisation.

## 2.6 Introduction aux modèles thermiques utilisés pour la microscopie à sonde locale résistive

Les modèles thermiques utilisés se décomposent en trois types concernant respectivement la sonde thermique, l'échantillon et le contact. Nous allons développer dans cette section les différents modèles employés jusqu'à ce jour.

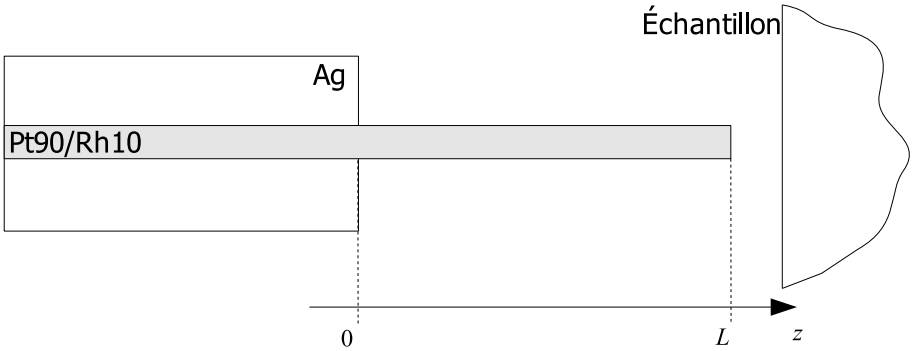



FIG. 2.31 – *Schéma de la sonde et d'un échantillon*

### 2.6.1 La sonde

#### Une sonde non-isotherme

Jusqu'à une période récente, la sonde thermique a été considérée comme **isotherme**. Les concepteurs de la sonde [DPW94] estiment en effet que la sonde présente un profil de températures uniforme et cette hypothèse sera posée dans de nombreux travaux [HHP+96], [HHP+96] et [Maj99] permettant de calibrer la sonde et de déterminer la conductivité d'échantillons. Cette hypothèse permet de raisonner de manière globale sur la sonde et ainsi d'identifier l'apport énergétique nécessaire pour maintenir la température de la sonde en présence de flux $\Phi_e$ transmis à l'échantillon [HHP+96], liant ainsi le flux Joule hors contact $\Phi_{hc}$ et le flux Joule en contact $\Phi_{ec}$ :

$$\Phi_e = \Phi_{hc} - \Phi_{ec} \tag{2.12}$$

Il faut attendre les travaux de Callard et al. [CTBZ99] pour montrer par une simulation numérique que la sonde présente un profil longitudinal de température non uniforme, identique à ceux précédemment cités dans la section sur l'anémométrie (section 2.5.2, page 38) pour de faibles longueurs de fil.

Ces simulations ont été vérifiées expérimentalement [Gom99] par des visualisations claires démontrant qu'il existe de forts gradients thermiques dans la sonde et ont permis l'élaboration d'un premier modèle thermique de la sonde, assimilée à une ailette.

Nous avons repris l'idée de la non-isothermie de la sonde, que nous avons vérifiée et corrigée. En effet, le modèle exposé dans le travail de Séverine GOMES [Gom99] présente la sonde comme une ailette soumise à deux conditions qui sont :

$$\overline{T_{\text{sonde}}} = \frac{1}{L}\int_0^L T(z)dz \tag{2.13}$$

$$-\lambda_{\text{sonde}} S_{\text{sonde}} \left.\frac{\partial T}{\partial z}\right|_L = G_{\text{contact+échantillon}}\left(T_L - T_a\right) \tag{2.14}$$

Les résultats donnés par ce modèle sont assez paradoxaux. En effet, les profils de températures dans la sonde montrent qu'une augmentation du flux Joule, provoquée par une augmentation de la conductivité thermique de l'échantillon, s'accompagne d'une diminution du flux dans le fil de Wollaston.

Les modèles que nous avons développés dans ce mémoire appliqueront une condition aux limites différente à l'extrémité de la zone d'argent.

**Le mode alternatif : mode AC**

Ce mode de fonctionnement est exposé de manière théorique dans la thèse de Séverine Gomes [Gom99] mais ce modèle n'est pas confronté à une validation expérimentale.

Des tentatives ont été menées pour déterminer expérimentalement des conductivités thermiques de matériaux [FFP+98]. Le modèle thermique choisi implique que la sonde soit *isotherme* et que l'*inertie* de la sonde soit *négligeable*. Pourtant, nous montrerons qu'aux fréquences généralement utilisées, de quelques kilohertz à quelques dizaines de kilohertz, seule la sonde réagit dynamiquement aux sollicitations.

### 2.6.2 L'échantillon

Les modèles thermiques pour les échantillons sont tous construits sur le même principe. Le flux transmis dans l'échantillon s'écrit :

$$\Phi_{\mathrm{e}} = G_{\mathrm{e}} \Delta T \tag{2.15}$$

où $\Phi_{\mathrm{e}}$ représente le flux, $G_{\mathrm{e}}$ la conductance thermique engendrée par l'épanouissement des lignes de flux (voir l'annexe sur la constriction thermique) et $\Delta T$ représente l'écart de températures entre la température en-dessous de la sonde sur l'échantillon et la température ambiante $T_\infty$.

Suivant les auteurs, l'expression de la conductance $G_{\mathrm{e}}$ est variable. Ainsi, les concepteurs de notre sonde [DPW94], proposent :

$$G_{\mathrm{e}} = \frac{\lambda_{\mathrm{e}} \pi b}{2} \tag{2.16}$$

où $\lambda_{\mathrm{e}}$ est la conductivité thermique de l'échantillon et b, le rayon de la *tache thermique* générée par la sonde sur l'échantillon. Cette tache ne correspond par à la surface de contact mécanique pouvant être approchée par un modèle de contact tel que celui de Hertz, mais la zone d'échange thermique privilégiée comprenant la surface d'échange par le contact solide-solide, le ménisque d'eau, la conduction dans l'air et le rayonnement, entre la sonde et l'échantillon, située sur ce dernier.

Lors d'une calibration, Ruiz et al. [RSP+98] estiment que le flux thermique est une fonction linéaire de la conductivité thermique de l'échantillon $\lambda_{\mathrm{e}}$:

$$\Phi_{\mathrm{e}} = C_{\mathrm{r}} \lambda_{\mathrm{e}} \tag{2.17}$$

Pourtant, si l'on considère que $\Phi_{\mathrm{e}} = G_{\mathrm{e}} \Delta T$, avec $G_{\mathrm{e}} = 4b\lambda_{\mathrm{e}}$ (voir annexe sur la constriction), alors $C_{\mathrm{r}} = 4b\Delta T$. Ce résultat amène à une contradiction déjà évoquée [Gom99] puisqu'une évaluation de la pente de la droite, représentant les variations de $\Phi_{\mathrm{e}}$ en fonction de $\lambda_{\mathrm{e}}$, permet d'évaluer un rayon de contact thermique de l'ordre de 10 µm, ce qui n'est pas cohérent avec la géométrie de la sonde qui possède un diamètre de 5 µm.

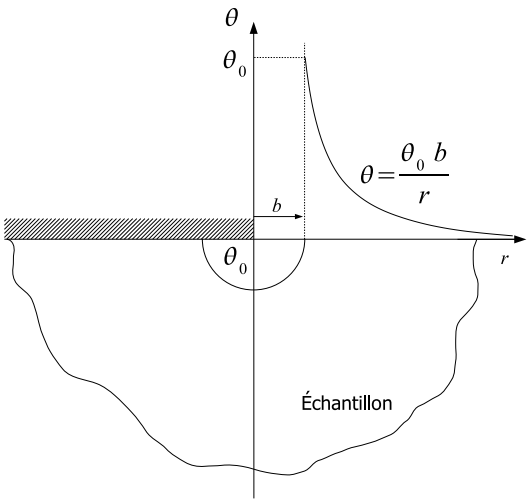



FIG. 2.32 – *Schématisation du modèle sphérique proposé par A.* MAJUMDAR *pour l'échantillon*

A. MAJUMDAR propose un modèle thermique sphérique [Maj99] qui est très simple à mettre en œuvre (FIG. 2.32) mais n'est pas réaliste près de la zone chauffée par la sonde, car il ne prend pas en compte les phénomènes de constriction. En effet, ce modèle sphérique est gouverné par l'équation :

$$\frac{\partial^2(\theta r)}{\partial r^2} = 0 \tag{2.18}$$

où $\theta = T - T_\infty$, associée aux condition aux limites :

$$\theta(b) = \theta_0 \tag{2.19}$$

$$\theta(\infty) = 0 \tag{2.20}$$

La résolution de ce système conduit à un profil de températures dans l'échantillon :

$$\theta(r) = \frac{\theta_0 b}{r} \tag{2.21}$$

Le calcul du flux thermique en $r = b$ donne :

$$\Phi_\mathrm{e} = 2\pi b \lambda_\mathrm{e} \Delta T \tag{2.22}$$

surestimant ainsi la conductance de l'échantillon par rapport aux conductances issues de l'étude des constrictions thermiques (voir annexe).

Un des paramètres important apparaît : le rayon $b$. La simulation numérique de l'équipe de CALLARD et al. [CTBZ99] permet d'approcher la valeur de ce rayon de contact thermique par confrontation avec les mesures expérimentales et donne une estimation : 0,88 µm ±0,04 µm. D'autres auteurs estiment un rayon de contact de 1 µm [HPSH96], 200 nm [MPB94], 100 nm [ZXNL97] et même 50 nm [SYKY97]. On constate une large dispersion soulignant la difficulté et la non-répétabilité des expérimentations.

Le modèle développé par l'équipe de Wuppertal en Allemagne utilise la méthode $3\omega$ [FFP+98]. Un courant sinusoïdal est injecté dans le fil résistif. Il y est adopté un modèle

cylindrique dans l'échantillon (voir section 2.5.3) donnant l'amplitude de la température de l'échantillon par rapport à la source de chaleur qui s'exprime selon :

$$\Delta T = \frac{P}{l\pi\lambda_{\mathrm{e}}} K_o(qb) \tag{2.23}$$

où $P/l$ est l'amplitude de la puissance linéique, $\lambda_{\mathrm{e}}$ est la conductivité thermique de l'échantillon, $K_o$ est la fonction de Bessel d'ordre 0 modifiée et $q = \sqrt{\frac{2i\omega}{a}}$, avec $a$, la diffusivité thermique.

Cette hypothèse qui consiste à choisir un modèle cylindrique pour l'échantillon analogue à ceux utilisés pour les films chauds nous paraît discutable puisque le contact thermique, et par conséquent la *tache thermique* sur l'échantillon devrait, plutôt être discoïdale ou elliptique.

### 2.6.3 Le contact thermique

La plupart des modèles représentant le contact thermique utilise deux paramètres : une conductance de contact $G_{\mathrm{c}}$ et une surface discoïdale de transfert de flux limitée par un rayon $b$.

Le problème généralement rencontré est de déterminer si cette conductance $G_{\mathrm{c}}$ est très grande par rapport à la conductance de l'échantillon $G_{\mathrm{e}}$. En effet, d'un point de vue thermique, la succession du contact et de l'échantillon peut être associée à une conductance équivalente :

$$G_{\mathrm{equ}} = \frac{G_{\mathrm{c}} G_{\mathrm{e}}}{G_{\mathrm{c}} + G_{\mathrm{e}}} \tag{2.24}$$

Or, certains auteurs annonçant une très faible résolution estiment que $G_{\mathrm{equ}}$ ne dépend plus de la conductance de contact, celle-ci devenant bien plus grande que celle de l'échantillon. Cette approximation amène à une linéarité du flux en fonction de la conductivité thermique (Fig. 2.33 [RSP+98] et [APR+99]) de l'échantillon alors que plusieurs travaux montrent une perte de sensibilité [TGF03] et (Fig. 2.34) [Gom99]) pour des matériaux dont la conductivité thermique dépasse plusieurs dizaines de $\mathrm{W.m^{-1}.K^{-1}}$.

Certains auteurs proposent un modèle de transfert basé sur une conductivité *composite* [TGF03] qui est la moyenne harmonique de la conductivité thermique de l'échantillon et de la sonde, $\frac{1}{\lambda_{\mathrm{composite}}} = \frac{1}{\lambda_{\mathrm{s}}} + \frac{1}{\lambda_{\mathrm{e}}}$. Ce modèle repose sur un contact **parfait** et un modèle simple de contact thermique **solide-solide**.

A. Majumdar estime que les paramètres de contact $b$ et $G_{\mathrm{c}}$ valent respectivement 1 µm et $10^{-6}$ W/K [Maj99].

### 2.6.4 Calibrations

Après avoir dressé un éventail des modèles utilisés jusqu'à présent, nous présentons les diverses calibrations issues d'expérimentations et de modèles.

Le modèle de Ruiz et al. [RSP+98] (voir section 2.6.2) repose sur un lien linéaire entre le flux thermique $\Phi_{\mathrm{e}}$ vers l'échantillon et la conductivité thermique $\lambda_{\mathrm{e}}$ des échantillons (Fig. 2.33).

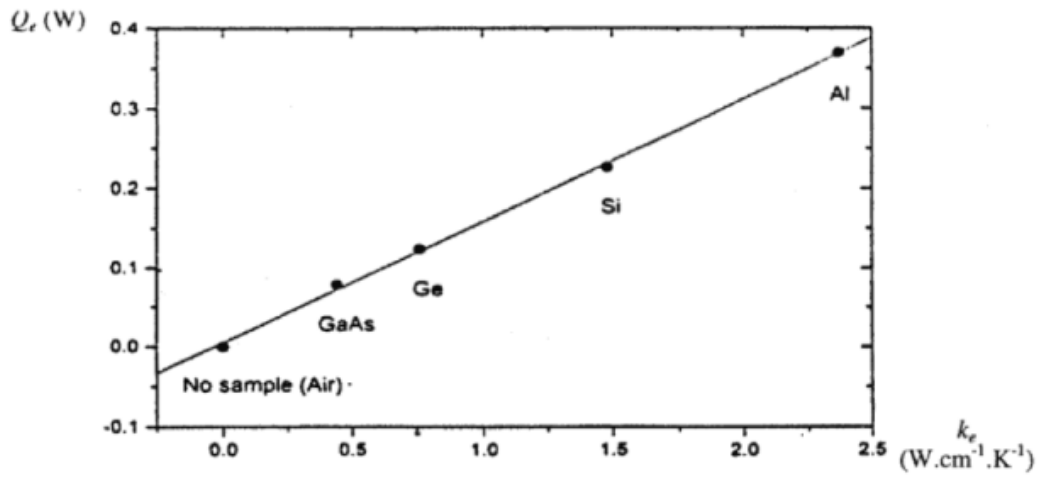



FIG. 2.33 – *Courbe d'étalonnage [RSP+98] pour une sonde portée à une température de 40° C supérieure à la température ambiante. Le lien de proportionnalité entre le flux* $\Phi_e$ *et la conductivité thermique* $k_e$ *semble être vérifié*

Implicitement, ce résultat signifie que la conductance de contact $G_c$ est très grande devant la conductance des échantillons $G_e$ quelles que soient leurs conductivités thermiques $\lambda_e$ : $G_{equ} = G_e \propto \lambda_e$, revenant à considérer un contact thermique parfait entre la pointe et l'échantillon. Cependant, ces premiers résultats ont été plusieurs fois remis en cause depuis.

Dans sa thèse, Séverine GOMES [Gom99] propose une autre calibration, tout-à-fait différente (FIG. 2.34), en montrant une perte de sensibilité très nette pour les hautes conductivités (au-delà de quelques dizaines de W.m$^{-1}$.K$^{-1}$). Ce comportement a aussi été vérifié par d'autres travaux (FIG. 2.35) [PH01] et [TGF03]. Cette diminution de sensibilité est attribuée à la conductance de contact qui varie peu en fonction de la nature de l'échantillon. En prenant pour hypothèse que la sonde est isotherme, tracer le rapport $\Delta T/\Phi$ revient à tracer la résistance $R_{equ}$. Cette remarque permet de comprendre la quasi-linéarité de $R_{equ} = \frac{1}{G_{equ}}$ en fonction de $\frac{1}{\lambda_e}$ observée sur la calibration (FIG. 2.35), puisqu'alors :

$$R_{equ} = \frac{1}{G_{equ}} = \frac{1}{G_c} + \frac{1}{G_e} = C_1 + \frac{C_2}{\lambda_e} \tag{2.25}$$

où $C_1$ et $C_2$ sont deux constantes.

## 2.7 Conclusion

Nous avons replacé la microscopie thermique dans un contexte plus général en constatant que l'homme a toujours voulu regarder l'infiniment petit, en partant des premières loupes grossissantes puis vers les microscopies optiques et électroniques, et pour finir à sondes locales. Cette dernière microscopie amène une nouveauté sur les phénomènes mis en jeu dans la mesure : effet quantique pour le STM ou de champ proche optique pour le SNOM. En parallèle, nous avons vu comment la microscopie thermique s'était développée

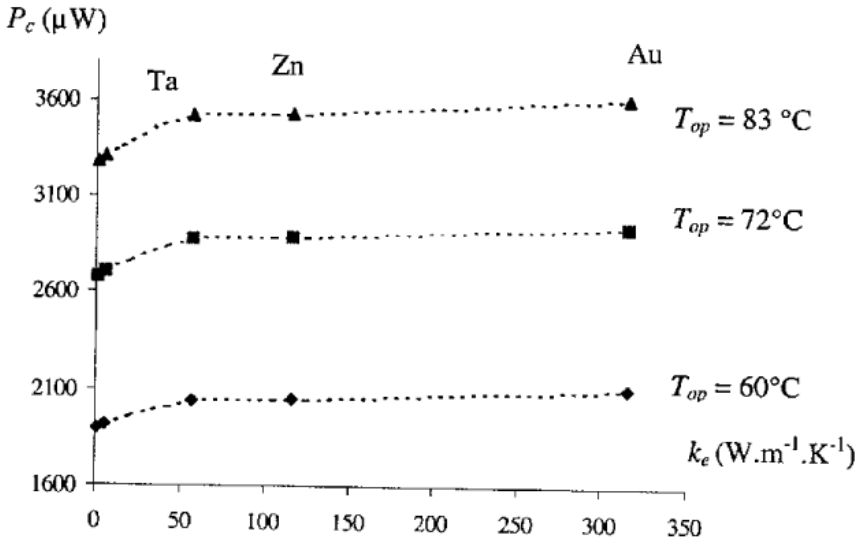



FIG. 2.34 – *Variation de puissance électrique dissipée dans la pointe pour la maintenir à température constante en fonction de la conductivité thermique $k_e$ des échantillons à différentes températures. Une diminution de sensibilité est nettement mise à jour [Gom99] lorsque la conductivité thermique excède* 50 $W.m^2.K^{-1}$

et plus particulièrement les microscopies thermiques à sondes locales pour atteindre de très faibles résolutions spatiales, temporelles et en mesure de températures.

Nous avons aussi rappelé que la sonde qui est étudiée dans ce rapport est le croisement de la microscopie à sonde locale avec les techniques anémométriques, à la différence près que désormais, la sonde vient à proximité des parois pour entrer en interaction thermique forte avec les échantillons.

Nous avons rappelé l'analyse des transferts thermiques sur ces technologies connexes à la sonde que constituent les dispositifs d'anémométrie. Pour ce qui est de la sonde thermique elle-même, nous avons montré comment l'analyse des transferts nous a conduit à découvrir progressivement leur complexité. Nous examinerons l'analyse des différents transferts thermiques dans les prochains chapitres.

En ce qui concerne les modèles thermiques que nous avons développé dans les chapitres suivants, ils se sont naturellement appuyés sur ceux de S. GOMES [Gom99] et de A. MAJUMDAR [Maj99]. Nous verrons en particulier comment la gestion d'une sonde non-isotherme, du contact réel et de la conduction dans l'argent permet d'obtenir des résultats qui valideront les hypothèses que nous poserons. Nous avons désiré conserver un modèle **analytique** car le problème thermique s'y prête et les avantages sont très nombreux : on peut notamment citer la rapidité de calcul lorsque nous aurons à identifier une conductance équivalente. Notons que nous passerons tout de même par une simulation numérique par volumes finis, ce qui nous permettra de conforter nos résultats.

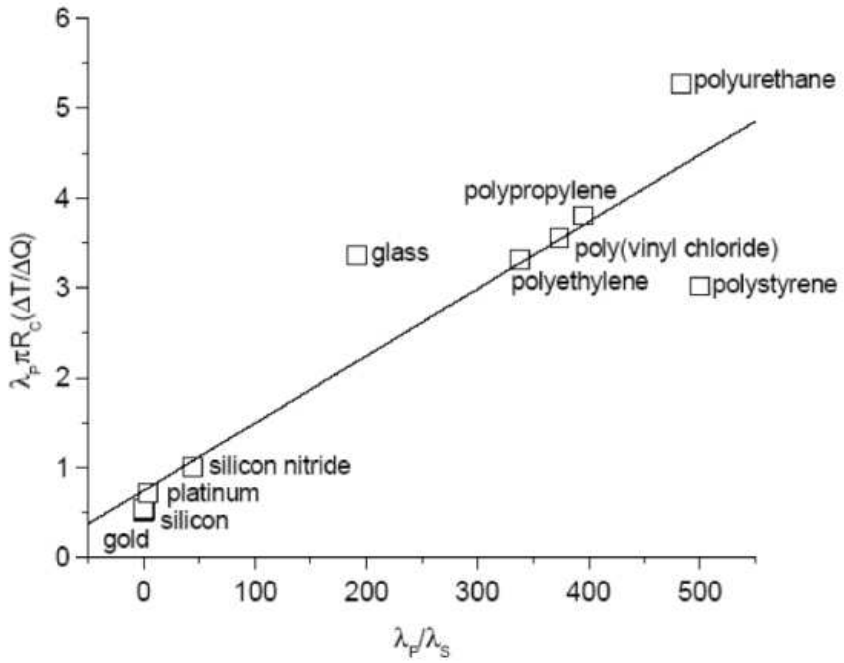



FIG. 2.35 – *Inverse du flux adimensionné dissipé dans l'échantillon en fonction de l'inverse de la conductivité thermique de l'échantillon $\lambda_s$ rapportée à celle de la sonde (assimilée à du platine pur) où $R_c$ est ici le rayon de contact thermique, $\lambda_p$ est la conductivité thermique de la sonde, $\Delta T$ la température relative de la sonde par rapport à la température ambiante et $\Delta Q$ la différence de flux dissipé par effet Joule au contact et avant le contact avec l'échantillon. Cette droite valide le modèle de résistance $R_{\mathrm{equ}}$ décrit dans l'équation (2.25). On y constate un comportement linéaire et surtout un tassement des échantillons de haute conductivité thermique, démontrant la saturation déjà remarquée sur la figure (*FIG. *2.34) [PH01]*

# DISPOSITIF EXPÉRIMENTAL

# Chapitre 3

# L'ensemble expérimental

## Contents


**3.1 Principe de mise en œuvre du microscope à force atomique . 54**

3.1.1 Présentation du microscope à force atomique utilisé (AFM) . . 54

3.1.2 Positionnement de la sonde par rapport à l'échantillon . . . . . 56

3.1.3 Environnement du microscope . . . . . 59

3.1.4 L'outil logiciel . . . . . 59

**3.2 Instrumentation du microscope à force atomique pour la microscopie thermique à sonde locale . . . . . 60**

3.2.1 La sonde thermique : géométrie, constitution et caractéristiques 60

3.2.2 Les modes de fonctionnement du microscope thermique à sonde locale (SThM) . . . . . 62

3.2.3 Mesures de température sur des échantillons *actifs* . . . . . 64

3.2.4 Conclusion . . . . . 64

**3.3 Mise en œuvre de la mesure de conductivité thermique en mode alternatif (AC) . . . . . 64**

3.3.1 Introduction . . . . . 64

3.3.2 La méthode $3\omega$ . . . . . 65

3.3.3 Le générateur de signal . . . . . 66

3.3.4 Le pont soustracteur dédié à la méthode $3\omega$ . . . . . 67

3.3.5 Le détecteur synchrone . . . . . 69

**3.4 Conclusion . . . . . 70**

# Introduction

Pour mener à bien notre étude, nous avons utilisé un microscope à force atomique commercial, l'Explorer™ de Topometrix dont nous ferons la description en premier lieu. Ce microscope est originellement instrumenté d'une pointe AFM, afin d'obtenir les caractéristiques topographiques des échantillons.

Sur cette base AFM, ce microscope est adapté pour être utilisé avec une sonde locale thermique, que nous décrirons dans un second temps, pour fonctionner sous deux modes différents, le mode de contraste de conductivité thermique et de contraste de température, suivant que la mesure porte sur le flux thermique ou la température locale de l'échantillon.

Nous terminerons ce chapitre par le développement d'un moyen de mesures innovant que nous avons réalisé au laboratoire, qui est la contribution essentielle de ce mémoire. En effet, l'utilisation classique de la sonde thermique en mode courant continu, même s'il permet des images qualitatives de flux thermiques perdus dans les échantillon, se heurte à de nombreux problèmes que nous évoquerons dans le chapitre suivant, notamment la méconnaissance de la géométrie de la sonde de manière absolue. L'utilisation d'un courant alternatif, circulant dans la sonde, permet d'accéder à des caractéristiques géométriques de la sonde, vitales pour effectuer des mesures quantitatives sur les échantillons. Nous verrons que l'emploi d'une intensité sinusoïdale à la pulsation $\omega$ génère, aux bornes de la sonde, une tension à la troisième harmonique qui est proportionnelle à l'une des composantes de la température de la sonde : pour cette raison, cette méthode est appelée $3\omega$.

Le signal $V_{3\omega}$ à mesurer est faible devant la tension $V_\omega$, ce qui nécessite un bon générateur de signal, afin de minimiser le bruit à la source. Nous avons de plus utilisé un pont soustracteur pour ne mesurer que le signal utile, et un détecteur synchrone qui nous a fourni des données filtrées de bonne qualité. Ces mesures nous ont alors permis d'étudier la sonde thermique, les échantillons et le contact en mode AC comme nous le verrons aux chapitres 5 et 6. Les différentes étapes de ce développement seront exposées en fin de chapitre.

## 3.1 Principe de mise en œuvre du microscope à force atomique

### 3.1.1 Présentation du microscope à force atomique utilisé (AFM)

Le microscope thermique fait partie de la famille des microscopes à sondes locales au même titre que l'AFM et le STM. Pour notre étude, nous disposons de l'Explorer™, originellement créé pour fonctionner avec une pointe AFM ou STM et pouvant être instrumenté d'une pointe thermique. Nous allons expliquer le fonctionnement du microscope en mode AFM décrit sur le schéma (Fig. 2.14) : un microscope à force atomique permet de cartographier la topographie d'un échantillon. Cette cartographie est réalisée grâce à des sondes souvent pyramidales (Fig. 2.15), portées par un levier et dont l'extrémité, très fine, entre en contact avec l'échantillon. La déflexion d'un laser sur ce levier, ou sur un miroir posé sur le levier si celui-ci n'est pas réfléchissant, vers des photodiodes permet

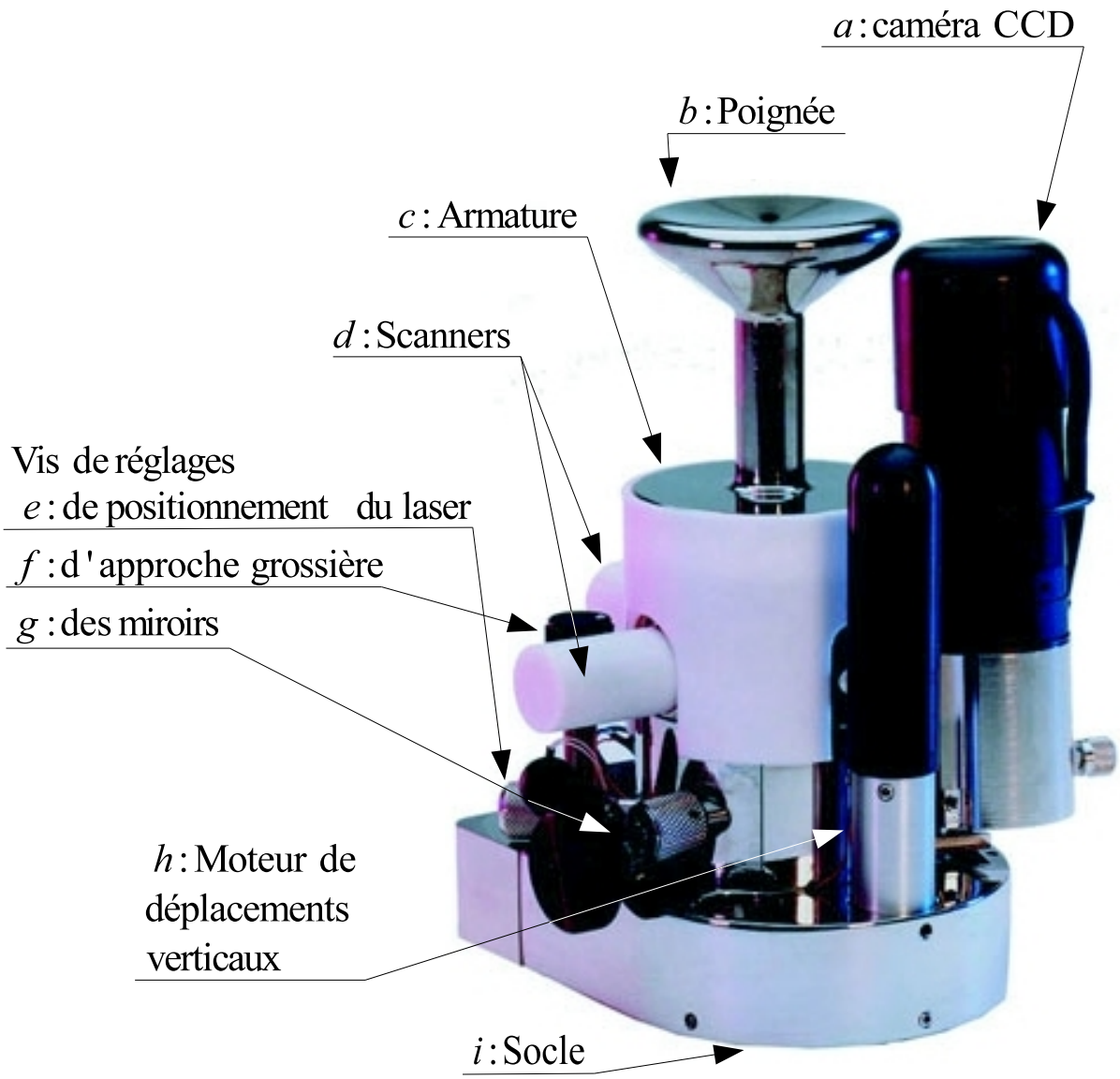



FIG. 3.1 – *Image du microscope Explorer™ de* Topometrix

d'en détecter la déformation et donc la force exercée par la sonde sur l'échantillon ou l'altitude de la sonde au-dessus de l'échantillon. Un actionneur piézoélectrique, recevant le signal des photodiodes par une boucle électronique de rétroaction, contrôle alors l'altitude du levier et maintient l'altitude de la sonde au-dessus de l'échantillon. Le signal délivré à cet actionneur permet alors de connaître la topographie de la surface de l'échantillon. Des actionneurs piézoélectriques permettent de plus de translater la sonde par rapport à l'échantillon dans le plan de ce dernier de façon à cartographier sa surface.

L'armature du microscope, nommé *c* sur la figure 3.1 et *b* le schéma 3.2, soutient l'ensemble des pièces du microscope et permet de le manipuler grâce à la poignée (FIG. 3.1.*b*). En particulier, la caméra CCD (FIG. 3.1.*a*), dont le grossissement est 20×, y est fixée et fournit à l'expérimentateur un contrôle visuel lors de la phase d'approche réalisée par le moteur de mouvement en Z (FIG. 3.1.*h*) et par les vis d'approche manuelle (FIG. 3.1.*f*).

Le microscope Explorer™ est de la famille des microscopes *stand-alone* et repose sur un déplacement de la sonde et non de l'échantillon. Il possède par conséquent ses propres actionneurs piézoélectriques X et Y (FIG. 3.1.*d*, 3.2.*c* et 3.2.*d*) permettant de déplacer la sonde dans le plan de l'échantillon et ainsi d'en cartographier la surface.

De nombreuses vis de réglages sont présentes sur l'armature (FIG. 3.1.*c*). Chaque sonde étant particulière, il est nécessaire de positionner le laser (FIG. 3.2.*g*, 3.1.*e* et 3.2.*h*) sur le levier porte-sonde à l'aide de vis de réglage. La puissance maximale de ce laser est de 3 mW et sa longueur d'onde de 670 nm, sur la sonde (FIG. 3.2.*m*), afin de contrôler au mieux sa déflexion. De plus un réglage de l'inclinaison du miroir (FIG. 3.2.*e* et 3.2.*k*) et du quadrant de photodiodes (FIG. 3.2.*f* et 3.2.*j*) permettent de réfléchir ce laser sur ce même quadrant.

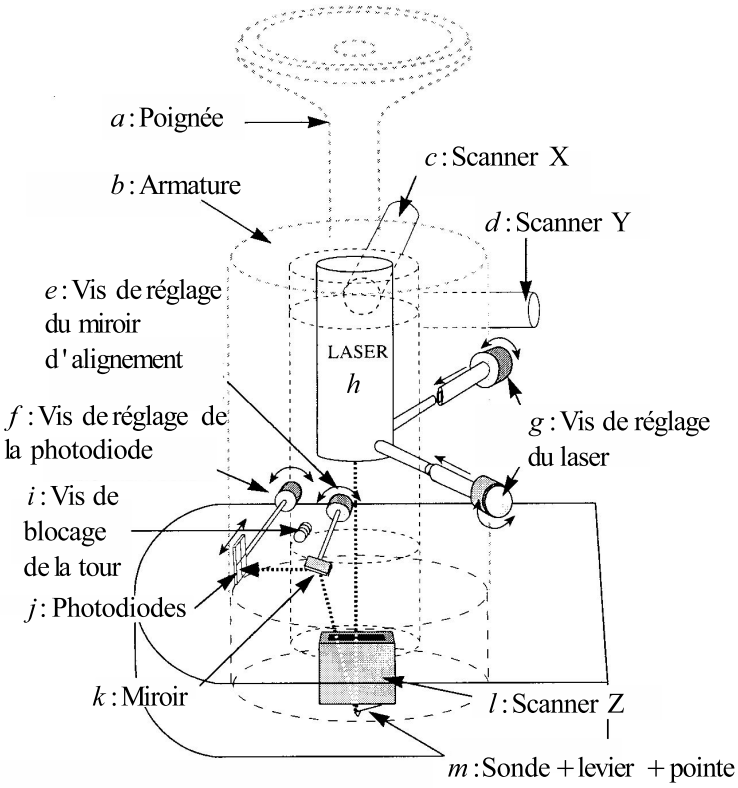



FIG. 3.2 – *Schéma du microscope Explorer™ de* Topometrix

La translation suivant l'axe vertical Z de la sonde s'effectue grâce à un actionneur piezoélectrique (FIG. 3.2.*l*).

Chacun de ces éléments permet l'approche de l'échantillon par la sonde et le contrôle de la déflexion du levier tels qu'ils sont pratiqués en microscopie à force atomique.

### 3.1.2 Positionnement de la sonde par rapport à l'échantillon

Le microscope est posé sur un socle (FIG. 3.3 et 3.4) sur lequel sont installés au préalable les échantillons. Les encoches réalisées sur ce socle, permettent le positionnement

du microscope et de petits aimants maintiennent les plaquettes métalliques sur lesquelles sont fixées les échantillons.

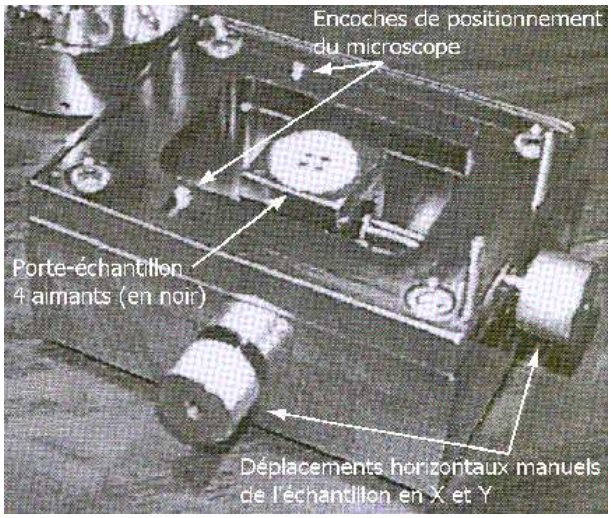



FIG. 3.3 – *Image du socle du microscope sur lequel sont déposés les échantillons. Source [Gom99]*

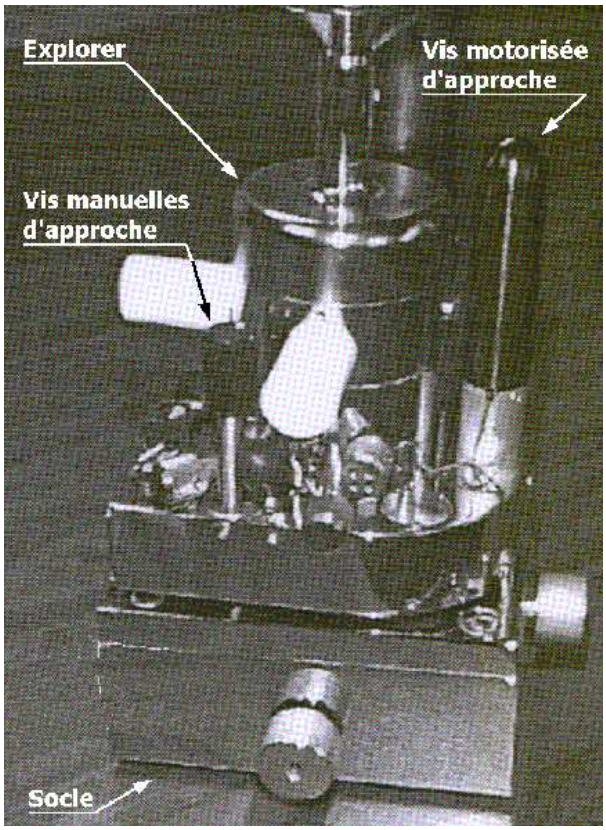
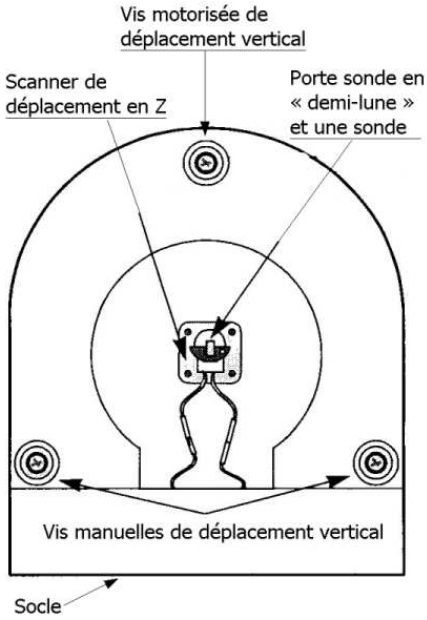


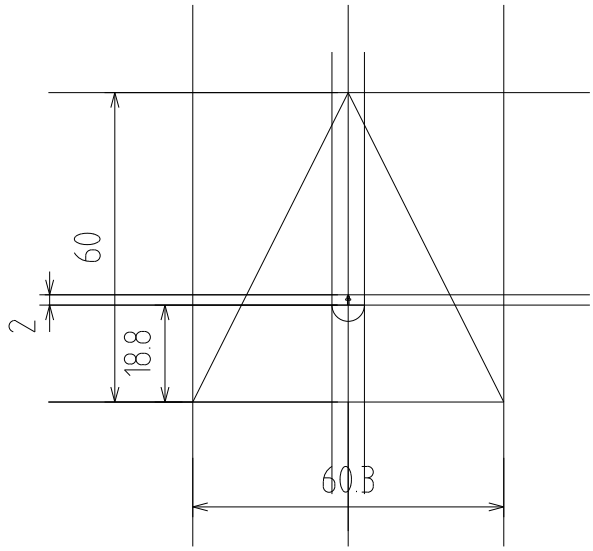

FIG. 3.4 – *Image du microscope sur son socle (Source [Gom99])*

Le microscope possède trois points d'appui que sont les deux vis manuelles de déplacement vertical ainsi que de la vis motorisée (FIG. 3.5(a)). Les deux vis manuelles

permettent le positionnement du microscope sur le socle grâce aux encoches (Fig. 3.3).




(a) Vue de dessous du microscope (Source [Top97])




(b) Mesures effectuées sur les trois points d'appui du microscope. Unité : mm

Fig. 3.5 – *Vue de dessous de l'Explorer™ et principales mesures des points d'appui de l'Explorer™ sur son socle.*

### 3.1.3 Environnement du microscope

#### Vibrations

Le microscope s'utilise à l'air libre. La précision de la mise en contact nécessite une réduction des vibrations provenant de l'environnement immédiat tels que les ventilateurs des appareils de mesure, les vibrations acoustiques provoquées par les expérimentateurs et surtout les machines d'usinage ou d'expérimentation dont les vibrations se propagent généralement dans tous les bâtiments.

Le microscope est donc installé sur une table munie de coussins d'air, permettant de filtrer les vibrations verticales supérieures à 2,3 Hz et horizontales supérieures à 1,875 Hz provenant de l'environnement. Cette table nous permet, par ailleurs, de nous isoler électriquement de la terre comme nous l'avons vérifié à l'aide d'un multimètre.

Afin d'assurer la meilleure isolation mécanique de ce type de microscope vis-à-vis des vibrations extérieures, ceux-ci sont construits de manière à être les plus rigides possibles, entraînant des vibrations propres de fréquence élevée. La sonde elle-même possède une fréquence de résonance d'environ 10 kHz, au-delà des fréquences de coupure de la table munie de coussin d'air, permettant d'assurer que la sonde n'est pas soumise aux perturbations mécaniques de l'environnement.

#### Salle d'expérimentation

La température de la sonde dépend directement de la température ambiante. Les modèles développés par la suite prennent toujours en considération la température relative de la sonde par rapport cette température. Il est donc nécessaire d'utiliser le microscope dans les conditions les plus favorables possibles, c'est-à-dire en travaillant dans une pièce sans fenêtres, pour éviter à la fois l'éclairement direct du microscope par le soleil, mais aussi le réchauffement de la pièce dans laquelle se situe l'étude et en limitant les déplacements d'air à proximité du microscope. Toutes ces précautions permettent de maintenir la température ambiante.

Pour plus de rigueur, il serait sans doute nécessaire de contrôler l'humidité relative de l'air ainsi que la température ambiante. Nous verrons dans le chapitre concernant la calibration en mode AC que l'impact de la qualité de l'air peut jouer un rôle déterminant.

### 3.1.4 L'outil logiciel

Le microscope est fourni avec un logiciel, dont une capture d'écran se trouve en annexe page 171, qui permet de régler le contact de la sonde sur l'échantillon : tout d'abord, il permet le contrôle de la déflexion du laser sur les photodiodes et ensuite de la consigne d'arrêt du moteur de descente vertical, permettant ainsi de fixer la force appliquée par la sonde sur l'échantillon par rétroaction. De plus, il permet d'actionner les commandes mécaniques tels que l'approche finale motorisée de la sonde sur l'échantillon et les déplacements horizontaux de balayage. Enfin, il permet l'acquisition des images topographiques et thermiques ainsi que les possibilités de traiter les images obtenues.

## 3.2 Instrumentation du microscope à force atomique pour la microscopie thermique à sonde locale

Sur le microscope Explorer™ dont le fonctionnement en mode AFM a été présenté précédemment, nous avons utilisé une sonde thermique que nous allons tout d'abord décrire. Cette sonde a la particularité d'être active et permet donc des mesures en mode fil froid pour la détermination des températures locales ou en mode fil chaud pour la mesure de flux thermique.

### 3.2.1 La sonde thermique : géométrie, constitution et caractéristiques

**La géométrie de la sonde**

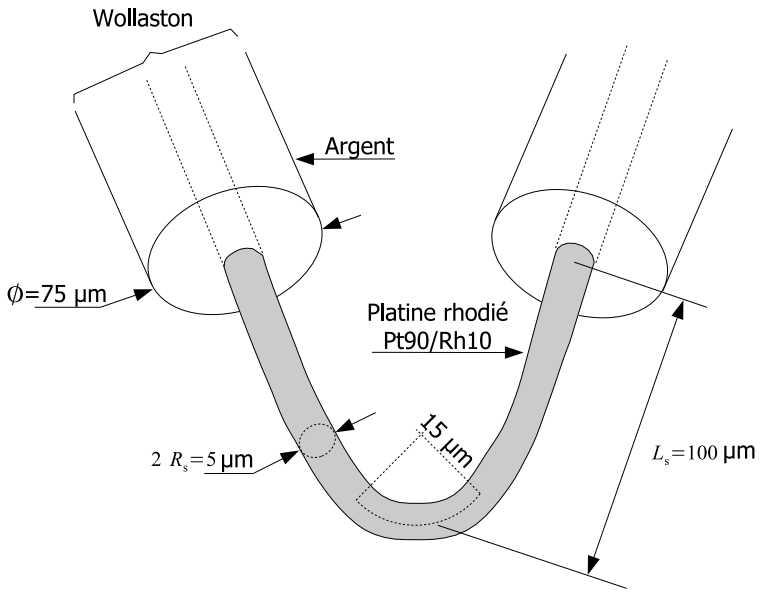
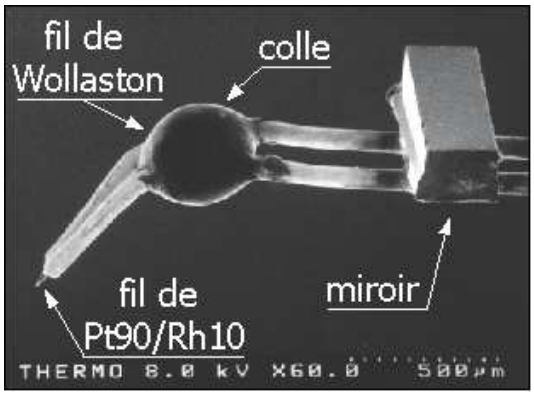


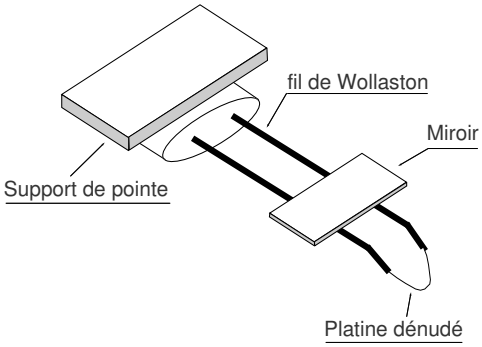

FIG. 3.6 – *Schématisation de la sonde avec ses dimensions : le fil de platine rhodié a un diamètre de* 5 µ*m et une longueur de* 200 µ*m, son rayon de courbure à son extrémité recourbée est d'environ* 15 µ*m, le fil de Wollaston possède un diamètre de* 75 µ*m.*

Le fil de Wollaston est un assemblage de deux cylindres coaxiaux. La partie centrale est constituée d'un alliage de platine et de rhodium, Pt90/Rh10 dont le diamètre vaut 5 µm environ. Ce fil d'alliage est recouvert d'argent pour former le fil de Wollaston de 75 µm de diamètre. Lors du processus de fabrication de la pointe, le fil de Wollaston est, dans un premier temps, recourbé et, dans un second temps, dénudé pour laisser apparaître le fil de Pt90/Rh10. Cette étape de la fabrication laisse une zone de platine rhodié de 200 µm de longueur à l'air libre.

Sur la sonde (FIG. 3.7(a)) et le schéma (FIG. 3.7(b)), nous pouvons observer le fil de platine rhodié courbé au bout de la sonde. Pour des raisons de stabilité mécanique, il est nécessaire de placer un point de colle sur la sonde. Le miroir est clairement visible et permet de réfléchir le laser, autorisant le contrôle de flexion de la sonde.




(a) Image réelle de la sonde thermique (Document Topometrix)




(b) Shématisation de la sonde

FIG. 3.7 – *La sonde thermique*

La méthode de fabrication des pointes thermiques n'est pas d'une régularité absolue en ce qui concerne la géométrie des sondes et laisse une incertitude pouvant aller jusqu'à 10 % d'après les données constructeur sur le rayon de la section du fil par exemple. Les données géométriques de la figure 3.6 correspondent à une sonde *idéale* qui nous servira de référence.

### Les données thermophysiques

Les caractéristiques thermophysiques du platine rhodié et de l'argent sont regroupées dans les tableaux (TAB. 3.1) et (3.2).

| Conductivité thermique (W.m$^{-1}$.K$^{-1}$) | Masse Volumique (kg.m$^{-3}$) | Chaleur spécifique (kJ.kg$^{-1}$.K$^{-1}$) | Diffusivité thermique (m$^2$.s$^{-1}$) | Résistivité électrique (Ω.m) | Coefficient thermique de résistivité (K$^{-1}$) |
|---|---|---|---|---|---|
| $\lambda_{20°C}$ | $\rho$ | $c_p$ | $a$ | $\rho_{e\,20°C}$ | $\alpha$ |
| 38 | 19 900 | 0,15 | $1{,}27.10^{-5}$ | $19.10^{-8}$ | $1{,}66.10^{-3}$ |

TAB. 3.1 – *Données thermophysiques concernant l'alliage Pt90/Rh10*

| Conductivité thermique (W.m$^{-1}$.K$^{-1}$) | Masse Volumique (kg.m$^{-3}$) | Chaleur spécifique (kJ.kg$^{-1}$.K$^{-1}$) | Diffusivité thermique (m$^2$.s$^{-1}$) | Résistivité électrique (Ω.m) | Coefficient thermique de résistivité (K$^{-1}$) |
|---|---|---|---|---|---|
| $\lambda_{0-100°C}$ | $\rho_{20°C}$ | $c_{p25°}$ | $a$ | $\rho_{e\,20°C}$ | $\alpha$ |
| 429 | 10 500 | 0,237 | $1{,}72.10^{-4}$ | $1{,}63.10^{-8}$ | $4{,}1.10^{-3}$ |

TAB. 3.2 – *Données thermophysiques concernant l'argent*

Dans ces deux tableaux (TAB. 3.1) et (3.2), il apparaît des différences très nettes de caractéristiques électriques et thermiques entre le cœur du Wollaston en platine rhodié et

son enrobage en argent : le rapport $\frac{\rho_{\text{e 20°C Pt}_{90}\text{Rh}_{10}}}{\rho_{\text{e 20°C Ag}}} = 11{,}7$ montre que l'argent est nettement plus conducteur que l'alliage $Pt_{90}/Rh_{10}$, et le rapport $\frac{a_{\text{Pt}_{90}\text{Rh}_{10}}}{a_{\text{Ag}}} = 7{,}3.10^{-2}$ montre que l'argent est plus diffusif thermiquement. Ainsi, les résistances thermiques et électriques de la sonde seront sensiblement égales à celles du fil de platine rhodié.

**Propriétés mécaniques**

Les deux caractéristiques mécaniques principales de la sonde sont sa constante de raideur et sa fréquence de vibration propre.

Sa constante de raideur permet d'estimer la force appliquée sur l'échantillon en fonction de la déflexion de la pointe. Cette constante s'exprime $\frac{3\pi E D^4}{64 L^3}$ comme indiqué à l'annexe page 169) où $E$ figure le module d'Young du platine rhodié, $D$ le diamètre des fils et $L$ leur longueur. En assimilant la sonde à deux fils d'argent ($E = 82{,}7$ GPa) de 4 à 5 mm de longueur et de 75 µm de diamètre, cette constante de raideur peut être estimée à environ $4{,}5 \pm 1{,}5$ N.m$^{-1}$ qui correspond aux données constructeur. L'incertitude sur la longueur exacte des fils constituant la sonde ne permet pas de connaître avec exactitude la force appliquée par la pointe sur l'échantillon.

De plus, nous ne contrôlons pas exactement la déflexion de la sonde mais uniquement un signal électrique issu, après traitement, des variations d'éclairement des quadrants de photodiode $\Delta I$, proportionnels à la flèche du bout de la sonde $z_{\text{flèche}}$ :

$$\Delta I = C_{\text{photo}} z_{\text{flèche}} \tag{3.1}$$

Ce coefficient $C_{\text{photo}}$ peut varier d'une sonde à une autre, et vaut environ $6{,}25.10^{-3}$ nA.nm$^{-1}$ [Gom99].

La force appliquée par la sonde sur l'échantillon est donc proportionnelle au signal relevé sur les quadrants de photodiode, mais devant les incertitudes successives dans les coefficients de proportionnalité, nous avons choisi de travailler uniquement avec le signal des photodiodes.

La fréquence propre de la sonde est estimée à quelques dizaines de kiloHertz par l'analyse du spectre de la déflexion lorsque la sonde est hors contact [Gom99].

### 3.2.2 Les modes de fonctionnement du microscope thermique à sonde locale (SThM)

**Introduction**

Originellement, le microscope thermique fonctionne selon deux modes différents : un mode appelé *contraste de température*, caractérisé par une intensité faible imposée, $I_{in}$, en tête de pont, et un autre appelé *contraste de conductivité*, où la tension $V_{\text{out}}$ est appliquée en tête de pont afin de maintenir la température de la sonde constante. Les deux modes fonctionnent d'après le même schéma de principe représenté sur la figure (Fig. 3.8) et utilisent un pont de Wheatstone. Après avoir décliné les deux modes de fonctionnement conventionnels, nous introduirons le mode de fonctionnement qui constitue l'originalité de ce mémoire.

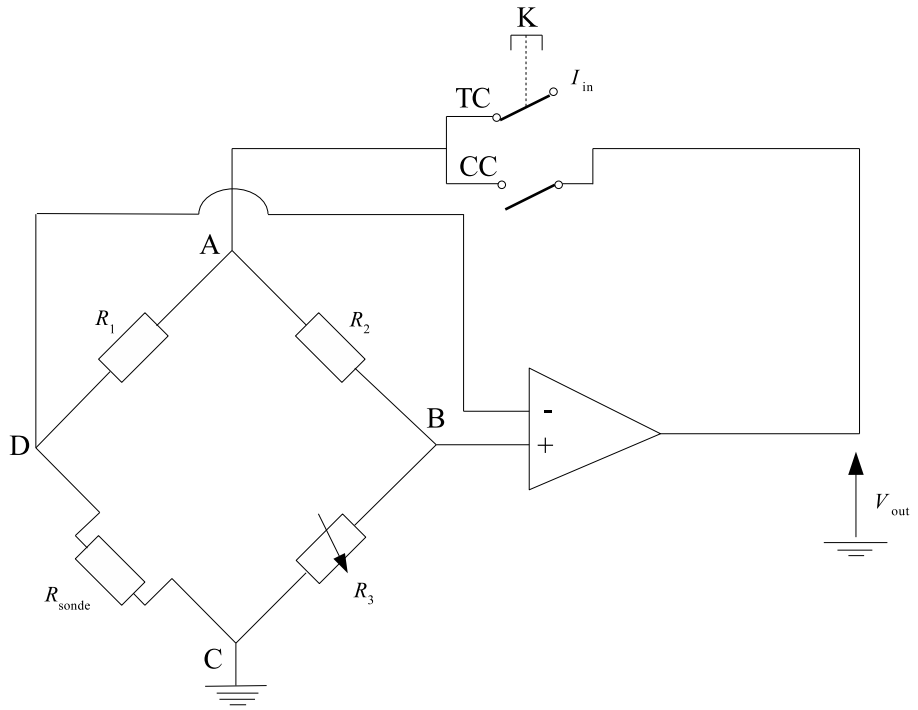



FIG. 3.8 – *Les deux modes de fonctionnement du SThM Commercial Explorer™ intégrés dans le TCU : suivant la position de l'interupteur K, le microscope est utilisé en mode de contraste de température (TC) ou en mode contraste de conductivité (CC).*

### Mode de contraste de conductivité (CC)

Le principe consiste à maintenir la résistance de la sonde, et donc sa température moyenne, en ajustant l'intensité qui la traverse, lorsqu'elle évolue à proximité d'un échantillon. Lorsque la sonde se déplace sur cet échantillon, une image de la variation de la tension de pont, et donc du flux thermique dissipé par effet Joule dans la sonde, est formée, correspondant aux variations de flux transmis à l'échantillon. Ce flux dépend de l'état de surface de l'échantillon mais aussi de sa conductivité thermique locale. Le signal donne alors une image de la topographie et des variations de conductivité thermique des échantillons lors d'un balayage. Dans ce mode de fonctionnement, il existe une boucle de rétroaction électrique qui agit directement pour rétablir l'équilibre du pont (FIG. 3.8). Une diminution de température de la sonde se traduisant par une diminution de la tension sur l'entrée − de l'amplificateur, la tension de pont augmente, ainsi que la tension $V_{\text{out}}$, ce qui permet d'injecter l'intensité nécessaire au maintien de la température de la sonde.

### Mode de contraste de température (TC)

L'objectif de ce mode est de cartographier la température d'un échantillon. La pointe s'utilise alors de la même manière qu'un anémomètre fil froid (voir la section 2.5.2, page 41) : la température locale de l'échantillon est transmise à la pointe par transfert de chaleur assuré par le contact. Pour mesurer une variation de tension $V_{\text{out}}$ et donc une variation de résistivité électrique de la sonde, il est nécessaire de faire passer un léger courant de mesure ($< 2$ mA) censé ne pas échauffer la pointe et fausser les mesures. Par conséquent, la mesure ne s'effectue plus en température constante comme précédemment, mais en

courant constant et faible.

**Mode DC (Direct Current) et AC (Alternative Current)**

L'intensité traversant la sonde peut être soit continue, il s'agit du mode DC (Direct Current), soit sinusoïdale, appelé alors mode AC (Alternative Current).

En mode contraste de conductivité, nous avons développé l'instrumentation et les modèles thermiques associés utilisant une intensité de chauffe sinusoïdale, pour réaliser des mesures utilisant la méthode dite $3\omega$ (voir en détail à la section 3.3.4).

En mode fil froid, il est possible de cartographier la température d'un échantillon pouvant être chauffé par effet Joule de manière sinusoïdale ou continue, permettant ainsi de recueillir une tension de même nature. Bien que ne faisant pas intervenir de courant alternatif, l'instrumentation nécessaire est la même que celle mise en place pour le mode contraste de conductivité.

### 3.2.3 Mesures de température sur des échantillons *actifs*

Le microscope peut être utilisé sur des échantillons *actifs* présentant des systèmes électriques, générant des surchauffes locales.

Un des problèmes limitant les mesures de températures avec le microscope sur de tels échantillons est l'interaction électrique de la pointe avec l'échantillon. Lorsque des mesures sont effectuées sur un échantillon métallique actif non passivé, le risque de voir le courant circulant dans l'échantillon *remonter* dans la sonde est réel : la sonde joue alors le rôle d'un curseur de rhéostat.

La solution est de découpler les masses du microscopes $G_1$ et de l'échantillon $G_2$ par l'utilisation d'un optocoupleur noté $K_a$ sur la figure 3.9. Cette méthode a été utilisée conjointement avec l'équipe de Bordeaux [PLSL+03] pour mesurer la température modulée sur une jonction P-N **non passivée** et a montré la faisabilité de la méthode.

### 3.2.4 Conclusion

Nous venons de présenter le fonctionnement de la microscopie thermique, basée sur la microscopie à force atomique et la sonde thermique utilisée. Ce dispositif nous a permis de relever les mesures en mode DC et ainsi de l'étudier. Ce mémoire s'articulera par la suite successivement sur l'analyse du mode DC et du mode AC. Toutefois, la fin de ce chapitre traitera du développement de la mesure de conductivité thermique dont l'étude sera réalisée dans le chapitre 5.

## 3.3 Mise en œuvre de la mesure de conductivité thermique en mode alternatif (AC)

### 3.3.1 Introduction

Nous présentons dans cette section la démarche qui nous a permis de développer les mesures de conductivité thermique en mode AC. Le schéma global, permettant les

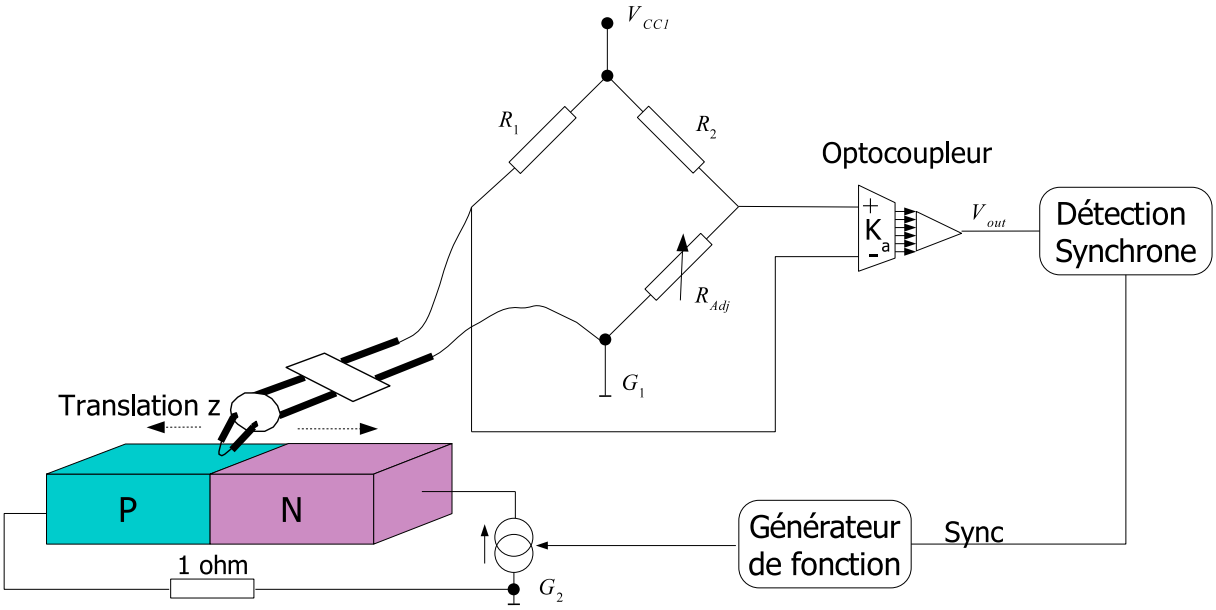



FIG. 3.9 – *Schéma du montage à réaliser pour effectuer des mesures de températures sur des matériaux actifs non passivés avec la sonde thermique locale. Source [L04]*

mesures, est représenté sur la figure (FIG. 3.10) et sera l'objet de la description de cette section. L'utilisation de la sonde en mode AC repose sur le même principe que celui utilisé par la technique *hot-strip* (voir section 2.5.3 page 43) pour mesurer la conductivité thermique d'échantillon en déposant à leur surface une bande de métal résistive.

Le passage d'un courant alternatif à la pulsation $\omega$, fournit par un générateur (FIG. 3.10), va provoquer l'apparition d'un signal de tension à la 3e harmonique aux bornes de la sonde. Le rapport entre la tension à la 3e harmonique thermique et celle à l'harmonique $\omega$ étant d'environ 1/1 000, nous avons mis au point un pont soustracteur et ajouté un détecteur synchrone (LIA : Lock In Amplifier) afin d'améliorer la sensibilité de la mesure. Ces différents dispositifs schématisés sur la figure 3.10 seront présentés successivement dans la suite de ce chapitre. Nous commencerons toutefois par la description de la méthode $3\omega$ qui constitue le fondement de la mesure de conductivité thermique en mode AC.

### 3.3.2 La méthode $3\omega$

Lorsqu'un courant alternatif $I = I_o \cos(\omega t)$ parcourt la sonde, le flux dégagé par effet Joule $\Phi_J = R(T)\frac{I_o^2}{2}(1 + \cos(2\omega t))$ va générer l'apparition d'une harmonique en $2\omega$ et d'un terme constant dans la décomposition spectrale de la température :

$$\overline{\theta_{\text{sonde}}} = \overline{\theta_{\text{DC}}} + \overline{\theta_{2\omega}} \cos(2\omega t + \phi) \tag{3.2}$$

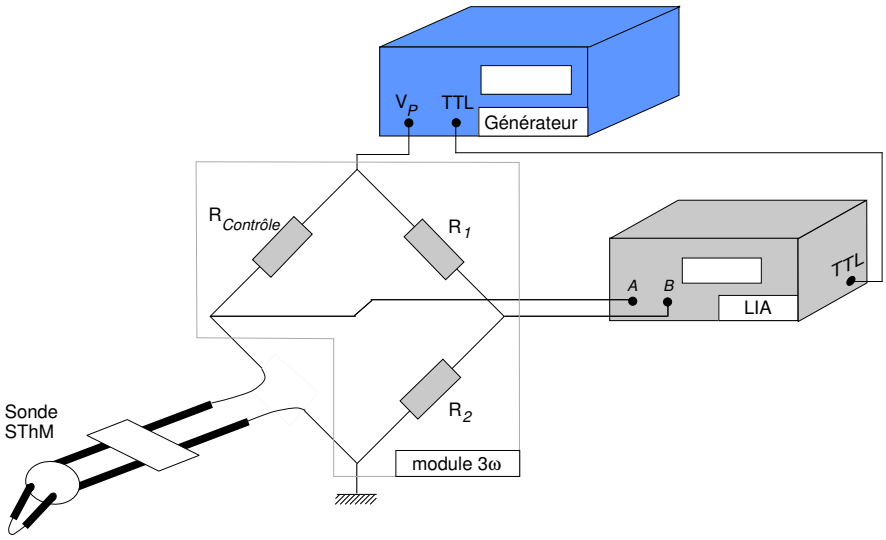



FIG. 3.10 – *Schéma du montage utilisé pour réaliser les mesures en mode AC*

où $\phi$ est le déphasage du signal thermique par rapport au signal électrique. La tension aux bornes de la sonde s'écrit alors :

$$\begin{aligned} V_{\text{sonde}} &= R \cdot I_0 \cos(\omega t) && (3.3)\\ &= R_0(1+\alpha(\overline{\theta_{\text{DC}}} + \overline{\theta_{2\omega}}\cos(2\omega t+\phi)))I_0\cos(\omega t) && (3.4)\\ &= R_0(1+\alpha\overline{\theta_{\text{DC}}})I_0\cos(\omega t) + \frac{R_0\alpha I_0\overline{\theta_{2\omega}}}{2}\cos(\omega t+\phi) + \frac{R_0\alpha I_0\overline{\theta_{2\omega}}}{2}\cos(3\omega t+\phi) && (3.5)\end{aligned}$$

faisant apparaître une tension $V_{3\omega}$ à la pulsation $3\omega$ d'amplitude:

$$V_{3\omega} = \frac{R_0\alpha I_0\overline{\theta_{2\omega}}}{2} \tag{3.6}$$

À partir de la mesure de $V_{3\omega}$, il est possible de connaître l'amplitude et le décalage de phase de la température de la sonde par rapport au signal excitateur. L'étude de la troisième harmonique permet, contrairement à l'étude de la 1re, de fournir directement une valeur de température de sonde.

### 3.3.3 Le générateur de signal

Le choix d'un générateur de signal s'effectue sur la qualité spectrale du signal délivré. En effet, le bruit généré sur les harmoniques d'ordre supérieur à celles demandées n'est jamais nul, et parfois non négligeable. Une étude comparative entre un générateur Metrix classique et celui que nous avons utilisé (Hewlett-Packard Agilent 33120A (FIG. 3.11)) nous a permis de classer leur différence de comportement. En utilisant ce dernier, nous avons réduit sensiblement d'une décade le bruit sur la 3e harmonique (FIG. 3.12), participant ainsi à l'amélioration de la mesure en régime alternatif (mode AC).

FIG. 3.11 – *Générateur de signal utilisé en mode AC.*

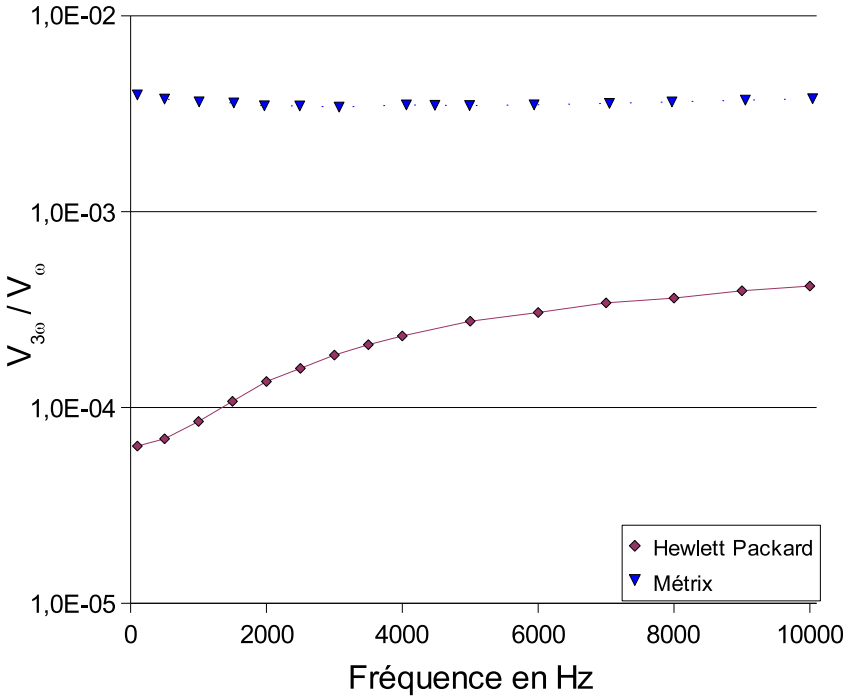



FIG. 3.12 – *Spectre fréquentiel du rapport* $\frac{V_{3\omega}}{V_{\omega}}$ *pour deux générateurs de signaux différents : le premier (Métrix) est un générateur classique tandis que le second (HP) ne génère qu'un faible bruit sur la 3e harmonique, une décade sur le bruit délivré par le générateur peut aisément être gagnée.*

### 3.3.4 Le pont soustracteur dédié à la méthode $3\omega$

Nous avons utilisé le microscope dans une configuration nouvelle. En effet, nous avons développé un nouveau module que nous nommerons par la suite $3\omega$ nous permettant de travailler en courant imposé alternatif. La problématique, lors d'une prise de mesures par la méthode $3\omega$ réside en la faiblesse du signal devant les composantes continue et de première harmonique. En effet, le coefficient $\alpha$ présent dans l'équation (3.6) rend la troisième harmonique environ deux à trois ordres de grandeur inférieure au signal principal.

En pratique, le principe du module $3\omega$ est d'utiliser un pont soustracteur (FIG. 3.13) différent de celui précédemment évoqué à la section (3.2.2). La résistance variable $R_{\mathrm{v}}$

permet de régler l'équilibre du pont et ainsi de rectifier les variations de résistance de la sonde. Une fois à l'équilibre, la tension de pont $V_{\mathrm{A-B}}$ ne contient plus que la tension de la sonde en $3\omega$ car les tensions continue et d'harmonique $\omega$ sont annulées par l'équilibre du pont entre les points A et B du circuit.

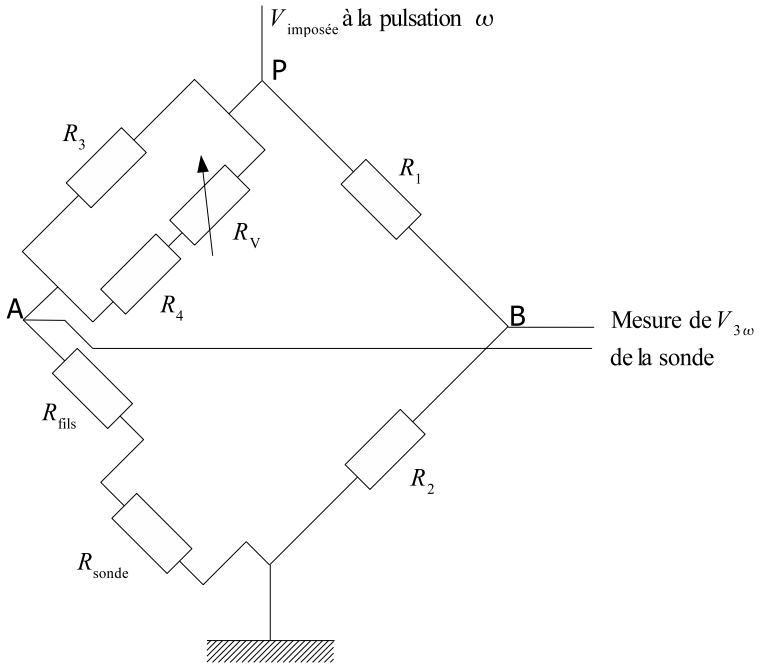



FIG. 3.13 – *Détail du pont soustracteur utilisé pour les mesures en régime alternatif (mode AC)*

| Résistance | valeur (Ω) |
|---|---|
| $R_1$ | 10 050 |
| $R_2$ | 300 |
| $R_3$ | 200 |
| $R_4$ | 100 |
| $R_{\mathrm{v}}$ | de 0 à 193,9 |

TAB. 3.3 – *Résistances utilisées dans le pont soustracteur de la figure 3.13*

Le pont est alimenté par un générateur de fonction qui délivre une tension fixée. La branche ($R_1$ et $R_2$) a une résistance environ 100 fois supérieure à la branche contenant la sonde. En conséquence, l'intensité circule préférentiellement dans la branche de la sonde. De plus, grâce à la valeur de la résistance en série avec la sonde, ce système permet aussi d'assurer une intensité constante circulant dans la sonde. En effet, une fois $R_{\mathrm{v}}$ fixée, les variations de $R_{\mathrm{sonde}}$ vont provoquer des variations de $I_0$ :

$$\frac{\Delta I_0}{I_0} = \frac{\Delta R_{\mathrm{equ}}}{R_{\mathrm{equ}}} \tag{3.7}$$

avec $R_{\mathrm{equ}} = \dfrac{R_3(R_4 + R_{\mathrm{v}})}{R_3 + R_4 + R_{\mathrm{v}}} + R_{\mathrm{sonde}} + R_{\mathrm{fils}}$.

Cette variation de résistance vaut, dans le pire des cas pour $R_{\mathrm{v}} = 0\ \Omega$, avec $R_{\mathrm{fils}} \sim 1\ \Omega$, $R_{\mathrm{sonde}} \sim 2\ \Omega$ et $\Delta R_0 = \alpha R_0 \Delta T$ :

$$\frac{\Delta R_{\mathrm{equ}}}{R_{\mathrm{equ}}} = \frac{\Delta R_{\mathrm{sonde}}}{\frac{R_3 R_4}{R_3+R_4} + R_{\mathrm{sonde}} + R_{\mathrm{fils}}} \tag{3.8}$$

$$\sim 5.10^{-5} \Delta T \tag{3.9}$$

La variation de résistance et donc d'intensité vaut 0,5 % pour une température de pointe de 100 °C, nous assurant ainsi que l'intensité est constante quelles que soient les variations de températures de la sonde.

L'utilisation de ce pont est aussi utilisée pour éliminer la source de bruit provenant du générateur à la troisième harmonique au niveau de la prise de mesure. De la même manière que l'équilibre du pont annule la tension de pont à l'harmonique $\omega$, il annule la composante à l'harmonique $3\omega$.

### 3.3.5 Le détecteur synchrone

Afin de mesurer la tension $V_{3\omega}$, nous avons travaillé avec un détecteur synchrone $\mathrm{E}_{\mathrm{G\&G}}$ 7265 DSP (Fig. 3.14).

Fig. 3.14 – *Détecteur Synchrone (LIA) utilisé en mode alternatif*

Le principe de fonctionnement est le suivant : un signal quelconque périodique S (A, -B ou A-B) peut se décomposer en série de Fourier :

$$S(t) = \sum_{n=0\to\infty} s_n \cos(n\omega t + \phi_n) \tag{3.10}$$

Pour analyser $S(t)$, le détecteur a besoin d'un signal de référence qui est le signal TTL provenant du générateur lui permettant de détecter la pulsation fondamentale $\omega$.

Le signal A est alors multiplié par les fonctions $\cos(n'\omega t)$ et $\sin(n'\omega t)$, où $n'$ est l'harmonique à déterminer, pour obtenir :

$$S_c(t) = S(t)\cos(n'\omega t) = \frac{s_{n'}}{2}\cos(\phi_{n'}) + \sum_{\substack{n=0\to\infty \\ n\neq n'}} \frac{s_n}{2}\left[\cos((n-n')\omega t + \phi_n) + \cos((n+n')\omega t + \phi_n)\right] \tag{3.11}$$

$$S_s(t) = S(t)\sin(n'\omega t) = \frac{s_{n'}}{2}\sin(\phi_{n'}) + \sum_{\substack{n=0\to\infty \\ n\neq n'}} \frac{s_n}{2}\left[\sin((n-n')\omega t + \phi_n) + \sin((n+n')\omega t + \phi_n)\right] \tag{3.12}$$

$S_c$ et $S_s$ sont filtrés par un filtre passe-bas pour ne plus obtenir que les parties continues des signaux, $X$ et $Y$. Le réglage de la fréquence de coupure de ces filtres est délicat et

toujours sujet aux compromis entre stabilité de la mesure (sans oscillation) et rapidité de la réponse :

$$X = \frac{s_{n'}}{2}\cos(\phi_{n'}) \tag{3.13}$$

$$Y = \frac{s_{n'}}{2}\sin(\phi_{n'}) \tag{3.14}$$

Le processeur traite alors ces données pour afficher le module $R$ et le déphasage $\phi$:

$$R = \sqrt{X^2+Y^2} = \frac{s_{n'}}{2} \tag{3.15}$$

$$\phi = \arctan\left(\frac{Y}{X}\right) = \phi_{n'} \tag{3.16}$$

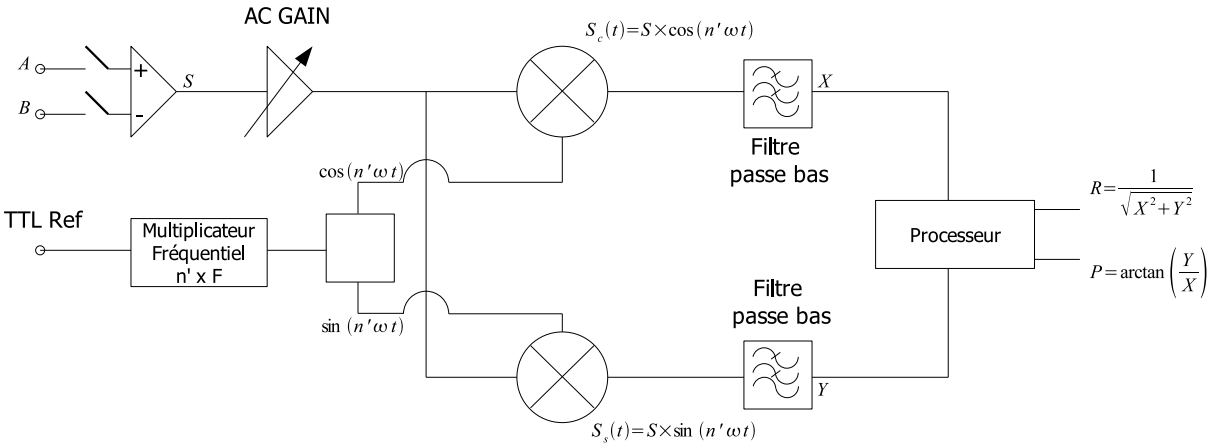



FIG. 3.15 – *Schéma de principe d'un détecteur synchrone*

Nous utilisons ce détecteur synchrone (LIA) pour filtrer le signal $V_{\mathrm{A-B}}$ en sortie de pont soustracteur et ainsi obtenir une mesure de la tension $V_{3\omega}$ de la sonde.

L'association des dispositifs décrits précédemment et représentés sur la figure 3.10 que sont le générateur de signal, le pont soustracteur et le détecteur synchrone, donne d'excellents résultats qui seront exploités dans les chapitres 5 et 6.

## 3.4 Conclusion

Nous avons, dans ce chapitre, présenté les moyens expérimentaux qui vont nous permettre d'étudier les performances de la microscopie thermique en mode DC, puis la démarche, les moyens et la mise en œuvre du dispositif utilisant un pont soustracteur pour travailler en mode de contraste de conductivité avec une intensité de chauffe sinusoïdale à la pulsation $\omega$. L'analyse de la tension aux bornes de la sonde à l'harmonique $3\omega$ passe par une gestion du bruit électrique : de bonnes caractéristiques fréquentielles du générateur de signal sont nécessaires pour limiter le bruit à la source, l'utilisation d'un pont soustracteur est indispensable pour traiter uniquement la tension en $3\omega$ aux bornes de la sonde et un détecteur synchrone permet enfin de filtrer et d'améliorer la mesure. Ce

module a intégralement remplacé le module commercial de contrôle thermique (Thermal Control Unit), ce qui autorise ainsi la maîtrise complète du signal.

L'objectif atteint de ce module est de mesurer les variations de températures de sonde à l'harmonique $3\omega$, permettant ainsi d'étudier la réponse fréquentielle de la sonde seule et de la sonde en contact avec l'échantillon. Nous présentons, dans les deux chapitres suivants, les résultats issus de l'utilisation du dispositif expérimental, ainsi que les simulations et les modèles que nous avons développé pour analyser les mesures. Nous verrons dans les chapitres de modélisation que le mode AC présente des avantages certains par rapport au mode DC, en particulier, dans le fait même de pouvoir étudier la dynamique de la sonde, ce qui permettra de la calibrer.

# CARACTÉRISATION ET MODÉLISATION

# Chapitre 4

# Caractérisation thermique de la sonde thermique en régime continu

## Contents


**4.1 Introduction et motivations . . . . . 76**
**4.2 Modélisation thermique . . . . . 76**
4.2.1 Pertinence de l'hypothèse de milieu continu . . . . . 76
4.2.2 Modélisation thermique du système sonde-échantillon . . . . . 77
**4.3 Simulation par volumes finis du système pointe échantillon . 86**
4.3.1 Système thermique simulé . . . . . 86
4.3.2 Structure du maillage . . . . . 87
4.3.3 Méthode aux volumes finis . . . . . 87
4.3.4 Détermination des conditions aux limites . . . . . 90
4.3.5 Résultats de la méthode aux volumes finis . . . . . 90
4.3.6 Conclusion . . . . . 95
**4.4 Modèle analytique . . . . . 96**
4.4.1 Introduction . . . . . 96
4.4.2 Simplification du modèle d'ailette pour la sonde . . . . . 96
4.4.3 Modélisation de la sonde en contact avec un échantillon . . . . 100
4.4.4 Résolution analytique du problème thermique . . . . . 100
**4.5 Exploitation du modèle analytique . . . . . 102**
4.5.1 Que mesure-t-on ? . . . . . 102
4.5.2 Influence de la conductivité thermique de l'échantillon sur les profils de températures de la sonde . . . . . 102
4.5.3 Température de l'échantillon . . . . . 106
4.5.4 Comparaison du modèle analytique et de la simulation numérique 107
4.5.5 Sensibilité de la mesure aux paramètres de contact et géométriques 107
4.5.6 Calibration du mode DC . . . . . 109
**4.6 Conclusion . . . . . 111**

## 4.1 Introduction et motivations

Dans ce chapitre, notre objectif est d'établir un modèle thermique pertinent de la mesure de conductivité thermique par microscopie à sonde locale. Les modèles de la littérature développés dans le chapitre 2 se contredisent pour la plupart et ne peuvent donner une description claire des transferts significatifs auxquels la mesure est sensible.

Notre démarche consiste dans un premier temps (voir section 4.2) à rassembler toutes les approximations raisonnables qui touchent à la nature des régimes de transfert, à la géométrie, ainsi qu'à la représentation thermique de la sonde, de l'échantillon et du contact, afin d'édifier le modèle thermique.

Ces approximations permettent, dans une deuxième phase, la mise en place d'une simulation aux volumes finis (voir section 4.3) permettant d'énoncer de nouvelles simplifications concernant les contributions relatives des flux thermiques mis en jeu.

Ce dernier degré d'analyse conduit à l'écriture d'un modèle analytique (voir section 4.4) reliant de manière simple la grandeur mesurée qu'est la tension aux bornes de la sonde à la conductivité thermique de l'échantillon.

Les résultats de cette mise en équation seront enfin confrontés à ceux de l'analyse numérique précédente de manière à valider les simplifications introduites. Le contenu physique du modèle analytique sera largement explicité dans la partie 4.5 à travers le calcul des sensibilités et l'identification des paramètres de contact à partir de la mesure.

## 4.2 Modélisation thermique

### 4.2.1 Pertinence de l'hypothèse de milieu continu

#### Dans la pointe et l'échantillon

À l'échelle atomique, la conduction de la chaleur est assurée par la propagation de l'énergie de vibration des atomes de proche en proche et peut être traitée comme un gaz de vibrations, les phonons. Les phonons se propagent et interagissent entre eux ou avec les parois du matériau dans des processus de collisions permettant de rétablir, au niveau local, un équilibre thermodynamique [Pot00]. Les phonons possèdent, dans un cristal commun, un temps de relaxation de **quelques picosecondes** et un libre parcours moyen de quelques dizaines nanomètres, représentatifs des échelles de temps et d'espace en-deçà desquelles la loi de Fourier est mise en défaut. Les phénomènes que nous observerons seront stationnaires, quasi-stationnaires ou transitoires, et auront des temps caractéristiques bien plus grands que ceux précités. De même, **la sonde** possède des **caractéristiques géométriques** de plusieurs ordres de grandeur **supérieures au libre parcours moyen des phonons**. La loi de Fourier sera donc appliquée pour la sonde. Nous pouvons néanmoins émettre une certaine réserve sur cette hypothèse pour certains échantillons , comme le diamant, dont le libre parcours moyen atteint quelques centaines de nanomètres, qui est l'ordre de grandeur de la tache thermique.

#### Dans l'air ambiant

La grandeur caractéristique de la sonde, le diamètre du platine rhodié (5 µm, voir partie 3.2.1), est 80 fois supérieur au libre parcours moyen des molécules d'air, lequel est de l'ordre de 60 nm. Ceci nous permet en général de considérer l'air comme un milieu continu et d'utiliser les corrélations classiques de convection autour de cylindres (Fig. 4.7, page 85) pour estimer le coefficient de convection autour de la sonde.

Il en est autrement du transfert dans **l'air entre la pointe et l'échantillon en contact**, car la distance les séparant est inférieure au libre parcours moyen des molécules d'air sur certaines zones de la sonde. Le transfert s'effectue alors de paroi à paroi par les molécules d'air sans qu'elles n'aient rencontré d'autres molécules. Ce mode de transfert, appelé **transfert balistique**, accroît fortement le flux thermique échangé entre la pointe et l'échantillon. Nous analyserons sa contribution dans le chapitre 6.

### 4.2.2 Modélisation thermique du système sonde-échantillon

Dans cette section, nous allons expliciter les différents modèles thermiques développés pour la sonde, l'échantillon et le contact thermique qui vont être utilisés dans les chapitres 4 et 5.

En premier lieu, nous allons vérifier qu'une mesure en régime continu peut bien être réalisée, car le système thermique tend vers un état stationnaire relativement rapidement. Ensuite, nous développerons successivement l'analyse du modèle global, du contact thermique, de l'échantillon et de la sonde thermique. Nous terminerons par une analyse de la convection naturelle autour de la sonde qui donnera une estimation du coefficient d'échange entre la sonde et l'ambiante. Une analyse du couplage électro-thermique dans la sonde parcourue par un courant électrique et soumise à des gradients de températures sera enfin présentée.

#### Validité de l'hypothèse de stationnarité

La microscopie thermique a été développée pour être utilisée en régime continu ou mode DC (Direct Current). Un problème qui peut être soulevé est celui de la stationnarité du système physique sonde-échantillon lorsque la sonde est alimentée en courant. Pour y répondre, il est nécessaire d'étudier les temps de réponse de la sonde et de l'échantillon.

**Le temps de réponse de la sonde** La sonde thermique possède son propre temps caractéristique, représentatif de sa capacité à répondre à des sollicitations extérieures. Nous verrons dans le chapitre 5 traitant du régime alternatif de la sonde que ce temps caractéristique, inverse de la fréquence de coupure, est environ $\tau = 1/330 \simeq 3.10^{-3}$ s. Lorsque la sonde balaie une surface de 100 µm$^2$ d'échantillon, à une vitesse de 10 µm.s$^{-1}$ et avec une résolution de 100 pixels par lignes, le temps de parcours de la sonde sur une distance d'un pixel est de 0,1 seconde. Il en découle que le temps de séjour de la pointe sur la zone référente à un pixel est supérieur à son temps caractéristique. Par conséquent, le signal mesuré lors d'un balayage est bien stationnaire.

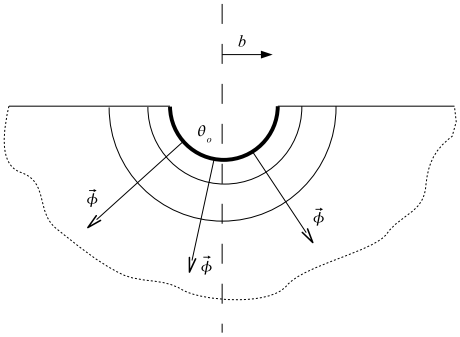



FIG. 4.1 – *Modèle sphérique utilisé pour déterminer le temps de réponse de l'échantillon*

**Le temps de réponse de l'échantillon** L'ordre de grandeur du temps de réponse de l'échantillon est évalué en utilisant un modèle sphérique (voir annexe D) d'échantillon soumis à un échelon de température. Le flux qui s'épanouit dans l'échantillon peut alors s'exprimer facilement pour un rayon de contact $r = b$ :

$$\Phi_{\mathrm{e}}(r = b,t) = 2\lambda_{\mathrm{e}}\pi b^2\theta_0 \left(\frac{1}{b} + \frac{1}{\sqrt{\pi a_e t}}\right) = 2\lambda_{\mathrm{e}}\pi\theta_0 b \left(1 + \sqrt{\frac{\tau}{t}}\right) \tag{4.1}$$

faisant apparaître un temps caractéristique :

$$\tau = \frac{b^2}{\pi a_e} \tag{4.2}$$

Un calcul d'ordre de grandeur amène, si $b \simeq 10^{-6}$ m et $a_e = 10^{-5}$ m$^2$.s$^{-1}$, à $\tau = 3.10^{-8}$ s! Pour cette durée, les deux termes $1/b$ et $1/\sqrt{\pi a_e \tau}$ sont égaux. Le deuxième terme devient négligeable lorsque la durée atteint $100\tau$ soit $3.10^{-6}$ s, durée qui reste très faible par rapport aux temps caractéristiques de relaxation de la pointe.

**Conclusion** Lors du contact de la sonde et de l'échantillon, le système sera à l'équilibre en $3.10^{-3}$ s. Nous négligerons par conséquent le régime de transition dans les modèles suivants.

### Les symétries de l'ensemble sonde - échantillon

L'étude des symétries de l'ensemble sonde-échantillon en contact permet de simplifier le problème thermique. Il existe en effet un plan $P$ (FIG. 4.2) vertical divisant ce système en deux. Les conditions thermiques associées étant elles aussi symétriques, le plan $P$ est adiabatique.

Par conséquent, une des deux moitiés de l'ensemble sonde-échantillon sera étudiée. De plus, la courbure du fil au contact sera négligée afin de considérer la sonde comme un fil parfaitement rectiligne (FIG. 4.3).

Cette symétrie impose non seulement une séparation des deux *branches* de la sonde, mais aussi de l'échantillon et de l'espace de contact (FIG. 4.4). Pour ces raisons, les conductances réelles liées à la surface de contact $G_{\mathrm{c}}$, introduite dans la partie suivante, et à l'échantillon $G_{\mathrm{e}}$ (voir section 4.2.2, page 81) seront deux fois plus grandes que celles introduites dans les modèles et les simulations.

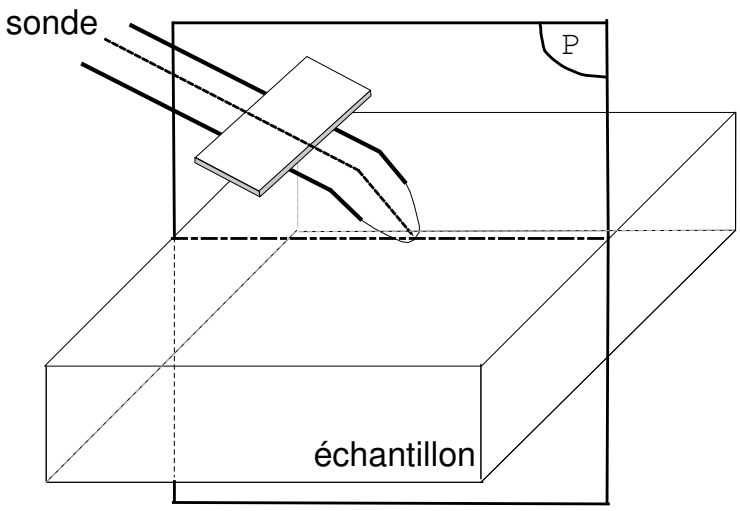



FIG. 4.2 – *Mise en évidence de la symétrie du système sonde-échantillon*

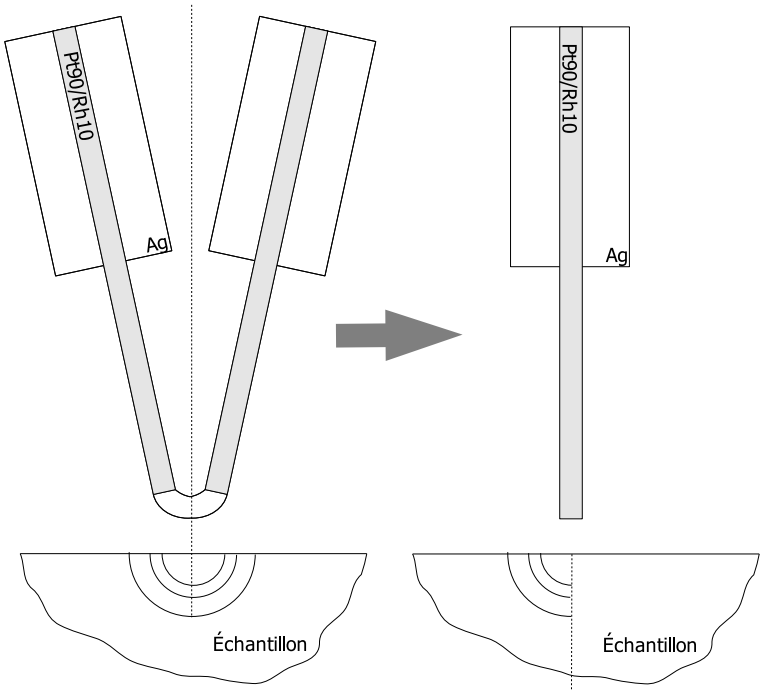



FIG. 4.3 – *Passage du dispositif réel à la schématisation*

### Modélisation du contact thermique

Les résultats vont être très dépendants de l'état de surface de l'échantillon et de la force exercée par la sonde sur celui-ci. Le contact thermique a été modélisé en intégrant tous les modes de transferts thermiques entre la sonde et l'échantillon avec deux paramètres. Le premier, $G_c$, est une conductance de contact, liant ainsi les températures du bout de la sonde à la température de l'échantillon sous le contact.

Lorsque la sonde vient en contact mécanique avec un échantillon, une zone restreinte correspondant réellement au contact. Il en est de même pour le contact thermique : il existe

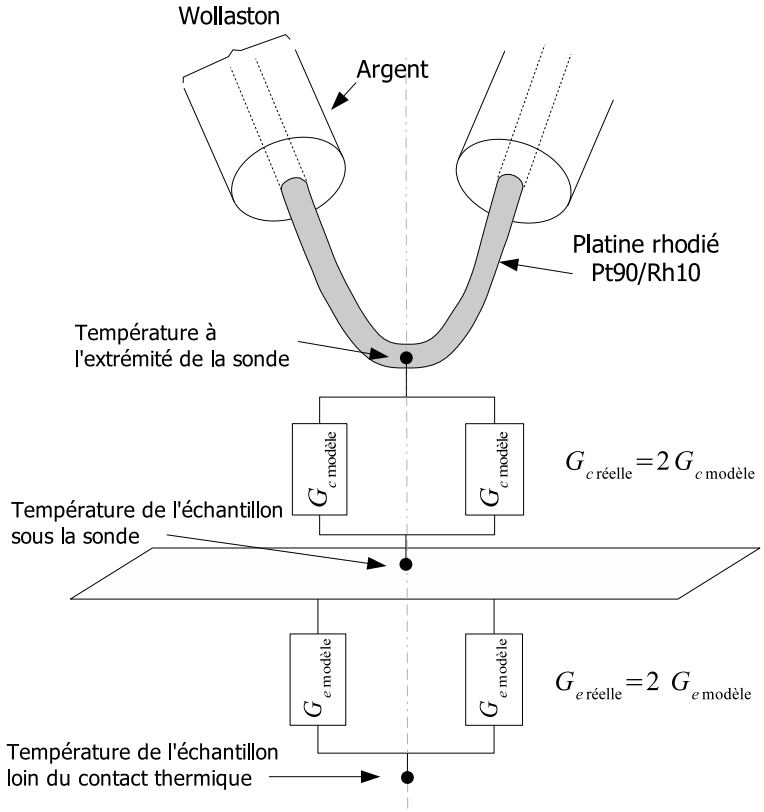



FIG. 4.4 – *Différence entre les conductances thermiques réelles et celles utilisées lors de la modélisation.*

une zone, *a priori* inconnue, à la surface de l'échantillon sur laquelle le transfert thermique s'effectue. Cette surface peut être assimilée à un disque, ce qui permet d'introduire le second paramètre de contact, le rayon, noté $b$. Ces deux paramètres sont explicités sur la figure 4.5.

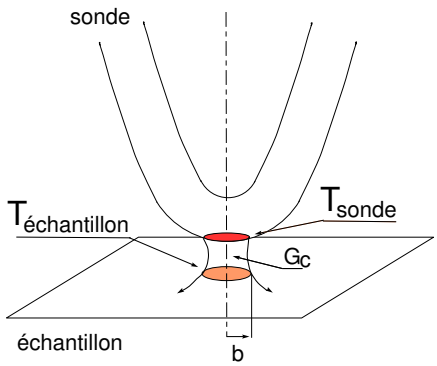



FIG. 4.5 – *Les deux paramètres du contact : la conductance $G_c$ et le rayon de contact thermique $b$.*

### Modélisation de l'échantillon

**Comportement en régime continu** L'échantillon est assimilé à un milieu semi-infini et homogène. Lorsque la sonde vient en contact avec l'échantillon, il s'opère un transfert de chaleur entre les deux corps sur une surface supposée discoïdale. La faible dépendance de la conductance de l'échantillon à la géométrie de la condition limite appliquée (voir annexe A sur la constriction, page 165) justifie cette approximation.

Le paramètre $b$ est relié à la conductance de l'échantillon par les relations de constrictions thermiques dans celui-ci [Gat02] :

$$G_{\mathrm{e}} = kb\lambda_{\mathrm{e}} \tag{4.3}$$

où $\lambda_{\mathrm{e}}$ est la conductivité thermique de l'échantillon et $k$ un facteur de proportionnalité qui dépend des conditions aux limites :

| Cas étudié | $k$ |
|---|---|
| Condition limite en température | 2 |
| Condition limite en flux | $\frac{3\pi^2}{16}$ |
| Approximation sphérique | $\pi$ |

**Comportement en régime alternatif** Pour définir correctement le modèle thermique de sonde en contact, il est nécessaire de connaître le comportement des échantillons lorsque la sonde va leur appliquer une température très localisée.

Nous pouvons calculer la réponse de l'échantillon à une température imposée sinusoïdale sur un hémisphère de rayon $b$. Le temps caractéristique s'écrit $\frac{b^2}{\pi a_e}$ (voir page 78). Cette expression montre qu'il existe une fréquence caractéristique en-deçà de laquelle le matériau se comporte comme en régime stationnaire : $f_c = \frac{\pi a_e}{b^2}$. Le rayon de contact est estimé à 1 000 nm, ce qui permet d'estimer cette fréquence de coupure connaissant la diffusivité thermique de l'échantillon :

| Échantillon | $a_e$ en m$^2$.s$^{-1}$ | $f_c$ en Hz | $f_{\text{générateur}}$ en Hz |
|---|---|---|---|
| Sélénium | $3{,}25.10^{-7}$ | $1{,}02.10^{7}$ | $5{,}10.10^{6}$ |
| Tellure | $2{,}63.10^{-6}$ | $8{,}26.10^{7}$ | $4{,}13.10^{7}$ |
| Thallium | $3{,}05.10^{-5}$ | $9{,}58.10^{7}$ | $4{,}79.10^{7}$ |

Nous pouvons constater sur ces trois échantillons, de diffusivités thermiques différentes, que les fréquences du signal thermique imposé par le générateur, qui opère à $\omega$ quand la sonde répond en $2\omega$, doivent atteindre le mégahertz. Pour des fréquences inférieures à une centaine de kiloHertz, il est alors raisonnable de considérer que la différence de phase entre la réponse de l'échantillon et l'excitation est faible.

### La modélisation de la sonde thermique

La sonde est constituée de deux parties bien distinctes, à savoir le platine rhodié dénudé d'une part et la gaine d'argent d'autre part. Nous allons modéliser tour à tour ces deux éléments.

**Le platine dénudé** Le nombre de Biot de la sonde de diamètre $D_s$ est égal au rapport du flux convecté, caractérisé par un coefficient d'échange $h$, et du flux radial conduit, caractérisé par une conductivité thermique $\lambda_s$, dont l'expression $B_i = \dfrac{hD_s}{4\lambda_s}$ amène à la valeur de $\sim 3^{-5}$. Nettement inférieur à l'unité, ce nombre de Biot prouve l'isothermie d'une section de la sonde. La sonde a donc été traitée comme un fil chaud de section isotherme.

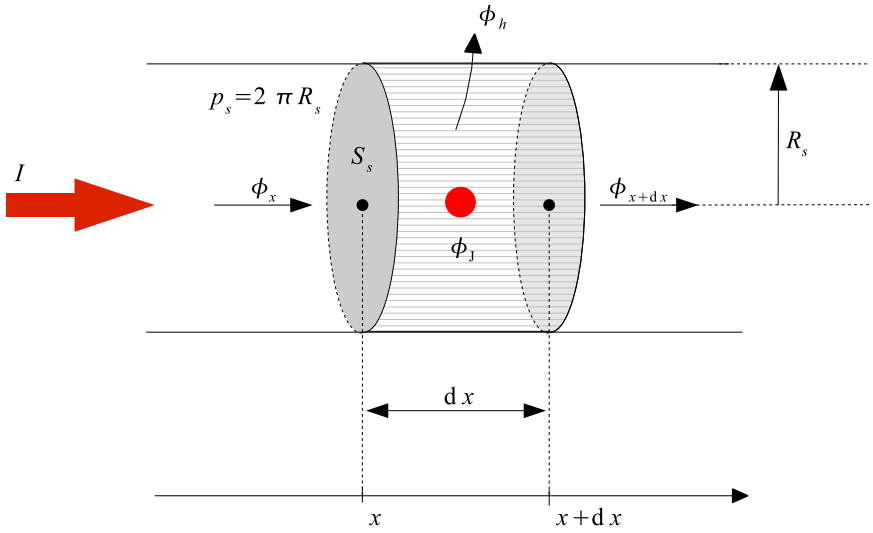



FIG. 4.6 – *Bilan de flux sur un élément de sonde.*

Nous admettons de plus que l'intensité circulant dans la sonde est uniforme sur une section. Le bilan de flux sur un élément de sonde d$x$ de résistivité électrique $\rho_e$, de conductivité thermique $\lambda_s$, de densité $\rho_s$, de capacité calorifique $C_{ps}$, de section $S_s$ et de périmètre $p_s$, parcouru par une intensité $I$, mettant en jeu les flux de conduction $\Phi_x$, $\Phi_{x+dx}$, de convection $\Phi_h$ et le flux électrique (FIG. 4.6) :

$$\Phi_x = -\lambda_s S_s \frac{\partial \theta_s}{\partial x}(x) \tag{4.4}$$

$$\Phi_{x+dx} = -\lambda_s S_s \frac{\partial \theta_s}{\partial x}(x+dx) \tag{4.5}$$

$$\Phi_h = h p_s dx \theta \tag{4.6}$$

$$\Phi_J = \frac{\rho_e dx I^2}{S_s} \tag{4.7}$$

peut s'écrire :

$$\rho_s C_{ps} S_s dx \frac{\partial \theta_s}{\partial t}(x,t) = \Phi_J + \Phi_x - \Phi_{x+dx} - \Phi_h \tag{4.8}$$

$$= \frac{\rho_e dx I^2}{S_s} + \lambda_s S_s \left( \frac{\partial \theta_s}{\partial x}(x+dx) - \frac{\partial \theta_s}{\partial x} \right) - h p_s dx \theta_s \tag{4.9}$$

$$= \frac{\rho_{e0} dx I^2}{S_s} + \left( \frac{\rho_{e0} \alpha I^2}{S_s} - h p_s \right) \theta_s(x,t) dx + \lambda_s S_s \frac{\partial^2 \theta_s}{\partial x^2}(x,t) dx \tag{4.10}$$

où la résistivité électrique de la sonde est une fonction linéaire de la température $\rho_e \equiv \rho_{e0}(1 + \alpha\theta_s)$.

En simplifiant par d$x$ et en faisant apparaître la diffusivité thermique $a_\mathrm{s}$ de la sonde, l'équation générale de la sonde est alors :

$$\frac{1}{a_\mathrm{s}} \cdot \frac{\partial \theta_\mathrm{s}}{\partial t}(x,t) = \frac{\rho_\mathrm{e} I^2}{\lambda_\mathrm{s} S_\mathrm{s}^2} + \left( \frac{\rho_{\mathrm{e}0} \alpha I^2}{\lambda_\mathrm{s} S_\mathrm{s}^2} - \frac{h p_\mathrm{s}}{\lambda_\mathrm{s} S_\mathrm{s}} \right) \theta_\mathrm{s}(x,t) + \frac{\partial^2 \theta_\mathrm{s}}{\partial x^2}(x,t) \tag{4.11}$$

Dans le cas particulier d'un état stationnaire, $\theta_\mathrm{s}(x,t) \equiv \theta_\mathrm{s}(x)$ :

$$\frac{\rho_{\mathrm{e}0} I^2}{\lambda_\mathrm{s} S_\mathrm{s}} + \left( \frac{\rho_{\mathrm{e}0} \alpha I^2}{\lambda_\mathrm{s} S_\mathrm{s}^2} - \frac{h p_\mathrm{s}}{\lambda_\mathrm{s} S_\mathrm{s}} \right) \theta_\mathrm{s}(x) + \frac{\mathrm{d}^2 \theta_\mathrm{s}}{\mathrm{d}x^2}(x) = 0 \tag{4.12}$$

Notons que pour le cas où $I = 0$, cette expression est celle classique de l'ailette thermique.

Dans le cas stationnaire, en considérant la résistivité électrique du platine rhodié constante ($\rho_\mathrm{e} \equiv \rho_{\mathrm{e}0}$) et le flux convectif négligeable, l'expression précédente se simplifie :

$$\frac{\rho_{\mathrm{e}0} I^2}{\lambda_\mathrm{s} S_\mathrm{s}} + \frac{\mathrm{d}^2 \theta}{\mathrm{d}x^2}(x) = 0 \tag{4.13}$$

En ce qui concerne le régime alternatif, si la résistivité thermique $\rho_\mathrm{e}$ est constante (i.e. $\alpha = 0$) et l'intensité circulant dans la sonde s'écrit $I = I_0 \cos \omega t$, la projection de l'équation du fil chaud instationnaire sur la seconde harmonique $2\omega$ amène, en passant en notation complexe l'intensité $I = I_0 \exp(i\omega t)$ et la température $\theta_\mathrm{s}(x) = \overline{\theta_\mathrm{s}} + \theta_{\mathrm{s}2\omega} \exp(2i\omega t + \phi)$, à :

$$\frac{2i\omega}{a_\mathrm{s}} \theta_{\mathrm{s}2\omega} = \frac{\rho_{\mathrm{e}0} I_0^2}{2\lambda_\mathrm{s} S_\mathrm{s}^2} - \frac{h p_\mathrm{s}}{\lambda_\mathrm{s} S_\mathrm{s}} \theta_\mathrm{s} + \frac{\mathrm{d}^2 \theta_{\mathrm{s}2\omega}}{\mathrm{d}x^2} \tag{4.14}$$

**Le fil de Wollaston** Nous assimilerons le fil de Wollaston à un fil homogène d'argent, car la section du platine rhodié représente 0,4 % de la section du Wollaston. De plus, il sera assimilé à un fil semi-infini, ayant une température à l'infini égale à celle de l'ambiante car il est meilleur conducteur d'électricité et de chaleur que le platine rhodié, il constitue un puits thermique. Il sera donc finalement modélisé par une conductance thermique $G_\mathrm{Ag}$ qui pourra être considérée comme infinie.

### Estimation du coefficient de convection autour de la sonde

Nous allons indiquer dans cette partie les formules nécessaires aux calculs de coefficients de convection autour d'un cylindre horizontal.

La plupart des corrélations (Tab. 4.1) relient le nombre de Nusselt $N_u$ au nombre de Rayleigh $R_a$, lui-même produit du nombre de Grashof $G_r$ (rapport entre la poussée d'Archimède et les forces visqueuses) par le nombre de Prandtl $P_r$.

| Nombre de Nusselt | Nombre de Grashof | Nombre de Prandtl | Nombre de Rayleigh |
|---|---|---|---|
| $N_u = \dfrac{hD}{\lambda}$ | $G_r = \dfrac{g\beta\,(T_p - T_a)\,D^3}{\nu^2}$ | $P_r = \dfrac{\nu}{a}$ | $R_a = Gr \cdot Pr$ |

Tab. 4.1 – *Principaux coefficients adimensionnés en convection naturelle*

Dans ces relations, $g$ = 9,81 m.s$^{-2}$ est l'accélération de la pesanteur, $D$ représente le diamètre du fil, $\nu$ la viscosité cinématique du fluide, $a$ la diffusivité thermique du fluide et $\beta$ le coefficient thermique d'expansion volumétrique du fluide :

$$\beta = -\frac{1}{\rho} \cdot \left(\frac{\partial \rho}{\partial T}\right)_P \tag{4.15}$$

Pour un gaz parfait $\beta = \frac{1}{T}$. Toutes les caractéristiques du fluides sont à calculer à la température du film :

$$T_f = \frac{T_p + T_a}{2} \tag{4.16}$$

où l'indice $_f$ renvoit au film entre la paroi et le fluide, $_p$ à la paroi et $_a$ au fluide ambiant. Dans l'ouvrage *Advances in Heat Transfer*, Morgan [Mor75] a rassemblé de très nombreuses corrélations, notamment celles pour des cylindres horizontaux chauffés, transcrites dans le tableau (Tab. 4.2) et dont les résultats sont rassemblés dans la figure (Fig. 4.7).

| Auteurs | D (mm) | Fluide | Formulation |
|---|---|---|---|
| Collis et al. | 0,003<br>0,041 | air | $C = 0{,}675$, $m = 0{,}058$<br>$N_u = C\,R_a^m$ |
| Tsubouchi et al. | 0,0049<br>0,061 | air | $C = 0{,}812$, $m = 0{,}0667$<br>$N_u = C\,R_a^m$ |
| Beckers et al. | 0,025<br>0,66 | air<br>liquide | $C = 0{,}95$, $m = 0{,}08$<br>$N_u = C\,R_a^m$ |
| Kyte et al. | 0,078 | air raréfié<br>gaz | $N_u = \frac{2}{ln(1 + \frac{7{,}07}{R_a^{0{,}37}})}$ |
| Rebrov | 1,31<br>9,9 | air raréfié | $Nu = \left(0{,}98 - 0{,}01 \log\left(R_a\right)^2\right) R_a^x$<br>$x = 0{,}14 + 0{,}0015 \log R_a$ |

Tab. 4.2 – *Corrélations pour un cylindre horizontal*

Ces corrélations ne sont données que pour des régimes d'écoulements auxquels étaient imposées des conditions constantes. Lorsque nous effectuons des expériences en régime modulé, une augmentation du transfert convectif devrait apparaître car la couche limite devient très perturbée. Aucune donnée jusqu'à présent ne nous a permis de déterminer la valeur du coefficient $h$ pour un fil de 5 µm de diamètre avec une température de paroi imposée et sinusoïdale. Il est mentionné dans certains articles [ACMF01] qu'il existe des oscillations possibles autour de cylindres chauffés. Néanmoins, l'ordre de grandeur des fréquences caractéristiques est de quelques $5.10^{-2}$ Hz pour des cylindres de 30 mm de diamètre, on peut donc estimer qu'aux fréquences utilisées, de l'ordre de la dizaine de milliers de hertz, il n'existera pas de phénomènes turbulents cycliques autour de la sonde thermique.

De plus, la sonde n'est pas horizontale : un angle d'environ 60° peut être estimé [Gom99]. Le flux de convection est modifié puisque le transfert thermique entre une molécule d'air et une paroi est d'autant plus efficace que la différence de températures entre les

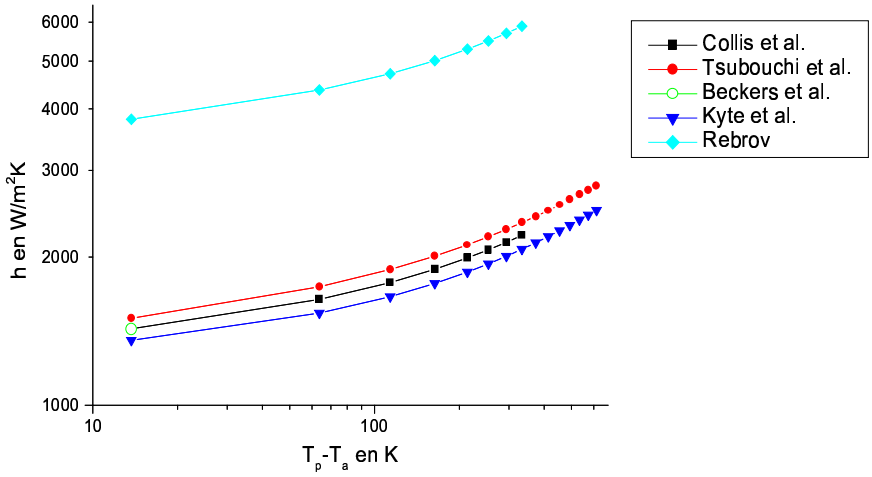



FIG. 4.7 – *Quelques coefficients d'échange issus des corrélations du tableau 4.2*

deux est grande. Cette molécule restant longtemps en contact avec une paroi isotherme, sa température tend de plus en plus à s'équilibrer avec la paroi et le transfert perd de son efficacité. Ce phénomène se produit lorsque l'on étudie un cylindre incliné : le coefficient d'échange convectif diminue. Le nombre de Nusselt s'exprime alors pour un cylindre incliné d'un angle $\alpha$ avec la verticale selon [Mor75]:

$$N_{u\alpha} = N_{u\alpha=0}(\cos\alpha)^{1-3m} \tag{4.17}$$

Le nombre de Nusselt décroît quand $\alpha$ augmente comme indiqué sur la figure 4.8 et atteint à peine 60% de la valeur à $\alpha = 60$ °. L'ordre de grandeur retenu pour le fil de platine rhodié est ici 1 000 W.m$^{-2}$.K$^{-1}$ pour une gamme de température de pointe entre 30°C et 130°C.

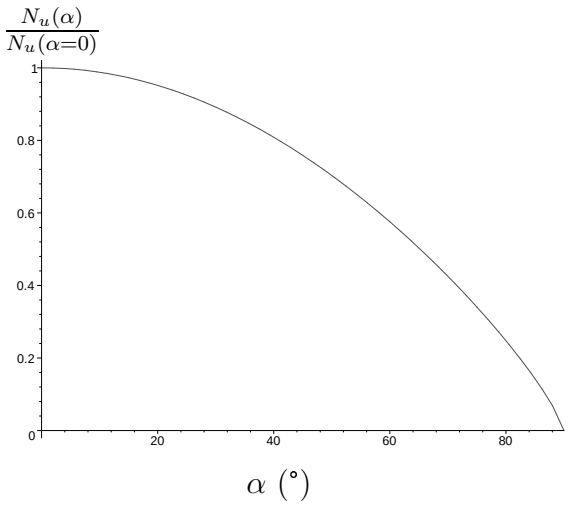



FIG. 4.8 – *Nombre de Nusselt autour d'un cylindre incliné*

**Conclusion** Nous avons à ce point identifié le modèle thermique pertinent de la mesure par microscopie thermique à sonde locale. Le modèle repose sur un fil droit de platine

rhodié (Py90/Rh10) assimilable à une ailette thermique incluant un terme source lié à l'effet Joule et munie de conditions aux limites particulières. Du coté du fil de Wollaston une conductance globale équivalente raccordée à l'ambiante est introduite. Et du coté de l'échantillon, une conductance associée à un rayon, définissant la surface d'échange, modélise le contact thermique. L'échantillon, quant à lui, peut être aussi modélisé selon une conductance raccordée à l'ambiante. Pour valider définitivement ces approximations, une méthode aux volumes finis est implémentée.

## 4.3 Simulation par volumes finis du système pointe échantillon

Nous allons établir une simulation réaliste de l'ensemble pointe-échantillon à l'aide d'une méthode aux volumes finis. Les approximations physiques et numériques sont introduites en premier lieu, puis viennent l'explicitation de la méthode et les résultats commentés.

### 4.3.1 Système thermique simulé

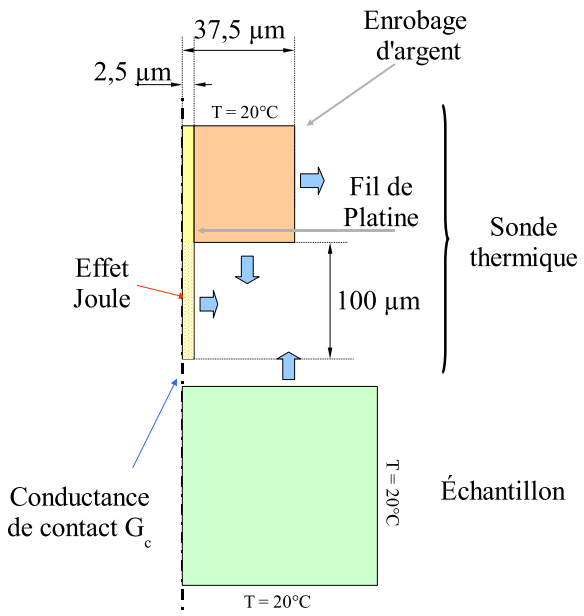



FIG. 4.9 – *Schématisation du modèle thermique utilisé pour les simulations*

La simulation développée dans cette partie a été réalisée en code fortran 95, et s'appuie sur la technique des volumes finis. La géométrie utilisée est similaire à celle étudiée par CALLARD et al. [CTBZ99] : la symétrie planaire du couple formé par la sonde et l'échantillon permet de n'étudier que la moitié du système (FIG. 4.2 et 4.9). En prenant pour hypothèse que l'échange se fait essentiellement par le bout de la pointe, la géométrie résultante est alors cylindrique. La zone de contact thermique au niveau de l'échantillon ne peut pas être un disque en toute rigueur, mais l'expansion des lignes de flux dans un milieu infini est peu sensible à la surface sur laquelle est appliquée la condition limite de température ou de flux. Les surfaces d'échange, qu'elles soient carrées, rondes ou même ovales

conduisent à des conductances équivalentes (voir page 168). Entre la pointe et l'échantillon sont introduits une conductance de contact $G_c$ et un rayon de transfert thermique $b$ par lequel s'effectue le transfert entre la pointe et l'échantillon. La dissipation par effet Joule est négligeable dans le fil de Wollaston, y compris dans la zone de constriction des lignes de courant (annexe E). L'argent est en effet nettement moins résistif que le platine rhodié et la section efficace se réduit significativement au niveau du platine rhodié. Le rapport des densités linéiques de flux dissipées par une intensité parcourant un élément de Wollaston $p_{\mathrm{JAg}}$ et de platine rhodié $p_{\mathrm{Js}}$ est $\frac{p_{\mathrm{JAg}}}{p_{\mathrm{Js}}} = \frac{\rho_{\mathrm{eAg}}}{\rho_{\mathrm{es}}} \cdot \frac{R_{\mathrm{s}}^2}{R_{\mathrm{Ag}}^2} = 3{,}81.10^{-4}$, ce qui laisse présager que le fil de Wollaston ne devrait pas voir sa température trop augmenter.

### 4.3.2 Structure du maillage

La structure du maillage est présentée sur la figure (Fig. 4.10). La géométrie a été traitée comme un seul et même bloc. Le maillage est régulier par blocs et les éléments de volume sont des anneaux.

Dans le cas présenté sur cette figure, le nombre de nœuds est réparti comme suit :

| Segment discrétisé | Nombre de nœuds | Nombre de noeuds sur l'élément |
|---|---|---|
| Rayon de Pt90/Rh10 | 2 | |
| Longueur de Pt90/Rh10 | 81 | 162 |
| Rayon de l'échantillon | 20 | |
| Longueur de l'échantillon | 20 | 400 |
| Rayon du Wollaston | 14 | |
| Longueur du Wollaston | 41 | 574 |

Tab. 4.3 – *Répartition des nœuds du maillage dans la sonde et l'échantillon*

Nous avons gardé un maillage structuré, ce qui explique le nombre important de nœuds pour discrétiser le fil de Wollaston, en effet la maille dépend de la manière dont est discrétisé le fil de platine. En ce qui concerne l'échantillon, nous avons sous-estimé volontairement le nombre de nœuds nécessaires pour prendre en compte la zone d'échange. L'essentiel est de pouvoir effectuer ces calculs de pré-étude sur un ordinateur de bureau et d'avoir des appuis solides pour modéliser le système de manière analytique.

### 4.3.3 Méthode aux volumes finis

Nous avons développé la simulation à l'aide des volumes finis. Nous présentons brièvement la technique. En présence d'une source interne de chaleur volumique $p$, un élément $V$ de solide à l'état stationnaire vérifie l'équation de la chaleur:

$$\operatorname{div} \vec{q} = p \tag{4.18}$$

où $\vec{q}$ est le flux surfacique de chaleur et $p$ la densité volumique de flux.

Cette loi de conservation peut s'intégrer sur ce même élément de volume $V$, limité par surface $S$, donnant, d'après le théorème d'Ostrogradski l'expression :

$$\iiint_V \operatorname{div} \vec{q}\, \mathrm{dV} = \oiint_S \vec{q}\, \mathrm{dS} = pV \tag{4.19}$$

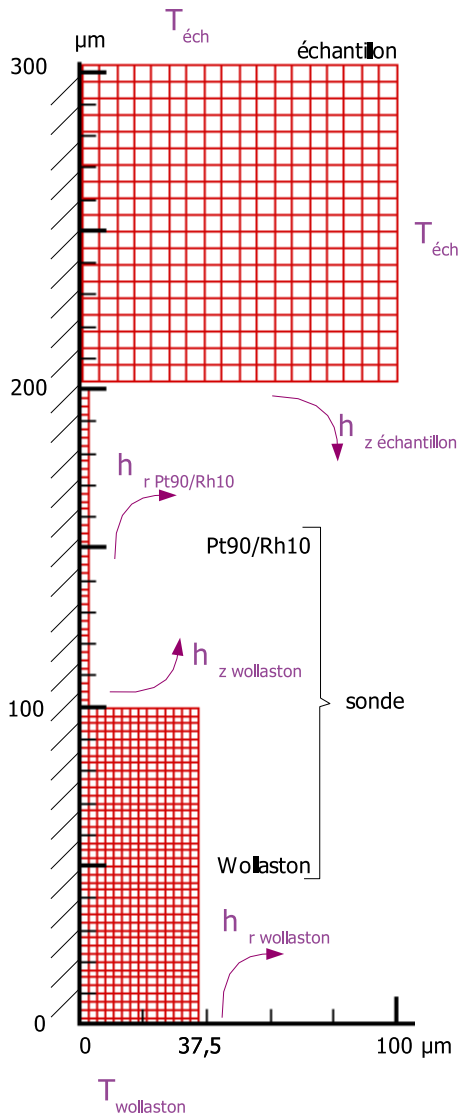



FIG. 4.10 – *Exemple de maillage utilisé pour la simulation numérique avec les conditions aux limites appliquées*

Le principe consiste, pour un élément donné, à effectuer un bilan incluant les flux provenant des différents éléments voisins - le terme de gauche - et de la source interne - le terme de droite. Pour deux exemples d'éléments à géométrie simple, les relations entre les températures des nœuds adjacents sont présentées.

Le premier exemple est celui d'une maille interne à un solide homogène sans condition aux limites (FIG. 4.11). La relation suivante est obtenue selon la configuration de la figure 4.11 :

$$T_{m,n-1} + T_{m,n+1} - 2(1+\xi)T_{m,n} + \frac{1}{2}\frac{2r-\Delta r}{r\xi^2}T_{m-1,n} + \frac{1}{2}\frac{2r+\Delta r}{r\xi^2}T_{m+1,n} + \frac{p\Delta z^2}{\lambda} = 0 \quad (4.20)$$

où $\xi = \dfrac{\Delta r}{\Delta z}$, $\Delta r$ et $\Delta z$ sont les éléments spatiaux de discrétisation, $m$ et $n$ représentent les indices courants du centre de la maille, $\lambda$ est la conductivité thermique dans la maille

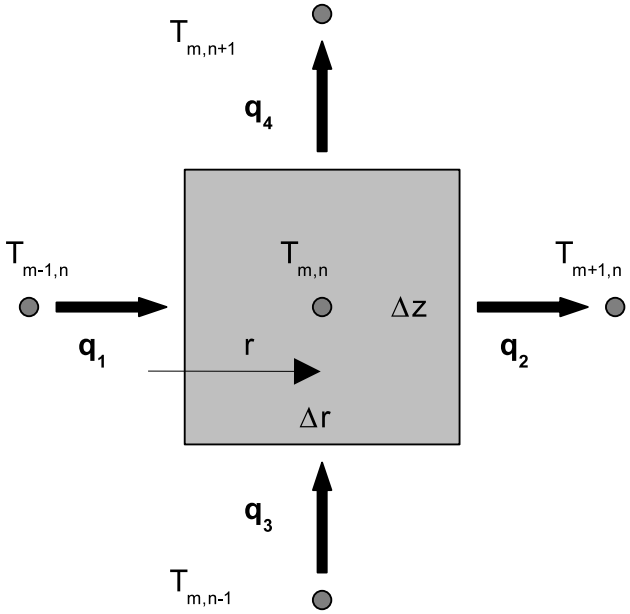



FIG. 4.11 – *Maille élémentaire d'un solide homogène et sans condition aux limites*

et $p$ est la densité volumique de flux.

Le second est une maille d'un milieu homogène dont un bord est en contact avec l'air ambiant, échangeant un flux thermique avec l'air caractérisé par un coefficient de convection $h$. La relation correspondante s'écrit :

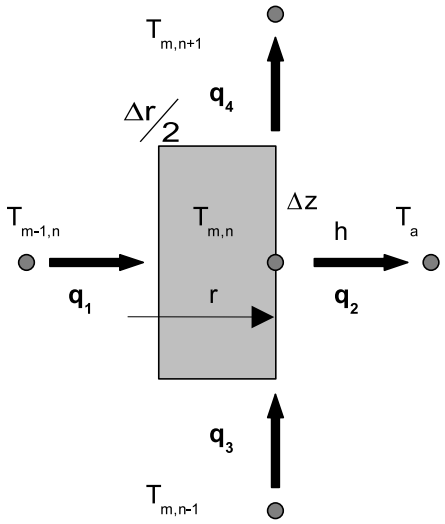



FIG. 4.12 – *Maille élémentaire homogène et condition aux limites de convection*

$$\begin{aligned} T_{m,n-1} + T_{m,n+1} - 2\left(\frac{4r-2\Delta r}{\xi^2(4r-\Delta r)} + 1 - \frac{4hr\Delta r}{\lambda\xi^2(-4r+\Delta r)}\right)T_{m,n} \\ +4\frac{2r-\Delta r}{\xi^2(4r-\Delta r)}T_{m-1,n} + 8\frac{hr\Delta z}{\xi(4r-\Delta r)\lambda}T_a + \frac{p\Delta z^2}{\lambda} = 0 \end{aligned} \tag{4.21}$$

De plus, un schéma numérique totalement implicite a été implémenté, ce qui sous-entend une résolution d'autant d'équations qu'il existe de nœuds dans le maillage :

$$A \cdot \overrightarrow{T} = \overrightarrow{B} \tag{4.22}$$

où $A$ est la matrice issue des relations entre tous les nœuds qui comporte les coefficients des équations algébriques, $\overrightarrow{T} = (T_{1,1} \ldots T_{M_{\max},N_{\max}})$ est le vecteur des températures en chaque nœud, $M_{\max}$ et $N_{\max}$ figurent les valeurs maximales des indices courants désignant chaque nœud, $\overrightarrow{B}$ représente les sources de chaleur et les conditions aux limites. Le nombre total de nœuds étant noté $N$, la taille de la matrice sera $N^2$. Le maillage est régulier mais uniquement par bloc, ce qui provoque l'apparition de diagonales supplémentaires à la première, la sur- et la sous-diagonale. La matrice n'est donc pas tridiagonale, elle est inversée comme une matrice classique par la méthode du pivot de Gauss. Le temps de simulation suivra, par conséquent, une loi croissant comme $N^6$.

### 4.3.4 Détermination des conditions aux limites

Pour choisir les conditions aux limites sur les surfaces de la sonde (section 4.2.2, page 83 et Tab. 4.4), différentes corrélations (Tab. 4.2, page 84) donnent les valeurs des différents coefficients de convection pour le fil de platine rhodié et le fil de Wollaston. De plus, la constriction des lignes de flux dans l'échantillon et le fil de Wollaston (voir annexe page 165) génère une chute de température à une distance d'environ 10 fois le rayon d'application de la condition limite [Gat02]. En effet, lorsqu'une température ou un flux est appliqué localement (disque de rayon $r$) sur un échantillon supposé semi-infini, la décroissance en température au sein de ce matériau est très rapide : à une distance de $10r$ de la zone d'application, la température a diminué de 96 %. Le même phénomène a lieu pour un milieu semi-infini borné tel que le fil de Wollaston.

Des dimensions adéquates pour l'extension latérale de l'échantillon et la longueur du fil de Wollaston ont été établies afin de modéliser thermiquement l'absence de limites.

| Axe de symétrie | Paroi adiabatique |
|---|---|
| Section basse du fil de Wollaston | Température du fil de Wollaston imposée |
| Section radiale du Wollaston | Convection naturelle, $h_{\mathrm{r}_{\mathrm{wollaston}}}$ (W.m$^{-2}$.K$^{-1}$) |
| Section axiale du Wollaston | Convection naturelle, $h_{\mathrm{z}_{\mathrm{wollaston}}}$ (W.m$^{-2}$.K$^{-1}$) |
| Section radiale du Pt90/Rh10 | Convection naturelle, $h_{\mathrm{r}_{\mathrm{pt90/rh10}}}$ (W.m$^{-2}$.K$^{-1}$) |
| Section axiale du Pt90/Rh10 | Conductance de contact, $G_{\mathrm{c}}$ (W.K$^{-1}$) |
| Section axiale de l'échantillon | Convection naturelle, $h_{\mathrm{z}_{\mathrm{chantillon}}}$ (W.m$^{-2}$.K$^{-1}$) |
| Section haute et de droite de l'échantillon | Température imposée |

Tab. 4.4 – *Les différentes conditions aux limites prises en compte dans la simulation en mode DC*

### 4.3.5 Résultats de la méthode aux volumes finis

Cette simulation a permis de confirmer les observations sur les calibrations [Gom99].

| Zone géométrique | Surface d'échange | $h$ (W.m$^{-2}$.K$^{-1}$) |
|---|---|---|
| Platine radial | $2L_{\mathrm{s}}\pi R_{\mathrm{s}}$ | 900 |
| Wollaston : extrémité radiale | $2L_{\mathrm{Ag}}\pi R_{\mathrm{Ag}}$ | 100 |
| Wollaston axial | $\pi R_{\mathrm{Ag}}^2$ | 100 |
| Échantillon radial | $2L_{\mathrm{e}}\pi R_{\mathrm{e}}$ | 100 |
| Échantillon axial | $\pi R_{\mathrm{e}}^2$ | 100 |

TAB. 4.5 – *Coefficients d'échange retenus pour la simulation numérique en mode DC. Les indices* $_{Ag}$, $_{s}$ *et* $_{e}$ *représentent respectivement le fil de Wollaston, la sonde de platine rhodié et l'échantillon.*

### Champs de températures dans la pointe et l'échantillon

Il est possible de visualiser les flux thermiques et les champs de températures dans l'échantillon et la sonde sur la figure 4.13.Pour mieux visualiser les gradients de température dans la sonde, nous avons extrait du champ complet de températures (FIG. 4.13) un profil de températures sur l'axe $r = 0$ (FIG. 4.14). Ce profil montre clairement l'existence de la non-isothermie de la sonde et la présence de forts gradients, notamment dans le fil de Wollaston. Nous pouvons aussi détecter une très forte décroissance de la température aussi bien dans l'échantillon que dans le fil de Wollaston, révélatrice d'une forte expansion des lignes de flux dans ces deux matériaux.

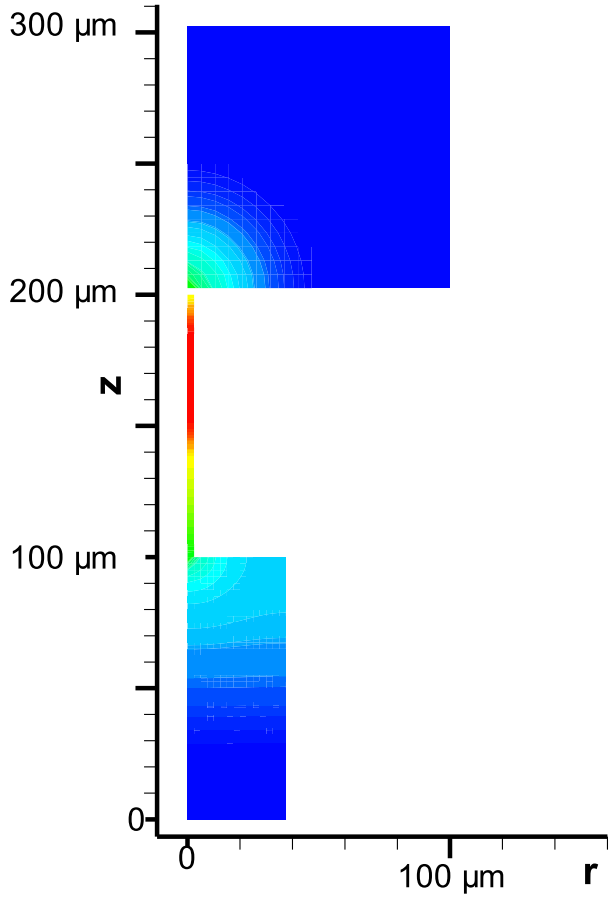



FIG. 4.13 – *Champ de température dans la sonde et l'échantillon (Germanium) pour* $\overline{T_{sonde}} = 112\ °C$ *et* $G_c = 5.10^{-6}\ W/K$

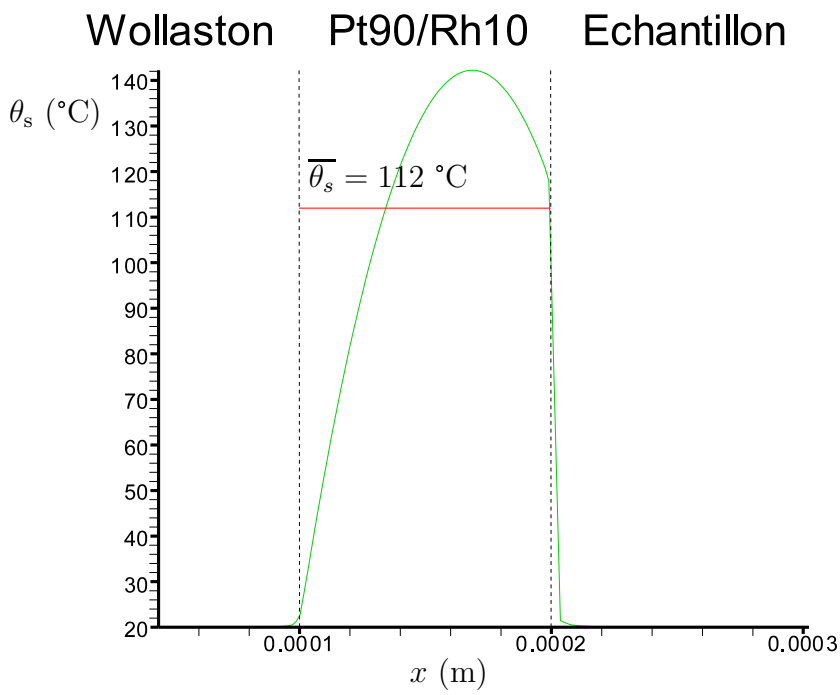



FIG. 4.14 – *Profil de températures sur l'axe* $r = 0$ *pour* $\overline{\theta_s} = 112\ °C$, $G_c = 5.10^{-6}\ W/K$ *et un échantillon de Germanium*

### Bilan de flux sur le système pointe-échantillon

La simulation associée à un échantillon de Germanium nous a permis de calculer précisément les flux thermiques mis en jeu :

| Flux | valeur en W | Rapporté au flux dissipé par effet Joule |
|---|---|---|
| dissipé par effet Joule | $3{,}183.10^{-3}$ | 1 |
| du Pt90/Rh10 vers le fil de Wollaston | $2{,}104.10^{-3}$ | 0,66 |
| du Pt90/Rh10 vers l'échantillon | $9{,}489.10^{-4}$ | 0,30 |
| convecté sur le Pt90/Rh10 | $1{,}300.10^{-4}$ | 0,04 |
| rayonné par le Pt90/Rh10 | $2{,}178.10^{-7}$ | - |
| Bilan de flux sur le Pt90/Rh10 | $1{,}736.10^{-7}$ | - |

TAB. 4.6 – *Calculs des flux thermiques issus du fil d'alliage Pt90/Rh10 sur un échantillon de germanium pour une intensité circulant dans la sonde de* 50 *mA*

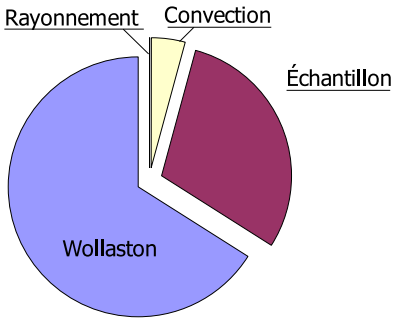



FIG. 4.15 – *Proportion des flux perdus par le fil d'alliage Pt90/Rh10.*

Ainsi, 66 % du flux est évacué vers le fil de Wollaston. Mais seul 30 % est évacué vers l'échantillon et représente la mesure comme l'indique la figure 4.15. Néanmoins, cette proportion dépend de la valeur de la conductance de contact $G_c$ et de la conductivité thermique de l'échantillon à travers sa conductivité thermique et le rayon de contact (FIG. 4.16). Pour de grandes conductivités, l'augmentation de $G_c$ conduit à une symétrisation du modèle thermique, rendant alors les flux perdus dans le fil de Wollaston et dans l'échantillon égaux.

Le bilan de flux (TAB. 4.6 et FIG. 4.15) permet, en outre, de constater que la convection joue un rôle marginal dans le bilan des flux thermiques du fil d'alliage Pt90/Rh10 avec un poids de 4 % du flux dissipé par effet Joule, de même que le calcul a posteriori d'une émission radiative maximale, $\epsilon = 1$, dans le milieu ambiant donne un résultat de l'ordre du millième de flux dissipé par effet Joule.

Le bilan des flux thermiques en fonction de la conductivité thermique de l'échantillon et de la conductance de contact fait apparaître plusieurs conclusions : premièrement, le flux évacué dans l'échantillon n'est pas proportionnel à sa conductivité thermique, mais il atteint un palier pour des conductivités thermiques supérieures à 10 $W.m^{-1}.K^{-1}$. La valeur de ce palier dépend de la conductance de contact. Lorsque l'échantillon est bon

conducteur de la chaleur, sa résistance thermique est inférieure à la résistance thermique de contact : la résistance à l'extrémité de la sonde est égale à celle de contact. Le flux transféré vers l'échantillon devient alors indépendant de sa conductivité thermique. Deuxièmement, lorsque la conductivité thermique de l'échantillon diminue, les flux évacués vers le fil de Wollaston et l'argent convergent respectivement vers le flux dissipé par effet Joule et vers 0, quelle que soit la conductance de contact, signifiant ainsi que la condition limite en bout de pointe devient adiabatique.

Par comparaison avec de précédents travaux [Gom99], le flux transféré dans le fil de Wollaston reste supérieur au flux perdu dans l'échantillon quelle que soit la conductivité thermique de ce dernier. De plus, le flux convecté apparaît ici moitié moindre.

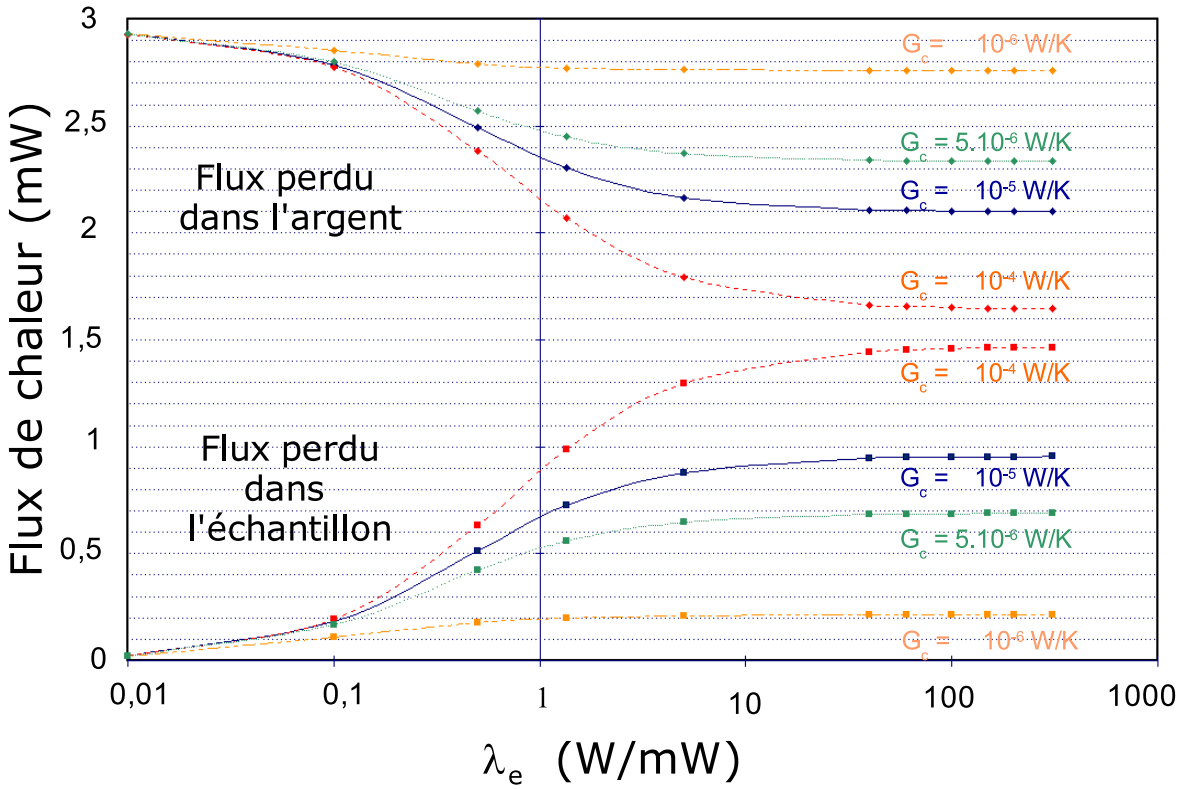



FIG. 4.16 – *Flux transféré dans le fil de Wollaston* $\Phi_{Ag}$ *et l'échantillon* $\Phi_e$ *en fonction de la conductivité thermique* $\lambda_e$ *de l'échantillon et de la conductance de contact* $G_c$.

### Influence des paramètres

La sensibilité à la géométrie et aux différents maillages est reportée dans le tableau 4.7.

Afin de valider nos approximations sur les conditions aux limites, le cas de référence décrit dans les figures 4.9 et 4.10 a été recalculé en doublant toutes les dimensions. Les variations observées sont minimes : 0,04 % pour le flux perdu dans l'échantillon, et 0,08 % pour celui convecté.

| flux en W | référence | $2L_{\mathrm{Ag}}$ $2L_{\mathrm{e}}$ | | 483 nœuds dans le Pt90/Rh10 | | 900 nœuds dans l'échantillon | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Wollaston | $2{,}104.10^{-3}$ | $2{,}104.10^{-3}$ | - | $2{,}103.10^{-3}$ | 0,05 % | $2{,}107.10^{-3}$ | 0,14 % |
| Échantillon | $9{,}489.10^{-4}$ | $9{,}493.10^{-4}$ | 0,04 % | $9{,}497.10^{-4}$ | 0,08 % | $9{,}454.10^{-4}$ | 0,37 % |
| Convection | $1{,}300.10^{-4}$ | $1{,}301.10^{-4}$ | 0,07 % | $1{,}309.10^{-4}$ | 0,70 % | $1{,}304.10^{-4}$ | 0,31 % |

TAB. 4.7 – *Influence de divers paramètres sur les flux échangés par la sonde,* $\overline{\theta_s} = 112°C$

Le nombre de nœuds de calculs dans chaque élément a été modifié afin de déceler une variation et donc une sensibilité significative au maillage. Le passage de 2 à 3 nœuds sur la discrétisation radiale et de 81 à 161 nœuds sur la discrétisation longitudinale du platine ne provoque pas de réelles modifications : à peine 0,70 % sur le flux convecté. Nous rappelons ici que le fait de faire varier la taille de la maille dans le platine fait naturellement varier celle du fil de Wollaston dans les mêmes proportions puisque le maillage est régulier dans la sonde. De même, le passage de 400 ($20 \times 20$) à 900 ($30 \times 30$) nœuds dans l'échantillon ne génère pas de modifications au niveau des valeurs de flux justifiant ce surcoût de mémoire.

### 4.3.6 Conclusion

Cette simulation numérique de l'ensemble pointe échantillon a permis de vérifier que la pointe n'est **pas isotherme**. La sonde n'est pas assez longue pour que le profil de température devienne uniforme sur la majeure partie de la sonde (FIG. 2.28). L'introduction d'une conductance thermique de contact $G_{\mathrm{c}}$ met aussi en défaut la calibration conventionnelle postulant la linéarité du flux transmis dans l'échantillon en fonction de sa conductivité thermique.

Le maillage aurait pu être optimisé, notamment en considérant une zone beaucoup plus réduite de l'échantillon, ceci aurait permis de traiter une zone de contact thermique correspondant à un rayon de contact plus réaliste. Par ailleurs, il apparaît que nous avons fait une erreur que nous avons repérée tardivement, lors du traitement des échantillons. En effet, le fait de considérer des anneaux comme maille élémentaire, nous a fait réaliser, non pas l'étude d'une demi-sonde au-dessus d'un demi-échantillon, mais une demi-sonde sur un échantillon **entier**. Les comportements thermiques de la sonde restent tout de même bons, même si l'échantillon n'est pas traité de manière rigoureuse. En ce qui concerne la validité des résultats, il apparaît clairement que la conductance de l'échantillon s'en est retrouvée augmentée d'un facteur deux : les résultats sont valables, à condition de prendre en compte que la conductance de l'échantillon est virtuellement doublée, en considérant que, soit la conductivité thermique des échantillons, soit la zone de contact thermique, sont deux fois trop faibles.

## 4.4 Modèle analytique

### 4.4.1 Introduction

Les résultats de la simulation ont permis d'envisager un modèle analytique simple. En effet, cette simulation a confirmé que le flux de chaleur convecté est faible par rapport aux divers flux perdus par la sonde, de plus il est apparu qu'un modèle sphérique représentait correctement la conduction dans l'échantillon.

Nous avons donc établi une relation compacte et analytique de calibration reliant le signal mesuré qu'est la tension aux bornes de la sonde à la conductivité thermique de l'échantillon.

Notre modèle analytique se révélera plus flexible que la simulation pour étudier les sensibilités et inverser le problème de manière à identifier la conductivité thermique d'un échantillon après avoir effectué des mesures.

### 4.4.2 Simplification du modèle d'ailette pour la sonde

#### Objectif

Souhaitant aboutir à un modèle analytique compact, nous allons montré que l'équation d'ailette peut être simplifiée considérablement par l'introduction d'un courant effectif.

#### Mise en équation et simplifications

Avant de traiter le système sonde-échantillon de manière analytique, le cas d'une ailette de conductivité thermique $\lambda$, de section $S$ et de longueur $L_\mathrm{s}$, dont les températures à ses extrémités sont fixées $T_{x=0} = T_a$ et $T_{x=L_\mathrm{s}} = T_a$ par deux puits thermiques, et parcourue par une intensité $I$ (Fig. 4.17) est traité de façon à démontrer la validité des simplifications faites sur l'équation d'ailette. Nous allons montrer l'influence de la

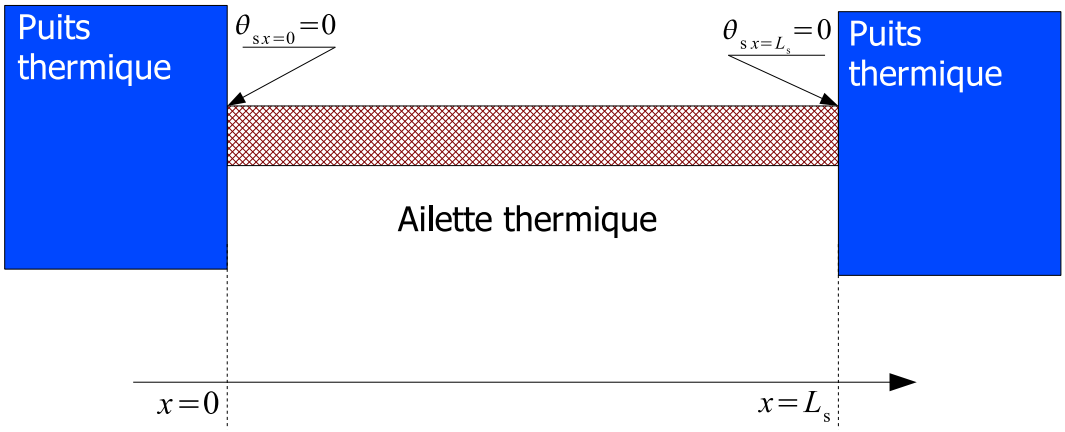



Fig. 4.17 – *Schématisation du problème simple d'une ailette thermique comprise entre deux puits thermiques*

convection, caractérisée par un coefficient d'échange $h$ et de la dépendance en température de la résistivité $\rho_\mathrm{e} = \rho_{\mathrm{e}0}(1+\alpha(T-T_a))$. L'équation générale de l'ailette pour ce problème

porte sur la température relative $\theta = T - T_a$ qui est classiquement une équation aux dérivées partielles du deuxième ordre en espace.

$$\frac{\partial^2\theta(x)}{\partial x^2} - \frac{hp\theta(x)}{\lambda S} + \frac{\rho_{\mathrm{e}} I_o^2}{\lambda S^2}(1 + \alpha\theta(x)) = 0 \tag{4.23}$$

L'équation (4.23) peut s'écrire plus simplement sous la forme (4.24) pour faire apparaître le facteur regroupant le terme convectif et la dépendance en température de la résistivité.

$$\frac{\partial^2\theta}{\partial x^2} + \left(\frac{\alpha\rho_{\mathrm{e0}} I^2}{\lambda S^2} - \frac{hp}{\lambda S}\right)\theta + \frac{\rho_{\mathrm{e0}} I^2}{\lambda S^2} = 0 \tag{4.24}$$

On note $m = \sqrt{\frac{\alpha\rho_{\mathrm{e0}} I^2}{\lambda S^2} - \frac{hp}{\lambda S}}$ et $m' = \sqrt{\frac{hp}{\lambda S} - \frac{\alpha\rho_{\mathrm{e0}} I^2}{\lambda S^2}}$, car la résolution de cette équation dépend du signe de $m^2$.

- Si $h = 0$ et $\alpha = 0$, ou si $\frac{\alpha\rho_{\mathrm{e0}} I^2}{\lambda S^2} = \frac{hp}{\lambda S}$, l'équation (4.23) se simplifie et permet d'obtenir une solution sous la forme d'une parabole :

  $$\theta(x) = -\frac{\rho_{\mathrm{e0}} I^2}{2\lambda S^2}x^2 + C_1 x + C_2 \tag{4.25}$$

  où $C_1$ et $C_2$ sont deux constantes qui dépendent des conditions aux limites.
  En particulier, avec $\theta(x = 0) = \theta(x = L_{\mathrm{s}}) = 0$ :

  $$\theta(x) = \frac{-\rho_{\mathrm{e0}} I^2}{2\lambda S^2}x(L_{\mathrm{s}} - x) \tag{4.26}$$

  Ce cas représente donc soit l'annulation simultanée de la convection et de la dépendance de la résistivité électrique à la température, soit un cas particulier de comportement de la sonde, pour lequel une intensité particulière $I_c$ la traverse. L'intensité $I_c$ s'exprime de la façon suivante :

  $$I_c = \sqrt{\frac{hpS}{\alpha\rho_{\mathrm{e0}}}} \tag{4.27}$$

  qui vaut, pour une sonde telle que celle que nous utilisons, environ 30 mA. Pour cette valeur de courant, la perte de flux par convection est compensée par l'augmentation de la puissance dégagée par effet Joule due à l'augmentation de la résistivité électrique.
- Si $\frac{\alpha\rho_{\mathrm{e0}} I^2}{\lambda S^2} - \frac{hp}{\lambda S} > 0$, la résolution s'effectue avec des fonctions circulaires :

  $$\theta(x) = C_1\cos(mx) + C_2\sin(mx) - \frac{\rho_{\mathrm{e0}} I^2}{\lambda S^2 m^2} \tag{4.28}$$

  donnant avec les conditions aux limites nulles :

  $$\theta(x) = \frac{\rho_{\mathrm{e0}} I^2}{\lambda S m^2}\left(\cos(mx) + \frac{1 - \cos(mL)}{\sin(mL)}\sin(mx) - 1\right) \tag{4.29}$$

  Pour des intensités supérieures à $I_c$, cette expression correspond donc au champ de température dans l'ailette. Ce cas s'applique notamment lorsqu'est uniquement négligée la convection.

– Si $\dfrac{\alpha\rho_{e0}I^2}{\lambda S^2} - \dfrac{hp}{\lambda S} < 0$, la résolution s'effectue à l'aide de fonctions hyperboliques :

$$\theta(x) = C_1\cosh(m'x) + C_2\sinh(m'x) + \frac{\rho_{e0}I^2}{\lambda S^2 m'^2} \tag{4.30}$$

dont les constantes $C_1$ et $C_2$ se calculent avec les conditions aux limites :

$$\theta(x) = \frac{\rho_{e0}I^2}{\lambda S^2 m'^2}\left(1 - \cosh(m'x) - \frac{1-\cosh(m'L)}{\sinh(m'L)}\sinh(m'x)\right) \tag{4.31}$$

**Traitements exacts et simplifiés de l'équation d'ailette thermique**

Lorsque la sonde thermique se déplace sur un échantillon non homogène, le flux thermique perdu dans la sonde dépend à la fois de la topologie de la surface, mais aussi de la conductivité thermique du matériau. Le paramètre permettant d'assurer une température de sonde constante est l'intensité $I$ qui la parcourt, comme il l'a été mentionné lors de l'exposé du mode *contraste de conductivité* (section 3.2.2). Nous avons donc fixé une température moyenne de référence et fait varier l'intensité dans trois sondes thermiques, soumises à deux puits thermiques installés à leurs extrémités. Le premier traitement s'effectue sans approximation sur l'équation (4.24) et il sera notre référence, le deuxième considère que la convection est négligeable ($h = 0$) et le troisième que la convection ainsi que la dépendance à la résistivité sont négligeables ($h = 0$ et $\alpha = 0$).

La température moyenne de la sonde est fixée à $\bar{\theta} = 27{,}3$ °C. Les résultats sont regroupés dans le tableau (Tab. 4.8) et sur la figure (Fig. 4.18). Nous pouvons constater que la plus forte hypothèse simplificatrice (cas 3) n'a pas plus de 2,5 % d'influence sur le calcul de l'intensité qui parcourt la sonde. L'écart entre les profils longitudinaux de températures (Fig. 4.18) dans les différents cas ne sont pas supérieurs à 0,1 °C, ce qui permet de nous assurer de la cohérence du calcul des intensités. Le profil de températures dans la sonde sera donc assimilé à une parabole.

| | Cas 1 référence $h = 1\,000$ W.m$^{-1}$.K$^{-1}$ | Cas 2 $h = 0$ et $\alpha \neq 0$ | | Cas 3 $h = 0$ et $\alpha = 0$ ou $I \equiv I_c$ | |
|---|---|---|---|---|---|
| Intensité en mA | 48,76 | 47,94 | 1,68 % | 50,00 | 2,5 % |
| Flux dissipée par effet Joule en mW | 2,30 | 2,22 | 3,35 % | 2,42 | 5,2 % |
| Flux convecté en mW | $7{,}43.10^{-2}$ | - | - | - | - |
| Température maximale en °C | 41,01 | 40,96 | 0,2 % | 41,05 | 0,1 % |

Tab. 4.8 – *Récapitulatif des trois cas de traitement de l'équation (4.24) suivant les termes négligés.*

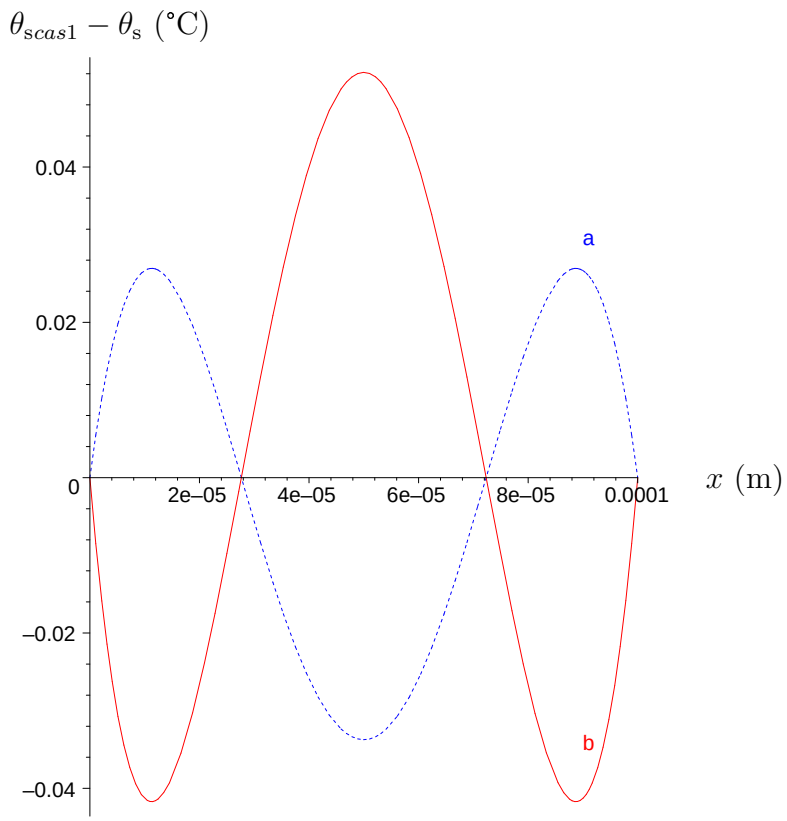



FIG. 4.18 – *Différence de température par rapport à la référence (cas 1) en fonction de la coordonnée d'espace $x$. Les courbes a et b représentent respectivement le cas 2 et le cas 3 pour $L_s = 100$ µ$m$*

### 4.4.3 Modélisation de la sonde en contact avec un échantillon

Le modèle, utilisé en mode DC (Fig. 4.19), utilise les considérations précédentes concernant l'influence de la convection et de la dépendance de la résistivité thermique à la température pour négliger ces deux effets. L'intensité circulant dans la sonde dans les résultats de notre modèle sera une intensité effective, qui sera différente d'à peine 3 % de l'intensité réelle.

L'échantillon sera traité comme un matériau de conductivité thermique $\lambda_e$ à symétrie sphérique. Comme nous l'avons déjà fait remarquer, cette hypothèse contribue à augmenter la conductance de l'échantillon en négligeant la courbure des lignes de flux à proximité du contact, mais constitue toutefois une bonne approximation.

Le fil de Wollaston sera modélisé par une conductance équivalente $G_{Ag}$ dont la valeur peut être approchée par $G_{Ag} = \dfrac{4\lambda_{Ag}R_s}{\left(1 - 1{,}41\frac{R_s}{R_{Ag}}\right)}$, valant environ $5.10^{-3}$ W.K$^{-1}$ comme il l'est indiqué dans le tableau A.1 de l'annexe de la page 167.

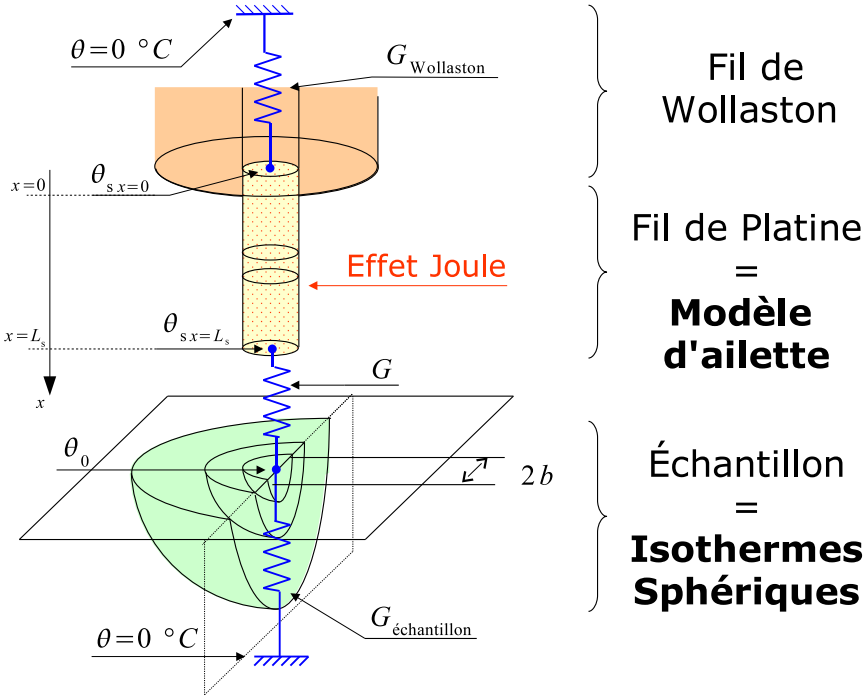



Fig. 4.19 – *Modèle thermique utilisé pour la résolution analytique*

Nous allons résoudre l'équation (4.23) de manière exacte et approchée, ce qui nous permettra de mettre en évidence les carences des méthodes de mesures usuelles.

### 4.4.4 Résolution analytique du problème thermique

La sonde est donc modélisée comme un fil chaud traversé par un courant $I$, de conductivité thermique $\lambda_s$, de résistivité électrique $\rho_e$ constante, de section $S_s$ et de longueur $L_s$

et sans convection.

$$\theta_{\mathrm{s}}(x) = -\frac{\rho_{\mathrm{e}} I^2}{2\lambda_{\mathrm{s}} S_{\mathrm{s}}^2} x^2 + Ax + B \tag{4.32}$$

où $A$ et $B$ sont deux constantes qui dépendent des conditions aux limites. À l'extrémité $x = 0$ (coté Wollaston) est imposée une condition sur le flux pour tenir compte du fil de Wollaston :

$$\Phi_{\mathrm{Ag}} = \lambda_{\mathrm{s}} S_{\mathrm{s}} \left.\frac{\mathrm{d}\theta_{\mathrm{s}}}{\mathrm{d}x}\right)_{x=0} = G_{\mathrm{Ag}} \theta_{\mathrm{s}}(x=0) = \lambda_{\mathrm{s}} S_{\mathrm{s}} A \tag{4.33}$$

Une condition de température sur une petite sphère de rayon $b$ est imposée sur l'échantillon décrivant une géométrie à symétrie sphérique. La résolution de l'équation de la chaleur conduit à un champ de température en $1/r$ :

$$\theta_{\mathrm{e}}(r) = \frac{\theta_0 b}{r} \tag{4.34}$$

Pour terminer cette modélisation, le contact thermique entre la sonde et l'échantillon est assuré par une conductance de contact $G_{\mathrm{c}}$ qui relie les températures $\theta_{\mathrm{s}}(x = L_{\mathrm{s}})$ et $\theta_0$.

$$\Phi_{\mathrm{e}} = \pi b \lambda_{\mathrm{e}} = -\lambda_{\mathrm{s}} S_{\mathrm{s}} \left.\frac{\mathrm{d}\theta_{\mathrm{s}}}{\mathrm{d}x}\right)_{x=L_{\mathrm{s}}} = G_{\mathrm{c}} \left(\theta_{\mathrm{s}}(x = L_{\mathrm{s}}) - \theta_0\right) \tag{4.35}$$

La résolution de ce système d'équations permet d'identifier plusieurs termes caractéristiques, en particulier, $P_{\mathrm{J}} = \dfrac{\rho_{\mathrm{e}} L_{\mathrm{s}} I^2}{S_{\mathrm{s}}}$, le flux dissipé par effet Joule dans la sonde et $G_{\mathrm{s}} = \dfrac{\lambda_{\mathrm{s}} S_{\mathrm{s}}}{L_{\mathrm{s}}}$, la conductance du fil de platine rhodié.

Le champ de température dans la sonde s'exprime alors en fonction des différents paramètres donnés précédemment, et notamment en fonction de $b$, $G_{\mathrm{c}}$ et $\lambda_{\mathrm{s}}$ :

$$\theta_{\mathrm{s}}(x) = -\frac{P_{\mathrm{J}} x^2}{2 G_{\mathrm{s}} L_{\mathrm{s}}^2} + \frac{P_{\mathrm{J}} G_{\mathrm{Ag}}}{2} \cdot \frac{2 G_{\mathrm{s}} \lambda_{\mathrm{e}} \pi b + G_{\mathrm{c}} \lambda_{\mathrm{e}} \pi b + 2 G_{\mathrm{c}} G_{\mathrm{s}} \left(x + \frac{G_{\mathrm{s}} L_{\mathrm{s}}}{G_{\mathrm{Ag}}}\right)}{G_{\mathrm{s}} L_{\mathrm{s}} (G_{\mathrm{s}} G_{\mathrm{Ag}} \lambda_{\mathrm{e}} \pi b + G_{\mathrm{c}} G_{\mathrm{Ag}} \lambda_{\mathrm{e}} \pi b + G_{\mathrm{c}} G_{\mathrm{s}} \lambda_{\mathrm{e}} \pi b + G_{\mathrm{c}} G_{\mathrm{s}} G_{\mathrm{Ag}})} \tag{4.36}$$

Les expressions déduites de l'équation (4.36) peuvent être simplifiées en tenant compte des valeurs des conductances $G_{\mathrm{Ag}}$ et de $G_{\mathrm{s}}$. En effet, une approximation de $G_{\mathrm{Ag}}$ conduit à une valeur d'environ $5.10^{-3}$ W.K$^{-1}$. La conductance de la sonde $G_{\mathrm{s}} = \frac{\lambda_{\mathrm{s}} S_{\mathrm{s}}}{L_{\mathrm{s}}}$ vaut $7{,}46.10^{-6}$ W.K$^{-1}$ et est très inférieure à $G_{\mathrm{Ag}}$.

Les expressions simplifiées du flux transféré dans l'échantillon $\Phi_{\mathrm{e}}$, dans le fil de Wollaston $\Phi_{\mathrm{Ag}}$ et de la température moyenne de la sonde $\overline{\theta_{\mathrm{s}}}$ peuvent être déduites :

$$\Phi_{\mathrm{Ag}} = \frac{P_{\mathrm{J}}}{2} \cdot \frac{2 G_{\mathrm{s}} \lambda_{\mathrm{e}} \pi b + G_{\mathrm{c}} \lambda_{\mathrm{e}} \pi b + 2 G_{\mathrm{c}} G_{\mathrm{s}}}{G_{\mathrm{s}} \lambda_{\mathrm{e}} \pi b + G_{\mathrm{c}} \lambda_{\mathrm{e}} \pi b + G_{\mathrm{c}} G_{\mathrm{s}}} \tag{4.37}$$

$$\Phi_{\mathrm{e}} = \frac{P_{\mathrm{J}}}{2} \cdot \frac{G_{\mathrm{c}} \lambda_{\mathrm{e}} \pi b}{G_{\mathrm{s}} \lambda_{\mathrm{e}} \pi b + G_{\mathrm{c}} \lambda_{\mathrm{e}} \pi b + G_{\mathrm{c}} G_{\mathrm{s}}} \tag{4.38}$$

$$\overline{\theta_{\mathrm{s}}} = \frac{P_{\mathrm{J}}}{12 G_{\mathrm{s}}} \cdot \frac{4 G_{\mathrm{s}} + G_{\mathrm{c}} + \frac{4 G_{\mathrm{c}} G_{\mathrm{s}}}{\lambda_{\mathrm{e}} \pi b}}{G_{\mathrm{s}} + G_{\mathrm{c}} + \frac{G_{\mathrm{c}} G_{\mathrm{s}}}{\lambda_{\mathrm{e}} \pi b}} \tag{4.39}$$

Cette dernière température est celle à laquelle la résistance électrique moyenne de la sonde est sensible. Cependant, la grandeur réellement mesurée est la puissance injectée dans la sonde. Comment les grandeurs de température et de puissance sont-elles liées ?

## 4.5 Exploitation du modèle analytique

### 4.5.1 Que mesure-t-on ?

Lors d'une prise de mesure, le paramètre déterminant est l'intensité qui circule dans la sonde. Pour une sonde maintenue à la température moyenne $\overline{\theta_\mathrm{s}}$, le carré de l'intensité vaut en développant $P_\mathrm{J}$ dans l'équation (4.39) :

$$I^2 = 12\frac{G_\mathrm{s}S_\mathrm{s}(G_\mathrm{c}\lambda_\mathrm{e}\pi b + G_\mathrm{s}\lambda_\mathrm{e}\pi b + G_\mathrm{c}G_\mathrm{s})}{\rho_\mathrm{e}L_\mathrm{s}(G_\mathrm{c}\lambda_\mathrm{e}\pi b + 4G_\mathrm{s}\lambda_\mathrm{e}\pi b + 4G_\mathrm{c}G_\mathrm{s})} \cdot \overline{\theta_\mathrm{s}} \tag{4.40}$$

Cette expression rend possible la modélisation des mesures effectuées avec la sonde thermique. Elle permet d'exprimer aisément le rapport du flux total dissipé par effet Joule $P_\mathrm{J}$, lorsque la sonde est en contact avec l'échantillon, et le flux effectivement perdu dans l'échantillon $\Phi_\mathrm{e}$ selon l'équation 4.38.

La mesure s'effectue en soustrayant le flux dissipé par effet Joule hors contact $P_\mathrm{J\,hc} \propto I^2_{G_\mathrm{c}=0}$ à celui en contact $P_\mathrm{J\,ec} \propto I^2$. Le rapport de la puissance dissipée par effet Joule $P_\mathrm{J\,ec} - P_\mathrm{J\,hc}$ sur le flux perdu dans l'échantillon $\Phi_\mathrm{e}$ fait apparaître un rapport 3/2 en combinant les expressions (4.40) et (4.38).

$$\frac{P_\mathrm{J\,ec} - P_\mathrm{J\,hc}}{\Phi_\mathrm{e}} = \frac{\rho_\mathrm{e}L_\mathrm{s}}{S_\mathrm{s}} \cdot \frac{I^2 - I^2_{G_\mathrm{c}=0}}{\Phi_\mathrm{e}} = \frac{3}{2} \tag{4.41}$$

Ce résultat est d'une importance capitale pour la procédure de calibration. D'une part, la mesure par soustraction des flux dissipés surestime le flux perdu dans l'échantillon de 50 %. Afin de respecter l'équilibre énergétique de la sonde, 1/3 de la puissance supplémentaire est donc perdue dans le fil de Wollaston. D'autre part, la formule (4.41) permet d'estimer simplement le flux perdu dans le fil de Wollaston lorsqu'en particulier la conductivité de l'échantillon change. On pouvait craindre en effet que le flux $\Phi_\mathrm{e}$ dépende, de manière non-linéaire, de la différence de puissance. Ce résultat constitue un progrés notable par rapport aux analyses, confondant le flux transféré dans l'échantillon à la différence de puissance $P_\mathrm{J\,ec} - P_\mathrm{J\,hc}$.

Notons enfin que l'expression (4.41) est indépendante des propriétés de l'échantillon, du contact et de la température de la sonde et donc est vérifiée pour **toutes** les mesures.

La grandeur clé peut être définie par le rapport $(P_\mathrm{J\,ec} - P_\mathrm{J\,hc})/P_\mathrm{J\,ec}$. En effet, ce rapport est indépendant de la température de la pointe et ne dépend plus que des caractéristiques de contact, de la pointe et de l'échantillon :

$$\frac{P_\mathrm{J\,ec} - P_\mathrm{J\,hc}}{P_\mathrm{J\,ec}} = \frac{3}{4} \cdot \frac{\pi b\lambda_\mathrm{e}G_\mathrm{c}}{\pi b\lambda_\mathrm{e}G_\mathrm{c} + \pi b\lambda_\mathrm{e}G_\mathrm{s} + G_\mathrm{s}G_\mathrm{c}} \tag{4.42}$$

Les calculs de sensibilités porteront sur cette mesure.

### 4.5.2 Influence de la conductivité thermique de l'échantillon sur les profils de températures de la sonde

Grâce au modèle développé, nous pouvons visualiser l'influence de la conductivité thermique de l'échantillon $\lambda_\mathrm{e}$ sur le profil longitudinal de la sonde (Fig. 4.20). Dans ces

exemples de profils, la conductance de contact $G_c$ est arbitrairement fixée à $5.10^{-6}$ W.K$^{-1}$, le rayon de contact thermique $b$ à 400 nm et la température moyenne de sonde à 157 °C (voir figure 4.20 correspondant à une température ambiante de 20 °C). La conductivité thermique de l'échantillon augmentant, le gradient de température dans la sonde augmente à son extrémité en contact avec l'échantillon. Ces profils sont réalisés en présence d'une conductance $G_{Ag}$ à l'extrémité de la sonde recouverte par l'argent.

Ces profils quantifient les différences de flux dans le fil de Wollaston et l'échantillon : la pente beaucoup plus forte en $x = 0$ permet d'assurer que la majeure partie du flux dissipé par effet Joule est perdue dans l'enrobage d'argent. L'influence de la conductivité thermique de l'échantillon est nette à l'extrémité $L_s$ de la sonde. Le flux perdu dans l'échantillon et la pente du profil en $x = L_s$ augmente à mesure que la conductivité thermique de l'échantillon augmente.

Les profils longitudinaux dans la sonde mettent en valeur que le fil de Wollaston joue le rôle de puits thermique puisque la température de la sonde ne varie pas lors d'un changement d'échantillon. De plus, ces profils montrent que la température de l'**extrémité** de la sonde n'est pas la température **moyenne** mesurée. En fonction de l'étude effectuée, la mesure ne permet pas de connaître exactement la température de l'extrémité de la sonde, ni par conséquent la température de l'échantillon sous la sonde, il faut donc être prudent sur la limite de température qui peut être imposée à l'échantillon.

Il a été aussi possible de vérifier la perte de sensibilité du flux perdu dans l'échantillon lorsque la conductivité thermique de l'échantillon augmente comme indiqué sur la figure 4.21, ceci en fonction de quelques valeurs de conductance de contact $G_c$. Ces courbes ont été tracées à température de sonde constante, ce qui permet de les confronter directement aux observations. L'intensité circulant dans la sonde s'adapte donc au flux perdu pour maintenir la température de la sonde.

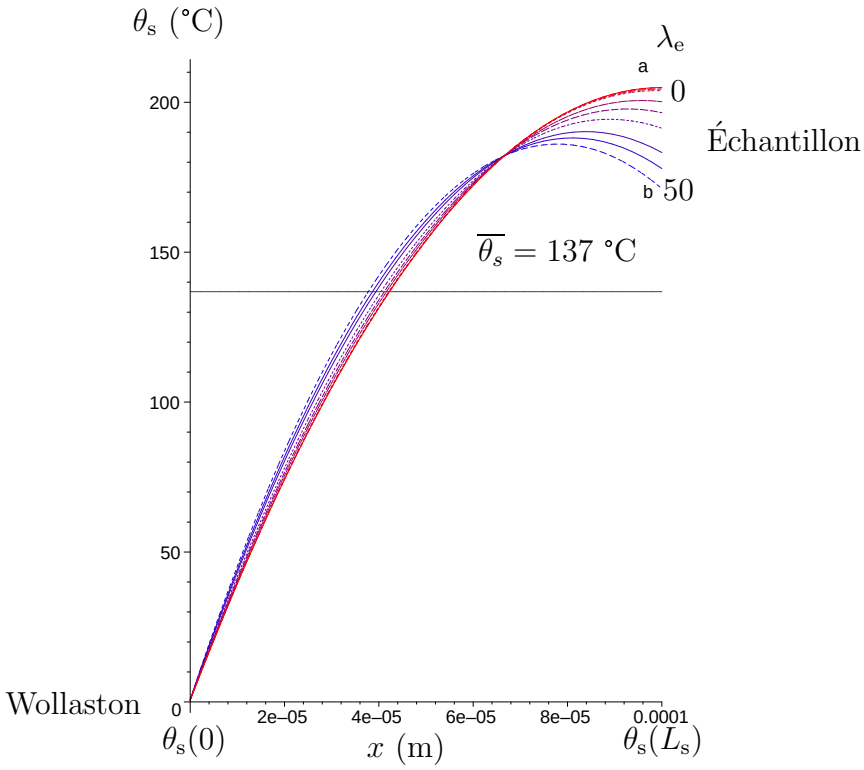



FIG. 4.20 – *Profils longitudinaux de température dans la sonde en fonction de la conductivité thermique* $\lambda_e$ *de l'échantillon pour des amplitudes de courant allant de 50 mA à 60 mA. Les profils correspondent à la conductivité thermique suivante :* $\lambda_e = 0$ *(a) qui est le profil hors contact,* 0,01 , 0,05 , 0,1 , 0,5 , 1 , 2 , 5 , 10 *et* 50 $W.m^{-1}.K^{-1}$ *(b)*

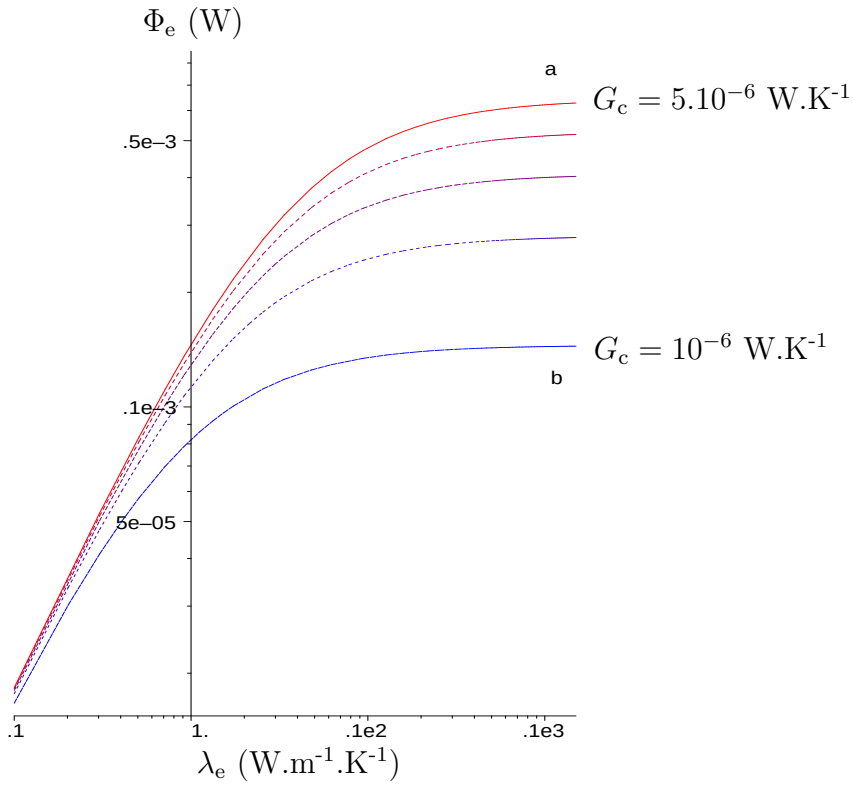



FIG. 4.21 – *Flux transféré (en W) vers l'échantillon en fonction de sa conductivité thermique (W.m-1.K-1) et de la conductance de contact avec comme valeur de paramètres : $b$ = 400 nm et $\overline{\theta_s}$ = 100 °C. La conductance de contact $G_c$ prend des valeurs à intervalles réguliers de 1 µW.K-1 de la courbe (a) à la courbe (b) où elle vaut respectivement* $5.10^{-6}$ *W.K-1 et* $10^{-6}$ *W.K-1*

### 4.5.3 Température de l'échantillon

La température sous la sonde peut être importante comme nous l'avons déjà précisé dans le chapitre 1 concernant l'application au stockage d'information thermiquement. L'expression (4.43) de la température sur l'échantillon sous la sonde $\theta_0$ en fonction de la température moyenne de la sonde $\overline{\theta_s}$ et surtout les courbes de la figure (Fig. 4.22) montrent que la sonde ne chauffe significativement l'échantillon que pour les matériaux à faibles conductivités thermiques ($< 10$ W.m$^{-1}$.K$^{-1}$). Les courbes de la figure (Fig. 4.22) confirment par ailleurs que cette température ne peut augmenter que si la taille de la tache thermique diminue, en augmentant la conductance de l'échantillon, ou si la conductance de contact augmente, en diminuant ainsi l'écart de températures entre l'extrémité de la sonde et l'échantillon.

$$\theta_0 = \frac{6G_\mathrm{s}G_\mathrm{c}}{G_\mathrm{c}\lambda_\mathrm{e}\pi b + 4G_\mathrm{s}\lambda_\mathrm{e}\pi b + 4G_\mathrm{s}G_\mathrm{c}}\overline{\theta_s} \tag{4.43}$$

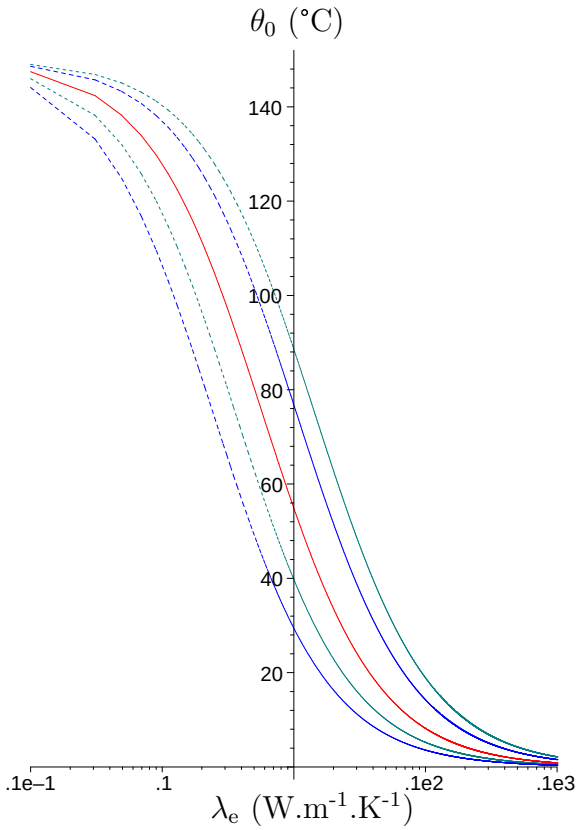



Fig. 4.22 – *Température sur l'échantillon sous la pointe $\theta_0$ en fonction de la conductivité thermique de l'échantillon $\lambda_\mathrm{e}$, de la conductance de contact $G_\mathrm{c}$ ($10^{-6}$ W.K$^{-1}$) et du rayon de contact thermique $b$ (µm). Nous avons tracé des courbes de températures $\theta_0$ pour $\overline{\theta_s} = 100$ °C et respectivement de haut en bas : ($b = 0{,}5$ et $G_\mathrm{c} = 2{,}51$), ($b = 1{,}25$ et $G_\mathrm{c} = 5$), ($b = 1{,}25$ et $G_\mathrm{c} = 2{,}51$), ($b = 1{,}25$, $G_\mathrm{c} = 1$), ($b = 2$ et $G_\mathrm{c} = 2{,}51$).*

D'après les courbes de températures locales sur l'échantillon (Fig. 4.22), il semble difficile d'utiliser la sonde comme élément chauffant pour assister le stockage d'informations sur des matériaux conducteurs. Cette constatation avait été faite expérimentalement lors de notre collaboration avec l'équipe de SPINTEC/MINATEC du CEA.

### 4.5.4 Comparaison du modèle analytique et de la simulation numérique

La simulation numérique nous a permis de développer la modélisation analytique en confirmant le fait que la sonde était non-isotherme. Nous proposons de comparer les prédictions des deux méthodes concernant le flux thermique perdu dans l'échantillon et le flux dissipé par effet Joule.

L'expression analytique du flux perdu dans l'échantillon $\Phi_e$ (équation 4.38) fait apparaître un comportement, qui pouvait être anticipé à la vue des courbes de la figure (Fig. 4.16) :

$$\Phi_e = \frac{C_1 \lambda_e}{C_2 + \lambda_e} \tag{4.44}$$

où $C_1 = \dfrac{P_J G_c}{2(G_c + G_s)}$ et $C_2 = \dfrac{G_c G_s}{G_c \pi b + G_s \pi b}$.

En ajustant un tel comportement sur les données de la simulation, il est possible d'en déduire les constantes $C_1$ et $C_2$ et de retrouver en particulier $G_s$ et $\frac{G_s}{2\pi b}$ comme indiqué dans le tableau 4.9. Ce tableau illustre la bonne adéquation entre le modèle analytique et la simulation. En effet, le flux dissipé par effet Joule, la conductance de la sonde ainsi que le rayon de contact sont égaux dans une marge de 8 %.

Afin de comparer les deux méthodes (simulation numérique et modélisation analytique), il nous été nécessaire d'adapter le modèle analytique aux conditions de la simulation. En particulier, le rayon de contact $b$ a été pris égal à la taille de la maille sous la sonde.

| | Modèle analytique | Simulation par éléments finis | Écart en % |
|---|---|---|---|
| $\frac{P_J}{2}$ (W) | $1{,}59.10^{-3}$ | $1{,}56.10^{-3}$ | 2 |
| $G_s$ (W.K$^{-1}$) | $5{,}89.10^{-6}$ | $6{,}33.10^{-6}$ | 8 |
| $\frac{G_s}{\pi b}$ | 0,375 | 0,35 | 7 |

Tab. 4.9 – *Comparaison de l'évolution du flux transféré vers l'échantillon $\Phi_e$ pour le modèle analytique et la simulation.* ***Note :*** *la conductivité thermique du platine vaut ici 30 $W.m^{-1}.K^{-1}$ au lieu de 37,6 $W.m^{-1}.K^{-1}$ qui est sa valeur réelle.*

### 4.5.5 Sensibilité de la mesure aux paramètres de contact et géométriques

Afin de comprendre quels paramètres influencent les mesures, nous avons utilisé la formule (4.42) pour étudier la sensibilité $S_{p_i}$ de la variation relative $\frac{\Delta P_J}{P_J} = \frac{P_{J\,ec} - P_{J\,hc}}{P_{J\,ec}}$ aux paramètres donnés $p_i$ autour d'un état de référence de paramètres $p_0$.

$$S_{p_i}(\lambda_e) = p_0 \frac{\partial \left( \frac{\Delta P_J}{P_J} \right)}{\partial p_i} \tag{4.45}$$

La sonde thermique s'utilise à l'aide d'une loi de calibration paramétrée par des mesures sur des échantillon référencés. L'idéal est de connaître la loi décrivant la variation du flux supplémentaire dissipé en fonction uniquement de la conductivité thermique, ce qui permet ensuite, d'identifier la conductivité thermique des échantillons sur lesquels sont effectuées les mesures. Cette loi de calibration dépend des paramètres de contact. Il apparaît alors crucial de connaître la sensibilité de la mesure au rayon de contact thermique $b$, à la conductance de contact $G_\mathrm{c}$ et à la conductivité thermique des échantillons. Nous rajoutons la sensibilité à la longueur $L_\mathrm{s}$ de la sonde dénudée, car ce facteur reste assez mal connu. Les paramètres autour desquels sont effectués ces calculs de sensibilités sont $G_{\mathrm{c}0} = 5.10^{-6}$ W.K$^{-1}$, $\lambda_{\mathrm{e}0} = 1$ W.m$^{-1}$.K$^{-1}$, $b_0 = 0{,}4$ µm et $L_{\mathrm{s}0} = 100$ µm. La dérivation conduit aux relations suivantes :

$$S_b(\lambda_\mathrm{e}) = \frac{3b_0}{4}\frac{G_{\mathrm{c}0}^2\lambda_\mathrm{e}\pi G_{\mathrm{s}0}}{(G_{\mathrm{s}0}\lambda_\mathrm{e}\pi b_0 + G_{\mathrm{s}0}\lambda_\mathrm{e}\pi b + G_{\mathrm{s}0}G_{\mathrm{c}0})^2} \tag{4.46}$$

$$S_{G_\mathrm{c}}(\lambda_\mathrm{e}) = \frac{3G_{\mathrm{c}0}}{4}\frac{G_{\mathrm{s}0}b^2\pi^2\lambda_\mathrm{e}^2}{(G_{\mathrm{s}0}\lambda_\mathrm{e}\pi b + G_{\mathrm{s}0}\lambda_\mathrm{e}\pi b + G_{\mathrm{s}0}G_{\mathrm{c}0})^2} \tag{4.47}$$

$$S_{\lambda_\mathrm{e}}(\lambda_\mathrm{e}) = \frac{3\lambda_{\mathrm{e}0}}{4}\frac{G_{\mathrm{s}0}G_{\mathrm{c}0}^2\pi b_0}{(G_{\mathrm{s}0}\lambda_\mathrm{e}\pi b_0 + G_{\mathrm{s}0}\lambda_{\mathrm{e}0}\pi b_0 + G_{\mathrm{s}0}G_{\mathrm{c}0})^2} \tag{4.48}$$

$$S_{L_\mathrm{s}}(\lambda_\mathrm{e}) = -S_{R_\mathrm{s}}(\lambda_\mathrm{e}) = \frac{3}{4}\frac{b_0\pi\lambda_\mathrm{e}G_{\mathrm{c}0}(\lambda_\mathrm{e}\pi b_0 + G_{\mathrm{c}0})G_{\mathrm{s}0}}{(G_{\mathrm{s}0}\lambda_{\mathrm{e}0}\pi b_0 + G_{\mathrm{s}0}\lambda_\mathrm{e}\pi b_0 + G_{\mathrm{s}0}G_{\mathrm{c}0})^2} \tag{4.49}$$

On constate tout d'abord que les mesures sont sensibles à la conductivité thermique de l'échantillon pour les conductivités thermiques inférieures à 1 W.m$^{-1}$.K$^{-1}$. Ce manque de sensibilité a déjà été évoqué concernant les calibrations existantes dans la littérature [Gom99]. Il semble donc que la microscopie thermique soit restreinte, du fait du contact thermique, aux matériaux isolants.

En conséquence, les mesures sont très sensibles aux variations des conditions de contact sur les matériaux conducteurs comme l'indique la courbe $S_{G_\mathrm{c}}$. La sensibilité au rayon de contact $b$ maximale pour une conductivité thermique d'environ 1 W.m$^{-1}$.K$^{-1}$ s'explique par la saturation déjà remarquée sur la courbe de température de l'échantillon (Fig. 4.22) à la fois aux basses et aux hautes conductivités thermiques. En effet, pour les hautes conductivités thermiques, la conductance équivalente à l'extrémité de la sonde devient égale uniquement à la conductance de contact entraînant naturellement une faible sensibilité à la conductance de l'échantillon et donc à $b$. De plus, pour les faibles conductivités thermiques, le flux thermique perdu dans l'échantillon tend à devenir nul, expliquant ainsi la perte de sensibilité à $b$.

L'étude de la sensibilité des mesures à la géométrie de la sonde, à savoir sa longueur $L_\mathrm{s}$ et son rayon $S_\mathrm{s}$ à été réalisé. En effet, au début de l'étude de la sonde en mode DC, nous faisons l'hypothèse d'une sonde idéale, dont la géométrie est parfaitement connue et reproductible. Or, non seulement, les sondes sont toutes différentes, mais on observe que les mesures sont grandement influencées par la longueur $L_\mathrm{s}$ et son rayon $S_\mathrm{s}$ sur un large domaine de conductivités thermiques d'échantillons. Par conséquent, la connaissance précise de la géométrie semble être vitale pour l'exploitation de la sonde en mode DC.

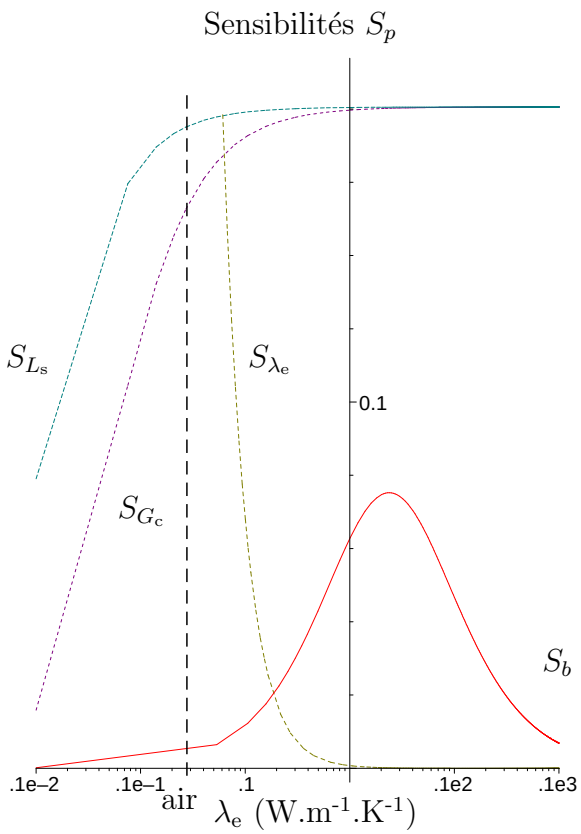



FIG. 4.23 – *Sensibilité $S_p$ de la mesure en fonction des paramètres p suivant : la conductivité thermique de l'échantillon $\lambda_e$, la conductance de contact $G_c$, le rayon de contact thermique b, et à la longueur du platine dénudé $L_s$.*

### 4.5.6 Calibration du mode DC

Le principe de la calibration est de réaliser des mesures sur des échantillons dont les caractéristiques sont connues a priori et de faire l'hypothèse que les paramètres de contact sont identiques pour chaque mesure de façon à obtenir la loi de variation du flux perdu dans l'échantillon $\Phi_e(\lambda_e) = f(\lambda_e)$.

Nous avons réalisé, en collaboration avec l'Université de Reims, des mesures sur des échantillons regroupés dans le tableau (TAB. 4.10), nous permettant d'effectuer une calibration de la sonde en mode DC telle qu'elle est reportée sur les figures (FIG. 4.24(a)) et (FIG. 4.24(b)). Les mesures ont été effectuées à l'aide de deux microscopes différents et de plusieurs sondes. Il est possible de constater que ces mesures sont assez dispersées, certainement du fait que les sondes ne sont pas toutes identiques, et que la gestion du contact n'est guère reproductible avec rigueur entre deux mesures.

Nous avons estimé la valeur des paramètres de contact grâce à ces mesures. En effet, comme l'indique l'expression (4.41), le rapport $\frac{\Delta P_J}{P_J}$ est une fonction de la forme $\frac{C_1\lambda_e}{\lambda_e+C_2}$, où $C_1$ et $C_2$ sont des constantes si le contact est identique pour chaque mesure. Il est en fait plus simple de calibrer les constantes $C_1$ et $C_2$ avec $\frac{P_J}{\Delta P_J}$ qui est une fonction linéaire de

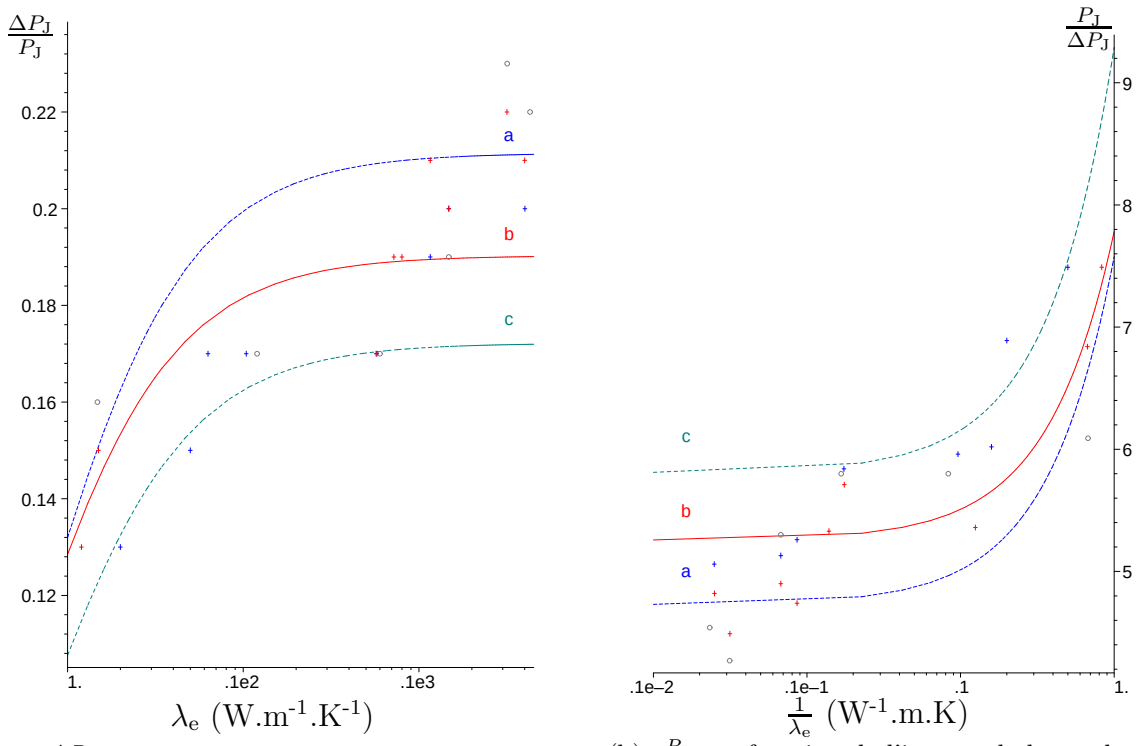
$\frac{1}{\lambda_e}$ :

$$\frac{P_J}{\Delta P_J} = \frac{C_2}{C_1} \cdot \frac{1}{\lambda_e} + \frac{1}{C_1} \tag{4.50}$$

Les courbes $a$, $b$ et $c$ de la figure (FIG. 4.24(b)) regroupent trois couples de paramètres, dont un issu d'une régression linéaire sur les mesures (courbe b), et les deux autres donnant un aperçu de l'influence des variations des paramètres de contact $b$ et $G_c$. Une régression linéaire donne :

$$\frac{P_J}{\Delta P_J} = 2{,}55 \cdot \frac{1}{\lambda_e} + 5{,}27 \tag{4.51}$$

permettant d'estimer alors un rayon de contact thermique $b$ de l'ordre de 1,2 µm et une conductance de contact $G_c$ de $2{,}5.10^{-6}$ W.K$^{-1}$ correspondant à une conductance *réelle* de contact valant $5.10^{-6}$ W.K$^{-1}$ (voir section 4.2.2 page 78).




(a) $\frac{\Delta P_J}{P_J}$ en fonction de la conductivité thermique de l'échantillon $\lambda$

(b) $\frac{P_J}{\Delta P_J}$ en fonction de l'inverse de la conductivité thermique de l'échantillon $\lambda$

FIG. 4.24 – *Calibration du rapport de flux dissipé hors et en contact $\Delta P_J$ sur le flux dissipé en contact $P_J$. Les points expérimentaux sont issus de microscopes différents (+ et ∘) et de sondes différentes (croix rouges et bleus). Les courbes a, b et c issues du modèle analytique reposent respectivement sur les paramètres suivants : $b = 1{,}1$ µm et $G_c = 2{,}9.10^{-6}$ W.K$^{-1}$, $b = 1{,}25$ µm et $G_c = 2{,}51.10^{-6}$ W.K$^{-1}$ et $b = 0{,}9$ µm et $G_c = 2{,}2.10^{-6}$ W.K$^{-1}$.* ***Note :*** *ces mesures ont fait l'objet d'une collaboration avec l'Université de Reims* UTAP/LEO.

| Matériaux | $\lambda_s$ (W.m$^{-1}$.K$^{-1}$) |
|---|---|
| Quartz amorphe | 1,48 |
| Verre | 2 |
| Mica | 5 |
| Graphite | 6,3 |
| Quartz cristallin | 10,4 |
| Oxyde d'Yttrium | 12 |
| Tantale | 57,6 |
| Germanium | 60 |
| Platine | 72 |
| Fer | 80 |
| Nickel | 91 |
| Zinc | 116 |
| Silice | 148 |
| Or | 318 |
| Cuivre | 401 |
| Argent | 429 |

TAB. 4.10 – *Conductivité thermique des échantillons utilisés pour la calibration en mode DC.*

## 4.6 Conclusion

Ce chapitre a pour objectif d'étudier le mode continu (DC) de la microscopie thermique locale. La mise en place d'une simulation nous a, dans un premier temps, permis de vérifier des hypothèses qui nous ont servi pour modéliser la sonde et l'échantillon de manière analytique : en effet, il est clairement apparu que la sonde n'est **pas isotherme**, permettant ainsi de confirmer de précédents travaux [CTBZ99] et [Gom99]. Dans un second temps, cette simulation a quantifié les flux thermiques perdus à la fois dans l'échantillon et le fil de Wollaston. Nous avons alors déterminé que les flux rayonné et convecté étaient **négligeables**.

Le développement d'un modèle analytique nous a donné l'occasion de comprendre les mécanismes de l'évolution des flux transférés dans l'échantillon en fonction de la conductivité thermique et des paramètres de contact. Il est alors apparu que la mesure du flux transféré dans l'échantillon calculé classiquement en effectuant la différence des flux dissipés par effet Joule avant et en contact n'est pas exact, mais correspond à 1,5 fois le flux perdu dans l'échantillon. Par conséquent, tous les flux perdus dans l'échantillon ont été **surévalués** jusqu'à ce jour.

Dans le cadre du stockage magnétique assisté thermiquement, le modèle que nous avons développé montre la difficulté de chauffer des matériaux conducteurs, et par conséquent, d'utiliser la sonde thermique à des fins de chauffage local.

Pour terminer, le modèle analytique, couplé à des mesures sur des échantillons connus, a fourni une calibration des paramètres de contact : le rayon de contact $b$ vaut alors environ 1,2 µm et la conductance de contact $G_c$ environ $5.10^{-6}$ W.K$^{-1}$. Ces deux valeurs sont du

même ordre de grandeur que celles déterminées par Majumdar [Maj99] et confirment la validité de la calibration et du modèle analytique.

Néanmoins, les mesures réalisées avec plusieurs sondes sur plusieurs microscopes dénotent une certaine dispersion. Ce phénomène est en partie expliqué par le fait que les mesures sont très sensibles au contact, qui ne peut assurément pas être le même d'une pointe à une autre, ni le même d'un échantillon à un autre. L'autre partie de l'explication vient de la sensibilité des mesures à la géométrie de la sonde qui est du même ordre de grandeur que celle au contact. La géométrie de la sonde n'est pas connue de manière absolue. Par conséquent, l'étude dynamique de la sonde, mettant en jeu la longueur de la sonde, permettra de la calibrer dans l'air avant de l'amener au contact des échantillons. Ceci réduira ainsi les sources d'erreurs. L'étude de la sonde parcourue par un courant alternatif de fréquence variable fera donc l'objet du prochain chapitre.

# Chapitre 5

# Caractérisation thermique par microscopie à sonde locale en régime alternatif

## Contents


**5.1 Introduction . . . . . 114**

**5.2 Étalonnage des propriétés géométriques de la sonde hors contact . . . . . 115**

5.2.1 Introduction . . . . . 115

5.2.2 Loi de comportement de la sonde dans l'air . . . . . 115

5.2.3 Comportements asymptotiques . . . . . 117

5.2.4 Étude du modèle direct . . . . . 120

5.2.5 Calibration des sondes dans l'air . . . . . 125

5.2.6 Conclusion . . . . . 126

**5.3 Modèle de la sonde thermique en contact . . . . . 127**

5.3.1 Expression analytique de la température de la sonde en contact avec un échantillon . . . . . 128

5.3.2 Étude du modèle direct . . . . . 129

5.3.3 Les échantillons de calibration . . . . . 130

5.3.4 Calibration du mode AC . . . . . 131

**5.4 Conclusion . . . . . 134**

## 5.1 Introduction

Dans le chapitre précédent où nous avons étudié la mesure en régime continu, de nombreuses limites ont été soulignées : dispersion des valeurs mesurées, restriction de la sensibilité aux faibles conductivités thermiques, forte sensibilité au rayon de contact ainsi qu'à la géométrie de la sonde.

Nous envisageons dans ce chapitre la mise en œuvre de la mesure en régime alternatif telle qu'elle a été décrite dans le chapitre 3, selon la méthode dite $3\omega$. Il va s'agir d'identifier une conductance équivalente incluant les conductances de contact et d'échantillon mises en série. Le modèle thermique inclut, outre cette conductance, sept paramètres. Les propriétés thermophysiques de la sonde sont supposées bien contrôlées (trois paramètres) et l'amplitude du courant injecté est mesuré précisément à l'aide du détecteur synchrone et des valeurs de résistance du pont soustracteur (section 3.3.4, page 67). Il reste principalement les incertitudes sur le coefficient d'échange convectif $h$ et les grandeurs caractérisant la géométrie, le rayon $R_\mathrm{s}$ et la longueur $L_\mathrm{s}$ de la sonde. La sensibilité de la mesure aux pertes convectives va être calculée et prouvée négligeable. L'objectif se décline donc selon les points suivants :

- étalonner la longueur et le rayon de la sonde de manière à rendre le modèle thermique cohérent avec les mesures. Une analyse expérimentale et numérique lorsque la pointe est hors contact sera menée dans ce but dans la partie 5.2. Cette calibration nécessitera la mise en œuvre d'une méthode d'optimisation qui sera validée numériquement,
- produire des images de signaux à la seconde harmonique en température,
- effectuer une calibration reliant la conductivité thermique d'échantillons de référence avec les valeurs identifiées de conductance équivalentes. Cette démarche décrite dans la partie 5.3 permettra de valider le modèle thermique et d'identifier les paramètres de contact à partir des valeurs de la conductance équivalente.

Ces objectifs qui ont guidé la rédaction de ce chapitre ont conduit à montrer des écarts significatifs par rapport aux données fabricant, sur les grandeurs géométriques caractérisant la sonde. Ils ont aussi établi la capacité réelle de l'approche $3\omega$ à produire des images de la seconde harmonique en température.

Cependant, les travaux de calibration ont mis en évidence une dispersion (de 10 % à 20 %), pour un échantillon donné, des conductances équivalentes. Toutes les conditions ayant été maîtrisées par ailleurs, cette dispersion n'est explicable que par l'absence de contrôle sur les conditions de contact, rayon et conductance qui varient selon la force appliquée sur la pointe, la température de pointe et selon l'état de surface physico-chimique et topographique local. L'objet du chapitre suivant sera d'analyser ces contributions.

## 5.2 Étalonnage des propriétés géométriques de la sonde hors contact

### 5.2.1 Introduction

Nous envisageons ici d'effectuer une analyse en régime alternatif du comportement de la sonde lorsqu'elle est hors contact afin de déterminer précisément sa géométrie et ses pertes thermiques dans l'ambiante. Un modèle thermique de la sonde est proposé dans un premier temps et son comportement spectral est analysé en termes physiques. Les sensibilités aux paramètres recherchés sont établies. Une méthode de minimisation produisant le couple longueur $L_\mathrm{s}$ et rayon $R_\mathrm{s}$ de sonde optimal pour que le spectre modélisé corresponde à un spectre mesuré est ensuite exposée. Les valeurs de rayon et de longueur de sonde obtenues pour cette méthode appliquée à un spectre mesuré, diffèrent sensiblement des valeurs du fabricant. Cette constatation justifie pleinement, *a posteriori*, la mise en œuvre de cette procédure de calibration des grandeurs géométriques caractérisant la sonde.

### 5.2.2 Loi de comportement de la sonde dans l'air

La modélisation de la sonde dans l'air s'appuie sur l'équation (4.14) qui régit le comportement d'un fil chaud en régime alternatif. Les échanges avec l'air ambiant, ainsi que le rayonnement, très faible, seront réunis dans un coefficient d'échange $h$. De plus, de précédentes études [LVS+01], concernant la sonde en mode DC, ont montré que le fil de Wollaston jouait un rôle de puits thermique. Nous considérerons donc, en première approximation, que la température du platine-rhodium dénudé sera celle de l'ambiante à l'endroit où l'argent vient le recouvrir. La symétrie du problème impose nécessairement une condition de flux nul à mi-sonde. Nous avons posé l'hypothèse que la résistivité électrique était constante dans la sonde pour l'étude de son comportement thermique. Cette hypothèse est d'autant mieux vérifiée que l'amplitude de $\theta_{\mathrm{s}2\omega}$ est faible.

L'équation du fil chaud en régime alternatif a déjà été exposée précédemment (équation (4.14), page 83) :

$$\frac{2i\omega}{a_\mathrm{s}}\theta_{\mathrm{s}2\omega} = \frac{\rho_\mathrm{e} I_0^2}{2\lambda_\mathrm{s} S_\mathrm{s}^2} - \frac{hp_\mathrm{s}}{\lambda_\mathrm{s} S_\mathrm{s}}\theta_{\mathrm{s}2\omega} + \frac{\mathrm{d}^2\theta_{\mathrm{s}2\omega}}{\mathrm{d}x^2} \tag{5.1}$$

La résolution de cette équation nécessite deux conditions aux limites. La condition en température en $x = 0$ est une conséquence des résultats de l'étude du régime continu et des considérations théoriques sur l'expansion du flux de chaleur dans le fil de Wollaston, donnant une conductance $G_\mathrm{Ag}$ de plusieurs ordres de grandeurs supérieure à toutes celles utilisées dans le modèle. La condition en $x = L_\mathrm{s}$ est la conséquence de la symétrie géométrique et thermique du système sonde-échantillon donnant un plan vertical adiabatique de symétrie.

$$\forall t > 0, \qquad \theta_{\mathrm{s}2\omega}(x = 0) = 0 \tag{5.2}$$

$$\forall t > 0, \qquad \frac{\partial\theta_{\mathrm{s}2\omega}}{\partial x}(x = L_\mathrm{s}) = 0 \tag{5.3}$$

et en regroupant le terme convectif, d'inertie et de production par effet Joule :

$$m^2 = \frac{hp_\mathrm{s}}{\lambda_\mathrm{s} S_\mathrm{s}} + \frac{2i\omega}{a_\mathrm{s}} \tag{5.4}$$

$$J = \frac{\rho_\mathrm{e} I_0^2}{2\lambda_\mathrm{s} S_\mathrm{s}^2} \tag{5.5}$$

nous obtenons l'expression du comportement thermique de la sonde dans l'air :

$$\theta_{\mathrm{s}2\omega}(x) = \frac{J}{m^2}\left[1 - \frac{\exp\left(mx - 2mL_\mathrm{s}\right) + \exp\left(-mx\right)}{1 + \exp\left(-2mL_\mathrm{s}\right)}\right] \tag{5.6}$$

Lorsque nous mesurons la tension aux bornes de la sonde, nous mesurons en fait la résistance moyenne de la pointe, et par conséquent la température moyenne $\overline{\theta_{\mathrm{s}2\omega}}$ de la sonde :

$$\overline{\theta_{\mathrm{s}2\omega}} = \frac{1}{L_\mathrm{s}}\int_0^{L_\mathrm{s}} \theta_{\mathrm{s}2\omega}(x)\,\mathrm{d}x \tag{5.7}$$

$$= \frac{J\left(-\exp\left(2L_\mathrm{s}m\right) + 1 + L_\mathrm{s}m + L_\mathrm{s}m\exp\left(2L_\mathrm{s}m\right)\right)}{L_\mathrm{s}m^3\left(1 + \exp\left(2L_\mathrm{s}m\right)\right)} \tag{5.8}$$

Il est possible d'exprimer un rapport de grandeur électrique ne dépendant plus de l'amplitude de l'excitation. En effet, la tension à la troisième harmonique mesurée s'exprime de la manière suivante :

$$V_{3\omega\,\mathrm{modèle}} = \frac{R_0 \alpha I_0 \overline{\theta_{\mathrm{s}2\omega}}}{2} \tag{5.9}$$

$$= I_0^3 \frac{\rho_\mathrm{e}^2 \alpha\left(-\exp\left(2L_\mathrm{s}m\right) + 1 + L_\mathrm{s}m + L_\mathrm{s}m\exp\left(2L_\mathrm{s}m\right)\right)}{4\lambda_\mathrm{s} m^3 S_\mathrm{s}^3\left(1 + \exp\left(2L_\mathrm{s}m\right)\right)} \tag{5.10}$$

$$\tag{5.11}$$

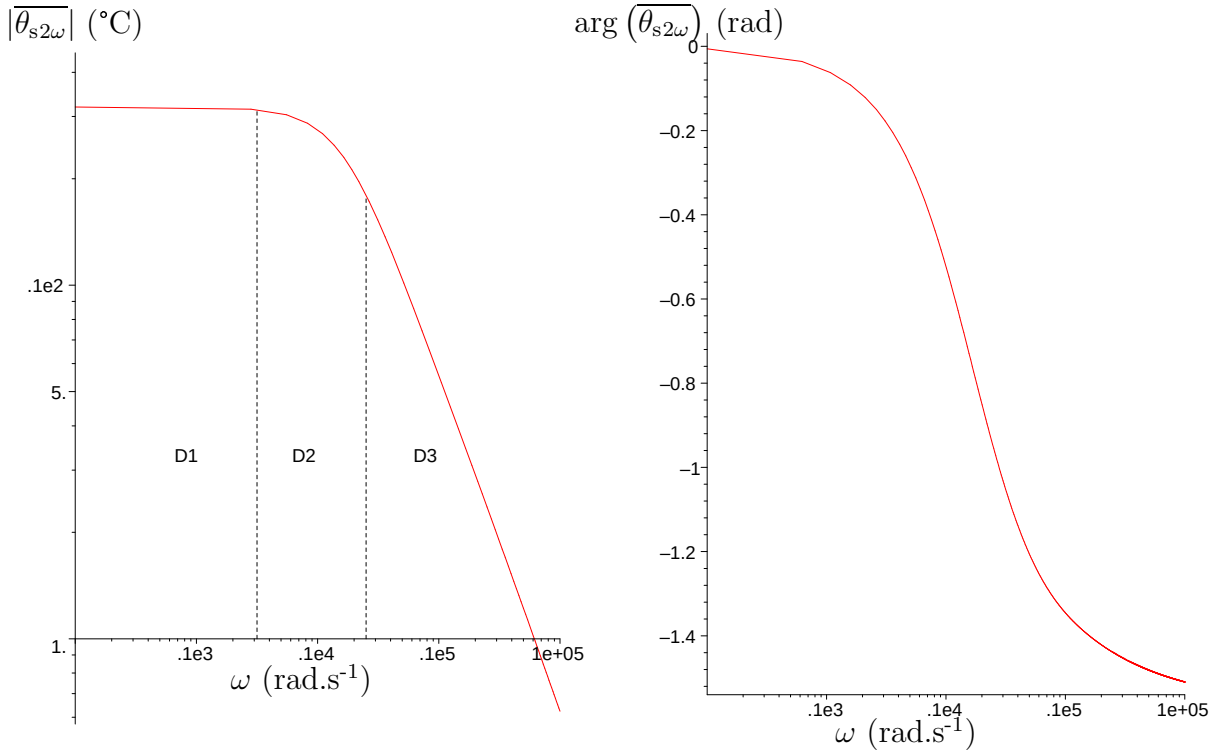
Il est alors possible d'extraire un rapport indépendant de l'amplitude de l'intensité :

$$\frac{V_{3\omega\,\mathrm{modèle}}}{I_0^3} = \frac{\rho_\mathrm{e}^2 \alpha\left(-\exp\left(2L_\mathrm{s}m\right) + 1 + L_\mathrm{s}m + L_\mathrm{s}m\exp\left(2L_\mathrm{s}m\right)\right)}{4\lambda_\mathrm{s} m^3 S_\mathrm{s}^3\left(1 + \exp\left(2L_\mathrm{s}m\right)\right)} \tag{5.12}$$

Afin d'illustrer cette loi, nous avons tracé le module et le déphasage de la température pour une intensité d'amplitude 40 mA sur les figures 5.1(a) et 5.1(b).

L'allure générale des profils (Fig. 5.1) montre deux domaines asymptotiques et un intermédiaire de transition. Le premier domaine (D1) concerne les basses fréquences : il s'agit d'un plateau caractérisé par un déphasage quasi-nul et de très grande amplitude de température. Le deuxième (D3) est celui des hautes fréquences et possède une décroissance asymptotique évidente en $-\log\omega$. La phase de transition (D2) permet la jonction de ces deux états asymptotiques. Les profils ressemblent à ceux d'un filtre passe-bas du premier ordre, cependant l'expression (5.8) met en évidence que ce n'est pas le cas.

Le modèle indique qu'aux très faibles fréquences, le déphasage entre l'excitation et la réponse de la sonde est nul : la sonde est donc en phase avec l'excitation. Dans ce cas, l'expression de l'amplitude de la 2e harmonique de la sonde est la même que celle de la température continue générée par le passage du courant. En effet, le passage d'une intensité




(a) Module de $\overline{\theta_{s2\omega}}$ (b) Déphasage de $\overline{\theta_{s2\omega}}$

FIG. 5.1 – *Réponse fréquentielle de la température $\theta_{s2\omega}$ de la sonde pour une intensité d'amplitude 40 mA avec $L_s = 100$ µm et $R_s = 2{,}5$ µm.*

$I_0 \cos \omega t$ générant une puissance dissipée par effet Joule proportionnelle à $\frac{I_0}{2}(\cos 2\omega t + 1)$, provoque l'apparition d'une harmonique de température en $2\omega$, liée au $\cos 2\omega t$ mais aussi une température continue, liée à la composante unitaire. Seul le terme $\frac{2i\omega}{a_s}\theta_s$ de l'équation (5.1) distingue les équations différentielles portant sur les deux composantes de températures. La température de la sonde oscille donc entre la température ambiante $T_a$ et deux fois la température moyenne.

Aux hautes fréquences, la sonde se déphase de 90 ° par rapport à l'excitation : la fréquence de l'excitation est très supérieure à l'inverse du temps de réponse de la sonde. Le déphasage de la sonde augmente et son amplitude diminue, faisant tendre la température de la sonde vers sa composante continue, à mesure que la fréquence augmente.

### 5.2.3 Comportements asymptotiques

**Les hautes fréquences :**

Pour des fréquences supérieures à 2 000 Hz, les résultats expérimentaux et le modèle donnent clairement un comportement asymptotique. En effet, pour des hautes fréquences, le terme $\dfrac{hp_s}{\lambda_s S_s}$ de l'expression (5.4) devient négligeable par rapport au terme $\dfrac{2\omega}{a_s}$. De plus,

le terme $\exp(2L_s m)$ devient très supérieur à 1. Nous arrivons finalement à l'expression suivante :

$$\text{pour } \omega \to \infty \quad , \frac{V_{3\omega\,\text{modèle}}}{I_0^3} = -\frac{\rho_e^2 \alpha_s L_s a_s}{16\lambda_s S_s^3 \pi f}\, i \tag{5.13}$$

et par conséquent :

$$\log\left(\left|\frac{V_{3\omega\,\text{modèle}}}{I_0^3}\right|\right) = \log\left(\frac{\rho_e^2 \alpha_s L_s a_s}{16\lambda_s S_s^3 \pi}\right) - \log(f) \tag{5.14}$$

$$\arg\left(\frac{V_{3\omega\,\text{modèle}}}{I_0^3}\right) = -90° \tag{5.15}$$

**Les basses fréquences :**

Pour des fréquences inférieures à 1 000 Hz, nous observons un palier correspondant à un régime DC. En effet, lorsque les fréquences tendent vers 0, $\frac{2\omega}{a_s}$ devient négligeable par rapport à $\frac{hp}{\lambda_s S_s}$. Le palier est donc caractérisé par :

$$\text{pour } \omega \to 0,\, m = \sqrt{\frac{hp_s}{\lambda_s S_s}} \tag{5.16}$$

$$\frac{V_{3\omega\,\text{modèle}}}{I_0^3} = \frac{\rho_e^2 \alpha \left(-\exp(2L_s m) + 1 + L_s m + L_s m \exp(2L_s m)\right)}{4\lambda_s m^3 S_s^3 \left(1 + \exp(2L_s m)\right)} \tag{5.17}$$

$$\arg\left(\frac{V_{3\omega\,\text{modèle}}}{I_0^3}\right) = 0 \tag{5.18}$$

**Domaine intermédiaire**

Entre les deux domaines asymptotiques précédents, la pulsation de coupure peut être estimée en calculant l'intersection des deux comportements asymptotiques. Il est possible d'exprimer analytiquement cette pulsation caractéristique de la sonde :

$$\omega_c = \frac{a_s}{2L_s^2} \cdot \frac{m^3 L_s^3 (1 + \exp(2mL_s))}{-\exp(2mL_s) + 1 + mL_s + mL_s \exp(2mL_s)} \tag{5.19}$$

où $m = \sqrt{\frac{2h}{\lambda_s R_s}}$.

Cette expression s'apparente à un temps de conduction $\frac{a_s}{L_s^2}$ qu'il est possible de faire apparaître en faisant tendre $h$, et donc $mL_s$ vers 0. La fréquence de coupure s'écrit alors $\omega_c = \frac{3a_s}{4L_s^2}$.

L'application numérique donne 2 067 rad.s$^{-1}$, correspondant à la pulsation la coupure précédemment observée sur les courbes de réponses fréquentielles de la sonde (Fig. 5.1). Cette pulsation, à partir de laquelle la composante de température en $2\omega$ décroît rapidement, limite le domaine d'utilisation de la sonde à quelques $\omega_c$. Il est important de constater que cette fréquence de coupure $\omega_c$ est essentiellement dépendante de la longueur de la sonde et non de son rayon ou du coefficient d'échange (Fig. 5.2). En particulier, une

façon simple d'augmenter la pulsation $\omega_c$ consisterait à diminuer la longueur de la sonde. Toutefois, même une variation de 10 % sur la longueur de la sonde ne permet, dans le cas général, une augmentation que de 20 % sur la fréquence de coupure $\omega_c$.

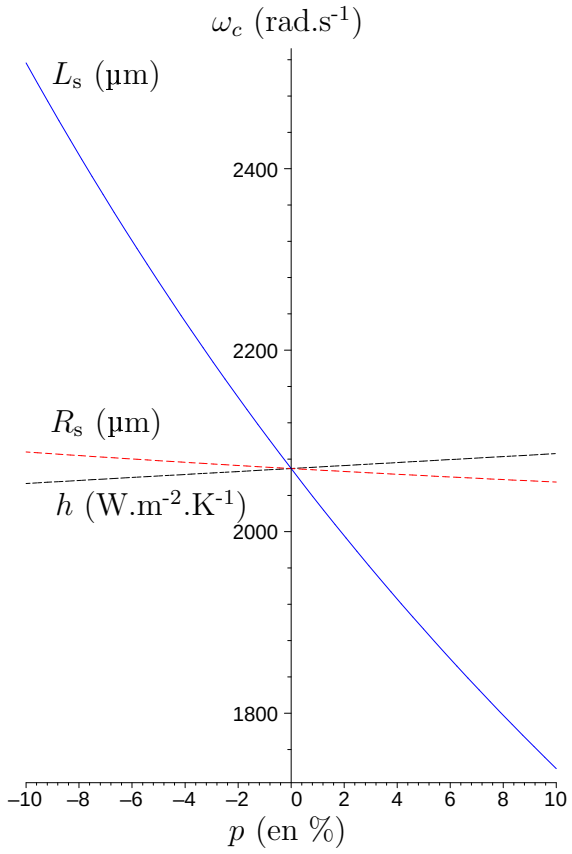



FIG. 5.2 – *Sensibilité de la pulsation de coupure aux paramètres $L_s$, $R_s$ et $h$. Le paramètre $p$ représente l'écart relatif (en %) de chaque paramètre $X$ autour des valeurs usuelles :* $X = X_0(1 + p/100)$.

### 5.2.4 Étude du modèle direct

#### Résultats donnés par le modèle direct

La loi de comportement précédente nous permet de calibrer les sondes avant contact. Cette étape nécessite d'étudier la sensibilité aux paramètres intervenant dans $\overline{\theta_{s2\omega}}$. En particulier, nous allons développer l'influence du rayon $R_s$, de la longueur $L_s$ et du coefficient d'échange $h$.

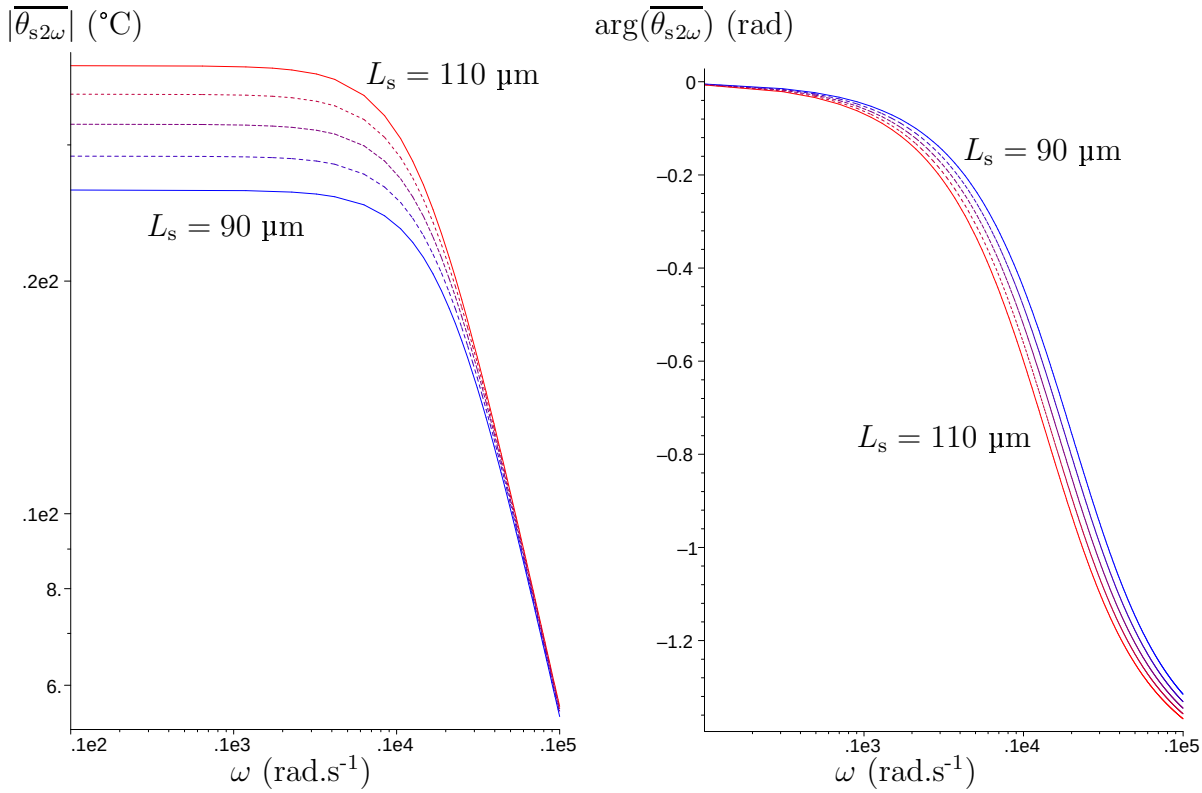
La sensibilité de $\overline{\theta_{s2\omega}}$ à ces trois paramètres est différente. Pour commencer, $h$ n'a que peu d'influence sur la température de la sonde (Fig. 5.5). Il faut faire varier ce coefficient de 100 % pour avoir une différence relative de 7 % sur la valeur de $\theta_{s2\omega}$ lorsque $\omega$ tend vers 0. Son influence est du même ordre de grandeur sur le déphasage de la température $\overline{\theta_{s2\omega}}$, par conséquent, ce paramètre sera maintenu à 1 000 W.m$^{-2}$.K$^{-1}$, que nous avons utilisé jusque là.

En ce concerne la géométrie de la sonde, l'influence du rayon $R_s$ sur l'amplitude de la température de la sonde $\overline{\theta_{s2\omega}}$ est importante sur tout le domaine de fréquence (Fig. 5.4 et 5.6), et notamment pour les hautes fréquences, contrairement à $L_s$, où l'influence y décroît (Fig. 5.3). Le rayon $R_s$ apparaît donc comme le paramètre qui sera identifié à l'aide de l'amplitude de la température $\overline{\theta_{s2\omega}}$.

De plus, les variations du rayon $R_s$ n'ont pas de réelles influences sur le déphasage de la température $\overline{\theta_{s2\omega}}$, contrairement à la longueur $L_s$ quand $\omega \sim \omega_c$. Ce fait s'explique par la sensibilité de la pulsation de coupure $\omega_c$ vis-à-vis des différents paramètres (Fig. 5.2). Par conséquent, il va être possible d'identifier $L_s$ avec la phase de la température $\overline{\theta_{s2\omega}}$ et de déterminer les paramètres géométriques $R_s$ et $L_s$ séparément.

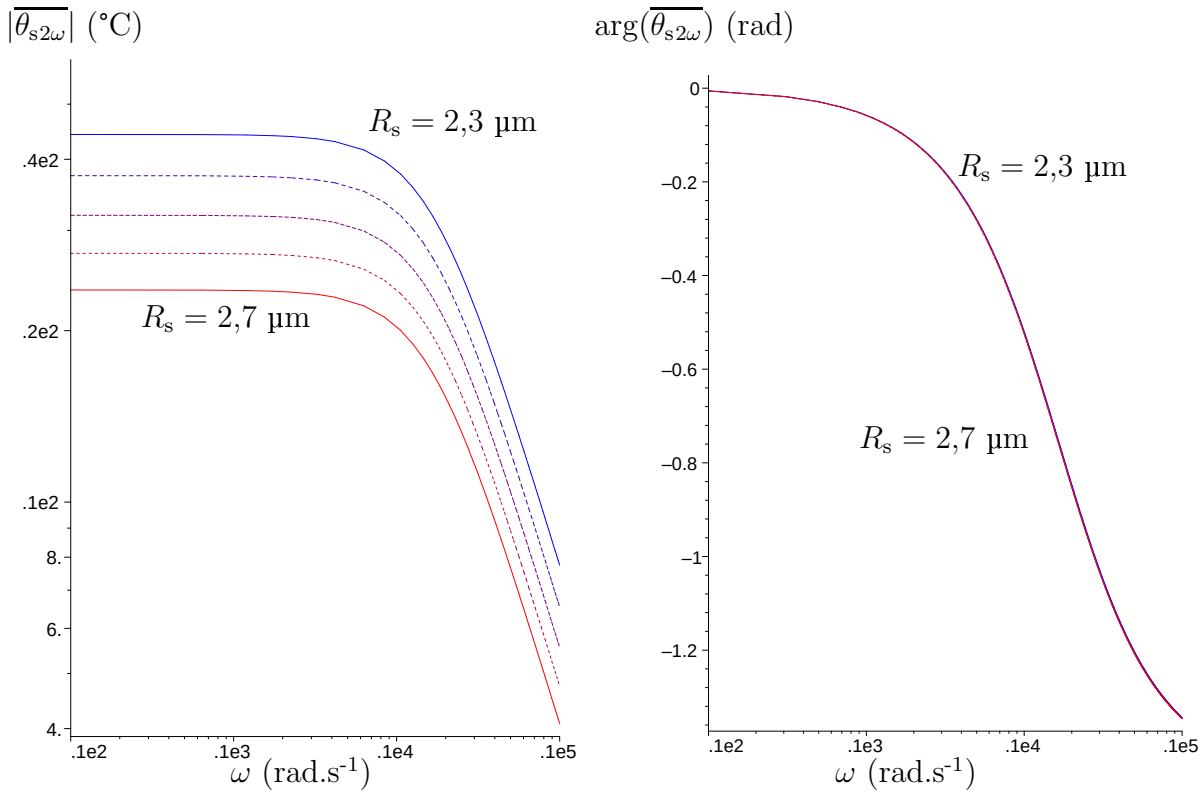
| $\omega$ en rad.s$^{-1}$ | paramètres | $\lvert\overline{\theta_{s2\omega}}\rvert$ en °C |
|---|---|---|
| $\rightarrow 0$ | $h = 0$ | 33,9 |
| $\rightarrow 0$ | $h = 1\,000$ | 31,9 |
| $\rightarrow 0$ | $h = 2\,000$ | 29,6 |
| 10 000 | $h = 0$ | 5,56 |
| 10 000 | $h = 1\,000$ | 5,55 |
| 10 000 | $h = 2\,000$ | 5,54 |
| $\rightarrow 0$ | $L_s = 90.10^{-6}$ | 26,2 |
| $\rightarrow 0$ | $L_s = 100.10^{-6}$ | 31,9 |
| $\rightarrow 0$ | $L_s = 110.10^{-6}$ | 38,0 |
| 10 000 | $L_s = 90.10^{-6}$ | 5,47 |
| 10 000 | $L_s = 100.10^{-6}$ | 5,55 |
| 10 000 | $L_s = 110.10^{-6}$ | 5,63 |
| $\rightarrow 0$ | $R_s = 2{,}3.10^{-6}$ | 44,2 |
| $\rightarrow 0$ | $R_s = 2{,}5.10^{-6}$ | 31,9 |
| $\rightarrow 0$ | $R_s = 2{,}7.10^{-6}$ | 23,6 |
| 10 000 | $R_s = 2{,}3.10^{-6}$ | 7,75 |
| 10 000 | $R_s = 2{,}5.10^{-6}$ | 5,55 |
| 10 000 | $R_s = 2{,}7.10^{-6}$ | 4,08 |

TAB. 5.1 – *Variations de* $\lvert\overline{\theta_{s2\omega}}\rvert$ *pour différentes valeurs des paramètres* $L_s$, $R_s$ *et* $h$ *et pour une intensité* $I = 40$ *mA. Les paramètres par défaut sont :* $L_s = 100$ µ*m*, $R_s = 2{,}5$ µ*m et* $h = 1\,000$ $W.m^{-2}.K^{-1}$.



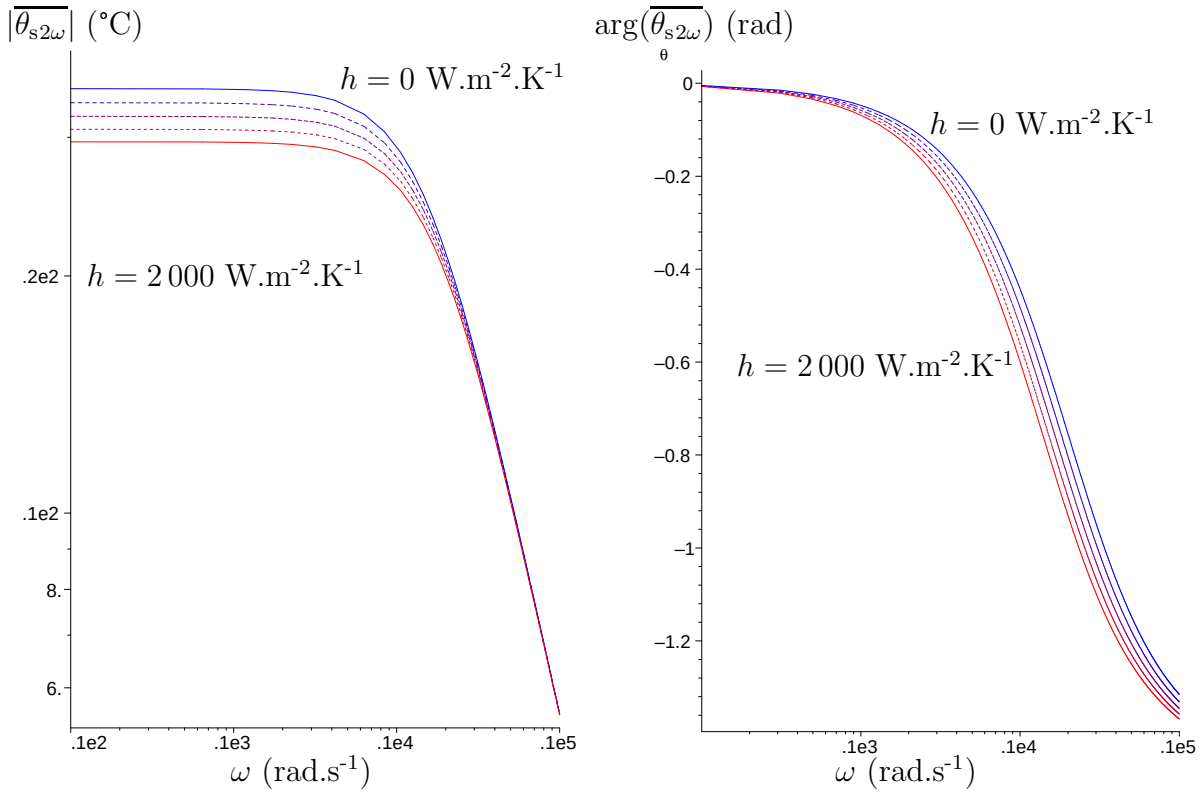

(a) Module de $\overline{\theta_{s2\omega}}$ (b) Déphasage de $\overline{\theta_{s2\omega}}$

FIG. 5.3 – *Influence de $L_s$ sur la réponse de la température de la sonde à une intensité d'amplitude 40 mA et de pulsation $\omega$*



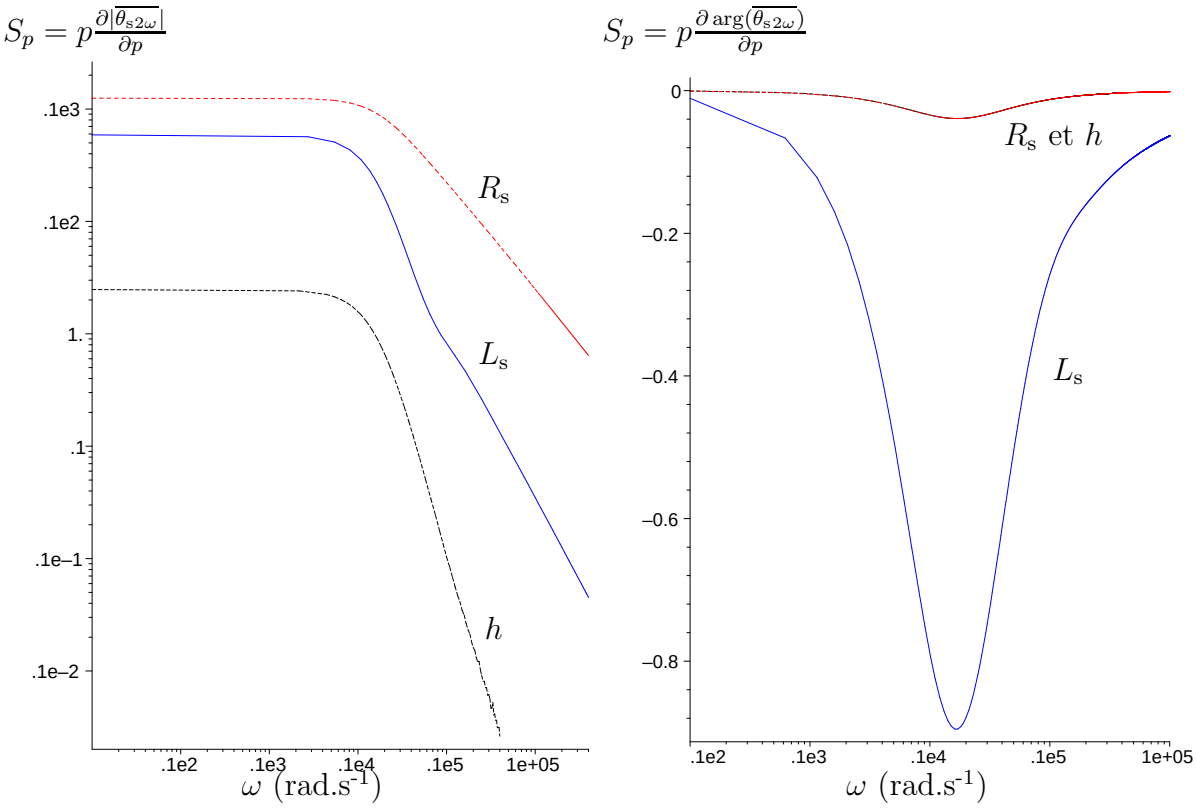

(a) Module de $\overline{\theta_{s2\omega}}$ (b) Déphasage de $\overline{\theta_{s2\omega}}$

FIG. 5.4 – *Influence de $R_s$ sur la réponse de la température de la sonde à une intensité d'amplitude 40 mA et de pulsation $\omega$*




(a) Module de $\overline{\theta_{s2\omega}}$ (b) Déphasage de $\overline{\theta_{s2\omega}}$

FIG. 5.5 – *Influence de $h$ sur la réponse de la température de la sonde à une intensité d'amplitude 40 mA et de pulsation $\omega$ (rad.s$^{-1}$)*




(a) Sensibilité du module de $\theta_s$ (°C) (b) Sensibilité du déphasage de $\theta_s$ (rad)

FIG. 5.6 – *Sensibilité de $\overline{\theta_{s2\omega}}$ aux paramètres $p = L_s$, $R_s$ et $h$*

### Procédure de minimisation

À l'aide du modèle thermique de la sonde dans l'air, il est possible de calibrer la sonde hors contact. Nous avons constaté la faible influence du coefficient d'échange $h$ sur la réponse fréquentielle de la sonde. *A contrario*, la réponse de la sonde est très sensible à son rayon $R_\mathrm{s}$ et à sa longueur $L_\mathrm{s}$. Nous chercherons alors à identifier uniquement les paramètres les plus pertinents, c'est-à-dire $L_\mathrm{s}$ et $R_\mathrm{s}$.

La fonctionnelle que nous avons choisi repose sur les écarts relatifs entre la mesure et le modèle :

$$F(L_\mathrm{s},R_\mathrm{s}) = \sum_{\text{nb de mesures}} \left| 1 - \frac{\theta_{\mathrm{s\ mesure}}}{\theta_\mathrm{s}(L_\mathrm{s},R_\mathrm{s})} \right|^2 \tag{5.20}$$

Celle-ci ne repose pas sur l'écart réel entre les mesures (phase et amplitude) et le modèle de façon à donner la même importance à toutes les mesures, qu'elles aient une valeur importante à basses fréquences ou une valeur beaucoup plus faible à hautes fréquences.

Nous avons utilisé une méthode de relaxation à pas variables (Fig. 5.7), reposant uniquement sur la fonction $F$ et non sur son gradient ou son Hessien - matrice des dérivées secondes - en choisissant successivement chaque variable comme direction ($R_\mathrm{s}$ ou $L_\mathrm{s}$) de descente vers le minimum. Le pas de descente diminue lorsque le minimum est dépassé jusqu'à atteindre un seuil de précision fixé. Cette méthode converge difficilement car elle nécessite autant de convergence vers les minima dans chaque direction successive, contrairement à la méthode du gradient reposant sur la pente locale de $F$ par exemple, mais reste cependant simple à implémenter.

Cette méthode de minimisation est adaptée au cas de l'étude car le couple de paramètre initial ($L_{\mathrm{s}0} = 100$ µm et $R_{\mathrm{s}0} = 2{,}5$ µm) est relativement proche des paramètres minimaux. De plus, nous avons observé que la fonction $F$ a localement autour de ($L_{\mathrm{s}0}$, $R_{\mathrm{s}0}$) l'aspect d'une paraboloïde. Il n'y a donc pas de problème de divergence, ou de convergence vers un éventuel autre minimum.

### Minimisation sur les données simulées issues du modèle analytique (Fig. 5.8)

À partir du modèle analytique, il est alors possible de simuler le cas expérimental afin de vérifier la procédure de minimisation, et d'étudier l'influence du bruit de mesure sur la détermination des paramètres $L_\mathrm{s}$ et $R_\mathrm{s}$. Nous avons donc simulé les résultats d'une mesure sur une sonde de longueur $L_\mathrm{s} = 98$ µm et de rayon $R_\mathrm{s} = 2{,}4$ µm (modèle initial) et étudié la convergence de notre procédure en y adjoignant des bruits additifs de la forme $\theta_\mathrm{bruit}\mathrm{e}^{i\phi\mathrm{bruit}}$ (Tab. 5.2). Le bruit sur le module de la température ajouté suit une loi normale de moyenne 0 et d'écart-type $\sigma$ et le bruit sur le déphasage est un bruit blanc, c'est-à-dire uniforme entre 0 et $2\pi$. Nous appliquerons successivement des écart-types de valeur 1 °C et 5 °C représentant 2,78 % et 13,9 % de la température du palier de basses fréquences.

Nous pouvons constater qu'un bruit d'écart-type important de 5 °C sur la température simulée provoque un écart relatif inférieur à 4 % sur la détermination de $L_\mathrm{s}$ et $R_\mathrm{s}$. Par conséquent, notre processus de minimisation n'est pas instable. En prenant un écart-type

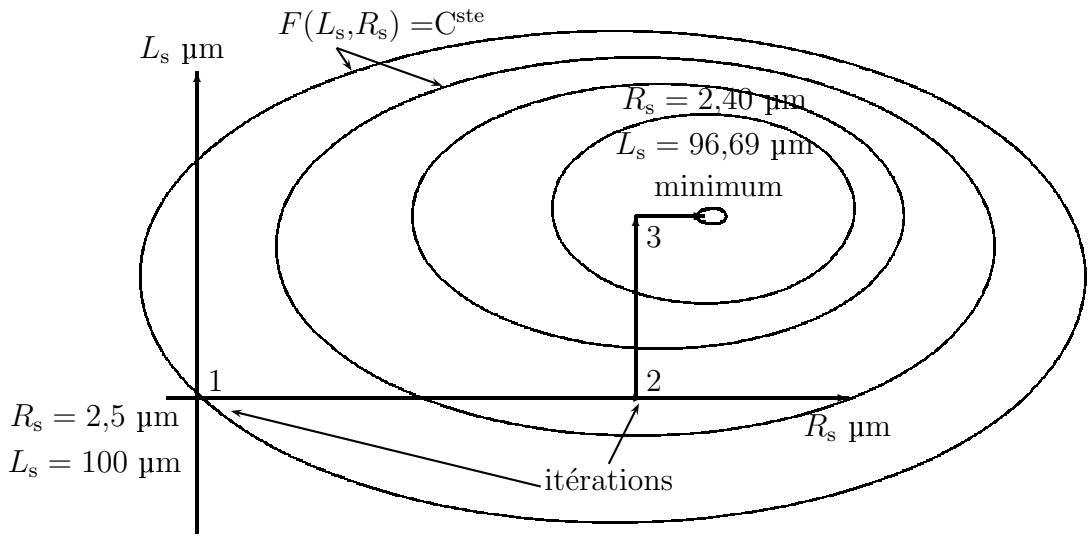



FIG. 5.7 – *Schématisation du principe de minimisation multivariables par relaxation*

| Écart-type | $L_s$ (µm) | Écart sur $L_s$ (%) | $R_s$ (µm) | Écart sur $R_s$ (%) | $\frac{\sqrt{F}}{\text{nb de mesures}}$ (%) |
|---|---|---|---|---|---|
| 0 °C | 98,01 | 0,01 | 2,40 | 0,005 | $2.10^{-3}$ |
| 1 °C | 98,27 | 0,27 | 2,40 | 0,076 | 1,22 |
| 5 °C | 101,54 | 3,61 | 2,41 | 0,60 | 5,67 |

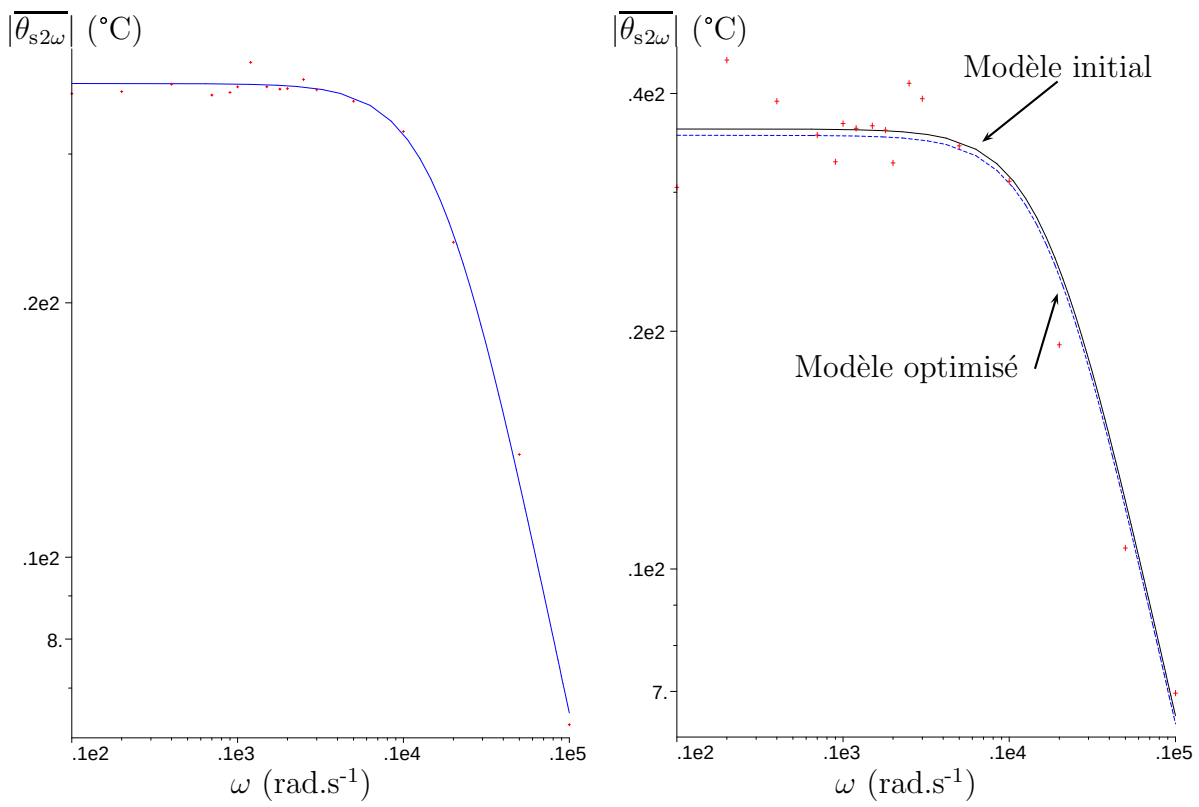
TAB. 5.2 – *Influence du bruit sur l'identification des paramètres $L_s$ et $R_s$. Les paramètres initiaux de chaque minimisation sont $L_s = 100$ µ$m$ et $R_s = 2{,}4$ µ$m$. Ce tableau précise les valeurs obtenues lors des optimisations*

plus faible et plus réaliste du bruit de mesure d'environ 1 °C, l'identification des paramètres s'effectue avec une incertitude inférieure à 0,3 %.

### 5.2.5 Calibration des sondes dans l'air

La méthode de minimisation appliquée à des mesures réelles donne la valeur de deux paramètres $L_s$ et $R_s$. Leurs valeurs minimisent l'écart entre le comportement du modèle avec les valeurs mesurées. Dans l'exemple que nous avons choisi, la sonde a été caractérisée par $L_s$ = 96,69 µm et $R_s$ = 2,243 µm (modèle analytique, b sur la figure 5.9(b)). Nous avons évalué l'incertitude sur les températures mesurées à environ 3 %, correspondant, dans le cas de la minimisation des mesures simulées bruitées à un écart-type d'environ 1 °C et donc à une erreur relative sur les paramètres minimisés de l'ordre de 0,3 % sur $L_s$ et 0,1 % sur $R_s$. Il est alors possible de vérifier la validité de ces paramètres identifiés en comparant les courbes issues du modèle et les mesures sur la figure 5.9.

Le comportement donné par le modèle initial (a sur la figure 5.9)avec les paramètres du constructeur $L_s$ = 100 µm et $R_s$ = 2,5 µm s'approche de celui expérimental donné par les mesures. Néanmoins, il n'est pas parfaitement valable et l'adaptation des paramètres $R_s$ dans un premier temps pour amplifier à la fois les basses et les hautes fréquences, puis




(a) Écart-type de 1 °C (b) Écart-type de 5 °C

FIG. 5.8 – *Mesures simulées bruitées et courbes issues de la minimisation*

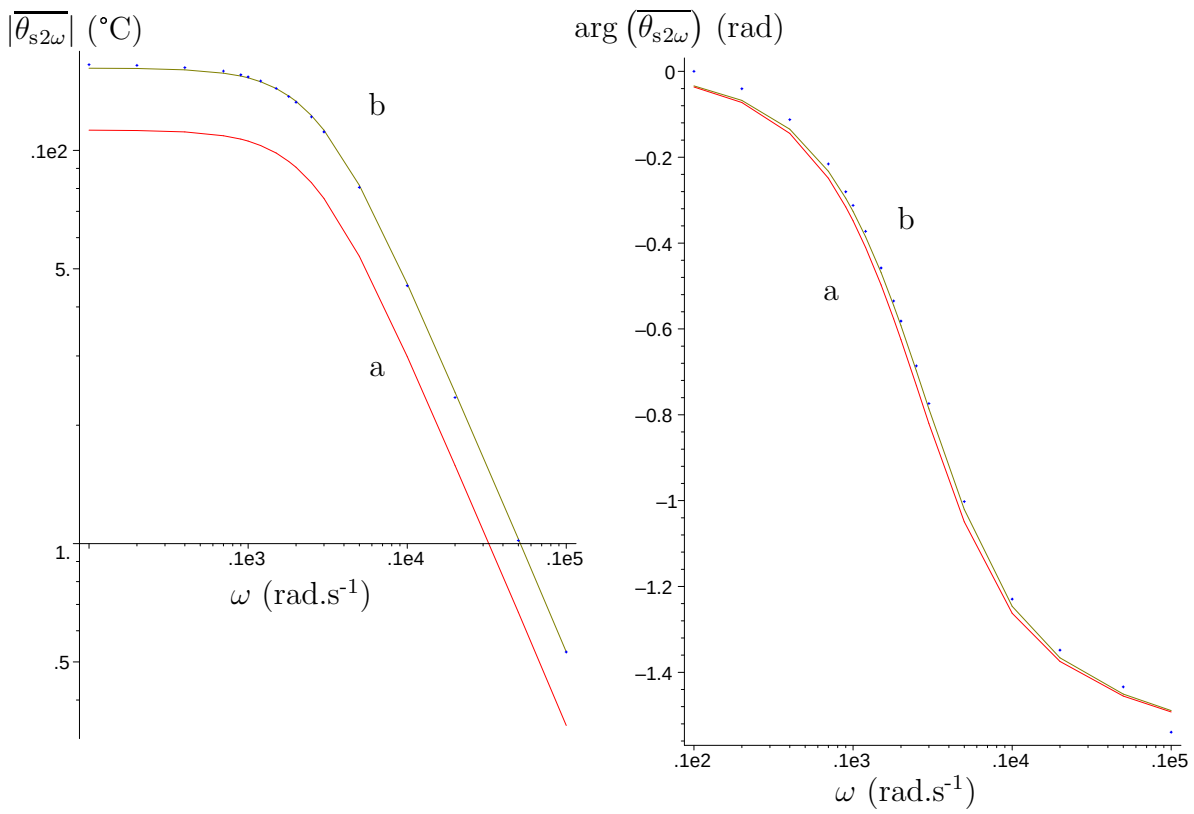
$L_s$ dans un second temps pour corriger les écarts sur le palier des basses fréquences et le déphasage (voir la section 5.2.4, page 120), permet d'atteindre une précision acceptable sur la fonctionnelle : en effet $F(96{,}69.10^{-6}{,}2{,}243.10^{-6}) = 10^{-2}$, ce qui implique un écart relatif moyen de température entre une mesure et le modèle inférieur à 2,5 % dans le cas étudié.

### 5.2.6 Conclusion

Nous avons présenté dans cette section la modélisation de la température moyenne $\overline{\theta_{s2\omega}}$ de la sonde hors contact ainsi que sa confrontation aux mesures. Ces dernières révèlent que les paramètres géométriques de la sonde doivent être corrigés. L'écart relatif de ces paramètres concernant la sonde que nous avons étudiée est de 10 % pour le rayon $R_s$ et 3,3 % pour sa longueur $L_s$, ce qui reste cohérent avec les incertitudes spécifiées par le fabricant.

L'identification des paramètres $L_s$ et $R_s$ nous permet alors d'effectuer des mesures sur des échantillons.

Il est important de considérer que puisque chaque sonde est unique, cette étape est nécessaire pour chacune d'elle, ce qui rend le processus beaucoup plus long mais surtout




(a) Module de $\overline{\theta_{s2\omega}}$

(b) Déphasage de $\overline{\theta_{s2\omega}}$

FIG. 5.9 – *Comparaison des réponses fréquentielles de la sonde mesurée (en cercle), données par le modèle avec* $L_s = 100$ µ*m et* $R_s = 2{,}5$ µ*m (a) et avec* $L_s = 96{,}69$ µ*m et* $R_s = 2{,}243$ µ*m (b)*

beaucoup plus précis que celui utilisé en régime continu.

## 5.3 Modèle de la sonde thermique en contact

Nous allons dans cette partie présenter la modélisation thermique et la calibration expérimentale de la méthode $3\omega$. Le modèle relie la moyenne de la deuxième harmonique de la température $\overline{\theta_{s2\omega}}$ de la sonde aux paramètres étudiés dans le paragraphe précédent, ainsi qu'à une conductance thermique équivalente $G_{equ}$ calculée comme la mise en série de la conductance de contact et de la conductance de l'échantillon. La sensibilité de cette amplitude thermique à la conductance équivalente est étudiée, et une calibration expérimentale s'appuyant sur 16 échantillons de référence et d'états de surface comparables est effectuée.

Des images en amplitude de température pour ces échantillons ont pu être produites dans un temps raisonnable (environ une heure par image). La comparaison des images thermiques avec les images topographiques dénotent un découplage entre ces deux signaux.

La calibration expérimentale a donc consisté dans la mesure d'une amplitude de température moyenne dans la sonde à la deuxième harmonique pour plusieurs fréquences. Les images obtenues ont permis de moyenner des valeurs d'amplitude sur une surface de l'échantillon afin de réduire l'écart type. Ce spectre a ensuite été injecté dans le modèle où les valeurs de longueur $L_\mathrm{s}$ et de rayon $R_\mathrm{s}$ de sonde déterminées hors contact ont été utilisées. La même méthode d'inversion mais basée sur ce nouveau modèle a été appliquée ici afin d'extraire enfin la conductance équivalente $G_\mathrm{equ}$. Il faut comprendre que ces valeurs de conductance sont donc a priori dénuées de tout artefacts liés au comportement thermique de la sonde, elles ne prennent en compte que les paramètres de contact et la conductance équivalente de l'échantillon.

### 5.3.1 Expression analytique de la température de la sonde en contact avec un échantillon

Une fois la sonde calibrée dans l'air, il est possible d'introduire une conductance thermique équivalente $G_\mathrm{equ}$, représentant la succession de la conductance de contact $G_\mathrm{c}$ et la conductance de l'échantillon $G_\mathrm{e}$ au bout de la sonde, dont l'expression est :

$$G_\mathrm{equ} = \frac{G_\mathrm{e} G_\mathrm{c}}{G_\mathrm{e} + G_\mathrm{c}} \tag{5.21}$$

L'équation limite en $x = L_\mathrm{s}$ devient alors:

$$-\lambda_\mathrm{s} S_\mathrm{s} \frac{\mathrm{d}\theta_{\mathrm{s}2\omega}}{\mathrm{d}x}(x = L_\mathrm{s}) = G_\mathrm{equ} \cdot \theta_{\mathrm{s}2\omega}(x = L_\mathrm{s}) \tag{5.22}$$

et remplace la condition d'adiabaticité du cas hors contact. La résolution est identique à celle effectuée hors contact, et donne l'expression de la 2$^\mathrm{e}$ harmonique de la température de la sonde $\theta_{\mathrm{s}2\omega}$ en fonction de $G_\mathrm{equ}$ :

$$\overline{\theta_{\mathrm{s}2\omega}} = \frac{J}{L_\mathrm{s} m^3} \cdot \frac{(4\mathrm{e}^{mL_\mathrm{s}} - 2 + mL_\mathrm{s}\mathrm{e}^{2mL_\mathrm{s}} - mL_\mathrm{s} - 2\mathrm{e}^{2mL_\mathrm{s}}) \cdot \frac{G_\mathrm{equ}}{G_\mathrm{s} m L_\mathrm{s}} + (mL_\mathrm{s} + mL_\mathrm{s}\mathrm{e}^{2mL_\mathrm{s}} - \mathrm{e}^{2mL_\mathrm{s}} + 1)}{(\mathrm{e}^{2mL_\mathrm{s}} - 1) \cdot \frac{G_\mathrm{equ}}{G_\mathrm{s} m L_\mathrm{s}} + (1 + \mathrm{e}^{2mL_\mathrm{s}})} \tag{5.23}$$

où $G_\mathrm{s} = \frac{\lambda_\mathrm{s} S_\mathrm{s}}{L_\mathrm{s}}$.

L'expression précédente vérifie l'expression de $\overline{\theta_{\mathrm{s}2\omega}}$ hors contact, i.e pour $G_\mathrm{equ} = 0$.

*A priori*, nous considérerons que la conductance de l'air $G_\mathrm{c}$ est réelle, reflétant ainsi une transmission de chaleur instantanée entre la pointe et l'échantillon. En effet, que le transfert soit effectué par conduction solide-solide, par le ménisque d'eau ou par l'air, celui-ci est très efficace sur la surface de rayon $b$ et très rapide. De plus, nous avons développé la réponse de l'échantillon à une condition aux limites alternative dans le chapitre 3 pour en conclure qu'aux fréquences mises en jeu dans la technique $3\omega$ appliquée à la sonde thermique, la conductance de l'échantillon était réelle. Par conséquent nous identifions une conductance équivalente $G_\mathrm{equ}$ réelle.

### 5.3.2 Étude du modèle direct

Nous admettons que les paramètres $L_s$ et $R_s$ identifiés dans la partie précédente ne varient pas lorsque la sonde vient au contact de l'échantillon. Nous pouvons par conséquent étudier la sensibilité de la sonde au seul paramètre à définir : $G_{equ}$, et constater que l'influence de $G_{equ}$ sur $|\overline{\theta_{s2\omega}}|$ diminue lorsque la pulsation augmente.

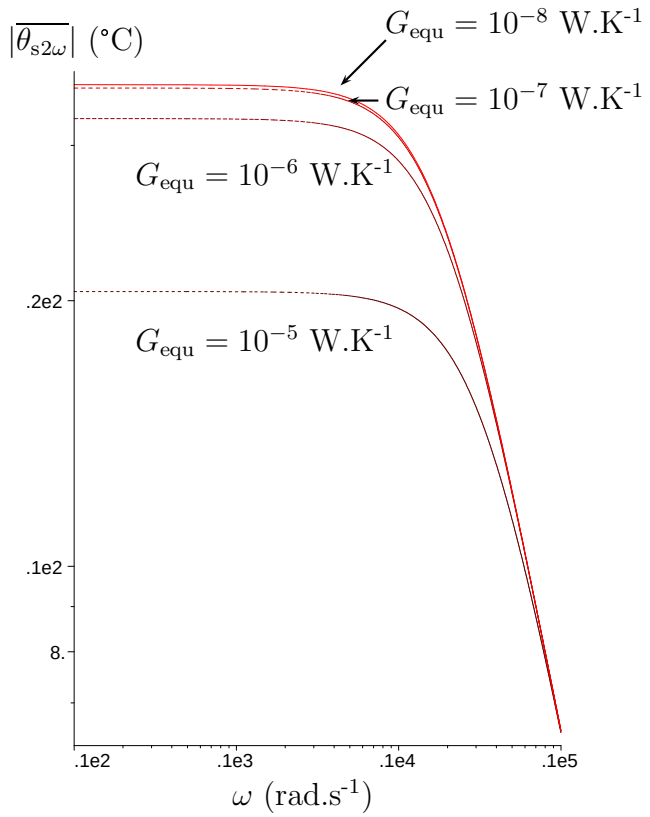
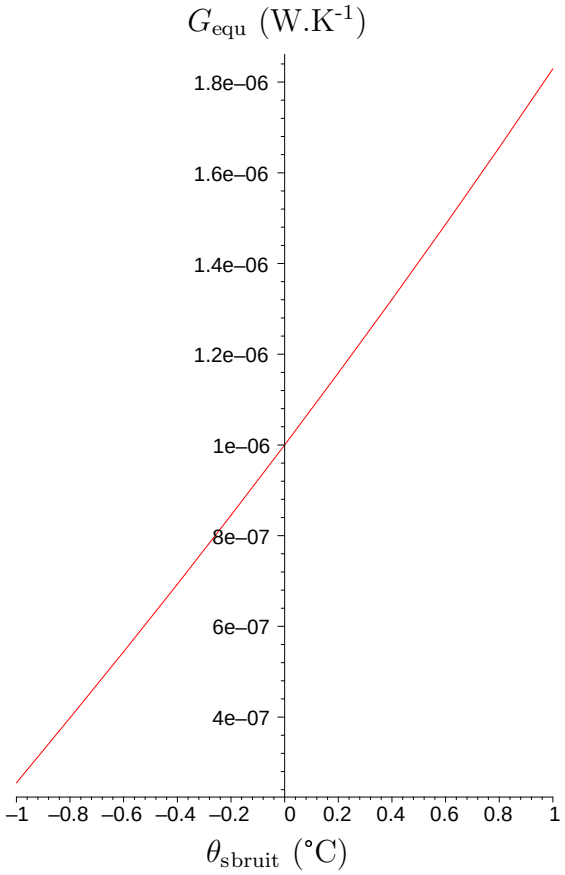



FIG. 5.10 – *Réponse fréquentielle de la $\theta_{s2\omega}$ en fonction de $G_{equ}$ pour une intensité d'amplitude 40 mA*

L'identification de $G_{equ}$ s'obtient en minimisant la différence $|\overline{\theta_{s2\omega}}| - \theta_{smesure}$. Afin de déterminer la sensibilité de $G_{equ}$ à un bruit sur la température mesurée, nous avons simulé une température de sonde avec notre modèle correspondant à $G_{equ} = 10^{-6}$ W.K$^{-1}$. Les résultats de l'adjonction d'un bruit sur la température mesurée (FIG. 5.11) démontre qu'un bruit d'amplitude 0,2 °C provoque un changement de l'ordre de 16 % sur la détermination de la conductance équivalente. La précision de la mesure doit donc être la plus grande possible. En particulier, il est possible de diminuer le bruit de mesure sur chaque valeur en moyennant un grand nombre de mesures. En effet, si $N$ mesures représentant la même valeur moyenne se repartissent autour de celle-ci en suivant une loi normale d'écart-type $\sigma$, l'erreur sur cette moyenne issu de la population de $N$ mesures décroit comme $\sigma/\sqrt{N}$. L'incertitude sur les mesures étant a priori incompressible, il est nécessaire de prendre une population de points importante afin de diminuer l'erreur sur la mesure moyenne. La taille de la population peut provenir de deux sources différentes, d'une part de la carto-

graphie d'une surface qui permet de moyenner spatialement les températures mesurées sur de nombreux points, et d'autre part, dans le cas d'un mesure ponctuelle, de moyenner temporellement les températures relevées. En pratique, la cartographie permet relativement simplement d'atteindre plusieurs milliers de points sur un même échantillon et le détecteur synchrone permet de moyenner, sur un temps réglable, un nombre important de températures échantillonées.




| $\theta_{\text{sbruit}}$ (°C) | $G_{\text{equ}}$ (W.K$^{-1}$) |
|---|---|
| $-1$ | $2{,}55.10^{-7}$ |
| $-0{,}8$ | $3{,}98.10^{-7}$ |
| $-0{,}6$ | $5{,}44.10^{-7}$ |
| $-0{,}4$ | $6{,}93.10^{-7}$ |
| $-0{,}2$ | $8{,}45.10^{-7}$ |
| 0 | $10^{-6}$ |
| 0,2 | $1{,}16.10^{-6}$ |
| 0,4 | $1{,}32.10^{-6}$ |
| 0,6 | $1{,}49.10^{-6}$ |
| 0,8 | $1{,}66.10^{-6}$ |
| 1 | $1{,}83.10^{-6}$ |

FIG. 5.11 – *Sensibilité de la minimisation de $G_{\text{equ}}$ à un bruit sur la température de mesure $\theta_{\text{sbruit}}$*

### 5.3.3 Les échantillons de calibration

Un porte-échantillon spécialement préparé a été utilisé pour assurer un état de surface équivalent entre les échantillons après polissage. Ce porte-échantillon percé de 16 trous d'environ 2 mm de diamètre est comblé par différents matériaux (TAB. 5.3). Le tout est recouvert de résine avant d'être poli. La gamme des conductivités thermiques des échantillons permet d'analyser de manière précise l'intervalle entre 0,5 W.m$^{-1}$.K$^{-1}$ et 50 W.m$^{-1}$.K$^{-1}$.

| Matériaux | Symbole | Conductivité thermique $\lambda_e$ (W.m$^{-1}$.K$^{-1}$) | Masse volumiqe $\rho$ ($10^3$ kg.m$^{-3}$) | Chaleur spécifique $c_e$ (J.K$^{-1}$.kg$^{-1}$) | Diffusivité thermique $a_e$ ($10^{-6}$ m$^2$.s$^{-1}$) |
|---|---|---|---|---|---|
| Sélénium | Se | 0,5 | 4,79 | 321 | 0,325 |
| Tellure | Te | 3,3 | 6,25 | 201 | 2,63 |
| Manganèse | Mn | 7,81 | 7,4 | 477 | 2,21 |
| Bismuth | Bi | 7,9 | 9,8 | 124 | 6,5 |
| Gadolinium | Gd | 10,5 | 7,89 | 230 | 5,78 |
| Scandium | Sc | 15,8 | 2,99 | 557 | 9,48 |
| Thulium | Tm | 16,9 | 9,32 | 160 | 11,3 |
| Yttrium | Y | 17,2 | 4,48 | 285 | 13,5 |
| Titane | Ti | 21,9 | 4,5 | 523 | 9,31 |
| Zirconium | Zr | 22,7 | 6,49 | 281 | 12,4 |
| Hafnium | Hf | 23 | 13,1 | 146 | 12 |
| Antimoine | Sb | 24,4 | 6,68 | 205 | 17,8 |
| Vanadium | V | 30,7 | 6,1 | 486 | 10,4 |
| Thallium | Tl | 46,1 | 11,8 | 128 | 30,5 |
| Rhenium | Re | 48 | 21 | 138 | 16,6 |
| Arsenic | As | 50,2 | 5,73 | 328 | 26,7 |

TAB. 5.3 – *Conductivité thermique des échantillons utilisés pour la calibration en mode alternatif (Source Goodfellow)*

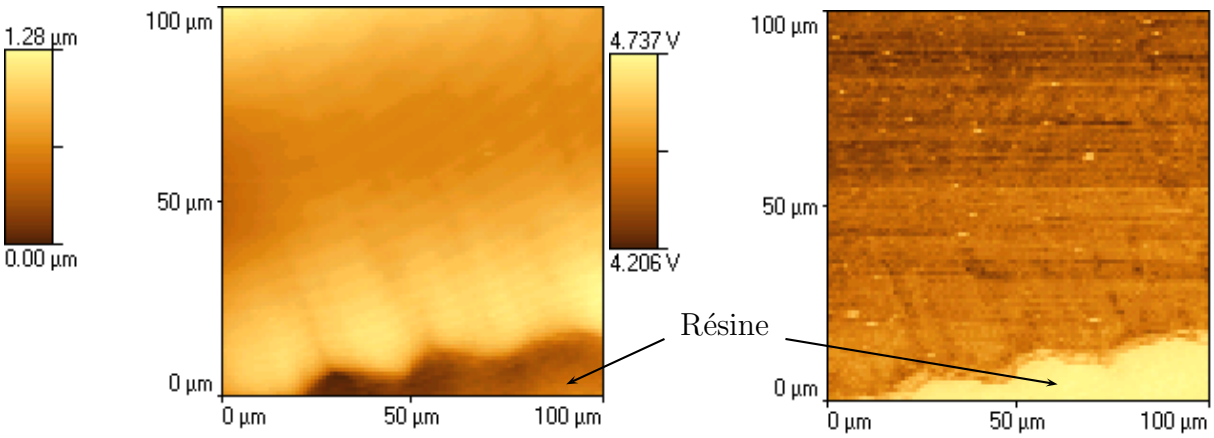
### 5.3.4 Calibration du mode AC

Chaque échantillon a fait l'objet de nombreuses mesures qui sont reportées sur les courbes (FIG. 5.15). Chaque point représente la conductance $G_{\text{equ}}$ issue de la minimisation utilisant la moyenne de différentes amplitudes de températures effectuées. Cette technique est relativement lente car chaque pixel de l'image doit représenter une mesure de l'amplitude de température $|\overline{\theta_{\text{s}2\omega}}|$ en régime alternatif établi, mais elle assure une meilleure régularité de la force appliquée que plusieurs mesures ponctuelles. Nous avons laissé environ 3 périodes de $|\overline{\theta_{\text{s}2\omega}}|$ sur chaque pixel des images. L'acquisition des données est limitée par le temps de traitement du détecteur synchrone (3.3.5). La mesure en cartographie nécessite un temps de réponse faible afin que la valeur mesurée soit une mesure stable. En supposant que chaque point de mesure soit entaché d'un bruit suivant une loi normale, la prise de mesure sur de multiples points permet de s'approcher de la valeur moyenne de la température, et par conséquent de faire chuter l'incertitude. L'écart-type $\sigma$ sur chaque mesure étant supposé connu, l'écart-type sur la moyenne $X$ de $n$ mesures s'évalue avec l'expression $\sigma(X) = \sigma/\sqrt(n)$. Par conséquent, l'incertitude sur chaque point relevé, issu de la moyenne d'environ 2 500 points chute à 0,06 °C ce qui assure les valeurs identifiées de $G_{\text{equ}}$ avec une incertitude de 5 %.

L'exploitation des mesures est délicate, car les échantillons sont recouverts par endroit de résine. Il est donc nécessaire de traiter l'ensemble des points de mesure et d'en ôter ceux qui ne sont pas pertinents. En particulier, il est assez recommandé d'effectuer des

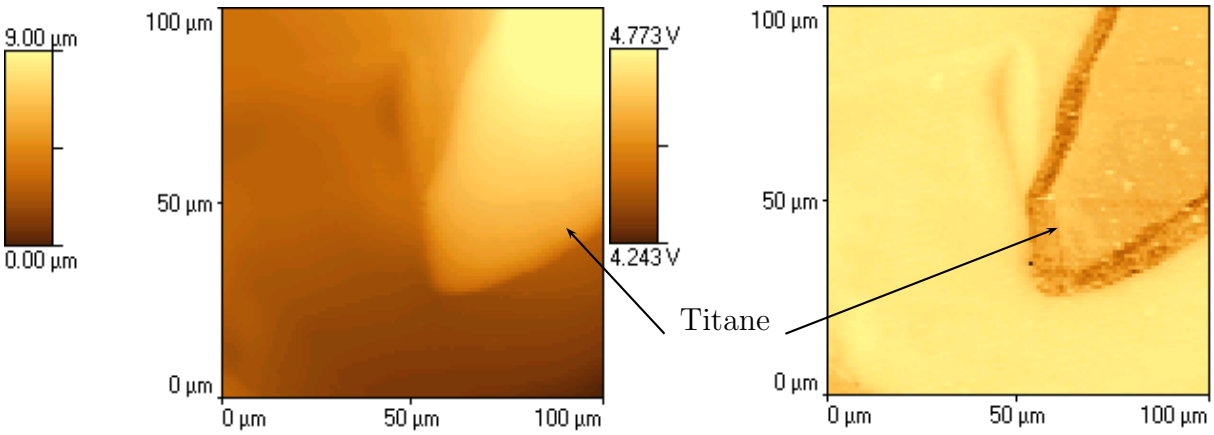
mesures sur la résine pour en déterminer les caractéristiques et de traiter les images relevées en ne choisissant que les zones correspondant effectivement à celles des matériaux. Nous illustrons cette étape du relevé sur les images d'yttrium (Fig. 5.12), de titane (Fig. 5.13) et de scandium (Fig. 5.14). Ces images révèlent des zones de résine dans le bas de l'image d'yttrium, correspondant à un saut de topographie. Sur la cartographie du titane, seul le domaine en haut à droite est effectivement à étudier et le matériau irrégulier qui traverse l'image (Fig. 5.14(a)) est du scandium. Pour toutes ces cartographies de températures modulées, l'aspect qualitatif est respecté puisque la résine s'y trouve toujours plus claire que les matériaux. La conductivité thermique de la résine correspondant à celle d'un polymère - environ 0,1 $W.m^{-1}.K^{-1}$ - est inférieure aux matériaux évoqués ici. Par conséquent, la température de la sonde sur ceux-ci est plus faible que celle sur la résine, ce qui donne une couleur plus sombre.

Une différence qualitative apparaît clairement entre les images thermiques et topographiques au niveau de l'interface matériau/résine sur les figures 5.12 et 5.13. Dans l'image thermique, une transition non-monotone est observée au passage entre le matériau et la résine alors qu'elle est bien monotone dans l'image topographique. Cette différence peut s'expliquer par la présence d'une interphase matériau/résine dont les propriétés thermiques seraient différentes, ou bien par le fait que le matériau ait subi des contraintes thermiques ou mécaniques pour le réduire en copeaux. Une autre explication consiste à invoquer la présence d'une résistance thermique existant à toute interface. Cette dernière explication semble peu pertinente car la zone discutée a une épaisseur de l'ordre de la dizaine de microns dans la figure 5.13. Par ailleurs, cette zone serait plus résistive alors que l'image la présente comme plus conductrice. Cette différence apparaît encore dans les figures 5.14 au niveau du disque de 10 micromètres de diamètre situé à l'intérieur du coude que forme le scandium. Ces différences entre signaux topographique et thermique indiquent bien un découplage entre les deux signaux. Nous pouvons conclure que ces images révèlent bien un contraste de propriétés thermiques. Ce découplage n'est cependant pas total puisque l'on aperçoit dans la figure 5.13(b) une tache thermique dans la résine au bord gauche du matériau. Cette tache thermique, bien que faible, semble correspondre à l'affaissement apparaissant au même niveau dans l'image topographique.



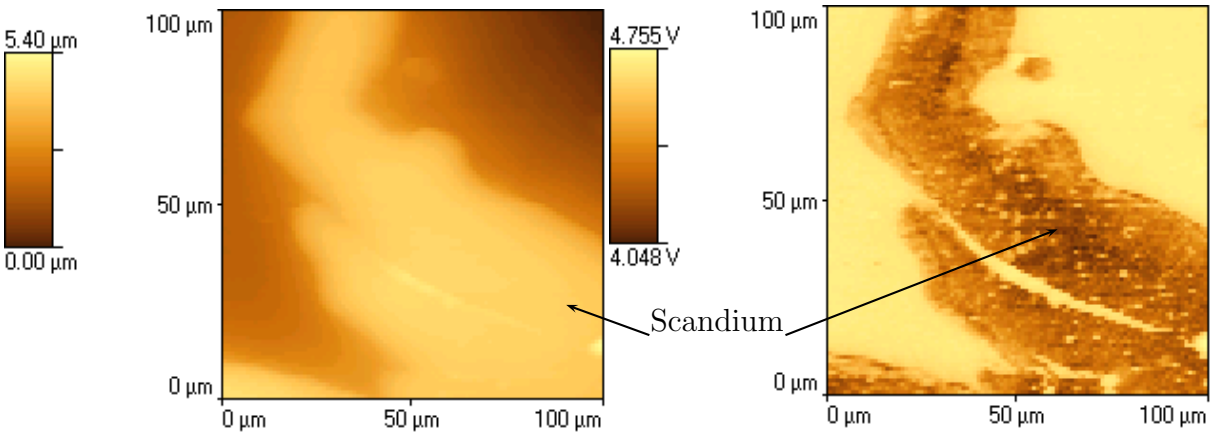

(a) Image topographique (b) Image thermique ($|\overline{\theta_{s2\omega}}|$)

FIG. 5.12 – *Images topographique et thermique d'un échantillon de Yttrium sur lequel est visible de la résine dans le bas de l'image à droite*




(a) Image topographique (b) Image thermique ($|\overline{\theta_{s2\omega}}|$)

FIG. 5.13 – *Images topographique et thermique d'un échantillon de Titane*




(a) Image topographique (b) Image thermique ($|\overline{\theta_{s2\omega}}|$)

FIG. 5.14 – *Images topographique et thermique d'un échantillon de Scandium*

La pulsation de l'excitation utilisée pour réaliser ces images est 1 257 rad.s$^{-1}$. Elle correspond à une fréquence relativement rapide pour effectuer les cartographies en un temps minimum et a une sensibilité de $|\overline{\theta_{s2\omega}}|$ à $G_{\text{equ}}$ encore significative. Il est alors possible de tracer l'inverse de la conductance $G_{\text{equ}}$ en fonction de l'inverse de $\lambda_{\text{e}}$ pour obtenir les valeurs de $G_{\text{c}}$ et de $b$. En effet :

$$\frac{1}{G_{\text{equ}}} = \frac{G_{\text{c}} + G_{\text{e}}}{G_{\text{c}} G_{\text{e}}} = \frac{1}{2b} \cdot \frac{1}{\lambda_{\text{e}}} + \frac{1}{G_{\text{c}}} \tag{5.24}$$

la pente de la droite $1/G_{\text{equ}} = A \cdot 1/\lambda_{\text{e}} + B$ permet d'atteindre le rayon de contact $b$ et l'intersection de l'axe des ordonnées à l'origine donne la conductance de contact $G_{\text{c}}$.

Comme en régime continu, les mesures sont dispersées (Fig. 5.15). Les meilleurs paramètres que nous ayons trouvé semblent être ceux de la courbe e ($G_{\text{c}} = 5.10^{-6}$ W.K$^{-1}$ et $b = 312$ nm). Ces résultats sont du même ordre de grandeur que ceux trouvés au chapitre précédent. Nous noterons toutefois que la conductance de contact réelle $G_{\text{c réelle}} = 10^{-5}$ W.K$^{-1}$ est deux fois plus grande et que le rayon de contact $b = 310$ nm est trois fois plus petit que les paramètres respectifs identifiés précédemment ($G_{\text{c}} \simeq 5.10^{-6}$ W.K$^{-1}$ et $b \simeq 1\,000$ nm). Nous estimons que la qualité du contact et de la surface des échantillons peuvent être des facteurs importants qui expliqueraient ces différences.

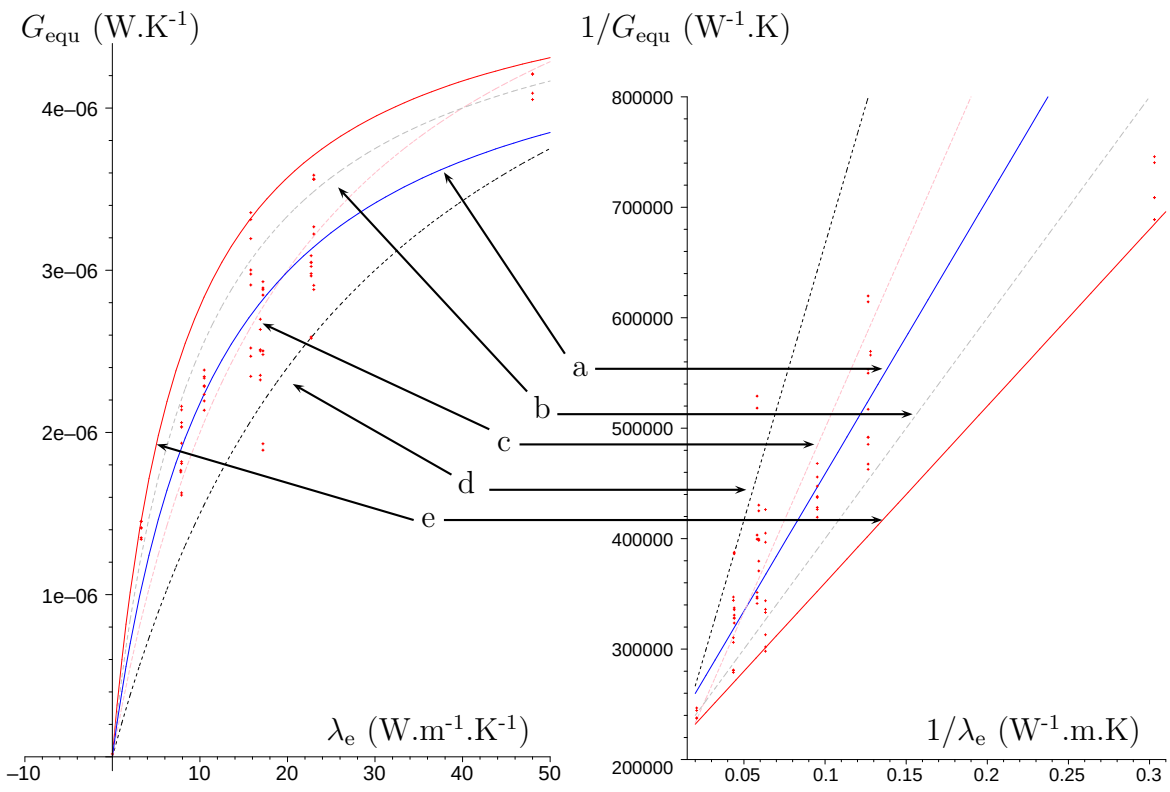
De plus, il semble que la courbe de la figure 5.15(b) ne semble pas tout-à-fait être une droite. En effet, nous pouvons remarquer un infléchissement de la courbe lorsque la conductivité thermique diminue, induisant une pente de moins en moins forte - donc un rayon de contact de plus en plus grand - et une intersection de l'axe des ordonnées à l'origine de plus en plus importante - et de ce fait une conductance de contact qui diminue. Nous étudierons cet effet et l'expliquerons dans le chapitre suivant.

## 5.4 Conclusion

Ce chapitre avait pour objectif d'étudier le mode alternatif (AC) de la microscopie thermique à sonde locale. En nous appuyant sur les résultats de l'étude du régime continu, nous avons développé un modèle analytique, de la sonde seule dans un premier temps afin d'en définir les caractéristiques géométriques, et de la sonde en contact avec un échantillon nous permettant d'accéder à des valeurs de conductances, équivalentes au contact et à l'échantillon.

Ce modèle est confronté aux mesures, ce qui valide à la fois les modèles analytiques développés et le dispositif expérimental, décrit au chapitre 3, qui permet l'acquisition des mesures.

L'identification d'une conductance équivalente nous a permis, grâce à des échantillons dont la qualité de surface était à peu près identique d'estimer une conductance de contact valant $G_{\text{c réelle}} = 10^{-5}$ W.K$^{-1}$ et un rayon de contact $b = 300$ nm environ. En comparant avec le régime continu, nous en avons déduit que la qualité de l'état de surface de ces échantillons étaient peut être la cause de la nette diminution du rayon de contact et de l'augmentation de la conductance de contact.




(a) $G_{equ}$ en fonction de $\lambda_e$

(b) $\frac{1}{G_{equ}}$ en fonction de $\frac{1}{\lambda_e}$

FIG. 5.15 – *Résultats expérimentaux et différentes courbes données par le modèle analytique. a ($G_c$ = 4,7.10$^{-6}$ W.K$^{-1}$ et b = 201 nm), b ($G_c$ = 5.10$^{-6}$ W.K$^{-1}$ et b = 250 nm), c ($G_c$ = 6.10$^{-6}$ W.K$^{-1}$ et b = 150 nm), d ($G_c$ = 6.10$^{-6}$ W.K$^{-1}$ et b = 100 nm) et e ($G_c$ = 5.10$^{-6}$ W.K$^{-1}$ et b = 312 nm)*

La dispersion des mesures reste importante. Désormais, il est possible de calibrer la sonde, donc seul le contact et l'ambiante influencent les mesures et génère cette dispersion. Pour atteindre de meilleurs résultats, il est nécessaire que l'état de surface de **tous** les échantillons soient identiques, ainsi que la force appliquée par la sonde sur ces derniers. Cet état de fait pose le problème de la mesure quantitative de la conductance de l'échantillon. En effet, sur un même échantillon, différentes valeurs de $G_{equ}$ peuvent être relevées.

La calibration de la conductance $G_{equ}$ sur divers échantillons permet de constater que les paramètres de contact ne sont pas indépendants de la conductivité thermique des échantillons. En particulier, il nous semble avoir mis à jour un nouvel effet, le rayon de contact $b$ diminue et la conductance de contact $G_c$ augmente quand la conductivité thermique augmente. Cet effet est *a priori* pour la première fois mesuré. Nous proposerons dans le chapitre suivant, utilisant les modèles développés dans ce chapitre et traitant des transferts entre la pointe en l'échantillon, des hypothèses pour expliquer ce phénomène.

# Chapitre 6

# Analyse des transferts thermiques entre la sonde et l'échantillon

## Contents


**6.1 Introduction . . . . . 138**
**6.2 Les Transferts radiatifs . . . . . 141**
6.2.1 Transfert radiatif dans l'approximation de l'optique géométrique 141
6.2.2 Transfert radiatif en champ proche . . . . . 143
**6.3 Transfert conductif solide - solide . . . . . 144**
**6.4 Transfert conductif dans l'air . . . . . 145**
6.4.1 Introduction . . . . . 145
6.4.2 Acquisition d'une courbe d'approche . . . . . 147
6.4.3 Modélisation de la sonde . . . . . 150
6.4.4 Modélisation du transfert diffusif dans l'air . . . . . 150
6.4.5 Résultats . . . . . 151
**6.5 Conduction dans le ménisque d'eau . . . . . 157**
**6.6 Récapitulatif . . . . . 159**
**6.7 Conclusion . . . . . 159**

## 6.1 Introduction

La démarche générale de nos travaux a consisté à utiliser, dans une première phase, un modèle simple du contact pointe-échantillon sans que le contenu physique de l'échange thermique ne soit détaillé. Il a été ainsi possible d'identifier une conductance et un rayon de contact à l'aide de calibrations en mode DC et AC.

Il est apparu cependant qu'une indétermination sur ces paramètres conduisaient encore à une trop grande dispersion. Pour maîtriser ce contact, il nous faut maintenant comprendre et quantifier les différents mécanismes d'échange.

Ces transferts sont de quatre natures différentes comme l'illustre la figure 6.1. Tout d'abord, la sonde chauffée peut transmettre de l'énergie par transfert radiatif, en champ lointain lorsque la sonde est à plusieurs micromètres au-dessus des échantillons et en champ proche lorsque la distance sonde-échantillon est inférieure à la longueur d'onde du rayonnement infrarouge centrée à l'ambiante aux environs de 10 µm. Le transfert par conduction dans l'air est aussi un canal d'échange, qui, de même que le rayonnement existe dans les configurations hors contact et en contact de la pointe. Les deux modes suivants n'existent que lorsque la pointe est en contact. Le contact mécanique au voisinage sonde-échantillon est constitué de multiples interfaces qui sont autant de ponts thermiques, par lesquels la chaleur passe d'un matériau à un autre, sans traverser l'espace interstitiel. Enfin, la présence d'un ménisque d'eau, issu d'une condensation capillaire des molécules d'eau présentes dans l'air entre les deux éléments, constitue le dernier mode de transfert. Ces quatre modes assurent le transfert de chaleur selon un schéma thermique incluant quatre conductances en parallèle équivalant à une conductance globale de contact $G_\mathrm{c}$ repérée dans la figure 6.2. L'expression de cette conductance équivalente, incluant la conductance de l'échantillon $G_\mathrm{e}$ est donc :

$$G_\mathrm{equ} = \frac{G_\mathrm{e}(G_\mathrm{c\,air} + G_\mathrm{c\,ray} + G_\mathrm{c\,s-s} + G_\mathrm{c\,eau})}{G_\mathrm{e} + G_\mathrm{c\,air} + G_\mathrm{c\,ray} + G_\mathrm{c\,s-s} + G_\mathrm{c\,eau}} \tag{6.1}$$

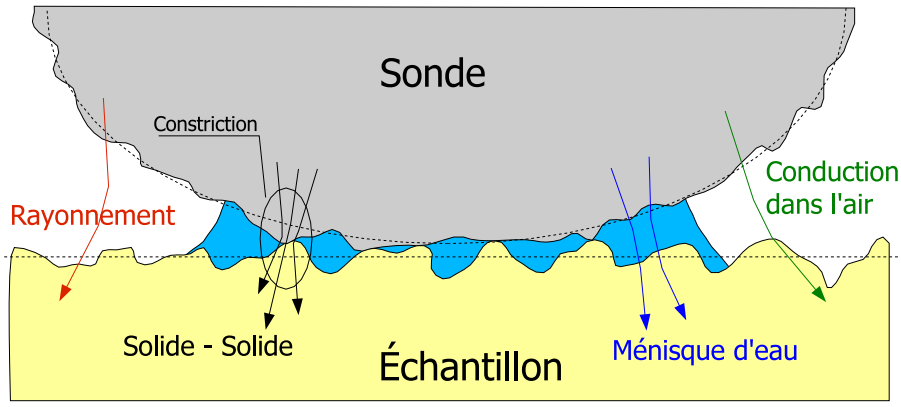



FIG. 6.1 – *Représentation des différents transferts thermiques entre la sonde et l'échantillon*

Aucune démonstration rigoureuse des transferts dominants n'a encore été donnée dans la littérature. Suivant les auteurs, les transferts entre la sonde et l'échantillon sont estimés

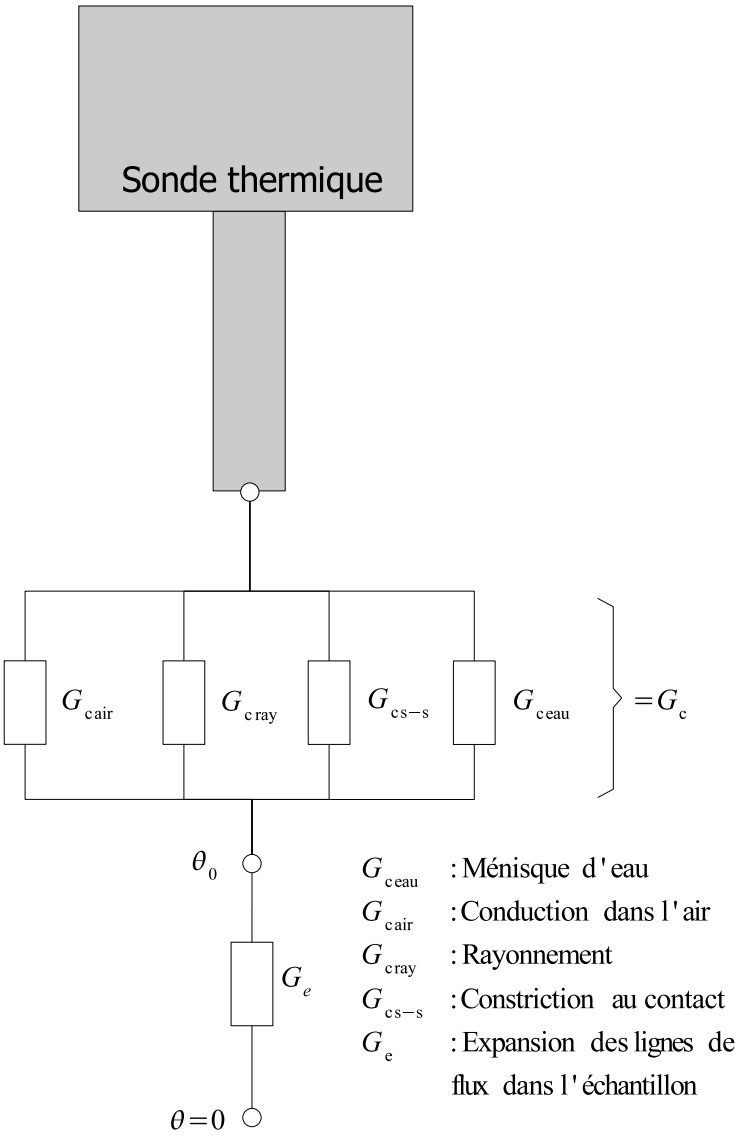



FIG. 6.2 – *Modélisation des différents types de transfert au niveau du contact sous forme de réseau de résistances thermiques*

de manière différente. Nous avons regroupé dans le tableau (TAB. 6.1) les évaluations proposées par A. MAJUMDAR [Maj99] sur des modèles théoriques des transferts entre un micro-thermocouple et l'échantillon.

Selon A. MAJUMDAR, le mode de transfert le plus efficace est le transfert par le ménisque d'eau, bien qu'il soit revenu sur cette hypothèse récemment au profit de la conduction dans l'air [SM02]. Le transfert radiatif est négligeable et le transfert par le contact mécanique solide-solide est du même ordre de grandeur que celui par l'air.

Nous allons identifier les échanges dans l'ordre des contributions croissantes. Des modélisations approximatives, mais majorantes vont permettre d'évaluer les contributions radiatives et leur associer un poids négligeable (section 6.2). Une analyse s'appuyant sur un modèle confirmé par nos expériences va montrer la dépendance de la conductance solide-solide à la force de contact (section 6.3). Cette dépendance indiquera un poids équi-

| Modes de transfert | Hypothèses | Ordres de grandeur (W.K$^{-1}$) |
|---|---|---|
| Conduction solide-solide<br>Macro-constriction | Loi de Hertz | de $10^{-8}$ si l'échantillon est isolant<br>à $10.^{-6}$ pour un conducteur |
| Conduction dans le gaz | Régime balistique<br>$h = \frac{\lambda_{\text{air}}}{z}$ | $\sim 10^{-6}$ |
| Radiatif lointain<br>Radiatif champ proche | Corps noir | $\sim 10^{-9}$<br>$\sim 10^{-13}$ |
| Ménisque d'eau | Surface hydrophile (Mica) | $\sim 4.10^{-5}$ |

TAB. 6.1 – *Estimation des conductances correspondant à chaque mode de transfert pour une sonde thermocouple par A.* MAJUMDAR *[Maj99]. h est la conductance surfacique (W.m$^{-2}$.K$^{-1}$), $\lambda_{\text{air}}$ la conductivité thermique de l'air (*0,025 *W.m$^{-1}$.K$^{-1}$) et z est l'altitude du point de la sonde au-dessus de la surface de l'échantillon.*

valent à celui de la conduction dans l'air. Ensuite, une étude approfondie de ce dernier transfert sera proposée en section 6.4. En mesurant la conductance prenant en compte le contact et l'échantillon en fonction de l'altitude, nous avons mis en évidence un transfert à longue distance ($\simeq$ 120 µm) qui ne peut se faire que par l'air. Un modèle de la littérature est ensuite proposé et la comparaison avec les résultats expérimentaux apparaît très satisfaisante. Ayant pris conscience du rôle majeur que prend la conduction dans l'air, nous montrerons que :

- le rayon de contact identifié au chapitre 4 est égal au rayon de la surface d'échange par conduction balistique,
- le rayon de contact semble dépendre dans un rapport de 1 à 4 de la conductivité thermique du matériau imposant la distribution des lignes de flux dans l'air,
- la valeur de la conductance par l'air semble dépendre aussi de la conductivité thermique de l'échantillon dans un rapport de 1 à 3.

Ces éléments viennent confirmer l'importance de la conduction dans l'air sur la résolution et la conductance de contact. Ils indiquent aussi la difficulté de dissocier les contributions liées d'une part au transfert pointe-échantillon que nous avions modélisées simplement à travers des paramètres indépendants de contact, et d'autre part à la contribution de l'échantillon.

Enfin, le ménisque d'eau établi entre la pointe et l'échantillon est étudié à la section 6.5. Nous avons calculé des valeurs de conductance par l'eau d'un ordre de grandeur supérieur à celles de la conductance par l'air et des rayons d'échange thermique de l'ordre de la centaine de nanomètres.

Si l'on associe à ces éléments le fait que les mesures du chapitre 4 (DC) étaient réalisées à hautes températures ($\simeq$ 120 °C) de pointe et que celles du chapitre 5 (AC) l'étaient à basse température ($\simeq$ 30 °C), nous proposons de conclure que les premières mesures étaient sensibles à un transfert par l'air, et les secondes à un transfert par le ménisque. Le rayon de contact identifié au chapitre 5, valant environ 300 nm, semble en effet confirmer la contribution de l'eau.

## 6.2 Les Transferts radiatifs

Les transferts radiatifs sont classiquement traités - dans l'air, assimilé à un milieu transparent - à l'aide de l'équation de conservation d'une grandeur phénoménologique appelée *luminance*. Ce traitement n'a de sens que si l'hypothèse de l'optique géométrique est applicable : la distance de transport doit rester très supérieure à la longueur d'onde des champs électriques et magnétiques. Cette longueur est donnée par la loi de Wien : $\lambda_m T = 2989$ µm.K qui amène à une valeur centrée autour de $\lambda_m = 10$ µm à l'ambiante. Cette longueur est supérieure aux dimensions d'échange pointe-échantillon sur une surface non négligeable de la pointe. Nous allons donc établir les ordres de grandeurs des flux radiatifs dans l'approximation de l'optique géométrique et dans le cas où cette hypothèse n'est plus valable.

### 6.2.1 Transfert radiatif dans l'approximation de l'optique géométrique

La sonde chaude va transférer de l'énergie par rayonnement thermique. Pour une température de sonde d'environ 300 K, les longueurs d'onde privilégiées sont d'environ 10 µm (Fig. 6.3). En effet, La loi de Wien fixe la longueur d'onde $\lambda_m$ (µm) du maximum du spectre de luminosité pour une température $T$ (K) par la relation $\lambda_m T = 2\,898$ µm.K.

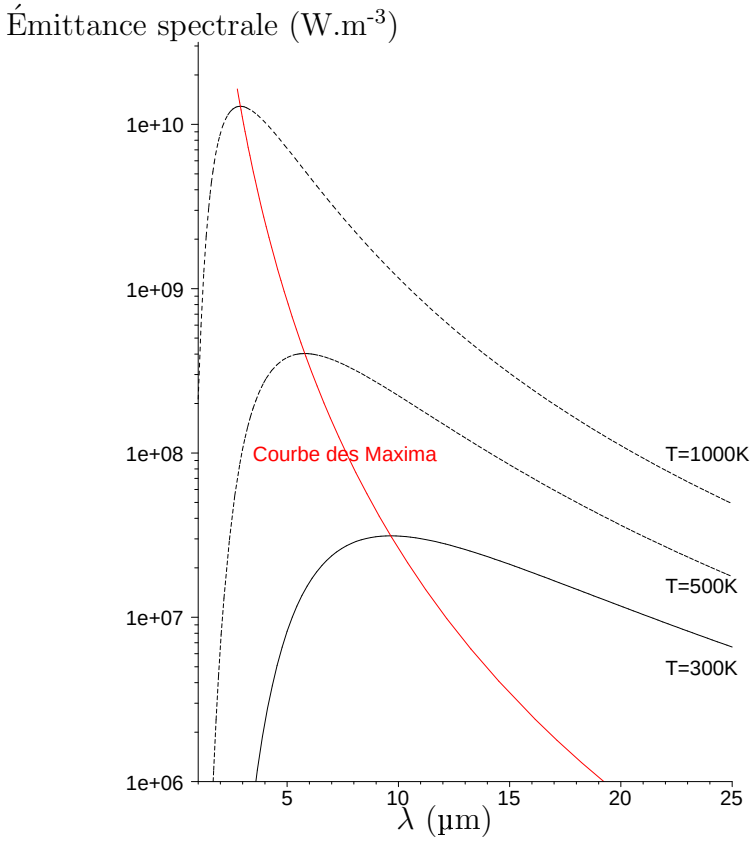



Fig. 6.3 – *Émittance spectrale du corps noir pour différentes températures. À température ambiante (300 K), le maximum d'émission est atteint pour une longueur d'onde de* 10 µ*m*

Pour des distances supérieures à quelques micromètres, les lois classiques du rayon-

nement s'appliquent. Pour estimer le flux transmis par rayonnement, et suivant que le transfert est effectué entre des surfaces assimilées soit à un disque représentant l'extrémité de la sonde, soit à un cylindre modélisant la sonde complète, nous avons choisi les deux géométries représentées dans les figures (FIG. 6.4 et 6.5).

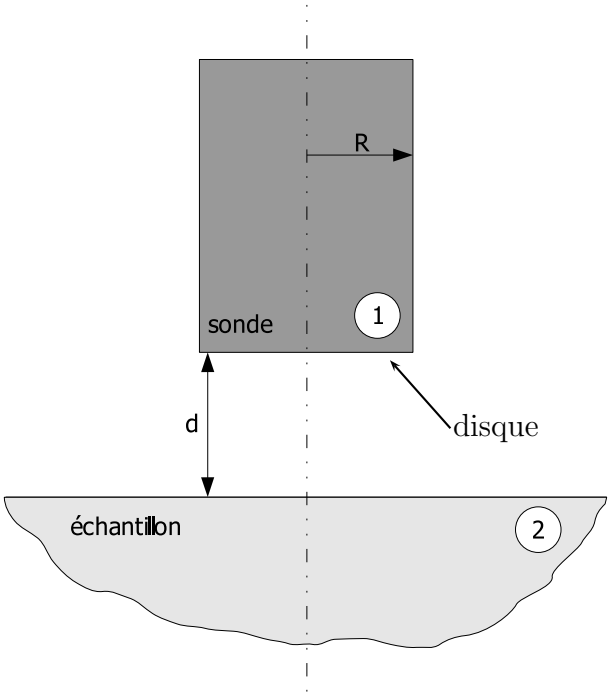



FIG. 6.4 – *Transfert radiatif entre un disque et un plan.* ***Note*** *: la géométrie est à symétrie de révolution*

Le flux net radiatif entre un disque et une surface s'exprime comme la différence entre le flux émis et celui reçu par le disque :

$$\Phi_{\text{ray}} = \epsilon_1 \sigma S_1 F_{12} T_1^4 - \epsilon_2 \sigma S_2 F_{21} T_2^4 \quad (6.2)$$

$$= \sigma S_1 F_{12} \left(\epsilon_1 T_1^4 - \epsilon_2 T_2^4\right) \quad (6.3)$$

avec $S_1 F_{12} = S_2 F_{21}$, $\epsilon_i$ représentant les émissivités et $F_{ij}$ les facteur de forme associés.

L'émission du disque ne peut s'effectuer que vers le plan donc le facteur de forme du disque vers le plan est égal à 1. En maximisant ce flux en prenant les coefficient d'émissivité ($\epsilon_1 = \epsilon_2 = 1$), en assimilant le rayon du disque au rayon du fil de la sonde $R_{\text{s}} = 2{,}5.10^{-6}$ m et avec la constante de Stefan-Boltzmann $\sigma = 5{,}67.10^{-8}$ W.m$^{-2}$.K$^{-4}$, et les températures du disque et du plan valent respectivement $T_1 = 393$ K et du plan $T_2 = 293$ K :

$$\Phi_{\text{ray}} = 1{,}835.10^{-7}\text{W} \quad (6.4)$$

$$G_{\text{c ray}} = \frac{\Phi_{\text{ray}}}{T_1 - T_2} = 1{,}835.10^{-9}\ \text{W.K}^{-1} \quad (6.5)$$

Le deuxième cas étudié est celui d'un cylindre émettant vers un plan.

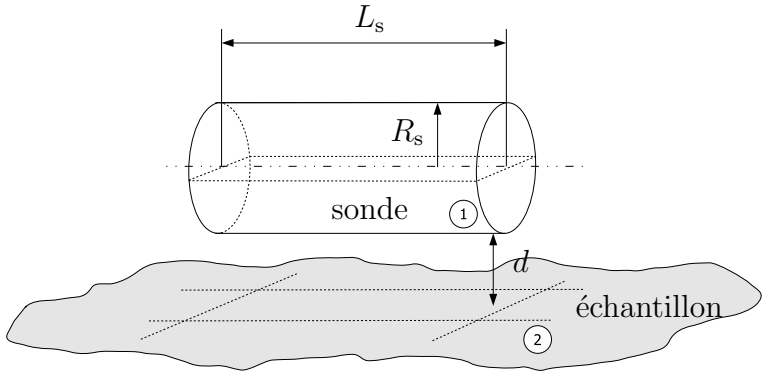



FIG. 6.5 – *Schématisation de la sonde au-dessus de l'échantillon sous la forme d'un cylindre horizontal de longueur $L_s$ et de rayon $R_s$*

Le flux net radiatif entre le cylindre et le plan a la même expression que celle précédente (6.3). En maximisant ce flux, c'est-à-dire en assimilant les deux corps à des corps noirs ($\epsilon_1 = \epsilon_2 = 1$), et en prenant $F_{12} = \frac{1}{2}$, $S = 2\pi R_s L_s$, $T_1 = 393$ K et $T_2 = 293$ K :

$$\Phi_{\text{ray}} = 7{,}34.10^{-7}\text{W} \tag{6.6}$$

$$G_{\text{c ray}} = 7{,}34.10^{-9}\text{W/K} \tag{6.7}$$

Ce calcul qui maximise la conductance par rayonnement conduit à une valeur de conductance qui n'atteint pas 1 ‰ de la valeur de la conductance $G_c$, elle sera donc négligée.

### 6.2.2 Transfert radiatif en champ proche

Ce transfert est issu du transfert électrostatique entre les dipôles (induits ou non) formés par les atomes de surface de la sonde et ceux de l'échantillon. Ce transfert décroît de manière exponentielle avec l'altitude. Pour quantifier ce transfert, il est donc possible d'étudier l'exemple d'une bille de rayon $R$ et de température $T$ située à une distance $z$ au-dessus d'un échantillon représentant le cas d'une pointe conique au-dessus d'un plan. L'expression du flux est [Pen99] :

$$\Phi_{\text{ray}} = \frac{2\pi^3 R^3 k_b^4 T^4 \epsilon_0^2 \rho_e \rho_{es}}{5 z^3 \hbar^3} \tag{6.8}$$

où $k_b = 1{,}38.10^{-23}$ J.K$^{-1}$ est la constante de Boltzmann, $\hbar = h/2\pi$ est la constante de Planck réduite, $\epsilon_0 = 8{,}85.10^{-12}$ F.m$^{-1}$ représente la constante diélectrique du vide, $\rho_e$ et $\rho_{es}$ sont les résistivités respectives de l'échantillon et de la sonde.

Une application numérique incluant $\rho_e = \rho_{es} = 10^{-7}$ Ω.m, $z = 1$ nm, $R = 5$ Ået $T = 393$ K conduit à un flux transmis de $1{,}2.10^{-17}$ W. Ce transfert s'effectue sur une surface d'environ $\pi z^2$. Il est possible d'extrapoler un ordre de grandeur du transfert réalisé par tous les atomes très proches de la surface. En admettant que tous les atomes d'une surface de rayon valant 20 nm participe de la même manière à ce flux, celui-ci ne dépasse pas $4{,}8.10^{-16}$ W. Ce mode de transfert est encore plus négligeable que le transfert radiatif en champ lointain.

## 6.3 Transfert conductif solide - solide

Pour les échantillons isolants, ce transfert s'opère, à l'échelle microscopique, par transmission des vibrations atomiques d'un solide vers un deuxième, lorsque les atomes de chaque solide forment un réseau quasi-continu. La principale résistance à ce transfert provient des constrictions thermiques au niveau de chacun des contacts qui dépend de la section de passage du flux. Il est difficile de connaître avec exactitude la rugosité de la sonde et de l'échantillon, et donc l'étendue de ces sections. Notre approche pour quantifier $G_{\mathrm{c\,s-s}}$ est donc à la fois empirique et globale.

Le transfert de chaleur par le contact mécanique est étudié en prenant en compte la déformation des surfaces des matériaux mis en contact. Ces expériences consistent à placer deux barreaux de matériaux différents munis de capteurs thermiques tels que des thermocouples dans un système de presse mécanique, et d'en déduire une résistance thermique à l'interface des deux solides. Les lois que suivent la conductance thermique surfacique de contact solide-solide $h$ est souvent exprimée en fonction de la force appliquée $F$ de la façon suivante [WM92], [Yov71] :

$$h = CF^n \tag{6.9}$$

où $n$ est un coefficient variant de 0,63 à 0,99 selon les auteurs [WM92] et $C$ est un facteur dépendant de la qualité des deux surfaces en contact, de la conductivité thermique et des propriétés mécaniques des deux matériaux. La conductance de contact solide-solide semble être proportionnelle à la force appliquée lorsque $n$ est proche de 1.

Dans le cas d'une bille de rayon $R$ entrant en contact avec un échantillon plan, il est possible d'évaluer la surface de contact $\pi b^2_{\mathrm{c\,s-s}}$ en fonction de la force appliquée grâce à la loi de Hertz suivant que la déformation est élastique :

$$b_{\mathrm{c\,s-s}} = \left(\frac{6RF}{E^*}\right)^{\frac{1}{3}} \tag{6.10}$$

où $E^*$ est le module d'Young effectif, ou plastique :

$$b_{\mathrm{c\,s-s}} = \left(\frac{4F}{\pi H}\right)^{\frac{1}{2}} \tag{6.11}$$

où $H$ est la dureté du matériau le moins tenace.

Une estimation de ce rayon de contact [Maj99] $b_{\mathrm{c\,s-s}}$ donne environ 20 nm pour les contacts élastique et plastique, en prenant une force $F = 10$ nN, un module d'Young

effectif $E^* = 100$ GN.m$^{-2}$, une dureté $H = 100$ MPa et un rayon $R$ de bille de l'ordre de 5 à 15 µm. Ce rayon de contact mécanique est inférieur au rayon de contact thermique d'un facteur 10. Il est donc légitime de considérer ce transfert comme un mode contribuant peu à l'échange entre la sonde et l'échantillon.

En considérant que la sonde ne se déforme que localement au niveau des contacts mécaniques, nous estimons que seule la conductance de contact solide-solide varie en fonction de la charge appliquée :

$$G_{\text{equ}} = \frac{G_{\text{e}}(K\Delta I^n + G_{\text{c autres}})}{G_{\text{e}} + K\Delta I^n + G_{\text{c autres}}} \tag{6.12}$$

où $G_{\text{c autres}}$ représente les autres modes de transfert qui persistent, notamment lorsque la sonde n'est plus en contact mécanique ($F = \Delta I = 0$).

Nous avons effectué plusieurs cartographies de températures et identifié plusieurs conductances équivalentes $G_{\text{equ}}$ - de la même manière que nous avons caractérisé des conductances équivalentes pour identifier les paramètres de contact au chapitre 5 - pour plusieurs forces appliquées sur un échantillon d'Hafnium. La confrontation des mesures et du modèle exprimé par l'expression (6.12) est illustrée sur la figure (Fig. 6.6). Une évaluation des différents paramètres de l'expression (6.12) donne : $G_{\text{e}} = 6{,}8.10^{-5}$ W.K$^{-1}$, $G_{\text{c autres}} = 9{,}8.10^{-6}$ W.K$^{-1}$ et $K = 2{,}1.10^{-7}$.

Nous pouvons constater que la force appliquée augmente la qualité du contact, en écrasant les rugosités, donc en augmentant la surface de contact solide-solide, ce qui a pour conséquence d'accroître la conductance de contact $G_{\text{c}}$. L'évaluation de $G_{\text{e}}$ sur un échantillon d'Hafnium ($\lambda_{\text{e}} = 23$ W.m$^{-1}$.K$^{-1}$) permet de donner l'ordre de grandeur du rayon de contact thermique de l'échange global $b = \frac{G_{\text{e}}}{4\lambda_{\text{e}}} = 740$ nm.

L'estimation de $G_{\text{c autres}}$ confirme aussi les évaluations précédentes des transferts de la pointe vers l'échantillon (voir chapitre 5).

De plus, il est possible de quantifier la conductance de transfert réelle par conduction solide-solide comme variant de 0 W.K$^{-1}$ à $5{,}04.10^{-6}$ W.K$^{-1}$, dans nos conditions de mesure, suivant que la force est nulle ou maximale (Fig. 6.6). Cette valeur de conductance est du même ordre de grandeur que celle déjà évoquée dans de précédents travaux (Tab. 6.1). Lors d'une utilisation classique à force imposée fiable, i.e. lorsque la force appliquée par la pointe correspond à $\Delta I = 8$ nA, $G_{\text{c s-s}}$ vaut alors $1{,}68.10^{-6}$ W.K$^{-1}$. Cette valeur représente au plus 30 % des conductances globales identifiées dans les chapitres 4 et 5.

## 6.4 Transfert conductif dans l'air

### 6.4.1 Introduction

La mise en contact de la sonde sur un échantillon à l'aide du microscope nécessite une approche manuelle puis une approche motorisée, plus précise et régulière comme il a été expliqué dans la section concernant le microscope, section 3.2 page 56. Lors de l'approche manuelle, il est possible de détecter l'existence d'un transfert entre la sonde et

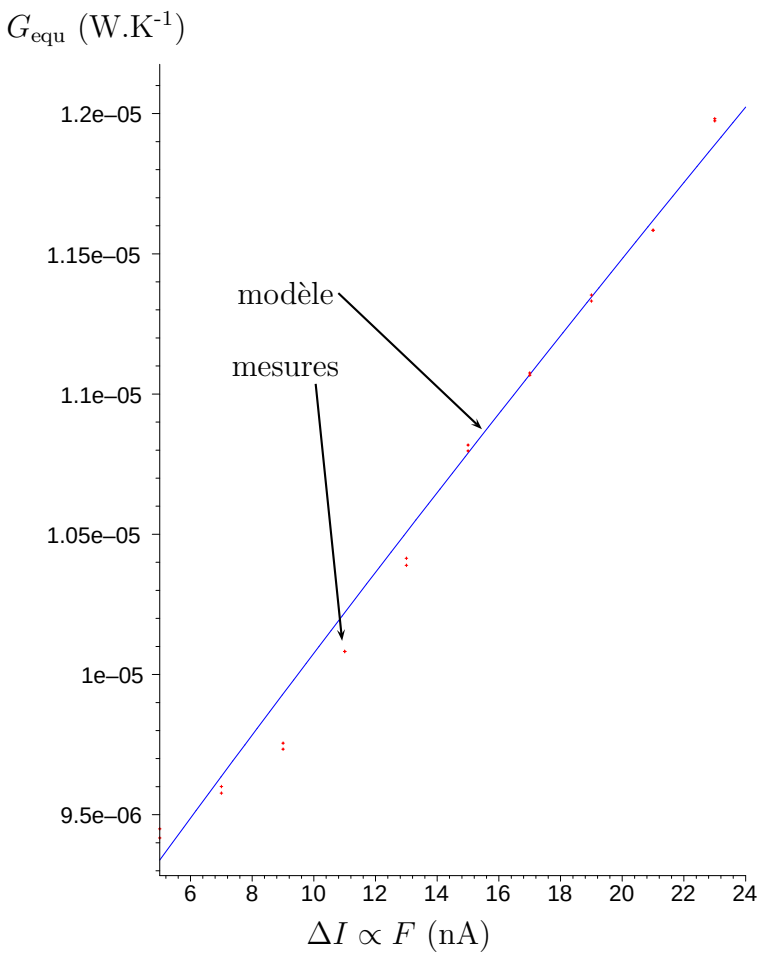



FIG. 6.6 – *Conductance équivalente $G_{\text{equ}}$ en fonction de la force appliquée sur un échantillon d'Hafnium*

l'échantillon à plusieurs dizaines de micromètres de sa surface. Parmi les deux modes de transfert à distance que sont le rayonnement et la conduction dans l'air, seul ce dernier autorise l'apparition d'un flux important à de telles distances, qui, de plus, varie avec l'altitude de la sonde.

Le mode d'échange par conduction dans l'air est complexe dans le mesure où il met en jeu un régime diffusif pour les surfaces de la sonde situées à une altitude supérieure au libre parcours moyen des molécules de gaz valant 60 nm dans l'air, mais il implique aussi des régimes balistiques et quasi-balistiques. En effet, lorsque la distance entre l'élément de surface de la pointe et l'échantillon approche ou devient inférieur à quelques libres parcours moyens, les molécules subissent peu de chocs sur leur trajet et déposent toute leur énergie sur la surface d'arrivée et non plus dans le gaz. Le transfert devient alors beaucoup plus efficace et devient indépendant de la distance.

Afin d'analyser la contribution de la conduction dans l'air, nous allons effectuer des mesures de flux perdus par la sonde en fonction de son altitude et en régime AC.

### 6.4.2 Acquisition d'une courbe d'approche

Le microscope est doté d'une vis de réglage motorisée permettant les approches finales pour mettre la sonde en contact avec l'échantillon. La vitesse de ce moteur peut être réduite de façon à ce que la mesure de l'amplitude de température de sonde $|\overline{\theta_{s2\omega}}|$, explicitée dans le chapitre 5, soit celle du régime établi à chaque altitude fixée. L'arrêt de la descente permet de vérifier la constance du signal mesuré.

Le moteur de la vis impose une vitesse supposée constante lors de la descente. Cette hypothèse est vérifiée sur plusieurs approches donnant sensiblement les mêmes signaux en fonction de l'altitude de la sonde. La mesure du déplacement vertical de la sonde s'effectue de manière indirecte comme le montre la figure 6.7. Un *palpeur* permet de détecter le déplacement vertical de la vis motorisée. Il existe une relation triviale entre les deux déplacements s'appuyant sur le théorème de Thalès et les données géométriques de la figure (Fig. 3.5(b)) :

$$z_{\text{sonde}} = \frac{z_{\text{vis}}}{3} \tag{6.13}$$

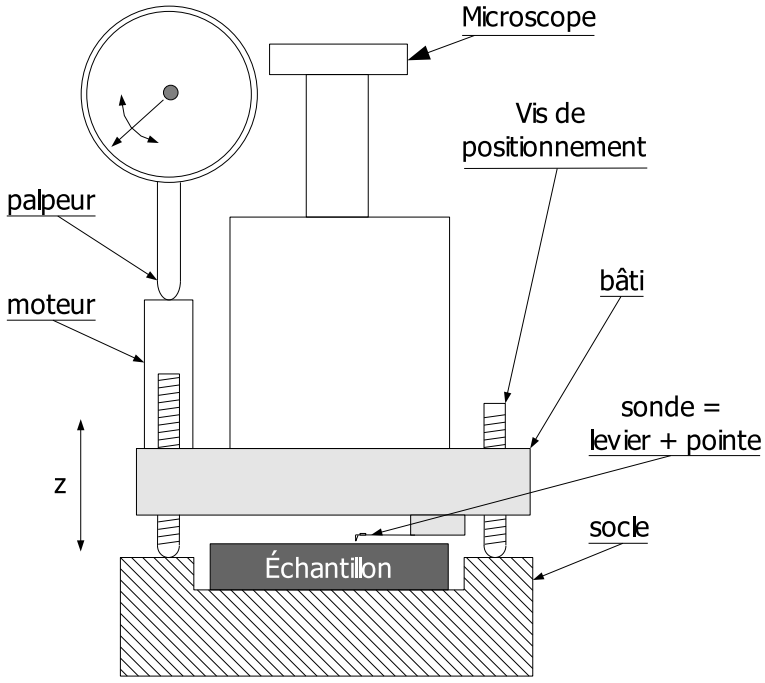



Fig. 6.7 – *Schématisation de principe de la méthode utilisée pour obtenir des courbes d'approche sur plusieurs micromètres de déplacement vertical*

La lecture des signaux de déflexion du levier portant la pointe et de l'amplitude thermique $|\overline{\theta_{s2\omega}}|$ au cours du temps permet, puisque la vitesse de descente est connue, de déterminer l'évolution de la température $|\overline{\theta_{s2\omega}}|$ en fonction de l'altitude. En particulier, il apparaît que l'échange thermique entre la sonde et l'échantillon se manifeste déjà pour une distance les séparant de 120 µm environ.

Les chronogrammes de l'amplitude de température dans la figure (Fig. 6.8) montrent une première phase pendant laquelle la sonde n'est pas en interaction mécanique avec

l'échantillon mais échange de la chaleur de manière croissante avec lui. La deuxième phase relativement courte, commence dès que la sonde entre en contact avec l'échantillon et se termine lorsque la consigne portant sur la déflexion du levier est atteinte. La fin de cette étape est caractérisée par un rebond mécanique qui est la conséquence de l'arrêt de la vis motorisée et la prise en charge de l'asservissement de l'altitude de la sonde par le scanner piezoélectrique à déplacement vertical. Nous avons montré que durant cette phase, la température de pointe diminue à cause d'une augmentation de la force exercée par la sonde sur l'échantillon. Enfin, la dernière phase correspond à une situation de contact entre la sonde et l'échantillon pour laquelle une consigne de force a été imposée. Le système sonde-échantillon est alors dans un état stationnaire. La sonde est immobile et l'équilibre thermique du système est mis en évidence.

Courbe du signal de déflection du levier portant la pointe

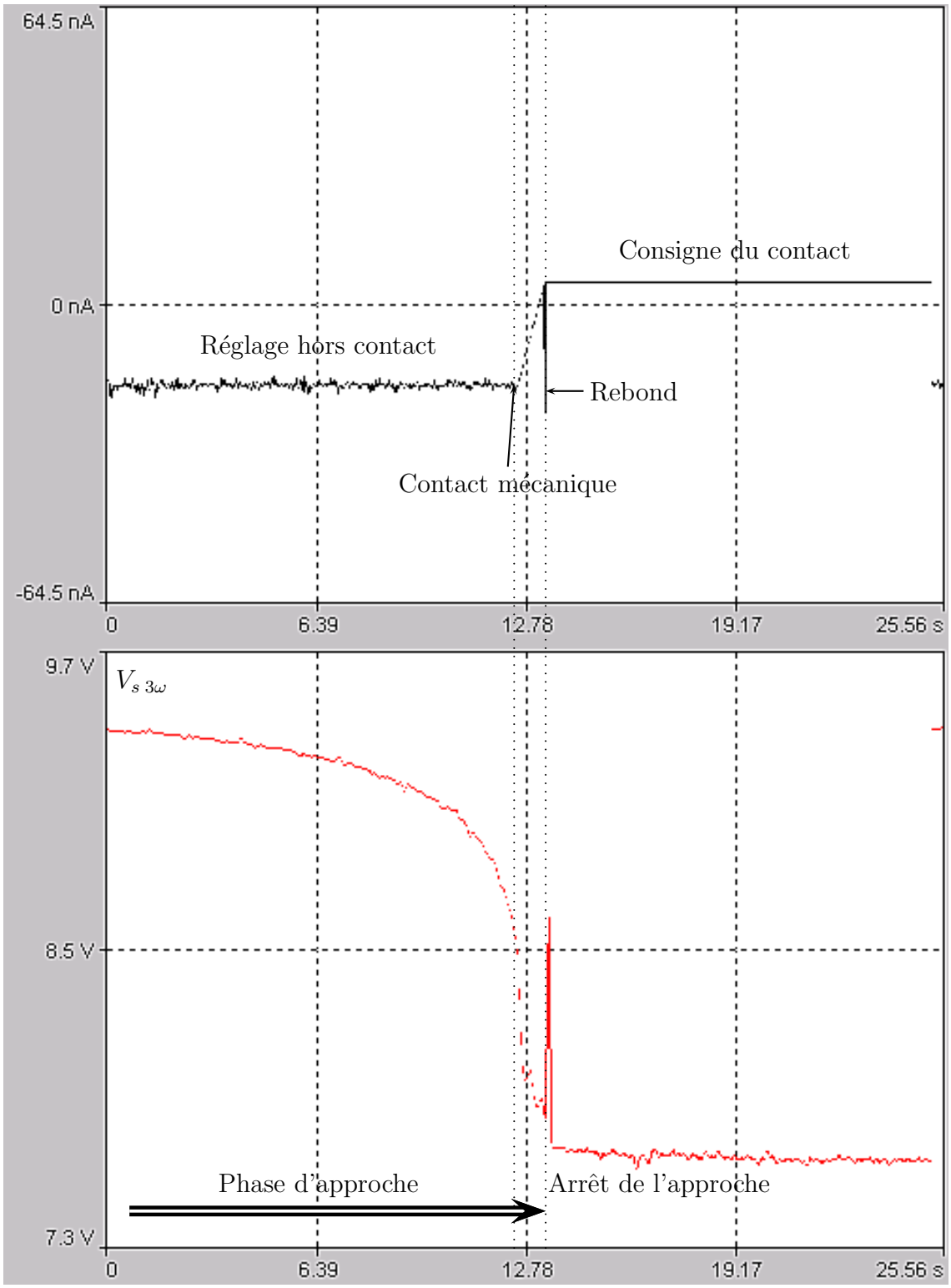



FIG. 6.8 – *Visualisation de l'approche motorisée de la sonde sur un échantillon d'argent et fonction du temps pour une vitesse de descente de la sonde d'environ* 10 µ*m.s*$^{-1}$

### 6.4.3 Modélisation de la sonde

Afin de quantifier les modes de transfert thermique entre la sonde et l'échantillon, nous avons utilisé, dans le modèle analytique exposé au chapitre 5, un fil chaud dont l'extrémité en contact avec l'échantillon est assimilé à un disque. Cette approche ne peut plus être valide si l'on désire affiner la connaissance des différents transferts thermiques entre la sonde et l'échantillon. La sonde thermique est un fil de diamètre valant 5 µm, plié à son extrémité, pour former une pointe dont le rayon de courbure à l'extrémité est environ de 15 µm [Gom99]. Nous avons donc modélisé la sonde par une géométrie approchante, c'est-à-dire un demi-tore (Fig. 6.9). L'équation du tore ainsi considéré s'écrit :

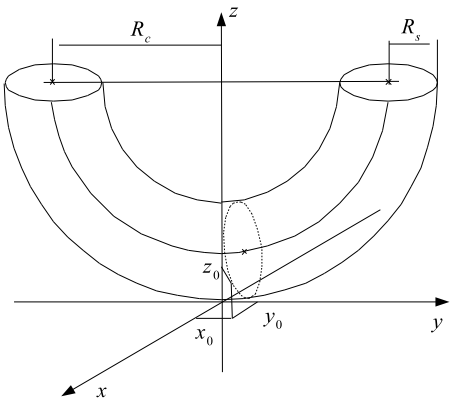



Fig. 6.9 – *Schématisation de la sonde par un tore*

$$\left[x^2 + y^2 + (z - R_c - R_\mathrm{s})^2 + R_c^2 - R_\mathrm{s}^2\right]^2 = 4R_c^2\left[(z - R_\mathrm{s} - R_c)^2 + y^2\right] \tag{6.14}$$

où $R_c = 15$ µm est le rayon de courbure du fil et $R_\mathrm{s} = 2{,}5$ µm est le rayon du fil de platine rhodié.

Pour un point sur l'échantillon repéré par les coordonnées ($x_0$,$y_0$), le point situé à la verticale sur le tore, quand il existe, est donné par l'expression :

$$z_0 = R_c + R_\mathrm{s} - \sqrt{R_c^2 + R_\mathrm{s}^2 - y_0^2 - x_0^2 + 2R_c\sqrt{R_\mathrm{s}^2 - x_0^2}} \tag{6.15}$$

### 6.4.4 Modélisation du transfert diffusif dans l'air

Dans une première approche, il est possible de considérer l'air comme un milieu continu de conductivité thermique $\lambda_\mathrm{air} = 0{,}025$ W.m$^{-1}$.K$^{-1}$ lorsque la distance séparant la pointe de l'échantillon est supérieure au libre parcours moyen des molécules d'air, et de considérer le transfert comme étant indépendant de cette distance en régime balistique. Cette approche a été proposée par A. Majumdar [Maj99] puis améliorée et affinée en tenant compte d'un domaine intermédiaire [SM02] nommé régime de glissement. Les molécules atteignent la surface d'arrivée avec une énergie très élevées car elles n'en ont perdu que peu sur leur trajet. Ce régime se traduit par une discontinuité de température aux surfaces

d'échange. Il est donc nécessaire de considérer trois domaines d'altitude pour l'expression de la conductance surfacique dans l'air $h_{\text{air}}$ :

- pour des altitudes $z$ supérieures à $100\Lambda$, le transfert est conductif et est régit par la loi de Fourier : $h_{\text{air}} = \dfrac{f_g \lambda_{\text{air}}}{z}$,
- les altitudes $z$ comprises entre $\Lambda$ et $100\Lambda$ se caractérisent par un régime de *glissement*, pour lequel apparaissent des discontinuités de températures aux interfaces gaz-solide. Dans ce régime, les molécules d'air ne cèdent pas toute leur énergie aux parois des solides : $h_{\text{air}} = \dfrac{f_g \lambda_{\text{air}}}{z + 2\frac{2(2-A)\gamma}{A(\gamma+1)P_r}\Lambda}$,
- pour les altitudes $z$ inférieures à $\Lambda$, le régime est balistique et le transfert ne dépend pas de l'altitude : $h_{\text{air}} = \dfrac{f_g C v z}{3z\left(1 + 2\frac{2(2-A)\gamma}{A(\gamma+1)P_r}\right)}$,

où $P_r = 0{,}7$ représente le nombre de Prandtl, $\gamma = C_p/C_v = 1{,}4$ est le rapport des capacités à pression et volume constant, $A = 0{,}9$ figure le facteur d'accommodation, il représente le taux d'énergie réellement transmis à la paroi, $f_g$ est un facteur géométrique compensant éventuellement le fait que la paroi de la sonde n'est pas horizontale, $C$ et $v$ sont respectivement la capacité calorifique et la vitesse moyenne des molécules.

En assimilant l'échantillon à un puits thermique, les lignes de flux peuvent être considérées comme verticales entre la sonde et l'échantillon. Cette hypothèse permet de fixer $f_g$ à 1. À l'aide du modèle géométrique de la sonde, la conductance globale de conduction dans l'air peut être estimée par :

$$G_{\text{c air}} = \iint_{S_{\text{tore}}} h_{\text{air}} \mathrm{d}x\mathrm{d}y \tag{6.16}$$

où $S_{\text{tore}}$ représente la projection du tore sur la surface de l'échantillon.

Nous avons discrétisé la surface de l'échantillon, et sommé chacune des conductances calculées sur chacune des mailles de la surface de l'échantillon.

### 6.4.5 Résultats

#### Comparaison des mesures et du modèle

La figure 6.10 reporte les mesures expérimentales de conductance équivalente et les résultats du modèle précédent. Les mesures ont été faites sur un échantillon d'argent très conducteur ($G_{\text{e}} \gg G_{\text{c}}$), de sorte que la conductance équivalente se ramène à la conductance de l'air (équation 2.24, page 47). Une différence croissante avec l'altitude de 10 à 50 % est observée. Les raisons de cette différence sont imputées au modèle : il ne prend pas en compte l'intégralité de la pointe et son inclinaison, et il suppose que les lignes de flux sont verticales même pour des altitudes élevées pour lesquelles l'échantillon influence peu la sonde.

Les courbes de résistance indiquent cependant deux comportements distincts. Le premier, visible aux altitudes élevées, suit une loi en $1/z$ caractéristique du régime de glissement et du régime de diffusion, nettement visible sur la figure 6.11(b), où il apparaît un domaine linéaire. Le second apparaît à partir de 300 nm : les mesures indiquent en effet

la présence d'un plateau qui laisse soupçonner la contribution balistique indépendante de l'altitude de la pointe.

Se rajoute à ces deux comportements, celui pour lequel les forces d'Archimède deviennent prépondérantes sur les forces visqueuses, donnant lieu à des mouvements d'ensemble verticaux ascendants des molécules d'air et une augmentation de la résistance thermique entre la sonde et l'échantillon. Le transfert de chaleur s'effectue principalement dans la couche visqueuse autour de la sonde dont l'épaisseur $\delta$ peut être évaluée à l'aide du coefficient d'échange $h$ et de la conductivité thermique de l'air $\lambda_{\text{air}}$, $\delta = \lambda_{\text{air}}/h = 25$ µm. Cette valeur correspond bien à l'épaisseur de conduction révélée dans la figure 6.11(b).

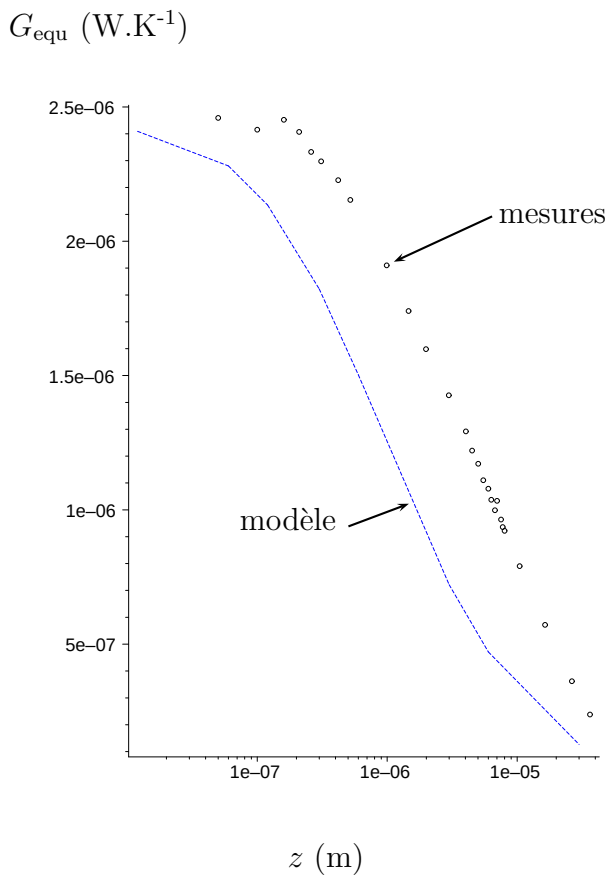
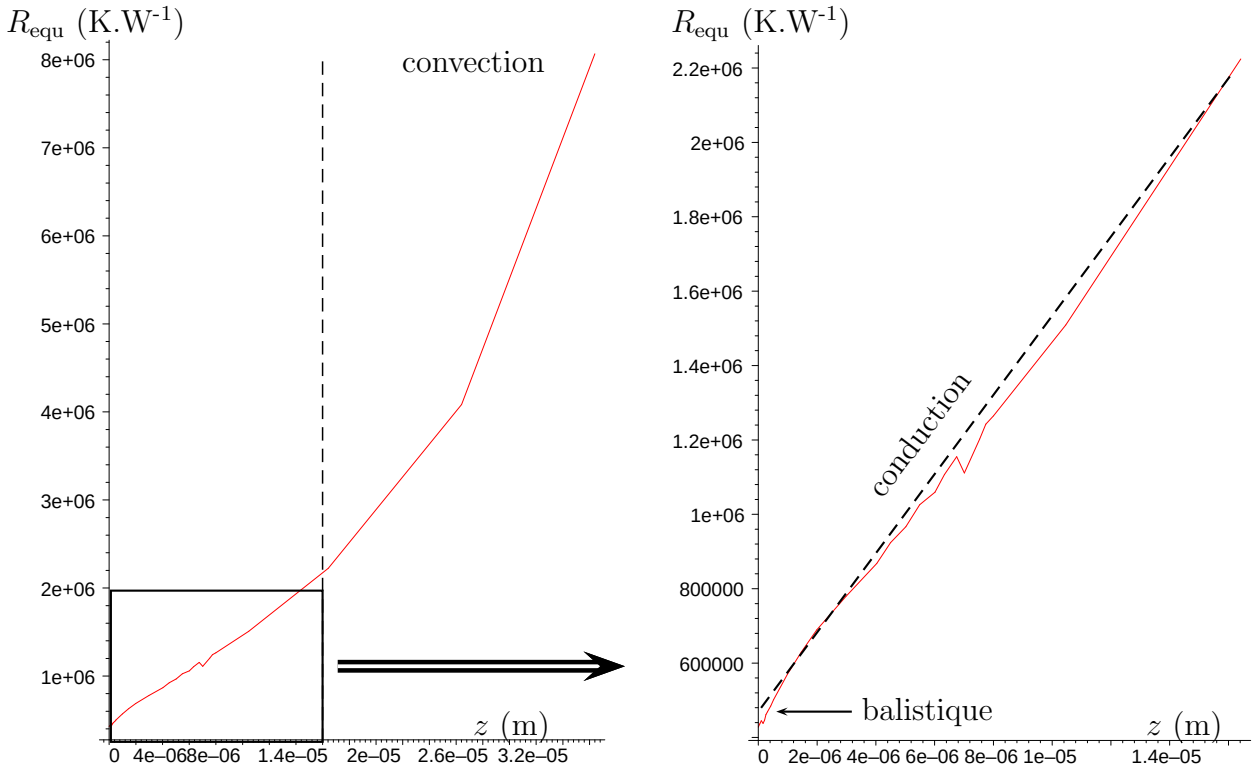



FIG. 6.10 – *Conductance équivalente $G_{\text{equ}}$ en fonction de l'altitude de la sonde au dessus de l'échantillon, avec $G_{\text{e}} = 7.10^{-5}$ W.K$^{-1}$ pour le modèle*

Le transfert augmente rapidement pour atteindre une conductance réelle $G_{\text{c air}} = 2{,}5.10^{-6}$ W.K$^{-1}$ avant contact. Cet ordre de grandeur ne permet pas de considérer ce mode d'échange comme négligeable.

### Identification et sens physique du rayon de contact

Montrons que la surface d'échange balistique est du même ordre de grandeur que la tache thermique d'échange entre la sonde et l'échantillon. Traçons dans ce but les valeurs de la conductance surfacique locale de transfert par l'air $h_{\text{air}}$ suivant les axes $x$ et $y$ décrit




(a) Résistance équivalente $R_{\text{equ}}$ issue des mesures expérimentales en fonction de l'altitude de la sonde

(b) Domaine linéaire de l'évolution de $R_{\text{equ}}$ en fonction de l'altitude de la sonde

FIG. 6.11 – *Résistance équivalente $R_{\text{equ}}$ réelle en fonction de l'altitude de la pointe au-dessus de l'échantillon*

dans la figure 6.9. Les deux demi-axes de l'ovale de Cassini formés par l'intersection de la sonde et du plan $z = \Lambda \ll R_{\text{s}}$ apparaissent. Le rayon équivalent de cette surface $b$ se calcule en considérant cet ovale comme une ellipse de demi-axes $b_x$ et $b_y$ :

$$b = \sqrt{\frac{b_x^2 + b_y^2}{2}} \tag{6.17}$$

Cette surface est définie ainsi par un rayon thermique équivalent valant 1,3 µm. Bien que supérieur à celui estimé au chapitre 5 (310 nm), il correspond aux précédentes évaluations exposées au chapitre 4. Les éléments relatifs à ce rayon d'échange balistique et au comportement de la conductance d'échange au proche voisinage de la surface conduisent à conclure que la conduction dans l'air domine le transfert lors des calibration en régime continu au chapitre 4.

Nous venons de montrer que le mode de transfert par conduction dans l'air n'est pas négligeable. Il vient que l'échange entre la pointe et l'échantillon ne peut plus être caractérisé par seulement deux paramètres indépendants de la conductivité thermique de l'échantillon. En effet, l'expansion des lignes de flux dans l'air dépend de la conductivité thermique de l'échantillon comme l'indique la figure 6.13. Plus l'échantillon est isolant et plus les lignes de flux s'étalent. Le rayon de contact $b$ et la conductance de contact $G_{\text{c}}$ dépendant donc de la nature de l'échantillon.

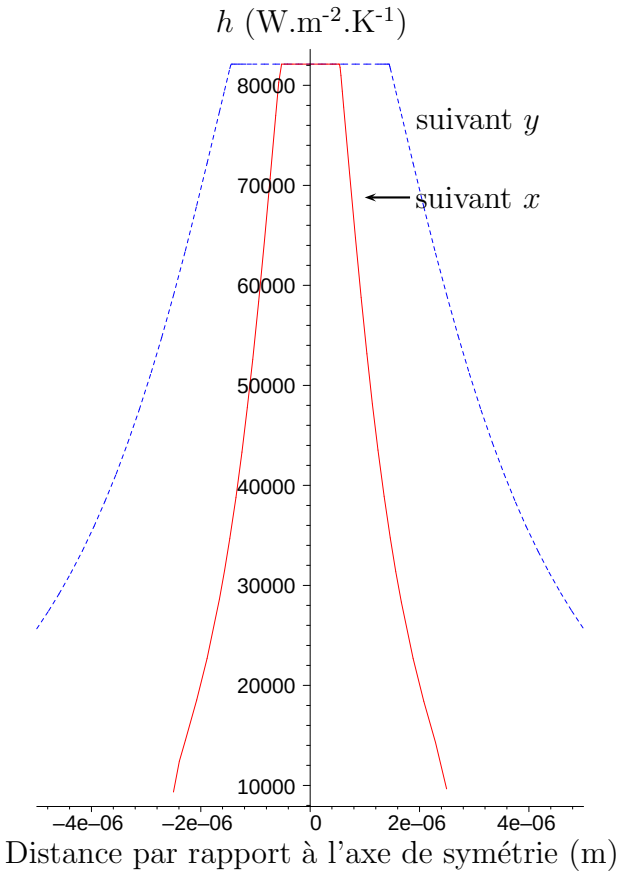



FIG. 6.12 – *Conductance surfacique par conduction dans l'air suivant les axes $x$ et $y$ du tore lorsque la sonde est en contact*

En reconsidérant la calibration réalisée au chapitre 5 (FIG. 5.15, page 135), il est possible de faire apparaître, comme le montre la figure 6.14, une variation sensible de la conductance réelle $G_{\text{c réelle}}$ et du rayon de contact $b$ respectivement de 4,4.10$^{-6}$ W.K$^{-1}$ à 1,2.10$^{-5}$ W.K$^{-1}$ et de 550 nm à 150 nm lorsque la conductivité thermique de l'échantillon $\lambda_{\text{e}}$ augmente.

Cette partie a permis de mettre en évidence la contribution significative de la conduction dans l'air entre la sonde et l'échantillon. Nous avons modélisé et quantifié expérimentalement cette contribution et mis en évidence qu'elle dépendait sensiblement de la conductivité de l'échantillon.

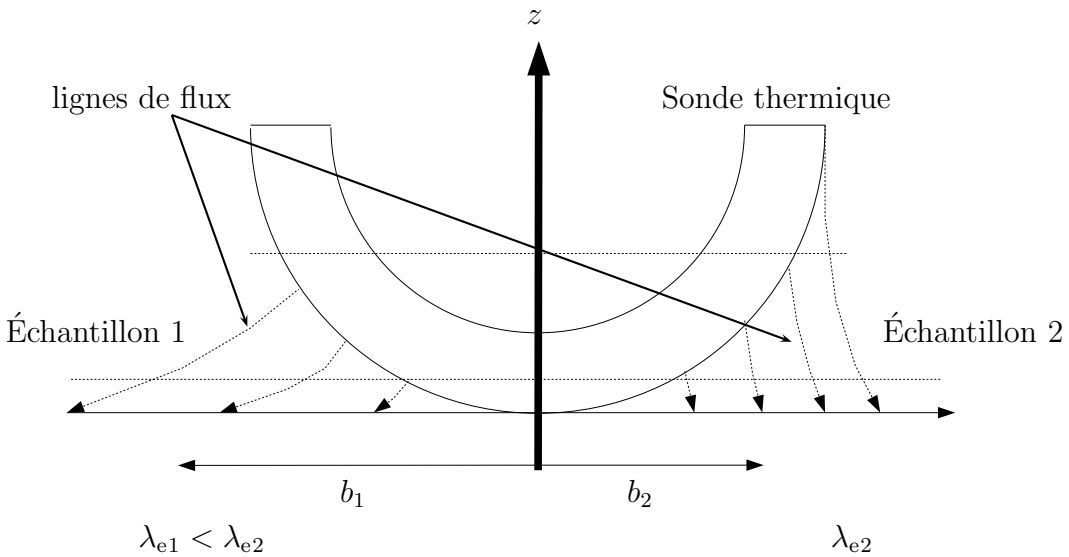



FIG. 6.13 – *Schéma des lignes de flux thermiques entre la sonde et deux échantillons : celui de gauche à une conductivité thermique $\lambda_1$ inférieure à celle $\lambda_2$ de l'échantillon de droite*

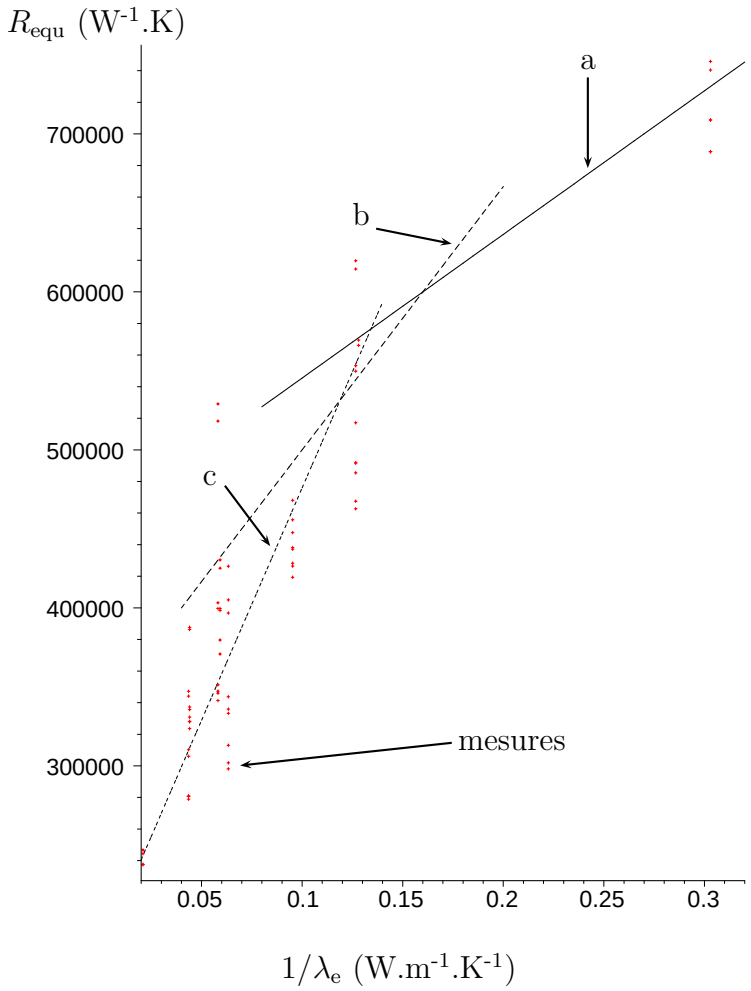



FIG. 6.14 – *Résistance équivalente* $R_{equ}$ *en fonction de l'inverse de la conductivité thermique des échantillons* $\lambda_e$. *Trois différents comportements ont été représentés : les courbes a, b et c sont issues du modèle analytique respectivement avec* $b = 550$ *nm et* $G_{c\,modèle} = 2{,}2.10^{-6}$ $W.K^{-1}$, $b = 300$ *nm et* $G_c = 3.10^{-6}$ $W.K^{-1}$, $b = 150$ *nm et* $G_c = 6.10^{-6}$ $W.K^{-1}$

## 6.5 Conduction dans le ménisque d'eau

L'une des voies des transferts privilégiées par plusieurs travaux [Gom99], [Maj99] est celle du ménisque d'eau. En effet, dans les conditions classiques de température et de pression, l'air présente de 30% à 65% d'humidité selon la saison. Certaines molécules d'eau - les moins rapides et les moins énergétiques - sont adsorbées par les atomes de la sonde et des échantillons. Lorsque la sonde est amenée en contact avec l'échantillon, il se forme un ménisque d'eau qui a été clairement mis en évidence [Gom99] lors de la remontée de la sonde sur les courbes de forces schématisées sur la figure 6.15. Néanmoins, la présence de ce ménisque montré de manière mécanique [Gom99] ne quantifie pas sa contribution au niveau thermique.

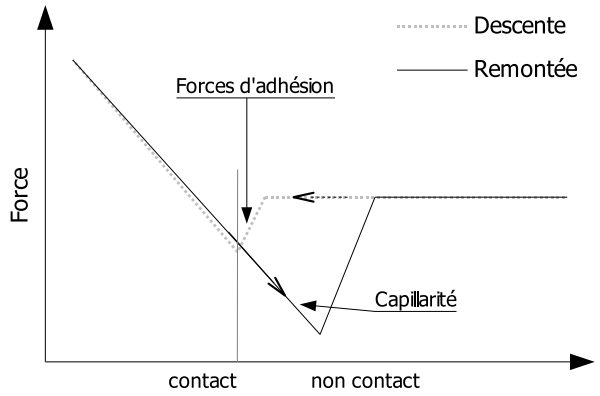



FIG. 6.15 – *Courbe de force classique en microscopie à force atomique : le décalage entre l'altitude d'approche et celle de retrait de la sonde est expliqué par l'effet des forces de capillarité*

Estimer le flux transmis par le ménisque est assez difficile car la géométrie de la pointe entre en jeu, ainsi que les rugosités des échantillons et de la pointe et du caractère hydrophile ou non de la surface de l'échantillon. Nous avons utilisée la même méthodologie que pour évaluer la conduction dans l'air. La sonde est assimilée à un demi-tore et la surface de l'échantillon à un plan. La conductivité thermique de l'eau est prise égale à 0,61 $W.m^{-1}.K^{-1}$ [ID02] et le transfert de chaleur s'effectue de manière verticale. La dimension d'une molécule d'eau est d'environ 0,25 nm [Maj99]. Par conséquent, le transfert entre la pointe et l'échantillon ne peut pas s'effectuer par l'eau lorsque l'espace entre le demi-tore (l'échantillon) et le plan (l'échantillon) devient inférieur à cette dimension. De plus, l'épaisseur du film d'eau entre le tore et la plan est constitué de tout au plus quelques molécules d'eau [Maj99], et varie donc de 0,25 nm à environ 1 nm pour de fortes humidités relatives.

Ce modèle montre que la conductance croît rapidement en fonction de l'épaisseur de la couche d'eau, d'environ $5.10^{-6}$ $W.K^{-1}$ pour deux couches de molécules, pour atteindre $3.10^{-5}$ $W.K^{-1}$ pour une couche de 0,9 nm d'épaisseur (FIG. 6.16). Ces valeurs sont cohérentes avec les évaluations existantes et semblent montrer que la conductance par le ménisque d'eau doit dominer le transfert et que les expérimentations qui ont donné les courbes de calibration du chapitre 4 ont été effectuées dans une atmosphère sèche (pointe chaude). En effet, les estimations de conductances équivalentes $G_{\mathrm{equ}}$ aux chapitre 4 et 5,

ainsi que les précédentes déductions des conductances solide-solide $G_{\mathrm{c\,s-s}}$ et par conduction dans l'air $G_{\mathrm{c\,air}}$ donnent environ $2.10^{-6}$ W.K$^{-1}$ et $7.10^{-6}$ W.K$^{-1}$ suivant que la température de la sonde est importante ($\simeq$ 120°C) ou faible ($\simeq$ 60°C).

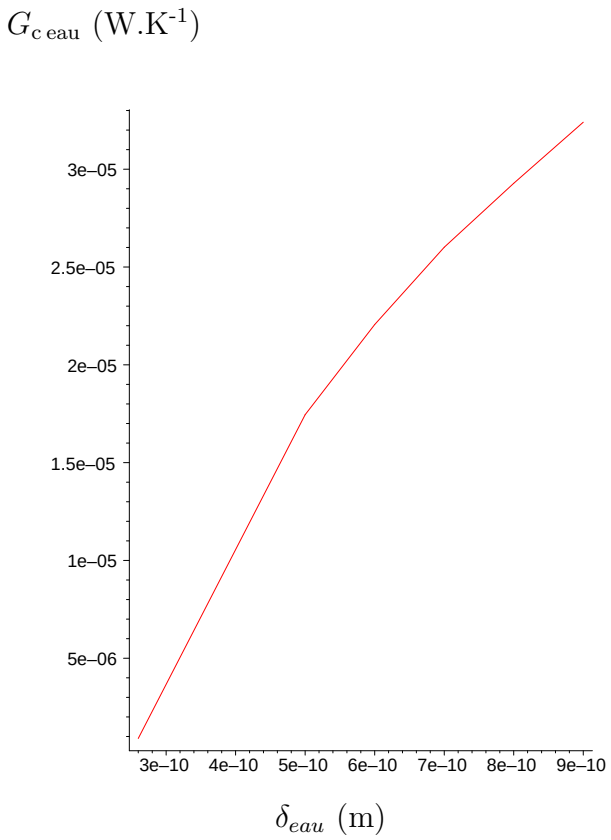



FIG. 6.16 – *Conductance $G_{\mathrm{c\,eau}}$ liée au transfert de chaleur à travers le ménisque d'eau en fonction de l'épaisseur du ménisque $\delta_{eau}$*

Estimons maintenant la surface par laquelle la chaleur est transportée. La modélisation précédente, utilisant la géométrie du tore, permet d'estimer un rayon de contact thermique $b_{\mathrm{c\,eau}}$ pour le transfert à travers le ménisque :

| Épaisseur du film (nm) | $b_{\mathrm{c\,eau}}$ (nm) |
|---|---|
| 0,25 | 100 |
| 0,5 | 140 |
| 1 | 200 |

Ce rayon se situe entre le rayon de contact mécanique $b_{\mathrm{c\,s-s}}$ ($\simeq$ 20 nm) et le rayon thermique estimé au chapitre 5 lors de la calibration de la mesure en régime alternatif (de 300 nm à 500 nm). Le fait que les mesures du chapitre 5 aient été réalisées à basse température tend à montrer que la contribution du ménisque a dominé le transfert dans cette étude.

| Mode de transfert | Conductance associée (W.K$^{-1}$) | Rayon de contact thermique associé (nm) |
|---|---|---|
| Rayonnement | $\simeq 10^{-9}$ | - |
| Conduction solide-solide | de 0 à $\simeq 4{,}8.10^{-6}$<br>$1{,}8.10^{-6}$ pour un contact fiable | $\simeq 20$ |
| Conduction dans l'air | $\simeq 2{,}5.10^{-6}$ | entre 500 et 1 000 |
| Ménisque d'eau | de $5.10^{-6}$ à $\simeq 3.10^{-5}$ | de 100 à 200 |

TAB. 6.2 – *Récapitulatif des conductances thermiques et des rayons de contact thermique pour les différents mode de transferts thermique*

## 6.6 Récapitulatif

La tableau (TAB. 6.2) regroupe les différentes estimations des conductances réelles et des divers rayons thermiques que nous avons identifiés en fonction du mode de transfert.

Ces estimations dépendant à la fois :

- de l'humidité relative de l'air et de la température de la sonde et par conséquent de l'épaisseur du film d'eau,
- de la force appliquée et de la rugosité de la surface de l'échantillon, donc des qualités mécaniques des échantillons,
- de sa conductivité thermique.

Les résultats du tableau (TAB. 6.2) montrent qu'une grande part du flux thermique (solide-solide et ménisque d'eau) entre la sonde et les échantillons s'effectue sur une surface de rayon $b_{\mathrm{c\,eau}}$. La conduction dans l'air s'ajoute à ce flux mais surtout étend la tache thermique sur l'échantillon. Le schéma (FIG. 6.17) représente le surface de l'échantillon sous la sonde. Les trois transferts de chaleur s'effectuent sur des surfaces différentes. La plus petite surface concerne le contact mécanique et le transfert par conduction solide-solide. L'échange par le ménisque s'effectue sur une surface dont le rayon varie fortement suivant l'humidité relative de l'air et la température de la sonde. Il sera plus important si la température de la sonde est faible. Le transfert par conduction est réalisé sur une surface plus importante, avec un rayon thermique de l'ordre du micromètre et sera sensible à la conductivité thermique de l'échantillon.

Ce bilan permet de mieux comprendre les différences qui existent entre les calibrations en régime continu et alternatif. En effet, la température de la pointe thermique en mode DC était supérieure à 100 °C alors que celle en mode AC n'a jamais dépassé 50 °C. L'existence du ménisque à *faibles* températures permettrait donc, d'une part d'augmenter le flux thermique entre la sonde et l'échantillon, mais d'autre part de dériver la majeure partie de ce flux sur une section d'échange plus faible, diminuant ainsi le rayon de contact thermique $b$.

## 6.7 Conclusion

Ce chapitre se propose, à partir de courbes expérimentales, d'estimer les différents modes de transfert entre la sonde et l'échantillon. Dans un premier temps, l'estimation du transfert radiatif est démontré théoriquement négligeable. Dans un deuxième temps,

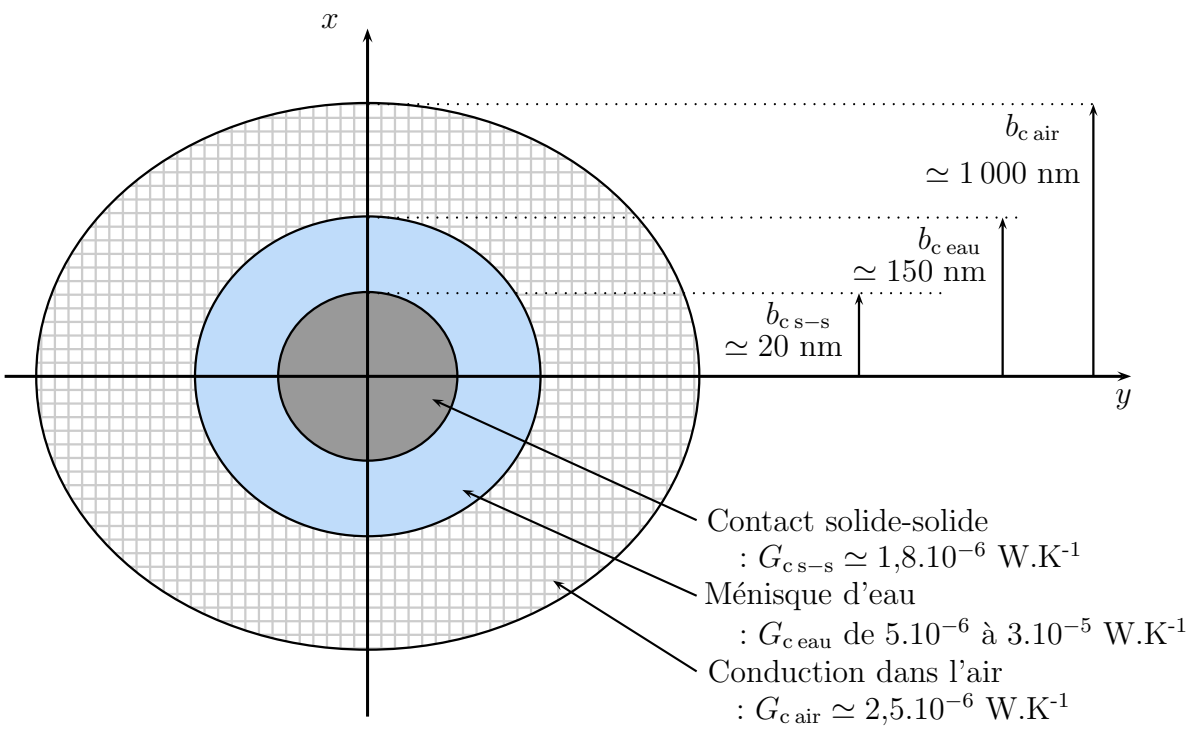



FIG. 6.17 – *Représentation spatiale sur la surface de l'échantillon des différentes zones d'échange en fonction du mode de transfert. Le transfert via le ménisque est fonction de la température de la pointes*

une analyse de la conductance équivalente en fonction de la force appliquée sur la sonde nous a permis de quantifier le transfert par conduction solide-solide. Dans un troisième temps, nous avons réalisé des mesures de conductances équivalentes durant les approches de la sonde vers l'échantillon qui ont confirmé l'existence d'un transfert thermique non négligeable dans l'air par conduction. Enfin, une estimation théorique nous a fourni un ordre de grandeur du transfert thermique à travers le ménisque d'eau présent entre la pointe et l'échantillon. Ainsi nous avons pu établir une relation d'ordre entre ces modes de transfert (radiatif, conduction solide-solide, conduction dans l'air et à travers le ménisque d'eau), à travers la quantification de leur conductance équivalente. De plus, les zones dans lesquelles se manifestent ont été affinée ainsi que le précise la figure 6.17. Pour conclure, ce chapitre 6 apporte une plus-value à l'obtention des résultats quantitatifs sur les conductances et les surfaces d'échange, et révèle la nature complexe des transferts au voisinage de la pointe.

# Conclusions et perspectives

Dans un contexte où le développement des micro/nano-technologies connaît un retentissement de plus en plus marqué au plan industriel, la mise au point des outils de mesure et de contrôle adaptés à ces échelles est primordiale. Les mesures de températures sur des microcircuits ou de conductivités thermiques sur des matériaux nanostructurés sont en ce sens cruciales. De plus, ces outils ouvrent sur une dimension fondamentale des transfert de chaleur aux nano-échelles.

Les métrologies thermiques se partagent en deux familles. La première utilise des moyens optiques (thermoréflectométrie, effet mirage $\cdots$) limités en terme de résolution spatiale à cause du phénomène de diffraction. La deuxième s'appuie sur des microscopes à sondes locales interagissant avec des échantillons. La résolution de ces microscopies dépend de nombreux paramètres dont la géométrie de l'extrémité des pointes.

Ce mémoire a exposé la caractérisation et l'amélioration des performance d'un microscope à force atomique, l'Explorer™ de Topometrix, instrumenté avec une sonde thermique résistive (SThM) décrite dans le chapitre 3. Le principe de la mesure thermique est identique à celui utilisé en anémométrie à fil chaud ou froid, à la différence qu'ici est exploité le flux thermique transféré dans l'échantillon afin d'en déterminer ses propriétés thermiques.

La première étape, développée dans le chapitre 4, a consisté à prendre en main ce microscope et d'en comprendre le fonctionnement en régime continu. Des simulations utilisant les volumes finis ont été réalisées afin de quantifier les principaux flux thermiques mis en jeu, de vérifier la non-isothermie de la sonde. Les hypothèses simplificatrices issus de ces simulations ont été ensuite exploités pour développer un modèle analytique de la sonde, du contact et de l'échantillon. Les paramètres du contact thermique à savoir la conductance $G_c$ et le rayon $b$ ont alors pu être quantifiés en régime continu et en pointe chaude ($\simeq$ 100 °C) : $G_c = 5.10^{-6}$ W.K$^{-1}$ et $b = 1$ µm. Il est apparu que ce mode d'utilisation comportait de nombreuses limites, notamment liées à la géométrie mal connue de la sonde, qui a une influence significative sur les mesures, et la dispersion des mesures est importante. Enfin, la dispersion des mesures effectuées dans ce mode reste problématique.

De manière à dépasser les limites du mode DC, a été développé en régime alternatif (mode AC), à la fois le dispositif expérimental et le modèle analytique. Cette seconde étape, décrite dans le chapitre 5, a permis, en vérifiant le comportement spectral de la sonde hors contact, d'étalonner les valeurs de la longueur $L_s$ et du rayon $R_s$ de la sonde. Fort de ce premier résultat, il a été possible d'identifier, en contact, la conductance équivalente $G_{equ}$ créée par le contact thermique et l'échantillon à l'extrémité de la sonde

sur 12 échantillons. Cette calibration à température basse conduit aux paramètres de contact ($G_c = 10^{-5}$ W.K$^{-1}$ et $b = 300$ nm) sensiblement différents de ceux quantifiés en mode DC, et incluant toujours de la dispersion.

La dernière étape, exposé dans le chapitre 6, a consisté en l'analyse des transferts entre la sonde et l'échantillon, à partir de mesures spécifiques et du modèle analytique développé en régime AC. Nous avons quantifié les différents modes de transfert thermique entre la sonde et l'échantillon - conduction solide-solide, conduction dans l'air et transfert par le ménisque d'eau -, leurs conductances et leurs surfaces d'échanges thermiques respectives. Nous avons proposé une hypothèse qui expliquerait les différences observées, non seulement lors des calibrations en mode DC et AC dans ce mémoire, mais aussi lors des calibrations des études précédentes. Celle-ci consiste en une répartition spatiale des différents transferts sur des surfaces d'échange concentriques. La plus petite surface, de quelques dizaines de nanomètres de rayon correspond au transfert solide-solide et dépend, d'une part des propriétés mécaniques et thermiques de la sonde et de l'échantillon, et de la force appliquée par la sonde d'autre part. De plus, le ménisque d'eau assure un transfert sur une surface d'une centaine de nanomètres de rayon qui est sensible à la température de la sonde et aux propriétés atmosphériques telle que l'humidité relative de l'air. Enfin, la conduction dans l'air transfère de la chaleur sur une surface d'environ un micromètre de rayon et est dépendant de la conductivité thermique de l'échantillon. Les conditions expérimentales seraient donc à l'origine des variations, à la fois de la valeur de la conductance de contact, mais aussi de la valeur du rayon de contact thermique observées jusqu'à ce jour.

Cette hypothèse pourrait être testée, notamment en contrôlant les caractéristiques de l'atmosphère, telles que sa température et son humidité relative, de manière à modifier le transfert par le ménisque d'eau. Mais l'étude du contact sous cloche à vide devrait être plus prometteuse. En effet, dans un vide poussé, seul le transfert par conduction solide-solide persisterait : la résolution diminuerait alors jusqu'au rayon de contact mécanique, c'est-à-dire environ 20 nm. De plus, la diminution du rayon de contact, même compensée par une diminution de la conductance de contact, devrait augmenter le domaine de conductivité thermique d'utilisation de la sonde. En effet, l'écriture de la conductance équivalente sous la forme $G_{\mathrm{equ}} = 4b\lambda_{\mathrm{e}} / \left(\frac{4b\lambda_{\mathrm{e}}}{G_{\mathrm{c}}} + 1\right)$ fait apparaître une conductivité thermique d'échantillon critique, $\lambda_{\mathrm{e}c} = \frac{G_{\mathrm{c}}}{4b}$, dont la valeur se trouverait augmentée d'un facteur 3 lors des expérimentations sous vide. Le numérateur serait en effet divisé par un facteur 5, la conductance de contact passant de $G_{\mathrm{c}} = 10^{-5}$ à $\simeq 2.10^{-6}$ W.K.$^{-1}$, tandis que le dénominateur le serait par un facteur 15, le rayon $b$ passant de 300 nm à environ 20 nm. Le modèle de la sonde que nous avons développé peut être adapté à des mesures sous vide ($h = 0$ W.m$^{-2}$.K-1). L'objectif se tourne alors vers la qualité des échantillons sur lesquels sont réalisés les calibrations. En effet, le transfert s'effectuant par le contact mécanique, la difficulté majeure viendra de l'état de surface et des caractéristiques mécaniques des échantillons. Dans ces conditions, la microscopie thermique à sonde locale résistive s'avérerait être un instrument de mesure de haute résolution spatiale, adapté à l'évolution des dimensions toujours décroissantes des la micro-nano système et des micro-nano matériaux.

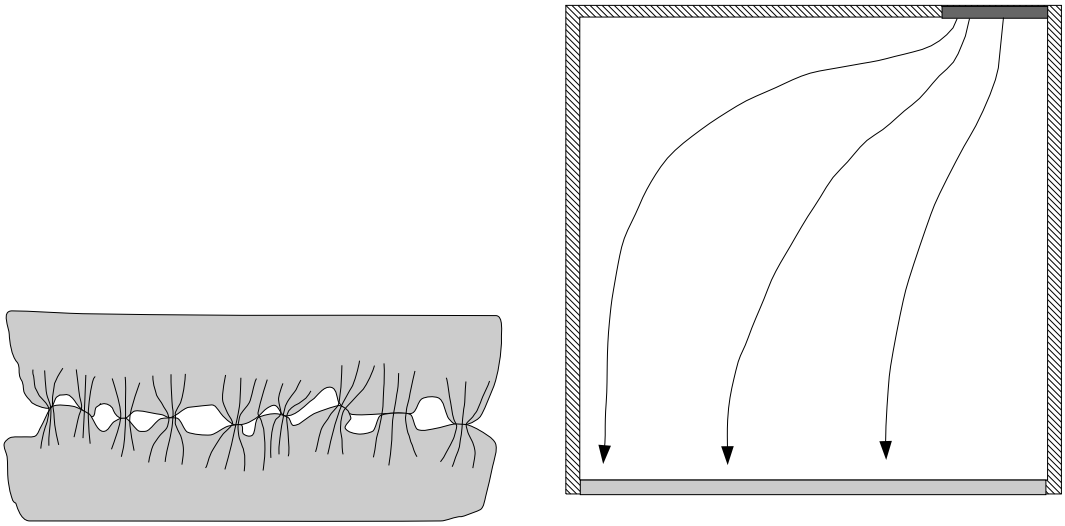
# ANNEXES

# Annexe A

# Conductance de constriction

## A.1 La constriction et son mécanisme

La constriction est le résultat du rétrécissement ou de l'élargissement des lignes de flux [Gat02], [Yov76]. Ce phénomène se retrouve aussi bien lors d'une mise en contact de deux objets (Fig. A.1(a)) que lors d'une application d'une condition aux limites localisée sur un objet (Fig. A.1(b)).



(a) Constriction des lignes de flux au niveau du contact solide-solide

(b) Constriction des lignes de flux due à des conditions aux limites particulières

Fig. A.1 – *Exemple de constriction des lignes de flux*

## A.2 Fonction de constriction

Un objet, sur lequel une condition aux limites de température est appliquée une surface localisée $s_o$ (Fig. A.2), offre une résistance thermique $R_{\text{th}}$ à la propagation de la chaleur :

$$R_{\text{th}} = \frac{\overline{T_{s_o}} - \overline{T_s(L)}}{\phi} = \frac{L}{\lambda S} + \frac{F}{\lambda} \tag{A.1}$$

Cette résistance peut donc se décomposer en deux résistances. La première est la résistance thermique du mur et correspond à une condition limite répartie sur toute la surface S. La deuxième correspond à l'élargissement des lignes de flux dans l'échantillon. La fonction de constriction $F$ est alors introduite comme suit :

$$\frac{F}{\lambda} = \frac{\overline{T_{s_o}} - \overline{T_s}(0)}{\phi} \tag{A.2}$$

avec $\overline{T_{s_o}} = \dfrac{1}{s_o} \displaystyle\iint_{s_o} T(x,y,0)\mathrm{d}x\mathrm{d}y$.

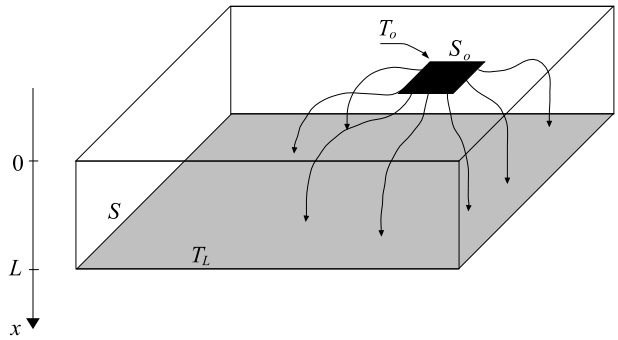



Fig. A.2 – *Épanouissement des lignes de flux dans un milieu*

## A.3 Constriction en milieu semi-infini

Un milieu semi-infini (Fig. A.3) sur lequel est appliquée une condition de température ou de flux sur une surface circulaire de rayon $r_o$ offre une résistance thermique :

$$R_{\text{th}} = \frac{\overline{T_{s_o}} - T_\infty}{\phi} = \frac{F}{\lambda} \tag{A.3}$$

Suivant la condition appliquée sur la surface de rayon $r_o$, deux fonctions de constriction

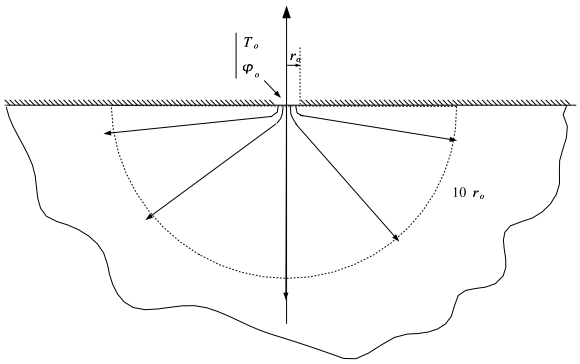



Fig. A.3 – *Constriction dans un milieu semi-infini*

sont à distinguer. La première est relative à une condition en température (indicée $_T$), la deuxième à une condition en flux (indicée $_\phi$) :

$$F_T = \frac{1}{4r_o} \tag{A.4}$$

$$F_\phi = \frac{8}{3\pi^2 r_o} \tag{A.5}$$

La condition appliquée est relativement importante puisque $\frac{F_T}{F_\phi} = 0{,}93$. De plus, 96 % de la chute de température s'effectue sur une distance $r = 10r_o$. De plus, il paraît intéressant de confronter ces valeurs à celle obtenue en considérant un modèle sphérique de diffusion de la chaleur dans le milieu. En admettant qu'une condition de température est imposée sur une demi-sphère de rayon $r_o$, le champ de température dans le milieu est :

$$T - T_\infty = (T_o - T_\infty)\frac{r_o}{r} \tag{A.6}$$

Notons ici que le résultat serait le même pour une condition de flux imposé. La fonction de constriction associée est alors :

$$F_{sph} = \frac{1}{2\pi r_o} \tag{A.7}$$

La différence est très nette puisque $\frac{F_{sph}}{F_T} = 0{,}64$. L'approche simplifiée du modèle sphérique minimise la fonction de constriction. Ceci s'explique physiquement par le fait que les lignes de flux ne se courbent pas à proximité de la zone de contact.

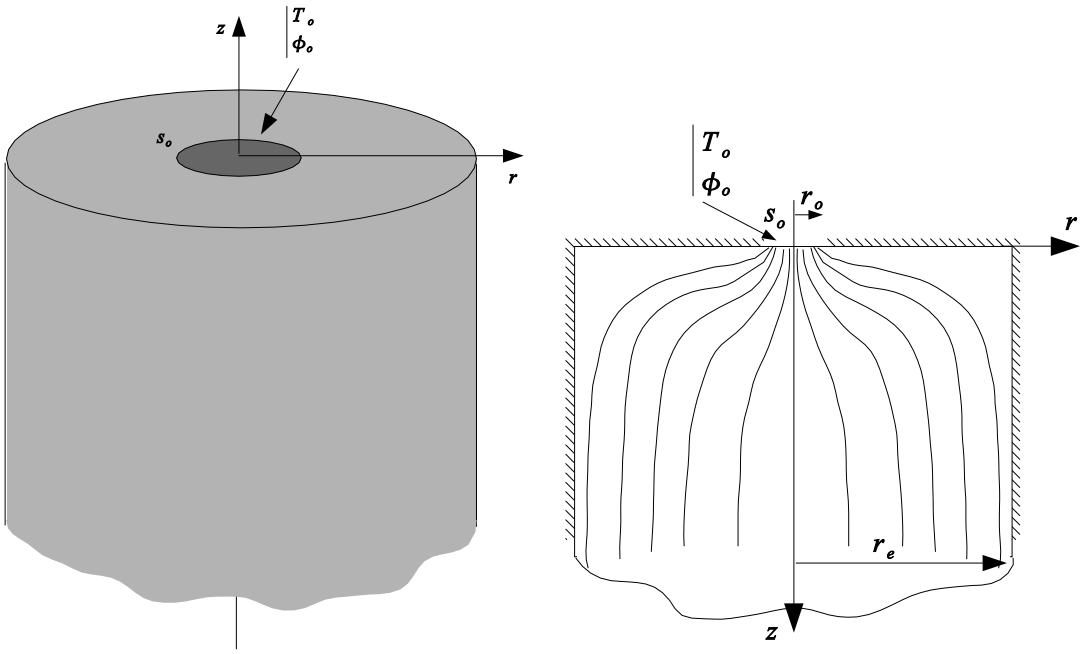
## A.4 Constriction en milieu semi-infini borné

Le milieu borné étudié est un milieu cylindrique sur lequel il est appliqué une condition de température ou de flux sur une surface $s_o$ telle qu'indiquée sur la figure (Fig. A.4(a)). Plusieurs auteurs ont permis de corréler la fonction de constriction du milieu semi-infini en fonction du paramètre $\epsilon = \frac{r_o}{r_e}$.

| | | | |
|---|---|---|---|
| $F_T$ | $\approx$ | $\frac{1}{4r_o}(1 - 1{,}41\epsilon)$ | valable pour $\epsilon < 0{,}3$ Roess (1949) |
| $F_T$ | $\approx$ | $\frac{1}{4r_o}(1 - \epsilon^{1,5})$ | Cooper, Mikic et Yovanovitch (1969) |
| $F_\phi$ | $\approx$ | $\frac{8}{3\pi^2 r_o}(1 - 1{,}29\epsilon)$ | valable pour $\epsilon < 0{,}3$ |

Tab. A.1 – *Corrélation sur la fonction de constriction en milieu semi-infini*

Ces lois sont compatibles avec le cas des milieux semi-infini lorsque ($\epsilon \to 0$). Negus et al.[NYB89] ont permis d'obtenir des valeurs de fonctions de constriction pour différentes géométries de $s_o$ et $S$ : Les différences de géométrie n'ont pas un impact important sur




(a) Géométrie du milieu borné

(b) Constriction des lignes de flux dans un milieu borné

FIG. A.4 – *Un milieu borné*

| Géométrie de $s_o$ | Géométrie de $S$ | Fonction de constriction $\frac{F}{r_o}$ |
|---|---|---|
| cercle | cercle | $0{,}4789 - 0{,}6244\epsilon + 0{,}1123\epsilon^2$ |
| cercle | carrée | $0{,}4789 - 0{,}6205\epsilon + 0{,}1159\epsilon^2$ |
| carrée | carrée | $0{,}4732 - 0{,}6205\epsilon + 0{,}1198\epsilon^2$ |

TAB. A.2 – *Fonctions de constriction pour un milieu borné et pour différentes géométries*

la valeur des fonctions de constriction (TAB. A.2). Pour les sections carrées, le rayon équivalent est calculé comme suit : $r_o = \sqrt{\frac{s_o}{\pi^2}}$. $S$ est la section du milieu borné définie par $r_e$. Toutefois, la répartition du flux sur la surface $s_o$ est très importante et génère une différence très nette sur la valeur de la fonction de constriction [Yov76].

# Annexe B

# Loi de comportement en flexion d'une poutre

L'utilisation de la sonde thermique nécessite un contact avec un échantillon et donc l'application d'une force $F_z$ sur ce dernier par la sonde. Du point de vue de la sonde,

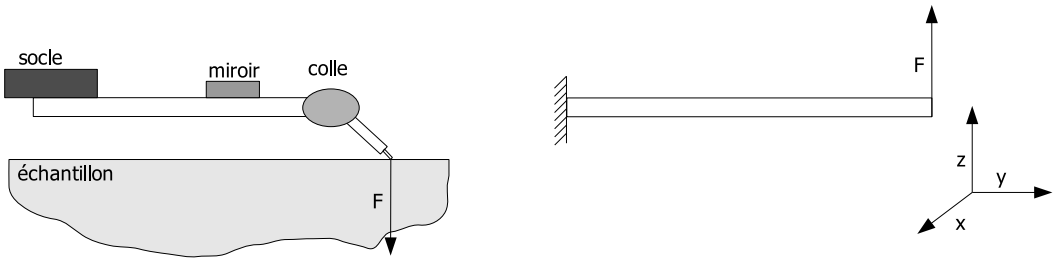



FIG. B.1 – *Schématisation de profil de la sonde thermique à gauche et sa modélisation mécanique à droite*

l'échantillon exerce sur elle cette même force $F_z$. La loi de comportement mécanique de la sonde est globalement celle d'une poutre :

$$y''(x) = -\frac{M_x}{EI_x} \tag{B.1}$$

où $y''$ est la dérivée seconde de la flèche de la sonde au point $x$, $I_x$ est le moment quadratique des fils d'argent, $M_x$ est le moment exercé par $F_z$ au point x.

Le moment quadratique d'un cylindre est $I_{x\,cylindre} = \frac{\pi R^4}{4}$, le moment quadratique de la sonde est donc $I_x = \frac{\pi R^4}{2}$ et le moment en un point $x$ de la poutre s'exprime en effectuant un bilan de force $M_x = F_z(L - x)$. On peut estimer que la demi-lune, support de la sonde assure une position fixe et une rotation nulle au point d'attache, considéré comme l'origine de l'axe $y$. Les conditions $y(0) = 0$ et $y'(0) = 0$ doivent être vérifiées.

La résolution de l'équation B.1 donne alors :

$$y'(x) = -\frac{F_z(L-x)^2}{2EI_x} + \frac{F_z L^2}{2EI_x} \tag{B.2}$$

et

$$y(x) = -\frac{-F_z(L-x)^3}{6EI_x} + \frac{F_z L^2 x}{2EI_x} + \frac{F_z L^3}{6EI_x} \tag{B.3}$$

Cette expression donne la flèche en chaque point de la sonde soumise à une force $F$ à son extrémité. En $x = L$, cette flèche vaut :

$$y(L) = \frac{2F_z L^3}{3EI_x} = \frac{64L^3}{3\pi ED^4}F \tag{B.4}$$

# Annexe C

# Environnement logiciel utilisé pour la microscopie

L'environnement logiciel permet de cartographier la topographie et les grandeurs thermiques, telles que la température et le flux thermiques, sur des échantillons. Les deux oscillogrammes décrivent une descente de la sonde vers la surface d'un échantillon : celui du haut est le signal de contrôle d'altitude tandis que le signal du bas est le signal de température de la sonde. Le contact de la sonde sur l'échantillon s'effectue environ 13 secondes après le début de l'enregistrement.

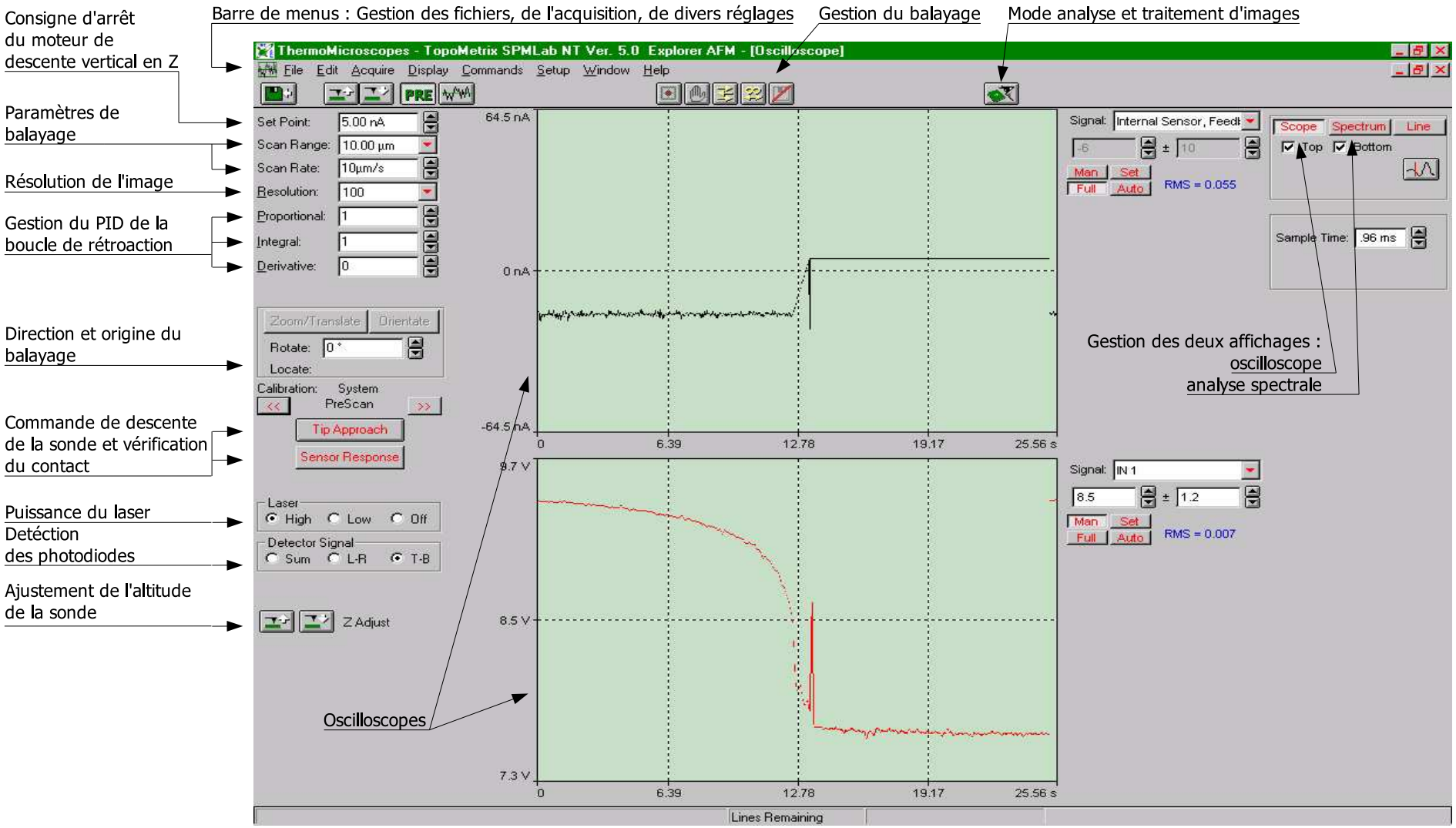



FIG. C.1 – *Environnement logiciel : copie d'écran réalisée lors d'une approche de la sonde thermique vers la surface d'un échantillon.*

# Annexe D

# Champ de température instationnaire dans un milieu sphérique semi-infini

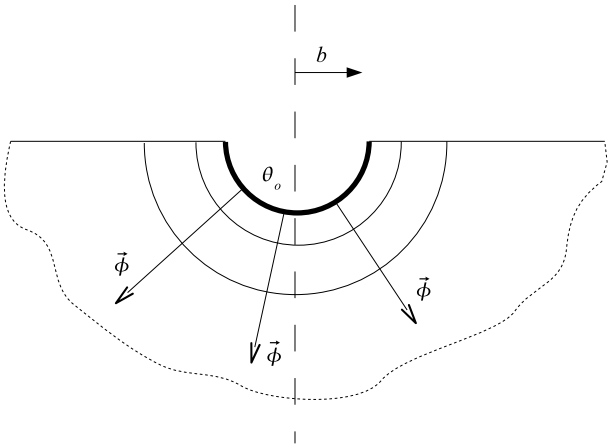



FIG. D.1 – *Modèle sphérique utilisé pour déterminer le temps de réponse de l'échantillon*

Le champ de température est exprimé pour un milieu semi-infini, homogène, soumis à une température imposée sur une sphère de rayon $b$.en utilisant un modèle sphérique. Dans ce cas, l'équation de la chaleur s'écrit :

$$\frac{1}{a_e} \cdot \frac{\partial \theta_e}{\partial t} = \frac{1}{r} \cdot \frac{\partial^2 (r\theta_e)}{\partial r^2} \tag{D.1}$$

avec comme conditions aux limites et initiale :

$$\theta_e(r = b, t > 0) = \theta_0 \tag{D.2}$$

$$\theta_e(r = \infty, t) = 0 \tag{D.3}$$

$$\forall\ r, \theta_e(r, t = 0) = 0 \tag{D.4}$$

En posant $\tilde{\theta}_e = \dfrac{\theta_e}{\theta_0}$ , un nouveau système est obtenu :

$$\begin{aligned}
\frac{1}{a_e} \cdot \frac{\partial \tilde{\theta}_e}{\partial t} &= \frac{1}{r} \cdot \frac{\partial^2 (r\tilde{\theta}_e)}{\partial r^2} && \text{(D.5)}\\
\tilde{\theta}_e(r = b, t > 0) &= 1 && \text{(D.6)}\\
\tilde{\theta}_e(r = \infty, t) &= 0 && \text{(D.7)}\\
\forall r, \tilde{\theta}_e(r, t = 0) &= 0 && \text{(D.8)}
\end{aligned}$$

En adoptant le changement de variable suivant $X(r,t) = \dfrac{r\tilde{\theta}_e(r,t)}{b}$, l'expression de ce système peut se simplifier :

$$\begin{aligned}
\frac{1}{a_e} \cdot \frac{\partial X}{\partial t} &= \frac{\partial^2 X}{\partial r^2} && \text{(D.9)}\\
X(r = b, t > 0) &= 1 && \text{(D.10)}\\
X(r = \infty, t) &= 0 && \text{(D.11)}\\
\forall r, X(r, t = 0) &= 0 && \text{(D.12)}
\end{aligned}$$

Ce système d'équations décrit le problème du mur semi-infini soumis à température imposée à l'instant $t$. La résolution de ce système passe par l'introduction d'une autre variable intermédiaire $u = \dfrac{r-b}{2\sqrt{a_e t}}$ et de la fonction $\tilde{X}(u) = X(r,t)$. Le système (D.9)-(D.12) devient :

$$\begin{aligned}
\frac{d^2\tilde{X}}{du^2} + 2u\frac{d\tilde{X}}{du} &= 0 && \text{(D.13)}\\
\tilde{X}(0) &= 1 && \text{(D.14)}\\
\tilde{X}(\infty) &= 0 && \text{(D.15)}
\end{aligned}$$

Sa solution est connue :

$$\tilde{X}(u) = \operatorname{erfc}(u) \qquad \text{(D.16)}$$

Le champ de température dans l'échantillon a finalement pour expression :

$$\theta_{\mathrm{e}}(r,t) = \theta_0 \cdot \frac{b}{r} \cdot \operatorname{erfc}\left(\frac{r-b}{2\sqrt{a_e t}}\right) \qquad \text{(D.17)}$$

conduisant au flux de chaleur :

$$\Phi_{\mathrm{e}}(r,t) = 2\lambda_{\mathrm{e}}\pi r^2\theta_0 \cdot \left(\frac{b\operatorname{erfc}\left(\frac{r-b}{2\sqrt{a_e t}}\right)}{r^2} + \frac{b\exp\left(\frac{-(r-b)^2}{4a_e t}\right)}{r\sqrt{a_e \pi t}}\right) \qquad \text{(D.18)}$$

Le flux qui s'épanouit dans l'échantillon peut alors se calculer facilement pour $r = b$ :

$$\Phi_{\mathrm{e}}(r = b, t) = 2\lambda_{\mathrm{e}}\pi b^2\theta_0\left(\frac{1}{b} + \frac{1}{\sqrt{\pi a_e t}}\right) = 2\lambda_{\mathrm{e}}\pi\theta_0 b\left(1 + \sqrt{\frac{\tau}{t}}\right) \qquad \text{(D.19)}$$

# Annexe E

# Couplage électro-thermique dans la sonde thermique

## E.1 Introduction

Dans la simulation numérique et les modèles analytiques, le couplage entre le passage du courant du fil de Wollaston au fil de platine rhodié dénudé n'a pas été pris en compte. Dans cette annexe est développé le couplage électro-thermique pour un milieu semi-infini, simulant ainsi l'expansion, à la fois du courant et du flux thermique dans le fil de Wollaston. De plus, le couplage entre le passage du courant dans la sonde et les gradients thermiques font apparaître un effet Thomson dont l'impact sur le bilan de flux dans la sonde sera étudié.

## E.2 Influence de la constriction des lignes de courant dans le fil de Wollaston

### E.2.1 Cas d'un milieu semi-infini

Le modèle sphérique traité se résout analytiquement (Fig. E.1). Nous négligeons encore une fois les variations des paramètres thermophysiques en fonction de la température, de sorte que le passage de l'intensité influence le champ de température mais pas l'inverse. De plus, le milieu matériel sera assimilé à de l'argent, le platine rhodié jouant un rôle électrique négligeable.

La solution de ce problème se calcule aisément lorsque l'intensité $I_o$ est nulle. L'objectif est de connaître l'élévation de température relative à l'introduction du courant électrique $I_o$ dans le problème thermique. Le caractère sphérique du problème permet d'exprimer le vecteur densité de courant $\vec{j}$ à une distance $r$ :

$$\vec{j} = \frac{I_o}{2\pi r^2}\vec{e}_r \tag{E.1}$$

Le vecteur champ électrique $\vec{E}$ est colinéaire au vecteur densité de courant $\vec{E} = \rho_{\mathrm{e}}\vec{j}$, où $\rho_{\mathrm{e}}$ est la résistivité électrique de l'argent. La production volumique de chaleur par effet

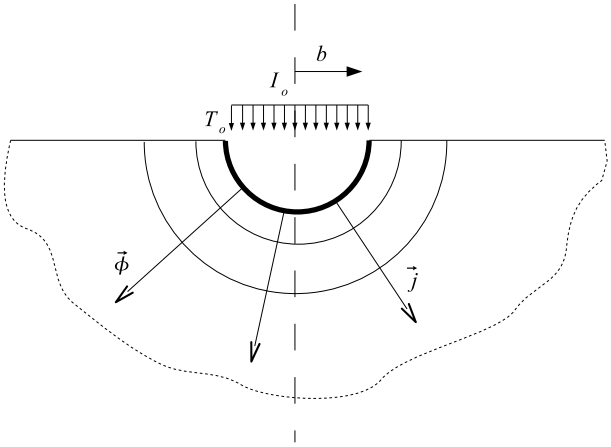



FIG. E.1 – *Géométrie utilisée pour étudier l'influence de la constriction des lignes de courant sur le champ de température dans le fil de Wollaston*

Joule $P_{\mathrm{J}}$ s'exprime alors à l'aide de la loi d'Ohm locale :

$$P_{\mathrm{J}}(r) = \vec{j} \cdot \vec{E} = \rho_{\mathrm{e}} j^2 = \frac{\rho_{\mathrm{e}} I_o^2}{4\pi^2 r^4} \tag{E.2}$$

L'équation de la chaleur avec ce terme source s'écrit :

$$\frac{1}{r^2}\frac{\partial}{\partial r}\left(r^2 \frac{\partial \theta}{\partial r}\right) = -\frac{\rho_{\mathrm{e}} I_o^2}{4\pi^2 r^4 \lambda_{\mathrm{Ag}}} \tag{E.3}$$

Après intégration, une expression du flux thermique pour $r = r_{Pt90/Rh10}$ est obtenue :

$$q = -\lambda_{\mathrm{Ag}} S \left.\frac{\partial \theta}{\partial r}\right)_{r=r_{\mathrm{Pt90/Rh10}}} \tag{E.4}$$

$$= \lambda_{\mathrm{Ag}} S \left( \frac{\rho_{\mathrm{e}} I_o^2}{4\pi^2 r_{\mathrm{Pt90/Rh10}}^3 \lambda_{\mathrm{Ag}}} + \frac{\theta_o}{r_{\mathrm{Pt90/Rh10}}} \right) \tag{E.5}$$

$$= \frac{\lambda_{\mathrm{Ag}} S}{r_{\mathrm{Pt90/Rh10}}} \left(\theta_{I_o} + \theta_o\right) \tag{E.6}$$

Le terme $\theta_{I_o}$ représente le surcroît de température dû à l'effet Joule. Il a pour expression :

$$\theta_{I_o} = \frac{\rho_{\mathrm{e}} I_o^2}{4\pi^2 r_{\mathrm{Pt90/Rh10}}^2 \lambda_{\mathrm{Ag}}} \tag{E.7}$$

En considérant une intensité de 50 mA, la résistivité électrique $\rho_{\mathrm{e}} = 1{,}63.10^{-8}$ Ω.m et la conductivité thermique $\lambda_{\mathrm{Ag}} = 429$ W.m$^{-1}$.K$^{-1}$ de l'argent, $\theta_{I_o}$ vaut $3{,}9.10^{-4}$ K.

### E.2.2 Différence entre milieu semi-infini et milieu semi-infini borné

Le fil de Wollaston peut être considéré comme un milieu semi-infini, car sa longueur de plusieurs millimètres est de plusieurs ordres de grandeur supérieure à son diamètre,

qui vaut 75 µm, et borné radialement. Tout comme la constriction des lignes de flux thermiques (voir annexe page A, 165), la différence entre la résistance du milieu semi-infini et celle du milieu semi-infini borné dépend du rapport entre les rayons $r_{\text{Pt90/Rh10}}$ et $r_{\text{Wollaston}}$ et vaut environ $1{,}41 \cdot \dfrac{r_{\text{Pt90/Rh10}}}{r_{\text{Wollaston}}} = 9{,}4\%$

## E.3 L'effet Thomson

Le gradient de température dans la pointe parcourue par un courant électrique va engendré une dissipation ou une absorption d'énergie. Ce phénomène est connu sous l'appellation « effet Thomson » [Gom99], [GY91]. L'énergie dégagée ou absorbée - suivant le sens du gradient de température par rapport au sens du courant - dans un élément dl soumis à un gradient de température et parcouru par un courant s'exprime de la manière suivante :

$$dQ_{\text{Thomson}} = I\tau_T \nabla T \text{dl} \tag{E.8}$$

où $\tau_T$ est le coefficient de Thomson (ordre de grandeur $10^{-6}$ V/K).

L'énergie dégagée par le même élément par effet Joule est :

$$dQ_{Joule} = \frac{\rho_{\text{e}} dl}{S} I^2 \tag{E.9}$$

Le rapport de ces deux énergies donne :

$$\left| \frac{dQ_{\text{Thomson}}}{dQ_{\text{Joule}}} \right| = \frac{\tau_T \nabla T S}{\rho_{\text{e}} I} \tag{E.10}$$

En prenant les valeurs caractéristiques : $I = 50$ mA, et $\nabla(T)_{\text{max}} = 3.10^6$ K/m, ce rapport vaut environ 1 %. Nous avons donc négligé l'effet Thomson.

## E.4 Conclusion

Cette annexe montre que l'effet de l'expansion des lignes de courant électrique dans un milieu semi-infini est négligeable. De plus, le fait que le fil de Wollaston soit un milieu borné n'influe qu'à hauteur d'environ 10 % sur sa résistance globale, par conséquent l'hypothèse, que le couplage entre les effets électriques et thermiques est négligeable, est vérifiée. De plus, l'effet Thomsom a lui-aussi été négligé.

# Nomenclature

| | | | Alphabet latin |
|---|---|---|---|
| Notation | Unités | Description | Valeur / Commentaires |
| $a$ | m$^2$.s$^{-1}$ | Diffusivité thermique | |
| $b$ | m | Rayon de contact thermique | |
| $b_x$, $b_y$ | m | Demi-axe d'ellipse | |
| $d$ | m | Résolution | |
| d$x$ | m | Élément de longueur | |
| $e$ | C | Charge de l'électron | 1,6.10$^{-19}$ C |
| $f$ | s$^{-1}$ | Fréquence | |
| $f_g$ | - | Facteur géométrique | |
| $g$ | m.s$^{-2}$ | Accélération de la pesanteur | |
| $h$ | J.s<br>W.m$^{-2}$.K$^{-1}$ | Constante de Planck<br>Coefficient de convection | 6,626.10$^{-34}$ J.s |
| $\hbar$ | J.s | Constante de Planck réduite | $h/2\pi = 1{,}05.10^{-34}$ |
| $\vec{j}$ | A.m$^{-2}$ | Vecteur densité de courant | |
| $k$ | W.m$^{-1}$.K$^{-1}$ | Conductivité thermique | |
| $l$ | m | Longueur | |
| $m$ | kg | Masse | de l'électron : 9,11.10$^{-31}$ $kg$ |
| $p$ | kg.m.s$^{-1}$ | Impulsion | |
| $q$ | m$^{-1}$ | Inverse de la profondeur de pénétration | $q = \sqrt{\frac{2i\omega}{a}}$ |
| $r$ | m | Rayon sphérique | |
| $t$ | s | Temps | |
| $v$ | m.s$^{-1}$ | Vitesse | |
| $x$, $y$, $z$ | m | Coordonnées spatiales | |
| $z_{\text{flèche}}$ | m | fléche en bout de pointe | |

| | | | |
|---|---|---|---|
| $A$ | - | Facteur d'accommodation | |
| $B_i$ | - | Nombre de Biot | $B_i = \frac{hD}{\lambda}$ |
| $C$ | J.kg$^{-1}$.K$^{-1}$ | Chaleur spécifique | |
| $C_1$, $C_2$ | | Constantes | |
| $C_{\text{photo}}$ | A.m$^{-1}$ | Coefficient | |
| $C_r$ | m.K | Coefficient | |

| | | | |
|---|---|---|---|
| $D$ | m | Diamètre | |
| $E$ | Pa | Module d'Young | |
| $\vec{E}$ | Pa | Champ électrique | |
| $F$ | -<br>N | Fonctionnelle<br>Force | |
| $F_{ij}$ | - | Facteur de forme de $i$ vers $j$ | |
| $F_T$, $F_\Phi$, $F_{sph}$ | - | Fonctions de constriction | |
| $G$ | W.K$^{-1}$ | Conductance | |
| $G_1$, $G_2$ | - | Masses électriques | |
| $H$ | Pa | Dureté | |
| $I_{\text{incidente}}$ | W.m$^{-2}$ | Intensité du rayon incident | |
| $I_{\text{réfléchie}}$ | W.m$^{-2}$ | Intensité du rayon réfléchi | |
| $I$ | A | Intensité électrique | |
| $I_{\text{in}}$ | A | Intensité électrique en entrée | |
| $I_T$ | A | Intensité Tunnel | |
| $I_x$ | m$^4$ | Moment quadratique | |
| $K_0$ | - | Fonction de Bessel modifiée d'ordre 0 | |
| $K$ | - | Constante | |
| $L$ | m | Longueur | |
| $\Delta L$ | m | Élongation | |
| $M$ | N.m | Moment | |
| $N_{\text{o}}$,$N_{\text{s}}$, $N_1$, $N_2$ | - | Nombres de particules | |
| $NA$ | - | Ouverture Numérique | |
| $N_u$ | - | Nombre de Nusselt | $N_u = \frac{hD}{\lambda_g}$ |
| $P$ | W | Puissance | |
| $P_r$ | - | Nombre de Prandtl | $\sim$ 0,7 pour l'air |
| $Q$, d$Q$ | W | Flux thermique | |
| $R$ | -<br>m<br>$\Omega$<br>K.W$^{-1}$ | Coefficient de réflectivité<br>Rayon<br>Résistance électrique<br>Résistance thermique | page 22 |
| $R_a$ | - | Nombre de Rayleigh | $R_a = G_r \cdot P_r$ |
| $R_e$ | - | Nombre de Reynolds | $R_e = \frac{\rho v_s L}{\eta}$ |
| $R_{\text{v}}$ | $\Omega$ | Résistance électrique variable | |
| $S$ | m$^{-2}$<br>J.K$^{-1}$ | Section<br>Entropie | <br>page 10 |
| $S_{\text{o}}$, $S_{\text{s}}$, $S_{\text{T}}$ | - | Systèmes | |
| $S_{\text{c}}$ | V.K$^{-1}$ | Coefficient de Seebeck | |

| | | | |
|---|---|---|---|
| $S_b$, $S_{G_c}$, $S_{\lambda_e}$, $S_{L_s}$ | - | Sensibilités | |
| $T$ | K | Température | |
| $T_a$ | K | Température ambiante | |
| $T_g$ | K | Température de fluide | |
| $T_o$, $T_T$, $T_s$ | K | Température de différents systèmes | |
| $T_\infty$ | K | Température très éloignée de la zone chauffée | |
| $\Delta T$ | K | Variation de température | |
| $U$ | m.s$^{-1}$ | Vitesse | |
| $V$ | V | Tension - Potentiel | |
| $V_{A-B}$ | V | Tension de pont du pont de Wheatstone | |
| $V_{out}$ | V | Tension en sortie | |
| $V_o$, $V_s$, $V_1$, $V_2$ | m$^3$ | Volumes | |
| $Z$ | - | Facteur de mérite | |

| | | | Alphabet grec |
|---|---|---|---|
| Notation | Unités | Description | Valeur / Commentaires |
| $\alpha$ | K$^{-1}$ | Coefficient de température | Pour l'alliage Pt90/Rh10 : 1,66.10$^{-3}$ K$^{-1}$ |
| $\alpha_L$ | m.K$^{-1}$ | Coefficient linéaire de dilatation | |
| $\delta$ | m | épaisseur | |
| $\gamma$ | - | rapport des capacités à pression et volume constant $C_p/C_v$ | |
| $\epsilon$ | - | Émissivité | |
| $\epsilon_0$ | F.m$^{-1}$ | Constante diélectrique du vide | |
| $\eta$ | Pl | Viscosité dynamique | |
| $\theta$ | K | Température relative | $\theta = T - T_a$ |
| $\theta_0$ | K | Température relative de l'échantillon sous la sonde | |
| $\lambda$ | W.m$^{-1}$.K$^{-1}$ | Conductivité thermique | |
| $\lambda_{composite}$ | W.m$^{-1}$.K$^{-1}$ | Conductivité « composite » | |
| $\lambda_g$ | W.m$^{-1}$.K$^{-1}$ | Conductivité thermique du gaz | |
| $\lambda_o$, $\lambda_m$ | m | Longueur d'onde | |
| $\mu$ | m | Profondeur de pénétration | $\mu = \sqrt{\frac{a}{\pi f}}$ |
| $\nu$ | m$^2$.s | Viscosité cinématique | |
| $\rho$ | kg.m$^{-3}$ | Masse volumique | |

| | | | |
|---|---|---|---|
| $\rho_e$ | $\Omega$.m | Résistivité électrique | |
| $\sigma$ | W.m$^{-2}$.K$^{-4}$ | Constante de Stefan-Boltzmann | 5,67.10$^{-8}$ W.m$^{-2}$.K$^{-4}$ |
| $\sigma_e$ | S.m$^{-2}$ | Conductivité électrique | $1/\rho_e$ |
| $\tau$ | s | Temps de réponse | |
| $\tau_T$ | V.K$^{-1}$ | Coefficient de Thomson | |
| $\phi$ | rad | Déphasage | |
| $\omega$ | rad.s$^{-1}$ | Pulsation | $\omega = 2\pi f$ |

| | | | |
|---|---|---|---|
| $\Lambda$ | m | Libre parcours moyen | $\Lambda_{air} = 60$ nm |
| $\Phi$ | W | Flux thermique | |

| | | | Indice |
|---|---|---|---|
| Notation | Unités | Description | Valeur / Commentaires |
| 0 | - | désigne une origine | |
| 1, 2, 3, 4 | - | indices | |
| air | - | relatif à l'air | |
| c | -<br>- | relatif au contact<br>relatif à la coupure | |
| contact | - | relatif au contact | |
| DC | - | relatif au régime continu | |
| e | - | relatif à l'échantillon | |
| ec | - | en contact | |
| échantillon | - | relatif à l'échantillon | |
| equ | - | équivalent | |
| fils | - | relatif aux fils | |
| h | - | relatif à la convection | |
| hc | - | hors contact | |
| L | - | en $L$ | |
| $n$ | - | indice | |
| op | - | relatif au système opératoire | |
| p | - | relatif au platine rhodié (Pt90/Rh10) | |
| platine | - | relatif au platine rhodié (Pt90/Rh10) | |
| s | - | relatif à la sonde | |
| sonde | - | relatif à la sonde | |
| vis | - | relatif à la vis | |
| w | - | relatif au fil (wire) | |
| $\omega$ | - | relatif à la 1$^{re}$ harmonique | |
| $2\omega$ | - | relatif à la 2$^{e}$ harmonique | |
| $3\omega$ | - | relatif à la 3$^{e}$ harmonique | |

# Sigles et acronymes

| Anglais | Français | Définition (anglophone) | Définition Francophone (si anglophone) |
|---|---|---|---|
| AC | | Alternative Current | Courant alternatif |
| AFM | | Atomic Force Microscope | Microscope à Force Atomique |
| CC | | Conductivity Contrast | Contraste de Conductivité |
| CCD | | Charge Coupled Device | Dispositif à Transferts de Charges |
| | CEA | | Commissariat à l'Énergie Atomique |
| CTA | | Constant Temperature Anemometry | Anémomètre à température Constante |
| DC | | Direct Current | Courant Continu |
| ECU | | Electrical Control Unit | Unité de Contrôle Thermique |
| IBM | | International Business Machines | |
| LIA | | Lock In Amplifier | Détection synchrone |
| | MEB | | Microscope Électronique à Balayage |
| | MET | | Microscope Électronique à Transmission |
| | MAc | | Microscope Acoustique |
| | MO | | Microscope Optique |
| | MOB | | Microscope Optique à Balayage |
| MOS | | Metal Oxyde Semi-Conductor | Semi-conducteur métal-oxyde |
| NA | | Numerical Aperture | Ouverture Numérique |
| PIV | | Particule Image Velocimetry | Vélocimétrie par imagerie de particules |
| SJM | | Scanning Joule expansion Microscope | Microscope à balayage utilisant la dilatation par effet Joule |
| SNOM | | Scanning Near-Field Optical Microscope | Microscope Optique à Champ Proche à Balayage |
| SPM | | Scanning Probe Microscope | Microscope à Sondes Locales |
| SThM | | Scanning Thermal Micsocope | Microscope Thermique à Balayage |
| SThP | | Scanning Thermal Profiler | Profilomètre Thermique à Balayage |
| STM | | Scanning Tunneling Microscope | Microscope à Effet Tunnel à Balayage |

| | | | |
|---|---|---|---|
| STOM | | Scanning Tunneling Optical Microscope | Autre nom du SNOM |
| STWM | | Scanning Thermal Wave Microscope | Microscope à Ondes Thermiques à Balayages |
| TC | | Thermal Contrast | Contraste Thermique |
| TCU | | Thermal Control Unit | Unité de Contrôle Thermique |
| TTL | | Transistor Transistor Logic | |

# Table des figures


1.1 Les différents modes de transfert entre la pointe et l'échantillon . . . . . 5
1.2 Loi de Moore : le nombre de transistors utilisé dans les microprocesseurs double tous les deux ans. (Source : www.intel.com/research/silicon/ mooreslaw.htm) 6
1.3 Évolution de la densité de puissance dissipée dans un processeur en fonction de taille de motif décroissant : la densité de puissance dissipée actuelle dans un processeur est d'environ 50 W.cm$^{-2}$ [Anc01] et [Pol00]. (Source : Pollack (Intel)) . . . . . 7
1.4 Schématisation du montage pour la détection du point chaud [ADV$^+$02] . 7
1.5 Localisation d'un point chaud créé par un transistor : cartographie de l'amplitude de la 1$^{re}$ harmonique de la température du circuit étudié [ADV$^+$02] 8
1.6 Profils de température d'une jonction PN traversée par un courant alternatif [PLSL$^+$03] . . . . . 8
1.7 Exemples de matériaux nano-structurés . . . . . 9
1.8 La pointe chaude permet l'écriture d'un bit sur un film de polymère. La lecture s'effectue par un passage de la sonde au-dessus du film et l'effacement par une chauffe externe du polymère. L'écart entre chaque bit est de 70 nm permettant d'atteindre une densité de 150 Gbits / in$^2$ [DBD$^+$02]. . . 9
1.9 Notion de température aux nano-échelles et ensemble canonique . . . . . 10
1.10 Notion de mesures aux nano-échelles . . . . . 11

2.1 Représentation de la fonction d'Airy . . . . . 16
2.2 Limite de résolution d'un microscope optique : interaction entre les taches d'Airy . . . . . 17
2.3 Projection de la structure cristalline d'un monocristal de cordiérite (200 Å d'épaisseur) obtenue à partir d'un microscope électronique à transmission à haute résolution. Les domaines noirs représentent des rangées vides dans la structure et les domaines blancs représentent des régions de haute densité atomique. La distance entre les domaines noirs est à peu près 9,7 Å (De Putnis, 1992 ). (Source : homepages.ulb.ac.be/∼jscoates/teach/GEOL019/ chap3/geol019_chap3.html). . . . . 18
2.4 Comparatif des domaines de résolution latérale des différents types de microscopie [Rob98] . . . . . 18
2.5 Champ de température dans l'échantillon soumis à un faisceau laser modulé 19
2.6 Mesure de l'Effet Mirage sur un échantillon de cuivre à l'aide d'un laser pompe modulé à 620 Hz [FCR01] . . . . . 20

2.7 Module et décalage de phase de la déflexion normale (triangles noirs) et transverse (cercles blancs) en fonction de la distance horizontale entre les faisceaux pompe et sonde sur un échantillon multicouches aluminium / titane. On notera la symétrie des profils par rapport au faisceau pompe et la déflexion transverse nulle à l'origine pour cause de symétrie cylindrique [GBS+00]. . . . . 21
2.8 Principe de thermoréflectométrie : le coefficient de réflectivité $R$ dépend de la température. Le rayon réfléchi transporte l'information locale thermique de l'échantillon. . . . . 22
2.9 Profil typique de la phase de la température relevée par thermoréflectométrie donnant l'accès à la diffusivité thermique [FRB+01] . . . . . 22
2.10 Schématisation de principe d'un microscope à sonde locale . . . . . 25
2.11 Image MEB d'une pointe en tungstène utilisée en STM (diamètre du fil : 0,35 mm). Source : http://pelletier.chez.tiscali.fr/chap1/c1.htm♯l133 . . . . 26
2.12 Les deux modes de fonctionnement du STM : courant tunnel constant ou altitude constante [BR86] . . . . . 27
2.13 Image obtenue à l'aide d'un STM d'une surface en Ag/Ge(111) : la résolution est atomique. Un modèle d'organisation atomique a pu être mis au point à l'aide de l'image. Source : www-users.york.ac.uk/∼phys24/stm.htm 28
2.14 Montage de principe d'un AFM . . . . . 29
2.15 Exemple de sondes utilisées en AFM [Kop01]. . . . . 29
2.16 Force d'interaction interatomique en fonction de la distance entre deux atomes . . . . . 30
2.17 Principe de fonctionnement d'un SThP : l'altitude d'une sonde thermocouple chauffée est contrôlée pour maintenir la température du thermocouple constante [WW86] . . . . . 31
2.18 Exemple de micro-thermocouple [SKMM01] . . . . . 32
2.19 Bilame - Le métal 1 possède un coefficient de dilatation thermique supérieur au métal 2 et permet au dispositif de s'infléchir vers le bas . . . . . 32
2.20 La sonde résistive proposée par Dinwiddie [DPW94]. (Source [PH01]) . . . 33
2.21 Sonde thermique appelée thermistance : un élément résistif apparaît clairement sur la pointe AFM. (Source : www.elec.gla.ac.uk/groups/nano/afm/AfmPage.html) 34
2.22 Schéma du montage utilisé pour le STWM . . . . . 35
2.23 Schématisation d'une pointe utilisée en Microscopie Optique à Champ Proche (SNOM). (Source [SZD03]) . . . . . 36
2.24 Image MEB d'une pointe SNOM : l'ouverture à l'extrémité est d'un diamètre inférieur à 100 nm. (Source : Alexandre Bouhelier , Université de Basel - Suisse) . . . . . 37
2.25 Sonde utilisée en anémométrie . . . . . 38
2.26 Circuit électrique pour l'anémométrie en mode CTA : la sonde est symbolisée par la résistance $R_{\mathrm{w}}$ . . . . . 38
2.27 Bilan thermique sur un élément de fil . . . . . 39
2.28 Profil longitudinal de température adimensionnée et stationnaire du fil chaud en fonction de différentes demi-longueurs de fil : $L = 100$ µm. Ces profils sont bien sûr symétriques par rapport à la droite $x/L = 1$ . . . . . 41

2.29 Fonction de transfert caractéristique d'une sonde fil froid de 5 µm de diamètre, du filtre généralement adapté pour amplifier la diminution du signal en température et de l'ensemble repoussant ainsi la fréquence de coupure de cette technique à plusieurs dizaines de kHz [Jør02] . . . . . 42
2.30 Montage pour la technique du film chaud . . . . . 43
2.31 Schéma de la sonde et d'un échantillon . . . . . 44
2.32 Schématisation du modèle sphérique proposé par A. Majumdar pour l'échantillon . . . . . 46
2.33 Courbe d'étalonnage [RSP+98] pour une sonde portée à une température de 40° C supérieure à la température ambiante. Le lien de proportionnalité entre le flux $\Phi_e$ et la conductivité thermique $k_e$ semble être vérifié . . . . . 48
2.34 Variation de puissance électrique dissipée dans la pointe pour la maintenir à température constante en fonction de la conductivité thermique $k_e$ des échantillons à différentes températures. Une diminution de sensibilité est nettement mise à jour [Gom99] lorsque la conductivité thermique excède 50 W.m$^2$.K$^{-1}$ . . . . . 49
2.35 Inverse du flux adimensionné dissipé dans l'échantillon en fonction de l'inverse de la conductivité thermique de l'échantillon $\lambda_s$ rapportée à celle de la sonde (assimilée à du platine pur) où $R_c$ est ici le rayon de contact thermique, $\lambda_p$ est la conductivité thermique de la sonde, $\Delta T$ la température relative de la sonde par rapport à la température ambiante et $\Delta Q$ la différence de flux dissipé par effet Joule au contact et avant le contact avec l'échantillon. Cette droite valide le modèle de résistance $R_{equ}$ décrit dans l'équation (2.25). On y constate un comportement linéaire et surtout un tassement des échantillons de haute conductivité thermique, démontrant la saturation déjà remarquée sur la figure (Fig. 2.34) [PH01] . . . . . 50

3.1 Image du microscope Explorer™ de *Topometrix* . . . . . 55
3.2 Schéma du microscope Explorer™ de *Topometrix* . . . . . 56
3.3 Image du socle du microscope sur lequel sont déposés les échantillons. Source [Gom99] . . . . . 57
3.4 Image du microscope sur son socle (Source [Gom99]) . . . . . 57
3.5 Vue de dessous de l'Explorer™ et principales mesures des points d'appui de l'Explorer™ sur son socle. . . . . 58
3.6 Schématisation de la sonde avec ses dimensions : le fil de platine rhodié a un diamètre de 5 µm et une longueur de 200 µm, son rayon de courbure à son extrémité recourbée est d'environ 15 µm, le fil de Wollaston possède un diamètre de 75 µm. . . . . 60
3.7 La sonde thermique . . . . . 61
3.8 Les deux modes de fonctionnement du SThM Commercial Explorer™ intégrés dans le TCU : suivant la position de l'interupteur K, le microscope est utilisé en mode de contraste de température (TC) ou en mode contraste de conductivité (CC). . . . . 63
3.9 Schéma du montage à réaliser pour effectuer des mesures de températures sur des matériaux actifs non passivés avec la sonde thermique locale. Source [LÓ4] . . . . . 65
3.10 Schéma du montage utilisé pour réaliser les mesures en mode AC . . . . . 66

3.11 Générateur de signal utilisé en mode AC. . . . . 67
3.12 Spectre fréquentiel du rapport $\frac{V_{3\omega}}{V_{\omega}}$ pour deux générateurs de signaux différents : le premier (Métrix) est un générateur classique tandis que le second (HP) ne génère qu'un faible bruit sur la 3$^{e}$ harmonique, une décade sur le bruit délivré par le générateur peut aisément être gagnée. . . . . 67
3.13 Détail du pont soustracteur utilisé pour les mesures en régime alternatif (mode AC) . . . . . 68
3.14 Détecteur Synchrone (LIA) utilisé en mode alternatif . . . . . 69
3.15 Schéma de principe d'un détecteur synchrone . . . . . 70

4.1 Modèle sphérique utilisé pour déterminer le temps de réponse de l'échantillon 78
4.2 Mise en évidence de la symétrie du système sonde-échantillon . . . . . 79
4.3 Passage du dispositif réel à la schématisation . . . . . 79
4.4 Différence entre les conductances thermiques réelles et celles utilisées lors de la modélisation. . . . . 80
4.5 Les deux paramètres du contact : la conductance $G_c$ et le rayon de contact thermique $b$. . . . . 80
4.6 Bilan de flux sur un élément de sonde. . . . . 82
4.7 Quelques coefficients d'échange issus des corrélations du tableau 4.2 . . . . 85
4.8 Nombre de Nusselt autour d'un cylindre incliné . . . . . 85
4.9 Schématisation du modèle thermique utilisé pour les simulations . . . . . 86
4.10 Exemple de maillage utilisé pour la simulation numérique avec les conditions aux limites appliquées . . . . . 88
4.11 Maille élémentaire d'un solide homogène et sans condition aux limites . . . 89
4.12 Maille élémentaire homogène et condition aux limites de convection . . . . 89
4.13 Champ de température dans la sonde et l'échantillon (Germanium) pour $\overline{T_{sonde}} = 112$ °C et $G_c = 5.10^{-6}$ W/K . . . . . 92
4.14 Profil de températures sur l'axe $r = 0$ pour $\overline{\theta_s} = 112$ °C, $G_c = 5.10^{-6}$ W/K et un échantillon de Germanium . . . . . 92
4.15 Proportion des flux perdus par le fil d'alliage Pt90/Rh10. . . . . 93
4.16 Flux transféré dans le fil de Wollaston $\Phi_{Ag}$ et l'échantillon $\Phi_e$ en fonction de la conductivité thermique $\lambda_e$ de l'échantillon et de la conductance de contact $G_c$. . . . . 94
4.17 Schématisation du problème simple d'une ailette thermique comprise entre deux puits thermiques . . . . . 96
4.18 Différence de température par rapport à la référence (cas 1) en fonction de la coordonnée d'espace $x$. Les courbes a et b représentent respectivement le cas 2 et le cas 3 pour $L_s = 100$ µm . . . . . 99
4.19 Modèle thermique utilisé pour la résolution analytique . . . . . 100
4.20 Profils longitudinaux de température dans la sonde en fonction de la conductivité thermique $\lambda_e$ de l'échantillon pour des amplitudes de courant allant de 50 mA à 60 mA. Les profils correspondent à la conductivité thermique suivante : $\lambda_e = 0$ (a) qui est le profil hors contact, 0,01 , 0,05 , 0,1 , 0,5 , 1 , 2 , 5 , 10 et 50 W.m$^{-1}$.K$^{-1}$ (b) . . . . . 104

4.21 Flux transféré (en W) vers l'échantillon en fonction de sa conductivité thermique (W.m$^{-1}$.K$^{-1}$) et de la conductance de contact avec comme valeur de paramètres : $b$ = 400 nm et $\overline{\theta_s}$ = 100 °C. La conductance de contact $G_c$ prend des valeurs à intervalles réguliers de 1 µW.K$^{-1}$ de la courbe (a) à la courbe (b) où elle vaut respectivement 5.10$^{-6}$ W.K$^{-1}$ et 10$^{-6}$ W.K$^{-1}$ . . . . 105
4.22 Température sur l'échantillon sous la pointe $\theta_0$ en fonction de la conductivité thermique de l'échantillon $\lambda_e$, de la conductance de contact $G_c$ (10$^{-6}$ W.K$^{-1}$) et du rayon de contact thermique $b$ (µm). Nous avons tracé des courbes de températures $\theta_0$ pour $\overline{\theta_s}$ = 100 °C et respectivement de haut en bas : ($b$ = 0,5 et $G_c$ = 2,51), ($b$ = 1,25 et $G_c$ = 5), ($b$ = 1,25 et $G_c$ = 2,51), ($b$ = 1,25, $G_c$ = 1), ($b$ = 2 et $G_c$ = 2,51). . . . . 106
4.23 Sensibilité $S_p$ de la mesure en fonction des paramètres $p$ suivant : la conductivité thermique de l'échantillon $\lambda_e$, la conductance de contact $G_c$, le rayon de contact thermique $b$, et à la longueur du platine dénudé $L_s$. . . . . 109
4.24 Calibration du rapport de flux dissipé hors et en contact $\Delta P_J$ sur le flux dissipé en contact $P_J$. Les points expérimentaux sont issus de microscopes différents (+ et ∘) et de sondes différentes (croix rouges et bleus). Les courbes $a$, $b$ et $c$ issues du modèle analytique reposent respectivement sur les paramètres suivants : $b$ = 1,1 µm et $G_c$ = 2,9.10$^{-6}$ W.K$^{-1}$, $b$ = 1,25 µm et $G_c$ = 2,51.10$^{-6}$ W.K$^{-1}$ et $b$ = 0,9 µm et $G_c$ = 2,2.10$^{-6}$ W.K$^{-1}$. **Note :** ces mesures ont fait l'objet d'une collaboration avec l'Université de Reims UTAP/LEO. . . . . 110

5.1 Réponse fréquentielle de la température $\theta_{s2\omega}$ de la sonde pour une intensité d'amplitude 40 mA avec $L_s$ = 100 µm et $R_s$ = 2,5 µm. . . . . 117
5.2 Sensibilité de la pulsation de coupure aux paramètres $L_s$, $R_s$ et $h$. Le paramètre $p$ représente l'écart relatif (en %) de chaque paramètre $X$ autour des valeurs usuelles : $X = X_0(1 + p/100)$. . . . . 119
5.3 Influence de $L_s$ sur la réponse de la température de la sonde à une intensité d'amplitude 40 mA et de pulsation $\omega$ . . . . . 122
5.4 Influence de $R_s$ sur la réponse de la température de la sonde à une intensité d'amplitude 40 mA et de pulsation $\omega$ . . . . . 122
5.5 Influence de $h$ sur la réponse de la température de la sonde à une intensité d'amplitude 40 mA et de pulsation $\omega$ (rad.s$^{-1}$) . . . . . 123
5.6 Sensibilité de $\overline{\theta_{s2\omega}}$ aux paramètres $p = L_s$, $R_s$ et $h$ . . . . . 123
5.7 Schématisation du principe de minimisation multivariables par relaxation . 125
5.8 Mesures simulées bruitées et courbes issues de la minimisation . . . . . 126
5.9 Comparaison des réponses fréquentielles de la sonde mesurée (en cercle), données par le modèle avec $L_s$ = 100 µm et $R_s$ = 2,5 µm (a) et avec $L_s$ = 96,69 µm et $R_s$ = 2,243 µm (b) . . . . . 127
5.10 Réponse fréquentielle de la $\theta_{s2\omega}$ en fonction de $G_{equ}$ pour une intensité d'amplitude 40 mA . . . . . 129
5.11 Sensibilité de la minimisation de $G_{equ}$ à un bruit sur la température de mesure $\theta_{sbruit}$ . . . . . 130
5.12 Images topographique et thermique d'un échantillon de Yttrium sur lequel est visible de la résine dans le bas de l'image à droite . . . . . 133
5.13 Images topographique et thermique d'un échantillon de Titane . . . . . 133

5.14 Images topographique et thermique d'un échantillon de Scandium . . . . . 133
5.15 Résultats expérimentaux et différentes courbes données par le modèle analytique. a ($G_c = 4{,}7.10^{-6}$ W.K$^{-1}$ et $b = 201$ nm), b ($G_c = 5.10^{-6}$ W.K$^{-1}$ et $b = 250$ nm), c ($G_c = 6.10^{-6}$ W.K$^{-1}$ et $b = 150$ nm), d ($G_c = 6.10^{-6}$ W.K$^{-1}$ et $b = 100$ nm) et e ($G_c = 5.10^{-6}$ W.K$^{-1}$ et $b = 312$ nm) . . . . . 135

6.1 Représentation des différents transferts thermiques entre la sonde et l'échantillon . . . . . 138
6.2 Modélisation des différents types de transfert au niveau du contact sous forme de réseau de résistances thermiques . . . . . 139
6.3 Émittance spectrale du corps noir pour différentes températures. À température ambiante (300 K), le maximum d'émission est atteint pour une longueur d'onde de 10 µm . . . . . 141
6.4 Transfert radiatif entre un disque et un plan. **Note** : la géométrie est à symétrie de révolution . . . . . 142
6.5 Schématisation de la sonde au-dessus de l'échantillon sous la forme d'un cylindre horizontal de longueur $L_s$ et de rayon $R_s$ . . . . . 143
6.6 Conductance équivalente $G_{equ}$ en fonction de la force appliquée sur un échantillon d'Hafnium . . . . . 146
6.7 Schématisation de principe de la méthode utilisée pour obtenir des courbes d'approche sur plusieurs micromètres de déplacement vertical . . . . . 147
6.8 Visualisation de l'approche motorisée de la sonde sur un échantillon d'argent et fonction du temps pour une vitesse de descente de la sonde d'environ 10 µm.s$^{-1}$ . . . . . 149
6.9 Schématisation de la sonde par un tore . . . . . 150
6.10 Conductance équivalente $G_{equ}$ en fonction de l'altitude de la sonde au dessus de l'échantillon, avec $G_e = 7.10^{-5}$ W.K$^{-1}$ pour le modèle . . . . . 152
6.11 Résistance équivalente $R_{equ}$ réelle en fonction de l'altitude de la pointe au-dessus de l'échantillon . . . . . 153
6.12 Conductance surfacique par conduction dans l'air suivant les axes $x$ et $y$ du tore lorsque la sonde est en contact . . . . . 154
6.13 Schéma des lignes de flux thermiques entre la sonde et deux échantillons : celui de gauche à une conductivité thermique $\lambda_1$ inférieure à celle $\lambda_2$ de l'échantillon de droite . . . . . 155
6.14 Résistance équivalente $R_{equ}$ en fonction de l'inverse de la conductivité thermique des échantillons $\lambda_e$. Trois différents comportements ont été représentés : les courbes a, b et c sont issues du modèle analytique respectivement avec $b = 550$ nm et $G_{c\,\text{modèle}} = 2{,}2.10^{-6}$ W.K$^{-1}$, $b = 300$ nm et $G_c = 3.10^{-6}$ W.K$^{-1}$, $b = 150$ nm et $G_c = 6.10^{-6}$ W.K$^{-1}$ . . . . . 156
6.15 Courbe de force classique en microscopie à force atomique : le décalage entre l'altitude d'approche et celle de retrait de la sonde est expliqué par l'effet des forces de capillarité . . . . . 157
6.16 Conductance $G_{c\,eau}$ liée au transfert de chaleur à travers le ménisque d'eau en fonction de l'épaisseur du ménisque $\delta_{eau}$ . . . . . 158
6.17 Représentation spatiale sur la surface de l'échantillon des différentes zones d'échange en fonction du mode de transfert. Le transfert via le ménisque est fonction de la température de la pointes . . . . . 160

A.1 Exemple de constriction des lignes de flux . . . . . 165
A.2 Épanouissement des lignes de flux dans un milieu . . . . . 166
A.3 Constriction dans un milieu semi-infini . . . . . 166
A.4 Un milieu borné . . . . . 168

B.1 Schématisation de profil de la sonde thermique à gauche et sa modélisation mécanique à droite . . . . . 169

C.1 Environnement logiciel : copie d'écran réalisée lors d'une approche de la sonde thermique vers la surface d'un échantillon. . . . . 172

D.1 Modèle sphérique utilisé pour déterminer le temps de réponse de l'échantillon173

E.1 Géométrie utilisée pour étudier l'influence de la constriction des lignes de courant sur le champ de température dans le fil de Wollaston . . . . . 176

# Liste des tableaux


2.1 Caractéristiques des différents microscopes à sonde locale. On notera l'unification des sondes thermiques locales thermocouples et résistives sous le terme générique SThM. **Note :** se reporter à la page 183 pour la signification des sigles et acronymes . . . . . 24

3.1 Données thermophysiques concernant l'alliage Pt90/Rh10 . . . . . 61
3.2 Données thermophysiques concernant l'argent . . . . . 61
3.3 Résistances utilisées dans le pont soustracteur de la figure 3.13 . . . . . 68

4.1 Principaux coefficients adimensionnés en convection naturelle . . . . . 83
4.2 Corrélations pour un cylindre horizontal . . . . . 84
4.3 Répartition des nœuds du maillage dans la sonde et l'échantillon . . . . . 87
4.4 Les différentes conditions aux limites prises en compte dans la simulation en mode DC . . . . . 90
4.5 Coefficients d'échange retenus pour la simulation numérique en mode DC. Les indices $_{Ag}$, $_s$ et $_e$ représentent respectivement le fil de Wollaston, la sonde de platine rhodié et l'échantillon. . . . . 91
4.6 Calculs des flux thermiques issus du fil d'alliage Pt90/Rh10 sur un échantillon de germanium pour une intensité circulant dans la sonde de 50 mA . 93
4.7 Influence de divers paramètres sur les flux échangés par la sonde, $\overline{\theta_s} = 112$°C 95
4.8 Récapitulatif des trois cas de traitement de l'équation (4.24) suivant les termes négligés. . . . . 98
4.9 Comparaison de l'évolution du flux transféré vers l'échantillon $\Phi_e$ pour le modèle analytique et la simulation. **Note :** la conductivité thermique du platine vaut ici 30 W.m$^{-1}$.K$^{-1}$ au lieu de 37,6 W.m$^{-1}$.K$^{-1}$ qui est sa valeur réelle. . . . . 107
4.10 Conductivité thermique des échantillons utilisés pour la calibration en mode DC. . . . . 111

5.1 Variations de $|\overline{\theta_{s2\omega}}|$ pour différentes valeurs des paramètres $L_s$, $R_s$ et $h$ et pour une intensité $I = 40$ mA. Les paramètres par défaut sont : $L_s = 100$ µm, $R_s = 2{,}5$ µm et $h = 1\,000$ W.m$^{-2}$.K$^{-1}$. . . . . 121
5.2 Influence du bruit sur l'identification des paramètres $L_s$ et $R_s$. Les paramètres initiaux de chaque minimisation sont $L_s = 100$ µm et $R_s = 2{,}4$ µm. Ce tableau précise les valeurs obtenues lors des optimisations . . . . . 125
5.3 Conductivité thermique des échantillons utilisés pour la calibration en mode alternatif (Source Goodfellow) . . . . . 131

6.1 Estimation des conductances correspondant à chaque mode de transfert pour une sonde thermocouple par A. Majumdar [Maj99]. $h$ est la conductance surfacique (W.m$^{-2}$.K$^{-1}$), $\lambda_{\text{air}}$ la conductivité thermique de l'air (0,025 W.m$^{-1}$.K$^{-1}$) et $z$ est l'altitude du point de la sonde au-dessus de la surface de l'échantillon. . . . . 140
6.2 Récapitulatif des conductances thermiques et des rayons de contact thermique pour les différents mode de transferts thermique . . . . . 159

A.1 Corrélation sur la fonction de constriction en milieu semi-infini . . . . . 167
A.2 Fonctions de constriction pour un milieu borné et pour différentes géométries 168

# Bibliographie


[ACMF01] M. Atmane, V. Chan, D. Murray et J. Fitzpatrick – « PIV Measurements Of Natural Convection Around a Heated Cylinder », *Proceedings of the 9th International Conference on Laser Anemometry Advances and Applications*, 2001.

[ADV+02] J. Altet, S. Dilhaire, S. Volz, J. Rampnoux, A. Rubio, S. Grauby, L. D. P. Lopez, W. Claeys et J. B. Saulnier – « Four different approaches for the measurement of IC surface temperature: application to thermal testing », *Microelectronics Journal* **33** (2002), p. 689–696.

[Anc01] F. Anceau – « L'évolution et les perspectives du phénomène microprocesseur », 2001, http://lmi17.cnam.fr/ anceau/Documents/FBULL_2001.PDF.

[APR+99] V. M. Asnin, F. H. Pollak, J. Ramer, M. Schurman, et I. Ferguson – « High spatial resolution thermal conductivity of lateral epitaxial overgrown GaN/sapphire (0001) using a scanning thermal microscope », *Applied Physics Letters* **75** (1999), no. 9, p. 1240–1242.

[BB89] G. A. Bennett et S. D. Briles – « Calibration Procedure Developed for IR Surface-Temperature Measurements », *IEEE Transactions on Components Hybrids and Manufacturing Technology* **12** (1989), p. 690–695.

[BFB80] A. Boccara, D. Fournier et J. Badoz – « Thermo-Optical Spectroscopy : Detection by the Mirage Effect », *Applied Physics Letters* **36** (1980), p. 130–132.

[BGG+96] R. Berger, C. Gerber, J. K. Gimzewski, E. Meyer et H. J. Güntherodt – « Thermal analysis using a micromechanical calorimeter », *Applied Physics Letters* **69** (1996), no. 1, p. 40–42.

[BGLG97] R. Berger, C. Gerber, H. Lang et J. Gimzewski – « Micromechanics : A Toolbox for Femtoscale Science: Towards a Laboratory on a Tip », *Microelectronic Engineering* **35** (1997), p. 373–381.

[BQG86] G. Binnig, C. Quate et C. Gerber – « Atomic Force Microscope », *Physical Review Letters* **56** (1986), no. 9, p. 930.

[BR86] G. Binnig et H. Rohrer – « Scanning Tunneling Microscopy - From birth to adolescence », December 1986, Nobel lecture.

[BRGW82] G. Binnig, H. Rohrer, C. Gerber et E. Weibel – « Surface Studies by Scanning Tunneling Microscopy », *Physical Review Letters* **49** (1982), no. 1, p. 57–61.

[BTKC01] T. Borca-Tasciuc, A. R. Kumar et G. Chen – « Data reduction in $3\omega$ method for thin-film thermal conductivity determination », *Review of Scientific Instruments* **72** (2001), no. 4, p. 2139–2147.

[CFK+89] D. G. Cahill, H. E. Fischer, T. Klitsner, E. Swartz et R. Pohl – « Thermal conductivity of thin films : Measurements and understanding », *Journal of Vacuum Science and Technology A* **7** (1989), no. 3, p. 1259–1266.

[CJ59] Carslaw et Jeager – *Conduction of Heat in Solids*, Oxford University Press, Oxford, 1959.

[CP87] D. G. Cahill et R. O. Pohl – « Thermal conductivity of amorphous solids above the plateau », *Physical Review B* **35** (1987), p. 4067–4073.

[CTBZ99] S. Callard, G. Tallarida, A. Borghesi et L. Zanotti – « Thermal conducitivty of SiO2 films by scanning thermal microscopy », *Journal of Non-crystalline Solids* **245** (1999), p. 203.

[DBD+02] U. Drechsler, N. Bürer, M. Despont, U. Dürig, B. Gotsmann, F. Robin, et P. Vettiger – « Cantilevers with nano-heaters for thermo-mechanical storage application fabricated with mix and match e-beam and optical lithography », *Conference on Micro and Nano Engineering (MNE'02)*, September 2002, p. 46–47.

[DPW94] R. Dinwiddie, R. Pylkki et P. West – « Thermal conductivity contrast imaging with a scanning thermal microscope », *Thermal Conductivity* **22** (1994), p. 668–677.

[Ees83] G. L. Eesley – « Observation of Non-equilibrium Electron Heating in Copper », *Physical Review Letters* **51** (1983), p. 2140–2143.

[FCR01] D. Fournier, W. Coatesworth et J. Roger – « Accuracy of the thermal diffusivity determination with Mirage experiments », *Analytical Sciences* **17** (2001), no. 4, Special Issue, p. s490–s493.

[FFP+98] G. Fiege, V. Fiege, J. Phang, M. Maywald, S. Görlich et L. Balk – « Failure analysis of integrated devices by Scanning Thermal Microscopy (SThM) », *Microelectronics Reliability* **38** (1998), p. 957–961.

[FRB+01] D. Fournier, J.-P. Roger, A. Bellouati, C. Boué, H. Stamm et F. Lakestani – « Correlation between hardness and thermal diffusivity », *Analytical Sciences* **17, Special Issue** (2001), p. s158–s160.

[Gat02] V. Gatto – « Étude des phénomènes thermiques dans les composants électroniques de puissance et systèmes d'interconnexion associés en vue de leur implantation dans l'environnement d'un moteur automobile », Thèse de Doctorat, École Polytechnique de Nantes, 2002.

[GBS+00] E. J. Gonzalez, J. E. Bonevich, G. R. Stafford, G. White et D. Josell – « Thermal transport through thin films: Mirage technique measurements on aluminum/titanium multilayers », *Journal of Materials Research* **15** (2000), no. 3, p. 764–771.

[GGMS94] J. Gimzewski, C. Gerber, E. Meyer et R. Schlitter – « Observation of a chemical reaction using a micromechanical sensor », *Chemicals Physics Letters* (1994), no. 217, p. 589–594.

[Gom99] S. Gomes – « Contribution théorique et expérimentale à la microscopie thermique à sonde locale : calibration d'une pointe thermorésistive, analyse des divers couplages thermiques », Thèse de Doctorat, Université de Reims Champage-Ardenne, 1999.

[GY91] G.Epifanov et Y.Moma – *Électronique des solides*, Mir, 1991.

[HHP+96] A. Hammiche, D. Hourston, H. Pollock, M. Reading et M. Song – « Scanning Thermal Microscopy - Subsurface Imaging, Thermal Mapping of Polymer Blends, and Localized Calorimetry », *Journal of Vacuum Science and Technology* **B** (1996), no. 14, p. 1486.

[HPSH96] A. Hammiche, H. M. Pollock, M. Song et D. J. Hourston – « Subsurface imaging by scanning thermal microscopy », *Measurement Science and Technology* **7** (1996), p. 142–150.

[ID02] F. P. Incropera et D. P. Dewitt – *Fundamentals of Heat and Mass Transfert*, Fourth Edition, John Wiley and Sons, INC, 2002.

[JLR+00] J. Jumel, F. Lepoutre, J.-P. Roger, D. Fournier, F. Ravel et M. Cataldi – « Micro thermal characterisation of carbon/carbon composite matrix by the photoreflectance method », *27th Annual Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation (QNDE)*, July 2000.

[Jør02] F. E. Jørgensen – « How to measure turbulence with hot-wire anemometers - a practical guide », *Dantec Dynamics* (2002).

[Kop01] S. Kopta – « Nanometer scale friction and wear on self-assembled monolayers investigated by atomic force microscopy », Thèse de Doctorat, der Philosophisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät der Universität Basel, 2001.

[KSM03] O. Kwon, L. Shi et A. Majumdar – « Scanning Thermal Wave Microscopy », *Journal of Heat Transfer* **125** (2003), p. 156–163.

[LÓ4] L.-D. P. López – « Caractérisation des propriétés thermoélectriques des composants en régime harmonique : Techniques et Modélisation », Thèse de Doctorat, Université de Bordeaux 1, 2004.

[LBF+95] F. Lepoutre, D. Balageas, P. Forge, S. Hirschi, J. Joulaud, D. Rochais et F. Chen – « Micro-scale thermal characterization of interfaces parallel or perpendicular to the surface », *Journal of Applied Physics* **78** (1995), no. 4, p. 2008–2223.

[LHMP97] K. Luo, R. W. Herrick, A. Majumdar et P. Petroff – « Scaning Thermal Microscopy of a vertical-cavity surface-emitting laser », *Applied Physics Letters* **71** (1997), no. 12, p. 1604–1606.

[LLJY00] E. H. Lee, K. J. Lee, P. S. Jeon et J. Yoo – « Measurement of thermal diffusivity based on the photothermal displacement technique using the minimum phase method », *Journal of Applied Physics* **88** (2000), no. 1, p. 588–590.

[LNK+03] C. S. Lee, H.-J. Nam, Y.-S. Kim, W.-H. Jin, S.-M. Cho et J. u Bu – « Microcantilevers integrated with heaters and piezoelectric detectors for nano data-storage application », *Applied Physics Letters* **83** (2003), no. 23, p. 4839–4841.

[LV00] V. Lysenko et S. Volz – « Porous silicon thermal conductivity by scanning probe microscopy », *Physica Status Solidi A* (2000), no. 182, p. R6–R7.

[LVS+01] S. Lefèvre, S. Volz, J.-B. Saulnier, C. Fuentes et N. Trannoy – « Thermal conductivity calibration for hot wire based dc scanning thermal microscopy », *Review of Scientific Instruments* **74** (2001), no. 4, p. 2418–2423.

[Maj99] A. Majumdar – « Scanning Thermal Microscopy », *Annual Review of Materials Science* **29** (1999), p. 505–585.

[MCL93] A. Majumdar, J. Carrejo et J. Lai – « Thermal imaging using the atomic force microscopy », *Applied Physics Letters* **62** (1993), no. 20, p. 2501–2503.

[MHV+02] S. Martemianov, P. Herniaux, S. Volz, J.-H. Thomassin et J.-B. Saulnier – « Study of glass surface deterioration by water based on joined electrochemical and microscopy methods », *Physica Status Solidi B* **191** (2002), p. 188.

[Moo65] G. E. Moore – « Cramming more components onto integrated circuits », *Electronics* **38** (1965), no. 8.

[Mor75] V. T. Morgan – *Advances in Heat Transfer*, vol. 11, 1975.

[MPB94] M. Maywald, R. Pylkii et L. Balk – « Imaging of local thermal conductivity », *Scanning Microscopy* **8** (1994), p. 181.

[NCW+95] O. Nkabeppu, M. Chandrachood, Y. Wu, J. Lai et A. Majumdar – « Scanning thermal imaging microscopy by using composite cantilever probes », *Applied Physics Letters* **66** (1995), no. 6, p. 694–696.

[NYB89] K. Negus, M. M. Yovanovitch et J. V. Beck – « On the nondimensionalization of the constriction resistance for semi-infinite heat flux tubes », *Journal of Heat Transfer* **111** (1989), p. 804–807.

[Pau03] J.-L. Pautrat – *Demain le nanomonde, voyage au cœur du minuscule*, Fayard, 2003.

[Pay01] S. Payne – « Unsteady loss in a high pressure turbine stage », Thèse, University of Oxford, 2001.

[Pen99] J. B. Pendry – « Radiative exchange of heat between nanostructures », *Journal of Physics : Condensed Matter* **11** (1999), p. 6621–6633.

[PH01] H. M. Pollock et A. Hammiche – « (Topical review): Micro-thermal analysis: techniques and applications », *Journal of Physics D : Applied Physics* **34** (2001), p. R23–R53.

[PLSL+03] L.-D. Patiño-Lopez, M. Salhi, S. Lefèvre, S. Volz, S. Dilhaire, S. Grauby, J.-M. Rampnoux, S. Jorez et W. Claeys – « Characterization of the thermal behavior of PN thermoelectric couples by scanning thermal microscope », *9th International Workshop on Thermal Investigations of ICs and Systems*, 2003.

[Pol00] F. Pollack – « New Microarchitecture Challenges in the Coming Generations of CMOS Process Technologies », 2000, http://www.intel.com/research/mrl/Library/micro32Keynote.pdf.

[Pot00] N. Pottier – « Physique statistique hors d'équilibre : équation de Boltzmann, réponse linéaire. », 1999-2000, http://www.lpthe.jussieu.fr/DEA/pottier.html.

[Rob98] G. Roblin – « Microscopie », *Techniques de l'Ingénieur* **Traité Mesures et Contrôle, R 6 710** (1998).

[RSP+98] F. Ruiz, W. D. Sun, F. H. Pollak, et C. Venkatraman – « Determination of the thermal conductivity of diamond-like nanocomposite films using a scanning thermal microscope », *Applied Physics Letters* **73** (1998), no. 13, p. 1802–1804.

[RYH97] A. L. Rosa, B. Yakobson et H. Hallen – « Optical imaging of carrier dynamics in silicon with subwavelength resolution », *Applied Physics Letters* **70** (1997), no. 13, p. 1656–1658.

[SKMM01] L. Shi, O. Kwon, A. Miner et A. Majumdar – « Design and Batch-Fabrication of Probes for Sub-100 nm Quantitative Scanning Thermal Microscopy », *Journal of Microelectromechanical Systems* **10** (2001), p. 370–378.

[SM02] L. Shi et A. Majumdar – « Thermal transport mechanism at nanoscale point contacts », *Journal of Heat Transfer* **124** (2002), p. 329–337.

[SM03] — , *Micro-Nano Scale Thermal Imaging Using Scanning Probe Microscopy in Applied Scanning Probe Methods*, Springer, 2003.

[ST98] D. Spence et S. Tear – « STM studies of submonolayer coverages of Ag on Ge(111) », *Surface Science* **398** (1998), p. 91–104.

[Suz96] Y. Suzuki – « Novel Microcantilever fir Scanning Thermal Imaging Microscopy », *Japanese Journal of Applied Physics* **35** (1996), p. L352–L354.

[SYKY97] M. Sano, M. Yudasaka, R. Kikuchi et S. Yoshimura – « Anomalous Resolutions in Scanning Thermal Microscopy of graphite », *Langmuir 13-17*, 1997, p. 4493–4497.

[SZD03] M. D. Serio, R. Zenobi et V. Deckert – « Looking at the nanoscale: scanning near-field optical microscopy », *Trends in Analytical Chemistry* **22** (2003), no. 2, iss. 2, p. 70–77.

[TGF03] V. V. Tsujruk, V. V. Gorbunov et N. Fuchigami – « Microthermal analysis of polymeric materials », *Thermochimica Acta* **395** (2003), p. 151–158.

[Top97] Topometrix Corporation – « Scanning Thermal Microscopy : User's Manual Addendum », Tech. report, 1997.

[VDD+00] P. Vettiger, M. Despont, U. Drechsler, U. Dürig, W. Häberle, M. I. Lutwyche, H. E. Rothuizen, R. Stutz, R. Widmer et G. K. Binnig – « The Millipede - More than one thousand tips for future AFM data storage », *IBM Journal of Research and Development* **44** (2000), no. 3, p. 323–340.

[WM92] M. Williamson et A. Majumdar – « Effect of surface deformation on contact conductance », *Journal of Heat Transfer* **114** (1992), p. 802–810.

[WW86] C. C. Williams et H. K. Wickramasinghe – « Scanning thermal profiler », *Applied Physics Letters* **49** (1986), no. 23, p. 1587–1589.

[Yon99] J. Yongho – « Microscale Heat Conduction in Integrated Circuits and Their Constituent Films », Thèse, Standford University, June 1999.

[Yov71] M. M. Yovanovitch – « Thermal contact conductance of turned surfaces », *9th Aerospace Sciences Meeting*, 1971.

[Yov76] — , « General expressions for circular constriction resistances for arbitrary flux distribution », *Progress in Astronautics ans Aeronautics : Radiative transfer and thermal control* **49** (1976), p. 381–396.

[ZXNL97] L. Zhou, G. Q. Xu, H. T. Ng et S. F. Y. Li – « Scanning thermal microscope tip-induced chemical reaction on solid organometallic compound thin films », *Journal of Vacuum Science and Technology B* **15** (1997), no. 6, p. 1871–1875.

# Résumé

Les nouvelles avancées dans le domaine des microsystèmes et des nanostructures amènent en particulier à repenser les métrologies thermiques. Le but de cette thèse est de maîtriser, par la modélisation, une microscopie à force atomique instrumentée d'une sonde thermique pour estimer la conductivité thermique d'un échantillon à l'échelle submicrométrique.

Nous avons d'abord établi un modèle analytique compact et complet permettant de comprendre les phénomènes impliqués dans cette métrologie lorsque la pointe est chauffée en régime continu. Nous avons ainsi caractérisé le domaine d'utilisation et les limitations de ce microscope. Nous avons ensuite conçu et modélisé un nouveau procédé opérant en régime périodique pour mesurer de manière plus précise les propriétés thermiques locales. L'analyse rétrospective de nos résultats a conduit enfin à une identification des contributions de chaque mode de transfert entre la pointe et l'échantillon ainsi que leur surface d'échange respective.



# Mots clés

Microcapteurs, Mesure de Température et de Flux de chaleur, Régime alternatif, Propriétés thermiques de matériaux



# Abstract

The recent development of microsytems and nanostructures leads to a renewal of the thermal metrologies. The aim of this thesis is to master, thanks to modelling, an atomic force microscopy used with a thermal probe to estimate the thermal conductivity of sample at submicrometric scales.

We first established a compact and complete analytical model allowing us to understand the phenomena implied in this metrology when the probe is heated in direct-current mode. We thus characterized the field of application and the limitations of this microscope. We then conceived and modelled a new process using the periodic mode to measure more precisely the local thermal properties. The retrospective analysis of our results led finally to an identification of the contributions of each mode of heat transfer between the probe and the sample and their respective surface of transfer.



# Keywords

Microsensors, Temperature and Heat Flux Measurement, Alternative Current, Thermal properties of Materials