



Microscopie thermique par sonde thermoélectrique

Alexia Bontempi

► To cite this version:

Alexia Bontempi. Microscopie thermique par sonde thermoélectrique. Optique [physics.optics]. Université de Franche-Comté, 2015. Français. NNT : 2015BESA2025 . tel-01622255

HAL Id: tel-01622255

<https://theses.hal.science/tel-01622255>

Submitted on 24 Oct 2017

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.

The background of the top section features large, faint, stylized letters 'S', 'P', 'I', 'M' in a light gray color. The 'S' is on the left, 'P' is in the center, 'I' is slightly to the right of 'P', and 'M' is on the far right.

SPIM

Thèse de Doctorat



école doctorale sciences pour l'ingénieur et microtechniques
UNIVERSITÉ DE FRANCHE-COMTÉ

Microscopie thermique par sonde thermoélectrique

- ALEXIA BONTEMPI

SPIM

Thèse de Doctorat



école doctorale sciences pour l'ingénieur et microtechniques

UNIVERSITÉ DE FRANCHE-COMTÉ

N° 0 2 4

THÈSE présentée par

ALEXIA BONTEMPI

pour obtenir le

Grade de Docteur de

l'Université de Franche-Comté

Spécialité : **Sciences pour l'ingénieur**

Microscopie thermique par sonde thermoélectrique

Soutenue publiquement le 6 Mai 2015 devant le Jury composé de :

MIHAI CHIRTOC	Rapporteur	Professeur à l'Université de Reims Champagne-Ardenne, Reims
SEBASTIAN VOLZ	Rapporteur	Directeur de recherche CNRS à l'École Centrale de Paris, Paris
JEAN-MICHEL FRIEDT	Examineur	Maitre de conférences HDR à l'Université de Franche-Comté, Besançon
SÉVERINE GOMÈS	Examineur	Chargée de recherche CNRS au CETHIL, Lyon
GILLES TESSIER	Examineur	Professeur à l'Université Paris Descartes, Paris
PASCAL VAIRAC	Examineur	Professeur à l'ENSMM, Besançon
DAMIEN TEYSSIEUX	Codirecteur de thèse	Maitre de conférences à l'ENSMM, Besançon
LAURENT THIERY	Directeur de thèse	Maitre de conférences à l'Université de Franche-Comté, Besançon

REMERCIEMENTS

Ces travaux de thèse ont été réalisés au sein de l'institut FEMTO-ST de Besançon, au département Micro Nano Sciences & Systèmes (MN2S) dirigé par monsieur Frédéric Chérioux. Je remercie Frédéric très chaleureusement pour m'avoir accueilli dans son laboratoire et pour avoir su gérer dans de bonnes conditions le déménagement de nos locaux. Il est difficile de déménager un banc d'expérimentations dans les tous derniers mois de sa thèse, là où les résultats sont les plus importants. Merci donc pour son soutien durant ces épreuves et sa sympathie pendant ces trois années.

Je tiens à remercier vivement mes deux directeurs de thèse, messieurs Laurent Thiery et Damien Teyssieux qui m'ont permis de réaliser cette thèse dans les meilleures conditions possibles. J'ai eu la chance de bénéficier de leur disponibilité à toute épreuve, de leur rigueur scientifique, de leur confiance mais également de leur soutien tout au long de ces trois années et demie. Merci pour tous ces moments passés avec vous et pour m'avoir associé à de nombreux projets. J'ai pu mener à bien ce travail grâce à vous, on a formé une belle équipe.

Je tiens à témoigner toute ma gratitude à messieurs Mihai Chirtoc et Sebastian Volz pour l'intérêt qu'ils ont bien voulu apporter à l'examen de ce manuscrit. J'adresse mes remerciements à monsieur Gilles Tessier pour avoir présidé mon jury et je remercie également madame Séverine Gomès et monsieur Jean-Michel Friedt d'y avoir participé en évaluant ces travaux de thèse.

Je tiens à exprimer ma reconnaissance à messieurs Sébastien Euphrasie et Pascal Vairac pour leurs conseils et leur soutien au sein du groupe micro-instrumentation ainsi qu'à la relecture de ce mémoire.

Je souhaiterais également remercier toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin au bon déroulement de cette thèse, en espérant n'oublier personne (je m'en excuse par avance). Merci donc à : Roland pour ces heures passées au FIB afin d'ajuster les jonctions de mes thermocouples, difficiles à tailler mais nous avons toutefois réussi à obtenir de beaux spécimens qui m'ont permis d'obtenir des résultats dans la dernière partie de ma thèse ; Jean-Yves pour sa perpétuelle bonne humeur et son aide au sujet des dépôts en salle blanche et des accessoires sous vide ; Jean-Claude et Emmanuel pour leurs conseils et leur aide dans la fabrication des nombreuses pièces mécaniques utilisées pour la conception du microscope ; Valérie pour le "wire bonding" et Ludovic pour la découpe et le polissage de mes échantillons ; Adrien, Clément et Sébastien pour les dépannages informatiques ; Philippe pour la réalisation des circuits imprimés.

Je tiens aussi à témoigner ma reconnaissance envers tout le personnel du département MN2S et la direction. En premier lieu, Joëlle pour son accueil et sa sympathie au quotidien ; Cindy, Fatiha, Joceline et Sandrine pour leur gentillesse et leur aide au niveau administratif ; Sarah, pour son écoute et ses conseils. Merci d'avoir participé pour la plupart d'entre vous à l'ambiance de travail agréable et positive dans laquelle j'ai pu évoluer durant ces années de thèse.

Je n'oublie évidemment pas mes collègues de bureau : Anurupa, Ludovic, Phong, Sameh, mais également Alain et Nicolas. Un grand merci à Fabien (pour ses pièces en impression 3D), Simon et Vivien, toujours disponibles pour partager des moments de convivialité, que ce soit au laboratoire ou à l'extérieur.

J'en profite également pour remercier les personnes qui m'ont apporté des moments de détente durant les différentes phases de la thèse : les doctorants des autres équipes, David, Julie, Loic, Florine, Arnaud, Mylène, Yann, Séverine, Ghislain, Félicie aussi.

Je terminerai enfin ce chapitre pour remercier grandement ma famille, et tout particulièrement mes parents et ma sœur qui m'ont toujours soutenu par leur présence et leur soutien. Merci d'avoir participé à la relecture de ce mémoire. Je voudrais enfin remercier Guillaume, qui a su m'apporter son soutien moral, notamment lors des moments de doute, merci pour sa présence au quotidien et sa flexibilité à toute épreuve durant la rédaction.

SOMMAIRE

1	Contexte et état de l'art	3
1.1	Microscopies à sonde locale	3
1.1.1	Microscope à effet tunnel - STM	4
1.1.2	Microscope à force atomique - AFM	4
1.2	Microscopie thermique en champ lointain	7
1.2.1	Thermographie infrarouge ou proche infrarouge	7
1.2.2	Thermoréfectance	8
1.2.3	Spectroscopie Raman	9
1.2.4	Photoluminescence	9
1.2.5	Thermographie à cristaux liquides	10
1.3	Microscopie thermique en champ proche	11
1.3.1	Premier microscope thermique à balayage - STP	12
1.3.2	Thermographie en champ proche optique - NFOT	12
1.3.3	Thermographie par fluorescence	13
1.3.4	Thermographie à sondes résistives	16
1.3.5	Thermographie par thermocouples	20
1.4	Conclusion	
2	Microscopie thermique en mode passif	23
2.1	Fonctionnement d'un thermocouple : Principes physiques	23
2.1.1	Effet Joule	24
2.1.2	Effet Peltier	24
2.1.3	Effet Thomson	24
2.1.4	Effet Seebeck	25
2.1.5	Thermocouples	26
2.2	Dispositifs expérimentaux	29
2.2.1	Micro-thermocouples bifilaires	29
2.2.2	Présentation du microscope	31
2.3	Problématique du contact : Interaction pointe - surface	33

2.4	Études sur des micro-dispositifs chauffants	41
1.	Échantillon utilisé pour l'étude en mode passif	41
2.	Études thermiques de la micro-plaque chauffante	42
3.	Influence de la force de contact	47
4.	Vers la microscopie en mode actif	49
2.5	Conclusion	51
3	Principe du diapason à quartz	53
3.1	Généralités	53
3.2	Différents types d'excitation	55
3.2.1	Excitation électrique	55
3.2.2	Excitation mécanique	57
3.2.3	Excitation photo-thermique	58
3.2.4	Validation du modèle	61
3.3	Représentation mécanique du diapason	68
3.4	AFM en mode dynamique	78
1.	Présentation de la partie expérimentale	78
2.	Calibration de l'amplitude de vibration du diapason	80
3.	Caractéristiques du diapason et de la sonde utilisés pour la topo- graphie	81
3.4.4	Image topographique	81
3.5	Conclusion	84
4	Microscopie thermique en mode actif	85
4.1	Modèle thermique de la sonde	85
1.	Modélisation bifilaire non couplée	85
2.	Modélisation monofilaire couplée	88
3.	Études et comparaisons des différents modèles thermiques	92
4.2	Résultats expérimentaux	102
4.2.1	Études fréquentielles des différentes sondes	102
4.2.2	Études topographiques	108
4.2.3	Études thermiques	113
4.3	Conclusion	119
5	Conclusion et perspectives	121

I.Détermination de la fonction de transfert du circuit électrique du diapason excité photo-thermiquement	143
II.Résolution analytique d'un système d'équations couplées : la méthode de Duncan	147
III.Détermination des fréquences de résonance d'un système d'équations couplées conservatif	153
IV Expression de la raideur statique d'une poutre encastrée-libre	157
V Code Matlab pour la résolution d'un système d'équations différentielles couplées du second ordre	161
VI Résolution de l'équation de la chaleur via le logiciel Matlab	165

INTRODUCTION

Depuis plus d'une trentaine d'années, la microscopie à sonde locale connaît des avancées considérables [1, 2, 3]. L'émergence de micro-dispositifs électroniques a engendré la conception de nombreux systèmes d'instrumentation pour la détermination de leurs propriétés électriques, mécaniques ou encore thermiques. La course à la miniaturisation a nécessité le développement de systèmes de plus en plus performants permettant de comprendre des phénomènes physiques micro- voire nano-scopiques. Certaines lois physiques ne sont plus applicables en deçà d'une certaine limite dimensionnelle et/ou temporelle. Par ailleurs, certains effets deviennent prépondérants, tels que les forces de surface ou les transferts d'énergie aux interfaces au regard des phénomènes de volume. Au niveau thermique, des microscopes ont été développés permettant d'accéder indirectement à la température de surface. La température est toujours fonction d'autres grandeurs physiques : électrique, mécanique, optique...De nombreuses techniques s'articulent alors autour de ces particularités thermiques, d'où leur diversité [4, 5, 6, 7].

La nécessité de caractériser les propriétés thermiques de nanomatériaux est en plein essor. Actuellement, de grands projets européens tels que NANOHEAT et QUANTI-HEAT ont pour objectif de répondre à cette volonté de caractérisation. Il existe un besoin de développer de nouveaux systèmes métrologiques capables d'accéder à ces propriétés thermiques à faible échelle. Au sein du laboratoire FEMTO-ST, l'équipe de micro-instrumentation travaille depuis plus d'une vingtaine d'années sur le développement de capteurs [8, 9] et de microscopes [7] dans le but de mesurer la température de surface d'échantillons chauffants. Nous avons développé au cours de ces travaux de recherche un microscope thermique utilisant une sonde thermoélectrique locale : un thermocouple bifilaire. Ce système d'imagerie thermique va permettre, par le biais d'une mesure de température, de mesurer les caractéristiques thermophysiques d'un matériau à très faible échelle, et de mieux comprendre les différents modes de transfert de la chaleur entre la sonde et la surface. Cette technique utilise deux modes de fonctionnement. Le premier est nommé "mode passif" pour lequel la sonde est utilisée comme un simple capteur de température (sonde passive). Elle vient au contact d'une surface et la température du dispositif est mesurée. Le second est nommé "mode actif". La sonde, chauffée par effet Joule, vient au contact d'une surface afin d'en déterminer sa conductivité thermique par le biais de son refroidissement.

Le système est parfaitement complémentaire des techniques optiques telles que la thermographie [7] ou la spectroscopie à effet Raman [10], limitées en termes de résolution, de gamme de mesure et surtout de nature de surface (caractéristiques optiques). Dans notre cas, la résolution est liée à la dimension de la sonde. La gamme de mesure s'étend de la température ambiante à 800 °C. La mesure peut être statique et dynamique, jusqu'à 1 kHz en régime harmonique. Ce microscope thermique permet donc de couvrir une large gamme de températures. De plus il est insensible aux propriétés optiques des échantillons étudiés.

Dans un premier chapitre, nous présentons les travaux liés à la microscopie ther-

mique en champ lointain puis en champ proche. Nous nous attarderons ensuite sur les différentes sondes thermiques pour en dégager leurs spécificités et cerner les avantages à utiliser un thermocouple bifilaire pour la microscopie en champ proche.

Le deuxième chapitre présente le microscope en champ proche développé au cours de ces travaux de recherche. Nous abordons par ailleurs la problématique du contact, notamment l'interaction pointe-surface, en reprenant le principe de quantification des erreurs de mesure de température de surface. Nous avons utilisé une méthode permettant de quantifier expérimentalement ces erreurs au moyen d'un micro-dispositif chauffant. Nous verrons que la réponse thermique d'un capteur dépend de la taille de la sonde mais également de la nature de la surface. Nous avons ensuite réalisé des images thermiques pour valider notre microscope en champ proche.

Lorsque la sonde thermocouple vient au contact d'une surface, la chaleur se diffuse dans le matériau. Cependant, cette diffusion dépend non seulement de la nature de la surface, mais aussi de son relief et surtout de la force d'appui qui modifie la surface de contact. Il est donc impératif de mesurer la force d'appui ou de développer un moyen d'assurer un effort constant pour chaque point de mesure. Le troisième chapitre présente les particularités d'un système de détection de contact : le diapason à quartz. Nous avons donc intégré le diapason dans notre système imageur en tant que capteur de force. Dans un premier temps, nous avons déterminé théoriquement et expérimentalement les caractéristiques de ce résonateur à quartz. Dans notre cas, le diapason fonctionne en mode dynamique, c'est-à-dire qu'il est mis en résonance à l'aide d'un dispositif extérieur. Nous avons mis au point un système d'excitation original dans un microscope en champ proche utilisant l'effet photo-thermique. Afin de valider notre système de détection du contact, nous avons réalisé des images topographies en collant une pointe de tungstène sur un des bras du diapason pour mettre en œuvre ce système instrumental basé sur le principe d'un microscope à force atomique.

Dans le quatrième chapitre, ce principe a ensuite été appliqué en remplaçant la pointe de tungstène par des sondes thermiques (micro-fils résistifs et micro-thermocouples). Nous avons dans un premier temps étudié le modèle thermique à deux fils distincts sans prise en compte de la dépendance en température de la résistivité électrique. Nous définissons le contraste de contact comme le rapport entre la température de la sonde hors contact et celle de la sonde en contact avec une surface. Il représente la grandeur pertinente pour l'extraction de la conductivité thermique de l'échantillon. Nous montrons qu'en mesure active, ce contraste n'est que très peu affecté par l'hypothèse d'un fil unique. La résistance de jonction n'a, quant à elle, aucune influence sur cette grandeur. En partant sur ces hypothèses simplificatrices, nous avons utilisé la modélisation thermique couplée de la sonde monofilaire. Des études expérimentales ont été réalisées pour valider notre modèle théorique et démontrer les performances du microscope en mode actif.

CONTEXTE ET ÉTAT DE L'ART

Ce chapitre présente un aperçu des travaux effectués depuis plus d'une trentaine d'années sur la microscopie en champ proche et notamment sur la mesure de température à l'échelle sub-micronique. La microscopie en champ proche est née suite à l'invention des microscopes à effet tunnel et à force atomique sur lesquels nous reviendrons après ce paragraphe. Nous verrons alors comment la caractérisation topographique et thermique des matériaux à petite échelle a connu un grand essor grâce aux mesures de température.

Dans l'optique d'améliorer les résolutions thermique et spatiale, de nombreuses techniques de mesures de température ont été élaborées, notamment à l'aide des microscopes de type conventionnel, dits de "non contact" ou en champ lointain. Nous pouvons citer par exemple la thermographie infra-rouge ou proche infra-rouge [7], la photoluminescence [11], la thermoréfectance [6], la spectroscopie Raman [10] et la thermographie à cristaux liquides [12]. Ces microscopes sont sensibles à la nature de la surface des échantillons étudiés, ont une gamme de température restreinte et ne permettent pas d'atteindre de hautes résolutions spatiales. La technique de "contact", ou en champ proche, permet de réduire ces inconvénients. Il ne faut pas négliger ici la diffusion thermique entre la sonde et la surface, qui présente encore une source d'erreur. Nous pouvons compter parmi ces techniques, la thermographie fluorescente [13] ou encore la thermographie à champ proche optique [14].

L'évolution de ces techniques et les progrès technologiques ont permis le développement de nombreuses sondes thermiques pour lesquelles la partie sensible à la température peut être distribuée (sondes résistives) [15, 16] ou quasi-ponctuelle (sondes thermocouples ou thermodiodes) [8, 17, 18, 19, 20, 21]. Nous ferons en dernière partie de ce chapitre une liste non exhaustive des différentes sondes thermiques utilisées dans le domaine de la microscopie thermique en champ proche.

1.1/ MICROSCOPIES À SONDE LOCALE

La microscopie en champ proche ou à sonde locale a fait une première apparition en 1981 avec l'invention du microscope à effet tunnel (STM) [1], dont le but était de cartographier la morphologie et la densité d'états électroniques des surfaces uniquement conductrices avec des résolutions quasi-atomiques. La distance de travail pointe-échantillon n'est que de quelques nanomètres puisque l'intensité du courant tunnel décroît exponentiellement avec la distance.

Afin de réaliser des images sur tous les types de surface, c'est en 1986 que fut développé le premier microscope à force atomique (AFM) [2]. Fondé sur les forces d'interactions entre la pointe et la surface de l'échantillon, ce microscope permet d'étudier la topographie avec une résolution atomique.

Les principes de base de la microscopie à sonde locale sont présentés en détail ci-après.

1. / MICROSCOPE À EFFET TUNNEL - STM

Le microscope à effet tunnel, plus communément appelé STM pour *Scanning Tunneling Microscopy*, a été développé au début des années 1980 par Gerd Binnig et Heinrich Rohrer [1], chercheurs au laboratoire d'IBM Zurich. Cette invention, basée sur l'effet tunnel, leur a valu le prix Nobel de physique en 1986. Le but de cette technique est de déterminer la topographie ou encore la densité d'état électronique d'une surface conductrice ou semi-conductrice via le passage d'un courant tunnel entre la pointe et la surface à étudier. La résolution spatiale obtenue peut être à l'échelle atomique et dépend bien évidemment de la taille de l'extrémité de la sonde utilisée.

Le principe du STM est le suivant : une pointe, fixée sur une céramique piézo-électrique, effectue un balayage au-dessus de la surface de l'échantillon dans les trois directions X, Y et Z. Sous l'effet d'une différence de potentiel, un courant est établi entre la pointe et la surface permettant ainsi le passage d'électrons. Le courant détecté décroît exponentiellement avec la distance sonde-surface. Généralement, cette distance est de l'ordre de quelques nanomètres.

On distingue deux modes de fonctionnement dont le premier est dit "à courant constant". La sonde balaye alors l'échantillon en gardant un courant constant, c'est-à-dire une distance constante entre la sonde et l'objet conducteur. Par le biais d'une boucle d'asservissement, la distance entre la sonde et surface est ajustée en permanence, ce qui permet d'obtenir des images topographiques de la surface. Le principe de fonctionnement de ce mode est illustré sur la figure 1.1. Le second mode est dit "à altitude constante", la pointe reste à altitude constante et le courant tunnel est mesuré.

Le microscope utilise différentes sortes de pointes en fonction du type de surface à étudier. Si la surface est plane, la dimension de la pointe est peu critique. Le courant tunnel est sensible à la moindre variation de distance pointe-surface (la taille d'un atome). Pour des surfaces très rugueuses ou accidentées, il est alors nécessaire d'avoir une pointe très fine limitant les problèmes de convolution entre la forme de la pointe et la topographie, et les erreurs éventuelles sur les études topographique ou électronique. À l'air ambiant, la pointe et la surface de l'échantillon peuvent s'oxyder. Le courant tunnel est alors moins efficace : il est donc préférable de travailler sous vide.

2. / MICROSCOPE À FORCE ATOMIQUE -AFM

Le microscope à force atomique, AFM pour *Atomic Force Microscope*, a été inventé en 1986 par Gerd Binnig, Calvin Quate et Christophe Gerber [2]. Il permet de détecter des forces d'interaction entre la pointe et la surface de l'échantillon telles que les forces électrostatiques (distance pointe-échantillon comprise entre 100 nm et 1 μ m), de tension de surface (10 à 200 nm), de Van der Waals (inférieures à 10 nm) et enfin coulombiennes

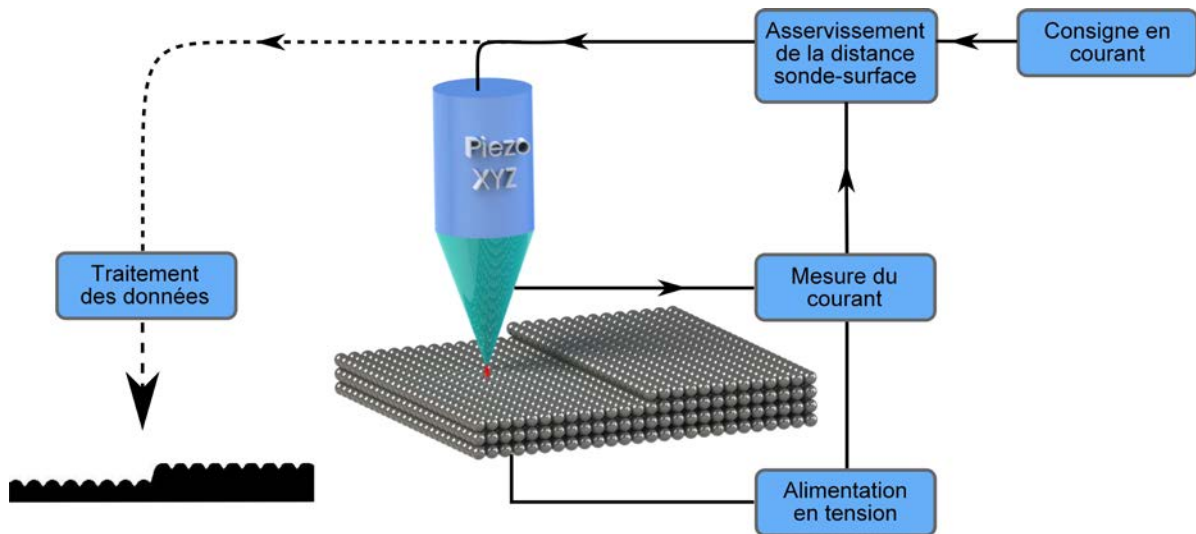


FIGURE 1.1 – Principe du STM à courant constant

(de l'ordre de l'angström). L'évolution de la force à très courte distance (< 10 nm) est représentée par la figure 1.2.

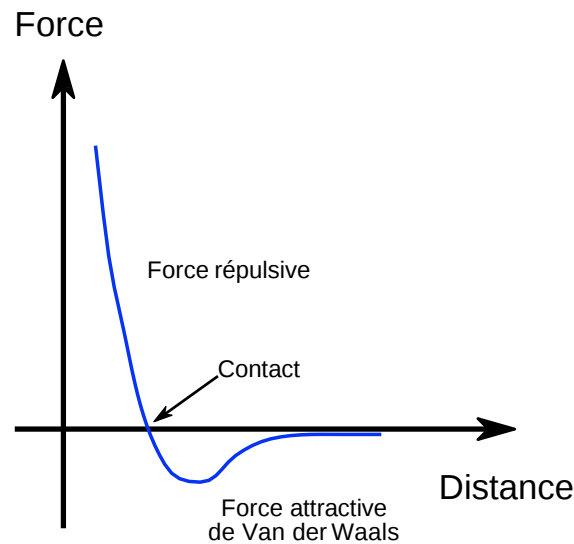
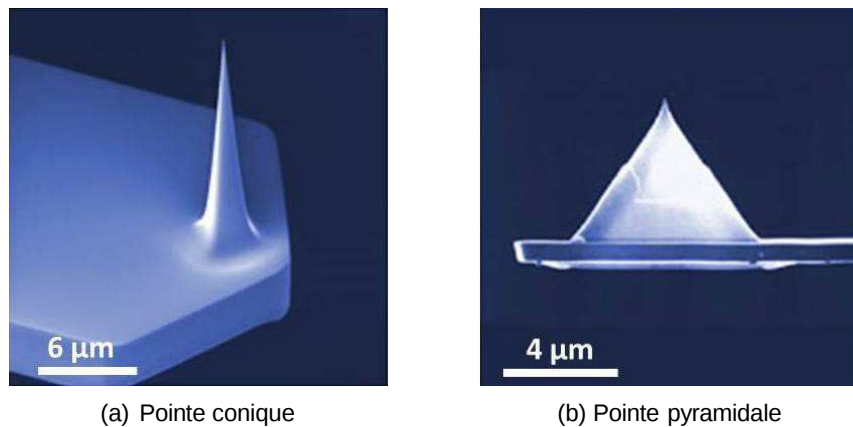


FIGURE 1.2 – Évolution de la force en fonction de la distance pointe-surface

Contrairement au STM, l'AFM n'est pas limité en termes de nature d'échantillon puisqu'il peut être utilisé autant sur des matériaux conducteurs que non conducteurs. Il permet d'obtenir la topographie d'une surface via les forces d'interaction qui agissent entre la pointe et la surface. La pointe, de forme pyramidale ou conique (cf. figure 1.3), est située à l'extrémité d'un cantilever (ou levier) réalisé en silicium ou nitrure de silicium pour les systèmes standards.

Ce cantilever a souvent une forme triangulaire ou rectangulaire avec une raideur d'élasticité allant de 0,01 à quelques dizaines de N/m. Pour ne pas endommager les échantillons fragiles (échantillons biologiques par exemple), les leviers doivent être relativement souples (< 1 N/m).

FIGURE 1.3 – Exemple de pointes utilisées en AFM ¹

La détection de forces (induite par la flexion du levier) est faite grâce à la déviation d'un faisceau laser, provenant d'une diode laser, qui se réfléchit sur l'extrémité du levier avant de terminer sa course sur un photodétecteur à quatre quadrants. En fonction de l'emplacement de la tâche sur les quadrants, il est facile de déterminer le comportement du cantilever. Ce principe de détection (déflectométrie) est décrit en figure 1.4.

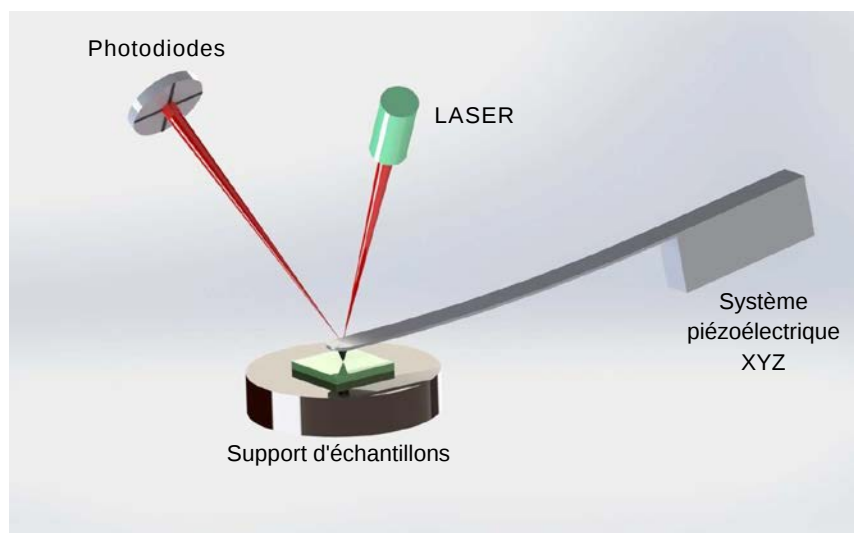


FIGURE 1.4 – Principe de fonctionnement de l'AFM

La résolution va dépendre du rayon de courbure de la pointe mais également du mode de fonctionnement de l'AFM. Il existe trois principaux modes : sans contact, contact et contact intermittent.

Le mode non contact [22, 23] fait intervenir les forces attractives de Van der Waals. Lorsque la pointe s'approche de la surface, le cantilever est attiré, modifiant ainsi la déflexion du laser sur la photodiode. Des études à forces d'interaction pointe-surface constantes peuvent ainsi être effectuées.

En mode contact [24, 25], les forces utilisées sont les forces répulsives. La pointe vient en contact avec l'échantillon et une fois le contact établi, la sonde est repous-

1. <http://www.brukeratmprobes.com>, site visité en août 2014

sée (principe de Pauli). En fonction de l'étude choisie, une rétroaction est réalisée tout comme dans le mode non contact afin de maintenir les forces d'interaction pointe-surface constantes.

Enfin, le mode contact intermittent (mode "*Tapping*") [26, 27] agit sur les forces répulsives et attractives. Le levier, fixé à un système piézoélectrique, vibre à sa fréquence de résonance (de 10 à plusieurs centaines de kHz) proche de la surface de l'échantillon. La pointe est en contact de manière intermittente avec l'échantillon, ce qui limite les effets de forces de friction. En s'approchant de la surface, la fréquence de résonance du cantilever va être modifiée, ce qui va provoquer un changement d'amplitude de vibration, détecté par la photodiode. Un système de rétroaction ajuste la position verticale de l'échantillon pour permettre de revenir à la consigne d'amplitude de vibration de départ du cantilever.

Sur le même principe que l'AFM, d'autres technologies ont permis d'obtenir de nouveaux paramètres surfaciques, tels que les propriétés magnétiques MFM (*Magnetic Force Microscopy*), électrostatiques EFM (*Electrostatic Force Microscopy*), électroniques SPI (*Surface Potential Imaging*), thermiques SThM (*Scanning Thermal Microscopy*)...

1.2/ MICROSCOPIE THERMIQUE EN CHAMP LOINTAIN

Nous présentons dans cette section différentes méthodes de mesures thermiques en champ lointain. Quelle que soit la technique utilisée, la mesure de la température est toujours fonction d'une autre grandeur physique : électrique, mécanique, optique... Par conséquent, de nombreuses techniques se sont développées autour de ces propriétés physiques permettant ainsi d'élargir la famille des microscopes thermiques conventionnels. On abordera ici la thermographie infrarouge ou proche infrarouge, la thermoréflexance, la spectroscopie Raman, la photoluminescence ainsi que la thermographie à cristaux liquides.

1.2.1/ THERMOGRAPHIE INFRAROUGE OU PROCHE INFRAROUGE

Cette technique exploite les phénomènes d'émission de rayonnement des matériaux décrits par la loi de Planck :

$$\frac{dE(\lambda, T)}{d\lambda} = \frac{8\pi hc\lambda^{-5}}{\exp\left(\frac{hc}{k_B T \lambda}\right) - 1} \quad (1.1)$$

avec $E(\lambda, T)$ la distribution spectrale d'énergie rayonnée, T la température absolue du corps, λ la longueur d'onde, h et k_B les constantes de Planck et de Boltzmann et c la vitesse de la lumière dans le vide. Tout corps qui a une température supérieure à zéro kelvin émet un rayonnement électromagnétique nommé rayonnement thermique. Contrairement aux caméras infrarouges, l'utilisation d'un détecteur de type CCD (*Charged-Coupled Device*) dans le visible et le proche infrarouge permet d'augmenter la résolution spatiale (jusqu'à 500 nm). Cette technique permet également d'être sensible à la moindre variation de température (0,1 K), d'avoir une faible sensibilité à l'émissivité de la surface observée et de disposer d'un détecteur à faible coût [28, 7]. L'avantage de cette méthode est la durée de la mesure. Contrairement aux précédentes techniques à sonde locale

telles que l'AFM et le SThM dont la pointe balaie la surface, tous les points de mesure sont acquis simultanément, ce qui limite fortement les problèmes de dérive thermique. Les capteurs CCD sont fixés sur un microscope optique standard. Comparé à la thermographie infrarouge, Teyssieux [29] a montré que pour la bande spectrale visible-proche infrarouge (0,4 - 1 μm), la mesure est peu sensible aux incertitudes sur l'émissivité. Cependant, cette méthode permet difficilement de mesurer des températures inférieures à 500 K.

1.2.2/ THERMORÉFLECTANCE

La thermoréflectance consiste à mesurer la variation de température d'un matériau via une variation d'indice de réfraction. En effet, une modification de la température engendre une variation de la réflectivité ΔR . Les deux grandeurs sont liées par la formule suivante :

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{1}{R} \frac{\partial R}{\partial T} \Delta T = \kappa \Delta T \quad (1.2)$$

où κ est le coefficient de thermoréflectance, de l'ordre de 10^{-6} à 10^{-2} K^{-1} , dépendant de la longueur d'onde du laser exciteur et du matériau : rugosité ou encore composition de l'échantillon dans le cas de multicouches.

Par effet Joule ou avec un laser, on vient chauffer localement la surface à étudier. L'augmentation de la température se traduit par une modification locale des propriétés des matériaux tels que les propriétés optiques, thermiques et acoustiques, ce qui engendre une modification de la réflectivité. Un faisceau laser de faible puissance (quelques mW) est utilisé pour mesurer la réflectivité de la surface. La partie réfléchie peut ensuite être mesurée par le biais d'une caméra CCD [6, 30, 31, 32]. Il a été montré qu'il était possible d'obtenir des sensibilités à la température de 10 mK pour une résolution spatiale de 250 nm [32] (critère de Sparrow ; longueur d'onde équivalente à 467 nm, ouverture numérique de 0,8).

La thermoréflectance est également utilisée dans une configuration pompe-sonde pour étudier le transport des phonons et la dilatation thermique des matériaux dans une échelle de temps avoisinant la centaine de picosecondes. Le faisceau "pompe" dépose une certaine quantité d'énergie à la surface de l'échantillon, ce qui va modifier en particulier les propriétés optiques du matériau étudié. Un second faisceau, dit "sonde", va quant à lui, mesurer la modification de réflectivité de la surface induite par la variation de température à l'aide d'un détecteur de type photodiode. Deux types de techniques pompe-sonde existent ; "homodyne" [33, 34] (utilisation d'un unique laser et d'une ligne à retard) et "hétérodyne" [35, 36] (utilisation de deux lasers synchronisés en fréquence). La figure 1.5 présente le schéma de principe de la technique "hétérodyne" d'après [36]. Ici, les deux lasers n'ont pas la même polarisation ce qui permet de les différencier lors de la mesure de la réflectivité (notamment grâce à des lames quart d'onde ou demi-onde, non représentées ici).

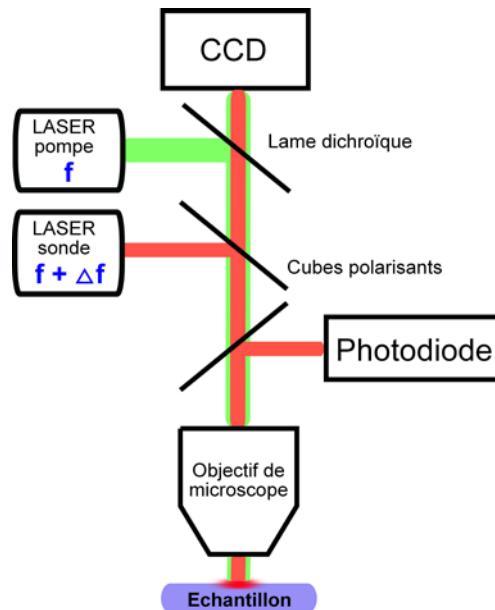


FIGURE 1.5 – Schéma de principe de la thermoréflectance “hétérodyne” d’après [36]

3. / SPECTROSCOPIE RAMAN

La spectroscopie Raman est basée sur la diffusion inélastique de la lumière sur un matériau. C’est un changement de fréquence de la lumière diffusée par rapport à celle incidente qui est provoqué par quelques photons incidents échangeant de l’énergie avec le milieu. La longueur d’onde incidente est donc différente de celle diffusée. Ce décalage en fréquence permet de remonter à certaines propriétés du matériau, notamment sa composition chimique ou encore indirectement sa température [37, 10, 38].

Deux types de décalage sont possibles. Le premier est dit “Stokes” dans lequel la lumière se décale vers une plus grande longueur d’onde, avec une plus petite énergie en créant un phonon. Le second est dit “anti-Stokes” dans lequel la lumière est cette fois décalée vers une longueur d’onde plus faible mais avec une plus grande énergie permettant l’absorption d’un phonon.

La mesure de température se fait à l’aide de deux méthodes : on utilise le rapport des intensités des raies “Stokes” et “anti-Stokes” et le décalage en fréquence de l’onde incidente par rapport à l’onde réfléchie. Kuball et ses collègues [5] ont obtenu des résolutions latérale de $1\ \mu\text{m}$ et thermique de 10 K. Ewinger et son équipe [39] ont quant à eux obtenu des résolutions latérale et thermique de $15\ \mu\text{m}$ et 1,2 K respectivement.

4. / PHOTOLUMINESCENCE

Au début des années 1980, Kolodner et ses collègues [4] ont développé une technique de mesure de température sans contact utilisant la dépendance de la fluorescence à la température. Le schéma de principe est donné en figure 1.6. Ils ont utilisé l’EuTTA (europium theonyltrifluoroacetate) qui est un chélate de terre rare fluorescent. C’est une sorte de colorant fluorescent. Incorporé dans un polymère tel que le PMMA [11], le tout est déposé sur l’échantillon à étudier, un circuit imprimé par exemple. Le système est

éclairé par une lumière ultra-violette (UV). La fluorescence est imagée sur une caméra CCD donnant le profil de température du circuit imprimé. Tout le système se situe dans un environnement opaque. Les résolutions thermique et spatiale sont respectivement de 0,08 K et 700 nm [40].

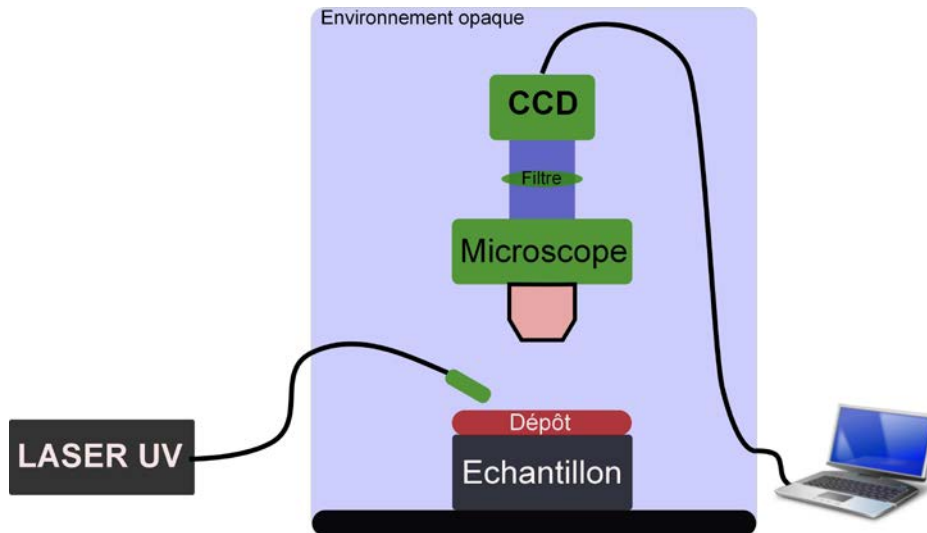


FIGURE 1.6 – Schéma de principe de la photoluminescence

Bien que l'obtention d'une image thermique soit simple et rapide, la qualité de l'image est assez dépendante du bruit des photons et de la qualité chimique du film déposé.

1.2.5/ THERMOGRAPHIE À CRISTAUX LIQUIDES

La thermographie à cristaux liquides utilise la propriété qu'ont certains cristaux à réfléchir certaines longueurs d'onde en fonction de la température. C'est un phénomène réversible. Les cristaux présentent des zones actives dans lesquelles la température a une forte influence sur la longueur d'onde émise.

Un film de cristaux liquides est déposé sur la surface de l'échantillon, un circuit imprimé [12] par exemple. Le film ne doit pas être trop épais pour que le cristal ne soit pas en phase nématique (état de la matière entre les phases cristalline et liquide) à la surface supérieure et en phase isotropique à la surface inférieure ce qui influencerait la mesure de la température. Dans le cas contraire, un film trop fin, la zone visible (phase nématique) ne brillera pas assez et n'apportera que peu de contraste lorsque la température sera en dehors de la zone active.

Pour améliorer la résolution spatiale, la phase de transition nématique-isotropique des cristaux liquides doit se produire à partir d'une certaine température T_c . Si la température est inférieure à T_c , les cristaux liquides seront en phase nématique, ce qui va diffuser la lumière et permettre une rotation de sa polarisation. L'image sera traitée via un microscope polarisé. Au-dessus de T_c , le liquide est en phase isotropique, la polarisation rectiligne de la lumière ne change pas et l'image de l'échantillon est noire. Des résolutions spatiale et thermique respectivement de 5 μm et 0,5 K proches de la phase de transition ont été obtenues par [41], et des résolutions de 1-2 μm et 0,1 K pour [12]. Cette pratique

s'est notamment répandue pour la mesure de température cutanée [42, 43].

1.3/ MICROSCOPIE THERMIQUE EN CHAMP PROCHE

Après avoir fait un inventaire des principales techniques de mesures de température en champ lointain, examinons les techniques en champ proche thermique. Basé sur le principe du STM [1] et de l'AFM [2], le premier microscope thermique en champ proche a été inventé pour effectuer la topographie des matériaux opérant sur n'importe quelle nature de surface. La méthode d'asservissement ne repose plus sur un courant à effet tunnel ou des forces d'interactions mais sur un flux thermique, aboutissant au STP (*Scanning Thermal Profiler*) [3]. Depuis, adaptés à partir des AFM ou STM, de nombreux microscopes thermiques ont fait leur apparition [14, 44, 13, 15], ayant pour seule différence la nature et la forme de la sonde. Chaque sonde se distingue par son originalité (fabrication, géométrie), sa résolution spatiale ou encore sa sensibilité à la température [45, 46, 47, 48, 8, 49, 50, 21]. Les principaux microscopes thermiques sont détaillés dans les sous-parties suivantes.

1.3.1/ PREMIER MICROSCOPE THERMIQUE À BALAYAGE - STP

Williams et Wickramasinghe [3] voulaient initialement développer un système permettant au STM de fonctionner sur une surface isolante. Ils ont ainsi remplacé la pointe du STM par une sonde munie d'un thermocouple à son extrémité. La sonde est chauffée soit par effet Joule soit par conduction thermique avec le support. Au lieu de mesurer le courant tunnel entre la pointe et la surface, cette technique mesure un flux de chaleur via la jonction du thermocouple. La tension issue de la jonction est directement fonction de sa température. Plus la sonde est proche de la surface, plus le flux thermique est important et plus la jonction se refroidit. Bien qu'il soit moins performant en termes de résolution spatiale que l'AFM et le STM, ce type de microscope permet d'étudier les propriétés thermiques et topographiques des surfaces, qu'elles soient isolantes ou conductrices. C'est ainsi le premier microscope thermique en champ proche STP (*Scanning Thermal Profiler*).

La sonde, pointe STM (conducteur 1), est recouverte par un dépôt d'isolant, excepté à son extrémité, puis par une couche d'un conducteur 2. La jonction du thermocouple se situe à l'extrémité de la pointe. Sur le même principe que les microscopes à effet tunnel et à force atomique, le microscope thermique en champ proche effectue un balayage au-dessus d'une surface. La tension thermoélectrique est mesurée. Afin de garder un flux thermique constant, une rétroaction de ce signal de température sur la distance pointe-échantillon est effectuée et une image topographique de l'échantillon étudié est obtenue. La figure 1.7 présente une image de la sonde thermoélectrique utilisée dans un SThM (*Scanning Thermal Microscopy*) d'après [3].

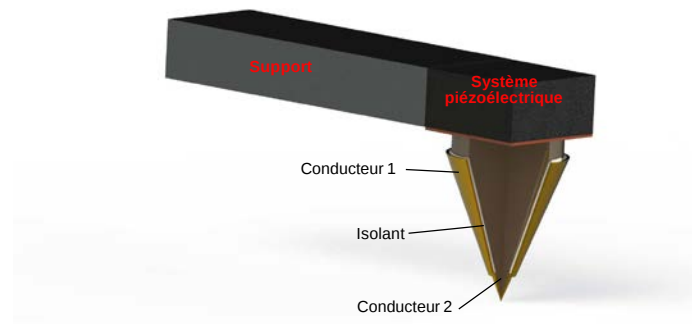


FIGURE 1.7 – Sonde thermoélectrique d'un SThM d'après [3]

2. / THERMOGRAPHIE EN CHAMP PROCHE OPTIQUE - NFOT

La microscopie optique est généralement limitée en termes de résolution spatiale, notamment en raison de la diffraction de la lumière ; c'est pourquoi l'utilisation d'une sonde en champ proche permet de s'affranchir de ce genre de problème. La thermographie en champ proche optique thermique (NFOT - *Near-Field Optical Thermometry*) est une technique dérivée du SNOM (*Scanning Near-field Optical Microscope*), microscope à champ proche optique. Le principe de ce dernier consiste à collecter, par le biais d'une fibre optique, les ondes évanescentes de la surface à étudier pour en extraire des informations sur les propriétés des matériaux (optiques, état de surface...) [14].

La sonde est ainsi placée au plus proche de la surface avec une distance bien inférieure à la longueur d'onde de la lumière injectée dans la sonde. La résolution est non plus limitée par la longueur d'onde de la lumière mais par la dimension de l'ouverture de l'émetteur ou du détecteur. L'avantage de cette méthode est qu'elle est insensible à la nature de l'objet.

Ainsi, Goodson *et al.* [51] ont utilisé ce même principe pour mesurer la température de surface. Son équipe a métallisé une fibre optique dans laquelle un faisceau laser est injecté. L'ouverture de la fibre est de 50 nm. Le rayonnement thermique de la surface de l'objet est collecté par un tube photomultiplicateur, ce qui permet d'obtenir indirectement une information sur les propriétés thermiques locales de l'échantillon. La surface est dans ce cas de figure chauffée par effet Joule et l'asservissement en distance est effectué en mode de vibration latérale (*shear force*).

3. / THERMOGRAPHIE PAR FLUORESCENCE

Une autre façon de cartographier la température est d'utiliser une particule fluorescente. La particule est collée à l'extrémité d'une pointe de tungstène [44] ou d'un cantilever d'AFM [13] à l'aide de micromanipulateurs. Les particules sont présentées en figure 1.8.

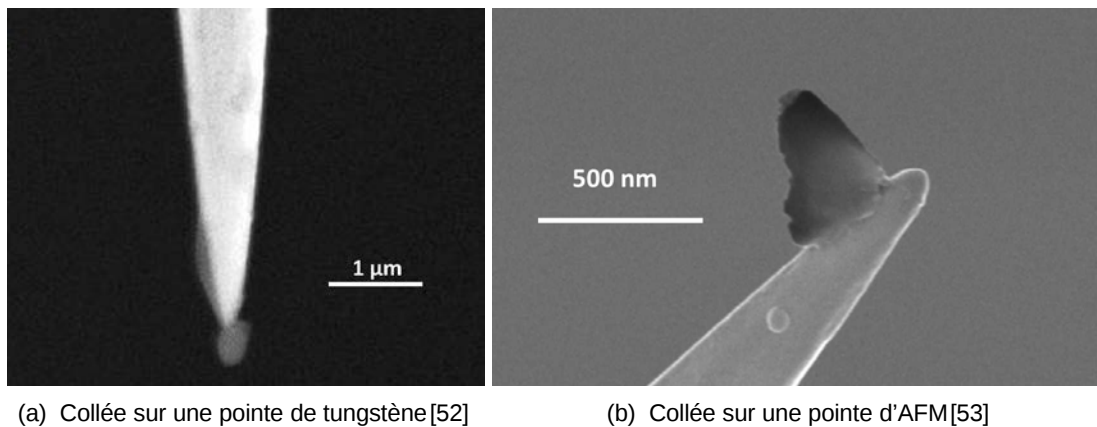


FIGURE 1.8 – Particules fluorescentes

Excitée par un laser, elle émet une radiation collectée directement par une caméra CCD. Le schéma de principe est illustré en figure 1.9. L'intensité recueillie est fortement dépendante de la température.

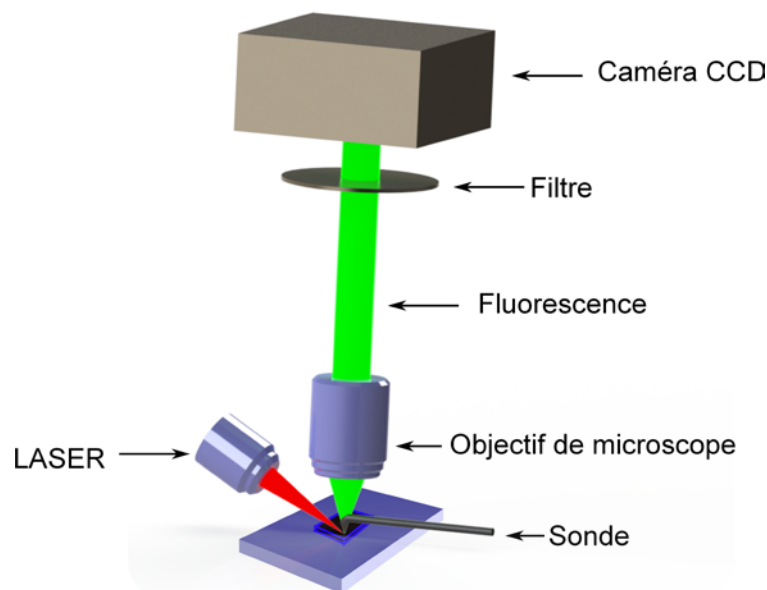


FIGURE 1.9 – Schéma de principe de la thermographie en fluorescence

Il existe différents types de particules fluorescentes, tel que le CdSe/ZnS [54], les composants dopés de terres rares comme l'erbium/ytterbium [13] ou encore les molécules organiques telle la rhodamine A [55]. La dimension de la particule fluorescente est déterminante pour la résolution spatiale. Une résolution de 300 nm peut être obtenue avec une particule ayant une taille de 500 nm environ [56] et une précision sur la température de 5 K (pour une température de 315 K environ).

1.3.4/ THERMOGRAPHIE À SONDES RÉSISTIVES

On dénombre deux technologies de sondes dans le domaine de la microscopie thermique en champ proche. La première, est basée sur un fil de Wollaston dont la partie

sensible a un diamètre de 5 μm . La seconde, quant à elle, est développée à partir des moyens de microfabrication, offrant une meilleure résolution spatiale. On mesure ici une valeur de température intégrée le long du fil ou film résistif. On parle alors de température distribuée.

En 1805, les travaux de William Hyde Wollaston ont permis de mettre au point un procédé métallurgique pour produire du platine, matériau très malléable. Cette malléabilité, étant favorable à un étirage à froid, lui a permis de produire des fils de platine noyés dans une gaine d'argent dont le diamètre atteignait à cette époque 0,75 μm . Aujourd'hui, une seule société, utilisant toujours cette technique, produit les fils de platine et platine-rhodié, appelés fil de Wollaston. Le diamètre à cœur le plus faible atteint 0,5 μm pour une gaine d'argent équivalente à 75 μm . Ainsi, la sonde Wollaston a été utilisée dans le monde de la microscopie thermique ces dernières années. En 1994, elle est utilisée par Dinwiddie [15] et Pylkki [16]. Ce fil thermorésistif est dénudé sur une longueur d'environ 200 μm par attaque chimique afin de laisser apparaître uniquement le microfil de platine ou de platine-rhodié.

La sonde Wollaston est insérée dans un microscope à force atomique dans une majeure partie des cas. Afin d'avoir un aspect de levier, la sonde est pliée et la partie dénudée est alors similaire à une pointe d'AFM. Un miroir est ensuite collé sur les fils d'argent pour permettre de réfléchir le faisceau laser sur les photodiodes à quatre quadrants pour la détection de contact. Enfin, pour rigidifier l'ensemble, un point de colle est ajouté entre le miroir et l'extrémité active de la sonde. La figure 1.10 présente un schéma d'une sonde Wollaston. La résolution spatiale dépend de la force d'appui sonde-surface qui est équivalente à une ellipse de 250 nm par 1,5 μm avec une résolution thermique de 0,5 K environ.

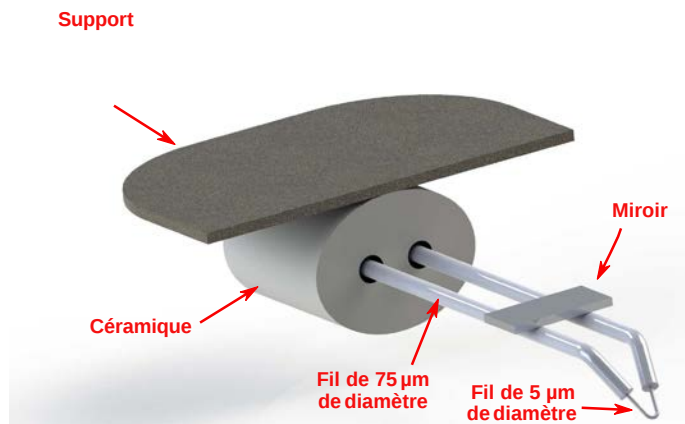


FIGURE 1.10 – Schéma de principe d'une sonde Wollaston

La température de la sonde est déterminée en plaçant sa résistance électrique dans un pont de Wheatstone.

Partant des mêmes principes physiques que la sonde Wollaston, quelques équipes se sont penchées sur l'amélioration de la résolution spatiale et ainsi la réduction de la dimension de la partie active. Rangelow et ses collègues [45] ont donc proposé de mettre un filament de platine d'une centaine de nanomètres de diamètre entre deux électrodes (cf. figure 1.11) grâce aux moyens technologiques de gravure et de dépôt par faisceau d'ions (FIB - *Focus Ion Beam*). Ils annoncent des résolutions spatiale et thermique de 20 nm et 1 mK respectivement.

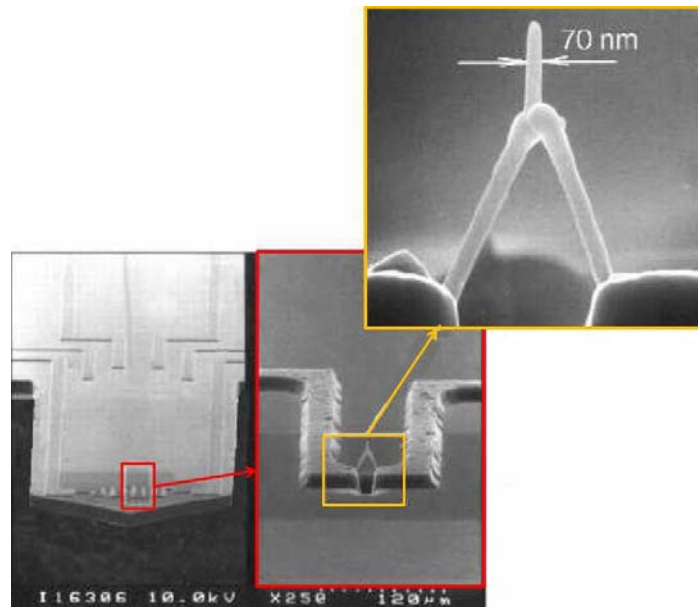


FIGURE 1.11 – Photographies de la sonde résistive de Rangelow *et al.* [45]

Toujours dans l'optique d'améliorer la résolution spatiale, les dépôts en couche mince ont fait leur apparition dès 1999 avec l'équipe de Mills [46]. Sur un cantilever d'AFM, deux électrodes sont disposées sur la partie rectangulaire du levier et une fine bande de platine, déposée directement sur la pointe pyramidale, vient relier ces électrodes entre elles comme le montre la figure 1.12. La résolution spatiale est de l'ordre de 100 nm.

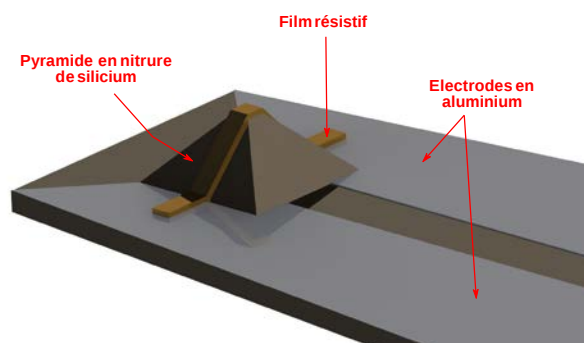
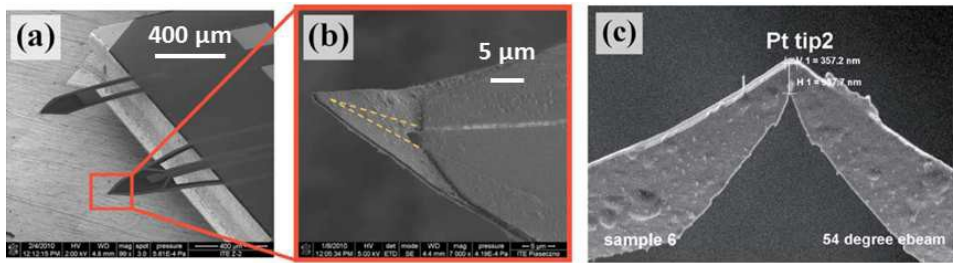


FIGURE 1.12 – Schéma de la sonde thermorésistive développée par Mills *et al.* [46]

Une autre configuration a été proposée par Wielgoszewski *et al.* [47] avec un cantilever de nitrure de silicium en forme de V sur lequel sont déposées des lignes de platine et une pointe située hors-plan, ajustée au FIB. Une photographie au microscope électronique à balayage (MEB) en figure 1.13 montre la forme de cette sonde. Le rayon de courbure de la pointe atteint 100 nm (voire inférieur). Sa résolution en température est quant à elle de 0,2 K.

FIGURE 1.13 – Sonde résistive de Wielgoszewski *et al.* [47]

1.3.5/ THERMOGRAPHIE PAR THERMOCOUPLES

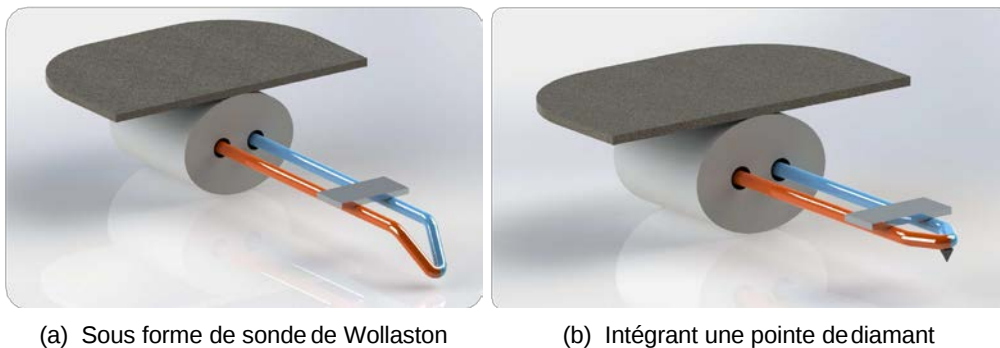
À la différence des sondes thermorésistives, le signal d'un thermocouple est généré localement par effet Seebeck. La tension provient d'une différence de température entre la jonction "chaude", en contact avec la zone à étudier, et la jonction "froide", à la température de référence. La tenue aux contraintes thermomécaniques des thermocouples bifilaires est bien meilleure qu'en couche mince, offrant ainsi la possibilité d'atteindre des températures de l'ordre de 800 °C environ.

Sondes bifilaires

Le thermocouple bifilaire est le capteur utilisé pour les études expérimentales dans le contexte de ce travail dont les caractéristiques seront examinées plus précisément.

Le premier thermocouple bifilaire utilisé pour la microscopie avait l'allure d'une sonde Wollaston [48] sur laquelle la partie sensible, résistive, était remplacée par une jonction thermoélectrique. La nature et le diamètre des fils étaient par conséquent différents. En 1993, Majumdar *et al.* ont utilisé un fil de chromel et d'alumel (thermocouple de type K) de diamètre 25 μm, réduit à 10 μm par attaque chimique.

Dans le but de diminuer la taille de la sonde, de réduire la résistance thermique entre la pointe et l'échantillon et d'augmenter la raideur au contact, il a ajouté une pointe de diamant au niveau de la jonction. Le choix de cette pointe s'explique par le fait que le diamant est un très bon conducteur thermique et un isolant électrique. Une résolution spatiale de 500 nm a été ainsi obtenue. Ces deux types de thermocouple sont fabriqués à la main, ils sont donc difficilement reproductibles. Un schéma des deux configurations est présenté sur la figure 1.14.



(a) Sous forme de sonde de Wollaston

(b) Intégrant une pointe de diamant

FIGURE 1.14 – Thermocouple de type K d'après Majumdar *et al.* [48]

Les travaux de Thiery ont permis d'élaborer des thermocouples encore plus fins, notamment des thermocouples de type K de $7,6\text{ }\mu\text{m}$ de diamètre ou encore des thermocouples de type S (platine - 90%platine10%rhodium) de 5 puis $1,3\text{ }\mu\text{m}$ de diamètre [8, 9] (cf. figure 1.15).

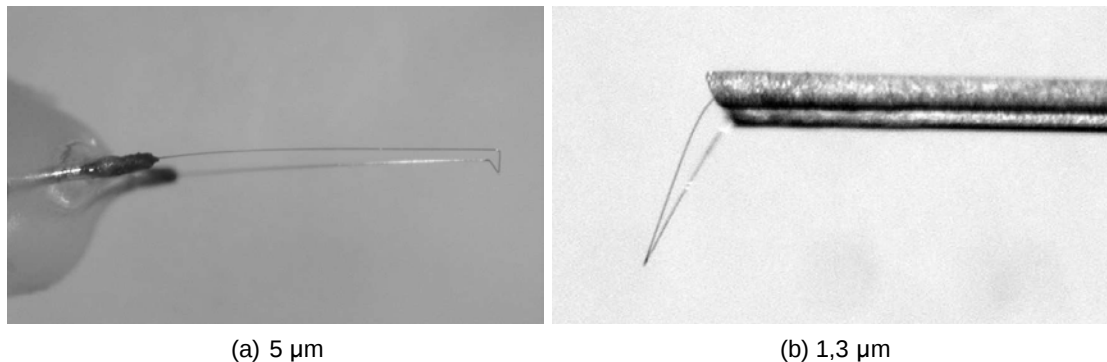


FIGURE 1.15 – Sondes thermocouples de type S fabriquées par Thiery

Même si la résolution et le temps de réponse de la sonde sont améliorés, la difficulté repose principalement sur la manipulation et la tenue mécanique de la soudure. Par ailleurs, les thermocouples étant fabriqués manuellement, la reproductibilité des jonctions reste délicate, c'est la raison pour laquelle les thermocouples en couche mince sont souvent préférés.

Sondes sur micropipette

En 1995, Fish *et al.* [49] ont développé un thermocouple utilisant une micropipette en verre. Comme nous pouvons le voir sur la figure 1.16, un fil de platine de $80\text{ }\mu\text{m}$ de diamètre est inséré à l'intérieur d'un tube de borosilicate de diamètres intérieur de $300\text{ }\mu\text{m}$ et extérieur de $1,2\text{ mm}$. Par des processus de chauffage et d'étirage à chaud, le tout est réduit jusqu'à la rupture de l'ensemble, permettant ainsi d'avoir des diamètres atteignant 50 nm . Une électrode en or recouvre ensuite la surface du verre afin d'obtenir une jonction thermoélectrique. La sensibilité obtenue de ce microthermocouple or-platine est de $7\text{ }\mu\text{V.K}^{-1}$.

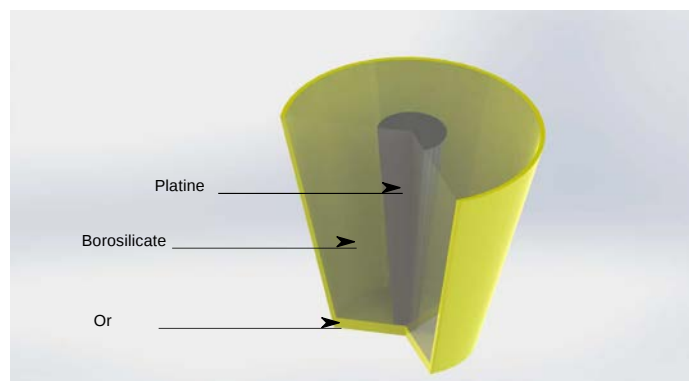


FIGURE 1.16 – Schéma de la sonde thermocouple développée par Fish *et al.* [49]

Sondes sur cantilever d'AFM

Suzuki et ses collègues publient [50] et font breveter [57] une nouvelle géométrie de thermocouples reposant sur un substrat de silicium. À la suite de dépôts, gravures et recuits successifs, ils ont amélioré grandement la reproductibilité et la géométrie de la pointe (pyramidale suite au plan (111) du silicium permettant une attaque anisotrope). La qualité du contact laisse place à des résolutions nanométriques voire atomiques. Cependant, le signal thermoélectrique est dégradé puisqu'il se situe non pas à l'extrémité de la pointe mais à sa base. En effet, le signal provient de la zone de séparation des deux conducteurs.

Pour améliorer le procédé proposé par Suzuki, Zhang *et al.* [18] élaborent un thermocouple intégrant une jonction thermoélectrique à l'extrémité de la pointe, permettant à première vue d'améliorer le signal thermoélectrique. La réalisation de cette pointe, complètement fabriquée dans le substrat de silicium, requiert également de nombreuses étapes, dont la plus délicate est celle qui permet le dégagement de la pointe par effet de tension superficielle. Ici, la pointe, composée essentiellement de silicium, fait office de pont thermique car le silicium est un bon conducteur thermique ($148 \text{ W.m}^{-1}\text{.K}^{-1}$). Par conséquent, la sensibilité de la sonde est dégradée. Le schéma de principe en figure 1.17 détaille leur procédé de fabrication.

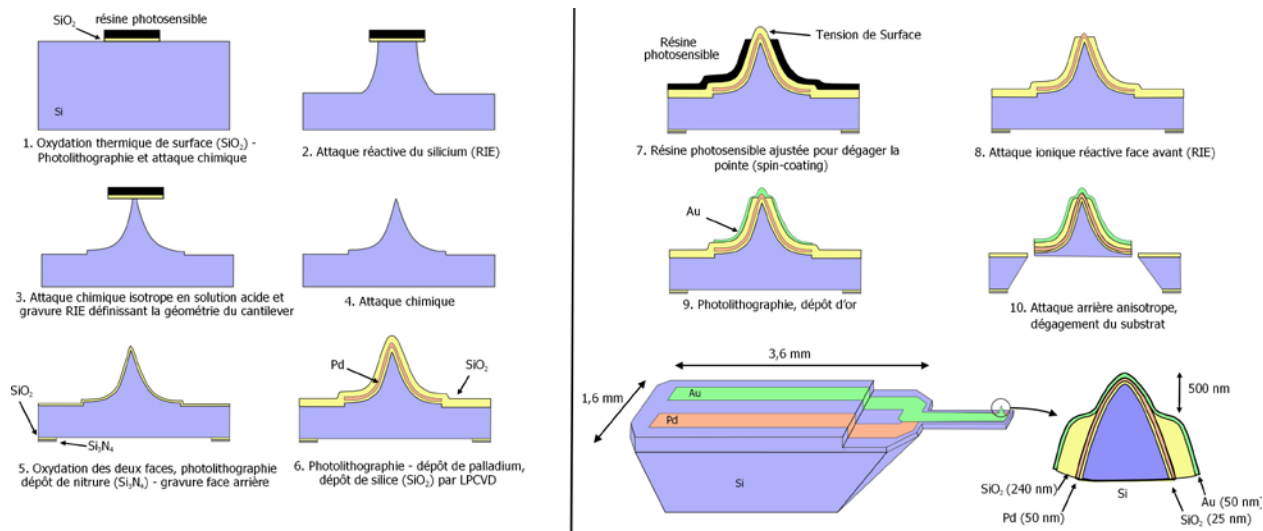


FIGURE 1.17 – Sonde thermocouple développée par Zhang : procédé de fabrication [18]

Une première solution à ces différents problèmes (jonction non locale, support en silicium) est enfin développée en 1998 avec l'équipe de Mills [17]. Le substrat de silicium est remplacé entièrement par du nitrure de silicium ayant une conductivité thermique bien inférieure ($0,17 \text{ W.m}^{-1}\text{.K}^{-1}$) au silicium. Ainsi, la couche de silicium est gravée, laissant apparaître le support en nitrure de silicium sur lequel des couches de palladium et d'or ont été déposées. La figure 1.18 présente le procédé ainsi qu'une photographie MEB de ce type de sonde.

Malheureusement, la complexité de réalisation de ces sondes thermocouples rend la fabrication difficilement adaptable pour une production de masse et rend la méthode assez coûteuse.

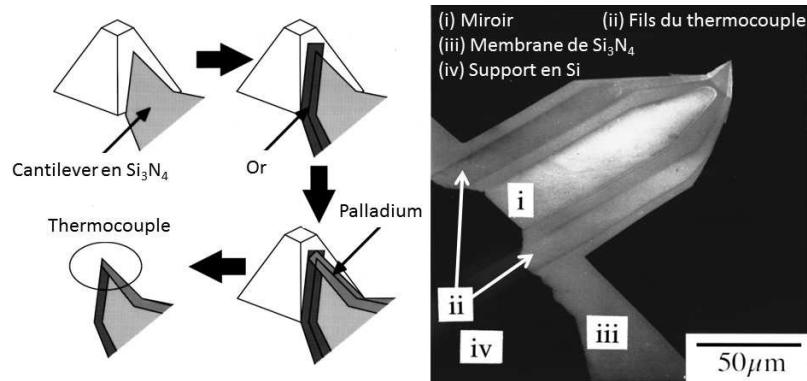


FIGURE 1.18 – Sonde thermocouple développée par Mills [17]

Pour avoir une sonde répondant aux attentes suivantes - amélioration du signal thermoélectrique, fabrication en série et robustesse de la pointe - une équipe de l'université de Berkeley, aux États-Unis, supervisée par Majumdar, a proposé au début des années 2000 une nouvelle sonde thermique. La pointe pyramidale en silice est obtenue par gravure, sur laquelle sont déposés successivement le premier métal, l'oxyde de silicium et ensuite le second métal [19, 20]. Le diamètre de la pointe est estimé à 90 nm. Avec des métaux tels que du platine et du chrome, le pouvoir thermoélectrique obtenu s'élève à $13,4 \mu\text{V.K}^{-1}$. Une photographie ainsi qu'un schéma de la sonde sont représentés en figure 1.19.

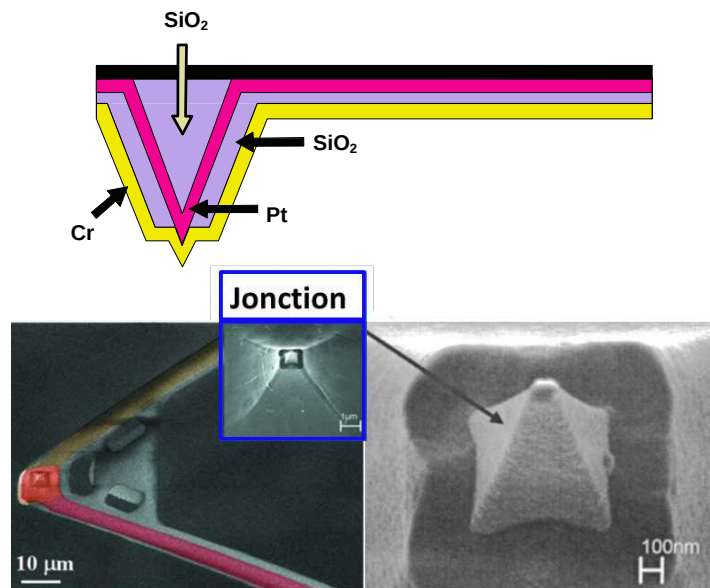


FIGURE 1.19 – Sonde thermocouple développée par l'équipe de Majumdar [19, 20]

Sondes sur fibre optique

Sur le même principe de multicouches déposées par évaporation sous vide (PVD), Thierry [21] a travaillé sur le développement d'un thermocouple à l'extrémité d'une fibre optique. Après le dépôt d'un premier métal sur le support, une couche isolante est ensuite déposée. Pour permettre l'obtention d'une jonction thermoélectrique, une attaque au FIB est réalisée au niveau de l'apex, suivie du dépôt du second métal. Concernant les

dimensions de la pointe, celles-ci sont comparables à celles de Shi et Majumdar (sub-micronique). Les sensibilités en température sont respectivement de l'ordre de $11 \mu\text{V.K}^{-1}$ et $20 \mu\text{V.K}^{-1}$ pour les couples Ni-Cr et Cr-Al. La figure 1.20 montre les dépôts successifs réalisés sur une fibre optique ainsi qu'une photographie au microscope électronique à balayage (MEB). L'avantage ici est que l'apport de chaleur se fait via la fibre, contrairement aux autres sondes pour lesquelles cet apport est externe via une résistante chauffante par exemple.

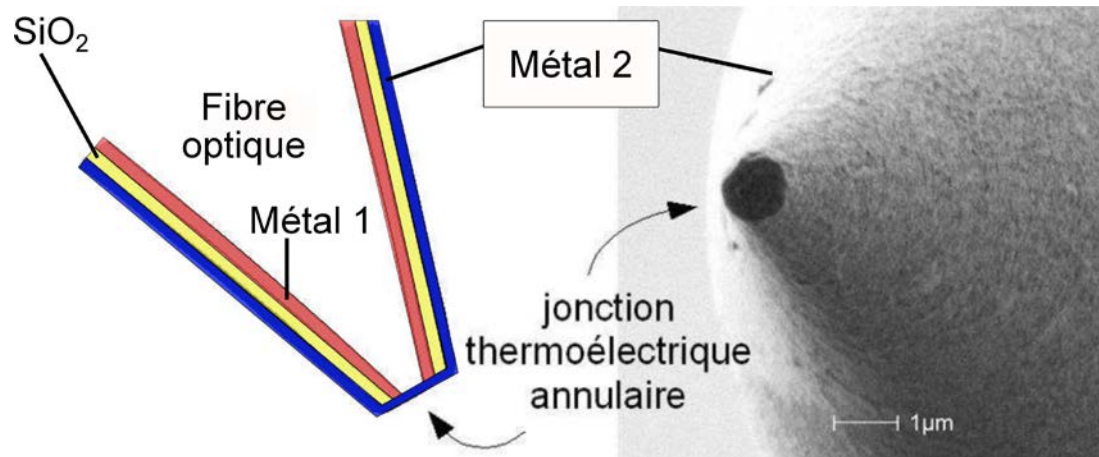


FIGURE 1.20 – Sonde thermocouple sur fibre optique [21]

1.4/ CONCLUSION

Les travaux sur la microscopie thermique sont larges et ce chapitre a présenté un état de l'art des avancées technologiques des microscopes en champ lointain. Les techniques en champ proche et les sondes qui leur sont associées ont également été abordées. Nous avons constaté que les microscopes en champ lointain sont généralement plus limités en termes de résolutions spatiales par rapport aux microscopes en champ proche. Nous nous sommes donc orientés sur l'utilisation de ce système thermique en champ proche pour l'étude thermique d'échantillons.

L'objectif visé dans le cadre de ce travail de thèse est de mettre en œuvre un microscope à sonde locale avec un capteur thermique capable de mesurer des températures supérieures à $100\text{ }^{\circ}\text{C}$, robuste mécaniquement et peu invasif. Nous avons donc opté pour la sonde thermocouple bifilaire qui permet de mesurer des températures de surface ponctuelles. L'utilisation de fils offre plusieurs avantages par rapport aux couches minces déposées sur une fibre optique ou tout autre support adapté. En premier lieu, les microfils utilisés sont issus de matériaux massifs, nous avons vérifié que leur pouvoir thermoélectrique correspondait à la norme des couples de type S. Par ailleurs, ils sont capables de supporter des échauffements plus importants, typiquement $800\text{ }^{\circ}\text{C}$. Enfin, leur fabrication est moins complexe, leur forme est simple (facilitant la modélisation thermique) et la jonction peut être mise en forme par attaque ionique (FIB). Fabriquées au sein du laboratoire FEMTO-ST, les sondes peuvent être adaptées en fonction de nos exigences et des échantillons étudiés.

Dans le chapitre suivant, nous présentons le microscope thermique en champ

proche entièrement développé au sein du laboratoire durant ces travaux de recherche. Contrairement à la structure proposée par Thiery (cf. figure 1.15), nous avons positionné la structure du thermocouple bifilaire verticalement par rapport à l'échantillon. Ce système va permettre de minimiser la longueur des microfils, rendant la partie sensible à la température moins souple et donc moins sensible aux phénomènes d'adhésions pointe-surface (ménisque d'eau, tension de surface).

MICROSCOPIE THERMIQUE EN MODE PASSIF

Le progrès dans le domaine des micro-technologies est considérable depuis plus d'une trentaine d'années. La taille des structures des dispositifs est aujourd'hui inférieure au micromètre et avoisine pour certains la centaine de nanomètres. L'émergence de cette technologie a engendré le développement de systèmes d'instrumentation pour la caractérisation (thermique, électrique, magnétique...) de ces micro-dispositifs. Dans l'optique d'étudier les phénomènes thermiques qui sont en jeu, nous avons développé un microscope thermique utilisant une sonde thermoélectrique locale permettant d'être peu invasive, et d'accéder à des températures supérieures à la centaine de degrés Celsius. Cette méthode est premièrement utilisée en mode passif pour une mesure de température de surface.

Ce chapitre rappelle dans un premier temps les principes physiques intervenant dans le fonctionnement d'un thermocouple. Nous présentons les effets Joule, Peltier, Thomson et Seebeck, ainsi que les caractéristiques des principaux thermocouples standards. Nous abordons ensuite le principe de fabrication d'un micro-thermocouple bifilaire, capteur qui offre la possibilité de travailler dans une large gamme de température en perturbant faiblement la mesure de cette dernière. Il est par ailleurs insensible à la nature optique de la surface et permet de mesurer des températures de surface ponctuelles jusqu'à 800 °C environ. Nous présentons ensuite le microscope thermique en champ proche développé au cours de ces travaux de recherche puis nous nous consacrons à l'interaction pointe-surface avec l'étude des différents mécanismes de transferts thermiques qui entrent en jeu lors du contact. Nous abordons donc la problématique du contact en reprenant le principe de quantification des erreurs de mesure de température de surface au moyen d'une micro-plaque chauffante. Nous présentons enfin les résultats en mode passif obtenus sur des micro-dispositifs chauffants.

2.1/ FONCTIONNEMENT D'UN THERMOCOUPLE : PRINCIPES PHYSIQUES

Indépendamment de l'effet Joule, il existe trois phénomènes liés à la conversion directe de l'énergie électrique en chaleur : les effets Peltier, Thomson et Seebeck [58, 59]. Les thermocouples sont basés sur l'effet Seebeck pour effectuer des mesures de température. Ils sont généralement classés par type en fonction des matériaux que l'on

associe. Rappelons brièvement ces principes.

2.1.1/ EFFET JOULE

Découvert en 1860 par James Prescott Joule, l'effet Joule est la propriété qu'ont les matériaux conducteurs à produire de la chaleur par le passage d'un courant [58]. L'énergie est dissipée sous forme de chaleur et est proportionnelle au carré de l'intensité

I . La résistance du fil est quant à elle dépendante de la longueur du fil L , de la résistivité électrique du matériau ρ et de la section du fil S . La puissance par effet Joule est alors définie par l'équation 2.1.

$$P = \frac{\rho L}{S} I^2 = RI^2 \quad (2.1)$$

2.1.2/ EFFET PELTIER

L'effet Peltier fut découvert en 1834 par Jean Charles Peltier. À la jonction de deux conducteurs différents A et B, de même température, une différence de potentiel s'établit Π_{AB}^T (en μV) [58, 59]. Elle ne dépend que de la nature des conducteurs et de leur température (cf. figure 2.1 (a)).

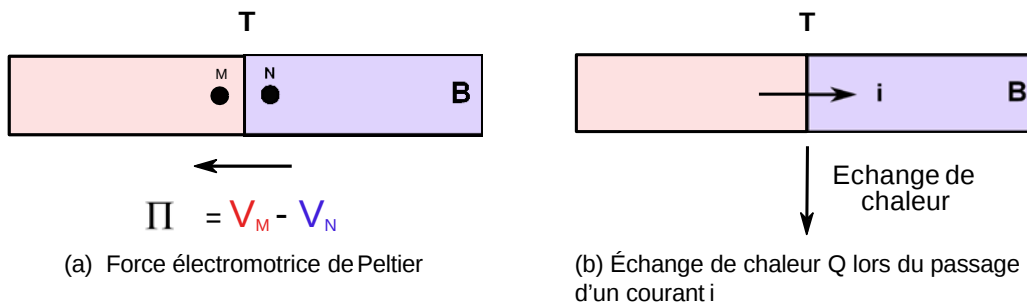


FIGURE 2.1 – Effet Peltier

Lors du passage d'un courant i (cf. figure 2.1 (b)), on observe un dégagement ou une absorption de chaleur à la jonction des deux métaux tel que [60] :

$$dQ_p = (V_M - V_N) \cdot i dt = \Pi_{AB}^T i dt \quad (2.2)$$

où dQ_p représente la quantité de chaleur devant être échangée avec le milieu extérieur pour que la jonction reste à la température T . C'est un phénomène réversible, ainsi, en inversant le sens du courant, le sens du flux de chaleur est également inversé. Q peut être positif ou négatif et par conséquent $\Pi_{AB}^T = -\Pi_{BA}^T$.

2.1.3/ EFFET THOMSON

En 1851, William Thomson (Lord Kelvin) montre qu'entre deux points M et N, d'un même conducteur homogène A, de températures différentes, il s'établit une force électromotrice (en μV) ne dépendant que de la nature du conducteur et des températures T_1 et T_2 [58, 59]. C'est la force électromotrice de Thomson (cf. figure 2.2 (a)).

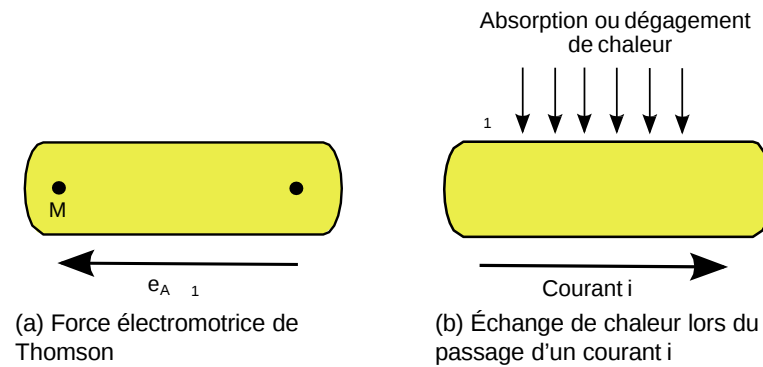


FIGURE 2.2 – Effet Thomson

Elle s'exprime par la relation [60] :

$$e_A(T_1, T_2) = \int_{T_1}^{T_2} \tau_A dT \quad (2.3)$$

avec τ_A le coefficient de Thomson du matériau A.

Enfin, la quantité de chaleur échangée avec le milieu extérieur lorsque circule un courant i (cf. figure 2.2 (b)) est définie par :

$$dQ_T = e_A(T_1, T_2) \cdot i dt = \int_{T_1}^{T_2} \tau_A dT i dt \quad (2.4)$$

2.1.4/ EFFET SEEBECK

Thomas Johann Seebeck met en évidence dans les années 1820 l'apparition d'une force électromotrice se produisant dans un circuit fermé constitué de deux matériaux différents "A" et "B" dont les jonctions ont des températures différentes T_1 et T_2 [58, 59]. Sous l'action combinée des forces électromotrices f.e.m. de Peltier et Thomson, un courant i circule (cf. figure 2.3).

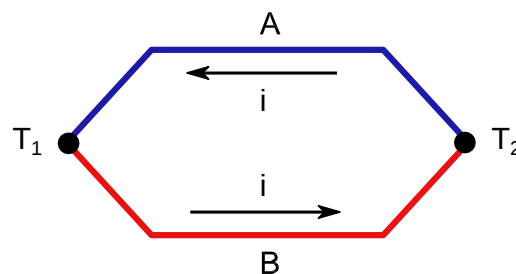


FIGURE 2.3 – Schéma de principe de l'effet Seebeck

La somme de ces f.e.m. constitue la f.e.m. de Seebeck. Son expression est alors la

suivante :

$$\begin{aligned}
 E_{AB}(T_1, T_2) &= \Pi_{AB}^{T_1} + \Pi_{BA}^{T_2} + \int_{T_2}^{T_1} \tau_{BD} dT + \int_{T_1}^{T_2} \tau_{AD} dT \\
 &= \Pi_{AB}^{T_1} + \Pi_{BA}^{T_2} + \int_{T_2}^{T_1} (\tau_A - \tau_B) dT
 \end{aligned} \quad (2.5)$$

Comme il est difficile d'extraire les contributions des tensions de Peltier et de Thomson, on définit alors un coefficient de Seebeck pour exprimer cette tension :

$$E_{AB}(T_1, T_2) = \sigma_{AB}(T_2 - T_1) \quad (2.6)$$

où σ_{AB} est le coefficient de Seebeck d'un couple de matériaux (en $\mu\text{V.K}^{-1}$), dépendant de la température (en toute rigueur, nous avons $dE_{AB} = \sigma_{AB} dT$). Il est propre à chaque couple de métaux "A" et "B". Il peut être positif ou négatif. Une liste des pouvoirs thermo-électriques absolus de quelques métaux est présentée dans le tableau 2.1 où σ représente le pouvoir thermoélectrique absolu (en $\mu\text{V.K}^{-1}$) du matériau à 0 °C.

Matériaux	σ	Matériaux	σ	Matériaux	σ	Matériaux	σ
Bismuth	-76,5	Platine	-4,5	Rhodium	1	Titane	7,5
Constantan	-37,3	Carbone	-1,5	Argent	1,4	Fer	12,7
Nickel	-19,5	Aluminium	-1	Cuivre	1,7	Chrome	18,5
Alumel	-17,3	Tungstène	0,1	Or	1,8	Chromel	21,7
Palladium	-9	Iridium	1	Molybdène	4,7	Antimoine	42,5

TABLE 2.1 – Pouvoir thermoélectrique absolu des matériaux σ (en $\mu\text{V.K}^{-1}$) à 0 °C [61]

Il faut cependant être prudent quant à la compatibilité physico-chimique de certains couples, notamment lorsque la température augmente. Par exemple, l'association du chrome et du nickel peut sembler intéressante du point de vue thermoélectrique, mais elle pose un réel problème pour l'obtention d'une jonction localisée puisque ces deux matériaux forment naturellement, dès la température ambiante, des alliages en diffusant progressivement l'un dans l'autre. Un autre exemple avec le cas du tungstène dont le pouvoir thermoélectrique absolu augmente plus rapidement que les autres matériaux. Ainsi, sa position dans le tableau 2.1 change progressivement pour rejoindre celle du molybdène au voisinage de 700 °C. Il est donc préférable de l'associer à un matériau de pouvoir thermoélectrique négatif, puisqu'en règle générale, les pouvoirs thermoélectriques des métaux augmentent en valeur absolue avec la température.

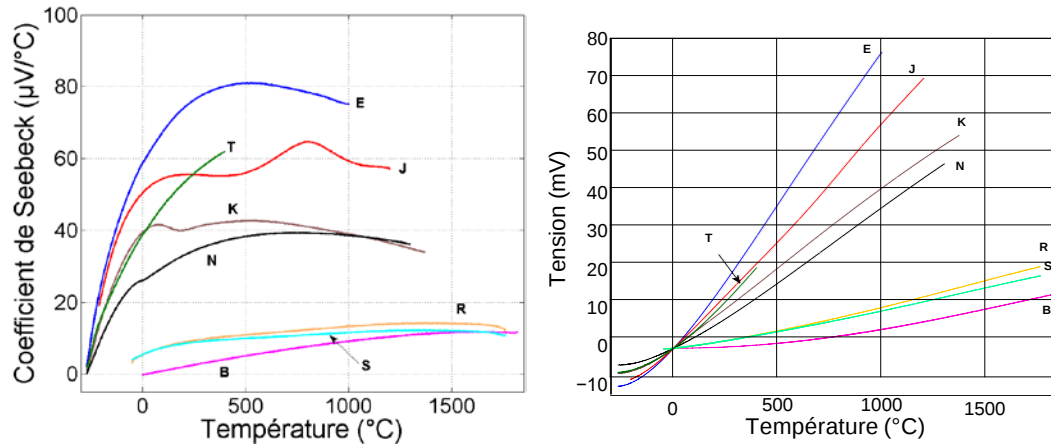
Les coefficients Seebeck, Peltier et Thomson étant tous reliés, on a ainsi :

$$\tau_{AB} = \frac{d\Pi_{AB}^T}{dT} ; \quad \Pi_{ab} = \sigma_{AB}T ; \quad \tau_A = T \frac{d\sigma_A}{dT} \quad (2.7)$$

2.1.5/ THERMOCOUPLES

Les thermocouples exploitent l'effet Seebeck pour la mesure d'une température. Un gradient de température, entre deux jonctions, engendre un champ électrique dans un

matériau conducteur ou semi-conducteur. Le coefficient de Seebeck permet de quantifier ce phénomène et dépend grandement de la température : $\sigma = \sigma(T)$ (cf. figure 2.4).



(a) Coefficient de Seebeck en fonction de la température (b) Tension de Seebeck en fonction de la température

FIGURE 2.4 – Courbes d'étalonnage des thermocouples standards (source : NIST). Les différentes lettres correspondent aux types de thermocouples présentés dans le tableau 2.2 ci-après.

De nombreux couples ont été étalonnés en utilisant une jonction pour la mesure de la température et une autre en tant que référence. Cette dernière est plongée dans un bain de glace forçant la température T_{J_1} à 0°C . La tension mesurée aux bornes du thermocouple est alors directement fonction de la température T_{J_2} de l'autre jonction. Afin de ne pas perturber la mesure en créant des jonctions supplémentaires, le matériau de la connectique du voltmètre doit être le même que celui du thermocouple (figure 2.5). Connaissant la température de T_{J_2} avec un autre moyen de mesure, l'étalonnage du thermocouple est ainsi effectué.

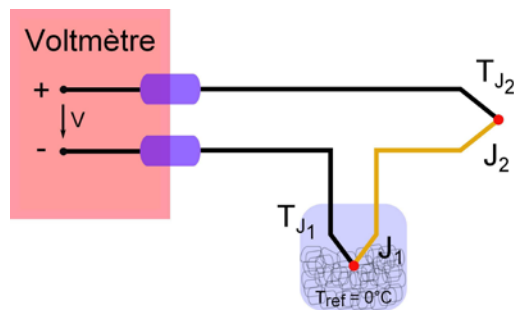


FIGURE 2.5 – Principe d'étalonnage d'un thermocouple

Ces étalonnages ont permis d'établir des polynômes de conversion tension / température ($E \Rightarrow T$) et inversement ($T \Rightarrow E$) avec T en $^\circ\text{C}$ et E en μV (cf. équation 2.8).

$$E = \sum_{i=0}^n c_i T^i \quad ; \quad T = \sum_{i=0}^n b_i E^i \quad (2.8)$$

Les couples les plus connus sont répertoriés sous forme de lettre majuscule A et sont nommés thermocouples de "type A". La plage de température et le coefficient de

Seebeck varie d'un thermocouple à l'autre. Le tableau 2.2 nous donne un aperçu des caractéristiques des thermocouples standards (données provenant du NIST : *National Institute of Standards and Technology*).

Type	Alliage	Plage de température (°C)	Coefficient de Seebeck ($\mu\text{V.K}^{-1}$) à 20°C
B	Platine-30%Rhodium / Platine-6%Rhodium	0 à 1820	0
E	Chromel / Constantan	-270 à 1000	60,5
J	Fer / Constantan	-210 à 1200	51,5
K	Chromel / Alumel	-270 à 1372	40,3
N	Nicrosil / Nisil	-270 à 1300	26,6
R	Platine / Platine-13%Rhodium	-50 à 1768	6
T	Cuivre / Constantan	-270 à 400	40,3

TABLE 2.2 – Caractéristiques des thermocouples standards (source : NIST)

De manière générale, l'avantage du thermocouple vis à vis d'une sonde résistive, est lié à la localisation de la mesure. En toute situation, un thermocouple dont la réponse statique a été vérifiée (cf. tableau 2.2) nous informera de la température "vraie" de sa jonction. Plus précisément, il s'agira de la température du point de séparation entre ses deux matériaux constitutifs.

Dans ce travail, un thermocouple de **type S** a été utilisé. Le traitement de la température s'effectue en utilisant les coefficients de la table 2.3. Les X_n correspondent respectivement aux coefficients de conversion c_i température / tension et b_i tension / température. Les coefficients du polynôme de conversion de la température en tension ($T^\circ \Rightarrow E$) ont été déterminés par le NIST, pour une gamme de température allant de -50 °C à 1064 °C. Les coefficients du polynôme inverse, c'est-à-dire ceux de conversion tension / température ($E \Rightarrow T^\circ$), ont été adaptés pour travailler dans la gamme de température -50/1200 °C. Un polynôme a été généré en utilisant les données des polynômes dans la gamme de température allant de -50 à 250 °C et de 250 à 1200 °C.

En régime continu (DC), la correction de soudure froide est effectuée par rapport à la température de référence indiquée par une sonde Pt1000 placée au voisinage des conducteurs d'argent (cf. figure 2.6). Nous avons vérifié que ceux-ci sont suffisamment conducteurs (thermiquement) pour qu'ils soient thermalisés à température ambiante. En régime périodique (AC), ou plus généralement en régime dynamique, la variation de température s'obtient directement en divisant la tension par le coefficient de Seebeck à la

température statique DC : $\Delta T = \frac{\Delta U}{\sigma_{T_{DC}}(T)}$. Cette approximation est réaliste si la variation de température ΔT reste faible (25 - 30 °C).

Coefficients de température	Polynôme de conversion $T^{\circ} \Rightarrow E$	Polynôme de conversion $E \Rightarrow T^{\circ}$
Gamme de température ($^{\circ}C$)	-50 à 1064	-50 à 1200
X_0	0,000 000 000	-0,122 638 580 254 693
X_1	5,403 133 086 31	0,186 645 256 034 229
X_2	$1,259 342 897 40 \times 10^{-2}$	$-7,829 9734 494 464 37 \times 10^{-5}$
X_3	$-2,324 779 686 89 \times 10^{-5}$	$6,588 579 925 468 409 \times 10^{-8}$
X_4	$3,220 288 230 36 \times 10^{-8}$	$-4,160 178 200 931 134 \times 10^{-11}$
X_5	$-3,314 651 963 89 \times 10^{-11}$	$1,815 268 176 321 127 \times 10^{-14}$
X_6	$2,557 442 517 86 \times 10^{-14}$	$-5,427 735 397 174 568 \times 10^{-18}$
X_7	$-1,250 688 713 93 \times 10^{-17}$	$1,116 245 567 777 319 \times 10^{-21}$
X_8	$2,714 431 761 45 \times 10^{-21}$	$-1,574 101 642 114 063 \times 10^{-25}$

TABLE 2.3 – Coefficients de conversion pour un thermocouple de type S

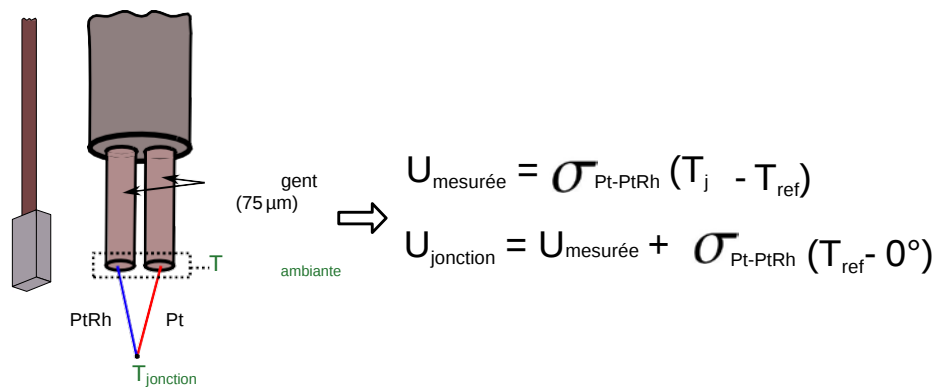


FIGURE 2.6 – Schéma d'un thermocouple

2.2/ DISPOSITIFS EXPÉRIMENTAUX

Dans le cadre de ce travail de thèse, nous avons utilisé des thermocouples bifilaires fabriqués au sein du laboratoire FEMTO-ST par Laurent Thiery. Nous avons intégré ces thermocouples dans le microscope thermique développé durant ces travaux de recherche, ce qui nous permet d'obtenir des images thermiques tel qu'un SThM. Nous présentons ici le processus de fabrication des sondes thermiques bifilaires, le microscope ainsi que la partie instrumentale.

2.2.1/ MICRO-THERMOCOUPLES BIFILAIRES

Les thermocouples sont très largement utilisés en milieu industriel. Cependant, seuls les diamètres supérieurs à $25 \mu\text{m}$ sont commercialisés. Depuis plus d'une quinzaine d'années, le laboratoire FEMTO-ST a acquis de l'expérience dans la fabrication et l'utilisation de sondes micro-thermocouples bifilaires, notamment grâce aux travaux de Laurent Thiery [8, 62]. Durant cette période, il a perfectionné la réalisation des thermo-

couples de type K de diamètre $7,6\ \mu\text{m}$ et de type S de $0,5$ à $5\ \mu\text{m}$ de diamètre. La taille des sondes est limitée ici par le diamètre des fils que peuvent proposer les fournisseurs.

La fabrication des micro-thermocouples est réalisée par une technique de soudage de type décharge capacitive, ce qui permet d'avoir une fusion très localisée. Les micro-thermocouples sont fabriqués manuellement.

Dans le domaine de la microscopie thermique, la technique par décharge capacitive a été utilisée par Majumdar en 1993 [48] sur des fils de $25\ \mu\text{m}$ de diamètre. Cette technique, dérivant du soudage par point [63, 64], a ensuite été adaptée dans notre laboratoire pour la fabrication de thermocouples en "V". C'est une technique qui consiste à créer un arc électrique entre les deux conducteurs. La fusion obtenue provient d'un circuit électrique dont les paramètres (tension et capacité) sont ajustés, ce qui facilite la maîtrise de la taille de la jonction. Le principe est décrit en figure 2.7.

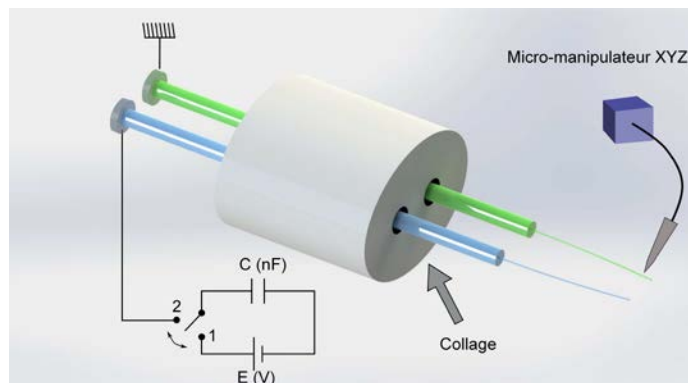


FIGURE 2.7 – Principe de décharge capacitive pour la réalisation de thermocouples

A titre d'exemple, il faut respectivement $200\ \text{V}_{DC} / 125\ \text{nF}$ et $200\ \text{V}_{DC} / 75\ \text{nF}$ pour des thermocouples de type K (diamètres $12,7\ \mu\text{m}$ et $7,6\ \mu\text{m}$), $80\ \text{V}_{DC} / 4\ \text{nF}$ et $80\ \text{V}_{DC} / 2\ \text{nF}$ pour des thermocouples de type S ($5\ \mu\text{m}$ et $1,3\ \mu\text{m}$). Ces paramètres ne sont qu'indicatifs et dépendent des conditions d'hygrométrie, des fils (propreté, longueur, géométrie de l'extrémité du fil) mais également de l'utilisateur.

Les jonctions obtenues étant très fragiles, il a fallu un support adapté pour manipuler les thermocouples. Les deux fils conducteurs sont donc insérés dans un support en céramique, ce qui permet d'isoler électriquement les fils entre eux. Un point de colle à l'extrémité de la gaine céramique oblige ces fils à rester solidaires du support. On peut clairement distinguer ces éléments sur la figure 2.8.

Les fils de Wollaston (platine et platine-rhodié) sont les fils commercialisés possédant les diamètres les plus faibles. C'est pourquoi nous utilisons des thermocouples bifilaires de type S. Ils offrent la possibilité d'obtenir des résolutions spatiales de l'ordre du micron avec des temps de réponse estimés inférieurs à la milliseconde. Contrairement aux couches minces, déposées sur un substrat qui fait généralement office de pont thermique, les fils sont moins invasifs. Ils s'utilisent par ailleurs sur des gammes de températures qui vont de l'ambiante à plus de $800\ ^\circ\text{C}$.

La fabrication des micro-thermocouples se fait en plusieurs étapes. Il faut premièrement dénuder l'extrémité des fils par attaque chimique. La gaine d'argent est donc dissoute sur la longueur de notre choix (la distance minimale étant celle qui correspond au ménisque provenant du contact avec la surface du liquide). Les deux fils sont insérés

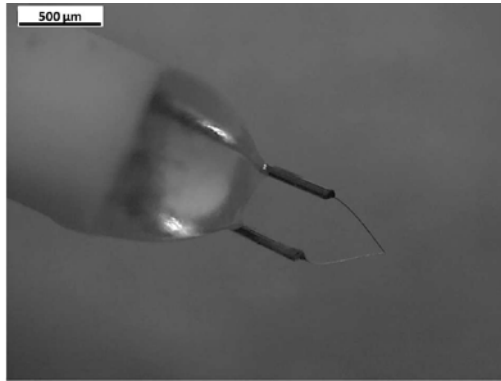


FIGURE 2.8 – Thermocouple de type S, 5 µm de diamètre, dans son support céramique

dans le support en céramique, puis sont légèrement courbés pour prendre la forme d'un "V" avant d'être connectés électriquement pour réaliser la jonction. Le thermocouple est finalement chauffé à hautes températures par effet Joule pour éliminer toutes les impuretés.

2.2.2/ PRÉSENTATION DU MICROSCOPE

Le microscope que nous avons utilisé a été entièrement réalisé dans le cadre de cette thèse (cf. figure 2.9). Par conséquent, des pièces mécaniques ont été fabriquées pour adapter les nombreuses tables de déplacement (nanométriques ou micrométriques) suivant les trois axes X, Y et Z. Par ailleurs, nous avons développé complètement le système de gestion de balayage et de mesure de température à l'aide du logiciel "Visual Basic".



FIGURE 2.9 – Présentation de la partie expérimentale

Le microscope est composé d'une potence en marbre puis est disposé sur une table en marbre soutenue par un support de table anti-vibratoire à air comprimé. L'échantillon se déplace horizontalement par rapport à la sonde, qui effectue quant à elle des déplacements verticaux. Ainsi, trois tables de déplacement manuelles permettent de déplacer grossièrement la sonde solidaire de l'axe Z (précision de quelques dizaines de micromètres), et l'échantillon suivant les directions X et Y. Trois autres tables, quant à elles, piézoélectriques, donnent lieu à des déplacements plus précis de l'ordre du nanomètre. Ces dernières peuvent être gérées via un ordinateur ou directement à l'aide d'un contrôleur. Nous avons utilisé des tables XY "SmarAct" (SLC 1730 et son contrôleur MCS) et Z "Physik Instrument" (Piézo-actionneur M-231.17 et son contrôleur Mercury C-663).

Un système de vision par caméra CCD avec un objectif de microscope (x5) permet de visualiser le placement de la sonde par rapport à l'échantillon et permet notamment de détecter le contact (flexion des fils du thermocouple sur le dispositif). En l'absence de moyen de détection de contact, nous avons défini un plan avec trois points de référence. Les échantillons étant planaires, nous pouvons donc connaître précisément le trajet que doit effectuer la sonde pour des coordonnées en X et en Y données. Le balayage est automatique et nous vérifions, pour des coordonnées XY aléatoires, si la sonde vient au contact pour la distance en Z définie par le plan. Le balayage se fait point par point, c'est-à-dire que la sonde descend d'une distance Z_1 pour venir au contact, effectue les mesures de température, remonte de la même distance Z_1 . Ensuite, l'échantillon se décale horizontalement et ainsi de suite.

Ce principe de mesure convient lorsque la surface ne comporte pas de structure dont le relief excède typiquement $1\ \mu\text{m}$. Dans le cas contraire, il est nécessaire de gérer la problématique d'une détection du contact. Cet aspect est critique en mode actif et sera abordé au chapitre suivant.

Les microsystèmes chauffants généralement étudiés sont des dispositifs de test utilisant un ou plusieurs éléments chauffants résistifs. On peut donc les alimenter en courant continu (DC) ou alternatif (AC) ou encore les deux (offset DC + composante AC). Le thermocouple est connecté à un amplificateur à détection synchrone (Stanford Research Systems - SR850) et un multimètre (Keithley 2700) pour extraire respectivement la composante AC et DC. La référence du détecteur synchrone est synchronisée avec le générateur de courant qui va permettre à l'échantillon d'être actif. Une résistance de platine Pt1000 permet d'avoir une information sur la température ambiante. Le schéma de principe de la partie instrumentale est présenté en figure 2.10.

Lors du balayage, le système d'acquisition (ordinateur) enregistre les divers paramètres (position horizontale de l'échantillon, composantes AC et DC du thermocouple, température ambiante) pour obtenir une image thermique. Contrairement à des microscopes tels que le STM ou l'AFM, les temps d'acquisition sont très longs, de l'ordre de la seconde, car il est nécessaire, pour chaque point, d'attendre que l'équilibre thermique entre la sonde et la surface s'établisse (composante DC). Ce temps est bien sûr dépendant de l'échantillon et des conditions de dissipation de la chaleur.

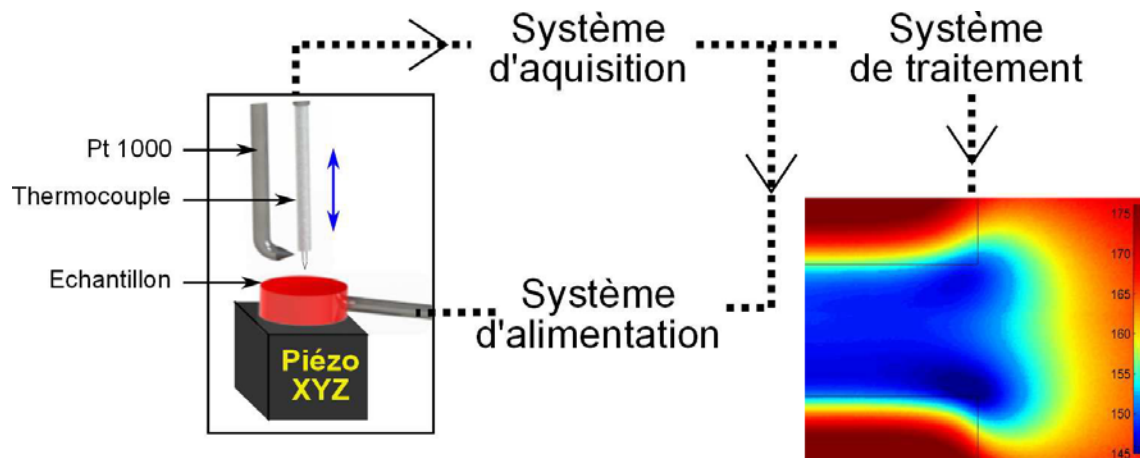


FIGURE 2.10 – Schéma de principe du microscope thermique en mode passif

2.3/ PROBLÉMATIQUE DU CONTACT : INTERACTION POINTE - SURFACE

L'interaction entre la pointe de la sonde et la surface à étudier est caractérisée par différents mécanismes de transfert de chaleur. Le contact présente des imperfections qui jouent un rôle important du point de vue de la conduction thermique. À l'air ambiant, l'interaction fait intervenir des effets de conduction (via l'air, solide-solide et via le ménisque d'eau), de convection et de rayonnement. La conduction est le mode de transfert prépondérant (cf. figure 2.11).

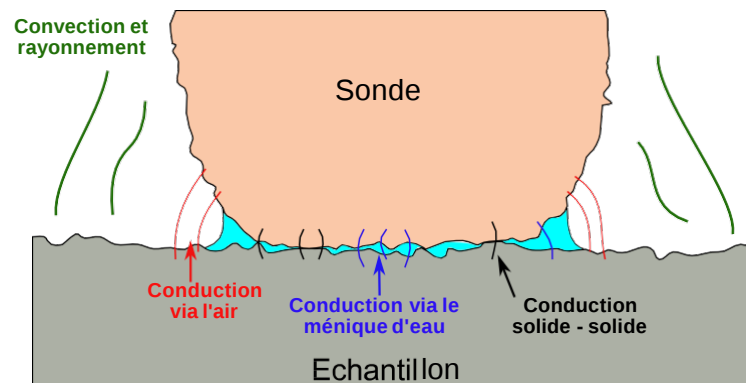


FIGURE 2.11 – Représentation des modes de transfert thermique entre une sonde et un échantillon

Un des problèmes actuels de la microscopie thermique vient de l'absence d'une méthode fiable et reconnue par tous les utilisateurs, permettant de quantifier de manière expérimentale l'erreur inhérente au contact d'une microsonde de température sur une surface ou un micro-objet. Seules quelques estimations ont été faites, la plus connue sans doute a été présentée par Shi et Majumdar [65, 19, 66].

Dans le cadre de sa thèse, Li Shi [67] a défini le terme de "réponse thermique" (thermal response) sous la forme d'une droite donnée par le rapport : $\Delta T_p / \Delta T_s$. Il compare

l'élévation de température donnée par le capteur (T_p) à celle de la surface supposée vraie (T_s). En effet, la température de la surface correspond à la valeur moyenne du conducteur sur lequel est posée la sonde, obtenue par mesure résistive (cf. figure 2.12).

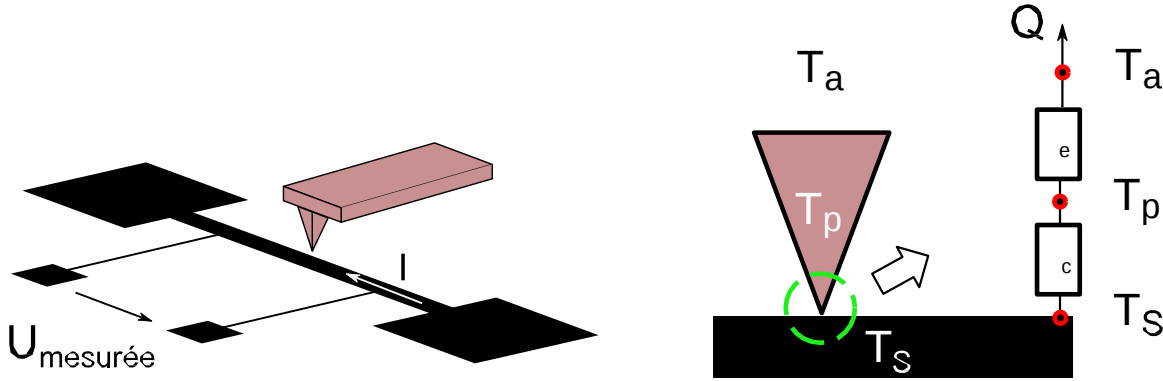


FIGURE 2.12 – Étalonnage du contact réalisé par Shi

Dans cette approche, seules les résistances de la sonde (R_e) et du contact entre la pointe et la surface (R_c) sont prises en compte. La réponse thermique étant une droite, nous pouvons considérer qu'elle est équivalente à la valeur locale dT_p/dT_s . En partant du flux de chaleur dissipé de la surface de l'échantillon vers la température ambiante, nous avons :

$$Q = \frac{T_s - T_a}{R_e + R_c} = \frac{T_p - T_a}{R_e} \quad (2.9)$$

Ainsi l'égalité donne :

$$\frac{T_p - T_a}{T_s - T_a} = \frac{R_e}{R_e + R_c} \quad (2.10)$$

Li Shi [67] utilise le rapport des résistances comme caractéristique de la sonde et définit le rapport suivant :

$$\Phi = \frac{R_e}{R_c}, \quad \text{d'où} \quad \frac{\Delta T_p}{\Delta T_s} = \frac{\Phi}{\Phi + 1} \quad (2.11)$$

Nous pouvons remarquer qu'une sonde indiquera une température d'autant plus proche de la température de surface que si le rapport Φ est élevé, ce qui implique par conséquent que R_e doit être largement supérieur à R_c .

Shi propose par ailleurs une définition de la résolution latérale, basée sur le même rapport tel que :

$$\Delta x = \frac{\Delta T_n}{\frac{dT_p}{dx}} = \frac{\Phi + 1}{\Phi} \frac{\Delta T_n}{\frac{dT_s}{dx}} \quad (2.12)$$

Dans cette équation, ΔT_n représente le bruit de la chaîne de mesure et dT_p/dx le gradient de température latéral mesuré, que nous pouvons relier à dT_s/dx . On remarque

que la résolution latérale est inversement proportionnelle à la réponse thermique de la sonde. Par conséquent, plus Φ est élevé, meilleure sera la résolution, qui dépend donc de la sonde mais également de la nature de l'échantillon.

En effet, même si la réponse thermique semble indépendante du niveau de température, elle n'est pas une donnée intrinsèque d'une sonde. Elle dépend de la surface de l'échantillon chauffant, en particulier de la dimension latérale de la source chaude. Shi a mesuré cette réponse sur des dépôts d'or de différentes largeurs sur substrat massif de SiO_2 (oxyde sur wafer de silicium), sur lequel on peut considérer que l'effet de refroidissement dû au puits de chaleur de la sonde est négligeable. De la même manière, des mesures ont été effectuées avec les micro-thermocouples que nous utilisons [68]. Un capteur identique à la sonde de contact ($1,3 \mu\text{m}$ de diamètre) est soudé sur un conducteur "massif" de platine ($70 \mu\text{m}$ de diamètre) par décharge capacitive. Il permet d'indiquer la valeur de la température de surface T_s . La figure 2.13 présente la technique de mesure de la réponse thermique Φ sur un substrat massif.

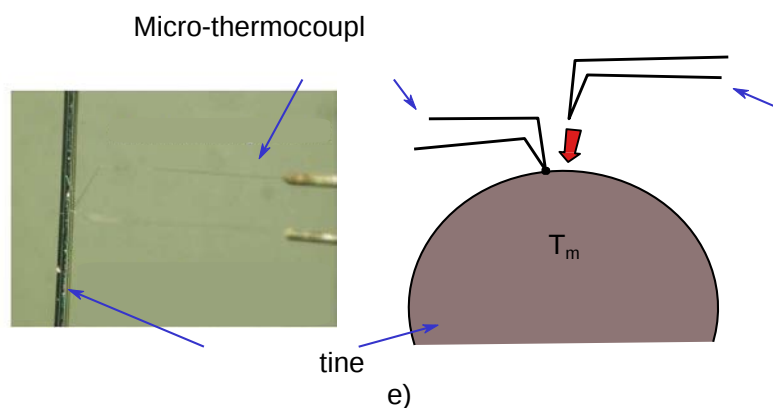


FIGURE 2.13 – Mesure de la réponse thermique Φ sur un substrat massif

Les valeurs obtenues confirment cette indépendance avec la température de la source chaude, les valeurs moyennes sont indiquées dans le tableau 2.4, dans lequel figurent les valeurs de synthèse des publications de Shi et Majumdar [66]. Nous considérerons la valeur obtenue sur le conducteur le plus large ($> 50 \mu\text{m}$) comme valeur asymptotique telle que supposée par les auteurs, à comparer avec les valeurs indiquées pour nos thermocouples.

	Sonde de Shi sur des dépôts de différentes largeurs				Sonde de Thierry sur du platine de $70 \mu\text{m}$ de diamètre	
	$0,2 \mu\text{m}$	$6 \mu\text{m}$	$50 \mu\text{m}$	$> 50 \mu\text{m}$	TC $5 \mu\text{m}$	TC $1,3 \mu\text{m}$
$\frac{\Delta T_p}{\Delta T_s} = \frac{\Phi}{\Phi+1}$	0,05	0,31	0,36	0,39	0,92	0,96
$\Phi = \frac{R_e}{R_c}$	0,06	0,45	0,55			

TABLE 2.4 – Étude des réponses thermiques et du rapport Φ pour différentes largeurs de pistes [66, 67]. Comparaison avec des thermocouples TC de $5 \mu\text{m}$ et $1,3 \mu\text{m}$. Le support utilisé est ici un fil de platine de $70 \mu\text{m}$ de diamètre [69, 68]

Ces valeurs justifient clairement notre volonté d'exploiter les micro-thermocouples bifilaires, dont la valeur de Φ reste très supérieure à celle des sondes obtenues par dé-

pôt sur support tels que les cantilevers. Elles ne donnent toutefois qu'une indication sur la justesse que l'on peut attendre de la sonde. Thierry a ainsi proposé l'utilisation de micro-plaques chauffantes. En effet, ces micro-dispositifs chauffants sont alimentés électriquement et offrent des caractéristiques tension-courant-température qui permettent un contrôle de la puissance dissipée par effet Joule au dixième de microwatt sur une gamme de température de surface pouvant atteindre 900 °C. Le bilan de puissance permettant d'extraire le flux dissipé par la sonde se fait par différence entre la puissance consommée avec et sans contact (cf. figure 2.14).

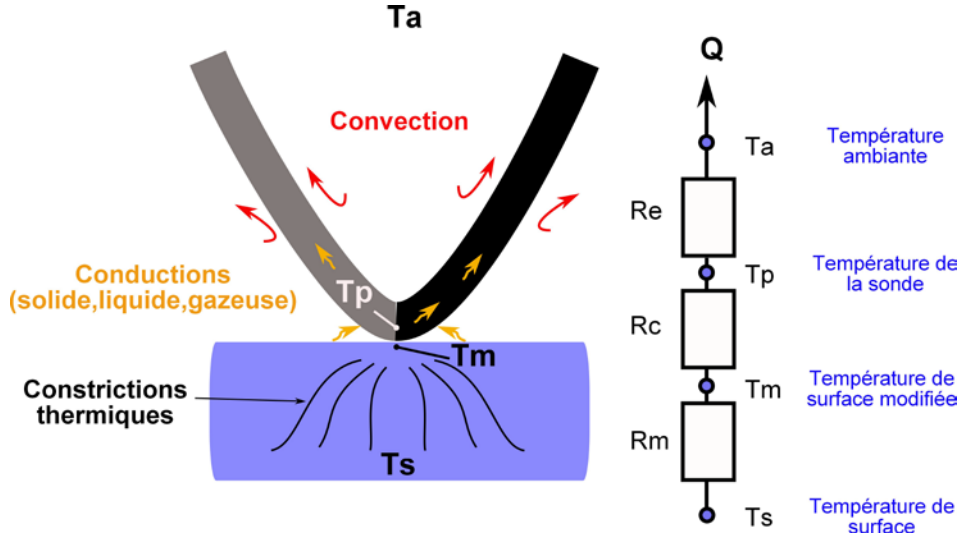


FIGURE 2.14 – Contact d'un micro-thermocouple et représentation des résistances thermiques

Si la zone chauffée est suffisamment étendue, la perturbation de la sonde reste localisée et l'effet du contact se traduit par un refroidissement localisé autour du point de contact. On peut ainsi s'appuyer sur cet écart de température pour définir une nouvelle résistance thermique, R_m , dit de macro-constriction, qui traduit l'effet de refroidissement de la surface. Le flux de chaleur reste inchangé, mais s'écrit maintenant :

$$Q = \frac{T_p - T_a}{R_e} = \frac{T_m - T_p}{R_c} = \frac{T_s - T_m}{R_m} = \frac{T_s - T_a}{R_e + R_c + R_m} \quad (2.13)$$

L'écriture de la réponse thermique, notée τ , s'exprime donc différemment :

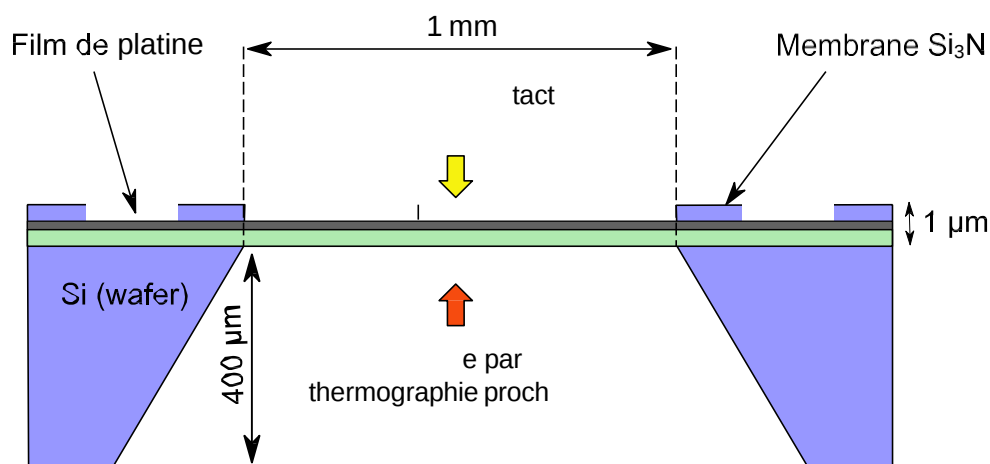
$$\tau = \frac{T_p - T_a}{T_s - T_a} = \frac{R_e}{R_e + R_c + R_m} = \frac{\Delta T_p}{\Delta T_s} \quad (2.14)$$

On remarquera que cette réponse τ tend idéalement vers 1, on peut donc l'exprimer en %. On peut retrouver les expressions de Shi *et al.* en considérant une surface non perturbée, dotée d'une résistance R_m nulle. Nous avons alors les valeurs du tableau 2.4, avec :

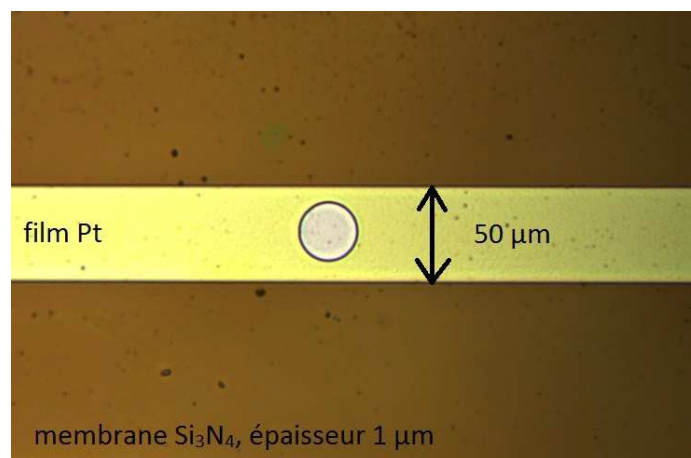
$$\tau = \frac{\Phi}{\Phi + 1} \quad (2.15)$$

Pour quantifier la puissance absorbée par la sonde, il est donc impératif de disposer d'un micro-système chauffant dont la valeur de R_m est suffisamment importante. C'est le cas pour les micro-plaques chauffantes développées à l'Institut de MicroTechnique (IMT SAMLAB de Neuchâtel, Suisse). La méthode utilisée alors s'appuyait sur l'utilisation de deux sondes (double-contact) pour quantifier l'effet de refroidissement sur le dispositif chauffant [68], principe assez lourd à mettre en pratique.

Nous avons repris ces mesures en nous appuyant sur l'utilisation du microscope à thermographie visible-proche infrarouge [7] développé au sein du laboratoire par Teys- sieux *et al.* pour suivre la variation de température de la zone de contact. Nous avons utilisé un nouveau dispositif chauffant sous la forme d'un conducteur rectiligne. Pour assurer un contact direct entre la jonction du thermocouple et le conducteur chauffant, un orifice circulaire a été ouvert par gravure ionique réactive (DRIE). Comme le montre la figure 2.15 (b), la largeur du conducteur est de 50 μm (épaisseur 200 nm) et l'orifice a un diamètre de 35 μm .



(a) Schéma du dispositif utilisé pour la calibration de la sonde



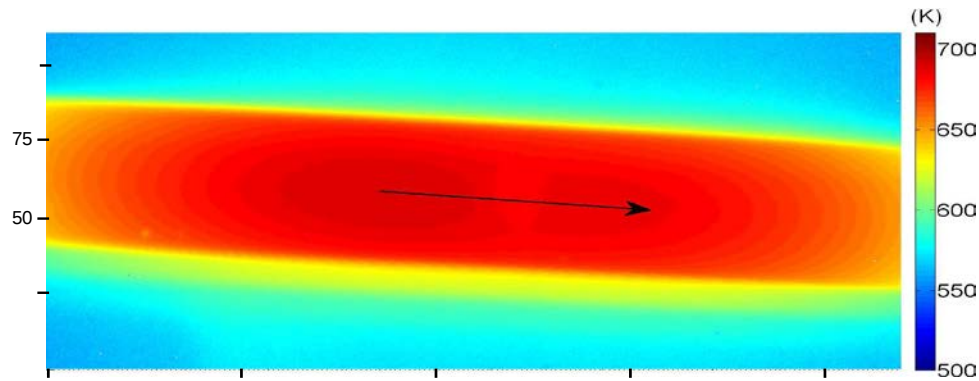
(b) Photographie de l'échantillon

FIGURE 2.15 – Dispositif utilisé pour étudier la réponse thermique

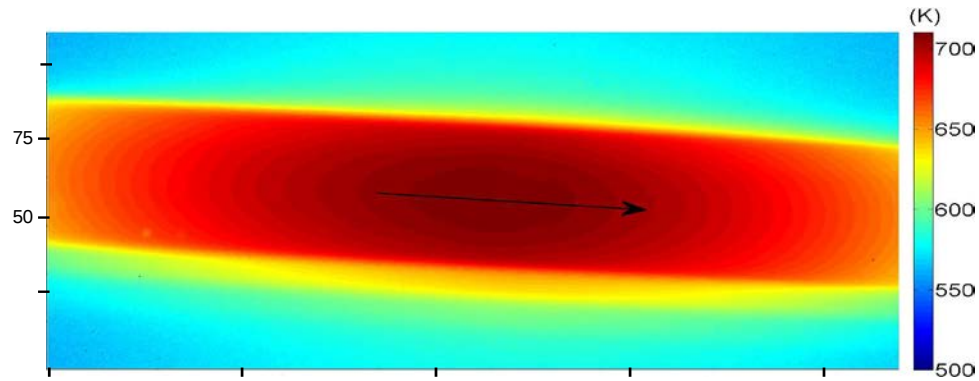
des micro-thermocouples

Le principe de la mesure consiste à alimenter le conducteur de platine, dont la température est mesurable optiquement par la face arrière, puis venir au contact avec

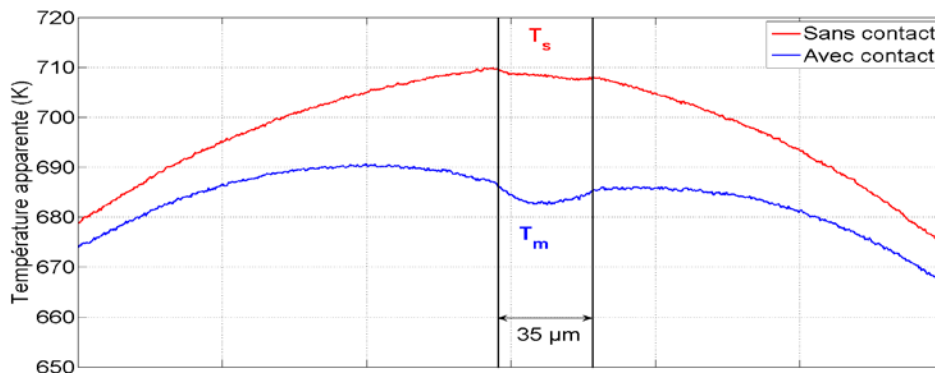
la sonde et mesurer la variation de température au point de contact. La cartographie thermique du conducteur de platine (a) avec et (b) sans contact utilisant un thermocouple de diamètre 5 μm est représentée en figure 2.16.



(a) Avec contact



(b) Sanscontact



(c) Profils longitudinaux de la température avec et sans contact (flèches des figures (a) et (b))

FIGURE 2.16 – Cartographie thermique du conducteur de platine (largeur : 50 μm) avec un thermocouple de diamètre 5 μm

La soustraction des deux images (figure 2.16 (c)) met en évidence la zone perturbée et permet de mesurer précisément le refroidissement du point de contact ($T_s - T_m$).

La puissance d'alimentation est de 55 mW et l'écart de température au point de contact est de 25 K pour une température de surface de 700 K environ. La figure 2.17 montre l'effet de refroidissement de la zone de contact pour une sonde de 5 μm .

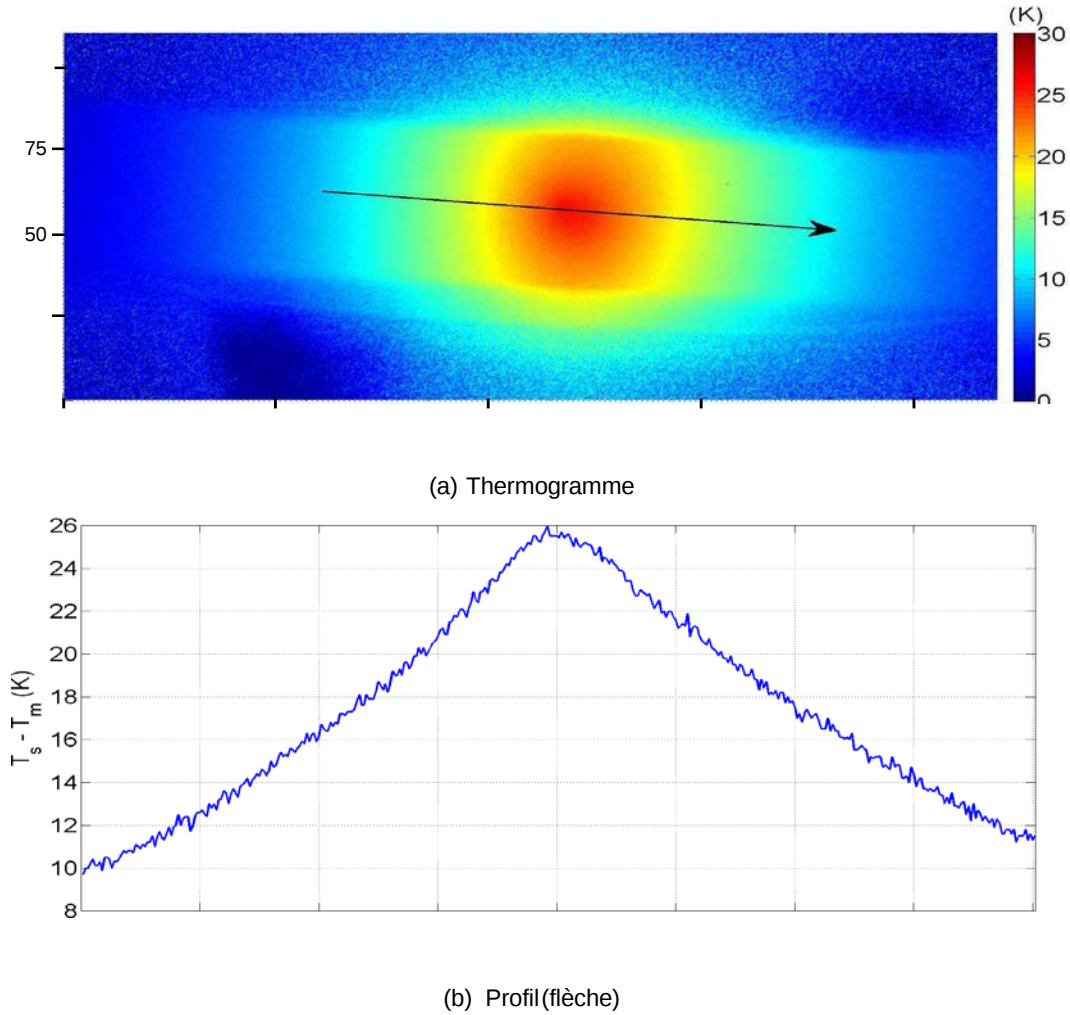


FIGURE 2.17 – Effet de refroidissement de la zone de contact, $T_s - T_m$, capteur 5 μm La même mesure effectuée avec le contact d'une sonde de 1,3 μm conduit à un écart de température au contact d'environ 6 K (cf. figure 2.18).

La réponse thermique peut être déduite des valeurs de la température de la sonde et la température ambiante mais également des écarts mesurés. Ainsi, τ est équivalent à :

$$\tau = \frac{T_p - T_a}{T_s - T_a} = \frac{T_p - T_a}{T_s - T_m + T_m - T_p + T_p - T_a} \quad (2.16)$$

Le rapport $\Phi = \frac{R_c}{R_e}$ conduit à la relation :

$$T_m - T_p = \Phi(T_p - T_a) \quad (2.17)$$

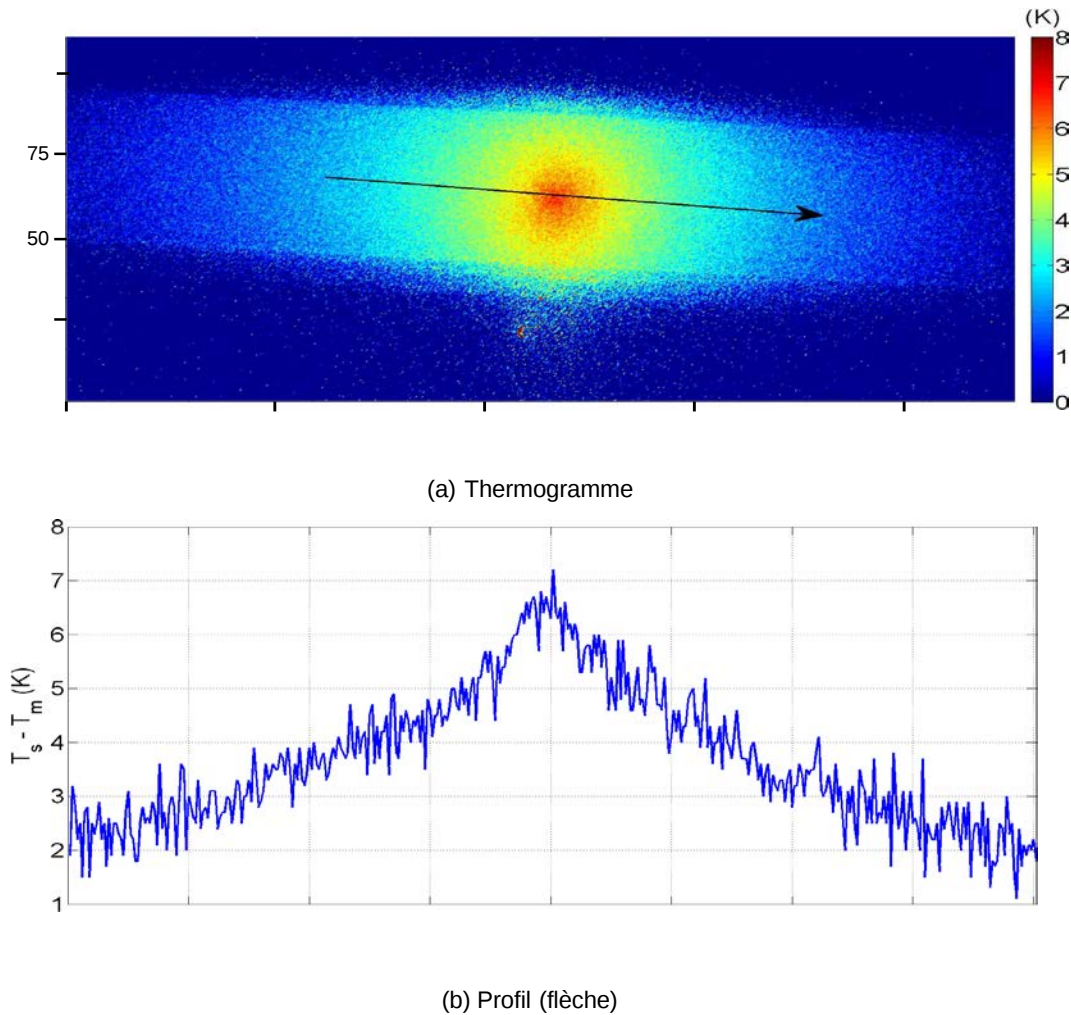


FIGURE 2.18 – Effet de refroidissement de la zone de contact, $T_s - T_m$, capteur $1,3 \mu\text{m}$

L'expression de τ s'exprime donc :

$$\tau = \frac{T_p - T_a}{T_s - T_m + (\Phi + 1)(T_p - T_a)} \quad (2.18)$$

A titre d'exemple, la réponse thermique τ d'un thermocouple $5 \mu\text{m}$ est de l'ordre de 86,5% et celle d'un thermocouple $1,3 \mu\text{m}$ de 95,4% [69]. Les résultats des sondes $5 \mu\text{m}$ et $1,3 \mu\text{m}$ sont donnés dans le tableau 2.5. Ils synthétisent les résultats obtenus sur les deux sondes à différents niveaux de température, compatibles avec la technique d'imagerie, autrement dit au-delà de 500 K typiquement.

Les températures quantitatives DC et AC, températures réelles de surface, sont par conséquent déterminées par la relation 2.19 [68].

$$T_{\text{surface}} = T_{\text{ambiante}} + \frac{T_{\text{sonde}} - T_{\text{ambiante}}}{\tau} \quad (2.19)$$

La quantification de la réponse thermique constitue une étape indispensable avant toute mesure de température sur un dispositif. Malheureusement, la valeur obtenue ne

TC 5 μm	$T_p (^{\circ}\text{C})$	$T_s - T_m (^{\circ}\text{C})$	$\Phi(\%)$	$\tau (\%)$	TC 1,3 μm	$T_p (^{\circ}\text{C})$	$T_s - T_m (^{\circ}\text{C})$	$\Phi(\%)$	$\tau (\%)$
	319,0	23,9	7,67	86,4		377,5	4,2	3,54	95,5
	349,6	25,0	7,67	86,7		395,5	4,3	3,54	95,5
	349,7	25,1	7,67	86,7		415,2	4,1	3,54	95,6
	358,3	25,0	7,67	86,9		433,3	5,9	3,54	95,3
	375,2	25,8	7,67	87,0		451,8	6,9	3,54	95,1
	411,9	36,6	7,67	85,4		471,4	5,9	3,54	95,4

TABLE 2.5 – Résultats de l'étalonnage des sondes thermocouples 5 μm et 1,3 μm

concerne que le couple sonde-dispositif. Ceci constitue la principale difficulté de toute mesure de température par contact lorsqu'on effectue une mesure sur un échantillon inconnu. La seule solution consisterait à fonctionner en mode flux-nul, en rendant active la sonde.

2.4/ ÉTUDES SUR DES MICRO-DISPOSITIFS CHAUFFANTS

Pour démontrer les performances de notre système, nous avons étudié un micro-dispositif chauffant utilisé pour la calibration des sondes thermocouples [68]. Nous présentons ses caractéristiques et les résultats de thermogrammes obtenus pour différentes fréquences.

2.4.1/ ÉCHANTILLON UTILISÉ POUR L'ÉTUDE EN MODE PASSIF

Un micro-dispositif chauffant fabriqué par l'IMT SAMLAB de Neuchâtel a été étudié. La membrane possède une surface de 1 mm², dans laquelle est présent un film de platine, avec une forme de serpent. Grâce à la transparence du nitrure de silicium, on peut clairement le voir sur la figure 2.19. Il s'agit d'une piste de 200 nm d'épaisseur.

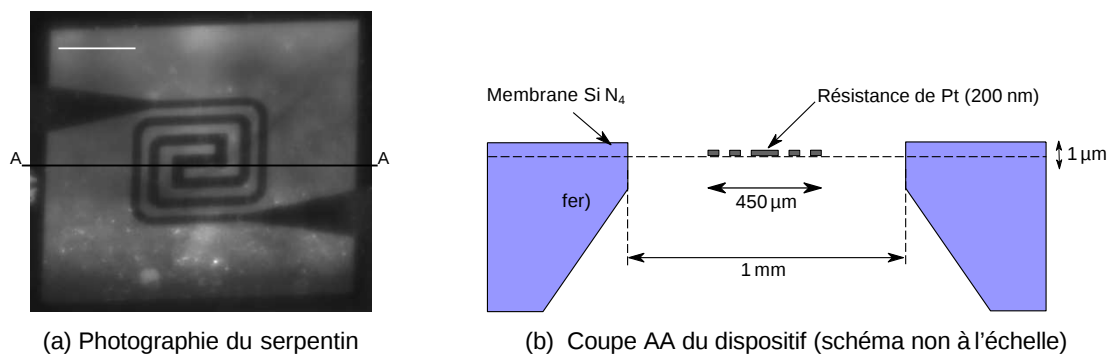


FIGURE 2.19 – Micro-plaque chauffante

Toute la structure a été optimisée pour assurer une distribution de température homogène et une faible puissance de consommation. Par exemple, il suffit d'avoir une puissance de 20 mW pour atteindre environ 250 $^{\circ}\text{C}$ au centre de l'échantillon. L'avantage ici est de pouvoir ajuster la puissance du dispositif grâce au générateur de courant.

Nous avons étudié les réponses thermiques en fréquence de l'échantillon et de la sonde, utilisées pour caractériser les propriétés thermiques de la micro-plaque chauffante. Nous avons alimenté le dispositif et la sonde avec un courant alternatif à la fréquence f et nous avons extrait la composante $3f$. En effet, l'effet Joule généré produit une élévation de la température à la fréquence $2f$, ce qui entraîne une variation de résistance à la même fréquence $2f$, mesurable à l'aide d'un détecteur synchrone à travers la tension de l'harmonique $3f$. La tension mesurée provient du courant à la fréquence f et de la résistance électrique à la fréquence $2f$. La comparaison des deux réponses en fréquence est faite en figure 2.20.

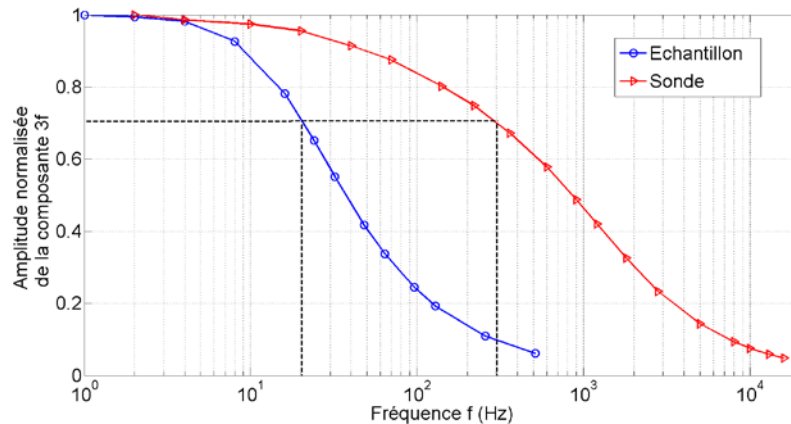


FIGURE 2.20 – Comparaison de la réponse en fréquence de la micro-plaque chauffante et de la sonde thermocouple $1,3 \mu\text{m}$

La fréquence de coupure est la fréquence pour laquelle l'amplitude maximale est atténuée de $\frac{1}{\sqrt{2}}$. Les fréquences de coupure correspondant respectivement à la sonde et à l'échantillon sont de 300 Hz et 20 Hz. Par conséquent, le thermocouple est capable de mesurer des températures de surface périodiques de l'échantillon puisque sa fréquence de coupure est largement supérieure à celle du dispositif.

2.4.2/ ÉTUDES THERMIQUES DE LA MICRO-PLAQUE CHAUFFANTE

Nous avons alimenté la micro-plaque chauffante avec un courant AC. À chaque étape du balayage XY de l'échantillon, trois composantes en température sont alors enregistrées : DC, amplitude et phase $2f$.

En changeant la fréquence du courant injecté dans le dispositif, différents contrastes thermiques apparaissent. La figure 2.21 présente un balayage entier de la membrane [70, 71].

Un point tous les $10 \mu\text{m}$ a été fait pour un balayage de $1050 \times 1050 \mu\text{m}^2$. L'échantillon est alimenté avec un courant alternatif efficace de 10 mA et une fréquence de 272 Hz. L'amplitude dynamique en tension efficace, avant sa conversion en température, est mesurée en μV . On remarque que la température statique en figure 2.21 (b) met en évidence l'homogénéité de la partie centrale de la micro-plaque chauffante tandis que les composantes dynamiques montrent des contrastes très intéressants en amplitude et en phase (cf. figures 2.21 (d) et 2.21 (c)). La phase correspond au retard généré entre la source de courant à la fréquence f et le signal extrait à la fréquence $2f$, signal représentant les effets de la diffusion thermique dans le matériau. La section du serpentin est plus

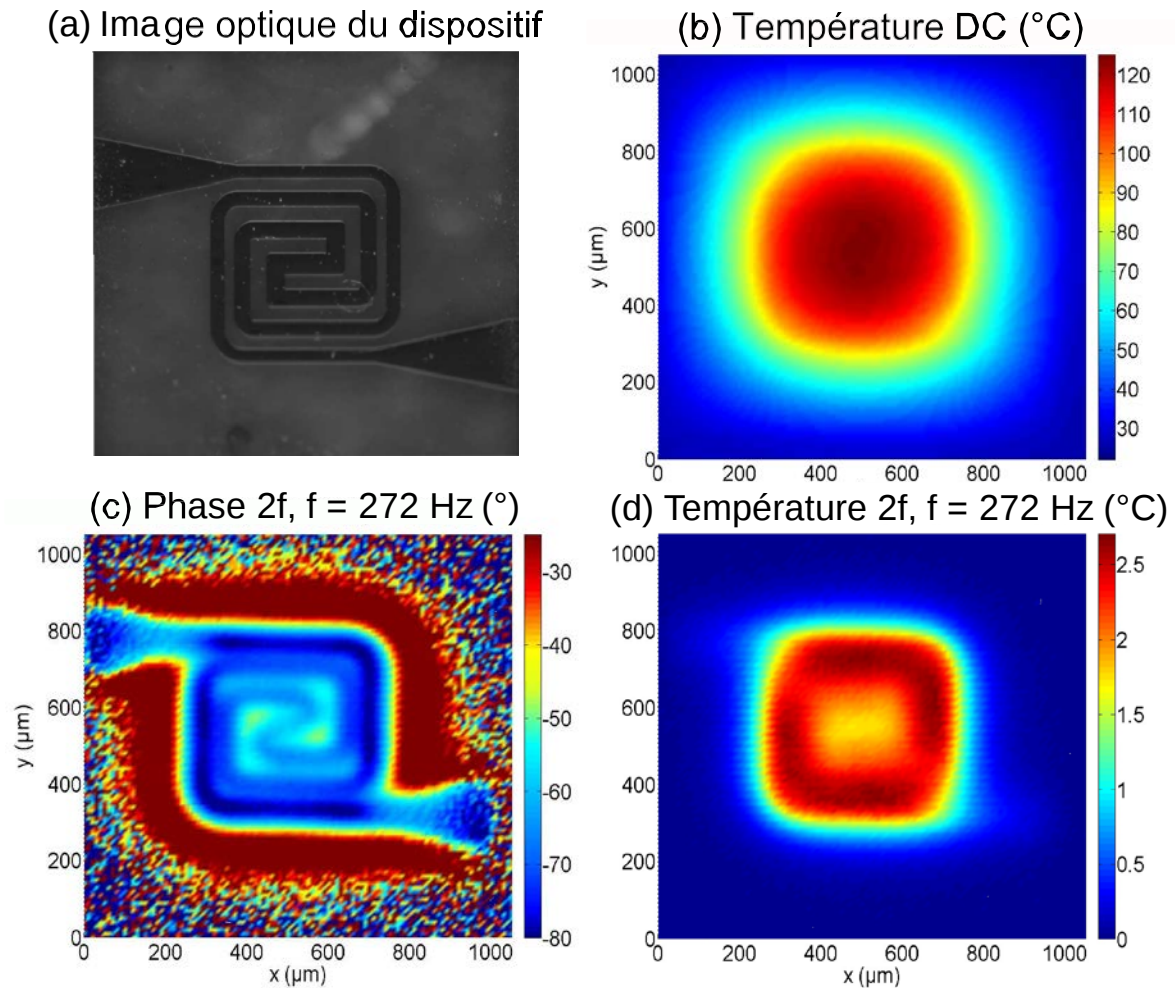


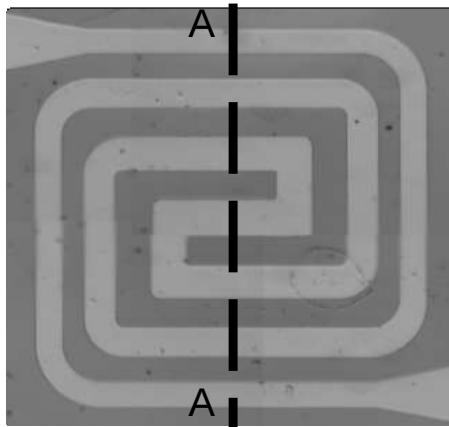
FIGURE 2.21 – Images des températures AC et DC de la micro-plaque chauffante alimentée avec un courant AC à la fréquence $f = 272$ Hz

importante au centre qu'au niveau de la partie périphérique c'est pourquoi l'amplitude $2f$ est plus élevée au niveau de la partie extérieure de la piste de platine (cf. figure 2.21 (d)).

Faire varier la fréquence de l'alimentation en courant nous permet de mettre en évidence ce phénomène. Ainsi, les figures 2.22 et 2.23 présentent différentes images du dispositif pour un courant efficace de 12 mA et des fréquences allant de 10 à 850 Hz. Pour limiter les temps de balayage et augmenter la résolution de l'image, nous n'avons étudié que la partie centrale de la membrane, soit un carré de 560 μm de côté avec des pas de 4 μm .

La température statique est la même quelle que soit la fréquence d'alimentation du dispositif. À basses fréquences, la distribution de température statique (DC) et dynamique (AC) est identique. Nous remarquons par ailleurs que la géométrie du serpentin apparaît plus nette lorsque la fréquence augmente. Cependant, compte tenu de la bande passante du thermocouple et du dispositif chauffant, l'amplitude $2f$ diminue alors que le contraste en phase augmente pour une fréquence donnée. L'amplitude dépend fortement de la puissance dissipée dans la plaque chauffante alors que la phase ne dépend que de la nature du matériau. À hautes fréquences, notamment supérieures à la fréquence de

Image optique du dispositif



Température DC (°C)

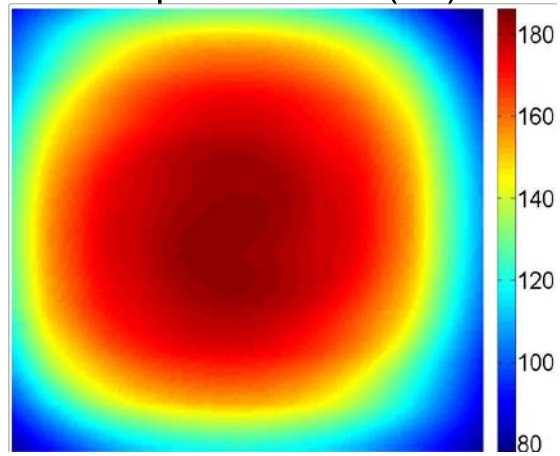
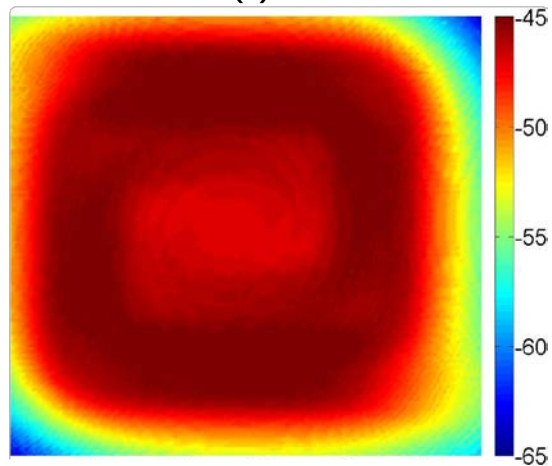
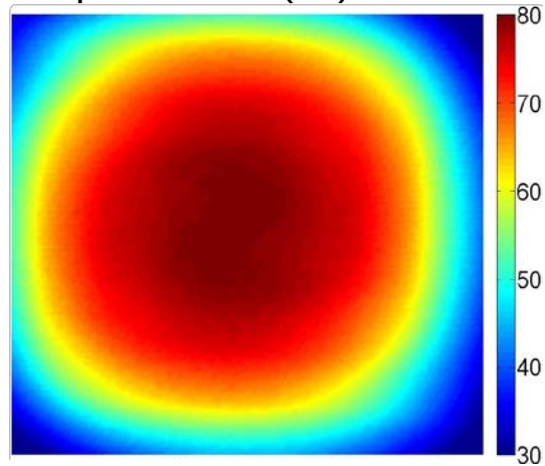
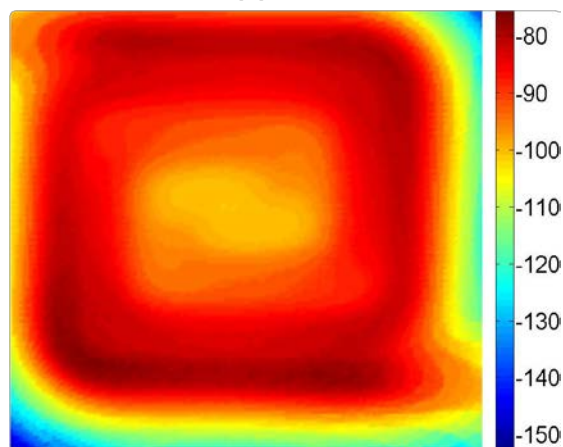
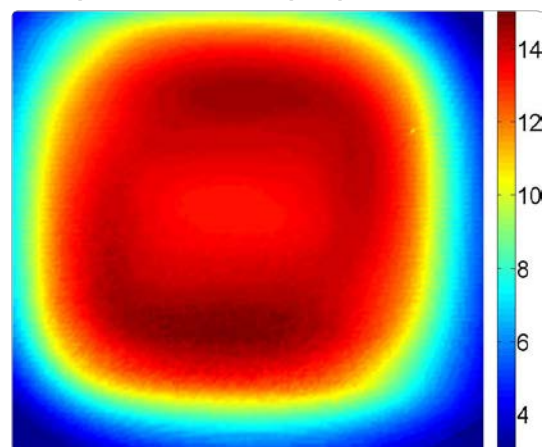
Phase $2f$ (°), $f = 10$ HzTempérature $2f$ (°C), $f = 10$ HzPhase $2f$ (°), $f = 80$ HzTempérature $2f$ (°C), $f = 80$ Hz

FIGURE 2.22 – Images des températures AC et DC de la micro-plaque chauffante alimentée avec un courant AC pour des fréquences de 10 et 80 Hz (carré de $560\text{ }\mu\text{m}$ de côté par pas de $4\text{ }\mu\text{m}$)

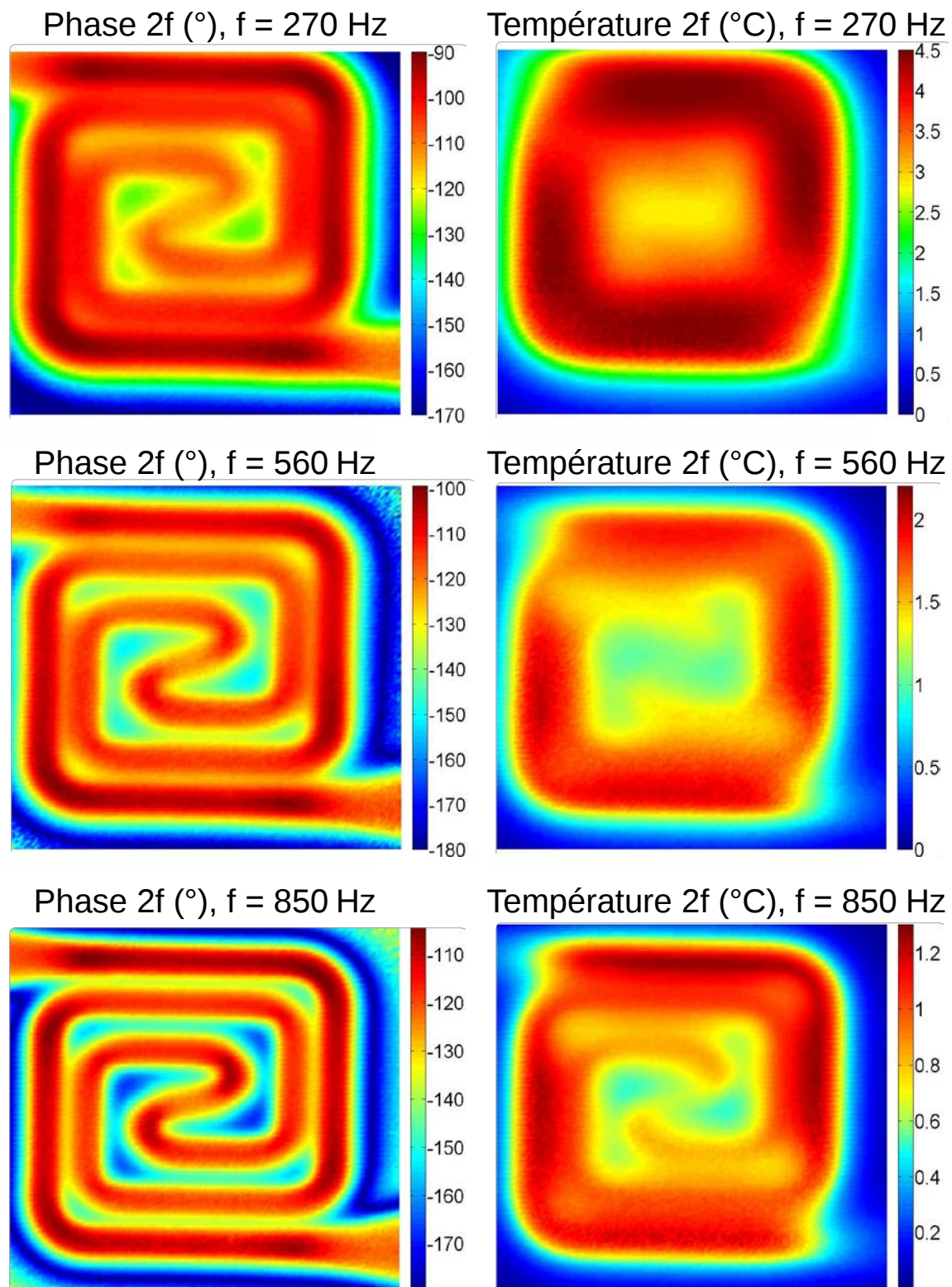


FIGURE 2.23 – Images des températures AC et DC de la micro-plaque chauffante alimentée avec un courant AC pour des fréquences de 270, 560 et 850 Hz (carré de 560 μm de côté par pas de 4 μm)

coupure, le serpentin est clairement visible (amplitude et phase). Ici, le nitrure de silicium agit comme un isolant thermique, ce qui induit un fort contraste en amplitude et en phase.

De nombreux échantillons ont été étudiés lors de ces trois années de thèse permettant de mettre en évidence la répartition de température dans les dispositifs mais aussi l'influence de la fréquence d'excitation sur la réponse thermique en amplitude et en phase. Nous avons traité des échantillons pour lesquels une piste de platine était insérée dans une membrane de nitrure de silicium ou encore déposée sur un substrat de pyrex ou de silicium.

Ces échantillons ont été exploités pour déterminer la diffusivité "a" des différents substrats. Dans ce chapitre, nous avons étudié principalement des échantillons pour lesquels une piste de platine était intégrée dans une membrane de nitrure de silicium. Déterminons par conséquent les paramètres thermophysiques de cette membrane. Nous avons utilisé une piste de platine de 20 μm de large pour une épaisseur de 200 nm intégrée dans une membrane de 1 μm d'épaisseur (échantillon développé par l'IMT SAM-LAB). À partir des comportements en amplitude et en phase de la composante 2f du thermocouple utilisé pour la mesure de la température de surface, nous avons extrait le coefficient de diffusivité a. La membrane est considérée comme une ailette de section constante, pour laquelle la diffusion de la chaleur est unidirectionnelle suivant la direction x (cf. figure 2.24). Ici, l'épaisseur est négligeable devant la longueur et la largeur.

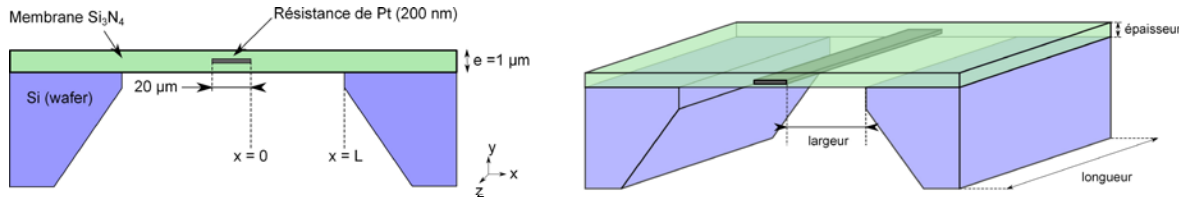


FIGURE 2.24 – Coupe de l'échantillon utilisé pour la détermination de la diffusivité de la membrane (schéma non à l'échelle)

Pour un régime périodique établi et après séparation des composantes spatiale et temporelle ($T(x, t) = T(x)e^{2i\omega t}$), l'équation de diffusion est la suivante [72, 73] :

$$\frac{d^2T(x)}{dx^2} - \left[\frac{2h}{\lambda e} + i \frac{\omega}{a} \right] T(x) = 0 \quad (2.20)$$

avec :

- h le coefficient de convection ($\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$),
- λ la conductivité thermique ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$),
- $\omega = 2\pi f$, la fréquence angulaire (rad.s^{-1}),
- $T(x)$ la variation de température à la pulsation ω ($^{\circ}\text{C}$),
- e l'épaisseur de la membrane (m) ($e \ll \text{largeur} < \text{longueur}$).

On notera :

$$m = \frac{2h}{\lambda e} + i \frac{\omega}{a} = H + i \frac{\omega}{a} \quad (2.21)$$

En considérant qu'en $x = 0$, $T = T_{max}$ et qu'en $x = L$, $T = T_{min}$, la solution de l'équation est définie par :

$$T = \frac{T_{max} \sinh[m(L - x)] + T_{min} \sinh(mx)}{\sinh(mx)} \quad (2.22)$$

La diffusivité thermique est déterminée avec le signal de la variation de température AC, en faisant une régression sur cette dernière.

Nous avons fait des études suivant la direction x , en passant par le centre de la membrane, pour différentes fréquences. On présente en figure 2.25 les composantes thermiques AC et DC.

L'origine correspond au milieu de la piste de platine. Nous avons obtenu une diffusivité thermique de $4,7 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$. Nous sommes par conséquent dans les mêmes ordres de grandeur que la littérature [74].

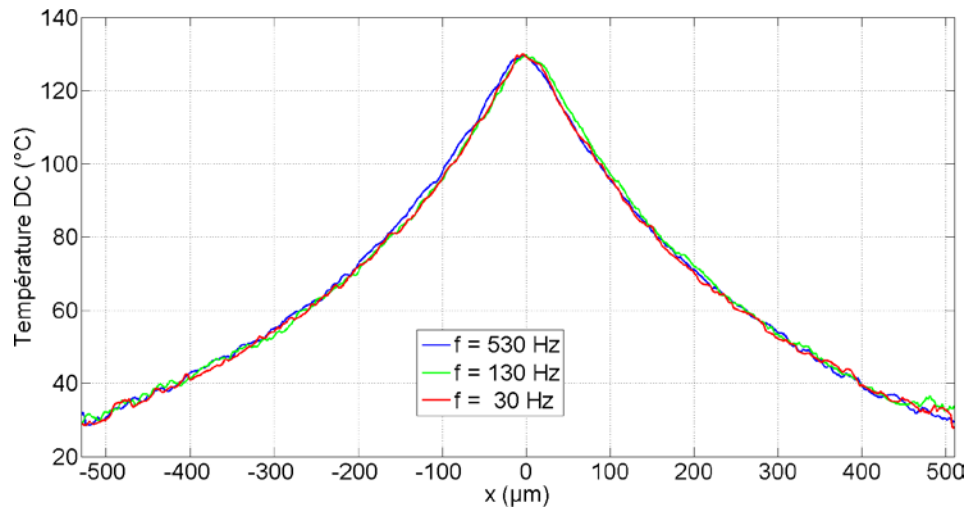
2.4.3/ INFLUENCE DE LA FORCE DE CONTACT

Le microscope thermique est un système imageur en champ proche puisque la sonde, possédant une pointe locale, effectue un balayage point par point. Cependant, pour assurer un transfert thermique efficace entre la pointe et la surface, le contact est primordial. En fonction de la géométrie du capteur et/ou de la force appliquée, le transfert thermique diffère. Il était donc important pour la mesure de température en mode passif de regarder l'influence de la force de contact sur la réponse en température du capteur. L'échantillon utilisé est une micro-plaque chauffante. Un film de platine est compris entre deux couches de nitrure de silicium, le tout formant une membrane d'un micromètre d'épaisseur. Plus de 1 000 approches ont été réalisées sur le dispositif alimenté en courant (avec une fréquence de 10 Hz et une puissance de 20 mW environ pour un courant de 12 mArms). La sonde était placée perpendiculairement à la surface de l'échantillon.

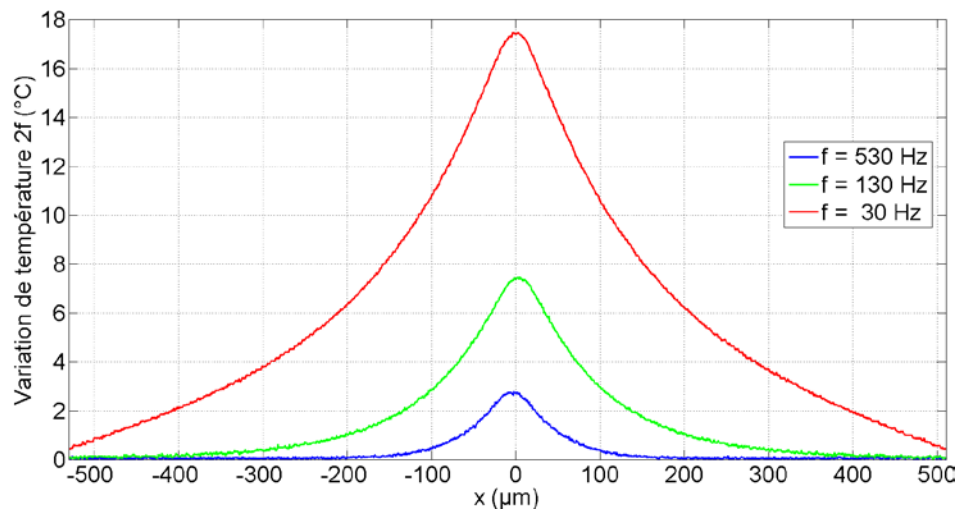
Ne disposant pas d'un système de détection de contact, celui-ci était détecté à l'aide d'une caméra CCD. Les fils du thermocouple de type S et de diamètre $1,3 \mu\text{m}$ étant souples, nous avons considéré que le contact entre la sonde et la surface était effectué lorsque les fils se déformaient, ce qui correspond à une force d'appui de quelques micro-Newton. Cette force a été estimée en fonction des paramètres géométriques et des propriétés mécaniques de la sonde.

La figure 2.26 présente l'évolution de la température DC en fonction de la distance sonde / échantillon. Ne connaissant pas exactement la position du contact, nous avons défini une zone pour laquelle nous estimons que la sonde est en contact mécanique avec l'échantillon.

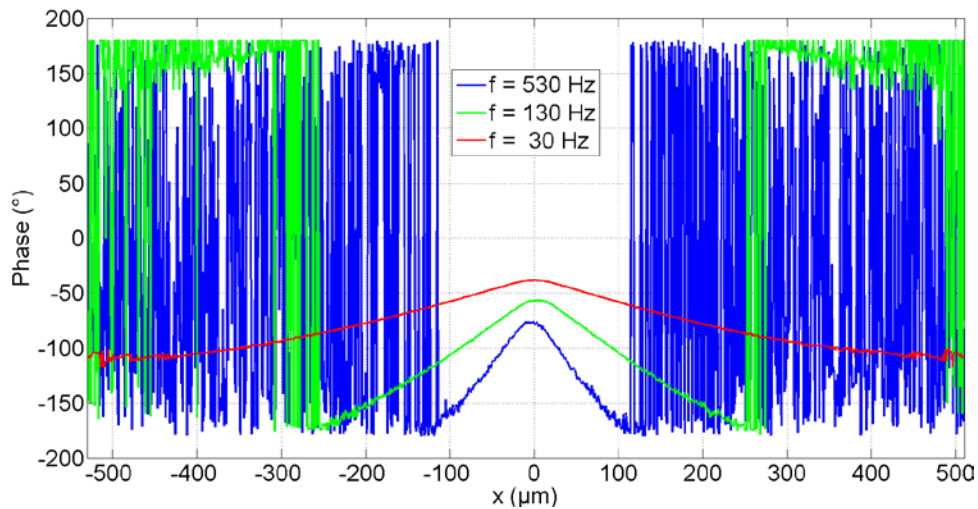
Nous pouvons découper la courbe en trois zones distinctes. La première zone, nommée **zone 1** et imagée en jaune, montre l'approche de la sonde vers l'échantillon chauffé par effet Joule. Dans cette zone, aucun contact n'est encore établi. La **zone 3**, en vert, représente la zone de contact mécanique où les fils de la sonde subissent une déformation élastique sous l'action du contact pointe / surface. Nous remarquons que la température est stable et converge vers une certaine température T_{DC} , ici, approximativement égale à 154°C . Entre les deux zones, en rouge, nommée **zone 2**, il y a une aire d'incertitude au contact. Elle représente le moment intermédiaire pour lequel la sonde est en contact avec la surface de l'échantillon et le moment où les fils se déforment. Cette zone est plus ou moins importante en fonction de la raideur des fils. Plus les fils seront



(a) Température DC



(b) Variation de température AC 2f



(c) Phase de la composante 2f

FIGURE 2.25 – Profil de température de la membrane

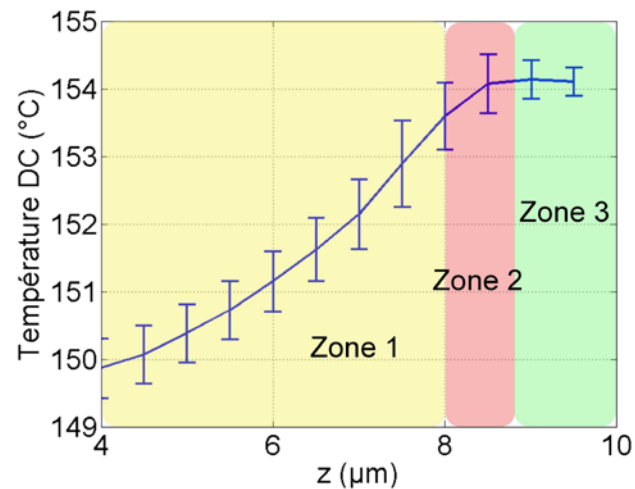


FIGURE 2.26 – Comportement de la température DC en fonction de la distance sonde / échantillon

souples et plus la zone 2 sera réduite. Ce graphe présente également les incertitudes liées au thermocouple S lui-même (1 °C) et celles obtenues après une succession de 1 000 contacts effectués dans les mêmes conditions (0,3 °C). Par ailleurs, pour extraire la température absolue de la jonction thermoélectrique, il faut connaître avec précision la température de référence. Dans notre cas, elle correspond à la zone de séparation entre les fils de 1,3 μm de platine et de platine-rhodié avec le fil de 75 μm d'argent qui les recouvre. Son diamètre, 50 fois plus important que les fils de platine et platine-rhodié, lui permet d'agir comme un puits de chaleur à la température ambiante. La conductivité thermique du fil de platine assure une bonne homogénéité de la température ambiante. Nous avons par conséquent placé au plus proche des fils d'argent une thermistance Pt1000 pour mesurer cette température ambiante et ainsi avoir une information thermique quantitative.

En conclusion, nous avons vu que la température DC converge dans la zone 3. Par conséquent, en mode passif, un contrôle précis de la force d'appui et donc une maîtrise au niveau de la détection de contact n'est pas nécessaire, ce qui n'est pas le cas en mode actif [72].

2.4.4/ VERS LA MICROSCOPIE EN MODE ACTIF

Bien que le contrôle de la force de contact ne soit pas nécessaire pour la microscopie thermique en mode passif, il s'avère être indispensable pour le mode actif, mode pour lequel la sonde est chauffée par effet Joule. Le signal du thermocouple en mode actif est en effet assez sensible à la surface de contact [72].

Nous avons donc envisagé de nombreuses solutions pour détecter le contact et contrôler la distance entre la sonde et l'échantillon.

La première était de placer un miroir sur les fils d'argent ce qui permettait de rigidifier la sonde et de réfléchir la lumière d'un laser (cf. figure 2.27 (a)). Ce système, similaire aux sondes Wollaston, était envisageable pour des thermocouples de diamètre

5 μm uniquement. Les fils de 1,3 μm de diamètre sont souples et se déforment sous l'action du contact. Il est par conséquent difficile de détecter le contact avec ce système. Cette solution a été rejetée.

La seconde solution était de détecter le contact par vision optique en se basant sur les micro-fils. Par un système d'ombrage et à l'aide d'un laser (cf. figure 2.27 (b)), il est possible de déterminer si la sonde est en contact avec une surface ou non. Les inconvénients de cette méthode sont la difficulté de pouvoir estimer la force d'appui, de contrôler la distance sonde-échantillon et surtout de relier le contact avec le sens de déplacement des micro-fils. Par ailleurs, cette technique nécessite d'avoir une bonne résolution spatiale du système optique.

La troisième solution se basait sur la détection optique en comparant les images successives de l'approche de l'échantillon vers la sonde. Le contact est établi lorsque les fils se déforment (cf. figure 2.27 (c)). Une fois encore, aucune maîtrise de la force ne peut être faite. La gestion d'un programme de traitement et de sauvegarde d'images semblait par ailleurs très complexe.

La quatrième possibilité était d'utiliser un système piézoélectrique de type bimorphe avec un faible facteur de qualité (cf. figure 2.27 (d)). Le principe est le même qu'un AFM, avec un asservissement sur l'amplitude de vibration ou sur la fréquence de résonance du dispositif. Les fils de 1,3 μm étant souples, ils ne permettent pas d'obtenir aisément un contrôle précis de la force. Cette technique nécessite un haut facteur de qualité pour détecter le contact et par conséquent détecter le moindre décalage en fréquence. L'ajout de la sonde sur le bimorphe dégrade fortement le facteur de qualité réduisant ainsi son efficacité et sa sensibilité au contact.

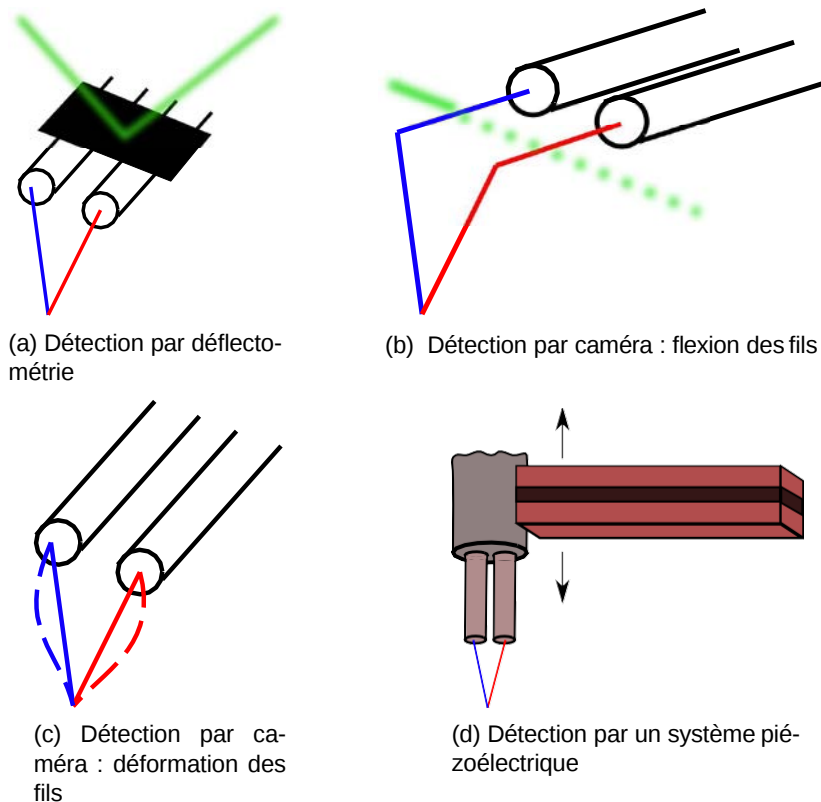


FIGURE 2.27 – Diverses solutions pour la détection de contact

Enfin, la dernière solution est d'utiliser un système piézoélectrique avec un très haut facteur de qualité (supérieur à 1 000), avec une structure adaptée pour ajouter un thermocouple tout en minimisant l'apport de masse (en éliminant le support en céramique de la sonde). Un des dispositifs capable de répondre à ces attentes est le diapason à quartz. Avec un facteur de qualité supérieur à 10 000 à pression atmosphérique et un encombrement assez faible, il permet de contrôler la force de contact et de gérer la distance sonde-échantillon. Le chapitre suivant est ainsi consacré à l'étude de ce diapason à quartz. Son principe de fonctionnement et son intégration dans notre microscope thermique sont ainsi détaillés.

2.5/ CONCLUSION

Nous avons rappelé quelques principes physiques intervenant dans le fonctionnement d'un thermocouple et nous avons vu les avantages d'utiliser ce dernier par rapport aux autres techniques optiques de mesures de température. Parmi les nombreuses sondes thermoélectriques, les micro-fils nous offrent la possibilité de travailler dans une large gamme de température en perturbant faiblement la mesure de cette dernière.

Nous avons par ailleurs mis en évidence les problèmes liés à l'interaction pointe-surface et la nécessité d'utiliser un facteur correctif τ pour quantifier la température. La quantification de la réponse thermique τ constitue une étape indispensable avant toute mesure de température sur un dispositif. Malheureusement, la valeur obtenue ne concerne que le couple sonde-dispositif. Ceci constitue la principale difficulté de toute mesure de température par contact lorsqu'on effectue une mesure sur un échantillon inconnu. Malgré de récents travaux [75, 76] permettant de corriger l'influence de la sonde, les mesures de température quantitatives restent généralement entachées d'erreurs. Elles dépendent de la nature de la surface, rarement considérée, et du contact établi entre la sonde et la surface. Ainsi, pour qu'une mesure thermique soit quantitative, il est nécessaire que l'échantillon ait été préalablement caractérisé thermiquement. Une autre méthode qui permet de corriger l'effet du contact est d'annuler le flux thermique [75] en rendant active la sonde.

Nous avons ensuite présenté un système d'imagerie thermique basé sur l'utilisation d'un thermocouple de taille micrométrique. Les avantages de ce microscope thermique sont sa capacité à mesurer des températures de surface de l'ambiante jusqu'à 800 °C, sa large bande passante (mesures AC jusqu'à 1 kHz), mais aussi son insensibilité à la nature optique de la surface. Même si le temps d'acquisition est équivalent à une seconde par point, ce système présente une réelle alternative à la thermographie optique. La résolution latérale, à première vue liée à la dimension de la sonde, reste toujours un problème à résoudre pour lequel la nature de l'échantillon ainsi que les conditions environnementales (ambiante ou vide) doivent être prises en considération.

Enfin, d'après les nombreuses solutions envisagées pour la détection du contact en mode actif, nous avons constaté qu'il était possible d'utiliser un système piézoélectrique tel que le diapason à quartz qui présente un haut facteur de qualité et un faible encombrement. Le chapitre suivant est alors consacré à l'étude de ce résonateur à quartz, où nous détaillerons son principe de fonctionnement et son intégration dans notre microscope en champ proche.

PRINCIPE DU DIAPASON À QUARTZ

Le diapason à quartz est depuis plus d'une vingtaine d'années présent dans de nombreux systèmes de microscopies tels que les microscopes optiques en champ proche [77, 78], les microscopes à force atomique [79, 80, 81, 82]... Principalement utilisé dans le fonctionnement des montres, sa grande stabilité en fréquence et son facteur de qualité élevé lui permettent d'être également présent dans de nombreuses applications en tant que capteur [83, 84], oscillateur [85] ou les deux à la fois [86].

Les deux principaux modes d'excitation du diapason sont électrique et mécanique. Nous abordons dans ce chapitre un nouveau système utilisant l'effet photo-thermo-élastique pour lequel le diapason est placé dans un microscope en champ proche. L'utilisation de ce mode d'excitation permet de minimiser les problèmes liés à la connectique et les instruments de mesure mais il permet également de simplifier les installations expérimentales sans dégrader les performances du diapason. Nous présentons dans un premier temps une modélisation électrique de ce résonateur à quartz excité photo-thermiquement. Nous verrons que ces études permettent de mettre en avant les conditions optimales d'utilisation et d'excitation du diapason. Des mesures expérimentales sont ensuite réalisées pour valider notre modèle théorique. L'objectif est d'utiliser le diapason en tant que capteur de force. Nous analysons dans une seconde partie de ce chapitre le modèle mécanique de ce dernier. Deux modèles sont étudiés : le modèle "2 masses" pour lequel nous modélisons la masse des deux bras du diapason, et le modèle "3 masses" pour lequel nous étudions les masses des deux bras et de l'embase du résonateur à quartz. Nous utilisons et comparons ensuite les deux modèles pour modéliser l'influence d'un ajout de masse (pointe, sonde, ...) sur le comportement mécanique du diapason. Nous présentons en dernière partie de ce chapitre la mise en œuvre de l'excitation photo-thermique dans un microscope à force atomique développé au sein du laboratoire. Des études topographiques sont réalisées pour démontrer les performances de notre système.

3.1/ GÉNÉRALITÉS

Le diapason à quartz a été introduit pour la première fois dans un microscope optique en champ proche par Khaled Karrai [77], en 1994, afin de contrôler la distance entre un échantillon et une pointe. Le diapason possède un haut facteur de qualité, 10 000 à l'ambient et 100 000 sous vide, il peut alors être une alternative aux cantilevers généralement présents dans les microscopes de type AFM (*Atomic Force Microscopy*). Il équipe

par ailleurs les montres à quartz d'où sa commercialisation en grande série. Ce résonateur est par conséquent produit à très faible coût. Plusieurs fréquences d'utilisation sont disponibles, de 20 à 100 kHz, mais le diapason ayant une fréquence de 32 768 Hz (2^{15}) est le plus répandu. Le résonateur à quartz est initialement placé sous vide, dans une capsule, comme nous pouvons le voir sur la figure 3.1.



FIGURE 3.1 – Diapasons commercialisés par Farnell

En décapsulant le diapason, l'aspect général du résonateur à quartz est représenté par la figure 3.2.

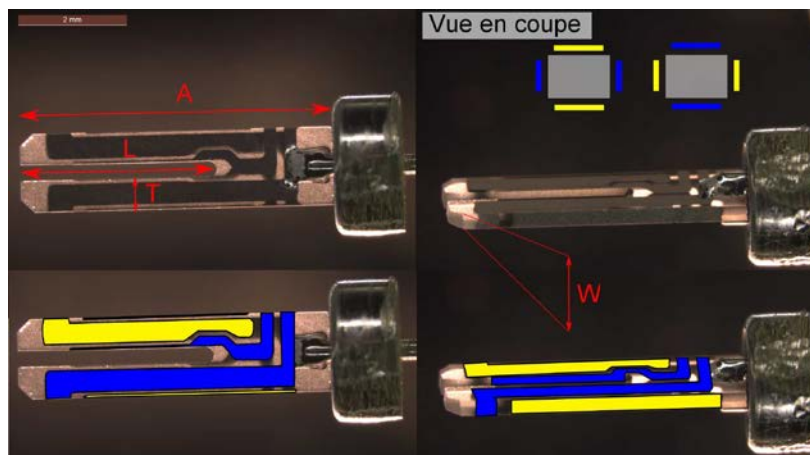


FIGURE 3.2 – Photographie du diapason sans capsule

Les caractéristiques du résonateur sont les suivantes (diapason 32 768 kHz) :

- Dimensions : $A = 5,850 \text{ mm}$, $L = 3,670 \text{ mm}$, $T = 580 \text{ }\mu\text{m}$, $W = 320 \text{ }\mu\text{m}$
- Propriétés mécaniques : $E = 78,7 \cdot 10^9 \text{ N/m}^2$, $\rho = 2\,650 \text{ kg/m}^3$

Le quartz est un matériau piézoélectrique. C'est une propriété pour laquelle un corps, sous l'action d'une contrainte mécanique, se polarise électriquement et réciproquement. Les électrodes, représentées en jaune et bleu, présentes sur toutes les faces du diapason, permettent donc d'obtenir la réponse électrique du quartz soumis à une quelconque excitation. Elles sont disposées de façon à ce que les bras vibrent en miroir (opposition de phase) dans le mode normal. Les bras peuvent également vibrer en phase en effectuant des mouvements de flexion (en phase), torsion... La figure 3.3 montre la différence entre le mode en phase et le mode anti-phase.

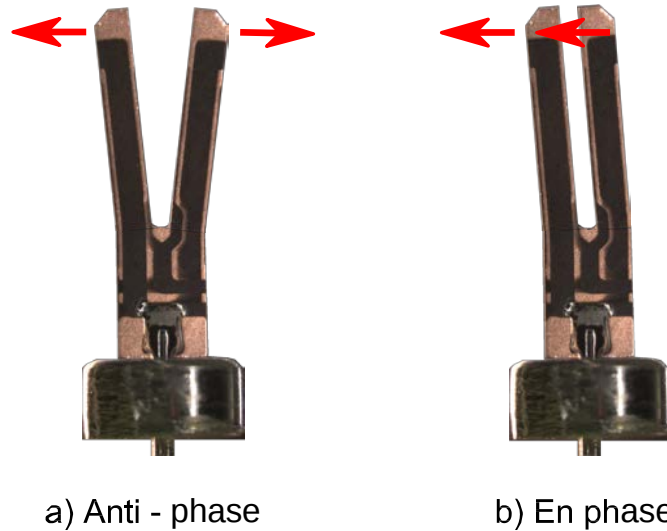


FIGURE 3.3 – Les deux principaux modes d'excitation du diapason

Le mode dit “anti-phase” présente la meilleure réponse électrique et un facteur de qualité nettement supérieur aux autres modes. En effet, en vibrant en opposition de phase, le centre de masse est stable et toutes les forces sont compensées dans le matériau ce qui permet d’avoir un facteur de qualité avoisinant les 10 000 à l’air ambiant. En utilisant le mode de vibration “en phase”, les bras du diapason vibrent dans la même direction, ce qui provoque des forces de réaction au niveau de la base du diapason, réduisant ainsi son facteur de qualité. Le diapason offre par ailleurs la possibilité d’avoir un système pur spectralement au niveau mécanique.

3.2/ DIFFÉRENTS TYPES D'EXCITATION

Il existe différentes méthodes employées pour exciter le diapason. Nous exposons ici les principaux types d'excitation, électrique et mécanique. Nous présenterons également une nouvelle excitation, utilisée dans un microscope en champ proche, qui a fait l'objet d'une récente publication [87]. Il s'agit de l'excitation photo-thermique. Les avantages et les inconvénients seront détaillés pour chacune d'elles.

3.2.1/ EXCITATION ÉLECTRIQUE

L'excitation électrique est principalement utilisée pour des applications de type AFM [79, 80, 81, 82]. Son utilisation est simplifiée puisque le quartz est un matériau piézoélectrique. Au lieu d'utiliser un système optique pour détecter la déflexion d'un cantilever par exemple, un simple signal électrique provenant des électrodes du diapason est récupéré. Le diapason (ou QTF pour *Quartz Tuning Fork* en anglais) est excité à sa fréquence de résonance, provoquant ainsi sa vibration. Un courant est ensuite obtenu, via les électrodes du diapason, puis est converti en tension pour faciliter le traitement électrique (lors de son utilisation dans un microscope à force atomique avec une boucle à verrouillage de phase par exemple [88]). La figure 3.4 présente un schéma électrique de cette excitation.

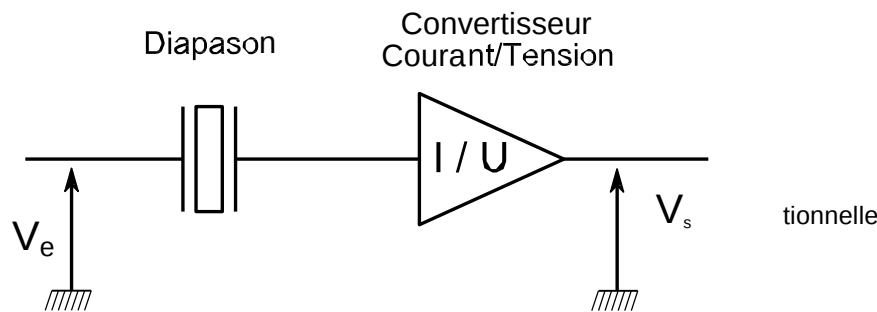


FIGURE 3.4 – Schéma électrique utilisé pour un diapason excité électriquement

Cependant, compte tenu des capacités électriques, qui incluent notamment la contribution des électrodes présentes sur toutes les faces du diapason [89], chaque mode de résonance est suivi par un mode d'anti-résonance (cf. figure 3.5).

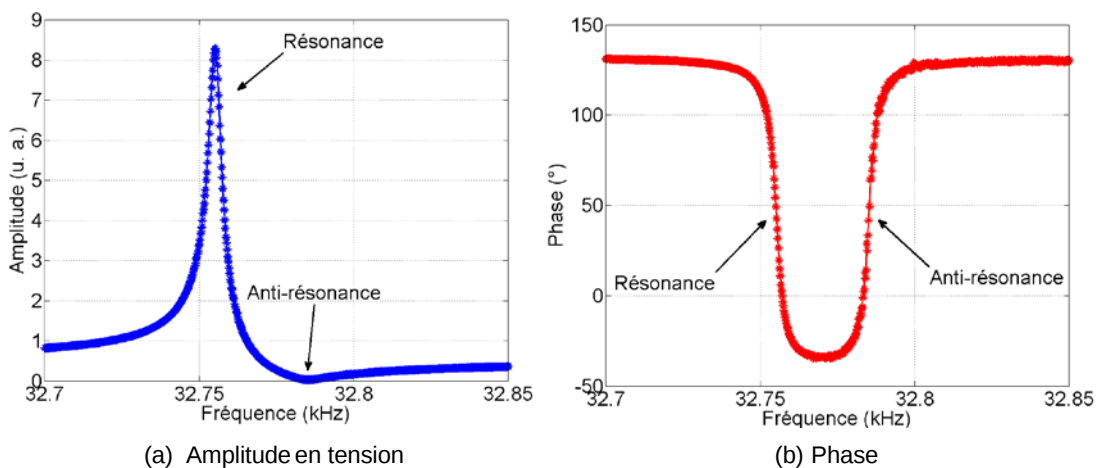


FIGURE 3.5 – Réponse électrique du diapason excité électriquement

Malgré une simple implémentation électrique, de nombreux auteurs ont souligné des problèmes liés à la connectique qui introduit de fortes capacités parasites. Par conséquent, il y a un rapprochement du mode d'anti-résonance vers le mode de résonance, ce qui peut provoquer une ambiguïté sur la phase mais également une réduction du facteur de qualité Q du diapason. Les deux modes de résonance et d'anti-résonance correspondent respectivement à la série RLC et à la présence des électrodes sur le quartz. Le circuit électrique équivalent du diapason correspond au modèle de Butterworth-Van Dyke (figure 3.6).

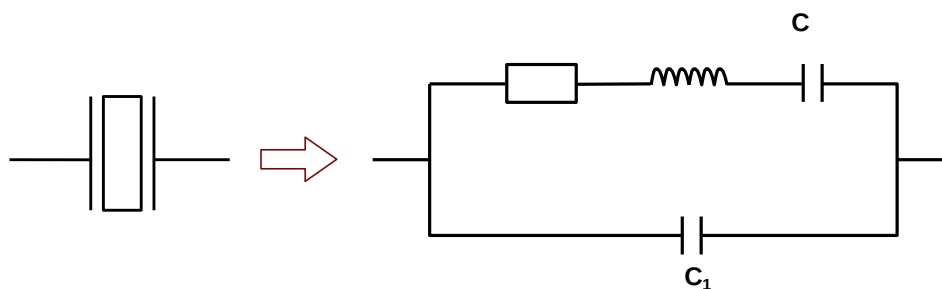


FIGURE 3.6 – Équivalent électrique du diapason : circuit de Butterworth-Van Dyke

Pour pallier ce problème, l'électronique doit être placée au plus proche du diapason [90, 91] pour réduire au maximum la capacité parasite liée aux câbles mais également aux instruments de mesure. Une autre solution consiste à éliminer l'effet de l'anti-résonance en annulant la capacité parasite ($\approx$ pF). Une capacité de compensation est alors ajoutée au circuit électrique, au niveau du diapason [79, 92, 93, 94, 95, 96] (cf. figure 3.7). Il faut néanmoins souligner la sensibilité de cette dernière, qui n'est pas stable dans le temps, réduisant ainsi l'efficacité de la compensation électrique. Enfin, une dernière solution consiste à ajouter un système électronique supplémentaire pour ajuster la valeur du facteur de qualité [97, 93].

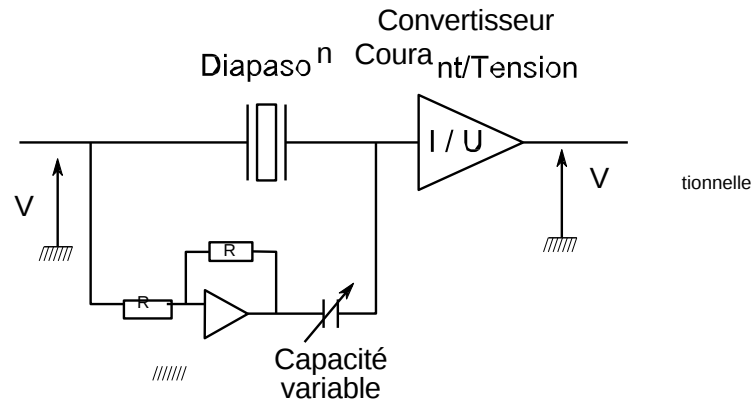


FIGURE 3.7 – Schéma électrique utilisé pour un diapason excité électriquement

3.2.2/ EXCITATION MÉCANIQUE

Pour éviter tous ces problèmes liés à l'électronique et éliminer cet effet d'anti-résonance, un second mode d'excitation existe. Il s'agit de l'excitation mécanique. Un bras du diapason est collé sur un système piézoélectrique qui vibre à la fréquence de résonance de ce résonateur à quartz. On peut voir un exemple en figure 3.8.

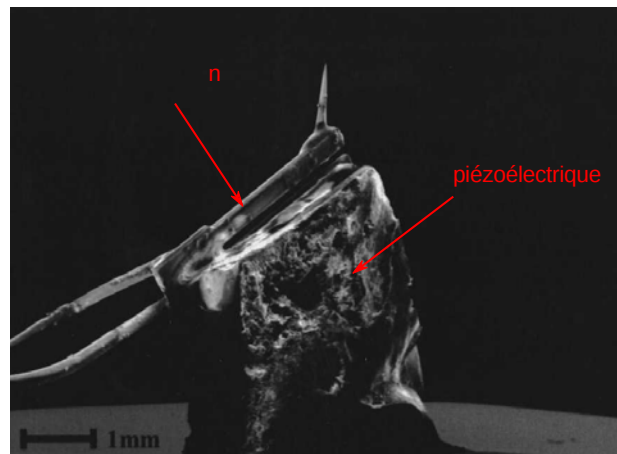


FIGURE 3.8 – Diapason collé sur un système piézoélectrique pour une excitation mécanique [98]

Dans cette configuration, aussi appelée "q-Plus" [82, 99, 100], le facteur de qualité est réduit considérablement en raison du déséquilibre des bras et à la perte d'énergie

dans le système mécanique ($Q < 1\,000$). On trouve néanmoins ce type d'excitation dans de nombreux microscopes tels que le SNOM [78] ou l'AFM [101, 102, 98]. L'excitation mécanique est cependant peu flexible expérimentalement.

3. / EXCITATION PHOTO-THERMIQUE

Une autre manière d'exciter le diapason est l'excitation photo-thermique. Ce type d'excitation original, utilisé dans un microscope en champ proche, a fait l'objet d'une récente publication [87]. C'est une méthode non-invasive qui présente de nombreux avantages par rapport aux excitations électrique et mécanique, notamment l'absence d'anti-résonance qui n'apporte aucune ambiguïté sur la phase. Nous verrons par la suite pourquoi cette absence d'anti-résonance est importante pour utiliser le diapason au niveau de la détection de contact. Son principe est le suivant : une source lumineuse, telle qu'une diode laser, excite le diapason de façon périodique. Cette énergie est convertie en contraintes mécaniques de manière très localisée, ce qui implique la résonance de la structure. Le quartz étant un matériau piézoélectrique, une tension est ensuite extraite à ses bornes à l'aide des électrodes présentes sur ses faces. Par conséquent, trois effets se succèdent :

- **Effet photo-thermique** : Le diapason absorbe les photons qui proviennent de la source lumineuse provoquant un échauffement très localisé.
- **Effet thermo-mécanique** : Cette chaleur localisée va provoquer des contraintes, elles-même localisées, dans le matériau entraînant une excitation du mode mécanique.
- **Effet piézoélectrique** : Le diapason, contraint mécaniquement dans toute sa structure, va générer une tension.

Un résumé de ces effets est présenté en figure 3.9.

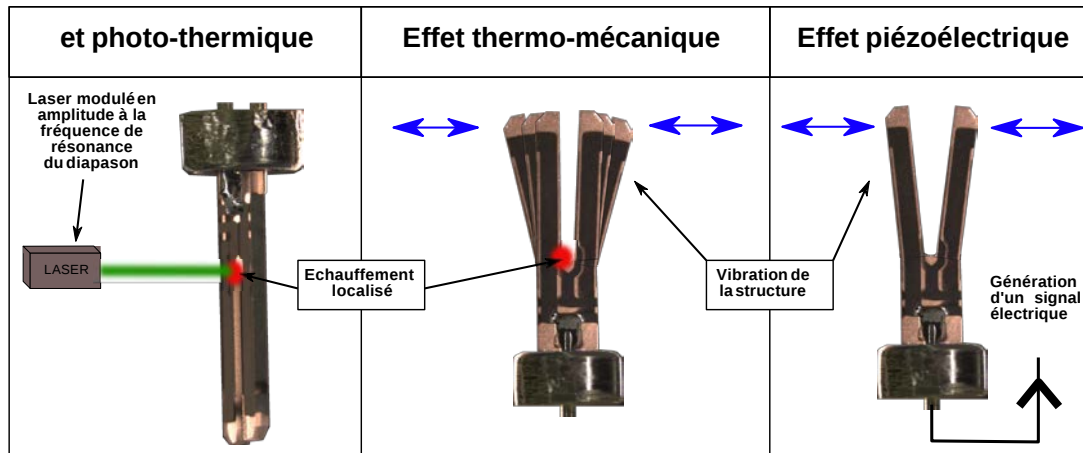


FIGURE 3.9 – Les effets de l'excitation photo-thermique sur le diapason

Le schéma électrique équivalent du diapason excité avec un système photo-thermique est basé sur un circuit de Butterworth Van Dyke couplé au modèle de Shad Roundy [103]. Le schéma de principe du résonateur à quartz est présenté en figure 3.10 où le circuit RLC représente la partie en mouvement du diapason (ou branche "motio- nelle"), C_0 constitue la capacité statique (électrodes) et parasite (câbles, instruments de

mesure), R_0 correspond à la résistance de charge de l'instrument de mesure et la tension V provient de la conversion piézoélectrique.

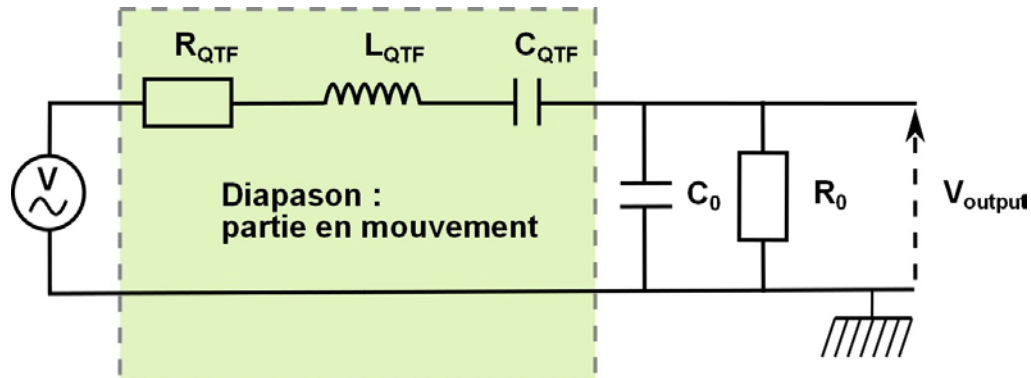


FIGURE 3.10 – Équivalent électrique du diapason excité avec une excitation photo-thermique

Nous pouvons remarquer que contrairement à une excitation électrique, la tension V est en série avec la branche "motionnelle" du diapason. Cette tension est directement proportionnelle à l'amplitude de vibration des bras [104]. Nous considérons en fait que la contrainte est proportionnelle à l'amplitude de vibration et peut être simplifiée par une source de tension. La fonction de transfert du diapason excité photo-thermiquement est la suivante (voir l'annexe I pour plus de détails) :

$$T = \frac{1}{(1 + \frac{R}{R_0} + \frac{C_0}{C} - LC_0\omega^2) + j(RC\omega - \frac{1}{CR_0\omega} + \frac{L\omega}{R_0})} \quad (3.1)$$

Les paramètres R , L , C peuvent être obtenus par une simple mesure électrique et via le modèle de Butterworth-Van Dyke (BvD). Rappelons que le diapason à quartz, excité électriquement, est modélisé par un circuit de BvD comme le montre la figure 3.6. La capacité des électrodes, représentée par C_1 , se détermine expérimentalement. Il faut pour cela prendre le coefficient directeur de la droite représentant le module de l'admittance en fonction de la fréquence angulaire ω pour ω loin de ω_0 , ici $\omega < \omega_0$ où ω_0 est la fréquence de résonance du diapason. Le circuit électrique utilisé pour déterminer ces paramètres est présenté en figure 3.11.

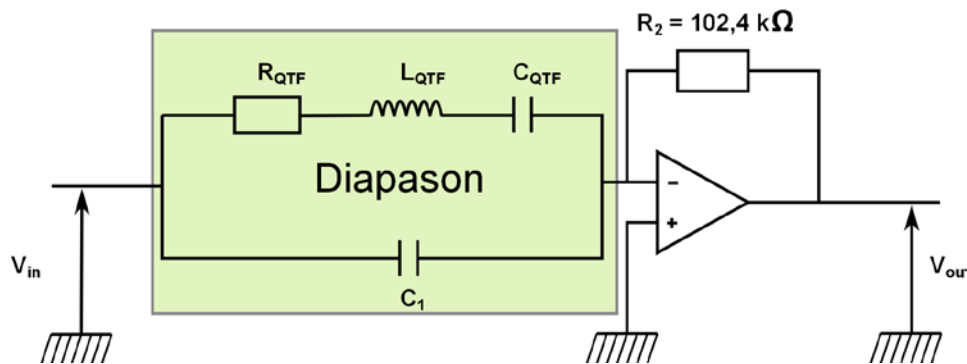


FIGURE 3.11 – Schéma électrique utilisé pour déterminer les paramètres du diapason

Les fréquences angulaires en série ω_s et en parallèle ω_p ainsi que le facteur de qualité Q sont définis par ¹ :

$$\omega_s = \frac{1}{\sqrt{LC}} \quad (3.2)$$

$$\omega_p = \omega_s \sqrt{1 + \frac{C}{C_1}} \quad (3.3)$$

$$Q = \frac{1}{\omega_s RC} \quad (3.4)$$

Ces fréquences angulaires de résonance sont déterminées à l'aide de la figure 3.12 qui représente la mesure du module de l'admittance normalisé du système en fonction de la fréquence angulaire. La fréquence angulaire correspondant à la résonance est $\omega_s = 205\,776 \text{ rad.s}^{-1}$ et celle de l'anti-résonance est $\omega_p = 205\,892 \text{ rad.s}^{-1}$. Le facteur de qualité du diapason est de 13 100.

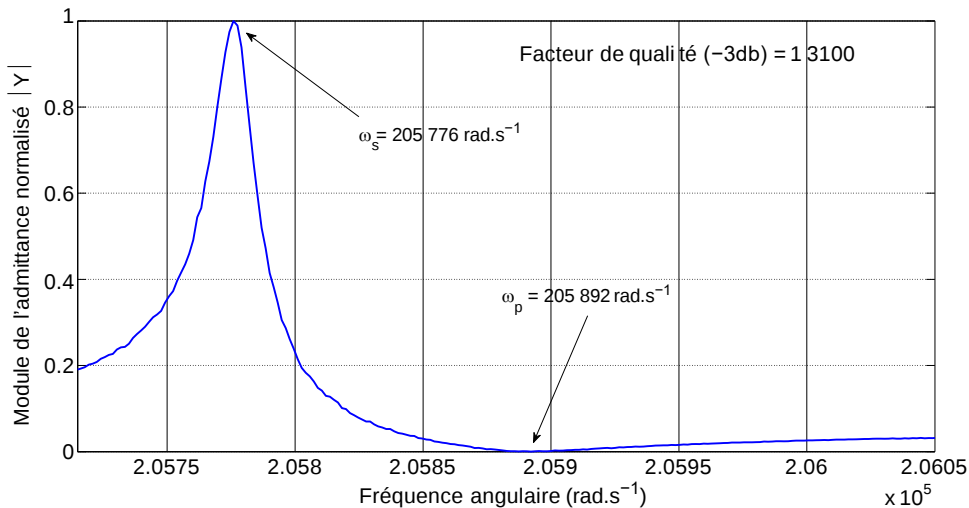


FIGURE 3.12 – Mesure du module de l'admittance normalisé en fonction de la fréquence angulaire pour la détermination des fréquences de résonance en série et en parallèle

La figure 3.13, quant à elle, représente le module de l'admittance normalisé en fonction de la fréquence angulaire et ce pour des fréquences éloignées de la résonance, permettant ainsi de déterminer la valeur de la capacité des électrodes : $C_1 = 3,154 \text{ pF}$.

D'après les équations précédentes, nous pouvons en déduire que $C = 3,56 \text{ fF}$, $L = 6\,641 \text{ H}$ et $R = 104\,320 \text{ } \Omega$.

Les principales caractéristiques du diapason étant fixées, il ne reste plus qu'à déterminer la valeur de la capacité du câble utilisé pour connecter le diapason aux instruments de mesure. Nous avons utilisé pour cela un câble coaxial de diamètre extérieur égal à 2 mm environ. Ce câble, de longueur 1 m, sera utilisé lors des manipulations expérimentales. Nous avons réalisé un filtre RC passe bas avec le câble et une résistance d'une centaine de kilo ohms. En s'aidant de la fréquence de coupure du circuit

— 1. Note technique 32 de Stetec Corporation

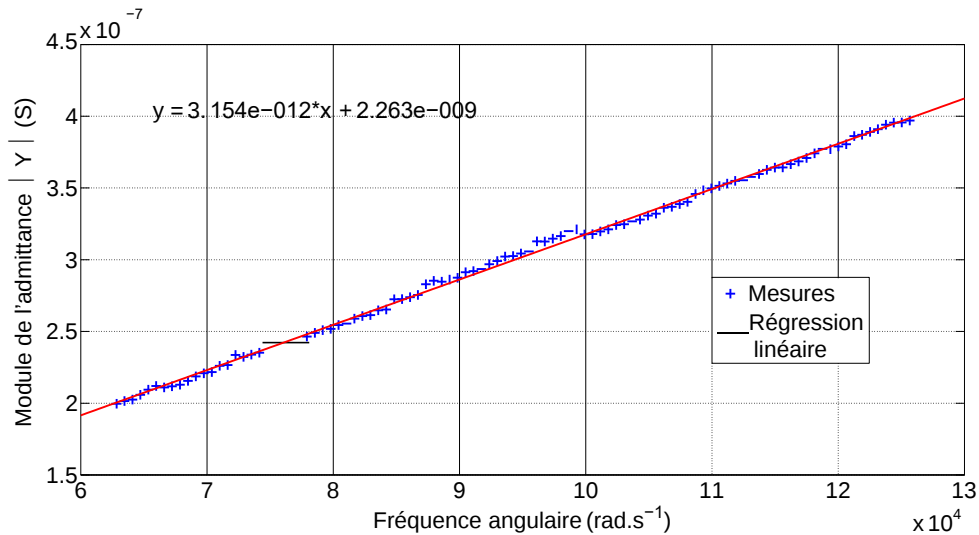


FIGURE 3.13 – Module de l'admittance en fonction de la fréquence angulaire pour la détermination de C_1

($f_c = 1 / (2 \pi R C_{\text{câble}})$), nous en avons déduit que le câble avait une capacité linéique de 140 pF/m.

Nous connaissons maintenant les paramètres R , L et C . Déterminons maintenant C_0 et R_0 . Rappelons que pour une excitation photo-thermique, C_0 représente la capacité des électrodes (3,154 pF), du câble de 1 m (140 pF) et de l'instrument de mesure (38 pF) soit une capacité totale $C_0 \approx 180$ pF. L'impédance d'entrée de l'instrument de mesure utilisé (un amplificateur à détection synchrone), est quant à elle de $R_0 = 63$ M Ω . En

résumé, nous avons :

- $R = 104,3$ k Ω
- $R_0 = 63$ M Ω
- $L = 6,64$ kH
- $C_0 = 180$ pF
- $C_1 = 3,15$ pF

Nous pouvons ainsi utiliser ces valeurs afin de valider le modèle électrique de l'excitation photo-thermique du diapason.

3.2.4/ VALIDATION DU MODÈLE

Nous allons maintenant confronter la partie théorique avec la partie expérimentale. Nous avons excité photo-thermiquement un diapason à l'aide d'un laser modulé en amplitude grâce à un générateur de basses fréquences (GBF). Nous avons ensuite étudié le signal électrique du résonateur à quartz via un détecteur synchrone, référencé sur le GBF (cf. figure 3.14).

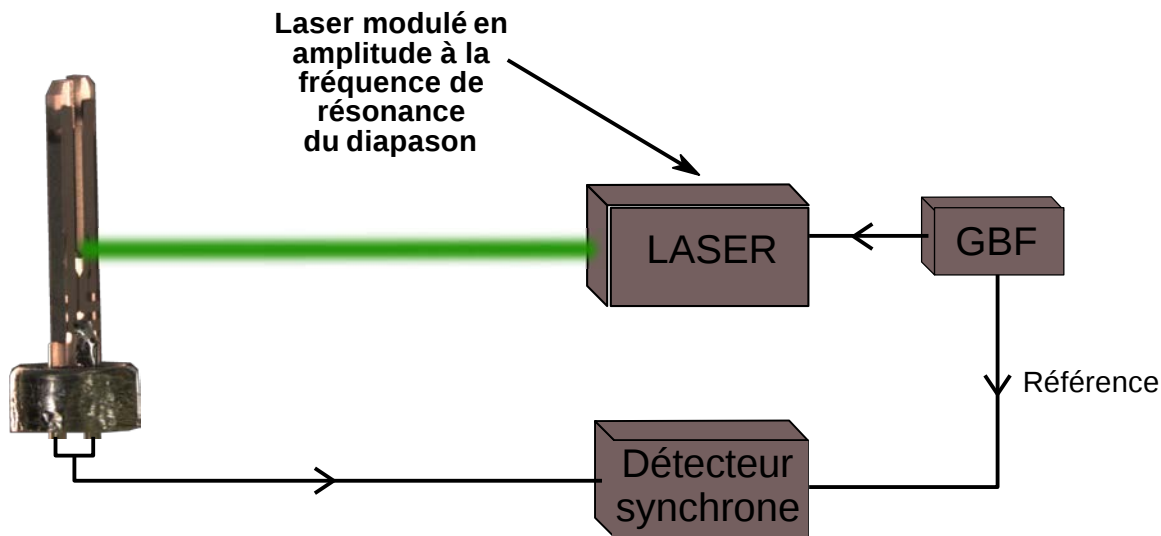


FIGURE 3.14 – Schéma expérimental utilisé pour la validation du modèle

En utilisant l'équation 3.1, nous observons en figure 3.15 l'absence de l'anti-résonance qui implique une unique rotation de phase.

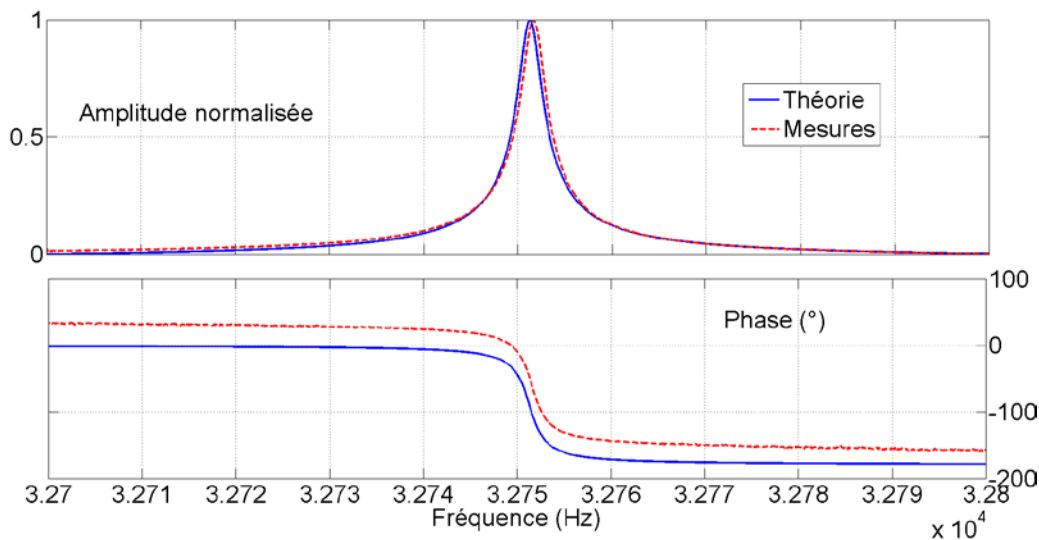


FIGURE 3.15 – Diagramme de Bode expérimental et théorique du diapason excité photo-thermiquement

Nous remarquons clairement que les courbes théoriques et expérimentales concordent à un décalage en fréquence (0,3 Hz) et en phase (30 °) près. C'est une première étape validant notre modèle électrique équivalent.

Nous avons ensuite analysé l'influence de la capacité des câbles et celle de l'instrument de mesure sur la réponse du système, à savoir le facteur de qualité, la fréquence de résonance et la tension aux bornes du diapason.

La figure 3.16 présente l'amplitude théorique normalisée du diapason, excité à sa fréquence de résonance, en fonction de la capacité C_0 et de la résistance R_0 . On re-

marque ici que pour une valeur de résistance élevée, c'est-à-dire supérieure à 10 M Ω et pour une faible capacité C_0 , inférieure à 10 pF, on obtient une amplitude élevée du diapason. Ainsi, pour une excitation photo-thermique à amplitude constante, l'amplitude de vibration du diapason sera différente d'un câble ou d'un instrument de mesure à l'autre. Cette première constatation est donc à prendre en compte pour les futures expérimentations.

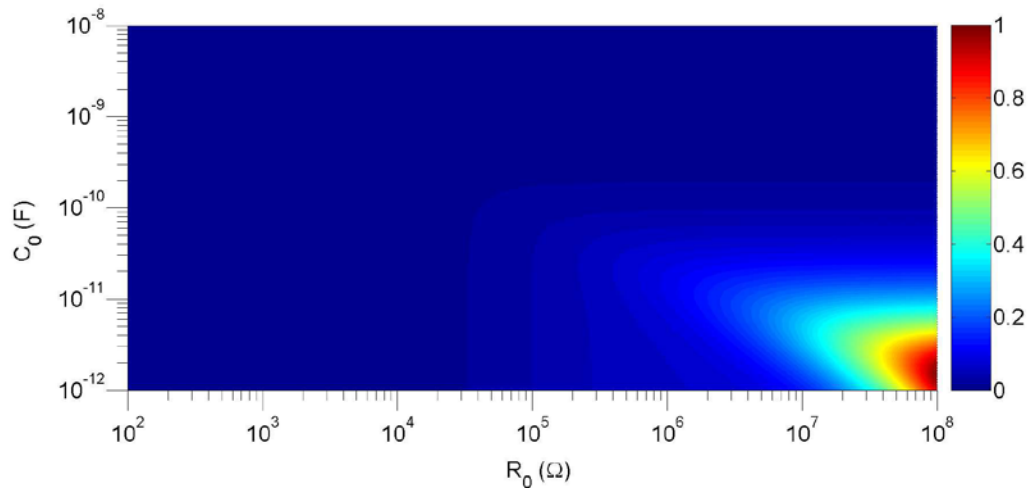


FIGURE 3.16 – Modèle théorique de l'amplitude normalisée du diapason, excité à sa fréquence de résonance, en fonction de R_0 et C_0

La fréquence de résonance est aussi affectée par les valeurs de C_0 et R_0 . Nous remarquons également sur la figure 3.17 une zone où la fréquence de résonance est maximale pour $R_0 > 10$ M Ω et $C_0 < 10$ pF.

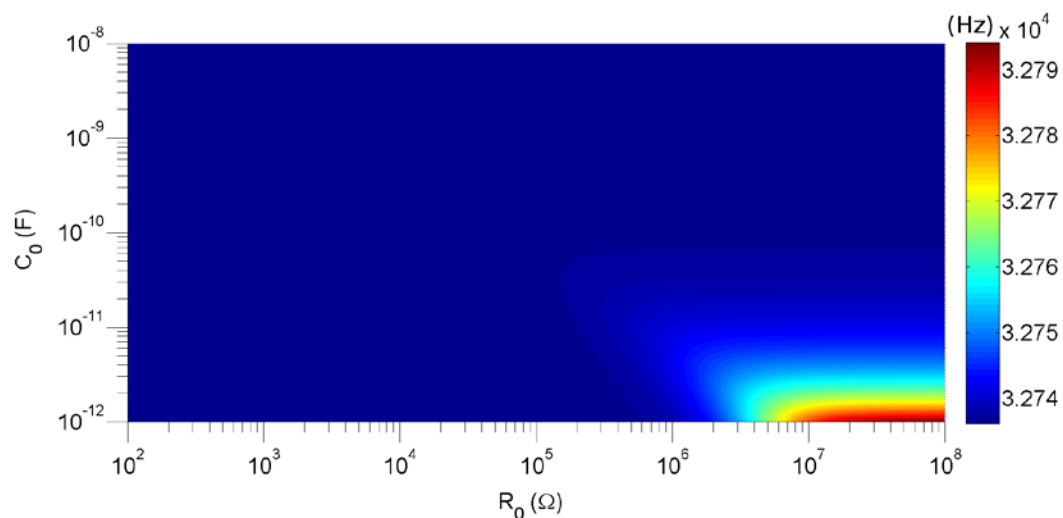


FIGURE 3.17 – Modèle théorique de la fréquence de résonance du diapason en fonction de R_0 et C_0

Enfin, en ce qui concerne le facteur de qualité du diapason, nous constatons une grande influence de R_0 et C_0 . La figure 3.18 présente le comportement du facteur de

qualité du diapason, excité à sa fréquence de résonance, en fonction de la résistance de charge d'entrée de l'instrument de mesure et des capacités statique (électrodes) et parasite (instruments de mesure et câbles). Pour une capacité supérieure à 1 nF, on remarque une zone intéressante pour laquelle le facteur de qualité reste inchangé quelle que soit la valeur de R_0 . Le facteur de qualité est à son maximum, soit environ 12 000. Cet aspect est très intéressant puisque qu'il justifie, contrairement à une excitation purement électrique, l'utilisation d'un câble blindé pour la connexion du diapason (ce qui est d'un point de vue électrique idéal). On pourra alors connecter le diapason avec un câble suffisamment long, permettant de déporter l'appareillage de mesure et ajouter en parallèle du diapason une capacité permettant d'être dans la zone privilégiée, si la charge capacitive n'est pas suffisante. On constate en revanche qu'en dessous de 1 nF, la valeur de R_0 a une forte influence sur la valeur du facteur de qualité Q . Pour $C_0 = 10$ fF, Q passe de la valeur maximale de 12 000 à sa valeur minimale qui est de 2 000. Généralement, on voit dans la littérature que ce facteur diminue lorsqu'on déséquilibre le diapason par un ajout de masse sur un des bras. Or ici, on remarque qu'une interprétation différente peut être faite sur l'origine de cette chute du facteur de qualité. Q peut diminuer non pas en raison d'un ajout de masse mais aussi à cause d'un simple problème électrique.

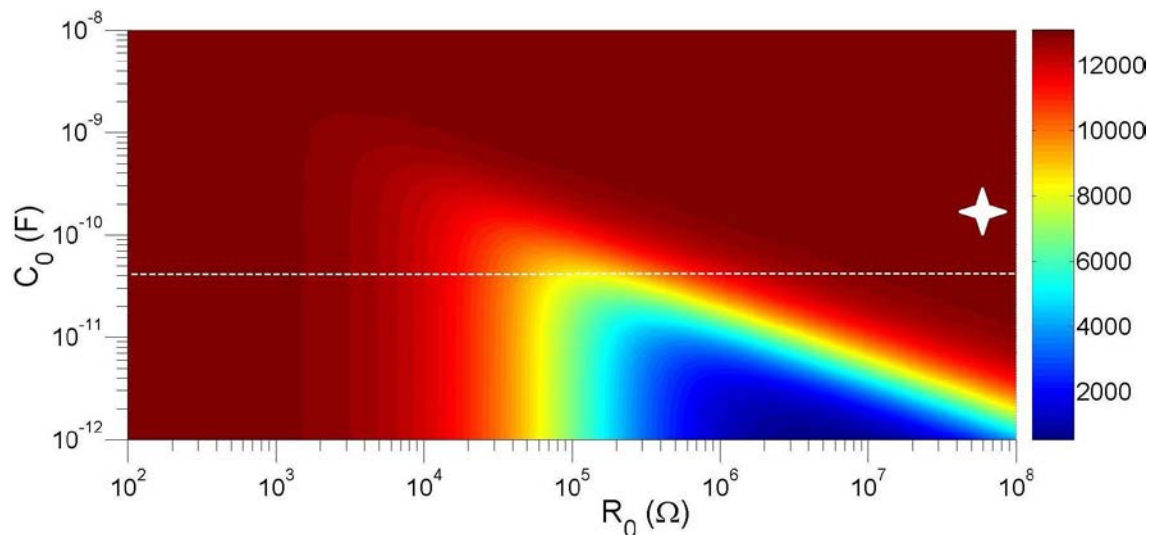


FIGURE 3.18 – Modèle théorique du facteur de qualité du diapason, excité à sa fréquence de résonance, en fonction de R_0 et C_0

Au vu des figures 3.16, 3.17 et 3.18, un compromis doit être fait pour obtenir un bon facteur de qualité ($Q > 8\,000$) et une amplitude de vibration assez élevée pour pouvoir la détecter sur un détecteur synchrone. Ce point est assez intéressant pour pouvoir lier l'amplitude de vibration des bras du diapason avec la sortie en tension du diapason [105].

Pour valider l'influence de la résistance de charge R_0 sur le facteur de qualité, nous avons fait des tests expérimentaux. Nous avons volontairement connecté le diapason avec des fils très peu capacitifs pour être dans la zone défavorable ($C < 1$ nF). La valeur de C_0 est de 43,15 pF avec 40 pF de capacité d'entrée du détecteur synchrone E&EG 5210 (valeur mesurée) et 3,15 pF pour les électrodes du diapason. Cette zone est représentée avec une ligne en pointillés sur la figure 3.18. Nous avons connecté le diapason sur l'entrée du détecteur synchrone en ajoutant en parallèle des résistances de quelques ohms à quelques méga ohms. Le diapason est excité avec une excitation photo-thermique. Pour chaque valeur de R_0 , nous avons fait un balayage en fréquence et

avons relevé la tension aux bornes de ce dernier. Nous avons ensuite extrait la fréquence de résonance du diapason ainsi que son facteur de qualité. Le facteur de qualité a été déterminé en prenant la largeur en fréquence Δf pour laquelle l'amplitude maximale, située à la fréquence de résonance, est divisée par $\sqrt{2}$. Il est exprimé par la formule 3.5 et représenté en figure 3.19.

$$Q = \frac{f_R}{\Delta f} \quad (3.5)$$

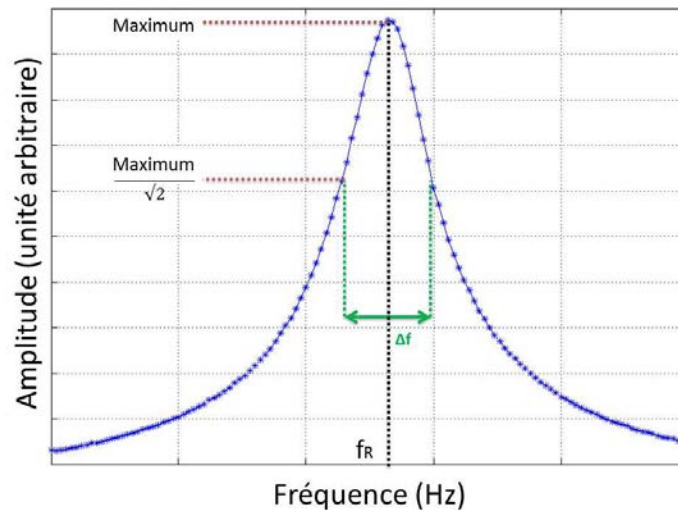


FIGURE 3.19 – Réponse en fréquence du diapason, représentation des variables pour le calcul du facteur de qualité

Les figures 3.20 et 3.21 représentent respectivement la comparaison entre notre modèle théorique et nos valeurs expérimentales du facteur de qualité et de la fréquence de résonance.

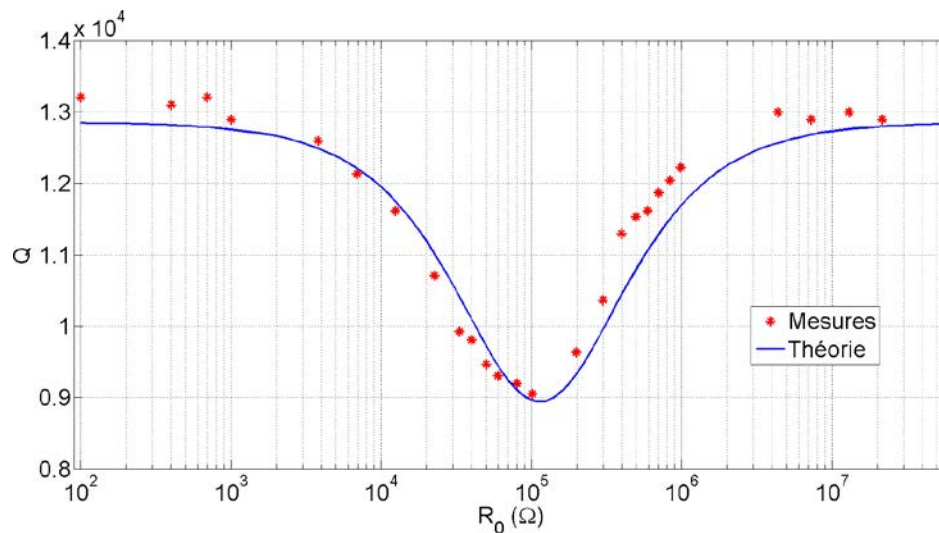


FIGURE 3.20 – Comparaison du modèle théorique avec les données expérimentales du facteur de qualité du diapason en fonction de R_0

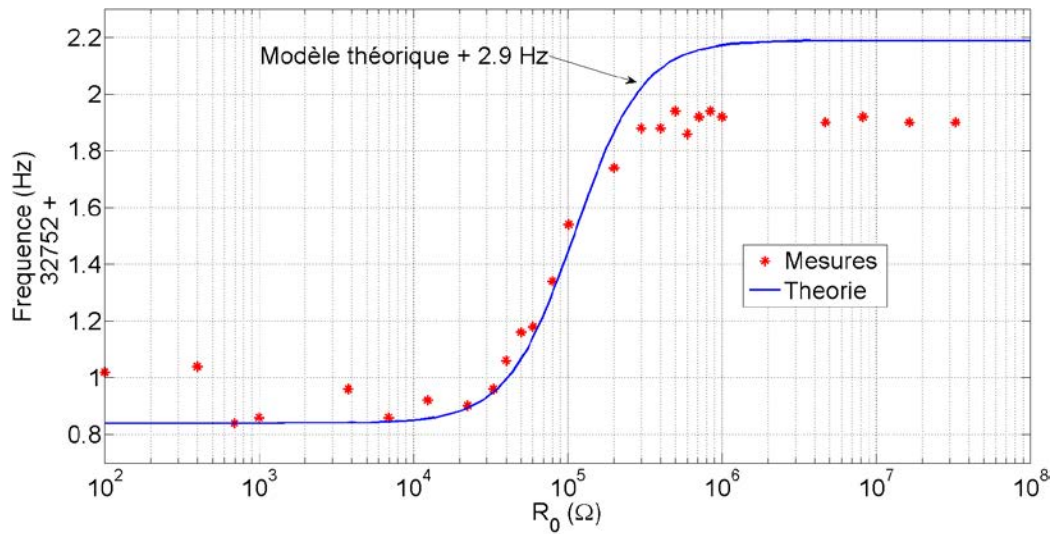


FIGURE 3.21 – Comparaison du modèle théorique avec les données expérimentales de la fréquence de résonance du diapason en fonction de R_0

Nous remarquons que le modèle électrique du diapason excité avec une excitation photo-thermique concorde bien avec nos mesures expérimentales. Nous validons par conséquent ce modèle, qui pourrait par ailleurs être adapté pour une excitation mécanique. Nous avons vu qu'il était judicieux d'utiliser un câble coaxial pour éviter toute perturbation liée au moindre changement d'instrument, de capacité parasite... Nous montrons finalement le grand avantage de l'excitation photo-thermique puisqu'elle permet d'utiliser des câbles capacitif contrairement à l'excitation électrique.

Spajer et ses collègues [106] ont démontré récemment que l'interaction du diapason avec un faisceau lumineux, tel qu'un laser, conduisant à la vibration du système, provient d'un phénomène photo-thermique plutôt qu'un phénomène photo-acoustique [107]. Ils ont par ailleurs mis en évidence les zones de contraintes du diapason à quartz (QTF) et ont montré la similitude entre les zones maximales de contraintes avec les zones où le faisceau entraîne un maximum de signal électrique. Les contraintes mécaniques sont plus importantes au niveau de l'embase du diapason, où sont ancrés les deux bras (cf. figure 3.22).

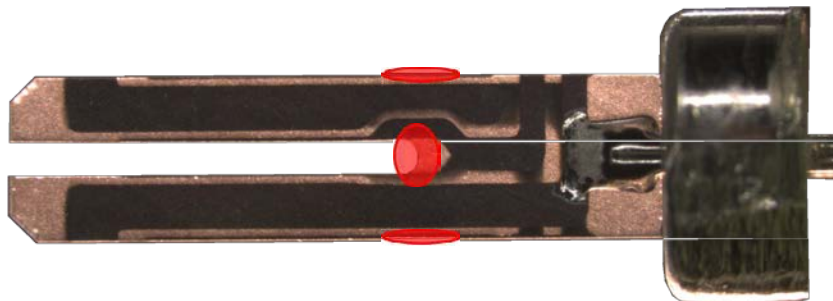


FIGURE 3.22 – Représentation des zones où les contraintes mécaniques sont les plus importantes

Nous avons pris en compte ces résultats pour étudier l'influence de la position du laser sur la réponse du diapason. Pour chaque emplacement du laser sur le résonateur à

quartz, représenté en figure 3.23, nous avons réalisé un balayage en fréquence et nous avons extrait le facteur de qualité ainsi que la fréquence de résonance du diapason. Le schéma de principe du montage expérimental est le même qu'en figure 3.14.

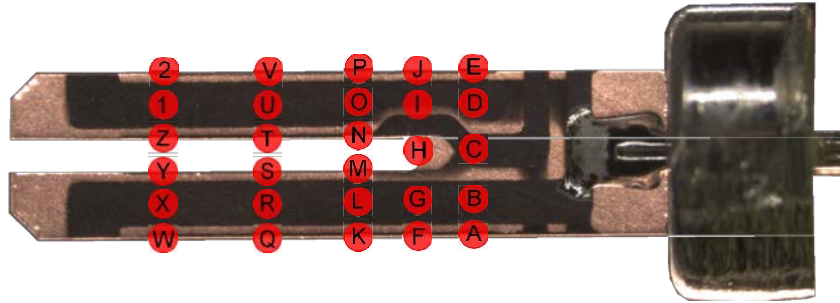


FIGURE 3.23 – Représentation des différents emplacements pour l'étude de la réponse du diapason en fonction de la position du laser

En superposant toutes les courbes, nous pouvons remarquer sur la figure 3.24 que l'amplitude en tension du diapason ainsi que la fréquence de résonance changent légèrement en fonction de la position d'excitation du laser.

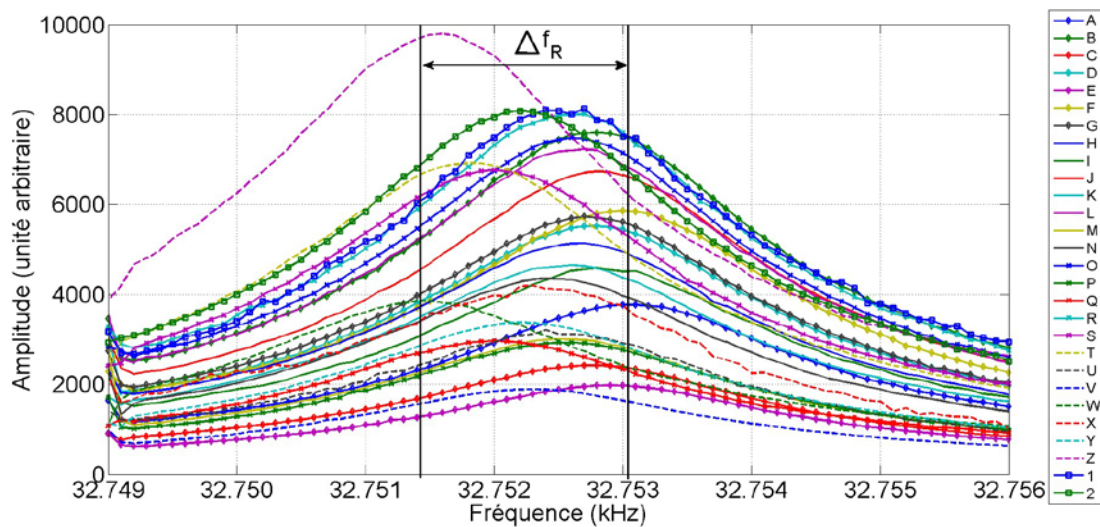


FIGURE 3.24 – Réponse en fréquence du diapason suivant les points de la figure 3.23. Étude de la tension du signal du diapason.

Nous avons une variation du facteur de qualité Q d'environ 4 % et un décalage en fréquence maximum Δf_R de 1,6 Hz. Nous avons résumé dans le tableau 3.1 les paramètres f_R et Q de chaque emplacement.

Nous avons par ailleurs étudié l'influence de la focalisation sur f_R et Q et aucun changement n'a été observé sur ces différents paramètres.

Par conséquent, la position et la focalisation du laser sur le diapason n'influencent que très faiblement le facteur de qualité et la fréquence de résonance, notamment quand on est proche de la base du résonateur. Ces observations facilitent ainsi la partie expérimentale. Seule l'amplitude de vibration est affectée par le positionnement du faisceau lumineux.

Points	f_R	Q	Points	f_R	Q
A	32753,0	13110,5	O	32752,6	13110,3
B	32752,8	13110,4	P	32752,6	12981,8
C	32752,7	13110,4	Q	32752,0	13241,2
D	32752,8	12981,8	R	32752,6	13110,3
E	32752,8	13241,5	S	32752,0	12855,5
F	32753,0	12855,9	T	32751,8	12855,4
G	32752,7	13241,4	U	32752,4	13110,2
H	32752,6	13241,4	V	32752,3	12981,6
I	32752,8	12981,8	W	32751,4	13240,9
J	32752,8	13110,4	X	32752,2	13110,2
K	32752,6	13110,3	Y	32752,2	13241,2
L	32752,7	13241,4	Z	32751,6	13109,9
M	32752,5	13241,4	1	32752,7	13375,2
N	32752,4	12981,7	2	32752,1	13241,2

TABLE 3.1 – Fréquence de résonance f_R et facteur de qualité Q des différentes positions d'excitation du laser sur le diapason

En conclusion, le modèle équivalent électrique nous a permis d'identifier les paramètres électriques (capacités statique et parasite, résistance de charge) afin de maximiser la valeur du facteur de qualité lors de nos expérimentations. Nous avons vu qu'il était judicieux d'utiliser un câble blindé (ou capacitif) pour avoir un facteur de qualité élevé et supprimer tous les parasites électriques, l'utilisation d'un tel câble n'étant pas envisageable pour une excitation électrique. Les avantages d'exciter le diapason photo-thermiquement sont semblables à l'excitation mécanique. Cependant, l'excitation photo-thermique offre plus de souplesse expérimentale puisque la position et la focalisation du laser n'influencent pas le comportement mécanique du diapason. Le facteur de qualité reste par ailleurs très élevé (supérieur à 10 000). Nous utiliserons par conséquent l'excitation photo-thermique dans la suite de ces travaux avec comme paramètres électriques : $R = 104,3 \text{ k}\Omega$, $R_0 = 63 \text{ M}\Omega$, $L = 6,64 \text{ kH}$, $C_0 = 180 \text{ pF}$ et $C_1 = 3,15 \text{ pF}$

3.3/ REPRÉSENTATION MÉCANIQUE DU DIAPASON

Bien que l'étude du modèle électrique ait permis d'analyser le comportement du système, il n'a donné aucune information sur la réponse mécanique du diapason. Nous voulons utiliser le résonateur à quartz en tant que capteur de force. L'ajout d'une masse (sonde, pointe,...) sur le diapason va changer le comportement mécanique de ce dernier. Nous établissons dans cette section un modèle mécanique permettant d'étudier l'influence d'une perturbation (ajout de masse) sur la réponse mécanique du diapason.

Le diapason compte deux modes d'excitation. Le premier mode est dit d'"anti-phase", mode pour lequel les deux bras vibrent en miroir. Dans cette configuration, le facteur de qualité est élevé. Le centre de masse reste stable et toutes les forces sont

compensées dans le diapason. L'autre mode est dit "en phase". Les bras vibrent dans la même direction, ce qui crée un déséquilibre du centre de masse et provoque ainsi des réactions au niveau de la base du diapason. Par conséquent, le facteur de qualité est moins élevé puisqu'il y a plus d'amortissements qui entrent en jeu dans le mouvement du diapason. En attachant une pointe sur un des bras, le diapason est déséquilibré, le facteur de qualité est alors fortement réduit jusqu'à atteindre environ 500 ($Q \approx 13\,000$ sous pression atmosphérique, sans ajout de masse). Pour minimiser ce problème, de nombreux auteurs [88, 92, 108, 109] ajoutent la même quantité de masse sur l'autre bras pour rééquilibrer le diapason et augmenter par conséquent son facteur de qualité.

Le diapason est considéré comme un oscillateur (masse, ressort et amortissement) couplé et est représenté par la figure 3.25.

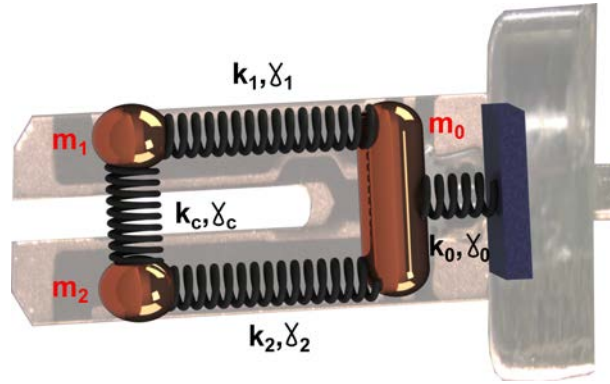


FIGURE 3.25 – Représentation de schéma mécanique équivalent du diapason

Les équations de mouvement, faisant intervenir le couplage des deux bras ainsi que l'influence de la base, sont représentées par les équations 3.6. Les paramètres x et f dépendent du temps t . Par souci de simplification, nous avons noté x , $\dot{x}$ et $\ddot{x}$ et f au lieu de $x(t)$, $\dot{x}(t)$ et $\ddot{x}(t)$ et $f(t)$.

$$\begin{cases} m_1 \ddot{x}_1 + (\gamma_1 + \gamma_c) \dot{x}_1 - \gamma_c \dot{x}_2 - \gamma_1 \dot{x}_0 + (k_1 + k_c) x_1 - k_c x_2 - k_1 x_0 = f_1 \\ m_2 \ddot{x}_2 + (\gamma_2 + \gamma_c) \dot{x}_2 - \gamma_c \dot{x}_1 - \gamma_2 \dot{x}_0 + (k_2 + k_c) x_2 - k_c x_1 - k_2 x_0 = f_2 \\ m_0 \ddot{x}_0 + (\gamma_1 + \gamma_2 + \gamma_0) \dot{x}_0 - \gamma_1 \dot{x}_1 - \gamma_2 \dot{x}_2 + (k_1 + k_2 + k_0) x_0 - k_1 x_1 - k_2 x_2 = 0 \end{cases} \quad (3.6)$$

où x_i est l'amplitude de vibration, $\dot{x}_i$ la vitesse, $\ddot{x}_i$ l'accélération, m_i la masse, k_i la constante de raideur et γ_i l'amortissement des bras $i = 1, 2$ et de la base $i = 0$. Le couplage entre les deux bras est représenté par k_c la constante de raideur et γ_c l'amortissement du diapason. Enfin, f_1 et f_2 sont les forces provenant de l'excitation des bras 1 et 2, ajustées en fonction de la tension d'alimentation des électrodes (pour le cas d'une excitation électrique), d'un système piézoélectrique supplémentaire (pour le cas d'une excitation mécanique) ou encore celle du laser (pour une excitation photo-thermique).

Il est possible de résoudre le système d'équations précédent de deux manières : analytique ou numérique. La résolution analytique d'un tel problème s'avère très difficile, il est donc nécessaire de simplifier au maximum les équations pour rendre la solution plus compréhensible. Nous avons exprimé simplement les composantes x_1 et x_2 par la méthode de Duncan. Nous considérons dans un premier temps un système d'équations couplées, sans prendre en compte la masse de la base. Le système d'équations 3.6 devient alors :

$$\begin{cases} m_1 \ddot{x}_1 + (\gamma_1 + \gamma_c) \dot{x}_1 - \gamma_c \dot{x}_2 + (k_1 + k_c)x_1 - k_c x_2 = f_1 \\ m_2 \ddot{x}_2 + (\gamma_2 + \gamma_c) \dot{x}_2 - \gamma_c \dot{x}_1 + (k_2 + k_c)x_2 - k_c x_1 = f_2 \end{cases} \quad (3.7)$$

avec les masses $m_1 = m_2 = m$, les coefficients d'amortissement $\gamma_1 = \gamma_2 = \gamma$ et les coefficients de raideur $k_1 = k_2 = k$. Ainsi, avec p l'opérateur de Laplace et ω_i les fréquences de résonances angulaires, les expressions de x_1 et x_2 sont définies par :

$$x_1 = \frac{f_1(p^2 m + p(\gamma + \gamma_c) + k + k_c) + f_2(p\gamma_c + k_c)}{m^2(p + \omega_1)(p + \omega_2)(p + \omega_3)(p + \omega_4)} \quad (3.8)$$

$$x_2 = \frac{f_2(p^2 m + p(\gamma + \gamma_c) + k + k_c) + f_1(p\gamma_c + k_c)}{m^2(p + \omega_1)(p + \omega_2)(p + \omega_3)(p + \omega_4)} \quad (3.9)$$

D'autres détails concernant cette méthode de résolution se trouvent en annexe II.

Les différentes variables (raideur, amortissement, masse) peuvent être déterminées par une méthode soit expérimentale soit théorique, notamment à partir des fréquences de résonance du système. Les expressions de ces dernières en phase et en anti-phase sont exprimées de la manière suivante :

$$\begin{aligned} f_{en\ phase} &= \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{m}} \\ f_{anti-phase} &= \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k + 2k_c}{m}} \end{aligned} \quad (3.10)$$

où $m = \rho WTL$ la masse d'un bras du diapason valant 1,8 mg avec la masse volumique $\rho = 2650 \text{ kg.m}^{-3}$, la longueur d'un bras $L = 3670 \text{ }\mu\text{m}$, la largeur $W = 320 \text{ }\mu\text{m}$ et l'épaisseur $T = 580 \text{ }\mu\text{m}$. Ces formules proviennent de la résolution du système conservatif, c'est-à-dire que nous ne tenons pas compte de l'amortissement du système. En écrivant le système d'équations sous forme matricielle, il faut ensuite résoudre l'équation

$\det[K - \omega^2 M] = 0$ pour exprimer les deux modes de résonance $f_{en\ phase}$ et $f_{anti-phase}$ avec $\omega = 2\pi f$ (cf. annexe III).

Expérimentalement, les valeurs des différentes raideurs peuvent être déterminées à partir des fréquences de résonance en phase et en anti-phase du diapason.

Le principe expérimental utilisé ici est identique à celui de la figure 3.14. Le diapason est connecté avec un câble blindé directement sur un détecteur synchrone, référencé sur le signal d'entrée du laser, modulé en amplitude.

Nous avons utilisé un diapason ayant pour fréquence de résonance 32 768 Hz. Lorsqu'on le décapsule, le diapason n'est plus sous vide et interviennent alors les forces de frottement de l'air ambiant. Par conséquent, la fréquence de résonance f_R et le facteur de qualité Q sont modifiés. f_R chute légèrement d'une quinzaine de hertz et Q d'un facteur 10.

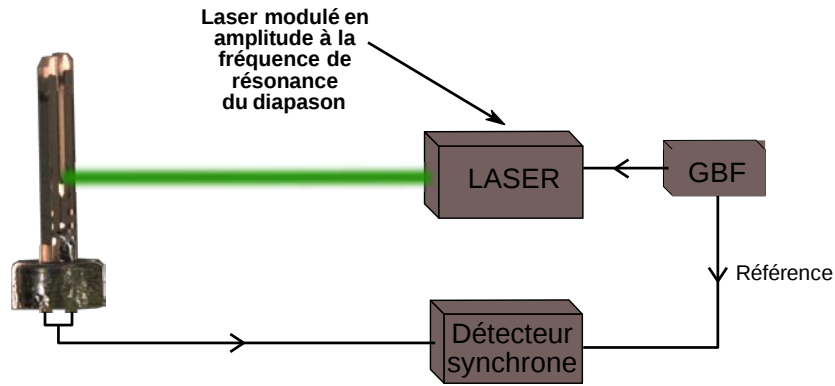


FIGURE 3.26 – Schéma expérimental utilisé pour la validation du modèle

La figure 3.27 présente la réponse en fréquence d'un diapason décapsulé, sans masse ajoutée et excité photo-thermiquement. Nous distinguons clairement sur les figures 3.27 (a) et 3.27 (d) un pic de résonance proche de 33 kHz. Sur la figure 3.27 (a), d'autres pics, moins visibles, sont également présents. Hormis à 19 kHz, nous n'apercevons que des artéfacts de mesure. N'ayant pas assez de signal sur une majeure partie de la bande de fréquence 10-50 kHz, la phase du détecteur synchrone tourne (cf. figure 3.27 (d)), le pic à 19 kHz, de faible intensité, se voit donc noyer dans le bruit. En effectuant un balayage en fréquence plus fin sur les zones d'intérêt 19 et 33 kHz, nous pouvons voir les courbes correspondant aux modes "en phase" (figures 3.27 (c) et 3.27 (f)) et "anti-phase" (figures 3.27 (b) et 3.27 (e)). Le signal du mode "anti-phase" a une plus grande intensité que le mode "en phase". Par ailleurs, concernant le facteur de qualité, celui du mode "en phase" est sept fois plus faible que le mode "anti-phase" : $Q_{en\ phase} = 2\ 650$ et $Q_{anti-phase} = 14\ 250$. C'est pourquoi le mode "anti-phase" est à privilégier pour la détection de contact. A partir de ces courbes, nous en déduisons donc les fréquences de résonance des deux modes : $f_{en\ phase} = 18\ 491\ Hz$ et $f_{anti-phase} = 32\ 753\ Hz$.

À l'aide de ces résultats et des équations 3.10, les raideurs k et k_c peuvent être déterminées et valent respectivement 24 300 N/m et 25 965 N/m.

Théoriquement, il est également possible de déterminer la valeur de la raideur statique $k_{statique}$ en considérant que le bras du diapason est une poutre encastrée-libre (cf annexe IV). La constante de raideur $k_{statique}$ est donc définie par

$$k_{statique} = \frac{EW}{4} \frac{T^3}{L} \quad (3.11)$$

Par conséquent, $k_{statique} = 24\ 850\ N/m$. Nous remarquons que les valeurs théorique et expérimentale sont en accord.

Les valeurs des constantes de raideur étant évaluées, déterminons maintenant les valeurs des amortissements. L'amortissement est influencé par les paramètres de la structure k et m , et joue un rôle important sur la valeur du facteur de qualité. Nous sommes en présence d'un oscillateur couplé, exprimer γ et γ_c analytiquement s'avère difficile : nous avons donc estimé ces dernières pour faire correspondre le facteur de qualité théorique avec le facteur de qualité expérimental. Pour une équation de mouve-

ment non couplée, $\gamma = \frac{\sqrt{km}}{Q}$ soit de l'ordre de $10^{-5}\ kg/s$. Ainsi, γ et γ_c valent respectivement $1,9 \cdot 10^{-5}\ kg/s$ et $3,5 \cdot 10^{-6}\ kg/s$.

Tous les paramètres physiques sont maintenant déterminés. Nous avons précisé

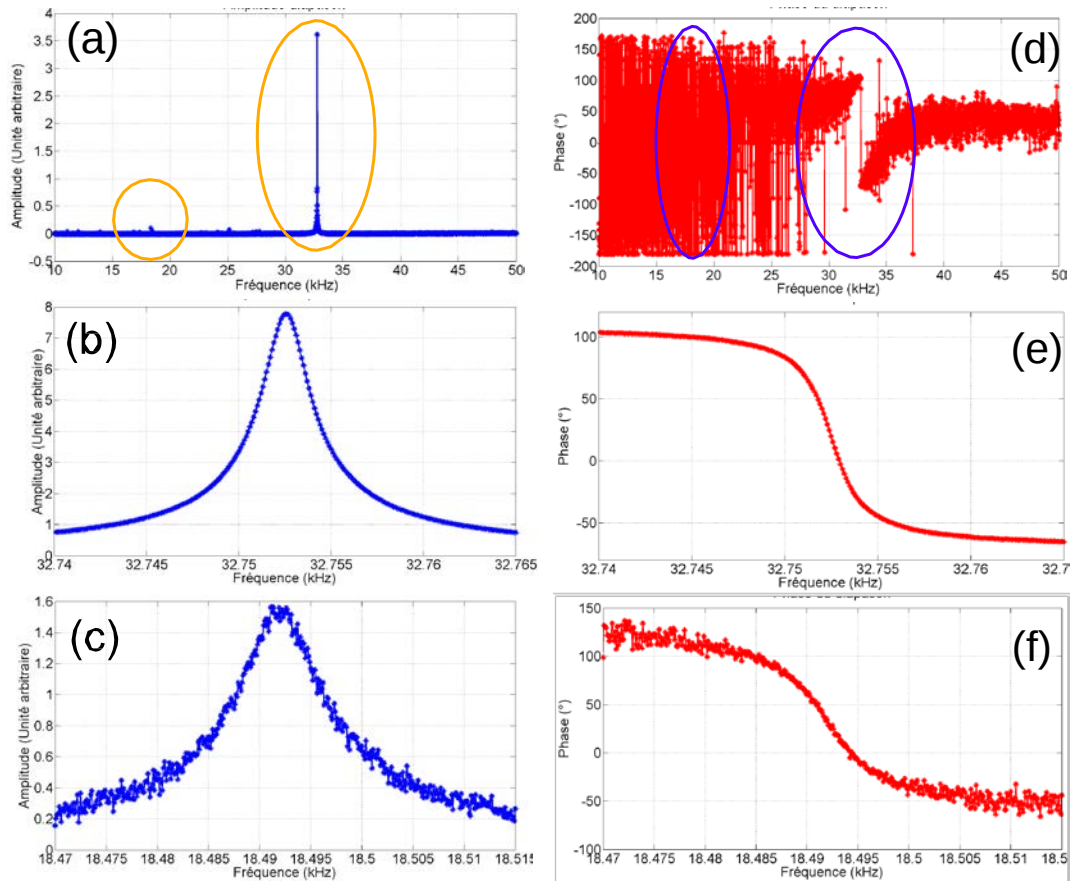


FIGURE 3.27 – Courbes expérimentales du diapason excité photo-thermiquement, amplitude ((a), (b) et (c)) et phase ((d), (e) et (f))

précédemment qu'il y avait deux manières de résoudre le système d'équations couplées : analytique et numérique. Après avoir décrit analytiquement le système, décrivons la méthode numérique.

Nous écrivons premièrement le système d'équations couplées en négligeant l'influence de la masse de la base, ce qui va nous permettre de pouvoir comparer les deux modèles (cf. figure 3.28).

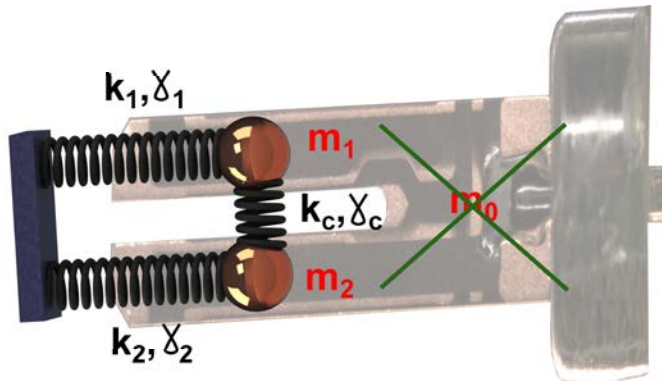


FIGURE 3.28 – Représentation du schéma mécanique équivalent du diapason en considérant que la masse de la base est négligeable

Ainsi, nous mettons le tout sous forme d'une équation différentielle de degré 1 comme l'équation 3.12.

$$\dot{\underline{x}} = A\underline{x} + B\underline{u} \quad (3.12)$$

Nous avons A et B représentant des matrices et $\dot{\underline{x}}$, $\underline{x}$ et $\underline{u}$ des vecteurs. $\underline{u}$ est un vecteur unité définissant l'excitation mécanique et $\underline{x}$ regroupe les positions et vitesses des bras 1 et 2. Le système 3.7 devient alors le suivant :

$$\begin{bmatrix} \dot{x}_1 \\ \dot{x}_1 \\ \dot{x}_2 \\ \dot{x}_2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 & 1 & 0 & 0 \\ -\frac{k_1+k_c}{m_1} & -\frac{\gamma_1+\gamma_c}{m_1} & \frac{k_c}{m_1} & \frac{\gamma_c}{m_1} \\ 0 & 0 & 0 & 1 \\ \frac{k_c}{m_2} & \frac{\gamma_c}{m_2} & -\frac{k_2+k_c}{m_2} & -\frac{\gamma_2+\gamma_c}{m_2} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} x_1 \\ \dot{x}_1 \\ x_2 \\ \dot{x}_2 \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} 0 \\ \frac{f_1}{m_1} \\ 0 \\ \frac{f_2}{m_2} \end{bmatrix} \quad (3.13)$$

Nous avons utilisé le logiciel Matlab pour la simulation numérique et le code utilisé est décrit en annexe V.

Les deux modèles étant clairement définis, comparons ces derniers afin de valider l'utilisation du modèle numérique. Nous pourrions par la suite le rendre plus complexe en ajoutant dans un premier temps une troisième masse m_0 (celle de la base) et dans un second temps une autre masse sur un des bras. Cette masse permet de simuler une pointe pour des études topographiques.

Les figures 3.29 et 3.30 présentent ainsi la comparaison des courbes expérimentales et théoriques des modèles analytique et numérique du système 3.7. Les données utilisées sont les suivantes :

- $m_1 = m_2 = m = 1,8 \text{ mg}$
- $k_1 = k_2 = k = 24\,300 \text{ N/m}$
- $\gamma_1 = \gamma_2 = \gamma = 1,9 \cdot 10^{-5} \text{ kg/s}$
- $f_1 = -f_2 = f = 2,4 \text{ nN}$
- $k_c = 25\,965 \text{ N/m}$
- $\gamma_c = 3,5 \cdot 10^{-6} \text{ kg/s}$

Rappelons que nous étudions le mode d'anti-phase où les bras 1 et 2 vibrent en opposition de phase, c'est pour cela que nous avons $f_1 = -f_2$. La force est une image de la réponse électrique du diapason. Cette réponse dépend du facteur de qualité du diapason, de sa tension d'excitation mais également de la zone de positionnement du laser sur le diapason.

Les deux modèles concordent et sont tous les deux en accord avec les courbes expérimentales. La résolution numérique avec les paramètres définis précédemment sera donc utilisée pour étudier dans un premier temps l'influence de la base sur le comportement du diapason, et dans un second temps, pour étudier l'influence d'un ajout de masse sur un des bras du résonateur à quartz.

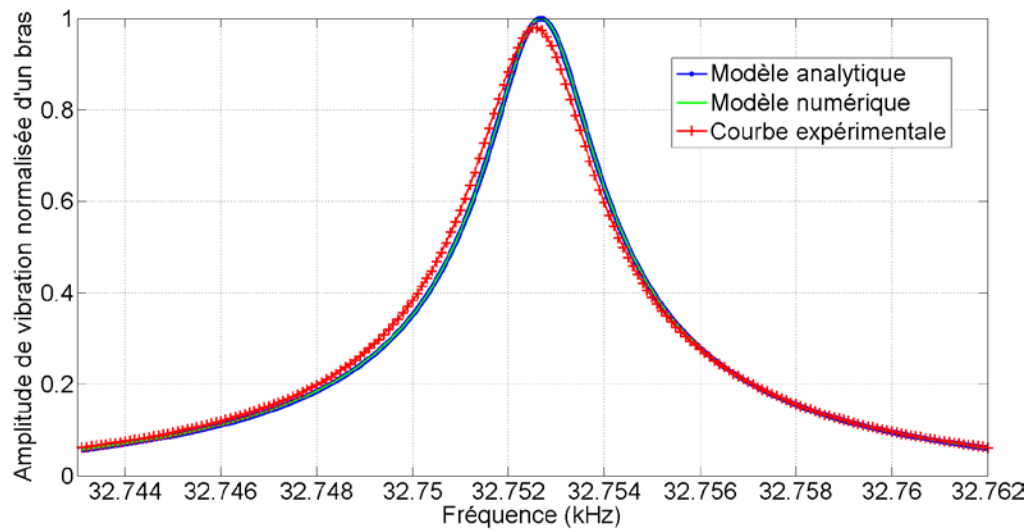


FIGURE 3.29 – Courbes de l'amplitude de vibration du diapason : comparaison entre les modèles analytique et numérique du système d'équations différentielles couplées du second ordre et superposition avec la courbe expérimentale précédente (figure 3.27)

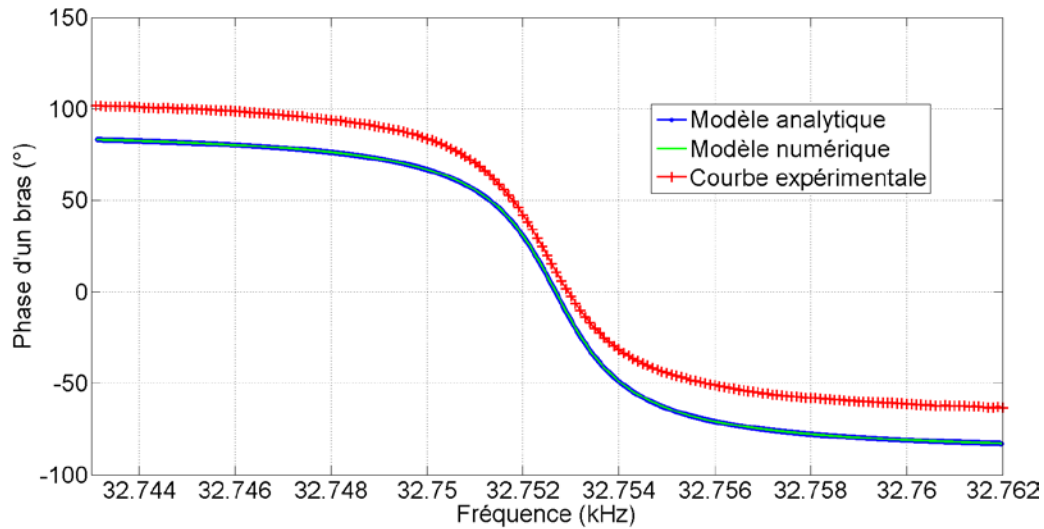


FIGURE 3.30 – Courbes de phase de la vibration du diapason : comparaison entre les modèles analytique et numérique du système d'équations différentielles couplées du second ordre et superposition avec la courbe expérimentale précédente (figure 3.27)

Rappelons la représentation mécanique du système “3 masses” en figure 3.31.

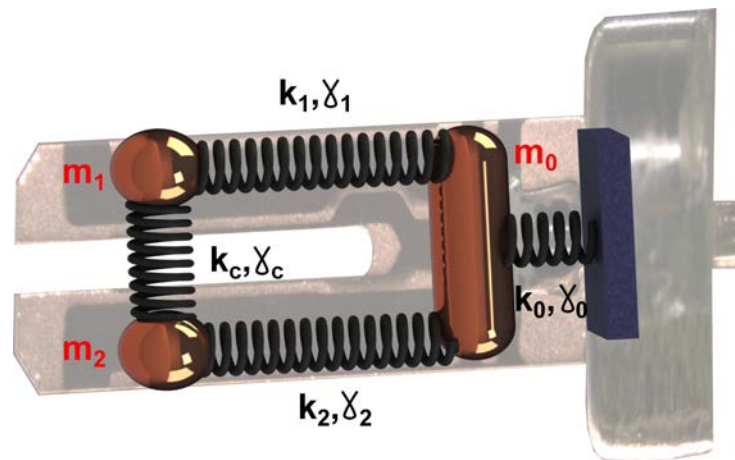


FIGURE 3.31 – Représentation de schéma mécanique équivalent du diapason

Sur le même principe que l'annexe V, nous avons écrit les trois équations différentielles couplées du second ordre sous forme d'une équation matricielle différentielle du premier ordre. Le système d'équations devient alors :

$$\begin{bmatrix} \dot{x}_1 \\ \dot{x}_1 \\ \dot{x}_2 \\ \dot{x}_2 \\ \dot{x}_0 \\ \dot{x}_0 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 & 1 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{k_1+k_c}{m_1} & -\frac{\gamma_1+\gamma_c}{m_1} & \frac{k_c}{m_1} & \frac{\gamma_c}{m_1} & \frac{k_1}{m_1} & \frac{\gamma_1}{m_1} \\ 0 & 0 & 0 & 1 & 0 & 0 \\ \frac{k_c}{m_2} & \frac{\gamma_c}{m_2} & -\frac{k_2+k_c}{m_2} & -\frac{\gamma_2+\gamma_c}{m_2} & \frac{k_2}{m_2} & \frac{\gamma_2}{m_2} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 1 \\ \frac{k_1}{m_0} & \frac{\gamma_1}{m_0} & \frac{k_2}{m_0} & \frac{\gamma_2}{m_0} & -\frac{k_1+k_2+k_0}{m_0} & -\frac{\gamma_1+\gamma_2+\gamma_0}{m_0} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} x_1 \\ x_1 \\ x_2 \\ x_2 \\ x_0 \\ x_0 \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} 0 \\ \frac{f_1}{m_1} \\ 0 \\ \frac{f_2}{m_2} \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} \quad (3.14)$$

En reprenant les mêmes paramètres que précédemment, nous remarquons en figures 3.32 et 3.33 qu'il n'y a aucune différence entre le modèle que nous appellerons "2 masses" (système de deux équations couplées 3.7) et le modèle "3 masses" (système de trois équations couplées 3.6).

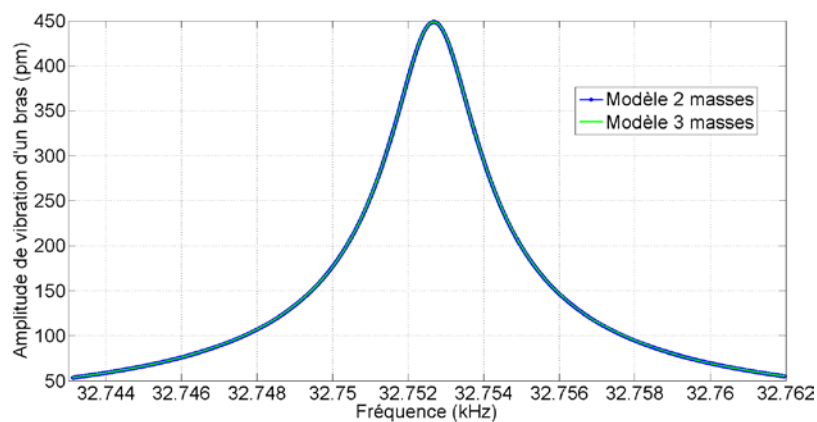


FIGURE 3.32 – Courbes de l'amplitude de vibration du diapason : comparaison entre les modèles numériques 2 et 3 masses

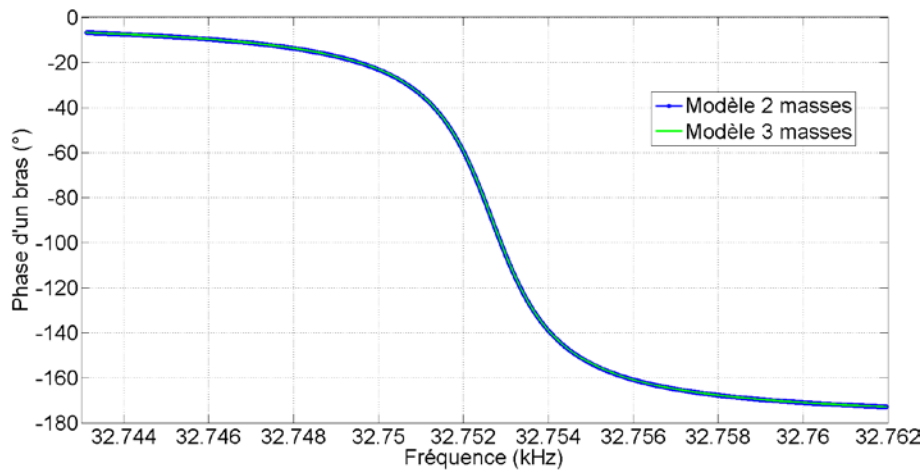


FIGURE 3.33 – Courbes de phase de la vibration du diapason : comparaison entre les modèles numériques “2 masses” et “3 masses”

En revanche, si nous considérons que les masses m_1 et m_2 sont différentes, nous constatons un comportement du diapason totalement différent entre les modèles “2 masses” et “3 masses” (cf. figure 3.34). Regardons les évolutions du facteur de qualité du diapason et de l'amplitude de vibration des bras en fonction d'un ajout de masse. Nous n'étudions ici que les deux modèles numériques. Aucune comparaison avec des courbes expérimentales n'a été faite puisqu'il est difficile de maîtriser un ajout de masse au micro gramme près.

Les simulations montrent que l'amortissement de la base est très important sur le comportement du facteur de qualité, sur l'amplitude du bras libre et sur l'amplitude du bras chargé. La base, compte tenu de ses dimensions ($2170 \times 320 \times 1470 \mu\text{m}^3$) est considérée comme une poutre puisque le rapport entre sa longueur et sa largeur est supérieur à 2. Ainsi, la valeur de sa raideur en flexion est de $k_0 = 1,96 \cdot 10^6 \text{ N/m}$. Nous montrons en figure 3.34 l'amplitude des deux bras en fonction d'un ajout de masse sur le bras 2 pour un amortissement de la base $\gamma_0 = 200 \cdot 10^{-2} \text{ kg/s}$.

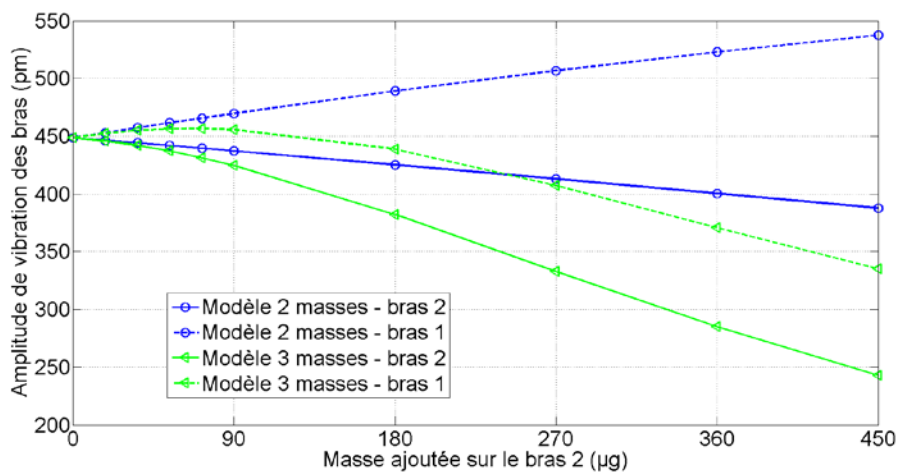


FIGURE 3.34 – Amplitude de vibration des bras du diapason : comparaison entre les modèles numériques “2 masses” et “3 masses” pour $\gamma_0 = 200 \cdot 10^{-2} \text{ kg/s}$

Nous remarquons que les deux modèles ne concordent pas. Au niveau des amplitudes de vibration des bras, l'amplitude du bras chargé diminue pour les deux modèles mais pas de la même manière. Le comportement est totalement différent pour le bras non chargé. Suite au déséquilibre, le centre de masse n'est plus stable (cf. figure 3.35). Ceci entraîne par conséquent une augmentation de l'amplitude de vibration du bras libre. L'amplitude de vibration de la base n'est quant à elle pas linéaire en fonction de la masse ajoutée, ainsi, à partir d'une certaine masse, la vibration d'amplitude du bras libre diminue (modèle "3 masses").

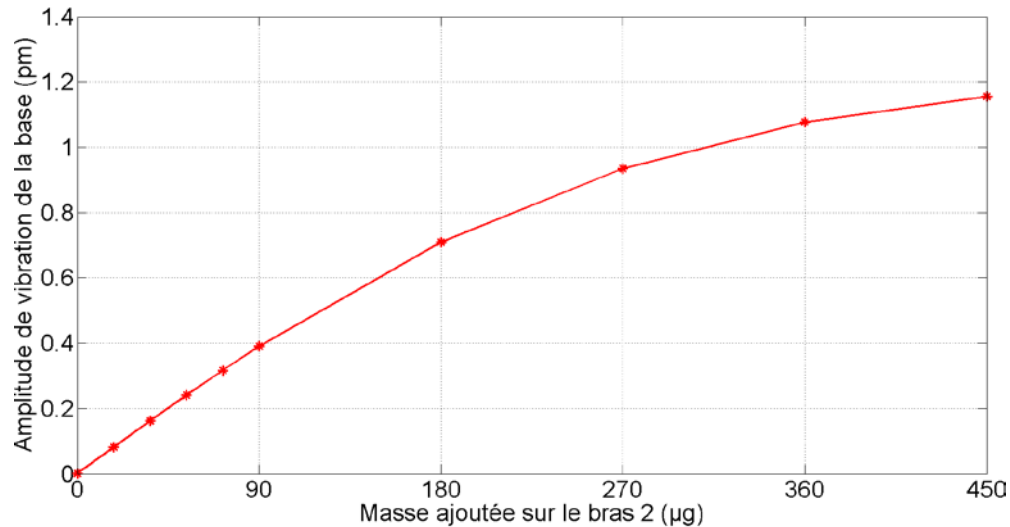


FIGURE 3.35 – Amplitude de vibration de la base du diapason pour $\gamma_0 = 200.10^{-2} \text{ kg/s}$

En ce qui concerne le facteur de qualité, une comparaison entre les deux modèles est faite en figure 3.36.

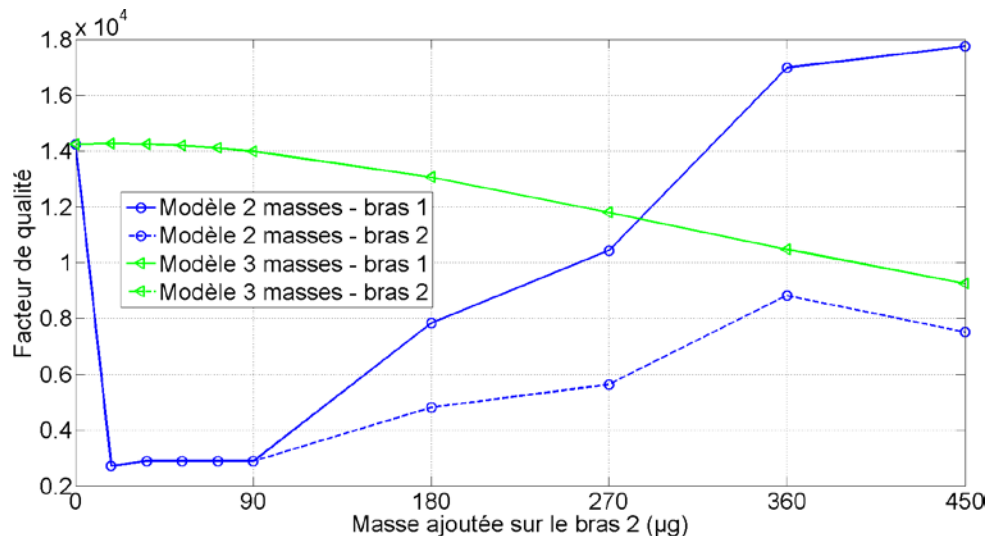


FIGURE 3.36 – Facteur de qualité des bras du diapason : comparaison entre les modèles numériques "2 masses" et "3 masses" pour $\gamma_0 = 200.10^{-2} \text{ kg/s}$

Ces courbes représentent le facteur de qualité des bras. En toute logique, si nous ajoutons une masse sur un des bras, le diapason est déséquilibré, par conséquent, les

amortissements qui interviennent dans le matériau sont plus importants et le facteur de qualité diminue au fur et à mesure que l'ajout de masse est important. On remarque très bien ce phénomène pour le cas du modèle "3 masses" (le facteur de qualité de la base, non représenté ici, a le même comportement que celui des bras du modèle "3 masses"). Le facteur de qualité du modèle "2 masses" n'est pas le même pour les deux bras et se comporte anormalement : plus le déséquilibre est important et plus le facteur de qualité augmente.

En conclusion, même s'il est difficile d'estimer une valeur de l'amortissement de la base, l'étude du comportement mécanique nous a permis d'identifier les paramètres tels que la raideur du système ou encore les fréquences de résonance et d'anti-résonance. Nous avons pu mettre en évidence l'influence de la base sur le comportement du diapason suite à un ajout de masse : facteur de qualité, amplitude de vibration des bras. Le modèle "3 masses" est donc plus représentatif que le modèle "2 masses" puisqu'il est plus proche du vrai comportement du diapason.

3.4/ AFM EN MODE DYNAMIQUE

Nous avons développé un microscope à force atomique en mode dynamique utilisant un diapason et un système d'excitation photo-thermique. Le résonateur à quartz est excité à sa fréquence de résonance et les bras vibrent en opposition de phase. Nous calibrons dans cette section l'amplitude de vibration de ces bras à l'aide d'un interféromètre. Des études topographiques sont ensuite réalisées pour démontrer les performances de notre microscope.

3.4.1/ PRÉSENTATION DE LA PARTIE EXPÉRIMENTALE

Le synoptique de notre microscope à force atomique en mode dynamique est présenté sur la figure 3.37. Un diapason est excité photo-thermiquement à l'aide d'un laser modulé en amplitude. Une pointe de tungstène, utilisée pour le contact, est collée sur chacun des bras pour équilibrer le résonateur. Comme nous l'avons vu précédemment, il est préférable d'utiliser un câble blindé pour connecter le diapason. Le résonateur à quartz est connecté sur un amplificateur à détection synchrone (E&EG 5210) qui est référencé avec le signal de synchronisation TTL de l'excitation laser (33220A Agilent). Nous avons utilisé une diode laser fibrée de longueur d'onde 637 nm (LP637-SF70 Thorlabs) et de puissance maximale de 70 mW. Elle est régulée en température (LCLDM9 et TED200C Thorlabs) et il est possible de contrôler sa puissance de sortie (LDC205C Thorlabs). Une lentille de collimation est présente à la sortie de la fibre optique pour focaliser le faisceau lumineux sur le diapason.

Pour la détection du contact, nous utilisons le signal de phase du diapason extrait du détecteur synchrone. Le laser est modulé à la fréquence de résonance du QTF. L'échantillon, placé perpendiculairement à la pointe de tungstène utilisé pour le contact (cf. section 3.4.3), se déplace dans la direction du diapason via une table de translation piézoélectrique (nanocube P-611.3S Physik Instrumente). Lors du contact, la fréquence de résonance du diapason va être modifiée de quelques hertz environ (suivant la force d'appui). Par conséquent, travaillant à fréquence fixe, le signal de phase du diapason va changer également. Une représentation de ce principe est présentée en figure 3.38.

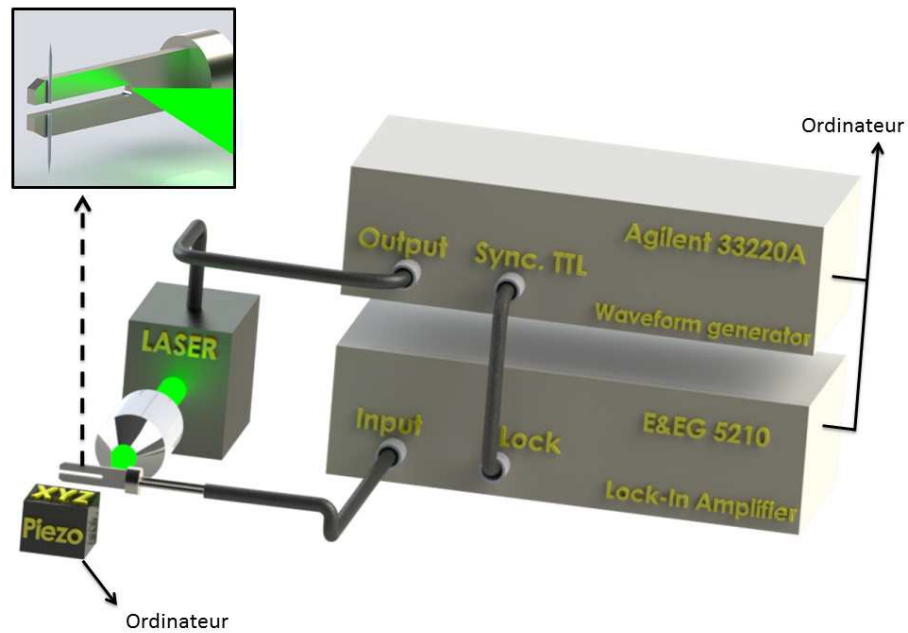


FIGURE 3.37 – Schéma de principe de l'excitation photo-thermique

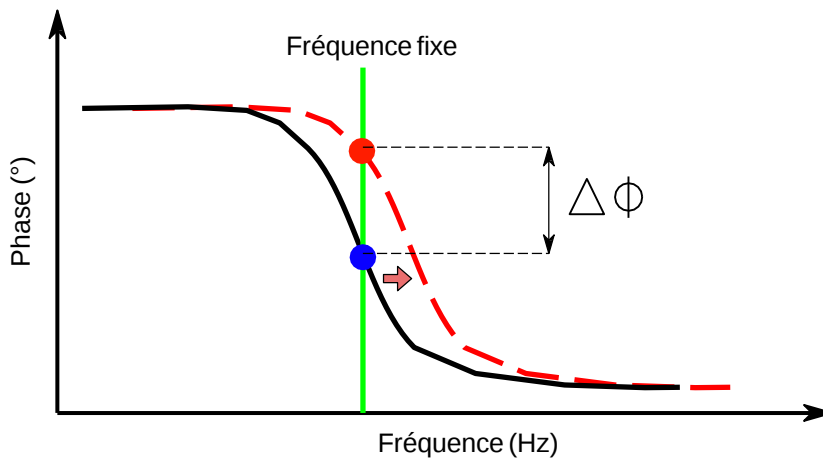


FIGURE 3.38 – Principe de la détection de contact fondé sur le signal de phase du diapason

Nous utilisons donc une consigne $\Delta\Phi$ pour contrôler la distance pointe-échantillon.

Pour le positionnement de la pointe par rapport à l'échantillon, d'autres tables de déplacement sont également utilisées : piézoélectriques (SLC-1730 SmarAct) pour réaliser des déplacements fins (de 10 nm à 5 mm) et manuelles pour des déplacements plus importants (de 10 μm à 25 mm).

Contrairement à un AFM classique, nous réalisons un balayage point par point. C'est-à-dire que l'échantillon vient au contact de la pointe, une fois le contact détecté, différents paramètres sont enregistrés (notamment les coordonnées XYZ de l'échantillon). L'échantillon s'éloigne verticalement d'une centaine de nanomètres de la pointe, se déplace ensuite horizontalement puis verticalement en direction de la pointe et de manière

itérative jusqu'à l'obtention d'une image.

3.4.2/ CALIBRATION DE L'AMPLITUDE DE VIBRATION DU DIAPASON

Nous avons calibré l'amplitude de vibration d'un diapason libre, sans masse ajoutée, par le biais d'un interféromètre hétérodyne. L'objectif est de pouvoir estimer l'amplitude de vibration des bras en fonction du signal électrique provenant des électrodes du diapason. Nous avons ainsi excité le diapason photo-thermiquement et avons placé l'interféromètre à l'extrémité d'un bras. Nous avons connecté le résonateur à quartz directement sur un détecteur synchrone. Nous avons fait varier la puissance du signal d'excitation en enregistrant les données du détecteur synchrone et de l'analyseur de spectre connecté à la sonde interférométrique (amplitude de vibration des bras). Le schéma de principe du positionnement des deux faisceaux lasers est représenté en figure 3.39.

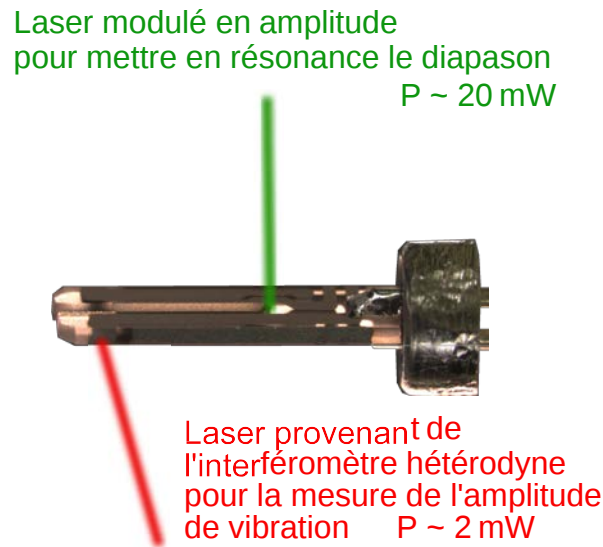


FIGURE 3.39 – Positionnement des faisceaux lasers pour la calibration de l'amplitude de vibration des bras à l'aide d'un interféromètre hétérodyne

La courbe de l'amplitude de vibration des bras en fonction du courant généré par le diapason est présentée en figure 3.40.

À partir de cette courbe, nous pouvons déduire le coefficient de calibration du diapason qui est de 5,33 pA/pm. Ayant utilisé un détecteur synchrone avec une impédance d'entrée de 10 MΩ, nous avons également 53,3 μV/pm. Théoriquement pour le quartz, le rapport entre le courant et l'amplitude de vibration s'exprime par [110] :

$$\frac{I}{x} = 3,42 f_0 \frac{TW}{L} = 5,66 \text{ pA/pm} \quad (3.15)$$

Nous remarquons par conséquent que les valeurs théorique et expérimentale concordent.

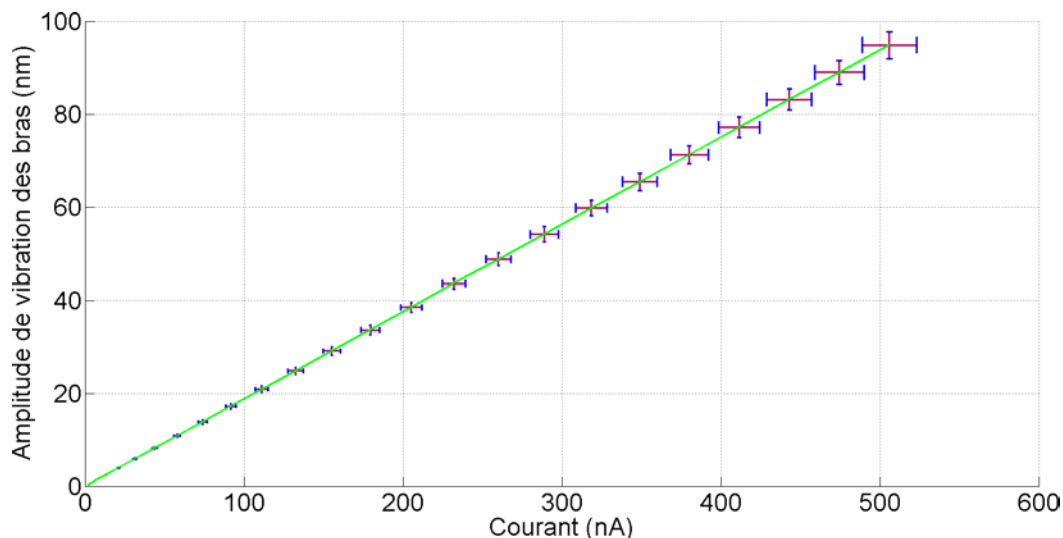


FIGURE 3.40 – Courbe de calibration de l'amplitude du diapason en fonction de la tension à ses bornes

3.4.3/ CARACTÉRISTIQUES DU DIAPASON ET DE LA SONDE UTILISÉS POUR LA TOPOGRAPHIE

Nous avons connecté le diapason sur le détecteur synchrone E&EG 5210 ayant pour capacité d'entrée 43 pF et une résistance d'entrée de 63 MΩ. Le système total possède une capacité $C_0 = 180$ pF et une résistance $R_0 = 63$ MΩ. En se référant à la figure 3.18, nous constatons que nous sommes dans des conditions optimales (croix) permettant d'avoir un haut facteur de qualité. Celui correspondant au diapason utilisé pour l'étude topographique est équivalent à 8 150. La fréquence de résonance est quant à elle de 26 580 Hz.

Pour utiliser le diapason en tant que capteur de force, nous avons placé sur chaque extrémité des bras une pointe de tungstène (cf. figure 3.41 (a)). La masse des deux pointes est la même afin d'optimiser au maximum le comportement du diapason. Nous avons ensuite affiné par attaque chimique les pointes et les avons taillées au FIB pour avoir une résolution spatiale sub-micronique. Une photographie d'une pointe est présentée en figure 3.41 (b). La hauteur de cette dernière est de 1,2 μm et la largeur à l'extrémité est de 120 nm.

3.4.4/ IMAGE TOPOGRAPHIQUE

Une piste de platine de 300 nm d'épaisseur environ, déposée sur un substrat de pyrex a été utilisée pour faire une étude topographique. Nous avons gravé de moitié l'épaisseur de cette piste à l'aide de faisceaux d'ions localisés (FIB). La figure 3.42 (a) présente l'image de la lettre T (avec une largeur de trait de 600 nm environ) et (b) sa topographie obtenue avec notre microscope à force atomique en mode dynamique.

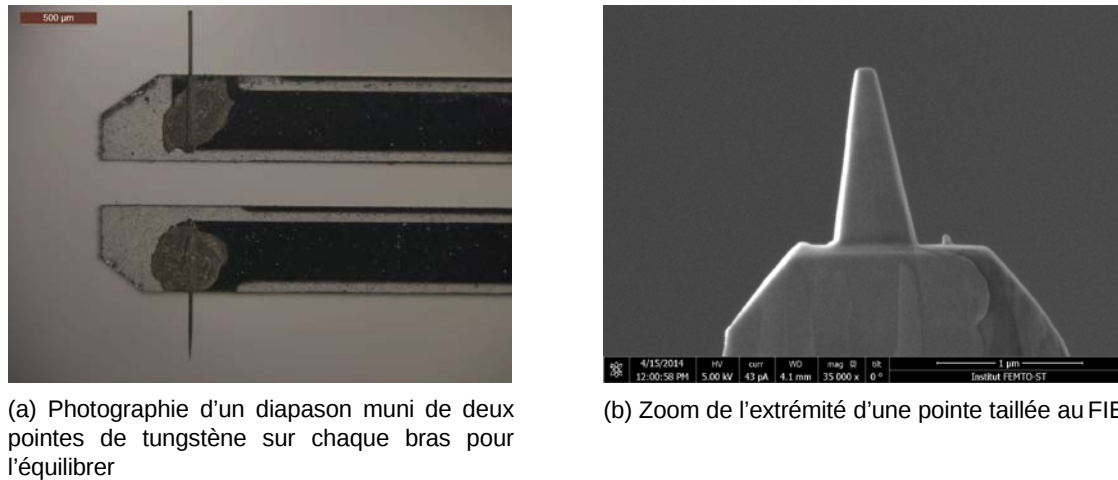


FIGURE 3.41 – Photographies du diapason et d'une pointe de tungstène

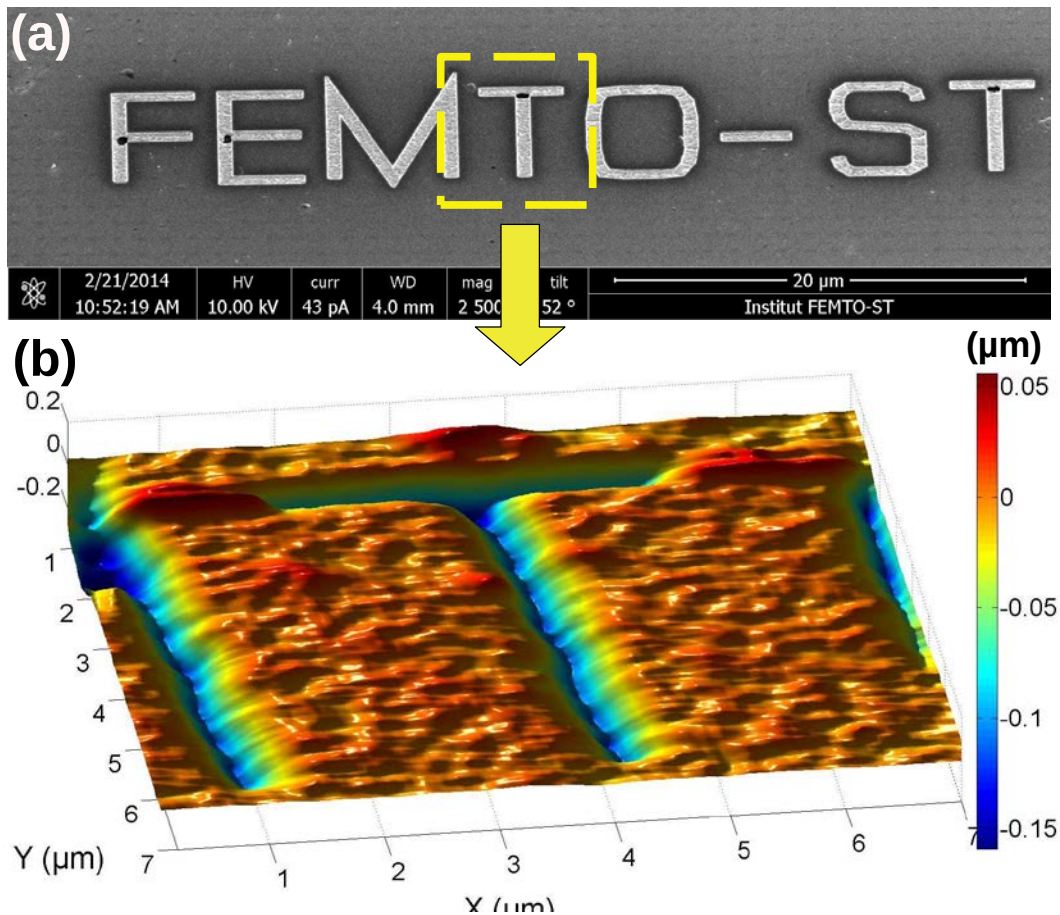


FIGURE 3.42 – (a) Image du T et (b) sa topographie obtenue avec notre microscope

Nous avons étudié également la topographie de la lettre T avec un AFM commercial (Dimension 3100 - Veeco). La figure 3.43 présente l'image du T obtenue avec (a) l'AFM classique, (b) notre microscope et (c) son profil vertical (comparaison du profil des deux microscopes).

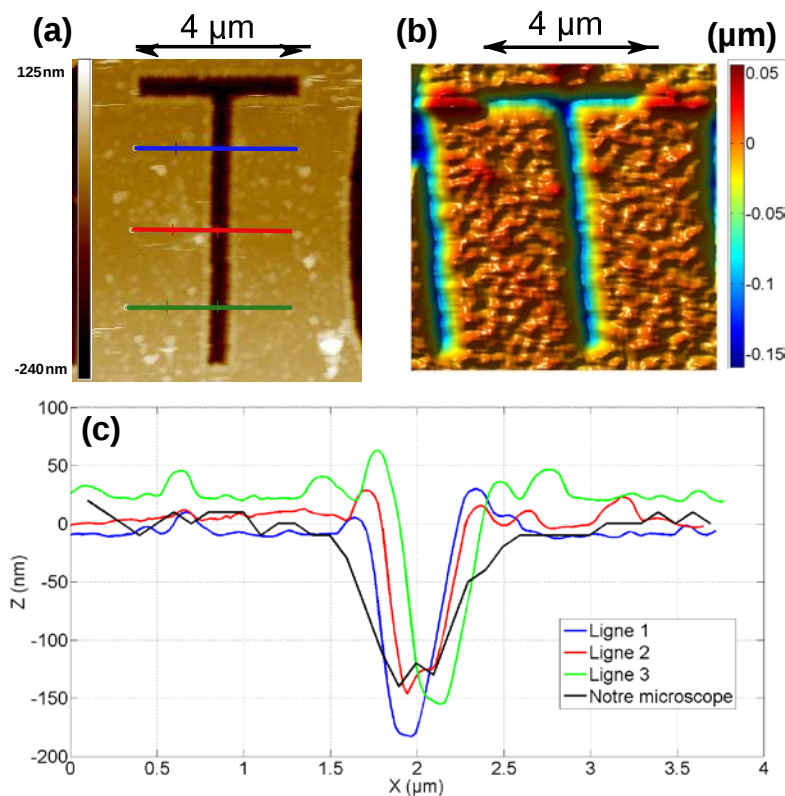


FIGURE 3.43 – Topographie du T obtenue avec (a) un AFM classique, (b) notre microscope et (c) son profil en Z (comparaison du profil des deux microscopes)

Les dimensions X, Y et Z de la lettre T sont les mêmes pour les deux microscopes. La profondeur de gravure est estimée à 150 nm. Nous remarquons nettement la convolution de la pointe de tungstène due à sa dégradation lors du balayage. La figure 3.44 compare la forme de la pointe après l'étude topographique (la figure 3.43 (b) représentant la géométrie de la pointe avant l'étude topographique).

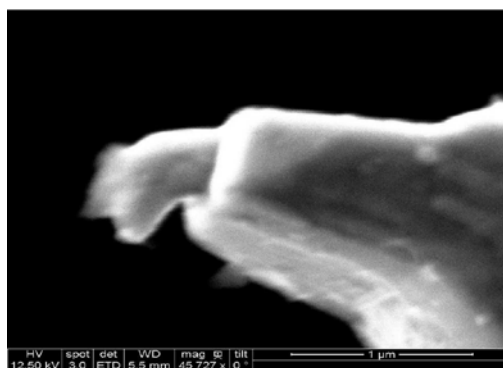


FIGURE 3.44 – Image de la pointe de tungstène après l'étude topographique

En conclusion, ces résultats montrent les performances de notre microscope à force atomique utilisant une excitation photo-thermique. Ils sont comparables à ceux obtenus avec un microscope à force atomique classique.

3.5/ CONCLUSION

En plus des deux principaux modes d'excitation, électrique et mécanique, nous avons présenté dans ce chapitre une nouvelle méthode d'excitation du diapason à quartz placé dans un microscope en champ proche : l'excitation photo-thermique. En détaillant ses particularités électrique et mécanique, nous avons conclu que ce type d'excitation présentait de nombreux avantages : absence du mode d'anti-résonance, flexibilité expérimentale.

En effet, nous avons mis en évidence l'influence de la connectique et des instruments de mesure sur le comportement du facteur de qualité, de la fréquence de résonance mais également de l'amplitude de vibration. Au vu des résultats théoriques, nous avons souligné qu'un compromis devait être réalisé pour avoir un bon facteur de qualité et une amplitude de vibration assez élevée pour être détectable sur un amplificateur à détection synchrone. Par ailleurs, tout comme l'excitation mécanique, l'absence d'anti-résonance permet la détection de contact pointe-échantillon sans ambiguïté sur la phase. La comparaison entre nos résultats théoriques et expérimentaux a permis de valider notre modèle électrique.

Au niveau du comportement mécanique, la prise en compte de la base du diapason est importante pour avoir une représentation réelle des amplitudes de vibration des deux bras, et notamment lorsqu'une charge est ajoutée sur l'un d'entre eux. Le résonateur à quartz, lorsqu'il est décapsulé, a un facteur de qualité supérieur à 10 000 (sans masse ajoutée). Nous avons également souligné l'importance d'équilibrer le diapason pour minimiser l'amortissement au sein du matériau piézoélectrique. Bien qu'il soit difficile d'estimer les amortissements du système, nous avons pu faire un choix de modèle représentatif.

L'excitation laser a permis de simplifier les installations expérimentales puisque la position du laser et sa focalisation sur le diapason n'influencent guère le facteur de qualité et la fréquence de résonance du résonateur à quartz. Les résultats de topographie ont confirmé les performances du diapason en tant que capteur de force. Ils ont démontré par ailleurs les performances de l'excitation photo-thermique pour la résonance du diapason.

Enfin, le chapitre suivant va introduire et présenter le diapason en tant que capteur de force, en utilisant une sonde thermocouple à la place d'une pointe en tungstène. L'objectif est d'avoir une force de contact identique, ce qui permet d'avoir une surface de contact similaire entre chaque mesure thermique. En mode actif, ce paramètre est à prendre en compte pour la reproductibilité des mesures. Contrairement à la pointe de tungstène, rigide, le micro-fil va amortir le contact et ne se déformera que faiblement, assurant une surface de contact identique.

MICROSCOPIE THERMIQUE EN MODE ACTIF

Dans le but de déterminer les caractéristiques thermiques des matériaux, nous avons ajouté à notre microscope thermique un système associant un thermocouple et un diapason à quartz. Dans la première partie de ce chapitre, nous modélisons la sonde bifilaire par un modèle thermique simple, non couplé, en considérant la résistivité électrique indépendante de la température. Afin d'analyser la sensibilité au contact de la sonde, nous analysons le comportement thermique des deux fils du thermocouple : le platine et le platine-rhodié. Nous comparons ensuite cette sonde constituée de deux matériaux différents avec une sonde composée de deux fils ayant les propriétés thermiques moyennes du platine et du platine-rhodié. Nous complexifions ensuite ce modèle thermique en introduisant un couplage entre les différentes harmoniques : la résistivité électrique est ici dépendante de la température. Nous verrons qu'il est important de prendre en compte ce phénomène pour estimer la température réelle du capteur.

Nous présentons en deuxième partie de ce chapitre les résultats relatifs à l'utilisation de sondes résistives et thermocouples en mode actif. Quatre sondes différentes, de 1,3 et 5 μm de diamètre sont étudiées. Nous confrontons tout d'abord les données théoriques avec les données expérimentales pour valider notre modèle thermique. Nous verrons que certains paramètres, tels que la longueur et le rayon du fil, influencent fortement la réponse thermique des capteurs. Nous comparons ensuite ces quatre sondes à travers des études topographiques. Nous expliquons l'importance du positionnement de la sonde sur le résonateur à quartz. Le but est de placer le capteur sur le diapason sans dégrader son facteur de qualité. Nous verrons par ailleurs comment améliorer la résolution spatiale du thermocouple en modifiant la géométrie de sa jonction par faisceaux d'ions focalisés. Nous nous intéressons enfin aux études thermiques des quatre sondes thermorésistives, études des composantes $2f$ et $3f$, en comparant leur sensibilité au contact et leur contraste thermique avec différents matériaux.

4.1/ MODÈLE THERMIQUE DE LA SONDE

4.1.1/ MODÉLISATION BIFILAIRE NON COUPLÉE

La sonde thermique, qu'elle soit résistive ou thermoélectrique, fonctionne de manière similaire aux sondes que l'on peut utiliser en anémométrie, notamment l'anémomètre-

trie à fil chaud dont le principe est de mesurer les caractéristiques d'un fluide en déterminant le flux thermique perdu par convection lorsque celui-ci est chauffé par effet Joule. La variation de température va induire une variation de résistance du fil que l'on mesure à travers un pont de Wheatstone.

Nous modélisons dans cette section une sonde thermocouple bifilaire chauffée par effet Joule. L'équilibre thermique entre la sonde et le milieu environnant fait apparaître un bilan d'énergie liant les caractéristiques de ces deux acteurs. Ainsi différents phénomènes thermiques interviennent : la conduction, la convection, le rayonnement. Pour analyser ces phénomènes et mettre en place un modèle thermique, il est nécessaire de minimiser la complexité du problème en émettant quelques hypothèses. La première concerne l'absence de gradient de température au niveau de la section droite du fil. Pour que cette hypothèse soit vérifiée, il faut s'assurer que le nombre de Biot soit très faible ($< 0,1$). La seconde consiste à supposer, pour nos thermocouples, que la gaine d'argent, avec un diamètre minimum 10 fois supérieur au fil de platine-rhodié, agit comme un puits de chaleur. Comme le fil de platine-rhodié (ou platine) et le fil d'argent sont connectés thermiquement et électriquement, on supposera donc que la température aux extrémités du fil de platine-rhodié (ou platine) est la même que celle du fil d'argent, soit la température ambiante. L'origine, à $x = 0$, est placée à la jonction chaude et l'extrémité du fil de platine-rhodié à $x = L$, avec L la demi-longueur du fil (cf. figure 4.1).

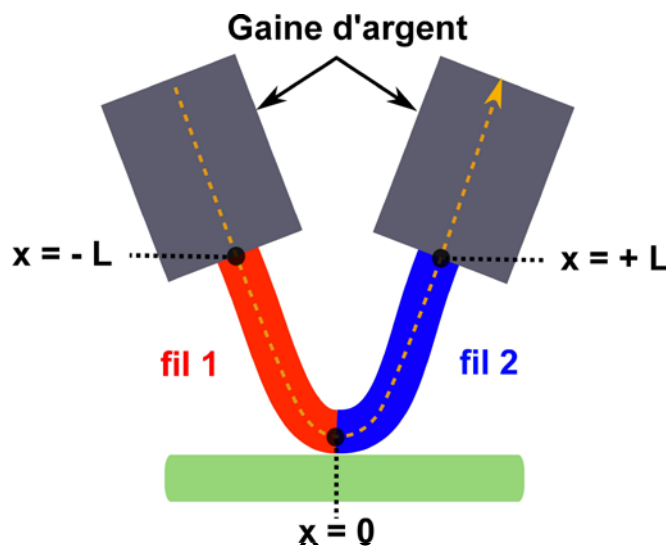


FIGURE 4.1 – Schéma de principe du thermocouple utilisé pour le modèle théorique

Nous travaillons de plus à des températures inférieures à $400\text{ }^{\circ}\text{C}$, ce qui nous permet de supposer que les effets de transferts radiatifs externes peuvent être négligés [111, 112]. La sonde est chauffée par effet Joule par le biais d'un courant alternatif (le contact est considéré comme ponctuel en $x = 0$).

Nous analysons le comportement thermique des deux fils du thermocouple : le platine et le platine-rhodié. Nous développons ainsi un modèle thermique simple, non couplé, en considérant la résistivité électrique indépendante de la température. Les valeurs de la section, du périmètre, de la fréquence et du coefficient de convection sont les mêmes pour les deux fils. La température $T(x, t)$ étudiée est relative à la température ambiante. À partir de l'équation de la chaleur d'un fil chauffé par effet Joule, les équations des deux fils 1 et 2 du thermocouple s'expriment alors par :

$$\begin{aligned}
\lambda_1 S \frac{\partial^2 T_1(x, t)}{\partial x^2} - hp T_1(x, t) + \sigma_1 \frac{I(t)^2}{S} &= \rho_1 c_{s1} S \frac{\partial T_1(x, t)}{\partial t} & -L < x < 0 \\
\lambda_2 S \frac{\partial^2 T_2(x, t)}{\partial x^2} - hp T_2(x, t) + \sigma_2 \frac{I(t)^2}{S} &= \rho_2 c_{s2} S \frac{\partial T_2(x, t)}{\partial t} & 0 < x < L
\end{aligned} \quad (4.1)$$

Dans la partie gauche de l'équation, le premier terme correspond à la conduction thermique avec S la section du fil et λ sa conductivité thermique. Le second terme représente la dissipation thermique du fil avec l'air ambiant par convection. Nous avons ainsi h le coefficient de convection et p le périmètre du fil. Le dernier terme correspond à la puissance dissipée par effet Joule avec $I(t)$ le courant ($I(t) = I_0 \cos(\omega t)$) et σ la résistivité du fil. Le terme de droite représente enfin la variation d'énergie interne, avec c_s la chaleur spécifique.

Comme l'ont indiqué plusieurs auteurs [111, 113], la contribution de l'effet Peltier est négligeable (deux ordres de grandeur inférieur à l'effet Joule). La résolution de l'équation à la première harmonique n'est donc pas pertinente.

L'échauffement de la sonde se produit à la deuxième harmonique. L'expression du bilan thermique, pour un régime établi, devient après séparation des termes spatio-temporels ($T(x, t) = T(x)e^{2i\omega t}$) :

$$\begin{aligned}
\frac{d^2 T_1(x)}{dx^2} - \frac{hp}{\lambda_1 S} T_1(x) + \frac{\sigma_1}{2\lambda_1 S^2} I_0^2 &= \frac{2i\omega \rho_1 c_{s1}}{\lambda_1} T_1(x) & -L < x < 0 \\
\frac{d^2 T_2(x)}{dx^2} - \frac{hp}{\lambda_2 S} T_2(x) + \frac{\sigma_2}{2\lambda_2 S^2} I_0^2 &= \frac{2i\omega \rho_2 c_{s2}}{\lambda_2} T_2(x) & 0 < x < L
\end{aligned} \quad (4.2)$$

Nous avons ensuite :

$$\begin{aligned}
\frac{d^2 T_1(x)}{dx^2} - m_1^2 T_1(x) &= -\frac{\sigma_1}{2\lambda_1 S^2} I_0^2 & -L < x < 0 \\
\frac{d^2 T_2(x)}{dx^2} - m_2^2 T_2(x) &= -\frac{\sigma_2}{2\lambda_2 S^2} I_0^2 & 0 < x < L
\end{aligned} \quad (4.3)$$

avec les paramètres :

$$m_1 = \sqrt{\frac{hp}{\lambda_1 S} + \frac{2i\omega \rho_1 c_{s1}}{\lambda_1}} \quad \text{et} \quad m_2 = \sqrt{\frac{hp}{\lambda_2 S} + \frac{2i\omega \rho_2 c_{s2}}{\lambda_2}}$$

Les solutions des équations 4.3 sont par conséquent :

$$\begin{aligned}
T_1(x) &= \frac{\sigma_1}{2\lambda_1 S^2 m_1^2} I_0^2 + A_1 e^{m_1 x} + B_1 e^{-m_1 x} & -L < x < 0 \\
T_2(x) &= \frac{\sigma_2}{2\lambda_2 S^2 m_2^2} I_0^2 + A_2 e^{-m_2 x} + B_2 e^{m_2 x} & 0 < x < L
\end{aligned} \quad (4.4)$$

avec pour conditions aux limites :

$$\begin{aligned}
x = 0 \quad T_1(0) &= T_2(0) \\
GT_1(0) - \lambda_2 S \left. \frac{dT_2}{dx} \right|_{x=0} &= R_j \frac{I_0^2}{2} - \lambda_1 S \left. \frac{dT_1}{dx} \right|_{x=0}
\end{aligned} \quad (4.5)$$

$$\begin{aligned}
 x = \pm L \quad & \begin{cases} T_1(-L) = 0 \\ T_2(L) = 0 \end{cases}
 \end{aligned} \tag{4.6}$$

Les constantes $A_{1,2}$ et $B_{1,2}$ sont ensuite déterminées à l'aide de ces conditions aux limites, pour lesquels G est la conductance (incluant la conductance de contact et celle de l'échantillon) et R_j la résistance de jonction. La résistance de jonction, dans un cas idéal, est nulle. En réalité, la réduction de la section du fil engendre au niveau de la jonction une résistance locale (cf. figure 4.2). Elle est équivalente à $2 \, \Omega$ et $0,3 \, \Omega$ pour des thermocouples de diamètre $1,3 \, \mu\text{m}$ et $5 \, \mu\text{m}$ respectivement [72].

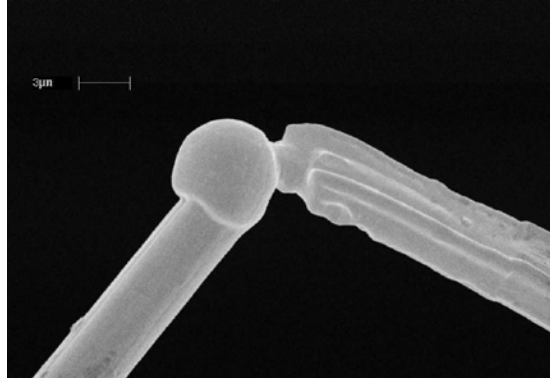


FIGURE 4.2 – Photographie MEB de la jonction d'un thermocouple $5 \, \mu\text{m}$

4.1.2/ MODÉLISATION MONOFILAIRE COUPLÉE

Dans le modèle complet, la résistivité électrique σ dépend de la température, son expression fait intervenir un terme supplémentaire α , le coefficient de température de la résistance du fil (K^{-1}). Ce terme implique donc un couplage entre les harmoniques provenant du courant électrique et de la température (cf. équations 4.1). Les travaux d'Olivier Chapuis [114] ont montré que la dépendance linéaire de la résistivité du fil avec la température générerait des harmoniques couplées ainsi que des valeurs de température pouvant être très différentes du modèle non couplé.

À partir des équations 4.1, nous avons $I(t) = \tilde{I}_{ac} e^{i\omega t}$, $T(x, t) = T_0(x) + \tilde{T}_{2\omega} e^{2i\omega t} + \tilde{T}_{4\omega} e^{4i\omega t} + \dots + \tilde{T}_{n\omega} e^{ni\omega t}$ et $\sigma(T) = \sigma_0(1 + \alpha T(x, t))$. La température T ($^{\circ}\text{C}$) est relative à la température ambiante T_a ($\tilde{T}_{n\omega} e^{ni\omega t}$ est la partie réelle de l'écriture complexe $A_n e^{i\Phi}$ où $A_n = |\tilde{T}_{n\omega}|$). Il serait très délicat d'étudier le système 4.1 en considérant l'influence de la résistance de jonction. Cette étude n'apporterait aucune information complémentaire sur la compréhension du contact. Nous savons maintenant que nous pouvons modéliser la sonde comme un fil résistif dont les propriétés physiques sont celles du platine et du platine-rhodié. La jonction se situe en $x = 0$ et l'extrémité en $x = L$. Nous avons donc fait le choix d'étudier uniquement ce fil résistif. Ainsi, en remplaçant les termes $I(t)$ et $\sigma(T)$ précédents dans l'équation 4.1, nous avons :

$$-\lambda \frac{\partial^2 T(x, t)}{\partial x^2} + \rho c \frac{\partial T(x, t)}{\partial t} + \frac{hp}{S} T(x, t) = \frac{\sigma_0(1 + \alpha T(x, t))}{S^2} \times \frac{\tilde{I}_{ac}^2}{2} (1 + e^{2i\alpha x}) \tag{4.7}$$

En se basant sur le même raisonnement que Gomès [115] pour une sonde de Wollaston, nous avons le bilan thermique du thermocouple :

$$\begin{aligned}
 -\lambda \frac{d^2 T_0(x)}{dx^2} &+ \frac{hp}{S} T_0(x) && \frac{0_0 \tilde{I}_{ac}^2}{2S^2} (1 + e^{2i\alpha x}) + \frac{0_0 \tilde{I}_{ac} \alpha}{2S^2} (1 + e^{2i\alpha x}) T_0(x) + \\
 -\lambda \frac{d^2 \tilde{T}_{2\omega}}{dx^2} e^{2i\alpha x} &+ \frac{hp}{S} \tilde{T}_{2\omega} e^{2i\alpha x} + 2i\omega \rho c \tilde{T}_{2\omega} e^{2i\alpha x} && \frac{\sigma_0 \tilde{I}_{ac}^2 \alpha}{2S^2} (1 + e^{2i\alpha x}) \tilde{T}_{2\omega} e^{2i\alpha x} + \\
 -\lambda \frac{d^2 \tilde{T}_{4\omega}}{dx^2} e^{4i\alpha x} &+ \frac{hp}{S} \tilde{T}_{4\omega} e^{4i\alpha x} + 4i\omega \rho c \tilde{T}_{4\omega} e^{4i\alpha x} &= & \frac{0_0 \tilde{I}_{ac} \alpha}{2S^2} (1 + e^{2i\alpha x}) \tilde{T}_{4\omega} e^{4i\alpha x} + \\
 \dots &+ \dots && \dots + \\
 -\lambda \frac{d^2 \tilde{T}_{2n\omega}}{dx^2} e^{2ni\alpha x} &+ \frac{hp}{S} \tilde{T}_{2n\omega} e^{2ni\alpha x} + 2ni\omega \rho c \tilde{T}_{2n\omega} e^{2ni\alpha x} && \frac{0_0 \tilde{I}_{ac} \alpha}{2S^2} (1 + e^{2i\alpha x}) \tilde{T}_{2n\omega} e^{2ni\alpha x}
 \end{aligned} \tag{4.8}$$

Rappelons que seules les parties réelles sont utilisées, soit :

$$\begin{aligned}
 \tilde{T}_{2\omega} e^{2i\alpha x} \times e^{2i\alpha x} &= \frac{1}{2} (1 + e^{4i\alpha x}) \tilde{T}_{2\omega} \\
 \tilde{T}_{4\omega} e^{4i\alpha x} \times e^{2i\alpha x} &= \frac{1}{2} (e^{2i\alpha x} + e^{6i\alpha x}) \tilde{T}_{4\omega} \\
 &\dots
 \end{aligned} \tag{4.9}$$

L'équation de la chaleur devient alors :

$$\begin{aligned}
 -\lambda \frac{d^2 T_0(x)}{dx^2} &+ \frac{hp}{S} T_0(x) && \frac{0_0 \tilde{I}_{ac}^2}{2S^2} (1 + e^{2i\alpha x}) + \frac{0_0 \tilde{I}_{ac} \alpha}{2S^2} (1 + e^{2i\alpha x}) T_0(x) + \\
 -\lambda \frac{d^2 \tilde{T}_{2\omega}}{dx^2} e^{2i\alpha x} &+ \frac{hp}{S} \tilde{T}_{2\omega} e^{2i\alpha x} + 2i\omega \rho c \tilde{T}_{2\omega} e^{2i\alpha x} && \frac{0_0 \tilde{I}_{ac} \alpha}{2S^2} \tilde{T}_{2\omega} e^{2i\alpha x} + \frac{0_0 \tilde{I}_{ac} \alpha}{2S^2} \tilde{T}_{2\omega} \times \frac{1}{2} (1 + e^{4i\alpha x}) + \\
 -\lambda \frac{d^2 \tilde{T}_{4\omega}}{dx^2} e^{4i\alpha x} &+ \frac{hp}{S} \tilde{T}_{4\omega} e^{4i\alpha x} + 4i\omega \rho c \tilde{T}_{4\omega} e^{4i\alpha x} &= & \frac{0_0 \tilde{I}_{ac} \alpha}{2S^2} \tilde{T}_{4\omega} e^{4i\alpha x} + \frac{0_0 \tilde{I}_{ac} \alpha}{2S^2} \tilde{T}_{4\omega} \times \frac{1}{2} (e^{2i\alpha x} + e^{6i\alpha x}) + \\
 \dots &+ \dots && \dots + \\
 -\lambda \frac{d^2 \tilde{T}_{2n\omega}}{dx^2} e^{2ni\alpha x} &+ \frac{hp}{S} \tilde{T}_{2n\omega} e^{2ni\alpha x} + 2ni\omega \rho c \tilde{T}_{2n\omega} e^{2ni\alpha x} && \frac{0_0 \tilde{I}_{ac} \alpha}{2S^2} \tilde{T}_{2n\omega} e^{2ni\alpha x} + \frac{0_0 \tilde{I}_{ac} \alpha}{2S^2} \tilde{T}_{2n\omega} \times \frac{1}{2} (e^{2(n-1)i\alpha x} + e^{2(n+1)i\alpha x})
 \end{aligned} \tag{4.10}$$

Posons $J = \frac{0_0 \tilde{I}_{ac}^2}{2\lambda S^2}$ et $m_{2n}^2 = \frac{hp}{\lambda S} + \frac{2ni\omega \rho c}{\lambda}$. En identifiant chaque harmonique, l'équation se décompose de la manière suivante :

$$\begin{aligned}
\frac{d^2 T_0(x)}{\delta x^2} - m_0^2 T_0(x) + J\alpha T_0(x) + J \frac{\alpha}{2} \tilde{T}_{2\omega} &= -J \\
\frac{d^2 \tilde{T}_{2\omega}}{\delta x^2} - m_{2\omega}^2 \tilde{T}_{2\omega} + J\alpha T_0(x) + J\alpha \tilde{T}_{2\omega} + J \frac{\alpha}{2} \tilde{T}_{4\omega} &= -J \\
\frac{d^2 \tilde{T}_{4\omega}}{\delta x^2} - m_{4\omega}^2 \tilde{T}_{4\omega} + J \frac{\alpha}{2} \tilde{T}_{2\omega} + J\alpha \tilde{T}_{4\omega} + J \frac{\alpha}{2} \tilde{T}_{6\omega} &= 0 \\
&\dots \\
\frac{d^2 \tilde{T}_{2n\omega}}{\delta x^2} - m_{2n\omega}^2 \tilde{T}_{2n\omega} + J \frac{\alpha}{2} \tilde{T}_{2(n-1)\omega} + J\alpha \tilde{T}_{2n\omega} + J \frac{\alpha}{2} \tilde{T}_{2(n+1)\omega} &= 0
\end{aligned} \tag{4.11}$$

En utilisant le vecteur X de la forme $X = (T_0(x), \tilde{T}_{2\omega}, \tilde{T}_{4\omega}, \dots, \tilde{T}_{2n\omega})$, le système peut être écrit sous la forme d'une équation différentielle matricielle du second ordre :

$$\frac{d^2 X}{dx^2} + A.X = B \tag{4.12}$$

Avec

$$A = \begin{pmatrix} J\alpha - m_0^2 & J\frac{\alpha}{2} & 0 & \dots & 0 \\ J\alpha & J\alpha - m_{2\omega}^2 & J\frac{\alpha}{2} & \dots & 0 \\ 0 & J\frac{\alpha}{2} & J\alpha - m_{4\omega}^2 & \dots & 0 \\ \dots & \dots & \dots & \dots & \dots \\ 0 & 0 & 0 & \dots & J\alpha - m_{2n\omega}^2 \end{pmatrix} \quad B = \begin{pmatrix} -J \\ -J \\ 0 \\ \dots \\ 0 \end{pmatrix}$$

Il est possible de résoudre ce système analytiquement si nous étudions les composantes $T_0(x)$ et $\tilde{T}_{2\omega}$ mais la résolution numérique (annexe VI) est de loin la plus facile à utiliser, notamment en termes d'étude, si l'on veut considérer davantage d'harmoniques, et de rapidité de traitement.

La figure 4.3 décrit la transformée de Fourier de la température d'un fil résistif pour $f = 30$ Hz et λ , ρ , α , σ et c_s correspondant aux paramètres physiques moyens du platine et du platine-rhodié (Pt₉₀Rh₁₀). Pour de hautes températures, d'autres harmoniques apparaissent (4f, 6f ...). Dans le cas présent, la composante 4f apparaît à partir d'une variation de température de jonction 2f de 30 °C pour la sonde 5 µm et de 27 °C pour la sonde 1,3 µm. Les courbes représentent la variation de température de la jonction pour différents courants d'alimentation.

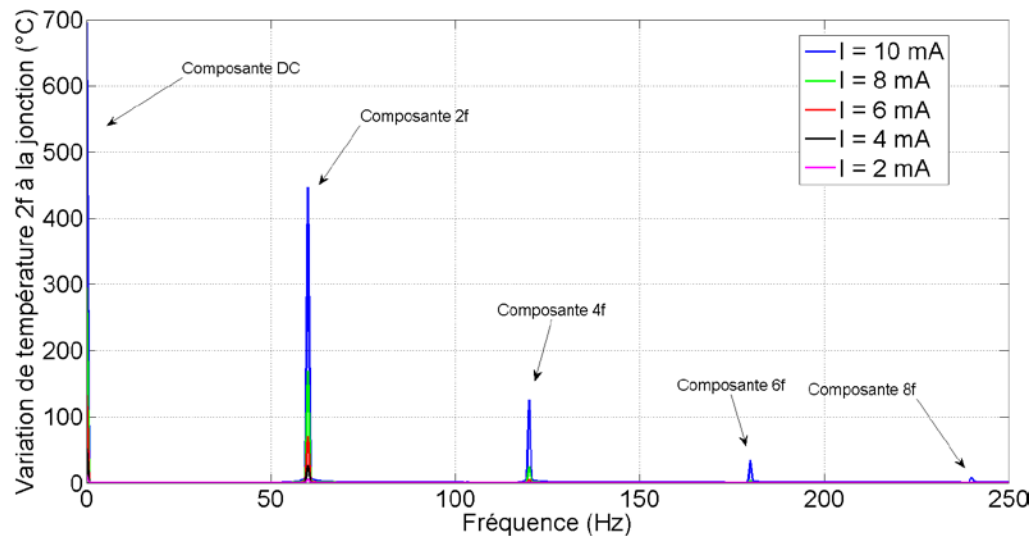
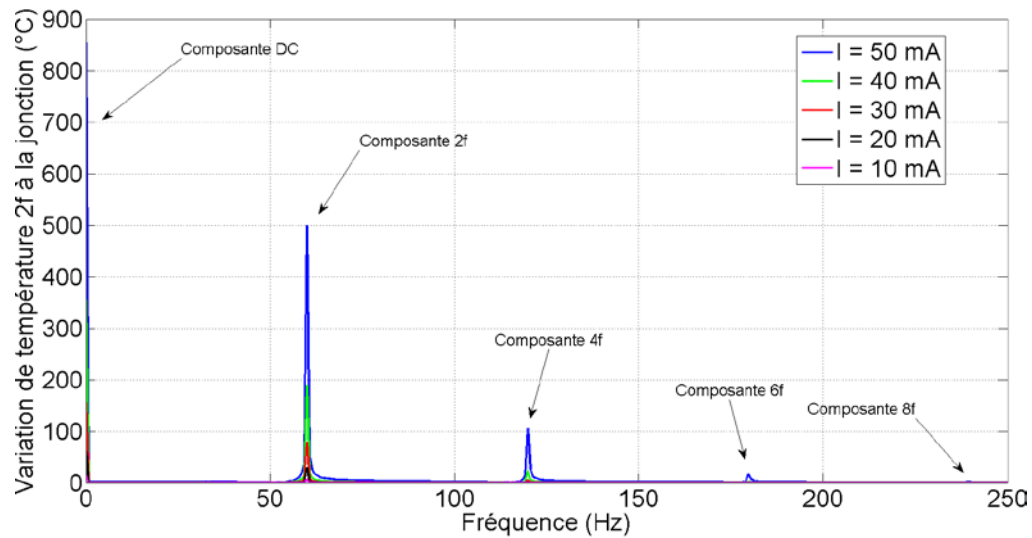
(a) Sonde 1,3 μm, L = 100 μm, h = 6 500 W.m⁻².K⁻¹(b) Sonde 5 μm, L = 300 μm, h = 2 300 W.m⁻².K⁻¹

FIGURE 4.3 – Transformée de Fourier de la variation de température de jonction d'un fil résistif pour différents courants d'alimentation

Regardons l'influence du coefficient α (sensibilité thermique de la résistance) sur le comportement thermique de la sonde pour différentes températures de fonctionnement. La courbe en figure 4.4 présente l'écart entre les modèles numériques pour lesquels $\alpha = 0$ et $\alpha \neq 0$. Cet écart sur la température moyenne 2f est représentée en fonction de la température moyenne 2f de la sonde pour laquelle α est pris en considération ($\alpha \neq 0$).

Nous avons considéré deux fils dont les paramètres correspondent aux propriétés thermiques moyennes du platine et du platine-rhodié. La fréquence d'excitation est de 30 Hz. Nous avons étudié deux diamètres de sonde : 1,3 μm et 5 μm ayant pour demi-longueur respectives L = 100 μm et L = 300 μm. Nous avons analysé l'écart de température pour des conditions à l'air ambiant et sous vide ($h = 0$ W.m⁻².K⁻¹). On remarque qu'à partir d'une température moyenne 2f équivalente à 10 °C, l'écart entre les deux courbes devient non négligeable (supérieur à 5 %). Le couplage des harmoniques

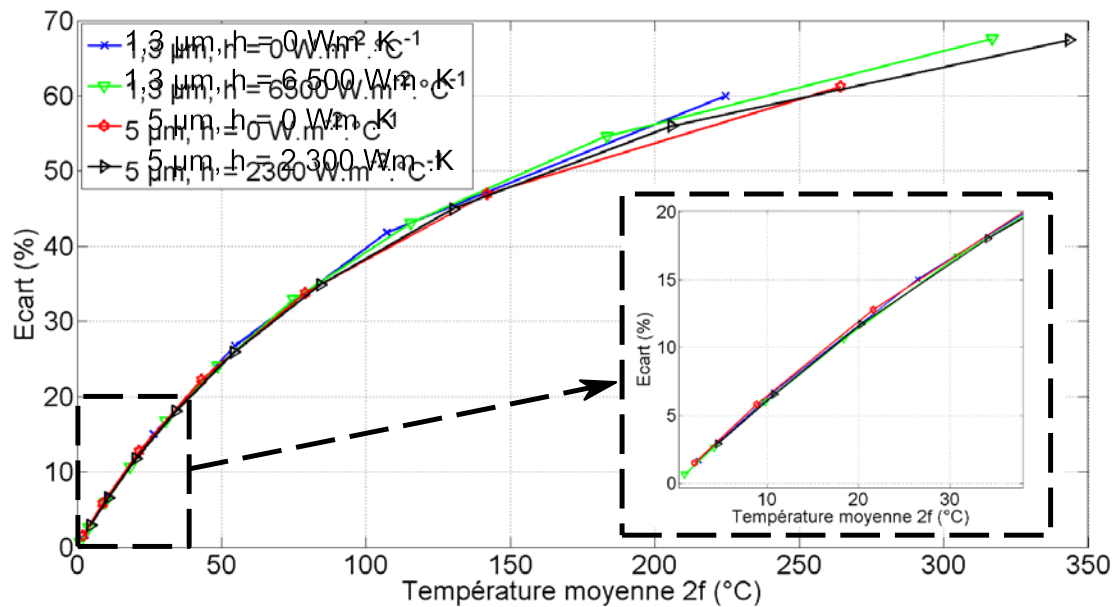


FIGURE 4.4 – Erreur entre les courbes de température moyenne 2f pour lesquelles $\alpha = 0$ et $\alpha \rightarrow \infty$. Études des sondes 1,3 et 5 μm pour différents coefficients d'échange thermique h .

est alors primordial afin d'estimer au mieux la température réelle du thermocouple.

4.1.3/ ÉTUDES ET COMPARAISONS DES DIFFÉRENTS MODÈLES THERMIQUES

L'objectif est de déterminer les propriétés thermophysiques des matériaux en étudiant le refroidissement de la sonde suite à un contact. Ainsi, le rapport de mesure au contact est le paramètre le plus important pour la microscopie en mode actif. C'est le ratio entre la température de la sonde au contact et la température de la sonde hors contact. Même si les profils de température sont très différents selon les modèles utilisés, et la prise en compte ou non de la résistance de jonction R_j , nous allons vérifier si le contraste de mesure lors d'un contact est affecté de la même manière.

Influence de la résistance de jonction R_j , sonde hors contact

Comme Chirtoc [116] avec des thermocouples de types K et S, nous allons comparer une sonde constituée de deux matériaux différents, le platine et le platine-rhodié, ayant leurs propres propriétés physiques (ρ , c_s , λ , σ), avec une sonde constituée d'un fil ayant les propriétés moyennes du platine et du platine-rhodié. Nous comparerons dans cette section la réponse thermique des deux sondes en utilisant une modélisation non couplée.

La figure 4.5 présente la variation de température de l'harmonique 2f du thermocouple le long du fil. Les paramètres utilisés pour l'étude sont un diamètre de 1,3 μm (5 μm), un courant de 2 mA (10 mA), un coefficient d'échange thermique de 6 500 $\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ (2 300 $\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$), une résistance de jonction nulle et une fréquence de

30 Hz. On remarque que le profil de température du thermocouple n'est pas symétrique puisqu'on est en présence de deux matériaux différents. La courbe noire (marqueurs en forme d'étoile) correspond au profil de température du fil de longueur $2L$ ayant les propriétés thermiques moyennes du platine et du platine-rhodié.

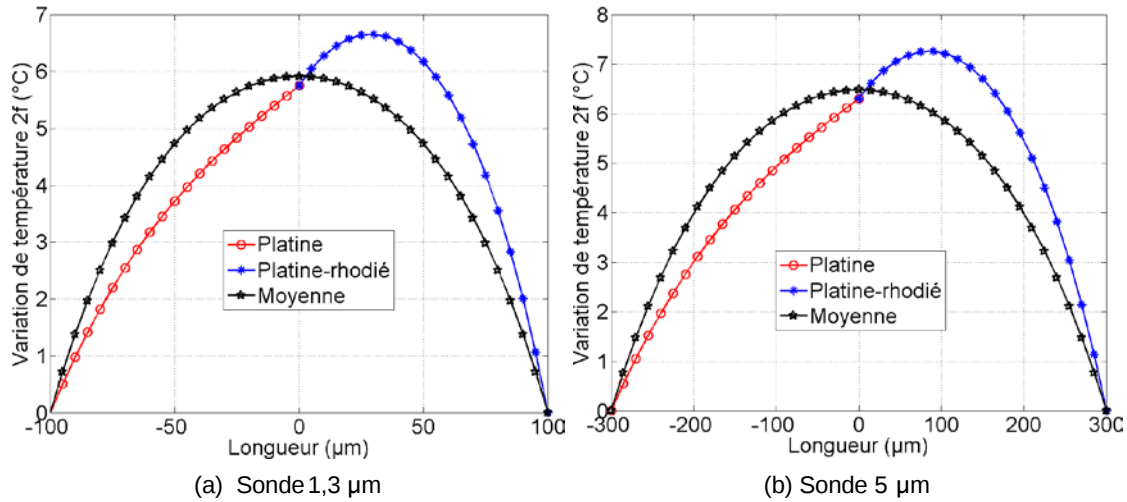


FIGURE 4.5 – Profil de température d'un thermocouple avec les propriétés thermiques du platine, du platine-rhodié et de la moyenne des deux matériaux.

Les paramètres physiques du thermocouple de type S utilisés dans l'étude sont exposés dans le tableau 4.1.

	Platine	Platine-rhodié	Moyenne
Conductivité λ ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$)	71,6	38,0	54,8
Masse volumique ρ (kg.m^{-3})	21 450	19 970	20 710
Chaleur spécifique c_s ($\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$)	133,0	144,0	138,5
Résistivité électrique σ ($\times 10^{-8} \Omega.\text{m}$)	10,58	18,8	14,69

TABLE 4.1 – Paramètres physiques du platine et du platine-rhodié

En se basant sur les résultats de la figure 4.5 (a), un écart de l'ordre de 3 % est observé au niveau des températures moyenne T_{moy} et de jonction T_j entre les deux sondes. La même étude a été réalisée avec un thermocouple de 5 μm donnant le même résultat.

Regardons l'influence de R_j sur le profil de température des deux sondes (fils identiques = et différents *), de 1,3 μm (figure 4.6 (a)) et 5 μm (figure 4.6 (b)) de diamètre.

La résistance de jonction implique un effet Joule localisé. Le tableau 4.2 présente l'écart entre les deux modèles de thermocouple (fils identiques et fils différents) pour différentes valeurs de R_j .

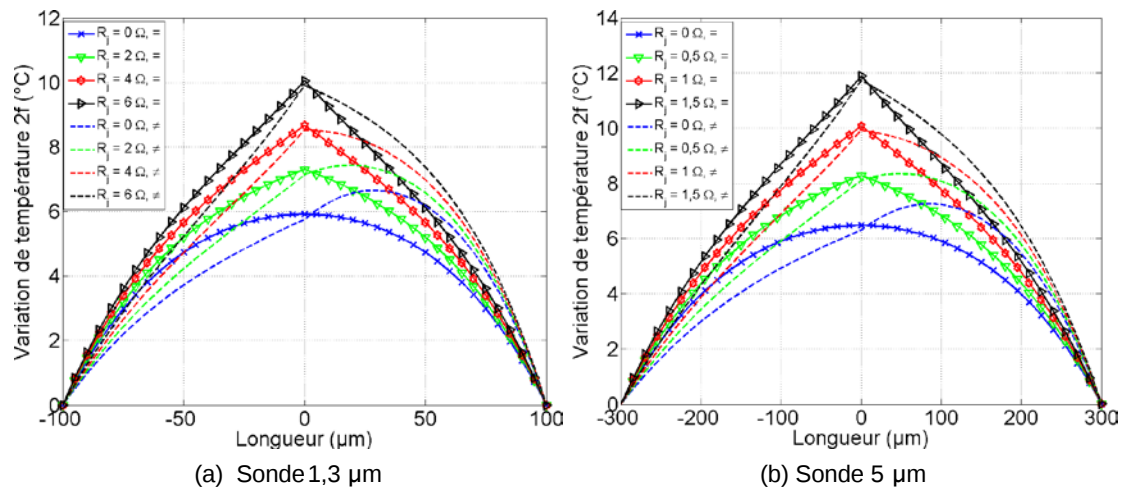


FIGURE 4.6 – Profil de température des deux thermocouples (fils identiques = et différents *) en fonction de la résistance de jonction

	Thermocouple 1,3 μm				Thermocouple 5 μm			
$R_j(\Omega)$	0	2	4	6	0	0,5	1	1,5
Écart T_j (%)	2,84	2,19	1,74	1,42	2,76	2,06	1,60	1,27
Écart T_{moy} (%)	2,94	2,50	2,15	1,86	3,00	2,46	2,06	1,71

TABLE 4.2 – Écart de température (moyenne et de jonction) entre les deux modèles de thermocouple. Étude des sondes 1,3 et 5 μm pour différentes résistances de jonction.

On constate que plus la résistance de jonction est élevée et plus l'écart de température entre les deux modèles de sonde diminue.

Influence de la résistance de jonction R_j , sonde au contact

Même si les profils de température présentés en figure 4.6 sont différents, intéressons-nous à l'influence de la résistance de jonction R_j suite au contact de la sonde sur un échantillon. Définissons les rapports suivants :

– À la jonction

$$\beta_j = \frac{T_{jc}}{T_j} \quad (4.13)$$

– Le long du fil

$$\beta_{moy} = \frac{T_{moyc}}{T_{moy}} \quad (4.14)$$

avec :

- T_j la température de la jonction
- T_{jc} la température de la jonction au contact
- T_{moy} la température moyenne du fil
- T_{moyc} la température moyenne du fil au contact

Nous allons étudier maintenant le profil de température suite à un contact. Les trois modèles présentés précédemment sont étudiés (cf. tableau 4.3), à savoir :

- le modèle monofilaire non couplé ($\alpha = 0$) ayant les propriétés moyennes du platine et du platine-rhodié,
- le modèle monofilaire couplé ($\alpha \neq 0$) ayant les propriétés moyennes du platine et du platine-rhodié,
- le modèle bifilaire non couplé ($\alpha = 0$) ayant deux fils différents : le platine et le platine-rhodié.

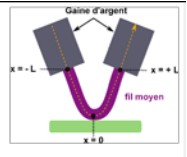
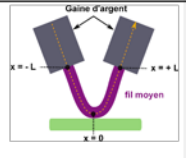
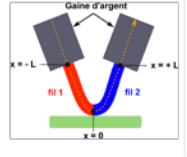
Modélisation monofilaire non couplée [72] ($\alpha = 0$)	$\lambda S \frac{\partial^2 T(x,t)}{\partial x^2} - hpT(x,t) + \sigma \frac{I(t)^2}{S} = \rho c_s S \frac{\partial T(x,t)}{\partial t}$	
Modélisation monofilaire couplée [114] ($\alpha \neq 0$)	$\lambda S \frac{\partial^2 T(x,t)}{\partial x^2} - hpT(x,t) + \sigma_0(1 + \alpha T(x,t)) \times \frac{I(t)^2}{S} = \rho c_s S \frac{\partial T(x,t)}{\partial t}$	
Modélisation bifilaire non couplée [116] ($\alpha = 0$)	$\begin{cases} \lambda_1 S \frac{\partial^2 T_1(x,t)}{\partial x^2} - hpT_1(x,t) + \sigma_1 \frac{I(t)^2}{S} = \rho_1 c_{s1} S \frac{\partial T_1(x,t)}{\partial t} & , -L < x < 0 \\ \lambda_2 S \frac{\partial^2 T_2(x,t)}{\partial x^2} - hpT_2(x,t) + \sigma_2 \frac{I(t)^2}{S} = \rho_2 c_{s2} S \frac{\partial T_2(x,t)}{\partial t} & , 0 < x < L \end{cases}$	

TABLE 4.3 – Présentation des différents modèles thermiques utilisés pour la comparaison de la réponse thermique de la sonde suite à un contact

Pour un thermocouple de 1,3 μm (5 μm) de diamètre, la conductance équivalente sur un échantillon de cuivre est de 3,2.10⁻⁶ W.K⁻¹ (10.10⁻⁶ W.K⁻¹) [72]. La figure 4.7 montre le profil de température du thermocouple (résistance de jonction nulle) suite au contact avec ce matériau.

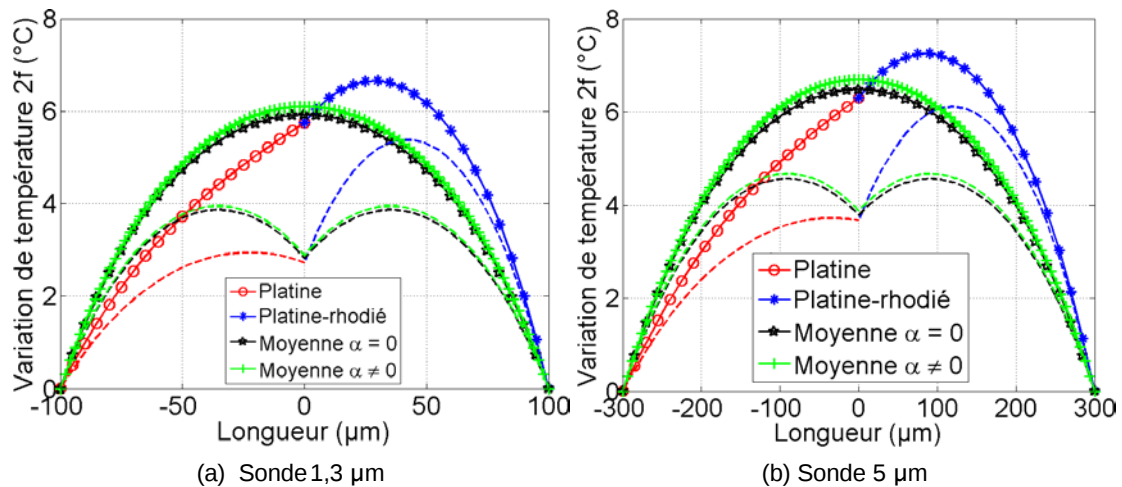


FIGURE 4.7 – Profil de température des deux thermocouples au contact du cuivre (traits continus, sans contact - traits en pointillés, en contact)

Ces profils de température sont dépendants du fil lui-même (longueur, diamètre, matériaux), de la conductance mais également du courant injecté dans la sonde. Pour le

cas présent, on remarque nettement le refroidissement de la sonde suite au contact. Le profil de température de la sonde au contact du cuivre (modèles bifilaire et monofilaire non couplés) en fonction de la résistance de jonction est présenté en figure 4.8.

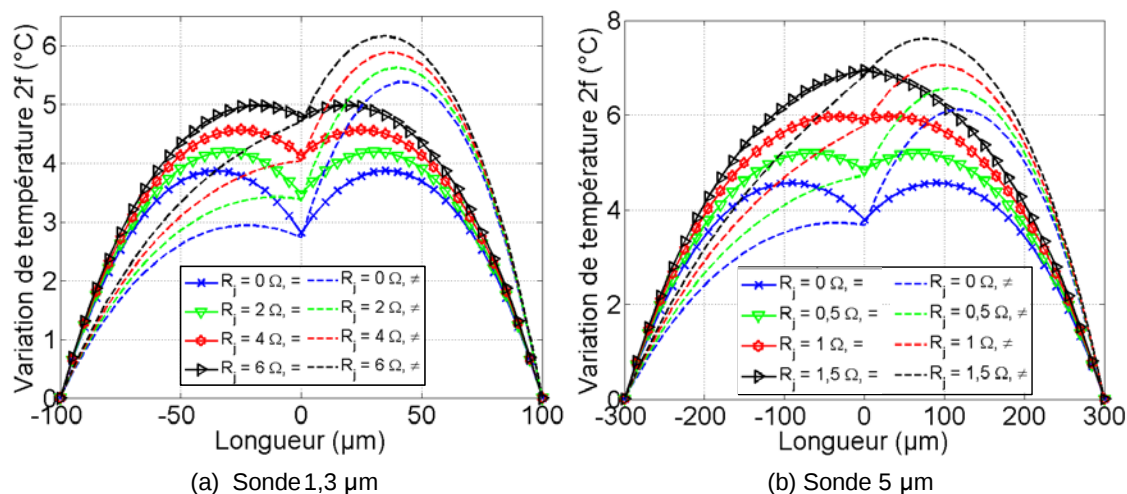


FIGURE 4.8 – Profil de température des thermocouples 1,3 µm et 5 µm au contact du cuivre en fonction de leur résistance de jonction (traits continus, fil ayant les propriétés moyennes du platine et du platine-rhodié (=) - traits en pointillés, fils de platine et de platine-rhodié (*)). Utilisation des modèles bifilaire et monofilaire non couplés.

En se basant sur les résultats de la figure 4.8, nous pouvons en déduire le rapport au contact de la température de jonction β_j et de la température moyenne β_{moy} des deux thermocouples (cf. tableau 4.4). Nous comparons ici les modèles monofilaire et bifilaire non couplés.

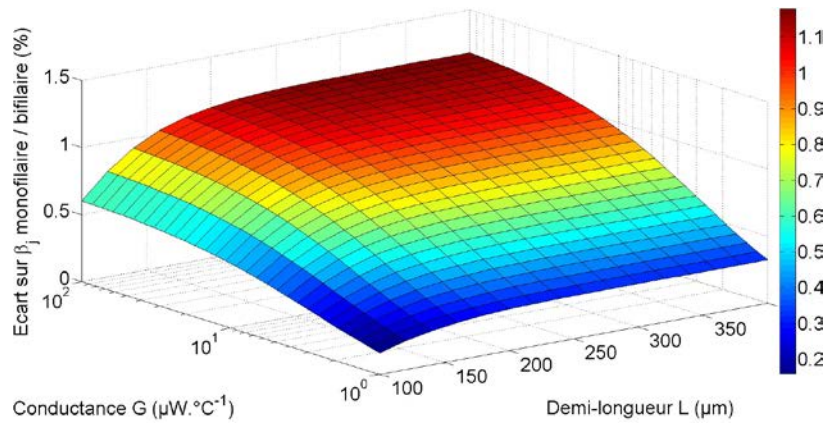
		Thermocouple 1,3 µm				Thermocouple 5 µm			
$R_j(\Omega)$		0	2	4	6	0	0,5	1	1,5
β_j	=	0,4759	0,4759	0,4759	0,4759	0,5840	0,5840	0,5840	0,5840
	*	0,4743	0,4743	0,4743	0,4743	0,5824	0,5824	0,5824	0,5824
Écart β_j (%)		0,34	0,34	0,34	0,34	0,27	0,27	0,27	0,27
β_{moy}	=	0,7095	0,6828	0,6616	0,6443	0,7681	0,7428	0,7236	0,7085
	*	0,7292	0,7011	0,6785	0,6600	0,7838	0,7571	0,7366	0,7204
Écart β_{moy} (%)									

TABLE 4.4 – Rapport au contact β des sondes composées de matériaux identiques (=) et différents (*) sur une surface de cuivre. Étude des sensibilités au contact de la température de jonction (β_j) et de la température moyenne du fil (β_{moy}) pour des diamètres de capteur de 1,3 µm ($L = 100$ µm) et 5 µm ($L = 300$ µm). Comparaison des modèles monofilaire et bifilaire non couplés.

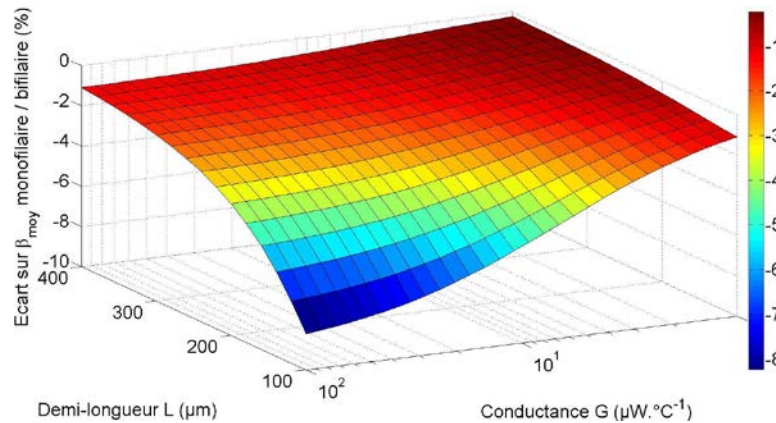
Plus le rapport β tend vers 0 et plus la sonde est sensible au contact. Ces premiers résultats montrent que, pour une résistance de jonction donnée, la sensibilité au contact de la température de jonction (β_j) est meilleure que la sensibilité au contact de la température moyenne du fil (β_{moy}). Ceci confirme l'avantage que procure l'utilisation d'un thermocouple sur une sonde résistive.

Par ailleurs, indépendamment de la dimension du thermocouple, on remarque que la valeur de β_j n'est pas influencée par la résistance de jonction, d'où un écart sur β_j entre les deux modèles de sondes (= et *) constant et inférieur à 0,35% (cases grisées du tableau 4.4). L'écart est néanmoins plus important pour β_{moy} ($\approx 2 - 2,5\%$), qui décroît lorsque la résistance R_j augmente.

Regardons l'influence de la conductance G et de la demi-longueur L sur le rapport au contact β de la sonde. Les figures 4.9 et 4.10 représentent l'écart entre le rapport au contact β du modèle non couplé monofilaire avec celui du modèle non couplé bifilaire. Les écarts étudiés concernent la température de jonction β_j et la température moyenne le long du fil β_{moy} pour des sondes de $1,3\ \mu\text{m}$ et $5\ \mu\text{m}$ de diamètre. Les paramètres utilisés pour les thermocouples sont les mêmes que précédemment.



(a) Écart sur le rapport β_j



(b) Écart sur le rapport β_{moy}

FIGURE 4.9 – Écart entre les deux modèles monofilaire et bifilaire (fils = et *) sur le rapport au contact β de la température de jonction et de la température moyenne de la sonde en fonction de la demi-longueur L et de la conductance G pour un **thermocouple de $1,3\ \mu\text{m}$ de diamètre**.

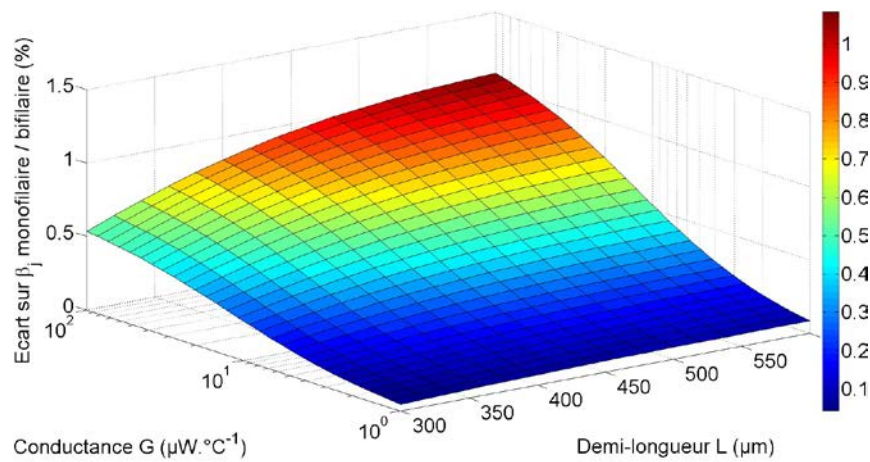
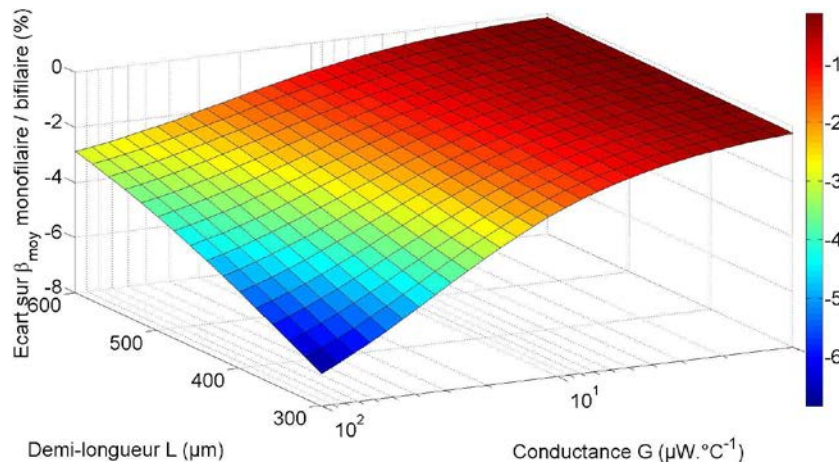
(a) Écart sur le rapport β_j (b) Écart sur le rapport β_{moy}

FIGURE 4.10 – Écart entre les deux modèles monofilaire et bifilaire (fils = et *) sur le rapport au contact β de la température de jonction et de la température moyenne de la sonde en fonction de la demi-longueur L et de la conductance G pour un **thermocouple de 5 μm de diamètre**.

Quelles que soient les valeurs de la demi-longueur et de la conductance, l'écart sur le rapport au contact de la température de jonction β_j entre les deux modèles (non couplés, $\alpha = 0$) de thermocouple (fils = et *) n'excède pas 1,2 %. Il converge même vers cette valeur pour de plus grandes valeurs de L et G . La différence est néanmoins plus importante pour la température moyenne du fil.

Influence du coefficient de température α , sonde au contact

Étudions maintenant le rapport au contact β des modèles monofilaires couplé et non couplé pour une résistance de jonction R_j nulle et des courants d'alimentation différents ($f = 30$ Hz). Sur le même principe que précédemment, nous comparons deux thermocouples de diamètre 1,3 μm (TC 1) et 5 μm (TC 5), de longueur 100 μm et 300 μm respectivement. La sonde est au contact d'un échantillon de cuivre dont la conductance

équivalente est de $3,2 \cdot 10^{-6} \text{ W.K}^{-1}$ pour TC 1 et de $10 \cdot 10^{-6} \text{ W.K}^{-1}$ pour TC 5.

		β_j			β_{moy}		
Modèles		$\alpha = 0$	$\alpha \neq 0$	Écart (%)	$\alpha = 0$	$\alpha \neq 0$	Écart (%)
TC 1	I = 2 mA	0,4759	0,4710	1,03	0,7095	0,7065	0,42
	I = 3 mA	0,4759	0,4649	2,31	0,7095	0,6988	1,51
	I = 4 mA	0,4759	0,4556	4,27	0,7095	0,6867	3,21
TC 5	I = 10 mA	0,5840	0,5788	0,89	0,7687	0,7648	0,51
	I = 12 mA	0,5840	0,5767	1,25	0,7687	0,7624	0,82
	I = 14 mA	0,5840	0,5734		0,7687	0,7585	

TABLE 4.5 – Rapport au contact β . Comparaison des modèles monofilaires non couplé ($\alpha = 0$) et couplé ($\alpha \neq 0$). Étude des sensibilités au contact de la température de jonction (β_j) et de la température moyenne du fil (β_{moy}) pour des diamètres de capteur de $1,3 \mu\text{m}$ (TC 1, $L = 100 \mu\text{m}$) et $5 \mu\text{m}$ (TC 5, $L = 300 \mu\text{m}$).

Nous constatons que le modèle monofilaire non couplé ($\alpha = 0$) est indépendant du courant injecté dans la sonde (il en va de même pour le modèle bifilaire non couplé). Seul le modèle monofilaire couplé ($\alpha \neq 0$) est affecté par cette variation de courant. Ainsi pour une même sonde, plus l'intensité du courant est élevée et plus la sonde sera sensible au contact. L'écart entre les deux modèles thermiques n'excède pas 5%. Expérimentalement, les courants utilisés sont de l'ordre de 2 mA pour un thermocouple $1 \mu\text{m}$ et de 10 à 12 mA pour un thermocouple $5 \mu\text{m}$, par conséquent, l'écart entre les deux modèles thermiques est inférieur à 1,25 %.

Regardons maintenant l'influence de la conductance G et de la demi-longueur L sur le rapport au contact de la sonde β . Les figures 4.11 et 4.12 représentent l'écart entre la sensibilité de la sonde au contact des modèles monofilaire non couplé et non couplé. Les paramètres utilisés pour les thermocouples $1,3 \mu\text{m}$ et $5 \mu\text{m}$ sont les mêmes que précédemment. Les rapports au contact de la température de jonction β_j et de la température moyenne du fil β_{moy} sont étudiés.

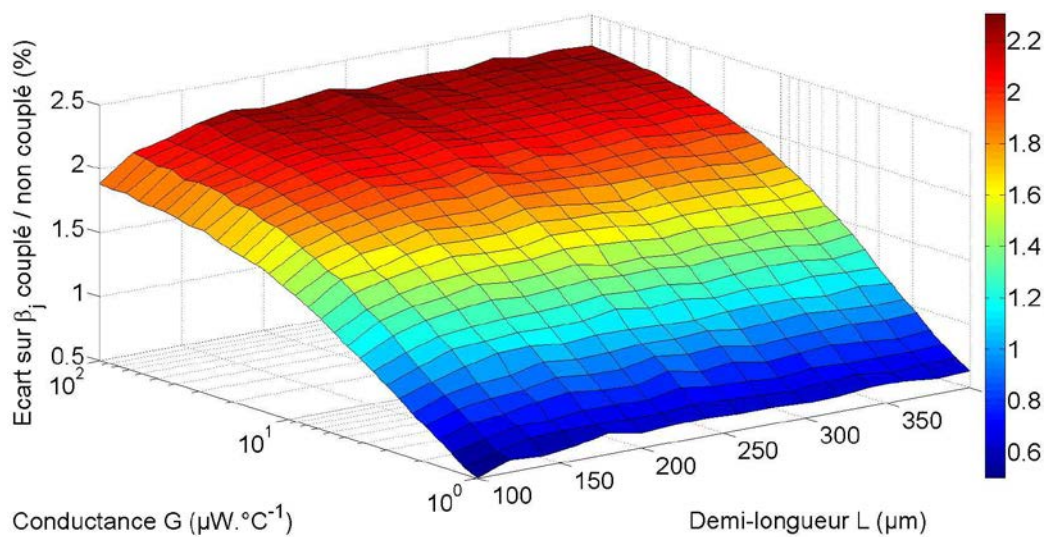
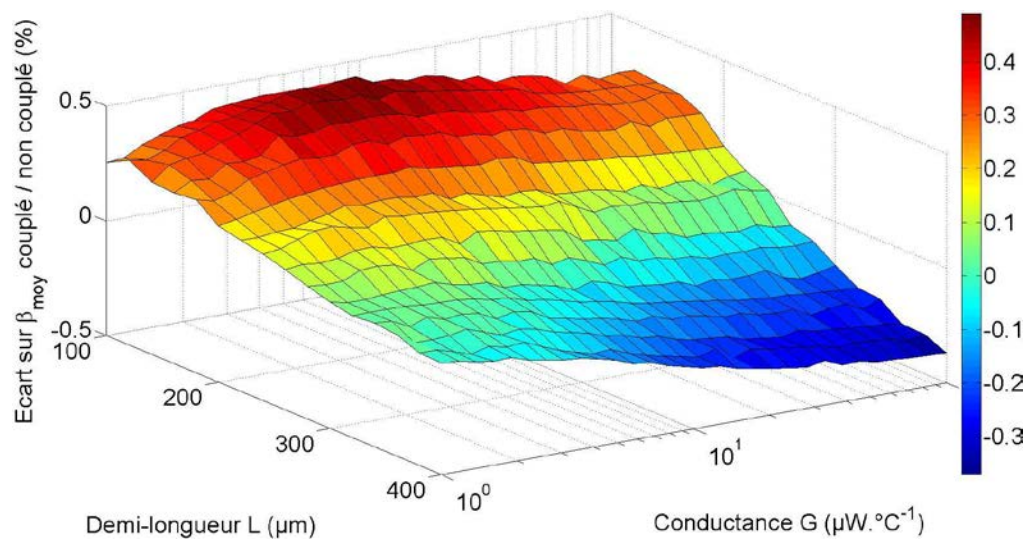
(a) Écart sur le rapport β_j (b) Écart sur le rapport β_{moy}

FIGURE 4.11 – Écart entre les deux modèles couplé et non couplé sur le rapport au contact β de la température de jonction et de la température moyenne de la sonde en fonction de la demi-longueur L et de la conductance G pour un **thermocouple de 1,3 μm de diamètre**.

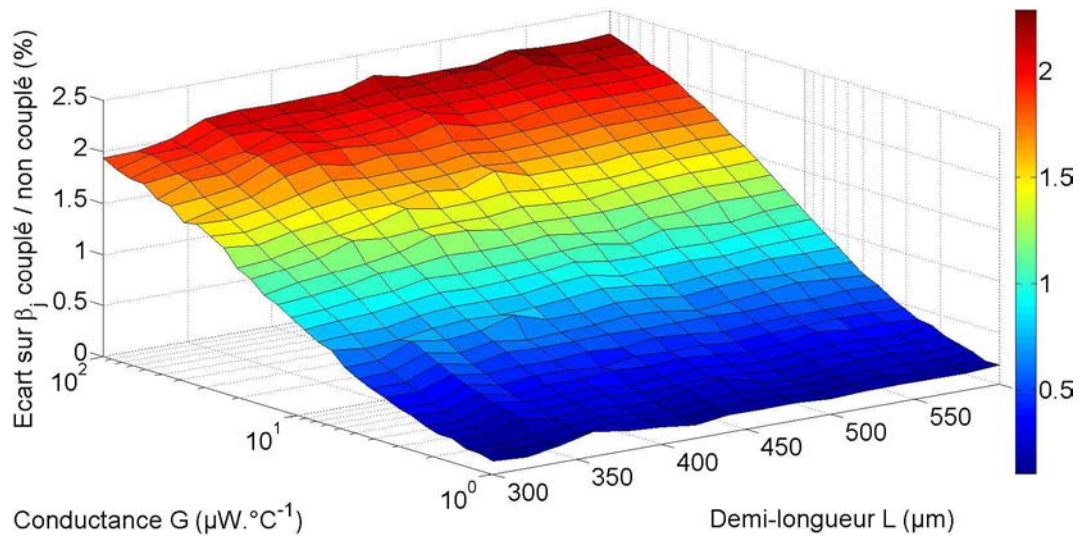
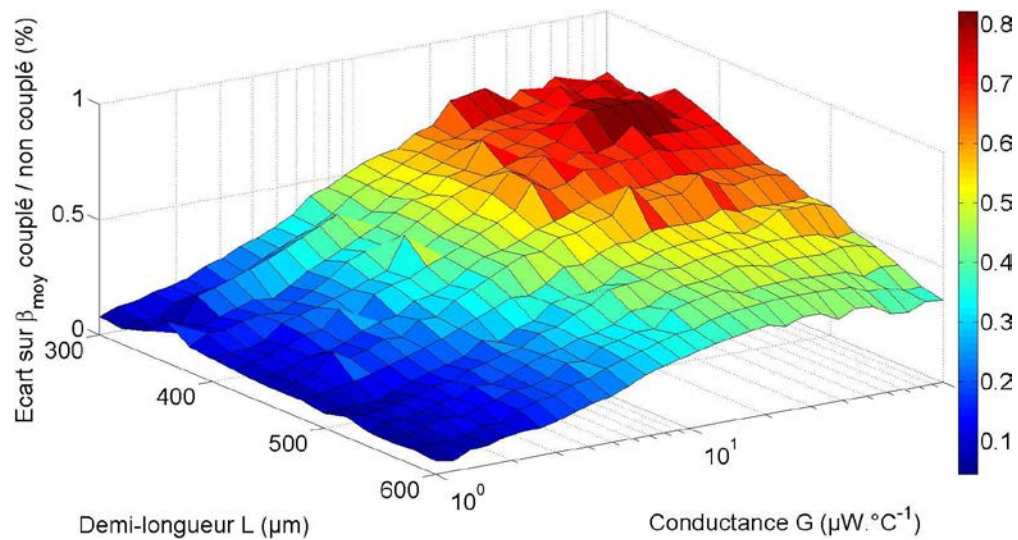
(a) Écart sur le rapport β_j (b) Écart sur le rapport β_{moy}

FIGURE 4.12 – Écart entre les deux modèles couplé et non couplé sur le rapport au contact β de la température de jonction et de la température moyenne de la sonde en fonction de la demi-longueur L et de la conductance G pour un **thermocouple de 5 μm de diamètre**.

Quelles que soient les valeurs de la demi-longueur et de la conductance, l'écart sur β_j entre les deux modèles monofilaires (couplé et non couplé) de thermocouple n'excède pas 2,5 %. Il converge même vers cette valeur pour de plus grandes valeurs de L et G . La différence est par contre moins importante pour la température moyenne du fil.

En conclusion, compte-tenu du faible écart des sensibilités au contact β_j et β_{moy} entre les différents modèles thermiques, et de l'influence de R_j nulle pour le rapport au contact de la température de jonction, cela confirme l'utilisation d'un modèle monofilaire développé par Thiery [72] dont la solution donne :

$$\beta = \frac{1}{1 + \kappa G} \quad (4.15)$$

où :

$$\kappa = \frac{\tanh(mL)}{2\lambda mS}, \quad m = \frac{hp}{\lambda S} + \frac{2i\omega\rho c_s}{\lambda} \quad \text{et} \quad \frac{1}{G} = \frac{G_c + G_e}{G_c G_e} = \frac{1}{2b} \cdot \frac{1}{\lambda_e} + \frac{1}{G_c}$$

avec G_c et G_e la conductance de contact et celle de l'échantillon, λ_e la conductivité thermique de l'échantillon et b le rayon de contact thermique [117].

Le rapport au contact β étant invariant (à un pourcentage près) selon le modèle utilisé, nous pouvons ainsi utiliser le modèle du thermocouple de type S comme une sonde résistive (monofilaire) ayant les propriétés physiques moyennes du platine et du platine-rhodié puisque le modèle à fil unique n'a quasiment aucune influence sur le rapport de contact (écart de 0,3%). Par ailleurs, le courant d'alimentation, la résistance de jonction et la fréquence d'excitation du système n'ont pas d'influence sur les résultats présentés dans les figures 4.9 et 4.10.

4.2/ RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX

Nous présentons dans cette section les résultats relatifs à l'utilisation de sondes résistives et thermocouples en mode actif. Nous avons utilisé le même banc expérimental que celui décrit dans le Chapitre 3. La pointe de tungstène utilisée pour le contact a été remplacée par une sonde thermorésistive. Nous comparons tout d'abord les données expérimentales avec les données théoriques de notre modèle thermique. Nous nous intéressons ensuite aux études thermiques de quatre sondes thermorésistives de différents diamètres. Nous analysons les composantes 2f et 3f en comparant leur sensibilité au contact et leur contraste thermique avec différents matériaux.

4.2.1/ ÉTUDES FRÉQUENTIELLES DES DIFFÉRENTES SONDES

Dans la littérature, de nombreux auteurs [118, 119, 114, 117, 120, 121] utilisent les sondes de Wollaston en mode actif pour caractériser les propriétés thermophysiques des matériaux. Nous comparons ici quatre types de sondes et leurs résolutions spatiales. Ainsi, deux thermocouples de type S et deux fils résistifs de platine-rhodié sont analysés, avec des diamètres de 1,3 μm et 5 μm .

Nous avons premièrement étudié la réponse en fréquence de chaque sonde puis nous avons expérimenté un même échantillon pour établir des comparaisons thermique et topographique entre chaque capteur.

Nous avons alimenté les sondes afin d'obtenir une température moyenne des fils identique, ce qui implique une tension à l'harmonique $3f$ équivalente. La figure 4.13 présente la réponse en fréquence des quatre sondes, avec une température moyenne de $8\text{ }^{\circ}\text{C}$ relative à la température ambiante. La fréquence présente en abscisse correspond à la fréquence d'alimentation des sondes.

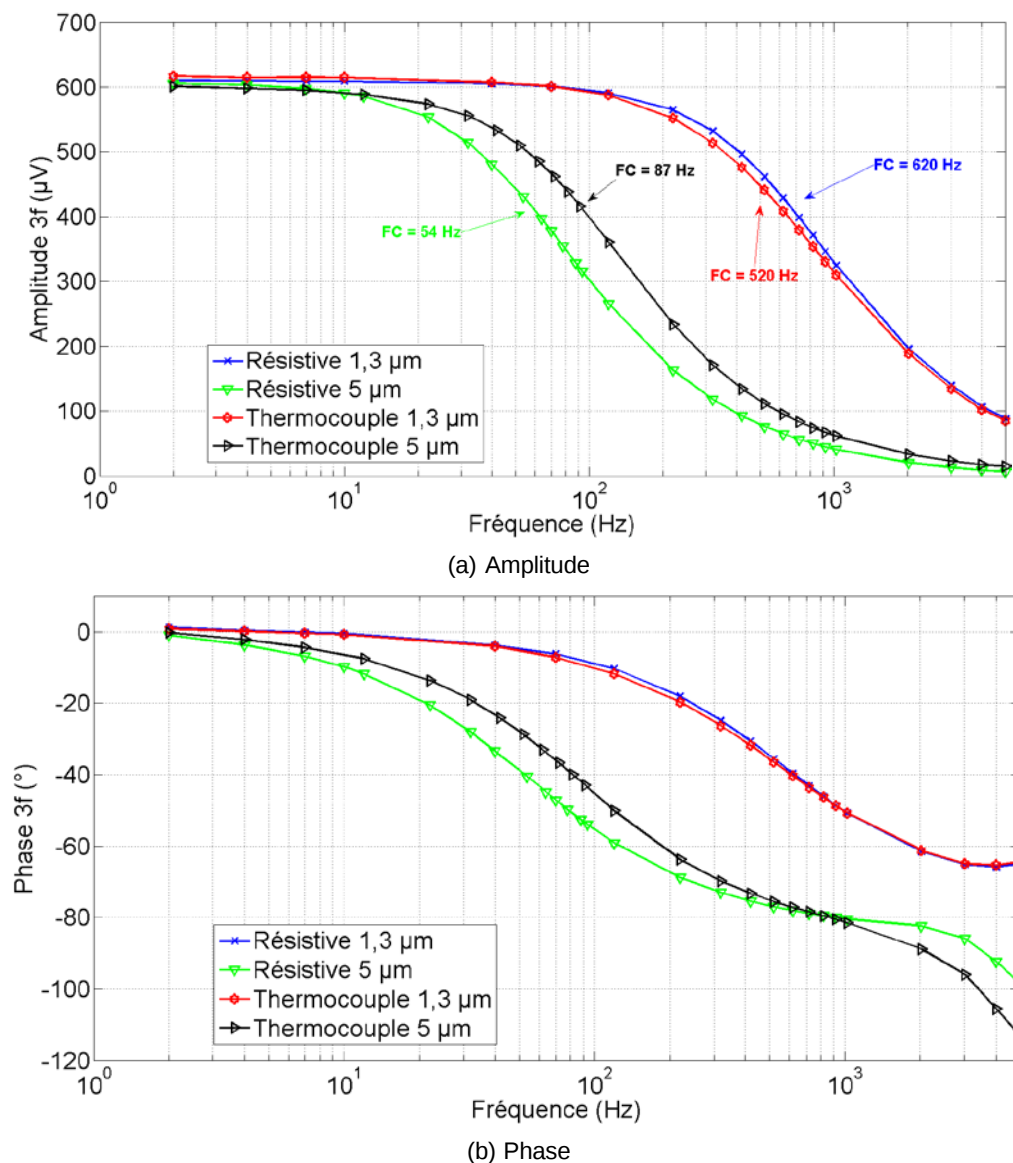


FIGURE 4.13 – Réponse électrique des quatre sondes thermoélectriques en fonction de la fréquence d'alimentation du circuit. Étude de la composante $3f$ (FC = Fréquence de Coupure).

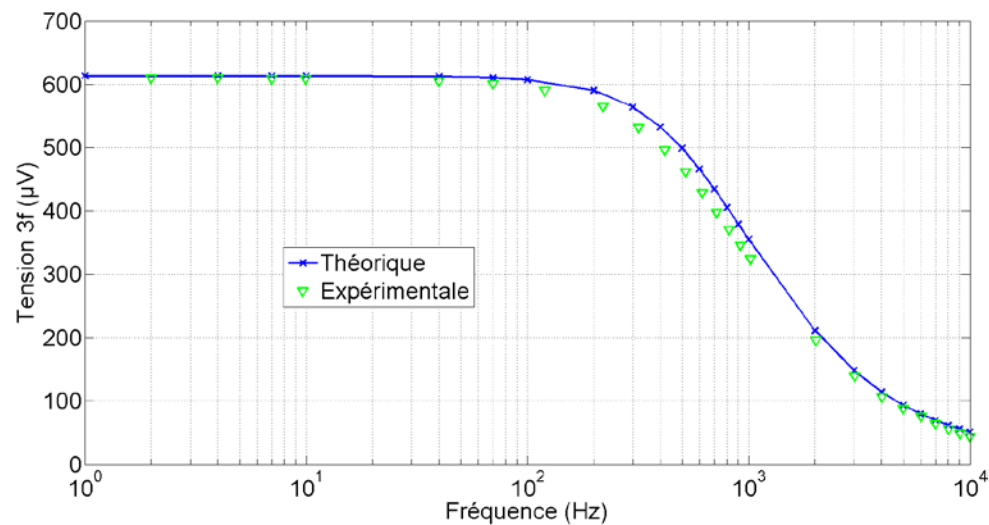
On remarque que la fréquence de coupure est respectivement de 620 Hz et 54 Hz pour des sondes résistives $1,3\text{ }\mu\text{m}$ et $5\text{ }\mu\text{m}$, et de 520 Hz et 87 Hz pour les thermocouples $1,3\text{ }\mu\text{m}$ et $5\text{ }\mu\text{m}$.

Comparaison des résultats avec le modèle numérique

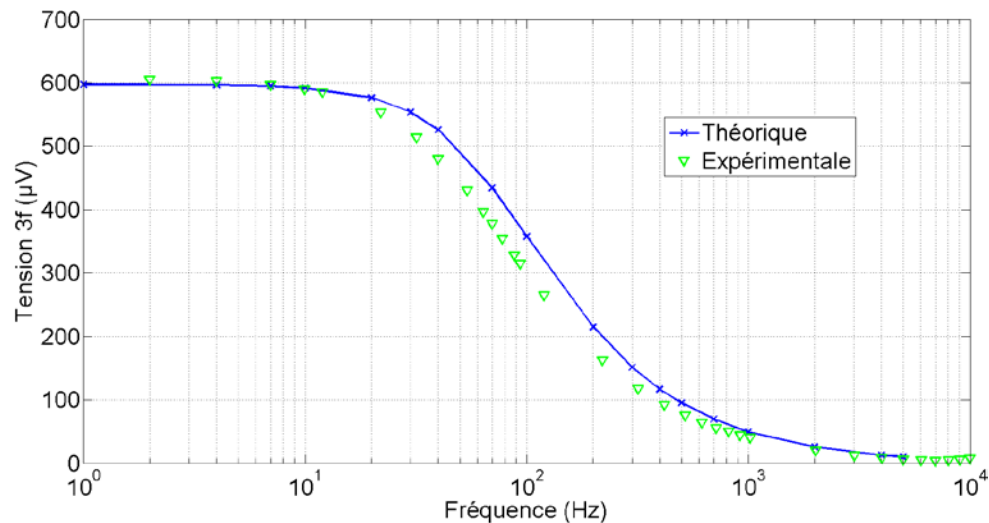
Avant de comparer les données théoriques et expérimentales, il est nécessaire d'identifier les paramètres géométriques des sondes (le rayon indiqué par le constructeur n'est pas forcément le rayon réel du fil). Nous avons donc réalisé des mesures au MEB et leurs dimensions sont les suivantes :

- Résistive 1,3 μm (R1) : $R = 0,75 \mu\text{m}$, $2L = 220 \mu\text{m}$
- Thermocouple 1,3 μm (T1) : $R = 0,83 \mu\text{m}$, $2L = 300 \mu\text{m}$
- Résistive 5 μm (R5) : $R = 2,55 \mu\text{m}$, $2L = 660 \mu\text{m}$
- Thermocouple 5 μm (T5) : $R = 3,1 \mu\text{m}$, $2L = 480 \mu\text{m}$

Nous avons étudié les réponses électriques des sondes (tension de la composante 3f) pour différentes fréquences. Les résultats sont donnés en figures 4.14 et 4.15.

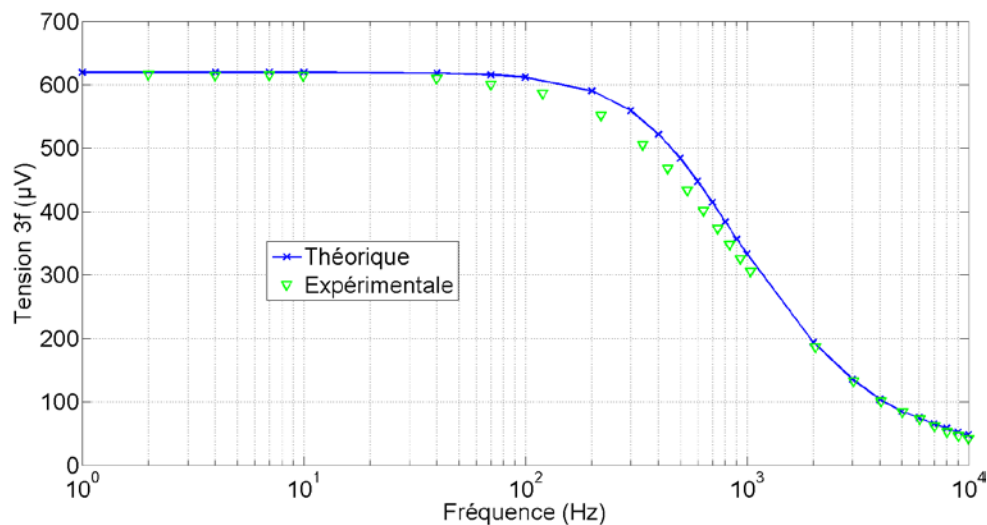


(a) R1

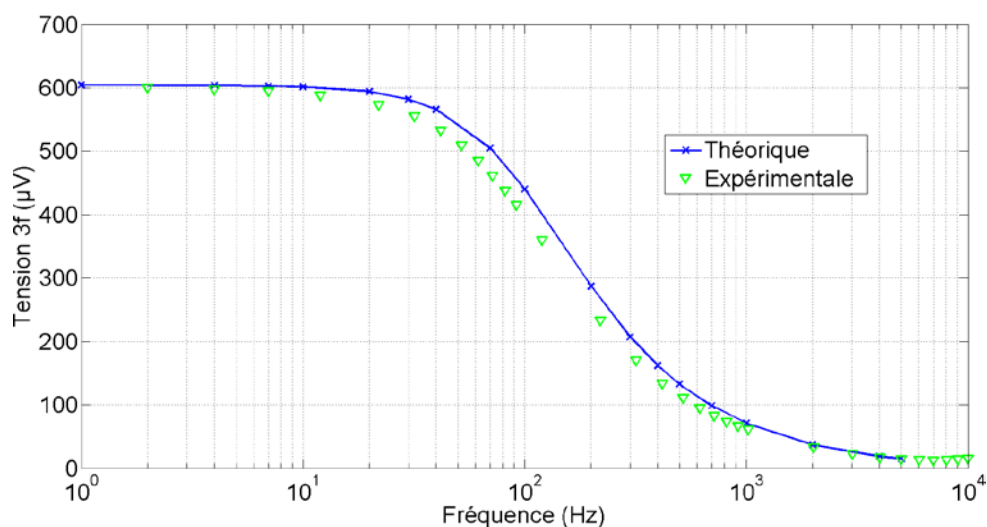


(b) R5

FIGURE 4.14 – Comparaison des courbes théoriques et expérimentales des sondes résistives. Étude de la composante 3f.



(a) T1



(b) T5

FIGURE 4.15 – Comparaison des courbes théoriques et expérimentales des sondes thermocouples. Étude de la composante 3f.

Nous nous sommes placés dans les conditions suivantes :

- R1 : $I = 2,00 \text{ mArms}$, $h = 6\,500 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$  1,3 μm
- T1 : $I = 1,75 \text{ mArms}$, $h = 6\,500 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ 
- R5 : $I = 9,45 \text{ mArms}$, $h = 2\,300 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$  5 μm
- T5 : $I = 11,8 \text{ mArms}$, $h = 2\,300 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ 

On observe un léger décalage en fréquence entre les courbes expérimentales et théoriques ($\approx 10 \text{ Hz}$). Or, pour un courant d'alimentation donné, de nombreux paramètres ont une influence sur la réponse thermique de la sonde (rayon, α , h , λ , c_s , ρ , σ , L , résistance du fil). Une variation de quelques pour-cent sur chacun d'entre eux entraîne une modification de la réponse en fréquence du fil et/ou de son amplitude. Le tableau 4.6 présente les résultats des décalages en fréquence (Δf) et en amplitude (ΔU). Nous avons modifié de +10% les différentes variables individuellement. Les données ΔU ont été ob-

tenues en comparant les différentes amplitudes pour $f = 1$ Hz. Celles de Δf proviennent de la variation de la fréquence de coupure pour chaque modification effectuée. Nous étudions ici la composante à l'harmonique $3f$ des quatre sondes R1, R5, T1 et T5.

Paramètres		Rayon	α	h	λ	c_s	ρ	σ	L	Res_f
R1	Δf (%)	-6,7	0	6,6	2,7	-9,6	-9,6	0	-5,7	0
	ΔU (%)	-24,2	8,9	5,6	-2,8	0	0	8,9	5,4	8,8
R5	Δf (%)	-0,73	0	0,85	0,4	-1,2	-1,2	0	-0,66	0
	ΔU (%)	-27,9	10,3	-6,3	3,4	0	0	10,3	6,5	10
T1	Δf (%)	-6,7	0	6,6	2,7	-9,6	-9,6	0	-5,7	0
	ΔU (%)	-24,2	8,9	-5,6	-2,8	0	0	8,9	5,4	8,8
T5	Δf (%)	-0,5	0	0,65	-1	-1,6	-1,6	0	-1,9	0
	ΔU (%)	-29,6	10,2	-3,7	5,9	0	0	10,2	12,3	10

TABLE 4.6 – Détermination des décalages en fréquence Δf et en amplitude ΔU pour une variation de +10% sur chacun des paramètres. Étude de la composante $3f$ des quatre sondes R1, R5, T1 et T5.

On remarque qu'une incertitude de mesure de l'ordre de quelques pour-cent sur chacun de ces paramètres peut engendrer des modifications importantes de la composante $3f$ sur sa réponse en fréquence, son amplitude ou encore les deux. En effet, une variation de 10% sur la mesure du rayon entraîne une modification de plus de 20% sur l'amplitude $3f$. Il en va de même pour les paramètres σ , α et Res_f , pour lesquels une variation de 10% sur chacun d'entre eux engendre une variation d'amplitude $3f$ de 10% environ. On constate par ailleurs que l'ampleur de ces modifications est différente pour des sondes de $1,3 \mu\text{m}$ et $5 \mu\text{m}$ de diamètre.

Intéressons-nous maintenant à la composante $2f$. Le modèle couplé ne tient pas compte de la résistance de jonction R_j qui a une influence sur l'amplitude de cette composante. Les courbes comparatives entre le modèle numérique et les données expérimentales des deux thermocouples ont donc été normalisées et sont présentées en figure 4.16.

On remarque que les courbes expérimentales et théoriques concordent. De la même manière que la composante $3f$, nous avons modifié de +10% les différentes variables individuellement. Le tableau 4.7 présente les résultats des décalages en fréquence (Δf) et en amplitude (ΔU) de la composante à l'harmonique $2f$ des deux thermocouples T1 et T5.

Hormis R_j , les paramètres (rayon, α , h , λ , c_s , ρ , σ , L , résistance du fil) n'ont aucune influence sur l'amplitude de la composante $2f$, seule la fréquence est affectée.

Les comparaisons entre les courbes théoriques et expérimentales nous permettent de valider le modèle thermique puisque les données des composantes $2f$ et $3f$ concordent avec les données théoriques.

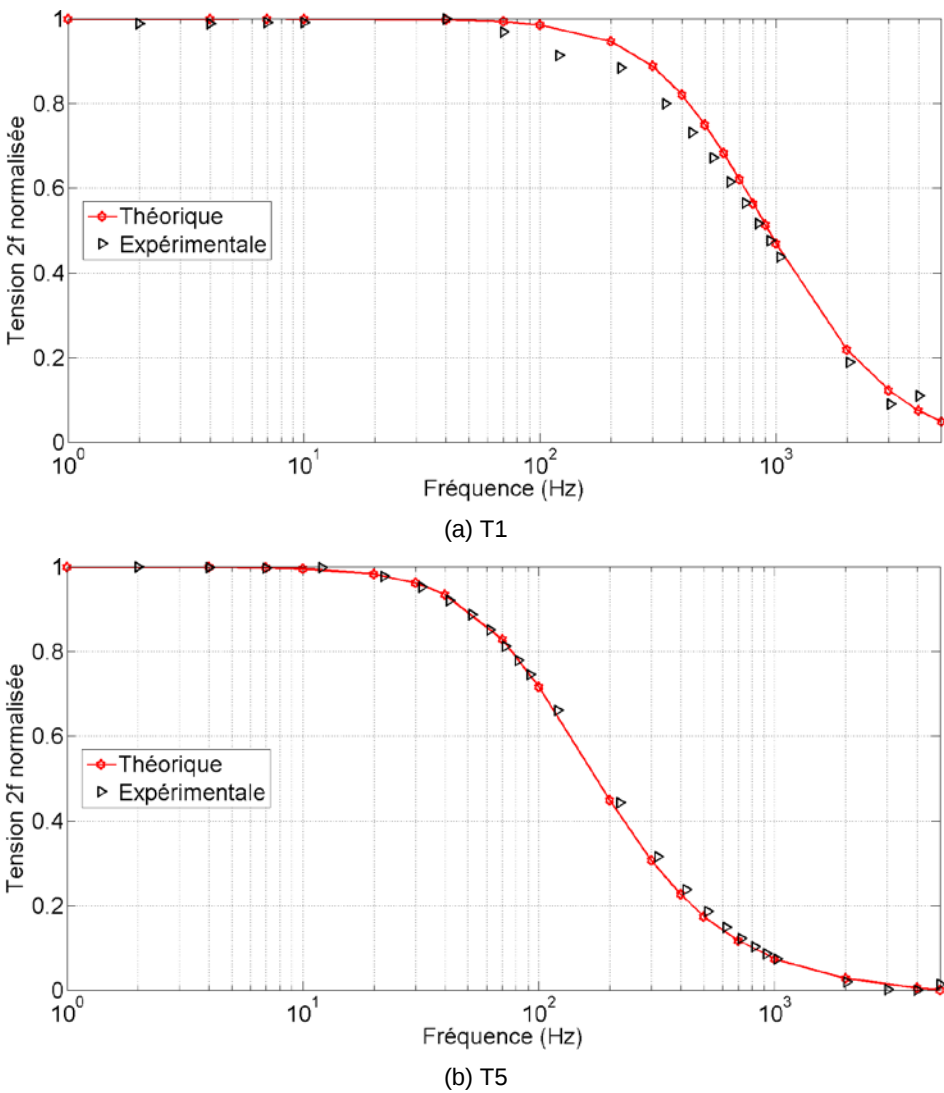


FIGURE 4.16 – Comparaison des courbes théoriques et expérimentales des sondes thermocouples. Étude de la composante 2f.

Paramètres		Rayon	α	h	λ	c_s	ρ	σ	L	Res_f
T1	Δf (%)	-5,6	0	6,7	3,4	-8,4	-8,4	0	-5,5	0
	ΔU (%)	-0,2	0	-0,1	0	0	0	0,1	0	0
T5	Δf (%)	-0,5	0	0,65	-1	1,6	1,6	0	-1,9	0
	ΔU (%)	-0,2	0	0	0	0	0	0,1	0,1	0

TABLE 4.7 – Détermination des décalages en fréquence Δf et en amplitude ΔU pour une variation de +10% sur chacun des paramètres. Étude de la composante 2f des quatre sondes R1, R5, T1 et T5.

4.2.2/ ÉTUDES TOPOGRAPHIQUES

Nous avons utilisé un échantillon pour lequel une couche 300 nm de platine a été déposée sur un substrat de pyrex. Par le biais du FIB, nous avons gravé une partie du dépôt sur toute son épaisseur (minimum 300 nm pour être sûr d'atteindre le substrat). La figure 4.17 est une photographie obtenue via un microscope électronique à balayage (MEB). Nous avons étudié la lettre S, ce qui nous permet de mettre en évidence les résolutions spatiales dans les deux directions X et Y. Nous avons orienté toutes les sondes suivant la hauteur des lettres, comme indiqué par la représentation de la coupe d'une sonde sur la figure 4.17. La largeur des traits vaut $2,4\text{ }\mu\text{m}$ pour une profondeur de 400 nm environ (mesures effectuées à l'aide du MEB).

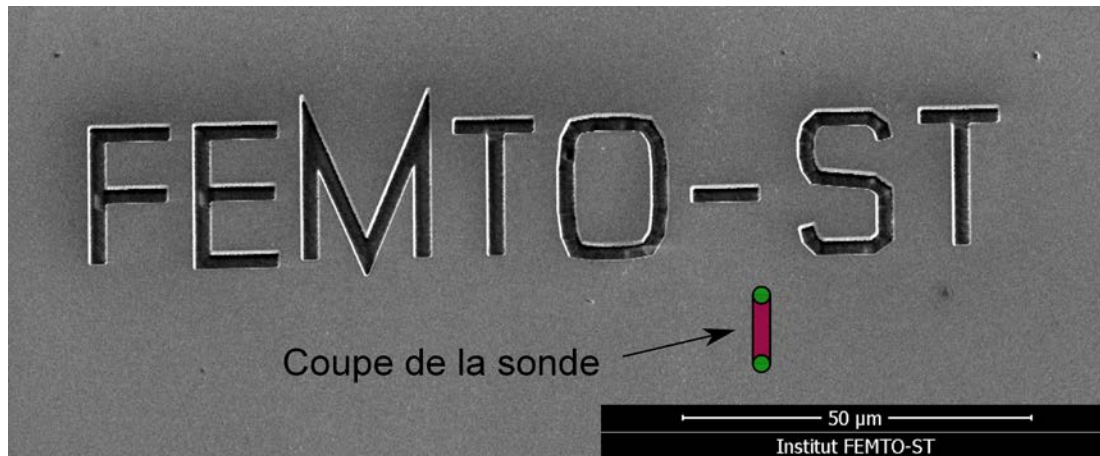


FIGURE 4.17 – Échantillon étudié pour la comparaison des quatre sondes. Visualisation de l'orientation de la sonde.

Le rayon de courbure diffère en fonction de la sonde utilisée. Pour les sondes résistives $1,3\text{ }\mu\text{m}$ (R1) et $5\text{ }\mu\text{m}$ (R5), le rayon de courbure est de $5\text{ }\mu\text{m}$ pour R1 et $13\text{ }\mu\text{m}$ pour R5. L'étude de la lettre S va, pour une même sonde, souligner la différence entre les résolutions spatiales en X et en Y. Le contraste thermique sera lui aussi affecté par la géométrie de la sonde puisque la forme et les dimensions du S ne permettent pas d'avoir une surface de contact identique à chaque étape du balayage. Concernant les thermocouples T1 ($1,3\text{ }\mu\text{m}$) et T5 ($5\text{ }\mu\text{m}$), la résolution spatiale est déterminée par la jonction réalisée au FIB. Ces sondes ont été taillées avec une forme pyramidale. Leur rayon de courbure est de 400 nm pour R1 et $1\text{ }\mu\text{m}$ pour R5. La figure 4.18 présente les photographies des quatre sondes utilisées pour l'étude topographique.

Nous avons montré dans le chapitre précédent les nombreux avantages à utiliser un diapason à quartz utilisant une excitation photo-thermique. Deux étapes importantes sont réalisées avant d'utiliser le résonateur en tant que capteur de force. Premièrement, il y a le positionnement de la sonde, qui a une influence sur la réponse du diapason (fréquence de résonance et facteur de qualité). Deuxièmement, nous avons la jonction du thermocouple, qu'il est possible d'affiner afin d'améliorer la résolution spatiale du capteur.

Le diapason possède un haut facteur de qualité lorsqu'il est équilibré. En ajoutant le thermocouple sur un des bras du résonateur, l'équilibre est rompu et le facteur de qualité de ce dernier diminue. Spajer et ses collègues [106] ont mis en évidence les zones de contraintes du diapason ; maximales au niveau de la base et minimales au milieu des

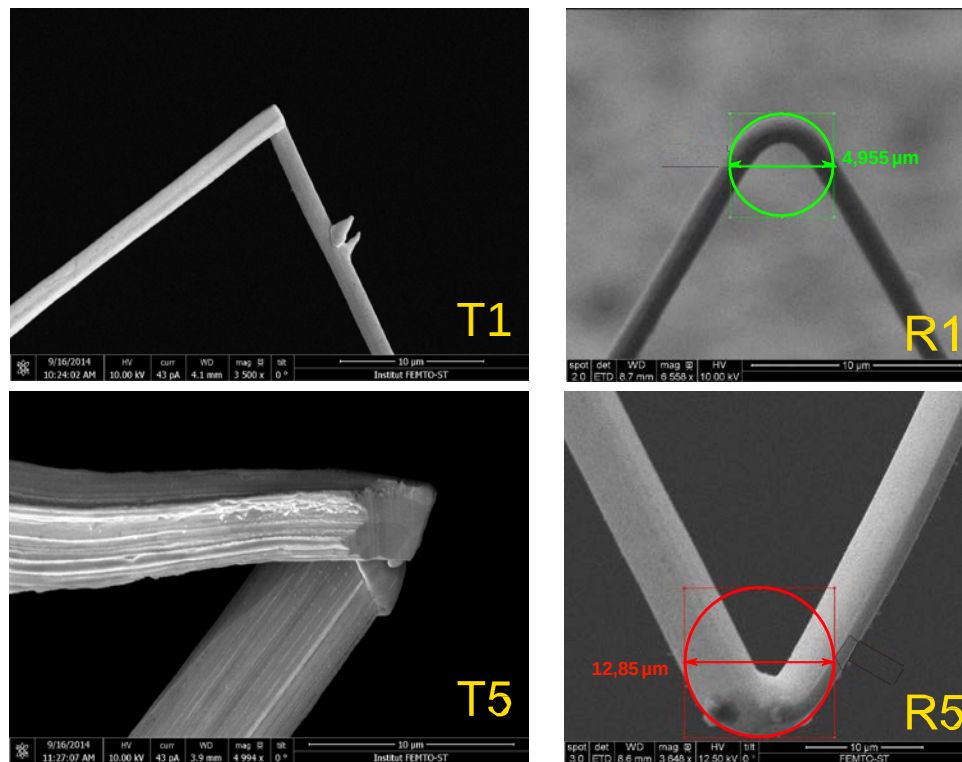


FIGURE 4.18 – Photographies des quatre sondes

bras. Ils ont réalisé un balayage XY du diapason, connecté à un détecteur synchrone et excité photo-thermiquement. Plus la contrainte est importante et plus le signal piézo-électrique l'est également. La figure 4.19 montre le module du signal piézoélectrique du diapason.

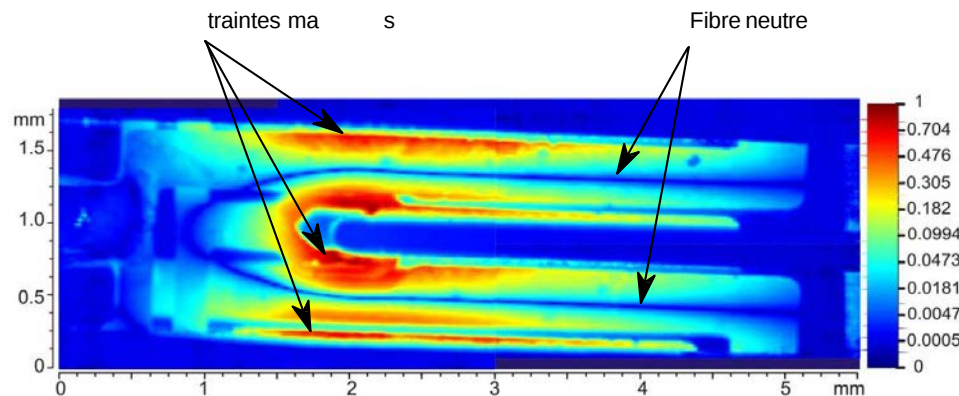


FIGURE 4.19 – Module du signal piézoélectrique du diapason, échelle de couleur logarithmique [106]

Nous voulons positionner le thermocouple sur une zone qui influence au minimum le comportement du diapason. Contrairement aux pointes de tungstène, nous devons alimenter le capteur et positionner par conséquent les fils de connexion de ce dernier. Nous avons donc placé la sonde au niveau de la fibre neutre du résonateur. C'est une zone pour laquelle la structure ne possède aucune contrainte et donc aucune déformation lors de la résonance de la structure. En effet, considérons les bras du diapason comme

une poutre encastrée-libre soumise à une flexion pure. Dans l'hypothèse de Bernoulli, la fibre neutre a un allongement nul, les fibres présentes à l'extérieur subissent une traction et les fibres qui sont à l'intérieur, subissent une compression.

Le diapason possède des électrodes sur toutes ses faces. Pour minimiser l'apport de masse sur le résonateur, nous avons par conséquent utilisé une des électrodes pour connecter électriquement la sonde. La figure 4.20 présente une sonde résistive de $5\ \mu\text{m}$ positionnée au niveau de la fibre neutre. Ainsi, l'extrémité de la sonde est collée via de la colle conductrice sur une électrode. L'autre partie (gaine d'argent de $75\ \mu\text{m}$) est collée avec de la colle époxy (isolation électrique) sur la fibre neutre du diapason (cf. figure 4.20 (b)). Le facteur de qualité du système "diapason + sonde" est, pour la sonde de la figure 4.20, de 4 700. En fonction de la quantité de colle et de son positionnement sur la base du diapason, il est possible d'avoir un facteur de qualité compris entre 1 000 et 9 500. Malgré la difficulté de fabrication, nous arrivons aujourd'hui à reproduire régulièrement des systèmes dont le facteur de qualité est proche de 8 000 à l'air ambiant.

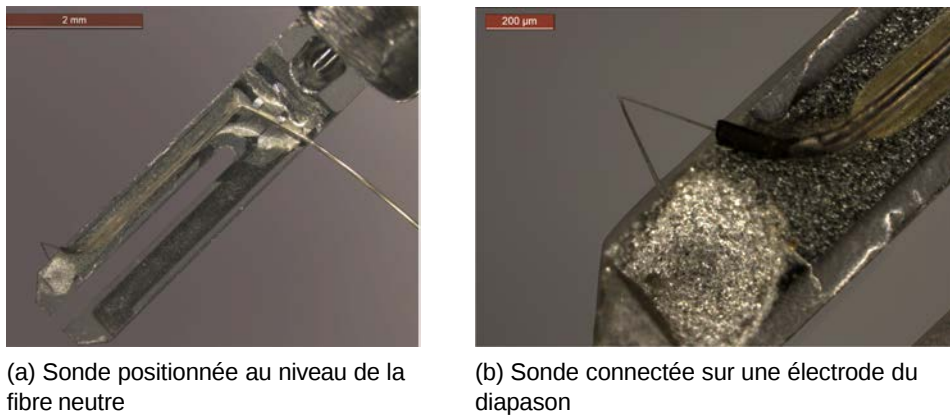


FIGURE 4.20 – Photographies d'une sonde résistive de $5\ \mu\text{m}$ positionnée sur un diapason

Concernant la jonction du thermocouple, elle est généralement imparfaite et une retouche au FIB est indispensable pour améliorer la résolution spatiale et la qualité du contact. Il est possible que le contact ne soit pas exactement au niveau de la jonction mais à plusieurs dizaines de micromètres de cette dernière (hypothèses du modèle thermique modifiées). La figure 4.21 présente des photographies de la jonction avant (a) et après (b) un ajustement au FIB.

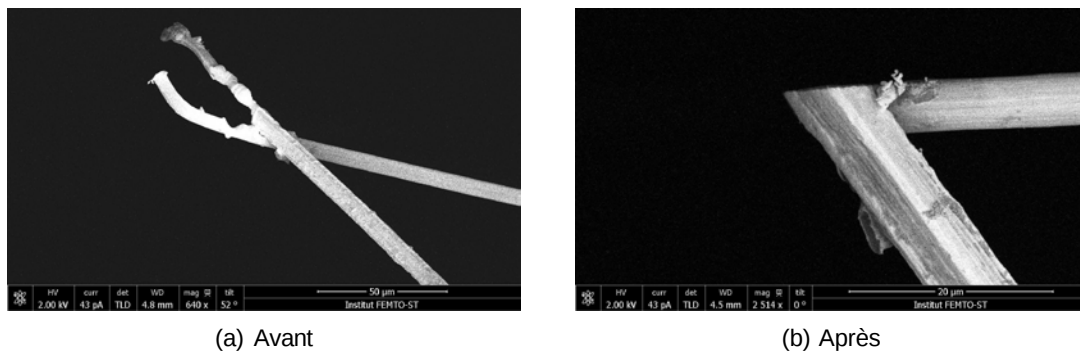


FIGURE 4.21 – Photographies d'une sonde thermocouple retouchée au FIB

On remarque sur la figure 4.21 (a) que la jonction n'est pas localisée à l'extrémité

des deux fils. Il est difficile d'en réaliser une à la première décharge capacitive. Des optimisations sont actuellement en cours afin d'obtenir une jonction pour laquelle les deux matériaux sont fusionnés entièrement au niveau de leur diamètre. La jonction dite "idéale" est similaire à la figure 4.22 (a), introduisant une résistance de jonction quasiment nulle. On remarque une fusion totale entre les deux matériaux (à noter que cette sonde a été taillée au FIB). La figure 4.22 (b) est quant à elle une jonction avec une fusion partielle du platine et/ou du platine rhodié. Ce type de jonction est généralement très fragile, générant une résistance de jonction non négligeable.

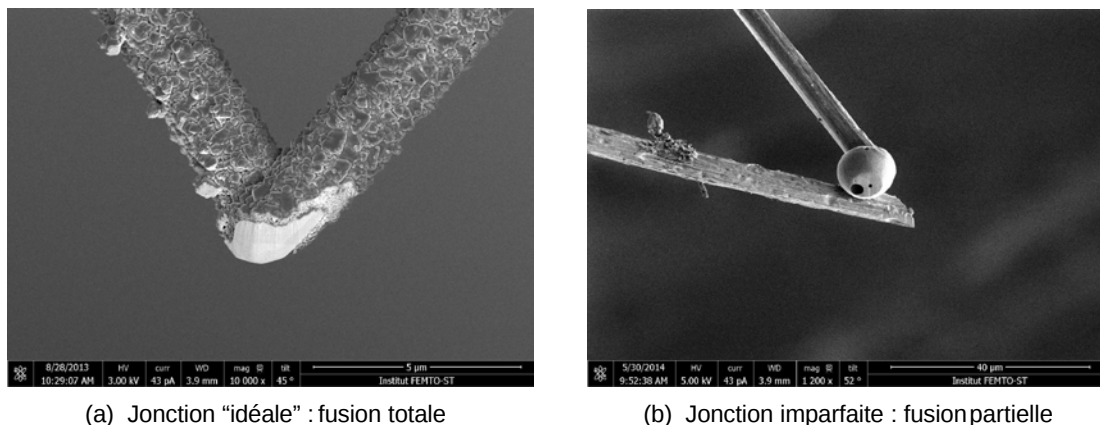


FIGURE 4.22 – Photographies de jonctions de thermocouples

Pour réaliser des images topographiques, le principe de fonctionnement est le suivant : l'échantillon vient au contact de la sonde jusqu'à la détection de contact, continue de s'approcher d'une dizaine de nanomètres, puis les données thermiques et topographiques sont enregistrées. L'échantillon recule ensuite d'une centaine de micromètres, se déplace horizontalement et ainsi de suite jusqu'à l'obtention d'une image. La force de contact est contrôlée en analysant le décalage en phase du diapason. Les topographies du S obtenues avec les quatre sondes sont présentées en figure 4.23 (a). Les images ont pour dimensions $21 \times 21 \mu\text{m}^2$ et ont été réalisées avec des pas de 300 nm.

Nous remarquons tout d'abord que la profondeur de gravure est équivalente à 400 nm. Le temps d'étude avoisine les 6 heures et la température de la salle d'expérimentation n'est pas contrôlée, ceci explique la légère dérive que l'on observe, notamment au niveau des dimensions du S réalisé avec la sonde R5. Cette dérive n'est actuellement pas en mesure d'être corrigée. Cependant, elle n'affecte pas la résolution spatiale.

Nous constatons ensuite une différence nette entre les résultats des sondes résistives et thermocouples. Pour un même diamètre de sonde, la résolution spatiale des thermocouples est meilleure et ce grâce à la retouche au FIB de la jonction. On remarque par ailleurs que le thermocouple de diamètre $1,3 \mu\text{m}$ donne une meilleure résolution spatiale par rapport au thermocouple $5 \mu\text{m}$. Ce dernier ayant une dimension plus importante, on distingue clairement la convolution de la pointe sur la topographie du S.

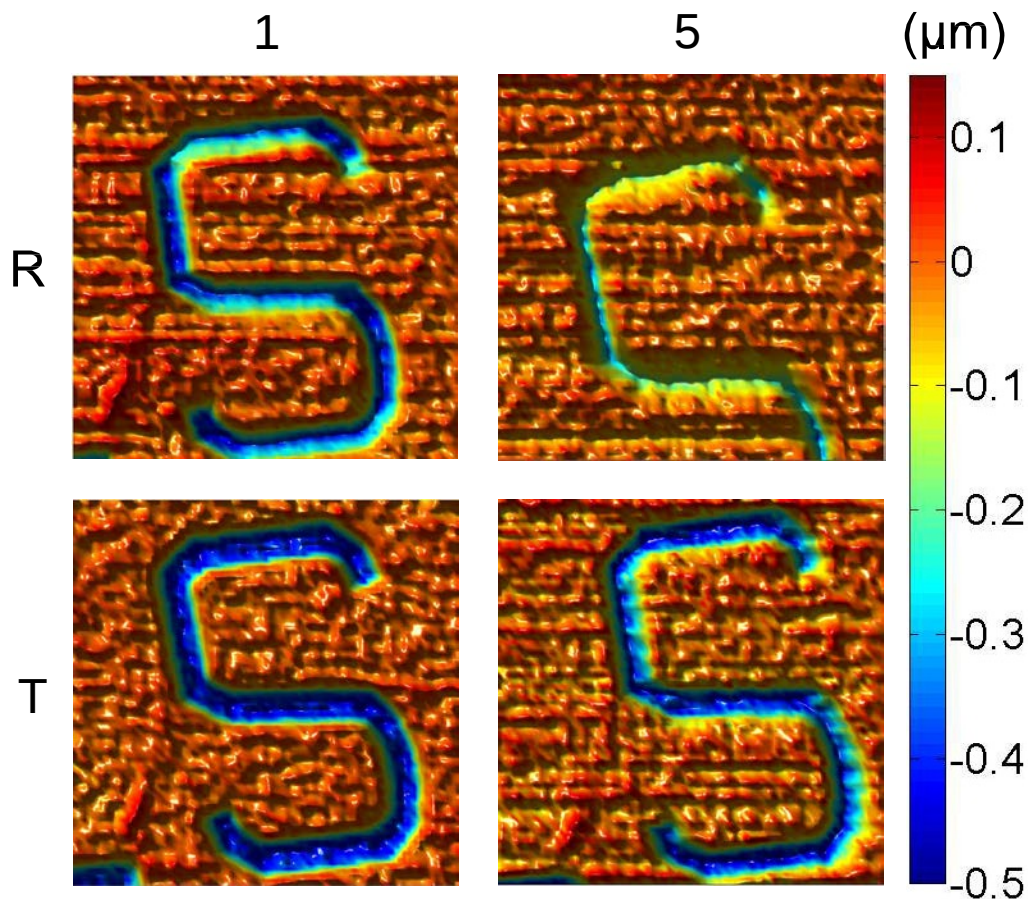
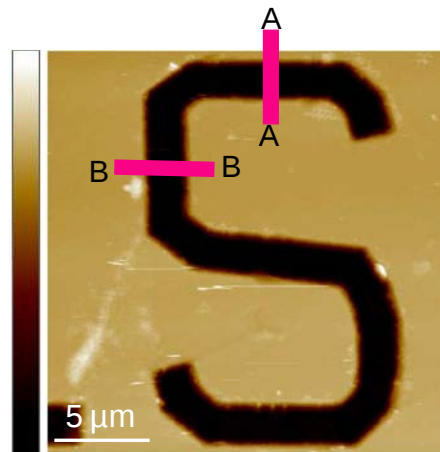


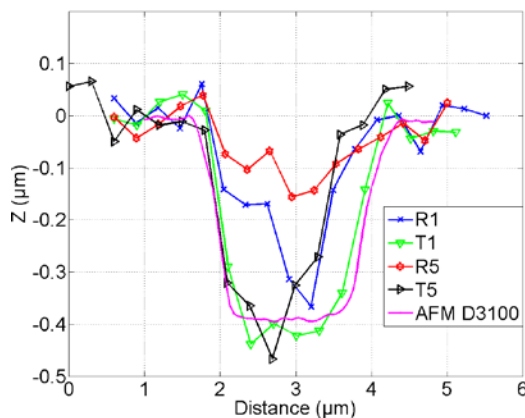
FIGURE 4.23 – Topographies du S obtenues avec les quatre sondes thermoélectriques, $21 \times 21 \mu\text{m}^2$ par pas de 300 nm

Concernant les sondes résistives et au vu du positionnement de la sonde, l'effet de convolution est moins prononcé lors des balayages suivant la hauteur de la lettre. La figure 4.24, compare le profil topographique des quatre sondes avec un AFM commercial (AFM Dimension 3100 - Veeco). Elle met en évidence la résolution mais également la convolution de ces capteurs.

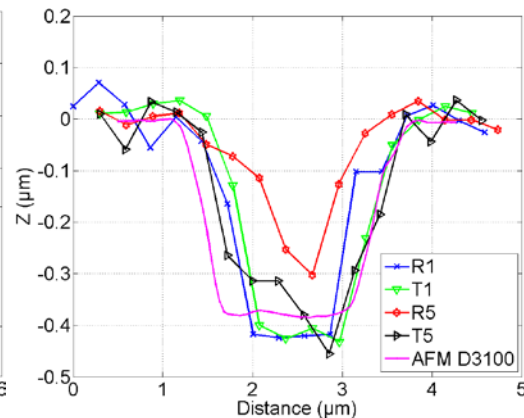
Pour conclure sur les premiers résultats, la topographie du S réalisée par les quatre sondes thermoélectriques montre la performance de notre système (microscope alliant diapason et thermocouple). Les données sont semblables à celles obtenues avec un AFM commercial. Parmi les 4 capteurs, celui qui présente les meilleures résolutions spatiales en X et en Y est le thermocouple de $1,3 \mu\text{m}$. La dimension de la sonde et l'ajustement de la jonction au FIB (de forme pyramidale) lui permettent d'aller au contact du pyrex sans heurter le flanc du S (en platine). Ce paramètre est important pour étudier les phénomènes thermiques des sondes sur l'échantillon.



(a) Positionnement des coupes AA et BB



(b) Coupe AA



(c) Coupe BB

FIGURE 4.24 – Profils de topographie de la lettre S

4.2.3/ ÉTUDES THERMIQUES

Au niveau du contraste thermique, des comparaisons entre les températures à l'harmonique 3f ont également été réalisées et sont exposées en figure 4.25.

Nous avons alimenté les sondes avec un courant alternatif (générateur de courant Keithley 6221). L'utilisation d'un détecteur synchrone nous permet ensuite de mesurer directement la tension aux bornes de la sonde à la troisième harmonique. Pour les thermocouples, il est également possible de mesurer simultanément la seconde harmonique en utilisant un second détecteur synchrone. Afin d'avoir un contraste en phase et en amplitude entre les deux matériaux (platine et pyrex) et une température moyenne du capteur similaire pour chaque sonde (hors contact), nous avons utilisé des fréquences de 17 Hz et 232 Hz respectivement pour R5 et R1 et 30 Hz et 232 Hz pour T5 et T1 (cf. figure 4.13).

Les paramètres utilisés sont les suivants :

- R1 : $I = 2,00$ mArms, $f = 232$ Hz
- R5 : $I = 9,45$ mArms, $f = 17$ Hz
- T1 : $I = 1,75$ mArms, $f = 232$ Hz
- T5 : $I = 11,8$ mArms, $f = 30$ Hz

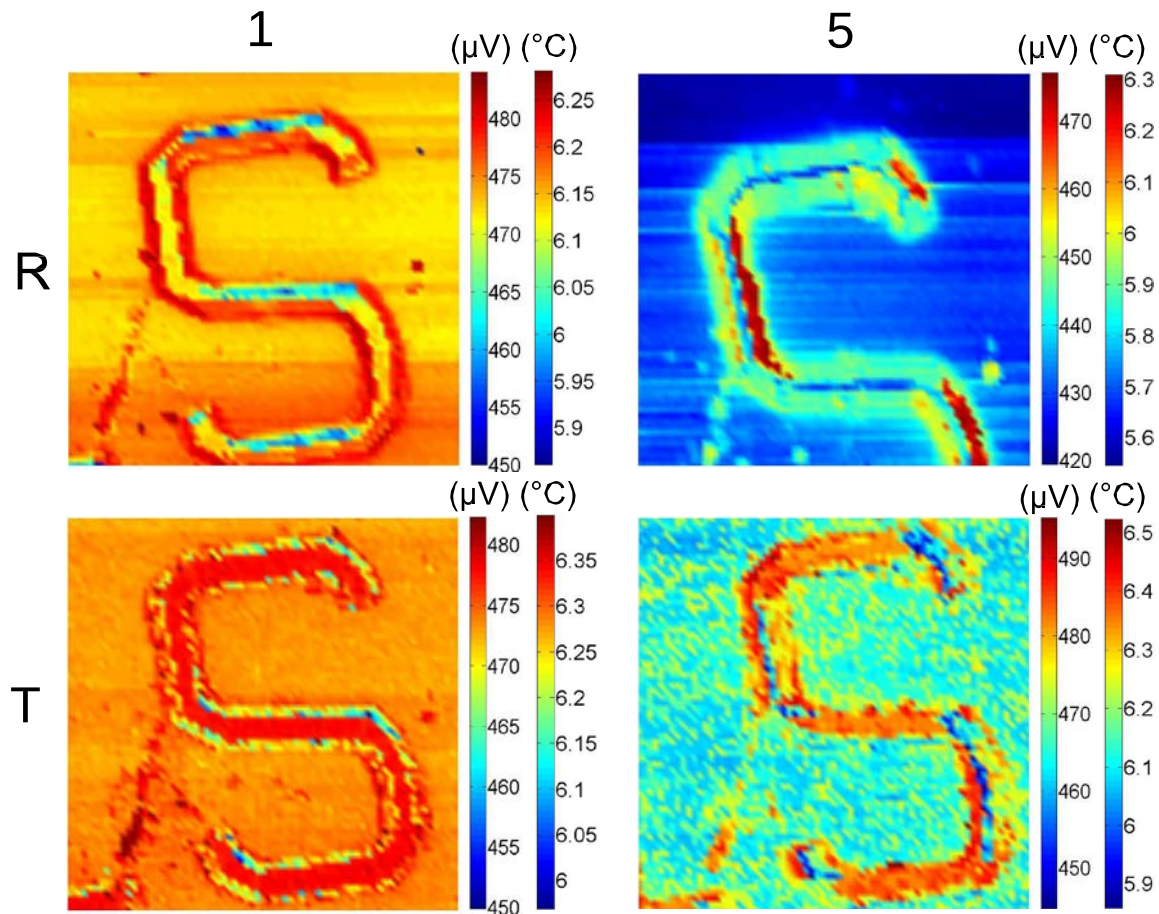


FIGURE 4.25 – Réponses thermiques de l'amplitude 3f, images de dimensions $21 \times 21 \mu m^2$ par pas de 300 nm

On remarque que la tension 3f et le contraste thermique entre chaque image sont totalement différents. La convolution des sondes perçue précédemment sur les images de topographie est également observée ici. Lors de l'étude du S, la zone de contact diffère et le transfert thermique est différent d'un point à un autre.

La figure 4.26 présente les profils de température de la lettre S obtenus avec les quatre sondes.

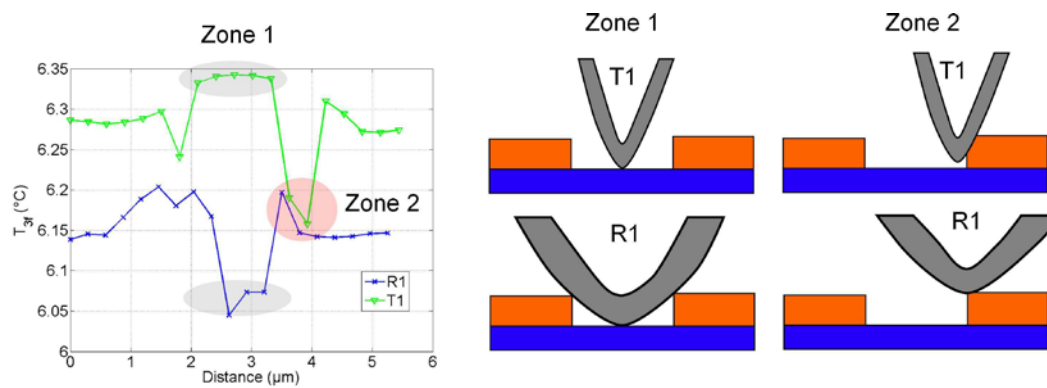
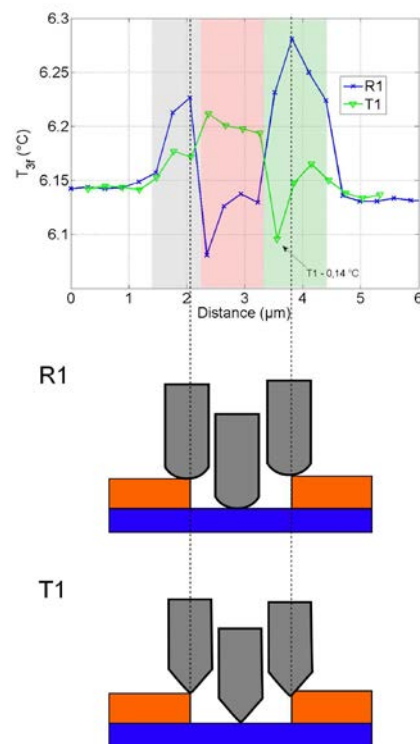
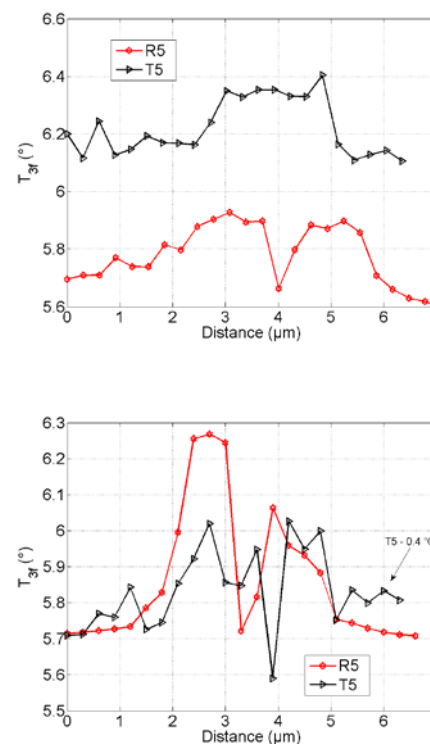
(a) Coupe AA de la figure 4.24 (a), sonde 1,3 μm (b) Coupe BB de la figure 4.24 (a), sonde 1,3 μm (c) Sonde 5 μm

FIGURE 4.26 – Profils de température de la lettre S. Les sondes sont positionnées perpendiculairement par rapport à la largeur de la lettre.

Lorsque la sonde est au contact du pyrex, la zone de contact est plus importante puisqu'elle touche les flancs du S (cf. figure 4.26 (a), zone 1). C'est pourquoi nous remarquons, notamment pour R1, un refroidissement plus important dans cette zone alors que le pyrex est un matériau isolant thermiquement (cf. figures 4.26 (a) et (b)). Ce n'est pas le cas pour T1 qui possède une jonction fine permettant d'aller sur le pyrex sans toucher le platine. Par conséquent, l'image thermique de T1 est la plus représentative de la réalité puisqu'on différencie clairement les deux matériaux.

Rappelons que les sondes sont placées perpendiculairement par rapport à la largeur de la lettre S. Au niveau du contour du S, la zone de contact est diminuée car

la sonde est en surplomb avec la surface de pyrex située 400 nm plus bas (cf. figure 4.26 (a), zone 2). L'échauffement du capteur est donc plus important. L'exception est encore pour T1 qui possède un rayon de courbure beaucoup plus fin (≈ 400 nm) par rapport aux autres sondes. On constate donc un refroidissement suite à l'effet de convolution de la sonde (zone de contact plus importante). Ces deux phénomènes sont exposés sur les figures 4.26 (a) et (b).

Enfin pour un même diamètre de fil et pour une même force d'appui, la surface de contact sera beaucoup plus importante pour les sondes résistives que pour les sondes thermocouples taillées au FIB. Ainsi, sur le dépôt de platine par exemple, on remarque que la température 3f est plus faible de $0,4^\circ\text{C}$ pour la sonde R5 comparé à T5, et plus faible de $0,15^\circ\text{C}$ pour la sonde R1 comparé à T1.

Intéressons-nous maintenant aux résultats de la phase à la composante 3f (cf. figure 4.27)

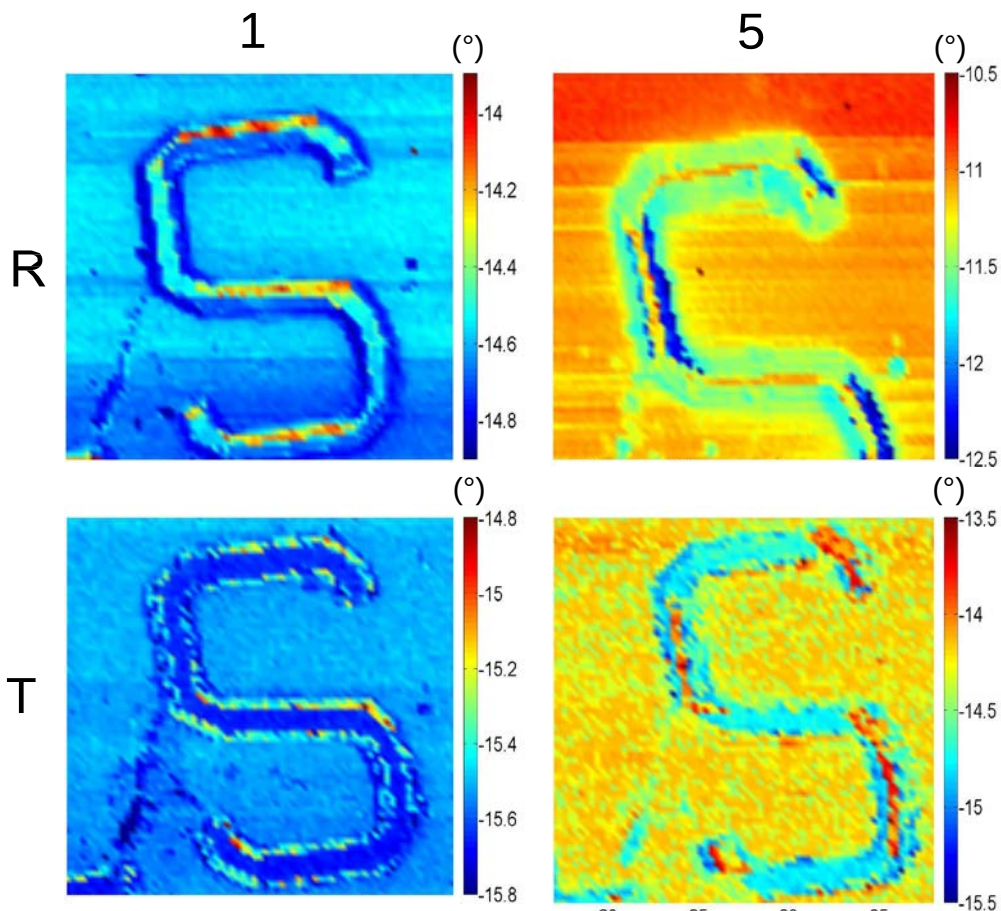
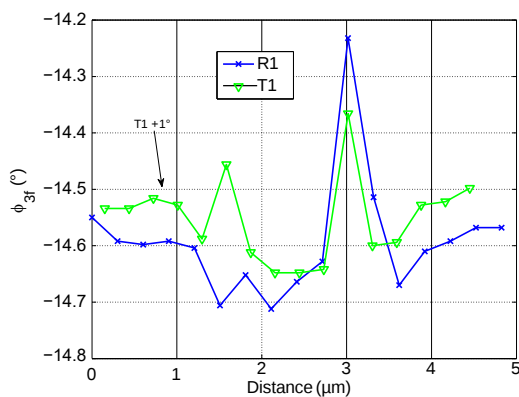


FIGURE 4.27 – Réponses thermiques de la phase 3f, images de dimensions $21 \times 21 \mu\text{m}^2$ par pas de 300 nm

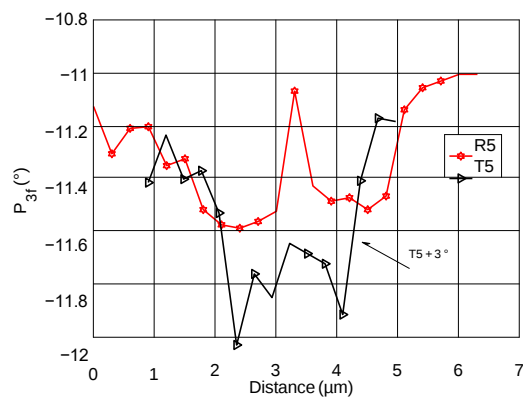
La figure 4.28 présente les profils de phase obtenus avec les quatre sondes.

On remarque également l'influence du contact sur la réponse du capteur. Le même constat (réponses sur le platine et le pyrex) que sur la figure 4.25 est observé.

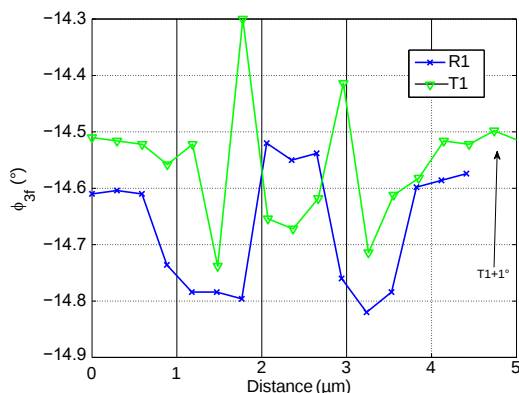
En conclusion, la réduction de la taille du capteur améliore nettement les résolutions spatiales. Le contraste thermique, dépendant de la longueur du fil et de la conduc-



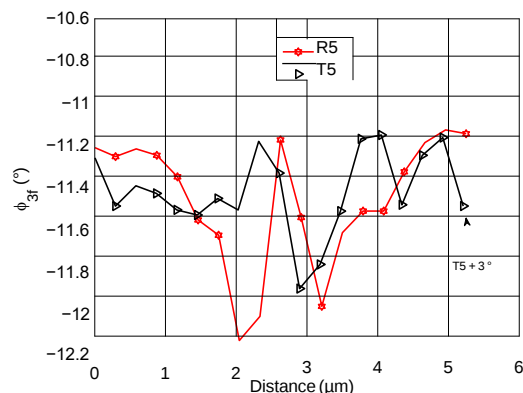
(a) Traits horizontaux de la lettre S, sonde 1,3 μm



(b) Traits horizontaux de la lettre S, sonde 5 μm



(c) Traits verticaux de la lettre S, sonde 1,3 μm



(d) Traits verticaux de la lettre S, sonde 5 μm

FIGURE 4.28 – Profil de la phase de la température de la lettre S

tance, semble cependant être affecté par cette diminution. La sensibilité de mesure diminue avec la dimension de la zone de contact (solide-solide), conformément à l'évolution de la résistance thermique (R_c).

D'après le modèle thermique simplifié du thermocouple, la sensibilité au contact est plus élevée pour la température de jonction. L'objectif est donc de réaliser un comparatif expérimental entre les composantes 2f et 3f. Des études ont été faites pour deux températures de sondes différentes (cf. figure 4.29). Avec un thermocouple de diamètre 5 μm, nous avons utilisé les paramètres suivants :

- Étude 1 : $I = 22,0$ mArms, $f = 80$ Hz, balayage 20×20 μm² par pas de 300 nm ($V_{3f} \approx 5\,000$ μV)
- Étude 2 : $I = 11,8$ mArms, $f = 30$ Hz, balayage 21×21 μm² par pas de 300 nm ($V_{3f} \approx 500$ μV)

La composante 2f a un contraste quatre fois plus important que la composante 3f. Ces résultats justifient par conséquent l'utilisation du thermocouple pour la caractérisation thermophysique des matériaux.

Regardons le contraste thermique entre matériaux. Nous voulons mettre en évidence ce contraste lorsque le capteur est au contact. Il est fonction de la conductance de contact. Cependant, il est difficile d'évaluer ce paramètre thermique car il dépend

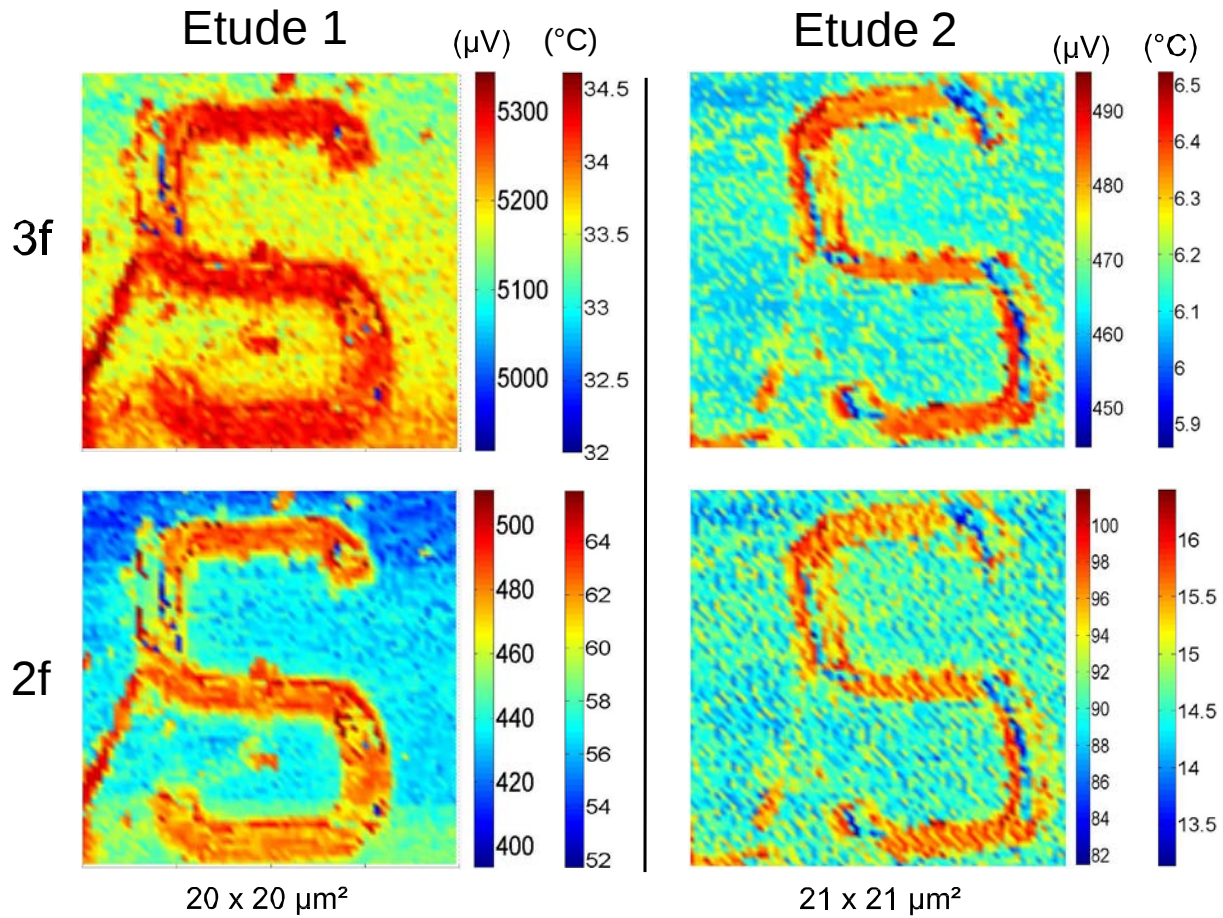


FIGURE 4.29 – Comparaison des composantes 2f et 3f, pour deux températures moyennes différentes de la sonde

fortement de la qualité du contact (force d'appui, rugosité, propriétés mécaniques de l'échantillon). Nous avons donc réalisé un échantillon de calibration pour lequel 5 fils de matériaux différents ont été noyés dans de la résine, en laissant leur section apparente pour assurer un état de surface équivalent après l'étape de polissage. Les propriétés des matériaux étudiés, dont les conductivités thermiques sont comprises entre 1 et 401 W.m⁻¹.K⁻¹, sont résumés dans le tableau 4.8.

Pour étudier le contraste thermique entre les différents matériaux au contact, définissons un rapport tel que :

$$\gamma = \frac{T_{\text{matériau à étudier}}}{T_{\text{résine}}} \quad (4.16)$$

L'échantillon est composé de plus de 90% de résine. Nous avons ainsi utilisé ce matériau comme matériau de référence pour le contraste thermique. Le thermocouple T1 (étudié précédemment pour l'étude du S) a été alimenté par un courant alternatif effectif de 4,06 mA et une fréquence de 232 Hz. Une série de 50 contacts a été réalisée sur les 6 matériaux différents. Les composantes 2f et 3f ont été étudiées et les résultats sont synthétisés dans le tableau 4.9.

Nous remarquons que la sensibilité au contact β est meilleure pour la composante

Matériaux	λ (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	Module de Young (Gpa)	Dureté Vickers (N.mm ⁻²)
Résine	0,2	3,5	-
Platine-Rhodié	38	-	-
Tantale	57,5	186	90
Platine	71,6	168	-
Zinc	116	78	-
Tungstène	173	406	360
Aluminium	237	69	21
Cuivre	401	124	49

TABLE 4.8 – Conductivité thermique λ des matériaux utilisés pour la calibration de la sonde (source : Goodfellow)

Matériaux (λ : W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	Composante 2f (μV)		Composante 3f (μV)		β (%)		γ (%)	
	Tension	Écart-type	Tension	Écart-type	2f	3f	2f	3f
Résine (<2)	127,50	1,16	4747,1	5,15	63,7	94,9	100	100
Tantale (57,5)	105,40	2,37	4647,5	9,94	54,2	93,0	82,7	97,9
Zinc (116)	112,90	2,50	4687,1	10,9	56,5	93,7	88,5	98,7
Tungstène (173)	109,90	2,68	4671,5	12,4	54,9	93,4	86,2	98,4
Aluminium (237)	108,90	3,57	4664,1	16,1	54,5	93,3	85,4	98,3
Cuivre (401)	106,90	2,82	4662,0	10,0	53,5	93,2	83,8	98,2

TABLE 4.9 – Études des rapports de sensibilité β ($T_{contact} / T_{hors\ contact}$) et contraste γ des composantes 2f et 3f du thermocouple 1,3 μm de diamètre après une série de 50 contacts

2f que pour la composante 3f. Le même constat peut être établi pour le contraste thermique γ . Cependant, pour des conductivités thermiques supérieures à celle du tantale et au vu des écart-types, les tensions aux harmoniques 2f et 3f sont similaires. Ce constat implique par conséquent une conductance qui est équivalente pour chaque matériau.

Pour une même force d'appui, la surface de contact peut être différente d'un matériau à un autre car leurs propriétés mécaniques sont différentes. En outre, l'état de surface de chaque échantillon est différent, même après le polissage. Il est donc difficile d'étudier la conductivité thermique des matériaux dans le cas présent.

4.3/ CONCLUSION

Nous avons présenté dans ce chapitre une modélisation du thermocouple dans le but d'étudier sa sensibilité au contact d'une surface. Nous avons tout d'abord modélisé la sonde bifilaire par un modèle thermique simple, non couplé, en considérant la résistivité électrique indépendante de la température. Nous avons comparé le comportement ther-

mique d'une sonde composé de deux fils différents, le platine et le platine-rhodié, avec une sonde composée de deux fils identiques ayant les propriétés thermiques moyennes du platine et du platine-rhodié. Nous avons ensuite utilisé le modèle thermique du thermocouple en introduisant un couplage entre les harmoniques : dépendance de la résistivité électrique avec la température. Pour estimer la température réelle du capteur, nous avons montré qu'il est important de prendre en compte ce paramètre α puisqu'une erreur non négligeable (supérieure à 5%) entre les deux modèles apparaît déjà pour une température moyenne $2f$ de la sonde équivalente à $10\text{ }^{\circ}\text{C}$. Nous avons par ailleurs montré que le rapport au contact β était indépendant du modèle thermique utilisé et qu'il était possible de déterminer la conductivité thermique d'un échantillon en utilisant le modèle thermique le plus simple : le modèle monofilaire non couplé avec une sonde ayant les propriétés moyennes du platine et du platine-rhodié.

Nous avons ensuite pu démontrer les performances de notre microscope thermique dans la deuxième partie de ce chapitre. Nous avons ajouté un système associant un thermocouple et un diapason à quartz (capteur de force). Quatre sondes différentes, de $1,3$ et $5\text{ }\mu\text{m}$ de diamètre ont été étudiées. Nous avons tout d'abord validé notre modèle thermique en comparant les données théoriques avec les données expérimentales. Nous avons montré que certains paramètres, tels que la longueur et le rayon du fil, influençaient fortement la réponse thermique de ces capteurs.

Enfin, à travers des études topographiques et thermiques d'un échantillon, nous avons mis en évidence les effets liés à la forme et la dimension des sondes (convolution spatiale). Des comparaisons entre les composantes aux harmoniques $2f$ et $3f$ ont été réalisées. Nous avons constaté que le contraste thermique de la composante $2f$ était quatre fois supérieur à celui de la composante $3f$. Ces résultats justifient ainsi l'utilisation du thermocouple bifilaire pour la caractérisation thermophysique des matériaux. Nous avons ensuite étudié la réponse thermique de la sonde suite à un contact avec des matériaux de référence et avons montré qu'il était difficile de distinguer deux matériaux conducteurs entre eux. En effet, la réponse thermique d'un capteur en contact avec un échantillon dépend de la géométrie et du diamètre de la sonde, mais également de la maîtrise de la force sonde / échantillon. Nous avons montré que la sensibilité de la sonde dépendait de la demi-longueur L et de la conductance G . Ainsi, un capteur avec une géométrie spécifique pourra distinguer deux matériaux ayant des conductivités différentes que sur une certaine gamme de mesures.

CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Les nouveaux dispositifs dans le domaine des micro-technologies connaît depuis plus de trente ans des avancées remarquables. L'émergence de cette technologie a engendré le développement de nombreux systèmes d'instrumentation pour déterminer les caractéristiques thermiques, électriques ou encore magnétiques de ces dispositifs. Dans cette thématique très large, notre activité de recherche s'est orientée vers la caractérisation thermique d'échantillons micro-structurés.

Ce mémoire de thèse s'inscrit dans le développement d'un microscope thermique à sonde locale. Ce système d'imagerie présente deux modes de fonctionnement permettant de déterminer soit une température de surface (mode passif), soit des propriétés thermophysiques de matériaux (mode actif). Un micro-thermocouple bifilaire a été utilisé comme capteur thermique. Il est peu invasif et permet d'accéder à des températures de surface sur une large gamme de température. De plus, le microscope offre l'avantage d'être moins sensible à la nature optique des échantillons que les méthodes en champ lointain. Dans le but de maîtriser le contact entre la sonde et la surface, un résonateur à quartz (diapason) a été utilisé comme capteur de force. Un système d'excitation original basé sur l'effet photo-thermo-élastique a été mis au point dans le microscope en champ proche. Le microscope fonctionne donc comme un SThM puisqu'il permet d'extraire simultanément des images topographiques et thermiques (régime périodique 2 et 3 ω).

Ainsi, nous avons rappelé dans le premier chapitre les diverses technologies élaborées pour la mesure de température. Nous avons présenté tout d'abord les microscopes en champ lointain tels que la thermographie infra-rouge ou proche infra-rouge, la photoluminescence, la thermoréflectance, la spectroscopie Raman et la thermographie à cristaux liquides. Ces systèmes sont limités en termes de résolution spatiale, de gamme de température ou encore de dépendance à la nature optique de la surface. Des microscopes en champ proche, tels que la thermographie fluorescente ou encore la thermographie à champ proche optique, ont été par ailleurs développés dans le but d'améliorer les résolutions thermique et spatiale, notamment grâce au développement de sondes thermiques. Fabriqués au sein de l'institut FEMTO-ST, des thermocouples bifilaires ont été utilisés dans le cadre de ces travaux, offrant plusieurs avantages comparativement aux sondes thermoélectriques micro-fabriquées.

Dans un second chapitre, nous avons présenté le microscope thermique en champ proche développé au cours de ces travaux de thèse. Ce système, utilisant un micro-thermocouple bifilaire, était auparavant inexistant au laboratoire. Après avoir présenté le microscope et son principe de fonctionnement, nous avons abordé la problématique du

contact et notamment l'interaction pointe-surface. Un des problèmes actuels de la microscopie thermique à sonde locale réside dans l'absence d'une méthode fiable permettant de quantifier expérimentalement les erreurs de mesures de température de surface. Dans cette approche, nous avons quantifié, sur des micro-dispositifs chauffants, les erreurs de mesures propres aux thermocouples de diamètre 1,3 et 5 μm . Les résultats ont montré que la réponse thermique τ des capteurs était supérieure à 0,85 pour une sonde 5 μm et proche de 0,95 pour une sonde thermocouple de 1,3 μm . Cependant, la réponse thermique d'une sonde dépend de la nature de la surface mais également du contact établi entre la sonde et le dispositif. Dans le cas d'un échantillon inconnu ne donnant pas accès aux paramètres de corrections (τ par l'intermédiaire des températures de contact), il est donc rigoureusement impossible de mesurer précisément une température de surface par simple contact d'une sonde. La seule possibilité consiste à opérer en mode actif tout en contrôlant le flux de chaleur sonde-surface. La valeur de température de surface est déduite de celle de la sonde lorsque ce flux est nul. Nous avons enfin démontré les performances de notre microscope à sonde locale en réalisant des images thermiques en mode passif [70, 71].

Alors que le contrôle de la force ne soit pas nécessaire en mode passif pour la mesure de température, il s'avère indispensable en mode actif pour la caractérisation des propriétés thermiques des matériaux. En effet, lorsque la sonde thermocouple vient au contact d'une surface, la chaleur se diffuse dans le matériau. Cependant, cette diffusion dépend non seulement de la nature de la surface, mais aussi de son relief et surtout de la force d'appui qui modifie la surface de contact. Il est donc nécessaire de maîtriser cette force d'appui entre le capteur et la surface pour avoir une aire de contact similaire d'une mesure à l'autre.

Pour atteindre cet objectif, nous avons mis en œuvre un système piézoélectrique dans notre microscope en champ proche. Nous avons remplacé la sonde thermique par un capteur de force, ici un diapason à quartz associé à une pointe de tungstène. Nous avons excité le résonateur photo-thermiquement en utilisant un faisceau laser modulé à la fréquence de résonance du diapason (effet photo-thermo-élastique). Ce système original associant un diapason et l'excitation photo-thermique est utilisé pour la première fois dans un microscope en champ proche. Des premières études ont permis d'identifier les caractéristiques électriques du diapason, telles que la résistance de charge ou encore les capacités statique et parasite, afin d'optimiser les performances de ce résonateur. Des études expérimentales ont confirmé notre modèle électrique du diapason excité photo-thermiquement. Comparativement à une excitation électrique, il est possible de connecter le diapason via un câble coaxial, limitant fortement les parasites électriques. L'absence d'anti-résonance du système permet par ailleurs une détection pointe-surface sans ambiguïté sur la phase. L'excitation photo-thermique offre par ailleurs l'avantage d'avoir plus de souplesse dans sa mise en œuvre, ce qui n'est pas forcément le cas pour des excitations électrique et mécanique. Le facteur de qualité et la fréquence de résonance sont en effet indépendants de la position et de la focalisation du laser. Une étude mécanique a permis de comprendre l'influence d'un ajout de masse, telle qu'une pointe, sur le comportement du diapason. Le modèle comportant les trois masses (celles des deux bras et de l'embase) a permis de déterminer les paramètres mécaniques du diapason. Il est maintenant possible d'estimer l'importance de la masse de la base sur le comportement de l'amplitude de vibration des bras, du facteur de qualité mais également de la fréquence de résonance du système. Des études topographiques ont confirmé les performances de l'excitation photo-thermique du diapason utilisé en tant que capteur de force [87].

Dans le quatrième chapitre, ce principe a ensuite été appliqué en remplaçant la pointe de tungstène par des sondes thermiques (micro-fils résistifs et micro-thermocouples). L'association d'un diapason à quartz dans notre microscope en champ proche a en effet permis la maîtrise du contact. La modélisation thermique de la sonde thermorésistive a été abordée dans ce dernier chapitre. Dans un premier temps, nous avons développé un modèle thermique non couplé (résistivité électrique indépendant de la température) du thermocouple bifilaire pour montrer que la sensibilité au contact de la sonde ne dépendait pas de la résistance additionnelle de la jonction (R_j) et qu'elle était peu différente de la sensibilité extraite du modèle à fil unique. Les résultats ont montré que le thermocouple pouvait être modélisé comme une sonde ayant les propriétés moyennes des matériaux constituant le capteur, c'est-à-dire le platine et le platine-rhodié. Ils ont montré l'avantage que procure l'utilisation d'un thermocouple sur la sonde résistive. Le rapport au contact de la température de jonction est en effet meilleur que celui de la température moyenne de la sonde. Dans un second temps, un modèle thermique a été utilisé en prenant en compte la dépendance à la température de la résistivité électrique. Nous avons constaté que le couplage des harmoniques était primordial afin d'estimer au mieux la température réelle de la sonde. La sensibilité au contact β de la sonde est néanmoins indépendant du modèle thermique, ce qui nous permet d'utiliser le modèle le plus simple pour déterminer la conductivité thermique des matériaux (modèle monofilaire non couplé). Quatre capteurs, résistifs et thermocouples, de diamètre 1,3 et 5 μm , ont ensuite été réalisés et testés. Des études topographiques et thermiques ont pu mettre en avant les avantages du thermocouple 1,3 μm en termes de résolutions spatiales. Enfin, les derniers résultats ont montré que le contraste thermique de la composante 2f était quatre fois supérieur à celui de la composante 3f. Ces résultats justifient ainsi l'utilisation du thermocouple bifilaire pour la caractérisation thermophysique des matériaux. Cependant, nous avons constaté qu'il était difficile de caractériser les propriétés thermiques d'un matériau, notamment en termes de conductivité thermique. Les états de surface utilisés pour les études n'étaient pas maîtrisés, il serait donc préférable d'avoir des échantillons spécifiques pour ce genre d'étude à l'avenir.

Pour conclure, le microscope en champ proche développé au cours de ces travaux de thèse est complètement opérationnel et multifonction, puisqu'il permet d'obtenir simultanément des images topographiques et thermiques - composantes continue et/ou alternative (2f/3f) - en opérant soit en mode passif, soit en mode actif.

Ce travail de thèse offre de nombreuses perspectives. À partir du microscope thermique développé pour la caractérisation thermique de surface, la mise en œuvre d'un système fonctionnant sous un vide primaire est en cours de développement au laboratoire. Cet environnement de travail permettrait d'éliminer les effets convectifs en vue d'améliorer la résolution spatiale thermique. Le facteur de qualité serait par conséquent plus élevé ($> 25\,000$), ce qui permettrait de mieux maîtriser le contact.

Des progrès sont également à faire au niveau de la détection de contact, actuellement défini sur le signal de phase du diapason excité à fréquence fixe. L'étude du décalage en fréquence permettrait de mieux estimer la force appliquée sur l'échantillon. Il conviendrait par conséquent d'optimiser la détection de contact et d'analyser cette réponse en fréquence afin de garantir une surface de contact et un effort constant entre la sonde et les différentes surfaces à étudier. Par ailleurs, un système de déplacement en Z à haute résolution et de qualité métrologique permettrait d'étudier et de stabiliser plus précisément cette force d'appui capteur/échantillon.

Nous avons ensuite montré que la réponse thermique d'une sonde était propre au couple sonde/surface. Le mode actif à flux nul s'avère être la seule vraie alternative pour mesurer une température de surface sans la perturber. Si la température de la surface est identique à celle de la sonde alors il n'y aurait aucune perturbation observée sur le thermocouple lors du contact. Une solution serait alors d'ajuster la puissance d'alimentation de la sonde thermoélectrique en approche avec la surface à étudier. Par ailleurs, il est indispensable d'avoir des échantillons de meilleure qualité pour réaliser des mesures thermophysiques de matériaux nano-structurés. La participation au projet QUANTHEAT va donc permettre d'élargir les avancées de la microscopie en champ proche thermique (nouvelles sondes thermiques, nouveaux microscopes, ...). Le développement et la caractérisation de nouveaux dispositifs permettra d'avoir une base de comparaisons expérimentales avec d'autres laboratoires. En effet, l'utilisation d'échantillons calibrés va permettre l'obtention de mesures de températures quantitatives. Ces mesures feront ensuite l'objet de comparaisons entre les différents microscopes en champ proche utilisant des micro-thermocouples, des particules fluorescentes, des sondes commerciales ...

BIBLIOGRAPHIE

- 1 G. BINNIG et H. ROHRER : Scanning tunneling microscopy. *Surface Science*, **126**, 236–244 (1983).
- 2 G. BINNIG, C. F. QUATE et C. GERBER : Atomic force microscope. *Physical Review Letters*, **56**, 930 (1986).
- 3 C. C. WILLIAMS et H. K. WICKRAMASINGHE : Scanning thermal profiler. *Applied Physics Letters*, **49**, 1587–1589 (1986).
- 4 P. L. KOLODNER et J. A. TYSON : Microscopic fluorescent imaging of surface temperature profiles with 0.01 ° C resolution. *Applied Physics Letters*, **40**, 782–784 (1982).
- 5 M. KUBALL, J. M. HAYES, M. J. UREN, T. MARTIN, J. C. H. BIRBECK, R. S. BALMER et B. T. HUGHES : Measurement of temperature in active high-power AlGaIn/GaN HFETs using Raman spectroscopy. *Electron Device Letters, IEEE*, **23**, 7–9 (2002).
- 6 G. TESSIER, S. HOLE et D. FOURNIER : Quantitative thermal imaging by synchronous thermorefectance with optimized illumination wavelengths. *Applied Physics Letters*, **78**, 2267–2269 (2001).
- 7 D. TEYSSIEUX, L. THIERY et B. CRETIN : Near-infrared thermography using a charge-coupled device camera : Application to microsystems. *Review of Scientific Instruments*, **78**, 034902 (2007).
- 8 Laurent THIERY : *Application des microcapteurs thermoélectriques en métrologie opto-thermique et en microscopie photothermique*. Thèse de doctorat, Université de Franche-Comté, (1994).
- 9 L. THIERY, D. BRIAND, A. ODAYMAT et N. F. DE ROOIJ : Contribution of scanning probe temperature measurements to the thermal analysis of micro-hotplates. In *IEEE Computer Society*, pages 23–28, (2004).
- 10 M. KUBALL, S. RAJASINGAM, A. SARUA, M. J. UREN, T. MARTIN, B. T. HUGHES, K. P. HILTON et R. S. BALMER : Measurement of temperature distribution in multifinger AlGaIn/GaN heterostructure field-effect transistors using micro-Raman spectroscopy. *Applied Physics Letters*, **82**, 124–126 (2003).
- 11 C. HERZUM, C. BOIT, J. KÖLZER, J. OTTO et R. WEILAND : High resolution temperature mapping of microelectronic structures using quantitative fluorescence micro-thermography. *Microelectronics Journal*, **29**, 163–170 (1998).
- 12 A. CSENDES, V. SZEKELY et M. RENCZ : Thermal mapping with liquid crystal method. *Microelectronic Engineering*, **31**, 281–290 (1996).
- 13 L. AIGOUY, G. TESSIER, M. MORTIER et B. CHARLOT : Scanning thermal imaging of microelectronic circuits with a fluorescent nanoprobe. *Applied Physics Letters*, **87**, 184105 (2005).
- 14 D. W. POHL, W. DENK et M. LANZ : Optical stethoscopy : Image recording with resolution $\lambda/20$. *Applied Physics Letters*, **44**, 651–653 (1984).

- 15 R. B. DINWIDDIE, R. J. PYLKKI et P. E. WEST : Thermal conductivity contrast imaging with a scanning thermal microscope. *Thermal Conductivity*, **22**, 668–668 (1993).
- 16 R. J. PYLKKI, P. J. MOYER et P. E. WEST : Scanning near-field optical microscopy and scanning thermal microscopy. *Japanese Journal of Applied Physics*, **33**, 3785 (1994).
- 17 G. MILLS, H. ZHOU, A. MIDHA, L. DONALDSON et J. M. R. WEAVER : Scanning thermal microscopy using batch fabricated thermocouple probes. *Applied Physics Letters*, **72**, 2900–2902 (1998).
- 18 Y. ZHANG, Y. ZHANG, J. BLASER, T. S. SRIRAM, A. ENVER et R. B. MARCUS : A thermal microprobe fabricated with wafer-stage processing. *Review of Scientific Instruments*, **69**, 2081–2084 (1998).
- 19 L. SHI et A. MAJUMDAR : Thermal transport mechanisms at nanoscale point contacts. *Journal of Heat Transfer*, **124**, 329–337 (2002).
- 20 L. SHI, J. ZHOU, P. KIM, A. BACHTOLD, A. MAJUMDAR et P. L. MCEUEN : Thermal probing of energy dissipation in current-carrying carbon nanotubes. *Journal of Applied Physics*, **105**, 104306 (2009).
- 21 L. THIERY, C. BAINIER et M. SPAJER : New opto-thermal probes on near-field optical fibre tips. In *OPTO 2002 International Conference Proceedings*, pages 193–196, (2002).
- 22 T. R. ALBRECHT, P. GRÜTTER, D. HORNE et D. RUGAR : Frequency modulation detection using high-q cantilevers for enhanced force microscope sensitivity. *Journal of Applied Physics*, **69**, 668–673 (1991).
- 23 N. SASAKI et M. TSUKADA : Theory for the effect of the tip–surface interaction potential on atomic resolution in forced vibration system of noncontact afm. *Applied Surface Science*, **140**, 339–343 (1999).
- 24 Q. ZHONG, D. INNISS, K. KJOLLER et V. B. ELINGS : Fractured polymer/silica fiber surface studied by tapping mode atomic force microscopy. *Surface Science Letters*, **290**, L688–L692 (1993).
- 25 C. LE GRIMELLEC, E. LESNIEWSKA, M.-C. GIOCONDI, E. FINOT, V. VIÉ et J.-P. GOU-
DONNET : Imaging of the surface of living cells by low-force contact-mode atomic force microscopy. *Biophysical Journal*, **75**, 695–703 (1998).
- 26 R. GARCIA et A. SAN PAULO : Attractive and repulsive tip-sample interaction regimes in tapping-mode atomic force microscopy. *Physical Review B*, **60**, 4961 (1999).
- 27 J. TAMAYO et R. GARCIA : Deformation, contact time, and phase contrast in tapping mode scanning force microscopy. *Langmuir*, **12**, 4430–4435 (1996).
- 28 D. TEYSSIEUX, D. BRIAND, J. CHARNAY, N. F. de ROOIJ et B. CRETIN : Dynamic and static thermal study of micromachined heaters : the advantages of visible and near-infrared thermography compared to classical methods. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, **18**, 065005 (2008).
- 29 Damien TEYSSIEUX : *Microscopie thermique et thermoélastique par caméra : Application à des microdispositifs*. Thèse de doctorat, Université de Franche-Comté, (2007).

- 30 J. CHRISTOFFERSON et A. SHAKOURI : Thermoreflectance based thermal microscope. *Review of Scientific Instruments*, **76**, 024903–024903 (2005).
- 31 M. FARZANEH, K. MAIZE, D. LÜERSSEN, J. A. SUMMERS, P. M. MAYER, P. E. RAAD, K. P. PIPE, A. SHAKOURI, R. J. RAM et J. A. HUDGINGS : CCD-based thermoreflectance microscopy : principles and applications. *Journal of Physics D : Applied Physics*, **42**, 143001 (2009).
- 32 P. M. MAYER, D. LÜERSSEN, R. J. RAM et J. A. HUDGINGS : Theoretical and experimental investigation of the thermal resolution and dynamic range of CCD-based thermoreflectance imaging. *Journal of the Optical Society of America. A, Optics, Image Science, and Vision*, **24**, 1156–1163 (2007).
- 33 R. B. WILSON, B. A. APGAR, L. W. MARTIN et D. G. CAHILL : Thermoreflectance of metal transducers for optical pump-probe studies of thermal properties. *Optics Express*, **20**, 28829–28838 (2012).
- 34 C. WEI, X. ZHENG, D. G. CAHILL et J.-C. ZHAO : Invited article : Micron resolution spatially resolved measurement of heat capacity using dual-frequency time-domain thermoreflectance. *Review of Scientific Instruments*, **84**, 071301 (2013).
- 35 S. DILHAIRE, W. CLAEYS, J.-M. RAMPNOUX et C. ROSSIGNOL : Optical heterodyne sampling device having probe and pump beams, (2010). US Patent 7,728,317.
- 36 G. DODANE, S. EUPHRASIE, D. TEYSSIEUX, S. SALMAN, P. VAIRAC, H. BAIDA, J.M. RAMPNOUX, S. DILHAIRE, F. BERTIN, A. CHABLI et P. RIGAIL : Femtosecond heterodyne pump probe platform. *In European Frequency and Time Forum*, (2014).
- 37 M. MALYJ et J. E. GRIFFITHS : Stokes/Anti-stokes Raman vibrational temperatures : reference materials, standard lamps, and spectrophotometric calibrations. *Applied Spectroscopy*, **37**, 315–333 (1983).
- 38 A. SOUDI, R. D. DAWSON et Y. GU : Quantitative heat dissipation characteristics in current-carrying gan nanowires probed by combining scanning thermal microscopy and spatially resolved raman spectroscopy. *ACS Nano*, **5**, 255–262 (2010).
- 39 A. EWINGER, G. RINKE, A. URBAN et S. KERSCHBAUM : In situ measurement of the temperature of water in microchannels using laser Raman spectroscopy. *Chemical Engineering Journal*, **223**, 129–134 (2013).
- 40 P. KOLODNER et J. A. TYSON : Remote thermal imaging with 0.7 μm spatial resolution using temperature-dependent fluorescent thin films. *Applied Physics Letters*, **42**, 117–119 (1983).
- 41 C. E. STEPHENS et F. N. SINNADURAI : A surface temperature limit detector using nematic liquid crystals with an application to microcircuits. *Journal of Physics E : Scientific Instruments*, **7**, 641 (1974).
- 42 M. GAUTHERIE : Application des cristaux liquides cholestériques à la thermographie cutanée. *Le Journal de Physique Colloques*, **30**, 122–126 (1969).
- 43 J. STASIEK, A. STASIEK, M. JEWARTOWSKI et M. W. COLLINS : Liquid crystal thermography and true-colour digital image processing. *Optics & Laser Technology*, **38**, 243–256 (2006).
- 44 E. SAIDI, B. SAMSON, L. AIGOUY, S. VOLZ, P. LÖW, C. BERGAUD et M. MORTIER : Scanning thermal imaging by near-field fluorescence spectroscopy. *Nanotechnology*, **20**, 115703 (2009).

- 45 I. W. RANGELOW, T. GOTSZALK, P. GRABIEC, K. EDINGER et N. ABEDINOV : Thermal nano-probe. *Microelectronic Engineering*, **57**, 737–748 (2001).
- 46 G. MILLS, J. M. R. WEAVER, G. HARRIS, W. CHEN, J. CARREJO, L. JOHNSON et B. ROGERS : Detection of subsurface voids using scanning thermal microscopy. *Ultramicroscopy*, **80**, 7–11 (1999).
- 47 G. WIELGOSZEWSKI, P. SULECKI, T. GOTSZALK, P. JANUS, D. SZMIGIEL, P. GRABIEC et E. ZSCHECH : Microfabricated resistive high-sensitivity nanoprobe for scanning thermal microscopy. *Journal of Vacuum Science & Technology B*, **28**, C6N7–C6N11 (2010).
- 48 A. MAJUMDAR, J. P. CARREJO et J. LAI : Thermal imaging using the atomic force microscope. *Applied Physics Letters*, **62**, 2501–2503 (1993).
- 49 G. FISH, O. BOUEVITCH, S. KOKOTOV, K. LIEBERMAN, D. PALANKER, I. TUROVETS et A. LEWIS : Ultrafast response micropipette-based submicrometer thermocouple. *Review of Scientific Instruments*, **66**, 3300–3306 (1995).
- 50 Y. SUZUKI : Novel microcantilever for scanning thermal imaging microscopy. *Japanese Journal of Applied Physics*, **35**, L352 (1996).
- 51 K. E. GOODSON et M. ASHEGHI : Near-field optical thermometry. *Microscale Thermophysical Engineering*, **1**, 225–235 (1997).
- 52 Benjamin SAMSON : *Imagerie thermique par microscopie en champ proche à sonde fluorescente*. Thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie-Paris VI, (2009).
- 53 L. AIGOUY, G. TESSIER, M. MORTIER et B. CHARLOT : A scanning fluorescent probe for local temperature imaging of microelectronic circuits. In *THERMINIC 2005*, pages 220–223. TIMA Editions, (2005).
- 54 G. W. WALKER, V. C. SUNDAR, C. M. RUDZINSKI, A. W. WUN, M. G. BAWENDI et D. G. NOCERA : Quantum-dot optical temperature probes. *Applied Physics Letters*, **83**, 3555–3557 (2003).
- 55 H. F. ARATA, P. LÖW, K. ISHIZUKA, C. BERGAUD, B. KIM, H. NOJI et H. FUJITA : Temperature distribution measurement on microfabricated thermodevice for single biomolecular observation using fluorescent dye. *Sensors and Actuators B : Chemical*, **117**, 339–345 (2006).
- 56 B. SAMSON, L. AIGOUY, R. LATEMPA, G. TESSIER, M. APRILI, M. MORTIER, J. LESUEUR et D. FOURNIER : Scanning thermal imaging of an electrically excited aluminum microstripe. *Journal of Applied Physics*, **102**, 024305 (2007).
- 57 Y. SUZUKI et S. HARA : Micromechanical sensor for scanning thermal imaging microscope and method of making the same, (2001). US Patent 6,215,137.
- 58 David Michael ROWE : *Thermoelectrics handbook : macro to nano*. CRC press, (2005).
- 59 Maurice GERL et Jean-Paul ISSI : *Physique des matériaux*, volume 8. PPUR presses polytechniques, (1997).
- 60 G. BONNIER et E. DEVIN : Couples thermoélectriques : Caractéristiques et mesure de température. *Techniques de l'ingénieur. Mesures et contrôle*, pages 1–20 (1997).
- 61 L. THIERY : Microsondes thermoélectriques. *Techniques de l'ingénieur. Mesures et contrôle*, pages 1–24 (2006).

- 62 L. THIERY, Y. BAILLY, F. LANZETTA, H. GUALOUS et E. GAVIGNET : Évolution des techniques de micromesures thermiques au travers de quelques applications. *Revue Générale de Thermique*, **37**, 60–73 (1998).
- 63 G. HOSTACHE, P. PRENEL et R. PORCAR : Couples thermoélectriques à définition spatio-temporelle fine. Réalisation. Réponse impulsionnelle de microjonctions cylindriques. *Revue Générale de Thermique*, **25**, 539–543 (1986).
- 64 R. A. SECCO et R. F. TUCKER : Thermocouple butt-welding device. *Review of Scientific Instruments*, **63**, 5485–5486 (1992).
- 65 L. SHI, O. KWON, C. C. MINER et A. MAJUMDAR : Design and batch fabrication of probes for sub-100 nm scanning thermal microscopy. *Journal of Microelectromechanical Systems*, **10**, 370–378 (2001).
- 66 L. SHI : Review of Mesoscopic Thermal Transport Measurements. In *Nano Thermal-Fluids Tutorial, 2001 ASME Int. Mechanical Eng. Congress & Exposition*, NY, (2001).
- 67 Li SHI : *Mesoscopic thermophysical measurements of microstructures and carbon nanotubes*. Thèse de doctorat, University of California, Berkeley, (2001).
- 68 L. THIERY, S. TOULLIER, D. TEYSSIEUX et D. BRIAND : Thermal contact calibration between a thermocouple probe and a microhotplate. *Journal of Heat Transfer*, **130**, 091601 (2008).
- 69 L. THIERY, D. TEYSSIEUX, A. BONTEMPI, D. BRIAND et P. VAIRAC : Passive Thermal Contact Calibration of Thermoelectric Micro-sensors. In *Phonons & Fluctuations3 workshop*, (2012).
- 70 A. BONTEMPI, L. THIERY, D. TEYSSIEUX, D. BRIAND et P. VAIRAC : Quantitative thermal microscopy using thermoelectric probe in passive mode. *Review of Scientific Instruments*, **84**, 103703 (2013).
- 71 A. BONTEMPI, L. THIERY, D. TEYSSIEUX, D. BRIAND et P. VAIRAC : DC and AC scanning thermal microscopy using micro-thermoelectric probe. *High Temperatures- High Pressures*, **43**, 321–332 (2014).
- 72 L. THIERY, E. GAVIGNET et B. CRETIN : Two omega method for active thermocouple microscopy. *Review of Scientific Instruments*, **80**, 034901 (2009).
- 73 Frank P. INCROPERA : *Fundamentals of Heat and Mass Transfer*. John Wiley & Sons, (2011).
- 74 X. ZHANG et C. P. GRIGOROPOULOS : Thermal conductivity and diffusivity of free-standing silicon nitride thin films. *Review of Scientific Instruments*, **66**, 1115–1120 (1995).
- 75 J. CHUNG, K. KIM, G. HWANG, O. KWON, S. JUNG, J. LEE, J. W. LEE et G. T. KIM : Quantitative temperature measurement of an electrically heated carbon nanotube using the null-point method. *Review of Scientific Instruments*, **81**, 114901 (2010).
- 76 F. MENGES, H. RIEL, A. STEMMER et B. GOTSMANN : Quantitative thermometry of nanoscale hot spots. *Nano Letters*, **12**, 596–601 (2012).
- 77 K. KARRAI et R. D. GROBER : Piezoelectric tip-sample distance control for near field optical microscopes. *Applied Physics Letters*, **66**, 1842–1844 (1995).
- 78 P. G. GUCCIARDI, G. BACHELIER, A. MLAYAH et M. ALLEGRIANI : Interferometric measurement of the tip oscillation amplitude in apertureless near-field optical microscopy. *Review of Scientific Instruments*, **76**, 036105 (2005).

- 79 T. AKIYAMA, N. F. de ROOIJ, U. STAUFER, M. DETTERBECK, D. BRAENDLIN, S. WALDMEIER et M. SCHEIDIGER : Implementation and characterization of a quartz tuning fork based probe consisted of discrete resonators for dynamic mode atomic force microscopy. *Review of Scientific Instruments*, **81**, 063706 (2010).
- 80 D. BAYAT, T. AKIYAMA, N. F. de ROOIJ et U. STAUFER : Dynamic behavior of the tuning fork AFM probe. *Microelectronic Engineering*, **85**, 1018–1021 (2008).
- 81 A. D. MAZZEO, A. J. STEIN, D. L. TRUMPER et R. J. HOCKEN : Atomic force microscope for accurate dimensional metrology. *Precision Engineering*, **33**, 135–149 (2009).
- 82 E. WUTSCHER et F. J. GIESSIBL : Atomic force microscopy at ambient and liquid conditions with stiff sensors and small amplitudes. *Review of Scientific Instruments*, **82**, 093703 (2011).
- 83 K. WASZCZUK, G. GULA, M. SWIATKOWSKI, J. OLSZEWSKI, W. HERWICH, Z. DRULIS-KAWA, J. GUTOWICZ et T. GOTSZALK : Evaluation of pseudomonas aeruginosa biofilm formation using piezoelectric tuning fork mass sensors. *Sensors and Actuators B : Chemical*, **170**, 7–12 (2012).
- 84 J. ZHANG et S. O'SHEA : Tuning forks as micromechanical mass sensitive sensors for bio-or liquid detection. *Sensors and Actuators B : Chemical*, **94**, 65–72 (2003).
- 85 W. A. ATIA et C. C. DAVIS : A phase-locked shear-force microscope for distance regulation in near-field optical microscopy. *Applied Physics Letters*, **70**, 405–407 (1997).
- 86 H. EDWARDS, L. TAYLOR, W. DUNCAN et A. J. MELMED : Fast, high-resolution atomic force microscopy using a quartz tuning fork as actuator and sensor. *Journal of Applied Physics*, **82**, 980–984 (1997).
- 87 A. BONTEMPI, D. TEYSSIEUX, J.-M. FRIEDT, L. THIERY, D. HERMELIN et P. VAI- RAC : Photo-thermal quartz tuning fork excitation for dynamic mode atomic force microscope. *Applied Physics Letters*, **105**, 154104 (2014).
- 88 Jörg RYCHEN : *Combined low-temperature scanning probe microscopy and magneto-transport experiments for the local investigation of mesoscopic systems*. Thèse de doctorat, Naturwissenschaften ETH Zürich, Nr. 14119, 2001, (2001).
- 89 J.-M. FRIEDT et E. CARRY : Introduction to the quartz tuning fork. *American Journal of Physics*, **75**, 415–422 (2007).
- 90 R. D. GROBER, J. ACIMOVIC, J. SCHUCK, D. HESSMAN, P. J. KINDLEMANN, J. HESPANHA, A. S. MORSE, K. KARRAI, I. TIEMANN et S. MANUS : Fundamental limits to force detection using quartz tuning forks. *Review of Scientific Instruments*, **71**, 2776–2780 (2000).
- 91 K. KARRAI : Lecture notes on shear and friction force detection with quartz tuning forks. *Notes de cours, Ecole thématique du CNRS, La Londe les Maures* (2000).
- 92 B. P. NG, Y. ZHANG, S. W. KOK et Y. C. SOH : Improve performance of scanning probe microscopy by balancing tuning fork prongs. *Ultramicroscopy*, **109**, 291–295 (2009).
- 93 L. GONZÁLEZ, J. OTERO, G. CABEZAS et M. PUIG-VIDAL : Electronic driver with amplitude and quality factor control to adjust the response of quartz tuning fork sensors in atomic force microscopy applications. *Sensors and Actuators A : Physical*, **184**, 112–118 (2012).

- 94 David STUART-WATSON : *A simple force feedback accelerometer based on a tuning fork displacement sensor*. Thèse de doctorat, University of Cape Town, South Africa, (2006).
- 95 J. ZHAO, T. GUO, L. MA, X. FU et X. HU : Metrological atomic force microscope with self-sensing measuring head. *Sensors and Actuators A : Physical*, **167**, 267–272 (2011).
- 96 Y. QIN et R. REIFENBERGER : Calibrating a tuning fork for use as a scanning probe microscope force sensor. *Review of Scientific Instruments*, **78**, 063704 (2007).
- 97 J. JAHNG, M. LEE, H. NOH, Y. SEO et W. JHE : Active Q control in tuning-fork-based atomic force microscopy. *Applied Physics Letters*, **91**, 023103–023103 (2007).
- 98 F. J. GIESSBL : High-speed force sensor for force microscopy and profilometry utilizing a quartz tuning fork. *Applied Physics Letters*, **73**, 3956–3958 (1998).
- 99 J. BERGER, M. ŠVEC, M. MÜLLER, M. LEDINSKY, A. FEJFAR, P. JELÍNEK et Z. MAJZIK : Characterization of the mechanical properties of qPlus sensors. *Beilstein Journal of Nanotechnology*, **4**, 1–9 (2013).
- 100 K. KAPOOR, V. KANAWADE, V. SHUKLA et S. PATIL : A new tuning fork-based instrument for oscillatory shear rheology of nano-confined liquids. *Review of Scientific Instruments*, **84**, 025101 (2013).
- 101 A. CASTELLANOS-GOMEZ, N. AGRAÏT et G. RUBIO-BOLLINGER : Force-gradient-induced mechanical dissipation of quartz tuning fork force sensors used in atomic force microscopy. *Ultramicroscopy*, **111**, 186–190 (2011).
- 102 J. HAYTON, J. POLESEL-MARIS, R. DEMADRILLE, M. BRUN, F. THOYER, C. LUBIN, J. COUSTY et B. GRÉVIN : Atomic force microscopy imaging using a tip-on-chip : Opening the door to integrated near field nanotools. *Review of Scientific Instruments*, **81**, 093707 (2010).
- 103 S. ROUNDY et P. K. WRIGHT : A piezoelectric vibration based generator for wireless electronics. *Smart Materials and Structures*, **13**, 1131–1142 (2004).
- 104 P. SANDOZ, J.-M. FRIEDT et E. CARRY : Vibration amplitude of a tip-loaded quartz tuning fork during shear force microscopy scanning. *Review of Scientific Instruments*, **79**, 086102 (2008).
- 105 K. KARRAÏ et R. D. GROBER : Piezo-electric tuning fork tip-sample distance control for near field optical microscopes. *Ultramicroscopy*, **61**, 197–205 (1995).
- 106 M. SPAJER, B. CAVALLIER, S. EUPHRASIE, G. MATTEN, X. VACHERET, P. VAIRAC, D. VERNIER et A. JALLOCHA : Thermoelastic investigation of a quartz tuning fork used in infrared spectroscopy. *Applied Physics Letters*, **103**, 201111 (2013).
- 107 C. W. VAN NESTE, L. R. SENESAC et T. THUNDAT : Standoff photoacoustic spectroscopy. *Applied Physics Letters*, **92**, 234102 (2008).
- 108 J. C. ACOSTA, G. HWANG, J. POLESEL-MARIS et S. RÉGNIER : A tuning fork based wide range mechanical characterization tool with nanorobotic manipulators inside a scanning electron microscope. *Review of Scientific Instruments*, **82**, 035116(2011).
- 109 R. H. M. SMIT, R. GRANDE, B. LASANTA, J. J. RIQUELME, G. RUBIO-BOLLINGER et N. AGRAÏT : A low temperature scanning tunneling microscope for electronic and force spectroscopy. *Review of Scientific Instruments*, **78**, 113705 (2007).
- 110 D. COURJON et C. BAINIER : *Le champ proche optique. : Théorie et applications*. Springer Science & Business Media, (2001).

- 111 J. G. KNUDSEN et D. L. KATZ : *Fluid Dynamics and Heat Transfer*. McGraw-Hill Book Company, (1958).
- 112 C. L. TIEN et G. CHEN : Challenges in microscale conductive and radiative heat transfer. *Journal of Heat Transfer*, **116**, 799–807 (1994).
- 113 H. H. ROH, J. S. LEE, D. L. KIM, J. PARK, K. KIM, O. KWON, S. H. PARK, Y. K. CHOI et A. MAJUMDAR : Novel nanoscale thermal property imaging technique : the 2ω method. i. principle and the 2ω signal measurement. *Journal of Vacuum Science & Technology B*, **24**, 2398–2404 (2006).
- 114 Pierre-Olivier CHAPUIS : *Contribution à l'étude des transferts thermiques à l'échelle nanométrique : interaction pointe-surface*. Thèse de doctorat, École Centrale Paris, (2007).
- 115 S. GOMÈS et S. LEFÈVRE : Scanning thermal microscopy (STHM) : Advances of the technique for the characterization of the thermo-physical properties of solid materials. In J.L. Bubendorff et F.H. LEI, éditeur : *Advanced Techniques and Applications on Scanning Probe Microscopy*, pages 157–195. Research Signpost, (2008).
- 116 M. CHIRTOC, L. THIERY, J. F. HENRY, J. S. ANTONIOW, B. CRETIN et J. BODZENTA : Comparison of Microthermocouple, Resistive Wire and Nanofabricated Thermal Probes for Scanning Thermal Microscopy in Active Mode. In *Eurotherm Seminar 91, Microscale Heat Transfer III, Poitiers, France*, (2011).
- 117 Stéphane LEFÈVRE : *Modélisation et élaboration des métrologies de microscopie thermique à sonde locale résistive*. Thèse de doctorat, Université de Poitiers, (2004).
- 118 M. CHIRTOC et J. F. HENRY : 3 hot wire method for micro-heat transfer measurements : From anemometry to scanning thermal microscopy (SThM). *The European Physical Journal-Special Topics*, **153**, 343–348 (2008).
- 119 S. LEFEVRE, 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**, 2418–2423 (2003).
- 120 M. CHIRTOC, J. GIBKES, R. WERNHARDT, J. PELZL et A. WIECK : Temperature-dependent quantitative 3ω scanning thermal microscopy : Local thermal conductivity changes in niti microstructures induced by martensite-austenite phase transition. *Review of Scientific Instruments*, **79**, 093703–093703 (2008).
- 121 M. CHIRTOC, X. FILIP, J. F. HENRY, J. S. ANTONIOW, I. CHIRTOC, D. DIETZEL, R. MECKENSTOCK et J. PELZL : Thermal probe self-calibration in ac scanning thermal microscopy. *Superlattices and Microstructures*, **35**, 305–314 (2004).

TABLE DES FIGURES

1.Principe du STM à courant constant	5
2.Évolution de la force en fonction de la distance pointe-surface	5
3.Exemple de pointes utilisées en AFM ¹	6
4.Principe de fonctionnement de l'AFM	6
5.Schéma de principe de la thermoréfectance "hétérodyne" d'après [36]	9
6.Schéma de principe de la photoluminescence	10
7.Sonde thermoélectrique d'un SThM d'après [3] 1.8	12
Particules fluorescentes	13
9. Schéma de principe de la thermographie en fluorescence	13
10. Schéma de principe d'une sonde Wollaston	14
11. Photographies de la sonde résistive de Rangelow <i>et al.</i> [45]	15
12. Schéma de la sonde thermorésistive développée par Mills <i>et al.</i> [46]	15
13. Sonde résistive de Wielgoszewski <i>et al.</i> [47]	16
14. Thermocouple de type K d'après Majumdar <i>et al.</i> [48]	16
15. Sondes thermocouples de type S fabriquées par Thiery	17
16. Schéma de la sonde thermocouple développée par Fish <i>et al.</i> [49]	17
17. Sonde thermocouple développée par Zhang : procédé de fabrication [18]	18
18. Sonde thermocouple développée par Mills [17]	19
19. Sonde thermocouple développée par l'équipe de Majumdar [19, 20]	19
20. Sonde thermocouple sur fibre optique [21]	20
2.1 Effet Peltier	24
2.2 Effet Thomson	25
3. Schéma de principe de l'effet Seebeck	25
4. Courbes d'étalonnage des thermocouples standards (source : NIST). Les différentes lettres correspondent aux types de thermocouples présentés dans le tableau 2.2 ci-après.	27
5.Principe d'étalonnage d'un thermocouple 2.6 Schéma d'un thermocouple	29
2.7 Principe de décharge capacitive pour la réalisation de thermocouples	30

8.	Thermocouple de type S, 5 μm de diamètre, dans son support céramique .	31
9.	Présentation de la partie expérimentale	31
10.	Schéma de principe du microscope thermique en mode passif	33
11.	Représentation des modes de transfert thermique entre une sonde et un échantillon	33
12.	Étalonnage du contact réalisé par Shi	34
13.	Mesure de la réponse thermique Φ sur un substrat massif	35
14.	Contact d'un micro-thermocouple et représentation des résistances thermiques	36
15.	Dispositif utilisé pour étudier la réponse thermique des micro-thermocouples	37
16.	Cartographie thermique du conducteur de platine (largeur : 50 μm) avec un thermocouple de diamètre 5 μm	38
17.	Effet de refroidissement de la zone de contact, $T_s - T_m$, capteur 5 μm . . .	39
18.	Effet de refroidissement de la zone de contact, $T_s - T_m$, capteur 1,3 μm . .	40
	Micro-plaque chauffante	41
20.	Comparaison de la réponse en fréquence de la micro-plaque chauffante et de la sonde thermocouple 1,3 μm	42
21.	Images des températures AC et DC de la micro-plaque chauffante alimentée avec un courant AC à la fréquence $f = 272 \text{ Hz}$	43
22.	Images des températures AC et DC de la micro-plaque chauffante alimentée avec un courant AC pour des fréquences de 10 et 80 Hz (carré de 560 μm de côté par pas de 4 μm)	44
23.	Images des températures AC et DC de la micro-plaque chauffante alimentée avec un courant AC pour des fréquences de 270, 560 et 850 Hz (carré de 560 μm de côté par pas de 4 μm)	45
24.	Coupe de l'échantillon utilisé pour la détermination de la diffusivité de la membrane (schéma non à l'échelle)	46
25.	Profil de température de la membrane	48
26.	Comportement de la température DC en fonction de la distance sonde / échantillon	49
27.	Diverses solutions pour la détection de contact	50
1.	Diapasons commercialisés par Farnell	54
2.	Photographie du diapason sans capsule	54
3.	Les deux principaux modes d'excitation du diapason	55
4.	Schéma électrique utilisé pour un diapason excité électriquement	56
5.	Réponse électrique du diapason excité électriquement	56
6.	Équivalent électrique du diapason : circuit de Butterworth-Van Dyke	56

7.	Schéma électrique utilisé pour un diapason excité électriquement	57
8.	Diapason collé sur un système piézoélectrique pour une excitation mécanique [98]	57
9.	Les effets de l'excitation photo-thermique sur le diapason	58
10.	Équivalent électrique du diapason excité avec une excitation photo-thermique	59
11.	Schéma électrique utilisé pour déterminer les paramètres du diapason . . .	59
12.	Mesure du module de l'admittance normalisé en fonction de la fréquence angulaire pour la détermination des fréquences de résonance en série et en parallèle	60
13.	Module de l'admittance en fonction de la fréquence angulaire pour la détermination de C_1	61
14.	Schéma expérimental utilisé pour la validation du modèle	62
15.	Diagramme de Bode expérimental et théorique du diapason excité photo-thermiquement	62
16.	Modèle théorique de l'amplitude normalisée du diapason, excité à sa fréquence de résonance, en fonction de R_0 et C_0	63
17.	Modèle théorique de la fréquence de résonance du diapason en fonction de R_0 et C_0	63
18.	Modèle théorique du facteur de qualité du diapason, excité à sa fréquence de résonance, en fonction de R_0 et C_0	64
19.	Réponse en fréquence du diapason, représentation des variables pour le calcul du facteur de qualité	65
20.	Comparaison du modèle théorique avec les données expérimentales du facteur de qualité du diapason en fonction de R_0	65
21.	Comparaison du modèle théorique avec les données expérimentales de la fréquence de résonance du diapason en fonction de R_0	66
22.	Représentation des zones où les contraintes mécaniques sont les plus importantes	66
23.	Représentation des différents emplacements pour l'étude de la réponse du diapason en fonction de la position du laser	67
24.	Réponse en fréquence du diapason suivant les points de la figure 3.23. Étude de la tension du signal du diapason.	67
25.	Représentation de schéma mécanique équivalent du diapason	69
26.	Schéma expérimental utilisé pour la validation du modèle	71
27.	Courbes expérimentales du diapason excité photo-thermiquement, amplitude ((a), (b) et (c)) et phase ((d), (e) et (f))	72
28.	Représentation du schéma mécanique équivalent du diapason en considérant que la masse de la base est négligeable	72

29.	Courbes de l'amplitude de vibration du diapason : comparaison entre les modèles analytique et numérique du système d'équations différentielles couplées du second ordre et superposition avec la courbe expérimentale précédente (figure 3.27)	74
30.	Courbes de phase de la vibration du diapason : comparaison entre les modèles analytique et numérique du système d'équations différentielles couplées du second ordre et superposition avec la courbe expérimentale précédente (figure 3.27)	74
31.	Représentation de schéma mécanique équivalent du diapason	75
32.	Courbes de l'amplitude de vibration du diapason : comparaison entre les modèles numériques 2 et 3 masses	75
33.	Courbes de phase de la vibration du diapason : comparaison entre les modèles numériques "2 masses" et "3 masses"	76
34.	Amplitude de vibration des bras du diapason : comparaison entre les modèles numériques "2 masses" et "3 masses" pour $\gamma_0 = 200.10^{-2} \text{ kg/s}$	76
35.	Amplitude de vibration de la base du diapason pour $\gamma_0 = 200.10^{-2} \text{ kg/s}$	77
36.	Facteur de qualité des bras du diapason : comparaison entre les modèles numériques "2 masses" et "3 masses" pour $\gamma_0 = 200.10^{-2} \text{ kg/s}$	77
37.	Schéma de principe de l'excitation photo-thermique	79
38.	Principe de la détection de contact fondé sur le signal de phase du diapason	79
39.	Positionnement des faisceaux lasers pour la calibration de l'amplitude de vibration des bras à l'aide d'un interféromètre hétérodyne	80
40.	Courbe de calibration de l'amplitude du diapason en fonction de la tension à ses bornes	81
41.	Photographies du diapason et d'une pointe de tungstène	82
42.	(a) Image du T et (b) sa topographie obtenue avec notre microscope	82
43.	Topographie du T obtenue avec (a) un AFM classique, (b) notre microscope et (c) son profil en Z (comparaison du profil des deux microscopes)	83
44.	Image de la pointe de tungstène après l'étude topographique	83
1.	Schéma de principe du thermocouple utilisé pour le modèle théorique	86
2.	Photographie MEB de la jonction d'un thermocouple $5 \mu\text{m}$	88
3.	Transformée de Fourier de la variation de température de jonction d'un fil résistif pour différents courants d'alimentation	91
4.	Erreur entre les courbes de température moyenne $2f$ pour lesquelles $\alpha = 0$ et $\alpha \neq 0$. Études des sondes $1,3$ et $5 \mu\text{m}$ pour différents coefficients d'échange thermique h	92
5.	Profil de température d'un thermocouple avec les propriétés thermiques du platine, du platine-rhodié et de la moyenne des deux matériaux.	93
6.	Profil de température des deux thermocouples (fils identiques = et différents *) en fonction de la résistance de jonction	94

7.	Profil de température des deux thermocouples au contact du cuivre (traits continus, sans contact - traits en pointillés, en contact)	95
8.	Profil de température des thermocouples 1,3 μm et 5 μm au contact du cuivre en fonction de leur résistance de jonction (traits continus, fil ayant les propriétés moyennes du platine et du platine-rhodié (=) - traits en pointillés, fils de platine et de platine-rhodié (*)). Utilisation des modèles bifilaire et monofilaire non couplés.	96
9.	Écart entre les deux modèles monofilaire et bifilaire (fils = et *) sur le rapport au contact β de la température de jonction et de la température moyenne de la sonde en fonction de la demi-longueur L et de la conductance G pour un thermocouple de 1,3 μm de diamètre.	97
10.	Écart entre les deux modèles monofilaire et bifilaire (fils = et *) sur le rapport au contact β de la température de jonction et de la température moyenne de la sonde en fonction de la demi-longueur L et de la conductance G pour un thermocouple de 5 μm de diamètre.	98
11.	Écart entre les deux modèles couplé et non couplé sur le rapport au contact β de la température de jonction et de la température moyenne de la sonde en fonction de la demi-longueur L et de la conductance G pour un thermocouple de 1,3 μm de diamètre.	100
12.	Écart entre les deux modèles couplé et non couplé sur le rapport au contact β de la température de jonction et de la température moyenne de la sonde en fonction de la demi-longueur L et de la conductance G pour un thermocouple de 5 μm de diamètre.	101
13.	Réponse électrique des quatre sondes thermoélectriques en fonction de la fréquence d'alimentation du circuit. Étude de la composante 3f (FC = Fréquence de Coupure).	103
14.	Comparaison des courbes théoriques et expérimentales des sondes résistives. Étude de la composante 3f.	104
15.	Comparaison des courbes théoriques et expérimentales des sondes thermocouples. Étude de la composante 3f.	105
16.	Comparaison des courbes théoriques et expérimentales des sondes thermocouples. Étude de la composante 2f.	107
17.	Échantillon étudié pour la comparaison des quatre sondes. Visualisation de l'orientation de la sonde.	108
18.	Photographies des quatre sondes	109
19.	Module du signal piézoélectrique du diapason, échelle de couleur logarithmique [106]	109
20.	Photographies d'une sonde résistive de 5 μm positionnée sur un diapason	110
21.	Photographies d'une sonde thermocouple retouchée au FIB	110
22.	Photographies de jonctions de thermocouples	111
23.	Topographies du S obtenues avec les quatre sondes thermoélectriques, 21 x 21 μm^2 par pas de 300 nm	112

24.	Profils de topographie de la lettre S	113
25.	Réponses thermiques de l'amplitude 3f, images de dimensions 21 x 21 μm^2 par pas de 300 nm	114
26.	Profils de température de la lettre S. Les sondes sont positionnées per- pendiculairement par rapport à la largeur de la lettre.	115
27.	Réponses thermiques de la phase 3f, images de dimensions 21 x 21 μm^2 par pas de 300 nm	116
28.	Profil de la phase de la température de la lettre S	117
29.	Comparaison des composantes 2f et 3f, pour deux températures moyennes différentes de la sonde	118
1	Équivalent électrique du diapason excité photo-thermiquement	145
2	Représentation mécanique d'un bras du diapason	159

LISTE DES TABLES

1.	Pouvoir thermoélectrique absolu des matériaux σ (en $\mu\text{V.K}^{-1}$) à 0 °C [61]	26
2.	Caractéristiques des thermocouples standards (source : NIST)	28
3.	Coefficients de conversion pour un thermocouple de type S	29
4.	Étude des réponses thermiques et du rapport Φ pour différentes largeurs de pistes [66, 67]. Comparaison avec des thermocouples TC de 5 μm et 1,3 μm . Le support utilisé est ici un fil de platine de 70 μm de diamètre [69, 68]	35
5.	Résultats de l'étalonnage des sondes thermocouples 5 μm et 1,3 μm	41
3.1	Fréquence de résonance f_R et facteur de qualité Q des différentes positions d'excitation du laser sur le diapason	68
1.	Paramètres physiques du platine et du platine-rhodié	93
2.	Écart de température (moyenne et de jonction) entre les deux modèles de thermocouple. Étude des sondes 1,3 et 5 μm pour différentes résistances de jonction.	94
3.	Présentation des différents modèles thermiques utilisés pour la comparaison de la réponse thermique de la sonde suite à un contact	95
4.	Rapport au contact β des sondes composées de matériaux identiques (=) et différents (*) sur une surface de cuivre. Étude des sensibilités au contact de la température de jonction (β_j) et de la température moyenne du fil (β_{moy}) pour des diamètres de capteur de 1,3 μm ($L = 100 \mu\text{m}$) et 5 μm ($L = 300 \mu\text{m}$). Comparaison des modèles monofilaires et bifilaires non couplés.	96
5.	Rapport au contact β . Comparaison des modèles monofilaires non couplé (=, $\alpha = 0$) et couplé (=, $\alpha \neq 0$). Étude des sensibilités au contact de la température de jonction (β_j) et de la température moyenne du fil (β_{moy}) pour des diamètres de capteur de 1,3 μm (TC 1, $L = 100 \mu\text{m}$) et 5 μm (TC 5, $L = 300 \mu\text{m}$).	99
6.	Détermination des décalages en fréquence Δf et en amplitude ΔU pour une variation de +10% sur chacun des paramètres. Étude de la composante 3f des quatre sondes R1, R5, T1 et T5.	106
7.	Détermination des décalages en fréquence Δf et en amplitude ΔU pour une variation de +10% sur chacun des paramètres. Étude de la composante 2f des quatre sondes R1, R5, T1 et T5.	107
8.	Conductivité thermique λ des matériaux utilisés pour la calibration de la sonde (source : Goodfellow)	119

4.9 Études des rapports de sensibilité $\beta(T_{contact} / T_{hors\ contact})$ et contraste γ des composantes 2f et 3f du thermocouple 1,3 μm de diamètre après une série de 50 contacts	119
---	-----

ANNEXES



DÉTERMINATION DE LA FONCTION DE
TRANSFERT DU CIRCUIT ÉLECTRIQUE DU
DIAPASON EXCITÉ PHOTO-THERMIQUEMENT

La représentation électrique du diapason excité photo-thermiquement et connecté à un appareil de mesure est donnée sur la figure 1.

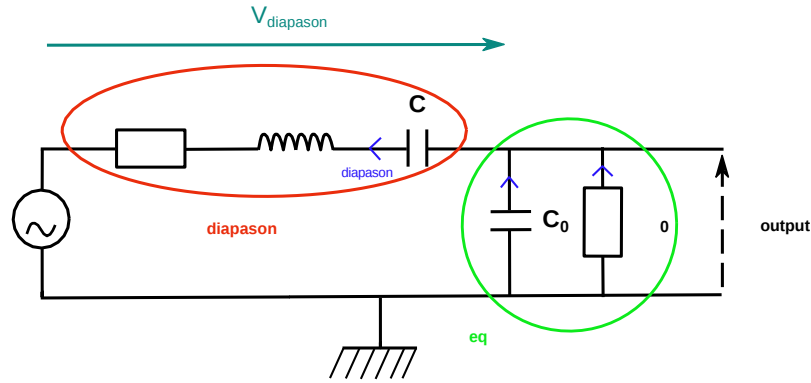


FIGURE 1 – Équivalent électrique du diapason excité photo-thermiquement

Le circuit est soumis à une tension sinusoïdale. L'écriture complexe de la branche en parallèle R_0 et C_0 est la suivante :

$$\underline{I_{diapason}} = \underline{I_{R_0}} + \underline{I_{C_0}} \quad (1)$$

En exprimant I_{R_0} et I_{C_0} avec leur impédance complexe, nous obtenons :

$$\begin{aligned} \underline{I_{diapason}} &= \frac{1}{R_0} \underline{V_{output}} + jC_0\omega \underline{V_{output}} \\ &= \frac{1}{R_0} + jC_0\omega \underline{V_{output}} \\ &= \frac{1}{Z_{eq}} \underline{V_{output}} \end{aligned} \quad (2)$$

L'impédance équivalente Z_{eq} s'exprime donc :

$$Z_{eq} = \frac{R_0}{1 + jR_0C_0\omega} \quad (3)$$

De la même manière, nous pouvons exprimer l'impédance $Z_{diapason}$ du diapason :

$$\begin{aligned} \underline{V_{diapason}} &= \underline{V_R} + \underline{V_L} + \underline{V_C} \\ &= R\underline{I_{diapason}} + \frac{1}{jC\omega} \underline{I_{diapason}} + jL\omega \underline{I_{diapason}} \\ &= \left(R + \frac{1}{jC\omega} + jL\omega \right) \underline{I_{diapason}} \\ &= Z_{diapason} \underline{I_{diapason}} \end{aligned} \quad (4)$$

Le circuit s'apparente maintenant à un pont diviseur de tension. La fonction de transfert T s'exprime alors ainsi :

$$\begin{aligned}
T &= \frac{V_{output}}{V} \\
&= \frac{Z_{eq}}{Z_{eq} + Z_{diapason}} \\
&= \frac{Z_{eq}}{Z_{eq} + R + jL\omega + j\frac{1}{C\omega}} \\
&= \frac{\frac{R_0}{1+jR_0C_0\omega}}{\frac{R_0}{1+jR_0C_0\omega} + R + jL\omega + j\frac{1}{C\omega}} \\
&= \frac{1}{(1 + \frac{R}{R_0} + \frac{C_0}{C} - LC_0\omega^2) + j(RC_0\omega - \frac{1}{CR_0\omega} + \frac{L\omega}{R_0})}
\end{aligned} \tag{5}$$



RÉSOLUTION ANALYTIQUE D'UN SYSTÈME D'ÉQUATIONS COUPLÉES : LA MÉTHODE DE DUNCAN

Nous considérons dans un premier temps un système d'équations couplées, sans prendre en compte la masse de la base du diapason. Le système d'équations devient alors :

$$\begin{cases} m_1 \ddot{x}_1 + (\gamma_1 + \gamma_c) \dot{x}_1 - \gamma_c \dot{x}_2 + (k_1 + k_c)x_1 - k_c x_2 = f_1 \\ m_2 \ddot{x}_2 + (\gamma_2 + \gamma_c) \dot{x}_2 - \gamma_c \dot{x}_1 + (k_2 + k_c)x_2 - k_c x_1 = f_2 \end{cases}$$

avec les masses $m_1 = m_2 = m$, les coefficients d'amortissement $\gamma_1 = \gamma_2 = \gamma$ et les coefficients de raideur $k_1 = k_2 = k$.

Sous une forme matricielle, le système d'équations s'apparente à :

$$[M] \begin{bmatrix} \ddot{x}_1 \\ \ddot{x}_2 \end{bmatrix} + [C] \begin{bmatrix} \dot{x}_1 \\ \dot{x}_2 \end{bmatrix} + [K] \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} f_1 \\ f_2 \end{bmatrix} \quad (6)$$

avec

$$[M] = \begin{bmatrix} m & 0 \\ 0 & m \end{bmatrix} \quad [C] = \begin{bmatrix} \gamma + \gamma_c & -\gamma_c \\ -\gamma_c & \gamma + \gamma_c \end{bmatrix} \quad [K] = \begin{bmatrix} k + k_c & -k_c \\ -k_c & k + k_c \end{bmatrix} \quad (7)$$

On écrit le système matriciel sous forme d'équations du premier degré pour faciliter la résolution des équations. Nous avons le nouveau système de la forme :

$$\begin{bmatrix} C & M \\ M & 0 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \dot{X} \\ X \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} K & 0 \\ 0 & -M \end{bmatrix} \begin{bmatrix} X \\ \dot{X} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} F \\ 0 \end{bmatrix} \quad (8)$$

avec

$$X = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \end{bmatrix} \quad (9)$$

Nous obtenons ainsi un système d'équations différentielles du premier ordre :

$$[B](\dot{Y}) + [A](Y) = (E) \quad (10)$$

où

$$[B] = \begin{bmatrix} C & M \\ M & 0 \end{bmatrix} \quad [A] = \begin{bmatrix} K & 0 \\ 0 & -M \end{bmatrix} \quad (E) = \begin{bmatrix} F \\ 0 \end{bmatrix} \quad (Y) = \begin{bmatrix} X \\ \dot{X} \end{bmatrix} \quad (11)$$

Soit

$$(\dot{Y}) + [B]^{-1}[A](Y) = [B]^{-1}(E) \Rightarrow (\dot{Y}) + [H](Y) = (G) \quad (12)$$

Diagonalisons la matrice $[H]$ pour avoir des équations découplées. Pour cela, il faut déterminer les matrices des valeurs propres $[D]$ et des vecteurs propres $[P]$ de $[H]$ où $[H] = [P][D][P]^{-1}$. On effectue un second changement de variable avec $(W) = (P)^{-1}(Y)$.

$$\begin{aligned}
(\dot{Y}) + [H](Y) &= (G) \\
(\dot{Y}) + [P][D][P]^{-1}(Y) &= (G) \\
[P]^{-1}(\dot{Y}) + [D][P]^{-1}(Y) &= [P]^{-1}(G) \\
(\dot{W}) + [D](W) &= (L)
\end{aligned}
\tag{13}$$

Nous avons ainsi n équations découplées $\dot{W}_i + D_{ii}W_i = L_i$ à résoudre. Les matrices sont de la forme :

$$D = \begin{bmatrix} \frac{\gamma + 2\gamma_c + \sqrt{R}}{2m} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & \frac{\gamma + 2\gamma_c - \sqrt{R}}{2m} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \frac{\gamma + \sqrt{S}}{2m} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{\gamma - \sqrt{S}}{2m} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \omega_1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & \omega_2 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \omega_3 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \omega_4 \end{bmatrix} \tag{14}$$

avec $R = (\gamma + 2\gamma_c)^2 - 4m(k + 2k_c)$ et $S = \gamma^2 - 4km$.

$$L = \begin{bmatrix} (-F_1 + F_2) \frac{(\gamma + 2\gamma_c + \sqrt{R})}{4m\sqrt{R}} \\ -(-F_1 + F_2) \frac{(\gamma + 2\gamma_c - \sqrt{R})}{4m\sqrt{R}} \\ (F_1 + F_2) \frac{\gamma + \sqrt{S}}{4m\sqrt{S}} \\ -(F_1 + F_2) \frac{\gamma - \sqrt{S}}{4m\sqrt{S}} \end{bmatrix} \tag{15}$$

En résolvant le système avec la transformée de Laplace, nous avons $W_i = \frac{L_i}{p + D_{ii}}$. Le vecteur W s'exprime donc de la manière suivante :

$$W = \begin{bmatrix} (-F_1 + F_2) \frac{\sqrt{\gamma + 2\gamma_c + \sqrt{R}}}{2\sqrt{R(2pm + \gamma + 2\gamma_c + \sqrt{R})}} \\ (-F_1 + F_2) \frac{\sqrt{\gamma + 2\gamma_c - \sqrt{R}}}{2\sqrt{R(-2pm - \gamma - 2\gamma_c + \sqrt{R})}} \\ (F_1 + F_2) \frac{\sqrt{\gamma + \sqrt{S}}}{\sqrt{S(2pm + \gamma + \sqrt{S})}} \\ -(F_1 + F_2) \frac{\sqrt{\gamma - \sqrt{S}}}{\sqrt{S(2pm + \gamma - \sqrt{S})}} \end{bmatrix} \tag{16}$$



DÉTERMINATION DES FRÉQUENCES DE
RÉSONANCE D'UN SYSTÈME D'ÉQUATIONS
COUPLÉES CONSERVATIF

Nous considérons le système d'équations couplées suivant :

$$\begin{cases} m_1 \ddot{x}_1 + (k_1 + k_c)x_1 - k_c x_2 = 0 \\ m_2 \ddot{x}_2 + (k_2 + k_c)x_2 - k_c x_1 = 0 \end{cases}$$

avec les masses $m_1 = m_2 = m$ et les coefficients de raideur k_c et $k_1 = k_2 = k$.

Sous une forme matricielle, le système d'équations devient :

$$[M] \begin{pmatrix} \ddot{x}_1 \\ \ddot{x}_2 \end{pmatrix} + [K] \begin{pmatrix} x_1 \\ x_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \end{pmatrix} \quad (20)$$

avec

$$[M] = \begin{pmatrix} m & 0 \\ 0 & m \end{pmatrix} \quad [K] = \begin{pmatrix} k + k_c & -k_c \\ -k_c & k + k_c \end{pmatrix} \quad (21)$$

On résout ensuite l'équation suivante :

$$\det[K - \omega^2 M] = 0 \quad (22)$$

Nous obtenons alors :

$$\begin{aligned} \det[K - \omega^2 M] &= \det \begin{pmatrix} k + k_c - \omega^2 m & -k_c \\ -k_c & k + k_c - \omega^2 m \end{pmatrix} \\ &= (k + k_c - \omega^2 m)^2 - k_c^2 \\ &= (k + k_c - \omega^2 m - k_c)(k + k_c - \omega^2 m + k_c) \\ &= (k - \omega^2 m)(k + 2k_c - \omega^2 m) \end{aligned} \quad (23)$$

Par conséquent, il est aisé de déterminer les solutions ω_1 et ω_2 de l'équation 22. Elles sont définies par :

$$\omega_1 = \sqrt{\frac{k}{m}} \quad \text{et} \quad \omega_2 = \sqrt{\frac{k + 2k_c}{m}} \quad (24)$$

IV

EXPRESSION DE LA RAIDEUR STATIQUE D'UNE POUTRE ENCASTRÉE-LIBRE

Nous considérons le bras du diapason comme une poutre encastrée-libre schématisée en figure 2. La section de la poutre est petite au regard de sa longueur.

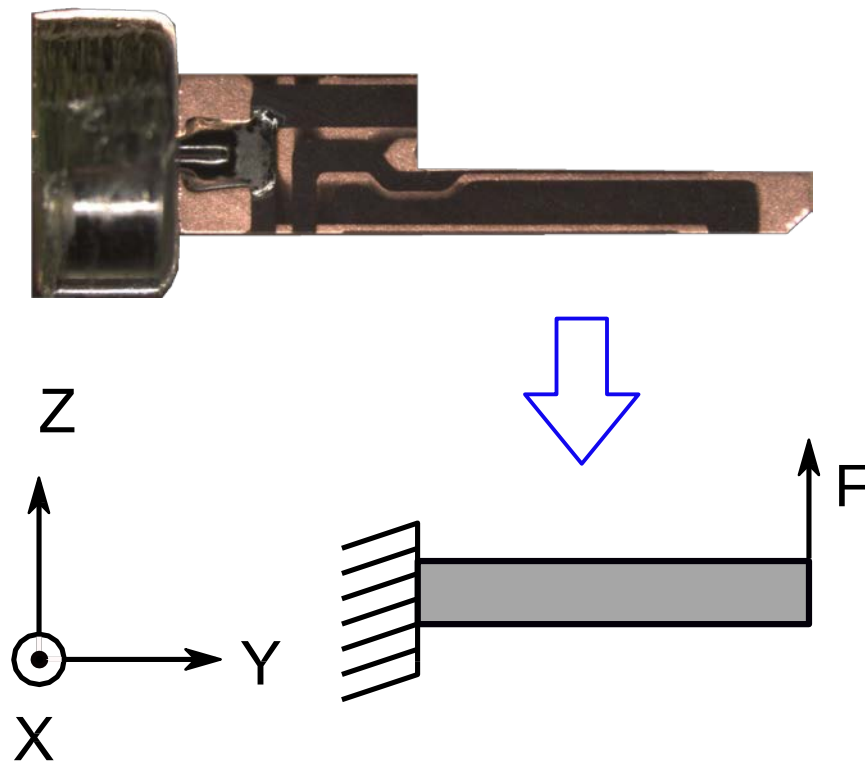


FIGURE 2 – Représentation mécanique d'un bras du diapason

Nous utilisons ici l'hypothèse de Bernoulli : lors d'une déformation, les sections droites restent perpendiculaires à la courbe moyenne (courbe formée par le centre de gravité des sections droites, qui est dérivable et continue), négligeant ainsi l'influence du cisaillement dans le cas d'une flexion. Par ailleurs, le rayon de courbure R est grand devant la longueur de la courbe moyenne.

Dans notre cas, nous avons une flexion en z avec une courbure $\gamma = 1/R$. Cette courbure dépend du moment fléchissant $M(y)$, du module de Young E du matériau qui compose la poutre ainsi que du profil de la section droite représenté par le moment quadratique I_{Gz} . Nous avons par conséquent :

$$\gamma = \frac{M(y)}{EI_{Gz}} \quad (25)$$

Nous sommes dans l'hypothèse de petites déformations, on suppose alors que $\frac{\delta^2 u}{\delta y} \approx \gamma$ et donc :

$$\frac{\delta^2 u}{\delta y} = \frac{M(y)}{EI_{Gz}} \quad (26)$$

La poutre est de section constante avec un matériau homogène, ainsi le terme I_{Gz} est constant et s'exprime de la manière suivante :

$$I_{Gz} = \frac{WT^3}{12} \quad (27)$$

Le moment de la force de flexion, quant à lui, dépend de F et vaut :

$$M(y) = (L - y)F \quad (28)$$

avec y la position où s'exerce la force, ici la force de flexion à la position y = L. La résolution de l'équation s'apparente donc à la résolution d'une équation différentielle du second ordre, avec comme conditions aux limites $u(y = 0) = 0$ et $u'(y = 0) = 0$. On a :

$$u''(y) = \frac{F(L - y)}{EI_{Gz}} \quad (29)$$

et

$$u'(y) = \frac{F \left(Ly - \frac{y^2}{2} \right)}{2EI_{Gz}} + A \quad (30)$$

avec

$$A = 0 \quad (31)$$

L'expression u(y) vaut alors :

$$u(y) = \frac{F \left(L \frac{y^2}{2} - \frac{y^3}{6} \right)}{2EI_{Gz}} + B \quad (32)$$

avec

$$B = 0 \quad (33)$$

Par conséquent,

$$u(y) = \frac{F (3L - y) y^2}{6EI_{Gz}} \quad (34)$$

En y=L, nous avons donc :

$$u(L) = \frac{FL^3}{3EI_{Gz}} = \frac{4FL^3}{EWT^3} \quad (35)$$

On remarque que le déplacement de l'extrémité de la poutre u(L) dépend de la force F, nous pouvons donc noter que $u(L) = A \times F$. D'après la loi de Hooke, cette relation montre alors que le bras se comporte comme un ressort de raideur $k_{statique} = 1/A$. La constante de raideur s'exprime donc de la manière suivante :

$$k_{statique} = \frac{EW}{4} \frac{T^3}{L} \quad (36)$$



CODE MATLAB POUR LA RÉOLUTION D'UN
SYSTÈME D'ÉQUATIONS DIFFÉRENTIELLES
COUPLÉES DU SECOND ORDRE

Le système d'équations initial est défini par :

$$\begin{cases} m_1 \ddot{x}_1 + (\gamma_1 + \gamma_c) \dot{x}_1 - \gamma_c \dot{x}_2 + (k_1 + k_c)x_1 - k_c x_2 = f_1 \\ m_2 \ddot{x}_2 + (\gamma_2 + \gamma_c) \dot{x}_2 - \gamma_c \dot{x}_1 + (k_2 + k_c)x_2 - k_c x_1 = f_2 \end{cases} \quad (37)$$

En l'écrivant sous forme matricielle $\dot{x} = Ax + Bu$ et $y = Cx + Du$ avec A,B,C et D des matrices, nous avons :

$$\begin{bmatrix} \dot{x}_1 \\ \ddot{x}_1 \\ \dot{x}_2 \\ \ddot{x}_2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 & 1 & 0 & 0 \\ -\frac{k_1+k_c}{m_1} & -\frac{\gamma_1+\gamma_c}{m_1} & \frac{k_c}{m_1} & \frac{\gamma_c}{m_1} \\ 0 & 0 & 0 & 1 \\ k_c & \frac{\gamma_c}{m_2} & -\frac{k_2+k_c}{m_2} & -\frac{\gamma_2+\gamma_c}{m_2} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} x_1 \\ \dot{x}_1 \\ x_2 \\ \dot{x}_2 \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} 0 \\ \frac{f_1}{m_1} \\ 0 \\ \frac{f_2}{m_2} \end{bmatrix} \quad (38)$$

Le code Matlab utilisé pour la résolution de ce système d'équations différentielles couplées du second ordre est par conséquent le suivant :

```
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
% Définition du système
% Soit xp = Ax+Bu et y = Cx + Du
% Écriture des matrices A, B, C et D

A = [ 0 1 0 0 ; -(k1+kc)/m1 -(g1+gc)/m1 kc/m1 gc/m1 ; ...
      0 0 0 1 ; kc/m2 gc/m2 -(k2+kc)/m2 -(g2+gc)/m2 ] ;
B = [ 0 f1/m1 0 f2/m2 ]' ;
C = [ 1 0 0 0 ; 0 1 0 0 ; 0 0 1 0 ; 0 0 0 1 ] ;
D = [ 0 0 0 0 ]' ;

% Extraction des composantes, amplitude et phase, des bras 1 et 2
sys1 = ss(A,B,C,D) ;
sys1.OutputGroup.x1=(1) ; % Composante du bras 1 nommée x1 (ici x1=x(1))
sys1.OutputGroup.x2=(3) ; % Composante du bras 2 nommée x2 (ici x2=x(3))

%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
```

Dans la même logique, il est possible de résoudre n équations différentielles couplées du second ordre.

VI

RÉSOLUTION DE L'ÉQUATION DE LA CHALEUR VIA LE LOGICIEL MATLAB

L'équation de la chaleur d'un fil chauffé par effet Joule est exprimée par :

$$\rho c_s \frac{\delta T(x, t)}{\delta t} = \lambda \frac{\delta^2 T(x, t)}{\delta x^2} - \frac{hp}{S} T(x, t) + \sigma \frac{I(t)^2}{S} \quad (39)$$

La résolution de cette équation s'est faite numériquement via Matlab en utilisant la fonction des équations différentielles partielles nommée PDE. La fonction "pdepe" résout des systèmes d'équations paraboliques et elliptiques avec u la température, x et t des variables d'espace et de temps de la forme :

$$c(x, t, u, \frac{\delta u}{\delta x}) \frac{\delta u}{\delta t} = x^{-m} \frac{\delta}{\delta x} (x^m f(x, t, u, \frac{\delta u}{\delta x})) + s(x, t, u, \frac{\delta u}{\delta x}) \quad (40)$$

où $t_0 \leq t \leq t_f$ et $x_0 \leq x \leq x_f$. Les variables x_0 , x_f , t_0 et t_f doivent être des variables finies et m est égal à 0, 1 ou 2 correspondant respectivement à un système de coordonnées cartésiennes, cylindriques ou sphériques. Dans l'équation 40, $s(x, t, u, \frac{\delta u}{\delta x})$ correspond à l'expression d'une source, $f(x, t, u, \frac{\delta u}{\delta x})$ d'un flux et $c(x, t, u, \frac{\delta u}{\delta x})$ à celle d'une matrice diagonale. Au temps initial $t = t_0$, l'équation satisfait la condition suivante :

$$u(x, t_0) = u_0(x) \quad (41)$$

Pour tout temps t , les conditions aux limites pour $x = x_0$ et $x = x_f$ sont de la forme :

$$p(x, t, u) + q(x, t) f(x, t, u, \frac{\delta u}{\delta x}) = 0 \quad (42)$$

Dans l'expression 42, uniquement p dépend de la variable u et f correspond au flux déterminé dans l'équation 40.

La résolution de l'équation utilise la fonction "pdepe" qui convertit des équations différentielles partielles en équations différentielles ordinaires en utilisant une discrétisation spatiale de second ordre. La syntaxe de cette fonction est la suivante :

$$solution = pdepe(m, pdex1pde, pdex1ic, pdex1bc, xmesh, tspan) \quad (43)$$

avec m correspondant à la symétrie du problème, $pdex1pde$ définissant les composantes des PDE (c , f et s), $pdex1ic$ et $pdex1bc$ spécifiant respectivement les conditions initiales et les conditions aux limites et enfin $xmesh$ et $tspan$ des vecteurs définis par l'utilisateur et qui caractérisent le domaine d'étude des variables x et t .

Les composantes c , f et s de l'équation 39 sont définies par identification avec l'équation 40 et valent :

$$- [c, f, s] = pdex1pde(x, t, u, DuDx)$$

$$\begin{aligned} c &= \rho c_s \\ f &= \lambda DuDx \\ s &= \sigma(1 + \alpha u) \frac{I_{ac} \cos(\omega t)^2}{S} - \frac{hp}{S} u \end{aligned} \quad (44)$$

Nos conditions initiales sont $u(0, x) = 0$ et sont définies par l'équation suivante :

– $u_0 = \text{pdex1ic}(x)$

$$u_0 = 0 \quad (45)$$

Les conditions aux limites, quant à elles, sont définies pour deux extrémités : à gauche (x_l et u_l) et à droite (x_r et u_r) et sont exprimées ci-dessous :

$$\begin{aligned} p_l(x_l, t, u) + q_l(x_l, t) f(x_l, t, u, \frac{\delta u}{\delta x}) &= 0 \\ p_r(x_r, t, u) + q_r(x_r, t) f(x_r, t, u, \frac{\delta u}{\delta x}) &= 0 \end{aligned} \quad (46)$$

Nous imposerons une condition de température égale à zéro à gauche et une condition de flux à droite (correspondant au centre du fil, $x = 0$) satisfaisant la relation suivante :

$$\lambda \frac{\delta u_r}{\delta x} - \frac{G}{2S} u_r = 0 \quad (47)$$

avec u la température, G la conductance de contact et S la section du fil.
Ainsi, nous avons :

$$\begin{aligned} u_l + 0 \times \lambda \frac{\delta u}{\delta x} &= 0 \\ \frac{G}{2S} \times u_r + 1 \times \lambda \frac{\delta u}{\delta x} &= 0 \end{aligned} \quad (48)$$

Par conséquent, la fonction dans Matlab sera de la forme :

– $[p_l, q_l, p_r, q_r] = \text{pdex1bc}(x_l, u_l, x_r, u_r, t)$

$$\begin{aligned} p_l &= u_l \\ q_l &= 0 \\ p_r &= \frac{G}{2S} u_r \\ q_r &= 1 \end{aligned} \quad (49)$$

En utilisant toutes les fonctions définies précédemment, le logiciel Matlab génère directement les solutions : valeurs de la température en fonction de l'espace x et du temps t .

Résumé :

Ce mémoire de thèse s'inscrit dans le développement d'un microscope thermique à sonde locale. Ce système d'imagerie présente deux modes de fonctionnement permettant de déterminer soit une température de surface soit des propriétés thermophysiques de matériaux. Un micro-thermocouple bifilaire a été utilisé comme capteur thermique. Il est peu invasif et permet d'accéder à des températures de surface sur une large gamme de température. De plus, le microscope offre l'avantage d'être moins sensible à la nature optique des échantillons que les méthodes en champ lointain. Dans le but de maîtriser le contact entre la sonde et la surface, un résonateur à quartz (diapason) a été utilisé comme capteur de force. Un système d'excitation original basé sur l'effet photo-thermo-élastique a été mis au point. Le microscope fonctionne donc comme un SThM puisqu'il permet d'extraire simultanément des images topographiques et thermiques (régime périodique 2 et 3 ω). En revanche, les résultats obtenus ont permis de mettre en évidence les avantages du micro-thermocouple en termes de résolutions spatiales topographiques vis-à-vis des techniques à sondes résistives fonctionnant en mode 3 ω .

Mots-clés : Microscopie thermique, Sondes thermoélectriques, Mode passif, Mode actif, Diapason à quartz, Excitation photo-thermique

Abstract:

This PhD thesis deals with the development of a thermal microscope using a local probe. This imaging system presents two functioning modes that allow determining either surface temperature or thermal properties of materials. A micro-wire thermocouple is used as a thermal sensor. It is less invasive and allows measuring the surface temperature with a large temperature range. Furthermore, the microscope offers an advantage to be less sensitive to the optical nature of a sample surface than optical methods. To control the contact between the probe and the surface, a quartz tuning fork has been used as a force sensor. An original excitation system has been developed based on the photo-thermal effect. The microscope works also as a SThM since it permits to extract simultaneously topographical and thermal pictures (2 and 3 ω periodical modes). Results underlining the micro-thermocouple advantages, in terms of topographical compared to resistive probe techniques functioning with the 3 ω method, have been obtained.

Keywords: Thermal microscopy, Thermoelectrics probes, Passive mode, Active mode, Quartz tuning fork, Photo-thermal excitation

The logo for the École doctorale SPIM, featuring a stylized 'S' followed by the letters 'PIM' in a large, white, sans-serif font.

■ École doctorale SPIM 16 route de Gray F - 25030 Besançon cedex

■ tél. +33 (0)3 81 66 66 02 ■ ed-spim@univ-fcomte.fr ■ www.ed-spim.univ-fcomte.fr

The logo of the University of Franche-Comté, featuring a stylized 'U' and 'FC' with the text 'UNIVERSITÉ DE FRANCHE-COMTÉ' below it.