

N° d'ordre



Année 2008

## **THESE**

Présentée à la faculté des Sciences de Reims pour l'obtention du titre de

### **Docteur de l'Université de Reims Champagne-Ardenne en Sciences : Spécialité Physique**

par

**Olivier RAPHAËL**

## **Contribution à la microscopie thermique à sonde locale en mode alternatif : Caractérisation de la réponse et de l'interaction sonde échantillon**

Soutenue le 19 septembre 2008 devant le jury composé de :

MM	P. CHANTRENNE	Professeur à l'INSA de Lyon	<i>Rapporteur</i>
	B. CRETIN	Professeur à l'ENSMM de Besançon	<i>Rapporteur</i>
	Ph. GROSSEL	Professeur à l'Université de Reims	<i>Directeur de Thèse</i>
	B. REMY	Maître de Conférences à l'ENSEM de Nancy	<i>Examineur</i>
	N. TRANNOY	Maître de Conférences à l'Université de Reims	<i>Directrice de Thèse</i>
	M. TROYON	Professeur à l'Université de Reims	<i>Examineur</i>



# Remerciements

Je remercie vivement le Professeur Philippe GROSSEL de m'avoir accueilli dans son Laboratoire d'Énergétique et d'Optique du Groupe de Recherche En Sciences Pour l'Ingénieur. Je le remercie également pour avoir co-dirigé ma thèse et pour m'avoir fait profiter de ses conseils et de son expérience.

Je tiens à remercier Mme Nathalie TRANNOY, Maître de Conférences et co-directrice de ma thèse, dont les conseils avisés et l'encadrement m'ont été d'une précieuse aide.

J'exprime toute ma gratitude aux membres du jury qui ont bien voulu examiner ce travail :

Je remercie particulièrement le Professeur Bernard CRETIN, du département Micro Nano Sciences & Systèmes de l'Institut FEMTO-ST de Besançon, d'avoir accepté d'être rapporteur de ma thèse.

Mes sincères remerciements vont au Professeur Patrice CHANTRENNE, du Centre de Thermique de Lyon à l'Institut National des Sciences Appliquées, d'avoir assuré le rôle de rapporteur.

Je tiens à remercier également M. Benjamin REMY, Maître de Conférences, du Laboratoire d'Énergétique et de Mécanique Théorique et Appliquée à l'École Nationale Supérieure d'Electricité et de Mécanique de Nancy pour sa participation au jury.

J'exprime toute ma gratitude envers le Professeur Michel TROYON, du Laboratoire de Microscopies et d'Études des Nanostructures de l'Université de Reims, pour sa contribution et sa disponibilité à l'étude géométrique des sondes ainsi que pour sa participation au jury.

Mme Françoise DEPASSE et M. Thierry DUVAUT, de l'Université de Reims, m'ont apporté leur compétence dans leur domaine respectif, la modélisation semi-analytique et la modélisation par éléments finis. Qu'ils en soient chaleureusement remerciés.

Je remercie Messieurs Didier CARON, Bruno LANNON, Jean-Louis NICOLAS et Benoît JARLOT de leur collaboration technique efficace et amicale.

J'exprime toute ma reconnaissance aux collègues du LEO qui m'ont encouragé, aidé et soutenu tout au long de ces années.

Cette étude a été réalisée avec le soutien financier du Conseil Régional de la Région Champagne-Ardenne. Qu'il en soit remercié.



# Table des matières

<b>Nomenclature .....</b>	<b>ix</b>
<b>Liste des figures.....</b>	<b>xiii</b>
<b>Liste des tableaux.....</b>	<b>xxiii</b>
<b>Introduction générale .....</b>	<b>1</b>
<b>Chapitre I : La microscopie thermique à sonde locale .....</b>	<b>3</b>
<i>Introduction.....</i>	<i>5</i>
<b><i>I.1 Les microscopies thermiques à sonde locale .....</i></b>	<b><i>5</i></b>
I.1.1 Le développement historique .....	6
I.1.1.1 Sur une base STM.....	6
I.1.1.2 Sur une base AFM .....	7
I.1.1.3 Les microsondes thermiques.....	8
I.1.2 Développement de sondes thermiques .....	12
<b><i>I.2 L'approche de la mesure .....</i></b>	<b><i>18</i></b>
I.2.1 Le mode continu .....	18
I.2.2 Le mode alternatif .....	29
I.2.3 Les résistances thermiques de contact.....	45
I.2.3.1 Définition.....	45
I.2.3.2 Revue bibliographique.....	47
I.2.3.3 La résistance appliquée au SThM.....	53
<b><i>I.3 Les motivations .....</i></b>	<b><i>55</i></b>
<b><i>Conclusion.....</i></b>	<b><i>55</i></b>
<b><i>Références bibliographiques .....</i></b>	<b><i>57</i></b>
<b>Chapitre II : Le dispositif expérimental.....</b>	<b>67</b>
<i>Introduction.....</i>	<i>69</i>
<b><i>II.1 Présentation du microscope à force atomique .....</i></b>	<b><i>69</i></b>
II.1.1 Le dispositif mécanique .....	69
II.1.1.1 La tête du microscope.....	69
II.1.1.2 La sonde AFM .....	71
II.1.2 L'unité de contrôle électronique .....	72
II.1.3 Le principe de la mesure .....	72
<b><i>II.2 Le microscope thermique à sonde locale.....</i></b>	<b><i>74</i></b>
II.2.1 La sonde thermo-résistive .....	74
II.2.2 L'unité de contrôle thermique .....	75
II.2.3 Le mode contraste de conductivité thermique.....	76

II.2.3.1	Le mode continu .....	76
II.2.3.2	Le mode alternatif.....	77
<b>II.3</b>	<b><i>Description du dispositif expérimental</i></b> .....	<b>80</b>
II.3.1	Dispositif électronique .....	80
II.3.1.1	Simplification du montage électronique .....	80
II.3.1.2	La détection synchrone .....	82
II.3.1.3	Caractérisation du montage électronique .....	84
II.3.2	Dispositif expérimental .....	87
II.3.2.1	Porte échantillon .....	87
II.3.2.2	Cloche à vide .....	88
II.3.2.3	Dispositifs complémentaires.....	89
<b>II.4</b>	<b><i>Premières mesures</i></b> .....	<b>90</b>
II.4.1	Résultats expérimentaux .....	90
II.4.2	Comparaison avec la littérature.....	93
II.4.3	Discussion .....	94
	<b><i>Conclusion</i></b> .....	<b>95</b>
	<b><i>Références bibliographiques</i></b> .....	<b>97</b>
<b>Chapitre III</b>	<b>Caractérisation de la sonde thermique</b> .....	<b>99</b>
	<b><i>Introduction</i></b> .....	<b>101</b>
<b>III.1</b>	<b><i>Estimation directe</i></b> .....	<b>101</b>
III.1.1	Estimation de la géométrie .....	101
III.1.1.1	Principe de la mesure.....	101
III.1.1.2	Présentation des résultats .....	102
III.1.2	Estimation de la conductivité électrique du platine-rhodium.....	103
III.1.2.1	Mesure de la résistance électrique du filament .....	103
III.1.2.2	Estimation de la résistivité électrique .....	105
III.1.3	Discussion des résultats.....	107
<b>III.2</b>	<b><i>Modélisation par la méthode des éléments finis</i></b> .....	<b>108</b>
III.2.1	Présentation du modèle .....	108
III.2.1.1	Le principe de la méthode.....	108
III.2.1.2	Géométrie et maillage.....	113
III.2.1.3	Les conditions aux limites .....	118
III.2.1.4	Le post-traitement.....	121
III.2.2	Etudes de sensibilité .....	123
III.2.3	Précision des propriétés thermo-physiques du platine-rhodium .....	126
III.2.3.1	Approche mono fréquentielle .....	126
III.2.3.2	Approche multi fréquentielle .....	129
III.2.4	Discussion des résultats.....	131
<b>III.3</b>	<b><i>Modélisation analytique</i></b> .....	<b>132</b>
III.3.1	Présentation du modèle. ....	132
III.3.1.1	Mise en forme du problème .....	132
III.3.1.2	Modélisation du Wollaston.....	136
III.3.1.3	Résolution du système différentiel .....	138
III.3.1.4	Evaluation de la tension aux bornes de la sonde.....	139
III.3.2	Validation du modèle .....	140
III.3.2.1	Comparaison modèles analytique – éléments finis .....	140
III.3.2.2	Comparaison modèle – expérience .....	141
III.3.3	Estimation des paramètres de la sonde.....	143

III.3.3.1	Première approche .....	143
III.3.3.2	Seconde approche .....	144
III.3.3.3	Troisième approche .....	145
<b>III.4</b>	<b>Comparaison des modélisations .....</b>	<b>147</b>
III.4.1	Synthèse des résultats .....	147
III.4.2	Comparaisons et commentaires .....	148
	<b>Conclusion.....</b>	<b>149</b>
	<b>Références bibliographiques .....</b>	<b>151</b>
<b>Chapitre IV</b>	<b>: Influence du milieu environnant.....</b>	<b>153</b>
	<b>Introduction.....</b>	<b>155</b>
<b>IV.1</b>	<b>Le coefficient d'échange convectif .....</b>	<b>155</b>
IV.1.1	Coefficient couramment utilisé .....	155
IV.1.2	Méthodes d'évaluation .....	157
IV.1.2.1	Modélisation par éléments finis .....	158
IV.1.2.2	Approche analytique .....	159
<b>IV.2</b>	<b>Mise en évidence d'un phénomène d'interférences d'ondes de diffusion thermique.....</b>	<b>161</b>
IV.2.1	Approche expérimentale .....	161
IV.2.2	Modélisation de la mesure par la méthode des éléments finis .....	165
IV.2.2.1	La géométrie .....	166
IV.2.2.2	Les conditions aux limites .....	167
IV.2.2.3	Validation du modèle.....	167
IV.2.3	Analyse du phénomène d'interférences .....	169
IV.2.3.1	Influence de l'échantillon .....	169
IV.2.3.2	Influence de l'inclinaison de la sonde.....	171
IV.2.3.3	Interprétation des résultats .....	174
<b>IV.3</b>	<b>Transferts aux courtes distances.....</b>	<b>175</b>
IV.3.1	Les diverses hypothèses .....	175
IV.3.2	Approche expérimentale du transfert aux courtes distances .....	176
IV.3.2.1	Etude sous vide .....	176
IV.3.2.2	Etude à pression atmosphérique .....	178
IV.3.3	Approche théorique .....	180
IV.3.3.1	Mode continu .....	180
IV.3.3.2	Mode alternatif .....	182
	<b>Conclusion.....</b>	<b>185</b>
	<b>Références bibliographiques .....</b>	<b>187</b>
<b>Chapitre V</b>	<b>: Réponse de la sonde en contact.....</b>	<b>189</b>
	<b>Introduction.....</b>	<b>191</b>
<b>V.1</b>	<b>Modélisation de la sonde en contact.....</b>	<b>191</b>
V.1.1	Présentation du modèle .....	191
V.1.2	Etude de sensibilité.....	193
V.1.3	Caractérisation du contact .....	195
V.1.3.1	Approche expérimentale .....	195
V.1.3.2	Estimation de la surface du contact solide-solide .....	197

V.1.4	Estimation de la conductance de contact.....	198
<b>V.2</b>	<b><i>Approche analytique de la résistance thermique de contact</i></b> .....	<b>200</b>
V.2.1	Paramètres caractéristiques .....	200
V.2.1.1	Modèle analytique retenu .....	200
V.2.1.2	Evaluation de la rugosité de l'échantillon et du filament.....	201
V.2.1.3	Estimation analytique de la conductance thermique de contact.....	202
<b>V.3</b>	<b><i>Détection de défauts sub-surfaciques</i></b> .....	<b>204</b>
V.3.1	Etude expérimentale .....	204
V.3.2	Etude théorique .....	208
V.3.3	Discussion .....	210
	<b><i>Conclusion</i></b> .....	<b>211</b>
	<b><i>Références bibliographiques</i></b> .....	<b>213</b>
	<b>Conclusion générale</b> .....	<b>215</b>
	<b>Annexes</b> .....	<b>219</b>
	<b>Annexe n°1 : Modélisation analytique du champ de température tridimensionnel au sein d'un échantillon</b> .....	<b>221</b>
	<b>Annexe n°2 : Etude de la déformation du filament en fonction du courant d'alimentation</b> .....	<b>227</b>
	<b>Annexe n°3 : Modélisation analytique du fil de Wollaston</b> .....	<b>231</b>
	<b>Annexe n°4 : Estimation de la chaleur spécifique de l'alliage de platine-rhodium</b> .....	<b>235</b>

# Nomenclature

## Lettres Latines :

a	Diffusivité thermique ( $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ )
$a_c$	Rayon de la surface (m)
A	Energie moléculaire transférée (%)
b	Effusivité thermique ( $\text{J} \cdot \text{s}^{-1/2} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$ )
$B_i$	Nombre de Biot
C	Chaleur spécifique massique ( $\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ )
$C_m$	Chaleur spécifique molaire ( $\text{J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ )
d	Distance sonde-échantillon (m)
$d_c$	Distance sonde-échantillon caractéristique du phénomène d'interférence (m)
D	Diamètre du filament de platine-rhodium (m)
$e_i$	Epaisseur du milieu $i$ (m)
E	Module d'Young (Pa)
F	Force d'application (N)
g	Intensité de la pesanteur ( $\text{m} \cdot \text{s}^{-2}$ )
$G_r$	Nombre de Grashof
H	Coefficient d'échange convectif caractérisant les pertes thermiques vers le Wollaston ( $\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$ )
$H_v$	Micro-dureté de Vickers
I	Intensité du courant électrique (A)
j	Indice de la $j^{\text{ième}}$ couche, avec $j = 1$ à $N-1$
$J_i$	Fonction de Bessel de première espèce et d'ordre $i$
k	Vecteur de diffusion harmonique
K	Module d'élasticité effectif (Pa)
$l_m$	Libre parcours moyen des molécules d'air (m)
L	Longueur du filament de platine-rhodium (m)
m	Inclinaison moyenne des micro-surfaces
M	Module d'élasticité du filament de platine-rhodium (Pa)
$M_m$	Masse molaire ( $\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$ )
Nu	Nombre de Nusselt
P	Pression d'application (N)
$P_r$	Nombre de Prandtl
dQ	Chaleur dégagée par l'effet Thomson (W)
r	Coefficient de réflexion local
$r_a$	Résistance thermique liée à l'aspérité ( $\text{W} \cdot \text{K}^{-1}$ )
$r_c$	Résistance thermique de contact ( $\text{W} \cdot \text{K}^{-1}$ )
$r_{ct}$	Résistance thermique de constriction ( $\text{W} \cdot \text{K}^{-1}$ )
$r_d$	Rayon de l'inhomogénéité (m)
$r_{fl}$	Résistance thermique liée au fluide ( $\text{W} \cdot \text{K}^{-1}$ )
$r_p$	Rayon du filament thermorésistif (m)
$r_s$	Rayon de la surface de contact sonde-échantillon (m)
$r_w$	Rayon du Wollaston (m)

$R_a$	Rugosité : écart moyen arithmétique rapporté à une profondeur moyenne (nm)
$R_e$	Nombre de Reynolds
$R_f$	Résistance électrique du fils d'alimentation ( $\Omega$ )
$R_{\text{micro}}$	Résistance moyenne liées aux aspérités ( $W.K^{-1}$ )
$R_p$	Résistance électrique du filament de platine-rhodium ( $\Omega$ )
$R_{Pt}$	Résistance électrique de la sonde ( $\Omega$ )
$R_w$	Résistance électrique du Wollaston ( $\Omega$ )
$\mathfrak{R}$	Coefficient de réflexion généralisée
$t$	Coefficient de transmission local
$t$	Temps (s)
$T(x)$	Champ de température ( $K.m^{-1}$ )
$T_+(x)$	Composante progressive du champ de température ( $K.m^{-1}$ )
$T_-(x)$	Composante régressive du champ de température ( $K.m^{-1}$ )
$\tilde{T}(k)$	Champ de température dans l'espace de Fourier ( $K.m$ )
$v_k$	Valeur propre
$V$	Vitesse du fluide ( $m.s^{-1}$ )
$V_{3\omega}$	Amplitude de la composante au troisième harmonique de la tension aux bornes de la sonde (V)
$V_k$	Vecteur propre
$z$	Altitude de l'extrémité de la sonde (m)

### Lettres Grecques :

$\alpha$	Inclinaison du filament (deg)
$\alpha_p$	Coefficient en température de la résistivité électrique ( $K^{-1}$ )
$\beta$	Coefficient d'expansion thermique de l'air ( $K^{-1}$ )
$\beta_c$	Coefficient en température de la conductivité thermique ( $K^{-1}$ )
$\gamma$	Rapport des capacités calorifiques à pression et volume constants
$\lambda$	Conductivité thermique ( $W.m^{-1}.K^{-1}$ )
$\lambda_i$	Conductivité thermique de l'interface ( $W.m^{-1}.K^{-1}$ )
$\lambda_T$	Longueur d'onde caractéristique de l'émission à température donnée (m)
$\Lambda$	Libre parcours moyen des molécules d'air (m)
$\rho_0$	Résistivité électrique de l'alliage de platine-rhodium à la température de référence $T_0$ ( $\Omega.m$ )
$\rho_p$	Résistivité électrique de l'alliage de platine-rhodium ( $\Omega.m$ )
$\rho_v$	Masse volumique de l'alliage de platine-rhodium ( $kg.m^{-3}$ )
$\sigma$	Conductivité électrique ( $\Omega^{-1}.m^{-1}$ )
$\sigma$	Rugosité surfacique effective
$\tau$	Coefficient de Thomson ( $V.K^{-1}$ )
$\nu$	Viscosité cinématique de l'air ( $m^2.s^{-1}$ )
$\nu_i$	Coefficient du Poisson du milieu $i$
$\Phi$	Flux surfacique de chaleur ( $W.m^{-2}$ )
$\omega$	Pulsation
$\Omega$	Volume de l'inhomogénéité ( $m^3$ )

## **Abréviations**

AFM	Atomic Force Microscope
FMR	FerroMagnetic Resonance
HF-CVD	Hot-Filament Chemical Vapor Deposition
MEB	Microscope Electronique à Balayage
NEMS	Nano Electro Mechanical Systems
RTC	Résistance thermique de contact
SNOM	Scanning Near-field Optical Microscopy
SThM	Scanning Thermal Microscope
STM	Scanning Tunneling Microscope
TCU	Thermal Control Unit



## Liste des figures

Figure I-1:	Schéma de principe de la sonde thermocouple utilisée dans le Scanning Thermal Profiler de <i>Williams et Wickramasinghe</i> [WIL1986a]..... 7
Figure I-2 :	Schéma de principe de l'AFM muni d'une pointe thermocouple [MAJ1993]. ..... 8
Figure I-3 :	Image obtenue par microscopie électronique à balayage par l'équipe de <i>Mills</i> [MIL1999]. Une bande résistive en Platine (iii) recouvre une pointe pyramidale d'une sonde classique d'AFM (ii) et se trouve raccordée au dispositif électrique <i>via</i> deux contacts en Aluminium (i). ..... 10
Figure I-4 :	Représentation schématique d'une pointe thermomécanique [GME1998]. 10
Figure I-5 :	Schéma de principe d'une sonde basée sur le principe de diode Schottky [HEI1998]. ..... 11
Figure I-6 :	Représentation de la sonde mise au point par <i>Rangelow et al.</i> [RAN2001].12
Figure I-7 :	Structure schématique de la sonde proposée par <i>Yang et al.</i> pour le stockage d'information à haute densité [YAN2006]. ..... 13
Figure I-8 :	Représentation schématique d'une sonde thermique en diamant dopé au bore [BAE2003]..... 14
Figure I-9 :	Représentation d'un ensemble de sondes thermiques fonctionnant en parallèle. Les dimensions de ces sondes varient de 10 nm à 5 $\mu$ m [LEE2007]..... 15
Figure I-10 :	Schéma de principe du dispositif électronique de <i>Lee et al.</i> [LEE2005]..... 16
Figure I-11 :	a) Illustration de la sonde en relation avec des inclusions sub-surfaciques. b) Décomposition du tube de flux de chaleur de section A [HAM1996]. ... 20
Figure I-12 :	Modèle bidimensionnelle et axisymétrique basé sur la méthode des éléments finis pour simuler le comportement de la sonde thermorésistive [CAL1999]. ..... 21
Figure I-13 :	Variation de l'énergie électrique dissipée dans l'élément chauffant en fonction de la conductivité thermique de l'échantillon [GOM2001] [GOM1999a]..... 22
Figure I-14 :	Variations de la dissipation de chaleur réduite en fonction du rapport des conductivités thermiques de l'échantillon et de la sonde [TSU2003]. ..... 23
Figure I-15 :	Variation du flux de chaleur dissipé par la sonde en fonction de la conductivité thermique de l'échantillon [GUO2004]. ..... 24
Figure I-16 :	Profils théoriques de température le long d'un demi-filament pour une sonde en contact avec des échantillons de conductivités thermiques différentes [GOM2001] [GOM1999a]..... 26

Figure I-17 :	Estimation de la répartition des pertes de chaleur au sein de l'élément chauffant d'une sonde thermorésistive [GOM2001] [GOM1999a].....	27
Figure I-18 :	Répartition des flux de chaleur échangés entre la sonde et l'échantillon [GOM2001] [GOM1999a].....	28
Figure I-19 :	Application de la méthode du réseau neural. a : image topographique d'une cellule photovoltaïque, b : image à contraste de conductivité thermique, c : cartographie corrigée de la conductivité thermique [KLA2006].....	29
Figure I-20 :	Evolution de la tension aux bornes de la sonde en fonction de la fréquence de modulation en deux endroits distincts d'un même échantillon. Le modèle se révèle être en parfait accord avec l'expérience. L'évolution en $1/\lambda$ du signal mesuré est démontrée [FIE1999]. .....	32
Figure I-21 :	Description géométrique du système sonde-échantillon dans le cas d'un échange thermique à travers un milieu coupleur (a) et par l'intermédiaire d'une résistance thermique (b) [GOM2000].....	34
Figure I-22 :	Evolution du rapport $T_p/T_{p0}$ pour un échantillon de cuivre en fonction de la distance sonde-échantillon. Les cas unidimensionnel et tridimensionnel sont comparés pour les courtes et longues distances [GOM2000].....	37
Figure I-23 :	Simulation de l'amplitude de la température pour une ligne de balayage de la surface de balayage à l'aplomb de deux résistances thermiques. Trois profondeurs de localisation sont retenues : * 1 $\mu\text{m}$ , + 5 $\mu\text{m}$ et ° 50 $\mu\text{m}$ [GOM1998].....	38
Figure I-24 :	Représentation des variations de la température relative $[T(A)-T_0(A)]/T_0(A)$ de l'échantillon sur des plans situés au dessus (a) et en dessous (b) d'un défaut moins bon conducteur thermique [DEP2003].....	39
Figure I-25 :	Représentation de l'évolution du flux de chaleur relativement au cas de l'échantillon homogène au cours d'un balayage avec une sonde de 0,5 $\mu\text{m}$ de rayon. Une inhomogénéité en polystyrène de 250 nm de rayon est placée à 1,6 $\mu\text{m}$ sous la surface de l'échantillon. Courbe pleine : mode continu, courbe discontinue : 10 kHz, courbe chaîne : 100 kHz [DEP2003]. .....	40
Figure I-26 :	Comparaison des champs de température au sein du filament thermorésistif relatifs aux modes continu (a) et alternatif (b et c : amplitude et déphasage à $\omega$ ; d et e : amplitude et déphasage à $2\omega$ ) [DEP2004]. .....	43
Figure I-27 :	Evolution fréquentielle en amplitude et en phase du rapport de la tension sans échantillon par celle avec un échantillon d'argent [DEP2004].....	43
Figure I-28 :	Evolution en amplitude et en phase de la composante à $3\omega$ en fonction de la fréquence de modulation dans le cas d'un courant de sonde purement alternatif. Comparaison des réponses obtenues en contact (argent et silicium) avec la réponse obtenue dans l'air [DEP2004].....	44
Figure I-29 :	Représentation du phénomène de constriction (a) et du profil de température (b) à proximité de la zone de contact entre deux solides en régime permanent dans le cas d'un contact statique [BOU1998].....	46
Figure I-30 :	Distribution aléatoire des contacts. (a) Paramétrisation de la macro-constriction (b) [LAR2002]. .....	49

Figure I-31 :	Représentation d'une cellule élémentaire dans le cas d'une simple constriction (a) et d'une double constriction (b) [DEG2003].	50
Figure I-32 :	Grilles équipériphériques (a) et équiangulaire (b) proposées par <i>Zhang et al.</i> pour la décomposition de la zone de contact et la répartition des points de contact. Les auteurs démontrent l'importance de la répartition des contacts dans l'évaluation de la RTC [ZHA2004].	52
Figure II-1 :	Illustration présentant la tête du microscope [TOP1997].	70
Figure II-2 :	Représentation de l'Unité de Contrôle Electronique.	72
Figure II-3 :	Illustration du principe de fonctionnement de l'AFM en mode force constante.	73
Figure II-4 :	Images de la sonde thermorésistive utilisée présentant le support en forme de demi-lune, le bras de levier en Wollaston et le filament de platine-rhodium.	74
Figure II-5 :	Schéma de principe de fonctionnement en mode contraste de conductivité thermique de l'Unité de Contrôle Thermique (TCU).	76
Figure II-6 :	Schéma de principe de fonctionnement en mode alternatif de l'Unité de Contrôle Thermique (TCU).	77
Figure II-7 :	Réponses fournies par le TCU aux quatre premiers harmoniques en fonction de la fréquence de modulation pour une excitation purement sinusoïdale ( $V_{offset}=0$ ).	79
Figure II-8 :	Représentation schématique du dispositif expérimentale utilisé. Ce dispositif, dédié au mode de fonctionnement à courant alternatif, fournit un courant connu à chaque instant.	81
Figure II-9 :	Schéma de principe de l'amplificateur branché en sortie de la détection synchrone afin de soutenir la puissance nécessaire à l'alimentation de la sonde.	82
Figure II-10 :	Schéma présentant le principe de fonctionnement de la détection synchrone.	83
Figure II-11 :	Réponse au troisième harmonique en fonction de la fréquence pour une sonde placée à pression atmosphérique et sous vide. La sonde est alimentée par un courant de 50 mA.	85
Figure II-12 :	Evolution du temps de réaction ainsi que de la tension de sortie de l'amplificateur en fonction de la tension d'entrée.	86
Figure II-13 :	Evolution de la tension de sortie de l'amplificateur en fonction de la fréquence de modulation pour une tension de référence de 0,3 mV.	86
Figure II-14 :	Représentation du support porte-échantillon composé d'une platine motorisée assurant les déplacements verticaux et deux platines manuelles pour les déplacements dans le plan horizontal.	87
Figure II-15 :	Evolution de l'amplitude normalisée de la composante au troisième harmonique de la réponse de la sonde en fonction de la pression du gaz environnant. L'étude est réalisée pour un courant de sonde de 50 mA modulé à des fréquences (10, 80, 400, 1500 et 10000 Hz) caractéristiques de la répartition spectrale de la réponse.	89

Figure II-16 :	Représentation du dispositif de mesure du courant. L'amplificateur est équipé d'une sonde de courant exploitant l'effet Hall. La mesure est réalisée par l'intermédiaire d'un oscilloscope.....	89
Figure II-17 :	Evolution de la tension aux bornes de la sonde en fonction de la distance sonde-échantillon dans le mode de fonctionnement à courant continu de 50 mA. L'échantillon considéré est en cuivre. ....	91
Figure II-18 :	Evolution de la réponse au troisième harmonique, en amplitude et en phase, en fonction de la distance sonde-échantillon. La sonde est alimentée par un courant de 50 mA modulé à une fréquence de 400 Hz.....	92
Figure II-19 :	Evolutions de l'amplitude et du déphasage au troisième harmonique en fonction de la distance sonde-échantillon à proximité du contact. La sonde est alimentée par un courant de 50 mA modulé à une fréquence de 400 Hz et entre en contact avec un échantillon de cuivre. ....	92
Figure II-20 :	Evolution de la résistance thermique équivalente de contact caractérisant le transfert de chaleur entre la sonde et l'échantillon en fonction de la distance sonde-échantillon. Cette résistance prend en compte les échanges par conduction solide-solide et à travers l'air environnant pour lesquels trois régimes (convectif, diffusif et balistique) sont mis en évidence [LEF2006]. ....	93
Figure III-1 :	Images obtenues par microscopie électronique à balayage du filament résistif d'une sonde thermique. L'image de gauche est obtenue avec un grossissement de 500, tandis que celle de droite présente un grossissement de 2000.....	102
Figure III-2 :	Représentation des résistances électriques constitutives d'une sonde thermorésistive. ....	104
Figure III-3 :	Représentation de l'allure de la fonction linéaire par morceaux permettant la décomposition des fonctions de pondérations et des champs de température [SAI2000]. ....	111
Figure III-4 :	Représentation du plan de symétrie de la sonde thermorésistive. ....	114
Figure III-5 :	Evolution du gradient de température dans une demi-sonde avec un fil de Wollaston de respectivement 5 $\mu\text{m}$ (a) et 50 $\mu\text{m}$ (b) de longueur. L'échauffement du filament résulte d'un courant continu de 50 mA.....	115
Figure III-6 :	Représentation du phénomène de constriction des lignes de courant sur une coupe transversale de l'interface entre le filament et le fil de Wollaston..	116
Figure III-7 :	Deux exemples de décomposition possible d'une demi-sonde thermorésistive pour une modélisation par éléments finis.....	117
Figure III-8 :	Evolution fréquentielle du coefficient d'échange convectif $H$ équivalent au puits thermique formé par le support du filament. L'indépendance de la valeur de ce puits thermique aux conditions de pression environnementale est ainsi mise en évidence. ....	120
Figure III-9 :	Evaluation théorique et expérimentale de la répartition harmonique de la tension aux bornes d'une sonde thermorésistive à pression atmosphérique. Le courant traversant la sonde est de 50 mA modulé à une fréquence de 2 Hz.....	121

Figure III-10 :	Evolution temporelle de la température moyenne du filament pour les deux fréquences extrêmes de la plage étudiée : 2 Hz (trait continu) et 1500 Hz (trait pointillé). Ces résultats théoriques sont obtenus sous vide et à température ambiante avec une courant d'alimentation de 50 mA.....	122
Figure III-11 :	Evolution de la température moyenne du filament (courbes bleues), ainsi qu'à ses extrémités (courbes rouges : extrémité du filament ; courbes jaunes : interface avec la Wollaston) en fonction de la fréquence de modulation électrique : représentation de la température moyenne temporelle (carré) et de l'amplitude de variation associée une fois le régime permanent établi. Ces résultats théoriques sont obtenus sous vide avec une courant de 50 mA.....	123
Figure III-12 :	Evolution des sensibilités en amplitude (a) et en phase (b) de la réponse d'une sonde thermorésistive hors contact pour une variation de 1 % de la valeur des paramètres.....	125
Figure III-13 :	Comparaison en amplitude et en phase des évolutions expérimentales (courbes continues) et théoriques (courbes discontinues) consécutives à l'estimation à 2 Hz de la conductivité thermique et du coefficient en température associé pour le sonde n° 1 sous vide.....	128
Figure III-14 :	Comparaison en amplitude et en phase des évolutions expérimentales (courbes continues) et théoriques (courbes discontinues) consécutives à l'estimation simultanée des conductivités thermique et électrique par une approche multi fréquentielle pour le sonde n° 1 sous vide.....	131
Figure III-15 :	Représentation du système sonde-échantillon [DEP2004].....	133
Figure III-16 :	Représentation de la géométrie adoptée dans la modélisation de la sonde thermo-résistive [GRO2007]. La forme conique de l'interface filament-Wollaston est intégrée par le formalisme multicouche.....	137
Figure III-17 :	Evolutions temporelles de la température à l'interface filament-Wollaston (a) et à l'extrémité du filament (b) pour un courant de sonde de 50 mA à une fréquence de 80 Hz. La courbe grise correspond à l'approche par éléments finis et la courbe noire à l'approche analytique. ....	140
Figure III-18 :	Comparaison en amplitude et en phase de la composante à $I\omega$ par l'approche théorique (losanges vides) avec l'expérience (carrés pleins) [GRO2007]. ....	141
Figure III-19 :	Approche théorique du rapport $V_{3\omega}/I_1^3$ . Les six courbes correspondent à trois courants différents sous air ambiant et sous vide : 10,0 mA, losanges et carrés ; 33,1 mA, triangles et croix ; 50,9 mA, étoiles et cercles. ....	142
Figure III-20 :	Approche expérimentale du rapport $V_{3\omega}/I_1^3$ . Les six courbes correspondent à trois courants différents sous air ambiant et sous vide : 10,0 mA, losanges et croix ; 33,1 mA, carrés et étoiles ; 50,9 mA, triangles et cercles.....	143
Figure III-21 :	Comparaison des résultats de la minimisation obtenus avec un courant de 33 mA sous vide (losanges pleins) et à pression atmosphérique (croix) aux résultats expérimentaux (respectivement carrés vides et triangles vides). ....	144
Figure III-22 :	Minimisation pour un courant de sonde 10 mA et sous vide (résultats expérimentaux : carrés, et théoriques : losanges). Les estimations de la	

	longueur, du rayon et de la conductivité thermique sont ensuite utilisées pour évaluer les réponses à 33 mA (triangles et croix) et 50 mA (étoiles et cercles). .....	145
Figure III-23 :	Conductivité thermique du filament de platine-rhodium en fonction de la température moyenne de la sonde résultant de l'application des trois courants sous une fréquence de 80 Hz. ....	147
Figure IV-1 :	Evolution expérimentale de la réponse à $3\omega$ , en amplitude et en phase, de la sonde n° 1. Trois courants sont utilisés : 50 mA, 33 mA et 10 mA. Les courbes en pointillé représentent les réponses sous vide et celles en continu les réponses à pression atmosphérique. ....	158
Figure IV-2 :	Comparaison des résultats expérimentaux et théoriques relatifs à la sonde n° 1 en fonction de la fréquence de modulation. Trois courants sont utilisés : 50 mA, 33 mA et 10 mA. Les courbes en pointillé représentent les réponses théoriques et celles en continu les réponses expérimentales. ....	159
Figure IV-3 :	Evolution du coefficient d'échange convectif en fonction de l'intensité appliquée à la sonde. Le coefficient est évalué par minimisation à partir de notre modélisation analytique par comparaison avec les résultats expérimentaux relatifs à la sonde n°1. ....	161
Figure IV-4 :	Evolution, en amplitude et en phase, de la réponse à $3\omega$ en fonction de la distance $d$ séparant l'extrémité de la sonde de la surface d'un échantillon de cuivre sur l'ensemble des huit fréquences du spectre étudié [RAP2006]. La sonde est traversée par un courant électrique de 50 mA.....	162
Figure IV-5 :	Evolution normalisée, en amplitude et en phase, de la réponse à $3\omega$ en fonction de la distance $d$ séparant l'extrémité de la sonde de la surface d'un échantillon de cuivre sur l'ensemble des huit fréquences du spectre étudié [RAP2006]. La sonde est traversée par un courant électrique de 50 mA..	163
Figure IV-6 :	Evolution de la distance caractéristique $d_c$ du phénomène d'élévation de la température de la sonde en fonction de la fréquence de modulation électrique [RAP2006]. Comparaison avec les longueurs de diffusion thermique de l'air sec et de la vapeur d'eau. Le modèle 1D est une application de l'approche multicouche du problème de propagation des ondes de diffusion thermique [GRO1997].....	164
Figure IV-7 :	Comparaison de l'évolution de la réponse à $3\omega$ en fonction de la distance $d$ pour trois échantillons de conductivité thermique variée (cuivre, nickel, verre) sous une fréquence de modulation électrique de 400 Hz. ....	165
Figure IV-8 :	Représentations de la structure géométrique adoptée pour étudier l'interaction thermique entre la sonde et l'échantillon. ....	166
Figure IV-9 :	Evolution théorique de la réponse de la sonde au cours de l'approche vers un échantillon de cuivre dans le mode de fonctionnement à courant continu de 50 mA. Ces résultats sont obtenus par application de la méthode des éléments finis pour un volume d'air purement conducteur. ....	168
Figure IV-10 :	Evolution normalisée de la réponse théorique à $3\omega$ en fonction de la distance séparant la sonde d'un échantillon de verre. Trois fréquences sont retenues : 200 Hz, 400 Hz et 800 Hz. La sonde est alimentée par un courant de 50 mA.....	168

Figure IV-11 :	Comparaison en amplitude et en phase des réponses à $3\omega$ théoriques et expérimentales en fonction de la distance sonde-échantillon. La sonde est alimentée par un courant sinusoïdal de 50 mA modulé à une fréquence de 400 Hz.....	169
Figure IV-12 :	Comparaison des réponses normalisées en fonction de la distance sonde-échantillon. La sonde est alimentée par un courant sinusoïdal de 50 mA modulé à une fréquence de 400 Hz.....	170
Figure IV-13 :	Comparaison des réponses obtenues par modélisation avec des échantillons de verre et de cuivre pour une inclinaison du filament de 60 degrés. La sonde est alimentée par un courant sinusoïdal de 50 mA modulé à une fréquence de 400 Hz. ....	171
Figure IV-14 :	Evolution théorique et normalisée de la réponse, en amplitude et en phase, en fonction de la distance sonde-échantillon pour différentes inclinaisons du filament par rapport à la surface de l'échantillon. Ces résultats sont obtenus avec un courant de sonde de 50 mA, sous une fréquence de 400 Hz. ....	172
Figure IV-15 :	Evolution de l'amplitude du phénomène (a) et de la position du maximum de la réponse relativement à l'échantillon (b) en fonction de l'inclinaison du filament. La figure (c) présente la largeur du phénomène évaluée entre les positions relatives aux maximum et minimum de la réponse. Ces résultats sont obtenus par la méthode des éléments finis sous un courant de sonde de 50 mA à une fréquence de 400 Hz. Les caractéristiques dimensionnelles de la sonde T3 sont retenues ainsi qu'un échantillon de verre. ....	173
Figure IV-16 :	Evolution du déphasage et de la position relative à l'extremum du phénomène en fonction de l'inclinaison du filament. Le déphasage est normalisé par rapport à sa valeur hors interaction sonde-échantillon. Ces résultats sont obtenus par la méthode des éléments finis sous un courant de sonde de 50 mA à une fréquence de 400 Hz. La sonde T3 est modélisée et l'échantillon est en verre.....	174
Figure IV-17 :	Evolution expérimentale de la tension aux bornes de la sonde en fonction de la distance sonde-échantillon dans le mode de fonctionnement à courant continu sous une pression environnante de 1 Pa. La distance est donnée avec une résolution de 20 nm. Les valeurs nulles représentent le contact avec l'échantillon de cuivre. L'intensité du courant circulant dans la sonde est fixée à 50 mA.....	177
Figure IV-18 :	Evolution expérimentale de la réponse à $3\omega$ en fonction de la distance sonde-échantillon pour une fréquence de modulation de 2 Hz. La pression de l'air environnant est fixée à 1 Pa. La distance est donnée avec une résolution de 20 nm. En abscisse les valeurs nulles représentent le contact avec l'échantillon de diamant. L'intensité du courant circulant dans la sonde est fixée à 50 mA. ....	177
Figure IV-19 :	Evolution expérimentale de la tension aux bornes de la sonde en fonction de la distance sonde-échantillon dans le mode de fonctionnement à courant continu à pression ambiante. L'intensité du courant circulant dans la sonde est fixée à 50 mA. Trois matériaux sont utilisés : cuivre, verre et nickel..	178
Figure IV-20 :	Evolution expérimentale de la réponse à $3\omega$ en fonction de la distance sonde-échantillon à pression ambiante. L'intensité du courant circulant dans	

	la sonde est fixée à 50 mA et modulée à une fréquence de 40 Hz. Deux matériaux sont utilisés : cuivre et verre. ....	179
Figure IV-21 :	Evaluation expérimentale de la distance de distinction de la nature de l'échantillon en fonction de la fréquence de modulation. Cette estimation est obtenue par comparaison des réponses à $3\omega$ en fonction de la distance séparant la sonde de deux échantillons : cuivre et verre. L'intensité du courant circulant dans la sonde est fixée à 50 mA. Quatre valeurs théoriques sont présentées et seront étudiées dans la suite de cette étude.....	180
Figure IV-22 :	Evolution théorique de la tension aux bornes de la sonde en fonction de la distance sonde-échantillon dans le mode de fonctionnement à courant continu à pression ambiante. L'intensité du courant circulant dans la sonde est fixée à 50 mA. Trois matériaux sont utilisés : cuivre, verre et nickel..	181
Figure IV-23 :	Evolution théorique de la réponse à $3\omega$ en fonction de la distance sonde-échantillon à pression ambiante. L'intensité du courant circulant dans la sonde est fixée à 50 mA et modulée à une fréquence de 40 Hz. Trois matériaux sont utilisés : cuivre, verre et nickel.....	182
Figure IV-24 :	Evolution théorique de la réponse à $3\omega$ en fonction de la distance sonde-échantillon à pression ambiante. L'intensité du courant circulant dans la sonde est fixée à 50 mA et modulée à une fréquence de 400 Hz. Trois matériaux sont retenus : cuivre, verre et nickel. ....	183
Figure IV-25 :	Comparaison entre les réponses théoriques et expérimentales en amplitude et en phase. Les réponses à $3\omega$ sont relevées au cours de l'approche vers un échantillon de nickel sous un courant de 50 mA modulé à la fréquence de 400 Hz.....	184
Figure V-1 :	Définition géométrique de la surface d'échange par intersection de la sonde et de l'échantillon. La représentation est réalisée dans le plan de symétrie. a : contact ponctuel, b : contact pour une profondeur d'indentation de 500 nm. ....	192
Figure V-2 :	Evolution fréquentielle de la sensibilité en amplitude (a) et en phase (b) de la réponse à $3\omega$ d'une sonde thermorésistive pour une variation de 10 % de la surface et de la conductance de contact. ....	193
Figure V-3 :	Sensibilité de la réponse à $3\omega$ aux propriétés de l'échantillon (conductivité thermique, chaleur spécifique et masse volumique) en fonction de la fréquence de modulation du courant d'alimentation. ....	194
Figure V-4 :	Evolution fréquentielle des sensibilités en amplitude (a) et en phase (b) de la réponse d'une sonde thermorésistive en contact pour une variation de 10 % de la conductivité thermique de l'échantillon. Quatre échantillons de conductivité thermique bien distincte sont retenus.....	194
Figure V-5 :	Réponses normalisées à $3\omega$ , en amplitude et en phase, en fonction de la conductivité thermique de l'échantillon. Les réponses selon huit fréquences de modulation sont étudiées. Le courant d'alimentation est de 50 mA. ....	195
Figure V-6 :	Evolution de la réponse à $3\omega$ (valeur efficace) d'une sonde thermorésistive en contact sous vide. Le courant électrique de 50 mA est modulé à la fréquence de 2 Hz. L'origine du contact (en zéro) est déterminée par la première variation de la réponse (voir paragraphe IV-3.2.1). Les valeurs	

	négatives de la distance sonde-échantillon caractérisent le dépassement de la position de contact. ....	196
Figure V-7 :	Evolution de la conductance thermique du contact solide-solide en fonction de la force d'application de la sonde n° 1 sur un échantillon de cuivre. ...	198
Figure V-8 :	Comparaison des conductances thermiques de contact nécessaires au modèle théorique pour reproduire la réponse expérimentale en fonction de la force d'application de la sonde. Trois matériaux sont utilisés : verre (carré), tantale (triangle) et cuivre (losange). ....	199
Figure V-9 :	Image topographique (10 $\mu\text{m}$ x 10 $\mu\text{m}$ ) de la surface d'un échantillon de cuivre obtenue avec une sonde AFM. Exception faite des irrégularités (pics), deux niveaux de rugosités sont identifiés. L'analyse révèle une « micro-rugosité » $Ra$ de 2 nm.....	201
Figure V-10 :	Image obtenue par microscopie électronique à balayage du filament de Pt <sub>90%</sub> -Rh <sub>10%</sub> pour un grossissement de 10000.....	202
Figure V-11 :	Images thermique (a) et topographique (b) d'un échantillon de vanadium dans le mode fonctionnement à courant continu.....	205
Figure V-12 :	Images thermique (a) et topographique (b) d'un échantillon de vanadium dans le mode fonctionnement à courant alternatif. La fréquence de modulation est fixée à 200 Hz. Les cercles noirs présentent une sélection des différences perceptibles avec l'acquisition en mode continu. ....	205
Figure V-13 :	Image en coupe, obtenue au microscope optique, d'un fil conducteur inclus dans une résine isolante. ....	206
Figure V-14 :	Images thermique (a) et topographique (b) d'un fil d'or (zone claire) dans une résine suivant le mode fonctionnement à courant continu.....	206
Figure V-15 :	Images thermique (a) et topographique (b) d'un fil d'or (zone foncée) dans une résine suivant le mode fonctionnement à courant alternatif. La fréquence de modulation est fixée à 800 Hz. Les cercles noirs signalent les zones d'intérêt.....	207
Figure V-16 :	Superposition de deux acquisitions thermiques respectivement sous un courant continu et sous une fréquence de 800 Hz. Les zones noires caractérisent l'augmentation de la conductivité thermique résultante du mode alternatif. ....	207
Figure V-17 :	Réponse à $3\omega$ normalisée, en amplitude et en phase, en fonction de la profondeur d'un défaut sphérique de 1 $\mu\text{m}$ de rayon situé à la verticale du contact. L'échantillon est en verre et le défaut est en cuivre.....	209
Figure V-18 :	Réponse à $3\omega$ normalisée, en amplitude et en phase, en fonction de la profondeur d'un défaut sphérique de 1 $\mu\text{m}$ de rayon situé à la verticale du contact. L'échantillon est en cuivre et le défaut est en verre.....	209
Figure V-19 :	Comparaison de la réponse à $3\omega$ normalisée, en amplitude et en phase, en fonction de la profondeur d'un défaut sphérique de 1 $\mu\text{m}$ de rayon situé à la verticale du contact. Deux surfaces de contact sont considérées. Les demi-grands et demi-petits axes du contact elliptique sont respectivement de 65 nm et 120 nm dans la première configuration et de 550 nm et 1000 nm dans la seconde. La fréquence de modulation du courant électrique est de 2 Hz. L'échantillon est en verre et le défaut est en cuivre.....	210



# Liste des tableaux

Tableau I-1 :	Conductances thermiques et rayons de contact correspondants pour les quatre modes caractérisant le transfert de chaleur entre la sonde et l'échantillon [LEF2006].....	54
Tableau II-1 :	Caractéristiques thermophysiques des pointes thermiques à 20 °C [TOP1997] [GOM1999a].....	75
Tableau II-2 :	Evaluations des courants de sonde utilisés expérimentalement. ....	82
Tableau II-3 :	Valeurs mesurées des résistances constitutives du pont de Wheatstone.....	85
Tableau III-1 :	Tableau récapitulatif des paramètres géométriques du filament résistif de quatre sondes thermiques.....	103
Tableau III-2 :	Tableau récapitulatif des résistances globales et du filament pour quatre sondes thermo-résistives. Les mesures ont été réalisées à une température ambiante de 22 °C.....	105
Tableau III-3 :	Evaluation de la résistivité électrique du filament de platine-rhodium (90% - 10%) pour quatre sondes thermorésistives. Les valeurs présentées sont obtenues à partir des mesures expérimentales de la résistance électrique, de la longueur et du diamètre du filament. ....	106
Tableau III-4 :	Evaluation expérimentale du coefficient de variation en température de la résistivité électrique du filament de platine-rhodium (90% - 10%) pour quatre sondes thermorésistives. ....	106
Tableau III-5 :	Paramètres caractéristiques permettant une génération automatique du maillage.....	117
Tableau III-6 :	Estimation théorique de la conductivité thermique et du coefficient en température associé de l'alliage de Pt <sub>90%</sub> -Rh <sub>10%</sub> pour quatre sondes thermorésistives. Ces évaluations prennent en compte la réponse de la sonde seule sous vide. La conductivité thermique et le coefficient en température associé sont évalués à partir de la réponse à $3\omega$ pour des courants respectivement de 10 mA et 50 mA sous une fréquence de 2 Hz. (* valeurs obtenues avec l'extrapolation de la mesure sous un courant de 10 mA)...	127
Tableau III-7 :	Evolution du rapport des réponses à $3\omega$ sous des intensités de 10 mA et 50 mA pour trois sondes données. Les réponses sont obtenues sous vide et sous une fréquence de modulation de 2 Hz.....	128
Tableau III-8 :	Estimation théorique par une approche tri fréquentielle (2, 80 et 1500 Hz) des conductivités thermique et électrique du filament de Pt <sub>90%</sub> -Rh <sub>10%</sub> pour quatre sondes thermorésistives. Un courant électrique de 50 mA circule dans la sonde. ....	130
Tableau III-9 :	Résultats des minimisations concernant les conductivités thermiques, résistivités électriques, températures moyennes à 1500 Hz et [80 Hz] pour les trois courants étudiés. ....	146

Tableau III-10 :	Synthèse des valeurs obtenues par minimisation relatives aux modélisations analytique et par éléments finis. Les conductivités thermique et électrique sont évaluées pour trois des quatre sondes considérées précédemment à partir de mesures réalisées sous vide avec un courant de 50 mA. ....	148
Tableau IV-1 :	Valeurs du coefficient d'échange convectif pour les quatre sondes thermorésistive étudiées. Ces valeurs sont obtenues par minimisation relativement aux résultats expérimentaux correspondant à un courant de 50 mA pour les trois fréquences retenues (2 Hz, 80 Hz, 1500 Hz). Les incertitudes résultent du pas des itérations et sont données à titre indicatif. ...	158
Tableau IV-2 :	Résultats des minimisations concernant le coefficient d'échange convectif à la surface du filament pour les trois courants étudiés. ....	160
Tableau IV-3 :	Propriétés thermiques des matériaux utilisés dans nos diverses approches théoriques [INC1985]. ....	167
Tableau IV-4 :	Tableau récapitulatif des seuils de distinction théoriques suivant l'amplitude et le déphasage des réponses à $3\omega$ relatif aux échantillons de cuivre et de verre. Ces distances de la surface de l'échantillon sont évaluées lorsque l'écart entre les réponses est égal à $5.10^{-6}$ volts pour les amplitudes et $5.10^{-2}$ degrés pour les phases. ....	183
Tableau V-1 :	Force exercée par la pointe et longueurs caractéristiques de la forme elliptique de la surface de contact solide-solide en fonction du déplacement de l'extrémité de la pointe après le contact avec un échantillon de cuivre. ....	198
Tableau V-2 :	Données caractéristiques de la rugosité des matériaux mis en contact et estimation analytique de la conductance de contact solide-solide pour une force d'application de la sonde de $6,2 \mu\text{N}$ . ....	203

# Introduction générale

La microscopie thermique à sonde locale (S<sub>Th</sub>M : Scanning Thermal Microscopy) est une science récente. Développée depuis le milieu des années 80, elle permet l'étude des champs de température et des propriétés thermiques des matériaux aux échelles micrométrique et nanométrique. Les performances de cet instrument dépendent essentiellement de la sonde thermique mise en oeuvre. Utilisant cette dernière à la fois comme source et détecteur de chaleur, le mode de fonctionnement à courant alternatif doit permettre l'analyse de la matière en profondeur et renseigner sur son comportement dynamique à travers la mesure de la diffusivité thermique.

Ce travail de thèse poursuit le développement de la microscopie thermique à sonde locale au sein de mon laboratoire d'accueil, le GRESPI (Groupement de Recherche en Sciences pour l'Ingénieur). Succédant à de précédents travaux relatifs au mode continu, l'objectif de ce travail réside dans la mise en évidence des spécificités intrinsèques au mode de fonctionnement à courant alternatif. Pour ce faire des approches expérimentales et théoriques ont spécialement été développées.

La présentation de ces travaux s'organise en cinq chapitres s'articulant autour de l'indentification et de l'estimation des paramètres caractéristiques du bilan thermique de la sonde à travers l'étude de sa réponse au troisième harmonique. Le premier chapitre s'attache à l'étude bibliographique des travaux marquants le développement de la microscopie thermique. Il présente, entre autre, les motivations justifiant la démarche adoptée pour ce travail.

Le second chapitre est consacré à la description du dispositif expérimental. L'étude du dispositif commercial nous conduit au développement d'un montage électronique dédié au mode alternatif. Cette réalisation est l'occasion de faciliter la modélisation électrothermique de la sonde à travers un contrôle parfait du courant circulant dans le filament. Afin d'analyser les différents flux de chaleur participant à l'équilibre thermique de la sonde, un montage expérimental est spécialement mis au point. Constitué d'une enceinte à vide et d'une platine de positionnement, il permet le contrôle précis des flux de chaleur échangés et de la distance séparant la sonde de l'échantillon.

La réalisation de mesures quantitatives nécessite une connaissance précise des paramètres caractéristiques de la sonde thermorésistive. Le troisième chapitre aborde tout d'abord l'estimation expérimentale de la longueur et du rayon de l'élément chauffant de la sonde. Deux approches théoriques distinctes sont ensuite présentées. La première dite analytique repose sur une description unidimensionnelle du système et se caractérise par sa rapidité d'exécution. La seconde se base sur une décomposition par éléments finis d'une description tridimensionnelle de la sonde. Cette approche, bien que fidèle à la réalité expérimentale, réclame en contre partie une durée de résolution très nettement supérieure.

L'application d'une méthode inverse, par confrontation aux mesures expérimentales obtenues sous vide, permet l'évaluation des propriétés électriques et thermiques du filament de platine rhodium (90 % - 10 %).

Le quatrième chapitre étudie la réponse de la sonde au troisième harmonique à pression atmosphérique. Une première approche, relative à une sonde seule, conduit à l'estimation des pertes convectives à la surface du filament. Les interactions hors contact entre la sonde et l'échantillon sont ensuite analysées par des approches expérimentales et théoriques. Elles permettent ainsi la mise en évidence d'un phénomène inattendu localisé entre le filament chauffant et la surface de l'échantillon. Confronté aux mesures expérimentales, notre modélisation numérique tridimensionnelle est ensuite appliquée à l'étude de la réponse en fonction de la distance sonde-échantillon sur une plage de grandeurs allant de l'échelle millimétrique à l'échelle nanométrique.

Pour finaliser ce travail, le cinquième chapitre aborde l'influence des propriétés thermiques de l'échantillon sur la réponse de la sonde. Les paramètres prédominants sont ainsi identifiés. L'analyse de l'état de surface des matériaux mis en contact (échantillon et filament), à travers l'évaluation des dimensions des micro et nano-aspérités, conduit à l'estimation des conductances thermiques de contact. Notre modélisation tridimensionnelle par éléments finis, développée tout au long des précédents chapitres, est ensuite appliquée à l'étude de la sensibilité de la réponse à la présence d'un défaut sub-surfacique.

# **Chapitre I :**

## **La microscopie thermique à sonde locale**



## ***Introduction***

La volonté d'étudier les propriétés des matériaux à des échelles toujours plus petites a conduit les scientifiques à développer et mettre au point des instruments de plus en plus précis. Ces recherches se sont vues dynamisées par l'avènement de la mécanique quantique laquelle a permis la mise au point de la microscopie à effet tunnel (STM). Ce nouvel instrument est à l'origine d'une vaste descendance formant la famille des microscopies dites à champ proche. On peut citer par exemple le microscope à force atomique (AFM), le microscope thermique, le microscope à force de friction, le microscope à force magnétique (MFM), le microscope à force électrostatique (EFM) et le microscope à capacité (SCM).

Le microscope thermique est le fruit des recherches visant à augmenter la résolution des moyens d'étude des propriétés thermiques des matériaux. Dans la première partie de ce chapitre, nous reviendrons sur la genèse de cette microscopie et compléterons la revue bibliographique initiée par *N. Trannoy* et *S. Gomès* [TRA1997] [GOM1999a]. Ensuite les différentes approches de la mesure des propriétés thermiques des matériaux seront abordées à travers la présentation des deux principales méthodes d'analyse. Une revue bibliographique sera réalisée au sujet de l'élément primordial à toutes mesures quantitatives : la résistance thermique de contact. Ces revues, loin d'être exhaustive, présenteront en priorité les résultats utilisés dans la suite de ce travail. Enfin nous terminerons ce chapitre par la présentation des motivations de notre approche.

### **I.1 Les microscopies thermiques à sonde locale**

La microscopie thermique à sonde locale (S<sub>Th</sub>M) fait partie des méthodes de caractérisation des propriétés thermiques de la matière. Elle est l'un des éléments les plus importants de l'éventail des méthodes disponibles que sont par exemple les microscopies photoacoustique et photothermique. La particularité de cette approche réside dans l'utilisation d'une sonde thermique venant en contact avec la surface d'un échantillon. Le balayage de cette surface couplé à l'analyse de l'évolution thermique de la sonde fournit une représentation de la répartition des propriétés thermiques des matériaux. Les performances de cet instrument reposent principalement sur les caractéristiques de la sonde thermique utilisée [THIERY].

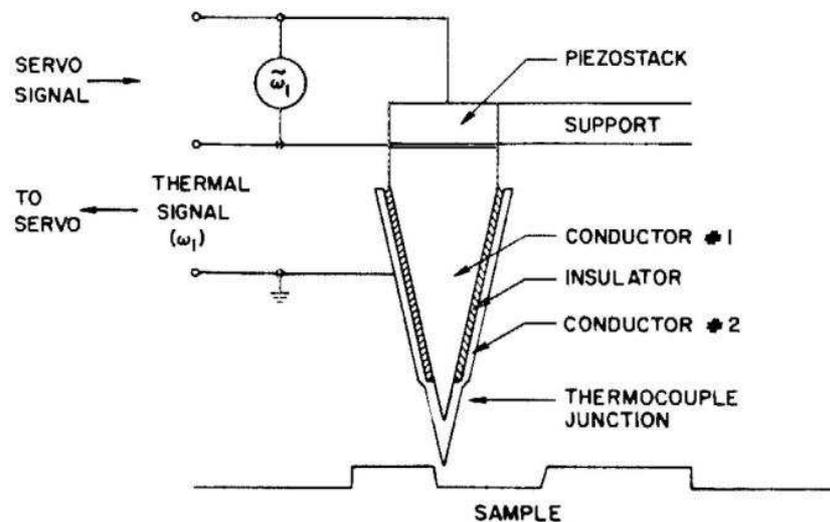
Après une présentation rapide des deux principales étapes de sa conception, nous nous attarderons donc sur l'élément central de cette technique que constitue la sonde thermique. Une revue bibliographique présentera ainsi une liste non exhaustive des différentes sondes mises au point.

## I.1.1 Le développement historique

### I.1.1.1 Sur une base STM

Mis au point en 1982 par *Binnig et al.*, le microscope à effet tunnel (Scanning Tunneling Microscope : STM) est le premier d'une longue série d'instrument basé sur le principe de sonde locale [BIN1982a] [BIN1982b]. Son élaboration repose sur une approche théorique initiée par le développement de la mécanique quantique au début du 20<sup>ème</sup> siècle. Son principe se résume en une probabilité non nulle qu'ont les électrons de franchir une mince couche de vide, c'est-à-dire une barrière de potentiel donnée. En pratique il consiste à approcher une pointe de dimensions nanométriques à une très faible distance d'un matériau. La mécanique quantique prédit que la probabilité de passage varie en fonction de la distance sonde-échantillon. Le courant de sonde généré par l'effet tunnel est alors sensible, pour une position de sonde donnée, à la densité électronique de surface. Toutefois cette technique est limitée à l'étude des échantillons conducteurs.

Dans le but d'étendre le champ d'application de ce microscope, *Williams et Wickramasinghe* ont développé le *Scanning Thermal Profiler* [WIL1986a]. Cette technique est la première à coupler la microscopie à champ proche et la thermique. La pointe conventionnelle du STM est remplacée par une sonde thermocouple (figure I-1). Cette dernière est constituée d'un filament de tungstène taillé en pointe et recouvert d'une couche d'isolant hormis en son extrémité. Une couche de nickel est ensuite déposée sur l'ensemble afin de réaliser une jonction thermocouple en son extrémité d'une dimension de 100 nm. Chauffée par un courant électrique, la sonde est amenée au plus près de la surface de l'échantillon. Un transfert de chaleur s'équilibre alors et varie en fonction de la distance sonde-échantillon. L'asservissement vertical de la pointe est réalisé par le maintien de la température de la pointe et permet l'étude du relief de la surface. D'après les auteurs, la sensibilité aux variations de la température est inférieure à 0,1 mK et offre une résolution en profondeur de 3 nm. La résolution latérale est estimée à 100 nm. Le principal intérêt de cette configuration réside dans sa capacité à étudier les matériaux isolants tels que les échantillons biologiques [WIL1986b].



**Figure I-1: Schéma de principe de la sonde thermocouple utilisée dans le Scanning Thermal Profiler de Williams et Wickramasinghe [WIL1986a].**

Des variantes de cette configuration se proposent de cartographier la température en surface d'échantillons :

◆ *Williams et al.* étudient la température de surface en chauffant l'échantillon par un courant alternatif [WIL1986b]. En 1988, la même équipe chauffe l'échantillon par l'application d'un faisceau laser en face arrière de manière à relever simultanément la topographie et la carte de température [WIL1988]. Cependant il est observé que l'échauffement de l'échantillon modifie l'apparence de la carte de relief de sa surface. Cette conclusion est reprise en 1993 par *Majumdar* jugeant qu'il est difficile de séparer les variations de température de celles de la topographie [MAJ1993].

◆ La spectroscopie d'absorption photothermique est une technique basée sur la capacité des éléments chimiques d'un matériau à absorber la lumière à des longueurs d'onde caractéristiques. En 1989, *Weaver et al.* ont adapté ce principe au STM afin de réaliser le *Tunneling Thermometer* [WEA1989]. Pour améliorer la résolution de l'instrument, ils ont remplacé le thermocouple précédent par le couple pointe-échantillon. La résolution en température de ce thermocouple est estimée à 0,01 K.

◆ En remplaçant l'excitation optique par un chauffage électrique, *Williams et al.* ont détecté le gradient du potentiel chimique en fonction de la température à la surface d'un semi-conducteur [WIL1990]. Cette technique appelée *Scanning Chemical Potential Microscope* présente une résolution proche de la résolution atomique.

◆ En 1996, *Oesterschulze et al.* choisissent d'illuminer directement la pointe avec un faisceau laser modulé [OES1996]. Testée sur un substrat de silicium recouvert d'une grille en chrome ainsi que sur un film de diamant, cette technique présenterait une résolution latérale de 30 nm.

### ***1.1.1.2 Sur une base AFM***

Le microscope à force atomique AFM constitue l'une des premières techniques dérivées du STM [BIN1986]. Elle repose sur l'interaction pointe-échantillon qui met en jeu des forces de différentes natures telles que les forces de Van der Waals, de répulsion, d'adhésion, de capillarité ou encore les forces électrostatique et magnétique... La mesure de ces forces est réalisée par l'intermédiaire des déformations qu'elles entraînent dans le support de la pointe étudiée, *via* une méthode optique. La dimension expérimentale de ce procédé sera abordée dans le chapitre suivant. Ce type de microscopie offre ainsi la possibilité d'étudier la topographie des matériaux isolants et conducteurs.

Le développement de la microscopie thermique sur la base de l'AFM débute avec les travaux de *Nonnenmacher et al.* au début des années 90 [NON1991] [NON1992]. Les auteurs utilisent une pointe AFM traditionnelle chauffée et disposée à quelques nanomètres de la surface de l'échantillon. Ils démontrent alors que le champ de force électrostatique caractéristique du potentiel de contact est sensible au changement de température des

matériaux. En pratique la pointe est recouverte d'une couche d'or. L'échantillon est en silicium et possède une structure rectangulaire de SiO<sub>2</sub> dont l'ensemble est recouvert d'une couche de tungstène. Cette technique permet la cartographie des variations de la conductivité thermique des matériaux conducteurs.

Depuis le milieu des années 90, le développement de la microscopie thermique se concentre sur la mise au point de microsondes thermiques. Trois types de sonde peuvent être distingués : les jonctions thermocouples, les pointes thermorésistives et les microleviers bimétalliques.

### 1.1.1.3 Les microsondes thermiques

Les pointes à thermocouple reposent sur la capacité qu'ont deux matériaux distincts à générer une différence de potentiel autour de leur zone de contact. Cette tension présente la particularité de varier de façon proportionnelle à la température de la jonction. Lorsque la sonde est approchée d'un échantillon, un transfert de chaleur s'établit entre eux. Les modifications résultantes de l'équilibre thermique sont alors rendues disponibles à travers les variations du potentiel de jonction.

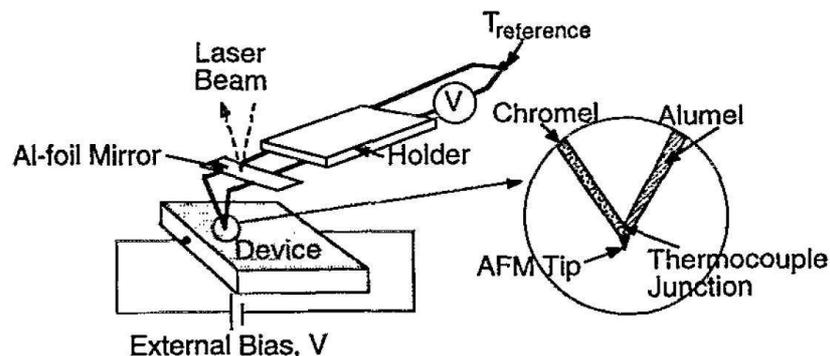


Figure I-2 : Schéma de principe de l'AFM muni d'une pointe thermocouple [MAJ1993].

En 1993, *Majumdar et al.* ont associé ce principe à l'AFM [MAJ1993]. Leur pointe thermocouple est formée à partir d'un fil de chromel et d'un fil d'alumel dont la jonction présente un contact de 25  $\mu\text{m}$  de diamètre (figure I-2). Un second thermocouple, dit de référence, est maintenu à température ambiante de façon à évaluer l'élévation de température. Durant le balayage de la surface d'un transistor, l'équilibre thermique de la pointe est mesuré pour une tension d'alimentation de l'échantillon donnée. Ces variations de la tension thermoélectrique renseignent sur la répartition des sources de chaleur interne à l'échantillon. La résolution en température annoncée est de 1 K. Afin d'améliorer la résolution latérale, les auteurs ont travaillé sur l'augmentation de la finesse de la pointe [MAJ1995]. Pour ce faire ils ont collé à l'extrémité du thermocouple une petite pointe de diamant. Toutefois cette modification n'apporte pas d'amélioration significative de la résolution latérale qui reste de l'ordre de 500 nm. De plus ce type de sonde est difficile à réaliser.

En 1997, l'équipe de *Majumdar* se base sur un microlevier AFM en nitrure de silice pour réaliser une nouvelle pointe [LUO1997a]. Chaque bras du microlevier en forme de V est

recouvert respectivement d'une fine couche d'or et de platine. La superposition de ces deux couches à l'extrémité du microlevier forme une jonction thermocouple de 40  $\mu\text{m}$ . Cependant à l'instar des précédentes sondes, la résolution latérale n'est pas améliorée. Par contre la sensibilité en température est estimée à 0,1 K. Cette équipe a également travaillé sur une variante de cette sonde en localisant la jonction thermocouple à l'extrémité de la pointe pyramidale d'une microsonde AFM [LUO1997b]. Pour cela la microsonde est recouverte d'une succession de trois films respectivement d'or, d'oxyde de silicium et de nickel ou de platine. La couche d'oxyde recouvre l'ensemble de la sonde à l'exception du sommet de la pyramide afin d'aménager une jonction thermocouple de 100 à 300 nm de diamètre. Les résolutions spatiales et en température de cette pointe sont respectivement annoncées de 10 à 20 nm et de 0,056 K. Sa sensibilité en température est de 10  $\mu\text{V/K}$  et son temps de réponse est de l'ordre de 0,15 ms.

*Suzuki et al.* ont eu l'idée d'intégrer un microthermocouple à la structure même de la pointe pyramidale [SUZ1996]. Pour ce faire les auteurs ont déposé, de part et d'autre d'un microlevier en matériau isolant, deux films métalliques reliés à l'extrémité de la pointe. La jonction thermocouple résultante est plus importante que pour les autres sondes mais la pointe présente un rayon de courbure de 10 nm. La sensibilité en température de cette sonde est annoncée à 8,43  $\mu\text{V/K}$ .

Les pointes thermorésistives représentent la deuxième catégorie de sondes équipant les microscopes thermiques. Elles se caractérisent par un élément thermorésistif qui transforme un courant électrique en chaleur par effet Joule. Ce type de sonde présente la particularité de fonctionner aux basses comme aux hautes températures. Au contraire du précédent type de sonde, les pointes thermorésistives peuvent être utilisées suivant deux modes de fonctionnement :

- ◆ Le mode est dit passif lorsque le courant circulant dans l'élément résistif est suffisamment faible pour ne pas l'échauffer. La sonde fonctionne alors comme un thermomètre.

- ◆ Le mode est dit actif lorsque le courant chauffe l'élément thermorésistif. Dans ce cas la sonde joue le double rôle de source et de détecteur de chaleur.

Ces deux modes de fonctionnement seront précisés dans le chapitre suivant.

En 1994 *Dinwiddie et al.* sont les premiers à mettre au point une sonde de ce type [DIN1994]. Le microlevier traditionnel de la sonde AFM est remplacé par un fil de Wollaston de 75  $\mu\text{m}$  de diamètre plié en son milieu. Cette extrémité en forme de V est attaquée chimiquement de façon à faire apparaître un élément résistif en platine-rhodium de 5  $\mu\text{m}$  de diamètre et de 200  $\mu\text{m}$  de longueur. La même année la sonde est utilisée par l'équipe de *Balk* pour caractériser des composants électroniques. La résolution latérale est estimée inférieure à 200 nm [MAY1994].

Dans le but d'apporter une amélioration de la résolution spatiale, une sonde thermorésistive basé sur une sonde AFM en nitrure de silicium a été développée par *Mills et*

al. [MIL1999]. Pour ce faire l'élément actif est obtenu par déposition d'une fine bande résistive en Platine directement sur la pointe pyramidale (figure I-3). Alimenté par deux pistes en Aluminium, ce pont électrique mesure approximativement  $1\ \mu\text{m}$  de largeur et  $6\ \mu\text{m}$  de longueur pour une épaisseur de  $0,25\ \mu\text{m}$  et une résistance de 1 à 2  $\text{k}\Omega$ . La figure I-3 représente une vue de l'extrémité de cette sonde obtenue par microscopie électronique à balayage. Cette sonde est utilisée à pression atmosphérique et à température ambiante et se trouve alimentée par un courant continu de  $400\ \mu\text{A}$  afin de l'échauffer. Les auteurs estiment la résolution latérale à  $100\ \text{nm}$  et la résolution en profondeur à  $200\ \text{nm}$ .

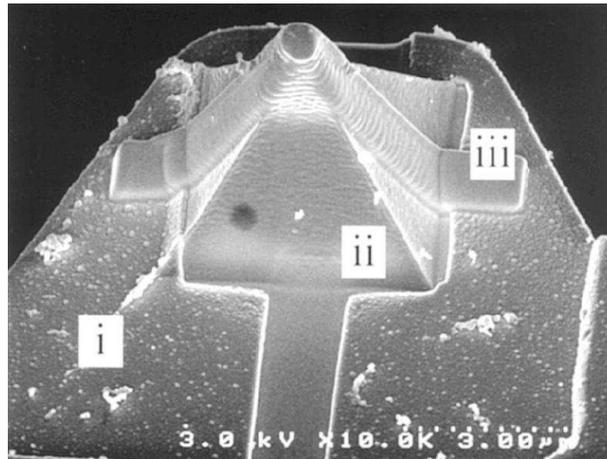


Figure I-3 : Image obtenue par microscopie électronique à balayage par l'équipe de Mills [MIL1999]. Une bande résistive en Platine (iii) recouvre une pointe pyramidale d'une sonde classique d'AFM (ii) et se trouve raccordée au dispositif électrique *via* deux contacts en Aluminium (i).

La troisième catégorie est constituée des sondes bimétalliques. Ce type de sonde présente un bras de levier composé d'une superposition de lamelles en métal divers. Le principe de fonctionnement de ces pointes repose sur la capacité des matériaux à se dilater ou se contracter en fonction de leur température. Cette capacité varie d'un matériau à l'autre. Ainsi les variations de température induisent des déflexions du bras de levier dans le plan perpendiculaire aux lamelles. Les déformations sont alors mesurées par la déviation d'un faisceau laser (figure I-4). De part leur principe de fonctionnement, les pointes bimétalliques permettent essentiellement les relevés de contraste de température.

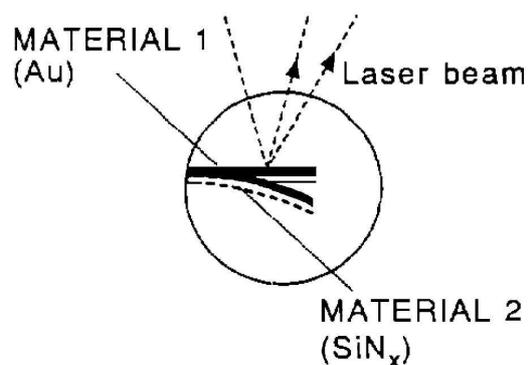
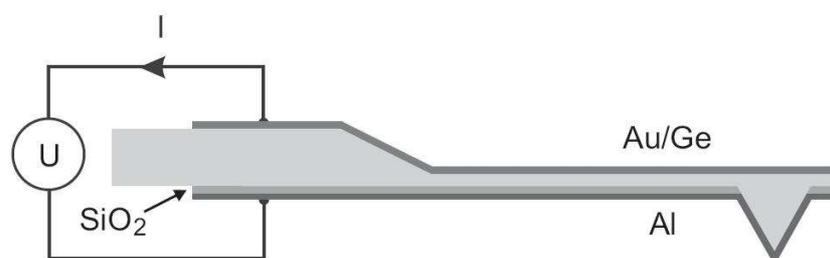


Figure I-4 : Représentation schématique d'une pointe thermomécanique [GME1998].

En 1994 *Gimzewski et al.* mettent au point une sonde bimétallique à partir d'un microlevier de silicium en forme de V recouvert d'un film d'aluminium de 400 nm [GIM1994]. La résolution annoncée en température est de 0,01 mK, et son temps de réponse est inférieur à 3 ms. Les auteurs montrent que cette sonde peut être utilisée comme un microcalorimètre. Sa résolution énergétique est estimée à quelques nJ.

D'autres sondes bimétalliques ont été mises au point. Ainsi en 1994 *Barnes et al.* réalisent une sonde en nitrure de silicium classique recouvert d'un film d'or. Les auteurs atteignent alors une résolution énergétique de 150 fJ [BAR1994]. En 1995, *Nakabeppu et al.* utilisent ce type de sonde pour mesurer un champ de température avec une résolution de 0,1 mK et une résolution spatiale de 400 nm [NAK1995]. En 1996 *Berger et al.* décrivent une pointe similaire recouvert d'un film d'or de 50 nm [BER1996]. L'année suivante *Lai et al.* montrent que l'épaisseur des films métalliques peut être optimisée afin d'améliorer la sensibilité thermique des sondes bimétalliques [LAI1997]. Réalisée par un dépôt d'or ou d'aluminium sur un microlevier en  $\text{SiN}_x$  de 0,5  $\mu\text{m}$  d'épaisseur, cette sonde permet d'atteindre une résolution en température de 2  $\mu\text{K}$  ainsi qu'une résolution en puissance et en énergie respectivement de 80 pW et 10 fJ.

Un autre type de sonde thermique repose sur l'incorporation d'une diode Schottky à l'extrémité de la pointe [HEI1998]. Cette sonde est basée sur un microlevier en GaAs. Sur sa face inférieure est déposé un film de  $\text{SiO}_2$  de 400 nm excepté sur la pointe (figure I-5). La diode est obtenue en recouvrant l'ensemble  $\text{SiO}_2$ -pointe d'une couche d'aluminium mesurant 500 nm d'épaisseur sur l'oxyde et 20 nm sur la pointe. Une couche de Au/Ge, d'environ 50-100 nm, est déposée sur la face opposée de façon à réaliser un contact ohmique et de contrôler le courant électrique circulant à travers la jonction Al/GaAs. La dépendance en température de la tension aux bornes de cette diode offre une sensibilité de 2,4  $\text{mV.K}^{-1}$  pour un courant de l'ordre de 1 à 1,5 mA.



**Figure I-5 :** Schéma de principe d'une sonde basée sur le principe de diode Schottky [HEI1998].

La même année *Leinhos et al.* ont présenté une sonde thermique à diode Schottky basée sur une jonction Ti/Si [LEI1998]. Ces derniers emploient un microlevier classique en silicium de 700  $\mu\text{m}$  de long, 60  $\mu\text{m}$  de large et 6  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. Afin de localiser l'effet Schottky, la sonde est recouverte d'une couche d'oxyde de silicium de 130 nm à l'exception de l'extrémité de la pointe. Une couche de titane de 100 nm est ensuite déposée ce qui permet d'obtenir une jonction Schottky de forme pyramidale de 500 nm de hauteur et de 350 nm de diamètre à la base. Le rayon de courbure de cette sonde est alors d'environ 150  $\mu\text{m}$ . Les

auteurs ont également conçu une variante de leur sonde dans le but d'améliorer sa finesse et d'étendre son domaine d'application au SNOM. Pour ce faire l'extrémité de la pointe est attaquée chimiquement afin de faire apparaître la pointe en silicium dont le rayon de courbure est estimé à 20 nm. La sonde ainsi constituée présente une fréquence de résonance de 17 kHz et une sensibilité de  $3 \text{ mV.K}^{-1}$ .

## I.1.2 Développement de sondes thermiques

La microscopie thermique à sonde locale est une discipline d'actualité. Dans un souci constant d'amélioration de ces performances, l'effort de recherche se répartit essentiellement sur deux domaines : la mise au point de sondes thermiques toujours plus résolutes et sensibles d'une part, et l'élaboration de nouveaux mécanismes d'acquisition d'autre part. Ce paragraphe aborde l'état de l'art de ces thématiques à partir de 1999 au travers d'une liste non exhaustive des récentes innovations.

L'équipe de *Rangelow et al.* a mis au point une sonde reposant sur un filament thermorésistif de dimensions nanométriques [RAN2001]. Ce filament de platine, intégré à un microlevier piézorésistif, est obtenu par déposition suivant deux méthodes : les dépositions par faisceau d'ions focalisé et par faisceau induit d'électrons. Les auteurs obtiennent ainsi un filament de 70 nm de diamètre (figure I-6). Cette sonde leur permet d'atteindre une résolution spatiale inférieure à 80 nm ainsi qu'une résolution thermique de  $10^{-3} \text{ K}$ . La sensibilité est estimée de l'ordre de  $2 \mu\text{V.K}^{-1}$ .

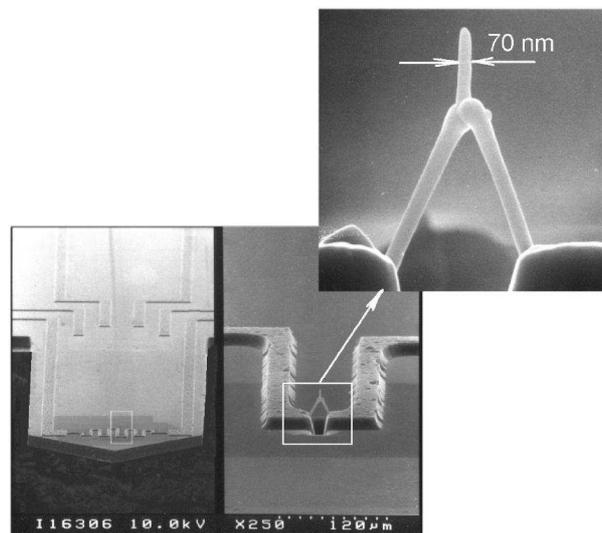
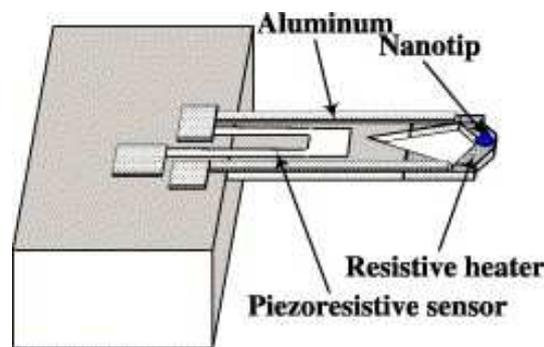


Figure I-6 : Représentation de la sonde mise au point par *Rangelow et al.* [RAN2001].

Actuellement les efforts de développement de ce type de sonde sont orientés vers la maîtrise de la dynamique du microlevier piézorésistif [GOT2003] [IVA2003]. Il est en particulier démontré que la sensibilité aux déformations verticales du microlevier est maximale aux hautes fréquences (50-60 kHz) pour atteindre une valeur limite de 0,01 nm sur une bande passante de 100 Hz. De plus cette sensibilité apparaît d'autant plus grande que l'excitation thermique est localisée à l'extrémité du microlevier.

Justifié par le développement rapide des technologies de l'information, de nouveaux principes de stockage à haute densité sont développés. L'équipe de *Yang* a associé une jonction thermorésistive et un capteur piézoélectrique pour former une sonde AFM [YAN2006]. Bénéficiant de la technologie des NEMS, l'élément piézoélectrique est intégré à la base du microlevier tandis que l'élément chauffant, situé à l'autre extrémité, supporte une micro-pointe en silicium (figure I-7). Cette micro-pointe, formée par gravure et oxydation à 950 °C, présente un rayon de courbure de 30 nm. Le temps de montée à une température de 90 °C est estimé à 3 μs, ce qui permet d'atteindre une fréquence d'écriture théorique de 100 kHz. La sensibilité du capteur piézoélectrique est estimée à  $5,41 \times 10^{-4} \cdot R$  (où  $R$  est sa résistance nominale). Elle permet ainsi de distinguer des déplacements verticaux de 20 nm. Cette sonde permet d'atteindre une densité d'écriture de 31,6 Gb/in<sup>2</sup>.



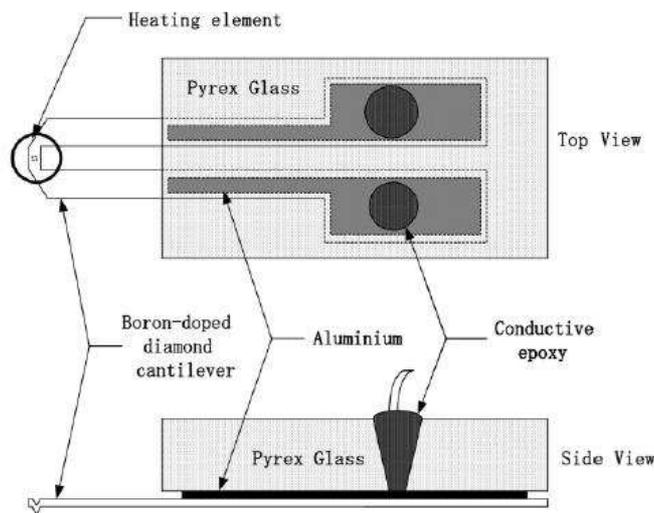
**Figure I-7 :** Structure schématique de la sonde proposée par *Yang et al.* pour le stockage d'information à haute densité [YAN2006].

Avec l'objectif de s'affranchir du système de détection laser nécessaire à l'étude topographique de la surface de l'échantillon, l'équipe de *McNamara* a développé un nouveau type de sonde thermique [MCN2005]. La particularité de cette sonde réside dans un microlevier constitué en polyimide. Ce matériau est un bon isolant thermique et d'une grande flexibilité ce qui permet une réduction de un à deux ordres de grandeurs de la force de contact par rapport à une sonde AFM traditionnelle. La plage de déflexion et la constante de raideur ( $0,15 \text{ N.m}^{-1}$ ) de ce microlevier étant plus grandes que celles du nitrure de silicium, l'asservissement en force de la sonde n'est plus indispensable pour garantir l'intégrité des éléments mis en contact. Le dispositif expérimental se limite alors à l'électronique du contrôle thermique de la pointe. Plusieurs microleviers peuvent ainsi être utilisés simultanément sur le même support. Cette sonde est adaptée aux applications ne nécessitant pas la séparation des informations topographique et thermique telles que le stockage des données et la lithographie.

Le microscope thermique à sonde locale est un instrument en constante évolution. Le domaine de la nano-lithographie contribue au développement de sondes toujours plus résolutive et performantes. On déplore toutefois le manque de polyvalence de ces sondes les cantonnant à des domaines d'utilisation très précis ainsi qu'un manque de diffusion. N'étant pas toutes adaptées à la réalisation de mesures quantitatives, nous présentons ci-dessous les techniques de conception utilisées et les performances intrinsèques de ces sondes.

En particulier dans ce domaine d'application, la durabilité des sondes ainsi que la fiabilité et la vitesse d'exécution sont des paramètres cruciaux. Pour remédier aux problèmes

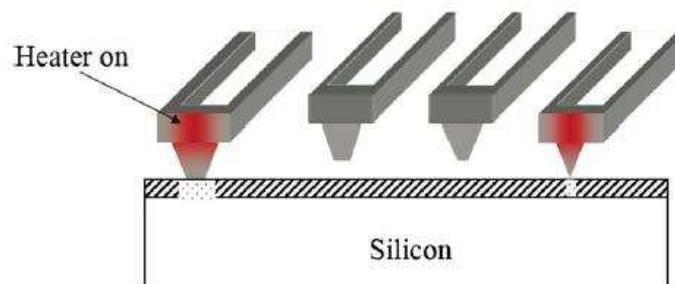
d'usure et de détérioration des sondes, *Bae et al.* ont réalisé en 2003 une sonde en diamant dopé au bore [BAE2003]. Ce matériau a la particularité de présenter une grande dureté et une contrainte critique de déformation plastique d'environ 60 GPa. Sa résistivité électrique est estimée à  $3,2 \cdot 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$ . Le microlevier et la pointe sont obtenus simultanément par la méthode de déposition de vapeur chimique à fil chaud (HF-CVD) sous une atmosphère contenant des vapeurs de tri-méthyle bore ( $\text{B}(\text{CH}_3)_3$ ). En comparant la résistivité électrique du matériau ainsi déposé à la valeur du diamant pure, les auteurs estiment le niveau de dopage en bore à  $10^{20} \text{ cm}^{-3}$ . D'une épaisseur de  $3 \mu\text{m}$ , le microlevier composé de deux bras est fixé sur un support en verre Pyrex<sup>®</sup> via une couche d'aluminium de 300 nm (figure I-8). La pointe de forme pyramidale présente un rayon de courbure à son extrémité de 40 nm. L'élément chauffant est obtenu par un fin pont de matière reliant les deux bras de levier au niveau de la pointe. Le temps de réponse thermique de cette sonde est estimé à  $45 \cdot 10^{-8} \text{ s}$ . Une modélisation par éléments finis permet aux auteurs de mettre en évidence un temps de réponse beaucoup plus court par rapport à celui d'une structure identique en silicium. Résultant de la haute valeur de la conductivité thermique du diamant, ce temps de réponse offre la possibilité de travailler à une vitesse de balayage élevée de l'ordre de  $100 \mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$  sous une charge de  $1 \mu\text{N}$ . La fréquence de résonance de ce microlevier est estimée à 215 kHz et sa constante de raideur à  $20 \text{ N} \cdot \text{m}^{-1}$ .



**Figure I-8 :** Représentation schématique d'une sonde thermique en diamant dopé au bore [BAE2003].

En 2007, *Lee et al.* proposent une solution pour améliorer la vitesse d'exécution des méthodes de lithographie traditionnelle [LEE2007]. Ces méthodes font intervenir des solvants présents dans la couche photosensible lesquels s'évaporent naturellement au cours du temps. Afin de perfectionner les processus de fabrication en rendant les étapes suivantes plus efficaces, il est nécessaire de réduire la durée d'insolation. L'une des solutions possibles consiste à réduire le temps entre chaque phase de gravure. Pour ce faire les auteurs ont choisi d'utiliser jusqu'à neuf sondes thermorésistives simultanément. La particularité de leur approche réside dans l'utilisation de sondes incorporant des éléments chauffants de tailles variables (figure n°I-9). Fixées sur le même support, leur mise en contact est réalisée indépendamment les unes des autres par une méthode d'activation électrostatique. Chaque

sonde est composée de deux bras de levier reliés en leur extrémité afin de soutenir une pointe de rayon de courbures variables allant de 10 nm à 5  $\mu\text{m}$ . Réalisés en silicium dopé au bore, ces microleviers mesurent 100  $\mu\text{m}$  de longueur. Dans le but d'augmenter la conductivité électrique des microleviers, une couche d'or-chrome est ensuite déposée. L'élément chauffant en tungstène est réalisé par la technique de dépôt de vapeur chimique par faisceau d'ions focalisés directement à la base de la pointe. Il mesure 10  $\mu\text{m}$  de long, 1  $\mu\text{m}$  de large et 0,8  $\mu\text{m}$  d'épais. La fréquence de résonance de ces sondes est estimée par une approche numérique à 154 kHz. Chauffées indépendamment les unes des autres, ces sondes permettent l'utilisation quasi-simultanée de gravure de différentes finesses. Les auteurs démontrent la possibilité d'associer leur sonde à un microscope à force atomique traditionnel en modelant un film résistif et en le transférant sur une structure métallique de 2  $\mu\text{m}$  de large.



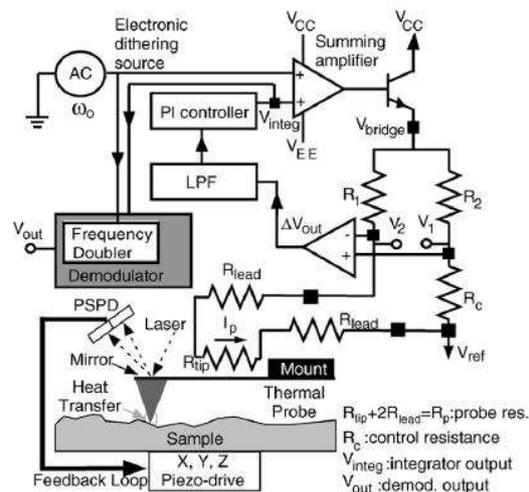
**Figure I-9 :** Représentation d'un ensemble de sondes thermiques fonctionnant en parallèle. Les dimensions de ces sondes varient de 10 nm à 5  $\mu\text{m}$  [LEE2007].

L'utilisation de courants de sonde de forte intensité pour l'évaluation des propriétés thermiques peut dans certain cas devenir une source d'erreur. En effet dans le cas des échantillons constitués de deux matériaux dont l'un est conducteur électrique, des fuites de courant peuvent s'établir entre la sonde et l'échantillon [HU2003]. La sonde peut alors fournir au cours du balayage des informations erronées. En pratique il est d'usage de passiver la surface du conducteur. Pour remédier à ce problème, l'équipe de *Hu* propose de déposer une couche d'un matériau isolant sur l'élément actif de sondes à thermocouple et à thermistance. Le type de matériau utilisé doit posséder la propriété d'être à la fois un bon isolant électrique et un bon conducteur thermique afin de ne pas dégrader la sensibilité de la sonde. Les auteurs proposent trois matériaux : le diamant, le nitrure de silicium et le nitrure d'aluminium, en couche mince allant de 200 à 500 Å.

Avec le souci constant d'améliorer la résolution spatiale, certaines équipes de recherche ont choisi d'intégrer des nanotubes de carbone aux sondes thermiques [ARA2004]. L'équipe de *Yuan et al.* ont par exemple associé un nanotube de carbone à une sonde à thermocouple [YUA2007]. Dans cette configuration le nanotube possède l'une de ces extrémités fixée à la jonction thermocouple et l'autre reste libre. Cette dernière est alors utilisée pour réaliser le contact avec la surface de l'échantillon. La résolution annoncée est de l'ordre du diamètre du nanotube considéré, soit 50 nm [SHI2000].

Quel que soit le type de sonde utilisé, la réalisation de mesures quantitatives nécessite une calibration préalable. Cette étape indispensable permet l'étalonnage des signaux fournis

par la sonde en fonction de sa température. Pour ce faire *Dobson et al.* ont mis au point, en 2005, une instrumentation permettant la mesure de la température absolue des structures de dimensions inférieures au micromètre [DOB2005]. Le principe de fonctionnement de leur instrument repose sur la mesure du bruit thermique (bruit Johnson) qui caractérise le bruit généré par les porteurs de charge dans une résistance électrique  $R$  en équilibre thermique. L'amplitude de ce bruit thermique est déterminée par la relation suivante :  $(4k_B T R \Delta f)^{1/2}$ , où  $\Delta f$  est la bande passante considérée et  $k_B$  la constante de Boltzmann. Dans les métaux, cette température parasite se caractérise par l'agitation des porteurs de charge. La mesure de température dépend donc directement du libre parcours moyen des électrons libres. Il s'ensuit que les dimensions de l'élément sensible sont limitées par l'ordre de grandeur du libre parcours moyen des électrons dans le métal. Les auteurs utilisent leur instrument pour calibrer une sonde thermorésistive dont l'élément actif en palladium est situé à l'extrémité d'un microlevier d'AFM traditionnel avec une précision de 1 K. Ils valident ensuite la méthode par l'évaluation de la température de fusion d'un cristal de benzophénone.



**Figure I-10 :** Schéma de principe du dispositif électronique de *Lee et al.* [LEE2005].

En 2005 *Lee et al.* ont présenté une nouvelle interface électronique dédiée à la gestion d'une sonde thermorésistive [LEE2005]. Leur dispositif est basé sur un pont de Wheatstone et inclut une boucle d'asservissement, un démodulateur ainsi qu'un ensemble d'amplificateurs et de filtres appropriés (figure I-10). La sonde utilisée est constituée d'un microlevier en polyimide, recouvert d'une couche d'or, de 360  $\mu\text{m}$  de longueur, de 120  $\mu\text{m}$  de largeur et de 3,5  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. L'élément chauffant est obtenu par deux dépôts successifs de chrome et de nickel respectivement de 20 et 100 nm sur l'extrémité de la pointe. Cette sonde présente une résolution latérale inférieure à 50 nm, une constante de raideur de l'ordre de 0,3  $\text{N}\cdot\text{m}^{-1}$  ainsi qu'une fréquence de coupure de 500 Hz. L'originalité de leur approche réside dans la mise au point d'un modèle intégrant l'ensemble du système. Pour optimiser la réponse du circuit, la modélisation électronique prend également en compte la sonde et le transfert vers l'échantillon. Les auteurs ont notamment intégré l'influence de l'échantillon par l'ajout d'un ensemble empirique d'ondes sinusoïdales normalisées. L'élément thermorésistif est modélisé par une source de puissance dépendante de la température. Le déphasage présent entre la

puissance fournie et la variation de température résultante est quant à lui pris en compte par l'ajout d'un filtre passe-bas. Ainsi réalisé leur modèle est étalonné par comparaison avec les valeurs expérimentales. Il permet alors d'optimiser les réglages et de ce fait d'optimiser les performances du système électronique. La sensibilité aux variations de la conductance thermique de contact est estimée à  $29 \text{ pW.K}^{-1}$  pour une sensibilité aux bruits inférieure à  $3 \text{ pW.K}^{-1}$ . Les auteurs évaluent la résolution en température de leur dispositif à  $2,5 \text{ mK}$ .

L'équipe de *Kwon* a présenté, en 2006, le développement d'une technique appelé la méthode  $2\omega$  [KWO2006]. Cette méthode repose sur la mesure au deuxième harmonique du signal électrique présent aux bornes d'une sonde thermocouple. Contrairement à la méthode  $3\omega$  des sondes thermorésistives pour laquelle le signal prend naissance sur l'ensemble de l'élément actif, le signal à  $2\omega$  trouve son origine dans une zone localisée à proximité de la jonction thermocouple. En effet, de part la géométrie pyramidale de la sonde, l'effet Joule est relativement localisé à son sommet. De plus cette génération de chaleur étant amplifiée par la présence de la jonction, le signal thermoélectrique se trouve d'autant plus localisé. Selon les auteurs, cette méthode à  $2\omega$  devrait permettre l'augmentation de la résolution spatiale des images thermiques acquises dans le mode de fonctionnement à courant alternatif. Après une description de leur dispositif expérimental, une première série d'image est présentée avec une résolution spatiale inférieure à  $80 \text{ nm}$ . Pour améliorer la résolution et la sensibilité, les auteurs travaillent actuellement à la réduction de la taille des jonctions thermocouples utilisées.

Dans le but d'améliorer la résolution spatiale des méthodes de caractérisation des propriétés magnétiques des matériaux, le SThM a été couplé à la méthode dite de résonance ferromagnétique (FMR) [MEC2004]. En pratique l'échantillon est intégré à la paroi d'une cavité résonante et placé au milieu d'un champ magnétique d'une intensité maximale de  $0,2 \text{ T}$ . Une sonde thermorésistive classique est alors utilisée pour échauffer localement l'échantillon sur une surface de contact estimée à  $200 \text{ nm}$ . Alimentée par un courant de  $10 \text{ mA}$  sous une fréquence de modulation de  $50 \text{ kHz}$ , la sonde fournit une amplitude de température de quelques  $0,1 \text{ K}$ . Les micro-ondes générées par l'échauffement local sont alors détectées par la cavité résonnante en fonction de l'intensité du champ magnétique environnant.

Le SThM fut utilisé en 2004 pour caractériser une thermopile de dimensions micrométriques [FON2004]. Pour ce faire une sonde en nitrure de silicium intégrant une thermistance en son extrémité a été mise en œuvre. Avec une résolution spatiale de  $150 \text{ nm}$  et une résolution en température de  $0,5 \text{ }^\circ\text{C}$ , cette sonde a permis l'identification des jonctions chaudes et froides ainsi que la mise en évidence de gradients de température.

Cette étude bibliographique des techniques et des sondes associées au SThM révèle un grand nombre de contributions. Le domaine des sondes thermiques est ainsi très prolifique. Nous constatons toutefois que la plupart des sondes mises au point demeurent confidentielles. Des problèmes de production, de reproductibilité et de fiabilité entravent leur diffusion. A ce jour, seul un petit nombre de sondes thermiques est disponible sur le marché. La sonde thermorésistive, utilisée dans notre étude, en fait partie. Nous allons désormais aborder les diverses méthodes permettant l'interprétation de la réponse d'une sonde thermorésistive et par conséquent de son équilibre thermique.

## I.2 L'approche de la mesure

La température est une grandeur statistique définissant le degré d'agitation microscopique des particules. Selon les lois de la thermodynamique il s'agit d'une grandeur d'équilibre. Ainsi la température d'un système donné n'est définie que si l'hypothèse de l'équilibre thermodynamique locale est vérifiée. La limite de résolution spatiale en thermique serait alors liée au libre parcours moyen des porteurs de charge [MAJ1996]. Dans un métal, le libre parcours moyen des électrons est de l'ordre de 10 nm ; dans les matériaux semi-conducteur et isolant, celui des phonons est d'environ de 5 à 10 nm. Il est toutefois possible de prévoir une résolution supérieure en considérant le transfert de chaleur à l'échelle microscopique plutôt qu'à l'échelle macroscopique (loi de Fourier).

Ces considérations sont à la base de toutes les tentatives de mesures quantitatives. L'objectif de ce paragraphe est de dresser un rapide tour d'horizon des diverses techniques de mesure. Tout d'abord nous aborderons l'approche de la mesure dans le mode de fonctionnement à courant continu. Ensuite nous étudierons un ensemble bibliographique non exhaustif traitant du mode de fonctionnement à courant alternatif. Pour clore ce paragraphe nous nous attarderons sur l'un des points essentiels et communs à l'ensemble des méthodes de mesures micro-thermiques : la détermination de la résistance thermique de contact.

### I.2.1 Le mode continu

Dans le mode de fonctionnement continu, la température de la sonde est maintenue constante à chaque instant. Pour ce faire, un dispositif électronique mesure, interprète et corrige les variations de tensions aux bornes de la sonde. En pratique ce mode de fonctionnement nous donne accès uniquement à la tension d'asservissement c'est-à-dire à la tension appliquée au pont de Wheatstone contenant la sonde. Ce dispositif sera étudié plus en détail dans le chapitre suivant. Comparée à la tension relative à un état donné, elle renseigne sur la variation de puissance électrique nécessaire au maintien de la température de la sonde. D'après *Dinwiddie et al.* cette variation de puissance  $\Delta P$  est directement liée à la conductivité thermique  $\lambda_e$  de l'échantillon étudié selon la relation [DIN1994] :

$$\lambda_e = \frac{2 \cdot \Delta P}{\pi \cdot \Delta T \cdot a_c} \quad \text{Équation I-1}$$

où  $\Delta T$  désigne la différence de température entre la pointe et l'échantillon et  $a_c$  le rayon de l'aire de contact supposée discoïdale. Les auteurs suggèrent également qu'une résistance thermique de contact sonde-échantillon peut être prise en compte suivant la définition classique :

$$r_{th} = \frac{A \cdot \Delta T}{Q_e} \quad \text{Équation I-2}$$

où  $A$  est la surface du contact et  $Q_e$  le flux échangé entre la pointe et le spécimen. Pour permettre l'étalonnage de leur système, ils suggèrent que la surface de contact  $A$  est constante quelles que soient les conditions d'utilisation, que la différence de température  $\Delta T$  ne varie pas et enfin que la puissance électrique  $\Delta P$  correspond au flux de chaleur  $Q_e$  cédé à l'échantillon.

Toutefois ces considérations ne tiennent pas compte de la réalité expérimentale. Tout d'abord le modèle de Hertz stipule que la surface de contact entre deux solides dépend des propriétés mécaniques des matériaux. Cette surface ne peut donc rester constante d'un échantillon à l'autre. Ensuite la différence de température entre la sonde et l'échantillon considère uniquement la température moyenne de la pointe et ne tient pas compte du gradient de température effectivement présent. Enfin, selon cette hypothèse, seuls les échanges thermiques s'établissant entre la sonde et l'échantillon varient au cours du temps. Les autres variations de flux, tels que ceux s'établissant avec l'air environnant ou les fils d'alimentation électrique, ne sont pas prises en compte. Le flux est alors estimé en première approximation en faisant la différence entre les puissances électriques dissipées hors contact et en contact avec l'échantillon.

En 1996 *Hammiche et al.* ont proposé un modèle mathématique utilisable comme moyen d'étalonnage de la sonde [HAM1996]. Pour ce faire l'élément chauffant de la sonde, supposé isotherme, est décomposé en une série d'éléments sources (figure I-11). Chaque élément présente une aire de projection  $A$  identique à la surface de l'échantillon. La sonde est mise en contact avec un échantillon modélisé par une succession de différentes couches prenant en compte le matériau et les inhomogénéités. Une couche d'air d'épaisseur variable est insérée entre la sonde et la surface de l'échantillon pour modéliser la forme de l'élément chauffant. L'équation de la chaleur unidimensionnelle est alors définie sur chaque élément de volume limité par la surface  $A$ . Les dissipations latérales de la chaleur dans l'air et l'échantillon sont modélisées par l'introduction d'un coefficient  $\varepsilon$  moyen déterminé par l'ajustement du modèle avec l'expérience. Les auteurs obtiennent ainsi des profils de flux et de températures de leurs échantillons. Ce modèle leur permet d'estimer la résolution latérale de  $1,5 \mu\text{m}$  obtenue pour des particules métalliques de cuivre enfouies dans un substrat de polystyrène. En accord avec l'expérience, ils démontrent que cette résolution est principalement limitée par le rayon de courbure de la pointe plutôt que par les échanges entre la pointe et l'échantillon *via* l'air environnant.

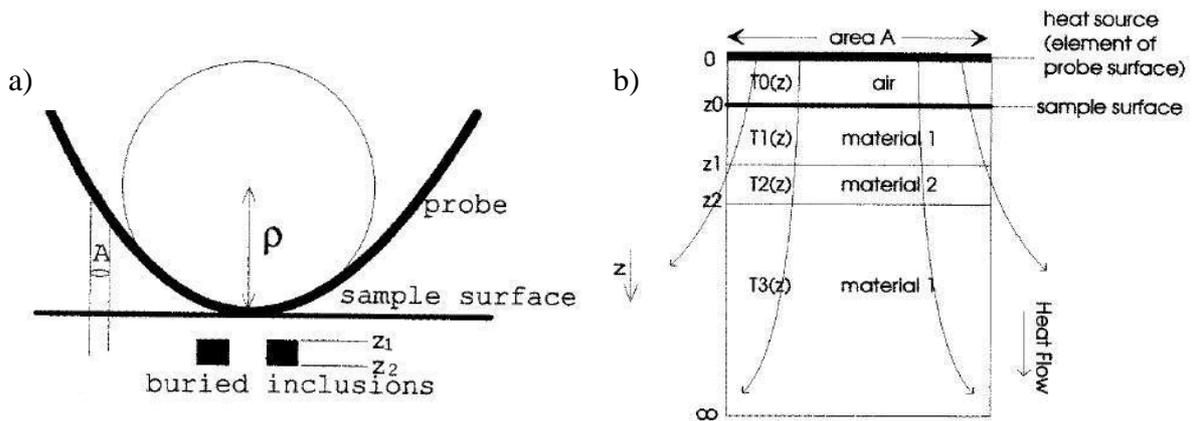
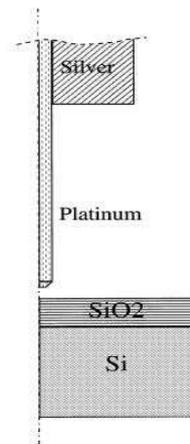


Figure I-11 : a) Illustration de la sonde en relation avec des inclusions sub-surfaciques.  
 b) Décomposition du tube de flux de chaleur de section A [HAM1996].

L'approche de Ruiz *et al.* est quelque peu différente [RUI1998]. Elle repose sur la réalisation d'une courbe d'étalonnage représentant le flux de chaleur cédé à l'échantillon en fonction de la conductivité thermique apparente de ce dernier. Le flux de chaleur est obtenu comme précédemment par comparaison du flux mesuré en contact avec celui mesuré hors contact. L'hypothèse est faite d'une température de l'élément chauffant égale à la température de la sonde fixée par l'opérateur. Les auteurs montrent que cette courbe est parfaitement linéaire et s'en servent pour déterminer la conductivité thermique de films de composants amorphes tels que le diamant ou le quartz déposés sur des substrats de silicium. Ils présentent alors leur approche comme une nouvelle méthode d'évaluation de la conductivité thermique. Cependant ces conclusions sont remises en cause par d'autres auteurs [GOM2001] [TSU2003].

Une description basée sur la méthode des éléments finis a été développée par Callard *et al.* [CAL1999]. Elle repose sur une description bidimensionnelle de la sonde et de l'échantillon. La sonde est positionnée perpendiculairement par rapport à la surface de l'échantillon et approximée par un simple cylindre de platine. Une description axisymétrique de la géométrie est alors adoptée (figure I-12). Par leur approche les auteurs déterminent les flux de chaleur échangés avec l'échantillon et avec la gaine d'argent du fil de Wollaston. Pour ce faire ils supposent que le flux de chaleur dissipé dans l'air environnant est négligeable et que seuls les échanges par conduction solide-solide sont prépondérants ; l'aire de contact est alors égale à l'aire d'échanges thermiques. Ils s'affranchissent également de la présence d'un film d'eau à la surface de l'échantillon. La génération de chaleur se limite au fil de Pt-Rh et est déterminée par la tension nécessaire au maintien de la température de la sonde. Pour résoudre leur problème en régime stationnaire, les conditions de température imposées sont appliquées aux surfaces limites de l'échantillon et du fil de Wollaston. Dans un premier temps les auteurs utilisent leur modèle pour déterminer le champ de température au sein de l'élément chauffant sans la présence de l'échantillon. Ils démontrent alors l'existence d'un gradient de température allant de l'extrémité du filament au Wollaston. De plus la température moyenne sur l'ensemble du filament est en parfait accord avec la température de consigne fixée expérimentalement. Dans un second temps le modèle est appliqué à une sonde en contact. La surface de contact entre la pointe et l'échantillon étant la seule inconnue de leur modèle, les

auteurs ont recherché le rayon de contact permettant de retrouver la température de consigne. Le rayon de contact est alors estimé à  $0,88 \pm 0,04 \mu\text{m}$  pour un échantillon de verre.



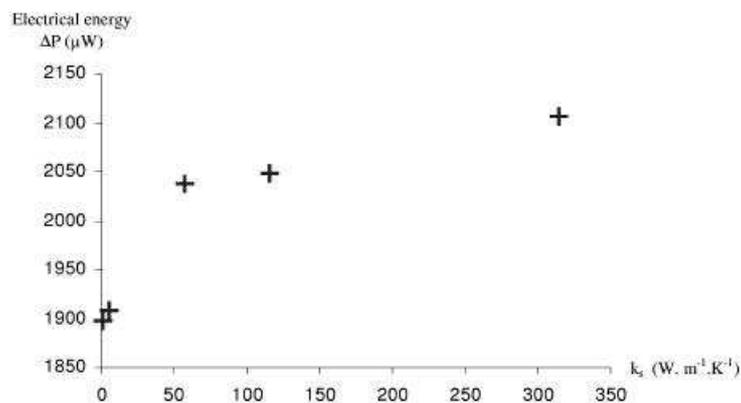
**Figure I-12 :** Modèle bidimensionnelle et axisymétrique basé sur la méthode des éléments finis pour simuler le comportement de la sonde thermorésistive [CAL1999].

Ce modèle est ensuite appliqué pour déterminer la conductivité thermique d'un dépôt d'oxyde de silicium sur un substrat de verre. Ils démontrent alors que la conductivité thermique du film varie en fonction de son épaisseur et parviennent à estimer la résistance thermique de l'interface film-substrat. De ces résultats, les auteurs déduisent la répartition des flux de chaleur. L'augmentation du flux cédé au fil de Wollaston est ainsi mise en évidence lorsque la sonde entre en contact avec un échantillon. En effet à ce moment la puissance électrique nécessaire au maintien de la température de la sonde augmente. Il s'ensuit une redistribution des flux au sein du filament de platine. Les auteurs concluent alors que le flux de chaleur cédé à l'échantillon ne peut être simplement estimé par soustraction des puissances électriques dissipées lorsque la sonde se trouve hors et en contact. Cet article suppose la remise en cause de la validité des modèles présentés précédemment. Cependant malgré l'amélioration de la compréhension du processus de la mesure, certaines hypothèses utilisées restent controversées. Nous mentionnerons en particulier les hypothèses visant à négliger les pertes vers l'air environnant ainsi que les échanges de chaleur entre la sonde et l'échantillon autres que par conduction solide-solide. De plus la valeur du rayon de contact proposée rentre en contradiction avec les résolutions latérales annoncées par d'autres équipes de recherche [MAY1994] [ZHO1997] [GOM1999a].

Selon une étude expérimentale, les flux de chaleur vers le support d'un fils chauffant peuvent être négligés lorsque le rapport de la longueur du fils par son diamètre est supérieur à 400 [MOR1975]. Dans le cas de notre sonde thermorésistive ce rapport est de 40. Le flux de chaleur vers les fils de Wollaston ne peut alors être négligé et est à l'origine du gradient de température.

L'article de *Gomès et al.* s'inscrit dans la continuité de l'étude du bilan énergétique de notre sonde menée au sein de notre laboratoire [GOM1999a] [GOM2001]. Une série d'expérimentations y est présentée afin d'estimer au mieux l'équilibre énergétique s'instaurant dans le filament. Tout d'abord le profil de température le long du filament de

platine rhodium est relevé par l'intermédiaire d'un micro-thermocouple de 1,3  $\mu\text{m}$  de diamètre. La sonde est alimentée par un courant de 30 mA. Cette prise de température locale confirme ainsi l'établissement d'un gradient de température au sein du filament. Le profil révèle alors que la température est maximale à l'extrémité de la sonde et minimale au niveau de l'interface filament-Wollaston. L'amplitude de ce gradient est supérieure à 20 °C. Toutefois il est souligné que la présence du thermocouple perturbe l'équilibre thermique de la sonde entraînant l'introduction d'une erreur systématique dans la mesure. Malgré la petitesse de la sonde de mesure, le contact a pour conséquence la sous-estimation du champ de température. Cette étude complète ainsi l'approche théorique présentée précédemment. L'équilibre thermique d'un filament chauffé par effet Joule et exposé à l'air ambiant est déterminé par les pertes de chaleur convective et radiative et par la conduction vers les fils de Wollaston. En considérant la plage de températures d'utilisation de ces sondes, les pertes de chaleur par rayonnement peuvent être aisément négligées. L'estimation des pertes convectives est obtenue à partir d'une approche empirique du phénomène et sera présentée plus en détail dans la suite de ce manuscrit. L'application de la corrélation de *Tsubouchi* aboutit à un coefficient de convection  $h$  valable en tout point de la surface du filament [MOR1975]. D'une valeur de  $1000 \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$ , ce coefficient amène les auteurs à évaluer la contribution des pertes convectives à 6 % des pertes totales lorsque la sonde se trouve loin de tout échantillon. La figure I-13 présente l'évolution de la puissance électrique  $\Delta P$  nécessaire au maintien de la température de la sonde. L'étude est réalisée à une température de 40 °C au dessus de l'ambiant avec cinq échantillons de conductivité thermique connue : verre, mica, tantale, zinc et or. Ces mesures sont en désaccord avec ceux présentés par *Ruiz* et révèlent très clairement la non-linéarité de la puissance  $\Delta P$  en fonction de la conductivité thermique [RUI1998].



**Figure I-13 :** Variation de l'énergie électrique dissipée dans l'élément chauffant en fonction de la conductivité thermique de l'échantillon [GOM2001] [GOM1999a].

La non-linéarité de la puissance dissipée est également observée par l'équipe de Tsukruk [TSU2003]. Avec l'objectif d'évaluer de manière quantitative les propriétés thermiques des matériaux polymères, les auteurs ont développé un modèle théorique simple. Leur approche repose sur l'expression de la dissipation de chaleur vers l'échantillon  $\Delta Q$  à travers une aire de contact donnée en régime quasi-statique [JAE1942] :

$$\Delta Q = \frac{3}{4} \pi \cdot \lambda \cdot R_e \cdot \Delta T \quad \text{Équation I-3}$$

où  $\Delta T$  est la différence de température initiale entre la sonde et l'échantillon,  
 $R_e$  est le rayon de contact effectif de la sonde thermique à la surface de l'échantillon,  
et  $\lambda$  est la conductivité thermique composite définie par la relation :

$$\frac{2}{\lambda} = \frac{1}{\lambda_s} + \frac{1}{\lambda_p} \quad \text{Équation I-4}$$

avec  $\lambda_s$  et  $\lambda_p$  les conductivités thermiques respectives de l'échantillon et de la sonde. Le rayon de contact effectif est évalué à partir du modèle de Hertz. L'expression de la puissance dissipée peut ainsi s'écrire sous la forme :

$$\frac{\Delta Q}{\Delta T} = \frac{3}{8} \left( \frac{\lambda_p \pi R_e}{1 + (\lambda_p / \lambda_s)} \right) \quad \text{Équation I-5}$$

Il apparaît alors que la conductivité thermique du filament  $\lambda_p$  joue un rôle important dans l'évolution de la puissance dissipée. Lorsque la conductivité thermique de l'échantillon  $\lambda_s$  est inférieure à  $\lambda_p$ , la puissance dissipée vers l'échantillon dépend principalement de  $\lambda_s$ . Inversement lorsque  $\lambda_s$  est supérieure à  $\lambda_p$ , la puissance devient indépendante de la conductivité thermique de l'échantillon.

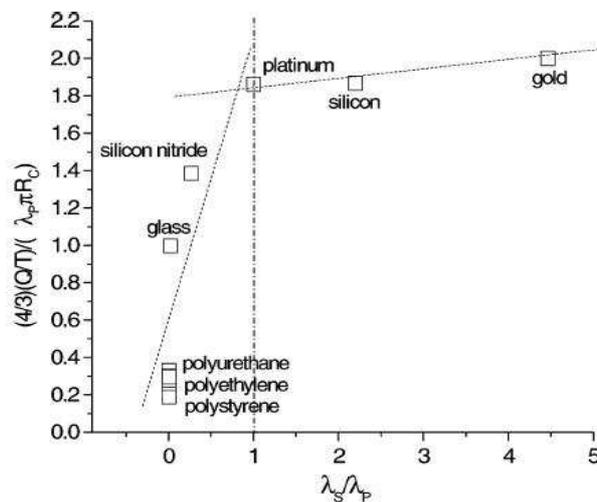


Figure I-14 : Variations de la dissipation de chaleur réduite en fonction du rapport des conductivités thermiques de l'échantillon et de la sonde [TSU2003].

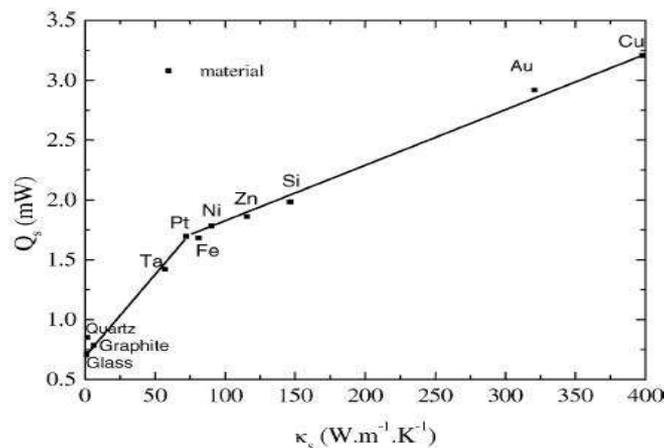
L'évolution relevée expérimentalement et présentée sur la figure I-14 met en évidence l'articulation des deux comportements autour de la valeur de la conductivité thermique du filament  $\lambda_p$ . Les auteurs démontrent ainsi la grande sensibilité de la sonde aux matériaux de faibles conductivités thermiques. L'inconvénient de ce modèle est la non prise en charge des flux de chaleur perdus intervenant dans l'équilibre thermique de la sonde. La puissance

électrique nécessaire au maintien de la température de la sonde est, dans ces conditions, transférée en totalité à l'échantillon. Cette approche ne permet donc la réalisation de mesures quantitatives.

Cette évolution de la puissance dissipée est confirmée par les travaux de *Guo et al.* réalisés au sein de notre laboratoire [GUO2004]. Dans le but d'estimer les variations de conductivité thermique d'échantillons de titane nanostructurés, les auteurs utilisent une méthode d'étalonnage de ce type. Pour ce faire une série de onze matériaux étalons est utilisée pour étudier les variations de puissances électriques dissipées dans l'élément thermorésistif de la sonde. La figure I-15 représente l'évolution de ce flux dissipé en fonction de la conductivité thermique. Ces travaux mettent en évidence, en première approximation, deux comportements linéaires de la sonde :

- ◆ Pour des valeurs de conductivité thermique inférieure à  $57 \text{ W.m}^{-1}\text{K}^{-1}$ , une régression linéaire fournit une pente de  $30.10^{-3} \text{ m.K}$ ,
- ◆ Tandis que pour les valeurs supérieures, une pente de  $5.10^{-3} \text{ m.K}$  est obtenue.

La conductivité thermique du titane à l'état pur se situant aux alentours de  $20 \text{ W.m}^{-1}\text{K}^{-1}$ , la première plage de variations est retenue pour cette étude. Par l'utilisation de cette méthode la conductivité thermique de la matrice est estimée à  $24,6 \text{ W.m}^{-1}\text{K}^{-1}$  tandis que celle de la couche nanostructurée est estimée à  $5,2 \text{ W.m}^{-1}\text{K}^{-1}$ . Les auteurs évaluent ainsi le profil de conductivité thermique dû aux changements de structure des matériaux. Dans ce qui suit nous présentons une approche plus fine de l'équilibre thermique régnant dans la sonde hors et en contact [GOM1999a] [GOM2001].



**Figure I-15 :** Variation du flux de chaleur dissipé par la sonde en fonction de la conductivité thermique de l'échantillon [GUO2004].

Une attention particulière étant apportée à l'état de surface de ces échantillons, les variations de l'aire de contact sont négligeables d'une mesure à l'autre et d'un échantillon à l'autre. L'évolution de la puissance dissipée ne peut donc être expliquée de cette façon [GUO2004]. De plus le comportement mécanique de la sonde ne permet pas d'évaluer une variation notable de la surface de contact liée aux propriétés mécaniques des échantillons utilisés. *Gomès et al.* étudient une possible variation de la résistance thermique de contact

sonde-échantillon  $R_c$  pour expliquer ces résultats [GOM2001]. D'après la littérature, cette résistance de contact peut s'exprimer suivant la relation [CAR1959] :

$$R_c = \frac{2}{\pi \cdot a \cdot \lambda_s} \quad \text{Équation I-6}$$

avec  $a$  le rayon de l'aire de contact, et  $\lambda_s$  la conductivité thermique de l'échantillon. En effet lorsque la conductivité thermique  $\lambda_s$  augmente, la résistance de contact décroît et entraîne de ce fait l'augmentation du flux transmis à l'échantillon. D'après la loi de Fourier cette élévation est linéaire. La différence de comportement entre le flux généré dans la sonde et celui transmis vers l'échantillon trouverait son origine dans l'établissement des pertes parasites tel que le flux conductif vers les fils de Wollaston. Pour tenter d'élucider ce point, un modèle basé sur la recherche du profil de température au sein de l'élément thermorésistif lors du contact a été établi. Ce modèle repose sur une forme unidimensionnelle de l'équation de la chaleur :

$$\lambda_p \frac{\partial^2 T(z)}{\partial z^2} + \frac{hp(T_0 - T(z))}{S_p} + \frac{\rho I^2}{S_p^2} (1 - \alpha_p (T_0 - T(z))) = 0 \quad \text{Équation I-7}$$

où  $\lambda_p$  est la conductivité thermique de l'élément thermorésistif,  
 $h$  coefficient d'échange convectif à la surface du filament,  
 $p$  et  $S_p$  respectivement le périmètre et la surface de la section du filament,  
 $I$  courant électrique traversant la sonde,  
 $\rho$  et  $\alpha_p$  respectivement la résistivité électrique du filament et son coefficient en température.

Le premier terme traduit les pertes thermiques par conduction à travers le filament, le deuxième représente les échanges convectifs à travers la surface latérale et le dernier caractérise la génération de chaleur par effet Joule. Cette approche fait intervenir un certain nombre d'hypothèses. Ainsi seule une demi-sonde située perpendiculairement à l'échantillon est considérée. Toutes les pertes radiatives sont négligées ainsi que les pertes convectives à la surface de l'échantillon. La température sur une section du filament est supposée uniforme.

La solution de cette équation différentielle prend la forme suivante :

$$T(z) = Ae^{-mz} + Be^{mz} + C \quad \text{Équation I-8}$$

avec les constantes

$$C = \frac{\rho I^2 / S_p (\alpha_p (T_0 - T_a) - 1)}{\rho \alpha_p I^2 / S_p - hp} \quad \text{Équation I-9}$$

$$m = \sqrt{\frac{hp - \rho \alpha_p I^2 / S_p}{\lambda_p S_p}} \quad \text{Équation I-10}$$

dans lesquelles les températures  $T_o$  et  $T_a$  sont respectivement les températures de référence et de l'air ambiant.

Les constantes  $A$  et  $B$  sont obtenues à partir des conditions aux limites. La première impose à la température moyenne du filament d'être égale à la consigne fixée expérimentalement. La seconde décrit les pertes thermiques de la sonde vers l'échantillon par l'introduction d'une résistance thermique de contact à travers la loi de Fourier. La résolution du système aboutit aux expressions suivantes :

$$A = \frac{(C - T_{op})mL + B(e^{mL} - 1)}{e^{-mL} - 1} \quad \text{Équation I-11}$$

et

$$B = \frac{2\lambda_p S_p m^2 L \frac{C - T_{op}}{1 - e^{mL}} - \frac{1}{R_{thc}} \frac{(C - T_{op})mL}{1 - e^{mL}} - \frac{C - T_a}{R_{thc}}}{2\lambda_p S_p m (e^{mL} + 1) + \frac{e^{mL} - 1}{R_{thc}}} \quad \text{Équation I-12}$$

où  $L$  est la demi-longueur du filament,  $R_{thc}$  la résistance thermique de contact totale et  $T_{op}$  la température de la sonde. Cette dernière comprend la résistance thermique liée à la constriction des lignes de flux à travers la zone d'échange  $R_{const}$  ainsi que celles relatives aux échanges par conduction à travers le contact solide-solide  $R_c$  et le film d'eau présent à la surface de l'échantillon  $R_f$ . Les résistances de constriction et de contact solide-solide sont évaluées en première approximation à partir de l'expression I-6, où le rayon  $a$  est caractéristique du phénomène étudié (respectivement  $a_T$  et  $a_c$ ). La résistance thermique engendrée par le film d'eau est supposée constante quel que soit l'échantillon et est calculée à partir de la description utilisée par Luo *et al.* [LUO1997c]. Le rayon de contact solide-solide est calculé à partir du modèle de Hertz et évalué à 80 nm avec la force d'application de la sonde utilisée. Le rayon du contact thermique, encadrant l'ensemble des transferts, est supposée circulaire et égale au rayon du ménisque d'eau. Ils estiment le rayon du phénomène de constriction à 306 nm en accord avec les dimensions du filament.

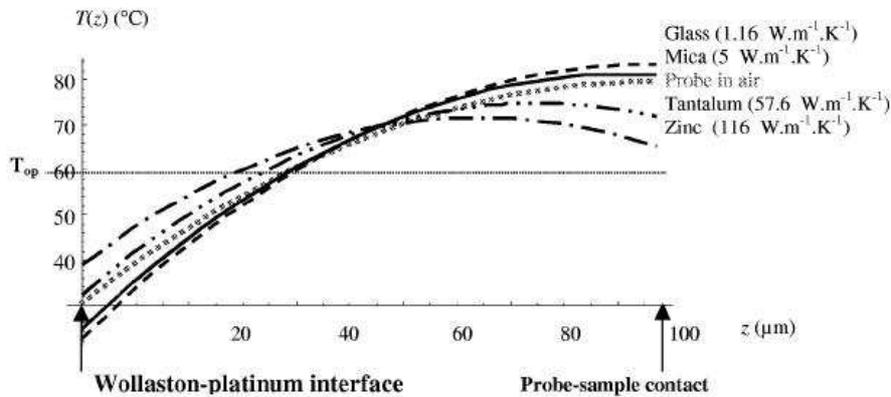


Figure I-16 : Profils théoriques de température le long d'un demi-filament pour une sonde en contact avec des échantillons de conductivités thermiques différentes [GOM2001] [GOM1999a].

Avec ce modèle *Gomès et al.* mettent en évidence les variations du profil de température au sein de l'élément thermorésistif en fonction des conditions d'utilisations [GOM2001]. La figure I-16 compare le profil de température d'une sonde seule à ceux obtenus en contact avec différents échantillons. Ces résultats indiquent, ainsi, que cette distribution de température varie en fonction de la conductivité thermique des échantillons. On remarque également la concordance entre le profil théorique et celui relevé expérimentalement [GOM2001].

Afin de préciser l'équilibre énergétique au sein de la sonde en contact, les contributions respectives des flux de chaleur ont été évaluées. La figure I-17 représente la répartition de ces flux. Il apparaît, alors, que les fuites de chaleur de la pointe vers son support sont prédominantes. Ces fuites s'atténuent avec l'augmentation de la conductivité thermique au bénéfice du transfert vers l'échantillon. Ainsi chaque système sonde-échantillon est caractérisé par un équilibre thermique. La puissance électrique  $\Delta P$  nécessaire au maintien de la température de la sonde doit par conséquent s'écrire sous la forme :

$$\Delta P = Q_{pc} - Q_{pa} = (Q'_w(\lambda_s) - Q_w) + Q_s(\lambda_s) \quad \text{Équation I-13}$$

où  $Q_{pc}$  et  $Q_{pa}$  sont les puissances nécessaires au maintien de la température lorsque la sonde se trouve respectivement en contact et hors contact,

$Q'_w(\lambda_s)$  caractérise la dépendance à la conductivité thermique du flux de chaleur évacué par les fils de Wollaston lorsque la sonde se trouve en contact,

$Q_w$  est le flux évacué par les fils de Wollaston lorsque la sonde se trouve hors contact,

$Q_s(\lambda_s)$  caractérise la dépendance à la conductivité thermique du flux de chaleur transféré à l'échantillon.

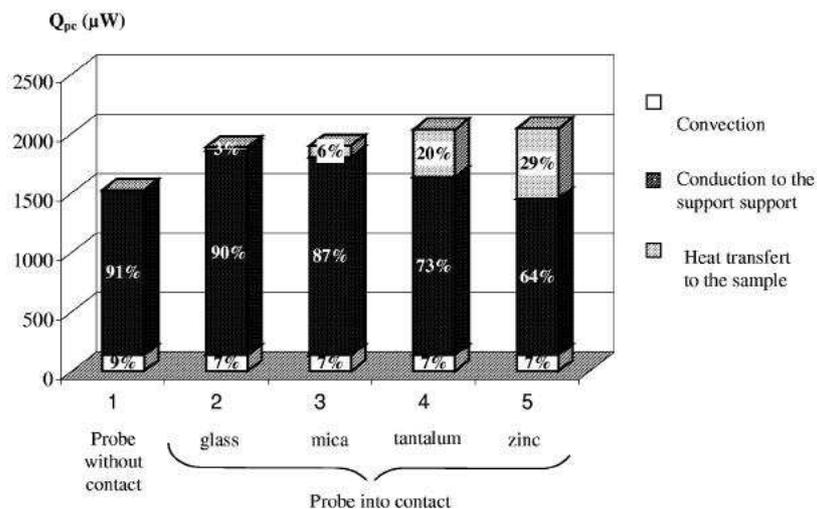
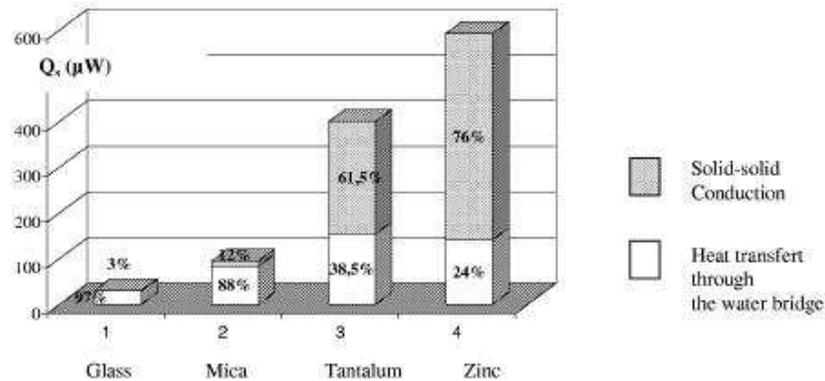


Figure I-17 : Estimation de la répartition des pertes de chaleur au sein de l'élément chauffant d'une sonde thermorésistive [GOM2001] [GOM1999a].

La figure I-18 présente la répartition des flux de chaleur s'établissant entre la sonde et l'échantillon. Il apparaît que la puissance transférée par conduction solide-solide augmente

avec la conductivité thermique de l'échantillon pour devenir prépondérante par rapport à celle transférée à travers le ménisque d'eau. Le mécanisme de transfert de chaleur dépend donc fortement de la conductivité thermique de l'échantillon. Ces constatations confirment les résultats présentés par ces mêmes auteurs deux années auparavant [GOM1999]. Une étude de sensibilité d'une approche analytique similaire révèle que la sonde est d'autant plus sensible à la conductivité thermique de l'échantillon que ce dernier est bon isolant thermique [LEF2003]. Elle démontre également que la sensibilité au rayon de contact est maximale pour les échantillons dont la conductivité thermique est voisine de  $1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ .



**Figure I-18 :** Répartition des flux de chaleur échangés entre la sonde et l'échantillon [GOM2001] [GOM1999a].

Avec l'objectif de s'affranchir des perturbations topographiques sur la mesure des propriétés thermiques, *Klapetek et al.* ont récemment appliqué une méthode dite du « réseau de neurones » (NN : Neural Network) à des échantillons de cellules photovoltaïques [KLA2006]. Cette technique est appliquée depuis plusieurs années à certains domaines faisant intervenir des couplages trop complexes pour être traités de façon analytique. La méconnaissance des géométries de surface de l'échantillon et de la sonde thermique ainsi que de leurs conductivités thermiques apparentes rend le problème complexe. La méthode du réseau de neurones repose sur la formation d'un ensemble de nœuds d'entrée et de sortie interconnectés et pondérés. L'élément crucial de cette méthode est la détermination du poids affecté à chaque nœud. En pratique celle-ci est réalisée de manière itérative à partir d'images acquises par SThM et AFM. Pour être efficace une image topographique doit être obtenue sur chaque échantillon et sur une zone présentant une rugosité similaire à la zone étudiée (image SThM). La répartition des aspérités étant aléatoire sur cette zone, plusieurs acquisitions sont nécessaires à l'optimisation de la procédure. L'impact de la rugosité sur l'image thermique est alors simulé puis dissocié de la mesure par soustraction. Dans leurs travaux les auteurs ont supposé que la rugosité de la surface était homogène sur l'ensemble de l'échantillon. Cette méthode a alors été utilisée pour simuler la rugosité à la surface de l'échantillon de cellules photovoltaïques. La soustraction de ce résultat à l'image thermique a ainsi pu mettre en évidence la présence d'une électrode de connexion (figure I-19). L'étude démontre la possibilité de s'affranchir partiellement de la rugosité de surface. Toutefois les auteurs

mettent en garde envers la complexité de cette méthode dans les cas où les propriétés mécaniques et l'état de surface du matériau présentent de fortes hétérogénéités.

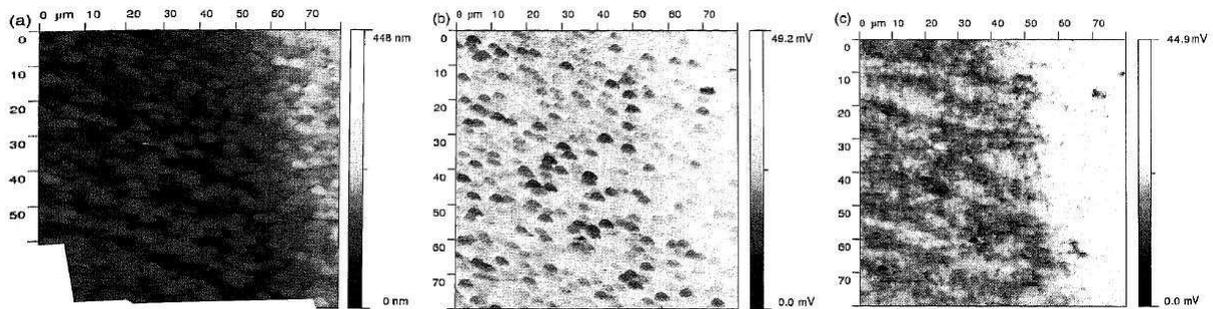


Figure I-19 : Application de la méthode du réseau de neurones. a : image topographique d'une cellule photovoltaïque, b : image à contraste de conductivité thermique, c : cartographie corrigée de la conductivité thermique [KLA2006].

## I.2.2 Le mode alternatif

L'excitation thermique alternative est une méthode reconnue pour l'obtention des propriétés thermiques des matériaux [COR1911] [HOL1966] [FRE1977] [BIR1987] et le contrôle du volume de matière sondé par ajustement de la fréquence de modulation de la source [OPS1982] [ING1983]. La méthode  $3\omega$  est l'une des techniques caractérisant le mode de fonctionnement à courant alternatif du SThM [CAH1990] [MOO1996] [ROH2006].

En théorie un dispositif de mesure bénéficiant du mode alternatif permettrait l'obtention locale des propriétés thermiques d'un matériau. Le microscope thermique à sonde locale fut associé à cette méthode pour la première fois en 1995 par l'équipe de *Balk* [BAL1995]. Pour ce faire un dispositif supplémentaire est ajouté au circuit électrique caractéristique du mode de fonctionnement à température constante. Une tension alternative est alors additionnée à la tension d'asservissement appliquée au pont de Wheatstone de façon à moduler l'échauffement de l'élément thermorésistif de la sonde. Ce dispositif est présenté dans le chapitre II (figure II-7). Le signal aux bornes de la sonde est ensuite analysé par l'intermédiaire d'un amplificateur à détection synchrone. Les auteurs démontrent une amélioration significative de la résolution latérale de la pointe avec une valeur de 30 nm. Ils associent cet effet à la réduction du volume de matière sondé avec l'augmentation de la fréquence de modulation.

La méthode  $3\omega$  fut utilisée par *Cahill et al.* en 1987 pour estimer la conductivité thermique de matériaux amorphes [CAH1987]. L'originalité de leur approche réside dans l'utilisation d'une bande chauffante à la fois comme source de chaleur et comme détecteur. De plus cette fine bande de largeur inférieure à 100  $\mu\text{m}$  est déposée par lithographie directement à la surface de l'échantillon. La méthode  $3\omega$  fut également utilisée la même année pour étudier la dépendance en fréquence de la chaleur spécifique de liquide sur une plage de fréquence s'étendant de 0,01 à 3000 Hz [BIR1987]. La sonde de résistance électrique  $R_p$  est chauffée au moyen d'un courant modulé  $I_p$  de la forme :

$$I_p(t) = I_0 + I_1 \cdot \cos(\omega t + \varphi_1) \quad \text{Équation I-14}$$

dans laquelle  $I_0$  et  $I_1$  représentent respectivement les composantes continue et alternative du courant, et  $\varphi_1$  le déphasage initial.

Ainsi la puissance électrique dissipée s'exprime :

$$P(t) = R_p(t) \left( I_0^2 + \frac{I_1^2}{2} + 2I_0I_1 \cos(\omega t) + \frac{I_1^2}{2} \cos(2\omega t) \right) \quad \text{Équation I-15}$$

L'expression de la température de la sonde se détermine à partir de cette puissance. La relation est complexe puisqu'elle dépend d'un grand nombre de facteurs tels que la géométrie de la sonde et les coefficients d'échanges de chaleur avec le milieu environnant. Néanmoins l'expression de la température doit contenir la même distribution spectrale que celle de la puissance. Elle s'écrit :

$$T(t) = T_{dc} + T_1 \cos(\omega t + \varphi_2) + T_2 \cos(2\omega t + \varphi_3) \quad \text{Équation I-16}$$

où  $T_{dc}$  représente la composante continue de la température,  $T_1$  et  $T_2$  représentent les amplitudes respectives au fondamental et au second harmonique, et  $\varphi_2$  et  $\varphi_3$  sont les déphasages correspondants. La résistance électrique de la sonde varie de façon linéaire avec la température et s'écrit donc de la manière suivante :

$$R_p(t) = R_0 [1 + \alpha(T(t) - T_0)] \quad \text{Équation I-17}$$

où  $R_0$  est la résistance de la sonde à la température de référence  $T_0$  et  $\alpha$  le coefficient en température associé.

$$\text{Soit} \quad R_p(t) = R_0 (1 + \alpha(T_{dc} - T_0)) + \alpha R_0 T_1 \cos(\omega t + \varphi_2) + \alpha R_0 T_2 \cos(2\omega t + \varphi_3) \quad \text{Équation I-18}$$

Le signal détecté aux bornes de la sonde est déterminé par la loi d'Ohm :

$$\begin{aligned} V_p(t) = & R_0 I_0 (1 + \alpha(T_{dc} - T_0)) + \frac{\alpha R_0 T_1 I_1}{2} \cos(\varphi_2) \\ & + R_0 I_1 (1 + \alpha(T_{dc} - T_0)) \cos(\omega t) + \alpha R_0 T_1 I_0 \cos(\omega t + \varphi_2) + \frac{\alpha R_0 T_2 I_1}{2} \cos(\omega t + \varphi_3) \\ & + \alpha R_0 T_2 I_0 \cos(2\omega t + \varphi_3) + \frac{\alpha R_0 T_1 I_1}{2} \cos(2\omega t + \varphi_2) \\ & + \frac{\alpha R_0 T_2 I_1}{2} \cos(3\omega t + \varphi_3) \end{aligned} \quad \text{Équation I-19}$$

Cette expression relativement complexe montre que seul le terme au troisième harmonique dépend uniquement de la composante modulée du courant et de la loi d'évolution de la résistance électrique de l'élément thermo-résistif. La méthode  $3\omega$  se base sur la mesure de cette composante afin d'évaluer l'amplitude de modulation de la température de la sonde. Les

signaux recherchés étant relativement faibles, un pont de Wheatstone et une détection synchrone sont employés. Ces deux instruments sont présentés dans le chapitre II.

Les oscillations de cette température sont alors utilisées pour déterminer la conductivité thermique du matériau situé sous la bande thermo-résistive. Pour ce faire les auteurs ont recherché la solution exacte de l'équation caractérisant l'amplitude d'oscillation du champ de température à une distance  $r$  d'une bande chauffant [CAR1959], soit :

$$\Delta T = \frac{P}{l\pi\lambda} K_0(qr) \quad \text{Équation I-20}$$

où  $P/l$  est l'amplitude de la puissance par unité de longueur générée par l'élément chauffant,  $\lambda$  est la conductivité thermique, et  $K_0$  est la fonction de Bessel modifiée d'ordre zéro. Cette expression peut être approximée de la façon suivante :

$$\Delta T = \frac{P}{2l\pi\lambda} [C - \ln(\omega)] \quad \text{Équation I-21}$$

en faisant apparaître un terme indépendant de la fréquence de modulation  $C$  lequel implique la diffusivité thermique du matériau et la diamètre de l'aire de contact.

En incorporant cette relation dans l'expression de la composante au troisième harmonique  $V_{3\omega}$ , l'évolution de cette dernière apparaît inversement proportionnelle à la conductivité thermique de l'échantillon :

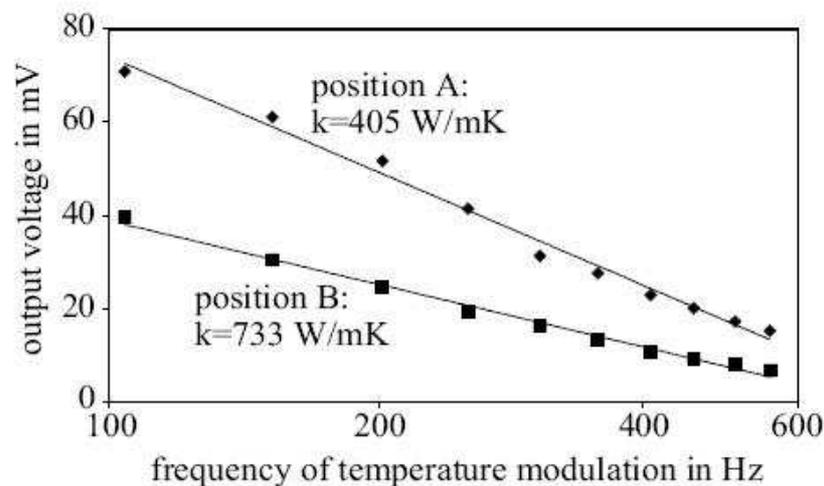
$$V_{3\omega} = \frac{\alpha R_0 I_1 P}{4l\pi\lambda} (C - \ln(\omega)) \cos(3\omega t + \varphi_3) \quad \text{Équation I-22}$$

*Cahill et al.* démontrent que leur approche permet la mesure de la conductivité thermique des matériaux et le suivi de son évolution sur une plage de température s'étendant de 30 à 750 K tout en négligeant les pertes radiatives [CAH1987].

Cette approche fut reprise par l'équipe de *Balk* en l'adaptant au filament micrométrique d'une sonde thermo-résistive de type Wollaston [FIE1999]. Ils étudient alors les variations spatiales de la conductivité thermique d'un film de diamant. La figure I-20 présente l'évolution en fréquence du signal mesuré en deux points caractéristiques de l'échantillon. Afin d'estimer la part de la puissance électrique cédée à l'échantillon  $P$ , la sonde est calibrée au moyen d'un échantillon de référence caractérisé par un état de surface similaire à l'échantillon inconnu et en suivant la méthode soustractive présentée précédemment. Ils démontrent alors l'évolution logarithmique de la réponse de la sonde. L'estimation de la conductivité thermique est réalisée à partir de la mesure de la tension  $V_{3\omega}$  pour deux fréquences d'excitation distinctes en appliquant la relation suivante :

$$V_{3\omega,1} - V_{3\omega,2} = \frac{\alpha R_0 I_1 P}{4l\pi\lambda} [\ln(\omega_1) - \ln(\omega_2)] \quad \text{Équation I-23}$$

De cette façon les auteurs s'affranchissent des variations de puissance dissipée  $P$  liées aux variations de la surface de contact sonde matériau. Leur méthode est vérifiée par la mesure de la conductivité thermique de l'argent avec une déviation inférieure à 2 % de la valeur habituellement admise. Appliquée à un film de diamant, une dispersion de la conductivité thermique de près de  $300 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  est signalée. La valeur maximale de la conductivité thermique de ce film est évaluée à environ  $700 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  (figure I-20), laquelle est nettement inférieure à la conductivité du diamant naturelle (environ  $2000 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ). Les auteurs démontrent ainsi la validité de la méthode  $3\omega$  appliquée à la sonde thermo-résistive de type Wollaston et ceci malgré la très grande différence de géométrie avec le dispositif expérimental développé et validé par Cahill [CAH1987].



**Figure I-20 :** Evolution de la tension aux bornes de la sonde en fonction de la fréquence de modulation en deux endroits distincts d'un même échantillon. Le modèle se révèle être en parfait accord avec l'expérience. L'évolution en  $1/\lambda$  du signal mesuré est démontrée [FIE1999].

Notre équipe de recherche sous la direction de *Philippe GROSSEL* a développé une approche originale du transfert de chaleur dans un système sonde-échantillon sous une excitation alternative. Dans ce mode de fonctionnement le flux de chaleur s'apparente à un phénomène de propagation d'onde de diffusion. L'équation de diffusion de la chaleur peut s'écrire sous forme de l'équivalent thermique de l'équation de Helmholtz [DEP1996] [GRO1997a] [GRO1997b], soit :

$$\Delta T + i \frac{\omega}{a} T = -\frac{\xi}{\lambda} \quad \text{Équation I-24}$$

où  $\xi$  est la densité de puissance de la source de chaleur et  $a$  et  $\lambda$  sont respectivement la diffusivité et la conductivité thermique. La solution temporelle de ce type d'équation est ainsi de la forme :

$$T(\vec{r}, t) = T(\vec{r}) \exp(-i\omega t) \quad \text{Équation I-25}$$

La convention de phase sur le terme temporel retenue ici est volontairement liée à la définition de la transformée de Fourier. Le gradient de température dans une section étant

négligeable, l'élément actif de la sonde thermo-résistive est décrit comme une ailette thermique. Il est modélisé par un cylindre métallique de rayon  $r_p$  et de hauteur  $L_p$ . Disposé perpendiculaire à la surface de l'échantillon, cet élément n'entre en contact qu'à travers son extrémité plane. L'extrémité opposée est quant à elle située en contact avec le support métallique de la pointe. Ce support est supposé réaliser un puits thermique parfait et impose un champ de température alternatif nul. Les pertes de chaleur le long de la sonde sont négligées de sorte que le transfert de chaleur vers le milieu environnant se localise sur l'extrémité inférieure. Sous ces conditions la diffusion de la chaleur dans la sonde se caractérise par un problème unidimensionnel.

Le modèle prend en compte l'échantillon et l'air environnant supposés tous deux homogènes et dont les caractéristiques physiques sont isotropes et indépendantes de la température. L'échantillon est d'épaisseur finie et d'extension latérale infinie. Le système échantillon-environnement est alors décrit de manière tridimensionnelle comme un multicouche thermique et traité par une méthode récursive [TRA1997a] [GRO1997b]. La résolution du problème dans son ensemble nécessite l'ajout d'une connexion entre la réponse unidimensionnelle de la pointe et la description tridimensionnelle du système échantillon-environnement. Pour ce faire deux modèles décrivant les interactions thermiques pointe-échantillon sont proposés. Dans le premier modèle, l'extrémité de la pointe est considérée comme une source d'onde thermique dans le milieu coupleur dans lequel baigne le système sonde-échantillon. La source plane peut entre autre être décomposée en aires d'échanges élémentaires afin de tenir compte de la forme réelle de la pointe. Dans le second, l'échange thermique sonde-échantillon est modélisé par une résistance thermique de contact pouvant décrire l'ensemble des modes de transferts tels que le rayonnement, l'échange balistique ou la conduction *via* le ménisque d'eau.

Le problème incluant un milieu coupleur (c'est-à-dire l'air environnant) est résolu en émettant les deux hypothèses suivantes [DEP1997] [GOM1998] :

◆ La température  $T_p$  de l'extrémité plane de la pointe est égale à la moyenne du champ de température tridimensionnel sur l'aire d'échange thermique entre la pointe et le milieu coupleur :

$$\langle T_c \rangle = T_p \quad \text{Équation I-26}$$

◆ La densité de flux de chaleur  $\Phi$  à l'extrémité plane de la pointe est la source pour toute la structure tridimensionnelle. Ainsi la sonde est ramenée à une source plane d'épaisseur négligeable dispersant une puissance thermique homogène (voir figure I-21a) :

$$\sigma = -2\Phi \quad \text{Équation I-27}$$

L'introduction du signe négatif dans cette expression facilite la description de l'interfaçage entre la pointe et le milieu coupleur.

En ce qui concerne le problème incluant une résistance thermique de contact (voir figure I-21b), le système étudié ne prend pas en compte de milieu coupleur. Il se constitue de la pointe, de l'échantillon et d'un milieu situé en face arrière de l'échantillon. Comme

précédemment, la sonde est remplacée par une source plane limitée dissipant une densité de puissance thermique  $\sigma$ . L'équation de couplage thermique utilisée comme seconde condition aux limites à la surface de l'échantillon s'écrit sous la forme :

$$\Phi = C(T_p - \langle T_s \rangle) \quad \text{Équation I-28}$$

où  $C$  représente le coefficient effectif de l'échange thermique et correspond à l'inverse de la résistance thermique décrivant le transfert de chaleur pointe-échantillon. Comme pour la description précédente, la densité de flux  $\Phi$  est le paramètre permettant le lien entre la réponse unidimensionnelle de la pointe et la réponse tridimensionnelle de l'échantillon.

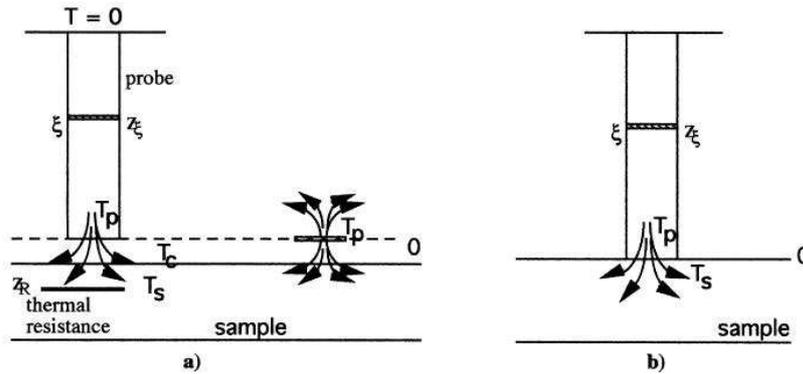


Figure I-21 : Description géométrique du système sonde-échantillon dans le cas d'un échange thermique à travers un milieu coupleur (a) et par l'intermédiaire d'une résistance thermique (b) [GOM2000].

L'originalité de cette approche est de décrire le système étudié comme un multicouche constitué des éléments suivants : les régions de la sonde situées au dessus et en dessous de la source plane de chaleur, le milieu coupleur le cas échéant (première description), l'échantillon et le milieu présent en face arrière de l'échantillon [TRA1997]. Dans chacune de ces couches homogènes, le champ de température alternatif peut être décomposé en deux spectres d'ondes planes bidimensionnelles [DEP1996] tels que :

$$T(x, y, z) = \frac{1}{2\pi} \iint d\vec{k} [T^+(k_x, k_y) e^{i\chi z} + T^-(k_x, k_y) e^{-i\chi z}] e^{i(xk_x + yk_y)} \quad \text{Équation I-29}$$

avec

$$\chi = \left( i \frac{\omega}{a} - k_x^2 - k_y^2 \right)^{1/2}, \quad \text{Re}(\chi) > 0 \quad \text{Équation I-30}$$

où  $k_x$  et  $k_y$  sont les variables de l'espace de Fourier et  $\chi$  est la troisième composante du vecteur d'onde thermique dans l'espace de Fourier.  $T^+$  et  $T^-$  représentent respectivement les composantes progressive et régressive du champ de température. Chaque spectre est relié aux autres par les conditions de continuité de la température et de conservation du flux de la chaleur. Ainsi en prenant compte de l'ensemble de ces conditions, chaque composante du spectre d'ondes planes peut s'écrire sous la forme :

$$T_n^- = \mathfrak{R}_n T_n^+ + \mathfrak{S}_n \quad \text{Équation I-31}$$

où l'indice  $n$  désigne la couche concernée,  $\mathfrak{R}_n$  représente le coefficient de réflexion généralisé dû à l'interface considérée et  $\mathfrak{S}_n$  représente le terme source généralisé lequel prend en compte la source de chaleur dans la zone voisine et les contributions thermiques dues aux éventuels défauts dans l'échantillon.

Sous ces conditions le flux de chaleur par unité d'aire à travers l'extrémité inférieure de la pointe s'exprime en fonction de la composante  $T_p^+$  :

$$\Phi = -ik_p \chi_p [T_p^+ (1 - \mathfrak{R}_p) - \mathfrak{S}_p] \quad \text{Équation I-32}$$

avec  $\mathfrak{R}_p = -e^{2i\chi_p z_p}$ , et  $\mathfrak{S}_p = \frac{\xi}{2i\chi_p k_p} \left( \frac{e^{2i\chi_p z_p}}{e^{i\chi_p z_\xi}} - e^{i\chi_p z_\xi} \right)$  Équation I-33

A ce stade les dernières inconnues sont :

- ◆  $T_c^+$  pour la description tridimensionnelle du champ de température dans le système milieu coupleur-échantillon,
- ◆  $T_p^+$  pour la description unidimensionnelle du champ de température dans la pointe.

Ces deux grandeurs sont reliées l'une à l'autre par les équations I-26, I-27 et I-28. L'utilisation de ces conditions aux limites a pour effet de remplacer la pointe par une pastille chauffante limitée de surface identique à celle de l'extrémité de la pointe et de densité de puissance thermique homogène. Ainsi l'hypothèse de couplage (I-27) donnant l'expression de la source thermique pour le problème tridimensionnel peut s'écrire sous la forme :

$$\sigma(x, y) = -2\Phi H(x, y) \quad \text{Équation I-34}$$

où  $H(x, y)$  est une fonction forme égale à l'unité sur la surface d'échange de rayon  $r_p$  et égale à zéro ailleurs.

Dans le cas d'un échange de chaleur entre la pointe et l'échantillon à travers un milieu coupleur, le développement dans l'espace de Fourier des relations précédentes permet d'établir l'expression du coefficient de température  $T_p^+$  suivant :

$$T_p^+ = \frac{\mathfrak{S}_p - \langle B \rangle}{(1 - \mathfrak{R}_p) \langle A \rangle - (1 + \mathfrak{R}_p)} \quad \text{Équation I-35}$$

avec  $A(x, y) = IFT \left[ -\frac{\lambda_p \chi_p}{\lambda_c \chi_c} (1 + \mathfrak{R}_c) \tilde{H} \right]$  Équation I-36

$$B(x, y) = IFT \left[ \mathfrak{S}_c + \mathfrak{S}_p \frac{\lambda_p \chi_p}{\lambda_c \chi_c} (1 + \mathfrak{R}_c) \tilde{H} \right] \quad \text{Équation I-37}$$

où IFT désigne la transformée de Fourier inverse bidimensionnelle et  $\tilde{H}$  est la transformée de Fourier bidimensionnelle de la fonction forme  $H(x,y)$ . L'opérateur  $\langle \cdot \rangle$  représente la moyenne de la valeur considérée sur l'aire de l'échange thermique entre la pointe et le milieu coupleur. L'expression de la composante alternative  $T_p$  de la température à l'extrémité de la pointe s'écrit alors :

$$T_p = \frac{\Im_p \langle (1 - \Re_p) A \rangle - (1 + \Re_p) \langle B \rangle}{(1 - \Re_p) \langle A \rangle - (1 + \Re_p)} \quad \text{Équation I-38}$$

Dans le cas d'un échange de chaleur entre la pointe et l'échantillon *via* un coefficient effectif de couplage thermique  $C$ , la procédure de résolution du problème est similaire et aboutit à l'expression suivante :

$$T_p = \Im_p \left[ 1 - \frac{(1 + \Re_p)(D + i\lambda_p \chi_p)}{-i\lambda_p \chi_p (1 - \Re_p) + (D + \Re_p)} \right] \quad \text{Équation I-39}$$

avec 
$$D = C - \frac{C^2 \langle F \rangle}{1 + C \langle F \rangle}, \text{ et } F = IFT \left[ \frac{i}{\lambda_s \chi_s} \frac{1 + \Re_s}{1 - \Re_s} \tilde{H} \right] \quad \text{Équation I-40}$$

où  $F$  est la réponse tridimensionnelle liée à la source de chaleur localisée en surface de l'échantillon. La détermination de la température de la pointe nécessite la connaissance du coefficient de couplage  $C$ .

Les auteurs ont utilisé leur premier modèle pour étudier l'importance du milieu coupleur. La sonde est chauffée par une puissance de 5 mW à une fréquence de modulation de 70 Hz. La figure I-22 représente l'évolution du rapport  $T_p/T_{p0}$  de la température au bout de la pointe en présence de l'échantillon et de celle en absence de l'échantillon en fonction de la distance sonde-échantillon. L'influence de la présence d'eau à la surface de l'échantillon est ainsi étudiée et montre l'augmentation de l'effet de couplage par rapport à l'air quelle que soit la distance sonde-échantillon.

En comparant les résultats obtenus à partir de leur modèle tridimensionnel à ceux des modèles unidimensionnels disponibles dans la littérature [HAM1996] [LUO1997], les auteurs démontrent un effet de couplage plus important avec leur modèle 3D qu'avec le modèle 1D (figure I-22) [GOM2000]. Quel que soit le milieu coupleur, chaque courbe se décompose en trois régimes correspondant à un comportement particulier. Ainsi de 1 à 100 nm le couplage thermique est maximum, de 100 nm à 10  $\mu$ m le couplage diminue fortement pour devenir négligeable aux distances plus grandes et insensible à la nature de l'échantillon.

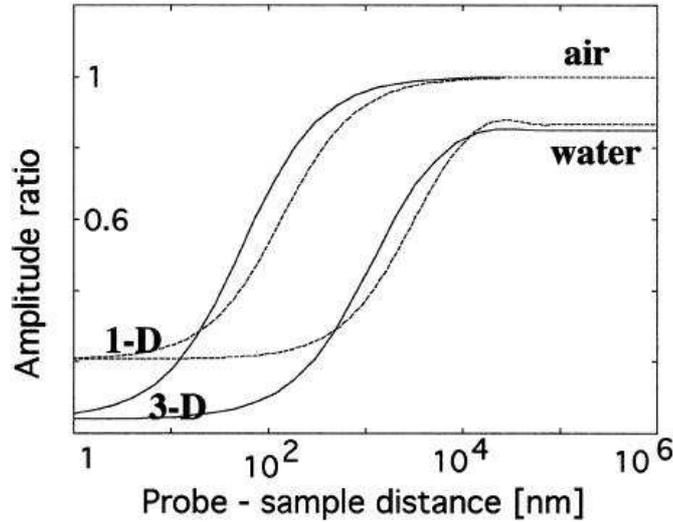


Figure I-22 : Evolution du rapport  $T_p/T_{p0}$  pour un échantillon de cuivre en fonction de la distance sonde-échantillon. Les cas unidimensionnel et tridimensionnel sont comparés pour les courtes et longues distances [GOM2000].

Avec l'objectif d'étudier la résolution spatiale d'une sonde SThM, les auteurs ont entrepris la modélisation d'inhomogénéités de dimensions finies à l'intérieur ou en surface d'un échantillon [GOM1998]. Pour ce faire un petit défaut supposé plat et de forme discoïdale est placé à une profondeur  $z_R$  sous la surface de l'échantillon monocouche, homogène et d'épaisseur finie du précédent modèle (figure I-21a). Ce défaut est modélisé par une résistance thermique supposée constante sur toute sa surface. En conséquence le champ de température de l'échantillon se décompose en deux champs distincts nommés  $T_s$  situé au dessus du défaut et  $T_{su}$  situé en dessous du défaut. Ces deux champs de température sont liés par l'expression suivante :

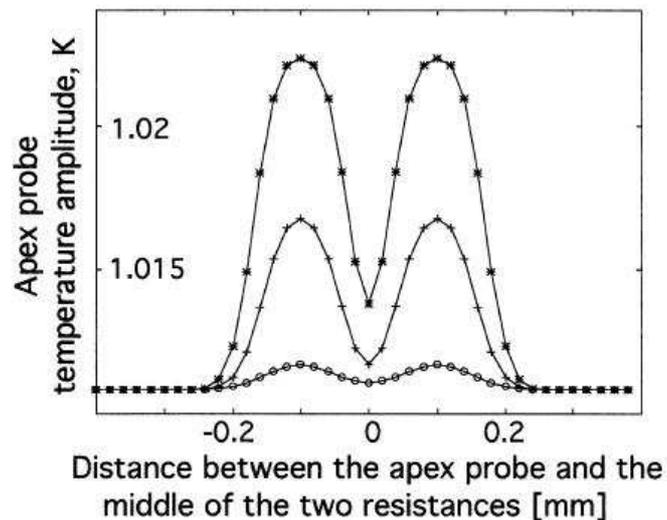
$$T_s(x, y, z_R) = T_{su}(x, y, z_R) + RH_R(x, y)\Phi_R(x, y, z_R) \quad \text{Équation I-41}$$

où  $H_R$  représente une fonction forme égale à un sur la surface du défaut et zéro ailleurs,  $R$  est la valeur de la résistance thermique par unité d'aire et  $\Phi_R$  est la densité de flux de chaleur traversant la résistance. Pour faciliter la résolution de ce problème les auteurs ont adopté une procédure d'approximations successives résumée par les deux relations suivantes :

$$[\tau]_j = RH_R[\Phi]_{j-1}, \quad [T_s - T_{su}]_{j+1} = [\tau]_j \quad \text{Équation I-42}$$

où  $\tau$  caractérise la discontinuité en température résultant du terme de droite de l'équation I-41. Pour  $j = 1$ , la série d'itération commence avec une densité de flux de chaleur  $\Phi_R$  obtenue sans la présence du défaut. Pour obtenir une précision satisfaisante sur le champ de température, un minimum de 3 itérations ainsi qu'une résistance thermique inférieure à  $10^{-6} \text{ K.m}^2.\text{W}^{-1}$  sont nécessaires. A partir de leur modèle, les auteurs mettent en évidence l'augmentation de la réponse de la sonde en fonction des dimensions latérales du défaut. Ils soulignent également que pour les faibles valeurs de résistance thermique caractérisant le défaut, la résolution latérale est limitée par la forme de la pointe. Ce modèle est utilisé pour simuler la réponse de la pointe dans le cas où deux défauts similaires ( $R = 10^{-7} \text{ K.m}^2.\text{W}^{-1}$  et  $r_R = 80 \text{ }\mu\text{m}$ ) sont situés

dans le même plan et espacés latéralement de 200  $\mu\text{m}$  l'un de l'autre. La figure I-23 représente les variations de l'amplitude de la température de la pointe au cours d'une ligne de balayage de la surface de l'échantillon pour trois profondeurs  $z_R$  distinctes. Dans chaque cas, les deux résistances sont clairement distinguées. Enfin les simulations en fonction du rayon de la pointe révèlent l'amélioration notable de la résolution latérale lorsque le rayon diminue.



**Figure I-23 :** Simulation de l'amplitude de la température pour une ligne de balayage de la surface de balayage à l'aplomb de deux résistances thermiques. Trois profondeurs de localisation sont retenues : \* 1  $\mu\text{m}$ , + 5  $\mu\text{m}$  et ° 50  $\mu\text{m}$  [GOM1998].

L'algorithme FFT utilisé dans cette approche est particulièrement bien adapté à l'obtention rapide des réponses dans le cas d'échantillons stratifiés ou comportant des inhomogénéités localisées. Cependant ces possibilités décroissent rapidement lorsque le rayon de la surface d'échange thermique devient inférieur à 10  $\mu\text{m}$  [DEP2003].

Pour surmonter ce handicap, une autre approche ne faisant pas appel à cet algorithme a été développée pour étudier le champ de température tridimensionnel au sein d'un échantillon [DEP2003]. Dans ce modèle, une source de chaleur cylindrique, d'épaisseur négligeable et de 50 nm de rayon ( $r_s$ ), est déposée à la surface de l'échantillon et permet la modélisation de la surface d'échange avec la sonde chauffante. Rappelons que l'hypothèse d'une surface de contact de très petites dimensions est envisageable compte tenu des résultats présentés précédemment stipulant que les transferts de chaleur vers un échantillon conducteur se réalisent principalement par conduction [GOM1999b] [GOM2001]. Les autres modes de transfert de chaleur sont alors négligés. La température moyenne de la source chauffante est évaluée à partir d'un développement dans l'espace de Fourier et s'écrit sous la forme suivante :

$$\langle T \rangle = \frac{2i\Phi}{\lambda} \int_0^{\infty} dk \cdot \frac{[J_1(kr_s)]^2}{k \left( (ih/\lambda) + \sqrt{(i\omega/a) - k^2} \right)} \quad \text{Équation I-43}$$

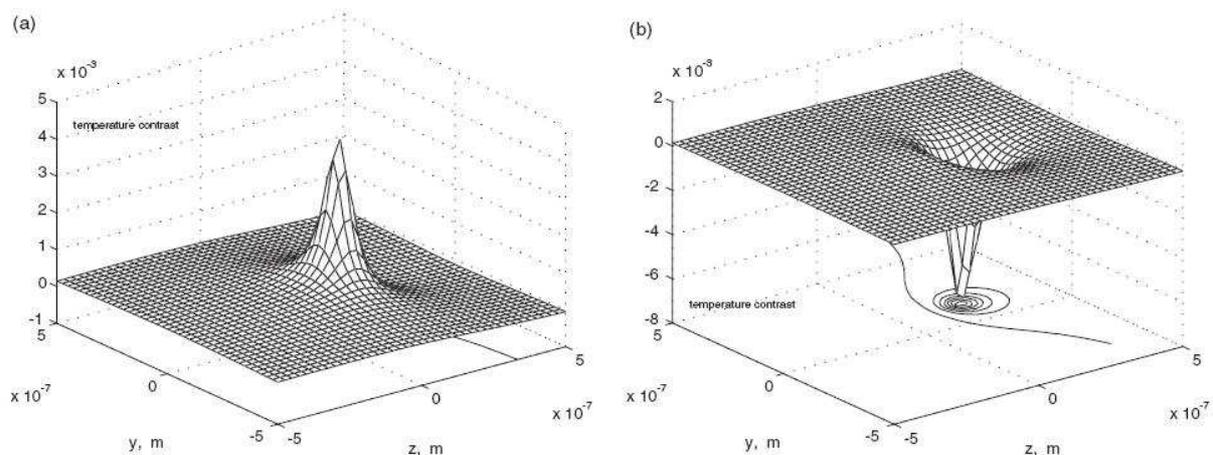
où  $\Phi$  est la densité du flux de chaleur fournie par la source, et  $k$  est une variable de l'espace de Fourier.  $\lambda$  et  $a$  représentent respectivement la conductivité et la diffusivité thermique de l'échantillon. L'équation intègre un coefficient  $h$  d'échange par convection naturelle relatif aux pertes de l'échantillon vers le milieu environnant. Ces calculs sont présentés en détail en annexe n°1. Il est ainsi démontré que dans le cas des échantillons homogènes présentant une grande diffusivité thermique, tels que les métaux, les réponses en continu et en alternatif à une fréquence supérieure à 1 MHz se superposent parfaitement. Ces modélisations révèlent également que les courbes d'isothermie deviennent sphériques à longue distance. La zone chauffée se révèle limitée au voisinage de la sonde et semble indépendante de la fréquence de modulation.

Après le développement d'un modèle caractérisant le cas d'un échantillon homogène, de petites inhomogénéités subsurfaciques sont introduites et résolues par l'utilisation de la première approximation de Born. L'utilisation de cette approximation reposant sur le principe de décomposition des propriétés thermiques des matériaux permet la prise en compte d'une petite inhomogénéité sphérique. Cette approche offre aux auteurs la possibilité d'étudier le champ de température de l'échantillon à condition que le défaut se situe à une distance suffisamment grande de la source de chaleur (typiquement  $\geq 1,5.r_s$ ). Ainsi en un point donné  $A$  de l'échantillon, la température est définie par la somme de :

- ◆ La température dans le cas d'un échantillon homogène par l'équation A1-9,
- ◆ Et de deux perturbations résultant de la présence d'un défaut  $D$  et de son image  $D'$  par rapport à la surface. Le champ de température généré par l'image  $D'$  du défaut est calculé à partir de considérations de symétrie selon le fait que les pertes convectives à la surface de l'échantillon sont négligées.

Les détails du calcul sont présentés dans l'annexe n°1 et aboutissent à la relation suivante :

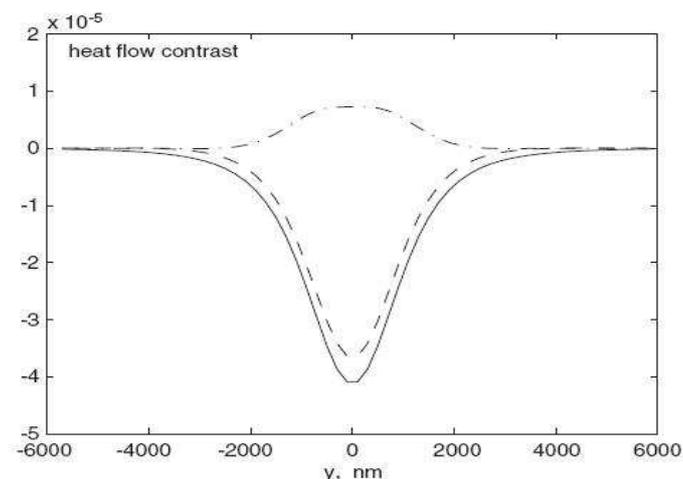
$$T(A) = T_0(A) + T_1(A, D) + T_1(A, D') \quad \text{Équation I-44}$$



**Figure I-24 :** Représentation des variations de la température relative  $[T(A)-T_0(A)]/T_0(A)$  de l'échantillon sur des plans situés au dessus (a) et en dessous (b) d'un défaut moins bon conducteur thermique [DEP2003]

Le domaine de validité de cette méthode se limite aux inhomogénéités provoquant de petites perturbations. Ainsi le défaut sphérique utilisé, d'un rayon de 50 nm, présente une conductivité thermique 10% plus faible ou plus grande que celle du milieu homogène. Les variations du flux de chaleur traversant l'échantillon sont alors clairement mises en évidence. Dans le cas d'une inhomogénéité moins conductrice, la température locale située entre la source et le défaut présente une élévation de sa valeur (voir figure I-24a). A l'inverse une diminution locale de la température est relevée dans la partie inférieure de l'échantillon (voir figure I-24b).

Dans le but de réaliser une description plus fine de la réalité expérimentale, les auteurs ont ensuite étudié l'évolution de la puissance thermique nécessaire au maintien de la température moyenne du disque chauffant au cours d'un balayage de la surface de l'échantillon. La ligne balayée appartient au plan de symétrie du défaut intersécant perpendiculairement la surface de l'échantillon. Pour cet exemple le défaut sphérique de 250 nm de rayon est situé à une profondeur de 1,6  $\mu\text{m}$  sous le plan de balayage. Les échanges de chaleur entre la sonde et l'échantillon par conduction *via* le gaz environnant et/ou l'eau ont pour effet d'augmenter significativement la surface d'échange. Afin de tenir compte de ces effets, le rayon du disque chauffant est fixé à 0,5  $\mu\text{m}$ . La figure I-25 présente l'évolution relative du flux de chaleur en mode continu et en alternatif pour deux fréquences de modulation de 10 kHz et 100 kHz. Une inversion du contraste apparaît clairement entre les deux fréquences considérées et s'explique par la différence de phase entre la source-détecteur et le défaut. On observe également que la résolution spatiale pour une fréquence élevée dépend des dimensions de la source. En étudiant le cas incluant deux défauts subsurfaciques, il est démontré que la résolution dépend des dimensions de la source de chaleur. Enfin ce modèle peut être facilement étendu en incorporant une résistance thermique de contact.



**Figure I-25 :** Représentation de l'évolution du flux de chaleur relativement au cas de l'échantillon homogène au cours d'un balayage avec une sonde de 0,5  $\mu\text{m}$  de rayon. Une inhomogénéité en polystyrène de 250 nm de rayon est placée à 1,6  $\mu\text{m}$  sous la surface de l'échantillon. Courbe pleine : mode continu, courbe discontinue : 10 kHz, courbe chaîne : 100 kHz [DEP2003].

Modéliser la sonde par un disque chauffant à la surface de l'échantillon est une bonne approche en première approximation. Toutefois à la vue des précédents résultats, la puissance nécessaire au maintien de la température de la sonde n'est pas exactement comparable à celle observée. Il apparaît donc nécessaire de rapprocher la modélisation du problème expérimental. En particulier la présence d'un gradient de température au sein de la sonde ainsi que l'évolution des fuites de chaleur vers le support et le milieu environnant en fonction des propriétés thermiques de l'échantillon sont à prendre en considération [GOM2001].

Pour évaluer la température le long du filament  $T_{probe}$ , *Lefèvre et al.* ont résolu l'équation de la chaleur en décomposant le champ de température en une composante continue  $\bar{T}$  et une composante alternative  $T_{2\omega}$  relative au doublement de la fréquence de modulation [LEF2004a]. Il s'exprime alors de la façon suivante :

$$T_{probe} = \bar{T} + T_{2\omega} \cdot \exp(2i\omega t + \varphi) \quad \text{Équation I-45}$$

dans laquelle  $T$  représente la température relativement à la température ambiante. La méthode  $3\omega$  présente la relation entre la composante au troisième harmonique de la tension et la composante alternative du champ de température. En supposant la température à l'interface filament-Wollaston égale à l'ambiante et la résistivité électrique  $\rho$  du platine-rhodium indépendante de la température, le problème est alors énoncé et résolu en fonction de la composante alternative du champ de température le long du filament :

$$T_{2\omega}(x) = \frac{J}{m^2} \left[ 1 - \frac{\exp(mx - 2mL) + \exp(-mx)}{1 + \exp(-2mL)} \right] \quad \text{Équation I-46}$$

avec  $J = \frac{\rho I^2}{2\lambda S^2}$ , et  $m^2 = \frac{hp}{\lambda S} + \frac{2i\omega}{a}$  Équation I-47

où  $S$  et  $p$  représentent respectivement la surface et le périmètre de la section du filament et  $L$  sa longueur. Ils mettent ainsi en évidence la dépendance linéaire de la tension à  $3\omega$  par rapport à l'amplitude de l'intensité élevée au cube [LEF2004b] :

$$\frac{V_{3\omega}}{I^3} = \frac{\rho^2 \alpha (-\exp(2mL) + 1 + mL(1 + \exp(2mL)))}{4\lambda m^3 S^3 (1 + \exp(2mL))} \quad \text{Équation I-48}$$

Les auteurs appliquent ce modèle pour évaluer les dimensions géométriques du filament, et concluent à un bon accord avec les valeurs fournies par le fabricant compte tenu de l'incertitude de 10 %. La formule relative au coefficient  $m$  précise la fréquence de coupure de la réponse de la sonde en l'estimant à 200 Hz.

La méthode  $3\omega$  décrite précédemment révèle le couplage entre les différents modes de pulsations. Ainsi pour une sonde alimentée par un courant alternatif à la pulsation  $\omega$ , la tension à ses bornes se compose d'un ensemble d'harmoniques allant du fondamental au

troisième harmonique. La particularité de cette approche repose sur l'hypothèse que l'expression temporelle de la température du filament doit contenir la même distribution spectrale que celle de la puissance électrique dégagée (équations I-15 et 16).

L'approche proposée par *Depasse et al.* se base sur une décomposition multi-fréquentielle de la température notée  $T(x,n\omega)$  [DEP2004]. Pour limiter leur nombre, il est supposé que les composantes harmoniques de la température deviennent négligeables à mesure de l'augmentation de l'ordre  $n$ . La résolution temporelle du problème est réalisée dans l'espace de Fourier et aboutit à la mise en forme suivante :

$$\frac{\partial^2 \vec{T}}{\partial^2 x} = A\vec{T} + \vec{S} \quad \text{Équation I-49}$$

où  $\vec{T}$  est le vecteur température formé à partir des différentes composantes harmoniques,  $\vec{S}$  est le vecteur source et  $A$  est une matrice carrée caractéristique du problème. Le gradient de température radial dans le filament est supposé négligeable et permet l'approximation de l'élément actif par une ailette rendant ainsi le problème unidimensionnel. La solution de système est obtenue par l'incorporation des conditions aux limites relatives à l'interface sonde-Wollaston et à la zone de contact sonde-échantillon. Cette résolution sera développée en détail dans le chapitre III de ce manuscrit.

La figure I-26 présente des exemples de champs de température le long d'un demi-filament lorsque la sonde se trouve en contact (pour  $x = 0$ ) avec des échantillons d'argent et de silicium. Le courant de sonde est caractérisé par une composante continue de 25 mA et une composante alternative de 1 mA pour une fréquence de 5 kHz. Les courbes correspondantes à la composante continue (figure I-26a) montrent une variation significative du gradient en fonction de la nature de l'échantillon. Elles montrent en particulier que la puissance dissipée vers l'échantillon mais également vers le Wollaston dépendent de la conductivité thermique de l'échantillon. A contrario les amplitudes des composantes alternatives révèlent que les fuites vers le Wollaston semblent insensibles à la nature du matériau étudié (figures I-26b et d).

Les auteurs utilisent ensuite ce champ de température pour évaluer les différentes composantes de la tension de sonde et permettre la comparaison directe avec les relevés expérimentaux. La figure I-27 présente la comparaison entre les quatre premiers harmoniques en fonction de la fréquence de modulation. Ces courbes représentent l'évolution de l'amplitude et de la phase suivant le rapport de la tension sans échantillon par la tension avec un échantillon d'argent. On constate alors que, malgré la décroissance de l'amplitude du signal lorsque l'ordre  $n$  augmente, ces quatre composantes semblent être sensibles aux variations de la conductivité thermique.

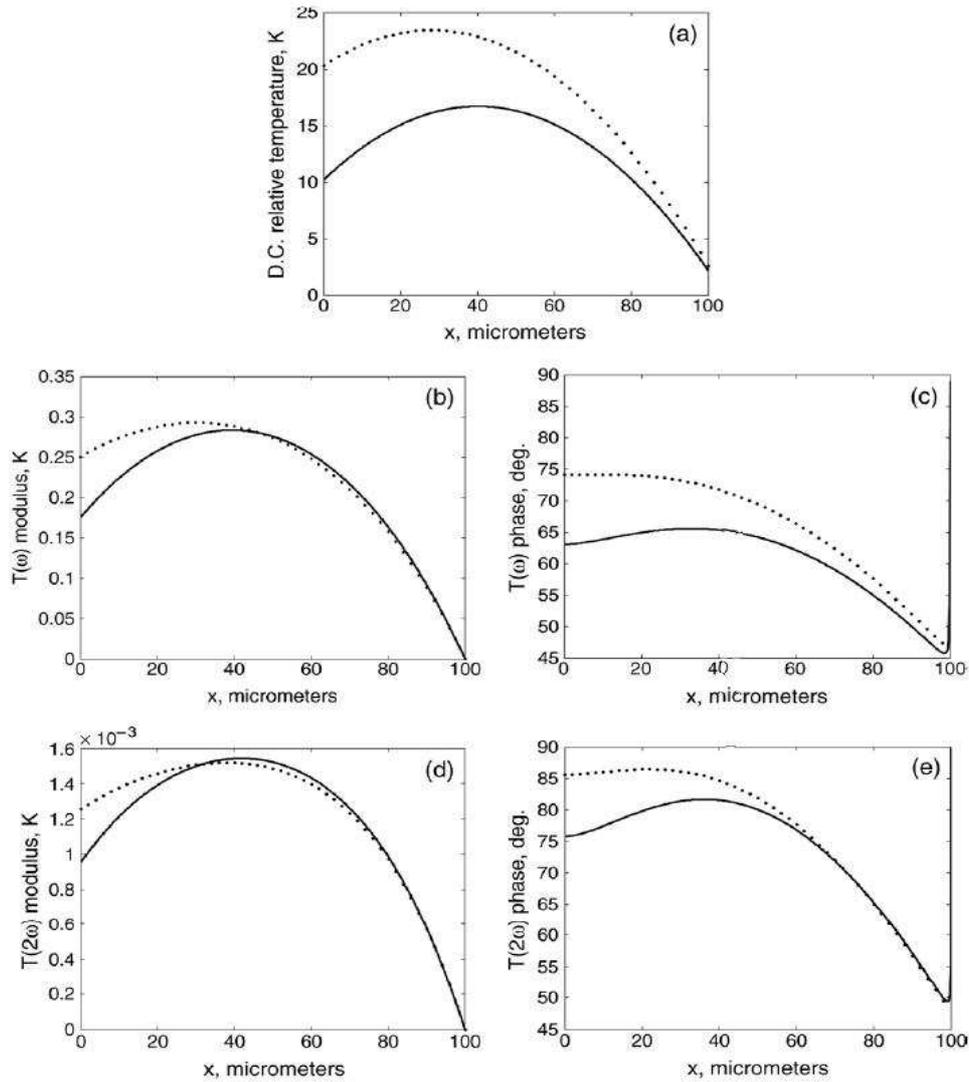


Figure I-26 : Comparaison des champs de température au sein du filament thermorésistif relatifs aux modes continu (a) et alternatif (b et c : amplitude et déphasage à  $\omega$  ; d et e : amplitude et déphasage à  $2\omega$ ) [DEP2004].

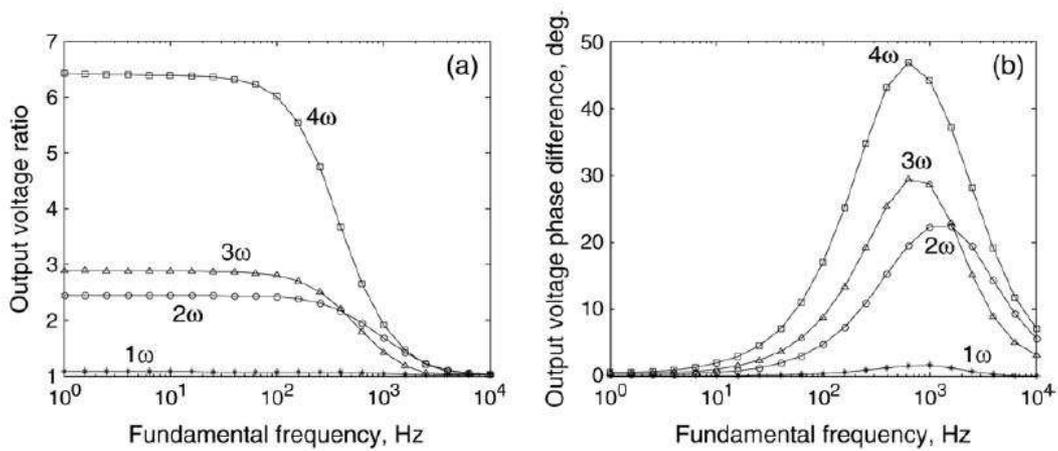
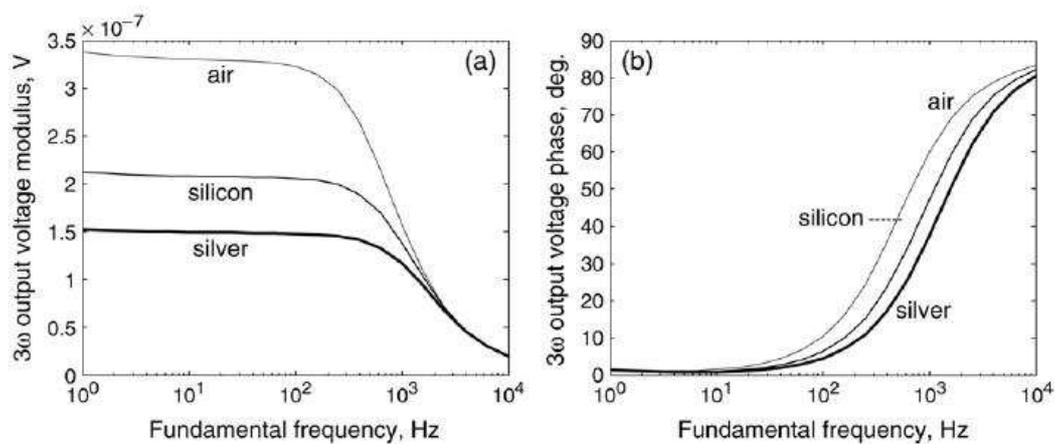


Figure I-27 : Evolution fréquentielle en amplitude et en phase du rapport de la tension sans échantillon par celle avec un échantillon d'argent [DEP2004].

La figure I-28 se concentre sur l'étude de la composante à  $3\omega$  en fonction de la fréquence de modulation. Contrairement aux cas précédents, un courant de sonde purement alternatif d'environ 2,7 mA est utilisé. Ces évolutions permettent la comparaison de la réponse hors contact et des réponses en contact avec des échantillons d'argent et de silicium. Il apparaît alors que les amplitudes se confondent pour les fréquences supérieures à 1000 Hz. Une constatation identique peut être réalisée au sujet du déphasage pour des fréquences inférieures à 100 Hz d'une part et supérieures à 10 kHz d'autre part. En parfait accord avec l'expérience, une plage de haute sensibilité se dégage pour des fréquences allant de 100 à 1000 Hz.



**Figure I-28 :** Evolution en amplitude et en phase de la composante à  $3\omega$  en fonction de la fréquence de modulation dans le cas d'un courant de sonde purement alternatif. Comparaison des réponses obtenues en contact (argent et silicium) avec la réponse obtenue dans l'air [DEP2004].

L'équipe de *Balk et al.* propose, en 2004, la possibilité de représenter le filament de la sonde thermo-résistive par une source de chaleur linéique [ALT2004]. Leur approche repose sur l'étude en fréquence de la réponse dans les deux cas de figure *via* respectivement une modélisation tridimensionnelle par éléments finis et une modélisation analytique simplifiée. Une fréquence de coupure d'environ 760 Hz est alors évaluée. Les auteurs présentent la condition de champ proche nécessaire, selon eux, à la détermination quantitative de la conductivité thermique locale des échantillons, laquelle condition est indépendante de la fréquence de modulation. L'approche analytique simplifiée se caractérise par l'approximation de l'élément sensible de la sonde par un élément cylindrique rectiligne. Le transfert de chaleur vers l'échantillon s'établit alors à travers une ouverture de petites dimensions  $l$  prenant en compte la courbure effective du filament. La condition de champ proche précise que la profondeur d'étude est inférieure à la dimension caractéristique de l'ouverture. Ils démontrent également l'élargissement des plages étudiables de valeur de la conductivité thermique de 1 à  $2000 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ , ainsi que celles de la capacité thermique de 100 à  $1000 \text{ W.s.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ . La puissance dissipée vers l'échantillon est présentée indépendante de la fréquence de modulation, tandis que sa dépendance à la conductivité thermique de l'échantillon  $\lambda_s$  s'écrit de la forme :

$$P(\lambda_s) = A \left( 1 - \frac{1}{1 + B\lambda_s} \right) \quad \text{Équation I-50}$$

dans laquelle  $A$  et  $B$  sont des constantes déterminées expérimentalement.

Quelle que soit l'approche analytique de la réponse de la sonde choisie, l'interprétation de l'équilibre thermique de cette dernière lors du contact avec un échantillon dépend des propriétés de ce contact. Nous abordons dans le paragraphe suivant une étude bibliographique non exhaustive des différentes approches analytiques de la résistance thermique de contact.

### I.2.3 Les résistances thermiques de contact

La résistance thermique de contact limite la quantité de chaleur échangée entre la sonde et l'échantillon. Son évaluation est indispensable à l'analyse quantitative de la mesure. L'estimation des propriétés thermiques de l'échantillon nécessite une connaissance précise du flux de chaleur qui lui est transféré. Liée à l'aire d'échange et à la rugosité des surfaces mises en jeu, l'interface sonde-échantillon se présente comme une discontinuité dans le processus de propagation de la chaleur.

Après un rappel rapide de la définition de la résistance thermique de contact, une revue bibliographique de quelques méthodes de détermination analytiques ou numériques de cette résistance est présentée. Nous abordons ensuite la notion de résistance thermique de contact dans le cadre de la microscopie thermique à sonde locale fonctionnant avec la sonde thermo-résistive.

#### I.2.3.1 Définition

Lorsque deux solides sont en contact, du fait de leurs rugosités et de la non planéité de leurs surfaces, le contact ne s'effectue jamais sur toute la surface apparente, mais seulement en certaines zones de surface très faibles. Dans le cas des métaux, la surface réelle de contact représente environ 1 % de la surface apparente [BAR1972]. La figure I-29 illustre ce phénomène.

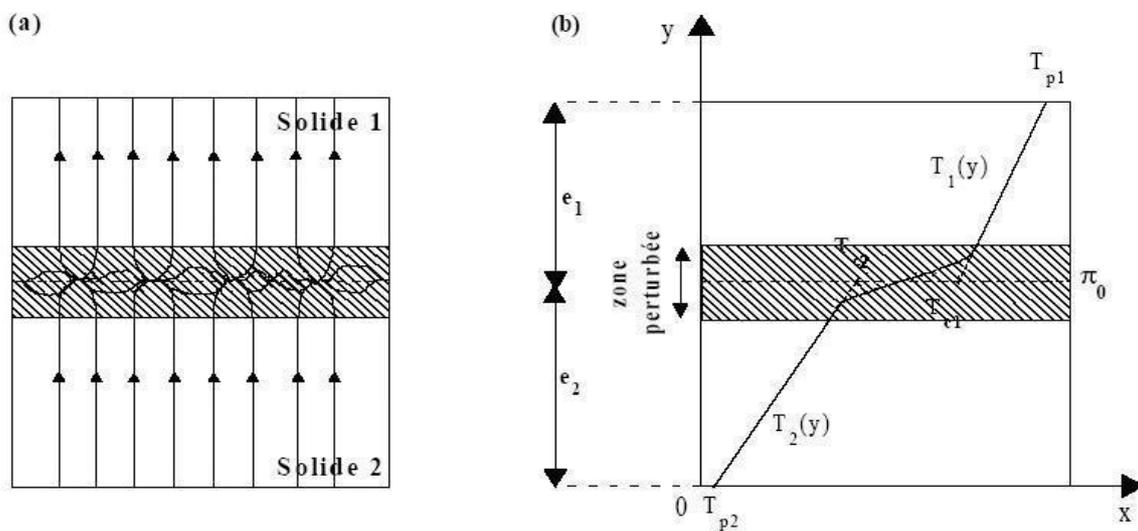
Entre les zones de contact subsiste un espace interstitiel, en général mauvais conducteur, qui constitue un frein au transfert de chaleur, lequel a lieu de façon préférentielle au niveau des contacts directs. Le champ de température se trouve donc considérablement perturbé dans une région localisée de part et d'autres de l'interface. Il en résulte une constriction des lignes de flux (figure I-29a) qui est responsable de la résistance thermique de contact (RTC) [BAR1972]. La RTC, en régime permanent, est définie par :

$$R_c = \frac{T_{c2} - T_{c1}}{\varphi} \quad \text{Équation I-51}$$

où  $\varphi$  désigne le flux surfacique de chaleur échangé entre les deux milieux,  $T_{c1}$  et  $T_{c2}$  sont les deux températures de contact fictives (figure I-29b) obtenues par extrapolation du champ de températures non perturbé vers l'interface géométrique de contact  $\pi_0$  telle que :

$$T_{ci} = T_{pi} + \varphi_i \frac{e_i}{\lambda_i} \quad \text{Équation I-52}$$

dans laquelle  $\lambda_i$  et  $e_i$  représentent respectivement la conductivité thermique et l'épaisseur du milieu  $i$ .  $T_{pi}$  caractérise la température du milieu à une distance  $e_i$  de l'interface de contact (figure I-29). L'expression de la RTC consiste à supposer nulle l'épaisseur de la zone perturbée et à remplacer la brusque variation de température qui se développe dans cette zone par une véritable discontinuité.



**Figure I-29 :** Représentation du phénomène de constriction (a) et du profil de température (b) à proximité de la zone de contact entre deux solides en régime permanent dans le cas d'un contact statique [BOU1998].

Dans le cas de la sonde thermorésistive, d'autres modes de transfert de chaleur viennent s'ajouter au transfert par conduction solide-solide tels que les échanges *via* le ménisque d'eau et le gaz environnant. Bien que la densité surfacique de ces échanges soit plus faible que celle des échanges par conduction solide-solide, ils se réalisent sur une surface bien plus grande. Afin de réaliser une évaluation précise du flux de chaleur transféré à l'échantillon, il est nécessaire de tenir compte de l'ensemble de ces contributions à la résistance thermique.

Le paragraphe suivant traite un nombre non exhaustif de travaux relatif à la détermination de la résistance thermique de contact. N'étant pas dédiés au cas du SThM, ces travaux s'attachent, d'une manière générale, à tester les différentes hypothèses concernant la géométrie réelle du contact.

### ***1.2.3.2 Revue bibliographique***

La résistance thermique de contact peut être déterminée expérimentalement, numériquement ou analytiquement. Pour déterminer la RTC à l'interface de l'outil et du lopin lors de procédés de mise en forme, plusieurs études ont privilégié jusqu'à ce jour une approche expérimentale du problème [BOU1998]. Les approches analytiques ou numériques permettent quant à elles de déterminer, à partir de modèles du contact, les valeurs de la RTC correspondant à des conditions géométriques d'interface et des caractéristiques de matériaux données.

L'approche expérimentale de la résistance thermique de contact se décompose en trois méthodologies faisant appel à une même démarche. Cette démarche consiste à mesurer le champ de température à l'intérieur des deux matériaux en contact au moyen de thermocouples. Les principales contraintes de cette approche résident dans la difficulté de l'instrumentation, privilégiant les géométries macroscopiques, et dans l'approximation des champs de température liée entre autre à la localisation imprécise des thermocouples et les perturbations thermiques qu'ils occasionnent. La considération des flux thermiques et des géométries mises en jeu lors du contact sonde-échantillon nous amènent à conclure que cette approche ne semble pas appropriée à notre problématique.

En raison de la complexité des surfaces réelles, toutes les études théoriques sont entreprises à partir de la schématisation plus ou moins proche de la géométrie réelle du contact. Les modèles proposés admettent le plus souvent que les zones de contact sont de surfaces égales et sont régulièrement réparties sur toute la surface apparente, ce qui permet de définir des tubes de flux de chaleur tous identiques [TIO1992]. De par la périodicité du problème, l'étude théorique du transfert de chaleur se ramène par conséquent à l'étude du comportement thermique d'un seul tube de flux.

*Laraqi et al* [LAR1998a] se sont intéressés aux effets de l'excentricité d'un contact, dans un tube de flux donné, sur l'évolution de la résistance thermique de constriction. S'appuyant sur une approche expérimentale menée par *Bardon* [BAR1965] leur modèle se révèle être en bon accord avec l'expérience et montre que la résistance thermique de constriction augmente avec l'élévation de l'excentricité. L'étude réalisée dans le cas statique révèle qu'une croissance lente de cette résistance laisse place à une brusque augmentation lorsque l'aspérité atteint les limites du tube élémentaire. L'effet est d'autant plus important que la taille relative du contact est grande. Il se trouve également observé dans le cas d'un contact glissant. Ce problème est généralisé aux contacts multiples présentant différentes tailles et une distribution aléatoire [LAR1998b] [LAR2002]. Dans la première publication, les auteurs développent une solution analytique en utilisant les transformations de Fourier et leurs inverses. Dans ce modèle chaque contact est soumis à un flux de chaleur uniforme dont la valeur est déterminée par l'égalité des températures moyennes de tous les contacts. Limité par la durée des calculs, cette solution est mal adaptée aux contacts comportant un grand nombre d'aspérités. Toutefois les résultats mettent en évidence une dépendance de la résistance thermique de contact au type de répartition ; une répartition aléatoire des contacts augmente systématiquement la résistance thermique de constriction. Cette tendance est confirmée par les travaux de *Das et al.* pour une distribution aléatoire des contacts sur une surface carrée [DAS1999]. Ceci peut être attribué à

la probabilité de trouver une zone isolante (c'est-à-dire sans contact) de plus grande ampleur avec une répartition aléatoire qu'avec une répartition périodique entraînant une distorsion plus importante des lignes de flux. Dans une seconde publication, les auteurs résolvent leur problème en appliquant une méthode de superposition linéaire [LAR2002]. Cette approche fait intervenir une double notion de constriction :

- ◆ une macro-constriction est définie sur la surface totale du contact apparent,
- ◆ une micro-constriction est définie pour chaque micro-contact  $i$  (figure I-30a).

La résistance thermique de constriction totale est évaluée en l'absence de fluide interstitiel par l'expression :

$$R_{cs} = \left[ \sum_{i=1}^N \frac{1}{R_{cs}^{(i)}} \right]^{-1} \quad \text{Équation I-53}$$

où le dénominateur est la résistance thermique de constriction individuelle due au contact  $i$  :

$$R_{cs}^{(i)} = \frac{\overline{T}_c^{(i)} - T_{c,i}}{q_i \pi a_i^2} \quad \text{Équation I-54}$$

$a_i$  et  $q_i$  étant respectivement le rayon et le flux de chaleur traversant la surface de contact  $i$ .

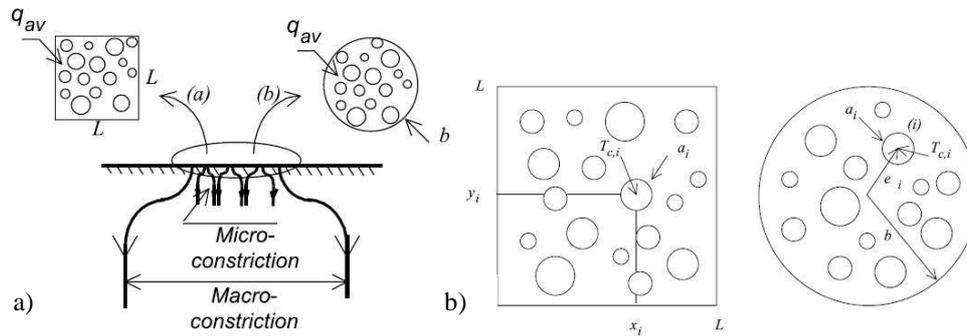
Ainsi  $\overline{T}_c^{(i)}$  représente la température moyenne du contact  $i$ , et  $T_{c,i}$  la température au centre du contact  $i$  telles que :

$$\overline{T}_c^{(i)} = \frac{8q_i a_i}{3\lambda\pi} + \sum_{\substack{j=1 \\ j \neq i}}^N \frac{q_j a_j}{\lambda} \left( \frac{a_j}{b_{ij}} \right) \left\{ \frac{1}{2} + \frac{1}{16} \left( \frac{a_j^2 + a_i^2}{b_{ij}^2} \right) + \frac{9}{128} \left( \frac{a_j^4 + 3a_i^2 a_j^2 + a_i^4}{b_{ij}^4} \right) \right\} \quad \text{Équation I-55}$$

$$T_{c,i} = \frac{q_{av} b}{\lambda} F \left( \frac{1}{2}, -\frac{1}{2}; 1; \left( \frac{e_i}{b} \right)^2 \right) \quad \text{Équation I-56}$$

où  $b_{ij}$  caractérise la distance entre les centres des contacts  $i$  et  $j$ ,  $b$  le rayon de la zone de contact,  $e_i$  la distance entre le centre du cylindre et la zone de contact,  $q_{av}$  le flux de chaleur moyen sur l'ensemble des contacts et  $\lambda$  la conductivité thermique du matériau considéré. La fonction  $F(\alpha, \beta; \gamma; Z)$  représente une fonction hypergéométrique. Le premier membre de l'expression V-8 correspond à la composante de la température liée à l'effet du contact  $i$  seul. Le second membre caractérise, quant à lui, les interactions entre tous les contacts  $j$  et le contact  $i$  (figure I-30b). Cette solution s'utilise facilement et permet le traitement d'un grand nombre de contacts (plusieurs centaines). De plus le modèle peut être adapté tant aux contacts de type Hertzien qu'aux larges surfaces d'échanges. Les auteurs démontrent ainsi que la présence d'aspérités de tailles différentes entraîne une élévation de la RTC. Ce modèle est également utilisé pour étudier l'évolution radiale de la RTC lors du contact entre deux cylindres présentant une répartition axiale et régulière des micro-contacts [BAI2005]. Une diminution rapide de la RTC individuelle est alors mise en évidence à mesure de

l'éloignement du centre du contact pour atteindre une valeur constante à partir du tiers du nombre radial de contact.



**Figure I-30 : Distribution aléatoire des contacts. (a) Paramétrisation de la macro-constriction (b) [LAR2002].**

D'autres études révèlent la diminution de la RTC avec l'augmentation de la surface des aspérités ainsi qu'avec l'augmentation de la vitesse de déplacement d'un solide par rapport à l'autre [SAL1999] [DEN2000]. L'établissement du phénomène de constriction se révèle également sensible à la vitesse de variation de la surface des micro-contacts ; une vitesse critique est ainsi mise en évidence au dessus de laquelle l'établissement du phénomène de constriction est partiel [LAR2003] [CIA2003] [BAI2003]. Une modélisation analytique exacte est proposée pour calculer le champ de température tridimensionnel et la résistance thermique de constriction dans le cas du déplacement d'une source de chaleur à la surface d'un corps semi-infini [LAR2004] [BAI2004]. Trois configurations de contact sont étudiées en fonction de la vitesse : contacts rectangulaire, elliptique ou circulaire. Il est démontré que la diminution de la résistance de constriction en fonction de la vitesse (ou du nombre de Peclet) est d'autant plus prononcée que la plus grande dimension de la surface de contact est perpendiculaire à la direction du mouvement [LAR2004].

Certains travaux prennent en considération les effets du fluide interstitiel dans l'évaluation de la RTC (figure I-31a). Dans une approche bidimensionnelle et une répartition périodique, les modèles, développés en régime permanent, démontrent que la RTC dépend fortement de la conductivité thermique et de l'épaisseur des interstices [DEG1984]. Cette évolution est d'autant plus importante lorsque ces paramètres tendent vers zéro [DAS1998]. Le modèle développé par *Degiovanni* permet d'évaluer les résistances de contact dans des cas complexes où interviennent plusieurs paramètres tels que la conductivité du fluide interstitiel, les conditions d'échange aux limites, la forme des contacts, ainsi que l'épaisseur et la conductivité des couches superficielles [DEG1984] [DEG1989] [ROS2001]. La RTC se révèle alors indépendante des conditions aux limites lorsque la cellule élémentaire présente une hauteur très supérieure à son diamètre et peut être considérée de dimensions infinies suivant l'axe de propagation de la chaleur. La forte influence du coefficient d'échange est également mise en évidence dans le cas d'une faible conduction dans le fluide interstitiel. Ce modèle peut être facilement adapté aux cas de couplage entre les flux et aux cas présentant un coefficient d'échange sur les surfaces latérales de la cellule élémentaire. Cette approche permet également de prendre en compte les doubles constriction et par extension les multi-



soulignent également que l'importance des micro-contacts dépend du facteur de forme de la cellule élémentaire et que la notion de contact réel n'est pas une donnée intrinsèque du problème physique mais du modèle utilisé.

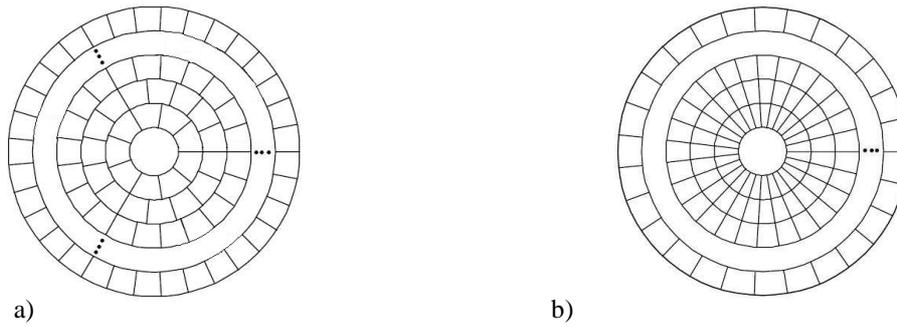
La plupart des approches considèrent des aspérités à section constante sur leur hauteur. *Bardon* a montré que la contribution de l'aspérité est en général très inférieure à la constriction pure, de l'ordre de 10 à 15 % [BAR1972]. Dans le cas des aspérités à section variable, le phénomène de constriction dans l'aspérité devient non négligeable par rapport au phénomène de constriction dans la partie principale du solide [WON1968]. En supposant que les lignes de flux convergent vers un même point, la résistance de constriction de l'aspérité s'exprime, dans le cas d'une géométrie conique, par la relation suivante :

$$R_c(\text{aspérité}) = \left( \frac{r_b}{r_a} - 1 \right) \frac{r_b}{2\lambda} \frac{\tan \theta}{\sqrt{1 + \tan^2 \theta} - 1} \quad \text{Équation I-59}$$

où  $r_a$  et  $r_b$  représentent respectivement les rayons du contact et de la base du cône,  $\lambda$  la conductivité thermique du matériau considéré et  $\theta$  l'angle d'ouverture du cône.

*Singhal et al.* ont développé une approche originale reposant sur l'évaluation du profil topographique des matériaux mis en contact pour l'estimation de la RTC [SIN2005]. Leur modèle prédictif se décompose en deux phases complémentaires. La première phase analyse les déformations des surfaces sous une pression donnée pour déterminer les zones de contact réelles, tandis que la seconde évalue le RTC en tenant compte des phénomènes de constriction et de la conductivité des fluides interstitiels. Une modélisation de la résistance de constriction est alors utilisée pour calculer la RTC de chaque aspérité en fonction de sa surface et de son rayon de courbure lesquelles sont évaluées en considérant les trois modes de déformation : élastique, élastoplastique et plastique. En parallèle les auteurs ont développé un dispositif expérimental afin de valider leur approche. Ils mettent ainsi en évidence la diminution de la RTC à la suite des premiers cycles de charge-décharge avant la stabilisation de sa valeur. Les influences de la pression de contact, de l'état de surface et des propriétés des matériaux mis en relation sont également étudiées. La comparaison avec l'expérience révèle que les résultats des prédictions présentent une similitude satisfaisante et valide le modèle.

En 2004, l'équipe de *Zhang* propose une approche innovante pour prédire, dans un système de coordonnées cylindrique, la distribution spatiale des contacts entre deux surfaces rugueuses sous différentes charges [ZHA2004]. Reposant sur la décomposition de la surface de contact suivant le principe des grilles équipériphériques (figure I-32a), cette méthode est utilisée en réseau pour résoudre un problème tridimensionnel de conduction de la chaleur entre deux cylindres en contact. Les auteurs comparent avec succès leur nouvelle grille au système conventionnel à grille équiangulaire (figure I-32b), lequel a pour effet d'accroître la densité des contacts au centre de la géométrie. Il en résulte une variation non négligeable de la RTC. La comparaison avec l'expérience démontre que leur approche permet une reproduction fine de la rugosité de surface. Bien que lourde à mettre en œuvre, cette méthode démontre l'importance de la répartition des contacts dans l'évaluation de la RTC.



**Figure I-32 :** Grilles équipériphériques (a) et équiangulaire (b) proposées par *Zhang et al.* pour la décomposition de la zone de contact et la répartition des points de contact. Les auteurs démontrent l'importance de la répartition des contacts dans l'évaluation de la RTC [ZHA2004].

L'ensemble des travaux présentés précédemment traite essentiellement du caractère macroscopique de la RTC, c'est-à-dire lorsque le libre parcours moyen des porteurs de chaleur est très inférieur aux dimensions caractéristiques du contact. *Prasher et al.* proposent une approche microscopique de cette grandeur en étudiant les cas où le libre parcours moyen devient supérieur ou égal aux dimensions des micro-contacts [PRA2005] [PRA2006]. Pour ce faire les auteurs s'inspirent de la théorie cinétique des gaz et du modèle de Debye pour calculer le flux de chaleur traversant un micro-contact. Dans une première approche, le cas d'un unique contact nanométrique est étudié en tenant compte du fluide interstitiel [PRA2005]. Ce genre de configuration apparaît lors de l'étude du comportement thermique des nanofils et des nanoparticules et nécessite l'incorporation des phénomènes de diffusion et de transfert balistique des porteurs de chaleur (électron et phonon). Leur modèle permet alors d'évaluer l'impact de la résistance d'interface sur l'estimation de la conductivité thermique des nanofils. Cette approche est utilisée pour déterminer la résistance thermique de contact entre des nanotubes de carbone et des substrats de saphir et d'oxyde de silicium [MAU2006]. Il est ainsi démontré que la résistance thermique est dominée par la résistance thermique de l'interface et est peu affectée par la conductivité thermique du substrat. Dans une seconde approche, les auteurs étudient le cas d'un ensemble de micro-contacts en l'absence de fluide interstitiel [PRA2006]. Le transfert radiatif de chaleur est supposé négligeable et les surfaces en contact planes de manière à ne considérer que la rugosité des matériaux. Ainsi la résistance thermique de l'interface entre les deux matériaux s'exprime de la façon suivante :

$$R_{int} = 0,92 \left( \frac{H_v}{P} \right)^{0,93} \left( \frac{\sigma}{m} \right) \frac{1}{\lambda_{int}} + R_{micro} \left( \frac{H}{P} \right) \quad \text{Équation I-60}$$

dans laquelle  $H_v$  représente la micro-dureté de Vickers,  $P$  la pression d'application,  $\sigma$  la rugosité surfacique effective et  $m$  l'inclinaison moyenne des micro-surfaces. La conductivité thermique de l'interface  $\lambda_{int}$  se définit par la moyenne harmonique des conductivités thermiques des matériaux en contact. Le premier terme du membre de droite caractérise la résistance thermique liée aux constrictions macroscopiques tandis que le second caractérise la résistance des micro-contacts. La résistance  $R_{micro}$  et le rapport  $H/P$  correspondent respectivement à la résistance moyenne des aspérités et au rapport des surfaces de contact réel et apparent [MAD1996]. Ils démontrent alors que la prise en compte du rayon de chaque

micro-contact ne modifie pas l'expression de la résistance thermique obtenue suivant l'hypothèse d'un rayon identique. Cette expression se présente ainsi indépendante du nombre et de la dispersion dimensionnelle des aspérités. Une série de données expérimentales relative à une interface cuivre-silicium valide le modèle ainsi que les hypothèses retenues concernant la dispersion des phonons et les couplages électron-phonon pour le calcul de la RTC microscopique.

Même si une approche aléatoire du contact semble plus appropriée à la description du contact entre la sonde thermo-résistive et l'échantillon, la non prise en compte du fluide interstitiel demeure un handicap important. En effet dans les conditions normales de température et de pression environnementales dans lesquelles est utilisé le SThM, un film d'eau, d'une épaisseur de quelques couches atomiques, recouvre l'ensemble des surfaces. Pour les températures de sonde inférieure à 100 °C, cette eau prend une part importante dans l'établissement du transfert de chaleur avec l'échantillon. Ainsi l'approche proposée par *Degiovanni* nous semble être la plus aboutie et la plus facilement applicable à notre problématique.

### 1.2.3.3 La résistance appliquée au SThM

La majorité des publications considère la surface d'échange de façon uniforme et homogène. Le contact est ainsi supposé parfait et seule la résistance liée à la constriction des lignes de flux au passage de l'interface est prise en compte (équation I-6) [CAR1959]. Ce phénomène apparaît lorsque le flux de chaleur rencontre une réduction de la section du conducteur. Il s'ensuit un resserrement des lignes de flux qui s'oppose au transfert de chaleur. La perturbation résultante est modélisée par une résistance thermique de constriction.

Dans le modèle analytique proposé par *Lefèvre et al.* et présenté précédemment, l'introduction du contact de la sonde avec l'échantillon est réalisée *via* une condition aux limites appliquée à l'extrémité du filament [LEF2005]. Sous la forme d'une conductance thermique équivalente, cette condition inclut les conductances relatives au contact  $G_c$  et à l'échantillon  $G_s$  telle que :

$$G_{eq} = \frac{G_c G_s}{G_c + G_s} \quad \text{Équation I-61}$$

avec  $G_s = \pi \lambda_s b$ , dans laquelle  $\lambda_s$  représente la conductivité thermique de l'échantillon et  $b$  le rayon du contact. L'étude en fréquence de l'expression de l'amplitude thermique  $\theta_{2\omega}$  aboutit à l'estimation de la fréquence caractéristique de diffusion thermique dans l'échantillon. De l'ordre de 1 MHz, le type de sonde utilisé apparaît alors mal adapté à l'évaluation dynamique des propriétés thermiques des matériaux étudiés. En comparant l'incertitude de mesure liée à l'instrumentation et la sensibilité de leur modèle, les auteurs démontrent que les modes continu et alternatif sont limités à l'étude des matériaux dont la conductivité thermique est respectivement inférieure à 30 et 1000 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>. De plus en négligeant la dépendance en température des propriétés électrothermiques de la sonde et de l'échantillon, ils concluent à la réduction de la sensibilité de la conductance équivalente de contact  $G_{eq}$  par rapport aux

variations de la température ambiante. L'analyse de l'équation I-61 révèle la dépendance linéaire de la résistance de contact avec l'inverse de la conductivité thermique de l'échantillon  $\lambda_s$ . Cette propriété confirmée par l'expérience aboutit par régression linéaire à l'évaluation des plages de validité de la conductance  $G_c$  et du rayon de contact respectivement de  $4,7$  à  $6.10^{-6}$   $W.K^{-1}$  et de  $100$  à  $300$  nm.

Sous les conditions normales d'utilisation du microscope (pression, température et humidité ambiantes), la notion de contact thermique se décompose en trois flux de chaleur. En partant du point de contact entre l'extrémité du filament et l'échantillon, viennent les échanges thermiques par contact solide-solide, suivent les échanges *via* le ménisque d'eau, et pour finir les échanges à travers l'air environnant. On trouve également les échanges par rayonnement entre les deux matériaux. Les conductances résultantes sont respectivement notées  $G_{ss}$ ,  $G_w$ ,  $G_a$ ,  $G_{ray}$  et introduites de la façon suivante :

$$G_c = G_{ss} + G_w + G_a + G_{ray} \quad \text{Équation I-62}$$

L'analyse des différentes contributions associée à une comparaison avec l'expérience aboutit aux estimations consignées dans le tableau I-1 [LEF2006]. Il apparaît alors que les échanges *via* le ménisque d'eau représentent le mode prépondérant. Il dépend toutefois fortement de la quantité d'eau adsorbée sur les surfaces considérées. Viennent ensuite les échanges à travers l'air environnant caractérisés par une importante surface d'échange liée à la conductivité thermique de l'échantillon. Les échanges liés aux rayonnements sont démontrés négligeables avec un ordre de grandeur 1000 fois inférieur aux autres modes pour une température de sonde d'environ  $100$  °C.

Mode de transfert de chaleur	Conductance thermique en $\mu W.K^{-1}$	Rayon de contact en nm
Rayonnement	$\approx 10^{-3}$	-
Conduction solide-solide	0 – 1,8	$\approx 20$
Echange à travers l'air environnant	$\approx 2,5$	1000 - 3000
Conduction à travers le ménisque d'eau	5 - 30	100 - 200

**Tableau I-1 : Conductances thermiques et rayons de contact correspondants pour les quatre modes caractérisant le transfert de chaleur entre la sonde et l'échantillon [LEF2006].**

Compte tenu des hypothèses simplificatrices utilisées dans l'établissement de ce modèle, ces dernières valeurs doivent être considérées uniquement comme des ordres de grandeur. Nous présentons, dans le paragraphe suivant, les points délicats de ces diverses représentations qui nous semblent justifier notre approche de la mesure.

### I.3 Les motivations

Cette revue bibliographique présente une liste non exhaustive des travaux traitant de la réponse de la sonde thermorésistive. L'approche analytique de la modélisation de cette sonde est la plus utilisée. *Depasse et al.* ont proposé récemment une approche très aboutie de la réponse de la sonde hors contact avec l'échantillon [DEP2004]. D'autres auteurs, tels que *Lefèvre et al.*, utilisent leur modèle pour évaluer les paramètres caractérisant les conditions de contact entre la sonde et l'échantillon [LEF2005].

Toutefois ces approches analytiques nécessitent l'énoncé d'hypothèses simplificatrices dont l'importance sur la réponse de la sonde n'est pas toujours précisément estimée. Ainsi, *Lefèvre et al.* supposent parfait le puits thermique engendré par les fils de Wollaston et l'indépendance à la température de la résistance électrique du platine-rhodium. De plus l'échantillon est incorporé dans le modèle *via* l'expression d'une conductance équivalente appliquée comme condition aux limites (équation I-61). Cette approche ne permet pas une représentation active de la sonde et rend délicate l'intégration de défauts dans l'échantillon. Cette dernière difficulté est commune à l'ensemble des modélisations analytiques. Ajoutons que ces approches analytiques ne prennent pas en compte le gradient de température au sein de la sonde pour le calcul de ses propriétés thermiques.

Des travaux réalisés en 2001 démontrent l'évolution des fuites de chaleur vers le support et le milieu environnant en fonction des propriétés thermiques de l'échantillon [GOM2001]. Ainsi les échanges de chaleur de toute nature subis par l'élément actif de la sonde doivent être évalués non pas à partir de la température moyenne mais à partir des températures locales. La réalisation de mesures quantitatives nécessite donc de disposer d'un modèle permettant de représenter fidèlement le champ de température de la sonde.

Afin d'utiliser un minimum d'hypothèses simplificatrices dans l'élaboration de notre modélisation, nous avons choisi une approche tri dimensionnelle de la sonde et de l'échantillon. Cette approche numérique se base sur la méthode des éléments finis. Reposant sur une méthode de calcul itératif, elle permet l'évaluation à chaque instant des fuites de chaleur subies par le filament chauffant. Afin de permettre une interprétation quantitative des propriétés thermiques de l'échantillon à partir de la réponse au troisième harmonique, les paramètres caractéristiques de la sonde seront évalués par comparaison avec des résultats expérimentaux obtenus sous des conditions environnementales maîtrisées.

### **Conclusion**

Au cours de ce chapitre, la genèse de la microscopie thermique à sonde locale est décrite. Ce type d'appareil, étant l'un des nombreux descendants du microscope à effet tunnel, intègre la vaste famille des microscopes à champ proche. Notre étude bibliographique reprend et complète celle réalisée précédemment par *N. Trannoy* et *S. Gomès* [TRA1997] [GOM1999]. Il apparaît alors que cet instrument peut être équipé d'un nombre varié de capteurs thermiques tels que les capteurs bimétalliques ou encore à diode Schottky. Avec l'émergence des nouvelles technologies, de nouvelles sondes voient leur résolution

considérablement améliorée par l'introduction de nano fils [RAN2001] [ARA2004] [YAO2007].

Dans la seconde partie de ce chapitre, les principales et plus pertinentes méthodes d'analyse de la réponse de la sonde sont présentées. Plus largement développé dans le mode de fonctionnement à courant continu, ce paragraphe débute par la description des méthodes associées. Nous nous attardons ensuite sur l'étude des diverses méthodes d'analyse relatives au mode de fonctionnement à courant alternatif. Il apparaît alors que la plupart des méthodes reposent sur l'interprétation de la réponse de la sonde au troisième harmonique.

L'analyse de ces diverses méthodes met en évidence la difficulté d'une mise en œuvre fiable et rapide de l'interprétation de la mesure. L'élément clé d'une approche quantitative des propriétés thermiques des matériaux réside dans l'évaluation de l'ensemble des flux thermiques caractérisant l'équilibre thermique du complexe sonde-échantillon-milieu environnant. Le flux de chaleur cédé à l'échantillon est l'un des éléments principaux de cet ensemble. Son estimation se résume actuellement à l'évaluation d'une résistance thermique décrivant les conditions de contact entre la sonde et l'échantillon. L'étude bibliographique réalisée montre que la plupart de travaux intègrent uniquement la constriction des lignes de flux à proximité de l'interface sonde-échantillon. Seuls certains d'entre eux prennent en compte, de façon homogénéisée sur l'aire de contact, la rugosité des surfaces.

Nous décrivons, dans le chapitre suivant, les moyens développés pour une utilisation de notre microscope en mode alternatif. Un dispositif expérimental spécialement dédié à l'étude de l'équilibre thermique est également présenté.

## ***Références bibliographiques***

- [ALT2004] : A. Altes, R. Heiderhoff, L.J. Balk, *Quantitative dynamic near-field microscopy of thermal conductivity*, J. Phys. D: Appl. Phys. **37**, 952-963 (2004)
- [ARA2004] : F. Arai, C. Ng, P. Liu, L. Dong, Y. Imaizumi, K. Maeda, H. Maruyama, A. Ichikawa, T. Fukuda, *Ultra-small site temperature sensing by carbon nanotube thermal probes*, IEEE-NANO 2004, Fourth IEEE Conference on Nanotechnology, Muenchen, Germany, Aug. 16-19, 133-135 (2004)
- [BAE2003] : J.H. Bae, T. Ono, M. Esashi, *Boron-doped diamond scanning probe for thermo-mechanical nanolithography*, Diamond and Related Materials **12**, 2128-2135 (2003)
- [BAI2003] : A. Baïri, *Analytical model for thermal resistance due to multiple moving circular contacts on a coated body*, C. R. Mecanique **331**, 557-562 (2003)
- [BAI2004] : A. Baïri, N. Alilat, J.G. Bauzin, N. Laraqi, *Three-dimensional stationary thermal behavior of a bearing ball*, Int. J. Therm. Sci. **43**, 561-568 (2004)
- [BAI2005] : A. Baïri, N. Laraqi, *Heat transfer across a solid-solid interface obtained by machining in a lathe*, J. Mat. Proc. Tech. **169**, 89-93 (2005)
- [BAL1995] : L.J. Balk, M. Maywald, R. J. Pylkki, *Nanoscopic detection of the thermal conductivity of compound semiconductor materials by Enhanced Thermal Microscopy*, Inst. Phys. Conf. Ser. **146**, 655-658 (1995)
- [BAL2004] : A. Altes, R. Heiderhoff, L.J. Balk, *Quantitative dynamic near-field microscopy of thermal conductivity*, J. Phys. D: Appl. Phys. **37**, 952-963 (2004)
- [BAR1965] : J.P. Bardon, *Contribution à l'étude des résistances thermiques de contact*, Thèse de Doctorat Es-Sciences, Université de Poitiers, 1965
- [BAR1972] : J.P. Bardon, *Introduction à l'étude des résistances thermiques de contact*, Revue Générale de Thermique **125**, 429-446 (1972)
- [BAR1994] : J.R. Barnes, R.J. Stephenson, C.N. Woodburn, S.J. O'Shea, M.E. Welland, T. Rayment, J.K. Gimzewski, Ch. Seitzer, *A femto joule calorimeter using micromechanical sensors*, Rev. Sci. Instrum. **65-12**, 3793-3798 (1994)
- [BER1996] : R. Berger, Ch. Gerber, J.K. Gimzewski, E. Meyer, H.J. Güntherodt, *Thermal Analysis using a micromechanical calorimeter*, Appl. Phys. Lett. **69-1**, 40-42 (1996)
- [BIN1982a] : G. Binnig, H Rohrer, Ch. Gerber, E. Weibel, *Tunneling through a controllable vacuum gap*, Appl. Phys. Lett. **40-2**, 178-180 (1982)

- [BIN1982b] : G. Binnig, H Rohrer, Ch. Gerber, E. Weibel, *Surface studies by scanning tunneling microscopy*, Phys. Rev. Lett. **49-1**, 57-61 (1982)
- [BIN1986] : G. Binnig, C.F. Quate, Ch. Gerber, *Atomic Force Microscope*, Phys. Rev. Lett. **56-9**, 930-933 (1986)
- [BIR1987] : N.O. Birge, S.R. Nagel, *Wide-frequency specific heat spectrometer*, Rev. Sci. Instrum. **58-8**, 1464-1470 (1987)
- [BOU1998] : A.S. Boutonnet, *Etude de la résistance thermique de contact à l'interface de solides déformables en frottement : application aux procédés de forgeage*, Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon (1998)
- [CAH1987] : D.G. Cahill, R.O. Pohl, *Thermal conductivity of amorphous solids above the plateau*, Phys. Rev. B **35-8**, 4067-4073 (1987)
- [CAH1990] : D.G. Cahill, *Thermal conductivity measurement from 30 to 750 K: the  $3\omega$  method*, Rev. Sci. Instrum. **61-2**, 802-808 (1990)
- [CAH2003] : D.G. Cahill, W.K. Ford, K.E. Goodson, G.D. Mahan, A. Majumdar, H.J. Maris, R. Merlin, S.R. Phillpot, *Nanoscale thermal transport*, J. Appl. Phys. **93-2**, 793-818 (2003)
- [CAL1999] : S. Callard, G. Tallarida, A. Borghesi, L. Zanotti, *Thermal conductivity of  $\text{SiO}_2$  films by scanning thermal microscopy*, J. of Non-Crystalline Solids **245**, 203-209 (1999)
- [CAR1959] : H.S. Carslaw, J.C. Jaeger, *Conduction of heat in solids*, second edition, Oxford University Press, London (1959)
- [CIA2003] : M. Ciavarella, L. Johansson, L. Afferrante, A. Klarbring, J.R. Barber, *Interaction of thermal contact resistance and frictional heating in thermoelastic instability*, Int. J. Solids Struc. **40**, 5583-5597 (2003)
- [COR1911] : O.M. Corbino, *Periodic Changes of Resistance of Fine Metal Wires which are Brought to Incandescence by an Alternating Current, and the Investigation of their Thermal Properties at High Temperatures*, Physik. Z. **12**, 292-295 (1911)
- [DAS1998] : A.K. Das, S.S. Sadhal, *Analytical solution for constriction resistance with interstitial fluid in the gap*, Heat and Mass Transfer **34**, 111-119 (1998)
- [DAS1999] : A.K. Das, S.S. Sadhal, *Thermal constriction resistance between two solids for random distribution of contacts*, Heat and Mass Transfer **35**, 101-111 (1999)
- [DEG1984] : A. Degiovanni, G. Sinicki, A. Gery, M. Laurent, *Un modèle de résistance thermique de contact en regime permanent*, Rev. Gén. Therm. Fr. **267**, 161-175 (1984)
- [DEG1989] : A. Degiovanni, C. Moyne, *Résistance thermique de contact en régime permanent – Influence de la géométrie du contact*, Rev. Gén. Therm. Fr. **334**, 557-564 (1989)

- [DEG2003]: A. Degiovanni, B. Remy, S. Andre, *Thermal resistance of a multi-constrictions contact: A simple model*, Int. J. Heat Mass Transfer **46**, 3727-3735 (2003)
- [DEN2000]: J. Denape, N. Laraq, *Aspect thermique du frottement : mise en évidence expérimentale et éléments de modélisation*, Mec. Ind. **1**, 563-579 (2000)
- [DEP1996]: F. Depasse, P. Grossel, *Use of two-dimensional Fast Fourier transform in harmonic modulated thermal diffusion*, Int. J. Heat Mass Tran. **17**, 3761-3764 (1996)
- [DEP1997]: F. Depasse, S. Gomès, N. Trannoy, P. Grossel, *A.C. thermal microscopy : a sample thermal coupling model*, J. Phys. D: Appl. Phys. **30**, 3279-3285 (1997)
- [DEP2003]: F. Depasse, P. Grossel, S. Gomès, *Theoretical investigations of dc and ac heat diffusion for submicroscopies and nanoscopies*, J. Phys. D: Appl. Phys. **36**, 204-210 (2003)
- [DEP2004]: F. Depasse, P. Grossel, N. Trannoy, *Probe temperature and output voltage calculation for the SThM in A.C. mode*, Superlattices and Microstructures **35**, 269-282 (2004)
- [DIN1994]: R.B. Dinwiddie, R.J. Pytkki, P.E. West, *Thermal conductivity contrast imaging with a scanning thermal microscope*, Thermal Conductivity **22**, ed. T.W. Tong, 668-677 (Technomic Publishing Co., Lancaster 1994)
- [DOB2005]: P.S. Dobson, G. Mills, J.M.R. Weaver, *Microfabricated temperature standard based on Johnson noise measurement for the calibration of micro- and nano-thermometers*, Rev. Sci. Inst. **76**, 054901 (2005)
- [FIE1999]: G.B.M. Fiege, A. Altes, R. Heiderhoff, L.J. Balk, *Quantitative thermal conductivity measurements with nanometre resolution*, J. Phys. D: Appl. Phys. **32**, L13-L17 (1999)
- [FON2004]: L. Fonseca, F. Pérez-Murano, C. Calaza, R. Rubio, J. Santander, E. Figueras, I. Gràcia, C. Cané, M. Moreno, S. Marco, *Thermal AFM : a thermopile case study*, Ultramicroscopy **101**, 153-159 (2004)
- [FRE1977]: P. Freymuth, *Frequency response and electronic testing for constant-temperature hot-wire anemometers*, J. Phys. E **10**, 705-710 (1977)
- [GIM1994]: J.K. Gimzewski, Ch. Gerber, E. Meyer, R.R. Schlittler, *Observation of a chemical reaction using a micromechanical sensor*, Chem. Phys. Lett. **217-5**, 6, 589-594 (1994)
- [GME1998]: E. Gmelin, R. Fischer, R. Stitzinger, *Sub-micrometer thermal physics – An overview on SThM techniques*, Thermochemica Acta **310**, 1-17 (1998)
- [GOM1998]: S. Gomès, F. Depasse, P. Grossel, *3D thermal wave scattering on buried inhomogeneities in ac thermal microscopy*, J. Phys. D: Appl. Phys. **31**, 2377-2387 (1998)

- [GOM1999a]: S. Gomès, *Contribution théorique et expérimentale à la microscopie thermique à sonde locale : calibration d'une pointe thermorésistive, analyse des divers couplages thermiques*, Thèse de doctorat, Université de Reims (1999)
- [GOM1999b]: S. Gomès, N. Trannoy, P. Grossel, *DC thermal microscopy: study of the thermal exchange between a probe and a sample*, Meas. Sci. Technol. **10**, 805-811 (1999)
- [GOM2000]: S. Gomès, N. Trannoy, F. Depasse, P. Grossel, *A.C. scanning thermal microscopy: Tip-sample interaction and buried defects modellings*, Int. J. Therm. Sci. **39**, 526-531 (2000)
- [GOM2001]: S. Gomès, N. Trannoy, P. Grossel, F. Depasse, C. Bainier, D. Charraut, *DC scanning thermal microscopy: Characterisation and interpretation of the measurement*, Int. J. Therm. Sci. **40**, 949-958 (2001)
- [GOT2003]: T. Gotszalk, P. Grabiec, I. W. Rangelow, *Calibration and examination of piezoresistive Wheatstone bridge cantilevers for scanning probe microscopy*, Ultramicroscopy **97**, 385-389 (2003)
- [GRO1997a]: P. Grossel, F. Depasse, N. Trannoy, *Sample tip thermal coupling in modulated laser surface excitation*, Int. J. Engrg. Sci. **35**, 699-707 (1997)
- [GRO1997b]: P. Grossel, F. Depasse, N. Trannoy, *Multicouche thermique et profils thermophysiques continus : l'approche récursive*, J. Phys. III France **7**, 13-33 (1997)
- [GUO2004]: F. A. Guo, K. Y. Zhu, N. Trannoy, J. Lu, *Examination of thermal properties by scanning thermal microscopy in ultrafine-grained pure titanium surface layer produced by surface mechanical attrition treatment*, Thermochimia acta **419**, 239-246 (2004)
- [HAM1996]: A. Hammiche, H. M. Pollock, M. Song, D. J. Hourston, *Sub-surface imaging by scanning thermal microscopy*, Meas. Sci. Technol. **7**, 142-150 (1996)
- [HEI1998]: S. Heisig, H. U. Danzebrink, A. Leyk, W. Mertin, S. Münster, E. Oesterschulze, *Monolithic gallium arsenide cantilever for scanning near-field microscopy*, Ultramicroscopy **71**, 99-105 (1998)
- S. Heisig, E. Oesterschulze, *Gallium arsenide probes for scanning near-field probe microscopy*, Appl. Phys. A **66**, S385-390 (1998)
- [HOL1966]: L.R. Holland, R.C. Smith, *Analysis of Temperature Fluctuations in ac Heated Filaments*, J. Appl. Phys. **37-12**, 4528-4536 (1966)
- [HU2003]: C.C. Hu, K.L. Pey, Y.F. Chong, C.W. Kin, P. Neuzil, L. Chan, *Incorporation of dielectric layer onto SThM tips for direct thermal analysis*, Chartered Semiconductor Manufacturing Ltd, (2003)
- [ING1983]: L.J. Inglehart, K.R. Grice, L.D. Favro, P.K. Kuo, R.L. Thomas, *Spatial resolution of thermal wave microscopes*, Appl. Phys. Lett. **43-5**, 446-448 (1983)

- [IVA2003] : Tzv. Ivanov, T. Gotszalk, P. Grabiec, E. Tomerov, I.W. Rangelow, *Thermally driven micromechanical beam with piezoresistive deflection readout*, *Microelectronic Engineering* **67-68**, 550-556 (2003)
- [JAE1942] : J.C. Jaeger, *Moving sources of heat and the temperature of sliding contacts*, *Proc. R. Soc.* **76** (Part III), 22 (1942)
- [KLA2006] : P. Klapetek, I. Ohlidal, J. Bursik, *Applications of scanning thermal microscopy in the analysis of the geometry of patterned structures*, *Surface and Interface Analysis* **38**, 383-387 (2006)
- [KWO2006] : O. Kwon, H.H. Roh, D.L. Kim, J. Park, K. Kim, J.S. Lee, *Nanoscale thermal property imaging through temperature amplitude monitoring of AC current-heated nano-junction of thermoelectric SThM probe*, *The 27<sup>th</sup> Japan Symposium on Thermophysical Properties*, Kyoto (2006)
- [LAI1997] : J. Lai, T. Perazzo, Z. Shi, A. Majumdar, *Optimization and performance of high-resolution micro-optomechanical thermal sensors*, *Sensors and Actuators A* **58**, 113-119 (1997)
- [LAR1998a] : N. Laraqi, J.P. Bardon, *Influence de l'excentration des aspérités sur la résistance thermique de constriction statique ou glissante*, *C. R. Acad. Sci. Paris, Série IIB* **326** (1998) 547-552.
- [LAR1998b] : N. Laraqi, *Calcul analytique tridimensionnel de la résistance thermique de constriction statique à partir d'une distribution aléatoire des contacts et de leur dimension*, *Compte rendu de la journée du GETTI*, Paris Janvier (1998).
- [LAR2002] : N. Laraqi, A. Bairi, *Theory of thermal resistance between solids with randomly sized and located contacts*, *Int. J. Heat Mass Transfer* **45** (2002) 4175-4180.
- [LAR2003] : N. Laraqi, *Température et constriction transitoires au voisinage des micro-contacts d'un solide durant la déformation rapide de sa surface*, *Congrès Français de Thermique*, Grenoble, 661-666 (2003)
- [LAR2004] : N. Laraqi, A. Baïri, L. Ségui, *Temperature and thermal resistance in frictional devices*, *Appl. Therm. Eng.* **24**, 2567-2581 (2004)
- [LEE2005] : J. Lee, Y. B. Gianchandani, *A temperature-dithering closed-loop interface circuit for a scanning thermal microscopy system*, *J. Microelectromech. Syst.* **14-1**, 44-53 (2005)
- [LEE2007] : D.W. Lee, I.K. Oh, *Micro/nano-heater integrated cantilevers for micro/nano-lithography applications*, *Microelectr. Eng.*, doi : 10.1016/j.mee.2007.01.104 (2007)
- [LEF2003] : S. Lefèvre, S. Volz, J.B. Saulnier, C. Fuentes, N. Trannoy, *Thermal conductivity calibration for hot wire based DC scanning thermal microscopy*, *Rev. Scientific Instrum.* **74-4**, 2418-2423 (2003)
- [LEF2004a] : S. Lefèvre, *Modélisation et élaboration des métrologies de microscopie thermique à sonde locale résistive*, Thèse de doctorat, Université de Poitiers (2004)

- [LEF2004b]: S. Lefèvre, J.B. Saulnier, C. Fuentes, S. Volz, *Probe calibration of the scanning thermal microscope in the AC mode*, Superlattices and Microstructures **35**, 283-288 (2004)
- [LEF2005]: S. Lefèvre, S. Volz, *3 $\omega$  scanning thermal microscope*, Rev. Scientific Instrum. **76**, 033701 (2005)
- [LEF2006]: S. Lefèvre, S. Volz, P.O. Chapuis, *Nanoscale heat transfer at contact between a hot tip and a substrate*, Int. J. Heat Mass Transfer **49**, 251-258 (2006)
- [LEI1998]: T. Leinhos, M. Stopka, E. Oesterschulze, *Micromachined fabrication of Si cantilevers with Schottky diodes integrated in the tip*, Appl. Phys. A **66**, S65-S69 (1998)
- [LUO1997a]: K. Luo, Z. Shi, J. Varesi, A. Majumdar, *Sensor nanofabrication, performance and conduction mechanisms in scanning thermal microscopy*, J. Vac. Sci. Technol. B **15-2**, 349-360 (1997)
- [LUO1997b]: K. Luo, R.W. Herrick, A. Majumdar, P. Petroff, *Scanning thermal microscopy of a vertical-cavity surface-emitting laser*, Appl. Phys. Lett. **71-12**, 1604-1606 (1997)
- [LUO1997c]: K. Luo, M. Lederman, A. Majumdar, *Liquid-film mediated scanning thermal microscopy of magnetoresistive reading head*, Microsc. Thermophys. Engrg. **1**, 333-345 (1997)
- [MAD1996]: C.V. Madhusudana, *Thermal contact conductance*, Springer-Verlag, New York, 1-43 (1996)
- [MAJ1993]: A. Majumdar, J.P. Carrejo, J. Lai, *Thermal imaging using the atomic force microscopy*, Appl. Phys. Lett. **62-20**, 2501-2503 (1993)
- [MAJ1995]: A. Majumdar, M. Chandrachood, J. Lai, O. Nakabeppu, Y. Wu, Z. Shu, *Thermal imaging by atomic force microscopy using thermocouple cantilever probes*, Rev. Sci. Instr. **66-6**, 3584-3592 (1995)
- [MAJ1996]: A. Majumdar, K. Luo, Z. Shi, J. Varesi, *Scanning thermal microscopy at nanometer scales : a new frontier in experimental heat transfer*, Exp. Heat Transfer **9**, 83-103 (1996)
- [MAU2006]: H. Maune, H.Y. Chiu, M. Bockrath, *Thermal resistance of the nanoscale constrictions between carbon nanotubes and solid substrates*, Appl. Phys. Letters **89**, 013109 (2006)
- [MAY1994]: M. Maywald, R.J. Pytkki, L.J. Balk, *Imaging of local thermal and electrical conductivity with scanning force microscopy*, Scanning Microscopy **8-2**, 181-188 (1994)
- [MCN2005]: S. McNamara, A.S. Basu, J. Lee, Y.B. Gianchandani, *Ultracompliant thermal probe array for scanning non-planar surfaces without force feedback*, J. Micromech. Microeng. **15**, 237-243 (2005)

- [MEC2004] : R. Meckenstock, D. Spoddig, D. Dietzel, J. Petzl, *Scanning thermal microwave resonance microscopy*, Superlattices and Microstructures **35**, 289-295 (2004)
- [MIL1999] : G. Mills, J.M.R. Weaver, G. Harris, W. Chen, J. Carrejo, L. Johnson, B. Rogers, *Detection of subsurface voids using scanning thermal microscopy*, Ultramicroscopy **80**, 7-11 (1999)
- [MOO1996] : I.K. Moon, Y.H. Jeong, S.I. Kwun, *The  $3\omega$  technique for measuring dynamic specific heat and thermal conductivity of a liquid or solid*, Rev. Sci. Instrum. **67-1**, 29-35 (1996)
- [MOR1975] : V.T. Morgan, *The overall convective heat transfer from smooth circular cylinders*, Adv. Heat Transfer **11**, 199-212 (1975)
- [NAK1995] : O. Nakabeppu, M. Chandrachood, Y. Wu, J. Lai, A. Majumdar, *Scanning thermal imaging microscopy by using composite cantilever probes*, Appl. Phys. Lett. **66-6**, 694-696 (1995)
- [NON1991] : M. Nonnenmacher, M.P. O'Boyle, K. Wickramasinghe, *Kelvin probe force microscopy*, App. Phys. Lett. **58-25**, 2921-2923 (1991)
- [NON1992] : M. Nonnenmacher, K. Wickramasinghe, *Scanning probe microscopy of thermal conductivity and subsurface properties*, Appl. Phys. Lett. **61-2**, 168-170 (1992)
- [OES1996] : E. Oesterschulze, M. Stopka, *Photothermal imaging by scanning thermal microscopy*, J. Vac. Sci. Technol. A **14-3**, 1172-1177 (1996)
- [OPS1982] : J. Opsal, A. Rosencwaig, *Thermal-wave depth profiling : Theory*, J. Appl. Phys. **53-6**, 4240-4246 (1982)
- [POL2001] : H.M. Pollock, A. Hammiche, *Micro-thermal analysis: techniques and applications*, J. Phys. D: Appl. Phys. **34**, R23-R53 (2001)
- [PRA2005] : R.S. Prasher, *Predicting the thermal resistance of nanosized constrictions*, Nano Letters **5-11**, 2155-2159 (2005)
- [PRA2006] : R.S. Prasher, P.E. Phelan, *Microscopic and macroscopic thermal contact resistances of pressed mechanical contacts*, J. Appl. Phys. **100**, 063538 (2006)
- [ROH2006] : H.H. Roh, J.S. Lee, D.L. Kim, J. Park, K. Kim, O. Kwon, S.H. Park, Y.K. Choi, A. Majumdar, *Novel nanoscale thermal property imaging technique: The  $2\omega$  method. I. Principle and the  $2\omega$  signal measurement*, J. Vac. Sci. Technol. B **24-5**, 2398-2404, (2006)
- H.H. Roh, J.S. Lee, D.L. Kim, J. Park, K. Kim, O. Kwon, S.H. Park, Y.K. Choi, A. Majumdar, *Novel nanoscale thermal property imaging technique: The  $2\omega$  method. II. Demonstration and comparison*, J. Vac. Sci. Technol. B **24-5**, 2405-2411, (2006)
- [ROS2001] : A.A. Rostami, A.Y. Hassan, P.C. Lim, *Parametric study of thermal constriction resistance*, Heat and Mass Transfer **37**, 5-10 (2001)

- [RUI1998]: F. Ruiz, W.D. Sun, F.H. Pollak, C. Venkatraman, *Determination of the thermal conductivity of diamond-like nanocomposite films using a scanning thermal microscope*, Appl. Phys. Lett. **73-13**, 1802-1804 (1998)
- [SAL1999]: B. Salti, N. Laraq, *3-D numerical modelling of heat transfer between two sliding bodies: temperature and thermal contact resistance*, Int. J. Heat Mass Transfer **42**, 2363-2374 (1999)
- [SHI2000]: L. Shi, Sergei Plyasunov, Adrian Bachtold, Paul L. McEuen, A. Majumdar, *Scanning thermal microscopy of carbon nanotubes using batch-fabricated probes*, Appl. Phys. Lett. **77-26**, 4295-4297 (2000)
- [SIN2005]: V. Singhal, P.J. Litke, A.F. Black, S.V. Garimella, *An experimentally validated thermo-mechanical model for the prediction of thermal contact conductance*, Int. J. Heat Mass Transfer **48**, 5446-5459 (2005)
- [SUZ1996]: Y. Suzuki, *Novel Microcantilever for Scanning Thermal Imaging Microscopy*, Jap. J. Appl. Phys. **35**, L 352-L354 (1996)
- [THIERY]: L. Thiery, *Microsondes thermoélectriques*, Techniques de l'Ingénieur, R2765
- [TIO1992]: K.K. Tio, S.S. Sadhal, *Thermal constriction resistance: effects of boundary conditions and contact geometries*, Int. J. Heat Mass Transfer **35-6**, 1533-1544 (1992)
- [TRA1997a]: N. Trannoy, *Contribution à l'étude d'effets thermiques liés à l'excitation laser dans un microscope à effet tunnel : étude de l'échantillon et de la pointe, rôle du couplage pointe-échantillon*, Thèse de doctorat, Université de Reims (1997)
- [TRA1997b]: N. Trannoy, P. Grossel, *Thermal multilayer with recursive method*, in: Eurotherm Seminar n°53 Proceedings, Advanced Concepts and Techniques in Thermal Modelling, Mons, Belgium, October 1997, 151-158
- [TSU2003]: V.V. Tsukruk, V.V. Gorbunov, N. Fuchigami, *Microthermal analysis of polymeric materials*, Thermochimica Acta **395**, 151-158 (2003)
- [WEA1989]: J.M.R. Weaver, L.M. Walpita, H.K. Wickramasinghe, *Optical absorption microscopy and spectroscopy with nanometer resolution*, Letters to Nature **342**, 783-785 (1989)
- [WIL1986a]: C.C. Williams, K. Wickramasinghe, *Scanning thermal profiler*, Appl. Phys. Lett. **49-23**, 1587-1589 (1986)
- [WIL1986b]: C.C. Williams, K. Wickramasinghe, *High Resolution Thermal Microscopy*, 1986 Ultrasonics Symposium Proceedings, edited by B.R. Mc Avoy, 393-397 (IEEE, New York 1986)
- [WIL1988]: C.C. Williams, K. Wickramasinghe, *Thermal and Photothermal imaging on a sub 100 nanometer scale*, SPIE vol. **897** Scanning Microscopy Technologies and Applications, 129-134 (1988)
- [WIL1990]: C.C. Williams, K. Wickramasinghe, *Microscopy of chemical-potential variations on an atomic scale*, Nature **344**, 317-319 (1990)

- [WON1968]: H.Y. Wong, *Fundamental studies of the thermal conductance of metallic contacts*, Proceedings of the 8<sup>th</sup> Conference on Thermal Conductivity, New York, 495-511 (1968)
- [YAN2006]: Z. Yang, Y. Yu, X. Li, H. Bao, *Nano-mechanical electro-thermal probe array used for high-density storage based on NEMS technology*, Microelectronics Reliability **46**, 805-810 (2006)
- [YUA2007]: Y. Yao, C. Liu, S. Fan, *S<sub>T</sub>hM (scanning thermal microscope) probe with high spatial resolution*, Faming Zhuanli Shenqing Gongkai Shuomingshu, (2007)
- [ZHA2004]: X. Zhang, P. Cong, S. Fujiwara, M. Fujii, *A new method for numerical simulation of thermal contact resistance in cylindrical coordinates*, Int. J. Heat Mass Transfer **47**, 1091-1098 (2004)
- [ZHO1997]: L. Zhou, G. Q. Xu, S. F. Y. Li, P. K. H. Ho, P. C. Zhang, K. D. Ye, W. J. Wang, Y. F. Lu, *Scanning thermal microscopy and atomic force microscopy studies of laser-induced deposited metal lines*, Appl. Surf. Sci. **120**, 149-158 (1997)



## **Chapitre II :**

### **Le dispositif expérimental**



## ***Introduction***

Ce chapitre concerne la description et l'étude du dispositif expérimental utilisé en microscopie thermique à sonde locale dans son mode de fonctionnement à courant alternatif. Le microscope à sonde locale employé est le microscope Explorer commercialisé par la compagnie TopoMetrix Corporation. Après une présentation rapide du microscope à force atomique constituant la base de notre instrument, le dispositif caractéristique du mode thermique est présenté.

L'étude du mode alternatif fonctionnant avec l'électronique commerciale met en lumière la complexité d'une approche quantitative de la mesure. Il en résulte la mise en place d'un dispositif électronique simplifié spécialement étudié pour faciliter les modélisations futures. Nous présentons également l'ensemble des dispositifs annexes servant aux diverses expérimentations.

Pour clore ce chapitre, l'analyse expérimentale de notre dispositif est réalisée et démontre la fiabilité et la reproductibilité des mesures. Les résultats sont ensuite comparés à ceux disponibles dans la littérature.

## **II.1 Présentation du microscope à force atomique**

Le microscope à force atomique est un instrument de haute précision. Basé sur la mesure de la force d'interaction intervenant entre une sonde de dimensions nanométriques et une surface, il permet l'étude des propriétés mécaniques et topographiques des matériaux.

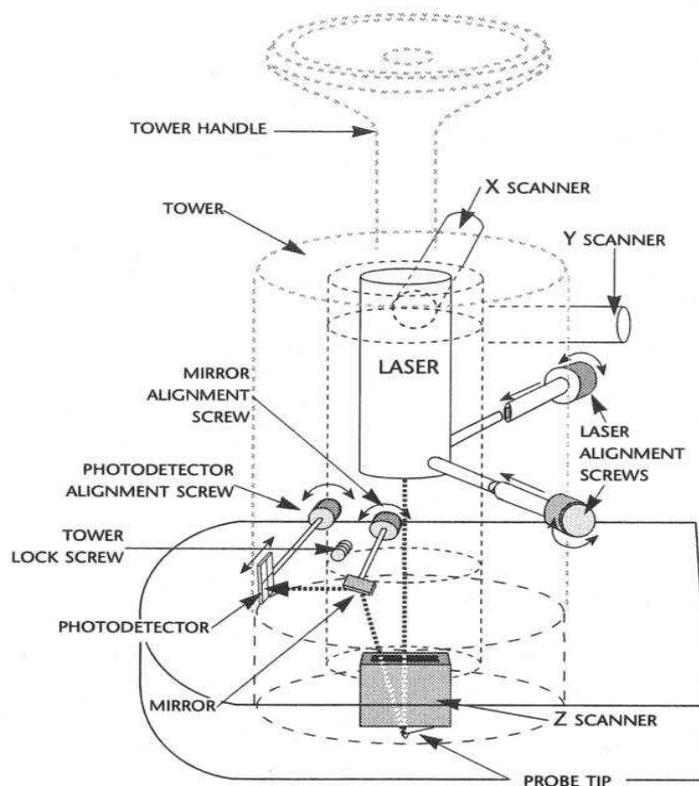
Faisant suite à la description des dispositifs mécanique et électronique caractéristiques de l'AFM, le principe de la mesure est présenté.

### **II.1.1 Le dispositif mécanique**

#### ***II.1.1.1 La tête du microscope***

La tête du microscope dispose de systèmes permettant d'assurer et de contrôler à chaque instant le positionnement de la sonde à la surface de l'échantillon étudié. Pour ce faire, il comporte :

- ◆ un système de déplacement de la pointe dans les trois directions spatiales,
- ◆ un dispositif optique de contrôle de la déflexion du microlevier,
- ◆ un trépied permettant d'ajuster le plan de balayage par rapport à la surface de l'échantillon,
- ◆ et un système de micro caméra.



**Figure II-1 :** Illustration présentant la tête du microscope [TOP1997].

En microscopie à sonde locale, le contrôle des déplacements de la pointe sur de très faibles distances est assuré par un ensemble de céramiques piézo-électriques. L'instrument dont nous disposons est équipé d'un scanner tripode composé de trois pièces découplées physiquement et électriquement les unes des autres. Le balayage de la surface par la pointe ainsi que son déplacement vertical résulte de l'application d'une tension à la céramique piézo-électrique appropriée. Les courses du scanner tripode sont de 100  $\mu\text{m}$  pour les déplacements horizontaux et de 13  $\mu\text{m}$  pour les déplacements verticaux. Les céramiques piézo-électriques étant sujettes aux phénomènes d'hystérésis, elles sont équipées d'un système de linéarisation. Constitué de jauges de contraintes présentant moins de 0,5 % de non-linéarité et d'hystérésis, ce système contrôle en permanence les mouvements des piézo-électriques. Son principe de fonctionnement est le suivant : quand une céramique est activée durant le balayage, la jauge de contrainte qui lui correspond mesure son allongement et génère une tension proportionnelle à sa déformation. Cette tension est envoyée vers une boucle d'asservissement et analysée. Si la non-linéarité et/ou l'hystérésis entraîne un déplacement du piézo-électrique différent de celui spécifié par la rampe de balayage, la boucle d'asservissement corrige ce déplacement et élimine l'erreur.

Dans la plupart des microscopes à force atomique, les mouvements verticaux de la sonde sont détectés optiquement (figure II-1). Notre instrument est ainsi équipé d'un dispositif de détection comprenant :

- ◆ une diode laser caractérisée par une longueur d'onde de 670 nm et d'une puissance de 3 mW,

- ◆ un miroir,
- ◆ et un photodétecteur à quatre quadrants.

Chaque composant est équipé de vis micrométriques afin de permettre l'alignement du laser avec la sonde. Le faisceau laser alors focalisé sur la partie supérieure du microlevier est réfléchi vers le photodétecteur par l'intermédiaire d'un miroir. La nécessité de miniaturiser la tête du microscope, ajoutée à la grande diversité des sondes pouvant être installées, ce miroir réduit les déplacements du photodétecteur suivant un seul degré de liberté. Résultant de la déflexion du microlevier, les déplacements du faisceau laser sont détectés par l'étude des signaux générés par les quatre quadrants du photodétecteur.

L'allongement maximal du piézo-électrique contrôlant la position verticale de la sonde étant de 13  $\mu\text{m}$ , il est nécessaire de rendre la surface de l'échantillon et le plan de balayage de la sonde le plus parallèle possible. Pour ce faire, la tête du microscope repose sur un trépied composé de vis micrométriques dont l'une d'entre elles est munie d'une motorisation. Cette dernière permet également la gestion automatique de la mise en contact de la sonde à la surface de l'échantillon.

La tête du microscope est également équipée d'une caméra vidéo CDD d'une résolution de 10  $\mu\text{m}$  et offrant un champ de vision de  $1,5 \times 1,5 \text{ mm}^2$ . Ce dispositif, qui permet de visualiser la pointe et l'échantillon sous un angle de  $45^\circ$  par l'intermédiaire d'un écran de contrôle, facilite l'approche de la pointe vers la surface ainsi que la focalisation du faisceau laser sur le microlevier.

Complétant le dispositif, un support massif fournit un socle stable à la tête du microscope ainsi qu'à l'échantillon. Muni de vis micrométriques dans le plan horizontal, il permet la sélection précise des zones de l'échantillon à étudier.

### ***II.1.1.2 La sonde AFM***

La pointe AFM utilisée présente une forme pyramidale à base carrée d'angle de cône d'environ  $70^\circ$  et une extrémité en forme de calotte sphérique de rayon de courbure d'environ 50 nm. Fixée à l'extrémité d'un bras de levier en nitrure de silicium  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , elle offre une très faible surface de contact avec l'échantillon.

Il existe deux principaux types de bras de levier : ceux constitués d'un seul bras de forme parallélépipédique et ceux constitués de deux bras en forme de V. Ce dernier type offre une plus grande stabilité de la mesure de déflexion en augmentant la résistance de la sonde aux forces de torsion apparaissant lors du balayage. La sonde utilisée dans ce mémoire est du premier type.

Afin de réaliser des mesures de précision, deux propriétés importantes du bras de levier sont à considérer : la constante de raideur et la fréquence de résonance. La constante de raideur détermine la sensibilité de mesure de la force entre la sonde et l'échantillon. L'ordre de grandeur de cette constante pour notre sonde est d'environ  $0.032 \text{ N.m}^{-1}$ . La très faible constante de raideur de ce bras de levier permet de mettre en évidence les plus faibles variations de la force d'interaction. La fréquence de résonance doit quant à elle être la plus

élevée possible pour minimiser la sensibilité de la mesure aux vibrations parasites. Pour le type de sonde AFM utilisé, la fréquence de résonance est d'environ 17 kHz.

### II.1.2 L'unité de contrôle électronique

L'unité de contrôle électronique de type ECU-plus comprend l'ensemble de l'électronique pilotant la tête du microscope (figure II-2). Elle a pour fonction principale de gérer l'alimentation des systèmes, tels que la caméra vidéo, les diodes laser et photodéteceur, le moteur pas-à-pas d'approche et bien sûr les céramiques piézoélectriques. L'ECU gère également le balayage de la surface par la sonde et contrôle son positionnement à chaque instant par l'analyse des signaux provenant des jauges de contrainte.

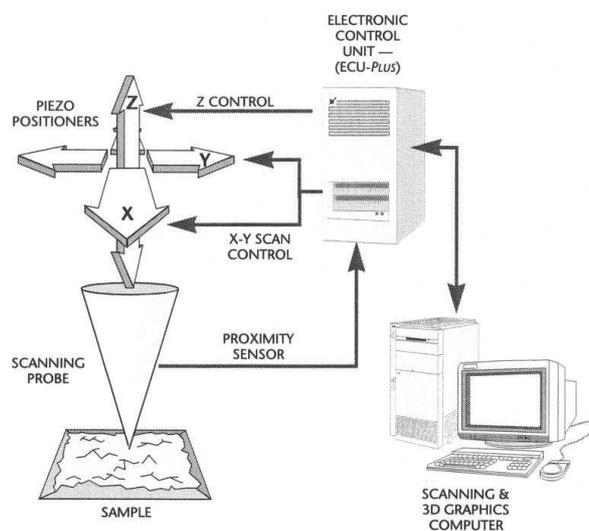


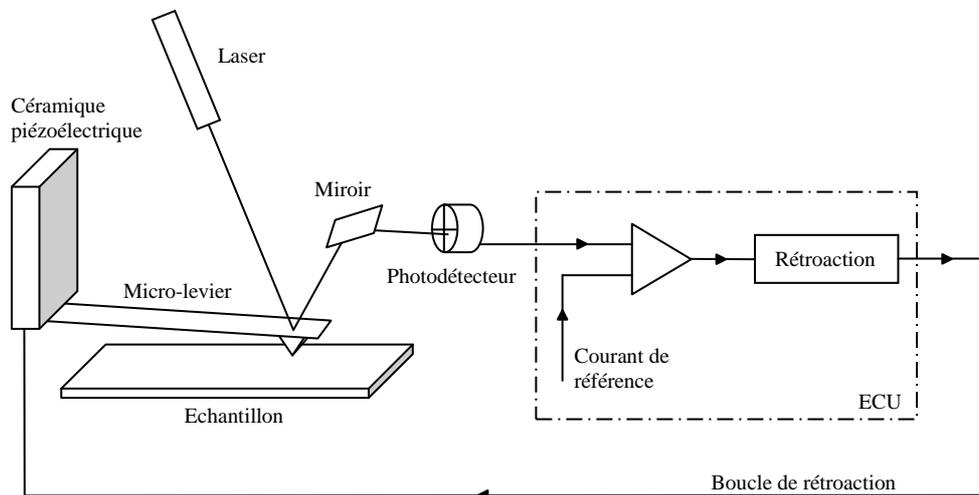
Figure II-2 : Représentation de l'Unité de Contrôle Electronique.

Un ordinateur complète le dispositif. Muni d'une carte d'acquisition permettant de l'interfacer avec l'ECU, cet ordinateur présente plusieurs fonctionnalités. Tout d'abord il permet le contrôle des différentes mises sous tensions. Ensuite il fournit un accès à la gestion de l'ensemble des paramètres de fonctionnement. Enfin il s'occupe de l'acquisition et de la représentation des données ainsi que de leur post-traitement.

### II.1.3 Le principe de la mesure

Le principe de la mesure par microscopie à force atomique repose sur l'analyse des forces d'interaction apparaissant entre une sonde de dimensions nanométriques et la surface d'un matériau. Quelle que soit l'origine de la force, force répulsive lorsque la sonde est en contact ou attractive par effet de capillarité dû à la présence d'une couche d'eau en surface, la déflexion de la sonde est détectée par le déplacement du faisceau laser à la surface du photodétecteur (figure II-3).

Ce dernier étant composé de quatre segments, il est possible d'identifier le sens du déplacement par combinaison d'addition et de soustraction des différents signaux. Dans le cadre de notre étude, l'AFM est utilisé en mode contact à force constante. C'est pourquoi seuls les déplacements verticaux du faisceau laser, et donc de la sonde, sont étudiés. Les quadrants du photodétecteur sont alors couplés deux à deux.



**Figure II-3 : Illustration du principe de fonctionnement de l'AFM en mode force constante.**

Le principe de fonctionnement est le suivant. Lorsque la sonde se situe hors contact, le faisceau laser réfléchi par la sonde frappe le détecteur en un point donné. Le courant détecteur mesuré sert alors de référence. En fonction du type de sonde et de la force d'application désirée, un courant détecteur de consigne est fixé *via* l'interface de contrôle. Lors de la procédure de mise en contact de la sonde, ce courant sert de référence à la boucle de rétroaction. Cette procédure s'effectue en deux étapes. Tout d'abord le moteur pas à pas réalise l'approche. Dès qu'un déplacement du faisceau laser, significatif d'une déflexion de la sonde, est détecté la boucle de rétroaction s'active et arrête le moteur. La tension appliquée au piézo-électrique affecté au positionnement vertical de la sonde est alors ajustée de manière à respecter la valeur du courant de consigne. Durant le balayage la longueur du tube piézo-électrique est constamment ajustée afin de maintenir la position du faisceau laser et donc la déflexion de la sonde. Dans ce cas les variations de la tension appliquée à la céramique sont caractéristiques de la topographie de l'échantillon. Le rapport de la longueur d'extension par la valeur de la tension du piézo-électrique étant connu et contrôlé à chaque instant par les jauges de contraintes, il est alors possible de déterminer les dimensions des rugosités.

La sensibilité de la mesure apparaît alors fortement conditionnée par la valeur de la constante de raideur du bras de levier. En effet plus la raideur de la sonde est faible et plus les petites déformations auront d'effets sur sa déflexion. Les variations de longueur du tube piézo-électrique en seront d'autant plus marquées.

## II.2 Le microscope thermique à sonde locale

La microscopie thermique à sonde locale dérivant de l'AFM présente deux avantages importants comparativement à celle basée sur le STM :

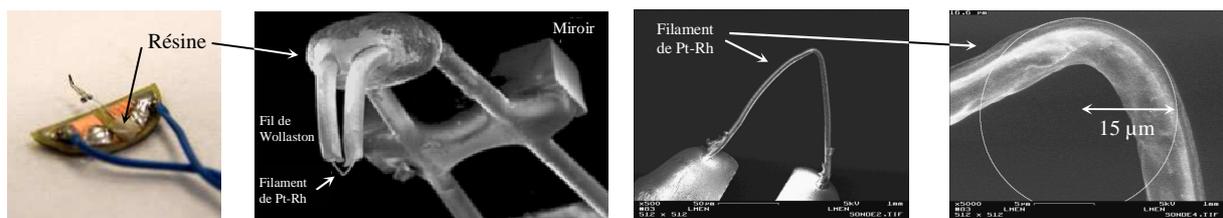
- ◆ les échantillons conducteurs et/ou isolants peuvent être simultanément analysés thermiquement et topographiquement,
- ◆ l'asservissement topographique basé sur les forces interatomiques n'interfère pas avec les techniques de détection associées à l'analyse thermique.

La réalisation pratique du microscope thermique consiste simplement dans le remplacement de la micro-sonde présentée précédemment par une sonde de type thermique. Nous avons vu dans le chapitre précédent les différents types de sonde thermique existants. Toutes ces sondes ont en commun l'ajout d'un dispositif de contrôle électronique permettant à la fois l'alimentation électrique de la sonde et le traitement de l'information thermique. Ces signaux sont ensuite envoyés à l'Unité de Contrôle Electronique à des fins d'acquisition.

Faisant suite à la description de la sonde thermo-résistive utilisée dans notre instrumentation, l'Unité de Contrôle Thermique ainsi que les différents modes de fonctionnement disponibles seront présentés.

### II.2.1 La sonde thermo-résistive

La sonde thermique est l'élément clé de la microscopie thermique à sonde locale. Elle conditionne à elle seule l'ensemble des performances de l'instrument. La résolution des mesures topographiques dépend de la forme et donc du rayon de courbure de la pointe. Tandis que la résolution thermique dépend des dimensions de l'élément actif mais également de ses propriétés thermiques [DIN1994].



**Figure II-4 :** Images de la sonde thermorésistive utilisée présentant le support en forme de demi-lune, le bras de levier en Wollaston et le filament de platine-rhodium.

Développé par *Dinwiddie et al.* en 1994, la sonde thermique utilisée ici est du type thermo-résistif [DIN1994]. Son constituant principal est un fil de Wollaston de 75 µm de diamètre. Ce matériau est composé d'une âme de 5 µm de diamètre en alliage de platine-rhodium enrobé d'une épaisse couche d'argent. Les proportions de cet alliage sont de 90 % de platine et de 10 % de rhodium. La pointe est réalisée en attaquant chimiquement le Wollaston sur une longueur théorique de 200 µm de manière à ne laisser apparent que le filament de platine-rhodium. Ce filament est ensuite plié en son milieu pour aboutir à une pointe en forme de V dont le rayon de courbure est d'environ 15 µm (figure II-4). Les deux extrémités du

Wollaston sont alors fixées parallèlement l'une de l'autre afin de réaliser le bras de levier de la sonde. La position de ces deux fils est maintenue par l'application de trois points de résine électriquement isolante. L'un de ces points permet la fixation d'un miroir nécessaire au fonctionnement topographique de la sonde, l'autre la fixation de la sonde sur un support en forme de demi-disque. Ce support fournit à la fois une isolation thermique et électrique du reste du microscope, et permet une manipulation aisée de la sonde ainsi que le raccordement électrique à l'Unité de Contrôle Thermique (figure II-4).

La constante de raideur de ce microlevier est annoncée par le constructeur de 5 à 6 N.m<sup>-1</sup> et sa fréquence propre de résonance de l'ordre de 10 kHz [TOP1997]. Le tableau II-1 récapitule les grandeurs thermophysiques de l'argent et de l'alliage de platine-rhodium (90 % - 10 %) disponible dans la littérature.

	Masse volumique kg.m <sup>-3</sup>	Chaleur spécifique J.kg <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup>	Conductivité thermique W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup>	Coefficient en température de la conductivité K <sup>-1</sup>	Résistivité électrique Ω.m	Coefficient en température de la résistivité K <sup>-1</sup>
	ρ	Cp	λ	β <sub>c</sub>	ρ <sub>e</sub>	α <sub>p</sub>
<b>Argent</b>	10500	235	429	-71,7.10 <sup>-3</sup>	1,63.10 <sup>-8</sup>	4,1.10 <sup>-3</sup>
<b>Pt<sub>90</sub>-Rh<sub>10</sub></b>	19970	130	38	-	18,8.10 <sup>-8</sup>	1,65.10 <sup>-3</sup>

**Tableau II-1 : Caractéristiques thermophysiques des pointes thermiques à 20 °C [TOP1997] [GOM1999a].**

Ces pointes thermo-résistives étant réalisées manuellement, elles ne sont pas identiques. Chaque pointe possède une longueur, un rayon de courbure et une résistance électrique qui lui sont propres. Nous serons amenés par la suite à reconsidérer les données thermophysiques et géométriques de ces sondes.

## II.2.2 L'unité de contrôle thermique

Il a été présenté précédemment la capacité de l'unité de contrôle électronique de l'AFM à acquérir des signaux extérieurs de manière synchronisée avec l'acquisition des données topographiques. Ces signaux peuvent être de nature quelconque. La principale restriction est qu'ils ne dépassent pas une tension de 10 Volts.

L'Unité de Contrôle Thermique (TCU) permet la génération de signaux contenant l'information recherchée. Disposée entre l'unité de contrôle électronique et la sonde thermique, son emploi est double. D'une part, elle permet l'alimentation électrique de la sonde et d'autre part elle fournit divers modes de fonctionnement. Pour ce faire cette unité dispose de deux circuits électroniques distincts. Le premier mode dit à contraste de température est un mode passif dans lequel la sonde se comporte comme un simple thermomètre. Il rend alors possible la cartographie du champ de température d'un matériau donné. L'une des applications possibles réside dans la détection de points chauds au sein des processeurs et autres composants électroniques [FIE1998] [AND2000]. Le deuxième mode de

fonctionnement est dit à contraste de conductivité thermique. Il s'agit d'un mode actif également appelé mode à température constante. Dans cette configuration la sonde est utilisée à la fois comme source de chaleur et comme détecteur. Deux variantes de ce mode de fonctionnement existent, elles seront détaillées dans le paragraphe suivant.

## II.2.3 Le mode contraste de conductivité thermique

Dans le mode contraste de conductivité thermique, la température de la sonde thermorésistive est contrôlée *via* l'emploi d'une boucle de rétroaction. Le dispositif électronique, permettant ce mode de fonctionnement, est traditionnellement employé en anémométrie à fil chaud [FRE1977]. Cette régulation en température se décline en deux variantes. La première, dite mode continu, agit sur l'alimentation électrique de la sonde pour maintenir la température constante. La seconde, dite mode alternatif, est variable dans le temps et fait appel à un module électronique supplémentaire.

### II.2.3.1 Le mode continu

La figure II-5 ci-dessous représente le schéma de principe de fonctionnement de l'Unité de Contrôle Thermique (TCU) en mode continu. Elle comporte :

- ◆ un pont de Wheatstone,
- ◆ une chaîne d'amplification,
- ◆ et une boucle de rétroaction.

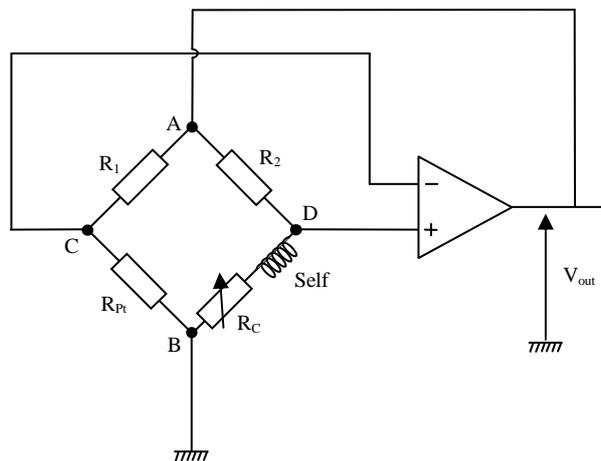


Figure II-5 : Schéma de principe de fonctionnement en mode contraste de conductivité thermique de l'Unité de Contrôle Thermique (TCU).

La sonde thermo-résistive, dont la résistance est notée  $R_{Pt}$ , est raccordée à l'une des branches du pont de Wheatstone. Les autres branches sont composées de deux résistances  $R_1$  et  $R_2$  de respectivement  $20 \Omega$  et  $100 \Omega$  et d'une résistance variable notée  $R_c$ . Les résistances  $R_1$  et  $R_2$  définissent le rapport du pont. La résistance de contrôle  $R_c$  est sélectionnée par

l'opérateur à l'aide de trois boutons permettant de travailler sur un intervalle de résistance de contrôle défini de 0 à 49,95  $\Omega$ . Le pas d'incrément de cette résistance est de 0,05  $\Omega$ . Une inductance variable est incorporée en série avec la résistance de contrôle. Son réglage permet d'optimiser la réponse en fréquence du circuit électrique.

La chaîne d'amplification compare à chaque instant les potentiels aux points *C* et *D* et informe sur l'équilibre du pont. Lorsque l'équilibre du pont est rompu, la différence de potentiel  $V_{C-D}$  n'est plus nulle. L'amplificateur génère alors une tension proportionnelle  $V_{out}$  qui est appliquée au pont *via* une boucle d'asservissement. La tension aux bornes du pont est alors ajustée de façon à rétablir l'équilibre.

Ainsi lors de la mise sous tension, le système cherche à compenser l'écart de potentiel résultant de l'écart entre la résistance de la sonde et la résistance de contrôle. Pour cela il augmente la tension  $V_{out}$ . Sous l'élévation résultante du courant, la sonde s'échauffe par effet Joule et voit sa résistance électrique augmenter. L'équilibre est atteint quand la résistance de la sonde équivaut à un cinquième de la résistance de contrôle. La tension d'équilibre  $V_{out}$ , lue en face avant du TCU, est envoyée à l'ECU de façon à être digitalisée et cartographiée.

### II.2.3.2 Le mode alternatif

La réalisation du mode alternatif est obtenue par l'ajout d'un module au schéma de principe présenté précédemment (figure II-6). Il est inséré en série avec la résistance de contrôle et se compose :

- ◆ d'une résistance variable commandée en tension,
- ◆ d'un additionneur de tensions,
- ◆ et d'une source de tensions modulées  $V_{mod}$ .

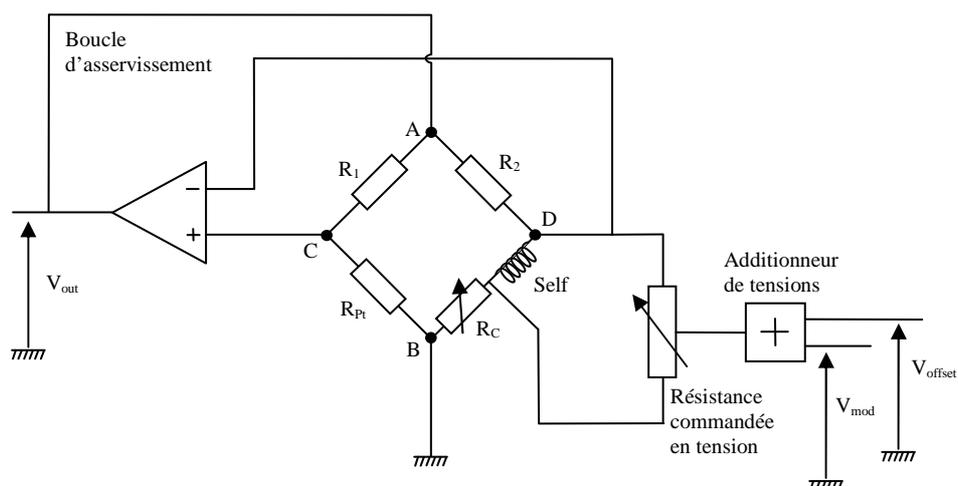


Figure II-6 : Schéma de principe de fonctionnement en mode alternatif de l'Unité de Contrôle Thermique (TCU).

En pratique ce dispositif a pour effet de perturber la résistance de la branche contenant la résistance de contrôle et par conséquent de perturber l'équilibre du pont. La boucle

d'asservissement adapte alors la tension  $V_{out}$  de manière à rétablir l'équilibre. Traditionnellement la tension modulée est purement sinusoïdale, c'est-à-dire sans composante continue. La tension d'offset permet alors d'éviter le redressement de la modulation. En effet la résistance variable est insensible à la polarisation de la tension qui lui est appliquée. Sa valeur doit être au moins égale à l'amplitude de la modulation. Toutefois son utilisation n'est pas obligatoire ; il conviendra en première approximation de considérer le doublement de la fréquence ainsi que la réduction par deux de l'amplitude de la modulation.

En mode alternatif plus qu'en mode continu, le temps de réponse du système est un paramètre important. Dans le mode continu la vitesse de réponse de la boucle d'asservissement est toujours supérieure à la vitesse de balayage de la surface de l'échantillon par la sonde et plus exactement à la vitesse de balayage d'un pixel. Dans le mode alternatif ce paramètre peut en plus limiter la plage des fréquences exploitables. En effet les temps de réponse de la sonde thermique aux variations de la tension  $V_{out}$  et de la boucle d'asservissement aux déséquilibres du pont doivent être suffisamment courts pour permettre le retour à l'équilibre avant que la variation de la résistance modulée soit significative.

Le temps de réponse du circuit annoncé par le constructeur est de 25  $\mu$ s pour un ajustement correct de l'inductance variable et du gain de la boucle de rétroaction [TOP1997]. S. Gomès a réalisé une étude du temps de réponse du circuit en fonction de la température de fonctionnement de la pointe [GOM1999a]. Pour ce faire une tension carrée de 150 mV d'amplitude et d'une fréquence de 1000 Hz a été appliquée sur la branche du circuit contenant l'inductance variable soit en lieu et place de la résistance commandée en tension. Pour une température de 130 °C, la réponse du circuit est d'environ 50  $\mu$ s.

Expérimentalement, la tension de référence d'une détection synchrone est utilisée comme source de tension modulée de pulsation  $\omega$ . Si la tension d'offset est nulle, la résistance variable évolue à la pulsation  $2\omega$ . Pour garantir l'équilibre du pont, la tension  $V_{out}$  doit également évoluer à la pulsation  $2\omega$ . Le courant circulant dans la sonde  $I_p$  peut donc s'écrire de la façon suivante :

$$I_p(t) = I_0 + I_1 \cdot \cos(2\omega t + \varphi_1) \quad \text{Équation II-1}$$

La composante continue  $I_0$  provient de la valeur moyenne non nulle de la résistance de la branche de contrôle. La composante  $I_1$  décrit l'amplitude de la modulation de courant. Le déphasage  $\varphi_1$  s'exprime par rapport à la référence délivrée par la détection synchrone. Dû à l'effet joule, on suppose en première approximation que la résistance de la sonde varie également à la pulsation  $2\omega$  et s'écrit :

$$R_p(t) = R_o [1 + \alpha |\delta T_h| \cos(2\omega t + \varphi_2)] \quad \text{Équation II-2}$$

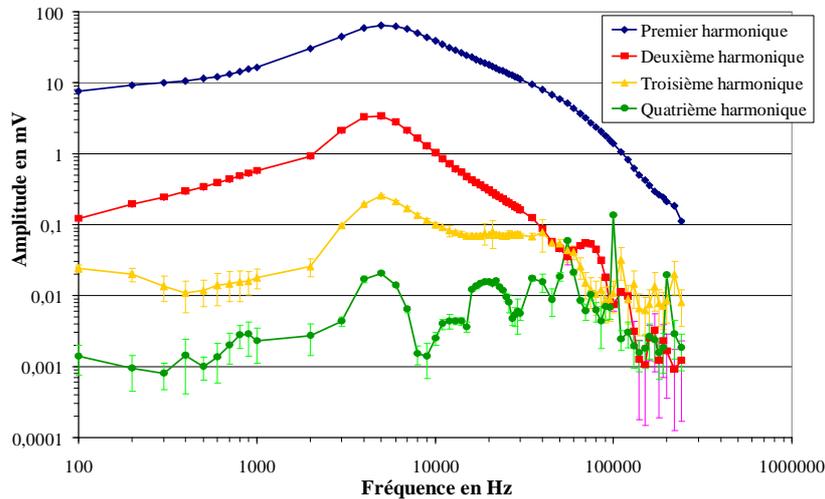
La loi d'Ohm donne alors la tension aux bornes de la sonde :

$$\begin{aligned}
V_p(t) = & I_o R_o + \frac{I_o R_o \alpha |\delta T_h|}{2} \cos(\varphi_2 - \varphi_1) \\
& + I_1 R_o \cos(2\omega t + \varphi_1) + I_o R_o \alpha |\delta T_h| \cos(2\omega t + \varphi_2) \\
& + \frac{I_1 R_o \alpha |\delta T_h|}{2} \cos(4\omega t + (\varphi_1 + \varphi_2))
\end{aligned}
\tag{Équation II-3}$$

Si la tension d'offset présente une valeur supérieure à la tension modulée  $V_{mod}$ , la modulation n'est pas redressée et la résistance variable évolue à la pulsation  $\omega$ . Le courant de sonde et sa résistance sont alors constitués d'une composante continue et d'une composante alternative à la pulsation  $\omega$ . La tension aux bornes de la sonde vaut alors :

$$\begin{aligned}
V_p(t) = & I_o R_o + \frac{I_o R_o \alpha |\delta T_h|}{2} \cos(\varphi_2 - \varphi_1) \\
& + I_1 R_o \cos(\omega t + \varphi_1) + I_o R_o \alpha |\delta T_h| \cos(\omega t + \varphi_2) \\
& + \frac{I_1 R_o \alpha |\delta T_h|}{2} \cos(2\omega t + (\varphi_1 + \varphi_2))
\end{aligned}
\tag{Équation II-4}$$

Ce signal se décompose en trois parties. En considérant la première expression, on retrouve une composante continue et deux composantes alternatives aux pulsations  $2\omega$  et  $4\omega$ . Dans cet état d'asservissement, il en résulte que l'équilibre du pont ne peut être atteint, puisque la composante  $4\omega$  n'est pas prise en compte. La boucle de rétroaction réagit alors de façon à compenser les écarts en générant à son tour une composante à  $4\omega$ . Il s'ensuivra la génération de plusieurs composantes harmoniques supplémentaires. Il apparaît alors clairement que la tension  $V_p$  résulte de la sommation d'une infinité de composantes harmoniques.



**Figure II-7 :** Réponses fournies par le TCU aux quatre premiers harmoniques en fonction de la fréquence de modulation pour une excitation purement sinusoïdale ( $V_{offset}=0$ ).

La figure II-7 présente les réponses en fonction de la fréquence de modulation de l'unité de contrôle thermique aux quatre premiers harmoniques. Quelle que soit la fréquence, l'amplitude des signaux décroît avec l'élévation de l'harmonique et présente un rapport signal sur bruit de plus en plus faible. Une zone située autour de 5 kHz semble porteuse

d'informations pour tous les harmoniques. On observe également que les réponses sont perturbées à partir d'une fréquence d'autant plus basse que l'harmonique est élevé. Toutefois ces considérations ne nous permettent pas d'expliquer l'allure de ces réponses. En effet ces mesures étant obtenues par application d'une tension purement sinusoïdale à la résistance variable c'est-à-dire pour une tension d'offset nulle, la présence d'un signal important au fondamental ne peut être expliquée que par la méconnaissance de l'électronique de mesure.

Ce dispositif commercial souffre de deux handicaps importants. Il présente tout d'abord une électronique complexe répartie en différents modules. L'un d'entre eux est la boucle de rétroaction ; un autre correspond au mode alternatif. L'étude de ce dispositif nous a conduit à identifier un troisième module dont l'emploi serait de protéger la sonde des surtensions éventuelles générées par l'asservissement. Relié directement aux bornes du pont, il est difficile d'évaluer ses interactions avec les autres modules et ainsi son incidence sur la mesure. La seconde difficulté réside dans l'établissement d'une fonction de transfert simple, caractéristique de ce dispositif électronique, reliant les paramètres d'entrée ( $V_{mod}$ ,  $V_{offset}$ , etc) à la tension aux bornes de la sonde thermorésistive. C'est en conséquence de la difficulté de compréhension des phénomènes observés et mesurés par ce dispositif expérimental qu'une nouvelle approche de la mesure a été développée.

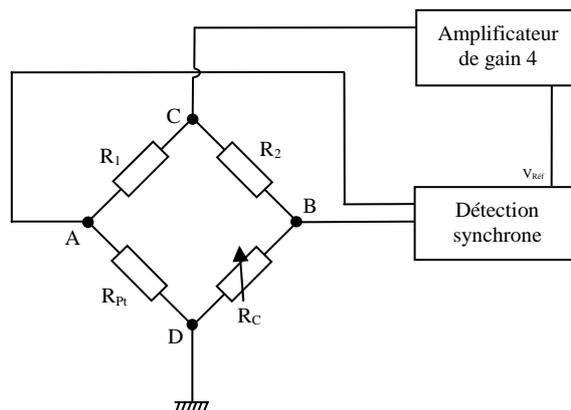
## **II.3 Description du dispositif expérimental**

### **II.3.1 Dispositif électronique**

#### *II.3.1.1 Simplification du montage électronique*

Etant données les difficultés d'interprétation des mesures obtenues par l'Unité de Contrôle Thermique, nous avons développé un nouveau dispositif de mesure (figure II-8). Cette réalisation a pour objectif de simplifier au maximum le montage de manière à rendre l'interprétation des mesures plus aisée et à faciliter la comparaison avec les modélisations. Afin de permettre d'éventuelles futures comparaisons avec le TCU, l'élément principal que constitue le pont de Wheatstone a été maintenu. L'inductance et la boucle de rétroaction ont, quant à elles, été supprimées. Une attention particulière a été apportée à la conception d'une résistance de contrôle identique et au maintien d'un rapport proche de cinq entre les branches du pont.

Toutefois les valeurs des résistances  $R_1$  et  $R_2$  ont été modifiées. Ayant pour objectif de faciliter les modélisations, nous avons choisi de concevoir un circuit dont le courant circulant dans la sonde est connu à chaque instant. Pour cela il est indispensable de rendre le montage insensible aux variations de résistance du seul composant variable du système c'est-à-dire de la sonde. Ainsi nous avons fortement augmenté la valeur de la résistance  $R_1$  qui se situe en série avec la sonde. Cependant cette mesure trouve une limite dans l'augmentation de la puissance à fournir au pont.



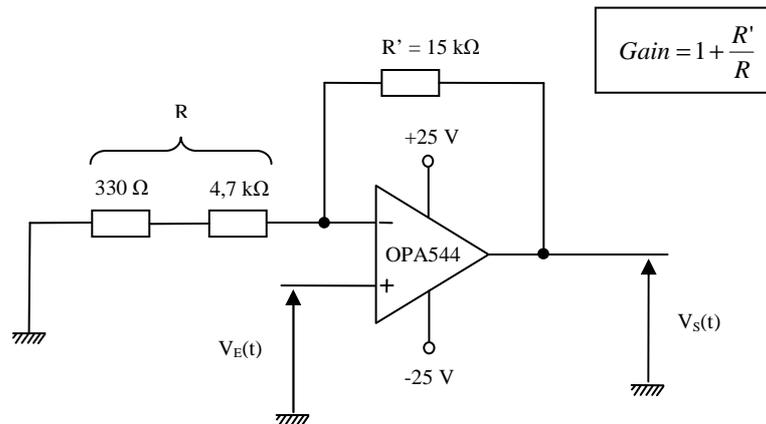
**Figure II-8 :** Représentation schématique du dispositif expérimentale utilisé. Ce dispositif, dédié au mode de fonctionnement à courant alternatif, fournit un courant connu à chaque instant.

Dans une première approche le pont de Wheatstone était alimenté en tension modulée directement par la sortie référence de la détection synchrone servant à la mesure. Dans certains montages cette référence sert uniquement à la synchronisation avec un générateur de signaux modulés. L'amélioration recherchée ici résidait dans la maîtrise du montage. Toutefois il a été constaté lors de l'étude de ces montages que ces sources de tension ne constituaient pas des générateurs de courant. En pratique cela se caractérise par un important écart de potentiel entre la valeur choisie et la valeur réellement appliquée au pont. De plus ces instruments sont limités à des amplitudes d'une dizaine de volts, insuffisantes pour couvrir la plage des courants applicables à la sonde dans le cas d'une résistance  $R_I$  importante. Ce type de montage est de fait limité aux courants inférieurs à 20 mA.

Le choix des résistances du pont doit donc se faire en considérant d'une part la sensibilité aux variations de la résistance de la sonde et d'autre part le type d'alimentation disponible. Pour des raisons de stabilité nous avons préféré limiter au maximum les puissances à appliquer au pont. A partir de ces considérations les résistances  $R_I$  et  $R_2$  ont été fixées aux valeurs normalisées respectives de 220  $\Omega$  et 1000  $\Omega$ . Dans ces conditions le doublement de la résistance de la sonde entraîne une variation du courant de sonde inférieur à 1 %. Une attention particulière a été apportée au choix de ces résistances. Pour assurer la stabilité thermique de notre montage, les résistances  $R_I$ ,  $R_2$  et  $R_c$  ont été surdimensionnées. Ainsi les résistances  $R_I$  et  $R_2$  sont des résistances à dissipateur intégré d'une puissance de 15 W. De plus elles sont fixées au boîtier métallique du pont. La résistance de contrôle est, quant à elle, obtenue par assemblage sur trois sélecteurs de résistances d'une puissance de 3 W. Toutes ces résistances présentent une tolérance de 5 %.

Pour soutenir la puissance nécessaire à l'alimentation de notre dispositif électronique et ainsi étendre la gamme des courants de sonde disponible, un amplificateur a été mis au point (figure II-9). Basé autour d'un amplificateur opérationnel de type OPA544, notre amplificateur a été spécialement développé afin de ne pas perturber le signal de référence du détecteur synchrone. La figure suivante représente le schéma de principe du montage non inverseur utilisé. Les résistances  $R$  et  $R'$  ont pour valeurs respectives 5 k $\Omega$  et 15 k $\Omega$  ce qui fixe le gain de notre montage à une valeur d'environ quatre. De cette manière, une tension de

référence de 2 volts efficaces fournit un courant dans la branche du pont de Wheatstone contenant la sonde de l'ordre de 50 mA.



**Figure II-9 :** Schéma de principe de l'amplificateur branché en sortie de la détection synchrone afin de soutenir la puissance nécessaire à l'alimentation de la sonde.

En pratique trois tensions de référence, fixées par le détecteur synchrone, seront principalement utilisées. Le tableau II-2 rassemble les valeurs expérimentales des courants de sonde résultants. Ces valeurs seront utilisées dans les modélisations analytiques et par éléments finis. Pour alléger le contenu, les courants seront désignés par leur ordre de grandeur, soient respectivement 50, 30 et 10 mA.

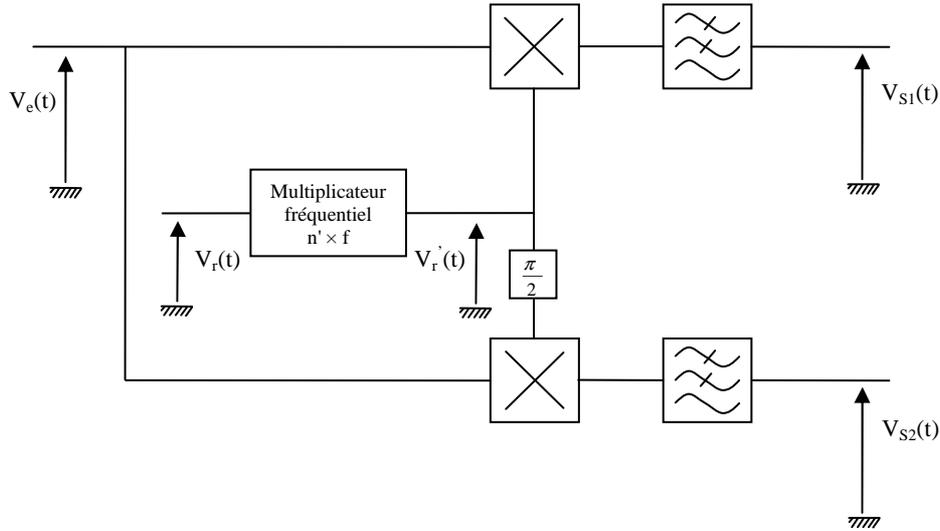
Tension de référence efficace en V	Courant mesuré en mA	Incertitude en mA
2 (avec ampli)	50,9	0,2
1,3 (avec ampli)	33,1	0,2
2 (sans ampli)	10,0	0,1

**Tableau II-2 :** Evaluations des courants de sonde utilisés expérimentalement.

La section suivante présente le principe de fonctionnement de la détection synchrone et est suivie de l'étude dynamique de notre montage.

### II.3.1.2 La détection synchrone

Afin d'améliorer le rapport signal sur bruit et d'extraire l'information contenue aux différents harmoniques, nous avons travaillé avec une détection synchrone de type 7265 commercialisée par Ortec. La détection synchrone permet d'extraire la composante utile du signal à une fréquence spécifique ; dans notre cas il s'agira d'un multiple  $n$  de la fréquence de modulation. Les signaux et les bruits présents aux autres fréquences sont alors rejetés et n'affectent plus la mesure. Le principe de fonctionnement du détecteur synchrone est très simple. La figure II-10 présente son schéma de principe.



**Figure II-10 :** Schéma présentant le principe de fonctionnement de la détection synchrone.

Dans le cadre de notre dispositif expérimental basé sur une sonde thermorésistive, le signal d'entrée peut être décomposé en série de Fourier et s'écrire de la forme :

$$V_e(t) = \sum_{n=0}^{+\infty} A_n \cos(n\omega_o t + \varphi_n) + b(t) \quad \text{Équation II-5}$$

dans laquelle  $A_n$  et  $\varphi_n$  représentent respectivement l'amplitude et le déphasage de la composante  $n$ , et  $b(t)$  représente le bruit. Précisons qu'en pratique la série n'est pas infinie mais limitée par le système physique. Le signal de référence, qu'il soit interne ou externe, passe par un multiplieur fréquentiel et peut s'écrire sous la forme :

$$V_r'(t) = B \cos(n'\omega_o t + \varphi_o) \quad \text{Équation II-6}$$

où  $\omega_o$  est la pulsation de référence,  $B$  et  $\varphi_o$  représentent l'amplitude et la phase éventuelle de la référence. Le multiplieur fréquentiel permet ainsi la sélection d'un harmonique d'ordre  $n'$  du signal de référence. A la sortie du multiplieur, on obtient :

$$V_1(t) = \sum_{n=0}^{+\infty} \frac{A_n B}{2} [\cos((n+n')\omega_o t + (\varphi_n + \varphi_o)) + \cos((n-n')\omega_o t + (\varphi_n - \varphi_o))] + b(t)B \cos(n'\omega_o t + \varphi_o) \quad \text{Équation II-7}$$

Ainsi lorsque l'harmonique sélectionné  $n'$  du signal de référence est égal à l'harmonique  $n$  du signal d'entrée recherché, le signal  $V_1(t)$  présente une composante continue. A la suite du multiplieur, un filtre passe-bas permet alors la suppression des composantes alternatives et du bruit. Le signal d'entrée présentant toujours un bruit réparti sur l'ensemble du spectre, la fréquence de coupure du filtre doit être très faible pour rendre la mesure la plus stable possible.

Le détecteur synchrone, que nous utilisons, comporte deux chaînes de détection. La première chaîne compare le signal d'entrée à un signal de référence  $V_r(t)$  et la deuxième à un signal de référence  $V_r(t)$  déphasé de  $90^\circ$ . On obtient ainsi, à la sortie des filtres, les deux tensions suivantes :

$$V_{s1}(t) = \frac{A_n B}{2} \cos(\varphi_{n'} - \varphi_o) \quad \text{Équation II-8}$$

$$V_{s2}(t) = \frac{A_n B}{2} \cos\left(\varphi_{n'} - \varphi_o + \frac{\pi}{2}\right) = \frac{A_n B}{2} \sin(\varphi_{n'} - \varphi_o) \quad \text{Équation II-9}$$

L'intérêt de cette double détection est de fournir la possibilité de déterminer l'amplitude maximale de la tension de sortie  $V_s$ , en se préservant de l'influence du déphasage. Cette amplitude notée  $R$  est obtenue par la relation :

$$R = \sqrt{V_{s1}^2 + V_{s2}^2} = \frac{A_n B}{2} \quad \text{Équation II-10}$$

L'amplitude  $B$  de la tension de référence étant stable dans le temps, cette dernière relation nous permet de suivre l'évolution du signal porteur de l'information. Nous avons également la possibilité de calculer le déphasage  $\Delta\varphi = \varphi_{n'} - \varphi_o$  entre le signal d'entrée et la référence :

$$\frac{V_{s2}(t)}{V_{s1}(t)} = \frac{\frac{AB}{2} \sin\Delta\varphi}{\frac{AB}{2} \cos\Delta\varphi} = \tan\Delta\varphi \quad \text{Équation II-11}$$

Soit 
$$\Delta\varphi = \arctan\left(\frac{V_{s2}}{V_{s1}}\right) \quad \text{Équation II-12}$$

Notre détection synchrone numérise le signal d'entrée à une fréquence d'échantillonnage de 166 kHz. Ce signal peut être amplifié de façon à recouvrir toute la plage d'entrée du convertisseur analogique-numérique. Associée à notre électronique, il offre une mesure précise et parfaitement stable des signaux recherchés. Le paragraphe suivant présente l'étude de notre dispositif électronique.

### II.3.1.3 Caractérisation du montage électronique

La première étape de cette caractérisation consiste en la mesure des valeurs des résistances du pont. Pour ce faire, nous disposons d'un micro-ohmmètre de grande précision de marque Keithley. Le tableau II-3 présente les valeurs des résistances  $R_1$  et  $R_2$  ainsi que l'incertitude de mesure associée. Dans ces conditions le pont de Wheatstone possède un rapport de 4,5 entre ses branches et la sensibilité du courant, circulant dans la sonde, aux variations de la résistance de cette dernière est de  $0,14 \text{ mA} \cdot \Omega^{-1}$ .

	Valeurs mesurées $\Omega$	Incertitudes de mesure $\Omega$
Résistance $R_1$	217,2	0,1
Résistance $R_2$	986,5	0,2

Tableau II-3 : Valeurs mesurées des résistances constitutives du pont de Wheatstone.

L'étude de notre pont en fonction de la fréquence de modulation permet de préciser la plage de sensibilité de la sonde (figure II-11). Deux séries de mesures sont réalisées hors contact à pression atmosphérique et sous vide primaire (voir paragraphe suivant). Elles montrent d'une part que l'amplitude devient insensible aux conditions de pression pour une fréquence de modulation supérieure à 1 kHz et d'autre part que le déphasage du signal devient très instable pour les fréquences supérieures à 4 kHz. Les études à venir seront par conséquent réalisées pour des fréquences s'étendant de 2 Hz à 1500 Hz.

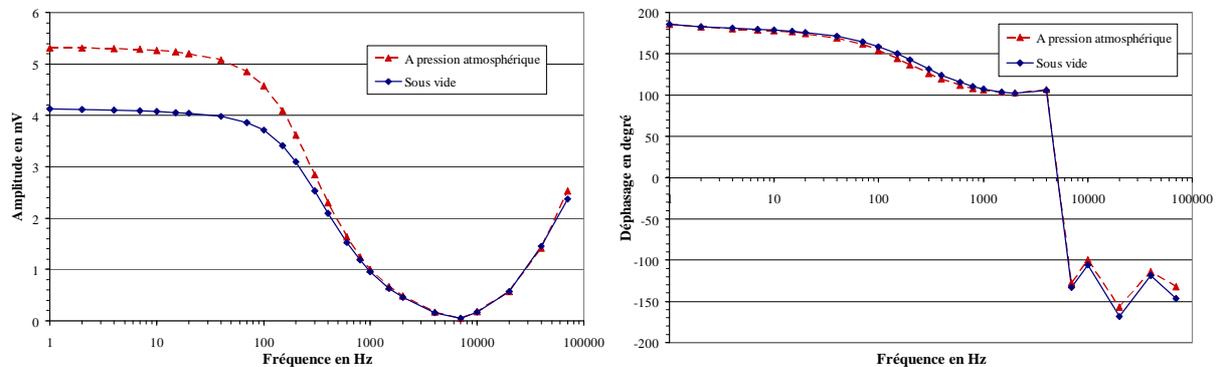
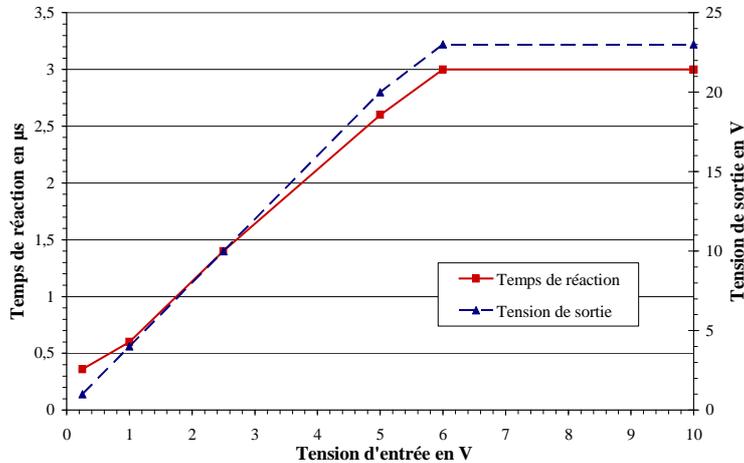


Figure II-11 : Réponse au troisième harmonique en fonction de la fréquence pour une sonde placée à pression atmosphérique et sous vide. La sonde est alimentée par un courant de 50 mA.

Nous nous sommes ensuite intéressés à la capacité de réponse des composants du montage. Pour ce faire un signal créneau d'une fréquence de 85 Hz et d'amplitude variable a été appliqué en premier lieu aux bornes du pont de Wheatstone puis de l'amplificateur. Comme nous l'avons vu précédemment la valeur du courant de sonde, et donc sa température, dépend de la tension appliquée au pont. La variation de l'amplitude du créneau nous permet ainsi d'étudier le temps de réponse en fonction de la température de la sonde. Ce temps caractéristique est évalué lorsque les oscillations sont amorties de 63 %, le régime permanent est alors atteint. L'évolution de ce temps caractéristique du pont apparaît alors négligeable dans la gamme des courants s'étendant de 8 mA à 51 mA. Le temps de réponse de notre pont de Wheatstone est ainsi évalué de l'ordre de 60 ns.

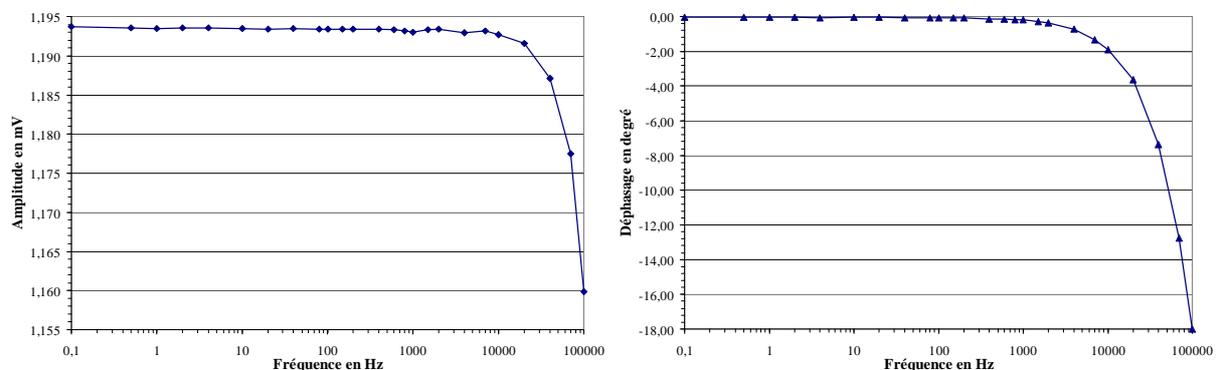
L'influence de l'amplificateur a également été étudiée. La figure II-12 présente l'évolution du temps de réaction de l'amplificateur ainsi que celle de la tension de sortie en fonction de la tension d'entrée. Il apparaît que le temps de réaction augmente linéairement avec la tension d'entrée pour atteindre une valeur limite de 3  $\mu$ s lorsque l'amplificateur est saturé. Une limite inférieure semble se dégager pour les faibles tensions autour d'une valeur de 300 ns. Le rapport de la tension de sortie par le temps de réaction caractérise la vitesse de

réaction de l'amplificateur (Slew Rate) laquelle est évaluée à environ  $7,7 \text{ V} \cdot \mu\text{s}^{-1}$ . Comparée au temps de réponse de l'unité de contrôle thermique, notre montage simplifié présente une rapidité au moins 20 fois plus importante. Cette différence s'explique en partie par l'absence de boucle d'asservissement de la tension aux bornes du pont.



**Figure II-12 :** Evolution du temps de réaction ainsi que de la tension de sortie de l'amplificateur en fonction de la tension d'entrée.

Cette caractérisation se termine par l'étude des perturbations générées par l'amplificateur sur le signal de référence fourni par le détecteur synchrone. La figure II-13 présente l'amplitude et le déphasage de la tension en sortie de l'amplificateur pour une gamme de fréquences allant de 0,1 Hz à 100 kHz. Pour ce faire les conditions expérimentales sont reproduites en appliquant à la sortie de l'amplificateur une charge de 200 Ω. Ceci permet de modéliser le pont de Wheatstone en s'affranchissant d'éventuelles perturbations. Le signal de référence est fixé à une amplitude de 0,3 V efficace. Le gain de l'amplificateur apparaît alors presque constant pour les fréquences inférieures à 10 kHz et est évalué à une valeur de 3,98. Le déphasage induit par l'amplificateur apparaît quant à lui négligeable pour les fréquences inférieures à 2 kHz.



**Figure II-13 :** Evolution de la tension de sortie de l'amplificateur en fonction de la fréquence de modulation pour une tension de référence de 0,3 mV.

Nous en déduisons que notre dispositif d'alimentation n'entraîne pas de perturbations notables de la tension appliquée au pont de Wheatstone dans la plage de fréquence d'utilisation de la sonde.

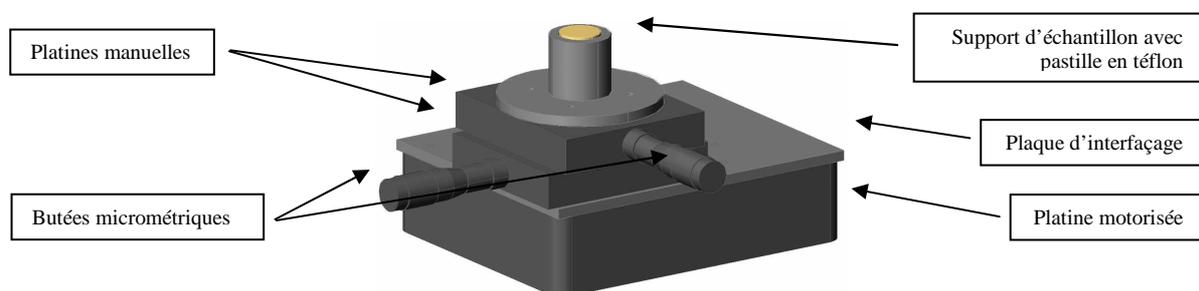
## II.3.2 Dispositif expérimental

### II.3.2.1 Porte échantillon

Dans le but de faciliter l'étude des échantillons mais, aussi, avec un souci de précision dans le positionnement de la sonde, un dispositif porte échantillon a été réalisé au sein du laboratoire. Cet objectif est double : d'une part permettre l'étude d'échantillons de dimensions supérieures à ceux positionnables sur le porte échantillon commercial, et d'autre part permettre la réalisation d'études faisant intervenir la distance sonde-échantillon.

Pour ce faire le laboratoire s'est porté acquéreur d'une platine de déplacement motorisée et commercialisée par Newport. Ce matériel ultra-compact permet des déplacements verticaux d'une grande précision grâce à la présence d'une règle optique linéaire de haute résolution éliminant les erreurs de positionnement mécanique. Afin de garantir l'horizontalité du plateau pendant le déplacement, nous avons opté pour un système précontraint de guidages linéaires à double rangées de billes. Ce dispositif assure un déplacement vertical de 4,8 mm par pas de 20 nm. Cette platine est associée à une électronique de contrôle qui gère à la fois l'alimentation, la mesure et le respect du positionnement mais également le réglage de la vitesse et du pas de déplacement. Cette électronique pilotée par ordinateur permet par l'intermédiaire de son logiciel de gestion de programmer des cycles d'approche-retrait.

Les déplacements latéraux de l'échantillon sont assurés par deux platines manuelles de type M-UMR de chez Newport (figure II-14). Ces platines disposent de guidage à double chemin de billes apportant une grande stabilité tout au long des 25 mm de la course de déplacement. Associées à des butées micrométriques standard, elles offrent une sensibilité de 1 $\mu$ m.



**Figure II-14 :** Représentation du support porte-échantillon composé d'une platine motorisée assurant les déplacements verticaux et deux platines manuelles pour les déplacements dans le plan horizontal.

L'ensemble des trois platines est disposé sous un coffre en dural massif. Ce bloc volumineux de matière a été excavé de manière à offrir la place nécessaire au porte-

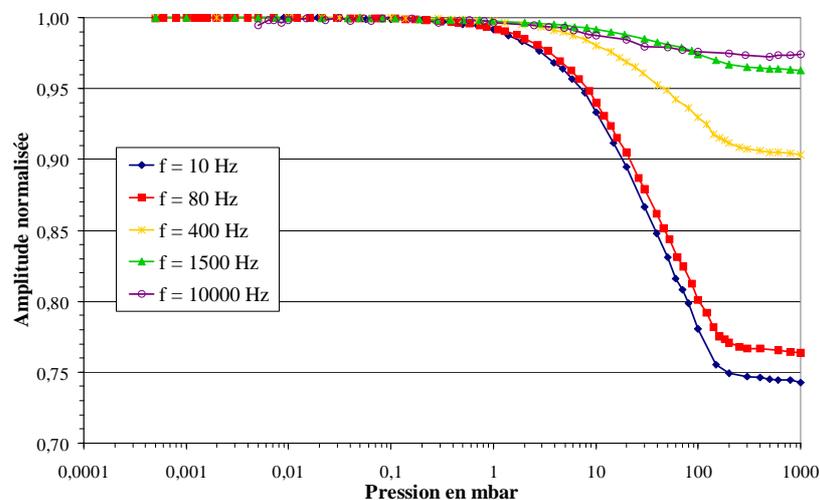
échantillon. Le choix d'un bloc massif se justifie par le gain inertiel nécessaire à la stabilité du microscope. Ce dispositif a été conçu pour une utilisation à pression atmosphérique et sous vide.

### II.3.2.2 Cloche à vide

La réponse de la sonde thermorésistive dépend de l'importance des différents modes de transfert de chaleur contribuant à son équilibre thermique. Dans le but d'affranchir cette dernière des perturbations liées à l'air environnant et à la couche d'eau adsorbée, la sonde, l'échantillon et son support motorisé sont placés dans une enceinte à vide. De cette manière les expressions analytiques peuvent être simplifiées des termes convectifs.

Ce système basé sur un évaporateur est constitué d'un plateau en Dural de forte épaisseur, d'un dôme en pyrex, ainsi qu'un ensemble de pompes à vide permettant l'obtention d'un vide d'ordre secondaire. Celui-ci est atteint par l'utilisation d'une pompe à diffusion d'huile couplée à une pompe à palettes. Le principe de fonctionnement est le suivant. Une huile chauffée est diffusée à haute pression sur la forme d'une nappe conique vers une paroi refroidie par une circulation d'eau extérieure. Au contact l'huile se condense et entraîne les molécules d'air piégées vers la chaudière par gravité. Habituellement trois étages de ce type se succèdent. La formation des nappes de vapeur d'huile dépend de la pression à l'intérieur de la pompe. Au dessus d'une pression de 0,7 hPa les nappes se constituent mal et l'effet de pompage est quasiment nul. Ce type de pompe nécessite donc l'utilisation d'une seconde pompe de manière d'une part à réaliser un vide primaire nécessaire à sa mise en route et d'autre part à évacuer les gaz extraits. La pompe à palettes fournit une pression minimale de  $10^{-3}$  hPa et la pompe à diffusion permet d'atteindre des pressions inférieures à  $10^{-7}$  hPa.

Ce dispositif est utilisé pour étudier la réponse au troisième harmonique en fonction de la pression environnementale pour différentes fréquences de modulation. L'analyse des évolutions résultantes en fonction de la pression du gaz environnant (figure II-15) montre que la réponse de la sonde est indépendante des échanges convectifs avec le gaz environnant pour des pressions inférieures à 0,1 hPa.



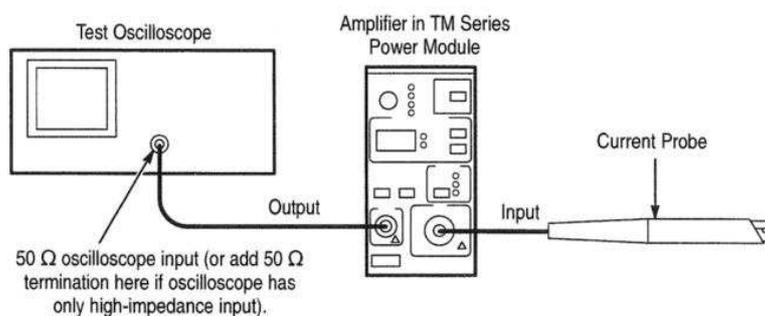
**Figure II-15 :** Evolution de l'amplitude normalisée de la composante au troisième harmonique de la réponse de la sonde en fonction de la pression du gaz environnant. L'étude est réalisée pour un courant de sonde de 50 mA modulé à des fréquences (10, 80, 400, 1500 et 10000 Hz) caractéristiques de la répartition spectrale de la réponse.

Par conséquent dans la suite de ce document les mesures sous vide seront réalisées à une pression d'environ  $10^{-2}$  hPa. On constate également que les pertes de chaleur de la sonde par convection atteignent leur maximum pour les pressions supérieures à 100 hPa. Elles deviennent alors quasiment indépendantes de la pression atmosphérique.

### II.3.2.3 Dispositifs complémentaires

Avec le souci de réaliser un travail de précision, nous avons mis au point un dispositif permettant le contrôle de l'inclinaison des filaments. En effet les sondes thermo-résistives utilisées sont de part leur mode manuel de fabrication très différentes les unes des autres. Il n'est en particulier pas rare d'observer des sondes présentant des inclinaisons variant 30 à 80 degrés par rapport à l'horizontal. Afin de maintenir ces inclinaisons semblables d'une sonde à l'autre, mais également afin de corriger une éventuelle erreur de manipulation, un dispositif de redressement a été réalisé. Associé à une loupe binoculaire, un ensemble de vis micrométriques permet une manipulation précise du filament vers une inclinaison de 60 degrés avec une incertitude de 5 degrés.

Le dispositif électronique que nous avons conçu a spécialement été développé pour apporter une connaissance précise du courant circulant dans la sonde thermique. Ainsi l'application d'une tension connue aux bornes du pont de Wheatstone et une mesure de la résistance  $R_I$  en série avec la sonde permettent l'estimation de ce courant. La volonté de réaliser des mesures quantitatives des propriétés thermiques des échantillons impose une connaissance précise du courant. Pour ce faire, notre laboratoire s'est équipé d'un ampèremètre de précision exploitant une sonde à effet Hall (figure II-16). Ce dispositif permet une mesure simple et précise du courant circulant dans la sonde thermique sans en perturber l'intensité. Cet instrument offre une gamme de mesure s'étendant des courants continus aux courants variables de fréquence inférieure à 50 MHz. Son temps de réponse est inférieur à 7 ns. De plus le système génère un bruit inférieur à 250  $\mu$ A.



**Figure II-16 :** Représentation du dispositif de mesure du courant. L'amplificateur est équipé d'une sonde de courant exploitant l'effet Hall. La mesure est réalisée par l'intermédiaire d'un oscilloscope.

## II.4 Premières mesures

Nous présentons maintenant une première série de mesures caractérisant la complexité des échanges de chaleur entre la sonde thermique et le milieu environnant d'une part et l'échantillon d'autre part. Un bilan des connaissances relatives à l'interprétation de ces résultats sera ensuite entrepris et conduira à un ensemble d'interrogations.

### II.4.1 Résultats expérimentaux

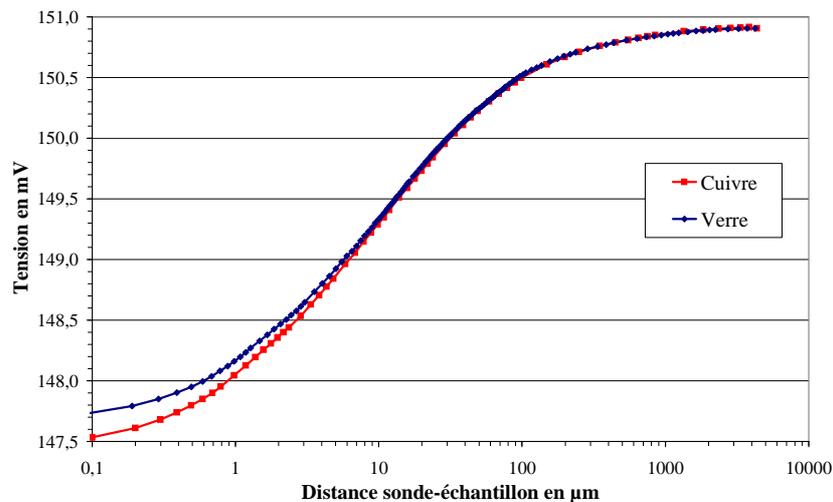
L'équilibre thermique de la sonde lorsqu'elle se trouve en contact fait intervenir une grande variété de transferts de chaleur. Trois principaux échanges interviennent dans cet équilibre. Tout d'abord une part importante de la chaleur produite par effet Joule est dissipée par conduction à travers les deux fils en Wollaston constituant le bras de levier. Ce flux est présent quel que soit l'état de la sonde. On trouve ensuite un transfert de chaleur par convection et rayonnement vers le milieu environnant. Le troisième flux se caractérise par un transfert de chaleur entre la sonde et l'échantillon. De nature plus complexe, cet échange se décompose, suivant le cas, en divers transferts. On distingue les échanges [GOM1999a] :

- ◆ par conduction solide-solide,
- ◆ par conduction à travers les fluides interstitiels,
- ◆ par conduction à travers le ménisque d'eau,
- ◆ par conduction à travers l'air environnant,
- ◆ et par rayonnement.

Le transfert par conduction à travers l'air environnant dépend de la distance séparant le filament de l'échantillon. Si la distance est inférieure au libre parcours moyen des molécules d'air, de l'ordre de 70 nm sous les conditions normales de température et de pression, alors le transfert est dit balistique. Dans le cas contraire le transfert est dit conducteur ou encore diffusif.

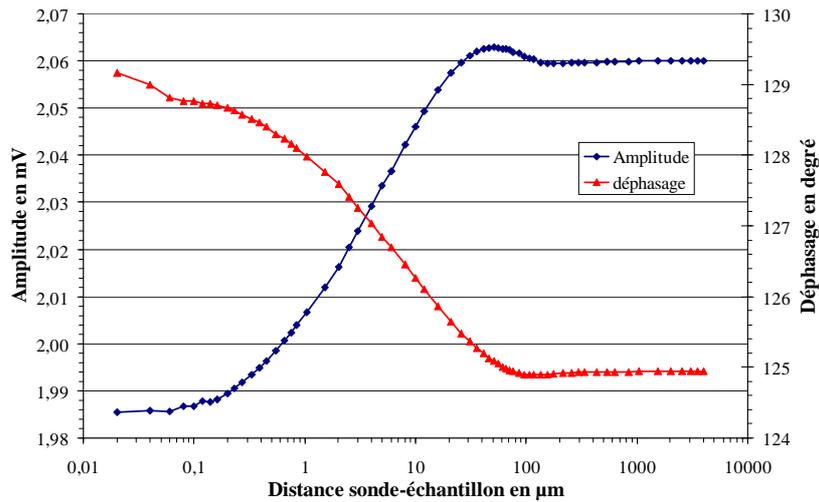
La superposition de ces échanges rend l'interprétation des mesures délicate. Il est donc nécessaire d'identifier et de quantifier la part de chaque échange intervenant dans la réponse de la sonde. Certains de ces transferts voient leur influence varier avec la distance sonde-échantillon. Les figures II-17 et 18 rendent compte d'une première série de la mesure. Elles présentent l'évolution de la réponse de la sonde dans les modes de fonctionnement à courant continu et alternatif en fonction de la distance sonde-échantillon et pour une fréquence de modulation de la tension appliquée au pont de 400 Hz. Ces résultats ont été obtenus en maintenant la position de la sonde fixe et en déplaçant l'échantillon de cuivre utilisé ici *via* la platine motorisée présentée précédemment. L'emploi de cette platine permet le maintien de la position de l'échantillon et donc de la distance pendant toute la durée de la mesure. Il est ainsi possible, pour le mode alternatif, d'optimiser les réglages de la détection synchrone pour chaque point et plus particulièrement d'attendre la stabilisation de la mesure qui en pratique se situe autour de 5 secondes. On obtient de cette manière une grande reproductibilité des résultats.

Une première étude en mode continu révèle l'augmentation des échanges de chaleur entre la sonde et l'échantillon avec la réduction de la distance (figure II-17). Pour ce mode de fonctionnement, la présence de l'échantillon est détectée jusqu'à une distance maximale de 2 mm. Au-delà la réponse ne varie plus, ce qui caractérise la stabilité des échanges de chaleur. La même observation est réalisée pour les distances inférieures à 0,2  $\mu\text{m}$ . Entre ces deux paliers, l'élévation apparaît maximale pour les distances comprises entre 1 et 100  $\mu\text{m}$ . Nous constatons également que la nature des matériaux devient détectable pour les distances inférieures à 4  $\mu\text{m}$ . Précisons toutefois que ces mesures, relatives au mode continu, sont perturbées par la décharge de la batterie permettant l'alimentation de la sonde. Au cours de l'approche cette décharge est estimée expérimentalement à environ  $(0,1 \pm 0,05)$  mV.

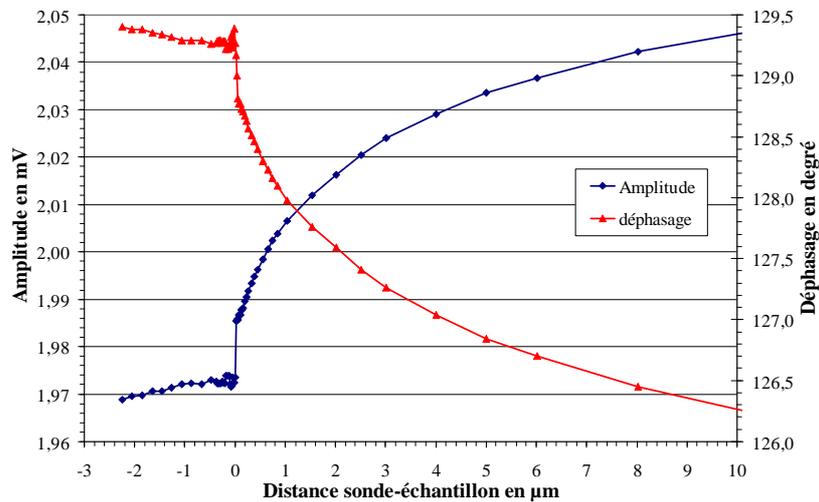


**Figure II-17 :** Evolution de la tension aux bornes de la sonde en fonction de la distance sonde-échantillon dans le mode de fonctionnement à courant continu de 50 mA. L'échantillon considéré est en cuivre.

L'analyse des résultats obtenus dans le mode alternatif met en évidence une succession similaire de trois principaux régimes de transferts de chaleur au cours de l'approche de l'échantillon vers la sonde. Pour les distances supérieures à 150  $\mu\text{m}$ , les réponses en amplitude et en phase semblent indépendantes de la présence de l'échantillon (figure II-18). Puis y succède une zone de transition caractérisée par l'interaction grandissante de la pointe avec la surface de l'échantillon (figures II-18 et II-19).



**Figure II-18 :** Evolution de la réponse au troisième harmonique, en amplitude et en phase, en fonction de la distance sonde-échantillon. La sonde est alimentée par un courant de 50 mA modulé à une fréquence de 400 Hz.



**Figure II-19 :** Evolutions de l'amplitude et du déphasage au troisième harmonique en fonction de la distance sonde-échantillon à proximité du contact. La sonde est alimentée par un courant de 50 mA modulé à une fréquence de 400 Hz et entre en contact avec un échantillon de cuivre.

La mise en contact est généralement caractérisée par un fort refroidissement de la sonde dû à l'établissement des transferts par conduction solide-solide et *via* le ménisque d'eau (identifiable par une discontinuité de la réponse) (figure II-19). Les distances négatives représentent l'évolution de la surface d'échange de chaleur entre le filament et la surface en fonction de la force d'application de la sonde. Une approche empirique de cette évolution démontre que la réponse de la sonde dépend fortement de l'état de surface de l'échantillon. Les figures ci-dessus représentent les résultats obtenus pour un échantillon dont la rugosité est inférieure à 40 nm. Cet état de surface de qualité poli-miroir est nécessaire à l'obtention d'une évolution monotone et reproductible de la réponse de la sonde en fonction de la force d'application.

L'analyse de ces résultats fait apparaître un certain nombre d'interrogations. Quelle est la part du transfert convectif vers le milieu environnant dans l'équilibre thermique global du filament ? De même quelles sont les parts respectives des flux s'additionnant au transfert par conduction solide-solide lorsque la sonde se trouve en contact ? L'étude des différentes contributions à l'équilibre thermique du filament semble un préambule incontournable à l'évaluation quantitative des propriétés thermiques des échantillons. S'ajoute à ceci l'interrogation concernant l'importance du puits thermique généré par le fil de Wollaston.

## II.4.2 Comparaison avec la littérature

De manière à évaluer la part respective des flux de chaleur intervenant dans l'équilibre thermique de la sonde, l'équipe de *Lefèvre et al.* a étudié l'évolution de la réponse de la sonde en fonction de la distance la séparant de l'échantillon [LEF2006]. Pour ce faire, ils utilisent la tête du microscope pour automatiser et évaluer l'approche de la sonde vers la surface à partir d'une altitude de 150  $\mu\text{m}$ . La figure II-20 présente l'évolution de la résistance thermique équivalente notée  $1/G_{eq}$  en fonction de l'altitude (formules I-61 et 62).

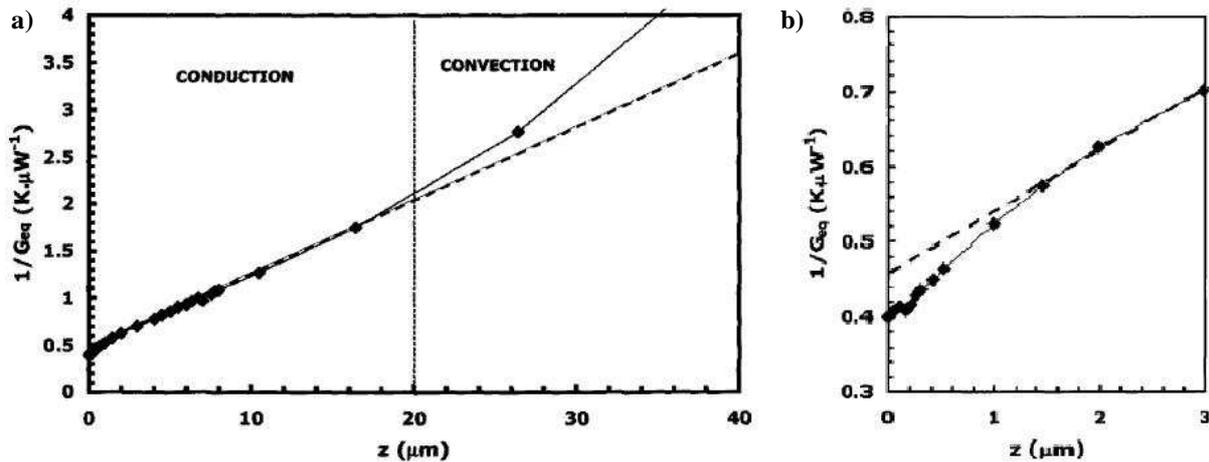


Figure II-20 : Evolution de la résistance thermique équivalente de contact caractérisant le transfert de chaleur entre la sonde et l'échantillon en fonction de la distance sonde-échantillon. Cette résistance prend en compte les échanges par conduction solide-solide et à travers l'air environnant pour lesquels trois régimes (convectif, diffusif et balistique) sont mis en évidence [LEF2006].

Un échantillon d'argent est retenu pour l'étude de façon à rendre la résistance thermique de l'air plus importante que celle de l'échantillon. Ainsi simplifiée la conductance équivalente  $G_{eq}$  devient égale à la conductance relative à l'air environnant  $G_a$ . Elle s'évalue à partir de la réponse à  $3\omega$  et de l'expression au 2<sup>e</sup> harmonique de la température de la sonde [LEF2006] :

$$T_{2\omega} = \frac{J}{Lm^3} \cdot \frac{(4e^{mL} - 2 + mL e^{2mL} - mL - 2e^{2mL})G_{eq} + (mL + mL e^{2mL} - e^{2mL} + 1)G_s mL}{(e^{2mL} - 1)G_{eq} + (1 + e^{2mL})G_s mL} \quad \text{Équation II-13}$$

dans laquelle  $G_s$  représente la conductance de la sonde. Les coefficients  $J$  et  $m$  sont définis par les équations I-47.

L'analyse de ces résultats expérimentaux amène les auteurs à évaluer trois régimes de transfert de chaleur s'établissant entre la sonde et l'échantillon *via* la couche d'air environnante. Ils observent, pour une altitude supérieure à 20  $\mu\text{m}$ , un changement d'évolution de la résistance équivalente. Ils concluent alors à la prédominance du régime convectif par comparaison avec l'épaisseur de la couche visqueuse enrobant le filament qu'ils estiment en première approximation à  $\lambda_a/h = 25\mu\text{m}$ , où  $\lambda_a$  représente la conductivité thermique de l'air et  $h$  le coefficient d'échange thermique entre le filament et l'air environnant [LEF2005]. Au-delà de la couche visqueuse, le transfert de chaleur donne lieu à des mouvements d'ensemble verticaux qui tendent à diminuer l'efficacité de l'échange. Lorsque l'échantillon pénètre cette couche limite, l'évolution de la résistance thermique devient linéairement dépendante de la distance  $z$  et caractéristique d'un mécanisme de diffusion de la chaleur. Les molécules se thermalisent alors au contact de la surface du filament et transmettent l'énergie de proche en proche jusqu'à la surface de l'échantillon (et inversement).

Sur la figure II-20b, une déviation à la dépendance linéaire apparaît pour les altitudes inférieures à 1  $\mu\text{m}$ . Cette déviation serait significative d'un régime de glissement. Ce type de régime se caractérise par l'apparition de discontinuités de température aux interfaces gaz-solide et s'explique par un transfert imparfait de l'énergie moléculaire à la paroi du solide. Les auteurs observent pour les altitudes inférieures à 300 nm une stabilisation dans la variation de la résistance thermique équivalente. Ils interprètent ce plateau par la prédominance d'un transfert balistique pour lequel les molécules transportent l'énergie de la sonde vers l'échantillon sans interagir entre elles.

### II.4.3 Discussion

Tout d'abord l'observation d'un régime balistique de transfert de chaleur entre la sonde et l'échantillon pourrait être remise en cause. L'étude de la figure II-20 compte tenu du mode opératoire ne met pas clairement en évidence la présence d'un palier aux altitudes inférieures à 300 nm. En effet cette méthode souffre d'un manque de précision lié d'une part à la position désaxée du moteur par rapport à la sonde et d'autre part à la vitesse relativement élevée de l'approche qui ne permet pas la stabilisation totale de la mesure. L'analyse de nos mesures confirme l'absence d'un palier dans la réponse en fonction de l'altitude. On observe tout au plus une légère inflexion de son évolution (figure II-19) sur la plage des distances considérées. Remarquons toutefois que cette inflexion n'est pas reproductible. Elle ne peut donc être rapprochée d'un phénomène physique. Cette constatation remet directement en cause l'expression analytique unidimensionnelle déterminant le coefficient de transfert thermique local proposée par l'auteur [LEF2006] :

$$h_{air} = \frac{\lambda_a}{z + 2[(2 - A)\gamma/A(\gamma + 1)\text{Pr}]\Lambda} \quad \text{Équation II-14}$$

dans lequel  $z$  représente l'altitude de la sonde par rapport à l'échantillon,  $A$  le pourcentage d'énergie moléculaire transférée,  $Pr$  le nombre de Prandtl,  $\gamma$  le rapport des capacités calorifiques à pression ( $C_p$ ) et volume ( $C_v$ ) constants et  $\lambda$  le libre parcours moyen des molécules d'air.  $\lambda_a$  représente la conductivité thermique de l'air dont l'expression cinétique est la suivante  $C_v \cdot v \cdot z/3$  avec  $v$  la vitesse moyenne des molécules. Lorsque l'altitude est comparable au libre parcours moyen des molécules, l'expression II-14 se simplifie et devient indépendante de la distance  $z$ .

De plus ces mesures ont été obtenues sous le mode de fonctionnement à courant alternatif. Quelle que soit l'amplitude du courant d'alimentation, l'échauffement de la sonde entraîne une dilatation périodique du filament et des fils de Wollaston. Il s'ensuit un phénomène de vibration de la sonde à une fréquence double de l'excitation électrique, ce qui a pour effet de perturber l'altitude réelle du filament. Ainsi pour un courant d'alimentation de 50 mA modulé à une fréquence de 2 Hz, l'amplitude de déplacement du filament est d'environ 20 nm (annexe n°2). La conséquence immédiate est la succession de plusieurs régimes au cours d'une période et le mélange de leurs effets sur la réponse. Il en résulte une plus grande difficulté dans l'identification des plages de prédominance des différents régimes. Sous ces conditions une discontinuité nette dans l'évolution de la réponse ne semble pas explicable par un changement de régime.

Enfin compte tenu de la courbure du filament chauffant, une superposition des différents régimes de transfert de chaleur intervient pour les altitudes les plus faibles. Ainsi à proximité du contact avec l'échantillon, le régime de diffusion s'ajoute au régime balistique. L'analyse de l'équation II-14 révèle que le coefficient d'échange relatif au régime balistique est d'autant plus élevé que l'altitude est faible. Toutefois compte tenu de la plage d'application et de la surface d'échange mis en jeu, ce mode de transfert balistique ne semble pas en mesure de devenir prépondérant devant le transfert par diffusion.

## ***Conclusion***

Ce chapitre présente les moyens expérimentaux mis à notre disposition et développés pour réaliser cette étude. Débutant par la description du microscope à force atomique se trouvant à la base de notre instrument, les éléments caractéristiques du montage thermique sont étudiés. L'étude de l'instrumentation commerciale relative au mode de fonctionnement à courant continu démontre son inadéquation avec le mode alternatif.

Un dispositif électronique dédié au traitement de la mesure dans ce mode de fonctionnement a alors été spécialement développé. Sa conception nous a permis d'apporter le plus grand soin au choix des composants passifs constituant le pont de Wheatstone et de l'alimentation électrique. Outre la réduction des effets des perturbations sur la mesure, notre approche caractérisée par un courant d'alimentation connu à chaque instant facilite la modélisation de la réponse. Cette particularité sera exploitée dans les chapitres suivants par deux modélisations l'une analytique et l'autre numérique.

Une présentation des moyens annexes employés pour la caractérisation de la réponse à  $3\omega$  est également réalisée. Nous abordons entre autre la mise au point d'un porte-échantillon permettant un contrôle précis de la distance séparant l'apex du filament de la surface de l'échantillon.

Nous terminons ce chapitre par une première approche de la mesure du signal à  $3\omega$  en fonction de la distance sonde-échantillon. La comparaison avec les résultats disponibles dans la littérature permet d'apercevoir la complexité des échanges thermiques s'instaurant entre la sonde et l'échantillon.

La réalisation de mesures quantitatives des propriétés thermiques des matériaux par cette méthode nécessite l'estimation précise des différentes composantes concourant à l'équilibre thermique de la sonde. Outre la détermination des paramètres définissant les conditions de contact et les différents régimes de transfert à longue distance, il apparaît tout d'abord indispensable de procéder à une caractérisation précise des propriétés thermiques et géométriques de la sonde thermorésistive.

## ***Références bibliographiques***

- [AND2000] : W.T. Anderson, J.A. Mittereder, J.A. Roussos, *Atomic force microscope measurement of channel temperature in GaAs devices*, IEEE International Symposium on Compound Semiconductors, Proceedings, 31-36 (2000)
- [DIN1994] : R. B. Dinwiddie, R. J. Pylkki, P. E. West, *Thermal conductivity contrast imaging with a scanning thermal microscope*, Thermal Conductivity **22**, 668-677 (1997)
- [FIE1998] : G.B.M. Fiege, V. Fiege, J.C.H. Phang, M. Maywald, S. Görlich, L.J. Balk, *Failure analysis of integrated devices by Scanning Thermal Microscopy (SThM)*, Microelectronics Reliability **38**, 957-961 (1998)
- [FRE1977] : P. Freymuth, *Frequency response and electronic testing for constant-temperature hot-wire anemometers*, J. Physics E: Sci. Inst. **10**, 705-713 (1977)
- [GOM1999a] : S. Gomès, *Contribution théorique et expérimentale à la microscopie thermique à sonde locale : calibration d'une pointe thermorésistive, analyse des divers couplages thermiques*, Thèse de doctorat, Université de Reims (1999)
- [LEF2005] : S. Lefèvre, S. Volz, *3 $\omega$  scanning thermal microscope*, Rev. Scientific Instrum. **76**, 033701 (2005)
- [LEF2006] : S. Lefèvre, S. Volz, P.O. Chapuis, *Nanoscale heat transfer at contact between a hot tip and a substrate*, Int. J. Heat Mass Transfer **49**, 251-258 (2006)
- [TOP1997] : *Specification Scanning Thermal Microscope Option, User's Manual Addendum*, Topometrix Corporation (1997)



## **Chapitre III :**

### **Caractérisation de la sonde thermique**



## ***Introduction***

L'utilisation de la sonde thermo-résistive comme source et détecteur de chaleur met cet élément au cœur de la microscopie thermique à sonde locale. La volonté de réaliser des mesures quantitatives des propriétés thermiques des matériaux nécessite l'évaluation, en nombre et en importance, de l'ensemble des paramètres intervenant dans le processus de mesure. De part son mode de fabrication manuel, cette évaluation est rendue délicate et nécessite la mise au point d'une méthode fiable et reproductible. En plus des propriétés thermiques, les paramètres géométriques comptent parmi les plus importants auxquels doivent être ajoutés les deux paramètres électriques que sont la résistivité et son coefficient en température.

Dans la première partie de ce chapitre, une procédure d'estimation directe de certains paramètres géométriques sera présentée, à laquelle succèdera celle des propriétés électriques du filament de platine-rhodium. Deux modélisations, l'une numérique et l'autre analytique, de la réponse de cette sonde seront ensuite développées et comparées aux résultats expérimentaux. Il résultera de cette étude une remise en question des paramètres caractéristiques de la sonde couramment utilisés ainsi que la nécessité de la mise au point d'une méthode fiable d'étalonnage du dispositif de mesure.

### **III.1 Estimation directe**

De part son mode de fabrication manuelle, la sonde thermo-résistive utilisée dans notre dispositif expérimental ne peut respecter rigoureusement les valeurs données par le constructeur (tableau II-1). De plus l'équilibre thermique faisant intervenir un grand nombre de paramètres, il est nécessaire de limiter au maximum le nombre d'inconnues. Nous avons ainsi procédé à la caractérisation géométrique précise de l'élément actif des sondes utilisées. Pour ce faire, nous avons opté pour une caractérisation reposant sur une étude des sondes par microscopie électronique à balayage. Faisant suite à une évaluation précise de la résistance électrique de ces sondes, la résistivité électrique du filament en alliage de platine-rhodium (90 % - 10 %) est étudiée.

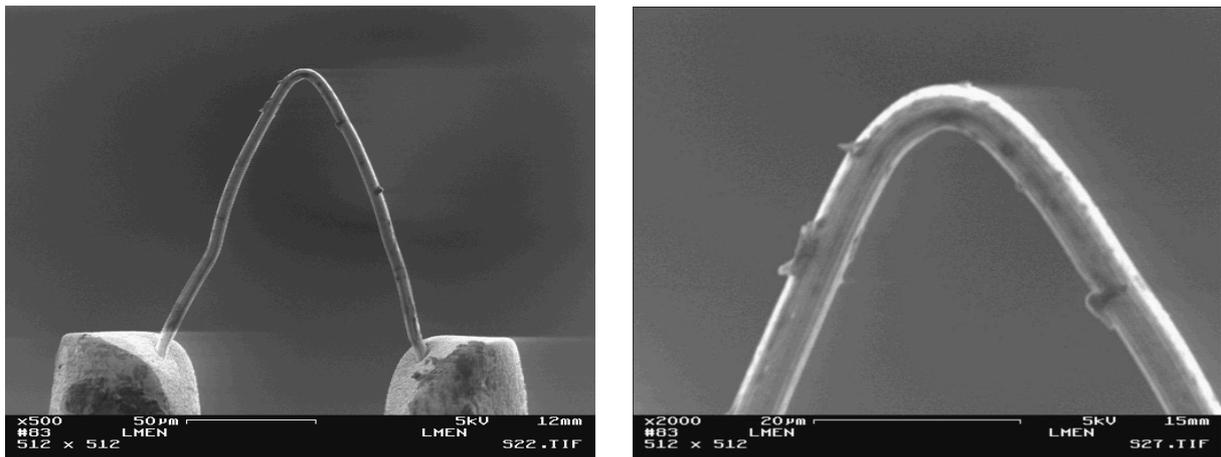
#### **III.1.1 Estimation de la géométrie**

##### ***III.1.1.1 Principe de la mesure***

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique basée sur le principe des interactions électrons-matière. Son fonctionnement repose sur le balayage de la surface à analyser par un faisceau d'électrons. Ne disposant pas d'un tel instrument au sein de notre équipe, cette étude fut rendue possible grâce au soutien du Laboratoire de Microscopies et d'Etude des Nanostructures (LMEN).

Pour aboutir à une évaluation précise de la longueur et du rayon du filament, un soin particulier a été apporté au positionnement de la sonde thermique dans l'enceinte du MEB.

L'objectif est de placer le plan contenant le filament perpendiculairement au faisceau d'électrons incident. Ce réglage s'effectue en deux étapes. Tout d'abord la sonde est fixée en position verticale de manière à orienter le filament vers la source d'électrons. Dans cette position le plan de symétrie de la sonde est parallèle au faisceau incident. Ensuite la rotation autour d'un axe normal au faisceau permet d'approcher la perpendicularité du plan contenant le filament. Plusieurs mesures sont alors réalisées de façon à identifier l'inclinaison offrant la plus grande extension du filament.



**Figure III-1 :** Images obtenues par microscopie électronique à balayage du filament résistif d'une sonde thermique. L'image de gauche est obtenue avec un grossissement de 500, tandis que celle de droite présente un grossissement de 2000.

On dispose de deux méthodes de mesures. L'une utilise le logiciel de pilotage du MEB et l'autre utilise un logiciel de dessin technique. Ce dernier permet un découpage précis du filament en un grand nombre de segments parfaitement juxtaposés. L'erreur est ainsi réduite à son minimum pour dépendre uniquement de la résolution de l'image et plus particulièrement de l'évaluation de l'échelle. La première méthode est quant à elle moins précise, mais elle permet de s'assurer de la non déformation de l'image au passage d'un logiciel à l'autre.

### ***III.1.1.2 Présentation des résultats***

Les longueurs sont obtenues par l'estimation de la longueur moyenne du filament. Le diamètre correspond quant à lui à la moyenne en divers points du filament. Le tableau III-1 présente les valeurs relevées pour un ensemble de quatre sondes thermiques. Chaque valeur correspond à une moyenne obtenue à partir de cinq mesures et présente une incertitude maximisée évaluée à partir de l'écart type et de l'imprécision de la mesure.

L'analyse de ces résultats montre que la longueur et le diamètre du filament sont respectivement, et systématiquement, supérieure et inférieure aux valeurs annoncées par le constructeur. L'augmentation de la longueur est en moyenne de 25 % tandis que la diminution du diamètre est d'au maximum 12 %. Les variations observées peuvent être expliquée par le processus de fabrication des filaments. En effet ces derniers sont obtenus par attaque électrochimique d'un fil de Wollaston. L'incertitude dans le positionnement de ce fil couplée

à un effet de capillarité peuvent expliquer à eux seuls cette augmentation. De plus, malgré une attaque chimique orientée vers l'argent, le cœur en alliage de platine-rhodium est-il totalement insensible au réactif ; ce qui aurait pour conséquence la réduction du diamètre du filament. A l'inverse, la présence de dépôts à la surface du filament amène à la question suivante : l'enrobage d'argent est-il complètement éliminé ? Les stries observables sur les images MEB présentées précédemment (figures III-1 et V-14) sont dues au processus de fabrication de ce filament et permettent une meilleure appréciation du contact avec l'échantillon. Ces grandeurs ont une grande importance car elles déterminent directement la résistance de la sonde et par conséquent la puissance thermique dissipée par effet Joule.

Sondes	Longueur en $\mu\text{m}$	Diamètre en $\mu\text{m}$
Valeurs usuelles	200	5
N° 1	$251 \pm 4$	$4,98 \pm 0,23$
N° 2	$255 \pm 4$	$4,41 \pm 0,39$
N° 3	$248 \pm 4$	$4,74 \pm 0,33$
N° 4	$244 \pm 4$	$4,64 \pm 0,34$

**Tableau III-1 : Tableau récapitulatif des paramètres géométriques du filament résistif de quatre sondes thermiques.**

### III.1.2 Estimation de la conductivité électrique du platine-rhodium

Fort de l'estimation des paramètres géométriques du filament de notre sonde thermique, nous avons comparé la résistance mesurée de la sonde à sa valeur théorique. Cette étude conduit à la remise en cause de la conductivité électrique du filament en alliage de platine-rhodium (90 % - 10 %).

#### III.1.2.1 Mesure de la résistance électrique du filament

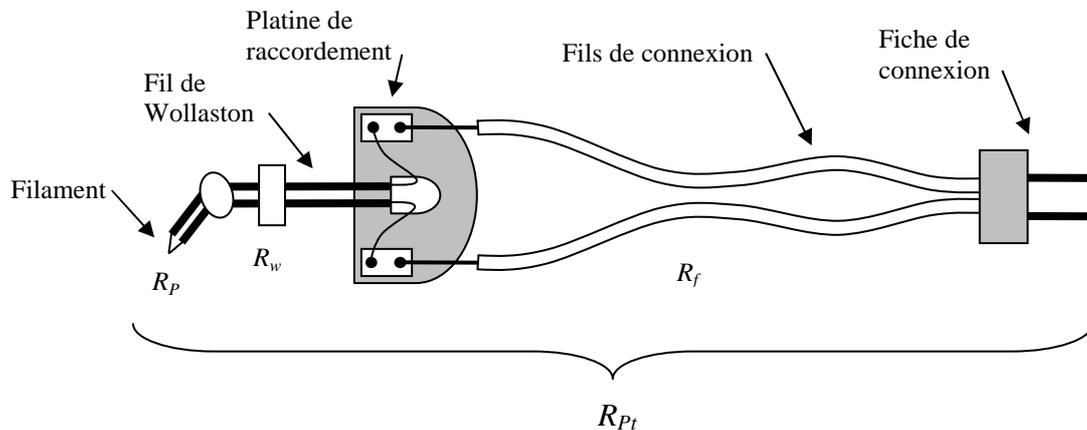
La sonde thermo-résistive utilisée se compose d'une série de trois résistances électriques (figure III-2) :

- ◆ la résistance du filament en alliage de platine-rhodium (90 % - 10 %) appelée  $R_p$ ,
- ◆ la résistance du bras de levier constitué par deux fils de Wollaston  $R_w$ ,
- ◆ la résistance des fils de connexion  $R_f$ .

L'évaluation de la résistance électrique propre au filament nécessite la connaissance de la résistance des diverses composantes.

D'une sonde à l'autre la longueur des fils de Wollaston est sensiblement identique. Elle est estimée à 15 mm pour l'ensemble des deux bras de levier avec une incertitude de 0,5 mm. Avec une résistivité électrique de  $1,63 \cdot 10^{-8} \Omega \cdot \text{m}$ , la résistance théorique de la couche d'argent est d'environ 56 m $\Omega$ . Pour le cœur de platine-rhodium, qui présente une résistivité

électrique de  $18,8.10^{-8} \Omega.m$ , la résistance théorique est de  $144 \Omega$ . Ce qui fournit un rapport d'environ 2600. La résistance des fils de Wollaston  $R_w$  sera donc égale à la résistance d'un fil d'argent équivalent. Des mesures directes réalisées par *Gomès et al.* en utilisant un pont de Wheatstone puis un ohmmètre estiment cette résistance à  $0,06 \pm 0,01 \Omega$  ; ce qui est en accord avec la théorie [GOM1999a].



**Figure III-2 :** Représentation des résistances électriques constitutives d'une sonde thermo-résistive.

La résistance électrique  $R_f$  est définie comme la somme des résistances des platines de raccordement, des fils et de la fiche de connexion. Sa valeur est évaluée expérimentalement à l'aide de trois sondes et d'un ohmmètre de précision (méthode à deux fils). On obtient les mesures suivantes :

$$R_{f1} = (0,14 \pm 0,03)\Omega$$

$$R_{f2} = (0,16 \pm 0,04)\Omega$$

$$R_{f3} = (0,15 \pm 0,03)\Omega$$

Soit une valeur moyenne de :  $\underline{R_f = 0,15 \Omega}$

Les fils permettant l'acheminement du courant électrique jusqu'au filament sont considérés identiques d'une sonde à l'autre et présentent une résistance de  $0,20 \Omega$  ( $0,15 + 0,05$ ) avec une incertitude de  $0,04 \Omega$ . L'impact sur la valeur de la résistance du fil de Wollaston lié à l'incertitude sur la mesure de sa longueur est supposé négligeable. La résistance électrique du filament se déduit alors de la façon suivante :

$$R_p = R_{pt} - (R_w + R_f) \quad \text{Équation III-1}$$

dans laquelle  $R_w$  représente la résistance des fils de Wollaston.

Le tableau III-2 présente les valeurs obtenues pour les quatre sondes présentées au paragraphe précédent.

Sondes	Résistance $R_{pt}$ mesurée en $\Omega$	Résistance du filament $R_p$ en $\Omega$
N° 1	$2,39 \pm 0,02$	$2,18 \pm 0,05$
N° 2	$2,44 \pm 0,02$	$2,23 \pm 0,05$
N° 3	$2,48 \pm 0,02$	$2,27 \pm 0,06$
N° 4	$2,65 \pm 0,01$	$2,45 \pm 0,05$

**Tableau III-2 : Tableau récapitulatif des résistances globales et du filament pour quatre sondes thermo-résistives. Les mesures ont été réalisées à une température ambiante de 22 °C.**

Ces mesures révèlent une certaine disparité de la résistance électrique de l'élément actif. Les trois premières sondes présentent une résistance similaire avec une disparité inférieure à 1,4 % par rapport à une valeur moyenne de 2,23  $\Omega$ . Seule la valeur correspondant à la sonde n°4 est significativement différente avec une différence de 12 % par rapport à la sonde n°1. Cette différence ponctuelle peut s'expliquer par une mise en défaut de l'hypothèse énoncée précédemment, selon laquelle la résistance électrique de l'ensemble des fils de connexion est invariable d'une sonde à l'autre. Toutefois la mesure directe de cette résistance est par nature destructive. Il n'est donc pas envisageable de la réaliser systématiquement pour chaque sonde. Cette hypothèse sera par conséquent considérée toujours valable en première approximation. Afin d'évaluer l'impact de la géométrie de ces sondes, nous allons procéder à l'évaluation de leur résistivité électrique.

### III.1.2.2 Estimation de la résistivité électrique

Les paramètres géométriques ainsi que la résistance électrique du filament viennent d'être déterminés de façon expérimentale. Nous pouvons désormais évaluer la résistivité électrique du filament de platine-rhodium (90% - 10%) à partir de la relation utilisée dans le calcul théorique précédent :

$$\rho_p = \frac{\pi \cdot D_p^2 \cdot R_p}{4L_p} \quad \text{Équation III-2}$$

où  $\rho_p$ ,  $L_p$  et  $D_p$  sont respectivement la résistivité électrique, la longueur et le diamètre du filament de platine-rhodium. L'incertitude relative sur les valeurs de  $\rho_p$  est donnée par :

$$\frac{\Delta \rho_p}{\rho_p} = 2 \frac{\Delta D_p}{D_p} + \frac{\Delta R_p}{R_p} + \frac{\Delta L_p}{L_p} \quad \text{Équation III-3}$$

Le tableau III-3 consigne les résultats obtenus pour les quatre filaments de platine-rhodium considérés. Hormis pour la sonde n°2, la résistivité électrique tend vers une valeur moyenne de  $16,7 \cdot 10^{-8} \Omega \cdot m$  avec une disparité de 2 %. Bien qu'inférieure, cette valeur est similaire à celle couramment utilisée (tableau II-1). L'écart de résistivité relatif à la sonde n°2 s'élève à près de 20 % de la valeur moyenne observée. La résistance électrique de cette sonde n'étant pas significativement différente des autres sondes, la faiblesse de la résistivité calculée

conduit à nous interroger sur la pertinence des évaluations relatives aux dimensions géométriques du filament et aux résistances des fils de connexion  $R_w$  et  $R_f$ . En effet, l'analyse des valeurs rapportées dans le tableau III-1 montre que la sonde n°2 possède le filament le plus long et de plus petit diamètre.

Sondes	Résistivité électrique en $10^{-8} \Omega.m$	Incertitude en $10^{-8} \Omega.m$
N° 1	16,9	2,3
N° 2	13,4	2,9
N° 3	16,2	2,9
N° 4	16,9	3,1

**Tableau III-3 : Evaluation de la résistivité électrique du filament de platine-rhodium (90% - 10%) pour quatre sondes thermorésistives. Les valeurs présentées sont obtenues à partir des mesures expérimentales de la résistance électrique, de la longueur et du diamètre du filament.**

La variation en température de ce paramètre s'exprime couramment par l'intermédiaire du coefficient en température  $\alpha_p$  de la façon suivante :

$$\rho_p = \rho_0(1 + \alpha_p(T - T_0)) \quad \text{Équation III-4}$$

dans laquelle  $\rho_0$  représente la résistivité électrique à une température de référence  $T_0$ . La valeur de ce coefficient est fixée par le constructeur de la sonde thermorésistive à  $1,65.10^{-3} K^{-1}$ .

Afin de s'assurer de la justesse de ce coefficient, une étude expérimentale portant sur un ensemble de quatre sondes a été entreprise [LAP2000]. Précisons qu'il ne s'agit pas des sondes présentées précédemment. Cette approche consiste à mesurer la résistance électrique de ces sondes en fonction de la température de l'enceinte dans laquelle elles sont disposées. Pour une température allant de 20 °C à 80 °C, l'évolution de la résistance apparaît constante. L'analyse de ces évolutions aboutissent à l'estimation de coefficients en température  $\alpha_p$  (tableau III-4) légèrement supérieurs à la valeur de référence (tableau II-1).

Sondes	Coefficient en température en $K^{-1}$
N° 5	$1,91.10^{-3}$
N° 6	$1,93.10^{-3}$
N° 7	$1,91.10^{-3}$
N° 8	$1,89.10^{-3}$

**Tableau III-4 : Evaluation expérimentale du coefficient de variation en température de la résistivité électrique du filament de platine-rhodium (90% - 10%) pour quatre sondes thermorésistives.**

Ainsi dans la suite de cette étude, la valeur moyenne de ce coefficient sera retenue pour les calculs et ce quelle que soit la sonde utilisée :

$$\alpha_p = (1,91 \pm 0,07) \cdot 10^{-3} K^{-1} \quad \text{Équation III-5}$$

L'incertitude est évaluée à partir de la formule suivante :

$$\frac{\Delta\alpha_p}{\alpha_p} = \frac{\Delta R_p}{R_p} + \frac{\Delta(\Delta T)}{\Delta T} \quad \text{Équation III-6}$$

dans laquelle les incertitudes relatives portant sur la résistance de la sonde et sur la température sont respectivement estimées à 0,5 % et 2 %. A celles-ci nous ajoutons un écart type de 1 %.

### III.1.3 Discussion des résultats

Les sondes thermorésistives sont commercialisées sans aucune garantie ni certification concernant leurs dimensions géométriques et leurs propriétés électro-thermiques. Toutefois la plupart des études menées sur la réponse de ces sondes retiennent les données relevées dans la littérature. La longueur et le diamètre du filament sont fixés théoriquement à 200  $\mu\text{m}$  et 5  $\mu\text{m}$ . La résistivité électrique couramment rencontrée dans la littérature est quant à elle d'environ  $18,8 \cdot 10^{-8} \Omega \cdot \text{m}$  tandis que la conductivité thermique est de  $38 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$  [GOM1999a] [DIN1994]. Paradoxalement aucune étude ne remet rigoureusement en cause les propriétés de ces sondes. Au mieux ces valeurs sont adaptées, par l'application d'une méthode de minimisation, afin de faire coïncider les résultats d'un modèle analytique à l'expérience [CHI2004] [LEF2004]. L'écart relatif des paramètres géométriques est ainsi estimé à -10 % pour le diamètre et à -3,3 % pour la longueur par rapport aux valeurs théoriques [LEF2004]. Compte tenu des hypothèses nécessaires à la résolution analytique d'un tel problème, ces résultats ne peuvent qu'introduire une tendance et en aucun cas devenir des valeurs de référence. L'ambition de réaliser des mesures quantitatives des propriétés thermiques des matériaux impose donc de disposer d'une méthode fiable afin de lever l'incertitude concernant ces paramètres.

L'approche que nous avons retenue se résume à l'évaluation expérimentale d'un maximum de paramètres caractérisant la sonde et sa réponse. Le choix de la microscopie électronique à balayage pour la caractérisation géométrique des filaments se justifie par la résolution et la fiabilité des acquisitions. L'analyse de nos mesures amène à reconsidérer les valeurs théoriques couramment admises. Ainsi nous pouvons supposer que la longueur du filament est en moyenne 25 % plus élevée et que son diamètre est en moyenne 6,2 % plus faible, soient respectivement 250  $\mu\text{m}$  et 4,69  $\mu\text{m}$ . Concernant la résistivité électrique du filament de platine-rhodium, sa valeur moyenne est estimée à  $16,7 \cdot 10^{-8} \Omega \cdot \text{m}$  avec une disparité de 2 %. Malgré le plus grand soin apporté à ces mesures, il ne doit être perdu de vue que ponctuellement une sonde, telle que la sonde n°2, peut présenter des propriétés

significativement différentes. Les valeurs moyennes qui viennent d'être présentées devront donc être employées avec précaution.

Malgré sa fiabilité, cette méthode n'en demeure pas moins une procédure lourde à mettre en œuvre et risquée pour l'intégrité du filament. Nous aborderons, dans la suite du chapitre, deux modélisations distinctes, l'une analytique et l'autre numérique, de la sonde thermorésistive. Par comparaison avec les résultats expérimentaux, ces approches permettront l'estimation des paramètres prépondérants dans l'établissement de la réponse.

## III.2 Modélisation par la méthode des éléments finis

En pratique l'état d'équilibre thermique de la sonde thermorésistive, quel que soit son mode de fonctionnement, est accessible uniquement à travers la tension à ses bornes. En effet les tentatives de mesure directe de la température de la sonde se sont révélées soit imprécises soit perturbatrices du dit équilibre [GOM1999]. Notre approche théorique de la réponse de la sonde s'est donc naturellement attachée au couplage électro-thermique. La complexité de ce problème rend sa résolution analytique, en tout point de l'espace-temps, indissociable de l'utilisation d'hypothèses simplificatrices. Nous aborderons dans le paragraphe suivant une résolution semi-analytique de ce couplage en considérant entre autre le caractère uni-dimensionnel du champ de température d'une sonde seule [DEP2004]. Toutefois pour réduire le nombre d'hypothèses simplificatrices et ainsi améliorer l'adéquation de la modélisation, une autre approche basée sur l'approximation des éléments finis a été envisagée. Après la présentation de la méthode et du modèle, l'étude de la sensibilité de la réponse aux variations des paramètres caractéristiques de la sonde sera abordée. La comparaison avec les résultats expérimentaux précisera les propriétés thermo-physiques de l'alliage de platine-rhodium (90 % - 10 %).

### III.2.1 Présentation du modèle

#### III.2.1.1 Le principe de la méthode

Plaçons-nous dans le cas simple d'un problème linéaire de thermique en régime stationnaire. L'équation aux dérivées partielles régissant l'équilibre thermique en tout point d'un domaine  $\Omega$  tridimensionnel s'écrit :

$$\operatorname{div}(\underline{\lambda} \cdot \overrightarrow{\operatorname{grad}}(T)) + Q = 0 \quad \text{Équation III-7}$$

où  $\underline{\lambda}$  est un tenseur symétrique de la conductivité thermique et  $Q$  une quantité de chaleur produite ou absorbée. La résolution de ce problème nécessite l'ajout de conditions aux limites traduisant le lien du domaine  $\Omega$  avec le milieu extérieur. La résolution du système résultant peut se faire de façon analytique mais la plupart du temps on ne peut déterminer qu'une solution approchée. La méthode des différences finies est une première façon d'obtenir une approximation du problème. Dans ce cas, les dérivées partielles du premier et du second ordre sont évaluées à partir des premiers termes d'un développement en série de Taylor du champ

de température. Cette méthode est relativement facile à mettre en œuvre dans les cas de géométries simples.

Une deuxième approche se caractérise par la méthode des éléments finis et repose sur la forme faible de l'équation différentielle. Le passage à la forme intégrale s'obtient par l'intermédiaire de la méthode des résidus pondérés telle que :

$$\int_{\Omega} \psi \cdot (\text{div}(\underline{\lambda} \cdot \overrightarrow{\text{grad}}(T)) + Q) dv = 0 \quad \text{Équation III-8}$$

où les fonctions  $\psi(\vec{x})$  sont appelées fonctions de pondération et  $dv$  est la variation élémentaire de volume.

En appliquant les propriétés de la divergence, il vient :

$$\int_{\Omega} \psi \cdot Q \cdot dv + \int_{\Omega} \text{div}(\psi \cdot \underline{\lambda} \cdot \overrightarrow{\text{grad}}(T)) dv - \int_{\Omega} \overrightarrow{\text{grad}}(\psi) \cdot \underline{\lambda} \cdot \overrightarrow{\text{grad}}(T) dv = 0 \quad \text{Équation III-9}$$

Le théorème de la divergence appliquée à cette intégrale amène à écrire :

$$\int_{\Omega} \psi \cdot Q \cdot dv + \int_{\partial\Omega} \psi \cdot (\underline{\lambda} \cdot \overrightarrow{\text{grad}}(T)) \cdot \vec{n} \cdot ds - \int_{\Omega} \overrightarrow{\text{grad}}(\psi) \cdot \underline{\lambda} \cdot \overrightarrow{\text{grad}}(T) \cdot dv = 0 \quad \text{Équation III-10}$$

où le vecteur  $\vec{n}$  est la normale à l'élément de surface  $\partial\Omega$ . On constate que cette formulation du problème ne dépend plus des dérivées secondes du champ de température. La régularité<sup>1</sup> requise sur la température  $T$  pour donner un sens au problème a donc baissé. Ce fait caractérise la formulation intégrale faible. En revanche la régularité requise pour les fonctions  $\psi(\vec{x})$  a augmenté.

Une étape importante de la mise en place de la formulation intégrale faible du problème consiste à incorporer les conditions aux limites. Cette étape est réalisée par l'intermédiaire de l'intégrale de surface qui devient :

$$\int_{\partial\Omega} \psi \cdot (\underline{\lambda} \cdot \overrightarrow{\text{grad}}(T)) \cdot \vec{n} \cdot ds = \int_{\partial\Omega_T} \psi \cdot (\underline{\lambda} \cdot \overrightarrow{\text{grad}}(T)) \cdot \vec{n} \cdot ds + \int_{\partial\Omega_q} \psi \cdot (\underline{\lambda} \cdot \overrightarrow{\text{grad}}(T)) \cdot \vec{n} \cdot ds \quad \text{Équation III-11}$$

Des conditions de type Dirichlet sont imposées sur les frontières  $\partial\Omega_T$  et de type Neumann sur les frontières  $\partial\Omega_q$ . La condition de seconde espèce permet le calcul direct de l'intégrant puisqu'elle décrit un flux imposée notée  $q$ . L'application d'une condition de type Dirichlet caractéristique d'une température imposée rend l'intégrale sur l'élément de surface  $\partial\Omega_T$  nulle. Il en résulte :

$$\int_{\partial\Omega} \psi \cdot (\underline{\lambda} \cdot \overrightarrow{\text{grad}}(T)) \cdot \vec{n} \cdot ds = \int_{\partial\Omega_q} \psi \cdot q \cdot ds \quad \text{Équation III-12}$$

<sup>1</sup> Une fonction est régulière si elle peut être localement approximée par un polynôme. La réduction de la régularité du champ de température facilite son approximation.

Dans le cas de la condition de Neumann, la détermination de l'intégrant nécessite l'utilisation d'une variable supplémentaire, appelée multiplicateur de Lagrange et notée  $\mu$ . Le multiplicateur de Lagrange permet alors de connaître précisément la valeur du flux sur la frontière quelle que soit la finesse du maillage.

La méthode des éléments finis repose sur la discrétisation du problème. La formulation intégrale faible présentée ci-dessus est valable pour un problème continu. Le passage au problème discret est réalisé par l'application de la méthode de Galerkin [SAI2000] et rend la forme faible applicable à chaque domaine élémentaire  $\Omega_e$ . Les fonctions de pondération  $\psi(\vec{x})$  et de température  $T(\vec{x})$  peuvent désormais être définies pour chacune de ces mailles par des formes polynomiales ou linéaires par morceaux.

Le découpage de la géométrie entière  $\Omega$  en  $m$  domaines élémentaires  $\Omega_e$  doit vérifier les deux conditions suivantes :

- ◆ l'union des  $m$  domaines élémentaires  $\Omega_e$  forme le domaine  $\Omega$ ,
- ◆ l'intersection de deux domaines élémentaires consécutifs est vide.

Chaque domaine élémentaire, appelé maille, est défini par un certain nombre  $n^e$  de points caractéristiques. L'approximation par éléments finis est ainsi construite à partir de ces nœuds. Ces derniers permettent également la connexion des champs recherchés afin d'assurer la continuité de l'approximation globale sur tout le domaine  $\Omega$ . La recherche des valeurs des fonctions en ces nœuds caractérise l'approximation nodale.

Pour préciser la démarche de façon simple, nous allons estimer les fonctions de pondérations  $\psi(\vec{x})$  et les champs de température  $T(\vec{x})$  sous forme de fonctions linéaires par morceaux (figure III-3). Quel que soit le vecteur position  $\vec{x}$  appartenant au domaine élémentaire  $\Omega_e$ , on peut écrire :

$$\psi(\vec{x}) = \sum_{i=1}^{n^e} \psi_i^e \cdot N_i^e(\vec{x}) \quad \text{Équation III-13}$$

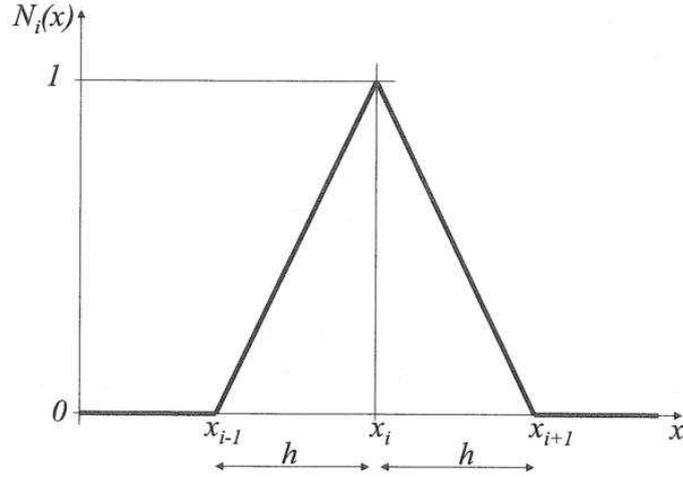
et

$$T(\vec{x}) = \sum_{j=1}^{n^e} N_j^e(\vec{x}) T_j^e \quad \text{Équation III-14}$$

avec, dans une représentation unidimensionnelle, la fonction :

$$N_i^e(x) = \begin{cases} \frac{x - x_{i-1}}{h} & \text{si } x_{i-1} \leq x \leq x_i \\ \frac{x_{i+1} - x}{h} & \text{si } x_i \leq x \leq x_{i+1} \\ 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad \text{Équation III-15}$$

où  $x_i$  est l'abscisse du nœud  $i$ , et  $h$  la distance séparant deux nœuds consécutifs.



**Figure III-3 :** Représentation de l'allure de la fonction linéaire par morceaux permettant la décomposition des fonctions de pondérations et des champs de température [SAI2000].

Ces fonctions peuvent s'écrire sous forme d'un produit de vecteurs ayant pour composantes les différents termes de la somme, telles que :

$$\psi(\vec{x}) = \langle \psi_1^e, \psi_2^e, \dots, \psi_{n^e}^e \rangle \cdot \begin{Bmatrix} N_1^e(\vec{x}) \\ N_2^e(\vec{x}) \\ \dots \\ N_{n^e}^e(\vec{x}) \end{Bmatrix} = \langle \psi^e \rangle \cdot \{N^e(\vec{x})\} \quad \text{Équation III-16}$$

et

$$T(\vec{x}) = \langle N_1^e(\vec{x}), N_2^e(\vec{x}), \dots, N_{n^e}^e(\vec{x}) \rangle \cdot \begin{Bmatrix} T_1^e \\ T_2^e \\ \dots \\ T_{n^e}^e \end{Bmatrix} = \langle N^e(\vec{x}) \rangle \cdot \{T^e\} \quad \text{Équation III-17}$$

En incorporant ces expressions dans la formulation faible (équation III-10), il vient pour un domaine global  $\Omega$  contenant  $m$  domaines élémentaires  $\Omega^e$  :

$$\sum_{e=1}^m \langle \psi^e \rangle \cdot \left( \int_{\Omega^e} \{N^e\} Q \cdot dv + \int_{\partial\Omega^e} \{N^e\} q \cdot ds - \int_{\Omega^e} \{\overrightarrow{\text{grad}}(N^e)\} \cdot \underline{\lambda} \cdot \langle \overrightarrow{\text{grad}}(N^e) \rangle \cdot \{T^e\} \cdot dv \right) = 0 \quad \text{Équation III-18}$$

Le terme entre parenthèses, appelé résidu élémentaire et noté  $\{R^e(T)\}$ , est une quantité fondamentale à laquelle conduit la méthode des éléments finis. Dans le cas d'un problème linéaire, le résidu élémentaire peut s'exprimer linéairement en fonction des températures aux nœuds du domaine élémentaire  $\Omega^e$ . Ainsi il vient :

$$\{R^e(T)\} = \{F^e\} - [A^e] \cdot \{T^e\} \quad \text{Équation III-19}$$

Dans cette expression, la matrice élémentaire  $[A^e]$  est une matrice carrée de dimension  $n^e \times n^e$ . Le vecteur  $\{F^e\}$  est un vecteur colonne contenant  $n^e$  composantes et est appelé second membre élémentaire.

La résolution de ce système dans sa globalité est rendue possible suite à l'exécution d'une procédure d'assemblage. Cette opération consiste à transformer les quantités élémentaires en quantités globales. Elle se réalise par l'intermédiaire d'une matrice notée  $[\Lambda]$  reliant la numérotation locale des nœuds à leur numérotation globale, telle que :

$$\{T^e\} = [A^e] \{T\} \quad \text{Équation III-20}$$

et

$$\langle \psi^e \rangle = \langle \psi \rangle \cdot {}^t[A^e] \quad \text{Équation III-21}$$

Par conséquent, la formulation faible devient :

$$\begin{aligned} \sum_{e=1}^m \langle \psi^e \rangle \cdot \{R^e(T)\} &= \sum_{e=1}^m \langle \psi^e \rangle \cdot (\{F^e\} - [A^e] \{T^e\}) \\ &= \langle \psi \rangle \cdot \sum_{e=1}^m {}^t[A^e] (\{F^e\} - [A^e] [A^e] \{T\}) = 0 \end{aligned} \quad \text{Équation III-22}$$

Ainsi le second membre global et la matrice globale ont pour expression :

$$\{F\} = \sum_{e=1}^m {}^t[A^e] \{F^e\} \quad \text{Équation III-23}$$

$$[\Lambda] = \sum_{e=1}^m {}^t[A^e] [A^e] [A^e] \quad \text{Équation III-24}$$

Soit le résidu global :

$$\{R(T)\} = \{F\} - [\Lambda] \{T\} = 0 \quad \text{Équation III-25}$$

La résolution du système d'équations revient à annuler le résidu global. Le champ de température est alors obtenu à partir de la relation suivante :

$$\{T\} = [\Lambda]^{-1} \{F\} \quad \text{Équation III-26}$$

Dans le cas simple d'un problème linéaire en régime établi, la solution repose sur le calcul de la matrice inverse  $[\Lambda]^{-1}$ . Les méthodes numériques permettant cette inversion se répartissent en deux classes :

- ◆ les méthodes directes (Gauss, Cholesky, etc.),
- ◆ les méthodes itératives (Jacobi, Gauss-Seidel, gradients conjugués, etc.).

La méthode des éléments finis a été utilisée pour étudier le couplage entre les champs électrique et thermique au sein d'une microsonde thermorésistive. Le problème se résume

alors à résoudre deux systèmes d'équations. Ils ont pour inconnues respectives le champ de température et le champ de tension. Le couplage entre les deux modèles est réalisé par :

- ◆ la dépendance de la résistance électrique des matériaux à la température,
- ◆ et la puissance dissipée par effet Joule intervenant comme source interne de chaleur  $Q$ .

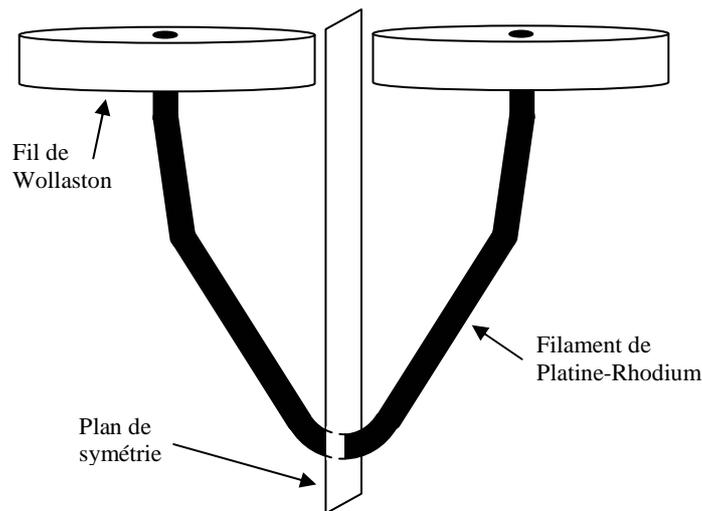
Le problème ainsi posé est non linéaire. Il comporte  $2n$  inconnues à tous les nœuds du maillage. Les deux systèmes d'équations sont résolus simultanément par une méthode du type Newton-Raphson. Ce solveur non linéaire comporte deux étapes. A une linéarisation du système par un développement d'ordre un de type Taylor succède une résolution itérative à partir des conditions initiales.

Notre modèle fournit des résultats aussi bien en régime continu qu'en régime alternatif. Ces états sont obtenus en donnant une forme sinusoïdale ou non à la densité de courant appliquée au fil de Wollaston. Ceci sera développé dans le paragraphe relatif aux conditions aux limites. La modélisation en mode alternatif fait intervenir un solveur temporel basé sur la méthode de Gear également nommée Backward Differentiation Formula (BDF). Cette méthode prend en compte plusieurs résultats à des instants antérieurs pour le calcul à un instant donné. De plus ce solveur adapte automatiquement le pas de temps à la variation temporelle de la solution. Précisons qu'à chaque instant le solveur procède à la résolution d'un problème stationnaire et linéaire.

### ***III.2.1.2 Géométrie et maillage***

La particularité de l'approche par la méthode des éléments finis repose sur une approximation géométrique du problème. La pertinence des résultats dépend alors du degré de discrétisation de cette géométrie. Plus le nombre de nœuds est important et plus l'approximation est juste. Toutefois cette démarche se limite aux capacités de calcul numérique disponibles. Il convient donc d'évaluer le nombre adéquat de mailles nécessaires à la description du problème. Une analyse fine de la géométrie doit donc être réalisée de manière à réduire au maximum les dimensions du domaine globale et à générer une discrétisation du domaine représentative des gradients des grandeurs recherchées. Ainsi la densité de mailles doit d'autant plus augmenter que la variation des grandeurs est brusque. Il s'agit ici du champ de température et du champ de tension.

La première étape consiste donc à déterminer l'existence éventuelle de plans de symétrie, d'axi-symétrie ou encore de périodicité dans la géométrie du problème mais également dans les champs de température et de tension. La configuration géométrique de la sonde liée à son mode de fabrication montre l'existence d'un plan de symétrie  $P$ . Ce plan représenté sur la figure III-4 est orienté verticalement et passe par l'extrémité du filament.



**Figure III-4 : Représentation du plan de symétrie de la sonde thermorésistive.**

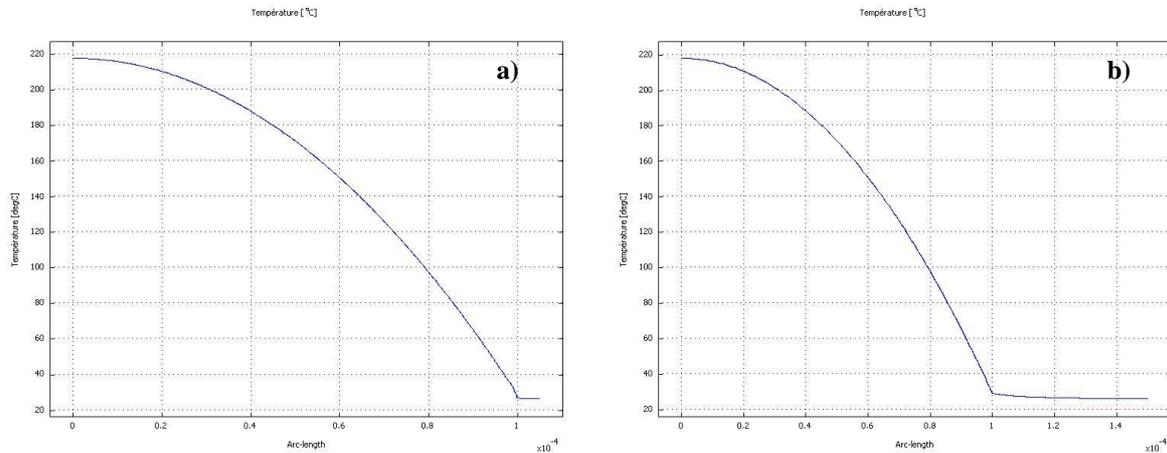
Du point de vue des effets physiques, il est nécessaire de considérer l'influence de l'effet Thomson [GOM1999] [LEF2004]. Cet effet stipule qu'en fonction du sens de circulation du courant électrique dans le filament dans lequel existe un gradient de température une quantité de chaleur est générée ou absorbée. Pour une longueur élémentaire de fil  $dl$ , la variation de chaleur engendrée par cet effet est donnée par la loi :

$$dQ = I\tau \frac{\partial T}{\partial l} dl \quad \text{Équation III-27}$$

où  $\tau$  est le coefficient de Thomson dont l'ordre de grandeur est de  $10^{-6} \text{ V.K}^{-1}$  pour les métaux et  $I$  l'intensité du courant électrique circulant dans le fil. Cette expression montre que le signe de cette variation dépend du sens relatif du courant par rapport au gradient de température. L'évaluation de cet effet dans le cas limite d'utilisation de la sonde montre que la variation absolue de chaleur correspond à 1 % de la chaleur générée par l'effet Joule. Nous négligerons donc l'effet Thomson. De plus les conditions thermiques aux limites de la géométrie étant identiques de part et d'autre du plan  $P$ , le champ de température sera considéré symétrique. En ce qui concerne les phénomènes électriques régnant dans la sonde, le plan  $P$  est un plan d'anti-symétrie au champ de tension. Toutefois seule la valeur absolue de la tension est recherchée et comparée à l'expérience. Ainsi seule la moitié de la sonde est modélisée.

Il a été démontré précédemment que la résistance électrique du fil de Wollaston est très faible devant celle du filament de platine-rhodium avec une valeur d'environ  $60 \text{ m}\Omega$ . Il est ainsi raisonnable de négliger sa contribution au dégagement de chaleur par effet Joule. Par conséquent l'effet du fil de Wollaston se résume à un rôle de puits thermique à l'égard du filament. Son intégration dans notre modélisation tridimensionnelle se fera alors à partir d'une représentation minimaliste de sa géométrie par une structure cylindrique de  $75 \text{ }\mu\text{m}$  de diamètre et  $5 \text{ }\mu\text{m}$  de hauteur. En argent, elle comportera en son centre une âme en platine-rhodium de  $5 \text{ }\mu\text{m}$  de diamètre. Cette approche de la géométrie du fil de Wollaston se justifie par l'étude du gradient de température obtenu le long de sondes dont la hauteur du fil de

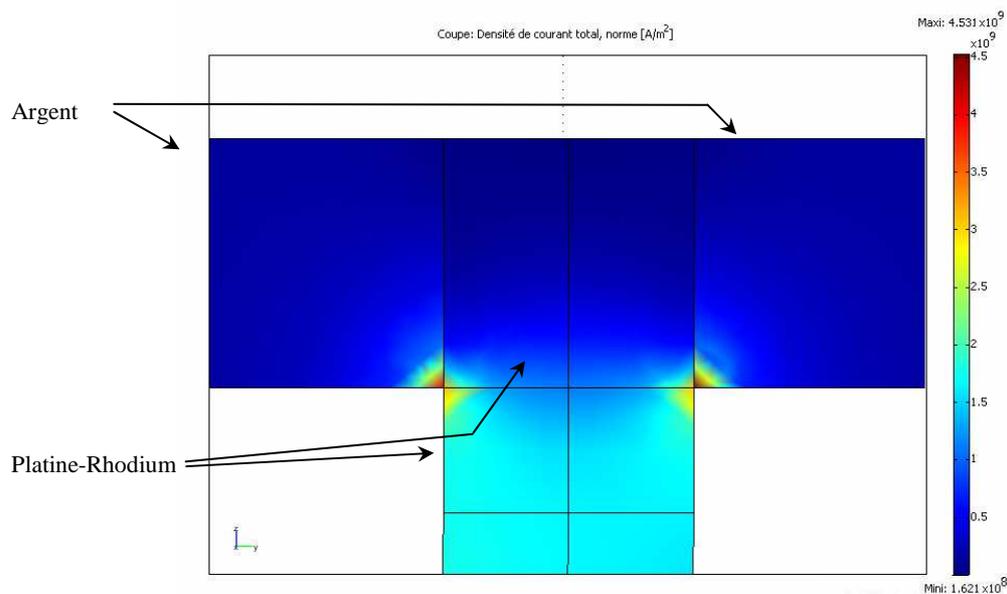
Wollaston est de 5 et 50  $\mu\text{m}$  (figure III-5). Les gradients de température dans le filament thermorésistif apparaissent très semblables dans les deux cas considérés, particulièrement à l'extrémité chaude. Le plus grand écart est alors de 1°C à l'interface filament-Wollaston, soit moins de 1 % de la température maximale.



**Figure III-5 :** Evolution du gradient de température dans une demi-sonde avec un fil de Wollaston de respectivement 5  $\mu\text{m}$  (a) et 50  $\mu\text{m}$  (b) de longueur. L'échauffement du filament résulte d'un courant continu de 50 mA.

Cette étude démontre également la nécessité de la prise en compte des échanges thermiques à la surface du fil de Wollaston. En effet, dans la modélisation réalisée avec une longueur de fil de 50  $\mu\text{m}$ , il apparaît que la température de surface est toujours supérieure d'au minimum 4 °C à la température ambiante. Le fil de Wollaston ne peut donc être considéré comme un puits thermique parfait. Ce résultat théorique confirme *a posteriori* l'hypothèse retenue précédemment. Pour se rapprocher de la situation réelle, l'efficacité thermique du puits est représentée par l'utilisation d'un coefficient d'échange convectif approprié sur la section libre du cylindre. La valeur de ce coefficient est présentée dans le paragraphe suivant.

Notre approche permet d'étudier les phénomènes de constriction des flux de courant et de chaleur à l'interface entre le filament et le Wollaston. Il est ainsi démontré que le courant passe préférentiellement du filament à la couche d'argent en évitant de passer par l'âme du Wollaston (figure III-6). Ce phénomène a pour conséquence d'augmenter d'un facteur 3 la densité de courant à proximité du contact filament-argent. Toutefois l'analyse du champ de température ne met pas en évidence d'échauffement significatif. La particularité de la géométrie présentée ici réside dans le fait que le maillage offre un minimum de point pour la description du chemin électrique le plus court. Ainsi la majeure partie des lignes de courant converge vers un point (soit, dans l'espace tridimensionnel, un cercle d'épaisseur nulle). Il en résulte une légère déformation des gradients de densité de courant à proximité de l'interface.



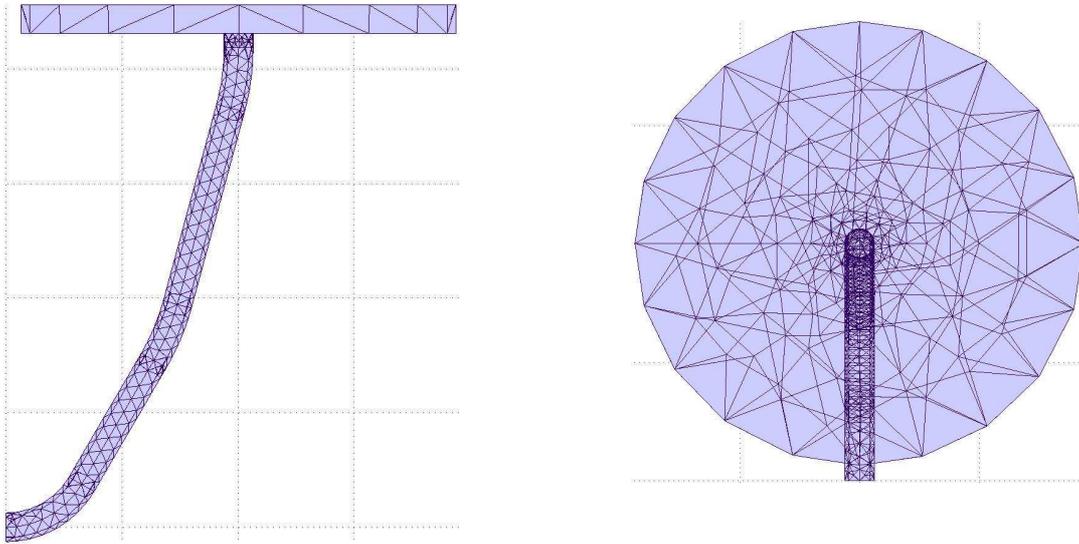
**Figure III-6 :** Représentation du phénomène de constriction des lignes de courant sur une coupe transversale de l'interface entre le filament et le fil de Wollaston.

La structure du maillage est présentée sur la figure III-7a. Nous avons opté pour une procédure de maillage automatisée basée sur le choix d'un certain nombre de paramètres caractéristiques. Cette procédure permet de garantir la qualité du maillage ainsi qu'une certaine homogénéité dans la décomposition en passant d'une sonde à l'autre. Cette qualité est définie par l'écart de la forme des éléments par rapport à une géométrie régulière. Dans le cas d'une géométrie tridimensionnelle, l'algorithme discrétise le volume global en formes polyédriques. Pour notre modèle nous avons choisi des mailles tétraédriques. Le facteur de qualité est alors caractérisé par rapport au tétraèdre régulier. Le maillage doit être remis en question lorsque ce facteur est inférieur à 0,01. En pratique il sera toujours supérieur à 0,1.

Le tableau III-5 résume les paramètres choisis. Ils déterminent la dimension des mailles par rapport à la configuration géométrique locale :

- ◆ *Hmaxfact* est un coefficient multiplicateur du paramètre *Hmax*. Ce dernier contrôle la taille des éléments du maillage et représente un dixième de la plus grande extension de la géométrie.
- ◆ *Hcurve* détermine le rapport entre la taille de la maille et le rayon de courbure de la surface qui lui sert de support.
- ◆ *Hgrad* détermine le facteur de croissance des mailles le long de la géométrie.
- ◆ *Hcutoff* est utilisé pour éviter la génération excessive de mailles à proximité d'éléments de la géométrie présentant de très petits rayons de courbure.
- ◆ *Hnarrow* contrôle la taille des mailles dans les régions étroites. L'augmentation de cette valeur diminue la taille des mailles.

a) Maillage utilisé :



b) Maillage raffiné pour comparaison :

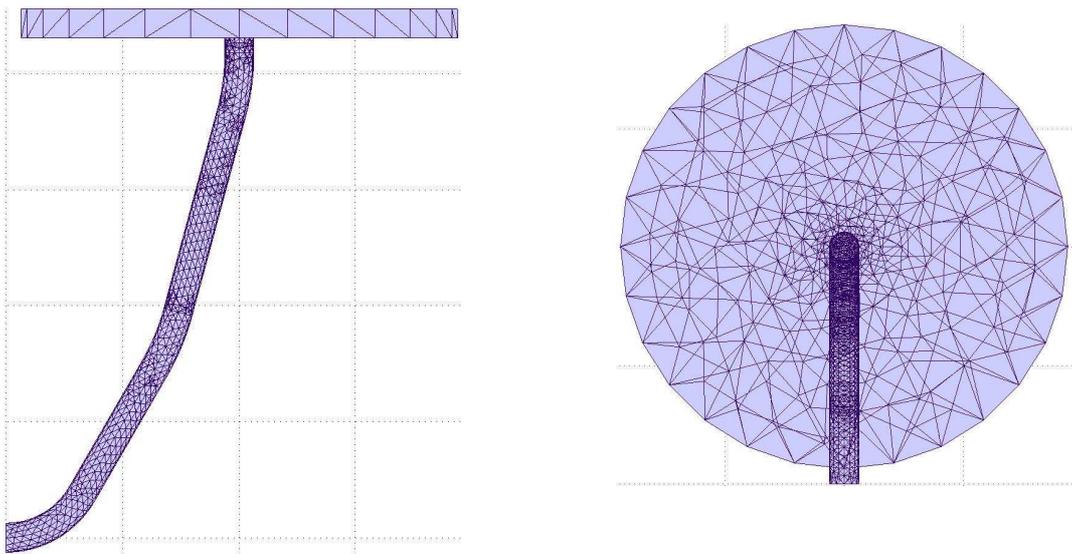


Figure III-7 : Deux exemples de décomposition possible d'une demi-sonde thermorésistive pour une modélisation par éléments finis.

Paramètres	Valeurs
Hmaxfact	1,5
Hcurve	0,7
Hgrad	1,6
Hcutoff	0,04
Hnarrow	0,4

Tableau III-5 : Paramètres caractéristiques permettant une génération automatique du maillage.

L'utilisation de ces paramètres décompose la géométrie en 1881 mailles présentant un facteur de qualité de 0,23. Cette configuration représente le meilleur compromis entre la durée des calculs et la finesse du maillage. Ainsi la comparaison avec les résultats d'un maillage plus fin (figure III-7b) comportant plus de 3100 éléments révèle une différence négligeable inférieure à 0,5 % de la tension au troisième harmonique.

### ***III.2.1.3 Les conditions aux limites***

Le choix des conditions aux limites est d'une grande importance et conditionne en partie la pertinence des résultats. Nous exposons dans ce paragraphe les conditions utilisées pour la modélisation d'une demi-sonde éloignée de toute surface. De par la nature de notre approche, deux ensembles de conditions sont utilisés : l'un pour la résolution du problème thermique et le second pour le problème électrique.

Pour ce dernier, l'énoncé des conditions aux limites est simple. La totalité des surfaces représentant le contour extérieur de la sonde est isolé électriquement. Un potentiel est imposé sur la section du filament coïncidant avec le plan de symétrie. La valeur de ce potentiel n'ayant aucune incidence sur les résultats, nous l'avons choisi nul. A l'autre extrémité de la sonde, une densité de courant est déposée normalement à la section du fil de Wollaston. Sa valeur dépend directement de l'intensité appliquée expérimentalement. Aucune autre condition n'est appliquée à la structure. Ainsi les lignes de courant s'établissent librement en fonction des propriétés locales de la matière. L'un des paramètres importants est la résistivité électrique qui par sa dépendance à la température locale permet la jonction entre les deux composantes du problème.

La résolution du problème thermique inclut un plus grand nombre de conditions aux limites. L'introduction d'un plan de symétrie implique l'égalité des flux de chaleur entrant et sortant de la section située à l'extrémité du filament, plan auquel est appliquée une condition d'adiabaticité. Cette première modélisation considère uniquement la sonde thermorésistive située sous la cloche à vide. Avec une pression d'air environnant de l'ordre de  $10^{-2}$  mBar, les échanges de chaleur par convection peuvent être négligés (voir figure II-15). La modélisation de la sonde à pression atmosphérique sera abordée dans le chapitre suivant. Sous vide, seules les pertes radiatives viennent refroidir les surfaces latérales de la sonde. Leur évaluation par la loi de Stefan démontre la faiblesse de ces pertes par rapport à celles générées par le support de la sonde. Ne disposant pas de la valeur de l'émissivité de la pointe thermique, nous avons choisi d'évaluer en première approximation le flux émis par un corps noir de dimensions identiques. Ainsi pour une température maximale du filament de 300 °C, les pertes radiatives sont de l'ordre de la vingtaine de microwatts ; lesquels sont de deux à trois ordres de grandeurs inférieures aux pertes conductives vers le support [GOM1999a]. Précisons que la considération d'un corps noir, en lieu et place du filament, surestime le flux perdu par rayonnement. Bien que très faibles, les pertes radiatives ne sont toutefois pas négligées. Ainsi avec l'objectif de réaliser la paramétrisation de ces pertes au passage d'un environnement sous vide à un environnement ambiant, les flux radiatifs sont linéarisés et incorporés dans notre modèle sous la forme d'un coefficient d'échange convectif. Deux coefficients d'échange

sont définis sur les surfaces latérales du filament et du fil de Wollaston. Compte tenu de la faiblesse des échanges radiatifs, l'évolution en température de ces coefficients est supposée sans influence sur la réponse de la sonde. Ils sont ainsi fixés respectivement à 16 et 5 W.m<sup>-2</sup>.K<sup>-1</sup> quels que soient les valeurs du courant imposé et de la fréquence de modulation. Ce dernier coefficient est d'autant moins influant sur la réponse que la surface du fils de Wollaston modélisée est faible.

Les travaux présentés dans le premier chapitre démontrent l'importance du fil de Wollaston, prolongé du support de la sonde, dans l'équilibre thermique du système. Une part importante de la puissance thermique émise par le filament est dissipée par conduction *via* ce puits thermique [GOM1999a]. En première approximation il est tentant de considérer ce dernier comme un puits thermique parfait [LEF2003]. Toutefois une approche expérimentale remet en cause cette hypothèse en mettant en évidence un gradient de température non négligeable au sein du fil de Wollaston [TRA2003] [TRA2008]. Avec l'objectif de modéliser le plus finement possible la réponse de la sonde, il est par conséquent nécessaire d'intégrer précisément ce puits thermique. Une représentation totale de la géométrie n'est pas envisageable avec une approche par éléments finis du problème. Nous avons donc choisi de limiter le fil de Wollaston à une longueur minimale de 5 µm et de modéliser ce puits *via* la détermination d'une condition aux limites adéquate. Il a été démontré que le flux thermique évacué par le fil de Wollaston variait en fonction de l'environnement de la sonde et plus particulièrement de la conductivité thermique de l'échantillon [GOM1999a] [GOM2001]. La condition aux limites appliquée à la section du fil de Wollaston se doit de prendre en compte ce phénomène. C'est donc naturellement que nous avons opté pour une condition de *Fourier* *via* l'introduction d'un coefficient d'échange convectif.

L'évaluation du coefficient d'échange convectif caractéristique repose sur une approche multicouche du fil de Wollaston [GRO1997]. Dans cette approche le transfert de chaleur dans le fil est supposé unidimensionnel et le champ de température peut se décomposer en une composante progressive et une autre régressive. L'annexe n°3 expose le principe de la méthode. Dans le cas présent l'évaluation de la température est recherchée à une distance donnée de l'interface avec le filament et aboutit à l'expression suivante :

$$T(x) = \frac{i}{\lambda_w k_w} \frac{1 + \mathfrak{R}}{1 - \mathfrak{R}} \Phi(x) \quad \text{Équation III-28}$$

dans laquelle  $\lambda_w$  représente la conductivité thermique du Wollaston,  $k_w$  le vecteur d'onde caractéristique du phénomène de propagation, et  $\mathfrak{R}$  le coefficient de réflexion généralisé. Le fil de Wollaston est représenté par une unique couche d'une épaisseur  $L_w$ . Pour les faibles distances séparant l'interface de la section d'évaluation, l'épaisseur  $L_w$  est supposée égale à la longueur du fil de Wollaston. Ainsi le coefficient de réflexion sur la face arrière se simplifie et devient :

$$\mathfrak{R} = -\exp(2ik_w L_w) \quad \text{Équation III-29}$$

Le vecteur d'onde prend la forme suivante :

$$k_w = \sqrt{\frac{i\omega}{a_w} - \frac{2h_w}{r_w\lambda_w}} \quad \text{Équation III-30}$$

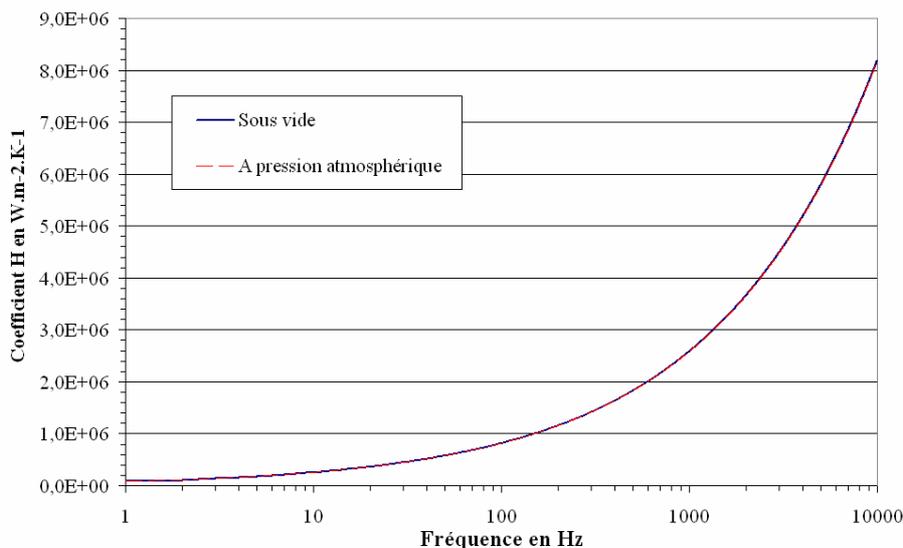
avec  $h_w$  le coefficient d'échange convectif à la surface du fil de Wollaston,  $a_w$  la diffusivité thermique,  $r_w$  le rayon du fil et  $\omega$  la pulsation du flux thermique. Cette dernière est, en première approximation, le double de la pulsation électrique (voir l'approche multi-spectrale au paragraphe suivant).

L'expression III-28 met en relation la température de la section considérée et le flux de chaleur la traversant. L'analogie avec l'expression caractérisant un transfert convectif définit le coefficient surfacique d'échange convectif équivalent au puits thermique engendré par le fil de Wollaston :

$$H = -i\lambda_w k_w \frac{1 - \mathfrak{R}}{1 + \mathfrak{R}} \quad \text{Équation III-31}$$

Ce coefficient est utilisé dans notre modélisation et introduit la dépendance des fuites thermiques à la fréquence de modulation.

La figure III-8 représente l'évolution fréquentielle de ce coefficient. Les courbes « sous vide » et « à pression atmosphérique » sont obtenues en fixant le coefficient d'échange convectif à la surface du fil de Wollaston respectivement à 5 et 95 W.m<sup>-2</sup>.K<sup>-1</sup>. Cette dernière valeur est explicitée dans le paragraphe IV-1. Le coefficient  $H$  apparaît alors indépendant du coefficient d'échange  $h_w$  c'est-à-dire de la nature du milieu environnant. De plus on constate une forte augmentation de sa valeur sur la plage de fréquences utilisée pour atteindre, à 1500 Hz, près de 27 fois la valeur calculée à 2 Hz. Il apparaît ainsi que le fil de Wollaston tend vers le comportement d'un puits thermique parfait lorsque la fréquence augmente.



**Figure III-8 :** Evolution fréquentielle du coefficient d'échange convectif  $H$  équivalent au puits thermique formé par le support du filament. L'indépendance de la valeur de ce puits thermique aux conditions de pression environnementale est ainsi mise en évidence.

### III.2.1.4 Le post-traitement

La particularité de COMSOL<sup>®</sup>, notre logiciel de modélisation par éléments finis, réside dans la possibilité d'utiliser une interface de calcul scientifique de type Matlab<sup>®</sup> laquelle permet d'intégrer directement au modèle un traitement poussé des résultats. En plus d'un gain de temps considérable, la fiabilité du processus de post-traitement est ainsi accrue. Précisons également qu'un fichier contenant les résultats d'une modélisation temporelle incluant un couplage entre plusieurs grandeurs physiques peut atteindre une taille importante de quelques centaines de mégaoctets.

Outre les champs de températures, locaux ou non, permettant de tester la validité de certaines hypothèses, le résultat réellement utile puisque comparable avec l'expérience est la tension aux bornes du filament. Pour ce faire la tension à l'interface entre le filament et le Wollaston est évaluée en moyennant sa valeur sur l'ensemble des nœuds de la section. La section du filament interceptant le plan de symétrie étant fixée à un potentiel nul, la valeur ainsi calculée correspond à la chute de potentiel d'un demi-filament. Ajoutée à la chute de potentiel générée par le fil de Wollaston et multiplié par deux pour prendre en compte la partie symétrique, on obtient la réponse de la sonde thermorésistive.

En pratique seule la composante au troisième harmonique de cette tension est évaluée, entre autre, pour sa relation simple avec le courant, la résistance électrique et la température de la sonde (équation I-19). L'interface de calcul est ainsi utilisée pour réaliser une décomposition spectrale de la tension calculée. La figure III-9 représente la répartition spectrale de la réponse calculée d'une sonde quelconque. Il apparaît alors que cette dernière est en bon accord avec la répartition expérimentale laquelle n'est évaluée qu'aux harmoniques. Les mesures montrent clairement la prédominance des harmoniques impaires dans la réponse de la sonde. Bien que ne comportant aucune condition sur une quelconque répartition spectrale de ses grandeurs, notre modélisation présente une répartition identique.

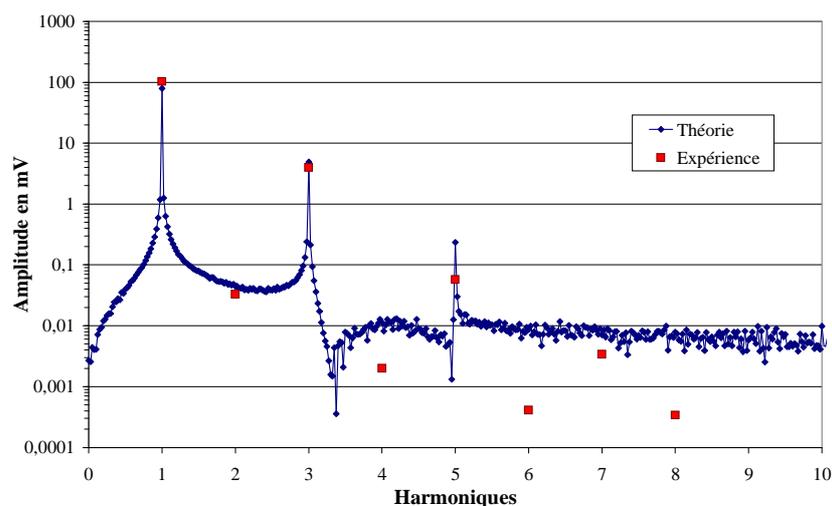
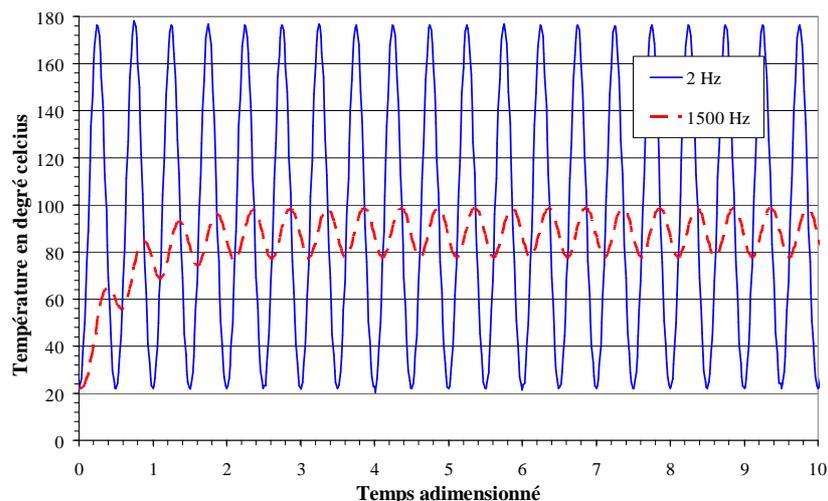


Figure III-9 : Evaluation théorique et expérimentale de la répartition harmonique de la tension aux bornes d'une sonde thermorésistive à pression atmosphérique. Le courant traversant la sonde est de 50 mA modulé à une fréquence de 2 Hz.

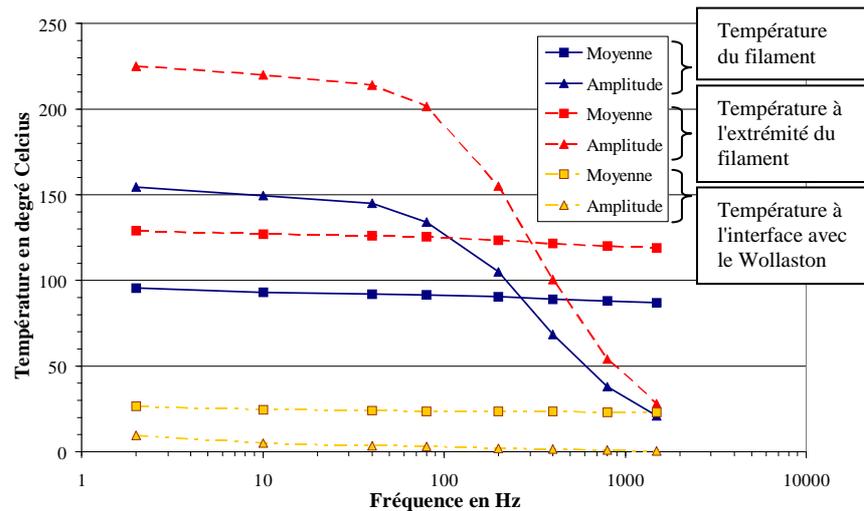
La fiabilité et la précision de la décomposition imposent un pas de temps et une durée minimum de la modélisation. Les modélisations temporelles sont ainsi réalisées sur une durée égale à 40 fois la période de l'excitation avec un échantillonnage de 65 pas de calcul par période. Chaque résultat compte donc 2600 cartes de temps pour une fréquence donnée ce qui permet de faire apparaître avec une précision satisfaisante les trois premiers harmoniques impaires. La mise en évidence du septième harmonique nécessite une durée modélisée beaucoup plus longue (c'est-à-dire un nombre de période plus important). C'est pourquoi l'écart augmente sensiblement entre les résultats numériques et expérimentaux à partir du quatrième harmonique. L'analyse de ces spectres (figure III-9) révèle une relative faiblesse du couplage entre les différents harmoniques. La faible amplitude de cette septième composante permet de limiter notre modélisation aux trois premiers harmoniques impaires. Une simple procédure d'identification permet alors d'extraire la composante à  $3\omega$  en amplitude et en phase des résultats. Cette élaboration poussée de la réponse de la sonde par notre modélisation par éléments finis permet une comparaison directe et instantanée avec l'expérience. Toutefois l'incertitude concernant les valeurs de certaines grandeurs caractéristiques de la sonde (dimensions géométriques, conductivités, etc) impose la mise au point d'une procédure d'optimisation de la réponse calculée par comparaison avec l'expérience.



**Figure III-10 :** Evolution temporelle de la température moyenne du filament pour les deux fréquences extrêmes de la plage étudiée : 2 Hz (trait continu) et 1500 Hz (trait pointillé). Ces résultats théoriques sont obtenus sous vide et à température ambiante avec une courant d'alimentation de 50 mA.

La figure III-10 représente l'évolution temporelle de la température moyenne de la sonde pour les deux fréquences limites de notre plage d'investigation (soit 2 et 1500 Hz). Ces résultats théoriques sont obtenus sous vide. Avec une amplitude du courant d'alimentation de 50 mA, l'amplitude de la température est respectivement d'environ 160 et 25 °C (figure III-11). Remarquons qu'à une fréquence de 2 Hz, la température du filament retourne à l'ambiante. A l'inverse, la valeur minimale est d'environ 75 °C à 1500 Hz. Ce phénomène est lié au temps de réponse de la sonde consécutive à l'excitation électrique, lequel entraîne le déphasage de l'échauffement et du refroidissement. L'analyse de ces résultats démontre que la majeure partie du déphasage apparaît au cours de la première période. Comparativement aux

amplitudes de variation, les moyennes temporelles sont peu sensibles à la fréquence de modulation. On constate également que la température à l'interface avec le fil de Wollaston est en moyenne significativement supérieure à la température ambiante. Ceci invalide l'hypothèse selon laquelle le fil de Wollaston peut être considéré comme un puits thermique parfait. La condition de température imposée sur la section du filament située à l'interface n'est, par conséquent, pas justifiée. Soulignons enfin la grande amplitude de variation de la température à l'extrémité médiane du filament qui passe de l'ambiant à 225 °C pour une fréquence électrique de 2 Hz.



**Figure III-11 :** Evolution de la température moyenne du filament (courbes bleues), ainsi qu'à ses extrémités (courbes rouges : extrémité du filament ; courbes jaunes : interface avec la Wollaston) en fonction de la fréquence de modulation électrique : représentation de la température moyenne temporelle (carré) et de l'amplitude de variation associée une fois le régime permanent établi. Ces résultats théoriques sont obtenus sous vide avec une courant de 50 mA.

Nous proposons dans le paragraphe suivant d'étudier la sensibilité de la réponse de la sonde. Cela permettra d'identifier, pour notre modèle, les paramètres caractéristiques concourant à l'élaboration de la réponse.

### III.2.2 Etudes de sensibilité

L'étude suivante s'attache à évaluer l'influence de l'ensemble des paramètres de la sonde thermorésistive dans l'élaboration de sa réponse à  $3\omega$ . Lorsque la sonde se trouve hors contact, la réponse à  $3\omega$  dépend autant des paramètres géométriques (rayon et longueur du filament) que des propriétés intrinsèques des matériaux la constituant (conductivités thermique et électrique, chaleur spécifique et masse volumique). Sa relation avec le milieu environnant entre également dans cette élaboration à travers les coefficients surfaciques d'échange convectif relatifs au filament et au fil de Wollaston. Pour rendre notre modèle plus proche de la réalité, l'inhomogénéité des paramètres thermophysiques le long du filament est intégrée par l'intermédiaire de leur dépendance en température. L'étude des variations de ces grandeurs sur la plage des températures utilisées aboutit à une représentation linéaire des

conductivités thermiques et électriques et des chaleurs spécifiques de l'alliage de platine-rhodium (annexe n°4) et de l'argent. Dans la suite, l'indice 0 représentera les valeurs des paramètres relatives à une température de référence  $T_0$ .

La sensibilité relative d'une fonction  $V(p)$  aux variations d'un paramètre  $p$  se définit de la façon suivante :

$$S = \frac{dV(p)}{V(p)} \bigg/ \frac{dp}{p} \quad \text{Équation III-32}$$

Cette approche offre la possibilité de comparer les différentes sensibilités en fonction de la fréquence d'excitation. Nous avons étudié la sensibilité de la réponse aux dimensions du filament ( $r_p$  et  $L_p$ ), au courant traversant la sonde ( $I_p$ ), aux conductivités électrique  $\sigma_{Pt0}$  et thermique  $\lambda_{Pt0}$  ainsi qu'à leur coefficient en température respectif, aux coefficients d'échange convectif ( $h_{Pt}$  et  $h_w$ ) et à la valeur du puits thermique ( $Ht$ ). La figure III-12 présente les sensibilités en amplitude et en phase de la réponse à  $3\omega$ . Les courbes en pointillées représentent les évolutions positives de la réponse de la sonde tandis que les courbes pleines représentent les évolutions négatives. Ainsi le rayon et la longueur du filament ont des effets contraires et peuvent d'une certaine manière se compenser.

L'analyse de la sensibilité en amplitude de la réponse (figure III-12a) montre que le rayon  $r_p$  du filament de platine-rhodium apparaît très clairement être le paramètre prédominant avec une faible dépendance à la fréquence de modulation. Une variation de 1 % de sa valeur entraîne une modification de la réponse à  $3\omega$  de 6,5 % en moyenne. Trois autres courbes de sensibilité présentent cette constance : les sensibilités au courant électrique  $I_p$ , à la conductivité électrique  $\sigma_{Pt0}$  et au coefficient en température associé. L'influence de la demi-longueur  $L_p$  est environ 2 fois moins importante et varie en fonction de la fréquence pour tomber à 1,4 % à 1500 Hz. Un comportement identique est observé avec la sensibilité à la conductivité thermique du filament  $\lambda_{Pt0}$  qui passe de 1,1 à 0,2 %. A l'inverse la chaleur spécifique  $C_{Pt0}$  et la masse volumique  $\rho_v$  du platine-rhodium semblent prendre de l'importance avec l'augmentation de la fréquence pour atteindre 0,9 %. En pratique la précision de la mesure est estimée à 0,1 %. Ainsi les paramètres correspondant à des sensibilités inférieures à ce seuil seront considérés sans effet sur le calcul et *a priori* sur la mesure de la réponse à  $3\omega$ . Pour une variation de 1 % de leur valeur les sensibilités correspondant :

- ◆ au coefficient de convection à la surface du Wollaston  $h_w$ ,
- ◆ au coefficient de convection caractérisant le support de sonde  $Ht$ ,
- ◆ au coefficient en température de la conductivité thermique du filament,
- ◆ et pour les fréquences inférieures à 100 Hz, à la chaleur spécifique  $C_{Pt0}$  et à la masse volumique  $\rho_v$ , seront négligées.

En ce qui concerne le déphasage de la réponse, il apparaît que la grandeur prépondérante est la demi-longueur  $L_p$  du filament laquelle atteint son maximum de 1,9 % aux environs de 400 Hz. Par ordre d'importance décroissante viennent la masse volumique  $\rho_v$  et la

chaleur spécifique  $C_{Pt0}$  du platine-rhodium avec respectivement 1,19 % et 1,15 %. Viennent ensuite les sensibilités aux conductivités électrique (0,87 %) et thermique (0,60 %) du filament. Les sensibilités aux autres paramètres ne présentent pas de maxima. Les deux plus importantes sont celles relatives au rayon du filament  $r_p$  et au courant de sonde  $I_p$ . D'une manière semblable aux sensibilités précédentes, celles relatives au coefficient de convection à la surface du Wollaston et au support de sonde peuvent être négligées. Remarquons que la quasi absence de déphasage aux plus basses fréquences explique les très faibles sensibilités observées.

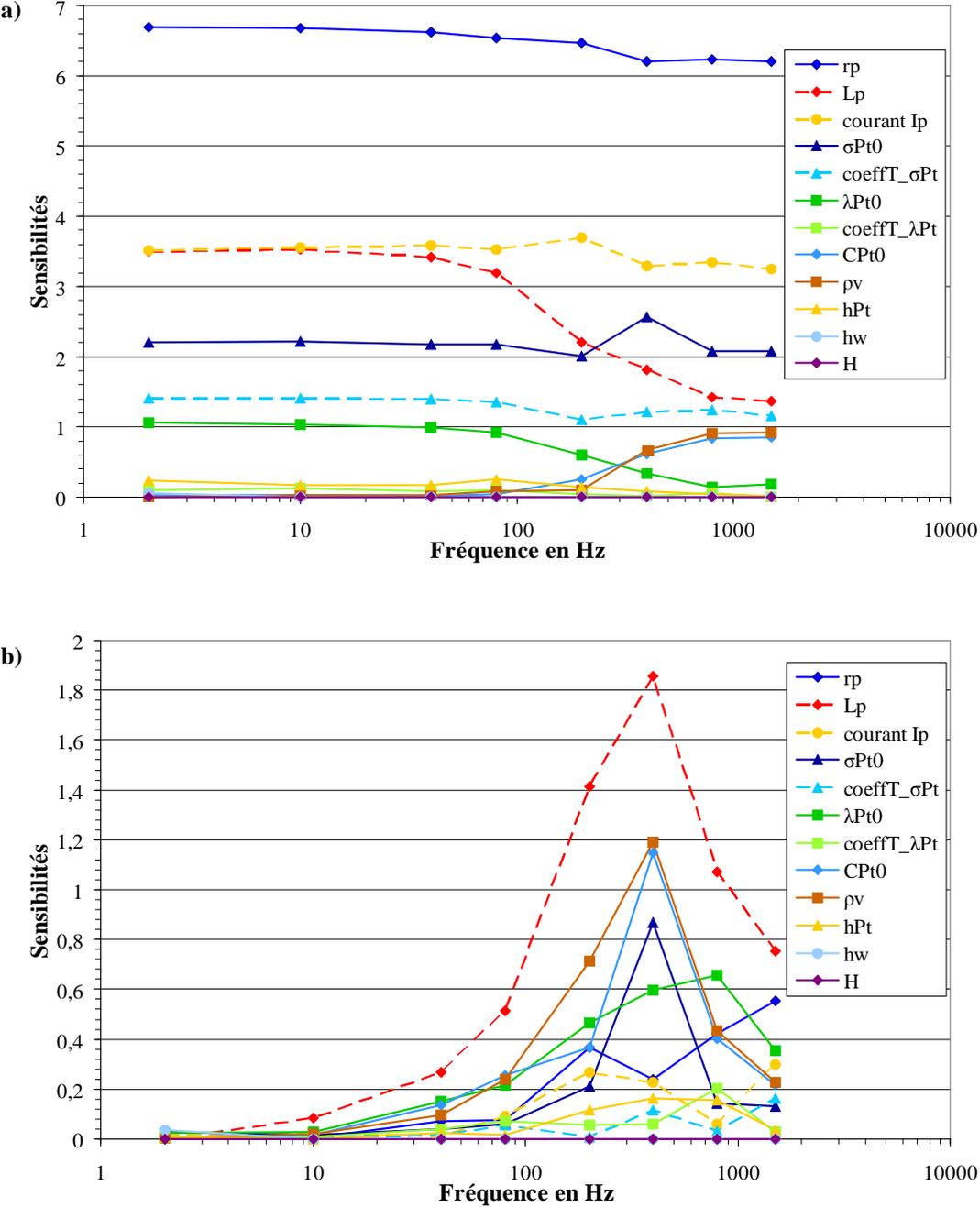


Figure III-12 : Evolution des sensibilités en amplitude (a) et en phase (b) de la réponse d'une sonde thermorésistive hors contact pour une variation de 1 % de la valeur des paramètres.

En résumé, deux plages de sensibilité de la réponse à  $3\omega$  se distinguent. Pour le déphasage elle s'étend aux fréquences de modulation supérieures à 100 Hz. Pour l'amplitude de la réponse, elle s'étend de 0 à 100 Hz. Toutefois certains paramètres présentent des sensibilités constantes sur toute la plage de fréquences étudiées (rayon, courant et conductivité électrique), d'autres des sensibilités maximales pour les fréquences supérieures à 200 Hz (chaleur spécifique et masse volumique).

Les sensibilités présentées sont obtenues par l'application d'une petite variation de la valeur des paramètres. Il doit cependant être gardé à l'esprit qu'une faible sensibilité ne préjuge pas de la méconnaissance de ces valeurs. Ainsi prenons par exemple le coefficient d'échange convectif  $h_{Pt}$ . Malgré la faible sensibilité de la réponse à ses variations, l'incertitude concernant sa valeur entraîne une forte imprécision de la réponse. Nous verrons ainsi dans la suite de cette étude qu'une augmentation de ce coefficient d'échange est nécessaire afin d'obtenir la réponse expérimentale. A terme la réalisation de mesures quantitatives des propriétés thermiques des matériaux nécessitera de connaître précisément les propriétés de la sonde. Le paragraphe suivant aborde l'évaluation théorique de certains paramètres.

### **III.2.3 Précision des propriétés thermo-physiques du platine-rhodium**

A ce stade parmi les paramètres prépondérants intervenants dans la réponse d'une sonde hors contact et située sous vide, la conductivité thermique du filament et le coefficient en température associé sont indéterminés. Nous proposons dans ce paragraphe une méthode simple d'évaluation de ces paramètres.

La méthode des éléments finis se base sur une représentation fidèle des géométries réelles. Le découpage en éléments de petite taille permet d'étudier les gradients locaux des grandeurs recherchées. La principale particularité de cette approche réside dans l'établissement de modèles réclamant des besoins importants en matière de calcul matriciel. En conséquence ce genre de modèle se prête difficilement aux méthodes d'estimation de paramètres par minimisation. La durée de calcul nécessaire à l'estimation de la réponse en fréquence de la sonde étant de plusieurs heures, l'intégration dans une procédure de minimisation réclamant plusieurs itérations décuple le temps de calcul.

#### ***III.2.3.1 Approche mono fréquentielle***

Afin de rendre cette procédure plus accessible, notre démarche se concentre sur l'évaluation d'un seul paramètre à la fois. Dans un premier temps elle repose sur l'hypothèse d'un gradient de température dans le filament négligeable lorsque la sonde est alimentée par un courant de 10 mA. Sous cette condition, l'élévation de la température de la sonde est d'environ deux degrés Celsius et le coefficient en température de la conductivité thermique du platine-rhodium est supposé sans influence significative sur la réponse à  $3\omega$ . Ainsi seule la conductivité thermique est évaluée. Pour simplifier davantage la procédure, la comparaison avec la mesure est réalisée à une fréquence de modulation donnée. L'étude précédente

démontre une plus grande sensibilité de la réponse à la conductivité thermique pour les fréquences inférieures à 80 Hz. Nous avons donc choisi d'effectuer cette minimisation à une fréquence de 2 Hz. A chaque itération, la correction du paramètre recherché repose sur la différence des signaux mesuré et calculé à  $3\omega$  ainsi que sur la sensibilité de la réponse à la valeur du paramètre utilisée. Rappelons que cette procédure considère la sonde seule et sous vide d'air. Dans un second temps, le courant de sonde est fixé à 50 mA de manière à élever fortement la température moyenne du filament et, de fait, donner de l'importance au coefficient en température. L'évaluation de ce coefficient suit alors une procédure identique à la précédente.

Le tableau III-6 rassemble les estimations de la conductivité thermique et du coefficient en température associé pour les quatre sondes thermiques étudiées précédemment. Les conductivités apparaissent significativement différentes des grandeurs habituellement admises (tableau II-1). Les sondes T1 et T4 présentent des valeurs semblables de conductivité thermique mais des coefficients en température sensiblement différents. A l'inverse les sondes T1 et T2 diffèrent par leur conductivité et se rejoignent par la valeur du coefficient en température.

Précisons que la sonde T3 est caractérisée expérimentalement pour le seul courant de 50 mA, sous vide et à pression atmosphérique, ce qui rend l'estimation suivant notre approche impossible. Pour tenter une évaluation des paramètres thermiques, nous avons choisi deux approches distinctes. Dans un premier temps, le coefficient en température a été fixé arbitrairement à  $42,2 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$  au regard de l'évolution en température d'un autre alliage de Pt<sub>60%</sub>-Rh<sub>40%</sub> pour lequel plusieurs valeurs sont accessibles dans la littérature [INC1985]. La minimisation est alors réalisée sur la réponse à  $3\omega$ , sous vide, pour un courant de 50 mA et une fréquence de 2 Hz. La valeur de la conductivité thermique ( $67,0 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ ) ainsi obtenue apparaît semblable à celles des sondes T1 et T4.

Sondes	Conductivité thermique en $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$	Coefficient en température en $\text{K}^{-1}$
N° 1	64,2	$4,6 \cdot 10^{-3}$
N° 2	83,9	$2,1 \cdot 10^{-3}$
N° 3	67,0 71,5*	$42,2 \cdot 10^{-3}$ $3,7 \cdot 10^{-3*}$
N° 4	66,0	$34,3 \cdot 10^{-3}$

**Tableau III-6 :** Estimation théorique de la conductivité thermique et du coefficient en température associé de l'alliage de Pt<sub>90%</sub>-Rh<sub>10%</sub> pour quatre sondes thermorésistives. Ces évaluations prennent en compte la réponse de la sonde seule sous vide. La conductivité thermique et le coefficient en température associé sont évalués à partir de la réponse à  $3\omega$  pour des courants respectivement de 10 mA et 50 mA sous une fréquence de 2 Hz. (\* valeurs obtenues avec l'extrapolation de la mesure sous un courant de 10 mA).

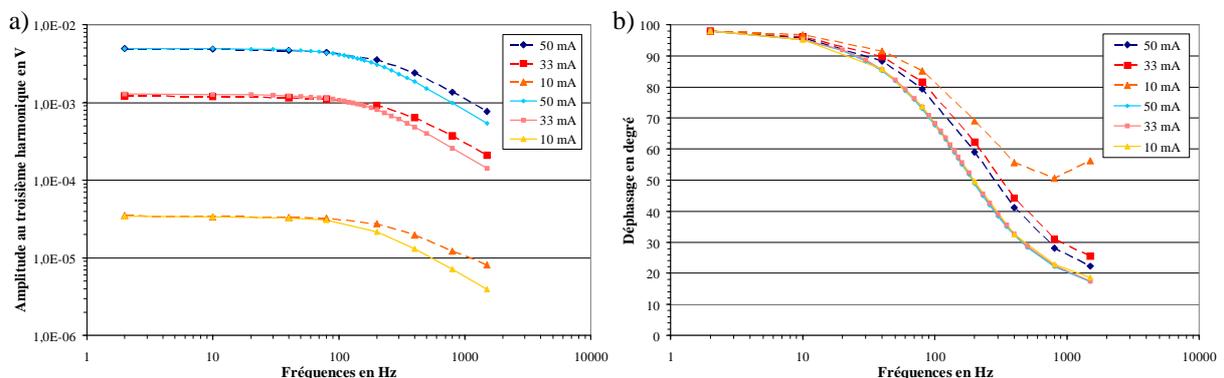
Dans la seconde approche, nous avons étudié le rapport des réponses à  $3\omega$  sous les courants de 10 et 50 mA lorsque la sonde se trouve sous vide (voir tableau III-7). Outre la

faiblesse du rapport de 6,8 ‰ en moyenne, il apparaît que les valeurs sont très proches les unes des autres avec une dispersion inférieure à 0,1 ‰. Ces valeurs sont bien sûr à considérer avec précaution compte tenu du faible nombre d'échantillons. Néanmoins elles nous permettent d'extrapoler la réponse de la sonde T3 pour un courant de 10 mA. Ainsi l'intégration dans notre procédure de minimisation aboutit à une valeur de la conductivité thermique de  $71,5 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  laquelle se situe à proximité de la valeur moyenne des autres sondes. Le coefficient en température évalué à  $3,7.10^{-3} \text{ K}^{-1}$  tend, quant à lui, vers la moyenne des deux premières sondes considérées. Toutefois l'important facteur multiplicateur différenciant ces coefficients avec celui de la sonde T4 ne permet pas la mise en évidence d'une valeur de convergence. Une remarque similaire peut être formulée vis-à-vis des valeurs de la conductivité thermique de l'alliage de platine-rhodium.

Sondes	$V_{3\omega}(10 \text{ mA})/V_{3\omega}(50 \text{ mA})$
T1	6,83 ‰
T2	6,77 ‰
T4	6,74 ‰

**Tableau III-7 : Evolution du rapport des réponses à  $3\omega$  sous des intensités de 10 mA et 50 mA pour trois sondes données. Les réponses sont obtenues sous vide et sous une fréquence de modulation de 2 Hz.**

Les réponses en fréquence obtenues à partir des valeurs estimées, pour une sonde donnée, sont comparées à l'expérience (figure III-13). Pour les trois intensités retenues, un parfait accord entre les amplitudes des réponses apparaît aux fréquences inférieures à 100 Hz. Quel que soit le courant appliqué, on observe un décalage de phase de 81 degrés, à 2 Hz, entre les résultats théoriques et expérimentaux. Ce décalage de phase peut être imputé à la chaîne d'acquisition de la mesure. Afin de permettre la comparaison entre les résultats, sa valeur est retranchée aux mesures expérimentales de la phase. On observe ainsi un écart grandissant entre la théorie et l'expérience suivant l'augmentation de la fréquence (figure III-13b).



**Figure III-13 : Comparaison en amplitude et en phase des évolutions expérimentales (courbes continues) et théoriques (courbes discontinues) consécutives à l'estimation à 2 Hz de la conductivité thermique et du coefficient en température associé pour le sonde n° 1 sous vide.**

L'analyse de la réponse modélisée révèle que l'amplitude est systématiquement supérieure à l'expérience pour les fréquences de 200 Hz et plus, ce qui caractérise une température moyenne de sonde trop élevée. Suivant les conditions retenues ici, la considération de ces réponses amène à supposer que la valeur de la conductivité thermique de l'alliage est trop faible aux plus hautes fréquences. En conséquence de quoi l'hypothèse selon laquelle l'élévation négligeable de la température de la sonde à 2 Hz et sous un courant de 10 mA peut être remise en cause. Toutefois l'estimation de la conductivité thermique à 1500 Hz, afin de rétablir la validité de l'hypothèse, aboutit à une valeur absurde de la conductivité thermique (supérieure à  $10^{+13} \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ). Ce résultat est validé par l'analyse de la sensibilité de la réponse à la conductivité thermique (figure III-12) et implique une origine plus profonde à ce problème.

Remarquons que la diminution de l'écart en amplitude entre la théorie et l'expérience pour une fréquence de 1500 Hz tend à démontrer la réduction de l'incertitude de mesure avec l'augmentation du courant de sonde, laquelle constituerait une explication à l'importance de l'écart à 10 mA. En effet, compte tenu de la faiblesse du signal, le rapport signal sur bruit de la réponse de la sonde est minimal pour une fréquence de 1500 Hz. Réaliser une estimation numérique des paramètres pour cette seule fréquence ne constitue donc pas l'approche la plus judicieuse.

Malgré une remise en cause évidente des propriétés thermiques du filament de platine-rhodium couramment admises, ces observations nous amènent à reconsidérer la pertinence d'une évaluation mono fréquentielle de ces paramètres. C'est pourquoi nous proposons dans le paragraphe suivant une approche multi fréquentielle de cette estimation.

### ***III.2.3.2 Approche multi fréquentielle***

Les conductivités électrique et thermique sont les paramètres prépondérants de l'équilibre thermique du filament de platine-rhodium. La première détermine la quantité de chaleur dégagée par l'effet Joule. La seconde caractérise le comportement de l'alliage vis-à-vis de cette chaleur. Ces deux paramètres apparaissent fortement corrélés [TER2005]. Les résultats obtenus précédemment à une fréquence de 1500 Hz révèlent qu'une conductivité thermique très importante est nécessaire pour abaisser la température de la sonde et donc sa réponse à  $3\omega$ . Il vient naturellement de cette constatation une remise en cause de la valeur de la conductivité électrique. En effet, une valeur plus importante permettrait de réduire l'apport de chaleur, et au final de réduire la valeur de la conductivité thermique nécessaire pour retrouver la réponse de la sonde.

Parmi les évaluations expérimentales présentées en début de ce chapitre, seule la conductivité électrique ne résulte pas d'une mesure directe. Son évaluation résulte de la mesure d'un certain nombre de résistances électriques et se trouve de ce fait entachée d'une importante incertitude de mesure. De plus l'estimation de la résistance du filament se borne à celle du fil de Wollaston. Ajouter à la faiblesse des valeurs mesurées et à la méthode expérimentale utilisée (utilisation de pointes et pinces de mesures), il est par conséquent justifié de supposer l'inexactitude de l'évaluation de la conductivité électrique du filament.

L'étude présentée ci-dessous se résume à la recherche simultanée des valeurs des conductivités électrique et thermique nécessaires à l'obtention de la réponse expérimentale.

Contrairement au paragraphe précédent, nous avons choisi de mener ici une estimation des paramètres thermo-physiques du filament sur l'ensemble du spectre de fréquence étudié. Toutefois, compte tenu de la durée nécessaire au calcul d'une seule réponse additionné à la recherche de deux paramètres, cette minimisation est limitée à trois fréquences caractéristiques. L'analyse de l'allure de la réponse de la sonde (figure III-13) nous conduit à sélectionner les trois fréquences suivantes : 2, 80 et 1500 Hz. L'approche utilisée repose sur la méthode des moindres carrés pondérés associée à la fonction « fminsearch » du logiciel ComsolScript®, laquelle fonction dérive de l'application Matlab®. Afin de ne pas surcharger le calcul inutilement, les paramètres présentés précédemment sont appliqués. Ainsi la décomposition de la géométrie est d'environ 2000 mailles et le calcul s'étend sur 40 périodes avec un échantillonnage de 65 points par période. Malgré tout, ce type de minimisation reste très lourd à réaliser et demande entre 3 et 5 jours de calcul.

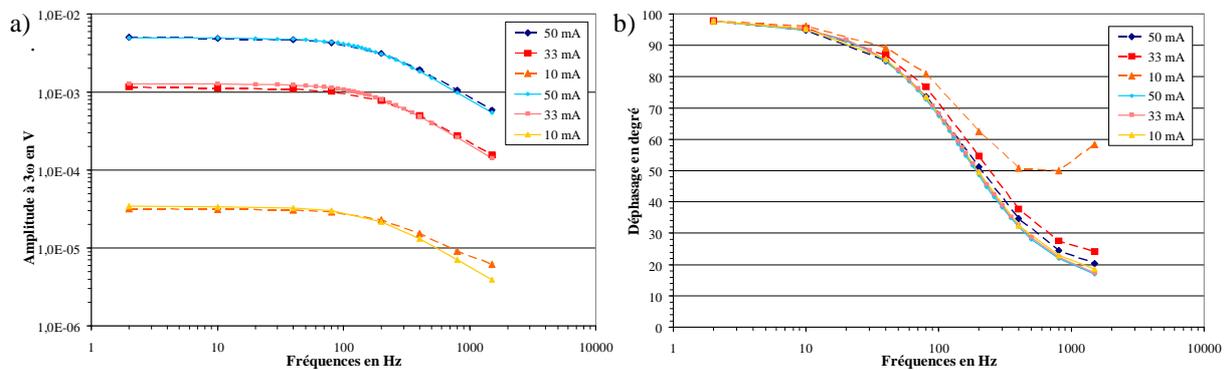
Sondes	Conductivité thermique en $W.m^{-1}.K^{-1}$	Conductivité électrique en $S.m^{-1}$	Résistivité électrique en $\Omega.m$
N° 1	48,2	$7,03.10^{+6}$	$14,2.10^{-8}$
N° 2	46,9	$10,5.10^{+6}$	$9,6.10^{-8}$
N° 3	53,7	$7,34.10^{+6}$	$13,4.10^{-8}$
N° 4	53,2	$6,97.10^{+6}$	$14,4.10^{-8}$

**Tableau III-8 : Estimation théorique par une approche tri fréquentielle (2, 80 et 1500 Hz) des conductivités thermique et électrique du filament de Pt<sub>90%</sub>-Rh<sub>10%</sub> pour quatre sondes thermorésistives. Un courant électrique de 50 mA circule dans la sonde.**

Les résultats obtenus par cette approche sont consignés dans le tableau III-8 pour les quatre sondes étudiées jusqu'à présent. Le courant électrique circulant dans la sonde est fixé à 50 mA. Les dimensions géométriques retenues sont celles mesurées précédemment. Le coefficient en température de la conductivité électrique est celui évalué expérimentalement à  $0,00191 K^{-1}$ . La valeur du coefficient en température de la conductivité thermique est quant à elle inconnue. A la vue des résultats de minimisation et de l'étude de sensibilité présentés aux paragraphes précédents, nous avons choisi de la fixer arbitrairement pour cette étude à une valeur médiane de  $0,01 K^{-1}$ .

La valeur moyenne de la conductivité thermique du filament de Pt<sub>90%</sub>-Rh<sub>10%</sub> obtenue par cette méthode est de  $50,5 W.m^{-1}.K^{-1}$  avec une dispersion d'environ 5,9 %, soit  $3,0 W.m^{-1}.K^{-1}$ . Concernant la résistivité électrique, la dispersion des valeurs est plus importante avec 15 %, soit  $1,98.10^{-8} \Omega.m$ , pour une valeur moyenne de  $12,9.10^{-8} \Omega.m$ . L'analyse de l'ensemble de ces résultats montre que la sonde n°2 est significativement différente des autres sondes. En excluant les valeurs correspondant à celle-ci, on obtient une conductivité thermique moyenne de  $51,7 \pm 2,5 W.m^{-1}.K^{-1}$  ainsi qu'une résistivité électrique de  $(14,0 \pm 0,5).10^{-8} \Omega.m$ . Les dispersions respectives passent à 4,8 et 3,3 %.

La figure III-14 présente la comparaison des réponses théoriques et expérimentales pour les trois courants considérés. Résultant de la minimisation, on observe un parfait accord de l'amplitude de la réponse calculée avec celle de l'expérience pour un courant alimentant la sonde de 50 mA. Pour les courants de 33 et 10 mA, un bon accord des amplitudes théoriques et expérimentales est également observé. La légère divergence relevée aux fréquences supérieures à 800 Hz peut s'expliquer par la faiblesse du signal mesuré.



**Figure III-14 : Comparaison en amplitude et en phase des évolutions expérimentales (courbes continues) et théoriques (courbes discontinues) consécutives à l'estimation simultanée des conductivités thermique et électrique par une approche multi fréquentielle pour le sonde n° 1 sous vide.**

L'analyse du déphasage montre un décalage de 81 degrés entre l'expérience et la modélisation pour une fréquence de 2 Hz. Nous supposons ce décalage lié à la chaîne d'acquisition et le retranchons de la mesure. Le graphique III-14b présente les évolutions de la phase corrigées. Expérimentalement, on constate que les évolutions en fonction de la fréquence sont identiques quel que soit le courant appliqué. Résultant de la procédure de minimisation, l'évolution modélisée pour un courant de 50 mA correspond fidèlement à l'expérience. La divergence entre le modèle et l'expérience augmente aux hautes fréquences à mesure que le courant de sonde baisse.

### III.2.4 Discussion des résultats

Nous venons de présenter deux méthodes permettant l'évaluation des conductivités thermique et électrique de l'alliage de platine-rhodium (90 % - 10 %). La première approche repose sur une estimation expérimentale de la résistivité électrique à partir des mesures des dimensions géométriques et de la résistance du filament. Ces valeurs sont ensuite implémentées dans une procédure de minimisation reposant sur une modélisation de la sonde par éléments finis. Des intensités de 10 et 50 mA à une fréquence de modulation de 2 Hz sont utilisées. Les valeurs de la conductivité thermique, et du coefficient en température associé, obtenues de cette façon sont consignées dans le tableau III-6. La seconde approche repose sur la recherche simultanée des conductivités thermique et électrique par comparaison avec la réponse d'une sonde alimentée par un courant de 50 mA (tableau III-8). Dans le but de limiter la durée de la résolution, cette procédure est réalisée à partir de trois fréquences caractéristiques (2, 80 et 1500 Hz).

L'évaluation expérimentale de la résistivité électrique du filament aboutit à une valeur moyenne d'environ  $16,7 \cdot 10^{-8} \Omega \cdot m$  pour l'échantillon de sonde considéré. Introduite dans une première procédure de minimisation, les valeurs de la conductivité thermique ( $\approx 67 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$  en moyenne) apparaissent fortement supérieures aux grandeurs couramment admises ( $38 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ ,  $18,8 \cdot 10^{-8} \Omega \cdot m$ ). Toutefois ces valeurs ne permettent pas de reproduire fidèlement l'évolution fréquentielle observée expérimentalement (figure III-13). Les conductivités thermique et électrique étant deux grandeurs fortement liées [TER2005], nous avons élaboré une seconde approche plus complète. Malgré une mise en œuvre plus conséquente, cette procédure permet une modélisation plus fidèle de l'expérience. Les conductivités thermique et électrique ainsi obtenues présentent en moyenne des valeurs respectives de  $51,7 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$  et  $14 \cdot 10^{-8} \Omega \cdot m$ . Ces valeurs sont significativement inférieures à celles résultantes de la première approche. Les résultats présentés sur la figure III-14 démontrent l'adéquation de la méthode employée avec une procédure d'étalonnage de la sonde ainsi que la corrélation entre les conductivités thermique et électrique.

Nous démontrons au travers de cette étude la nécessité d'une remise en cause des paramètres de la sonde. La détermination des paramètres géométriques permet l'évaluation des propriétés conductrices du filament chauffant. Il apparaît ainsi que l'alliage de platine-rhodium utilisée se présente comme un meilleur conducteur thermique et électrique vis-à-vis des grandeurs couramment admises et utilisées dans l'élaboration de mesures quantitatives.

### III.3 Modélisation analytique

L'avantage d'une approche analytique, ou semi-analytique selon les cas, est de fournir une approche rapide de la réponse de la sonde. Couplée à une grande flexibilité, elle permet une intégration aisée dans les processus de minimisation et les problèmes inverses. Néanmoins, ce type d'approche nécessite un certain nombre d'hypothèses qui peuvent devenir, suivant leur degré, handicapante dans leur exploitation. Dans ce paragraphe, nous présentons une modélisation multi fréquentielle de la réponse de la sonde reposant sur une décomposition de Fourier des champs recherchés [DEP2004]. Faisant suite à sa présentation, le modèle sera utilisé pour estimer les propriétés thermo-physiques de la sonde et plus précisément du filament de platine-rhodium.

#### III.3.1 Présentation du modèle.

##### III.3.1.1 Mise en forme du problème

Le nombre de Biot, noté  $Bi$ , est un nombre sans dimension qui compare les résistances au transfert de chaleur à l'intérieur et à la surface d'un milieu donné. Appliqué à l'élément thermorésistif de notre sonde, il se définit par l'expression suivante :

$$Bi = \frac{2hr_p}{\lambda} \quad \text{Équation III-33}$$

où  $h$  représente le coefficient d'échange convectif,  $r_p$  est le rayon du filament et  $\lambda$  est la conductivité thermique du platine-rhodium. Sa valeur est de l'ordre de  $10^{-4}$  et nous renseigne sur la valeur de la résistance thermique transversale. Ce nombre étant fortement inférieur à l'unité, ceci démontre que le gradient de température transversal au sein de la sonde est négligeable.

Une approche unidimensionnelle est donc suffisante pour décrire le problème (figure III-15). Pour les mêmes raisons de symétrie que celles citées au paragraphe précédent, le modèle est limité à une demi-sonde. Le transfert de chaleur dans ce demi-filament thermorésistif se résume alors à l'équation différentielle suivante :

$$\rho_v C \frac{\partial \theta}{\partial t} \pi r_p^2 dx = \pi r_p^2 dx \lambda \frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} - 2 \pi r_p h [\theta(x, t) - \theta_a] + \rho_0 \frac{dx}{\pi r_p^2} [1 + \alpha(\theta(x, t) - \theta_0)] I^2(t) \quad \text{Équation III-34}$$

où  $\theta$  est la température locale de la sonde au point  $x$  et à l'instant  $t$ ,  $\theta_a$  est la température ambiante,  $\theta_0$  est la température de référence. Cette équation de la chaleur incorpore les pertes convectives (deuxième terme) ainsi qu'un terme source caractéristique de l'effet Joule (troisième terme). On suppose que les températures ambiantes et de référence sont identiques et stables dans le temps. En introduisant la notion de température relative  $T(x, t) = \theta(x, t) - \theta_a$ , l'équation de la chaleur devient :

$$\frac{\partial^2 T(x, t)}{\partial x^2} - \frac{1}{a} \frac{\partial T(x, t)}{\partial t} = \left[ \frac{2h}{r_p \lambda} - \frac{\rho_0 \alpha I^2(t)}{\pi^2 r_p^4 \lambda} \right] T(x, t) - \frac{\rho_0}{\pi^2 r_p^4 \lambda} I^2(t) \quad \text{Équation III-35}$$

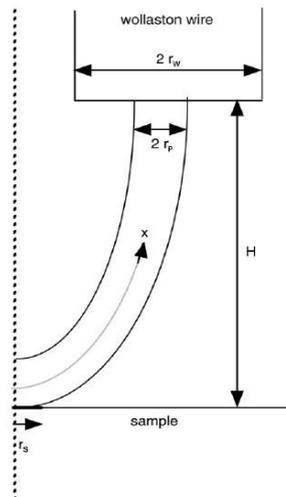


Figure III-15 : Représentation du système sonde-échantillon [DEP2004].

L'originalité de cette approche réside dans une décomposition spectrale du champ de température de la sonde et du courant électrique  $y$  circulant. Ce dernier s'exprime ainsi sous la forme complexe suivante :

$$I(t) = I_0 + \frac{I_1}{2} e^{-i\omega t} + \frac{I_1}{2} e^{i\omega t} \quad \text{Équation III-36}$$

Le spectre se restreint à une seule fréquence en supposant que ce courant est indépendant des variations de la résistance électrique de la sonde. Rappelons que, dans le chapitre II, nous avons présenté un dispositif expérimental permettant de satisfaire cette condition. Une mise en forme similaire peut être réalisée pour le champ de température :

$$T(x,t) = T(x,0) + \sum_{n=-1}^{+\infty} T(x,n\omega) e^{-in\omega t} + T(x,-n\omega) e^{in\omega t} \quad \text{Équation III-37}$$

avec  $T(x,n\omega)$  le conjugué de  $T(x,-n\omega)$ .

Détaillons le produit  $T(x,t) \cdot I^2(t)$  apparaissant dans l'équation III-35 :

$$T(x,t) \cdot I^2(t) = \left[ T_0(x) + \sum_{n=1}^{\infty} T_n(x) e^{-in\omega t} + T_{-n}(x) e^{in\omega t} \right] \times \left[ I_0^2 + \frac{I_1^2}{2} + I_0 I_1 (e^{-i\omega t} + e^{i\omega t}) + \frac{I_1^2}{4} (e^{-2i\omega t} + e^{2i\omega t}) \right] \quad \text{Équation III-38}$$

Dans ce produit, les exponentielles complexes de pulsations positives et négatives se combinent pour donner :

$$\begin{aligned} T(x,t) \cdot I^2(t) = & \left( I_0^2 + \frac{I_1^2}{2} \right) T_0(x) + I_0 I_1 [T_1(x) + T_{-1}(x)] + \frac{I_1^2}{4} [T_2(x) + T_{-2}(x)] \\ & + e^{-i\omega t} \left[ I_0 I_1 T_0(x) + \left( I_0^2 + \frac{I_1^2}{2} \right) T_1(x) + \frac{I_1^2}{4} T_{-1}(x) + I_0 I_1 T_2(x) + \frac{I_1^2}{4} T_3(x) \right] \\ & + e^{i\omega t} \left[ I_0 I_1 T_0(x) + \frac{I_1^2}{4} T_1(x) + \left( I_0^2 + \frac{I_1^2}{2} \right) T_{-1}(x) + I_0 I_1 T_{-2}(x) + \frac{I_1^2}{4} T_{-3}(x) \right] \\ & + e^{-2i\omega t} \left[ \frac{I_1^2}{4} T_0(x) + I_0 I_1 T_1(x) + \left( I_0^2 + \frac{I_1^2}{2} \right) T_2(x) + I_0 I_1 T_3(x) + \frac{I_1^2}{4} T_4(x) \right] \\ & + e^{2i\omega t} \left[ \frac{I_1^2}{4} T_0(x) + I_0 I_1 T_{-1}(x) + \left( I_0^2 + \frac{I_1^2}{2} \right) T_{-2}(x) + I_0 I_1 T_{-3}(x) + \frac{I_1^2}{4} T_{-4}(x) \right] \\ & + \dots \end{aligned} \quad \text{Équation III-39}$$

Ainsi, considérée pulsation par pulsation, l'équation aux dérivées partielles vectorielles (équation III-35) devient un système différentiel dans lequel la variable est  $x$  et les fonctions solutions à déterminer sont les  $T_i(x)$ . Chaque terme de ce système s'écrit alors de la forme suivante :

$$\frac{\partial^2 T_n(x)}{\partial x^2} + \left( \frac{ni\omega}{a} - \frac{2h}{r_p \lambda} \right) T_n(x) = -\frac{\rho_0}{\pi^2 r_p^4 \lambda} f(T_n, T_{n-1}, T_{n+1}, T_{n-2}, T_{n+2}) \quad \text{Équation III-40}$$

où  $f$  est une fonction affine des composantes de la température présentant des coefficients fonctions du courant électrique et indépendants de  $x$ . Cette fonction rassemble les couplages entre les modes de température relatifs aux diverses pulsations qui sont introduits par la variation de la résistance électrique de la sonde en fonction de la température. Remarquons que la résistance est fonction de la moyenne spatiale de la température et non de la température locale. L'équation III-40 peut alors être considérée comme l'une des lignes d'un système différentiel linéaire à coefficients constants. Ce système, dont l'inconnue est le vecteur  $\vec{T}(x)$ , peut s'écrire de la façon suivante :

$$\frac{\partial^2 \vec{T}}{\partial x^2} = A\vec{T} + \vec{S} \quad \text{Équation III-41}$$

dans laquelle  $A$  est une matrice regroupant l'ensemble des multiplicateurs des composantes  $T_n(x)$  et  $\vec{S}$  représente le terme source correspondant à la part isotherme de puissance produite par effet Joule. En théorie, les vecteurs  $\vec{T}$  et  $\vec{S}$  et la matrice  $A$  sont de dimension infinie. En pratique, ils sont tronqués à l'ordre  $N = 2n_{max} + 1$  en choisissant de négliger les termes d'indice supérieur à 4 et s'écrivent donc :

$$\vec{T}(x) = \begin{pmatrix} T_0(x) \\ T_1(x) \\ T_{-1}(x) \\ T_2(x) \\ T_{-2}(x) \\ T_3(x) \\ T_{-3}(x) \\ T_4(x) \\ T_{-4}(x) \end{pmatrix}, \quad S = -\frac{\rho_0}{\pi^2 r_p^4 \lambda} \begin{pmatrix} I_0^2 + I_1^2 / 2 \\ I_0 I_1 \\ I_0 I_1 \\ I_1^2 / 4 \\ I_1^2 / 4 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix}, \quad \text{Équation III-42}$$

et

$$A = \begin{pmatrix} A_{11} & A_{12} & A_{13} & A_{14} & A_{15} & 0 & 0 & 0 & 0 \\ A_{21} & A_{22} & A_{23} & A_{24} & 0 & A_{26} & 0 & 0 & 0 \\ A_{31} & A_{32} & A_{33} & 0 & A_{35} & 0 & A_{37} & 0 & 0 \\ A_{41} & A_{42} & 0 & A_{44} & 0 & A_{46} & 0 & A_{48} & 0 \\ A_{51} & 0 & A_{53} & 0 & A_{55} & 0 & A_{57} & 0 & A_{59} \\ 0 & A_{62} & 0 & A_{64} & 0 & A_{66} & 0 & A_{68} & 0 \\ 0 & 0 & A_{73} & 0 & A_{75} & 0 & A_{77} & 0 & A_{79} \\ 0 & 0 & 0 & A_{84} & 0 & A_{86} & 0 & A_{88} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & A_{95} & 0 & A_{97} & 0 & A_{99} \end{pmatrix} \quad \text{Équation III-43}$$

La matrice  $A$  est symétrique et se compose des coefficients suivants :

- ◆ Selon la diagonale principale, les coefficients sont de la forme  $A_{kk}$  :

$$A_{11} = \frac{2h}{r_p \lambda} - \frac{\rho_0}{\pi^2 r_p^4 \lambda} \alpha \left( I_0^2 + \frac{I_1^2}{2} \right) \quad A_{22} = \frac{2h}{r_p \lambda} - \frac{i\omega}{a} - \frac{\rho_0}{\pi^2 r_p^4 \lambda} \alpha \left( I_0^2 + \frac{I_1^2}{2} \right)$$

$$A_{33} = \frac{2h}{r_p \lambda} + \frac{i\omega}{a} - \frac{\rho_0}{\pi^2 r_p^4 \lambda} \alpha \left( I_0^2 + \frac{I_1^2}{2} \right) \dots \quad \text{Équation III-44}$$

Les termes suivants s'obtiennent en remplaçant dans ces expressions les pulsations  $\omega$  par leurs multiples ( $2\omega$ , puis  $3\omega \dots$ ).

- ◆ Selon la première diagonale, les coefficients sont de la forme  $A_{k,k+1}$  :

$$A_{12} = -\frac{\rho_0}{\pi^2 r_p^4 \lambda} \alpha I_0 I_1 \quad A_{23} = -\frac{\rho_0}{\pi^2 r_p^4 \lambda} \alpha \frac{I_1^2}{4} \quad \text{Équation III-45}$$

- ◆ Selon la deuxième diagonale, les coefficients sont de la forme  $A_{k,k+2}$  et tous égaux :

$$A_{13} = -\frac{\rho_0}{\pi^2 r_p^4 \lambda} \alpha I_0 I_1 \quad \text{Équation III-46}$$

- ◆ Selon les troisième et quatrième diagonales, les coefficients sont de la forme  $A_{k,k+3}$  et  $A_{k,k+4}$  et tous égaux à :

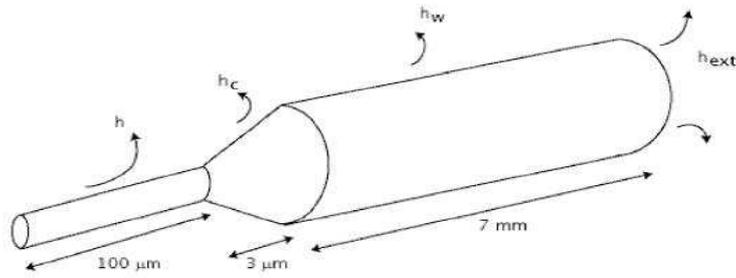
$$A_{14} = -\frac{\rho_0}{\pi^2 r_p^4 \lambda} \alpha \frac{I_1^2}{4} \quad \text{Équation III-47}$$

La décomposition de la température et du courant de sonde en série de Fourier aboutit à un système différentiel linéaire et inhomogène à coefficients constants. Pour mener à bien sa résolution, il est nécessaire de définir les conditions aux limites du problème étudié. Après la précision de la condition à l'interface avec le Wollaston, nous procéderons la résolution du système.

### III.3.1.2 Modélisation du Wollaston

La part du fil de Wollaston dans l'équilibre thermique de la sonde pourrait être traitée d'une façon identique. Toutefois de par son diamètre important et sa faible résistivité électrique comparés aux propriétés du filament de platine-rhodium, elle n'apporte qu'une contribution négligeable à la puissance thermique dissipée par effet Joule. Sa résistance électrique pour plusieurs millimètres de longueur est de l'ordre de quelques pourcents d'ohm comparée aux deux ohms du filament. Le Wollaston apparaît alors avec un comportement thermique passif et sera incorporé au problème comme une condition aux limites.

En première approximation, l'interface filament-Wollaston peut être schématisée par un passage abrupt d'une géométrie à l'autre. Cette approche entraîne un phénomène important de constriction des lignes de flux thermiques. Afin de modéliser au mieux les effets de ce puits thermique, nous avons choisi une approche légèrement différente en intégrant l'augmentation progressive du diamètre au passage du filament au Wollaston [GRO2007]. La figure III-16 représente ce cône d'interfaçage sur le schéma d'une demi-sonde.



**Figure III-16 : Représentation de la géométrie adoptée dans la modélisation de la sonde thermo-résistive [GRO2007]. La forme conique de l'interface filament-Wollaston est intégrée par le formalisme multicouche.**

La correspondance entre les modes de la température du filament et le flux traversant la jonction s'écrit de la façon suivante en s'inspirant du formalisme du multicouche thermique [GRO1997] :

$$T(L_p, n\omega) = \frac{i}{\lambda_p k_p(n\omega)} \frac{1 + \Re(n\omega)}{1 - \Re(n\omega)} \Phi(L_p, n\omega) \quad \text{Équation III-48}$$

avec le vecteur d'onde  $k_p$  donné par :

$$k_p(n\omega) = \sqrt{\frac{in\omega}{a_p} - \frac{2h}{r_p \lambda_p}} \quad \text{Équation III-49}$$

où  $\Re(n\omega)$  représente le coefficient de réflexion généralisé de l'onde thermique à la jonction lequel dépend de la présence du cône et du fil de Wollaston. Dans cette approche le cône est décomposé en un grand nombre de couche cylindrique de diamètre croissant. Une récurrence fournit l'expression du coefficient de réflexion pour chaque couche, compte tenu du reste du multicouche. L'annexe n°3 présente en détail cette approche. Ainsi l'expression est obtenue pour chaque couche :

$$\Re_j(n\omega) = \frac{r_j + \Re_{j+1}}{1 + r_j \Re_{j+1}} e^{2ik_j L_j}, \quad j = 1 \text{ à } N-1 \quad \text{Équation III-50}$$

où  $r_j$  représente le coefficient de réflexion local,  $L_j$  l'épaisseur de la  $j^{\text{ième}}$  couche et  $k_j$  le vecteur d'onde associé :

$$k_j(n\omega) = \sqrt{\frac{in\omega}{a_j} - \frac{2h_{c_j}}{r_j\lambda_j}} \quad \text{Équation III-51}$$

Le fil de Wollaston dans sa partie rectiligne compose la dernière couche de cette structure. Le coefficient de réflexion généralisé prend la forme suivante :

$$\mathfrak{R}_w(n\omega) = -\frac{h_{ext} + i\lambda_w k_w(n\omega)}{h_{ext} - i\lambda_w k_w(n\omega)} e^{2ik_w L_w} \quad \text{Équation III-52}$$

avec le vecteur d'onde :

$$k_w(n\omega) = \sqrt{\frac{in\omega}{a_w} - \frac{2h_w}{r_w\lambda_w}} \quad \text{Équation III-53}$$

Le coefficient d'échange convectif  $h_{ext}$  caractérise les fuites de chaleur vers le support de la sonde situé dans le prolongement du fil de Wollaston. En conséquence de l'importance de la valeur de ce coefficient  $h_{ext}$ , le paramètre important est la longueur du fils de Wollaston  $L_w$ .

### III.3.1.3 Résolution du système différentiel

La solution générale du système différentiel (équation III-41) se formule analytiquement en fonction des valeurs propres  $\nu_k$  et des vecteurs propres  $\vec{V}_k$  de la matrice  $A$  :

$$\vec{T}(x) = -A^{-1}\vec{S} + \sum_{k=1}^N \left[ c_k e^{(x\sqrt{\nu_k})} + d_k e^{(-x\sqrt{\nu_k})} \right] \vec{V}_k \quad \text{Équation III-54}$$

La détermination des  $2N$  coefficients  $c_k$  et  $d_k$  se fait par l'intermédiaire des conditions aux limites du filament. Ainsi dans le cas d'une sonde seule, c'est-à-dire hors contact avec un échantillon, le flux à l'extrémité de la sonde est nul. Pour chaque mode harmonique  $n$ , on a :

$$\Phi_n(x=0) = 0 \quad \text{Équation III-55}$$

En ce qui concerne la condition à l'interface filament-Wollaston, il a été démontré au paragraphe précédent qu'elle pouvait s'écrire de la forme :

$$T_n(x=L_p) = P_n \Phi_n(x=L_p) \quad \text{Équation III-56}$$

avec

$$P_n = \frac{i}{\lambda_p k_p(n\omega)} \frac{1 + \mathfrak{R}(n\omega)}{1 - \mathfrak{R}(n\omega)} \quad \text{Équation III-57}$$

Le développement de ces conditions à l'aide de l'expression de la température (équation III-54) conduit aux expressions suivantes :

$$\sum_{k=1}^N \vec{V}_{nk} (c_k - d_k) \sqrt{\nu_k} = \vec{0} \quad \text{Équation III-58}$$

$$\sum_{k=1}^N \left[ \vec{V}_{nk} e^{(L_p \sqrt{V_k})} (1 + P_n \lambda_w \sqrt{V_k}) c_k + \vec{V}_{nk} e^{(-L_p \sqrt{V_k})} (1 - P_n \lambda_w \sqrt{V_k}) d_k \right] = A_n^{-1} \vec{S} \quad \text{Équation III-59}$$

où  $A_n^{-1}$  désigne le  $n^{\text{ième}}$  ligne de la matrice  $A^{-1}$ . L'équation III-58 signifie que les coefficients  $c_k$  et  $d_k$  sont égaux et permet d'écrire l'équation III-59 sous la forme :

$$(G + M) \vec{c} = A^{-1} \vec{S} \quad \text{Équation III-60}$$

dans laquelle  $\vec{c}$  est le vecteur colonne inconnu de dimension N. Les matrices G et M sont carrées de dimension N, telles que :

$$G_{nk} = V_{nk} e^{(L_p \sqrt{V_k})} (1 + P_n \lambda_w \sqrt{V_k}) \quad M_{nk} = V_{nk} e^{(-L_p \sqrt{V_k})} (1 - P_n \lambda_w \sqrt{V_k}) \quad \text{Équation III-61}$$

L'évaluation des coefficients  $c_k$  et  $d_k$  est réalisée de façon numérique et fournit la température complexe de la sonde aux différentes pulsations.

### III.3.1.4 Evaluation de la tension aux bornes de la sonde

Expérimentalement le signal mesuré est la tension aux bornes du pont de Wheatstone. Ceci revient, hormis au fondamental, à mesurer la tension directement aux bornes de la sonde. Afin de comparer au mieux les résultats des modélisations à l'expérience, il est nécessaire de convertir la température de la sonde en signal électrique. Il est précisé au chapitre précédent que le dispositif expérimental a été spécialement développé dans le but de connaître à chaque instant l'amplitude du courant circulant dans la sonde (équation III-36). Ainsi la tension dépend uniquement de la résistance de la sonde qu'il est souhaitable d'évaluer dans sa totalité. On suppose que seul le filament est à l'origine de la réponse multifréquentielle. La résistance électrique totale de la sonde s'exprime alors de la façon suivante :

$$R(t) = R_a + 2 \frac{\rho}{\pi r_p^2} \alpha \int_{x=0}^{L_p} T(x, t) = R_a + 2 \frac{\rho}{\pi r_p^2} L_p \alpha \langle T(t) \rangle \quad \text{Équation III-62}$$

où  $\langle T(t) \rangle$  représente la moyenne spatiale de la température du filament à l'instant  $t$ . Cette moyenne introduit les différents modes harmoniques dans l'expression de la résistance. La tension aux bornes de la sonde est ensuite obtenue par application de la loi d'Ohm :

$$V(p\omega) = R(p\omega) I_0 + \{R[(p-1)\omega] + R[(p+1)\omega]\} \frac{I_1}{2} \quad \text{Équation III-63}$$

Ainsi pour le mode  $p\omega$ , la tension de sortie incorpore deux modes supplémentaires à  $(p \pm 1)\omega$ . A titre d'exemple, pour un courant d'alimentation purement alternatif, la réponse au troisième harmonique dépend des champs de température à 2 et 4 $\omega$ .

Finalement la tension réelle aux bornes de la sonde à une fréquence angulaire  $n\omega$  est :

$$V(n\omega, t) = V(n\omega) e^{-in\omega t} + V(-n\omega) e^{in\omega t} \quad \text{Équation III-64}$$

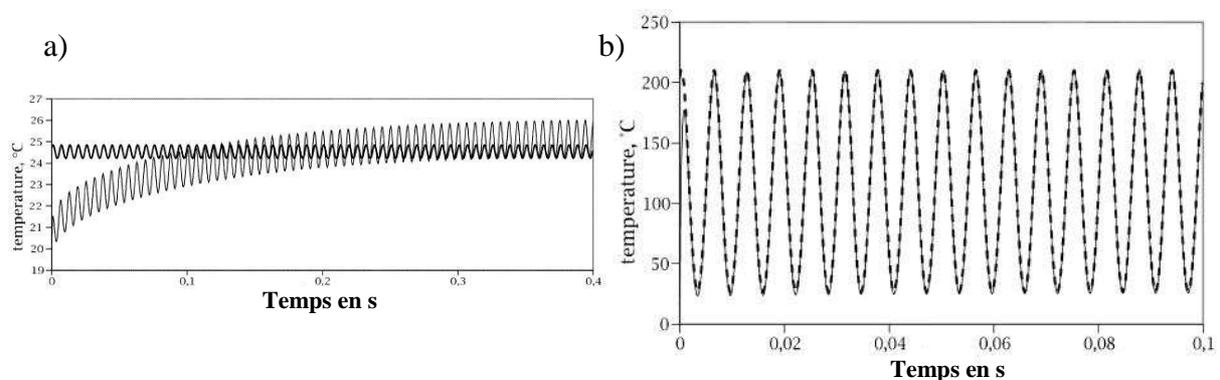
Comme pour les termes calculés précédemment, il est nécessaire d'additionner les composantes alternatives complexes conjuguées l'une de l'autre pour obtenir la tension réelle.

### III.3.2 Validation du modèle

Dans le but de s'assurer de la justesse des hypothèses retenues dans l'élaboration de ce modèle, une procédure de validation est utilisée. Elle se résume en une comparaison des résultats obtenus avec l'expérience d'une part et avec la modélisation par éléments finis d'autre part.

#### III.3.2.1 Comparaison modèles analytique – éléments finis

En vue de la comparaison, les réponses des deux modèles sont basées sur un ensemble identique de caractéristiques physiques (thermiques, électriques et géométriques) et de courant imposé (voir tableau II-1). La réponse par éléments finis est caractérisée par un régime transitoire suivi d'un régime permanent alternatif. Elle correspond à l'évolution en température de chaque nœud en fonction du temps. Les figures III-17 montrent les températures calculées en deux points du fil de platine-rhodium. Les résultats analytiques sont obtenus à partir de l'approche multifréquentielle et utilisent les réponses jusqu'au quatrième harmonique du champ de température dont l'influence est non négligeable. Ces figures complètent les premiers résultats donnés par *Lefèvre* [LEF2003] [LEF2004b].



**Figure III-17 :** Evolutions temporelles de la température à l'interface filament-Wollaston (a) et à l'extrémité du filament (b) pour un courant de sonde de 50 mA à une fréquence de 80 Hz. La courbe grise correspond à l'approche par éléments finis et la courbe noire à l'approche analytique.

La figure III-17a donne la température au niveau de la jonction filament-Wollaston à 80 Hz. Les résultats obtenus par éléments finis montrent les comportements transitoire et permanent de la température moyenne résultant de la prise en compte des perturbations liées au puits thermique généré par le fil de Wollaston. Par contre, la méthode analytique ne donne que les résultats en régime périodique établi. Les résultats diffèrent légèrement entre les deux méthodes pour l'amplitude de la température alors que les phases sont similaires. En effet, pour cette petite fréquence de 80 Hz, la jonction additionnée au fils de Wollaston ne réalise pas un puits de chaleur parfait (apparition d'oscillations de 5°C au dessus de la température

ambiante à 20°C). Toutefois, pour les plus hautes fréquences (quelques milliers de Hz), la jonction filament-Wollaston peut être interprétée comme un puits thermique parfait à cause de la faible longueur de diffusion thermique (équations III-47 et III-51) ; respectivement de l'ordre de 250 et 850  $\mu\text{m}$  dans le platine-rhodium et l'argent pour une fréquence de 80 Hz. A l'autre extrémité du filament, l'amplitude de la température moyenne sur la section est donnée sur la figure III-17b. Le régime permanent est atteint en quelques millièmes de seconde.

Nous venons de vérifier que ces deux approches donnent des résultats comparables en amplitude et en phase (sauf au niveau de la jonction filament-Wollaston) validant ainsi le modèle analytique de l'ailette. Nous avons également comparé les résultats obtenus par la méthode des éléments finis, suite à une analyse par transformée de Fourier de la réponse, avec ceux de la méthode analytique. Le très bon accord observé dans les figures III-17 nous conduit à poursuivre notre comparaison avec les résultats expérimentaux, c'est à dire la valeur de la tension électrique aux bornes du pont de Wheatstone.

### III.3.2.2 Comparaison modèle – expérience

La première comparaison montrant l'intérêt de l'approche multifréquentielle est obtenue avec l'étude du signal à  $1\omega$  entre les deux extrémités de la sonde dans l'air pour un courant de 50,9 mA (figure III-18). Pour un tel courant, les variations de la température moyenne en fonction de la fréquence sont suffisamment élevées pour induire des variations de  $V_{1\omega}$ . A ce stade, seul un ajustement « grossier » a été utilisé d'une part en choisissant les paramètres de la sonde à partir d'une minimisation sur la réponse à  $3\omega$  et d'autre part en choisissant la valeur de la résistance électrique en série avec le filament, soit  $R_w + R_f$  (figure III-2). La résistance totale  $R_{P_t}$  évaluée expérimentalement est ainsi retrouvée. Les évaluations aux autres courants montrent que cette résistance  $R_{P_t}$  varie d'environ 0,5 à 0,6  $\Omega$  [LU2001]. Ces variations sont en accord avec le coefficient en température de la résistivité électrique du platine-rhodium présenté au paragraphe précédent. Les résultats obtenus en amplitude et en phase à la fréquence fondamentale peuvent être facilement expliqués à l'aide des équations III-63 et III-64.

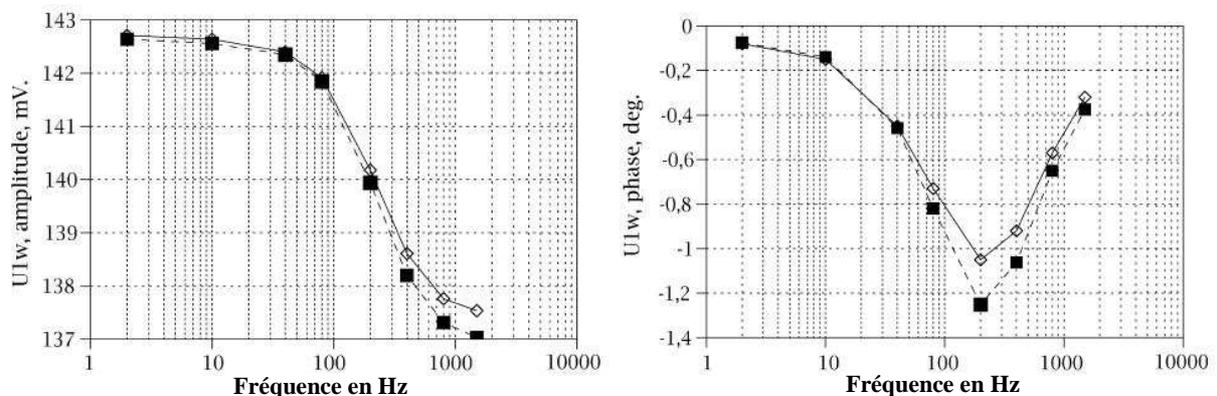
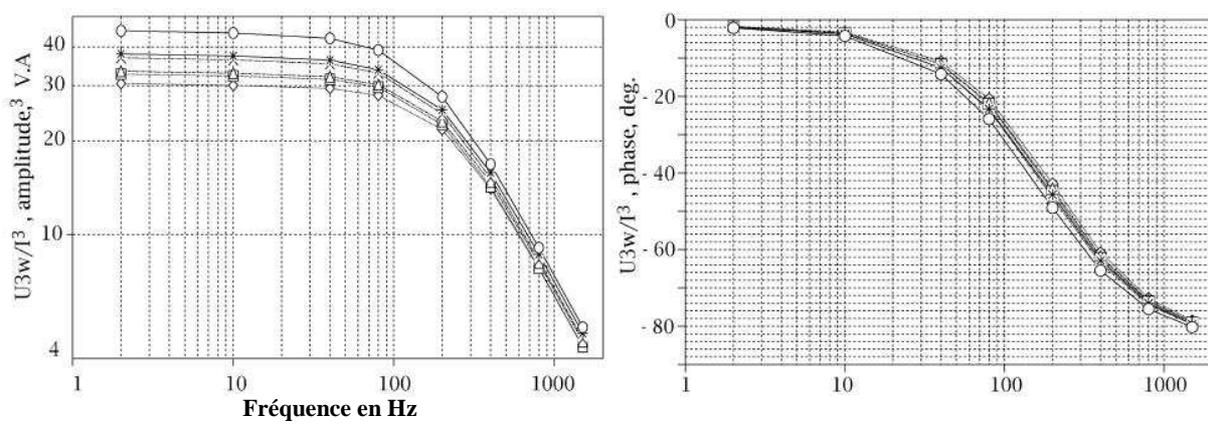


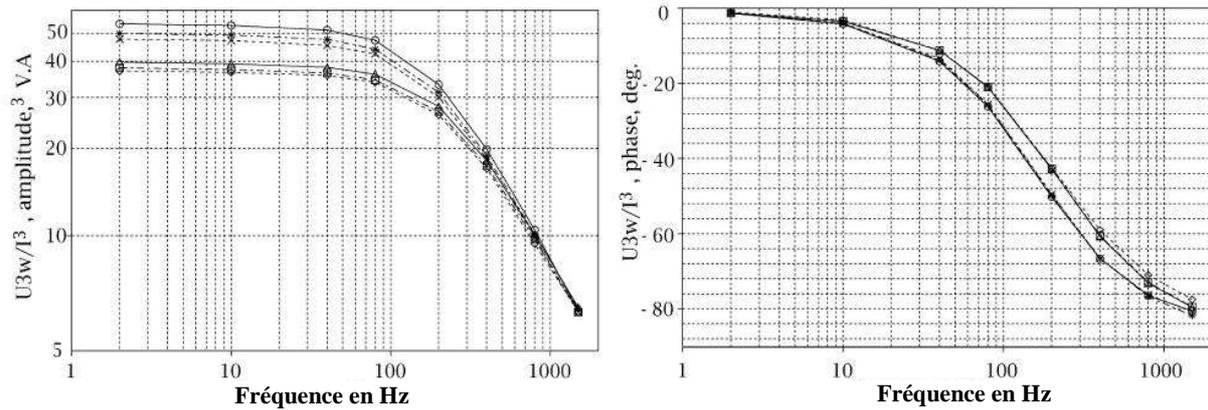
Figure III-18 : Comparaison en amplitude et en phase de la composante à  $1\omega$  par l'approche théorique (losanges vides) avec l'expérience (carrés pleins) [GRO2007].

La valeur du courant électrique parcourant la sonde peut être connue avec précision en utilisant un ampèremètre très sensible ou en l'évaluant de façon indirecte à partir de la mesure de tension et des différentes résistances du pont. Comme présenté au chapitre précédent, notre montage a spécialement été développé pour rendre la tension aux bornes de la sonde insensible aux variations du courant la traversant. Toutefois, comme cela est suggéré par la figure III-18, la tension aux bornes de la sonde varie sur le spectre entier en fréquence. Ceci correspond en fait aux variations de la résistance électrique de la sonde avec la température moyenne à chaque fréquence. Les résistances de la sonde varient de 2,14 à 2,40  $\Omega$  pour des courants de 0 à 51 mA. Ceci implique une petite variation relative du courant (environ un millième pour les plus grandes valeurs). Ainsi quels que soient la fréquence et le courant, les mesures sont faites dans les conditions de la méthode  $3\omega$ .



**Figure III-19 :** Approche théorique du rapport  $V_{3\omega}/I_1^3$ . Les six courbes correspondent à trois courants différents sous air ambiant et sous vide : 10,0 mA, losanges et carrés ; 33,1 mA, triangles et croix ; 50,9 mA, étoiles et cercles.

La figure III-19 présente les réponses analytiques  $V_{3\omega}/I_1^3$  pour trois courants conduisant à des variations importantes de la température moyenne [DAM2005] [LEF2004]. Pour la sonde dans l'air, le coefficient d'échange est adapté pour chaque courant (selon la température moyenne du filament) : soient 700, 800 et 1150  $\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$  pour des courants de 10,0, 33,1, 50,9 mA respectivement (voir paragraphe III-2.1.3) [MOR1975]. Pour la sonde dans le vide, les valeurs de 7, 11 et 13  $\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$  ont été retenues. Pour un courant donné, le rôle du coefficient d'échange apparaît dans l'abaissement de la courbe d'amplitude, en particulier aux basses fréquences. Dans le cas du vide, le coefficient d'échange a une influence négligeable. De plus les différences observées entre les courbes correspondantes montrent un résultat lié à l'approche multifréquentielle :  $V_{3\omega}/I_1^3$  est une fonction de  $I_1$  contrairement aux résultats donnés par *Lefèvre et al.* [LEF2004].



**Figure III-20 : Approche expérimentale du rapport  $V_{3\omega}/I_1^3$ . Les six courbes correspondent à trois courants différents sous air ambiant et sous vide : 10,0 mA, losanges et croix ; 33,1 mA, carrés et étoiles ; 50,9 mA, triangles et cercles.**

La figure III-20 présente le signal  $V_{3\omega}/I_1^3$  mesuré entre les points A et B du pont de Wheatstone (figure II-8). Il apparaît que, pour les petits courants (10,0 mA impliquant une faible élévation de température de la sonde (quelques degrés Celsius)), la tension mesurée est seulement de plusieurs dizaines de  $\mu\text{V}$ . Ainsi la mesure directe peut être instable, en particulier la phase, et ceci malgré l'utilisation d'une détection synchrone. Pour les hautes fréquences, les amplitudes de la température coïncident tandis que pour la phase des différences entre les comportements sous vide et à l'air apparaissent. Dans le cas du vide, la chaleur est presque uniquement évacuée par les fils d'alimentation (Wollaston et connexion), la longueur de diffusion thermique prend alors encore plus d'importance. Dans le cas de l'air, la chaleur est partiellement donnée à l'air environnant, ceci conduit à un échange local diminuant ainsi le retard de phase. Cependant la comparaison entre les figures III-19 et 20 révèle la nécessité de clarifier les hypothèses de modélisation.

### III.3.3 Estimation des paramètres de la sonde

Afin d'estimer, à partir des mesures, les paramètres géométriques et thermiques, nous utilisons le modèle dans une procédure de minimisation par la méthode des moindres-carrés basée sur la fonction « fminsearch » de Matlab<sup>®</sup>. Celle-ci permet l'utilisation de conditions initiales grossières et n'est que peu affectée par une forte corrélation entre les différents paramètres. La routine est appliquée sur un ensemble conséquent de résultats expérimentaux correspondant aux différentes conditions environnementales pour trois courants électriques : 10,0, 33,1 et 50,9 mA. La température ambiante est directement intégrée dans le modèle analytique. Nous avons travaillé en plusieurs étapes en utilisant les résultats à  $3\omega$ .

#### III.3.3.1 Première approche

Dans un premier temps, les paramètres thermophysiques de la sonde sont supposés constants (tableau II-1). La minimisation est réalisée sur les paramètres géométriques (longueur et rayon du filament) dans le cas d'un courant de 33,1 mA, dans le vide et sur tout

le spectre de fréquence choisi (soient huit fréquences de 2 à 1500 Hz). Pour le coefficient d'échange dans le vide, une linéarisation à partir de la loi de Stefan (appliquée à la température moyenne de la sonde) est faite selon un calcul itératif en utilisant le modèle lui-même (de 7 à 13  $\text{W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$ ). En pratique pour le vide, ces petites valeurs n'ont pas d'importance, il est en effet bien connu que dans le cas d'une sonde SThM, le flux de chaleur est évacué principalement *via* le fil de Wollaston [GOM1999a] [LEF2003] [MOR1975].

Sur la figure III-21, les résultats expérimentaux et ceux issus de la minimisation sont comparés pour un courant à 33 mA, en premier dans le vide puis dans l'air. Cette première minimisation conduit à une longueur  $L_p$  de 119,4  $\mu\text{m}$  et à un rayon  $r_p$  à 2,65  $\mu\text{m}$ . Ces valeurs sont ensuite appliquées au cas dans l'air pour une seconde minimisation sur le coefficient d'échange. Chacun des deux cas correspond à deux courbes pratiquement superposées sur toute la plage des fréquences indiquant un bon accord. La courbe d'amplitude révèle l'influence de plus en plus faible du coefficient d'échange lorsque la fréquence croît. La phase présente, quant à elle, le rôle du coefficient d'échange par l'ajout d'un flux de chaleur local perdu par la sonde, ce qui diminue le retard de phase. L'accord des résultats dans le cas de l'air est obtenu pour une valeur du coefficient d'échange à 2300  $\text{W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$  soit 3 fois supérieure aux valeurs données par les corrélations usuelles [GOM1999a] [LEF2003]. L'étude de ce coefficient sera approfondie dans le chapitre suivant.

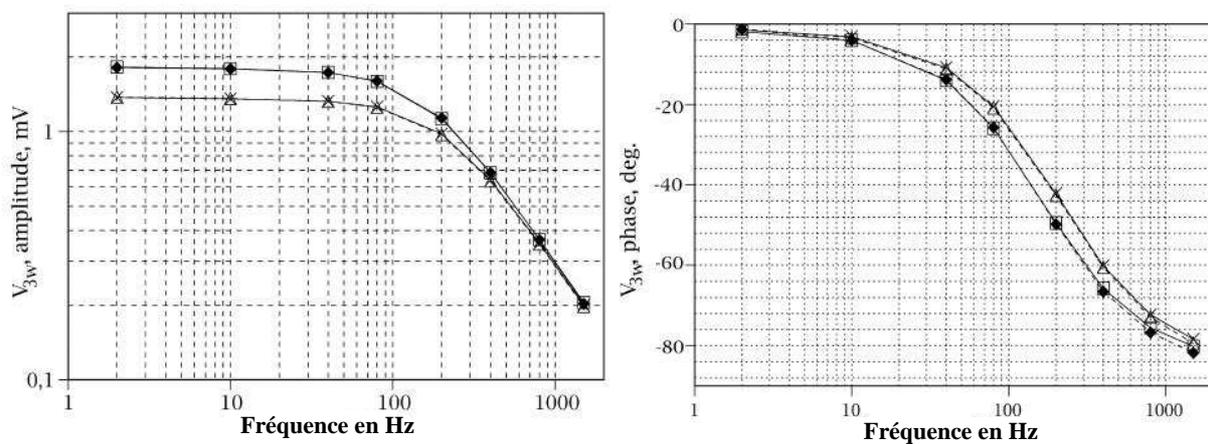


Figure III-21 : Comparaison des résultats de la minimisation obtenus avec un courant de 33 mA sous vide (losanges pleins) et à pression atmosphérique (croix) aux résultats expérimentaux (respectivement carrés vides et triangles vides).

Les valeurs géométriques ( $L_p$  et  $r_p$ ) obtenues de cette façon ne semblent pas valables pour les autres courants (10 et 50 mA). Une seconde approche visant à évaluer simultanément la géométrie et la conductivité thermique du filament est ainsi élaborée.

### III.3.3.2 Seconde approche

La seconde étude (figure III-22) commence par la minimisation dans le vide, sous un courant de 10 mA, avec la possibilité de faire varier la longueur, le rayon et la conductivité thermique du filament. Les valeurs obtenues sont  $L_p = 114,6 \mu\text{m}$ ,  $r_p = 2,63 \mu\text{m}$  et  $\lambda_p = 32,4 \text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  et sont utilisées pour évaluer la réponse de la sonde avec les deux autres intensités.

La comparaison avec l'expérience conduit à un faible écart pour le cas (33 mA, sous vide) et à un écart plus important pour le cas (51 mA, sous vide). Plus précisément les amplitudes expérimentales apparaissent plus faibles que celles données par la méthode analytique.

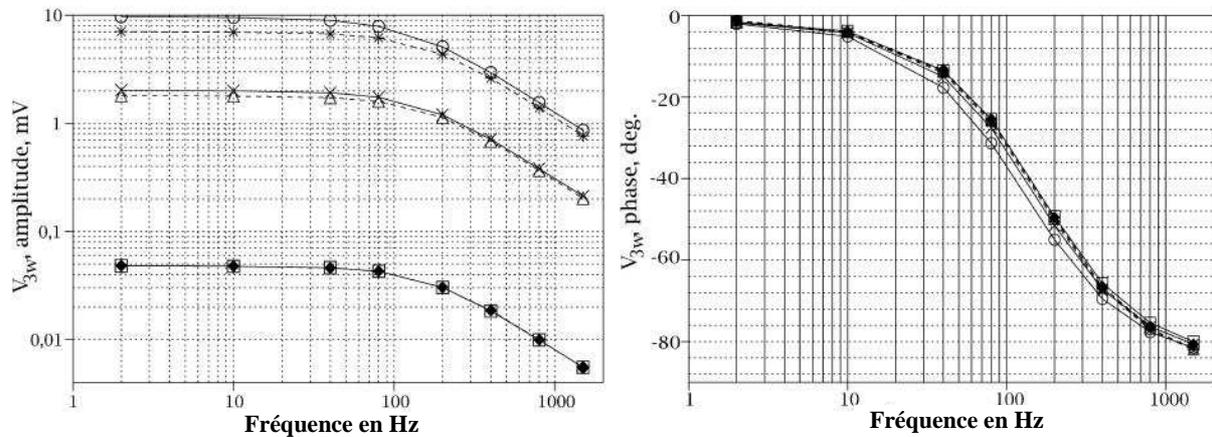


Figure III-22 : Minimisation pour un courant de sonde 10 mA et sous vide (résultats expérimentaux : carrés, et théoriques : losanges). Les estimations de la longueur, du rayon et de la conductivité thermique sont ensuite utilisées pour évaluer les réponses à 33 mA (triangles et croix) et 50 mA (étoiles et cercles).

Il faut souligner qu'une minimisation fonctionne indépendamment pour chaque courant et donne un ensemble de valeurs similaires mais pas identiques. Ceci peut être le fait de corrélations entre différents paramètres. Nous pouvons remarquer aussi que l'hypothèse d'une conductivité croissante de l'alliage de platine-rhodium avec la température permet de rapprocher les courbes expérimentales et celles obtenues à partir de la minimisation (figure III-22). Ceci pourrait également expliquer les différences entre les courbes expérimentales et théoriques de  $V_{3\omega}/I_1^3$  dans les figures III-19 et 20. Cependant, comme il existe un profil de température le long de la sonde, l'effet de la température sur la conductivité thermique implique une description locale des paramètres. Cette approche devra être intégrée, au moins partiellement, dans une version affinée du modèle analytique. Le profil de température introduit aussi un coefficient d'échange local impliquant un phénomène de micro-convection complexe autour de la sonde dans l'air compte tenu de l'importance de l'amplitude du champ de température pour les forts courants. Ces points sont importants pour une description précise du contact avec un échantillon d'autant plus que la zone concernée est la plus chaude de la sonde.

### III.3.3.3 Troisième approche

L'équation III-35 montre que le nombre de paramètres intervenant dans l'élaboration du champ de température et du signal  $V_{3\omega}$  est très important. De fortes corrélations entre certains de ces paramètres thermo-physiques s'avèrent gênantes lors des minimisations associées à leur estimation. Afin de simplifier le problème, certains de ces paramètres ont été évalués lors de mesures indépendantes. Ainsi la longueur et le rayon du filament de platine-rhodium sont déduits de mesures effectuées à l'aide d'un microscope électronique à balayage. (voir paragraphe III-1). Les résultats présentés ici ne portent que sur la sonde T1, pour

laquelle ont été obtenues les valeurs suivantes  $r_p = 2,49 \mu\text{m}$  et  $L_p = 251,4 \mu\text{m}$ . Le coefficient en température de la résistivité électrique de l'alliage Pt-Rh est évalué par des mesures en étuve à différentes températures et fixé à  $1,91.10^{-3} \text{ K}^{-1}$ . La masse volumique ( $\rho_v = 19970 \text{ kg.m}^{-3}$ ) et la chaleur spécifique ( $C = 139 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ) sont issues de la littérature [INC1985].

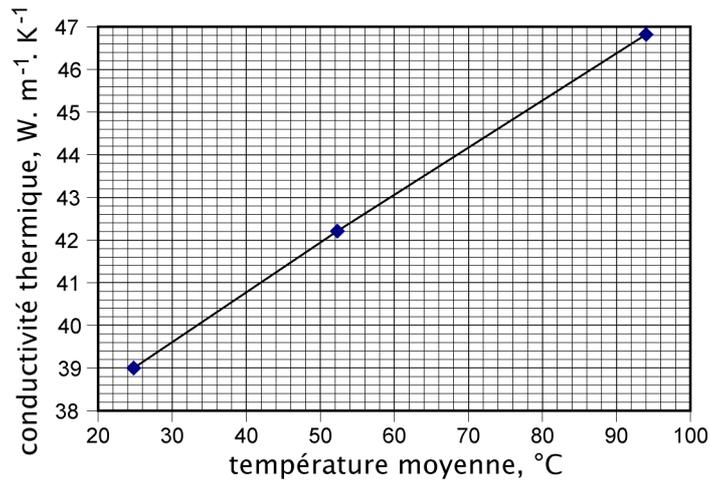
La détermination des autres paramètres thermophysiques est alors menée à partir des mesures de la tension  $V_{3\omega}$ , dont les amplitudes et les phases sont obtenues par détection synchrone, réalisées sous vide et à pression atmosphérique. Comme précédemment la sonde est étudiée expérimentalement avec les trois courants ce qui mène à des champs de températures différents. Pour chacun des courants, huit fréquences ont été choisies sur une plage allant de 2 Hz à 1500 Hz. Il faut insister ici sur la grande stabilité des résultats en amplitude et phase. Les mesures représentées sur les figures III-13 sont obtenues sous vide et servent à déterminer par une méthode des moindres carrés les valeurs des paramètres conductivité thermique  $\lambda_p$  et résistivité électrique  $\rho_p$  à température ambiante.

Le modèle analytique est employé pour déterminer la valeur moyenne, le long de la sonde, de la température continue (au-dessus de l'ambiante, 22 °C) correspondant à chaque courant, à fréquence donnée (ici, 1500 et 80 Hz). L'ensemble des résultats est consigné dans le tableau III-9.

Courant en mA	Conductivité thermique en $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$	Résistivité électrique en $\Omega.\text{m}$	Température moyenne en °C
10,04	39,0	$14,5.10^{-8}$	2,7 [2,8]
33,11	42,2	$14,3.10^{-8}$	28,8 [30,3]
50,86	46,8	$14,2.10^{-8}$	67,4 [72,0]

**Tableau III-9 : Résultats des minimisations concernant les conductivités thermiques, résistivités électriques, températures moyennes à 1500 Hz et [80 Hz] pour les trois courants étudiés.**

On remarque à partir de ce tableau que la résistivité de référence  $\rho_0$  apparaît à peu près constante pour les différentes températures (la minimisation pourrait porter sur le coefficient en température). Le résultat intéressant ici est la confirmation de l'hypothèse présentée précédemment relative aux variations de la conductivité thermique de l'alliage de platine-rhodium en fonction de la température moyenne continue de la sonde [TER2005]. Ces variations sont représentées sur la figure III-23 pour une fréquence de 80 Hz. Il apparaît alors nettement que les variations de la conductivité thermique de la sonde avec la température doivent être prises en compte dans l'utilisation des modèles directs menant à la détermination des caractéristiques thermiques d'un échantillon mis en contact avec la sonde. Ceci vient s'ajouter à la délicate description des conditions de contact et d'échange thermique sonde-échantillon [LEF2005].



**Figure III-23 : Conductivité thermique du filament de platine-rhodium en fonction de la température moyenne de la sonde résultant de l'application des trois courants sous une fréquence de 80 Hz.**

Précisons que ces variations de la conductivité thermique s'appliquent dans les faits à un champ de température qui varie en temps et lieu, tout le long de la sonde excitée par le courant alternatif. Cela mène d'ailleurs à une interrogation sur les possibilités des modélisations analytiques où la conductivité thermique (entre autres) est considérée comme constante le long de la sonde. Ainsi l'équation III-35 supposant constante la conductivité thermique n'est plus tout à fait réaliste, sauf aux très bas courants, menant à un échauffement faible de la sonde.

## III.4 Comparaison des modélisations

Afin de réaliser le bilan de cette étude, nous allons maintenant dresser un tableau récapitulatif des résultats et évaluer la pertinence des hypothèses simplificatrices intervenant dans chaque modélisation.

### III.4.1 Synthèse des résultats

Le précédent modèle analytique est utilisé pour évaluer les conductivités thermique et électrique des sondes n° 2 et 4 dont les dimensions ont été mesurées expérimentalement dans le paragraphe III-1. Le tableau III-10 rassemble l'ensemble des valeurs obtenues par minimisation à partir des deux modélisations développées. Les conductivités sont évaluées grâce aux réponses expérimentales de chaque sonde située sous vide d'air et pour un courant circulant dans le filament de 50 mA.

Afin d'assurer la précision des valeurs de conductivités estimées de cette façon, un soin particulier a été apporté au choix des paramètres des modèles. En plus des dimensions réelles des filaments, le coefficient de variation en température de la résistivité électrique de l'alliage de Pt<sub>90%</sub>-Rh<sub>10%</sub> a été évalué expérimentalement. De même, la réponse des sondes a

été relevée avec le dispositif électronique de notre conception permettant la limitation des sources de bruit et la maîtrise du courant d'alimentation.

Sondes		Modélisation par éléments finis	Modélisation analytique
N° 1	Conductivité thermique en $W.m^{-1}.K^{-1}$	48,2	46,8
	Résistivité électrique en $\Omega.m$	$14,2.10^{-8}$	$14,2.10^{-8}$
N° 2	Conductivité thermique en $W.m^{-1}.K^{-1}$	46,9	46,0
	Résistivité électrique en $\Omega.m$	$9,6.10^{-8}$	$9,5.10^{-8}$
N° 4	Conductivité thermique en $W.m^{-1}.K^{-1}$	53,2	50,4
	Résistivité électrique en $\Omega.m$	$14,4.10^{-8}$	$14,1.10^{-8}$

**Tableau III-10 : Synthèse des valeurs obtenues par minimisation relatives aux modélisations analytique et par éléments finis. Les conductivités thermique et électrique sont évaluées pour trois des quatre sondes considérées précédemment à partir de mesures réalisées sous vide avec un courant de 50 mA.**

### III.4.2 Comparaisons et commentaires

Les modélisations présentées dans ce chapitre sont significativement différentes l'une de l'autre. Le premier modèle reposant sur la méthode des éléments finis permet la représentation d'une géométrie tridimensionnelle et se rapproche ainsi au plus près du problème réel. Le second modèle propose une résolution analytique de l'équilibre thermique de la sonde. Afin de faciliter sa résolution, le problème est supposé unidimensionnel.

Dans ces deux approches, les propriétés du filament de Pt<sub>90%</sub>-Rh<sub>10%</sub> sont intégrées en fonction de la température. A la différence de la seconde méthode, la modélisation par éléments finis résout le problème en chaque nœud de la géométrie. Compte tenu de cette décomposition, ce modèle permet la prise en compte des gradients (radiaux et longitudinaux) de température dans le filament et à l'interface avec le fil de Wollaston. La modélisation analytique se limite, quant à elle, à l'ajustement des paramètres en fonction de la température moyenne à un instant donné. Les propriétés sont alors constantes sur toute la longueur du filament.

L'analyse des résultats de minimisation consignés dans le tableau III-10 révèle tout d'abord que les deux modélisations considérées dans notre étude fournissent des valeurs de conductivité thermique et de résistivité électrique similaires. Les écarts relatifs par sonde sont de l'ordre de 3 % pour les conductivités thermiques et de 1% pour les résistivités électriques. La convergence de ces résultats remet très clairement en cause les valeurs couramment admises et utilisées pour l'estimation des propriétés thermiques des échantillons lorsque la

sonde se trouve en contact. Ils confirment l'absolue nécessité de disposer d'une méthode fiable et reproductible de caractérisation des sondes dans le but d'aboutir à des mesures quantitatives. Les conductivités thermiques sont d'environ 28 % supérieures aux valeurs théoriques tandis que les résistivités électriques sont de 24 % inférieures (tableau II-1). Pour modéliser sa réponse à  $3\omega$ , remarquons que la sonde n° 2 nécessite une valeur de résistivité électrique particulièrement faible égale à 50 % de la valeur courante.

La convergence des résultats fournis par ces deux approches justifie *a posteriori* la validité des hypothèses simplificatrices permettant la résolution analytique du problème. Les gradients radiaux de température au sein du filament de platine-rhodium, compte tenu de ses dimensions géométriques, peuvent être négligés. De même la courbure du filament n'a pas d'influence notable sur l'équilibre thermique de la sonde lorsque cette dernière est distante de tout échantillon. Cette constatation est renforcée par la façon dont les échanges thermiques sont pris en compte dans notre modélisation par éléments finis. En effet l'utilisation d'un coefficient d'échange convectif homogène sur toute la surface du filament tant à s'affranchir des effets de forme de la géométrie. De plus la présente étude étant réalisée sous vide d'air, les pertes convectives de chaleur à la surface du filament sont négligeables. Notre modélisation tridimensionnelle permet l'étude de l'établissement des lignes de courant au sein du filament. Elle démontre ainsi une augmentation très faible de la densité de courant au niveau de l'interfaçage avec le fil de Wollaston et une absence d'effets notables liés à la courbure du filament.

Ainsi lorsqu'il s'agit de caractériser la réponse d'une sonde thermorésistive seule, c'est-à-dire située hors interaction avec un quelconque matériau environnant, il apparaît préférable d'utiliser une approche analytique pour la résolution du problème.

## ***Conclusion***

Dans le but de satisfaire à l'interprétation quantitative des images thermiques, il est nécessaire de connaître précisément les propriétés des divers organes de mesures. Faisant suite à la présentation de notre dispositif électronique dédié à ce type d'analyse, le présent chapitre aborde la caractérisation d'un ensemble de quatre sondes thermorésistives.

Les dimensions géométriques du filament conditionnent grandement la puissance générée par effet Joule. Nous avons choisi de procéder à leur estimation directe *via* des mesures réalisées par microscopie électronique à balayage. On constate alors une augmentation de 25 % de la longueur et une réduction de 12 % du diamètre du filament par rapport aux dimensions fournies par le fabricant.

D'un point de vue expérimental, seule la tension aux bornes de la sonde est enregistrée au cours du temps. Afin d'interpréter la mesure et d'évaluer l'équilibre thermique du filament, deux approches théoriques ont été développées. La première modélise une représentation tridimensionnelle de la géométrie du problème basée sur la méthode des éléments finis. La seconde se caractérise par une résolution analytique reposant sur un ensemble d'hypothèses simplificatrices. Par comparaison à l'expérience, ces modélisations sont utilisées pour évaluer

les propriétés thermo-électriques de l'alliage de Pt<sub>90%</sub>-Rh<sub>10%</sub> et permettent une remise en cause des valeurs couramment admises dans la littérature [DIN1994].

Malgré un intérêt mesuré pour la caractérisation de la réponse à  $3\omega$  d'une sonde seule sans échange avec l'extérieur, la modélisation par éléments finis prend tout son sens lors de la prise en compte des interactions avec le milieu environnant et l'échantillon. De plus l'estimation des propriétés thermoélectriques du filament par le modèle analytique ne prenant pas en compte l'évolution en température de la conductivité thermique, nous retiendrons uniquement les valeurs obtenues à partir de la modélisation par éléments finis. Pour l'ensemble des quatre sondes étudiées, nous obtenons une conductivité thermique moyenne de  $51,7 \pm 2,5 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  ainsi qu'une résistivité électrique de  $(14,0 \pm 0,5).10^{-8} \Omega.m$ , lesquelles apparaissent significativement différentes des valeurs théoriques.

Fort de la calibration des sondes thermorésistives, nous pouvons désormais étudier les interactions de la sonde avec son milieu environnant. Le chapitre suivant traite tout d'abord l'équilibre thermique de la sonde seule sous air ambiant et aboutit à la précision du coefficient d'échange convectif à la surface du filament. Nous étudierons ensuite les interactions à longue distance s'établissant entre la sonde et l'échantillon. Le dernier chapitre abordera l'étude des flux de chaleur échangée lorsque la sonde se trouve en contact avec l'échantillon.

## Références bibliographiques

- [BER2004] : J.-M. Bergheau, R. Fortunier, *Simulation numérique des transferts thermiques par éléments finis*, Lavoisier, Hermes Science (2004)
- [CHI2004] : M. Chirtoc, X. Filip, J.F. Henry, J.S. Antoniow, I. Chirtoc, D. Dietzel, R. Meckenstock, J. Pelzl, *Thermal probe self-calibration in ac scanning thermal microscopy*, *Superlattices and Microstructures* **35**, 305-314 (2004)
- [DAM2005] : Ch. Dames, G. Chen, *1 $\omega$ , 2 $\omega$ , and 3 $\omega$  methods for measurements of thermal properties*, *Rev. Sci. Instruments* **76**, 124902 (2005)
- [DEP2004] : F. Depasse, P. Grossel, N. Trannoy, *Probe temperature and output voltage calculation for the SThM in A.C. mode*, *Superlattices and Microstructures* **35**, 269-282 (2004)
- [DIN1994] : R.B. Dinwiddie, R.J. Pytkki, P.E. West, *Thermal conductivity contrast imaging with a scanning thermal microscope*, *Thermal Conductivity* **22**, ed. T.W. Tong, 668-677 (Technomic Publishing Co., Lancaster 1994)
- [GOM1999a] : S. Gomès, *Contribution théorique et expérimentale à la microscopie thermique à sonde locale : calibration d'une pointe thermorésistive, analyse des divers couplages thermiques*, Thèse de doctorat, Université de Reims (1999)
- [GOM1999b] : S. Gomès, N. Trannoy, P. Grossel, *DC thermal microscopy: study of the thermal exchange between a probe and a sample*, *Meas. Sci. Technol.* **10**, 805-811 (1999)
- [GOM2001] : S. Gomès, N. Trannoy, P. Grossel, F. Depasse, C. Bainier, D. Charraut, *DC scanning thermal microscopy: Characterisation and interpretation of the measurement*, *Int. J. Therm. Sci.* **40**, 949-958 (2001)
- [GRO1997] : P. Grossel, F. Depasse, N. Trannoy, *Multicouche thermique et profils thermophysiques continus : l'approche récursive*, *J. Phys. III France* **7**, 13-33 (1997)
- [GRO2007] : P. Grossel, O. Raphaël, F. Depasse, T. Duvaut, N. Trannoy, *Multifréquentiel AC modeling of the SThM probe behavior*, *Int. J. Therm. Sci.* **46-10**, 980-988 (2007)
- [INC1985] : F.P. Incropera, D.P. Dewitt, *Fundamentals of heat and mass transfer*, Wiley, New York, 754-777 (1985)
- [LAP2000] : B. Lapointe, *Calibration d'une pointe thermorésistive et étude d'un nouveau mode d'imagerie en microscopie thermique à sonde locale*, Rapport de stage M2, encadrement N. Trannoy, Université de Reims (2000)

- [LEF2003] : S. Lefèvre, S. Volz, J.B. Saulnier, C. Fuentes, N. Trannoy, *Thermal conductivity calibration for hot wire based dc scanning thermal microscopy*, Rev. Sci. Instrum. **74-4**, 2418-2423 (2003)
- [LEF2004a] : S. Lefèvre, *Modélisation et élaboration des métrologies de microscopie thermique à sonde locale résistive*, Thèse de doctorat, Université de Poitiers (2004)
- [LEF2004b] : S. Lefèvre, J.B. Saulnier, C. Fuentes, S. Volz, *Probe calibration of the scanning thermal microscope in the AC mode*, Superlattices and Microstructures **35**, 283-288 (2004)
- [LU2001] : L. Lu, L. Yi, D.L. Zhang, *3 $\omega$  method for specific heat and thermal conductivity measurements*, Rev. Sci. Instruments **72**, 2996-3003 (2001)
- [MOR1975] : V.T. Morgan, *The overall convective heat transfer from smooth circular cylinders*, Adv. Heat Transfer **11**, 199-212 (1975)
- [PER2000] : C. Perruchet, M. Priel, *Estimer l'incertitude : Mesures – Essais*, AFNOR (2000)
- [RAP2007] : O. Raphaël, P. Grossel, N. Trannoy, T. Duvaut, F. Depasse, *Caractérisation des propriétés thermo-physiques d'une microsonde thermo-résistive en microscopie thermique à sonde locale*, Congrès Français de Thermique, Les Embiez, 29 mai - 1 juin (2007)
- [SAI2000] : L. Sainsaulieu, *Calcul scientifique*, Dunod, Paris (2000)
- [TOP1997] : *Specification Scanning Thermal Microscope Option*, User's Manual Addendum, Topometrix Corporation (1997)
- [TER2005] : Y. Terada, K. Ohkubo, T. Mohri, *Thermal conductivities of platinum alloys at high temperatures*, Platinum Metals Review **49**, 21-26 (2005)
- [TRA2003] : J.F. Henry, N. Trannoy, *Microscopie thermique à sonde locale (S<sub>ThM</sub>) : Analyse expérimentale des échanges thermiques sonde-échantillon par thermographie infrarouge*, Congrès Français de Thermique, Grenoble, 955-960 (2003)
- [TRA2008] : N. Trannoy, J.F. Henry, *Investigation of thermal resistive probe behaviour used in Scanning Thermal Microscope by Infrared imaging system*, QIRT Journal **5-1**, 27-44 (2008)

## **Chapitre IV :**

### **Influence du milieu environnant**



## ***Introduction***

Le chapitre précédent présente l'étude de la sonde thermorésistive seule lorsqu'elle se situe sous vide, c'est-à-dire lorsque seules les fuites de chaleur vers le support sont prises en considération. Cette approche réduit le nombre de paramètres intervenant dans l'équilibre thermique du filament et l'élaboration de sa réponse. Elle aboutit à la précision des propriétés thermophysiques de la sonde.

Au cours du présent chapitre, l'étude des interactions de la sonde avec son environnement est entreprise. Les échanges de chaleur avec l'air environnant sont dans un premier temps abordés à travers l'analyse de l'influence du coefficient d'échange convectif sur la réponse. De nouvelles valeurs de ce coefficient adaptées à nos modélisations, analytique et par éléments finis, seront alors évaluées. Dans un second temps, le mécanisme de transfert de chaleur entre la sonde et l'échantillon sera étudié en fonction de la distance les séparant. Des interactions à longue distance seront mises en évidence et montreront l'existence d'un phénomène de résonance associé au champ de température de l'ensemble sonde, air et échantillon dans le mode de fonctionnement à courant alternatif. Une étude aux courtes distances conclura ce chapitre.

## **IV.1 Le coefficient d'échange convectif**

### **IV.1.1 Coefficient couramment utilisé**

A pression ambiante, les pertes thermiques subies par le filament, hors contact, se répartissent principalement entre les fuites convectives et les fuites vers les fils de Wollaston et le support de sonde. La prise en compte de ces dernières dans nos modélisations est présentée dans le chapitre précédent. En ce qui concerne les pertes convectives, la plupart des approches théoriques intègrent ces fuites *via* l'introduction d'un coefficient d'échange adapté. Son évaluation, la plus couramment utilisée, repose sur une approche semi-empirique [MOR1975]. Les corrélations résultantes dépendent ainsi d'un certain nombre de paramètres caractéristiques pour lesquels elles ne sont valables que sur des plages de valeurs bien déterminées. Pour nos approches théoriques, deux corrélations relatives au filament et au fil de Wollaston sont utilisées.

Sur le pourtour du filament, le coefficient de convection est déterminé à partir de la corrélation de *Tsubouchi* [MOR1975]. L'évaluation du nombre de *Reynolds* lorsque la sonde balaye la surface d'un échantillon révèle que celle-ci est soumise à un phénomène de convection naturelle. En effet avec une vitesse du fluide  $V$  de  $100 \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$  (égale à la vitesse maximale de balayage), une viscosité cinématique  $\nu$  de l'air de  $1,57\cdot 10^{-5} \text{ m}^2\cdot\text{s}^{-1}$  et une dimension caractéristique  $L$  de  $100 \mu\text{m}$ , nous obtenons par application de l'équation IV-1 une valeur d'environ  $10^{-3}$ . Ce nombre se trouve largement inférieur à 2000, seuil en dessous duquel le régime convectif est dit naturel.

$$R_e = \frac{VL}{\nu} \quad \text{Équation IV-1}$$

Le coefficient  $h$  d'échange surfacique par convection naturelle à la surface d'un cylindre se définit de la façon suivante :

$$h = \frac{\lambda_g Nu}{D} \quad \text{Équation IV-2}$$

où  $\lambda_g$  est la conductivité thermique du gaz environnant,  $D$  le diamètre du cylindre et  $Nu$  le nombre de *Nusselt*. Ce dernier est déterminé de manière empirique et s'écrit :

$$Nu = \left[ A + B(Gr \cdot Pr)^m \right] \times (\cos \alpha)^{1-3m} \quad \text{Équation IV-3}$$

dans laquelle le terme multiplicateur de droite rend compte de l'inclinaison  $\alpha$  du cylindre par rapport à la verticale. Rappelons les définitions des nombres de *Grashof* et *Prandtl* :

$$Gr = \frac{g\beta(T_{ps} - T_a)D^3}{\nu^2}, \text{ et} \quad Pr = \frac{\nu}{a_g} \quad \text{Équation IV-4}$$

avec  $g$  l'intensité de la pesanteur,  $\beta$  le coefficient d'expansion thermique du gaz et  $\nu$  et  $a_g$  respectivement la viscosité cinématique et la diffusivité thermique du gaz.  $T_{ps}$  et  $T_a$  représentent respectivement la température de la surface du filament et la température ambiante. En considérant l'air environnant comme un gaz parfait, il vient  $\beta = 1/T_a$ . Les constantes  $A$ ,  $B$  et  $m$  sont précisées par la corrélation de *Tsubouchi* en respectant les conditions suivantes :

- ◆ le gaz environnant est l'air ambiant,
- ◆ le diamètre du fil est compris entre 4,9 et 61  $\mu\text{m}$ ,
- ◆ le rapport de la température du fluide  $T_f$  formé à la surface par la température ambiante est inférieur à 3,27 avec  $T_f = (T_{ps} + T_a)/2$ .
- ◆ le rapport de la longueur du cylindre par son diamètre  $L_p/2r_p$  doit être compris en 2460 et 8200.

Sous ces conditions, les trois constantes valent alors :

$$\begin{cases} A = 0 \\ B = 0,812 \\ m = 0,0667 \end{cases} \quad \text{Équation IV-5}$$

Valable pour des températures moyennes de filament allant de l'ambiant à 120 °C, le coefficient d'échange convectif varie de 800 à 1200  $\text{W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$  pour une inclinaison du filament de 30° par rapport à la verticale.

Remarquons que dans le cas du filament de platine-rhodium, la dernière condition relative au rapport de la longueur par le diamètre n'est pas respectée avec une valeur  $L_p/2r_p$  de 40. Il semble donc que les pertes de chaleur du filament vers le fil de Wollaston par conduction ne peuvent être négligées devant les pertes convectives. Il en résulte un gradient de température important au sein de la sonde qui ne permet pas de considérer sa température moyenne comme une donnée caractéristique du transfert convectif. L'hypothèse d'un coefficient d'échange convectif constant sur toute la longueur du cylindre ne peut, par conséquent, être maintenue. Cet inconvénient aurait ainsi pour conséquence de sous estimer la valeur du coefficient d'échange convectif  $h$  [MOR1975]. Par la suite, nos travaux confirmeront cet état de fait. Toutefois cette approche sera conservée en première approximation dans notre modélisation comme dans la plupart des travaux disponibles dans la littérature [LEF2004a] [GOM1999a].

Concernant la surface externe du fil de Wollaston, le coefficient d'échange convectif est évalué de manière identique par l'emploi de la corrélation de *Fischer* [MOR1975]. Le choix de cette corrélation se justifie par une plus grande adéquation du fils de Wollaston avec les conditions de validité. Ainsi pour une température allant de l'ambient à 70 °C, le coefficient de convection  $h_w$  varie de 95 à 124 W.m<sup>-2</sup>.K<sup>-1</sup>. Ce coefficient sera également supposé applicable à la surface latérale du Wollaston orientée vers le filament.

Précisons que ces corrélations sont définies pour des transferts convectifs en régime permanent. Il est ainsi raisonnable d'utiliser ces coefficients avec précaution lors d'études menées en régime alternatif. En effet dans ce mode de fonctionnement la perturbation de la couche limite provoquerait une augmentation du transfert convectif. Néanmoins, une évaluation en première approximation de ce phénomène tendrait à démontrer qu'il serait négligeable [LEF2004a]. Les travaux suivants infirment cette conclusion.

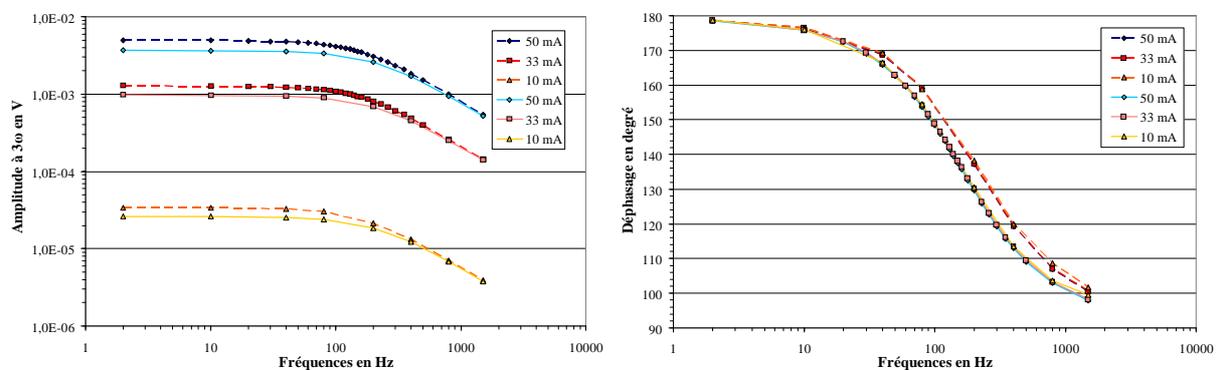
#### **IV.1.2 Méthodes d'évaluation**

L'étude de la réponse de la sonde sous vide et hors contact, réalisée au chapitre III, a permis l'identification des propriétés géométriques et thermiques du filament de platine-rhodium. La prise en compte des échanges thermiques avec l'air environnant conduit à l'introduction de coefficients d'échange convectif définis sur les surfaces latérales. Leur évaluation semi-empirique fournit une représentation qualitative de la réponse de la sonde. En formulant l'hypothèse selon laquelle seul l'ajout de ces coefficients permet la description de la réponse à pression atmosphérique, une rapide comparaison avec l'expérience démontre l'invalidité des valeurs utilisées habituellement, présentées ci-dessus. Dans ce paragraphe, nous proposons deux évaluations théoriques du coefficient de convection à la surface du filament par comparaison des réponses théorique et expérimentale.

### IV.1.2.1 Modélisation par éléments finis

L'approche numérique par la méthode des éléments finis utilise les paramètres thermophysiques de la sonde déterminés au chapitre III à partir des réponses sous vide. Le modèle employé ici est identique au précédent à ceci près que le coefficient d'échange convectif est modifié de manière à tenir compte de l'air environnant. Les pertes radiatives sont, quant à elle, linéarisées et incorporées au coefficient d'échange convectif.

La figure IV-1 représente les réponses à  $3\omega$  expérimentales relatives à la sonde n°1 et permet la comparaison des réponses sous vide et à pression atmosphérique. Elle démontre l'insensibilité de l'amplitude aux conditions environnementales pour les fréquences supérieures à 400 Hz. Ces mesures valident notre modélisation par éléments finis au travers de l'étude de sensibilité réalisée au paragraphe III.2.2.



**Figure IV-1 :** Evolution expérimentale de la réponse à  $3\omega$ , en amplitude et en phase, de la sonde n° 1. Trois courants sont utilisés : 50 mA, 33 mA et 10 mA. Les courbes en pointillé représentent les réponses sous vide et celles en continu les réponses à pression atmosphérique.

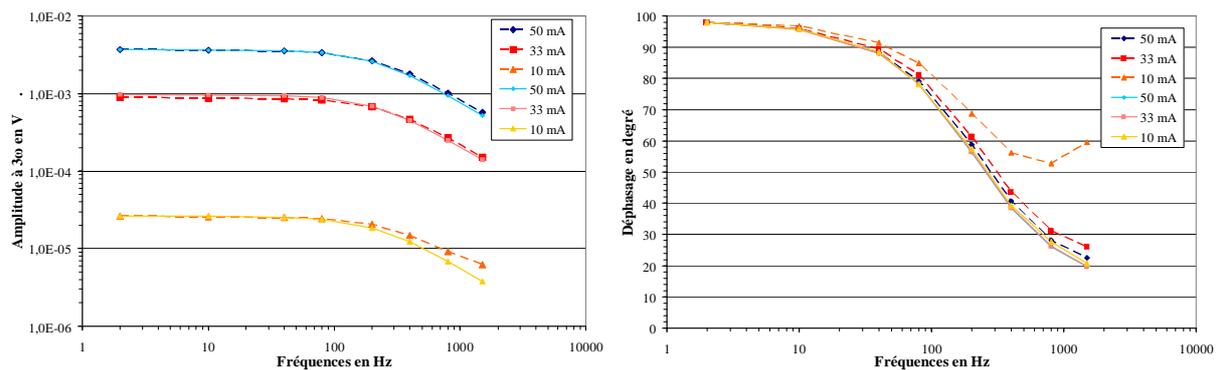
Dans cette approche, les réponses à  $3\omega$  relevées pour un courant de 50 mA sont utilisées pour réaliser nos estimations. Sous vide, elles permettent l'évaluation des propriétés intrinsèques des sondes considérées. A pression atmosphérique, elles permettent l'estimation du coefficient d'échange convectif.

Sondes	Coefficient d'échange convectif en $W.m^{-2}.K^{-1}$
T1	$2450 \pm 50$
T2	$2130 \pm 50$
T3	$2680 \pm 50$
T4	$2860 \pm 50$

**Tableau IV-1 :** Valeurs du coefficient d'échange convectif pour les quatre sondes thermorésistive étudiées. Ces valeurs sont obtenues par minimisation relativement aux résultats expérimentaux correspondant à un courant de 50 mA pour les trois fréquences retenues (2 Hz, 80 Hz, 1500 Hz). Les incertitudes résultent du pas des itérations et sont données à titre indicatif.

Le tableau IV-1 rassemble les valeurs obtenues par l'application d'une méthode de minimisation identique à celle présentée au chapitre précédent. On constate alors que la valeur du coefficient d'échange nécessaire à l'obtention de la mesure est significativement différente de celle couramment admise. L'augmentation correspondante est d'environ 100 %. Avec le courant d'alimentation choisi, les valeurs obtenues varient de façon non négligeable d'une sonde à l'autre. Pour les quatre sondes considérées, la valeur moyenne de ce coefficient est d'environ  $2500 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$  avec une dispersion de 11 %.

Afin d'apprécier la pertinence de ces valeurs obtenues à un courant donné, les réponses à  $3\omega$  sont calculées pour les courants inférieurs (33 mA et 10 mA). La figure IV-2 présente les comparaisons entre les résultats théoriques et expérimentaux relatifs à la sonde n°1 pour les trois courants considérés. Pour l'ensemble des courants, le coefficient d'échange convectif permet une reproduction fidèle de l'amplitude mesurée. Toutefois une légère divergence apparaît aux fréquences supérieures à 200 Hz sous une intensité de 10 mA. Concernant les courbes de déphasage, on constate une forte divergence des réponses théoriques relatives au courant de 10 mA laquelle traduit un temps de réponse plus important de la sonde. Ces résultats suggèrent une évolution du coefficient d'échange en fonction de la fréquence de modulation et ceci d'autant plus que la sonde est froide.



**Figure IV-2 :** Comparaison des résultats expérimentaux et théoriques relatifs à la sonde n° 1 en fonction de la fréquence de modulation. Trois courants sont utilisés : 50 mA, 33 mA et 10 mA. Les courbes en pointillé représentent les réponses théoriques et celles en continu les réponses expérimentales.

Cette étude remet en cause la validité de l'approche empirique du transfert convectif du filament avec le milieu environnant. Afin d'apporter un second point de vue, une étude de même nature est réalisée à partir de notre modélisation analytique en fonction du courant alimentant la sonde.

#### IV.1.2.2 Approche analytique

L'approche analytique est identique à celle présentée au chapitre précédent. Toutefois, en conséquence de sa faiblesse, le coefficient d'échange équivalent au flux radiatif est simplement intégré au coefficient d'échange convectif. Précisons que la valeur de ce coefficient est supposée indépendante de la température du filament.

L'étude reprend les paramètres de celle détaillée au paragraphe III.3.3.3 relative à la sonde T1. Rappelons que la longueur et le rayon de cette sonde sont mesurés de façon expérimentale respectivement à 251,4 et 2,49  $\mu\text{m}$ . La comparaison avec l'expérience menée sous vide pour trois courants donnés aboutit, *via* une méthode de minimisation, à l'évaluation des conductivités thermique et électrique du filament de Pt<sub>90%</sub>-Rh<sub>10%</sub> (tableau III-9). Il apparaît alors que la résistivité électrique varie très peu avec l'augmentation du courant de sonde tandis que la conductivité thermique augmente de façon conséquente (figure III-23). Cette variation de la conductivité thermique est en partie intégrée dans la minimisation menant à l'estimation du coefficient d'échange. La sonde dans l'air étant un peu plus froide que dans le vide, les conductivités sont évaluées approximativement à partir des figures III-23 et IV-1. Les valeurs retenues pour les trois courants sont respectivement de 38,9, 41,8 et 45  $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ . Remarquons que cette étape de la minimisation pourrait être améliorée par itération sur la valeur de la conductivité.

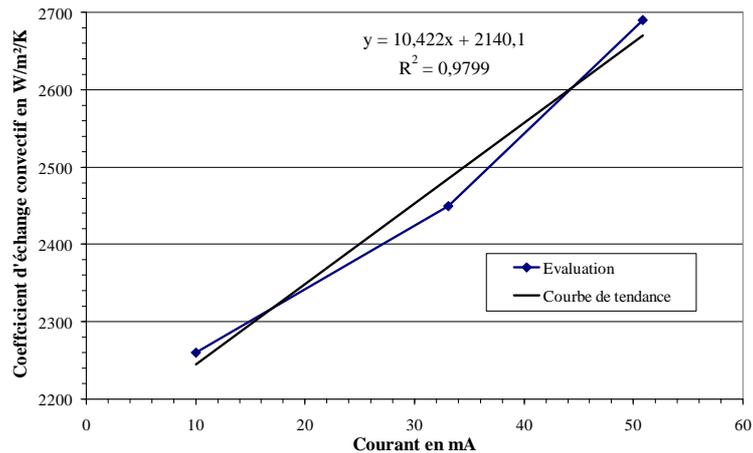
Courant en mA	Coefficient d'échange convectif en $\text{W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$
10,04	2260
33,11	2450
50,86	2690

**Tableau IV-2 : Résultats des minimisations concernant le coefficient d'échange convectif à la surface du filament pour les trois courants étudiés.**

Les valeurs du coefficient nécessaires à l'obtention des réponses expérimentales sont rassemblées dans le tableau IV-2 et apparaissent similaires à celles résultantes de l'approche par éléments finis. On remarque que les valeurs trouvées par cette méthode sont la aussi très nettement supérieures à celles couramment admises et qu'elles varient en fonction du courant. L'analyse de ces résultats révèle une augmentation du coefficient d'échange de 19 % lorsque l'intensité du courant est multipliée par 5.

La figure IV-3 représente l'évolution du coefficient d'échange convectif en fonction de l'intensité circulant dans la sonde et par conséquent de la température du filament. Une régression démontre le comportement linéaire de cette évolution avec une corrélation de 98 %. La loi d'évolution du coefficient de convection est d'environ de  $10,4\cdot 10^3 \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{A}^{-1}$ .

Les coefficients d'échange convectif obtenus à partir de nos modélisations remettent en cause les valeurs fournies par les corrélations usuelles portant sur la convection naturelle présentées au paragraphe précédent [GRO2007] [RAP2007]. Une interprétation possible des faits est de supposer que ces valeurs sont le reflet d'une simplification par trop partielle de l'échange de chaleur avec l'air en régime alternatif, dans cette géométrie complexe.



**Figure IV-3 :** Evolution du coefficient d'échange convectif en fonction de l'intensité appliquée à la sonde. Le coefficient est évalué par minimisation à partir de notre modélisation analytique par comparaison avec les résultats expérimentaux relatifs à la sonde n°1.

## IV.2 Mise en évidence d'un phénomène d'interférences d'ondes de diffusion thermique

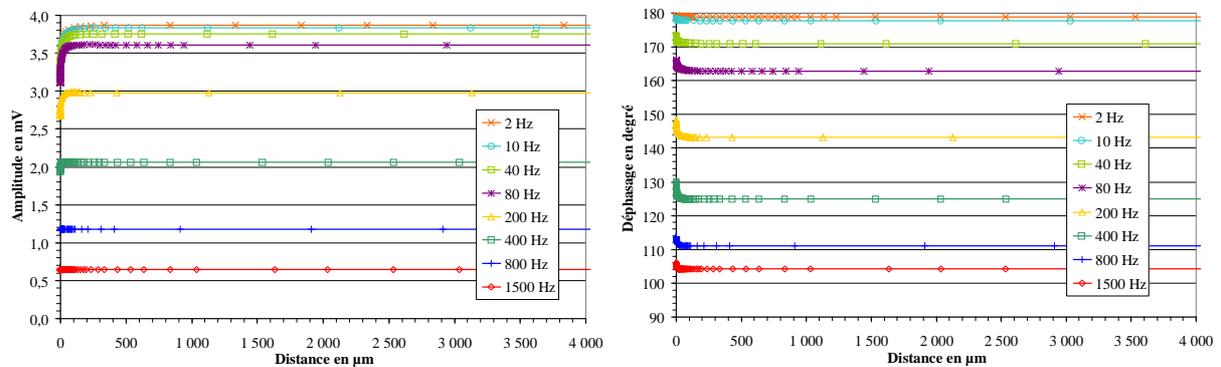
Avant de procéder à l'étude expérimentale des différents modes de transfert de chaleur entre la sonde et l'échantillon lorsque cette dernière se situe à proximité du contact, nous nous sommes intéressés aux interactions à longue distance. Pour ce faire la réponse à  $3\omega$  est étudiée en fonction de la distance  $d$  séparant l'extrémité du filament de la surface de l'échantillon. Cette étude est réalisée pour des distances supérieures à  $10 \mu\text{m}$  sur l'ensemble du spectre de fréquences étudié jusqu'à présent. Elle aboutit à la mise en évidence d'un phénomène d'élévation de la température de la sonde à une distance caractéristique de la fréquence d'excitation. Afin de mieux comprendre les origines de ce phénomène, la recherche des paramètres caractéristiques est réalisée et fait suite à l'étude expérimentale.

### IV.2.1 Approche expérimentale

Le dispositif expérimental utilisé dans cette étude est présenté dans le chapitre II. Rappelons simplement que les mesures sont obtenues sous un environnement parfaitement stable grâce à l'utilisation d'une cloche de protection. De plus un dispositif de positionnement de grande précision, d'une résolution de  $20 \text{ nm}$ , permet le maintien de l'altitude de la sonde le temps nécessaire à la stabilisation du signal. Une attention particulière est portée à la reproductibilité des phénomènes observés ainsi qu'à leur indépendance aux directions de déplacement appliquées.

La figure IV-4 représente l'évolution en amplitude et en phase de la réponse à  $3\omega$  de la sonde au cours de son approche vers la surface de l'échantillon. La distance nulle caractérise le point de contact avec l'échantillon de cuivre utilisé. Notre étude s'étend jusqu'à une distance de  $4 \text{ mm}$  de la surface. Quelle que soit la fréquence étudiée, la présence de l'échantillon n'influence pas significativement la réponse de la sonde, et donc sa température,

pour les distances supérieures à 300  $\mu\text{m}$ . Pour les distances inférieures, la diminution de l'amplitude est d'autant plus importante que la fréquence est faible alors que la variation du déphasage est maximale pour les fréquences comprises entre 200 et 400 Hz. Ces variations apparaissent alors monotones et traduisent l'augmentation des échanges de chaleur entre la sonde et l'échantillon à travers l'air environnant.



**Figure IV-4 :** Evolution, en amplitude et en phase, de la réponse à  $3\omega$  en fonction de la distance  $d$  séparant l'extrémité de la sonde de la surface d'un échantillon de cuivre sur l'ensemble des huit fréquences du spectre étudié [RAP2006]. La sonde est traversée par un courant électrique de 50 mA.

Afin de comparer plus finement les réponses aux diverses fréquences, ces dernières ont été normalisées par rapport à celles obtenues en l'absence d'échantillon c'est-à-dire pour de grandes distances  $d$ . L'analyse de ces mesures montre que la présence de l'échantillon est détectée par la sonde à partir d'une distance maximale de 2 mm pour une fréquence d'excitation de 2 Hz (figure IV-5 a et b). Cette distance de détection décroît avec l'augmentation de la fréquence. La précision de cette évaluation dépend de la résolution de notre dispositif expérimental. Ainsi la stabilité de la mesure est supérieure à 1  $\mu\text{V}$  pour des tensions de l'ordre de 3 mV. L'étude des réponses, normalisées par rapport à la réponse à longue distance, met en évidence l'apparition d'une irrégularité dans les évolutions, laquelle se caractérise par une élévation de l'amplitude et une diminution du déphasage (figure IV-5 c et d). Ce phénomène est plus marqué sur l'amplitude et traduit l'élévation de la température de la sonde pendant le rapprochement de l'échantillon. Cette élévation atteint un maximum à une distance  $d_c$  caractéristique de la fréquence de modulation, distance décroissant avec l'augmentation de la fréquence. L'amplitude du phénomène est maximale à une fréquence de 400 et 800 Hz respectivement pour l'amplitude et le déphasage de la réponse. La figure IV-6 présente la comparaison des distances caractéristiques pour l'amplitude et la phase et révèle une plus grande sensibilité à la présence de l'échantillon pour le déphasage. La comparaison avec la longueur de diffusion thermique dans l'air  $\left(\sqrt{a_a/\pi f_t}\right)$ , avec  $a_a$  la diffusivité thermique et  $f_t$  la fréquence thermique, suggère une dépendance de ce phénomène aux propriétés thermique du gaz environnant.

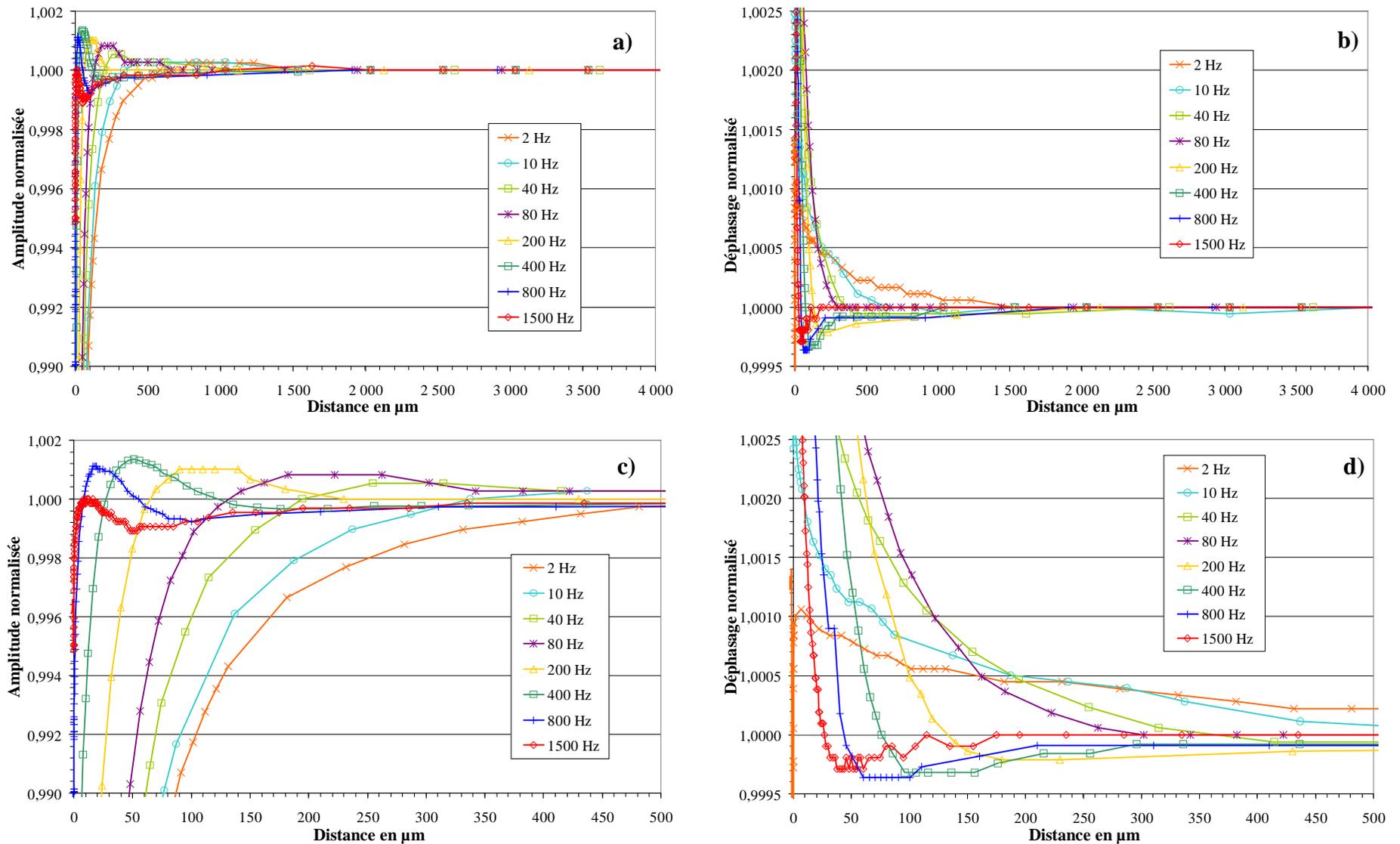
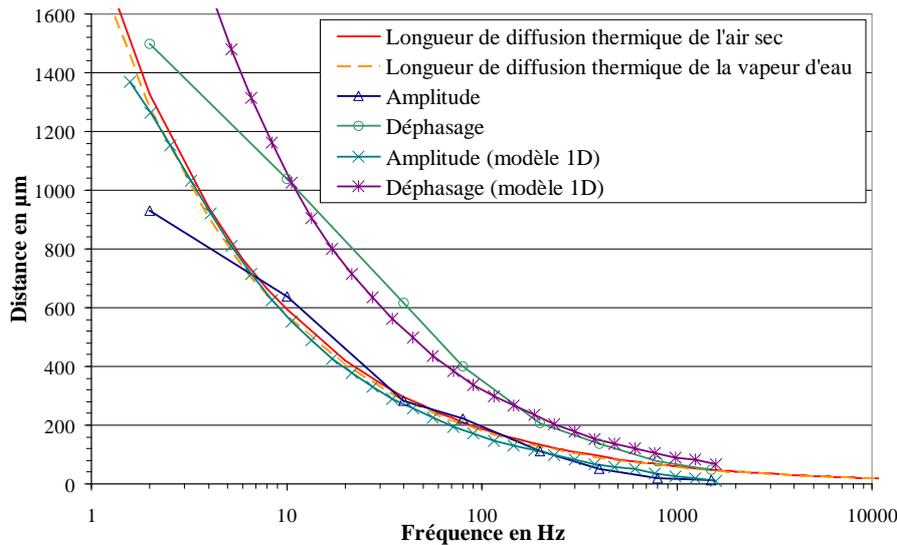


Figure IV-5 : Evolution normalisée, en amplitude et en phase, de la réponse à  $3\omega$  en fonction de la distance  $d$  séparant l'extrémité de la sonde de la surface d'un échantillon de cuivre sur l'ensemble des huit fréquences du spectre étudié [RAP2006]. La sonde est traversée par un courant électrique de 50 mA.



**Figure IV-6 :** Evolution de la distance caractéristique  $d_c$  du phénomène d'élévation de la température de la sonde en fonction de la fréquence de modulation électrique [RAP2006]. Comparaison avec les longueurs de diffusion thermique de l'air sec et de la vapeur d'eau. Le modèle 1D est une application de l'approche multicouche du problème de propagation des ondes de diffusion thermique [GRO1997].

Deux hypothèses peuvent être avancées afin d'expliquer ce phénomène. L'élévation locale de l'amplitude de la réponse peut être liée soit à une réduction des pertes convectives soit à un phénomène de résonance dans la propagation des ondes de diffusion thermique. En effet la première hypothèse est envisageable dans la mesure où la présence de l'échantillon dans la proximité immédiate de la sonde bloque partiellement les turbulences de l'air. Le phénomène peut aussi s'interpréter comme un effet de l'amplification du champ de température (principalement à la fréquence  $2\omega$ ) entre la sonde et l'échantillon, expliqué par la réflexion d'onde de diffusion thermique [SHE1995] [GRO1998].

En effet, dans le mode de fonctionnement à courant alternatif, la température de la sonde oscille de façon périodique. En mode conductif, c'est tout l'ensemble sonde, air environnant, et échantillon qui est sujet à ce champ alternatif, assimilable en régime établi à un champ d'ondes de diffusion thermique. En particulier, du fait de la réflexion de ces ondes à la surface entre l'air et l'échantillon, un phénomène d'interférences s'installe alors entre l'onde incidente et l'onde réfléchi. La sonde se trouve par conséquent immergée dans un champ d'interférences dont l'amplitude et la forme dépendent de la distance sonde-échantillon, de la fréquence de modulation thermique et de l'inclinaison du filament par rapport à l'horizontal.

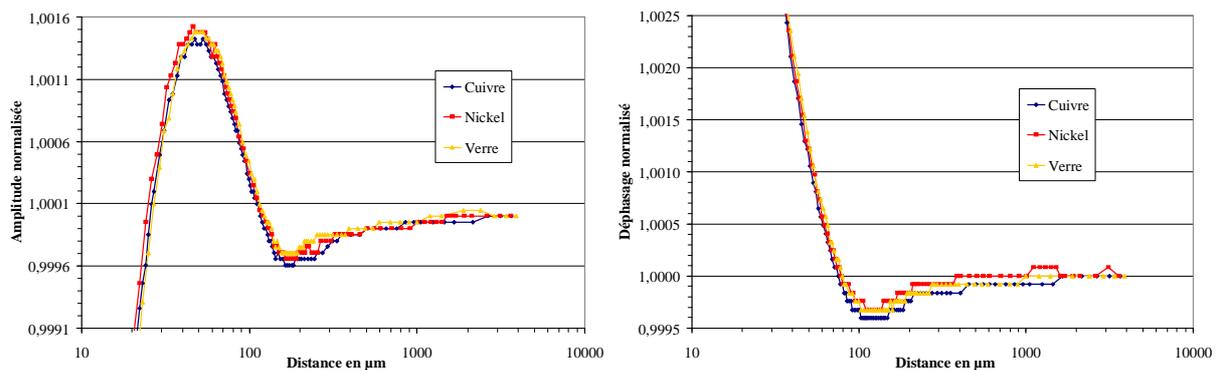
Dans le but d'étudier le rôle de l'échantillon dans l'établissement du phénomène observé, les évolutions de la réponse sont comparées dans le cas des échantillons de cuivre, verre et nickel. La figure IV-7 représente l'évolution de ces réponses sous une fréquence de modulation électrique de 400 Hz. Il apparaît alors que les évolutions en amplitude et en phase se superposent pratiquement. Le phénomène observé semble par conséquent indépendant des propriétés thermiques du matériau étudié. Cette observation est confirmée par le calcul du coefficient de réflexion à l'interface air-échantillon [GRO1997] :

$$r_{air-éch} = \frac{k_{air}\lambda_{air} - k_{éch}\lambda_{éch}}{k_{air}\lambda_{air} + k_{éch}\lambda_{éch}} \quad \text{Équation IV-6}$$

avec le vecteur d'onde :

$$k_j = \sqrt{\frac{in\omega}{a_j}} \quad \text{Équation IV-7}$$

où  $\omega$  représente la pulsation de l'excitation électrique,  $n$  l'ordre harmonique de l'onde thermique et  $a$  la diffusivité thermique du milieu considéré. Précisons que ce coefficient peut également être exprimé en fonction des effusivités des différents matériaux. L'analyse de l'équation IV-6 révèle que, quelle que soit la nature de l'échantillon, le produit  $k_{éch}\lambda_{éch}$  étant fortement supérieur au produit  $k_{air}\lambda_{air}$ , le coefficient de réflexion est toujours voisin de -1 : en régime alternatif l'échantillon se comporte, pour cet échange avec l'air conductif, comme un puits thermique (sa température de surface ne s'élève pas). Sous ces conditions, le phénomène d'interférence est maximal lorsque la distance séparant la sonde de l'échantillon est égale approximativement à la longueur de diffusion thermique dans l'air, à la fréquence thermique considérée.



**Figure IV-7 :** Comparaison de l'évolution de la réponse à  $3\omega$  en fonction de la distance  $d$  pour trois échantillons de conductivité thermique variée (cuivre, nickel, verre) sous une fréquence de modulation électrique de 400 Hz.

Ce phénomène d'interaction à longue distance dépendant exclusivement du mode de fonctionnement à courant alternatif est un phénomène intéressant résultant de l'étude des échanges thermiques entre la sonde et l'échantillon. Afin de tester l'ensemble des hypothèses énoncées, une étude théorique est réalisée, dans le paragraphe suivant, à partir d'une approche reposant sur la méthode des éléments finis.

## IV.2.2 Modélisation de la mesure par la méthode des éléments finis

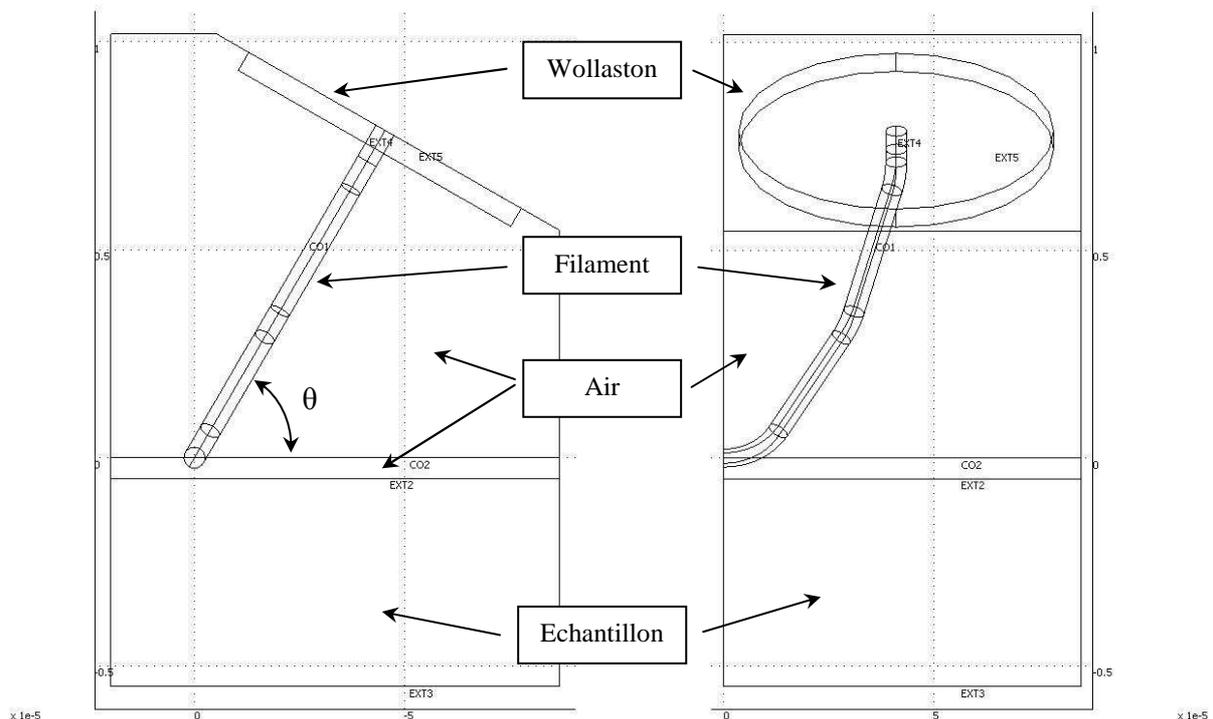
Dans le but d'interpréter nos résultats expérimentaux, une modélisation tridimensionnelle de la configuration géométrique sonde-échantillon a été développée. Basée sur la méthode des éléments finis, notre approche s'attache à représenter la géométrie réelle de la sonde par rapport à l'échantillon. Outre la mise en évidence théorique du phénomène

observé expérimentalement, notre modèle permet la vérification des hypothèses émises et l'identification des paramètres prépondérants.

#### IV.2.2.1 La géométrie

L'approche adoptée pour cette étude repose sur le modèle de la demi-sonde présenté au chapitre précédent. L'air environnant et l'échantillon sont alors pris en compte *via* l'adjonction de volumes de dimensions finies. Les échanges thermiques entre la sonde et l'échantillon sont simplement modélisés par une approche conductive. Ainsi le gaz environnant est représenté par un milieu solide ayant les propriétés thermiques de l'air (tableau IV-3).

En plus des paramètres géométriques de l'élément chauffant, notre modèle offre la possibilité de faire varier précisément l'angle d'inclinaison  $\theta$  de la sonde et la distance sonde-échantillon  $d$ . La figure IV-8 représente la structure géométrique modélisée. Dans le but d'automatiser la procédure de modélisation, l'ensemble des volumes représentant l'air et l'échantillon est dimensionné automatiquement en fonction des paramètres géométriques de la sonde, de l'inclinaison  $\theta$  et de la distance  $d$ . Cette génération automatique de la géométrie assure ainsi la fiabilité et la reproductibilité des modélisations.



**Figure IV-8 : Représentations de la structure géométrique adoptée pour étudier l'interaction thermique entre la sonde et l'échantillon.**

Cette structure est décomposée suivant une procédure identique à celle présentée au chapitre III. Les paramètres caractéristiques sont choisis de manière à optimiser le maillage des zones étroites et présentant de fortes courbures. Elle aboutit à une décomposition d'environ 9000 éléments, laquelle dépend des paramètres géométriques prédéfinis. En

pratique, le nombre d'éléments croît légèrement avec la distance  $d$  mais également pour les très petites distances.

Le tableau IV-3 rassemble les valeurs des propriétés thermiques des matériaux retenus dans nos approches théoriques.

	Conductivité thermique $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$	Chaleur spécifique $\text{J.K}^{-1}.\text{kg}^{-1}$	Masse volumique $\text{kg.m}^{-3}$
Air	0,0262	1006	1,21
Verre	1,16	720	3772
Nickel	90,9	8900	444
Cuivre	401	8960	385

**Tableau IV-3 : Propriétés thermiques des matériaux utilisés dans nos diverses approches théoriques [INC1985].**

#### ***IV.2.2.2 Les conditions aux limites***

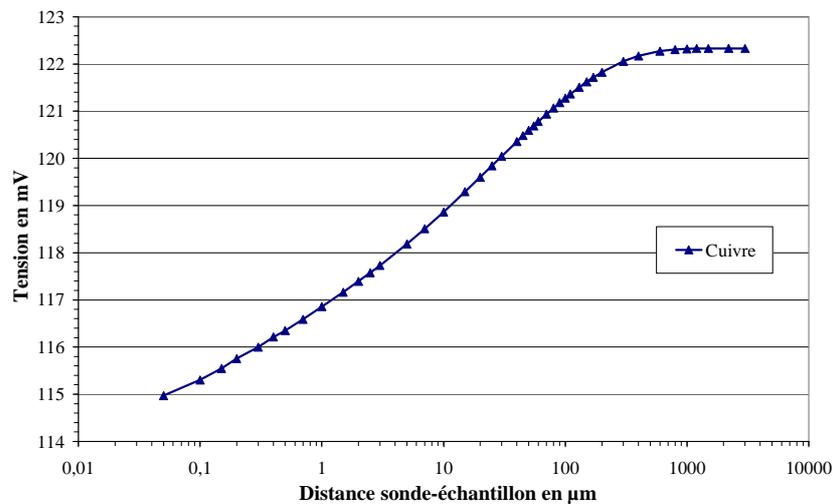
Les conditions appliquées aux limites de ce modèle se résument à la prise en compte des dimensions réelles des volumes définissant l'environnement du filament. Le fil de Wollaston est intégré de façon identique au modèle précédent (chapitre III). Les échanges convectifs à la surface du filament sont remplacés par des transferts de chaleur purement conductifs.

Le caractère infini du volume d'air est représenté par un coefficient d'échange convectif équivalent noté  $h_{air}$ . Sa valeur est fixée à  $5 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ . La même démarche est appliquée à l'échantillon. Le coefficient d'échange équivalent  $h_{éch}$  est alors évalué à partir de l'estimation du flux de chaleur transmis par conduction avec une approche unidimensionnelle. L'échantillon est supposé s'étendre de 5 mm de part et d'autre des limites de la géométrie retenue. Pour les trois matériaux étudiés, les valeurs suivantes sont utilisées : pour le verre,  $230 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$  ; pour le nickel,  $18200 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$  et pour le cuivre,  $80000 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ . Une étude de sensibilité de notre modèle nous a montré toutefois que la réponse à  $3\omega$  demeure presque insensible à ces valeurs tant que la sonde ne rentre pas en contact avec l'échantillon.

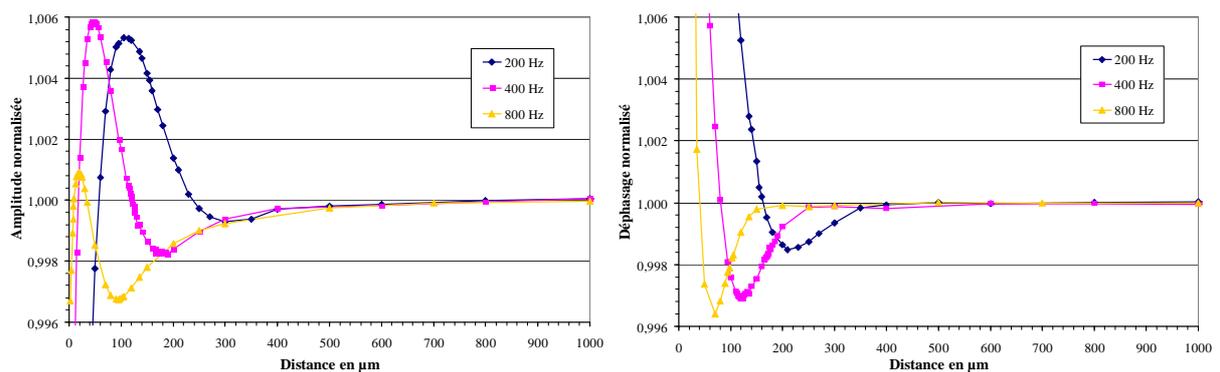
#### ***IV.2.2.3 Validation du modèle***

Notre modèle peut être utilisé pour étudier indifféremment la réponse de la sonde dans les modes de fonctionnement à courant continu et alternatif (qu'il soit purement sinusoïdal ou non). La figure IV-9 présente l'évolution de la tension aux bornes de la sonde en fonction de la distance sonde-échantillon dans le mode de fonctionnement à courant continu. L'inclinaison du filament est fixée à 60 degrés par rapport à l'horizontale. Un échantillon de cuivre est considéré. Les résultats obtenus présentent un comportement semblable à la réponse expérimentale laquelle se caractérise par trois régimes de transfert. On peut distinguer : un palier pour les distances supérieures à  $100 \mu\text{m}$  et une décroissance de la

réponse se poursuivant par une allure asymptotique. L'amplitude de la réponse apparaît comme étant du même ordre de grandeur que l'expérience (figure II-17). L'écart entre la théorie et l'expérience s'explique principalement par le fait que la sonde modélisée ne correspond pas à la sonde utilisée expérimentalement. L'analyse de cette réponse révèle que la présence de l'échantillon n'est détectée que pour les distances inférieures à 100  $\mu\text{m}$ , ce qui représente un ordre de grandeur de moins que le seuil de détection expérimental (figure II-17). Ce seuil expérimental doit toutefois être considéré avec précaution compte tenu du phénomène de décharge de la batterie entachant les mesures (paragraphe II.4.1). On constate également que l'amplitude de variation de la réponse, au cours de l'approche, est près de trois fois inférieure à l'expérience.



**Figure IV-9 :** Evolution théorique de la réponse de la sonde au cours de l'approche vers un échantillon de cuivre dans le mode de fonctionnement à courant continu de 50 mA. Ces résultats sont obtenus par application de la méthode des éléments finis pour un volume d'air purement conducteur.



**Figure IV-10 :** Evolution normalisée de la réponse théorique à  $3\omega$  en fonction de la distance séparant la sonde d'un échantillon de verre. Trois fréquences sont retenues : 200 Hz, 400 Hz et 800 Hz. La sonde est alimentée par un courant de 50 mA.

La figure IV-10 présente les évolutions normalisées de la réponse à  $3\omega$  calculée à partir de notre modèle numérique pour trois fréquences de modulation. Comme observé expérimentalement (figure IV-5), on constate la corrélation du phénomène à la fréquence

appliquée. L'amplitude du phénomène apparaît ainsi maximale pour une fréquence de 400 Hz tandis que le minimum du déphasage est obtenu avec une fréquence de 800 Hz.

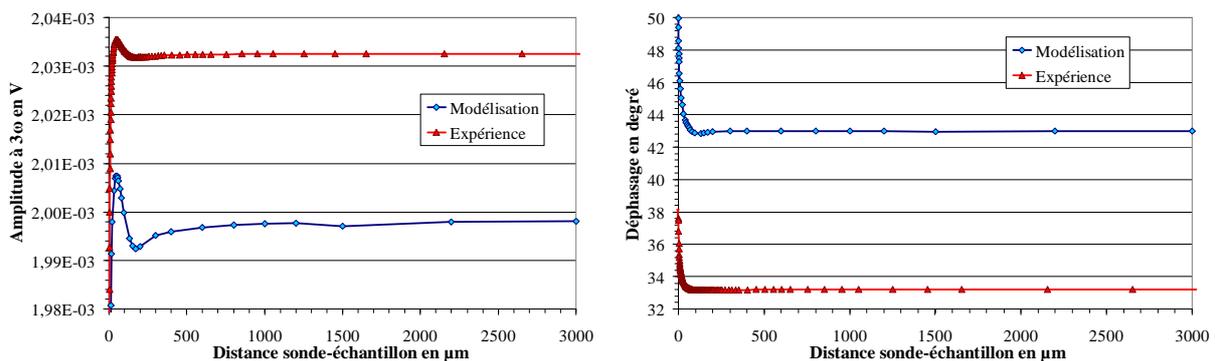
Ces premiers résultats démontrent la validité de notre approche et des hypothèses retenues. Dans la suite de l'étude, nous analyserons ce phénomène pour l'unique fréquence de 400 Hz correspondant à l'extension maximale de l'amplitude.

### IV.2.3 Analyse du phénomène d'interférences

Le modèle d'éléments finis permet l'étude de l'évolution temporelle de la tension aux bornes de la sonde dans certaines configurations données. Cette approche théorique est simplifiée par l'utilisation d'un dispositif expérimental offrant la possibilité d'atteindre l'établissement et l'équilibre des transferts de chaleur pour chaque distance sonde-échantillon choisie. Faisant suite à la comparaison des résultats avec l'expérience, cette section abordera la sensibilité du phénomène observé aux propriétés thermiques de l'échantillon ainsi qu'à l'inclinaison  $\theta$  du filament.

#### IV.2.3.1 Influence de l'échantillon

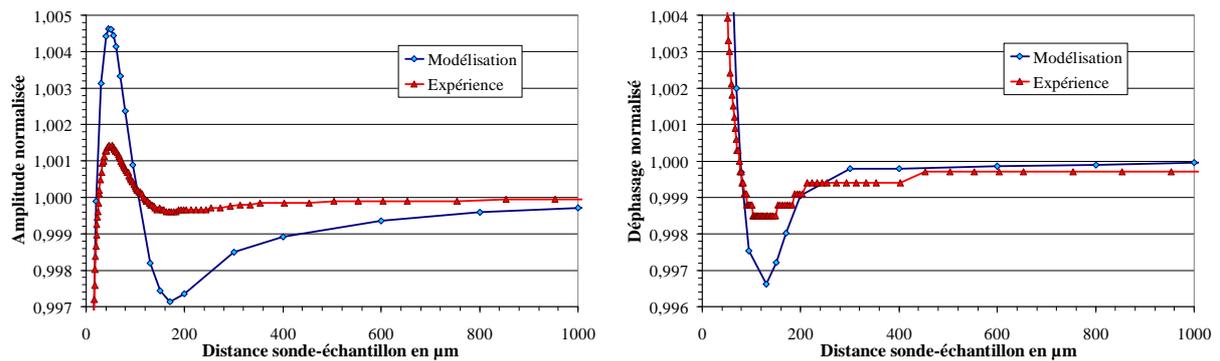
Les figures IV-11 confrontent les résultats de notre modélisation aux résultats expérimentaux obtenus avec un échantillon de cuivre pour une fréquence de modulation du courant de 400 Hz. Les propriétés thermiques et géométriques de la sonde utilisée, nommée T3, sont celles évaluées par méthode inverse au chapitre III. L'inclinaison de la sonde est donnée par le constructeur, soit 60 degrés. Nous constatons tout d'abord que notre approche théorique permet la reproduction des observations et ceci quelle que soit la fréquence de modulation. Comme observé expérimentalement, les conséquences de ce phénomène sont plus marquées sur l'amplitude de la réponse que sur son déphasage.



**Figure IV-11 :** Comparaison en amplitude et en phase des réponses à  $3\omega$  théoriques et expérimentales en fonction de la distance sonde-échantillon. La sonde est alimentée par un courant sinusoïdal de 50 mA modulé à une fréquence de 400 Hz.

L'analyse de ces réponses à  $3\omega$  (figure IV-11) révèle que l'amplitude et le déphasage théoriques sont respectivement inférieure et supérieur à l'expérience quelle que soit la distance  $d$ . La présence de l'échantillon n'est donc pas la cause de l'écart observé, lequel est

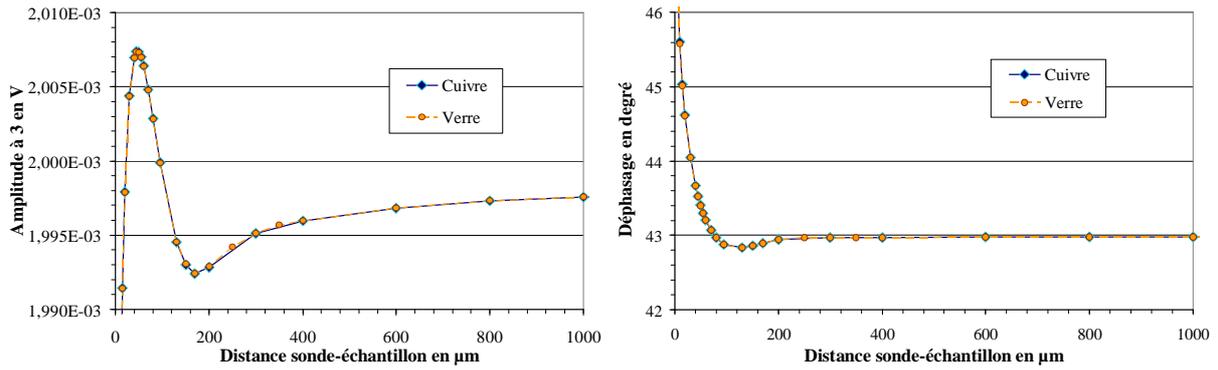
inférieur à 2 % pour l'amplitude. A longue distance, c'est-à-dire lorsque les interactions entre la sonde et l'échantillon sont négligeables, la réponse à  $3\omega$  peut être comparée à la réponse obtenue avec le modèle de la sonde seule. La seule différence entre ces deux approches réside dans la manière d'intégrer l'air environnant. On en déduit que la modélisation de l'air par un milieu conducteur tend à maximiser les pertes de chaleur et par conséquent à abaisser l'amplitude de la réponse (figure IV-11). La figure IV-12 présente les évolutions normalisées en amplitude et en phase de la réponse à  $3\omega$  et permet la comparaison des phénomènes observés. Il apparaît ainsi que la modélisation surestime l'ampleur du phénomène d'interférences.



**Figure IV-12 : Comparaison des réponses normalisées en fonction de la distance sonde-échantillon. La sonde est alimentée par un courant sinusoïdal de 50 mA modulé à une fréquence de 400 Hz.**

Pour cet essai expérimental à 400 Hz, la distance caractéristique  $d_c$  de l'élévation de température est estimée à 50 µm avec une incertitude maximale de 5 µm pour l'amplitude et à 127 µm avec une incertitude de 26 µm pour le déphasage. Concernant l'amplitude de la réponse, une seconde distance  $d_{c2}$  caractéristique d'un minimum local peut être évaluée à 173 µm avec une incertitude de 15 µm. Etant donnée la durée nécessaire à la résolution du problème numérique pour une configuration géométrique donnée (typiquement de 2 heures), la réponse de la sonde est évaluée en un nombre restreint de distance sonde-échantillon. L'analyse des réponses montre que les distances caractéristiques sont en parfait accord avec l'expérience avec respectivement  $48 \pm 8$  µm et  $170 \pm 25$  µm pour l'amplitude et  $130 \pm 28$  µm pour la phase.

Afin d'évaluer l'effet de la nature de l'échantillon sur le phénomène d'interférences, deux matériaux sont considérés. Nous avons retenu des échantillons aux comportements thermiques nettement différents, à savoir le cuivre et le verre. Le modèle utilisé est exactement identique dans les deux situations (géométrie et maillage identiques) ; seules les propriétés thermiques de l'échantillon sont modifiées. On constate sur la figure IV-13 la parfaite superposition des réponses quelle que soit la distance sonde-échantillon, laquelle confirme l'expérience. Une analyse fine de ces résultats théoriques montre que la variation du phénomène est inférieure à la résolution de la détection synchrone pour le calibre de mesure retenu, soit 0,1 µV pour l'amplitude et 0,01 ° pour la phase.



**Figure IV-13 :** Comparaison des réponses obtenues par modélisation avec des échantillons de verre et de cuivre pour une inclinaison du filament de 60 degrés. La sonde est alimentée par un courant sinusoïdal de 50 mA modulé à une fréquence de 400 Hz.

#### IV.2.3.2 Influence de l'inclinaison de la sonde

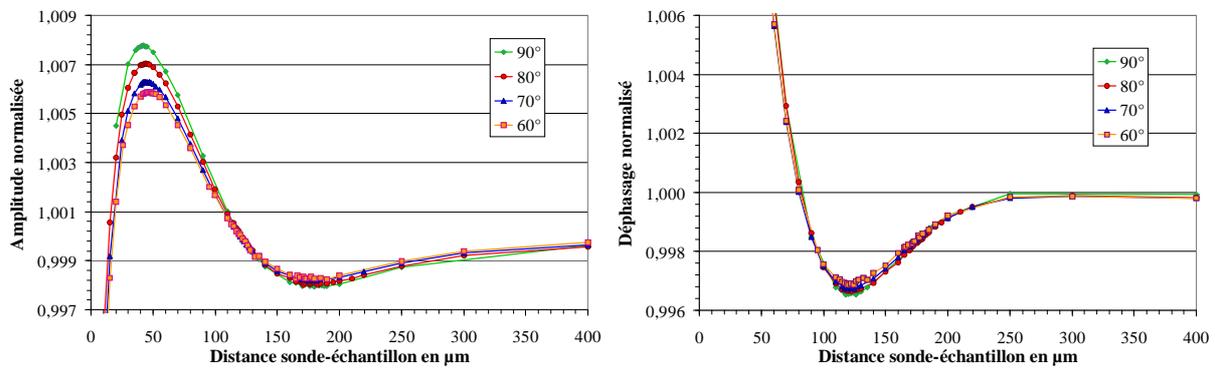
Notre modélisation offre la possibilité d'étudier l'impact de l'inclinaison  $\theta$  du filament sur la réponse de la sonde et, en particulier, sur le phénomène d'interférences. Cette inclinaison est un des paramètres de la géométrie s'ajoutant au rayon et à la longueur du filament.

Notre approche par éléments finis définit le volume d'air comme dépendant de ces paramètres. La procédure de génération automatique de la géométrie permet un gain de temps non négligeable dans l'obtention des résultats et offre la possibilité d'intégrer le modèle dans diverses routines. Couplé à une rédaction en « ligne de commande » qui fonctionnalise le modèle, il est ainsi possible de programmer un ensemble d'exécution.

Bien sûr pour réduire le temps de calcul nécessaire aux résolutions, la description des volumes environnants la sonde est intégrée d'une façon assez grossière, susceptible d'une amélioration ultérieure. Dans la configuration présentée en figure IV-8, la description du problème utilise environ 9000 mailles, ce qui est déjà beaucoup. Elle offre toutefois l'inconvénient de rendre la réponse dépendante des conditions aux limites appliquées : lorsque l'inclinaison du filament varie, la surface du volume d'air varie et ainsi la quantité de chaleur évacuée en limites du volume de discrétisation. Cependant cela entraîne une faible variation de la réponse à  $3\omega$ , systématiquement inférieure à 1 % entre 40 et 80 ° d'inclinaison.

Toutefois, compte tenu de l'amplitude relativement faible du phénomène d'interférences, les réponses théoriques sont rapportées aux valeurs obtenues lorsque les interactions sonde-échantillon sont négligeables, soit pour une valeur de 3 mm. La figure IV-14 représente l'évolution normalisée de la réponse de la sonde en fonction de la distance sonde-échantillon pour diverses inclinaisons du filament. Pour des raisons de lisibilité, seules les réponses relatives aux inclinaisons supérieures à 60 degrés sont représentées (figure IV-14). L'analyse de ces résultats met en évidence l'évolution de l'intensité et de la localisation du phénomène observé. Comme relevé expérimentalement, les effets de ce phénomène sur l'amplitude et la phase ne se superposent pas : quelles que soient les conditions

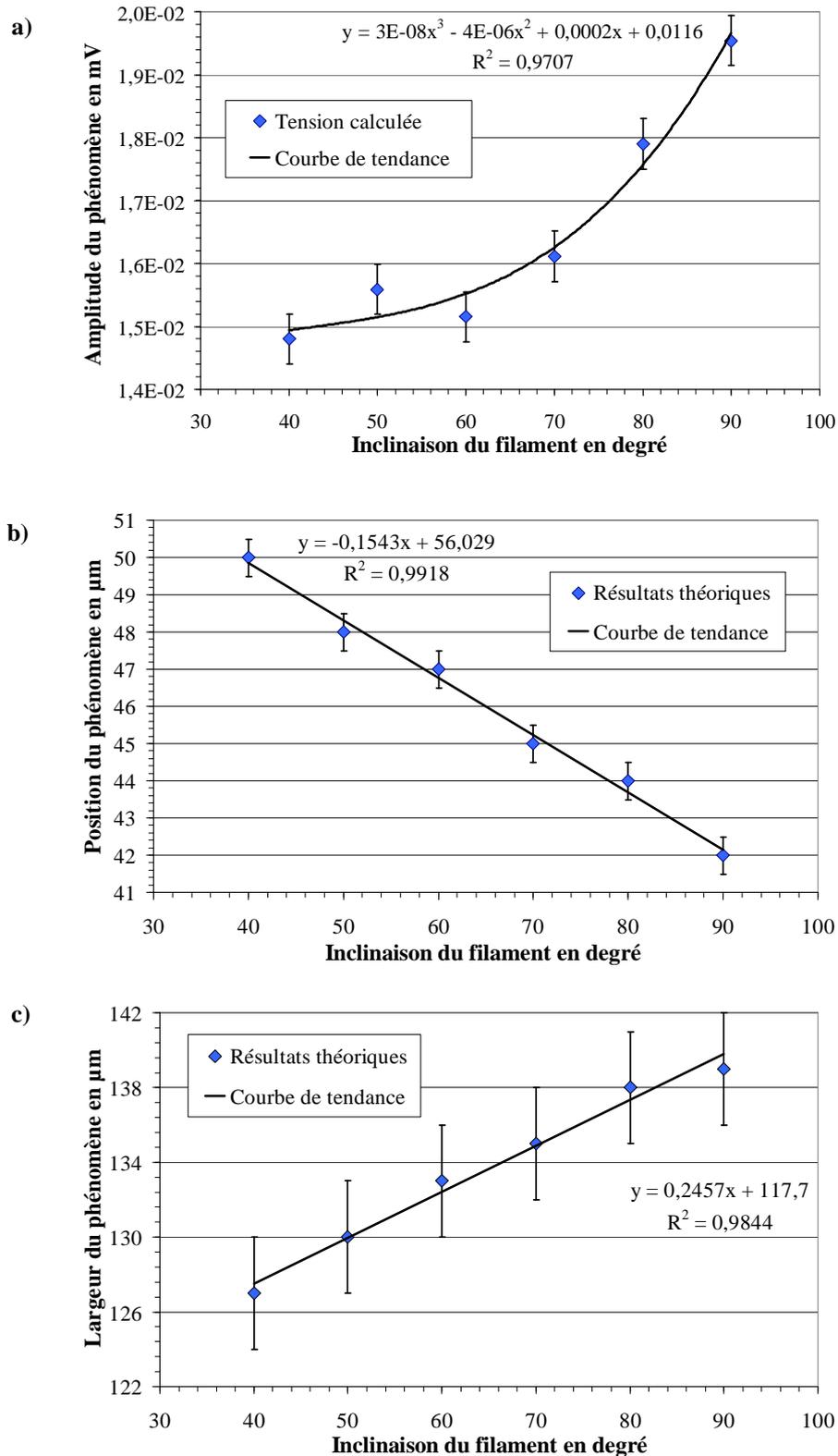
expérimentales retenues, la distance caractéristique relative au déphasage est systématiquement supérieure à celle relative à l'amplitude (figure IV-7).



**Figure IV-14 :** Evolution théorique et normalisée de la réponse, en amplitude et en phase, en fonction de la distance sonde-échantillon pour différentes inclinaisons du filament par rapport à la surface de l'échantillon. Ces résultats sont obtenus avec un courant de sonde de 50 mA, sous une fréquence de 400 Hz.

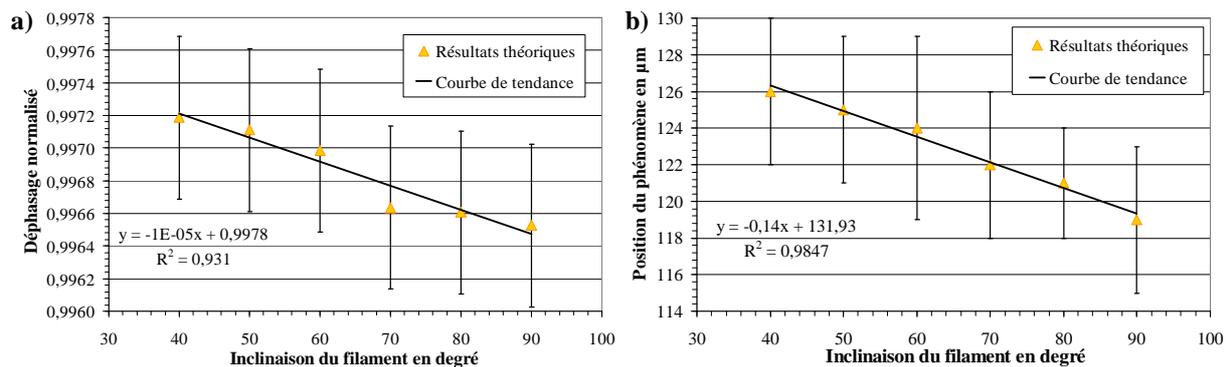
Définissons l'amplitude caractéristique du phénomène comme la variation de réponse entre les maximum et minimum situés respectivement à environ 50 et 170  $\mu\text{m}$  de l'échantillon. L'analyse de cette amplitude (figure IV-15a) montre l'augmentation du phénomène lorsque l'angle d'inclinaison augmente. Une élévation de 32 % est alors mesurée au passage d'une inclinaison de 40 à 90 degrés. On constate également une faible variation pour les inclinaisons inférieures à 60 degrés. Les barres d'incertitude sont liées à l'échantillonnage de la distance sonde-échantillon. Elles caractérisent l'imprécision de la démarche théorique conduisant à l'évaluation des grandeurs caractéristiques. La figure IV-15b présente la position, relative à la surface de l'échantillon, du maximum de l'amplitude de la réponse à  $3\omega$  en fonction de l'inclinaison. Une évolution linéaire de cette distance caractéristique du phénomène d'interférences est observée. Sur la plage de variation considérée, la distance se réduit de 16 %. Par régression linéaire nous évaluons la position nominale, pour une inclinaison nulle du filament, à 56  $\mu\text{m}$  de la surface de l'échantillon. En plaçant le filament à la perpendiculaire de l'échantillon, nous obtenons une distance caractéristique de 42  $\mu\text{m}$ .

La largeur de ce phénomène est également étudiée en fonction de l'inclinaison  $\theta$  (figure IV-15c). Définie par la distance séparant le maximum et le minimum local de l'amplitude de la réponse à  $3\omega$ , on constate que la largeur du phénomène augmente de façon linéaire avec l'inclinaison. Sur la plage considérée, la variation de cette largeur est estimée à 9 %. Une valeur nominale de 118  $\mu\text{m}$  est évaluée par régression linéaire lorsque l'inclinaison du filament est nulle. Elle atteint 139  $\mu\text{m}$  pour un filament situé perpendiculairement par rapport à la surface.



**Figure IV-15 :** Evolution de l'amplitude du phénomène (a) et de la position du maximum de la réponse relativement à l'échantillon (b) en fonction de l'inclinaison du filament. La figure (c) présente la largeur du phénomène évaluée entre les positions relatives aux maximum et minimum de la réponse. Ces résultats sont obtenus par la méthode des éléments finis sous un courant de sonde de 50 mA à une fréquence de 400 Hz. Les caractéristiques dimensionnelles de la sonde T3 sont retenues ainsi qu'un échantillon de verre.

Malgré une sensibilité plus faible, le déphasage de la réponse à  $3\omega$  est également étudié. La figure IV-16 présente l'évolution du minimum du déphasage et sa position relative à la surface de l'échantillon en fonction de l'inclinaison du filament. Comme pour l'allure des courbes en fonction de la distance (figure IV-14), l'évolution du déphasage est l'opposée de celle de l'amplitude. On constate ainsi que, à l'inverse de l'amplitude, le déphasage décroît lorsque l'inclinaison augmente (figure IV-16a). La position de ce minimum évolue quant à elle de la même façon que les autres distances caractéristiques. Ainsi la distance séparant ce minimum de la surface de l'échantillon diminue d'environ 6 % au passage d'une inclinaison de 40 à 90 degrés.



**Figure IV-16 :** Evolution du déphasage et de la position relative à l'extremum du phénomène en fonction de l'inclinaison du filament. Le déphasage est normalisé par rapport à sa valeur hors interaction sonde-échantillon. Ces résultats sont obtenus par la méthode des éléments finis sous un courant de sonde de 50 mA à une fréquence de 400 Hz. La sonde T3 est modélisée et l'échantillon est en verre.

### IV.2.3.3 Interprétation des résultats

L'approche numérique que nous venons de présenter utilise l'hypothèse de la prédominance des transferts par conduction dans l'établissement du phénomène observé. Pour les distances considérées l'absence de corrélation entre la réponse de la sonde et les propriétés thermiques de l'échantillon est alors expliquée par la réflexion totale de l'onde de diffusion thermique par la surface du matériau. Ceci est la traduction à trois dimensions de la précédente approche analytique unidimensionnelle. En particulier les variations de la localisation et de l'amplitude du phénomène en fonction de la fréquence (figure IV-10) sont, quant à elles, compatibles avec l'établissement d'un phénomène d'interférences d'onde de diffusion thermique.

Comme vu précédemment, l'inclinaison influence l'amplitude, la position et l'extension spatiale du phénomène. Cependant l'interprétation en termes simples des diverses caractéristiques de ces réponses est rendue délicate. Ceci provient tout d'abord de la géométrie tridimensionnelle (forme de la sonde et inclinaison par rapport à la normale à la surface), de l'approximation plus ou moins grossière de la description par éléments finis (qui demanderait un affinement éventuel) et surtout du fait du mode de fonctionnement de la sonde, à la fois

source et détecteur des oscillations de la température (rappelons de plus que le champ de température le long de la sonde n'est pas uniforme).

Ainsi cette étude met-elle en évidence la complexité du transfert de chaleur entre la sonde thermorésistive et l'échantillon dans le mode de fonctionnement à courant alternatif. Pour des distances de plusieurs micromètres de la surface, la présence des divers échantillons se manifeste par le phénomène d'interférences des ondes thermiques. Compte tenu des caractéristiques du milieu coupleur (l'air) et des interfaces air-échantillon, le phénomène est alors globalement indépendant de la nature de ces échantillons.

## IV.3 Transferts aux courtes distances

L'étude précédente montre que la présence de l'échantillon est détectée par la sonde sur des distances de plusieurs centaines de micromètres. Au-delà, aucune interaction n'est mesurable. Toutefois, pour les distances supérieures à 10  $\mu\text{m}$ , les réponses à  $3\omega$  semblent indépendantes des propriétés thermiques des matériaux étudiés. Nous proposons dans le paragraphe suivant l'analyse des réponses expérimentales et théoriques de la sonde pour les distances inférieures à 10  $\mu\text{m}$ . Cette étude est précédée d'un rappel concernant les diverses hypothèses en vigueur relatives aux interactions sonde-échantillon.

### IV.3.1 Les diverses hypothèses

L'échange de chaleur entre la sonde thermo-résistive et le matériau est un phénomène complexe faisant intervenir un grand nombre de paramètres tant physiques que géométriques. La nature de ce transfert de chaleur varie en fonction de la distance  $d$  séparant la sonde de l'échantillon [XU1994] [GOM1999]. En sa présence, la sonde thermique transmet de la chaleur à l'échantillon principalement à travers les modes suivants :

- ◆ Lorsque la sonde se trouve en contact, un transfert de chaleur par conduction se met en place.

- ◆ Ce dernier est éventuellement accompagné d'un transfert *via* le ménisque lié à la couche d'eau présente à la surface des deux matériaux et dépendant de la température de la sonde,

- ◆ Un transfert balistique participe à cet échange de chaleur et caractérise la thermalisation directe des molécules d'air d'une surface à l'autre des matériaux, ce mode est supposé prépondérant lorsque la distance  $d$  est inférieure au libre parcours moyen des molécules d'air  $l_m$  [WIL1986].

- ◆ Lorsque la distance  $d$  devient supérieure à  $l_m$ , un transfert de chaleur par diffusion s'établit. La chaleur est transmise par collision successive des molécules d'air. Le flux thermique échangé suit alors une loi inversement proportionnelle à la distance  $d$ .

A ces transferts, deux modes d'échange radiatif sont à ajouter :

◆ Tout d'abord lorsque la distance  $d$  est supérieure à la longueur d'onde  $\lambda_T$  caractéristique de l'émission à une température donnée, les lois classiques du rayonnement peuvent être appliquées. Pour une température de 300 K, la longueur d'onde caractéristique du maximum d'émission est d'environ 10  $\mu\text{m}$ . Ainsi ce flux radiatif échangé, aisément estimé en première approche par l'approximation du corps noir, est de l'ordre du microwatt lequel est négligeable devant les autres flux [GOM1999] [LEF2004a].

◆ Lorsque la distance  $d$  est inférieure à  $\lambda_T$ , un transfert radiatif de champ proche s'établit. Sous cette condition, les champs résultant des fluctuations de densité de charges thermiquement excitées ne se propagent pas mais restent localisés près de la surface des milieux. Ces champs évanescents diminuent exponentiellement avec la distance d'éloignement  $z$  de la surface considérée. Le transfert d'énergie s'établit alors uniquement lorsque l'un des milieux pénètre dans le champ évanescent du second. L'intensité de ce transfert varie en  $z^{-3}$  pour des distances inférieures à 2  $\mu\text{m}$  [XU1994].

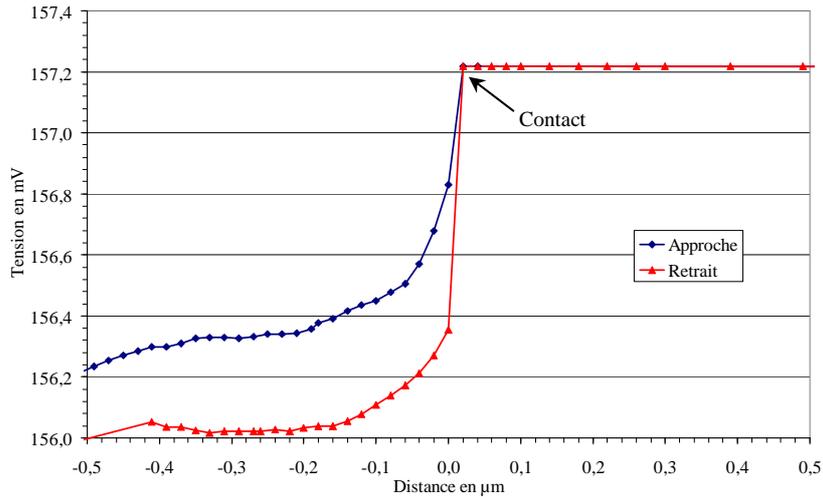
L'équilibre thermique de la sonde est obtenu en incorporant principalement les pertes convectives liées à la présence du milieu environnant et les fuites vers les fils de Wollaston et le support. L'obtention de mesures quantitatives nécessite l'évaluation de l'importance relative de chacune de ces contributions. L'étude suivante de la réponse à  $3\omega$  est menée en fonction de la distance séparant l'extrémité de la sonde de la surface de l'échantillon. Cette étude est réalisée pour des distances inférieures à 10  $\mu\text{m}$  sur l'ensemble du spectre de fréquences considéré jusqu'à présent et se limite au point précédant le contact.

### IV.3.2 Approche expérimentale du transfert aux courtes distances

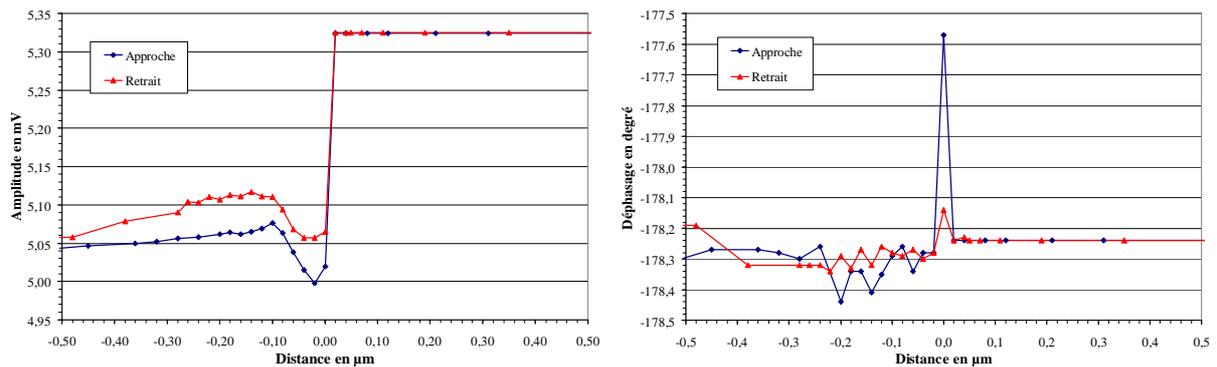
Dans le but d'estimer l'importance des différents modes de transfert entrant dans l'équilibre thermique de la sonde thermorésistive utilisée, une étude de sa réponse est réalisée en fonction de la distance la séparant de l'échantillon. Le dispositif expérimental est présenté dans le chapitre II. Rappelons simplement que les mesures sont obtenues sous un environnement parfaitement stable grâce à l'utilisation d'une cloche de protection et qu'un dispositif de positionnement de grande précision (résolution de 20 nm) permet le maintien de l'altitude de la sonde le temps nécessaire à la stabilisation du signal. Une attention particulière est portée à la reproductibilité des phénomènes observés ainsi qu'à leur indépendance au sens du déplacement appliqué.

#### IV.3.2.1 Etude sous vide

La réponse de la sonde est étudiée dans un premier temps sous un vide d'environ 1 Pa. La figure IV-17 présente les résultats obtenus en mode continu pour un échantillon de cuivre. La référence *zéro* des distances correspond au saut brutal de la réponse déterminant le contact. Les réponses correspondantes seront étudiées dans le chapitre suivant. La figure IV-18 présente la réponse à  $3\omega$  obtenue à une fréquence d'excitation de 2 Hz. Quel que soit le matériau utilisée et le mode de fonctionnement, le signal apparaît insensible à la distance sonde-échantillon.



**Figure IV-17 :** Evolution expérimentale de la tension aux bornes de la sonde en fonction de la distance sonde-échantillon dans le mode de fonctionnement à courant continu sous une pression environnante de 1 Pa. La distance est donnée avec une résolution de 20 nm. Les valeurs nulles représentent le contact avec l'échantillon de cuivre. L'intensité du courant circulant dans la sonde est fixée à 50 mA.



**Figure IV-18 :** Evolution expérimentale de la réponse à  $3\omega$  en fonction de la distance sonde-échantillon pour une fréquence de modulation de 2 Hz. La pression de l'air environnant est fixée à 1 Pa. La distance est donnée avec une résolution de 20 nm. En abscisse les valeurs nulles représentent le contact avec l'échantillon de diamant. L'intensité du courant circulant dans la sonde est fixée à 50 mA.

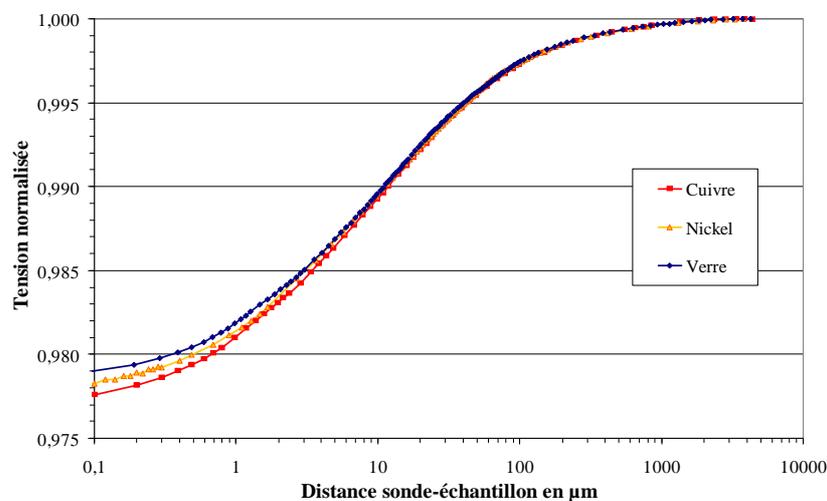
Deux observations sont à retenir de ces premières mesures. Tout d'abord, présentant des variations inférieures à 0,1 % pour les distances positives, la réponse sous vide est insensible à la distance sonde-échantillon. Ensuite la variation abrupte de la tension à la mise en contact tend à démontrer l'absence d'échange entre la sonde et l'échantillon quelle que soit la distance les séparant. En effet, en travaillant à pression réduite, les échanges *via* l'air environnant sont rendus négligeables. Ainsi en l'absence de contact, seuls les échanges radiatifs peuvent s'instaurer. Toutefois l'absence de variations notables de la réponse au cours de l'approche démontre le caractère négligeable de ce mode de transfert pour les distances égales et supérieures à 20 nm.

De l'analyse des mesures présentées ci-dessus, il apparaît une asymétrie de la réponse suivant le mouvement ascendant et descendant de la sonde lorsque cette dernière se trouve en

contact avec l'échantillon. Nous proposerons une interprétation de ce phénomène dans le chapitre suivant.

#### IV.3.2.2 Etude à pression atmosphérique

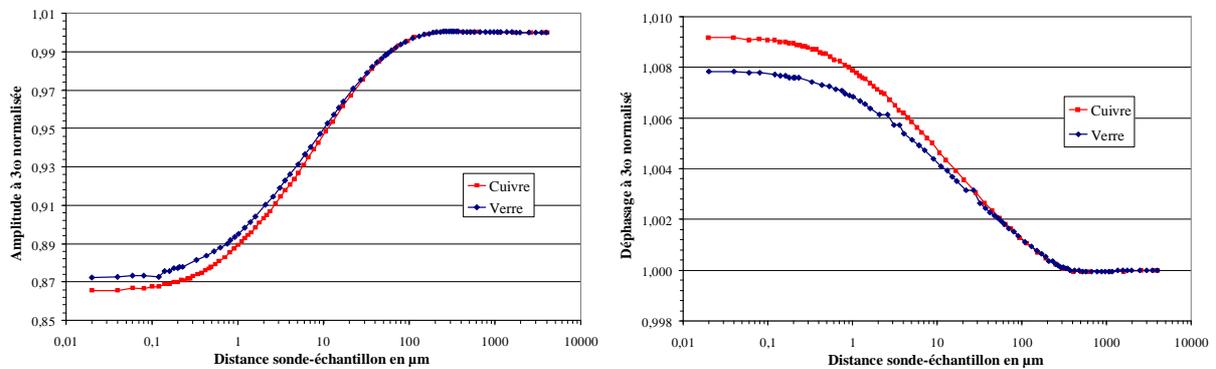
L'étude aborde à présent l'évolution de la réponse de la sonde à pression atmosphérique. La figure IV-19 présente les évolutions enregistrées dans le mode de fonctionnement à courant continu sous une intensité de 50 mA. On constate, comme nous l'avons remarqué précédemment, que la présence de l'échantillon est détectée pour les altitudes inférieures à 2 mm. Un transfert de chaleur s'installe alors entre la sonde et le matériau dont l'importance croît avec la réduction de la distance sonde-échantillon.



**Figure IV-19 :** Evolution expérimentale de la tension aux bornes de la sonde en fonction de la distance sonde-échantillon dans le mode de fonctionnement à courant continu à pression ambiante. L'intensité du courant circulant dans la sonde est fixée à 50 mA. Trois matériaux sont utilisés : cuivre, verre et nickel.

Dans le paragraphe précédent, le caractère conducteur du transfert de chaleur *via* l'air environnant a été mis en évidence. Le champ de température alternatif qui s'établit dans l'ensemble sonde-air-échantillon induit le phénomène d'interférence. Cependant la confrontation de cette hypothèse théorique et des résultats expérimentaux amène à envisager que les pertes de chaleur par convection participent aussi au refroidissement du filament, réduisant partiellement l'importance des transferts par conduction (voir figure IV-12 : phénomène d'interférences). Nous pouvons ainsi émettre l'hypothèse suivante. Pour les distances supérieures à 4 µm, la quantité de chaleur transférée par conduction et absorbée par l'échantillon est suffisamment faible pour induire une réponse à  $3\omega$  pratiquement indépendante de la nature du matériau considéré (figures IV-7 et IV-13). L'augmentation du transfert de chaleur *via* l'air environnant à l'approche de la sonde tend à rompre cette indépendance : la nature de l'échantillon se distingue donc pour les distances inférieures à 4 µm.

La figure IV-20 représente l'évolution expérimentale en amplitude et en phase de la réponse à  $3\omega$  au cours de l'approche de la sonde. Pour une fréquence de modulation de 40 Hz, la présence de l'échantillon est révélée à une distance de 200  $\mu\text{m}$  pour l'amplitude et de 400  $\mu\text{m}$  pour le déphasage. Comme observé précédemment lors de l'étude du phénomène d'interférences, cette distance de détection diminue avec l'augmentation de la fréquence.



**Figure IV-20 :** Evolution expérimentale de la réponse à  $3\omega$  en fonction de la distance sonde-échantillon à pression ambiante. L'intensité du courant circulant dans la sonde est fixée à 50 mA et modulée à une fréquence de 40 Hz. Deux matériaux sont utilisés : cuivre et verre.

L'altitude de distinction de la nature de l'échantillon se définit comme étant la distance pour laquelle les réponses à  $3\omega$  sont significativement différentes. Les mesures se révélant particulièrement stables nous avons choisi un seuil de détection égal à cinq fois la résolution du calibre choisi sur l'amplificateur à détection synchrone. Ainsi pour les fréquences inférieures à 800 Hz, la nature de l'échantillon est supposée détectée lorsque la différence des réponses dépasse 0,005 mV en amplitude et 0,05 degrés en déphasage. Pour les fréquences supérieures ou égales à 800 Hz et compte tenu de la faiblesse du signal mesuré, le seuil de détection en amplitude est fixé à  $5 \cdot 10^{-4}$  mV tandis que celui relatif à la phase ne peut être déterminé.

Les seuils de distinction résultants de cette évaluation, pour l'ensemble des fréquences étudiées, sont rassemblés et présentés sur la figure IV-21. On constate alors que le comportement thermique de l'échantillon étudié est identifiable en amplitude à une altitude d'autant plus faible que la fréquence de modulation est élevée. L'évolution de ce seuil de détection relatif au déphasage de la réponse est significativement différente de la précédente et présente un maximum à une fréquence de 200 Hz. Pour les fréquences supérieures à 400 Hz, on observe une forte diminution de cette altitude de distinction. La nature du matériau devient même indiscernable pour l'amplitude de la réponse.

Ces évolutions apparaissent ainsi clairement corrélées aux sensibilités et réponses fréquentielles, en amplitude et en phase, de la sonde thermorésistive (figures III-12 et II-11). En particulier la courbe relative au déphasage présente une allure asymétrique de son évolution (figure IV-21 comparativement à la figure III-12) contrairement à celle de la sensibilité qui est nulle aux basses fréquences.

L'analyse des réponses obtenues dans le mode continu met en évidence l'évolution du seuil de distinction en fonction de la différence des comportements thermiques des matériaux

étudiés. Ainsi l'altitude de distinction est d'autant plus élevée que la différence des propriétés thermophysiques est importante. Pour l'ensemble verre/cuivre le seuil est d'environ  $4 \mu\text{m}$  (figure IV-20), tandis que pour l'ensemble nickel/cuivre le seuil est d'environ de  $1 \mu\text{m}$  (courbes non représentées).

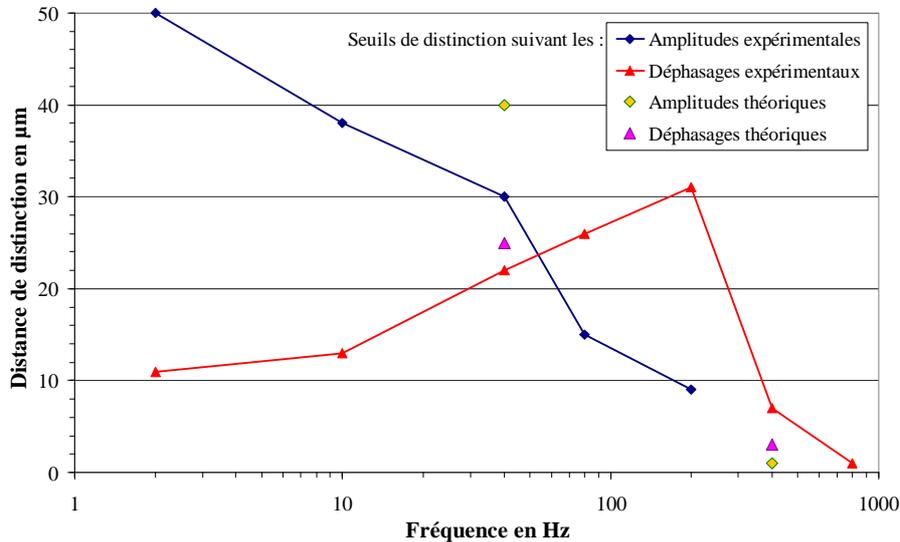


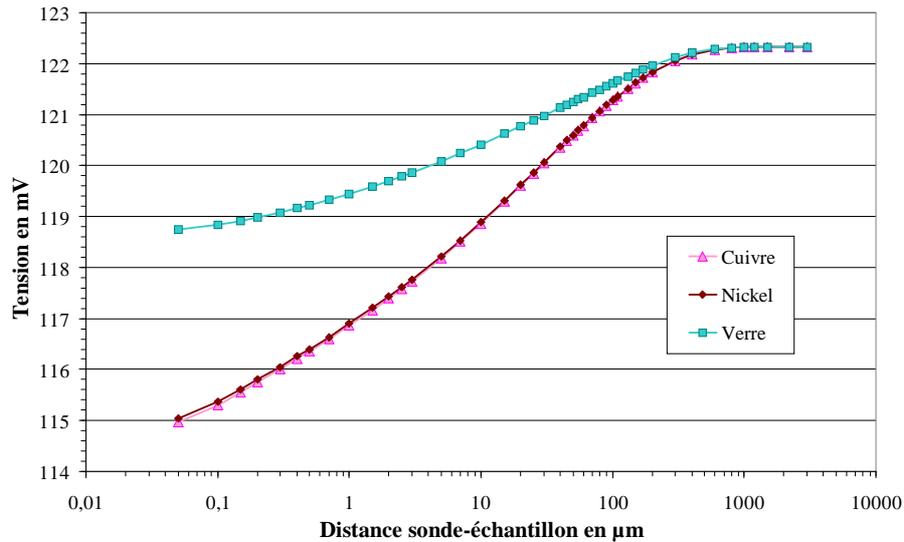
Figure IV-21 : Evaluation expérimentale de la distance de distinction de la nature de l'échantillon en fonction de la fréquence de modulation. Cette estimation est obtenue par comparaison des réponses à  $3\omega$  en fonction de la distance séparant la sonde de deux échantillons : cuivre et verre. L'intensité du courant circulant dans la sonde est fixée à 50 mA. Quatre valeurs théoriques sont présentées et seront étudiées dans la suite de cette étude.

### IV.3.3 Approche théorique

Nous présentons dans ce paragraphe une approche théorique des transferts de chaleur *via* l'air environnant en approximant ce dernier par un milieu purement conducteur. Les propriétés thermiques retenues sont les propriétés usuelles de l'air (tableau IV-3). Cette étude est réalisée suivant les deux modes de fonctionnement à courant continu et alternatif pour une intensité électrique de 50 mA. Le modèle utilisé est identique (géométrie et conditions aux limites) à celui présentée au paragraphe précédent (paragraphe IV-2.2) pour une inclinaison de  $60^\circ$ .

#### IV.3.3.1 Mode continu

Commençons tout d'abord par l'étude de la réponse de la sonde dans le mode de fonctionnement à courant continu. La figure IV-22 présente l'évolution de la tension aux bornes de la sonde au cours de son approche pour un courant d'alimentation de 50 mA. Trois matériaux sont utilisés : verre, nickel et cuivre. Leurs propriétés thermiques sont précisées dans le tableau IV-3.



**Figure IV-22 :** Evolution théorique de la tension aux bornes de la sonde en fonction de la distance sonde-échantillon dans le mode de fonctionnement à courant continu à pression ambiante. L'intensité du courant circulant dans la sonde est fixée à 50 mA. Trois matériaux sont utilisés : cuivre, verre et nickel.

De façon identique à l'expérience notre modèle met en évidence l'indépendance de la réponse de la sonde pour les grandes distances. L'altitude de détection est évaluée à environ 800  $\mu\text{m}$  de la surface de l'échantillon. Avec le rapprochement de la sonde, on observe la mise en place et l'augmentation du transfert de chaleur par conduction qui se traduit par la diminution de la réponse. Comme observé expérimentalement, l'intensité de ce transfert apparaît dans un premier temps indépendant des propriétés thermiques de l'échantillon. A partir d'une altitude de 300  $\mu\text{m}$  la réponse liée à l'échantillon de verre devient significativement différente des deux autres. Les réponses relatives aux échantillons de cuivre et nickel se superposent jusqu'à une altitude d'environ 1  $\mu\text{m}$ . Elles demeurent toutefois très semblables jusqu'au contact.

La comparaison des seuils de détection théoriques (figure IV-22) et expérimentaux (figure IV-19) montre un écart important entre les distances relevées. Compte tenu du dispositif expérimental caractéristique du mode continu pour lequel la maîtrise du courant alimentant la sonde n'est pas parfaite (paragraphe II.4.1), la différence d'altitude relative à la détection de l'échantillon n'est pas significative. En effet la décharge de la batterie, aussi faible soit elle, durant la mesure conduit à une diminution de la tension aux bornes de la sonde et ainsi simule une augmentation des échanges de chaleur entre la sonde et l'échantillon. En conséquence, la présence de l'échantillon semble être détectée à une distance surévaluée. Nous ne concluons donc pas, contrairement à ce que laisse supposer les résultats, que le transfert de chaleur vers l'échantillon *via* l'air environnant fait appel à d'autres modes de transfert que celui conductif pour la gamme des longues distances (supérieures à 500  $\mu\text{m}$ ).

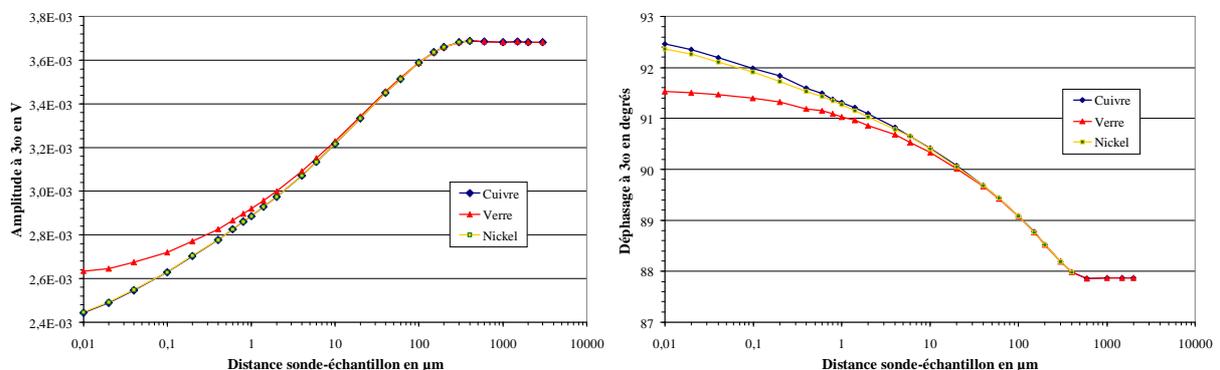
La comparaison des réponses entre une position hors interaction et une altitude de 0,1  $\mu\text{m}$  montre que la réduction de la tension aux bornes de la sonde est plus importante pour les résultats théoriques. Avec l'échantillon de cuivre, la chute de l'amplitude du signal à  $3\omega$  est de 5,7 % pour la théorie contre 2,2 % pour l'expérience. Cette différence significative à

l'approche s'explique par l'efficacité du transfert de chaleur par conduction, seul transfert envisagé dans l'approche théorique. En pratique, à ce transfert s'établissant du haut vers le bas se superpose sans doute un transfert par convection de sens opposé.

L'analyse de ces résultats démontre également l'importance de la nature de l'échantillon dans l'établissement du transfert effectif total. En effet pour l'échantillon de cuivre la réduction relative à l'approche est près de 2,6 fois plus importante avec le modèle conductif, tandis qu'avec un échantillon de verre cette variation est de 1,4 (soit une chute de l'amplitude de 2,9 % théoriquement et 2,1 % expérimentalement). Contrairement à ce qui résulte de l'hypothèse de la conduction pure, l'approche expérimentale courte distance différencie les divers échantillons. Globalement, pour ces courtes distances, l'échantillon apparaît comme un puits thermique dont l'importance est liée à la conductivité thermique du matériau. L'expérience mettant en œuvre une différenciation des différents matériaux plus efficace que le simple modèle conductif (figures IV-19 et IV-22).

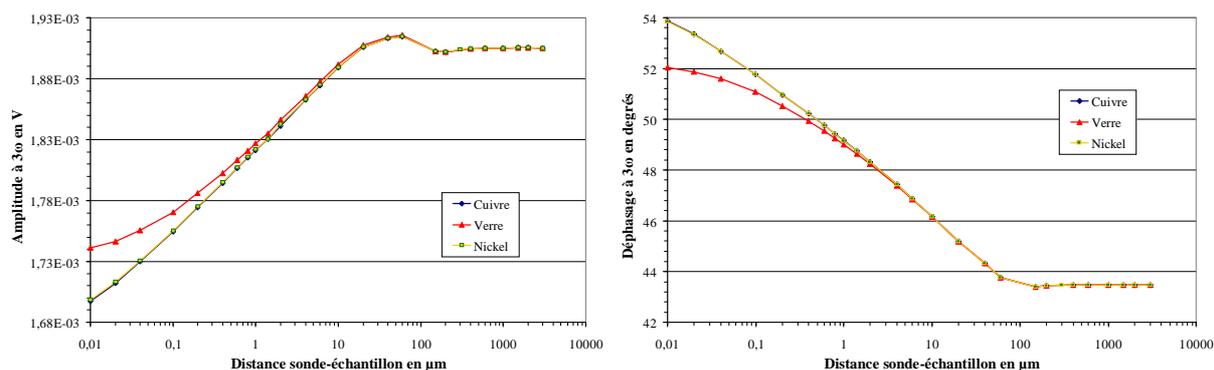
### IV.3.3.2 Mode alternatif

Abordons maintenant l'étude théorique de la réponse au troisième harmonique en fonction de la distance, à proximité du contact. Les figures IV-23 et IV-24 présentent ces évolutions pour une intensité du courant d'alimentation de 50 mA modulé aux fréquences respectives de 40 Hz et 400 Hz. Trois matériaux sont utilisés : verre, nickel et cuivre.



**Figure IV-23 :** Evolution théorique de la réponse à  $3\omega$  en fonction de la distance sonde-échantillon à pression ambiante. L'intensité du courant circulant dans la sonde est fixée à 50 mA et modulée à une fréquence de 40 Hz. Trois matériaux sont utilisés : cuivre, verre et nickel.

Comme observé expérimentalement, les réponses théoriques obtenues dans le mode de fonctionnement à courant alternatif présentent quatre régimes de variations distincts. Tout d'abord pour les distances de grandeurs millimétriques, la réponse se caractérise par une indépendance totale à la présence de l'échantillon. Ensuite, en approchant de la surface de l'échantillon, le signal à  $3\omega$  révèle l'effet de résonance interprété à l'aide d'un phénomène d'interférences (paragraphe IV-2). Suit alors une forte décroissance du signal, pratiquement indépendante de la nature de l'échantillon étudié. Pour les altitudes inférieures à 50 μm, les réponses à  $3\omega$  sont alors sensibles aux propriétés thermiques des matériaux.



**Figure IV-24 :** Evolution théorique de la réponse à  $3\omega$  en fonction de la distance sonde-échantillon à pression ambiante. L'intensité du courant circulant dans la sonde est fixée à 50 mA et modulée à une fréquence de 400 Hz. Trois matériaux sont retenus : cuivre, verre et nickel.

Le tableau IV-4 regroupe les altitudes relatives au seuil de distinction de la nature des échantillons pour les deux fréquences de modulation étudiées. Ces valeurs sont évaluées suivant des critères identiques à ceux utilisés pour l'étude de la réponse expérimentale. Les réponses sont ainsi déterminées significativement différentes lorsque un écart de  $5.10^{-3}$  mV sépare les amplitudes et un écart de  $5.10^{-2}$  degrés sépare les déphasages.

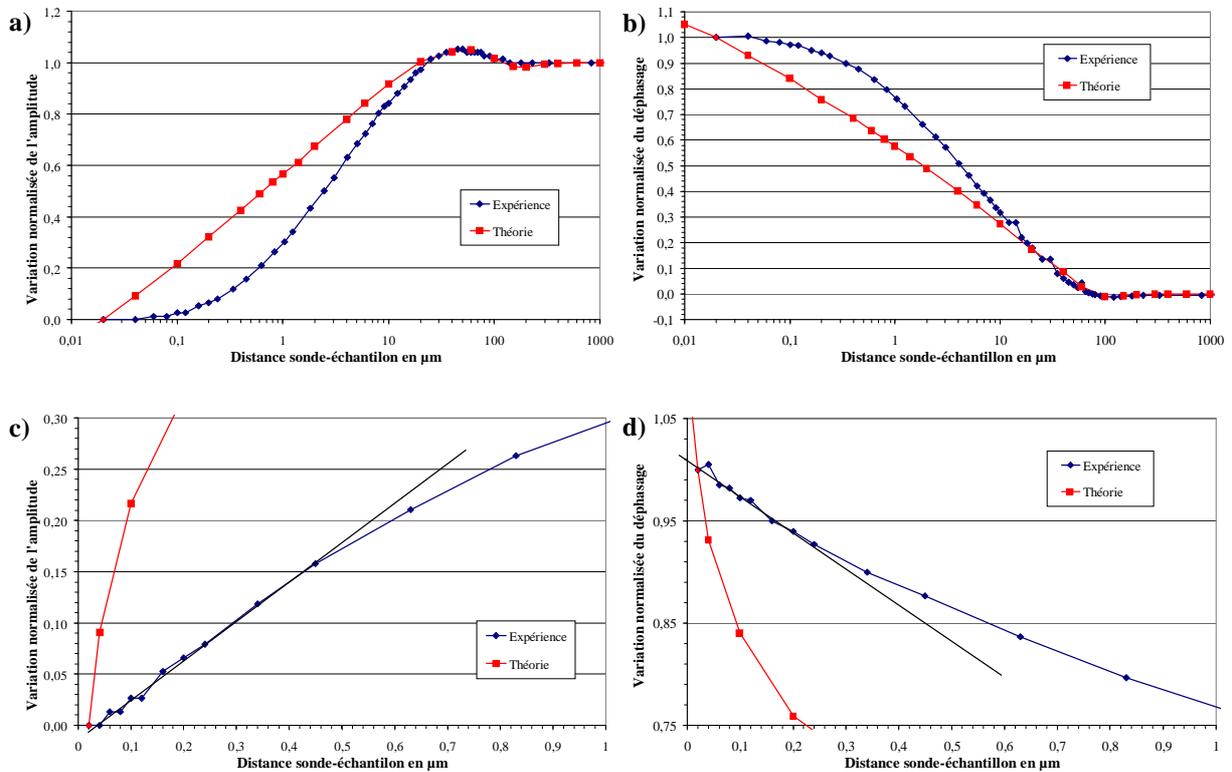
Fréquence	Seuils de distinction	
	Amplitude	Déphasage
40 Hz	40 $\mu\text{m}$	25 $\mu\text{m}$
400 Hz	1 $\mu\text{m}$	3 $\mu\text{m}$

**Tableau IV-4 :** Tableau récapitulatif des seuils de distinction théoriques suivant l'amplitude et le déphasage des réponses à  $3\omega$  relatif aux échantillons de cuivre et de verre. Ces distances de la surface de l'échantillon sont évaluées lorsque l'écart entre les réponses est égal à  $5.10^{-6}$  volts pour les amplitudes et  $5.10^{-2}$  degrés pour les phases.

L'analyse des valeurs relevées montre que la distinction de la nature de l'échantillon intervient à une distance de la surface d'autant plus faible que la fréquence de modulation est élevée. La comparaison avec les valeurs expérimentales démontre la validité de notre modèle en présentant des seuils de distinction similaires (figure IV-21). L'évolution de ces seuils suivant l'amplitude et le déphasage en fonction de la fréquence est également reproduite. Ainsi comme observé expérimentalement, la nature de l'échantillon est d'abord détectée par l'amplitude de la réponse pour les fréquences inférieures à 40 Hz. A l'inverse pour les fréquences supérieures, le déphasage de la réponse devient plus sensible que l'amplitude.

Pour les basses fréquences (inférieures à 40 Hz), la valeur plus importante des seuils évaluée théoriquement s'explique par la non prise en compte des phénomènes convectifs de l'air. Au contraire lorsque la fréquence augmente, cf. l'exemple à 400 Hz, les seuils expérimentaux semblent plus importants que ceux évalués théoriquement et impliquent donc la sous-estimation par notre modèle des transferts de chaleur vers l'échantillon. Ce déficit théorique peut trouver une explication en supposant l'établissement d'un transfert balistique

de la chaleur directement entre le filament et l'échantillon. Cette hypothèse est confortée par l'ordre de grandeurs des distances mises en jeu, commensurables au libre parcours moyen des molécules d'air. Additionné au transfert conductif, le transfert expérimental serait donc plus important.



**Figure IV-25 :** Comparaison entre les réponses théoriques et expérimentales en amplitude et en phase. Les réponses à  $3\omega$  sont relevées au cours de l'approche vers un échantillon de nickel sous un courant de 50 mA modulé à la fréquence de 400 Hz.

Passons maintenant à la comparaison directe des réponses théoriques et expérimentales (figure IV-25). De façon à permettre la comparaison de la dynamique des échanges en fonction de la distance, les variations des réponses sont normalisées. Pour l'amplitude, la relation suivante est appliquée :  $(V_{3\omega}(d) - V_{3\omega\min}) / (V_{3\omega\max} - V_{3\omega\min})$ , pour laquelle  $V_{3\omega}(d)$  représente la réponse en fonction de la distance,  $V_{3\omega\min}$  la réponse minimale précédant le contact et  $V_{3\omega\max}$  la réponse maximale hors interaction avec l'échantillon. Ainsi concernant l'amplitude de la réponse, les ordonnées sont ramenées à une gamme de variations s'étendant de la valeur nulle pour une distance de 20 nm de l'échantillon à la valeur unitaire pour les distances hors interaction. L'analyse des réponses théoriques démontre le caractère exponentiel de l'augmentation des échanges de chaleur par conduction entre la sonde et l'échantillon au cours de l'approche pour les distances inférieures à 20  $\mu\text{m}$ . Expérimentalement cette évolution exponentielle se limite à une plage de distances allant de 1 à 20  $\mu\text{m}$ , tout en étant plus importante que l'évolution théorique. Les figures IV-25c et d présentent l'évolution des réponses correspondant aux distances inférieures à 1  $\mu\text{m}$ . Nous

observons alors les évolutions linéaires de l'amplitude et du déphasage expérimental pour les distances respectivement inférieures à 0,5  $\mu\text{m}$  et 0,3  $\mu\text{m}$ .

Le nombre important de paramètres entrant dans l'élaboration des échanges de chaleur entre la sonde et l'échantillon rend l'interprétation des mesures délicates. Les hypothèses suivantes peuvent néanmoins être énoncées. Ainsi l'évolution expérimentale plus importante de l'échange de chaleur pour les distances micrométriques suppose l'insuffisance du transfert conductif modélisé ou encore la superposition à ce mode conductif d'un second mode de transfert. Ce dernier ne serait alors efficace que sur une plage de 1 à 20  $\mu\text{m}$  de l'échantillon. Pour les distances inférieures, un second mécanisme tendrait à s'opposer à l'échange de chaleur entre la sonde et l'échantillon. Il en résulterait une réduction des transferts par conduction aboutissant au régime linéaire observé.

Ces observations peuvent s'interpréter par la succession, pendant l'approche, des régimes de transfert diffusif puis balistique. Ainsi la supériorité du transfert observé expérimentalement sur la plage des distances allant de 1 à 20  $\mu\text{m}$  résulterait de la mise en place d'un régime diffusif. Aux distances inférieures à 0,1  $\mu\text{m}$ , l'évolution de la réponse serait caractéristique d'un régime balistique. Entre ces deux plages de distance apparaît une zone de transition entre ces deux modes de transfert.

Remarquons que, contrairement à ce qu'affirment certains auteurs [LEF2004a] [LEF2006] [CHA2007], l'établissement d'un régime balistique n'entraîne pas la stabilisation du flux de chaleur échangé entre la sonde et l'échantillon pendant l'approche. Les réponses expérimentales confirment l'absence de ce palier (figure IV-25c et d). En effet pour un échange entre deux plans parallèles, une stabilisation du transfert de chaleur est observable lorsque la distance séparant les matériaux devient inférieure au libre parcours moyen des molécules (environ 60 nm). Toutefois, compte tenu de la forme géométrique d'une sonde thermorésistive à fil de Wollaston, la surface du filament permettant ce mode de transfert augmente au cours de l'approche. Cet échange étant très efficace, la saturation résultante du transfert n'est valable que pour un élément de surface donné. La hauteur du filament étant très nettement supérieure au libre parcours moyen, il n'est donc pas envisageable d'observer une stagnation de la réponse de la sonde sur les distances précédant le contact. Ce phénomène de stabilisation serait par conséquent réservé aux sondes dont la distance à l'échantillon de l'ensemble de l'élément chauffant est inférieure au libre parcours moyen.

## ***Conclusion***

L'objectif de ce chapitre était d'étudier les interactions entre une sonde thermorésistive et le milieu environnant. Faisant suite à l'étude de la sonde seule, nous avons tout d'abord procédé à l'analyse du transfert de chaleur vers l'air environnant. Il est apparu que ce mode de transfert, pour les grandes distances sonde-échantillon, n'est qu'imparfaitement analysé dans la plupart des approches théoriques. L'évaluation du coefficient d'échange effectif à la surface du filament aboutit à une valeur près de deux fois supérieure à la valeur couramment admise pour un transfert de type convectif. Testée avec

d'autres amplitudes du courant d'alimentation de la sonde, cette valeur fournit une très bonne correspondance entre les réponses théorique et expérimentale.

Nous étudions ensuite l'évolution de la réponse de la sonde en fonction de la distance séparant l'apex du filament de la surface d'un échantillon. Nous mettons ainsi en évidence la présence d'un phénomène de résonance du signal à  $3\omega$  sensible en amplitude et en phase. L'hypothèse retenue pour le développement de notre modélisation met en lumière l'aspect principalement conductif du phénomène observé. Ainsi l'importance du coefficient d'échange est-elle due au phénomène conductif. Ce modèle de coefficient d'échange conductif devra être affiné dans le futur par une prise en compte de ses variations avec la fréquence de modulation. Le rôle perturbateur des phénomènes convectifs, au sein de la couche d'air présente entre la sonde et l'échantillon, est cependant mis en évidence.

L'étude des interactions aux distances précédant le contact démontre la complexité du mécanisme d'échange de chaleur entre la sonde et l'échantillon. Il apparaît ainsi que la sonde détecte la présence de l'échantillon sur des distances de plusieurs centaines de micromètres sans identifier la nature de ce dernier. L'influence de la nature de l'échantillon se fait ressentir par la sonde pour les distances inférieures à  $10\ \mu\text{m}$  ; ce seuil limite de détection semble dépendre des propriétés thermiques de l'échantillon.

Les études expérimentales rigoureuses présentées dans ce chapitre ont été l'occasion de la mise au point d'une modélisation précise du problème par une approche tridimensionnelle des éléments finis. La confrontation entre les résultats théoriques et expérimentaux démontre la pertinence d'un modèle purement conductif de l'air environnant la sonde et permet la mise en évidence d'une variation des transferts de chaleur au cours de l'approche à pression atmosphérique. Les légers écarts constatés peuvent s'expliquer par la non prise en compte des régimes de transfert diffusif et balistique. Enfin, contrairement à ce qui a été publié, les résultats expérimentaux démontrent que le régime balistique ne peut conduire à l'indépendance du flux échangé (caractérisée par un palier) par rapport à la distance sonde-échantillon. Ces mêmes résultats expérimentaux mettent en évidence le comportement linéaire de la réponse pour les distances inférieures à  $500\ \text{nm}$ . Ils suggèrent également que la réponse de la sonde pourrait ainsi évoluer proportionnellement à la surface de filament lorsque son éloignement de l'échantillon est inférieur au libre parcours moyen des molécules d'air.

## Références bibliographiques

- [CHA2007] : P.O. Chapuis, *Contribution à l'étude des transferts thermiques à l'échelle nanométrique : interaction pointe-surface*, Thèse de doctorat, Ecole Centrale Paris (2007)
- [DEP2004] : F. Depasse, P. Grossel, N. Trannoy, *Probe temperature and output voltage calculation for the SThM in A.C. mode*, Superlattices and Microstructures **35**, 269-282 (2004)
- [GOM1999a] : S. Gomès, *Contribution théorique et expérimentale à la microscopie thermique à sonde locale : calibration d'une pointe thermorésistive, analyse des divers couplages thermiques*, Thèse de doctorat, Université de Reims (1999)
- [GOM1999b] : S. Gomès, N. Trannoy, P. Grossel, *DC thermal microscopy: study of the thermal exchange between a probe and a sample*, Meas. Sci. Technol. **10**, 805-811 (1999)
- [GOM2001] : S. Gomès, N. Trannoy, P. Grossel, F. Depasse, C. Bainier, D. Charraut, *DC scanning thermal microscopy: Characterisation and interpretation of the measurement*, Int. J. Therm. Sci. **40**, 949-958 (2001)
- [GRO1997] : P. Grossel, F. Depasse, N. Trannoy, *Multicouche thermique et profils thermophysiques continus : l'approche récursive*, J. Phys. III France **7**, 13-33 (1997)
- [GRO1998] : P. Grossel, F. Depasse, *Alternating heat diffusion in thermophysical depth profiles : multilayer and continuous descriptions*, J. Phys. D: Appl. Phys. **31**, 216-223 (1998)
- [GRO2007] : P. Grossel, O. Raphaël, F. Depasse, T. Duvaut, N. Trannoy, *Multifrequential AC modeling of the SThM probe behavior*, Int. J. Therm. Sci. **46-10**, 980-988 (2007)
- [INC1985] : F. P. Incropera, D. P. Dewitt, *Fundamentals of heat and mass transfer*, Wiley, New York, 754-777 (1985)
- [JOU2005] : K. Joulain, J.-P. Mulet, F. Marquier, R. Carminati, J.-J. Greffet, *Surface electromagnetic waves thermally excited: Radiative heat transfer, coherence properties and Casimir forces revisited in the near field*, Surf. Sci. Reports **57**, 59-112 (2005)
- [LEF2003] : S. Lefèvre, S. Volz, J.B. Saulnier, C. Fuentes, N. Trannoy, *Thermal conductivity calibration for hot wire based dc scanning thermal microscopy*, Rev. Sci. Instrum. **74-4**, 2418-2423 (2003)
- [LEF2004a] : S. Lefèvre, *Modélisation et élaboration des métrologies de microscopie thermique à sonde locale résistive*, Thèse de doctorat, Université de Poitiers (2004)

- [LEF2004b] : S. Lefèvre, J.B. Saulnier, C. Fuentes, S. Volz, *Probe calibration of the scanning thermal microscope in the AC mode*, Superlattices and Microstructures **35**, 283-288 (2004)
- [LEF2006] : S. Lefèvre, S. Volz, P.O. Chapuis, *Nanoscale heat transfer at contact between a hot tip and a substrate*, Int. J. Heat Mass Transfer **49**, 251-258 (2006)
- [MOR1975] : V.T. Morgan, *The overall convective heat transfer from smooth circular cylinders*, Adv. Heat Transfer **11**, 199-212 (1975)
- [RAP2006] : O. Raphaël, N. Trannoy, T. Duvaut, F. Depasse, P. Grossel, *Microscopie thermique à sonde locale en mode alternatif : Mise en évidence d'un phénomène d'interférences d'ondes de diffusion thermique*, Congrès Français de Thermique, Île de Ré, 16 - 19 mai, 689-694 (2006)
- [RAP2007] : O. Raphaël, P. Grossel, N. Trannoy, T. Duvaut, F. Depasse, *Caractérisation des propriétés thermo-physiques d'une microsonde thermo-résistive en microscopie thermique à sonde locale*, Congrès Français de Thermique, Les Embiez, 29 mai – 1 juin (2007)
- [SHE1995] : J. Shen, A. Mandelis, *Thermal-wave resonator cavity*, Rev. Sci. Inst. **66-10**, 4999-5005 (1995)
- [WIL1986] : C.C. Williams, K. Wickramasinghe, *Scanning thermal profiler*, Appl. Phys. Lett. **49-23**, 1587-1589 (1986)
- [XU1994] : J.B. Xu, K. Läuger, R. Möller, K. Dransfeld, I.H. Wilson, *Heat transfer between two metallic surfaces at small distances*, J. Appl. Phys. **76-11**, 7209-7216 (1994)

## **Chapitre V :**

### **Réponse de la sonde en contact**



## ***Introduction***

La mesure quantitative des propriétés thermo-physiques des matériaux par microscopie thermique à sonde locale nécessite d'une part une connaissance précise des paramètres caractéristiques de la sonde thermorésistive et d'autre part une maîtrise des conditions d'échanges thermiques entre la sonde et l'échantillon.

L'objectif de ce chapitre est de déterminer les paramètres concourants à l'équilibre thermique de la sonde en contact. Pour ce faire, nous étudions dans un premier temps la conductance thermique du contact à travers une approche théorique reposant sur la modélisation par éléments finis. Ensuite une revue bibliographique des méthodes de détermination analytique de la résistance thermique de contact est présentée. L'étude de l'une de ces méthodes est réalisée et comparée aux résultats obtenus par notre approche théorique. Celle-ci conduira à la précision des paramètres d'échanges entre la sonde et l'échantillon que sont la surface d'échange apparente et la rugosité du contact. Nous terminerons ce chapitre par l'étude de la capacité du microscope thermique à sonde locale dans son mode de fonctionnement à courant alternatif à détecter les inclusions sub-surfaciques.

## **V.1 Modélisation de la sonde en contact**

### **V.1.1 Présentation du modèle**

Notre modélisation de la réponse d'une sonde thermorésistive se trouvant en contact repose sur les modèles développés et présentés dans les chapitres précédents. La géométrie et les conditions aux limites sont ainsi identiques à celles utilisées dans le chapitre IV pour l'étude de la réponse au troisième harmonique en fonction de la distance sonde-échantillon. Les propriétés physico-thermiques de la sonde thermorésistive sont celles évaluées précédemment.

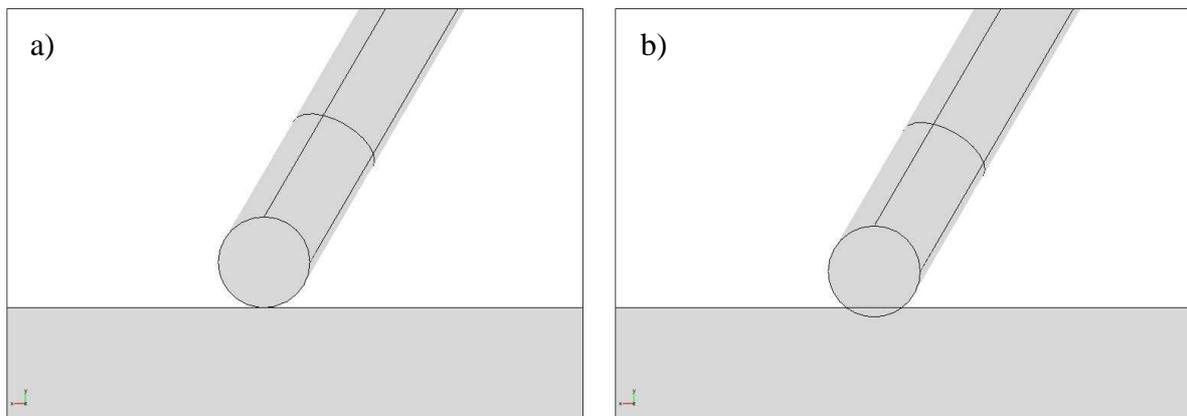
La particularité du présent modèle réside dans la gestion des transferts de chaleur entre la sonde et l'échantillon. Dans une approche par éléments finis, la résistance thermique de contact (RTC) peut être introduite de deux façons :

- ◆ Soit, d'une manière analytique, par l'intermédiaire d'un coefficient d'échange approprié,
- ◆ Soit par un ensemble complexe de géométries représentant les aspérités et les fluides interstitiels.

Cette seconde approche implique, entre autre, des variations dimensionnelles couvrant plusieurs ordres de grandeurs afin de permettre la représentation simultanée de la rugosité, de la sonde et de l'échantillon. De plus elle nécessite un nombre important de mailles pour une décomposition précise de la surface de contact. Ainsi ce type de géométrie atteint aisément plusieurs dizaines de milliers de mailles. Compte tenu de l'analyse temporelle nécessaire à l'obtention d'une réponse à  $3\omega$ , cette approche n'est pas raisonnablement applicable.

L'intégration de la conductance de contact à l'aide d'un coefficient d'échange est donc retenue pour notre approche par éléments finis. De façon identique à la prise en compte des phénomènes convectifs, ce coefficient caractérise le flux de chaleur échangé entre la sonde et l'échantillon. Pour une intégration correcte de la condition au contact, les champs de température dans la sonde et l'échantillon sont résolus distinctement l'un de l'autre. La conductance de contact apparaît alors comme une source de chaleur répartie uniformément sur la surface d'échange pour l'échantillon. Le flux de chaleur échangé est ainsi proportionnel à la différence de température entre les surfaces de contact associées à la sonde et à l'échantillon.

La surface d'échange est déterminée géométriquement par la pénétration de l'extrémité du filament dans l'échantillon (figure V-1). En pratique les surfaces d'échanges présentent des dimensions de l'ordre de la dizaine de nanomètres. Pour aboutir à une telle surface, la profondeur d'indentation de la pointe doit être inférieure à 10 nm. Le volume résultant d'une telle intersection présente des dimensions très faibles comparativement à celles de l'ensemble de la structure étudiée (environ  $100\ \mu\text{m} \times 80\ \mu\text{m} \times 80\ \mu\text{m}$ ). Les différents éléments de la géométrie étant définis par un nombre donné de segments, il en résulte une forte dégradation de la surface d'échange ; débouchant dans certain cas par l'échec de la construction géométrique.



**Figure V-1 : Définition géométrique de la surface d'échange par intersection de la sonde et de l'échantillon. La représentation est réalisée dans le plan de symétrie. a : contact ponctuel, b : contact pour une profondeur d'indentation de 500 nm.**

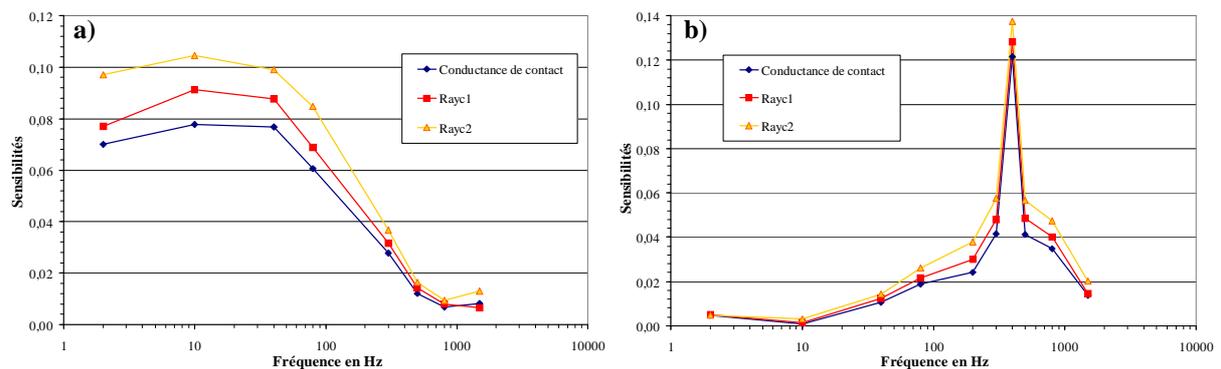
Pour contourner cette difficulté, nous avons choisi de pondérer la conductance de contact par rapport à la distance du centre de la surface d'échange. Ainsi le coefficient d'échange est multiplié par un coefficient variant spatialement. Typiquement la valeur de ce coefficient multiplicateur est fixée à 1 sur la surface d'échange réelle et à 0 partout ailleurs. Cette approche de la modélisation du contact permet d'envisager, dans un développement futur de ce modèle, une succession géométriquement complexe de différentes résistances thermiques. Afin de simplifier cette première approche, l'étude théorique s'est limitée au cas d'une sonde située sous vide. Mais il peut être aussi envisagé d'étudier les effets des contributions du ménisque d'eau bordant le contact solide-solide et de la conduction

ballistique de l'air environnant. Une telle approche offre également l'avantage de définir l'échange thermique en chaque nœud de la surface. Par conséquent le flux de chaleur échangé entre la sonde et le matériau dépend du gradient local de température.

Les conditions de maillage sont identiques à celles appliquées au précédent modèle. Afin d'assurer la fiabilité des réponses modélisées suivant une variation de la surface d'échange, seule une dimension minimale de maille (de 10 nm) est imposée sur cette surface. Il en résulte une augmentation non négligeable du nombre total de mailles d'environ 2000 éléments pour l'ensemble de la géométrie compte tenue de l'absence du volume d'air.

## V.1.2 Etude de sensibilité

Afin d'appréhender au mieux l'importance des paramètres caractérisant le contact dans l'élaboration de la réponse à  $3\omega$ , une étude de sensibilité est réalisée. Le calcul de ces sensibilités relatives utilise la même procédure que celle présentée dans le paragraphe III.2.2. La figure V-2 présente l'évolution fréquentielle de la sensibilité aux trois paramètres définissant le contact dans notre modèle, à savoir : la conductance thermique et les longueurs du demi-petit-axe et du demi-grand-axe de la forme elliptique caractérisant la surface d'échange (respectivement Rayc1 et Rayc2).

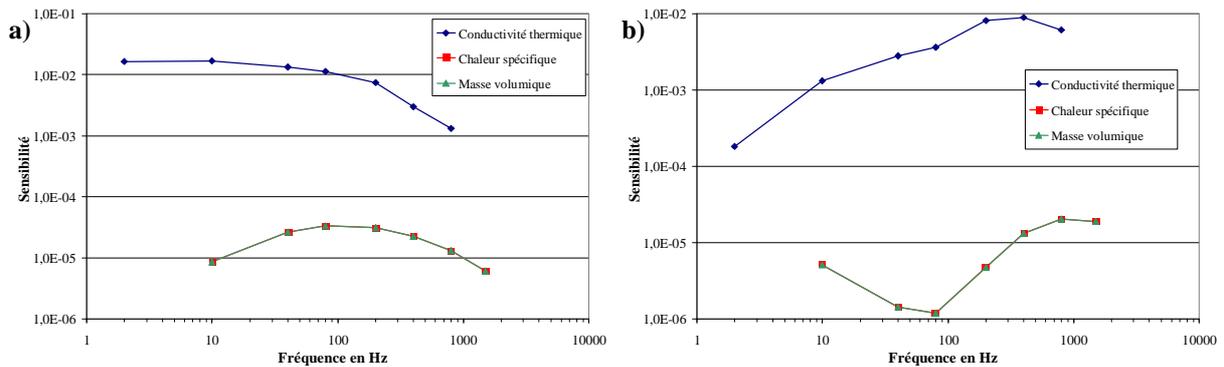


**Figure V-2 :** Evolution fréquentielle de la sensibilité en amplitude (a) et en phase (b) de la réponse à  $3\omega$  d'une sonde thermorésistive pour une variation de 10 % de la surface et de la conductance de contact.

L'analyse de ces résultats démontre une évolution similaire de la sensibilité pour chacun des trois paramètres étudiés. L'amplitude de la réponse au troisième harmonique apparaît ainsi plus sensible aux basses fréquences tandis que le déphasage présente une sensibilité maximale à 400 Hz. Remarquons que les sensibilités aux dimensions de la surface de contact (courbes « Rayc1 » et « Rayc2 ») sont légèrement différentes l'une de l'autre. Ainsi la sensibilité augmente avec la réduction de la surface d'échange. Cet écart suppose la non-linéarité de la réponse à  $3\omega$  selon la variation des dimensions de la surface d'échange.

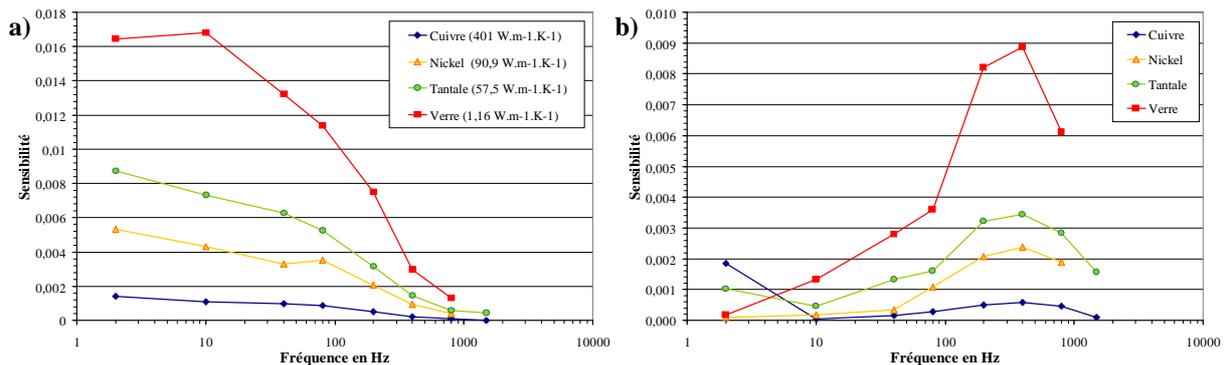
Etudions maintenant la sensibilité de la réponse aux propriétés de l'échantillon. La figure V-3 compare les évolutions fréquentielles de la sensibilité relative à la conductivité thermique, la chaleur spécifique et la masse volumique. Une variation de 10 % de ces valeurs est retenue pour ces évaluations. La surface de contact est définie par une ellipse de 65 nm et

120 nm de rayon. Une conductance de contact d'environ  $1,9 \cdot 10^{-6} \text{ W.K}^{-1}$  est appliquée [LEF2006]. Cette dernière est supposée indépendante de la conductivité thermique de l'échantillon. Que se soit en amplitude ou en phase, la sensibilité à la conductivité thermique est de 10 à 1000 fois supérieure aux deux autres. De plus la faiblesse des sensibilités à la chaleur spécifique et à la masse volumique démontre l'indépendance de la réponse de la sonde thermorésistive à ces paramètres. Par extension ces résultats démontrent l'insensibilité de la sonde à la diffusivité thermique des échantillons.



**Figure V-3 :** Sensibilité de la réponse à  $3\omega$  aux propriétés de l'échantillon (conductivité thermique, chaleur spécifique et masse volumique) en fonction de la fréquence de modulation du courant d'alimentation.

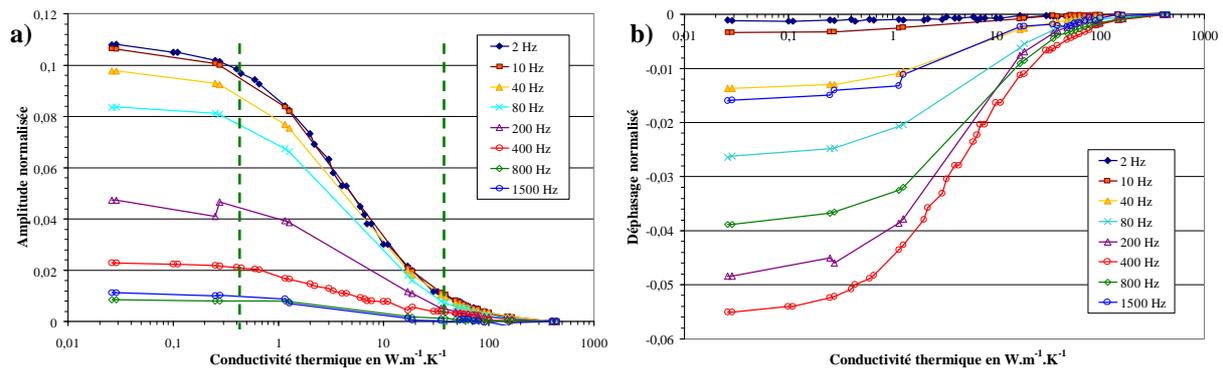
L'étude fréquentielle (figure V-4) montre que l'amplitude de la réponse est plus sensible aux basses fréquences tandis que la sensibilité du déphasage atteint un maximum à la fréquence de 400 Hz. Obtenue pour quatre échantillons distincts, ces courbes suggèrent que la sensibilité de la sonde varie en fonction de la conductivité thermique de l'échantillon. Un facteur 10 est alors observable entre les courbes relatives au verre et au cuivre.



**Figure V-4 :** Evolution fréquentielle des sensibilités en amplitude (a) et en phase (b) de la réponse d'une sonde thermorésistive en contact pour une variation de 10 % de la conductivité thermique de l'échantillon. Quatre échantillons de conductivité thermique bien distincte sont retenus.

La figure V-5 présente les évolutions de l'amplitude et de la phase en fonction de la conductivité thermique de l'échantillon. Pour permettre la comparaison entre les réponses relatives aux huit fréquences de modulation, les valeurs sont normalisées par rapport à celles

obtenues avec l'échantillon de cuivre. L'analyse de la pente de ces courbes révèle que les sensibilités en amplitude et en phase atteignent un maximum sur une plage de valeur s'étendant de 1 à 20  $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ . Pour les valeurs supérieures, la sensibilité décroît. Des observations expérimentales confirment ces résultats, validant ainsi notre approche théorique [GUO2004]. L'élément nouveau est la diminution de la sensibilité pour les conductivités thermiques inférieures à 1  $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ . Deux valeurs caractéristiques permettent de décrire la succession de ces trois régimes de variations :  $\lambda_1 \approx 0,4 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  et  $\lambda_2 \approx 40 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ . Remarquons que la seconde valeur est proche de la conductivité thermique du filament  $\text{Pt}_{90\%}\text{-Rh}_{10\%}$ .



**Figure V-5 :** Réponses normalisées à  $3\omega$ , en amplitude et en phase, en fonction de la conductivité thermique de l'échantillon. Les réponses selon huit fréquences de modulation sont étudiées. Le courant d'alimentation est de 50 mA.

Une analyse identique est réalisée à partir du déphasage normalisé. On constate également que la fréquence de modulation du courant d'alimentation n'a pas d'influence sur la plage de sensibilité de la sonde thermorésistive. Ainsi, quelle que soit la fréquence, la sonde est la plus performante avec des échantillons dont la conductivité thermique est comprise entre 0,4 et 40  $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ .

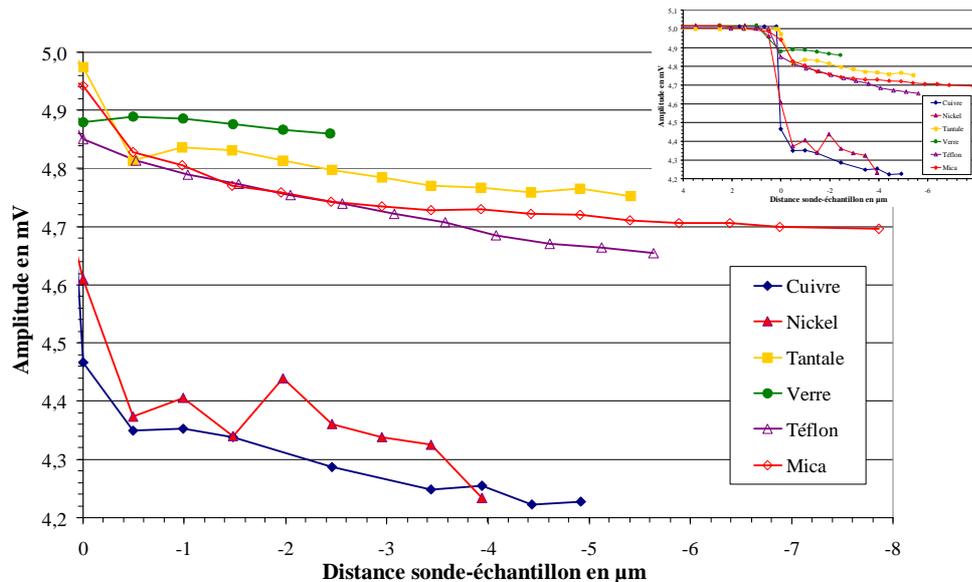
### V.1.3 Caractérisation du contact

Dans le but d'évaluer les paramètres caractéristiques du contact, il est nécessaire d'effectuer une étude expérimentale de la réponse à  $3\omega$  de la sonde en contact. Elle permettra l'évaluation de la surface de l'échange solide-solide entre la sonde et l'échantillon.

#### V.1.3.1 Approche expérimentale

Cette première approche expérimentale de la réponse en contact est réalisée sous vide. La figure V-6 présente l'évolution de la réponse à  $3\omega$  de la sonde n° 1 en fonction de la distance sonde-échantillon pour six matériaux (cuivre, nickel, tantale, verre, téflon et mica). Les valeurs négatives caractérisent le dépassement du contact défini par l'origine de l'axe des abscisses. Rappelons que dans notre configuration expérimentale, seul l'échantillon est mobile ; l'élévation de ce dernier se poursuit donc de quelques micromètres après le contact.

Pour assurer la reproductibilité et la fiabilité des mesures, une attention particulière a été apportée à l'état de surface des matériaux étudiés. Les matériaux sont ainsi polis de telle façon à présenter une rugosité inférieure à 40 nm. Cette condition de surface est nécessaire à l'obtention d'une réponse stable de la sonde après le contact. En effet la déformation subie par la sonde suite à l'augmentation de la force d'application entraîne un léger déplacement du contact à la surface du matériau. Dans le cas des surfaces rugueuses, la surface de contact varie fortement et brutalement d'une force de pression à l'autre. De plus cette rugosité entraîne des difficultés de reproductibilité de la mesure.



**Figure V-6 :** Evolution de la réponse à  $3\omega$  (valeur efficace) d'une sonde thermorésistive en contact sous vide. Le courant électrique de 50 mA est modulé à la fréquence de 2 Hz. L'origine du contact (en zéro) est déterminée par la première variation de la réponse (voir paragraphe IV-3.2.1). Les valeurs négatives de la distance sonde-échantillon caractérisent le dépassement de la position de contact.

Comme nous l'avons présenté précédemment, la réponse de la sonde sous vide est insensible à l'échantillon en dehors du contact. Ainsi sur la figure V-6, la valeur efficace de la réponse hors contact est de  $(5,01 \pm 0,01)$  mV quel que soit l'échantillon. Les valeurs relatives à l'origine du graphique permettent d'apprécier le « saut » de la réponse à la mise en contact de la sonde. Précisons toutefois qu'une certaine incertitude liée aux oscillations dues à l'excitation alternative de la sonde perturbe la détermination du point de contact. En effet soumise à un courant alternatif, la température de la sonde varie au cours du temps. Dans l'annexe n° 2, le déplacement de l'extrémité de la pointe est évalué expérimentalement à 7,5 nm. Ainsi l'incertitude sur la position du contact n'excède pas la résolution de la platine de déplacement. Toutefois ces variations peuvent avoir une influence beaucoup plus importante sur la réponse de la sonde. Liée aux vibrations de la sonde, l'intermittence du contact se traduit par une décroissance de la réponse. Par conséquent il doit être pris en compte l'existence d'une zone spatiale pour laquelle la réponse présente une valeur intermédiaire difficilement modélisable. C'est pourquoi, pour la comparaison des réponses expérimentales et théoriques, les valeurs correspondant aux premiers points de contact ne seront pas prises en compte.

### V.1.3.2 Estimation de la surface du contact solide-solide

L'estimation de la surface du contact solide-solide entre la pointe et l'échantillon est réalisée par l'approximation sphérique de l'extrémité du filament. A cette condition, le modèle de Hertz permet de relier la surface de contact à la force d'application  $F$  de la pointe sur la surface plane de l'échantillon [HER1882] [GOM1999] :

$$a_c^3 = \frac{RF}{K} \quad \text{Équation V-1}$$

dans laquelle  $a_c$  représente le rayon de la surface de contact et  $R$  le rayon de la sphère. Le module d'élasticité effectif  $K$  caractérise l'interaction entre les deux matériaux et se définit de la façon suivante :

$$\frac{1}{K} = \frac{3}{4} \cdot \left[ \frac{1-\nu_p^2}{E_p} + \frac{1-\nu_s^2}{E_s} \right] \quad \text{Équation V-2}$$

où  $\nu$  et  $E$  sont respectivement le coefficient de Poisson et le module d'Young. Les indices  $p$  et  $s$  caractérisent respectivement la sonde et l'échantillon. Pour le filament ( $\nu_p = 0,390$  et  $E_s = 170$  GPa) et un échantillon de cuivre ( $\nu_s = 0,343$  et  $E_s = 130$  GPa), le module d'élasticité effectif  $K$  est estimé à 113 GPa.

L'évaluation de la force d'application  $F$  nécessite l'estimation préalable de la constante de raideur de la sonde. La formule suivante permet le calcul de la constante de raideur d'un filament [CRA1978] :

$$k = \frac{3\pi MD^4}{64L^3} \quad \text{Équation V-3}$$

dans laquelle  $M$  représente le module d'élasticité du fil,  $D$  son diamètre et  $L$  sa longueur. Le microlevier de la sonde thermorésistive comportant deux fils de Wollaston, sa constante de raideur sera prise égale à  $2k$ . En approximant les fils de Wollaston comme de simples fils d'argent dont le module d'élasticité est de 82,7 GPa, le diamètre de 75  $\mu\text{m}$  et la longueur de 5 mm, la constante de raideur est évaluée à 6,2  $\text{N.m}^{-1}$ . Compte tenu du manque de précision concernant la longueur du microlevier et l'approximation faite sur la valeur de son module d'élasticité, la valeur obtenue appartient à l'intervalle proposé par le constructeur [DIN1994] [TOP1997]. En pratique la platine de positionnement se déplace jusqu'à une hauteur de 8  $\mu\text{m}$  (figure V-6). La force maximale exercée sur l'échantillon de mica est ainsi de 50  $\mu\text{N}$ .

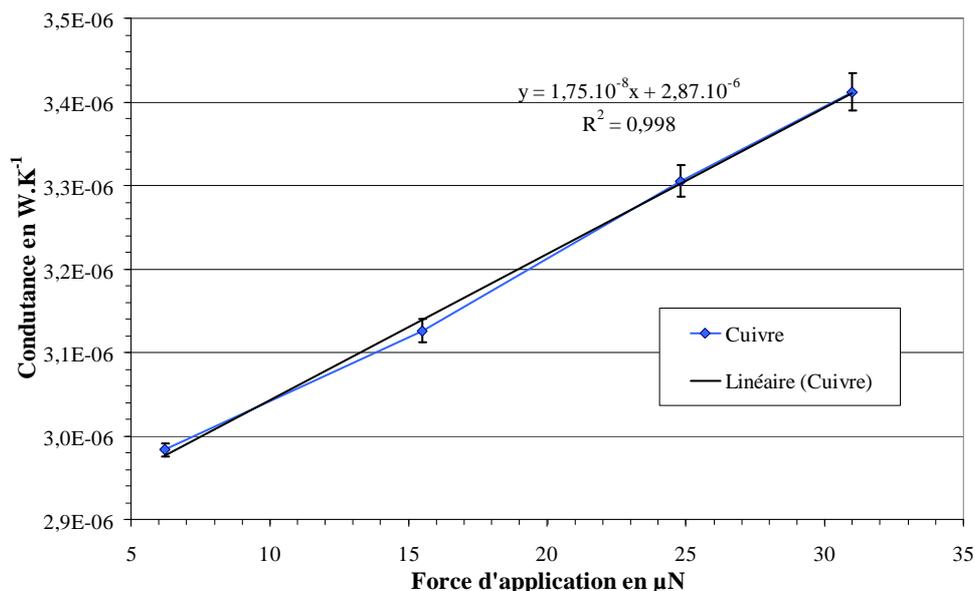
De part la forme de la pointe, la surface de contact est de forme elliptique. Deux rayons  $R$  sont ainsi retenus : 2,5  $\mu\text{m}$  pour le rayon du filament et 15  $\mu\text{m}$  pour le rayon de courbure à son extrémité. Le tableau suivant rassemble les valeurs des demi-grand et demi-petit axes caractéristiques de la surface elliptique du contact solide-solide.

Déplacement de la pointe en $\mu\text{m}$	Force exercée en $\mu\text{N}$	Demi-grand axe en nm	Demi-petit axe en nm
0	0	0	0
0,1	0,620	43,5	23,9
0,2	1,24	54,8	30,1
0,5	3,10	74,3	40,9
1	6,20	93,6	51,5
2	12,4	118	64,9
5	31,0	160	88,1
8	49,6	187	103
10	62,0	202	110

**Tableau V-1 :** Force exercée par la pointe et longueurs caractéristiques de la forme elliptique de la surface de contact solide-solide en fonction du déplacement de l'extrémité de la pointe après le contact avec un échantillon de cuivre.

#### V.1.4 Estimation de la conductance de contact

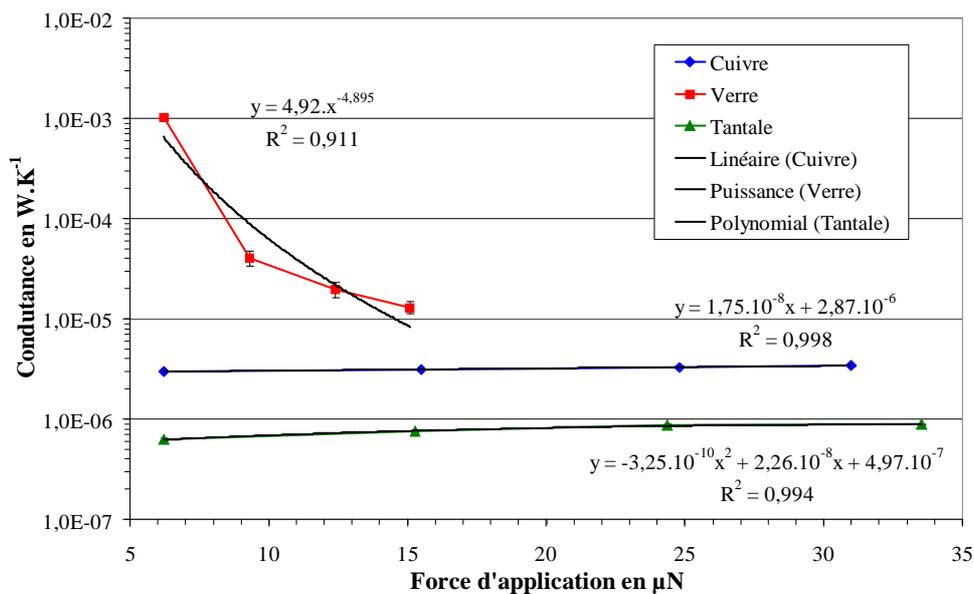
Les dimensions rassemblées dans le tableau V-1 sont utilisées dans notre approche théorique pour définir la surface d'échange liée au contact solide-solide. Notre modèle est alors appliqué pour évaluer la conductance thermique de contact nécessaire à l'obtention de la réponse expérimentale à  $3\omega$  lorsque la sonde est sous vide. Pour ce faire une méthode inverse, par itération successive, appliquée à notre modèle recherche les valeurs de la conductance, pour une surface de contact donnée, permettant la reproduction des réponses expérimentales présentées en figure V-6.



**Figure V-7 :** Evolution de la conductance thermique du contact solide-solide en fonction de la force d'application de la sonde n° 1 sur un échantillon de cuivre.

La Figure V-7 rassemble les valeurs de la conductance thermique pour la sonde n° 1 en contact avec un échantillon de cuivre. L'évolution de la conductance apparaît alors linéaire en fonction de la force d'application de la sonde. Elle varie de 2,98 à 3,41  $\mu\text{W.K}^{-1}$  pour des forces respectives de 6,2 à 31  $\mu\text{N}$ , soit un coefficient de variation de  $1,75.10^{-2} \text{W.K}^{-1}.\text{N}^{-1}$ . La conductance thermique à la mise en contact de la sonde, c'est-à-dire pour une force nulle, est alors estimée à 2,87  $\mu\text{W.K}^{-1}$ . Les valeurs ainsi estimées apparaissent comparables à celles proposées par *Lefèvre* [LEF2006].

Etudions maintenant la conductance thermique de contact obtenue pour d'autres matériaux à partir des résultats expérimentaux présentés en figure V-6. Pour chaque échantillon, les longueurs caractéristiques de la surface d'échange sont calculées suivant la méthode décrite au paragraphe précédent. La figure V-8 présente les valeurs résultantes de la conductance. L'évolution de la conductance relative au tantale fait apparaître, de façon similaire à celle relative au cuivre, une augmentation de sa valeur en fonction de la force d'application. La courbe de tendance est du type polynomial d'ordre deux. La différence de conductance entre ces deux matériaux est, en moyenne, d'un facteur 4 en variant de 0,63 à 0,89  $\mu\text{W.K}^{-1}$  sur un intervalle de force allant de 6,2 à 33,5  $\mu\text{N}$ .



**Figure V-8 :** Comparaison des conductances thermiques de contact nécessaires au modèle théorique pour reproduire la réponse expérimentale en fonction de la force d'application de la sonde. Trois matériaux sont utilisés : verre (carré), tantale (triangle) et cuivre (losange).

Les résultats relatifs au contact avec un échantillon de verre sont significativement différents des précédents. Tout d'abord les valeurs varient d'un facteur 4 à 340 par rapport aux conductances relatives au cuivre. Elles passent de 1030  $\mu\text{W.K}^{-1}$  pour une force de 6,2  $\mu\text{N}$  à 13  $\mu\text{W.K}^{-1}$  pour 15,1  $\mu\text{N}$ . Ensuite il apparaît que l'évolution est inversée, en diminuant très fortement en fonction de la force d'application de la sonde. L'évolution semble se stabiliser à mesure que la force augmente.

Pour interpréter correctement ces résultats, il est nécessaire de garder à l'esprit que la surface d'échange varie en fonction de la force exercée par la sonde sur l'échantillon et de l'élasticité des matériaux mis en contact. Ainsi la déformation éventuelle du filament n'est pas prise en compte par l'application du modèle de Hertz ; de même qu'une éventuelle variation de son inclinaison par rapport à la surface de l'échantillon (glissement de la pointe sur les surfaces dures).

## V.2 Approche analytique de la résistance thermique de contact

L'évaluation précise du flux de chaleur transféré de la sonde à l'échantillon est indispensable à la réalisation de mesures quantitatives des propriétés thermiques des matériaux. Une part importante du flux dissipé par la sonde est transférée par conduction vers l'échantillon et dépend de l'état de surface des matériaux mise en contact. Les rugosités de l'échantillon et de la sonde ont pour effet de réduire la surface réelle de l'échange thermique et de multiplier les phénomènes de constriction des lignes de flux. Ces phénomènes s'opposent alors au transfert de chaleur et se caractérisent par l'ajout d'une résistance thermique de contact. La considération des géométries complexes mises en jeu lors du contact sonde-échantillon impose de disposer d'une méthode d'estimation fiable de ce paramètre.

### V.2.1 Paramètres caractéristiques

Le modèle proposé par *Degiovanni et al.* est retenu pour sa simplicité et sa capacité à prendre en compte différentes échelles de constriction en présence ou non d'un fluide interstitiel [DEG2003]. En considérant ce modèle, des mesures expérimentales et les résultats théoriques obtenus à partir de notre approche par éléments finis, nous nous proposons d'étudier les paramètres caractéristiques du contact entre la sonde et l'échantillon (nombre et dimensions des aspérités, fluide interstitiel...).

#### V.2.1.1 Modèle analytique retenu

A partir des travaux de *Degiovanni et al.*, seules les approches à simple et double constriction sont retenues [DEG2003]. Les expressions correspondantes sont présentées par les équations I-57 et I-58. Elles font appel aux trois résistances caractéristiques du fluide interstitiel  $r_{fi}$ , de l'aspérité  $r_a$  et de la constriction associée  $r_{ct}$ . Ces résistances se définissent de la façon suivante :

$$r_{fi} = \frac{1}{\pi(a^2 - b^2)} \cdot \frac{\delta_1 + \delta_2}{\lambda_f} \quad \text{Équation V-4}$$

$$r_a = \frac{1}{\pi b^2} \cdot \left( \frac{\delta_1}{\lambda_1} + \frac{\delta_2}{\lambda_2} \right) \quad \text{Équation V-5}$$

$$r_{ct} = \frac{1}{\pi b^2} \cdot \sum_{i=1}^{\infty} \frac{4J_1^2(\alpha_i b)}{\alpha_i^3 a^2 J_0^2(\alpha_i a)} \cdot \left( \frac{1}{\lambda_1} + \frac{1}{\lambda_2} \right) \quad \text{Équation V-6}$$

dans lesquelles les indices 1, 2 et  $f$  représentent respectivement le filament de platine-rhodium, l'échantillon et le fluide.  $\delta$  représente la hauteur des aspérités,  $\lambda$  la conductivité thermique,  $a$  le rayon de la cellule élémentaire et  $b$  le rayon de l'aspérité (figure I-31).

### V.2.1.2 Evaluation de la rugosité de l'échantillon et du filament

En pratique l'évolution de la réponse en fonction de la force d'application apparaît très fortement corrélée à la rugosité de la surface étudiée. Les réponses expérimentales présentées précédemment (figure V-6) sont obtenues en contact avec des échantillons dont l'état de surface a fait l'objet d'une attention particulière. La figure V-9 présente l'analyse de l'état de surface de l'échantillon de cuivre utilisé pour la mesure. On constate que, en dehors de certains points, la hauteur moyenne des aspérités est inférieure à 13 nm. Compte tenu de la régularité de la réponse obtenue nous pouvons supposer, avec une bonne certitude, que la zone de contact exclut les discontinuités topographiques (cercles noirs). Deux niveaux d'aspérités peuvent être identifiés. La première que nous appellerons « micro-rugosité » définie des aspérités dont la largeur et la périodicité sont estimées respectivement à environ  $(130 \pm 20)$  nm et  $(201 \pm 54)$  nm. La rugosité  $Ra_{micro}$  de ces aspérités est estimée à 2 nm. Une analyse fine de la topographie de l'échantillon permet également l'étude des nano-contacts. Une « nano-rugosité »  $Ra_{nano}$ , définissant l'état de surface des micro-aspérités précédentes, est estimée à 0,3 nm. La périodicité de ces « nano-aspérités » est, quant à elle, estimée à  $(8 \pm 2)$  nm.

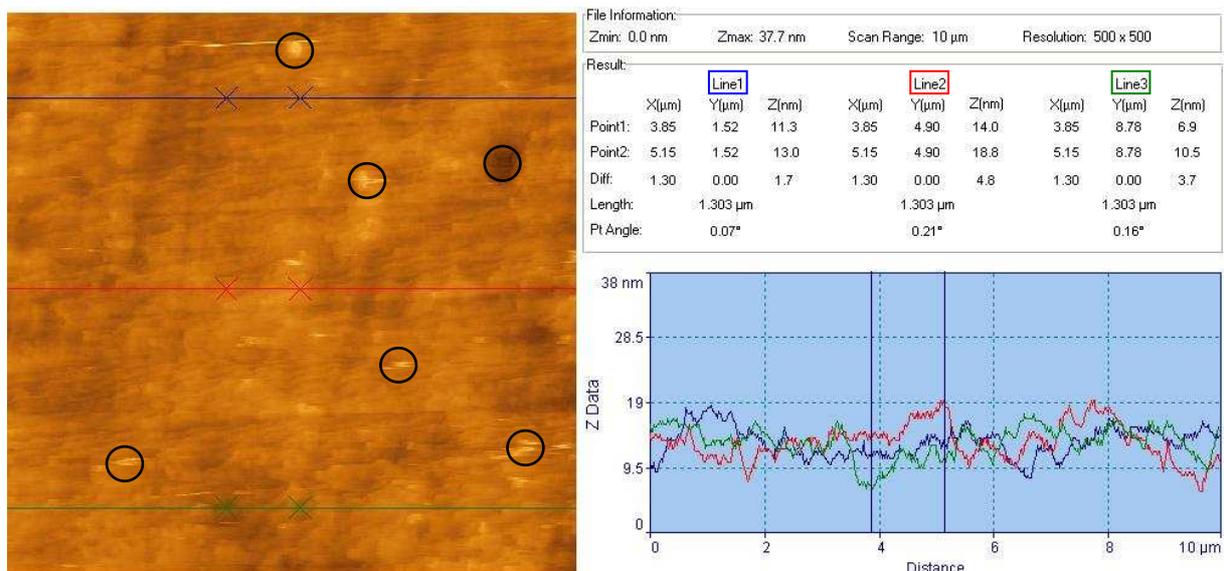
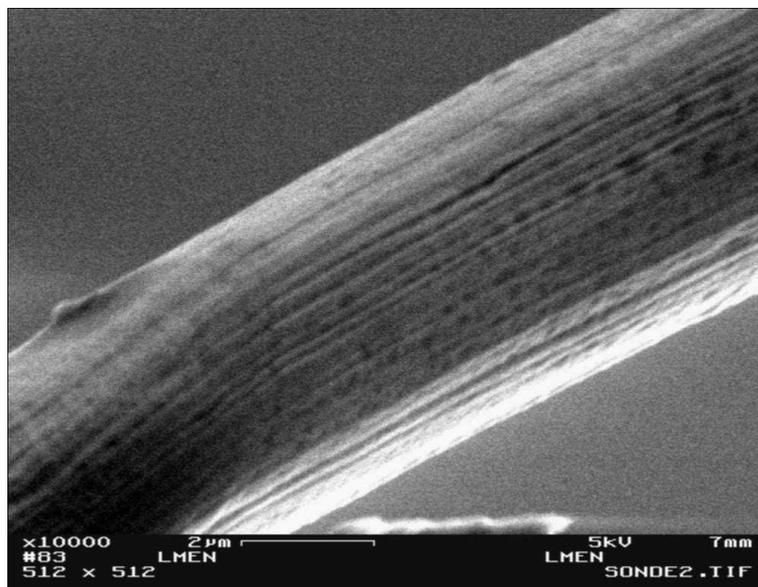


Figure V-9 : Image topographique (10 µm x 10 µm) de la surface d'un échantillon de cuivre obtenue avec une sonde AFM. Exception faite des irrégularités (pics), deux niveaux de rugosités sont identifiés. L'analyse révèle une « micro-rugosité »  $Ra$  de 2 nm.

La figure V-10 est une image obtenue par microscopie électronique à balayage de la surface du filament de Pt<sub>90%</sub>-Rh<sub>10%</sub>. On observe très distinctement des stries résultant probablement du processus de fabrication par extrusion. De plus ces stries apparaissent irrégulières. L'analyse de l'état de surface de ce filament est réalisée en appliquant une méthode identique à celle présentée au chapitre III. L'évaluation de la périodicité de ces stries aboutie à une largeur moyenne de  $(212 \pm 59)$  nm. Leur profondeur est, quant à elle, estimée approximativement à 90 nm à partir des bords du filament. Les images MEB mettent également en évidence la présence de défauts de taille beaucoup plus importante observables sur les figures V-10, III-1 et II-4. De dimensions supérieures à la surface d'échange entre la sonde et l'échantillon, ces défauts sont en mesure, d'une part, de perturber l'équilibre thermique de la sonde par rapport aux modélisations et, d'autre part, de modifier considérablement la surface d'échange. Nous supposons dans la suite de cette étude que l'extrémité de notre sonde est exempte de ce type de défauts.



**Figure V-10 :** Image obtenue par microscopie électronique à balayage du filament de Pt<sub>90%</sub>-Rh<sub>10%</sub> pour un grossissement de 10000.

### V.2.1.3 Estimation analytique de la conductance thermique de contact

Tout d'abord, compte tenues des dimensions des aspérités mises en jeu, nous devons remarquer que l'utilisation du modèle analytique représentant la conductance de contact est en limite de son domaine de validité. Nous supposons toutefois le modèle proposé par *Degiovanni et al.* applicable en première approximation [DEG2003]. La pertinence des estimations résultantes permettra de juger *a posteriori* de la validité de cette hypothèse.

La caractérisation géométrique de la surface d'échange permet l'étude analytique de la conductance de contact. Deux niveaux de constriction des lignes de flux de chaleur sont pris en compte. Les grandeurs obtenues précédemment renseignent sur les dimensions de la surface d'échange et sur celles des nano-contacts. Le tableau V-2 rassemble les dimensions

retenues. Le diamètre de la cellule élémentaire est choisi égal à la largeur moyenne des stries observables à la surface du filament, soit 212 nm. Le rayon de l'aspérité est déterminé à partir du modèle de Hertz pour une force d'application de 6,2  $\mu\text{N}$  (paragraphe V-1.3.2). L'approche analytique s'appuyant sur une symétrie cylindrique, ce rayon est calculé de façon à fournir une surface équivalente à la forme elliptique du contact. Les hauteurs des aspérités sont fixées à 90 nm et 4 nm respectivement pour le filament et l'échantillon de cuivre. Concernant le second niveau de contact, les hauteurs sont choisies identiques et égales à 0,2 nm. Le diamètre de la nano-cellule élémentaire correspond à la périodicité mesurée sur l'image topographique. Tandis que le diamètre de la nano-aspérité équivaut à un quart de la périodicité.

	Simple constriction	Double constriction
<u>Pour le filament :</u>		
Conductivité thermique ( $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ )	48	
Hauteur des aspérités (nm)	90	0,2
<u>Pour l'échantillon de cuivre :</u>		
Conductivité thermique ( $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ )	401	
Hauteur des aspérités (nm)	4	0,2
<u>Pour l'échantillon de cuivre :</u>		
Rayon de la cellule élémentaire (nm)	106	4
Rayon de l'aspérité (nm)	69	1
<u>Résistances thermiques :</u>		
Résistance thermique de l'aspérité ( $\text{K.W}^{-1}$ )	$1,23.10^{+5}$	$1,49.10^{+6}$
Résistance thermique de constriction ( $\text{K.W}^{-1}$ )	$1,97.10^{+5}$	$4,27.10^{+6}$
Nombre d'aspérités	1	30
<b><u>Conductance thermique de contact totale</u></b> <b><u>(<math>\text{W.K}^{-1}</math>)</u></b>	<b><math>7,00.10^{-6}</math></b>	<b><math>2,99.10^{-6}</math></b>

**Tableau V-2 : Données caractéristiques de la rugosité des matériaux mis en contact et estimation analytique de la conductance de contact solide-solide pour une force d'application de la sonde de 6,2  $\mu\text{N}$ .**

La conductance thermique de contact ainsi obtenue est alors de l'ordre de grandeur des valeurs couramment admises dans la littérature [LEF2006]. Dans le cas d'une seule constriction (c'est-à-dire une seule cellule), la conductance calculée s'élève à 7  $\mu\text{W.K}^{-1}$ . Comparée à la valeur obtenue à partir du modèle par éléments finis, la conductance analytique apparaît supérieure. L'ajout d'un second niveau de constriction a pour effet d'abaisser la conductance. Le nombre de nano-cellules élémentaires permet de déterminer le nombre d'aspérités réalisant la surface de contact réel. Il peut varier de l'unité à la valeur du rapport des surfaces d'une nano-cellule et d'une micro-aspérité ( $b_m^2 / a^2$ ) (figure V-11b), soit dans le cas présent une valeur maximale de 300. Ainsi la conductance résultante de la double constriction peut varier de 0,17  $\mu\text{W.K}^{-1}$  à 6,2  $\mu\text{W.K}^{-1}$ . Pour reproduire la valeur de la conductance obtenue par l'approche numérique, le nombre d'aspérité est ainsi fixé à 30. Ce

qui correspond à une surface de contact réelle d'environ  $94 \text{ nm}^2$ , équivalent à un disque de 11 nm de diamètre.

Lorsque la force d'application de la sonde augmente, il apparaît que la conductance analytique augmente plus rapidement que celle obtenue par la méthode des éléments finis ; soit pour une force de  $24,8 \text{ }\mu\text{N}$ , une conductance analytique de  $4,13 \text{ }\mu\text{W.K}^{-1}$  rapportée à  $3,31 \text{ }\mu\text{W.K}^{-1}$ .

Pour les échantillons de verre et de tantale, la concordance entre les deux modélisations est nettement moins bonne. Ainsi avec l'approximation relative aux dimensions retenues précédemment (rugosité de l'échantillon de cuivre) et pour une force d'application de  $9,3 \text{ }\mu\text{N}$ , la conductance analytique pour le verre est de  $2,68 \text{ }\mu\text{W.K}^{-1}$ , tandis qu'elle est de  $40,4 \text{ }\mu\text{W.K}^{-1}$  à partir de l'approche par éléments finis. Précisons que la valeur analytique est maximale puisqu'elle est obtenue dans le cas d'une seule aspérité et en l'absence de nano-contact, soit un contact parfait. Pour l'échantillon de tantale, sous une force d'application de  $6,2 \text{ }\mu\text{N}$ , la conductance analytique s'élève à  $5,29 \text{ }\mu\text{W.K}^{-1}$  tandis que l'approche numérique fournit une valeur de  $0,63 \text{ }\mu\text{W.K}^{-1}$ .

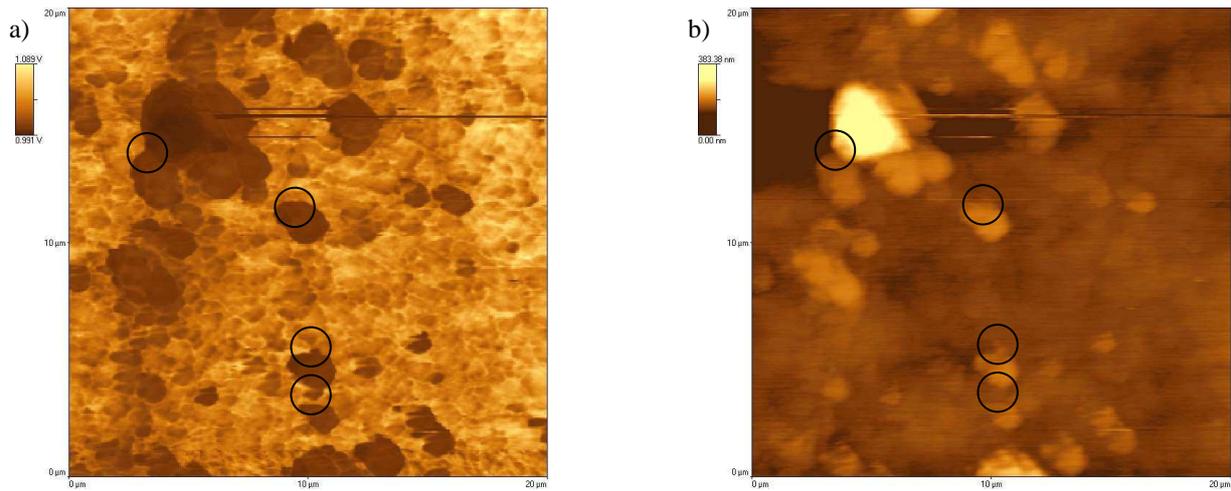
### **V.3 Détection de défauts sub-surfaciques**

Pour conclure cette étude, nous allons aborder la capacité du mode de fonctionnement à courant alternatif à détecter et à analyser la nature de défauts sub-surfaciques. Tout d'abord une tentative expérimentale de détection est présentée. Faute de disposer d'un échantillon adéquat, une étude théorique basée sur la méthode par éléments finis terminera ce chapitre en précisant les conditions expérimentales favorables à la détection de ce type de défauts.

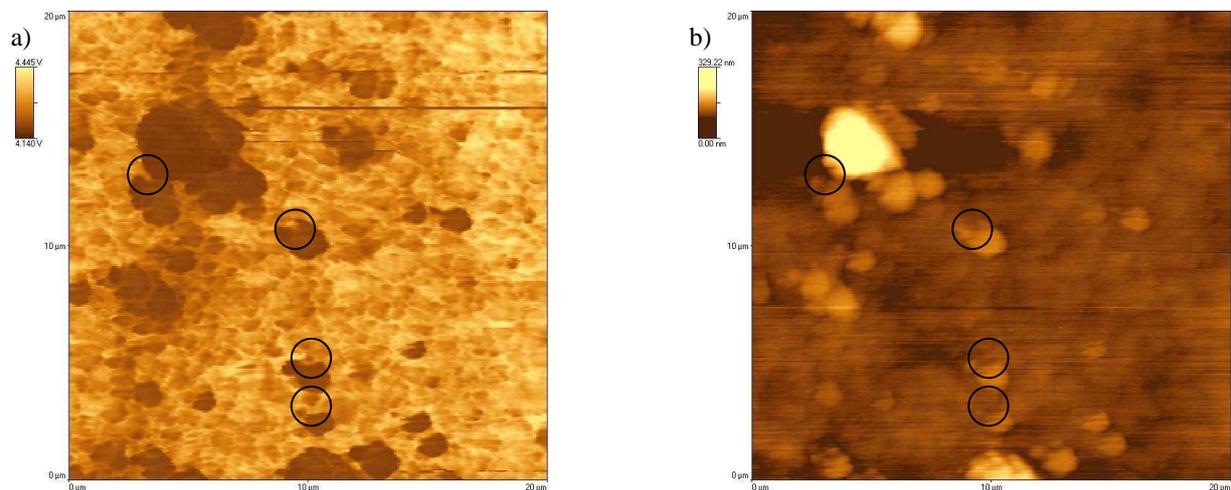
#### **V.3.1 Etude expérimentale**

Tout au long de ce travail de thèse, plusieurs études visant à détecter la présence de défauts sub-surfaciques ont été menées. Une première série d'acquisition a tout d'abord été réalisée sur un ensemble de matériaux massifs. Les figures V-11 et 12 permettent la comparaison des acquisitions relatives aux modes de fonctionnement à courant continu et alternatif. La fréquence de modulation du mode alternatif est fixée à 200 Hz. Précisons que les acquisitions ont été réalisées successivement avec des forces d'application de la sonde équivalentes.

L'analyse des figures V-11a et V-12a fait apparaître un certain nombre de différences dans la réponse de la sonde potentiellement imputable à la différence de volume sondé (cercles noirs). Il est toutefois difficile de conclure précisément sur l'origine de ces observations. Ces différences thermiques peuvent être liées aux vibrations de la sonde résultantes du mode alternatif et dont la conséquence éventuelle est la variation de la surface de contact (figures V-11b et V-12b).

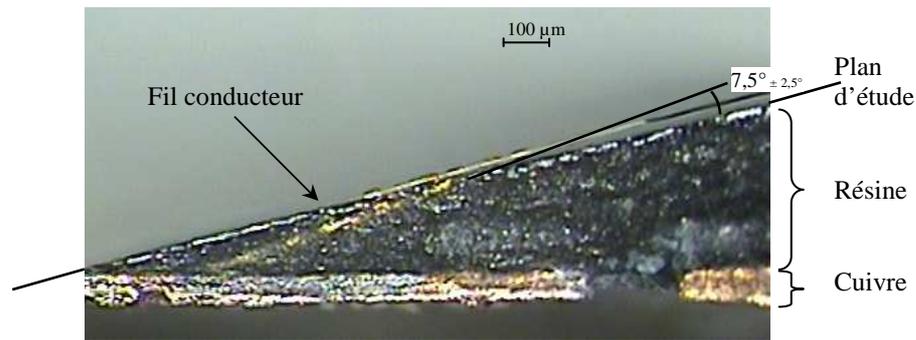


**Figure V-11 :** Images thermique (a) et topographique (b) d'un échantillon de vanadium dans le mode fonctionnement à courant continu.



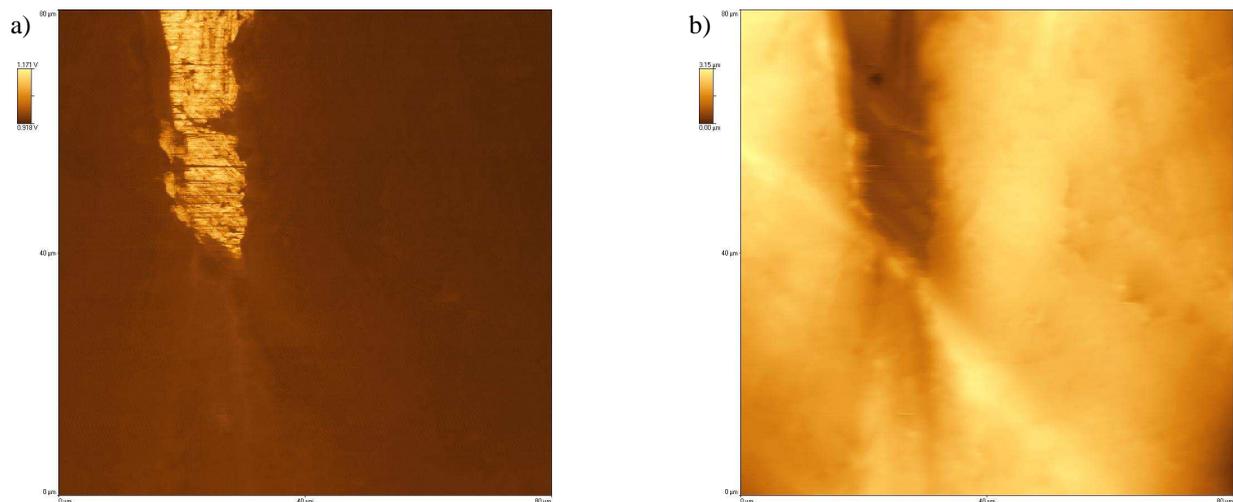
**Figure V-12 :** Images thermique (a) et topographique (b) d'un échantillon de vanadium dans le mode fonctionnement à courant alternatif. La fréquence de modulation est fixée à 200 Hz. Les cercles noirs présentent une sélection des différences perceptibles avec l'acquisition en mode continu.

Une seconde étude a alors été menée sur un échantillon constitué d'un fil en or dans une matrice isolante et translucide (figure V-13). Cet échantillon est extrait de la puce d'une carte bancaire. La couche de cuivre présente sur la photographie est une vue en coupe des pistes dorées de lecture. Le fil d'or étudié relie l'une des pistes de lecture à la puce électronique. La surface d'étude est réalisée par le polissage de la résine. Cette action permet d'une part de faire apparaître en surface la section du fil et d'autre part de réduire l'inclinaison de ce dernier initialement à environ  $65^\circ$ . L'étude porte ainsi sur une inclinaison de  $7,5^\circ \pm 2,5^\circ$ . Dans ce cas l'augmentation de la profondeur du filament est estimée à  $(131 \pm 43)$  nm par micromètre de déplacement.

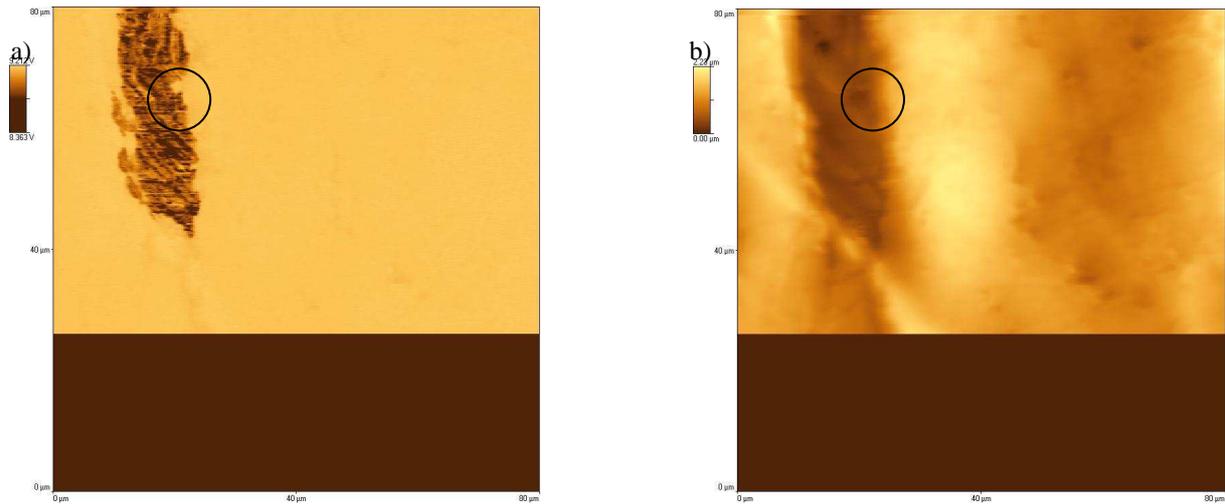


**Figure V-13 :** Image en coupe, obtenue au microscope optique, d'un fil conducteur inclus dans une résine isolante.

Les figures V-14 et 15 sont respectivement obtenues en mode continu avec le TCU et en mode alternatif avec une fréquence de modulation de 800 Hz. Ces deux modes sont retenus dans l'espoir de mettre en évidence des différences entre les images obtenues ; ces différences pouvant être alors la signature d'une structure subsurface de faible épaisseur menant à une différenciation des réponses dues aux variations de la longueur de diffusion thermique ( $\sqrt{a/\pi f}$ ) [DEP2003]. L'inversion de contraste visible sur les images thermiques est liée à la présence de la boucle d'asservissement au sein du TCU (chapitre II) lors de l'utilisation en mode continu. Le fil conducteur se présente dans le coin supérieur gauche des images avant de plonger sous la surface (au niveau de ligne médiane de l'image). Ne possédant aucune information concernant les propriétés thermiques de la résine, la profondeur de pénétration thermique dans ce matériau peut être supposée inférieure à celle relative au verre. Rappelons simplement qu'elle est de 180  $\mu\text{m}$  et de 9,2  $\mu\text{m}$  respectivement à 2 Hz et 800 Hz (fréquence du courant électrique).

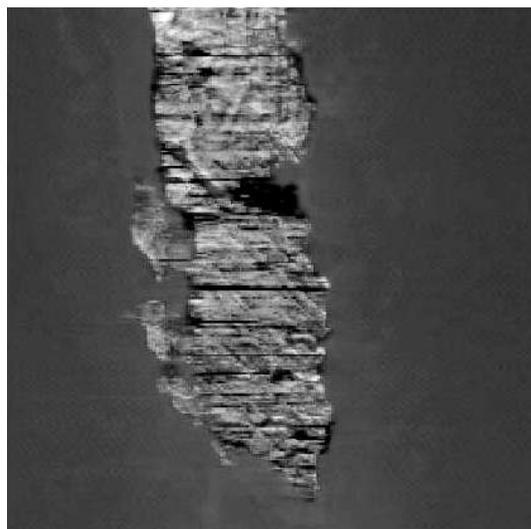


**Figure V-14 :** Images thermique (a) et topographique (b) d'un fil d'or (zone claire) dans une résine suivant le mode fonctionnement à courant continu.



**Figure V-15 :** Images thermique (a) et topographique (b) d'un fil d'or (zone foncée) dans une résine suivant le mode fonctionnement à courant alternatif. La fréquence de modulation est fixée à 800 Hz. Les cercles noirs signalent les zones d'intérêt.

La comparaison des images thermiques met en évidence la présence d'une zone clairement distincte identifiée par un cercle noir sur la figure V-15a. Ainsi à la fréquence de 800 Hz, un détail du fil conducteur apparaît sur la section du filament. L'analyse fine des informations topographiques ne met pas en évidence de variations significatives de l'état de surface de l'échantillon dans cette zone. La présence du détail caractériserait donc l'apparition d'une zone plus conductrice à la fréquence de 800 Hz qu'en mode continu. Cette observation peut s'expliquer par une épaisseur réduite du fil d'or à cet endroit. Afin de parfaire l'étude, les deux images thermiques sont superposées. La figure V-16 présente le résultat de cette superposition. La présence du détail précédent apparaît distinctement. D'autre part un ensemble de différences supplémentaires apparaissent également au niveau des contours du fil conducteur (interface fil conducteur-résine).



**Figure V-16 :** Superposition de deux acquisitions thermiques respectivement sous un courant continu et sous une fréquence de 800 Hz. Les zones noires caractérisent l'augmentation de la conductivité thermique résultante du mode alternatif.

Nous devons toutefois prendre garde à une conclusion trop hâtive. En effet, compte tenu de l'inclinaison du fil conducteur sous la surface et de l'ordre de grandeur des profondeurs de pénétration thermique (théoriques), une différence significative entre les deux images thermiques devrait être observée dans la zone de subduction du fil conducteur sous la résine située dans la partie inférieure de la figure V-16.

L'ensemble des études expérimentales démontre la grande difficulté à détecter la présence de défauts sub-surfaciques quelle que soit la fréquence de modulation appliquée. L'influence de la rugosité des surfaces étudiées semble prépondérante dans l'étude des matériaux micro et nano-structurés. Nous allons poursuivre cette étude du mode alternatif par une approche théorique.

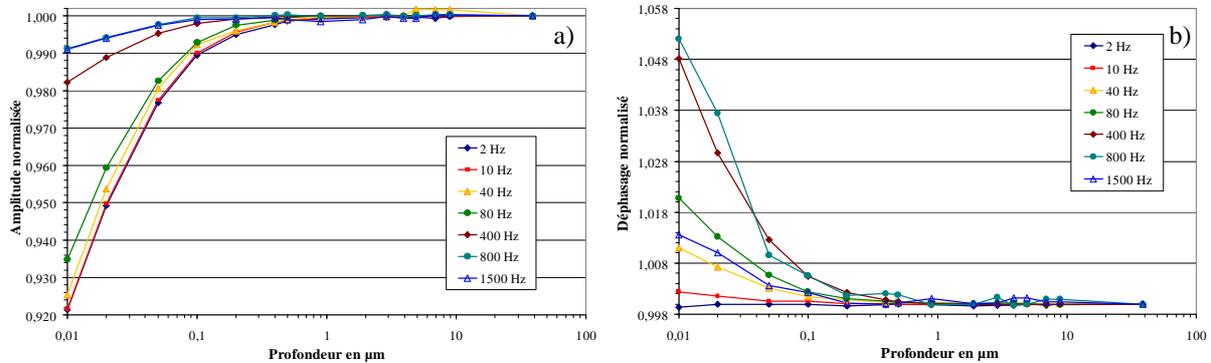
### V.3.2 Etude théorique

La modélisation par éléments finis développée tout au long des chapitres est désormais appliquée à la détection des défauts sub-surfaciques. La géométrie relative à la mise en contact de la sonde sur l'échantillon sert de base à cette étude. Un défaut de forme sphérique est inclus dans l'échantillon à la verticale du contact. Le rayon et la profondeur du défaut sont paramétrables. La décomposition de la géométrie génère de 9000 à 13000 éléments suivant la profondeur de l'inclusion. Cette étude numérique peut être comparée à une approche analytique d'un défaut sub-surfacique [DEP2003]. Ce modèle analytique, développée au sein de notre équipe, étudie la réponse de la sonde en présence d'un défaut dont les propriétés thermiques varient cependant peu par rapport à celles de l'échantillon (approximation de Born).

Les figures V-17 et 18 représentent l'évolution, en amplitude et en phase, de la réponse à  $3\omega$  en fonction de la profondeur d'un défaut de  $1\ \mu\text{m}$  de rayon dans deux configurations opposées. La première fait intervenir un échantillon de verre comportant une inclusion en cuivre. Tandis que la seconde considère une inclusion de verre dans un échantillon de cuivre. Dans les deux cas, les dimensions de la surface d'échange de forme elliptique sont fixées à 65 nm et 120 nm. Ces évolutions sont normalisées par rapport à la réponse relative à un défaut à une profondeur de  $40\ \mu\text{m}$ . La conductance thermique de contact sur cette surface est évaluée à partir des résultats de l'étude précédente. Ainsi des conductances de  $1,5 \cdot 10^9\ \text{W.K}^{-1}$  et de  $5,9 \cdot 10^7\ \text{W.K}^{-1}$  respectivement pour les échantillons de verre et de cuivre sont appliquées.

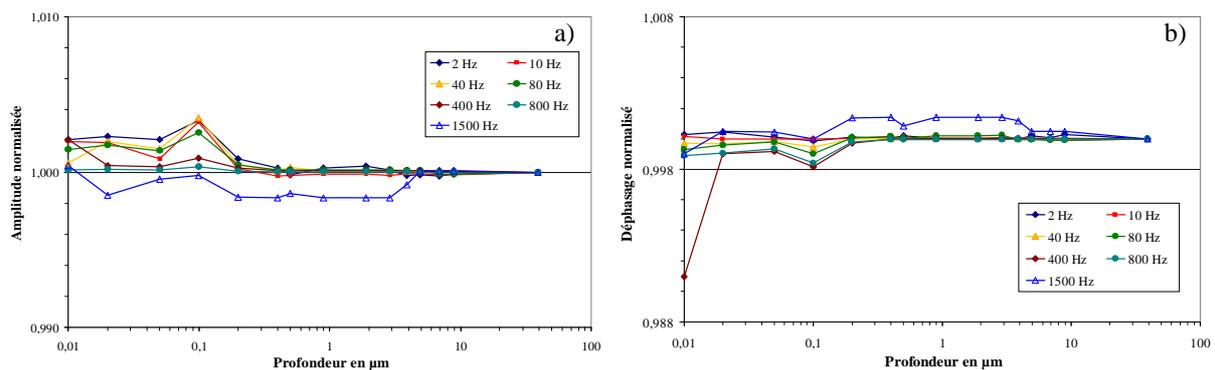
L'analyse de la figure V-17 permet l'estimation des seuils de détection du défaut. Pour ce faire, la sensibilité des résultats est considérée. Lié aux variations de la géométrie et donc du maillage, un critère de détection est évalué. Ainsi il y a détection du défaut lorsque la variation de l'amplitude de la réponse devient supérieure à 2 % de la réponse en l'absence de défaut. Nous montrons alors que l'amplitude de la réponse devient significativement sensible à la présence du défaut pour les profondeurs inférieures à 400 nm à une fréquence de modulation de 2 Hz. Cette profondeur limite s'abaisse à 200 nm pour le déphasage de la réponse. L'évolution en fréquence démontre que la sensibilité en amplitude décroît avec l'augmentation de la fréquence. Tandis qu'elle est maximale entre 400 et 800 Hz pour le

déphasage. Ces résultats semblent corrélés à la réponse en fréquence de la sonde seule (figure II-11). Ainsi les seuils de détection de l'inclusion ne semblent pas liés à la longueur de diffusion thermique mais plutôt à la baisse de puissance dissipée dans la sonde en fonction de la fréquence.



**Figure V-17 :** Réponse à  $3\omega$  normalisée, en amplitude et en phase, en fonction de la profondeur d'un défaut sphérique de  $1\ \mu\text{m}$  de rayon situé à la verticale du contact. L'échantillon est en verre et le défaut est en cuivre.

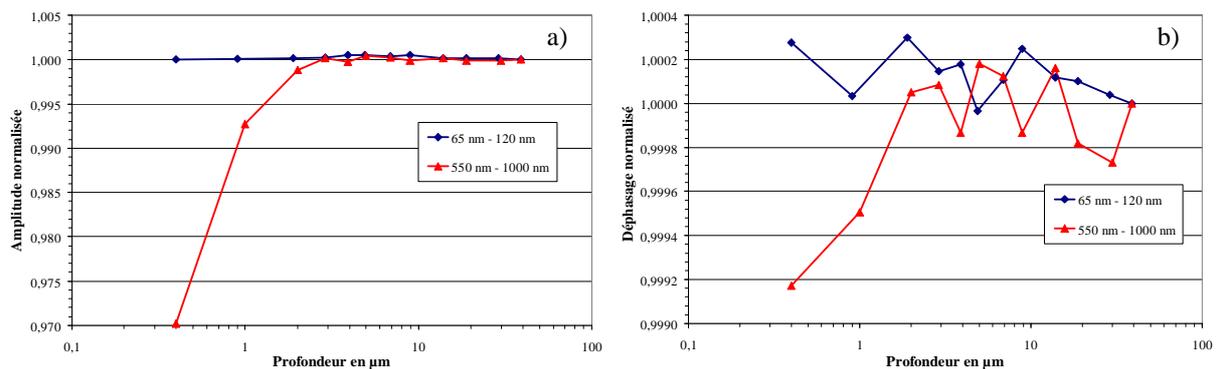
Lorsque l'échantillon est en cuivre et le défaut en verre, l'évolution de la réponse est significativement différente (figure V-18). Comme nous pouvions nous y attendre et à l'inverse du cas précédent, l'inclusion de verre tend à s'opposer au flux de chaleur et par conséquent à réduire le refroidissement de la sonde ce qui se traduit par une augmentation de l'amplitude. Selon les mêmes conditions de détectabilité, la réponse à  $3\omega$  rend compte de la présence du défaut aux profondeurs inférieures à  $150\ \text{nm}$  pour l'amplitude. Pour le déphasage, la faiblesse de la perturbation ne permet pas la détermination d'un seuil de détection. En effet les perturbations résultantes de la présence du défaut sont environ vingt fois moins importantes avec l'échantillon de cuivre qu'avec l'échantillon de verre.



**Figure V-18 :** Réponse à  $3\omega$  normalisée, en amplitude et en phase, en fonction de la profondeur d'un défaut sphérique de  $1\ \mu\text{m}$  de rayon situé à la verticale du contact. L'échantillon est en cuivre et le défaut est en verre.

La figure V-19 compare l'évolution de la réponse à  $2\ \text{Hz}$  en fonction de la surface d'échange pour un échantillon de verre comportant une inclusion de cuivre. Deux cas extrêmes sont considérés. Le premier modèle représente le contact sous vide avec les dimensions caractéristiques de la forme elliptique suivantes :  $65\ \text{nm}$  et  $120\ \text{nm}$ . Le second

modèle représente le contact à pression atmosphérique *via* une surface d'échange beaucoup plus importante : 550 nm et 1000 nm. Cette surface prend ainsi en compte les échanges par conduction solide-solide, *via* le ménisque d'eau et à travers l'air environnant. La conductance thermique par unité de surface de contact est identique dans les deux cas et fixée arbitrairement à  $10^7 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ . L'analyse de ces résultats théoriques met en évidence le caractère prépondérant des dimensions de la surface d'échange. Il est ainsi démontré que la sonde est plus sensible à la présence d'un défaut sub-surfacique à pression atmosphérique que sous vide. D'une manière plus générale, notre étude démontre que la profondeur de détection augmente avec les dimensions de la surface d'échange en atteignant environ  $200 \mu\text{m}$  suivant l'amplitude de la réponse pour le second contact.



**Figure V-19 :** Comparaison de la réponse à  $3\omega$  normalisée, en amplitude et en phase, en fonction de la profondeur d'un défaut sphérique de  $1 \mu\text{m}$  de rayon situé à la verticale du contact. Deux surfaces de contact sont considérées. Les demi-grands et demi-petits axes du contact elliptique sont respectivement de 65 nm et 120 nm dans la première configuration et de 550 nm et 1000 nm dans la seconde. La fréquence de modulation du courant électrique est de 2 Hz. L'échantillon est en verre et le défaut est en cuivre.

L'évolution de la réponse de la sonde avec un défaut de  $5 \mu\text{m}$  de rayon a également été réalisée (non représentée). Cette étude semble démontrer qu'une augmentation notable de la dimension du défaut ne modifie pas sensiblement le seuil de détection par la sonde. La dimension de ce dernier a donc peu d'influence sur la sensibilité de la réponse pour peu que les dimensions du contact soient inférieures à celles du défaut.

### V.3.3 Discussion

Comme on vient de le démontrer, les dimensions de la surface d'échange et la conductance thermique de contact totale contribuent pour une très grande part à l'établissement de la réponse de la sonde. Comparativement la présence de défauts sub-surfaciques perturbe peu cette réponse. Leur détection nécessite donc d'importantes surfaces d'échange entre la sonde et l'échantillon et de faibles rugosités afin de garantir une conductance de contact élevée. Ces résultats sont en accord avec ceux résultants de l'approche analytique [DEP2003]. De plus la plage des profondeurs de détection ainsi obtenue démontre la pertinence du mode alternatif pour l'étude des couches minces.

Dans le but de répondre sans ambiguïté sur la capacité du mode alternatif à étudier les défauts sub-surfaciques, il est nécessaire de disposer d'un échantillon approprié. Les études qui viennent d'être présentées permettent d'en définir les contours. Ce dernier doit présenter un état de surface irréprochable sur l'ensemble de la zone étudiée ainsi que des défauts dont la conductivité thermique est significativement supérieure à celle du substrat. La profondeur de ces inclusions doit être inférieure à 500 nm, voire 1  $\mu\text{m}$  pour inclure la marge d'erreur.

Cette étude fournit également des éléments de réponse concernant la résolution latérale de la sonde thermorésistive. En supposant la propagation de la chaleur au sein de l'échantillon de forme sphérique [DEP2003], la résolution latérale peut être déduite de l'évolution de la réponse en fonction de la profondeur du défaut. La figure V-17 montre ainsi que la profondeur de détection (selon l'amplitude de la réponse) diminue avec l'augmentation de la fréquence d'excitation. Elle démontre également que la sensibilité de la réponse à la profondeur du défaut diminue en fonction de la fréquence. En raison de la symétrie sphérique, il en est par conséquent de même en fonction de l'éloignement latérale du défaut. Autrement dit, la variation de la réponse en fonction de la profondeur étant plus importante à 2 Hz qu'à 1500 Hz, la distinction entre deux défauts devrait être plus évidente à basse fréquence qu'à haute fréquence.

Ces constatations permettent la précision de l'échantillon test. Il devra ainsi présenter des défauts (de forme sphérique, par exemple) distants dans le plan horizontal de moins de 1  $\mu\text{m}$ . Cette condition réduit par conséquent le rayon des défauts à une valeur maximale de 500 nm.

## ***Conclusion***

L'étude de la réponse de la sonde en contact est une étape indispensable à l'estimation des propriétés thermiques des matériaux. Dans ce chapitre, la modélisation de la réponse à  $3\omega$  de la sonde en contact est réalisée à partir d'une approche par éléments finis. Un soin particulier a été apporté à la description de la conductance thermique de contact laquelle est l'élément prédominant de l'équilibre thermique de la sonde. Le flux de chaleur échangé dépend ainsi des gradients de température locaux de part et d'autre de l'interface.

L'étude de la sensibilité de la réponse à  $3\omega$  démontre la prédominance de la conductivité thermique de l'échantillon vis-à-vis de sa masse volumique et de sa chaleur spécifique, ce qui conduit à conclure en l'insensibilité de la réponse à la diffusivité thermique dans le cas des matériaux homogènes. Elle démontre également la non-linéarité de la réponse en fonction des dimensions de la surface d'échange. Une analyse fine confirme l'augmentation de la sensibilité de la sonde avec la diminution de la conductivité thermique de l'échantillon et met en évidence l'existence de deux points d'inflexion dans son évolution aux environs de 0,4 et 40  $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ .

L'étude expérimentale de la réponse de la sonde en contact avec divers échantillons sous vide démontre la nécessité d'apporter un soin particulier à l'état de surface des matériaux. L'introduction de ces mesures dans notre modèle conduit à l'estimation de la

conductance thermique de contact. Ainsi pour l'échantillon de cuivre, la valeur de la conductance varie peu avec la force d'application de la sonde et se situe à environ  $3 \mu\text{W.K}^{-1}$ . Notre approche théorique démontre également que la conductance de contact peut varier fortement d'un matériau à l'autre.

Une approche analytique de la conductance thermique de contact, reposant sur l'évaluation de la rugosité des surfaces mises en jeu, est étudiée. Cette approche présente la particularité de prendre en compte simultanément plusieurs niveaux de constriction ainsi que la présence d'un fluide interstitiel. L'analyse topographique d'un échantillon de cuivre et du filament permet l'alimentation de ce modèle. Des rainures d'environ 200 nm de large et d'environ 90 nm de profondeur sont alors observées à la surface du filament de platine-rhodium. Une conductance thermique de contact d'environ  $3 \mu\text{W.K}^{-1}$  est obtenue en supposant le nombre de contact, définissant la surface d'échange, égal à 30.

L'étude expérimentale de la détection de défauts sub-surfaciques souligne l'importance des conditions de contact dans l'image thermique résultante. Notre approche théorique par éléments finis est ensuite appliquée à l'étude de ces défauts sous vide. Elle démontre ainsi que la profondeur de détection diminue avec l'augmentation de la fréquence de modulation. Deux seuils de détection sont identifiables suivant l'amplitude et le déphasage de la réponse au troisième harmonique. Ainsi dans le cas d'un échantillon en verre comportant un défaut en cuivre de 1  $\mu\text{m}$  de rayon, la profondeur de détection est évaluée à 400 nm et 200 nm suivant l'amplitude et la phase pour une fréquence de modulation de 2 Hz. La profondeur relative à l'amplitude devient inférieure à 150 nm dans le cas inverse d'un échantillon en cuivre comportant une inclusion en verre. Remarquons que ces dimensions apparaissent très fortement inférieures aux longueurs de diffusion thermique respectivement de 184  $\mu\text{m}$  et de 3000  $\mu\text{m}$  pour le verre et le cuivre.

Reproduisant les conditions d'échanges entre la sonde et l'échantillon à pression atmosphérique, une surface d'échange de 550 nm par 1000 nm est introduite dans notre modèle. Cette approche démontre que la sensibilité de la réponse à la présence d'un défaut, et donc la profondeur de détection de ce dernier, augmente en fonction des dimensions de la surface d'échange. Cette surface d'échange entre la sonde et l'échantillon peut dépendre des conditions environnementales (pression et nature du gaz environnant, taux d'humidité...), de la force d'application de la sonde, ou encore du diamètre et du rayon de courbure du filament thermorésistif.

Ces études permettent une meilleure compréhension de l'interaction entre la sonde et l'échantillon. La mesure quantitative de la conductivité thermique des matériaux nécessite donc la mise en œuvre de méthodes fiables et précises permettant la caractérisation des conditions d'échanges. On se doit, entre autre, d'évaluer précisément la résistance thermique de contact ; laquelle dépend de la rugosité de la sonde et de l'échantillon. Un certain nombre d'applications résulte de ces études. Il apparaît ainsi que le mode alternatif est plus adapté à l'étude des couches minces. Le déphasage de la réponse au troisième harmonique peut également être appliqué à la détection de défauts à des profondeurs inférieures à 0,1  $\mu\text{m}$ . Tandis que l'amplitude de la réponse permet l'analyse de la matière jusqu'à une profondeur de 1  $\mu\text{m}$  dans le cas des matériaux faiblement conducteurs.

## ***Références bibliographiques***

- [CRA1978] : S.H. Crandall, N.D. Dahl, T.J. Lardner, *An introduction to the Mechanics of Solids*, Sec. Ed., MacGraw-Hill, New York (1978)
- [DEG2003] : A. Degiovanni, B. Remy, S. Andre, *Thermal resistance of a multi-constrictions contact: A simple model*, Int. J. Heat Mass Transfer **46**, 3727-3735 (2003)
- [DEP2003] : F. Depasse, P. Grossel, S. Gomès, *Theoretical investigations of dc and ac heat diffusion for submicroscopies and nanoscopies*, J. Phys. D: Appl. Phys. **36**, 204-210 (2003)
- [DIN1994] : R.B. Dinwiddie, R.J. Pytkki, P.E. West, *Thermal conductivity contrast imaging with a scanning thermal microscope*, Thermal Conductivity **22**, ed. T.W. Tong, 668-677 (Technomic Publishing Co., Lancaster 1994)
- [GOM1999] : S. Gomès, *Contribution théorique et expérimentale à la microscopie thermique à sonde locale : calibration d'une pointe thermorésistive, analyse des divers couplages thermiques*, thèse de doctorat de l'Université de Reims (1999)
- [GUO2004] : F. A. Guo, K. Y. Zhu, N. Trannoy, J. Lu, *Examination of thermal properties by scanning thermal microscopy in ultrafine-grained pure titanium surface layer produced by surface mechanical attrition treatment*, Thermochimia acta **419**, 239-246 (2004)
- [HER1882] : H. Hertz, *Ueber die Berührung fester elastischen Körper*, J. reine Angew. Math. **92**, 156 (1882)
- [LEF2006] : S. Lefèvre, S. Volz, P.O. Chapuis, *Nanoscale heat transfer at contact between a hot tip and a substrate*, Int. J. Heat Mass Transfer **49**, 251-258 (2006)
- [TOP1997] : *Specification Scanning Thermal Microscope Option*, User's Manual Addendum, Topometrix Corporation (1997)



## Conclusion générale

Ces travaux de thèse s'inscrivent dans la continuité d'une démarche initiée il y a plus d'une dizaine d'années au sein de notre équipe de recherche dont l'objectif est l'étude et le développement de la microscopie thermique à sonde locale. Faisant suite à de précédents travaux consacrés au mode continu, ces présents travaux s'attachent à la caractérisation de l'équilibre thermique de la sonde thermorésistive soumise à un courant électrique alternatif. L'objectif est l'identification et l'analyse d'éventuelles nouvelles capacités qu'offre ce mode de fonctionnement telles que l'augmentation de la résolution et la détection de défauts subsurfacique en fonction de la fréquence de modulation du courant électrique. Ce mémoire s'attache également à préciser les paramètres caractéristiques de la sonde et la surface d'échange dont la maîtrise est indispensable à l'évaluation des propriétés thermiques des matériaux quel que soit le mode de fonctionnement choisi.

Complétant la bibliographie préexistante, notre étude se concentre sur les travaux marquants le développement de cette discipline. La réponse au troisième harmonique de la sonde thermorésistive apparaît notamment dépendante non seulement des composantes de la température à  $2\omega$  mais également des composantes harmoniques d'ordre supérieur. L'importance de la résistance de contact dans l'établissement des échanges thermiques entre la sonde et l'échantillon est également abordée comparativement aux autres modes de transfert. La nécessité d'une représentation précise du système sonde-échantillon est alors mise en évidence laquelle nécessite l'estimation d'un nombre important de paramètres (dimensions et propriétés thermiques de la sonde, coefficients d'échange, rugosité des surfaces en contact...).

La seconde étape, consécutive à l'apprentissage de la méthode, a eu pour principal objectif le développement d'un module électronique dédié au mode de fonctionnement à courant alternatif. Ce dispositif électronique a spécialement été réalisé pour faciliter la modélisation électrothermique du système. Ainsi les divers composants ont été choisis de manière à contrôler à chaque instant le courant électrique circulant dans la sonde quelle que soit l'intensité du courant appliqué. Un dispositif expérimental a également été développé afin de contrôler précisément la distance séparant la sonde de l'échantillon. La particularité de ce montage est le maintien, sans contrainte de temps, de l'altitude de la sonde. Il permet ainsi une mesure fiable, stable et reproductible de la réponse. L'ensemble est ensuite placé dans une enceinte à vide permettant le contrôle de la pression et de la nature du gaz environnant.

Deux modélisations distinctes de la sonde thermorésistive sont présentées dans le chapitre III. La première, dite analytique, repose sur les précédents travaux menés au sein de l'équipe. S'appuyant sur l'approche multi-harmonique, désormais couramment admise, ce modèle unidimensionnel permet une reproduction fidèle de la réponse à  $3\omega$  de la sonde. Afin de valider ce modèle et d'apporter un gain de précision, une approche tridimensionnelle

reposant sur la méthode des éléments finis a été développée. Afin de renseigner les modèles concernant les dimensions géométriques du filament de platine-rhodium, une caractérisation par microscopie électronique a été menée. Elle aboutit à une réévaluation des valeurs théoriques données par le constructeur. Ainsi le diamètre et la longueur du filament apparaissent, en moyenne, respectivement 12 % plus faible et 25 % plus importante. Ces paramètres ayant une influence prédominante dans la quantité de chaleur dégagée et l'équilibre thermique de la sonde, ils sont identifiés et intégrés dans nos approches théoriques en rapport à une sonde donnée. Appliquée à l'étude de la réponse de la sonde sous vide, ces modélisations permettent l'estimation des propriétés thermiques du filament de platine-rhodium. La conductivité thermique et la résistivité électrique de l'alliage apparaissent respectivement 36 % supérieure et 34 % inférieure aux valeurs couramment admises.

Ce modèle numérique a ensuite été appliqué à l'étude de la réponse à pression atmosphérique. L'estimation résultante des flux dissipée à travers la valeur du coefficient d'échange convectif invalide la grandeur couramment admise avec une valeur près de deux fois supérieure (environ  $2500 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ ). Afin d'incorporer à notre approche les échanges thermiques à travers l'air environnant, ce dernier est intégré, avec succès, suivant l'hypothèse d'un milieu purement conducteur. Les études expérimentales et théoriques de la réponse de la sonde en fonction de la distance la séparant de l'échantillon ont permis la mise en évidence d'un phénomène inattendu, spécifique au mode alternatif. Interprété par des interférences d'ondes de diffusion thermique, ce phénomène démontre la présence d'interactions entre la sonde et l'échantillon jusqu'à des distances de plusieurs centaines de micromètres. L'interprétation est corroborée par la dépendance à la fréquence de modulation. Bien que résultant des interactions entre la sonde, l'air et l'échantillon, le phénomène apparaît indépendant de la nature de l'échantillon sauf aux distances courtes. La dépendance de la réponse à la nature de l'échantillon devient mesurable à partir des distances inférieures à  $10 \mu\text{m}$ , dépendant alors de la conductivité thermique du matériau étudié. Nos études expérimentales démontrent également l'absence d'un palier dans l'évolution de la réponse de la sonde pour les distances inférieures au libre parcours moyen des molécules d'air. Au contraire nos résultats mettent en évidence un comportement linéaire de la réponse pour les distances inférieures à  $500 \text{ nm}$ .

Les paramètres de la sonde étant désormais fixés, nous pouvons étudier la réponse à  $3\omega$  d'une sonde en contact à partir de notre modélisation numérique. L'analyse de la sensibilité théorique démontre la dépendance de la réponse à la conductivité thermique de l'échantillon et son indépendance à la diffusivité thermique. Deux points d'inflexion caractérisent l'évolution en fonction de la conductivité thermique ( $0,4$  et  $40 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ) entre lesquels la sensibilité de la sonde est maximale. La surface de contact est également un élément important intervenant dans l'équilibre thermique de la sonde. L'évolution de la sensibilité en fonction de l'étendue de cette surface ne semble pas linéaire. Notre modèle numérique est appliqué à l'estimation de la conductance thermique de contact. Pour un échantillon de cuivre, elle s'élève à  $3 \mu\text{W.K}^{-1}$  et varie relativement peu avec la force d'application de la sonde. De fortes variations sont toutefois observées suivant l'échantillon considéré. L'étude de la rugosité des matériaux mis en contact conduit à l'estimation des dimensions des aspérités. Leur intégration dans une approche analytique, empruntée au

domaine macroscopique, permet l'estimation de la surface de contact réelle. Ainsi pour un échantillon de cuivre, elle s'élève à environ  $94 \text{ nm}^2$ , soit un disque de 11 nm de diamètre.

Le modèle est ensuite appliqué à la détection de défauts surfaciques. Il apparaît que la présence du défaut est détectée à partir des profondeurs sub-micrométriques. Ce seuil de détection varie en fonction de la surface d'échange et diminue avec l'augmentation de la fréquence de modulation. Ainsi pour un défaut de cuivre dans un échantillon de verre, le seuil s'élève à 400 nm et se limite à 150 nm pour un défaut de verre dans un échantillon de cuivre. Ces seuils de détection se révèlent être très inférieurs aux longueurs de diffusion thermique ce qui suppose l'influence d'autres paramètres tels que les dimensions de la surface d'échange et intrinsèquement les rayon et rayon de courbure du filament.

Ces études permettent la précision du champ d'application du mode alternatif. Ainsi la sonde thermorésistive semble être plus adaptée à la détection d'inclusions conductrices dans un matériau isolant. Compte tenu de ces seuils de détection, le mode alternatif semble approprié à l'analyse des couches minces. Ainsi l'utilisation du déphasage de la réponse peut, par exemple, être envisagée pour l'étude de couches d'épaisseur inférieure à 100 nm. Enfin, quelle que soit l'étude, l'analyse de nos résultats expérimentaux démontre la grande stabilité des mesures proposée par le mode de fonctionnement à courant alternatif.

L'ensemble de ces travaux démontre la nécessité d'une identification précise des paramètres caractérisant la sonde thermorésistive et son contact avec l'échantillon. La poursuite de cette étude repose sur le développement d'une méthode fiable et reproductible permettant la détermination de la conductance thermique de contact. Cette recherche peut, par exemple, prendre la forme d'une approche statistique du traitement de la mesure laquelle nécessite la répétition de la mesure. L'acquisition de l'image thermique par le microscope étant un processus relativement lent, ce type d'analyse demande un développement expérimental spécifique. Cette approche statistique est actuellement en cours d'étude.



# **Annexes**



## Annexe n°1 :

### Modélisation analytique du champ de température tridimensionnel au sein d'un échantillon

Dans le cas des échantillons conducteurs, de récents travaux démontrent la prédominance de la conduction parmi les différents modes de transfert de chaleur s'établissant entre la sonde et l'échantillon [GOM1999b]. Les forces mises en jeu entre ces deux éléments étant relativement faibles, l'aire de contact et donc l'aire de l'échange thermique peut donc être supposée très faible. Le champ de température au sein d'un échantillon est ainsi évalué en remplaçant la sonde par une source de chaleur de forme discoïdale d'épaisseur négligeable et présentant un rayon de l'ordre de la dizaine de nanomètre [DEP2003]. Basée sur une résolution dans l'espace de Fourier, cette approche est appliquée aux matériaux homogènes d'une part et à ceux présentant une inhomogénéité subsurfacique d'autre part.

#### Cas d'un échantillon homogène

Considérons un solide homogène et semi-infini s'étendant de  $x = 0$  à l'infini. Cet échantillon reçoit à sa surface un flux de chaleur de densité  $\Phi$  modulé à une fréquence angulaire  $\omega$  de façon homogène sur un disque de rayon  $r \leq r_s$ . Les pertes convectives sont prises en compte sur toute la surface de l'échantillon tandis que les pertes radiatives sont négligées. Ainsi la densité de flux de chaleur reçue par l'échantillon à travers cette surface située en  $x = 0$  s'écrit de la forme :

$$f(y, z) = \Phi H\left(r_s - \sqrt{y^2 + z^2}\right) - hT(y, z) \quad \text{Équation A1-1}$$

où  $H$  représente une fonction de Heaviside,  $h$  caractérise le coefficient d'échange convectif et  $T$  est la température de référence à l'équilibre thermique. Par une transformation dans l'espace de Fourier, cette équation s'écrit en coordonnées sphériques :

$$\tilde{f}(k) = \frac{\Phi}{2\pi} \int_0^{r_s} dr.r \int_0^{2\pi} d\theta. \exp(-ikr \cos \theta) - h\tilde{T}(k) \quad \text{Équation A1-2}$$

Dans cette expression, l'intégrale fonction de  $\theta$  est égale à  $2\pi J_0(kr)$  et selon la symétrie cylindrique du problème et des propriétés des fonctions de Bessel :

$$\frac{\partial}{\partial \rho} \rho J_1(\rho) = \rho J_0(\rho), \text{ et } \int_0^R dr.r J_0(kr) = \frac{r_s}{k} J_1(kr_s) \quad \text{Équation A1-3}$$

Il vient :

$$\tilde{f}(k) = \Phi \frac{r_s}{k} J_1(kr_s) - h\tilde{T}(k) \quad \text{Équation A1-4}$$

D'autre part, comme l'échantillon est semi-infini et la source de symétrie sphérique, le champ de température peut s'exprimer par un spectre d'ondes planes simple tel que :

$$T(r, x) = \int_0^{\infty} dk \tilde{T}(k) J_0(kr) \exp\left(ix \sqrt{\frac{i\omega}{a} - k^2}\right) \quad \text{Équation A1-5}$$

où  $a$  représente la diffusivité thermique de l'échantillon tel que  $a = \lambda/\rho C$ , avec  $\rho$  et  $C$  respectivement la masse volumique et la chaleur spécifique de l'échantillon.

Etant donné l'expression caractérisant le transfert de chaleur par conduction :

$$f(r, x) = -\lambda \frac{\partial}{\partial x} T(r, x) \quad \text{Équation A1-6}$$

avec  $\lambda$  la conductivité thermique de l'échantillon, il vient la formule suivante :

$$\tilde{f}(k) = -i\lambda \sqrt{\frac{i\omega}{a} - k^2} \tilde{T}(k) \quad \text{Équation A1-7}$$

Les équations A1-4 et A1-7 amènent alors au spectre de température suivant :

$$\tilde{T}(k) = \Phi \frac{r_s J_1(kr_s)}{k(h - i\lambda \sqrt{(i\omega/a) - k^2})} \quad \text{Équation A1-8}$$

En insérant cette expression dans l'équation A1-5, on obtient :

$$T(r, x) = \Phi r_s \int_0^{\infty} dk \frac{J_1(kr_s) J_0(kr)}{h - i\lambda \sqrt{(i\omega/a) - k^2}} \times \exp\left(ix \sqrt{\frac{i\omega}{a} - k^2}\right) \quad \text{Équation A1-9}$$

Cette expression constitue un résultat général permettant, par exemple, de relier le flux de chaleur chauffant l'échantillon à la température de la sonde se trouvant en contact [GRO1997].

Dans notre cas, la sonde est utilisée simultanément comme source et détecteur de chaleur. Ainsi la température moyenne  $\langle T \rangle$  sur l'aire de contact fournit une méthode de caractérisation des propriétés thermiques de l'échantillon [GOM2000] :

$$\langle T \rangle = \frac{1}{\pi r_s^2} \int_0^R dr \cdot r \int_0^{2\pi} d\theta \cdot T(r, x=0) = \frac{2i\Phi}{\lambda} \int_0^{\infty} dk \cdot \frac{[J_1(kr_s)]^2}{k((ih/\lambda) + \sqrt{(i\omega/a) - k^2})} \quad \text{Équation A1-9}$$

L'expression de cette température moyenne peut s'écrire simplement de la forme  $\langle T \rangle = A\Phi$ , où le terme  $A$  est caractéristique de la géométrie de la source et des propriétés thermiques de l'échantillon.

Dans le cas particulier où une très petite source est considérée, les pertes convectives à la surface de l'échantillon peuvent être négligées. Ainsi en mode continu ( $\omega = 0$ ), la température moyenne du disque source devient :

$$\langle T \rangle = \frac{8}{3\pi} \Phi \frac{r_s}{\lambda} \quad \text{Équation A1-10}$$

### Cas d'un échantillon comportant une inhomogénéité subsurfacique

Le champ de température au sein d'un échantillon présentant une inhomogénéité à une profondeur donnée est évalué de manière analytique à partir de l'approximation de Born du processus de diffusion de la chaleur. Cette approche restreint le modèle aux cas des petites perturbations du milieu homogène.

L'équation de conservation du flux de chaleur :

$$\nabla \cdot \Phi + \rho c \frac{\partial T}{\partial t} = 0 \quad \text{Équation A1-11}$$

avec le flux de chaleur :  $\Phi = -\lambda \nabla T$  **Équation A1-12**

donne dans le domaine spectral :  $\Delta T + \frac{1}{\lambda} \nabla \lambda \cdot \nabla T + i \frac{\omega}{a} T = 0$  **Équation A1-13**

L'approximation de Born se caractérise par une décomposition des paramètres thermiques et du champ de température de la façon suivante :

$$\lambda = \lambda_0 + \lambda_1 \quad \text{Équation A1-14}$$

$$a = a_0 + a_1 \quad \text{Équation A1-15}$$

$$T = T_0 + T_1 \quad \text{Équation A1-16}$$

où les termes présentant l'indice 0 correspondent au matériau homogène et les termes présentant l'indice 1 correspondent aux variations liées à l'inhomogénéité.

L'équation de conservation du flux de chaleur devient alors :

$$\Delta T_1 + i \frac{\omega}{a_0} T_1 = -\frac{1}{\lambda_0} \nabla \lambda_1 \cdot \nabla T_0 + i \frac{\omega}{a_0} \frac{a_1}{a_0} T_0 \quad \text{Équation A1-17}$$

La composante spatiale du champ de température alternatif  $T_1(\vec{r})$  peut s'établir en utilisant les fonctions de Green :

$$T_1(\vec{r}) = - \int_{\Omega} d\vec{r}' \frac{\exp(i\|\vec{r} - \vec{r}'\| \sqrt{i\omega/a_0})}{4\pi\|\vec{r} - \vec{r}'\|} \times \left[ -\frac{1}{\lambda_0} \nabla \lambda_1 \cdot \nabla T_0(\vec{r}') + i \frac{\omega}{a_0} \frac{a_1}{a_0} T_0(\vec{r}') \right] \quad \text{Équation A1-18}$$

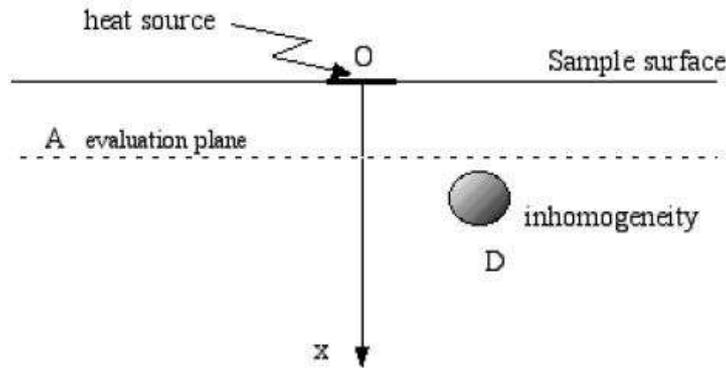
où  $\Omega$  est le volume de la petite inhomogénéité.

Cette expression est précisée en un point d'observation  $A$ , dans le cadre d'une inhomogénéité sphérique de rayon  $r_d$  localisée au point  $D$ , avec une source de chaleur en  $O$  :

$$T_1(A) = \frac{\exp(ik\|\vec{DA}\|)}{\|\vec{DA}\|} \frac{r_d^3}{3} \left[ k^2 \left( \frac{\lambda_1}{\lambda_0} - \frac{a_1}{a_0} \right) T_0(D) + \nabla T_0 \cdot \frac{\vec{DA}}{\|\vec{DA}\|} \frac{\lambda_1}{\lambda_0} \left( ik - \frac{1}{\|\vec{DA}\|} \right) \right] \quad \text{Équation A1-19}$$

Avec pour limite statique :

$$T_1(A) = -\frac{r_d^3}{3} \frac{\nabla T_0 \cdot \vec{DA}}{\|\vec{DA}\|^3} \frac{\lambda_1}{\lambda_0} \quad \text{Équation A1-20}$$



**Figure A1-1 :** Géométrie d'un échantillon contenant une inhomogénéité sphérique  $D$  ainsi qu'un disque chauffant en  $O$  [DEP2003]

Finalement en un point donné  $A$  de l'échantillon, le champ de température est la somme de la température non-perturbée et de deux champs perturbateurs résultant de l'inhomogénéité  $D$  et de son image par rapport à la surface de l'échantillon :

$$T(A) = T_0(A) + T_1(A, D) + T_1(A, D') \quad \text{Équation A1-21}$$

Le champ de température  $T_0(A)$  est déterminé par l'équation A1-9. Le champ de température résultant de la source image  $D'$  est calculé à partir de considérations de symétrie compte tenu du fait que les pertes convectives à la surface de l'échantillon sont négligées.

Dans le cadre de cette approximation, ces expressions permettent d'évaluer le champ de température n'importe où dans l'échantillon tant que la profondeur du défaut est supérieure à 1,5 fois de rayon de la zone de contact. Cette méthode peut être employée avec d'autres formes de défauts.

## Bibliographie

- [DEP2003] : F. Depasse, P. Grossel, S. Gomès, *Theoretical investigations of dc and ac heat diffusion for submicroscopies and nanoscopies*, J. Phys. D: Appl. Phys. **36**, 204-210 (2003)
- [GOM1999b] : S. Gomès, N. Trannoy, P. Grossel, *DC thermal microscopy: study of the thermal exchange between a probe and a sample*, Meas. Sci. Technol. **10**, 805-811 (1999)
- [GOM2000] : S. Gomès, N. Trannoy, F. Depasse, P. Grossel, *A.C. scanning thermal microscopy: Tip-sample interaction and buried defects modellings*, Int. J. Therm. Sci. **39**, 526-531 (2000)
- [GRO1997] : P. Grossel, F. Depasse, N. Trannoy, *Sample tip thermal coupling in modulated laser surface excitation*, Int. J. Engrg. Sci. **35**, 699-707 (1997)

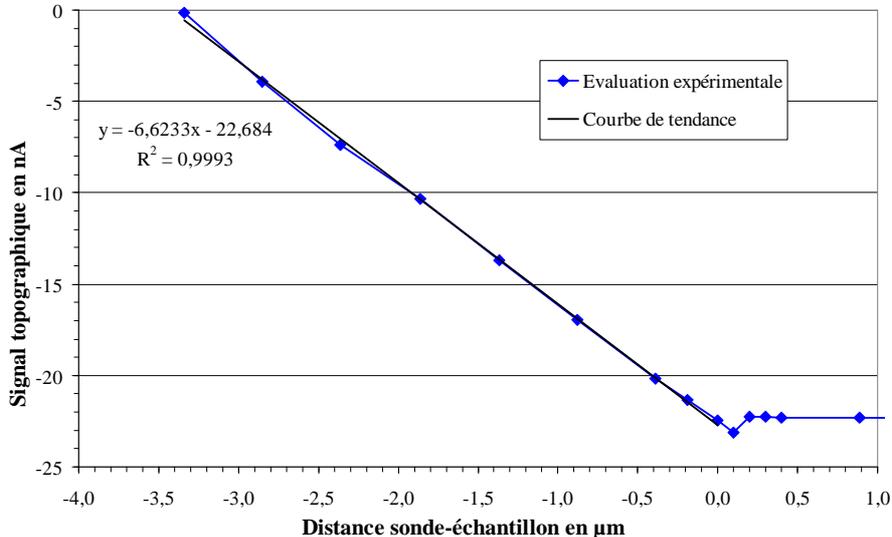


## Annexe n°2 :

### Etude de la déformation du filament en fonction du courant d'alimentation

L'utilisation du SThM dans le mode de fonctionnement à courant alternatif engendre dans certaines conditions une perturbation non négligeable du signal topographique. Ainsi, lorsque la sonde se situe en position hors contact, ce signal oscille de façon périodique. Afin de quantifier ce phénomène en termes de déplacement de l'extrémité du filament, son étude est présentée dans cette annexe.

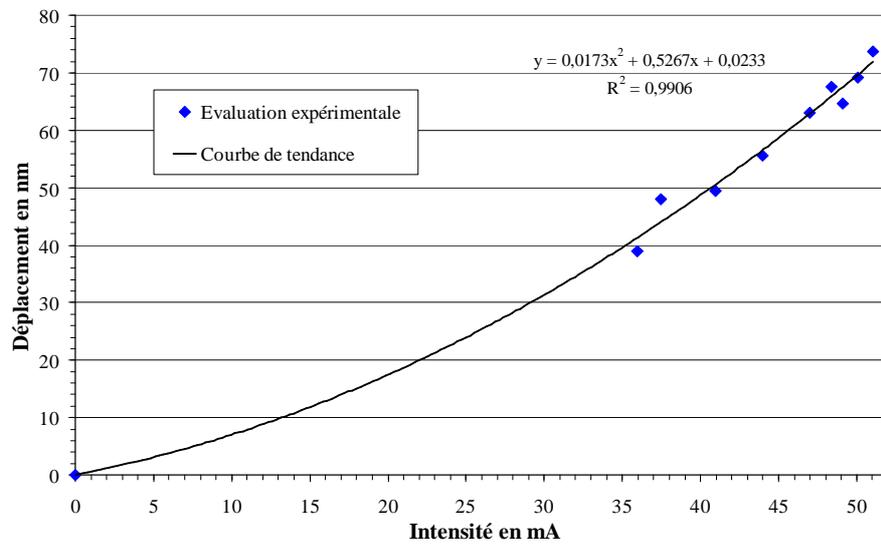
Dans une première étape, l'étude du signal topographique est réalisée en fonction du déplacement imposé de l'extrémité du filament. Pour ce faire la platine de déplacement présentée précédemment est utilisée pour asservir la distance sonde-échantillon. La figure A2-1 représente l'évolution du signal topographique au cours de l'approche et de la mise en contact d'une sonde thermorésistive usuelle. La courbe relevée est conforme aux évolutions couramment observées et présente une pente similaire de  $-6,62 \text{ nA} \cdot \mu\text{m}^{-1}$  [GOM1999].



**Figure A2-1 :** Evolution du signal topographique en sortie de la photodiode en fonction de l'altitude d'une sonde thermique (sonde n°1). Un échantillon de cuivre est utilisé pour cette étude.

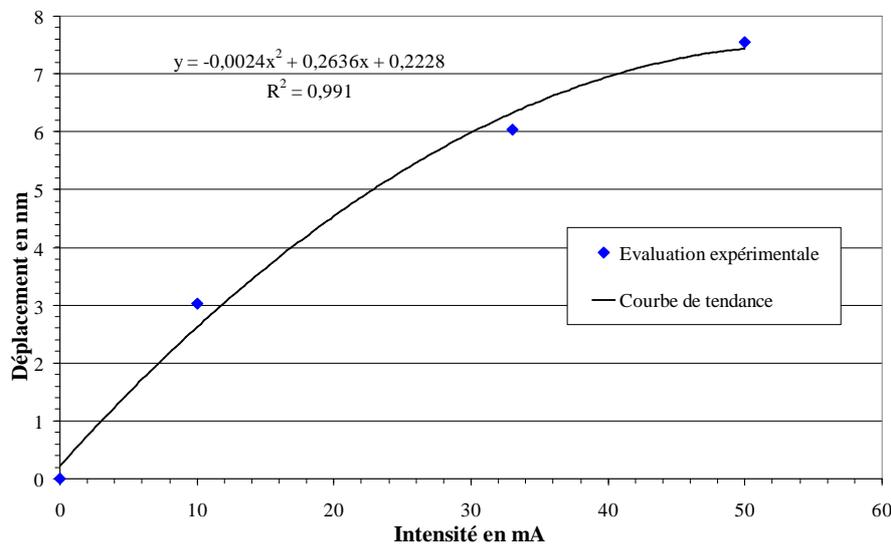
L'évolution de la déflexion de la sonde est ensuite étudiée suivant le mode de fonctionnement et l'intensité du courant d'alimentation. Le résultat précédent permet la conversion du signal topographique en déplacement effectif de l'extrémité du filament chauffant. La figure A2-2 représente ce déplacement en fonction de l'intensité du courant continu circulant dans la sonde. La recherche d'une courbe de tendance démontre le caractère

polynomial de son évolution. Ainsi pour une intensité de 50 mA, le déplacement de l'extrémité de la sonde est d'environ 70 nm.



**Figure A2-2 :** Evolution du déplacement de l'extrémité de la sonde en fonction de l'intensité du courant d'alimentation. L'étude est réalisée dans le mode de fonctionnement à courant continu.

Dans le mode de fonctionnement à courant alternatif, l'amplitude des oscillations décroît très faiblement avec la fréquence de modulation. Elle est en moyenne sur l'ensemble du spectre étudié de  $(7,5 \pm 0,5)$  nm pour une intensité de 50 mA.



**Figure A2-3 :** Evolution du déplacement de l'extrémité de la sonde en fonction de l'intensité du courant d'alimentation. L'étude est réalisée dans le mode de fonctionnement à courant alternatif pour une fréquence de modulation électrique de 400 Hz.

La figure A2-3 présente l'évolution du déplacement de l'extrémité du filament en fonction de l'intensité d'alimentation dans le mode alternatif. L'allure de la courbe observée

est significativement différente de celle correspondante au mode continu. De plus l'amplitude des oscillations est environ un ordre de grandeur inférieur pour une intensité de 50 mA.

Il ressort de cette étude que la déformation de la sonde est beaucoup plus importante dans le mode de fonctionnement à courant continu que dans le mode à courant alternatif. Cette observation s'explique par un échauffement plus important du fil de Wollaston constituant le bras de levier de la sonde. Ainsi, dans le mode à courant alternatif, le flux de chaleur dissipé par le fil de Wollaston est inférieur à celui résultant du régime continu. Ceci démontre l'importance du puits thermique réalisé par le fil de Wollaston dans le mode alternatif.

## **Bibliographie**

[GOM1999] : S. Gomès, *Contribution théorique et expérimentale à la microscopie thermique à sonde locale : calibration d'une pointe thermorésistive, analyse des divers couplages thermiques*, Thèse de doctorat, Université de Reims (1999)



## Annexe n°3 :

### Modélisation analytique du fil de Wollaston

Le fil de Wollaston est un élément important de l'équilibre thermique de la sonde. Sa prise en compte dans les modèles est donc indispensable et doit faire l'objet d'une attention particulière. Le comportement thermique de ce fil de Wollaston est précisé par un nombre de Biot fortement inférieur à l'unité, limitant de ce fait notre étude à un problème unidimensionnel. Dans notre approche ce fil est approximé par un fil d'argent de dimensions équivalentes et modélisé par un multicouche thermique. Le cône d'interfaçage entre le filament et le Wollaston est ainsi décomposé en un grand nombre de couche homogène en argent et de diamètre croissant (figure III-16).

Dans le cas d'un régime sinusoïdal permanent, l'équation de diffusion de la chaleur devient indépendante du temps et prend la forme d'une équation d'Helmholtz généralisée. Ainsi le champ de température solution en tout point peut s'exprimer comme la somme de deux composantes se présentant formellement comme des ondes planes. Il se définit de la façon suivante [GRO1997] :

$$T(x) = T_+ e^{ikx} + T_- e^{-ikx} = T_+(x) + T_-(x) \quad \text{Équation A3-1}$$

où  $T_+(x)$  et  $T_-(x)$  caractérisent respectivement les composantes progressive et régressive du champ de température.

Le filament chauffant est pris en compte par l'ajout d'une source de chaleur  $\Phi$  en surface de la première couche. Ainsi en  $x = 0$ , il vient la condition aux limites suivante :

$$-\lambda_1 \left. \frac{dT}{dx} \right|_{x=0} = \Phi \quad \text{Équation A3-2}$$

A l'autre extrémité du fil de Wollaston, une seconde condition aux limites est utilisée pour rendre compte des fuites de chaleur vers le support et les fils de connexion au pont de Wheatstone. Ces fuites sont intégrées sous la forme d'un coefficient d'échange convectif équivalent, noté  $h_{ext}$ . Sur la surface de sortie de la  $N^{ième}$  couche, la condition suivante est appliquée :

$$-\lambda_N \left. \frac{dT}{dx} \right|_{x=x_N} = h_{ext} T \quad \text{Équation A3-3}$$

En y intégrant la forme du champ de température (Equation A3-1), il vient :

$$i\lambda_N k_N (T_+(x_N) - T_-(x_N)) = h_{ext} (T_+(x_N) + T_-(x_N)) \quad \text{Équation A3-4}$$

Soit 
$$T_-(x_N) = \frac{h_{ext} - i\lambda_N k_N}{h_{ext} + i\lambda_N k_N} T_+(x_N)$$
 **Équation A3-5**

On introduit ainsi le coefficient de réflexion généralisé représentatif de la dernière couche :

$$\mathfrak{R}_N = \frac{h_{ext} - i\lambda_N k_N}{h_{ext} + i\lambda_N k_N} e^{2ik_N d_N}$$
 **Équation A3-6**

Une approche récursive fournit l'expression du coefficient de réflexion en début de chaque couche  $j$  en tenant compte des couches suivantes [MAD1989] :

$$\mathfrak{R}_j = \frac{r_j + \mathfrak{R}_{j+1}}{1 + r_j \mathfrak{R}_{j+1}} e^{2ik_j d_j}, \text{ avec } j = 1 \text{ à } N-1$$
 **Équation A3-7**

avec le vecteur d'onde 
$$k_j = \sqrt{\frac{in\omega}{a_j} - \frac{2h_{c_j}}{r_j \lambda_j}}$$
 **Équation A3-8**

et le coefficient de réflexion local 
$$r_j = \frac{k_j \lambda_j - k_{j+1} \lambda_{j+1}}{k_j \lambda_j + k_{j+1} \lambda_{j+1}}$$
 **Équation A3-9**

Le vecteur d'onde  $k_j$  est obtenu en résolvant, pour une couche donnée  $j$ , l'équation de la chaleur dans l'approximation de l'ailette.

Les couches sont définies par de faibles épaisseurs  $d_j$  de telle manière que de part et d'autre de l'interface  $x_j$ , entre les deux couches  $j$  et  $j+1$ , les températures et les flux sont respectivement égaux :

$$T(x_j) = T(x_{j+1})$$
 **Équation A3-10**

$$-\lambda_j \frac{d}{dx} T(x_j) = -\lambda_{j+1} \frac{d}{dx} T(x_{j+1})$$
 **Équation A3-11**

En incorporant l'équation A3-1, on obtient le système :

$$\begin{aligned} T_+(x_j) + T_-(x_j) &= T_+(x_{j+1}) + T_-(x_{j+1}) \\ \lambda_j k_j (T_+(x_j) - T_-(x_j)) &= \lambda_{j+1} k_{j+1} (T_+(x_{j+1}) - T_-(x_{j+1})) \end{aligned}$$
 **Équation A3-12**

Le remplacement de  $T_-(x_j)$  dans la seconde expression aboutit à :

$$T_+(x_j) = \frac{\lambda_j k_j + \lambda_{j+1} k_{j+1}}{2\lambda_j k_j} \left[ T_+(x_{j+1}) + \frac{\lambda_j k_j - \lambda_{j+1} k_{j+1}}{\lambda_j k_j + \lambda_{j+1} k_{j+1}} T_-(x_{j+1}) \right]$$
 **Équation A3-13**

dans laquelle apparaît le coefficient de réflexion local présenté précédemment et le coefficient de transmission local :

$$t_j = \frac{2\lambda_j k_j}{\lambda_j k_j + \lambda_{j+1} k_{j+1}} \quad \text{Équation A3-14}$$

Une démarche similaire permet l'évaluation de la composante régressive et fournit le système matriciel suivant :

$$\begin{pmatrix} T_+ \\ T_- \end{pmatrix}_{x_j} = \frac{1}{t_j} \begin{pmatrix} 1 & r_j \\ r_j & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} T_+ \\ T_- \end{pmatrix}_{x_{j+1}} = [t_j] \begin{pmatrix} T_+ \\ T_- \end{pmatrix}_{x_{j+1}} \quad \text{Équation A3-15}$$

La prise en compte de la propagation de la chaleur dans une couche conduit à l'introduction d'un coefficient de déphasage complexe. Le système précédent devient alors :

$$\begin{pmatrix} T_+ \\ T_- \end{pmatrix}_{x_j} = \begin{pmatrix} e^{-ik_j d_j} & 0 \\ 0 & e^{ik_j d_j} \end{pmatrix} [t_j] \begin{pmatrix} T_+ \\ T_- \end{pmatrix}_{x_{j+1}} = [\beta_j] [t_j] \begin{pmatrix} T_+ \\ T_- \end{pmatrix}_{x_{j+1}} \quad \text{Équation A3-16}$$

En développant ce système, on obtient :

$$T_+(x_{j+1}) = \frac{t_j}{1 + r_j \mathfrak{R}_{j+1}} e^{ik_j d_j} T_+(x_j) \quad \text{Équation A3-17}$$

$$T_-(x_{j+1}) = \frac{t_j \mathfrak{R}_{j+1}}{r_j + \mathfrak{R}_{j+1}} e^{-ik_j d_j} T_-(x_j) \quad \text{Équation A3-18}$$

Ainsi le champ de température à la surface de la première couche s'écrit en tenant compte de l'ensemble du multicouche :

$$T_+(x_0) + T_-(x_0) = (1 + \mathfrak{R}_1) T(x_0) = T(x_1) \left[ \prod_{j=1}^N \frac{t_j}{1 + r_j \mathfrak{R}_{j+1}} e^{ik_j d_j} + \mathfrak{R}_1 \prod_{j=1}^N \frac{t_j \mathfrak{R}_{j+1}}{r_j + \mathfrak{R}_{j+1}} e^{-ik_j d_j} \right]$$

Soit  $T(x_0) = T(x_1) \left[ \frac{1}{1 + \mathfrak{R}_1} \prod_{j=1}^N \frac{t_j}{1 + r_j \mathfrak{R}_{j+1}} e^{ik_j d_j} + \frac{\mathfrak{R}_1}{1 + \mathfrak{R}_1} \prod_{j=1}^N \frac{t_j \mathfrak{R}_{j+1}}{r_j + \mathfrak{R}_{j+1}} e^{-ik_j d_j} \right]$  Équation A3-19

Le fait que le multicouche soit constitué d'un seul matériau et que l'augmentation du diamètre demeure négligeable d'une couche à l'autre, les simplifications suivantes peuvent être appliquées :  $t_j \cong 1$ , et  $r_j \cong 0$ .

Finalement en appliquant la condition A3-2 à la surface d'entrée, il vient :

$$T(L_p, n\omega) = \frac{i}{\lambda_p k_p(n\omega)} \frac{1 + \mathfrak{R}(n\omega)}{1 - \mathfrak{R}(n\omega)} \Phi(L_p, n\omega) \quad \text{Équation A3-20}$$

dans laquelle  $L_p$  est la demi-longueur du filament.

## Bibliographie

- [DEP2003] : F. Depasse, P. Grossel, S. Gomès, *Theoretical investigations of dc and ac heat diffusion for submicroscopies and nanoscopies*, J. Phys. D: Appl. Phys. **36**, 204-210 (2003)
- [GRO1997] : P. Grossel, F. Depasse, N. Trannoy, *Multicouche thermique et profils thermophysiques continus : l'approche récursive*, J. Phys. III France **7**, 13-33 (1997)
- [GRO2007] : P. Grossel, O. Raphaël, F. Depasse, T. Duvaut, N. Trannoy, *Multifréquentiel AC modeling of the SThM probe behavior*, Int. J. Therm. Sci. **46-10**, 980-988 (2007)
- [MAD1989] : A. Madison, T.W. McDaniel, *Temperature distributions produced in an N-layer film structure by static or scanning laser or electron beam with application to magneto-optical media*, J. Appl. Phys. **66**, 5738-5748 (1989)

## Annexe n°4 :

### Estimation de la chaleur spécifique de l'alliage de platine-rhodium

L'utilisation du SThM dans l'estimation quantitative des propriétés thermiques des matériaux nécessite de connaître parfaitement et à chaque instant l'équilibre énergétique de la sonde thermorésistive. Quelle que soit l'approche théorique utilisée, une estimation précise n'est possible qu'à condition de maîtriser les propriétés thermiques de la sonde utilisée.

La littérature rassemble les propriétés thermiques d'un grand nombre de matériaux purs. Toutefois dans le cas des alliages, ces données sont souvent inexistantes ou seulement partielles. L'alliage de platine-rhodium illustre parfaitement cette situation. Différentes compositions sont disponibles et aucune n'a fait l'objet d'une étude approfondie de l'ensemble de ces propriétés (thermiques, mécaniques et électriques ; pour ce qui nous concerne dans cette étude). C'est le cas de l'alliage de platine-rhodium entrant dans la réalisation de notre sonde lequel se compose à 90 % de platine et à 10 % rhodium. Sa chaleur spécifique  $C$  est entre autre un paramètre inconnu.

L'analyse de la chaleur spécifique d'un alliage composé à 60 % de platine et à 40 % de rhodium révèle que cette grandeur est une combinaison linéaire de la chaleur spécifique molaire, notée  $C_m$ , de chacun de ses constituants :

$$C_m(X\% Pt, Y\% Rh) = \frac{X}{100} * C_m(Pt) + \frac{Y}{100} * C_m(Rh) \quad \text{Équation A4-1}$$

Les valeurs disponibles dans la littérature sont des valeurs massiques, il est donc nécessaire de les convertir. Pour ce faire les masses molaires, notées  $M_m$ , des constituants et de l'alliage final doivent être connues. On supposera que la masse molaire de l'alliage suit également une loi linéaire de forme identique à l'équation A4-1. La loi de conversion utilisée est la suivante :

$$C_m = C * M_m \quad \text{Équation A4-1}$$

Le tableau A4-1 rassemble les valeurs des masses molaires et des chaleurs spécifiques des composants utilisés, ainsi celles calculées pour les alliages considérés.

	<b>Pt</b>	<b>Rh</b>	<b>60% Pt - 40% Rh</b>	<b>90% Pt - 10% Rh</b>
<b>Masse molaire (g.mol<sup>-1</sup>)</b>	195,1	102,9	158,2	185,9
<b>Chaleur spécifique massique (J.Kg<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>)</b>	133	243	161,6	139,1
<b>Chaleur spécifique molaire (J.mol<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>)</b>	25,9	25,0	25,6	25,9

**Tableau A4-1 : Masse molaire et chaleurs spécifiques du platine, du rhodium et de deux alliages : Pt<sub>60%</sub>-Rh<sub>40%</sub> et Pt<sub>90%</sub>-Rh<sub>10%</sub>.**

Appliqué à l'alliage Pt<sub>60%</sub>-Rh<sub>40%</sub> précédent, on obtient une chaleur spécifique de 161,6 J.Kg<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup> à la température ambiante. La comparaison avec la valeur accessible dans la littérature (162 J.Kg<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>) valide notre méthode [INC1985].

Cette méthode est utilisée pour estimer la variation en température de la chaleur spécifique massique de l'alliage Pt<sub>90%</sub>-Rh<sub>10%</sub> utilisé. On constate alors que les valeurs calculées sont peu différentes de celles du platine pur. De plus l'évolution en température révèle un comportement linéaire pour les températures supérieures à 300 K. Une courbe de tendance est ainsi estimée sur une plage de température se rapprochant des conditions d'utilisation de la sonde thermorésistive. Soit pour une température allant de 300 à 1200 K, la loi d'évolution en température se définit par la relation suivante :

$$C(Pt_{90\%} - Rh_{10\%}) = 0,0303 * T + 130,1 \quad \text{Équation A4-1}$$

<b>Température (K)</b>	<b>Pt</b>	<b>Rh</b>	<b>90% Pt - 10% Rh</b>
<b>100</b>	100	147	102,6
<b>200</b>	125	220	130,3
<b>300</b>	133	143	139,1
<b>400</b>	136	253	142,5
<b>600</b>	141	274	148,4
<b>800</b>	146	293	154,1
<b>1000</b>	152	311	160,8
<b>1200</b>	157	327	166,4
<b>1500</b>	165	349	175,2
<b>2000</b>	179	376	189,9

**Tableau A4-2 : Evolution en température de la chaleur spécifique massique du platine, du rhodium et de l'alliage utilisé.**

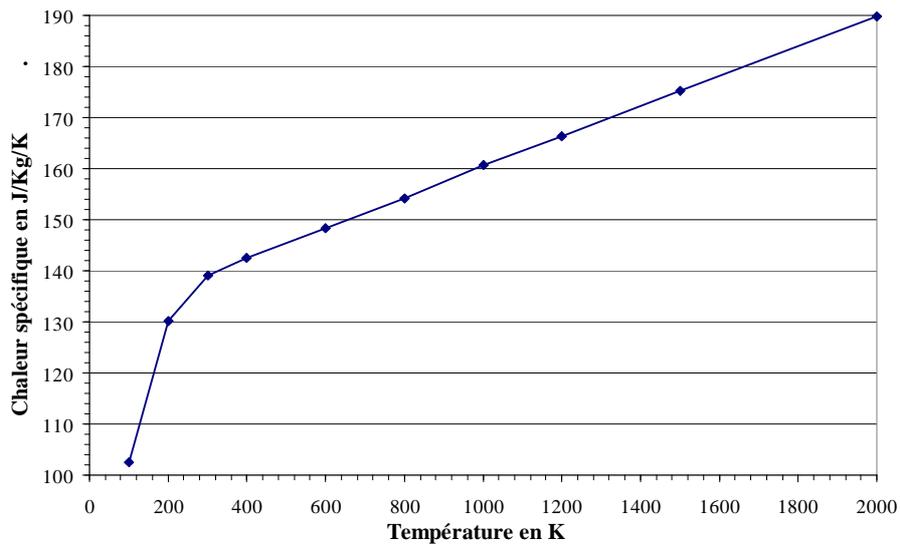


Figure A4-1 : Variation de la chaleur spécifique massique de l'alliage de Pt<sub>90%</sub>-Rh<sub>10%</sub> en fonction de la température.

## Bibliographie

[INC1985] : F.P. Incropera, D.P. Dewitt, *Fundamentals of heat and mass transfer*, Wiley, New York, 754-777 (1985)





**TITRE :** *Contribution à la microscopie thermique à sonde locale en mode alternatif : Caractérisation de la réponse et de l'interaction sonde échantillon.*

**RESUME :** La microscopie thermique à sonde locale permet l'étude des champs de température et des propriétés thermiques des matériaux aux échelles micro et nanométrique. Les performances de cet instrument dépendent essentiellement du type de sonde thermique utilisé. Notre microscope emploie une sonde thermo-résistive fabriquée à partir d'un fil de Wollaston de 75 µm de diamètre contenant une âme en platine-rhodium (90% - 10%) de 5 µm de diamètre. Traditionnellement cette sonde est alimentée par un courant électrique continu. Ces travaux de thèse reposent sur la mise en œuvre du mode de fonctionnement à courant alternatif.

Un dispositif électronique est spécialement développé pour ce mode de fonctionnement et permet une modélisation précise de la mesure. Deux modélisations distinctes sont présentées : l'une est unidimensionnelle (approche analytique), l'autre est tridimensionnelle (méthode des éléments finis). Elles permettent la caractérisation des propriétés thermo-physiques et géométriques de la sonde remettant en cause les valeurs usuelles, et l'étude des interactions de la sonde avec divers milieux environnants.

Les études expérimentales et théoriques de la réponse de la sonde en fonction de la distance la séparant de l'échantillon aboutissent, entre autre, à la mise en évidence d'un phénomène d'interférences d'ondes de diffusion thermique. L'étude de la réponse de la sonde en contact conduit à l'estimation d'une plage de sensibilité à la conductivité thermique de l'échantillon ainsi qu'à l'estimation de la résistance thermique de contact. Enfin l'étude de matériaux comportant des inclusions démontre l'adéquation du mode alternatif avec la caractérisation des couches minces.

**MOTS CLES :** *Microscopie thermique à Champ Proche, Mode Alternatif, Sonde Thermique, Wollaston, Couplage Electrothermique, Eléments Finis, Résistance Thermique.*

**TITLE:** *Contribution to Scanning Thermal Microscope in alternative mode: Characterization of the probe response and the tip-sample interaction.*

**ABSTRACT:** Scanning Thermal Microscope allows the study of the temperature fields and of the thermals properties of materials at micrometric and nanometric scales. The instruments performances depend primarily on the thermal probe type used. Our microscope uses a thermo-resistive probe manufactured with a Wollaston wire of 75 µm diameter containing a platinum-rhodium core (90% - 10%) of 5 µm diameter. Traditionally this probe is supplied by a continuous electric current. This thesis is about the implementation of the operating process with alternative current.

An electronic device is especially developed for this operating process which allows a precise modelling of measurement. Two distinct modellings are presented: the first one is one-dimensional (analytical approach), the second one is three-dimensional (finite element method). These modellings provide the characterization of the thermophysical and geometrical properties of the probe as well as the study of interaction between the probe and various surrounding mediums.

The experimental and theoretical studies of the probe response according to the tip-sample distance reveal a phenomenon of thermal diffusion wave interferences. The study of the probe response, in contact, leads to the estimation of a high sensitivity range to the thermal conductivity's sample and the estimation of the contact thermal resistance. Finally the study of the material with an inclusion shows the alternative mode appropriateness with the characterization of the thin films.

**KEY-WORDS:** *Scanning Thermal Microscopy, Alternative Mode, Thermal Probe, Wollaston, Thermoelectric Coupling, FEM, Thermal Resistance.*