

# THÈSE

présentée à

L'UFR DES SCIENCES ET TECHNIQUES  
DE L'UNIVERSITÉ DE FRANCHE-COMTÉ

pour obtenir le

GRADE DE DOCTEUR  
DE L'UNIVERSITÉ DE FRANCHE-COMTÉ  
spécialité Sciences Pour l'Ingénieur

## MESURES THERMIQUES LOCALES PAR THERMOCOUPLE INTRINSEQUE EN MODES CONTACT ET NON CONTACT

par

Michaël GENIX

Soutenue le 26 Mars 2009 devant la Commission d'Examen :

<b>Présidente, rapporteur</b>	D. FOURNIER	Professeur, Université Pierre et Marie Curie, Paris VI
<b>Rapporteur</b>	P. LAGONOTTE	Professeur, Université de Poitiers
<b>Examineurs</b>	B. GARNIER L. THIERY	Chargé de recherches-HDR, CNRS, Nantes Maître de conférences, Université de Franche-Comté
<b>Directeur de thèse</b>	P. VAIRAC	Professeur, ENSMM, Besançon
<b>Codirecteur de thèse</b>	B. CRETIN	Professeur, ENSMM, Besançon



” Si l’on considérait une théorie comme parfaite  
et si l’on cessait de la vérifier par l’expérience scientifique,  
elle deviendrait une doctrine. ”

Claude Bernard



# Remerciements

Ce mémoire est le résultat d'un travail de thèse effectué au sein du groupe Micro-Instrumentation de l'équipe MINANO (Micro Instrumentation, Nanosciences et Ondes) du département MN2S du laboratoire FEMTO-ST de Besançon.

Je tiens à exprimer ma gratitude aux membres du jury qui ont bien voulu examiner ce travail :

- Madame Danièle Fournier qui m'a fait l'honneur de présider la commission d'examen de cette thèse après avoir accepté d'être rapporteur de cette étude.
- Monsieur Patrick Lagonotte qui a accepté d'être rapporteur de ce travail.
- Monsieur Bertrand Garnier qui a pris part à l'examen de ce travail et dont les travaux initiés sur la mesure par thermocouple intrinsèque ont inspiré le sujet de cette thèse.
- Monsieur Laurent Thiery d'avoir accepté d'examiner cette étude ainsi que ses nombreux conseils et son aide précieuse sur l'analyse des mesures thermiques et de la mesure par thermocouples.
- Messieurs Pascal Vairac et Bernard Cretin de m'avoir fait confiance pour réaliser ces travaux et de leur accueil au sein de l'équipe. Je tiens à leur exprimer ma reconnaissance pour leurs conseils avisés, leurs soutiens ainsi que le partage de leurs expériences qui m'ont permis de m'affirmer dans le domaine de la mesure à petite échelle.

Je remercie également le personnel de la salle blanche de m'avoir formé à l'utilisation des appareils de fabrication de micro-composants ainsi que pour leur aide dans la réalisation de mes échantillons.

Je remercie aussi tout les membres du département MN2S qui ont fait que ces trois années ont été agréablement studieuses.

Je remercie aussi tout les amis et thésards : Grom, Thomas, Julian, Sarah, Olivier, Lutin, Cyrille, Piou, Elie qui m'ont supporté, accompagné et encouragé durant ces trois années. Je tiens, de plus, à exprimer toute ma gratitude à Damien qui a toujours cru en moi, qui m'a toujours soutenu et qui m'a fait découvrir que la passion c'est de l'acharnement et que rechercher avec acharnement peut être une passion. Eh Dam's, c'est qui les meilleurs.... ?



# Table des matières

<b>Nomenclature</b>	<b>9</b>
<b>Introduction</b>	<b>13</b>
<b>1 Etat de l'art</b>	<b>17</b>
1.1 Les principes physiques de mesure de la température . . . . .	18
1.1.1 La thermoréfectivité . . . . .	18
1.1.2 Effet thermoradiatif . . . . .	19
1.1.3 Effet thermomécanique . . . . .	19
1.1.4 Effets thermoélectriques . . . . .	19
1.2 La microscopie thermique en champ lointain . . . . .	21
1.2.1 La mesure par thermoréfectivité . . . . .	21
1.2.2 La mesure radiative . . . . .	22
1.2.3 La mesure thermoélastique . . . . .	23
1.2.4 Conclusion . . . . .	23
1.3 La microscopie thermique en champ proche . . . . .	24
1.3.1 L'apparition de la microscopie en champ proche . . . . .	24
1.3.2 Le microscope thermoradiatif . . . . .	28
1.3.3 Les microscopes thermomécaniques . . . . .	28
1.3.3.1 Le microscope à sondes bilames . . . . .	29
1.3.3.2 Le SJEM . . . . .	29
1.4 Les thermomètres thermoélectriques . . . . .	30
1.4.1 Les sondes thermorésistives . . . . .	31
1.4.1.1 Les sondes thermorésistives massives . . . . .	31
1.4.1.2 Les sondes thermorésistives en couche mince . . . . .	33
1.4.2 Les sondes thermocouples . . . . .	33
1.4.2.1 Les thermocouples massifs [49] . . . . .	34
1.4.2.2 Les thermocouples en couches minces . . . . .	35
1.4.3 La thermométrie basée sur le KFM . . . . .	37

1.5	Conclusion . . . . .	39
<b>2</b>	<b>Conception et réalisation de dispositifs chauffants pour les mesures thermoélectriques</b>	<b>41</b>
2.1	Introduction . . . . .	42
2.2	Conception de dispositifs chauffants . . . . .	42
2.2.1	La zone de référence . . . . .	42
2.2.2	La zone chauffante . . . . .	45
2.3	Réalisation des échantillons chauffants . . . . .	46
2.3.1	Choix du support des échantillons . . . . .	46
2.3.2	Étapes de fabrication . . . . .	47
2.4	Étalonnage des caractéristiques des échantillons . . . . .	47
2.4.1	Montage expérimental d'étalonnage . . . . .	50
2.4.2	Étalonnage du temps de thermalisation . . . . .	50
2.4.2.1	Temps de thermalisation de la piste de 250 $\mu\text{m}$ . . . . .	51
2.4.2.2	Temps de thermalisation de la piste de 50 $\mu\text{m}$ . . . . .	54
2.4.2.3	Conclusions sur l'étalonnage du temps de thermalisation . . . . .	54
2.4.3	Étalonnages de la réponse en température . . . . .	55
2.4.3.1	Étalonnages de la température en fonction de la puissance . . . . .	56
2.4.3.2	Étalonnages de la réponse en température des pistes de 250 $\mu\text{m}$ et de 50 $\mu\text{m}$ . . . . .	57
2.4.3.3	Conclusions sur les étalonnages en température . . . . .	57
2.4.4	Étalonnages des profils thermiques . . . . .	58
2.5	Conclusion . . . . .	60
<b>3</b>	<b>Théorie de la mesure par thermocouple intrinsèque</b>	<b>63</b>
3.1	Introduction . . . . .	64
3.2	Théorie de l'effet Seebeck . . . . .	68
3.2.1	L'effet Seebeck . . . . .	68
3.2.2	Généralités sur les thermocouples . . . . .	69
3.2.3	Lois des circuits thermoélectriques . . . . .	73
3.2.3.1	Loi des températures intermédiaires . . . . .	73
3.2.3.2	Loi des conducteurs intermédiaires . . . . .	74
3.3	La théorie générale du contact mécanique . . . . .	75
3.3.1	Théorie d'une poutre en flexion . . . . .	75
3.3.2	Le contact de Hertz . . . . .	76
3.3.3	Le modèle du contact de DMT . . . . .	78
3.3.4	Le modèle du contact de JKR . . . . .	79



3.3.5	Comparaison des modèles . . . . .	80
3.3.6	La force capillaire . . . . .	81
3.3.7	La zone réelle de contact électrique . . . . .	82
3.4	Modèle de la tension intrinsèque mesurée . . . . .	83
3.4.1	Expression de la résistance interne $r_k$ . . . . .	84
3.5	Modèle des perturbations par la mesure en contact . . . . .	85
3.5.1	Effet de macroconstriction . . . . .	85
3.5.2	Effet de la résistance de contact . . . . .	86
3.5.3	Effet d'ailette . . . . .	87
3.5.4	Superposition des trois effets . . . . .	87
3.6	Modèle de l'erreur de mesure . . . . .	88
3.6.1	Coefficient d'erreur pour un thermocouple classique . . . . .	88
3.6.2	Coefficient d'erreur pour un thermocouple intrinsèque . . . . .	89
3.6.3	Etude paramétrique des erreurs $K_c$ et $K_\mu$ . . . . .	89
3.7	Analyses du modèle . . . . .	94
3.8	Conclusion . . . . .	95
<b>4</b>	<b>Mesures expérimentales de températures de surface par thermocouples intrinsèques</b>	<b>97</b>
4.1	Introduction . . . . .	98
4.2	Réalisations et tests de sondes pour la mesure intrinsèque . . . . .	98
4.2.1	Validation du comportement de la mesure intrinsèque . . . . .	98
4.2.1.1	Mesures de validation du principe . . . . .	99
4.2.2	Les sondes à pointes massives métalliques . . . . .	103
4.2.2.1	Les mesures thermiques par pointes massives usinées . . . . .	104
4.2.2.2	Les sources d'erreurs liées à ce type de sonde . . . . .	107
4.2.3	Les sondes à élément déposé . . . . .	111
4.2.4	Les sondes silicium avec dépôt d'aluminium . . . . .	113
4.2.4.1	Les mesures avec une pointe silicium recouverte d'un dépôt d'aluminium . . . . .	116
4.2.4.2	Les limitations et avantages des sondes silicium . . . . .	118
4.3	Les problèmes liés au contact électrique . . . . .	119
4.4	Perturbations thermiques . . . . .	124
4.4.1	Introduction . . . . .	124
4.4.2	La mesure thermique par caméra [92] . . . . .	126
4.4.2.1	La loi de Planck . . . . .	126
4.4.2.2	La loi de Stefan-Boltzman . . . . .	127
4.4.2.3	La loi de déplacement de Wien . . . . .	127

4.4.3	Les différents types de radiateurs . . . . .	128
4.4.3.1	Etalonnage du système . . . . .	129
4.4.4	Le dispositif expérimental de mesure des perturbations . . . . .	130
4.4.5	Les perturbations d'une pointe de constantan sur une piste de $25 \mu\text{m}$	133
4.5	Conclusions . . . . .	139
<b>5</b>	<b>Microscope à forces électrostatiques et différence de potentiel de contact</b>	<b>141</b>
5.1	Introduction . . . . .	142
5.2	La DPC : éléments de théorie . . . . .	143
5.3	Le principe de mesure de la DPC par la force de Kelvin . . . . .	144
5.4	Théorie du microscope à force de Kelvin . . . . .	146
5.4.1	Mécanique des poutres vibrantes . . . . .	147
5.4.1.1	L'équation du mouvement . . . . .	147
5.4.1.2	Les modes de vibration d'une poutre chargée par une masse ponctuelle [98] . . . . .	148
5.4.2	Les forces électrostatiques . . . . .	149
5.4.2.1	Le modèle du condensateur plan . . . . .	149
5.4.2.2	Le modèle de la sphère . . . . .	150
5.4.2.3	Le modèle du cône parfait . . . . .	150
5.4.2.4	Le modèle du fil . . . . .	151
5.4.2.5	Le modèle du cône arrondi . . . . .	152
5.4.2.6	Le modèle semi-empirique de Belaidi . . . . .	153
5.4.3	Les forces de viscosité . . . . .	154
5.4.3.1	Sphère avec $z \ll R_s$ . . . . .	154
5.4.4	Le modèle du microscope à forces électrostatiques [113] . . . . .	154
5.5	Le microscope à force électrostatique (EFM) . . . . .	157
5.5.1	Présentation du microscope . . . . .	157
5.5.2	Sonde optique interférométrique hétérodyne . . . . .	157
5.6	Mesures de caractérisation de la résonance . . . . .	158
5.6.1	Fréquence de résonance du premier mode de la poutre . . . . .	159
5.6.2	Fréquence de résonance en fonction de la distance entre la pointe et l'échantillon . . . . .	162
5.6.3	Fréquence de résonance en fonction de la tension $V_{dc}$ . . . . .	163
5.6.4	Fréquence de résonance en fonction de la température de l'échantillon	163
5.7	Mesures de caractérisation de l'amplitude de vibration . . . . .	165
5.7.1	Excitation par le terme à $2\omega$ . . . . .	166
5.7.1.1	Amplitude $A_{2\omega}$ en fonction de $V_{ac}$ . . . . .	166
5.7.1.2	Amplitude $A_{2\omega}$ en fonction de $V_{dc}$ . . . . .	167

5.7.1.3	Amplitude $A_{2\omega}$ en fonction de la distance pointe/échantillon	167
5.7.2	Excitation par le terme en $\omega$ . . . . .	168
5.7.2.1	Amplitude $A_\omega$ en fonction de $V_{ac}$ . . . . .	169
5.7.2.2	Amplitude $A_\omega$ en fonction de $V_{dc}$ . . . . .	169
5.7.2.3	Amplitude $A_\omega$ en fonction de la distance pointe/échantillon	170
5.8	Conclusions des caractérisations de l'EFM . . . . .	171
5.9	La mesure de la DPC . . . . .	172
5.9.1	Les méthodes de mesure . . . . .	172
5.9.2	La DPC en fonction de la distance entre la pointe et l'échantillon .	173
5.10	La DPC en fonction de la température . . . . .	174
5.11	Analyse de la mesure de la DPC . . . . .	175
<b>Conclusions et perspectives</b>		<b>179</b>
<b>Bibliographie</b>		<b>185</b>
<b>Liste des figures</b>		<b>193</b>
<b>Liste des tableaux</b>		<b>203</b>



# Nomenclature

## Lettres latines :

$a$	Rayon de contact mécanique (m)
$a_0$	Rayon de contact d'adhésion (m)
$a_f$	Rayon d'un fil (m)
$A_p$	Aire de la poutre (m <sup>2</sup> )
$A_s$	Section de la poutre (m <sup>2</sup> )
$A_\omega$	Amplitude de vibration à la pulsation $\omega$ (m)
$A_{2\omega}$	Amplitude de vibration à la pulsation $2\omega$ (m)
$b$	Largeur de la poutre (m)
$c$	Célérité de la lumière dans le vide (m.s <sup>-1</sup> )
$C$	Capacité d'un condensateur (F)
$D$	Diamètre de la soudure d'une jonction thermocouple (m)
$e$	Charge élémentaire d'un électron (C)
$E$	Module d'Young (Pa)
$E^*$	Module d'Young réduit (Pa)
$E_e$	Energie électrique (J)
$E_{fe}$	Energie de Fermi de l'échantillon (eV)
$E_{fs}$	Energie de Fermi de la sonde (eV)
$E_{F0}$	Energie de Fermi à 0 K (eV)
$E_r$	Energie rayonnée (J)
$f$	Fréquence (Hz)
$f_l$	Flèche de la poutre (m)
$F$	Force (N)
$F_a$	Force visqueuse (N)
$F_{dc}$	Force électrostatique statique (N)
$F_e$	Force électrostatique (N)
$F_s$	Force d'adhésion (N)
$F_\omega$	Force électrostatique dynamique à la pulsation $\omega$ (N)

---

$F_{2\omega}$	Force électrostatique dynamique à la pulsation $2\omega$ (N)
$h$	Epaisseur de la poutre (m)
$h_c$	Coefficient de transfert thermique par conduction ( $\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ )
$h_g$	Coefficient de transfert thermique superficiel global ( $\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ )
$h_P$	Constante de Planck (J.s)
$h_r$	Coefficient de transfert thermique par rayonnement ( $\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ )
$H$	longueur de la pointe (m)
$i$	Courant électrique (A)
$I$	Moment d'inertie quadratique ( $\text{m}^4$ )
$J$	Jonction thermocouple
$k_B$	Constante de Boltzmann ( $\text{J.K}^{-1}$ )
$k_N$	Raideur normale de la poutre ( $\text{N.m}^{-1}$ )
$K$	Coefficient d'erreur
$K_c$	Coefficient d'erreur d'un thermocouple soudé
$K_\mu$	Coefficient d'erreur d'un thermocouple intrinsèque
$L$	Longueur de la poutre (m)
$m$	Masse (kg)
$P$	Puissance électrique (W)
$P^\circ$	Puissance surfacique rayonnée ( $\text{W.m}^{-3}$ )
$P_0$	Pression maximale ( $\text{N.m}^2$ )
$P_m$	Pression moyenne ( $\text{N.m}^2$ )
$Q$	Facteur de qualité
$r$	Résistance électrique d'un élément $dx$ ( $\Omega$ )
$r_C$	Résistance thermique de contact ( $\text{K.W}^{-1}$ )
$r_E$	Résistance thermique vers le milieu extérieur ( $\text{K.W}^{-1}$ )
$r_M$	Résistance thermique de macroconstriction ( $\text{K.W}^{-1}$ )
$R$	Résistance électrique ( $\Omega$ )
$R_C$	Résistance thermique surfacique de contact ( $\text{K.W}^{-1}.\text{m}^{-2}$ )
$R_f$	Coefficient de réflexion
$S$	Coefficient Seebeck ( $\text{V.K}^{-1}$ )
$S_A$	Coefficient Seebeck de l'élément A ( $\text{V.K}^{-1}$ )
$S_B$	Coefficient Seebeck de l'élément B ( $\text{V.K}^{-1}$ )
$S_{AB}$	Coefficient Seebeck du couple AB ( $\text{V.K}^{-1}$ )
$t$	Temps (s)
$T$	Température (K)
$T_f$	Température finale en régime permanent (K)
$T_p$	Température de surface de l'échantillon en présence de la sonde (K)

---

$T_0$	Température de référence (K)
$T_\mu$	Température mesurée par une sonde intrinsèque (K)
$v$	Vitesse ( $\text{m.s}^{-1}$ )
$V$	Tension électrique (V)
$V_{ac}$	Tension d'alimentation périodique (V)
$V_{dc}$	Tension d'alimentation continue (V)
$V_{DPC}$	Différence de potentiel de contact (V)
$V_e$	Volume ( $\text{m}^3$ )
$W^\circ$	Emittance spectrale ( $\text{Photon.s}^{-1}.\text{m}^{-3}$ )
$z$	Distance entre l'extrémité de la sonde et l'échantillon (m)
$z_d$	Position dynamique de l'extrémité de la poutre (m)
$z_s$	Position statique de l'extrémité de la poutre (m)
$Z$	Déplacement normal à l'axe x (m)

## Lettres grecques :

$\alpha$	Coefficient de dilatation ( $\text{K}^{-1}$ )
$\beta$	Coefficient thermique de résistivité ( $\text{K}^{-1}$ )
$\gamma$	Tension superficielle ( $\text{J.m}^{-2}$ )
$\gamma_{12}$	Travail d'adhésion entre les surfaces 1 et 2 ( $\text{J.m}^{-2}$ )
$\delta$	Indentation (m)
$\delta_k$	Diamètre d'une aspérité (m)
$\epsilon$	Angle de contact (rd)
$\epsilon_0$	Permittivité du vide ( $\text{F.m}^{-1}$ )
$\theta$	Température mesurée ar un thermocouple soudé (K)
$\kappa$	Coefficient de thermoréfectivité ( $\text{K}^{-1}$ )
$\lambda$	Longueur d'onde (m)
$\lambda_m$	Longueur d'onde d'émission maximale (m)
$\lambda_M$	Conductivité thermique de l'échantillon ( $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ )
$\lambda_S$	Conductivité thermique de la sonde ( $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ )
$\mu_a$	Viscosité de l'air (Pa.s)
$\mu_c$	Potentiel chimique (eV)
$\mu_n$	Valeur propre d'une équation différentielle
$\nu$	Coefficient de Poisson
$\rho$	Résistivité linéique ( $\Omega.\text{m}$ )
$\rho_v$	Masse volumique ( $\text{kg.m}^{-3}$ )
$\rho_0$	Résistivité linéique à la température de référence ( $\Omega.\text{m}$ )

$\sigma_{SB}$	Constante de Stefan ( $\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-4}$ )
$\tau$	Constante de temps (s)
$\phi$	Potentiel électrostatique d'un électron (eV)
$\Phi$	Flux de chaleur (W)
$\Phi_e$	Fonction de travail de l'échantillon (eV)
$\Phi_s$	Fonction de travail de la sonde (eV)
$\omega$	Pulsation ( $\text{rd.s}^{-1}$ )

## Abréviations :

AFM	Atomic Force Microscope
DMT	Dejarguin Maugis Toporov
DPC	Différence de Potentiel de Contact
EFM	Electrostatic Force Microscope
GPIB	General Purpose Interface Bus
JKR	Johnson Kendal Robert
KFM	Kelvin Force Microscope
MEB	Microscope Electronique à Balayage
PI	Physik Instrument
SJEM	Scanning Joule Expansion Microscope
SNOM	Scanning Near-field Optical Microscope
SThM	Scanning Thermal Microscope
STM	Scanning Tunneling Microscope



# Introduction

Les développements récents dans le domaine des microtechniques et des microsystèmes ont mis en avant des limitations thermiques dans la course à la miniaturisation. Afin de mieux comprendre et d'améliorer la conception de micro-dispositifs, des techniques de micro-caractérisation du point de vue thermique deviennent incontournables. La température représente une énergie d'agitation moléculaire qui n'est pas mesurable directement. La mesure de température reste donc un problème ouvert parce que la température agit sur la majorité des propriétés physiques et mécaniques et de ce fait un grand nombre de principes de mesure thermique très différents sont possibles. Les systèmes de mesures thermiques à petite échelle dérivés des microscopes à sondes locales de type AFM (Atomic Force Microscope) sont actuellement les plus répandus dans ce domaine de l'instrumentation pour les micro et nanotechnologies. Cependant la précision des mesures de température par sondes locales souvent résistives est affectée par le couplage entre effets thermiques et topographiques, par les échanges de chaleur via l'air et par une mise en oeuvre parfois délicate. Malgré le développement de nombreuses sondes très abouties pour les mesures thermiques à partir de principes physiques bien différents, la problématique de la mesure thermique à l'échelle submicronique n'est pas pour autant résolue.

Les travaux de cette thèse s'inscrivent dans le développement de la mesure thermique en champ proche. Nous proposons d'étudier deux méthodes thermoélectriques afin de mesurer localement la température de surface d'un échantillon conducteur. La première méthode est la mesure par thermocouple intrinsèque, c'est à dire la création d'une jonction thermocouple par contact entre une sonde de mesure et l'échantillon à caractériser. Cette technique de mesure n'est pas nouvelle mais elle n'a pas encore fait l'objet d'études poussées sur sa faisabilité et ses aptitudes à l'échelle locale en particulier dans le cadre de la microscopie en champ proche. La seconde méthode de mesure abordée dans ce mémoire est la dépendance de la différence de potentiel de contact (DPC) en fonction de la température. Malgré plusieurs publications constatant un effet de la température sur la valeur de la DPC, il n'y a pour l'instant aucune étude spécifiquement dédiée à l'utilisation de ce phénomène pour des mesures thermiques. Nous proposons, dans le cadre de cette thèse,

une première investigation expérimentale de la mesure de température de surface par la mesure de la DPC.

Le premier chapitre est un état de l'art des travaux existants sur la mesure locale de température. Nous passons en revue les différents principes physiques utilisés pour accéder à la valeur de la température. Après un inventaire des techniques proposées pour la mesure en champ lointain, nous nous focalisons sur les nombreux développements de sondes thermiques locales fonctionnant en champ proche. Une attention particulière est portée aux sondes thermoélectriques.

Un problème récurrent dans le cadre des mesures thermiques à petite échelle est la définition d'un échantillon de référence. En effet, afin d'évaluer les performances d'un principe de mesure, il est nécessaire de disposer d'échantillons dont les caractéristiques sont connues. Le second chapitre décrit ainsi la conception et la réalisation de deux échantillons spécifiquement dédiés à la mesure thermoélectrique de température de surface. Après la réalisation de ces échantillons, nous présentons les mesures d'étalonnage des différentes caractéristiques telles que le temps de thermalisation, la réponse thermique à une excitation continue et le profil thermique.

Dans le troisième chapitre, nous rappelons les théories liées à la mesure par thermocouple et plus particulièrement à la mesure intrinsèque. Ce principe de mesure nécessite un contact entre la pointe et l'échantillon. Nous consacrons un paragraphe à la formulation théorique de ce contact d'un point de vue mécanique et électrique. Après avoir présenté un modèle du comportement thermique de la mesure par contact, nous proposons alors une étude comparative entre l'erreur liée à la mesure par thermocouple soudé classique et celle commise par un thermocouple intrinsèque.

Le quatrième chapitre est consacré au développement de différents types de sondes pour la mesure intrinsèque. Nous présentons la réalisation de différentes sondes thermoélectriques. Plusieurs architectures sont proposées et testées en conditions de mesure. Nous nous intéressons ensuite à la problématique de la mesure par contact. En effet, le contact entre la sonde et l'échantillon engendre une perturbation de la température de surface de celui-ci. Nous proposons un montage expérimental afin de quantifier ces perturbations pour un dispositif particulier, nous présentons et analysons des résultats de mesures.

Le cinquième chapitre est dédié au développement d'un dispositif expérimental de microscopie à forces électrostatiques. Une partie est consacrée à la caractérisation de

---

cet instrument. Nous présentons la réponse des principaux paramètres de l'appareil de mesure pour différentes sollicitations. Ces résultats nous permettent de mieux contrôler les paramètres environnementaux entrant en jeu lors de la mesure de DPC et de fournir les premiers résultats montrant la dépendance de la DPC en fonction de la température.



# Chapitre 1

## Etat de l'art

Cet état de l'art présente les techniques existantes pour mesurer localement la température de surface d'un élément. La première partie décrit les différents procédés physiques utilisés pour obtenir une valeur de la température. Ce classement sur les principes physiques sera conservé tout au long de ce chapitre, nous verrons tout d'abord les techniques existantes en champ lointain. L'apparition de la microscopie en champ proche en 1981 à ouvert de nouvelles possibilités dans le monde de la mesure à petite échelle. Un grand nombre de nouveaux microscopes, qui seront décrit ici brièvement, ont été publiés. Nous nous intéresserons par la suite aux principales sondes de température adaptées à ces nouveaux outils métrologiques développées depuis les années 1990. Dans le cadre des travaux présentés dans cette thèse, nous finirons ce chapitre par une description plus approfondie des sondes basées sur les principes de mesures thermoélectriques.

## 1.1 Les principes physiques de mesure de la température

Il faut tout d'abord évoquer ce qu'est la mesure de température. En effet, la température est une grandeur physique traduisant l'agitation moléculaire, c'est donc une quantité d'énergie qu'il faut quantifier pour obtenir une valeur de la température. Cette énergie n'est pas mesurable directement contrairement à d'autres grandeurs comme une longueur ou une masse. L'accès à la température nécessite obligatoirement une transformation de l'énergie thermique en une autre grandeur physique mesurable. L'agitation thermique affecte un grand nombre de principes physiques, il est donc possible de la quantifier par plusieurs méthodes basées sur des propriétés physiques différentes telles que les propriétés d'émissivités, mécaniques et électriques. La théorie physique élémentaire associée à chacun de ces principes est présentée dans cette première partie.

### 1.1.1 La thermoréfectivité

Lorsqu'une surface quelconque est soumise à un rayonnement, une partie de ce rayonnement est absorbée, une autre est transmise et enfin un dernier pourcentage est réfléchi. La réflectivité d'un matériau dépend entre autres de la température. Le rapport entre la quantité d'énergie réfléchie et l'énergie totale incidente définit le coefficient de réflexion de l'échantillon  $R_f$ . En première approche, la variation de réflectivité  $\Delta R_f$  est liée à la variation de température  $\Delta T$  par la relation suivante :

$$\frac{\Delta R_f}{R_{f0}} = \left( \frac{1}{R_{f0}} \frac{dR_f}{dT} \right) \Delta T = \kappa \Delta T \quad (1.1)$$

Où  $\kappa$  représente le coefficient de thermoréfectivité du matériau. Ce coefficient varie entre  $10^{-4}$  et  $10^{-6}$  pour les solides mais il est aussi très fortement dépendant de la longueur d'onde.

### 1.1.2 Effet thermoradiatif

L'effet thermoradiatif trouve son origine dans le fait que tout corps à une température supérieure à 0 Kelvin (zéro absolu) émet un rayonnement électromagnétique appelé rayonnement thermique. Ce processus statistique est décrit par la loi de Planck qui donne la distribution spectrale de puissance rayonnée en fonction de la température absolue du corps  $T$  et de la longueur d'onde  $\lambda$  :

$$\frac{dP(\lambda, T)}{d\lambda} = \frac{2\pi hc^2 \lambda^{-5}}{\exp\left(\frac{hc}{k_B T \lambda}\right) - 1} \quad (1.2)$$

La loi de Planck est définie à l'équilibre thermodynamique, les différentes constantes sont :

- $h = 6,6256 \cdot 10^{-34}$  [J.s] : constante de Planck
- $k_B = 1,3805 \cdot 10^{-23}$  [J.K<sup>-1</sup>] : constante de Boltzmann
- $c = 2,9979 \cdot 10^8$  [m.s<sup>-1</sup>] : vitesse de la lumière dans le vide

Le principe de la thermométrie radiative est donc de quantifier le rayonnement du corps qui émet pour donner une valeur de sa température.

### 1.1.3 Effet thermomécanique

L'effet thermomécanique provient de la dépendance du volume d'un matériau en fonction de sa température. En effet, soit  $V_0$  un élément de volume d'un matériau, une variation de température  $\Delta T$  de cet élément engendre une variation de volume  $\Delta V_e$  suivant l'équation 1.3.

$$\Delta V = \alpha V_{e0} \Delta T \quad (1.3)$$

Où  $\alpha$  [K<sup>-1</sup>] est le coefficient de dilatation de l'élément considéré. La thermométrie mécanique repose ainsi sur la quantification de la variation de volume d'un élément dont les propriétés mécaniques sont connues pour en déduire sa température.

### 1.1.4 Effets thermoélectriques

Les effets thermoélectriques sont des phénomènes associés à la présence simultanée d'un courant électrique et d'un courant de chaleur dans un système. Nous différencions plusieurs phénomènes thermoélectriques différents, mais seulement deux d'entre eux sont présentés ici, la dépendance de la résistance électrique avec la température et l'effet Seebeck, pour

leur intérêt dans le cadre de la mesure thermique. Nous décrivons successivement les principes physiques associés dans la suite de ce paragraphe.

La résistance électrique  $R$  d'un conducteur ou d'un semi-conducteur est la capacité de celui-ci à freiner plus ou moins le passage du courant. Cette propriété dépend du matériau considéré mais aussi de la température du conducteur. Soit un élément de conducteur  $dx$  de section  $A_s$  et de résistivité linéique  $\rho$ , alors l'équation 1.4 donne la résistance  $r$  de cet élément.

$$r = \frac{\rho}{A_s} dx \quad (1.4)$$

Or  $\rho$  dépend de la température  $T$  suivant la loi 1.5 en première approximation.

$$\rho = \rho_0 + \rho_0 \beta (T - T_0) \quad (1.5)$$

Où

- $\rho_0$  [ $\Omega \cdot m$ ] : résistivité du matériau à la température de référence  $T_0$
- $\beta$  [ $K^{-1}$ ] : coefficient thermique de résistivité

Ainsi la résistance de l'élément  $dx$  s'exprime suivant l'équation 1.6 :

$$r = \frac{\rho_0}{A_s} dx + \frac{\rho_0 \beta}{A_s} (T(x) - T_0) dx \quad (1.6)$$

Le principe de mesure de température par résistivité est donc de mesurer la variation de résistance d'un élément connu pour définir sa température.

Le second effet thermoélectrique, l'effet Seebeck, porte le nom du physicien allemand qui l'a découvert en 1821 : Thomas Johann Seebeck. Celui-ci a montré qu'il existe une différence de potentiel aux bornes d'un fil métallique et que ce potentiel dépend de la température des extrémités de ce fil suivant l'équation 1.7.

$$\Delta V = \int_{T_0}^T S dT \quad (1.7)$$

où :

- $T_0$  [K] : température de l'extrémité froide
- $T$  [K] : température de l'extrémité chaude
- $S$  [V.K $^{-1}$ ] : coefficient Seebeck du matériau

L'effet Seebeck est l'acteur principal dans le fonctionnement d'un thermocouple. Soit A et B deux métaux différents reliés à leur deux extrémités. Nous notons F la jonction dite "froide" à la température de référence  $T_0$  et C la jonction dite "chaude" à la température  $T$ . Nous insérons alors un voltmètre dans le circuit (voir la figure 1.1). D'après l'équation



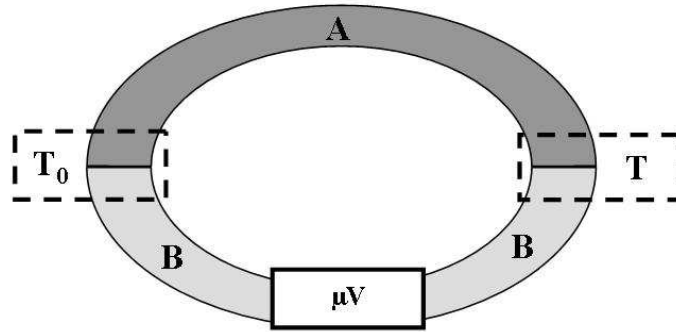


FIGURE 1.1 – Schéma illustrant le principe du thermocouple.

1.7, la tension mesurée par le voltmètre s'exprime par l'équation 1.8.

$$V_{AB} = \int_{T_0}^T (S_A - S_B) dT = \int_{T_0}^T S_{AB} dT \quad (1.8)$$

Où  $S_{AB}$  est le coefficient Seebeck du couple formé par les matériaux  $A$  et  $B$ .

Le principe de la thermométrie par thermocouple est de mesurer la tension d'un couple dont la jonction "chaude" est en contact avec la zone à mesurer et la jonction "froide" est à une température de référence. Il faut au préalable étalonner la valeur du coefficient Seebeck du couple utilisé.

## 1.2 La microscopie thermique en champ lointain

### 1.2.1 La mesure par thermoréflexivité

La technique la plus courante de mesure par thermoréflexance [1] consiste à éclairer l'échantillon par un faisceau laser et à mesurer l'intensité réfléchie à l'aide d'un capteur. La figure 1.2 décrit le montage expérimental générique pour une mesure de réflectance. Ce principe de mesure a été utilisé pour cartographier le comportement thermique de couches minces, de semiconducteurs [1], de jonctions de grain dans des semiconducteurs [2] ou encore de diélectriques [3], etc. Le coefficient de réflexion est une propriété complexe des matériaux, il dépend bien sûr du type de matériau, de l'état de surface de l'échantillon et de la température ; mais il entretient de plus une forte dépendance avec la longueur d'onde. Nous nous apercevons alors que l'optimisation des mesures par réflexion nécessite un choix judicieux de la longueur d'onde de l'éclairage pour avoir le meilleur compromis entre une résolution spatiale maximum et une grande sensibilité thermique. Plusieurs travaux sur l'optimisation de la mesure thermoréflexive ont été publiés. Tessier et al. ont

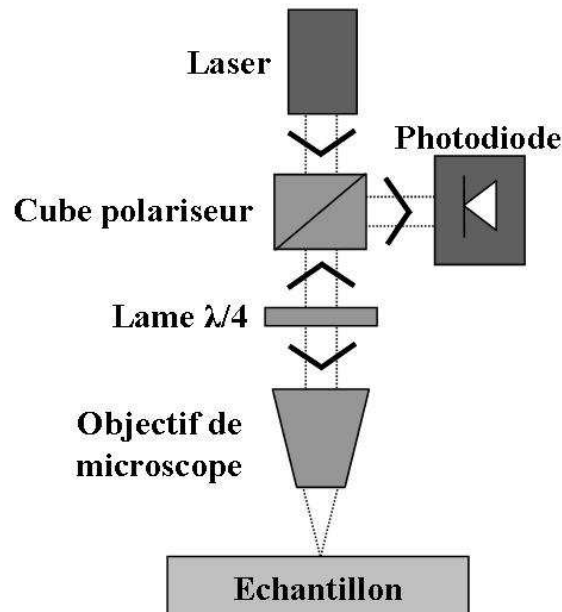


FIGURE 1.2 – Schéma illustrant le principe du microscope thermoréfectif.

proposé de synchroniser la mesure de reflectance par camera CCD avec l'optimisation de la longueur d'onde de l'éclairage [4] alors que James Christoffersona et Ali Shakouri ont travaillé sur l'optimisation de l'acquisition par photodiode [5].

L'inconvénient majeur de la mesure de température par réflexion est qu'il faut connaître la valeur du coefficient de réflexion de l'échantillon dans les conditions de mesure. Malheureusement, la valeur de ce coefficient n'est généralement connu que pour quelques matériaux massifs sous des conditions de mesures particulières. Ceci impose alors un étalonnage de la valeur du coefficient de réflexion pour chaque échantillon à mesurer [6].

## 1.2.2 La mesure radiative

L'utilisation de cette propriété touche aujourd'hui le grand public avec notamment les thermomètres tympaniques [7]. La résolution spatiale en radiométrie est limitée par la diffraction à une valeur environ égale à la longueur d'onde du signal détecté. Parmi les détecteurs pouvant être utilisés nous pouvons citer les capteurs pyroélectriques, photovoltaïques, photoconducteurs ainsi que les bolomètres. Le premier avantage de ces techniques radiatives est qu'elles sont en champ lointain et donc il n'y a pas de perturbation thermique de la zone mesurée. De plus, ces mesures sont souvent des méthodes plein champ [8], contrairement aux méthodes en champ proche, et nous obtenons une cartographie 2D rapide de l'élément à mesurer avec une résolution spatiale inférieure au micromètre. Il existe tout de même une limitation majeure liée à ces techniques. En effet la mesure thermique

par rayonnement infrarouge [9] est très sensible à la valeur du coefficient d'émissivité de la surface mesurée, ce qui requiert une très bonne connaissance physique de l'échantillon à mesurer. Ce problème est largement atténué lorsque nous utilisons le rayonnement dans le visible mais comme celui-ci est de faible intensité, la température minimale mesurable même après optimisation est de l'ordre de 250 °C [10] [11].

### 1.2.3 La mesure thermoélastique

La microscopie thermoélastique optique a débuté au LPMO devenu le département MN2S du laboratoire FEMTO-ST avec la thèse de B. Cretin dès 1984 [12] [13]. Depuis, plusieurs travaux axés principalement sur l'excitation photothermique ont été menés. La thèse d'Olivier Franquet, a permis, par le biais notamment des informations thermoélastiques, de développer un système pour la caractérisation d'endommagement dans les métaux [14]. Dans ces travaux une méthode de détection par sonde optique a été privilégiée. Puis les thèses d'Etienne Farnault [15] et de Bruno Cavallier [16] ont permis par couplage des méthodes thermiques et thermoélastiques en champ proche d'améliorer considérablement le système, qui est devenu un microscope multi-acquisitions. Le principe de ce microscope est de mesurer optiquement les déformations dues à un échauffement local photo-thermique. La mesure se fait à l'aide d'une sonde interférométrique hétérodyne focalisée au même point que le laser d'excitation photothermique. Le schéma 1.3 présente l'architecture de ce microscope.

### 1.2.4 Conclusion

Nous avons présenté ici une liste non exhaustive des méthodes de mesure de température plein champ. Ces techniques conventionnelles telles que la thermoréflexivité ou la thermographie permettent des mesures rapides (comparativement à des méthodes mono-point par balayage) et non invasives des champs de température. Toutefois, la diminution de la taille des dispositifs à mesurer par le développement des microsystèmes et de la microélectronique impose d'avoir des systèmes de mesure thermique dont la résolution spatiale soit submicronique voire nanométrique. En raison des phénomènes de diffraction limitant la résolution spatiale des techniques conventionnelles, celles-ci ne pouvaient plus répondre aux nouvelles exigences dimensionnelles imposées. Il est devenu impératif de développer des nouveaux instruments ayant une meilleure résolution spatiale. L'amélioration de la résolution spatiale par les techniques de mesure en champs proche fait de ces microscopes à sondes locales de très bons candidats à la mesure de température submicronique.

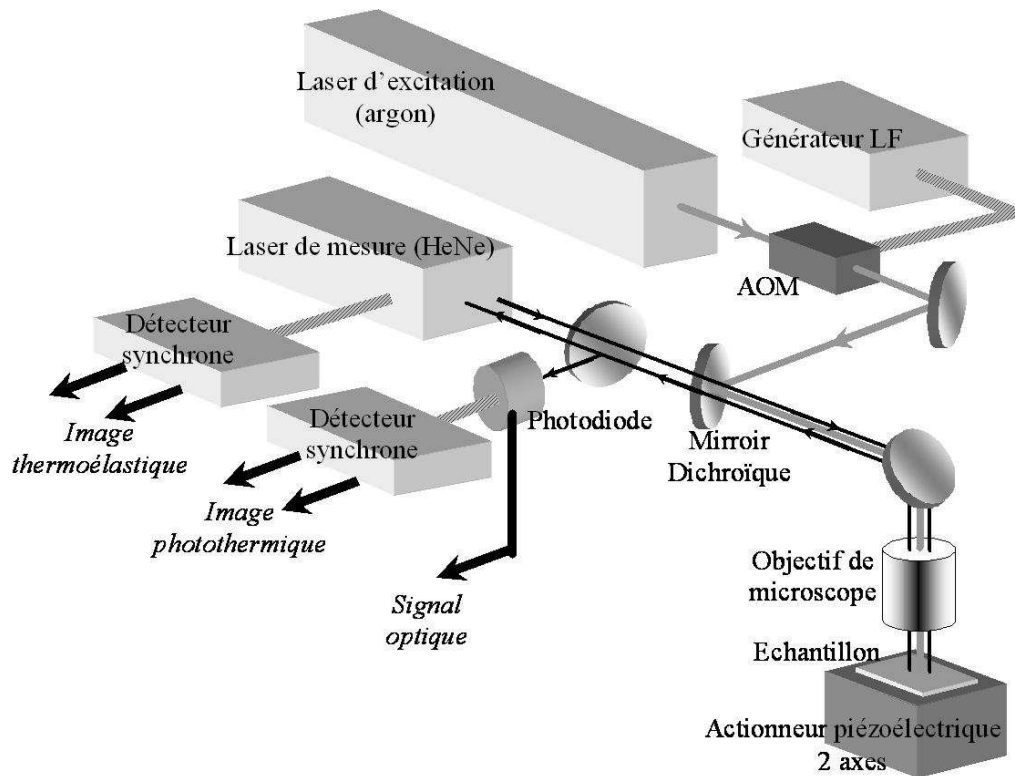


FIGURE 1.3 – Schéma illustrant le principe du microscope thermoélastique optique.

### 1.3 La microscopie thermique en champ proche

Après un bref historique sur l'apparition et le développement de la microscopie en champ proche, un aperçu de différentes sondes locales de mesure de température est présenté. Le classement des techniques suivant le principe thermophysique mis à contribution est conservé dans ce chapitre.

#### 1.3.1 L'apparition de la microscopie en champ proche

La microscopie en champ proche optique a été suggérée pour la première fois par un scientifique anglais Synge [17] [18] qui a émis l'idée de créer une sonde avec un trou suffisamment fin pour augmenter la limite de résolution imposée par Abbe. Ses travaux sont restés sans échos jusqu'à ce que Ash et Nicholls [19] fassent la première démonstration à l'aide de micro-ondes dont la longueur d'onde était de 3 cm et obtiennent une résolution spatiale de l'ordre de 150  $\mu\text{m}$ . C'est en 1981 que G. Binnig et H. Rohrer publient le premier article décrivant le STM (Scanning Tunneling Microscope) [20]. Ce microscope est basé sur l'effet tunnel. Cet effet se manifeste par un faible courant  $i$  lorsqu'une pointe conductrice polarisée est approchée d'un échantillon conducteur. Ce courant n'existe que lorsque la distance entre la pointe et l'échantillon est de l'ordre du nano-mètre et dépend de façon

exponentielle avec cette distance. Le principe est donc de maintenir constante la valeur du courant tunnel en asservissant la distance pointe/échantillon à l'aide d'actionneurs piézoélectriques. La figure 1.4 schématise un STM. Ce microscope devient la base de la

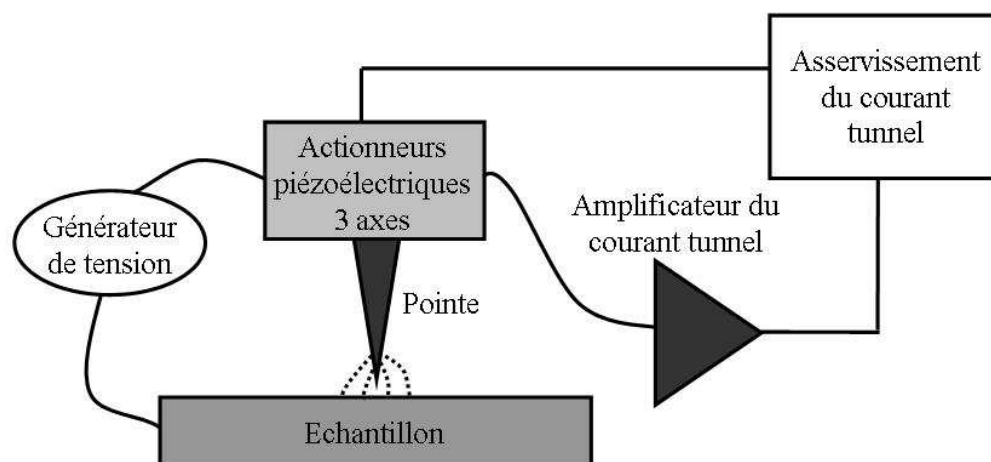


FIGURE 1.4 – Schéma illustrant le microscope à effet tunnel (STM).

microscopie en champ proche et une famille de nouveaux types de microscopes est proposée dans les années suivantes :

- Le SNOM (Scanning Near-field Optical Microscope) proposé par D. W. Pohl en 1982 [21]. Ce microscope est conçu pour détecter le champ lumineux au voisinage de l'objet (quelques nanomètres) grâce à une sonde collectrice. La figure 1.5 montre le principe de fonctionnement d'un SNOM.
- Le premier SThM (Scanning Thermal Microscope) publié par C. C. Williams et H. K. Wickramasinghe en 1985 [22]. La famille des SThM regroupe tous les microscopes capables de mesurer la température. Ce microscope est basé sur le principe du STM dont l'extrémité était un thermocouple. Ainsi cette sonde était sensible à la température et le profil de la surface était imagé non plus en gardant constant le courant tunnel mais en faisant une boucle de rétroaction sur le flux thermique. C'est la première pointe avec un thermocouple intégré qui est publiée. Le principe de ce SThM est présenté sur la figure 1.6.
- L'AFM (Atomic Force Microscope) par C. Binnig, C. F. Quate et Ch. Gerber en 1986 [23]. Ce microscope est basé sur les forces mécaniques qui apparaissent à petite échelle (pour une distance pointe-échantillon inférieure à 100 nm) entre la pointe et l'échantillon comme les forces de Van der Waals par exemple. Ces forces dépendent de la distance entre la pointe et l'échantillon il est ainsi possible de réaliser un asservissement très précis sur l'amplitude de vibration de la poutre pour tracer une

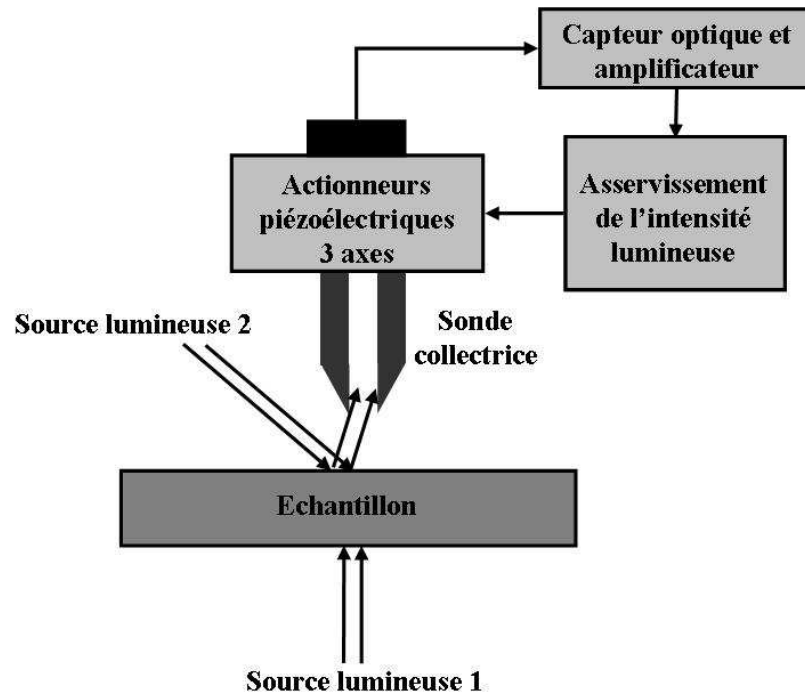


FIGURE 1.5 – Schéma illustrant le microscope optique en champ proche (SNOM). Ce microscope peut fonctionner soit en transmission en utilisant la source lumineuse 1, soit réflexion en utilisant la source lumineuse 2.

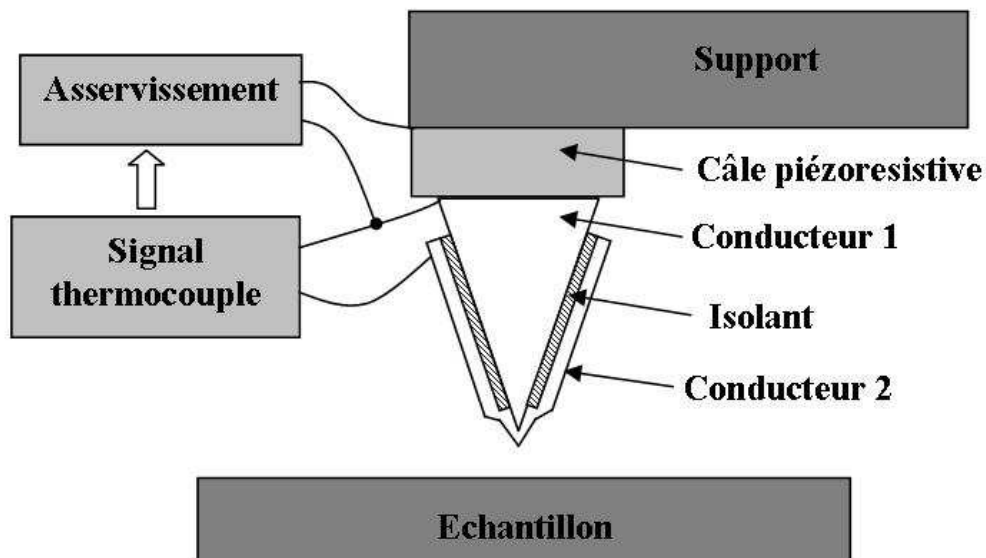


FIGURE 1.6 – Schéma illustrant le premier microscope thermique (SThM) [22].

cartographie du profil de la surface. Ce microscope peut fonctionner suivant plusieurs modes différents : le mode contact où la pointe est en contact avec l'échantillon et l'asservissement est alors réalisé sur la déflexion statique du levier ou bien les modes "tapping" et non contact où la pointe vibre proche de sa fréquence de résonance et l'asservissement est alors réalisé sur l'amplitude dynamique. L'intérêt majeur de l'AFM est qu'il permet d'imager n'importe quel échantillon, conducteur électrique ou non. La figure 1.7 schématise un AFM.

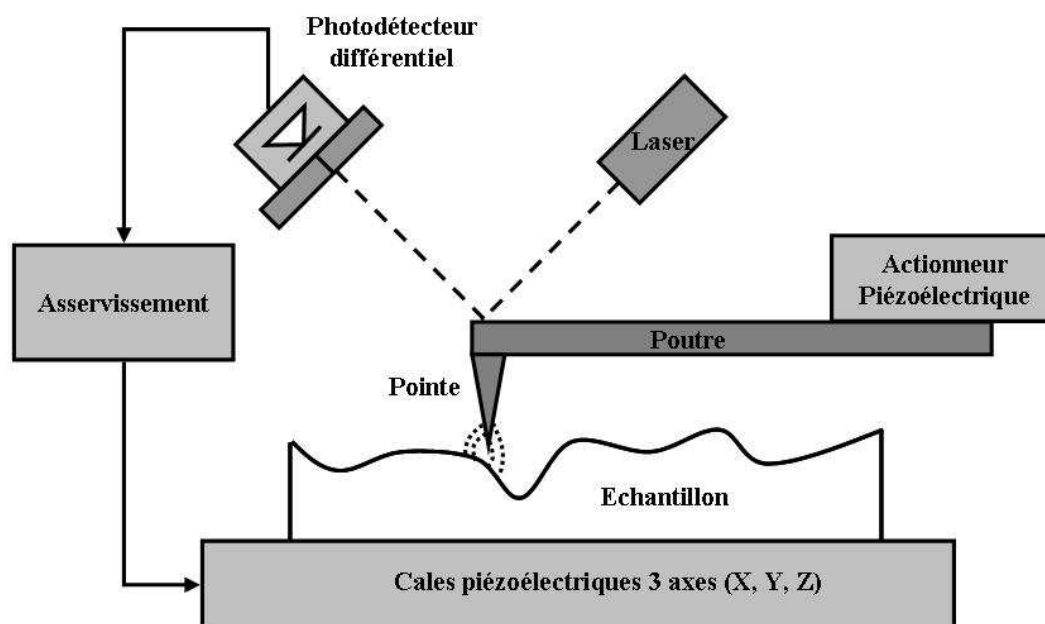


FIGURE 1.7 – Schéma illustrant le microscope à force atomique (AFM).

- L'EFM (Electrostatic Force Microscope) publié par Y. Martin, D. W. Abraham et H. K. Wickramasinghe en 1987 [24]. Ce microscope est très proche, par son architecture de l'AFM mais contrairement à ce dernier, l'EFM est basé sur les forces électrostatiques au lieu des forces atomiques. La poutre est mise en vibration en imposant une tension alternative entre la pointe et l'échantillon. L'intensité du champ électrostatique et donc l'amplitude de vibration de la pointe dépendent de la distance entre la pointe et l'échantillon ce qui permet ainsi de tracer le profil de l'échantillon par un asservissement. Ce microscope ne peut donc fonctionner qu'avec des échantillons dont la surface est conductrice.

Cette liste n'est pas exhaustive mais elle présente les principaux principes des microscopes fonctionnant en champ proche. Dans la suite de ce chapitre, nous ne nous intéresserons qu'à la famille des microscopes thermiques, c'est à dire les microscopes utilisant des sondes

conçues pour la mesure de température.

Nous avons vu précédemment que la température intervient dans plusieurs principes physiques. Cette section est consacrée à présenter un éventail des nombreuses techniques déjà mises en oeuvre afin de mesurer localement la température. Il a été choisi ici de faire un état de l'art des techniques champ proche de mesure suivant le principe thermophysique mise en jeu. Nous nous intéresserons tout d'abord à présenter les montages basés sur le principe thermomécanique puis nous nous concentrerons sur l'effet thermoradiatif. Nous verrons pour finir la grande famille des thermomètres basés sur les effets thermoélectriques que nous avons séparé en trois familles, ceux basés sur l'effet thermorésistif, ceux impliquant l'effet Seebeck et enfin la thermométrie basée sur l'énergie de surface.

### 1.3.2 Le microscope thermoradiatif

Un principe original de mesure de température par fluorescence en champ proche est présenté ici. Le principe de la mesure par fluorescence provient du fait qu'une particule fluorescente excitée va émettre des radiations à des fréquences propres au matériau fluorescent. La particularité de ces radiations est que l'intensité d'émission à une fréquence déterminée dépend de la température de l'objet fluorescent [25]. Plusieurs types de particules fluorescentes ont déjà été proposés, la classe des CdSe semble un très bon candidat [26] parce que l'intensité de leur fluorescence varie fortement avec la température. Des terres rares dopées ont aussi fait l'objet de recherches récentes [25]. Nous pouvons citer les travaux de Tessier et al. [27] qui ont proposé de coller un élément d'erbium/ytterbium fluoré à l'extrémité d'un pointe standard pour la mesure de type AFM. La figure 1.8 schématise le dispositif expérimental mis en place par Tessier et al.. Avec ce dispositif, ils ont pu cartographier le profil thermique d'une piste d'aluminium de  $1,25 \mu\text{m}$  de largeur [28] et celui d'une piste de nickel de  $500 \text{ nm}$  [29] afin de déterminer la résolution spatiale de leur système. Ils concluent que la résolution spatiale dépend principalement de la taille de l'élément fluorescent collé à l'extrémité de la pointe, et que pour une particule de l'ordre de  $500 \text{ nm}$  de diamètre, la résolution maximale atteinte est de l'ordre de  $300 \text{ nm}$ .

### 1.3.3 Les microscopes thermomécaniques

Deux principes de thermomètres thermomécaniques sont présentés ici, le microscope à sondes bilames et le SJEM (Scanning Joule Expansion Microscope) basé sur la dilatation de l'échantillon induite par effet Joule.



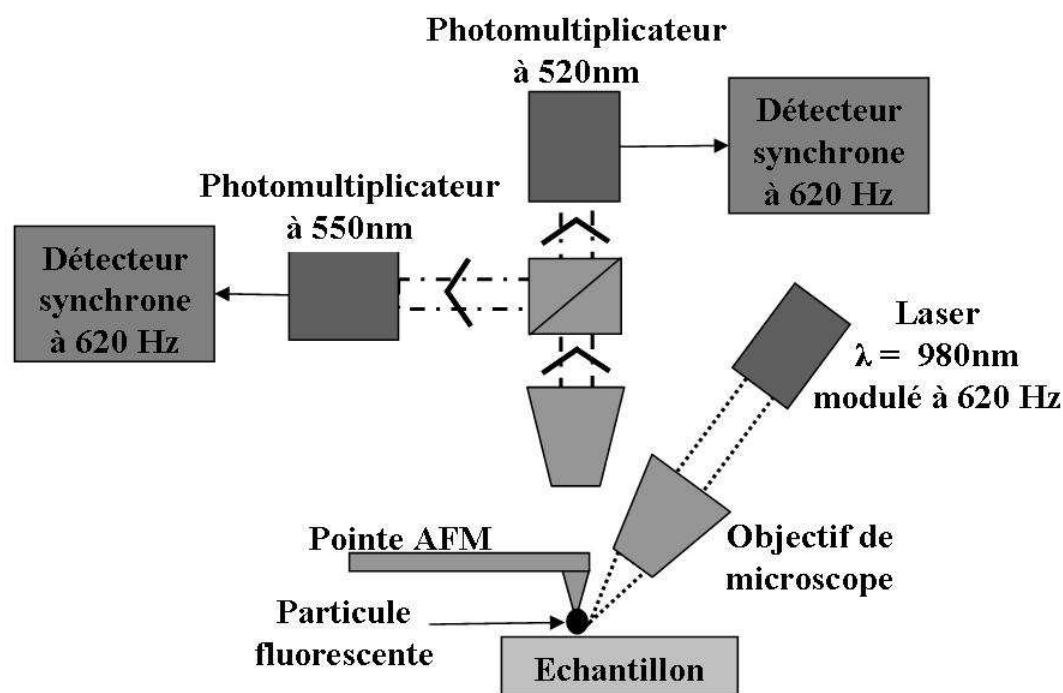


FIGURE 1.8 – Schéma illustrant le dispositif de mesure de température par fluorescence [27].

### 1.3.3.1 Le microscope à sondes bilames

En 1994, Gimzewski et al. [31] [32] montrent qu'un simple levier de silicium avec un dépôt métallique d'aluminium peut être un excellent thermomètre. Un changement de température du levier entraîne une dilatation du silicium et de l'aluminium. Ces deux matériaux ayant des coefficients de dilatation très différents, le levier subit une déflexion. En associant ce levier à un système optique de mesure de flexion de type AFM, il est possible d'atteindre une résolution de l'ordre de 10 pm, et donc un thermomètre avec une résolution thermique de l'ordre de  $10^{-5}$  K. Cette résolution est bien meilleure que celle obtenue avec un thermocouple ou bien une thermorésistance. Nakabeppu et Majumdar [33] ont utilisé ce type de sondes pour mesurer le chauffage par effet Joule d'un élément ohmique. Cette méthode est cependant limitée par le temps de réponse des leviers bilames ainsi que le couplage de l'information de la topographie de l'échantillon à celui de la température. La figure 1.9 schématise ce montage.

### 1.3.3.2 Le SJEM

Le SJEM a été introduit par Varesi et Majumdar [34] en 1998. Le principe est de mettre en contact une pointe d'AFM avec l'échantillon à mesurer. L'échantillon est soumis à un

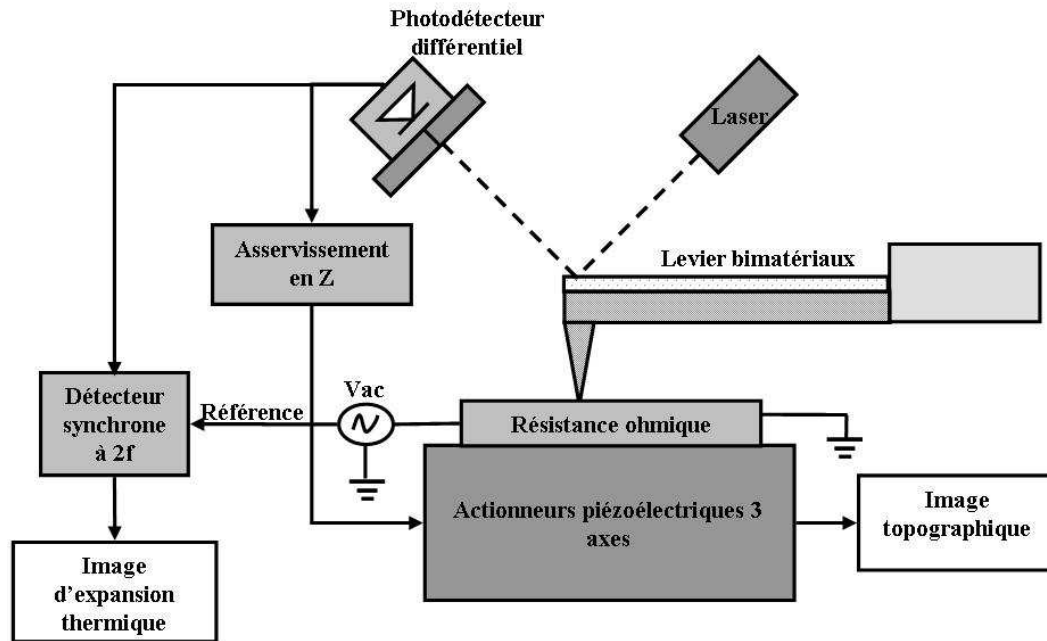


FIGURE 1.9 – Schéma illustrant le microscope de Nakabeppu [33].

courant électrique sinusoïdal ou bien pulsé à la fréquence  $f$  ce qui crée un échauffement et une dilatation de celui-ci à la fréquence  $2f$ . Le signal de déflexion du microlevier est alors traité de deux façons différentes, d'un coté le signal classique d'asservissement topographique et de l'autre le signal de dilatation thermique à  $2f$ . Pour un bon fonctionnement, il faut que le signal thermique soit au-dessus de la bande passante du système d'asservissement (de l'ordre de 5 kHz) pour ne pas perturber ce dernier. L'avantage de cette technique est qu'elle ne nécessite pas de pointes particulières, une pointe d'AFM pour le mode contact est bien adaptée [35].

Après cette rapide description non exhaustive des travaux réalisés sur la mesure de température par sonde locale basées sur les principes thermoradiatifs et thermomécaniques, un paragraphe est consacré aux sondes thermoélectriques.

## 1.4 Les thermomètres thermoélectriques

Une majorité des microscopes thermiques en champ proche est basée sur un effet thermoélectrique. La structure de base d'un SThM est généralement un AFM sur lequel est montée une pointe sensible à la température. L'avantage d'utiliser un AFM est que le contrôle de la distance pointe/échantillon est très bon quelque soit l'échantillon à mesurer (conducteur électrique ou pas). Grâce à cet asservissement et à une sonde sensible à la température, nous obtenons simultanément une image topographique de l'échantillon

et son image thermique. Les sondes thermoélectriques peuvent être séparées en deux classes : d'une part les sondes thermorésistives et d'autres part les sondes intégrant un thermocouple. Dans la suite de ce chapitre, un état de l'art pour chacun de ces principes sera présenté [36] [37] [38]. Un principe original basé sur l'énergie électrique de surface mesurée à l'aide d'un KFM sera abordé à la fin de cette section.

### 1.4.1 Les sondes thermorésistives

#### 1.4.1.1 Les sondes thermorésistives massives

Nous avons vu que la résistance électrique des métaux dépendait fortement de la température c'est cet effet qui est à l'origine des sondes thermorésistives. La première sonde fonctionnant sur ce principe a été publiée par Pylkki et al [39] en 1994. Il s'agit d'un fil de platine de  $5\ \mu\text{m}$  de diamètre encapsulé dans une gaine d'argent de  $75\ \mu\text{m}$  de diamètre (communément appelé fil de Wollaston). L'extrémité du fil est dénudé de sa gaine d'argent sur  $200\ \mu\text{m}$  de longueur et est plié pour former une sorte de pointe. Un miroir est collé sur les fils non dénudés et l'ensemble est alors monté sur un support de sonde pour AFM (figure 1.10). La température de la sonde peut être mesurée en insérant sa résistance électrique dans un pont de Wheatstone.

Ce type de sonde thermorésistive peut fonctionner suivant deux modes distincts, le mode

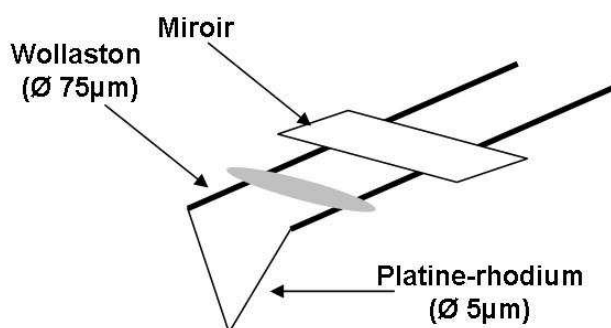


FIGURE 1.10 – Schéma d'une micro sonde thermorésistive proposé par Pylkki et al. [39].

passif et le mode actif [37].

Dans le mode passif, le courant traversant la sonde est très faible de façon à ce que l'échauffement par effet Joule soit négligeable par rapport aux transferts thermiques entre la surface à mesurer et le fil. Le mode passif est donc plus sensible aux variations de température de l'échantillon. C'est le mode choisi pour faire de la cartographie thermique.

Dans le mode actif, un fort courant traverse le fil de platine ce qui crée un échauffement

par effet Joule important. Le mode actif est donc beaucoup plus sensible aux variations de conductivité thermique de l'échantillon. Il est ainsi possible de cartographier des propriétés thermiques de l'échantillon soit en conservant un courant constant soit une température constante.

De nombreux travaux ont été réalisés à partir de ce type de sondes thermorésistives. Hammiche et son équipe les ont utilisées pour caractériser le comportement de nombreux polymères ou bien imager des défauts subsurfaciques [40] [41] [42]. Il faut aussi souligner les travaux réalisés par Gomes S. et ses collaborateurs sur les perturbations thermiques locales engendrées par l'apport d'une sonde de température [43] [44] [45].

Ajoutons à cela, les nanothermistances de Rangelow [46] [47]. Afin d'améliorer encore la résolution spatiale, la solution la plus évidente est de diminuer la taille du fil de platine sensible à la température. Rangelow et son équipe ont proposé de créer un filament de platine de l'ordre de 100 nm de diamètre à partir d'un faisceau d'électrons focalisé et d'un gaz de méthylcyclopentadienyl triméthyl de platine. En faisant croître ce filament d'une hauteur de quelques microns entre deux électrodes d'aluminium (figure 1.11), ils créent ainsi une thermistance dont la capacité thermique est très faible et dont le rayon terminal est inférieur à 20 nm. Ces caractéristiques leur permettent d'obtenir une résolution spatiale inférieure à 80 nm, une sensibilité thermique de l'ordre de  $10^{-3}$  K et des mesures thermiques à des fréquences élevées (plusieurs kHz).

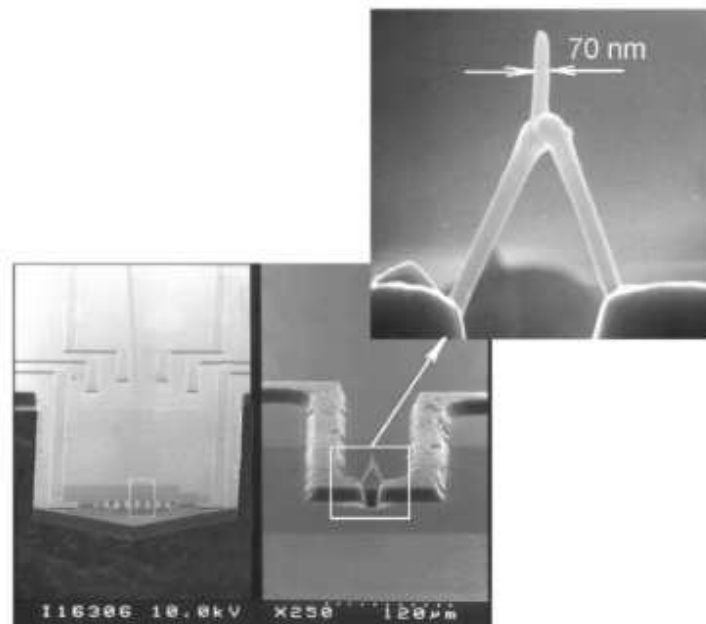


FIGURE 1.11 – Photographie MEB d'un filament de platine créé sur une poutre d'AFM (Rangelow [46]).

### 1.4.1.2 Les sondes thermorésistives en couche mince

Bien que la sonde à résistance de platine sur poutre d'AFM soit un très bon outil pour cartographier la température et la conductivité, le diamètre du fil de  $5\ \mu\text{m}$  limite la résolution spatiale. Dans l'optique d'améliorer ce paramètre, Wendman [Wendman, IBM] a proposé de déposer une résistance organométallique en couche mince sur la pointe d'une poutre d'AFM.

Sur le même principe, Mills et al. [48] ont développé une sonde avec une couche mince de palladium, déposée en bout d'une pointe d'AFM, connectée à deux électrodes en aluminium (figure 1.12). Ces micro-sondes permettent alors une résolution spatiale de l'ordre de 100 nm.

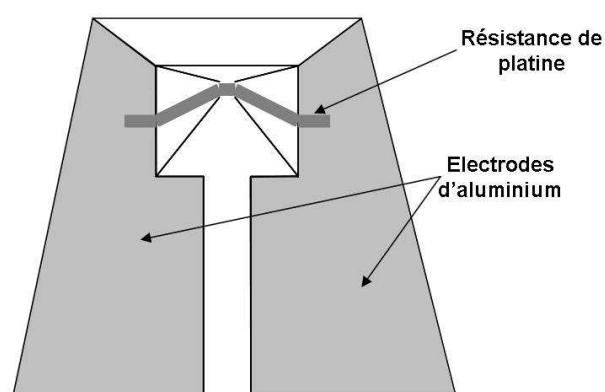


FIGURE 1.12 – Schéma d'une micro sonde thermorésistive proposée par Mills et al. [48].

## 1.4.2 Les sondes thermocouples

Les thermocouples usuels bipolaires (soudure de deux éléments métalliques aux coefficients Seebeck différents) que nous nommerons thermocouples massifs sont depuis longtemps bien implantés dans le monde industriel grâce aux avantages suivants : facilité de mise en oeuvre, élaboration peu coûteuse et robustesse des mesures. La diminution de la taille des systèmes impose d'avoir des capteurs dont la résolution spatiale soit bien inférieure à celle des thermocouples soudés industriels et dont le temps de réponse soit plus faible. La première idée développée dans ce paragraphe est la diminution de la taille de la jonction d'un thermocouple soudé massif. Une autre solution abordée ensuite est l'utilisation des technologies récentes de microtechniques (dépôts de couches minces) pour créer des thermocouples déposés en couches minces sur des pointes utilisées sur des AFM.

### 1.4.2.1 Les thermocouples massifs [49]

La zone active d'un thermocouple soudé est le volume de sa soudure, on comprend alors que pour augmenter la résolution spatiale et diminuer le temps de réponse de ce type de sondes, il faut diminuer la taille de la soudure et donc créer des jonctions à l'aide de fils métalliques les plus fins possibles. Dans la suite de ce paragraphe, nous parlerons de microthermocouples pour les jonctions créées avec des fils de diamètre inférieur à  $50\ \mu\text{m}$ . Pour ces diamètres, les techniques usuelles de soudage (chalumeau, bain de mercure...) ne sont pas applicables car l'énergie apportée est trop importante, il faut donc utiliser la technique de l'arc électrique par décharge capacitive [50]. Cette technique a été utilisée par Majumdar et son équipe qui ont publié en 1993 [52] une sonde basée sur le principe de celle du fil de Wollaston mais cette fois avec une jonction thermocouple type K montée sur une poutre d'AFM (les figures 1.13 et 1.14 montrent le principe de ces sondes). En amincissant le diamètre des fils, ils sont arrivés à réaliser des jonctions avec un diamètre minimal de l'ordre de  $10\ \mu\text{m}$ . Afin de simplifier la construction des sondes et d'éviter une conduction électrique entre un échantillon conducteur et la jonction thermocouple, ils ont proposé d'ajouter une pointe de diamant (très bon conducteur thermique mais isolant électrique) collée à la jonction thermocouple (voir figure 1.14). Nous pouvons aussi citer les travaux plus récents de L. Thiery [53] qui fabrique aussi des thermocouples de type K dont le diamètre minimal des fils est de  $7.6\ \mu\text{m}$  et des thermocouples de type S jusqu'à  $1.3\ \mu\text{m}$  (voir figure 1.15). La diminution du diamètre des fils dans l'élaboration

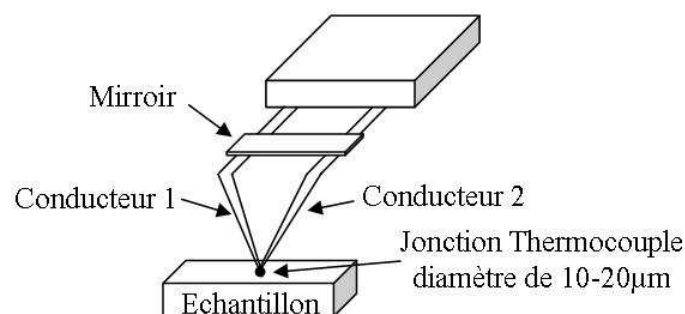


FIGURE 1.13 – Schéma des types de sondes AFM avec un thermocouple type K intégré [52].

des thermocouples massifs permet bien d'améliorer leur résolution spatiale et de diminuer sensiblement leur temps de réponse. Le problème réside alors dans la tenue mécanique de la soudure qui diminue notablement lorsque son volume diminue. Cette fragilité limite l'utilisation de ces sondes et a favorisé le développement des thermocouples en couches minces qui offrent l'avantage d'adopter la tenue mécanique du support sur lequel ils sont déposés.

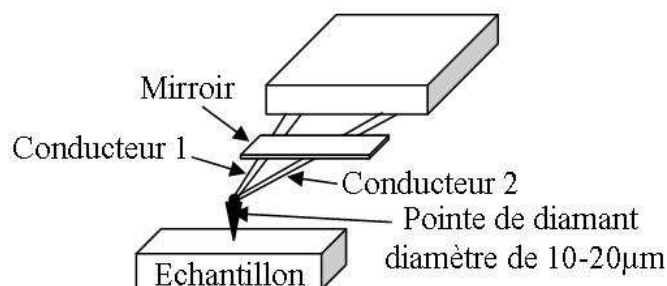


FIGURE 1.14 – Une sonde AFM avec un thermocouple type K intégré et une pointe de diamant [52].

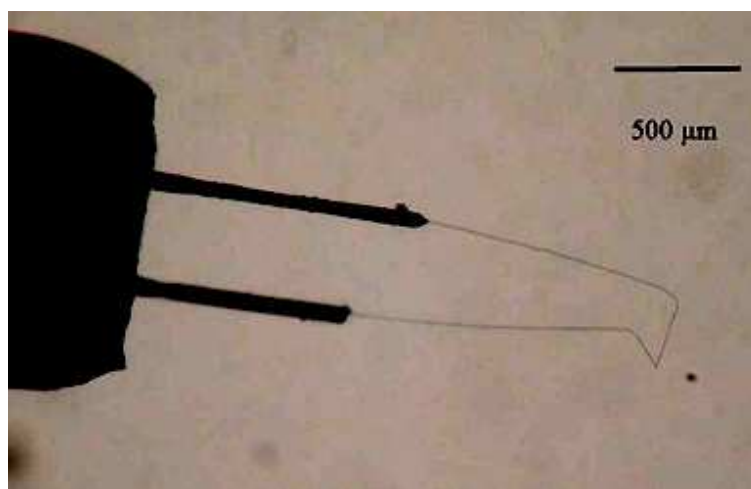


FIGURE 1.15 – Photo d'un microthermocouple type S  $1,3 \mu\text{m}$  formé en cantilever pour les mesures de température en contact [51].

#### 1.4.2.2 Les thermocouples en couches minces

Nous avons vu que le premier SThM proposé par Wickramasinghe en 1985 (figure 1.6) [22] fonctionnait déjà sur le principe d'une sonde à thermocouple avec une couche mince. Cependant, après l'apparition de l'AFM, plusieurs équipes ont travaillé sur l'élaboration de sondes thermométriques fabriquées par des procédés de couches minces de microtechnique.

Luo et al. [54] [55] proposent la première sonde dont le thermocouple en couche mince est créé sur une poutre d'AFM commercialisée. La zone active de la sonde est alors réduite entre 100 nm et 300 nm, de plus, le temps de réponse thermique de la sonde est de l'ordre de 0,3 ms. Ces sondes offrent ainsi une résolution spatiale et un temps de réponse bien meilleurs que les thermocouples massifs mais leur construction sur la base d'un levier en silicium est un inconvénient d'un point de vue thermique. En effet, le silicium est un très bon conducteur thermique (conductivité thermique supérieure à  $100 \text{ W},\text{m}^{-1},\text{K}^{-1}$ ) ainsi la

poutre crée un très bon pont thermique ce qui dégrade la résolution spatiale et la sensibilité thermique de la sonde.

C'est en 1998 que J.M.R. Weaver, G. Mills et leurs collègues [56] [57] ont proposé une première solution pour supprimer les problèmes liés à la conduction thermique du silicium. Ils ont conçu un procédé de fabrication de pointes thermocouples dont le support en silicium est sacrifié à la fin de la réalisation pour ne laisser qu'un support en nitrure de silicium de 500 nm d'épaisseur sur lequel un thermocouple d'or et palladium a été déposé (la figure 1.16 montre une photographie MEB de cette sonde). Ces pointes sont disponibles (université de Lancaster) mais malgré la qualité de leur réalisation, la complexité de leur fabrication en font un produit coûteux et difficilement adaptable à la fabrication en série. Nous pouvons aussi citer les travaux de Li et ses collaborateurs [58] qui proposent

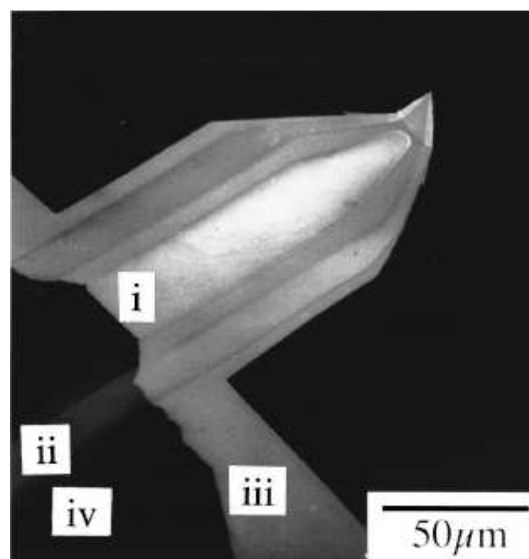


FIGURE 1.16 – Photographie de la pointe finalisée [56] (i) miroir pour la détection optique de la flexion (ii) un bras du thermocouple (iii) membrane de nitrure de silicium de 500nm d'épaisseur (iv) base de la sonde en silicium

une sonde basée sur l'utilisation d'une couche de polyimide dont les avantages sont une très faible conductivité thermique (environ  $0,15 W, m^{-1}, K^{-1}$ ) et un coefficient de dilatation thermique proche de celui du silicium (la figure 1.17 schématise la sonde proposée par Li). Il persiste pourtant un inconvénient, la séparation des bras du thermocouple se faisant sous la pointe, l'information de la température est donc déportée à cet endroit ce qui a pour conséquence de dégrader la résolution spatiale. C'est en 2001 que A. Majumdar et ses collègues [59] publient un procédé d'élaboration de sondes qui allie à la fois une faible conductivité thermique (grâce à l'utilisation de nitrure de silicium comme support et des couches d'isolation en silice) et une très bonne résolution spatiale avec une jonction thermocouple localisée en bout de pointe (la figure 1.18 montre des photographies d'une



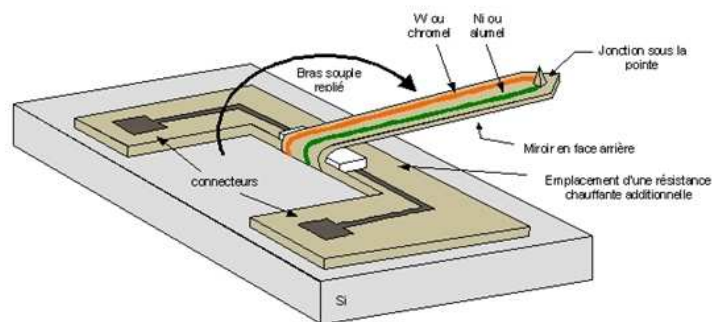


FIGURE 1.17 – Schématisation de la sonde proposée par Li et ses collègues [58].

de ces pointes finalisée).

En marge du développement de micropointes thermosensibles intégrant un thermocouple

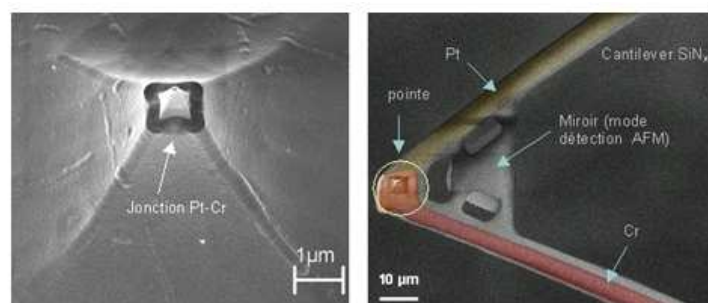


FIGURE 1.18 – Photographies de pointes proposées par Majumdar en 2001 [59].

pour une utilisation sur des microscope de type AFM, il faut citer des travaux originaux menés au laboratoire FEMTO-ST par L. Thiery et son équipe sur des jonctions thermocouples en couches minces déposées à l'extrémité d'une fibre optique [60] [61]. Le thermocouple sur fibre optique présente deux avantages : premièrement la silice conduit faiblement la chaleur ce qui fait espérer une bonne résolution spatiale et thermique et deuxièmement, ce type de sonde peut fonctionner aussi bien en mode passif qu'en mode actif en injectant de la lumière dans la fibre. La figure 1.19 montre un thermocouple sur une pointe de fibre optique de type champ proche.

### 1.4.3 La thermométrie basée sur le KFM

Le principe est amené par M. Nonnenmacher et H. K. Wickramasinghe en 1992 [62]. Dans leur publication, ils ont mesuré une dépendance de la valeur de la différence du potentiel de contact (DPC) avec la température pour plusieurs dépôts métalliques différents (la figure 1.20 montre les mesures de variations de la DPC en fonction de la température de l'échantillon). Leur but n'était pas cependant à ce moment là de proposer une nouvelle

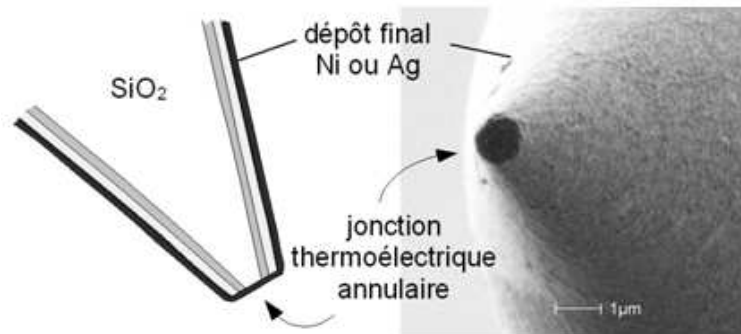


FIGURE 1.19 – Dépôt final du second métal. Obtention d'une jonction thermoélectrique plane de forme annulaire [60].

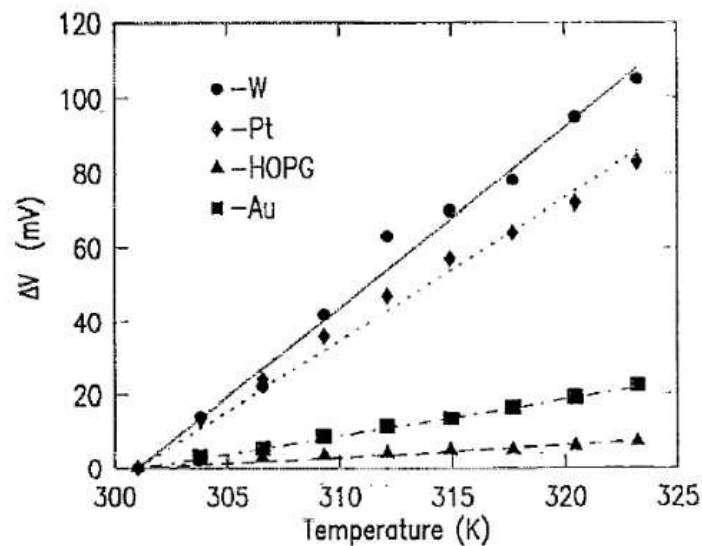


FIGURE 1.20 – Mesures de variations de la DPC en fonction de la température de l'échantillon [62].

sonde de température mais bien de mesurer la conductivité thermique d'un échantillon et d'imager des défauts subsurfaciques.

Les seuls autres travaux sur la mesure de température par l'énergie de surface datent de 2007. Ils ont été réalisés par W. P. King et al. [63]. Ils ont montré que le potentiel de surface entre une pointe de silicium chauffée par effet joule et un dépôt d'or variait de façon significative avec la température de la pointe.

## 1.5 Conclusion

Nous avons vu dans ce chapitre différentes méthodes pour mesurer localement la température. Une liste non exhaustive des principes physiques utilisés à des fins de mesure thermique a été donnée. Nous avons présenté les principaux travaux réalisés pour chaque principe physique établie auparavant. Nous avons vu que différentes techniques de mesure en champ lointain existent. Elles ont comme avantage d'être non-intrusives mais souffrent d'une limitation de leur résolution spatiale due aux phénomènes de diffraction et de propagation de l'onde informative. La diminution des systèmes nécessite aujourd'hui le développement de techniques de mesures de température locales sub-microniques voire nanométriques. Ces nouvelles exigences ont poussé le développement de la mesure thermique en champ proche. Nous avons vu la multiplicité de sondes thermiques locales proposées à ce jour. Malgré ces nombreuses réalisations, la problématique de la mesure thermique reste d'actualité. En effet, les développements consécutifs de sondes thermoélectriques sur la base d'une poutre d'AFM par exemple ont permis d'obtenir des résolutions spatiales inférieures à 100 nm avec une faible intrusivité. Le problème réside alors dans la complexité de réalisation et de mise en oeuvre de ces outils de mesure. A l'échelle micrométrique, le thermocouple reste l'outil le plus communément utilisé du fait de sa simplicité de mise en oeuvre et de sa robustesse. Des développements sur sa miniaturisation sont en cours mais nous savons d'ores et déjà que cette technique est limitée par une faible tenue mécanique. Dans le soucis d'apporter une technique de mesure de température localisée, simple à mettre en oeuvre et robuste, nous proposons ici de développer dans une première partie la mesure par thermocouple intrinsèque. Cette technique s'inspire de la connaissance des thermocouples soudés classiques, et peut apporter des améliorations sur la localisation de la mesure, l'intrusivité et une meilleure sensibilité. Dans le fonctionnement d'un thermocouple intrinsèque, l'échantillon à mesurer fait partie intégrante de la chaîne de mesure. La sonde de mesure (conductrice électriquement) est mise en contact avec l'échantillon, ce dernier constituant le second matériau utile à la création d'un jonction thermocouple. Nous nous apercevons alors que la première obligation dans l'utilisation de ce procédé est d'avoir une surface d'échantillon électriquement conductrice. Cette nécessité d'avoir un échantillon étalon pour réaliser une mesure intrinsèque justifie le travail de réalisation d'un échantillon test présenté dans le chapitre suivant.



## Chapitre 2

# Conception et réalisation de dispositifs chauffants pour les mesures thermoélectriques

## 2.1 Introduction

Le développement de sondes locales de température présente un problème récurrent : la nécessité d'avoir des échantillons dont les caractéristiques thermiques et spatiales soient étalonnées. Il ressort, de la rapide description des deux principes de mesure à étudier, que l'élément à mesurer doit présenter les mêmes caractéristiques pour les deux principes. Nous comprenons alors l'intérêt de développer des échantillons étalons qui serviront d'éléments de références pour quantifier d'une part la résolution thermique et d'autre part la résolution spatiale de nos mesures thermoélectriques. Ce chapitre présente dans une première partie la conception d'étalons répondant aux exigences de nos principes de mesures. Une seconde partie décrit les étapes technologiques employées pour la fabrication de ces échantillons. Enfin une dernière partie est consacrée à l'étalonnage de ces éléments de référence et à leurs comportements dans les conditions de mesures.

## 2.2 Conception de dispositifs chauffants

La réalisation de dispositifs chauffants de référence est indispensable pour le développement de sondes thermiques. Ces éléments de référence doivent servir en premier lieu à valider les principes thermophysiques des sondes avant de quantifier leurs caractéristiques principales. Pour cela, il nous faut des échantillons dont la température locale est connue et maîtrisée et dont le comportement est répétable.

Les dispositifs de chauffage doivent répondre aux caractéristiques particulières imposées par les mesures thermoélectriques :

- La zone active de mesure doit être électriquement conductrice mais isolée du reste de l'environnement.
- La zone active doit contenir une zone de référence dont la température est contrôlée.

L'échantillon doit donc posséder deux zones distinctes : une zone chauffante et une zone de référence à température contrôlée. Les prochaines sections détaillent la description de chacune de ces zones.

### 2.2.1 La zone de référence

La zone de référence a deux rôles distincts. Sa première fonction est d'être une surface dont la température est uniforme et régulée. Cette propriété sert à étalonner la valeur des coefficients Seebeck. Le second rôle est imposé par la mesure par thermocouple intrinsèque. Le principe est de mesurer la tension Seebeck de la jonction créée par le contact entre la sonde et l'échantillon. La mesure de cette tension se résume à insérer un voltmètre, de grande impédance et suffisamment sensible, aux bornes de la jonction thermocouple

créée par le contact de la pointe sur l'échantillon. La figure 2.1 schématise la boucle de mesure ainsi créée. Afin de mesurer la tension de la jonction thermocouple 1 à l'aide d'un

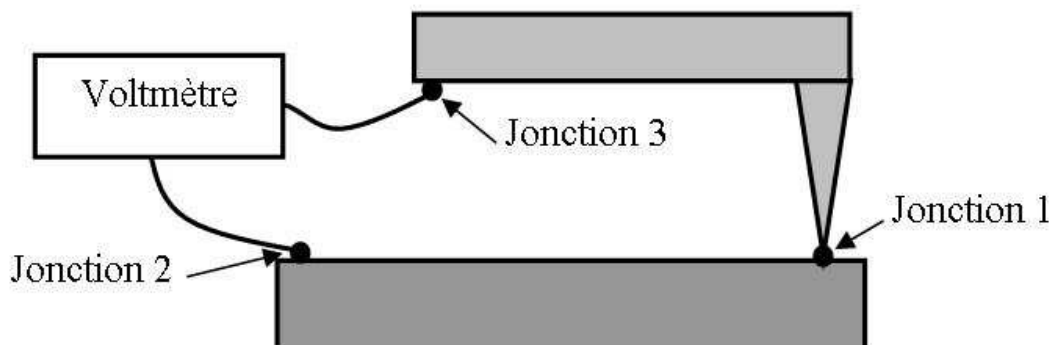


FIGURE 2.1 – Schéma illustrant la boucle de mesure du thermocouple intrinsèque. La jonction thermocouple 1 est la jonction à mesurer, les jonctions 2 et 3 sont des jonctions parasites dues aux contacts pour la mesure électrique.

voltmètre, nous sommes obligés de créer les deux autres jonctions thermocouples 2 et 3 qui sont dues respectivement au contact entre le fil de mesure et l'échantillon et l'autre fil de mesure et la sonde. Ces jonctions Seebeck parasites créent chacune une tension qui modifie la valeur de la tension mesurée et empêche la mesure directe de la tension de la jonction 1. Chacune de ces jonctions possède son propre coefficient Seebeck qui dépend du coefficient du matériau du fil de mesure et de celui de l'élément conducteur en vis à vis. De plus, la valeur de la tension de perturbation de chacune des jonctions dépend de leurs températures instantanées. En résumé, la valeur  $V$  mesurée par le voltmètre est une somme des tensions Seebeck des jonctions 1, 2 et 3 comme le montre l'équation 2.1.

$$V(T) = V(T_1, T_2, T_3) = S_1 T_1 + S_2 T_2 + S_3 T_3 \quad (2.1)$$

où  $T_1$ ,  $T_2$  et  $T_3$  sont respectivement les températures des jonctions 1, 2 et 3 et  $S_1$ ,  $S_2$  et  $S_3$  sont respectivement les coefficients Seebeck des couples aux jonctions 1, 2 et 3. Etant donné qu'il est impossible de supprimer les deux jonctions parasites 2 et 3, il faut en supprimer l'effet ou bien le rendre négligeable afin d'obtenir la valeur de la tension générée par la jonction 1.

La première solution envisageable qui supprime complètement l'effet de ces jonctions est d'annuler la valeur de leur coefficient Seebeck  $S_2$  et  $S_3$ . Pour cela, il faut que le fil de mesure pour la jonction 2 soit constitué du même matériau que la couche conductrice de

l'échantillon et que le fil de mesure de la jonction 3 soit constitué du même matériau que celui de la sonde. Cette solution théorique reste très utopique. En effet, la mise en place de cette solution impose d'avoir le fil de mesure approprié à chaque matériau de l'échantillon à mesurer et à chaque sonde utilisée. De plus, les parties conductrices de l'échantillon et de la sonde sont des couches minces métalliques et le coefficient Seebeck d'un matériau déposé en couche mince est parfois très différent de sa valeur à l'état massif.

La seconde solution consiste à étalonner la valeur du coefficient Seebeck des jonctions 2 et 3 et de mesurer la température instantanée de chacune de ces jonctions. La tension instantanée induite par chacune de ces jonctions est calculée et soustraite à la valeur mesurée par le voltmètre pour obtenir la tension de la jonction 1. Cette solution a l'avantage de donner la valeur quantitative de la tension de la jonction 1 mais elle n'est pas simple à appliquer. Tout d'abord il faut pouvoir étalonner simplement le coefficient Seebeck des jonctions 2 et 3 à chaque nouvel échantillon ou sonde et mettre en place un système d'acquisition instantanée de la température de chacune des jonctions.

Les deux solutions précédentes sont intéressantes parce qu'elles donnent une valeur sans erreur de la tension de la jonction 1, mais leur mise en place n'est pas assez souple et ne permet donc pas de changer rapidement et régulièrement ni l'échantillon à mesurer ni la sonde de mesure. La solution qui est choisie est de contrôler la valeur de la température des jonctions 2 et 3. L'équation 2.1 montre que si  $T_2$  et  $T_3$  sont constantes, alors la tension  $V$  ne dépend plus que de la température  $T_1$  et du coefficient  $S_1$  de la jonction 1. L'inconvénient de cette méthode est que la valeur  $V$  mesurée par le voltmètre (équation 2.2) est entachée d'une erreur  $C$  constante qu'il faut soustraire pour obtenir la véritable valeur de la tension de la jonction 1 à mesurer.

$$V(T) = V(T_1) = S_1T_1 + (S_2T_2 + S_3T_3) = S_1T_1 + C \quad (2.2)$$

En pratique, il est difficile de mettre en oeuvre un système pour contrôler la jonction 3, on se contentera de placer cette jonction le plus loin possible de l'extrémité de la sonde, et de vérifier que la température de cette jonction n'est pas modifiée par l'élément chauffant. Le flux thermique entre cette jonction et l'élément local chauffant se limite à la convection (le flux par conduction est négligeable au vu de la taille du contact sonde/échantillon) dont le gradient dans l'air est assez grand pour limiter le chauffage de la jonction 3.

Contrairement à la jonction 3, la jonction 2 est fortement sujette à la conduction thermique par l'échantillon, sa température risque donc d'être plus fortement perturbée par l'élément chauffant. De plus, cette perturbation dépend énormément de la puissance dissipée par l'échantillon et de la valeur de sa conduction thermique. Il est donc choisi d'asservir la zone de la jonction 2 par un module peltier (CP0.8-31-06L de la société Melcor) inséré sous l'échantillon. Pour estimer la température de la surface de référence, une résistance de



platine de  $1000 \Omega$  (de la société Jumo) est collée sur la zone de référence. L'asservissement est réalisé par un contrôleur MPT 2500 (de la société Wavelength Electronics). Ce montage nous permet d'atteindre un asservissement de la température de la surface de référence de l'ordre de  $0,1 \text{ }^\circ\text{C}$  sur une plage de  $0$  à  $100 \text{ }^\circ\text{C}$ .

### 2.2.2 La zone chauffante

Nous souhaitons avoir un chauffage localisé avec une plage de température supérieure à  $100 \text{ }^\circ\text{C}$  afin de réaliser des mesures après l'évaporation de la couche d'eau superficielle. Le principe de chauffage choisi est la dissipation par effet Joule d'une piste métallique. Ce principe de dissipation thermique d'un élément ohmique est choisi pour sa simplicité de mise en oeuvre (une alimentation de courant est suffisante à son fonctionnement). En outre, les caractéristiques de formes (longueur, largeur, épaisseur et profil) d'une piste chauffante en couche mince déposée ne sont pas prédéfinies, ils sont à fixer suivant nos besoins.

Le premier dispositif est conçu pour valider le principe du thermocouple intrinsèque, il est constitué de 5 pistes de  $250 \mu\text{m}$  de large espacées de  $250 \mu\text{m}$  (la figure 2.2 montre la forme de ces pistes). Chaque piste se termine par un plot rectangulaire pour l'alimentation électrique. Cet échantillon est notre support pour valider les méthodes de mesure par

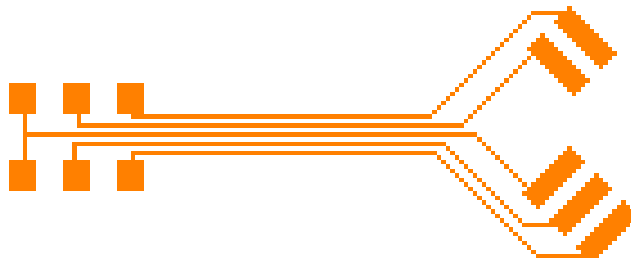


FIGURE 2.2 – Schéma illustrant la forme des pistes de  $250 \mu\text{m}$ .

thermocouple. Nous souhaitons que la température du centre des pistes de  $250 \mu\text{m}$  de largeur soit une zone de plusieurs dizaines de microns où l'on peut estimer la température comme homogène. Cette zone de température homogène nous donne de la liberté dans la répétabilité du positionnement de la sonde. Afin de pouvoir éprouver nos techniques de mesure sur une plage de température plus importante et d'évaluer le comportement des sondes à une plus petite échelle, un second type d'échantillon est réalisé. Il est constitué de 5 pistes chauffantes dont les largeurs sont respectivement  $5$ ,  $10$ ,  $25$ ,  $50$  et  $100 \mu\text{m}$ . De même, chaque piste se termine par un plot rectangulaire pour l'alimentation électrique (la figure 2.3 montre l'agencement de ces pistes).

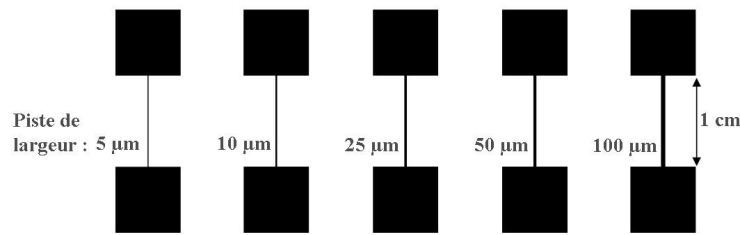


FIGURE 2.3 – Schéma illustrant l'agencement des pistes de 5 à 100  $\mu\text{m}$ .

## 2.3 Réalisation des échantillons chauffants

Cette section décrit les étapes de fabrication des dispositifs de chauffage. Le procédé de fabrication étant le même pour les deux échantillons, la présentation des différentes étapes se fera sur l'échantillon constitué de pistes de tailles différentes.

### 2.3.1 Choix du support des échantillons

La fabrication des échantillons se fait à partir des technologies de micro-usinage (dépôts de couches minces, photolithographies, attaques chimiques...) dont le format standard est un wafer de silicium de 3" ou 4". Les premiers essais de dispositifs fabriqués sur un wafer de silicium ont montré que la très bonne conduction thermique du silicium (conductivité thermique supérieure à  $100 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ) limite le confinement de la chaleur. Sur du silicium, avec la configuration de nos échantillons, il n'est pas possible d'atteindre des températures supérieures à  $100^\circ\text{C}$  et les gradients thermiques sont tels que le chauffage ne peut plus être considéré comme local. La deuxième solution abordée est d'utiliser comme support des plaques rectangulaires de lames de microscope. La silice est un meilleur isolant thermique (conductivité thermique entre 5 et  $10 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ). Des mesures sur des pistes déposées sur une base de silice présentent une température maximale de l'ordre de  $200^\circ\text{C}$  et un profil thermique avec des gradients plus élevés. L'avantage de l'utilisation de ces plaques de verre est le très faible coût mais nous avons remarqué qu'il y a un risque de destruction de ces échantillons si la température des pistes dépasse  $200^\circ\text{C}$  (cet effet peut être due aux impuretés insérées dans ces verres ou à leur niveau de précontraintes mécaniques). Un autre inconvénient de ces plaques de verre est leur forme rectangulaire qui ne correspond pas au format standard des wafers et entraîne certaines complications pour les procédés de dépôt et de photolithographie. La solution finalement adoptée est l'utilisation de wafers de pyrex qui allient la forme standard, une faible conductivité thermique (de l'ordre de  $1 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ) et une bonne tenue mécanique.

### 2.3.2 Etapes de fabrication

Les étapes de fabrication utilisées pour la réalisation des échantillons chauffants sont toutes des étapes standards de micro-électronique. La figure 2.4 donne les étapes à réaliser dans l'ordre chronologique. Cette démarche de fabrication est la même pour les deux dispositifs chauffants. Seule la forme des pistes chauffantes est différente. Nous détaillons, dans le paragraphe suivant, les points cruciaux dans la fabrication de ces échantillons.

La première remarque est l'utilisation d'une couche de chrome avant chaque étape de dépôt (figure 2.4, étape (a)). Cette couche est une couche d'accroche, c'est-à-dire qu'elle sert à optimiser l'adhérence du dépôt sur le support ou bien sur les couches précédentes. Elle est recommandée pour des dépôts de métaux sur du pyrex et est indispensable pour créer l'adhérence de la couche de silice. Le dépôt de silice est l'étape critique de la fabrication de ces dispositifs. En effet, la silice doit être suffisamment épaisse et dense pour isoler électriquement les pistes chauffantes. Différents procédés de dépôt de silice peuvent être utilisés (figure 2.4, étape (d)) : pulvérisation cathodique, la croissance thermique (PECVD) ou bien l'évaporation par un faisceau d'électrons. Après avoir essayé chacune de ces méthodes, la pulvérisation lente avec un chauffage de l'échantillon à plus de 100 °C a montré les meilleurs résultats. La figure 2.5 montre, en vue de dessus, l'échantillon avec des pistes de 5 à 100  $\mu\text{m}$  après l'étape (e) de la figure 2.4. L'attaque chimique de la couche de chrome (figure 2.4, étape (f)) est utilisée pour découvrir l'or des plots de contact électrique. L'or étant un très bon conducteur électrique, la résistance électrique du contact est ainsi minimisée.

Les figures 2.6 et 2.7 sont des photographies des deux types d'échantillons après toutes les étapes de fabrication présentées dans la figure 2.4.

## 2.4 Etalonnage des caractéristiques des échantillons

Deux échantillons différents réalisés spécialement pour les mesures thermoélectriques sont ainsi à notre disposition. Ces échantillons serviront d'étalons pour démontrer la faisabilité des mesures par thermocouple intrinsèque en mode contact et non contact. La première étape consiste alors à caractériser ces échantillons avec une méthode de mesure thermique déjà éprouvée pour avoir des mesures de référence. L'étalonnage des échantillons exige un principe de mesure de référence validé entre 20 et 200 °C minimum et une résolution spatiale inférieure à la centaine de  $\mu\text{m}$ . En analysant l'état de l'art, il apparaît que plusieurs principes de mesure répondent aux exigences imposées. Parmi ces techniques, c'est le microthermocouple soudé qui est choisi pour plusieurs raisons. Tout d'abord, parce que cette technique diffère très peu de celle par thermocouple intrinsèque. Au sein de notre équipe, L. Thiery nous a fourni des thermocouples robustes de type K

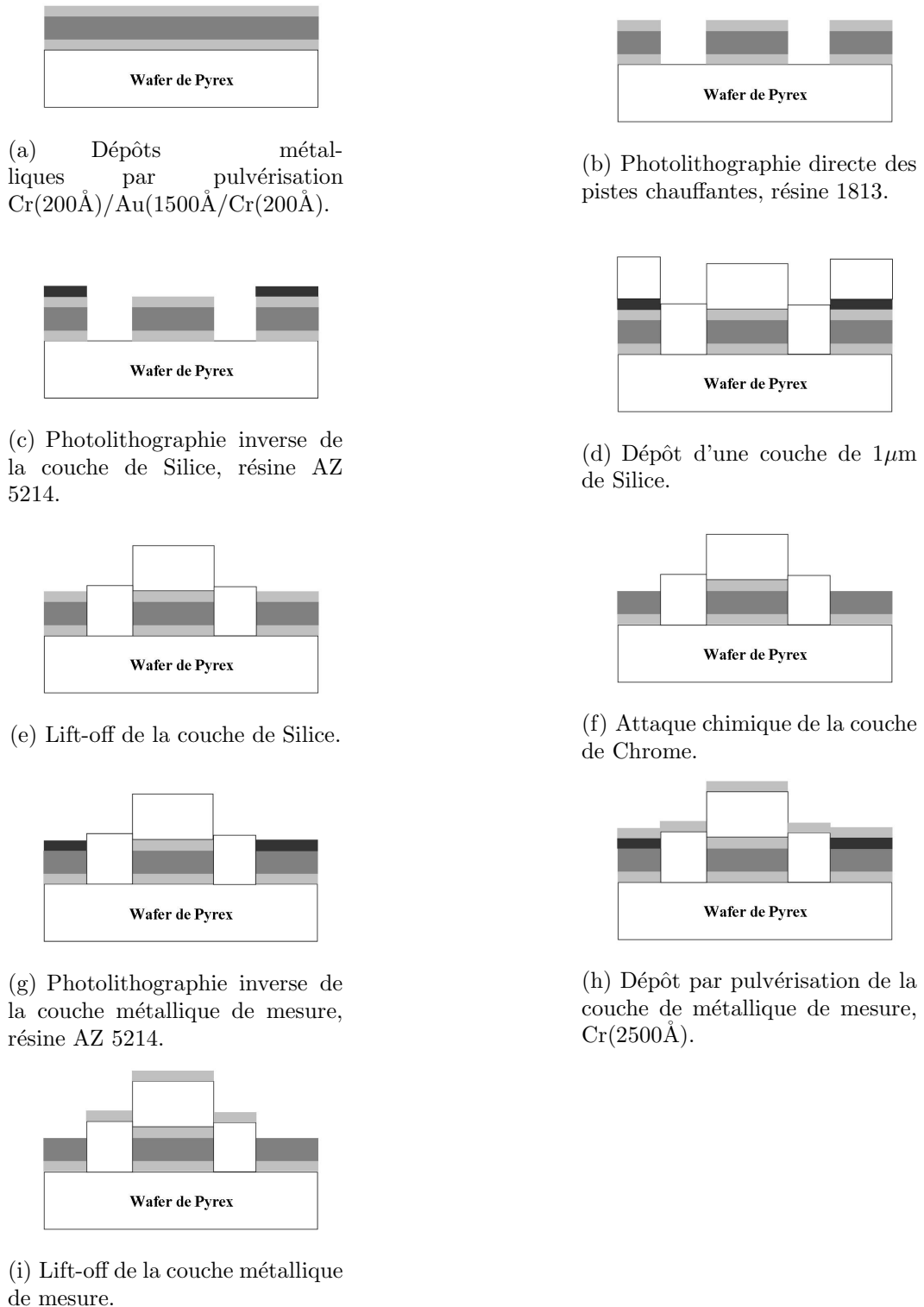


FIGURE 2.4 – Etapes de fabrication d'un dispositif chauffant.

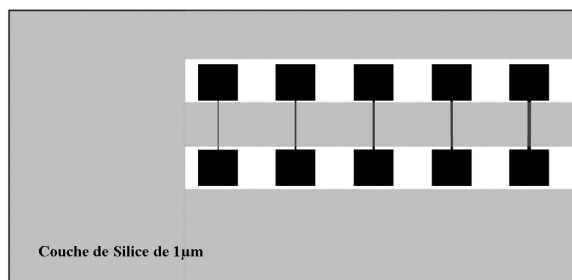


FIGURE 2.5 – Schéma en vue de dessus de l'échantillon. La partie grisée est le dépôt de silice. Les plots d'alimentation des pistes sont à nus.

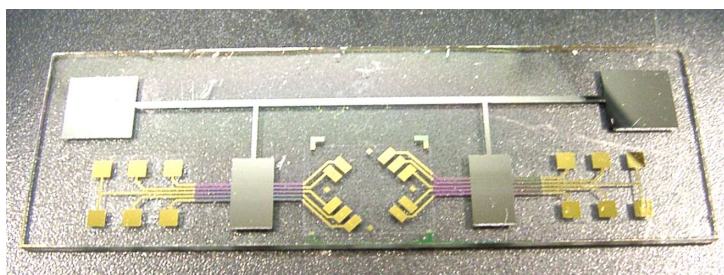


FIGURE 2.6 – Photographie d'un échantillon finalisé avec des piste de 250  $\mu\text{m}$ . La couche terminale de mesure est en chrome.

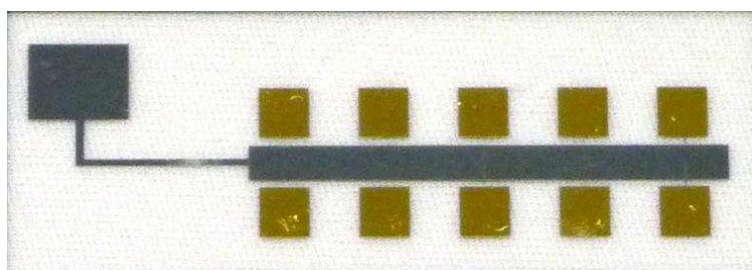


FIGURE 2.7 – Photographie d'un échantillon finalisé avec des piste de 5 à 100  $\mu\text{m}$ . La couche terminale de mesure est en chrome.

fabriqués avec des fils de 25  $\mu\text{m}$  de diamètre dont la jonction est inférieure à 50  $\mu\text{m}$  [51]. L'étalonnage de la valeur de la température se fait par contact entre un thermocouple et la surface à mesurer. Le diamètre de la jonction des thermocouples est du même ordre de grandeur que le rayon terminal des sondes qu'il nous faut tester, les conditions expérimentales d'étalonnage sont donc proches de celles en conditions de mesure par thermocouple intrinsèque. Le deuxième avantage des thermocouples soudés est une mise en oeuvre extrêmement simple.

Ce paragraphe présente successivement l'étalonnage du temps de thermalisation, le comportement intensité/température en excitation continue et le profil thermique pour une

piste de 250  $\mu\text{m}$  et une piste de 50  $\mu\text{m}$ .

### 2.4.1 Montage expérimental d'étalonnage

Le dispositif expérimental d'étalonnage est représenté figure 2.8. L'étalonnage est réa-

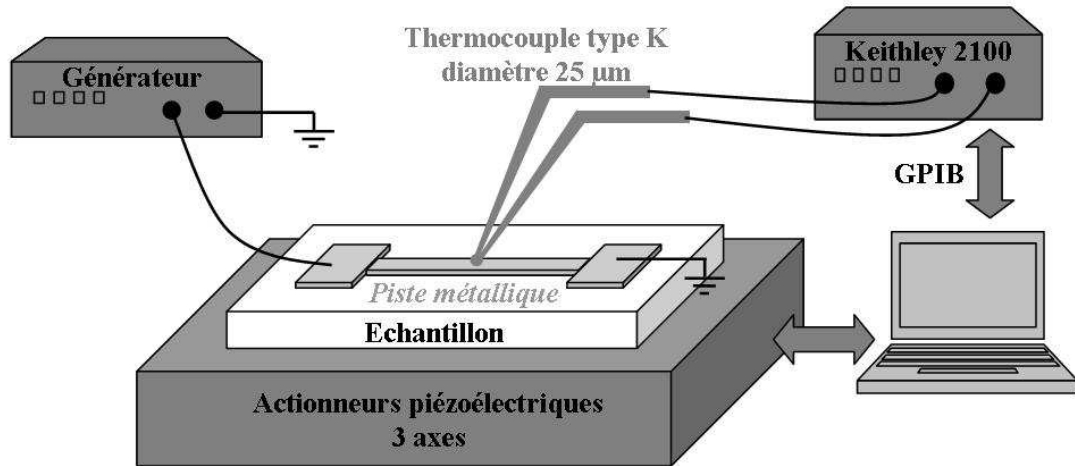


FIGURE 2.8 – Dispositif expérimental d'étalonnage des caractéristiques thermiques des échantillons.

lisé à l'aide d'un thermocouple de type K (dont les fils sont de 25  $\mu\text{m}$  de diamètre) en contact avec la zone à mesurer. La température de la jonction du thermocouple est mesurée par une centrale d'acquisition Keithley 2700 contrôlée par GPIB depuis un ordinateur. L'échantillon est fixé sur un dispositif de déplacement piézoélectrique 3 axes PI F-603.

### 2.4.2 Etalonnage du temps de thermalisation

La première caractéristique étalonnée est le temps de réponse thermique de l'ensemble échantillon + thermocouple. Il est impératif de connaître le temps de thermalisation afin d'assurer une bonne stabilité et une répétabilité des mesures. Le thermocouple est mis en contact au centre de la piste à étalonner. Un échelon de tension est imposé sur la piste chauffante, la température est mesurée à l'aide du mode de mesure par thermocouple du Keithley 2700 avec une jonction de référence simulée à la valeur de la température ambiante. La température est mesurée toutes les secondes.

### 2.4.2.1 Temps de thermalisation de la piste de 250 $\mu\text{m}$

La piste est à température ambiante. Pour mesurer le temps de thermalisation de la piste de 250  $\mu\text{m}$ , nous imposons, dans la piste résistive, un créneau de tension électrique continue de 7.5 V dont la période est 500s. La température est mesurée toutes les secondes pendant une période. La figure 2.9 montre l'évolution de la température du centre de la piste pendant cette période.

La forme de la courbe 2.9 semble montrer que le comportement thermique de la piste

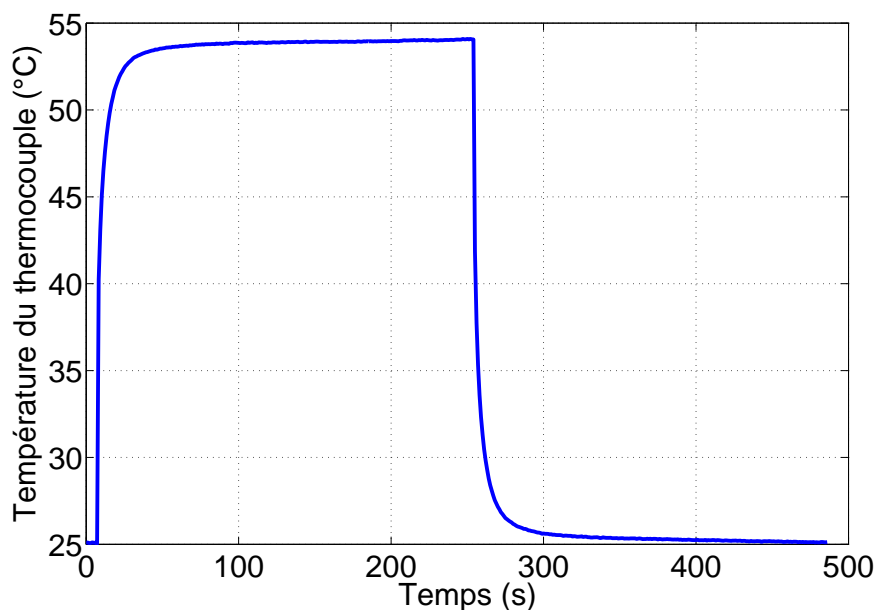


FIGURE 2.9 – Evolution de la température du centre de la piste de 250  $\mu\text{m}$  soumis à un échelon de tension continue de 7.5 V.

s'apparente à un système de type du premier ordre. Un comportement est du premier ordre si sa caractéristique température/temps est régi par une équation de la forme de l'équation 2.3 pour une charge et par l'équation 2.4 pour une décharge.

$$T(t) = T_0 + (T_f - T_0) [1 - \exp(-t/\tau)] \quad (2.3)$$

$$T(t) = T_f + (T_0 - T_f) \exp(-t/\tau) \quad (2.4)$$

où les constantes sont :

- $T_0$  [ $^{\circ}\text{C}$ ] est la température initiale
- $T_f$  [ $^{\circ}\text{C}$ ] est la température finale
- $\tau$  [s] est la constante de temps thermique

En reprennant les valeurs de la montée en température de la courbe 2.9, la valeur de la température initiale est  $T_0 = 25,1$   $^{\circ}\text{C}$  et la valeur finale est  $T_f = 54$   $^{\circ}\text{C}$ . La valeur de

la constante de temps thermique  $\tau$  peut être définie, dans le cas d'un comportement en premier ordre, par le temps mis par la température de l'échantillon à atteindre 63% de l'échelon total de température. Dans le cas de notre mesure, la température à 63% vaut, dans le cas du chauffage, 43.3 °C. Cette température correspond alors à un temps de chauffage de 2.1 s sous une tension de 7.5 V. Les courbes 2.10 et 2.11 comparent la mesure de la température de la piste et la courbe théorique de l'évolution de cette température dans le cas d'un comportement en premier ordre dont la constante de temps  $\tau$  vaut 2.1 s. La courbe 2.10 montre que le comportement thermique de l'échantillon avec une piste

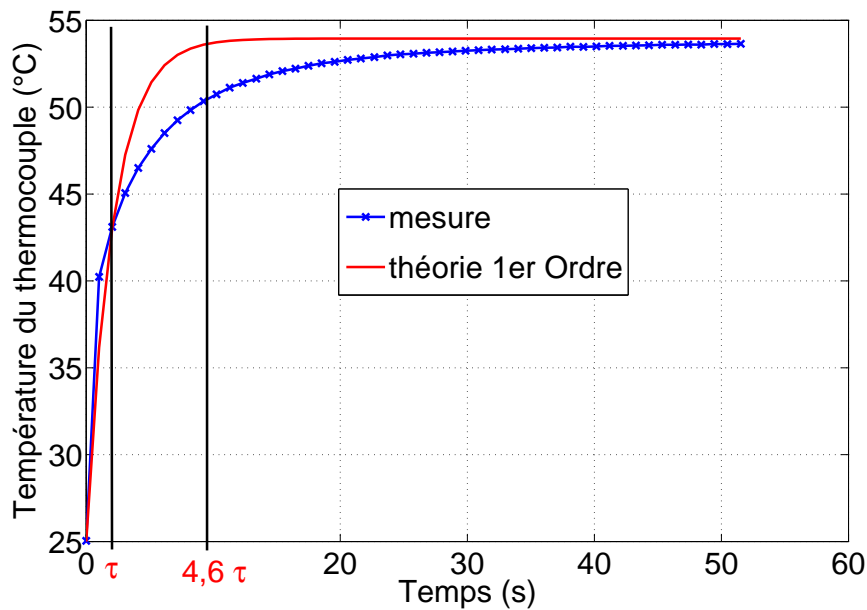


FIGURE 2.10 – Comparaison du comportement de la charge en température de la piste de 250  $\mu\text{m}$  mesurée et une évolution théorique en premier ordre.

de 250  $\mu\text{m}$  ne correspond pas à celui d'un premier ordre. Le but recherché de ces mesures est de définir le temps de thermalisation à 99% de la température finale. Cette valeur de 99% est atteinte, dans un comportement du premier ordre, pour un temps correspondant à  $4.6\tau$ . Sur la figure 2.10, nous nous apercevons très bien que pour un temps de  $4.6\tau$  la température de l'échantillon n'est pas à 99% de sa valeur finale mais seulement à 88%. Ainsi nous ne pouvons pas nous appuyer sur la théorie de comportement en premier ordre pour définir le temps de thermalisation de celui-ci. En partant de cette constatation, le temps de thermalisation de nos échantillon est défini par la mesure de température qu'il faudra renouveler pour chaque nouvel échantillon. Les figures 2.12 et 2.13 montrent respectivement l'évolution de la charge et de la décharge en température de l'échantillon sur une demi-période complète. Les valeurs de thermalisation à 99% tirées de ces courbes sont respectivement 60 s et 67 s. Ces valeurs définissent ainsi un temps de thermalisation



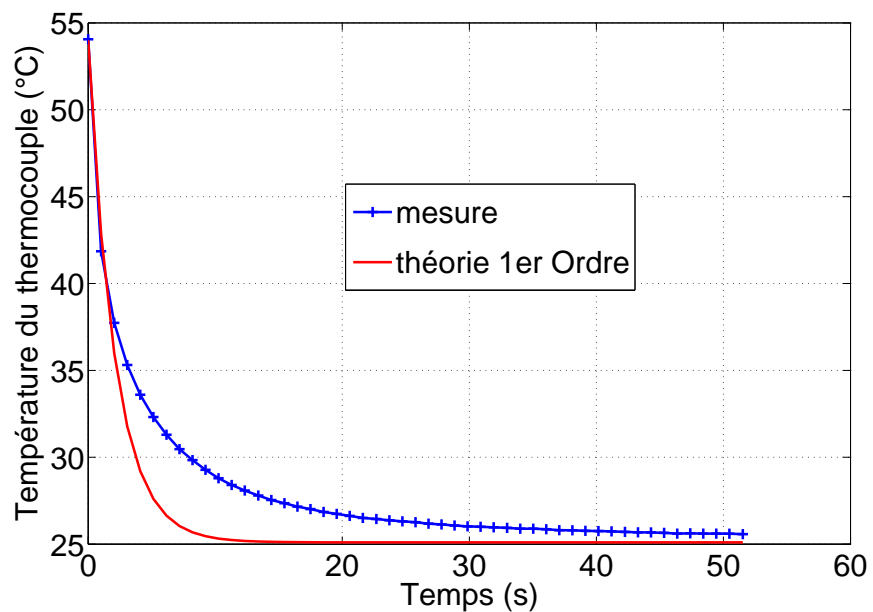


FIGURE 2.11 – Comparaison du comportement de la décharge en température de la piste de  $250\ \mu\text{m}$  mesurée et une évolution théorique en premier ordre.

minimal de l'ordre de 1 minute.

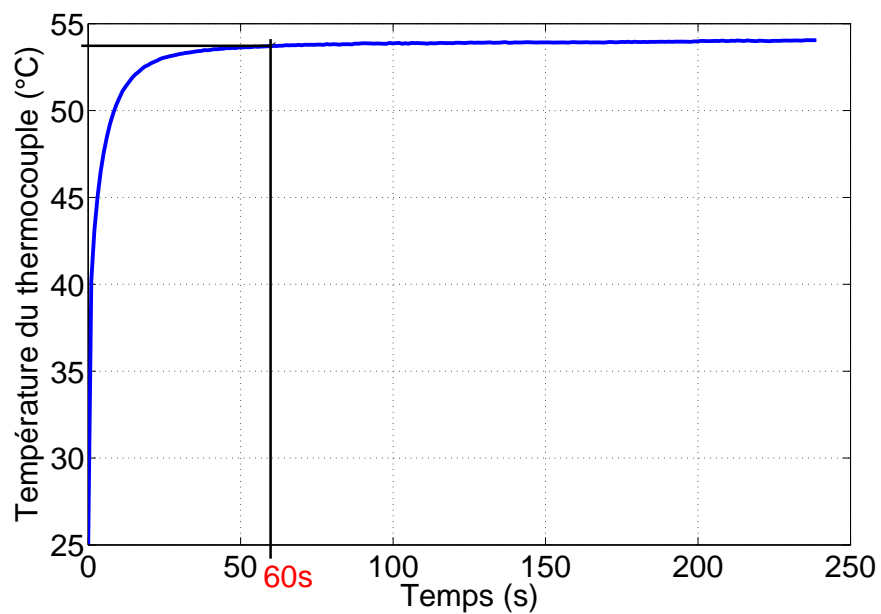


FIGURE 2.12 – Mesure du temps de thermalisation du chauffage d'une piste de  $250\ \mu\text{m}$  sous une tension continue de 7.5 V.

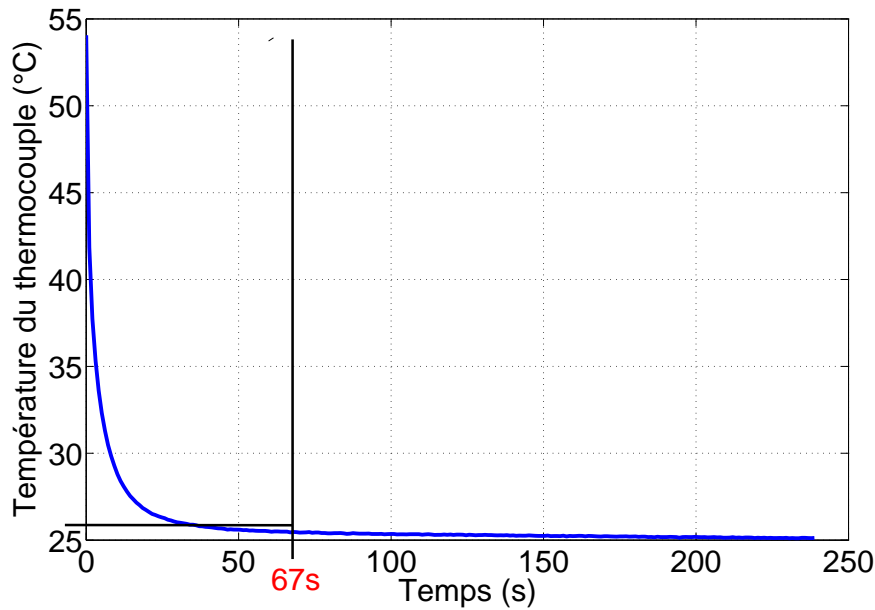


FIGURE 2.13 – Mesure du temps de thermalisation du refroidissement d’une piste de 250  $\mu\text{m}$  précédemment soumise à une tension continue de 7.5 V.

#### 2.4.2.2 Temps de thermalisation de la piste de 50 $\mu\text{m}$

Le mode opératoire est le même que pour l’étalonnage de la piste de 250  $\mu\text{m}$ . La croissance et le décroissance thermique étant symétrique, on ne présentera ici que la courbe de chauffage. La figure 2.14 compare la mesure de la température au centre de la piste soumise à un échelon de tension de 10 V et la courbe théorique d’un comportement en premier ordre avec une constante de temps de 4.2 s. La constante de temps est définie d’après la courbe expérimentale. La courbe 2.14 montre que le comportement de la piste de 50  $\mu\text{m}$  n’est pas non plus assimilable à un premier ordre. Nous définissons alors le temps de thermalisation par la mesure représentée sur la figure 2.15. Celui-ci est de l’ordre de 100 s pour cette piste de 50  $\mu\text{m}$ .

#### 2.4.2.3 Conclusions sur l’étalonnage du temps de thermalisation

La thermalisation de l’échantillon et du dispositif de mesure est impérative pour obtenir une répétabilité dans les mesures thermiques. D’après les mesures précédentes, le comportement thermique de nos échantillons n’est pas assimilable à un premier ordre. Ainsi, un étalonnage de la réponse thermique de chaque échantillon est obligatoire afin de déterminer le temps minimal d’attente pour réaliser des mesures dans des conditions de régime permanent. Les mesures effectuées définissent un temps de thermalisation pour les pistes de 250  $\mu\text{m}$  de l’ordre de 60 s et 100 s pour la piste de 50  $\mu\text{m}$ .

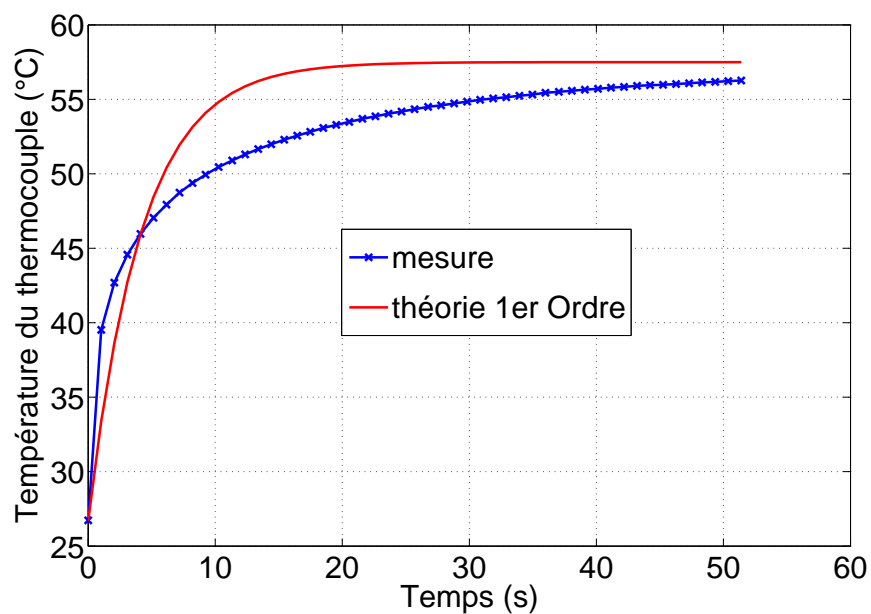


FIGURE 2.14 – Comparaison du comportement entre la température de la piste de  $50\ \mu\text{m}$  soumise à une tension de 10 V et une évolution théorique en premier ordre.

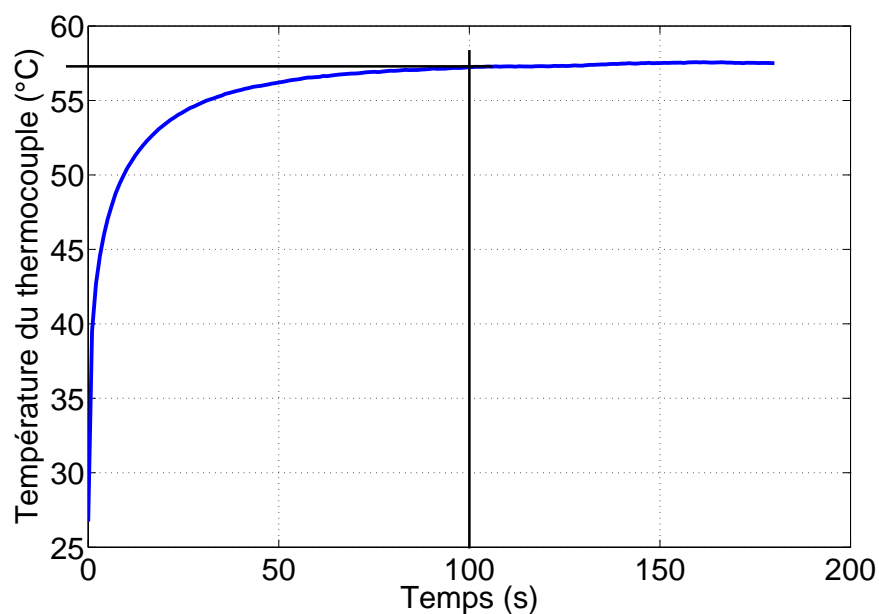


FIGURE 2.15 – Mesure de la température de la piste de  $50\ \mu\text{m}$  en fonction du temps sous une tension continue de 10 V.

### 2.4.3 Etalonnages de la réponse en température

Après avoir défini le temps de thermalisation, nous pouvons maintenant étalonner la valeur de la température de surface en fonction de la valeur de la tension d'alimentation

imposée à chacune des pistes chauffantes. Le dispositif expérimental de mesure est le même que pour les mesures du temps de thermalisation (voir la figure 2.8).

### 2.4.3.1 Etalonnages de la température en fonction de la puissance

La variation de température de la piste est dûe à la dissipation thermique de la résistance, c'est à dire à la puissance électrique transformée en puissance thermique par effet Joule. La température de surface est alors une fonction linéaire de la puissance injectée dans la piste résistive. Dans un premier temps, afin de valider le dispositif de mesure, nous traçons, sur la figure 2.16, la température de surface de la piste de  $250\ \mu\text{m}$  en fonction de la puissance électrique. Les mesures sont effectuées après le temps de thermalisation défini auparavant. Sur cette figure, nous vérifions le comportement linéaire de la température de surface en fonction de la puissance d'excitation. Cette corrélation est une droite dont l'équation vaut  $T(P) = 0,0421P + 24,346$  avec un coefficient de corrélation de 0,999. L'ordonnée à l'origine est la température ambiante.

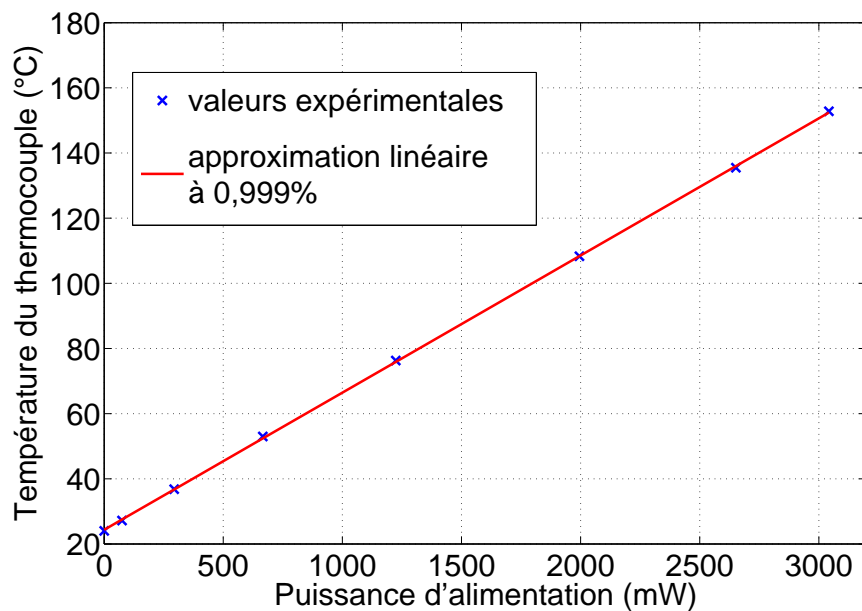


FIGURE 2.16 – Réponse en température de la piste de  $250\ \mu\text{m}$  en fonction de la puissance d'alimentation. La température s'approxime par une droite.

### 2.4.3.2 Etalonnages de la réponse en température des pistes de 250 $\mu\text{m}$ et de 50 $\mu\text{m}$

L'excitation des échantillons est réalisée par un générateur de tensions. En raison de leurs utilités expérimentales, il est choisi de présenter dans la suite de ce paragraphe les courbes d'étalonnages de la température en fonction de la tension d'alimentation pour chacun des échantillons. Chaque mesure est effectuée en régime établi. Les figures 2.17 et 2.18 sont respectivement les courbes expérimentales de la valeur de la température du thermocouple en contact en fonction de la valeur de la tension continue d'alimentation pour la piste de 250  $\mu\text{m}$  et de 50  $\mu\text{m}$ .

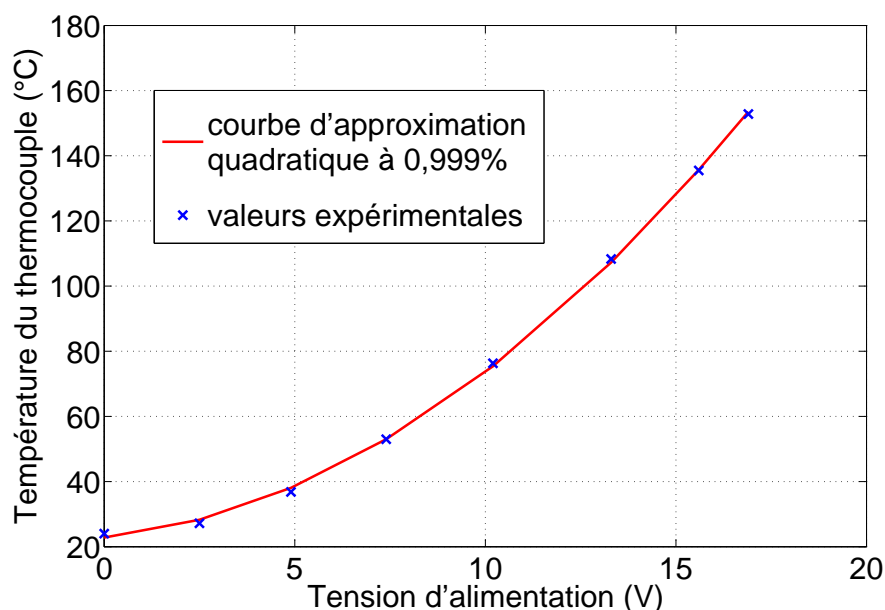


FIGURE 2.17 – Réponse en température de la piste de 250  $\mu\text{m}$  alimentée par une tension continue. La température s'approxime par le polynôme du second degré.

### 2.4.3.3 Conclusions sur les étalonnages en température

Nous observons un comportement quadratique de la température en fonction de la tension continue d'alimentation. Les courbes définies sur les figures 2.17 et 2.18 s'approximent par des polynômes de second degré avec un coefficient de corrélation de 0.999. Les équations des ces polynômes sont  $T(V) = 0,385V^2 + 1,23V + 22,79$  pour la piste de 250  $\mu\text{m}$  et  $T(V) = 0,28V^2 + 0,47V + 24,58$  pour la piste de 50  $\mu\text{m}$ . Les mesures présentées sur la figure 2.16 montrent une dépendance linéaire de la température avec la puissance électrique selon la fonction  $T(P) = 0,0421P + 24,346$ , or cette puissance est définie par la loi d'ohm en fonction de la tension d'alimentation par la fonction  $P = V^2/R$ . Ainsi, il

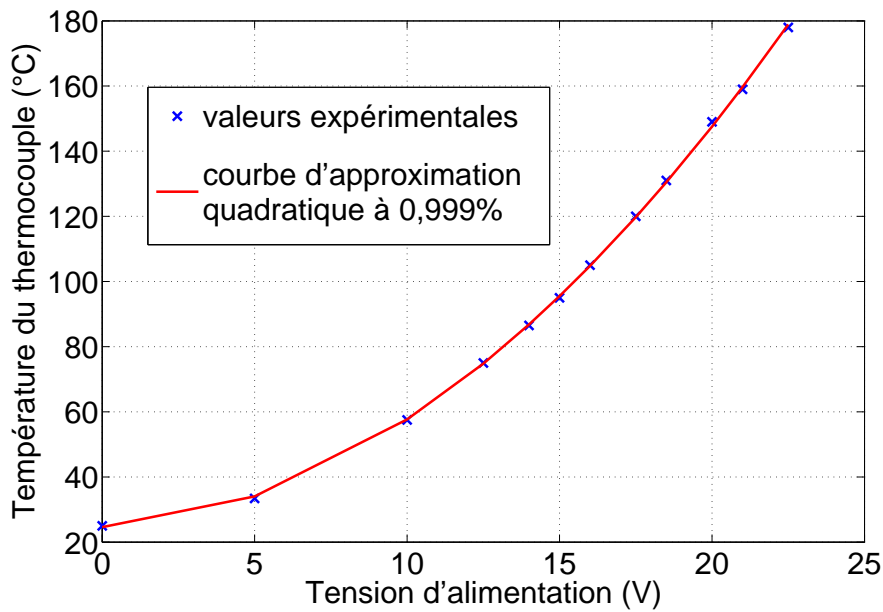


FIGURE 2.18 – Réponse en température de la piste de 50  $\mu\text{m}$  alimentée par une tension continue. La température s’approxime par le polynôme du second degré.

semble donc que la température s’exprime en fonction de la tension d’alimentation par un polynôme de second ordre dont l’équation est  $T(V) = 0,0421V^2/R + 24,346$ . Or ce n’est pas le cas au regard des équations d’approximation des courbes mesurées sur les figures 2.17 et 2.18. Cette différence s’explique par la dépendance en température de la valeur de la résistance. Ainsi  $R$  n’est pas une constante mais une fonction de la température  $R(T)$ . Finalement, les étalonnages précédents nous fournissent les courbes nécessaires au contrôle de la température de surface de l’échantillon en fonction de la tension électrique imposée qui est le paramètre que nous choisissons.

#### 2.4.4 Etalonnages des profils thermiques

Nous mesurons maintenant les profils thermiques des pistes de 250  $\mu\text{m}$  et de 50  $\mu\text{m}$  pour plusieurs tensions d’alimentation. Le montage expérimental de mesure est présenté sur la figure 2.19. Le thermocouple est positionné hors de la piste chauffante, un balayage suivant l’axe X est réalisé afin de tracer le gradient thermique transverse de cette piste. Les mesures sont réalisées en régime établi. Pour chaque point de mesure, le thermocouple est mis en contact avec la surface de l’échantillon, la mesure est effectuée après un temps de stabilisation de 3 secondes. Le thermocouple est ensuite déplacé suivant l’axe X d’un pas de 2  $\mu\text{m}$  pour la piste de 250  $\mu\text{m}$  et de 1  $\mu\text{m}$  pour la piste de 50  $\mu\text{m}$ . L’opération de mesure est renouvelée jusqu’à la fin du balayage. Les figures 2.20 et 2.21 présentent respectivement les

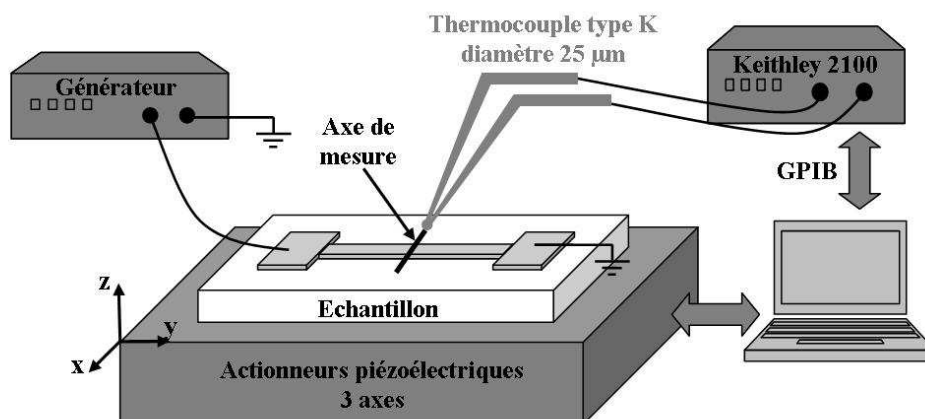


FIGURE 2.19 – Dispositif expérimental de mesure du profil thermique d'une piste chauffante.

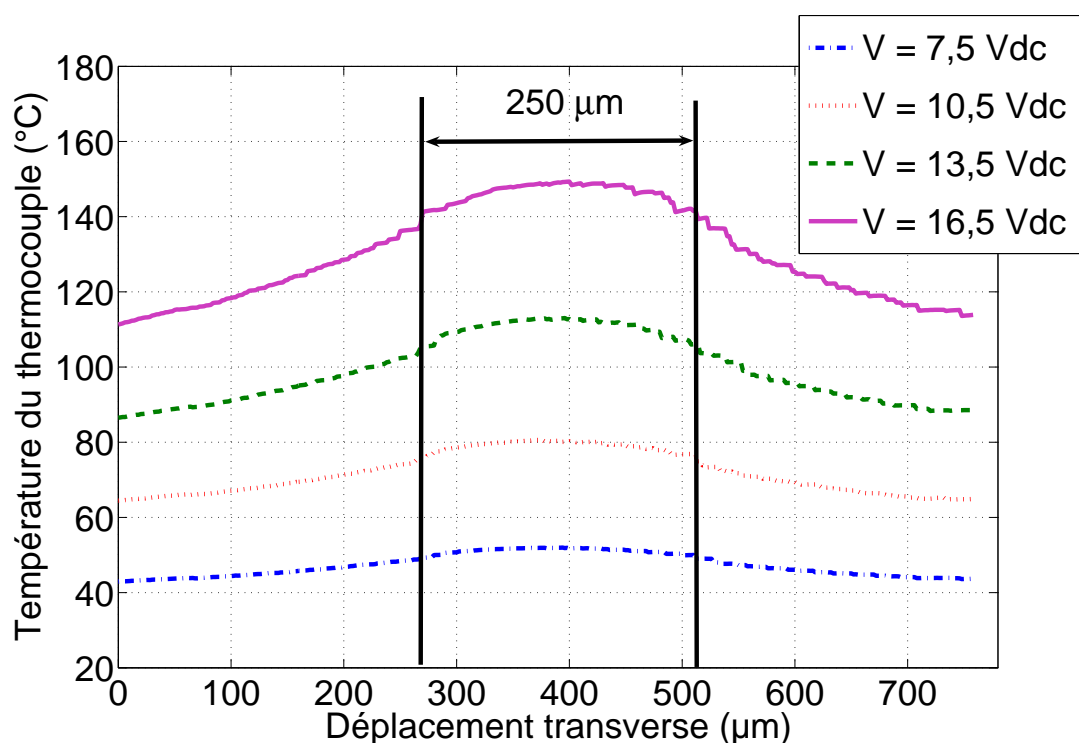


FIGURE 2.20 – Profils thermiques transverses d'une piste de  $250 \mu\text{m}$  alimentée sous plusieurs tensions continues.

profils thermiques de la piste de  $250 \mu\text{m}$  et de  $50 \mu\text{m}$  pour plusieurs tensions d'alimentation différentes. La forme des profils reste équivalente malgré l'échauffement, les valeurs de l'étalonnage thermique précédent se retrouvent au centre des pistes. Sur ces profils, il apparaît de légères imperfections sur la continuité de la température, ceux-ci peuvent correspondre à des imperfections dans le contact entre le thermocouple et la surface de

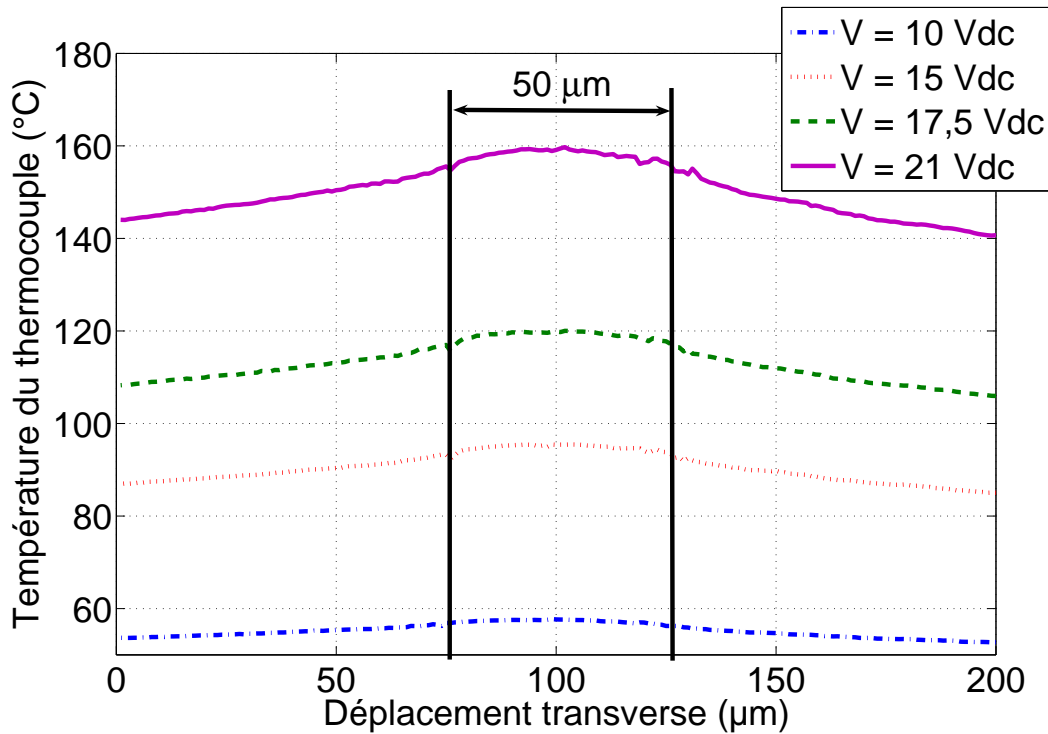


FIGURE 2.21 – Profils thermiques transverses d'une piste de  $50 \mu\text{m}$  alimentée sous plusieurs tensions continues.

l'échantillon. Cette remarque s'appuie sur le fait que ces imperfections sont couramment présentes aux extrémités de la piste chauffante. Pour ces positions, ces perturbations sont dues aux discontinuités dans l'épaisseur des couches minces déposées sur le substrat. En effet, l'épaisseur du dépôt de la piste de l'ordre de  $1900 \text{ \AA}$  (voir figure 2.4 (a)) crée une marche qui vient perturber le contact entre le thermocouple et l'échantillon.

## 2.5 Conclusion

Nous avons vu dans ce chapitre qu'il est nécessaire de développer des échantillons calibrés qui nous serviront d'étalons pour investiguer les deux principes de mesures à développer. Après une réflexion sur les particularités que doivent présenter ces étalons afin de répondre aux exigences imposées par les méthodes de mesures, deux types d'échantillons sont conçus et réalisés. L'un présente des pistes chauffantes de  $250 \mu\text{m}$  de largeur et l'autre des pistes dont la largeur minimale est de  $5 \mu\text{m}$ . Ces échantillons ont alors été calibrés, et des mesures ont permis de définir leurs temps de thermalisation pour une excitation électrique continue. De plus, leur réponse thermique en fonction de la valeur de la tension d'alimentation a été étalonnée. Enfin, des mesures de différents profils thermiques ont été réalisées. Nous disposons donc maintenant d'échantillons calibrés et contrôlés conçus



## 2.5 Conclusion

---

spécialement pour répondre aux besoins particuliers de la mesure thermique par thermocouple intrinsèque et par différence de potentiel de contact.



## Chapitre 3

# Théorie de la mesure par thermocouple intrinsèque

### 3.1 Introduction

Ce chapitre est consacré à la description des travaux réalisés sur la première méthode originale de mesure de température, le thermocouple intrinsèque. Le terme thermocouple désigne un thermomètre basé sur l'effet Seebeck. Cet effet a été découvert par le physicien allemand Thomas Johann Seebeck en 1821 lors de l'expérience suivante : une aiguille métallique, placée entre deux conducteurs de natures différentes liés par des jonctions à leurs extrémités et soumis à un gradient thermique, dévie. Il expliqua ce phénomène par l'apparition d'un champ magnétique, et crut ainsi fournir une explication à l'existence du champ magnétique terrestre. L'origine électrique du phénomène ne fut comprise par Lord Kelvin que bien plus tard : une différence de potentiel apparaît à la jonction de deux matériaux conducteurs différents. Ce potentiel dépend d'une part du coefficient Seebeck des matériaux et d'autre part de la température de la jonction. Une explication physique de ce phénomène ainsi que les lois de son comportement sont détaillées après cette introduction. Cet effet thermoélectrique transforme alors toute jonction entre deux conducteurs en un thermomètre potentiel, il faut pour cela insérer simplement un voltmètre de grande impédance aux bornes de la jonction pour mesurer une différence de potentiel. En réalité, nous avons vu lors de la conception des échantillons que la mesure de la température de la jonction n'est pas si simple puisqu'il y a création deux jonctions parasites en insérant le voltmètre. La figure 3.1 schématise les différentes jonctions du circuit de mesure et son équivalent en schéma électrique.

On rappelle que l'équation 3.1 donne la tension  $V$  aux bornes du voltmètre.

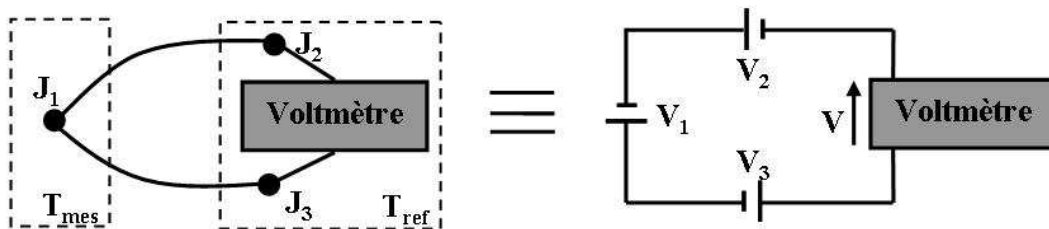


FIGURE 3.1 – Schéma illustrant la boucle de mesure du thermocouple intrinsèque et son équivalent électrique. La jonction thermocouple 1 est la jonction à mesurer, les jonctions 2 et 3 sont des jonctions parasites.

$$V = V_1(T_{mes}) + V_2(T_{ref}) + V_3(T_{ref}) \quad (3.1)$$

Afin d'obtenir la valeur de la température à mesurer  $T_{mes}$ , la solution communément adoptée est de contrôler la température  $T_{ref}$  des jonctions parasites 2 et 3. Depuis la

compréhension de ce phénomène, l'utilisation de thermomètres basés sur une jonction thermocouple est très largement répandue dans le monde industriel. Les jonctions thermocouples créées par la soudure entre deux conducteurs présentent des caractéristiques de robustesse et de stabilité qui répondent aux exigences les plus courantes de l'environnement industriel. De plus, leur faible coût et la simplicité de leur mise en oeuvre en font la plupart du temps le thermomètre idéal. La recherche sur les thermocouples avant les années 85 s'était limitée à augmenter la sensibilité du capteur en cherchant le couple thermoélectrique le mieux approprié.

Le développement des secteurs des microtechniques, microélectroniques et nanotechnologies a complètement changé les exigences en matière de mesure de température. La réduction de la taille des systèmes conduit à considérer le comportement thermique comme étant l'un des paramètres physiques dominants. La connaissance de la température à petite échelle devient nécessaire tant elle influe sur la limitation du développement de certaines techniques. On comprend alors que les caractéristiques principales d'un thermomètre sont de plus en plus la résolution spatiale, le temps de réponse et l'intrusivité. L'importance de la température dans la limitation du développement des nouvelles technologies a poussé de nombreuses équipes de recherche à développer de nouveaux systèmes de mesure de température répondant le mieux possible aux nouvelles exigences. La mesure de température n'est pas triviale, comme présentés dans l'état de l'art, tous les principes thermophysiques sont mis à contribution avec chacun ses avantages et ses défauts mais aucun ne fait l'unanimité pour le moment.

Intéressons nous maintenant à la mesure par thermocouple. Nous essayons ici d'estimer les caractéristiques d'un thermocouple classique à jonction soudée. La figure 3.2 représente un thermocouple classique en contact avec la surface à mesurer. La zone active d'un thermocouple classique est le volume de la soudure entre deux fils. On suppose ici que la soudure est homogène et qu'elle est constituée de chacun des constituants à part égale. Il semble admis que la valeur du potentiel mesurée correspond à la température de la zone de séparation des fils. Dans notre modélisation, nous estimerons que cette température est la température moyenne de la zone active qui est représentée par la valeur  $\theta$  sur la figure 3.2. D'après la description des phénomènes d'échanges thermiques proposée dans le chapitre précédent, la valeur de la température  $\theta$  dépend des échanges thermiques entre la jonction et la surface de l'échantillon à la température  $T_p$ . Cette rapide modélisation de la mesure par thermocouples classiques nous permet de comprendre ses limitations. Tout d'abord, le temps de réponse de ce type de système est le temps mis par le système pour atteindre son équilibre thermique, c'est un comportement du premier ordre dont la constante de temps dépend fortement en premier lieu du volume de la soudure et de la capacité calorifique des matériaux soudés. Cet échange thermique entre la soudure et la

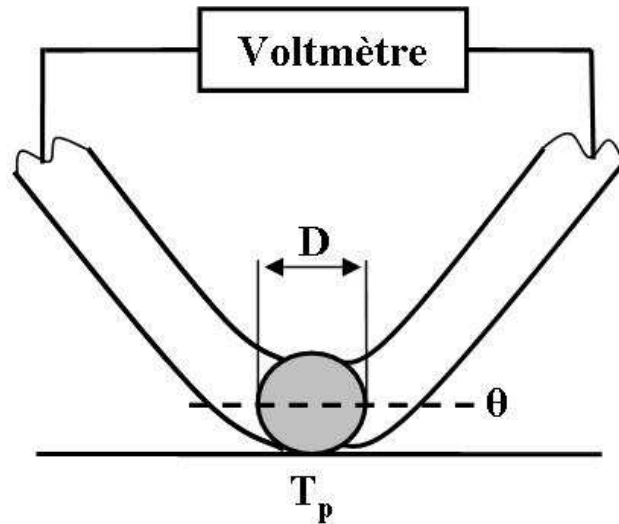


FIGURE 3.2 – Schématisation d'un thermocouple soudé en contact avec la surface à mesurer.

surface implique obligatoirement que la mesure par thermocouple modifie la température de la surface à mesurer. Cette perturbation est d'autant plus importante que la zone de contact est étendue et que les matériaux de la soudure possèdent un fort coefficient de conduction thermique. On s'aperçoit alors qu'il apparaît une contradiction au niveau du coefficient de conduction thermique du thermocouple. Le minimiser augmente le caractère non intrusif de la sonde alors que l'augmenter améliore la véracité de la mesure. Enfin, la résolution spatiale est directement liée à la valeur  $D$  du diamètre de la soudure et dont le minimum peut être considéré comme étant le diamètre d'un des fils. Pour résumer, la résolution spatiale, le temps de réponse et le caractère intrusif d'un thermocouple dépendent avant tout du volume de la soudure mais il ne faut pas négliger la valeur du coefficient de conduction thermique de ses constituants.

Nous avons vu dans l'état de l'art que deux principes d'amélioration des sondes par thermocouples sont proposés. D'une part il y a les travaux de L. Thiery [51] sur la diminution du diamètre des fils et d'autre part le développement des thermocouples en couches minces dont les travaux les plus aboutis ont été réalisés par A. Majumdar et ses collaborateurs [38]. L. Thiery développe des microjonctions thermocouples avec des diamètres de fils jusqu'à  $1,3 \mu\text{m}$ . Diminuer encore le diamètre des fils semble très complexe d'un point de vue technologique et peu intéressant à l'usage compte tenu de la fragilité de la soudure à ces dimensions. Nous estimons que L. Thiery a atteint la limite technologique en terme d'amélioration de la dimension du thermocouple conventionnel. Une résolution spatiale de l'ordre de  $1 \mu\text{m}$  est donc la limite théorique maximale d'un thermocouple soudé même si en pratique la mesure en contact à l'aide de thermocouples de cette taille

est utopique au regard de leur fragilité. En ce qui concerne les sondes thermocouples en couches minces développées pour les microscopes en champ proche, les caractéristiques de résolution, temps de réponse et perturbation sont nettement meilleures. Une résolution spatiale inférieure à 100 nm a été atteinte [38]. Les conclusions que nous pouvons tirer sur les possibilités actuelles de la mesure par thermocouple est que nous avons d'un côté un moyen simple et peu coûteux mais dont la résolution spatiale maximale est limitée à plusieurs micromètres et d'un autre côté des sondes très performantes mais dont la mise en oeuvre est très complexe et très onéreuse.

Nous proposons dans ce chapitre d'explorer une voie différente des deux dernières afin d'optimiser la mesure par thermocouple. L'idée originale est d'utiliser la surface à mesurer comme étant un des éléments du thermocouple, on appelle ce principe la mesure par thermocouple intrinsèque. La figure 3.3 schématise le principe de cette mesure.

Cette idée n'est pas récente, elle a déjà fait l'objet d'études [67] [69] au laboratoire de

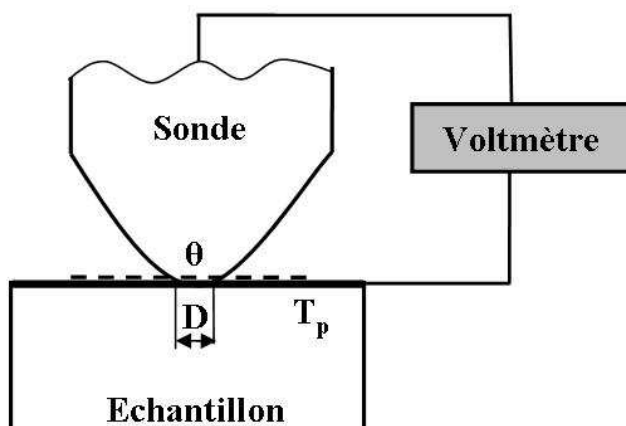


FIGURE 3.3 – Schématisation de la mesure par thermocouple intrinsèque.

thermocinétique de Nantes depuis les années 1980, mais elle n'a pas encore été adaptée aux nouvelles possibilités qu'offrent les microscopes à champ proche. Ce chapitre présente les premiers travaux réalisés en vue d'adapter et d'optimiser cette méthode pour la microscopie thermique en champs proche.

La jonction thermocouple est créée par le contact entre la sonde de mesure et la surface de l'échantillon. L'information thermoélectrique étant localisée à la zone de séparation des éléments, la zone active se limite donc à l'aire du cercle de diamètre  $D$  de contact mécanique entre la sonde de mesure et la surface de l'échantillon. Une estimation de la valeur de  $D$  est donnée par la théorie d'un contact mécanique explicitée plus loin dans ce chapitre. La mesure étant surfacique, le temps de réponse équivaut au temps de thermalisation des premières couches atomiques de la sonde. De plus, la mesure surfacique ne dépend pas du

coefficient de conduction thermique de la sonde de mesure, il est donc intéressant de le choisir le plus faible possible afin de diminuer le flux thermique et donc d'augmenter la véracité de la mesure. Ainsi, le principe intrinsèque semble cumuler tous les avantages : une grande simplicité dans sa mise en oeuvre, une résolution spatiale nettement meilleure, (que celle des thermocouples soudés), un temps de réponse très faible et l'augmentation de la justesse en diminuant la perturbation engendrée.

Dans la suite de ce chapitre, je commence par décrire la théorie élémentaire liée aux comportements thermoélectriques des thermocouples. Je m'intéresse ensuite à la problématique du contact mécanique et électrique entre une sonde et une surface plane. Je présente, pour finir, une étude théorique tentant de modéliser la mesure par thermocouple afin de comparer l'erreur commise par méthode intrinsèque à celle commise par un thermocouple classique.

## 3.2 Théorie de l'effet Seebeck

### 3.2.1 L'effet Seebeck

Physiquement, l'effet Seebeck peut s'expliquer par la polarisation de tout élément de conducteur placé dans une zone de température où le gradient est non nul [72]. Le gradient de température engendre simultanément une diffusion d'électrons de l'extrémité la plus chaude vers l'extrémité la plus froide. Les électrons chauds étant plus énergétiques et donc plus rapides que les électrons froids, l'extrémité chaude se charge positivement et l'extrémité froide négativement (voir la figure 3.4). Un équilibre dynamique s'établit : la

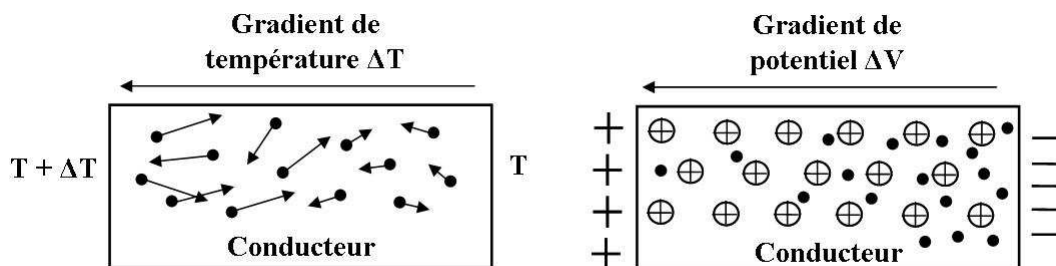


FIGURE 3.4 – Figure représentant la diffusion des électrons et le potentiel ainsi créé dans un conducteur soumis à un gradient thermique [72].

diffusion des électrons chauds se trouve compensée par la diffusion des électrons froids et la section de conducteur peut alors être assimilée à un générateur de tension dont la f.é.m (Force Electro-Motrice) vaut :

$$\Delta V = \int_T^{T+\Delta T} SdT \quad (3.2)$$



Métal	S à 0 °C [ $\mu\text{V.K}^{-1}$ ]	S à 27 °C [ $\mu\text{V.K}^{-1}$ ]	$E_{F0}$ [eV]	$x$
Al	-1,6	-1,8	11,6	2,78
Cu	+1,70	+1,84	7,0	-1,79
Ag	+1,38	+1,51	5,5	-1,14
Au	+1,79	+1,94	5,5	-1,48

TABLE 3.1 – Tableau donnant les valeurs des coefficients de Mott-Jones pour quelques métaux courants [73].

où :

- $T$  [K] : température de l'extrémité froide
- $T + \Delta T$  [K] : température de l'extrémité chaude
- $S$  [ $\text{V.K}^{-1}$ ] : coefficient Seebeck du matériau

Le coefficient Seebeck est défini comme étant une propriété intrinsèque du matériau dépendant de la température  $S = S(T)$ . En s'appuyant sur la théorie des phénomènes de diffusion des électrons dans les métaux, N. F. Mott et H. Jones [73] ont proposé un modèle pour calculer une valeur approchée du coefficient Seebeck des principaux métaux par l'équation 3.3. Toutefois cette approximation ne s'applique pas aux métaux dont la diffusion électronique peut se faire d'une bande de transport à une autre, comme dans les métaux à transitions (le nickel par exemple).

$$S \approx -\frac{\pi^2 k_B^2 T}{3e E_{F0}} x \quad (3.3)$$

- $k_B = 1,3805 \cdot 10^{-23}$  [ $\text{J.K}^{-1}$ ] : constante de Boltzmann
- $e = 1,66 \cdot 10^{-19}$  [C] : la charge élémentaire de l'électron
- $E_{F0}$  [eV] : l'énergie de Fermi du matériau à 0 K
- $x$  : une constante numérique dépendant des mécanismes de transfert des porteurs de charges

Le tableau 3.1 donne les valeurs des paramètres précédents pour quelques métaux courants.

### 3.2.2 Généralités sur les thermocouples

Un thermocouple est une jonction entre deux matériaux A et B différents. La figure 3.5 schématise les conducteurs A et B joints à leurs deux extrémités. Un voltmètre de grande impédance est inséré sur le conducteur A. La jonction 1 est à la température  $T_0$  et la jonction 2 est à la température  $T$ , on suppose que  $T > T_0$ . L'effet Seebeck s'applique alors sur chacun des conducteurs et la différence de potentiel  $V_{AB}$  aux bornes du voltmètre

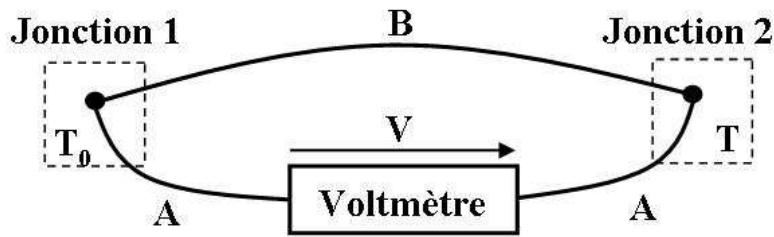


FIGURE 3.5 – Schéma d'un circuit thermocouple soumis à une différence de température.

s'exprime par l'équation 3.4 :

$$V_{AB} = \int_{T_0}^T S_A dT - \int_{T_0}^T S_B dT = \int_{T_0}^T (S_A - S_B) dT \quad (3.4)$$

En remplaçant le coefficient Seebeck de chacun des matériaux par son expression donnée par l'équation de Mott-Jones 3.3, on obtient l'équation 3.5 donnant une valeur approchée de  $V_{AB}$  :

$$V_{AB}(T) \approx -\frac{\pi^2 k_B^2}{6e} \left( \frac{x_A}{E_{FAO}} - \frac{x_B}{E_{FBO}} \right) (T^2 - T_0^2)$$

$$V_{AB}(T) \approx C (T^2 - T_0^2) \quad (3.5)$$

Où  $C$  est une constante qui dépend seulement des coefficients de Mott-Jones des matériaux constituant les jonctions. La valeur de  $V_{AB}$  peut aussi s'exprimer en fonction de  $\Delta T = T - T_0$  par l'équation 3.6 couramment utilisée pour exprimer la tension aux bornes d'un thermocouple :

$$V_{AB}(T) \approx 2CT_0\Delta T + C\Delta T^2 \quad (3.6)$$

La première remarque est que la tension aux bornes d'un thermocouple n'est pas linéaire en fonction de la température de sa jonction chaude. De plus, l'équation de Mott-Jones ne s'applique pas à tous les métaux, alors pour connaître les coefficients Seebeck des thermocouples dont au moins l'un des constituants ne suit pas la loi de Mott-Jones, la seule solution est de les étalonner.

L'étalonnage d'un thermocouple AB est réalisé en utilisant le montage expérimental présenté sur la figure 3.6. Afin de mesurer la valeur de la force électromotrice d'une seule des deux jonctions AB, la température d'une des jonctions est maintenue constante, nous l'appellerons la jonction de référence. Par convention, la jonction de référence est maintenue

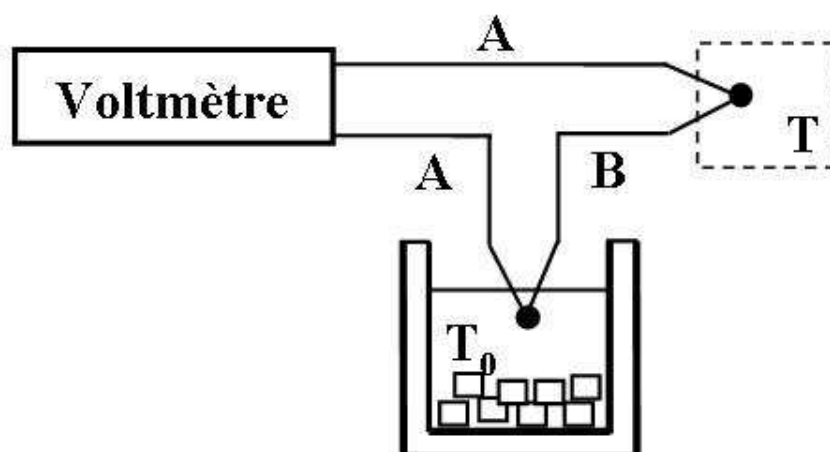


FIGURE 3.6 – Montage expérimental pour l'étalonnage d'un thermocouple AB.

à  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$  en la plongeant dans un bain d'eau déminéralisée contenant des glaçons. La seconde jonction est la jonction de mesure, elle est à la température  $T$ . L'étalonnage s'effectue en mesurant la tension à l'aide d'un voltmètre pour chaque valeur de la température  $T$ . L'étalonnage peut être effectué par comparaison en relevant, pour la même température, la valeur de la force électromotrice du thermocouple à étalonner et la température donnée par tout autre thermomètre de référence. Une autre solution est d'effectuer un étalonnage direct ou absolu en relevant la force électromotrice du thermocouple en fonction de températures connues. Ces températures connues ou points fixes correspondent la plupart du temps à des changements d'état de corps purs. A l'équilibre, lors de ces transformations, la température reste constante si la pression reste constante. Par exemple, l'équilibre  $H_2O$  liquide -  $H_2O$  vapeur a lieu à  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$  sous pression normale (760 mm Hg). La température de fusion de certains métaux peut aussi être utilisée pour fixer des températures plus élevées.

De nombreux couples ont déjà été étalonnés avec une grande précision. Ces étalonnages fournissent des polynômes de conversion tension-température de la forme  $T = a_0 + a_1V + a_2V^2 + \dots + a_nV^n$  où  $a_i$  sont les coefficients du polynôme (ils sont uniques pour chaque couple),  $T$  est la température de la jonction chaude,  $V$  est la force électromotrice aux bornes de la jonction et  $n$  l'ordre du polynôme. Les thermocouples les plus utilisés sont nommés "type X" avec X correspondant à une des lettres suivantes : B, E, J, K, N, R, S, T. Le tableau 3.2 donne les matériaux composant les couples standards, la gamme de température maximale d'utilisation et la valeur de leur coefficient Seebeck à une température fixée. Pour ces couples courants, les polynômes de conversions peuvent parfois être donnés jusqu'au degré 9. Le tableau 3.3 est un exemple de résultats tirés de

Type de thermocouple	Matériau du conducteur		Gamme de température [°C]	Coefficient Seebeck [ $\mu\text{V} \cdot \text{K}^{-1}$ ]
	Positif	Négatif		
E	Ni-10% Cr	Constantan	-270 à 1000	58,70 à 0 °C
J	Fer	Constantan	-210 à 1200	50,37 à 0 °C
K	Ni-10% Cr	Alumel	-270 à 1372	39,48 à 0 °C
R	Pt-13% Rh	Pt	-50 à 1768	11,35 à 600 °C
S	Pt-10% Rh	Pt	-50 à 1768	10,19 à 600 °C
T	Cu	Constantan	-270 à 400	38,74 à 0 °C

TABLE 3.2 – Tableau donnant les caractéristiques des thermocouples standards.

l'étalonnage des thermocouples usuels. Ce tableau donne la valeur des coefficients calculés pour obtenir la précision indiquée sur la plage de température donnée.

	Type de thermocouple					
	E	J	K	R	S	T
<b>Plage</b>	<b>0 à 1000° C</b>	<b>0 à 760° C</b>	<b>0 à 500° C</b>	<b>-50 à 250° C</b>	<b>-50 à 250° C</b>	<b>0 à 400° C</b>
$a_0$	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
$a_1$	1,7057035E-2	1,978425E-2	2,508355E-2	1,8891380E-1	1,84949460E-1	2,592800E-2
$a_2$	-2,3301759E-7	-2,001204E-7	7,860106E-8	-9,3835290E-5	-8,00504062E-5	-7,602961E-7
$a_3$	6,5435585E-12	1,036969E-11	-2,503131E-10	1,3068619E-7	1,02237430E-7	4,637791E-11
$a_4$	-7,3562749E-17	-2,549687E-16	8,315270E-14	-2,2703580E-10	-1,52248592E-10	-2,165394E-15
$a_5$	-1,7896001E-21	3,585153E-21	-1,228034E-17	3,5145659E-13	1,88821343E-13	6,048144E-20
$a_6$	8,4036165E-26	-5,344285E-26	9,804036E-22	-3,8953900E-16	-1,59085941E-16	-7,293422E-25
$a_7$	-1,3735879E-30	5,099890E-31	-4,413030E-26	2,8239471E-19	8,23027880E-20	
$a_8$	1,0629823E-35		1,057734E-30	-1,2607281E-22	-2,34181944E-23	
$a_9$	-3,2447087E-41		-1,052755E-35	3,1353611E-26	2,79786260E-27	
$a_{10}$				-3,3187769E-30		
<b>Erreur</b>	$\pm 0,02^\circ \text{C}$	$\pm 0,05^\circ \text{C}$	$\pm 0,05^\circ \text{C}$	$\pm 0,02^\circ \text{C}$	$\pm 0,02^\circ \text{C}$	$\pm 0,03^\circ \text{C}$

TABLE 3.3 – Tableau des coefficients des polynômes de conversion tension-température pour les thermocouples standards fournis par le NIST (National Institute of Standards and Technology).

### 3.2.3 Lois des circuits thermoélectriques

L'effet Seebeck entraîne des lois de comportement des jonctions thermocouples dans des situations particulières.

#### 3.2.3.1 Loi des températures intermédiaires

La première loi se nomme couramment la loi des températures intermédiaires. La figure 3.7 donne une représentation schématique de cette loi.

Soit un couple de matériaux (A, B) dont les coefficients Seebeck sont respectivement  $S_A$

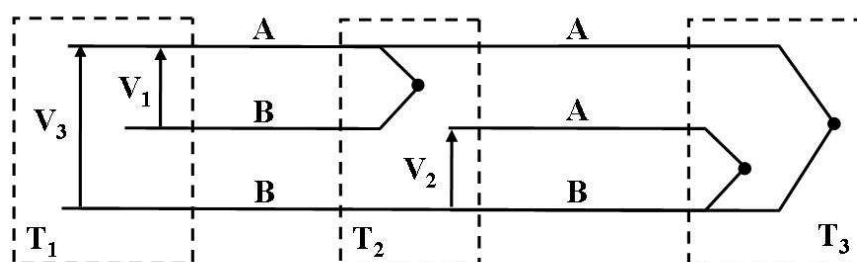


FIGURE 3.7 – Schéma d'interprétation de la loi des températures intermédiaires.

et  $S_B$ . Soit  $T_1$ ,  $T_2$  et  $T_3$  trois températures telles que  $T_1 < T_2 < T_3$ . Soit  $V_1$ ,  $V_2$  et  $V_3$  les forces électromotrices du couple (A, B) pour des différences de températures respectives  $(T_2 - T_1)$ ,  $(T_3 - T_2)$  et  $(T_3 - T_1)$ . D'après l'équation des thermocouples 3.4, les différences de potentiel  $V_1$ ,  $V_2$  et  $V_3$  valent :

$$\begin{aligned} V_1 &= \int_{T_1}^{T_2} (S_A - S_B) dT \\ V_2 &= \int_{T_2}^{T_3} (S_A - S_B) dT \\ V_3 &= \int_{T_1}^{T_3} (S_A - S_B) dT \end{aligned} \quad (3.7)$$

L'ensemble des équations 3.7 démontre la loi des températures intermédiaires exprimée sous la forme suivante :

$$V_3 = V_1 + V_2 \quad (3.8)$$

Ainsi la différence de potentiels développée par le couple thermoélectrique (A, B) entre les températures  $T_1$  et  $T_3$  est égale à la somme des différences de potentiels développés

par le même couple (A, B) entre les températures  $T_1$  et  $T_2$  d'une part, et les températures  $T_2$  et  $T_3$  d'autre part.

### 3.2.3.2 Loi des conducteurs intermédiaires

La seconde loi est celle des conducteurs intermédiaires ou successifs. La figure 3.8 donne une représentation schématique de cette loi.

Soit trois matériaux A, B et C dont les coefficients Seebeck sont respectivement  $S_A$ ,  $S_B$

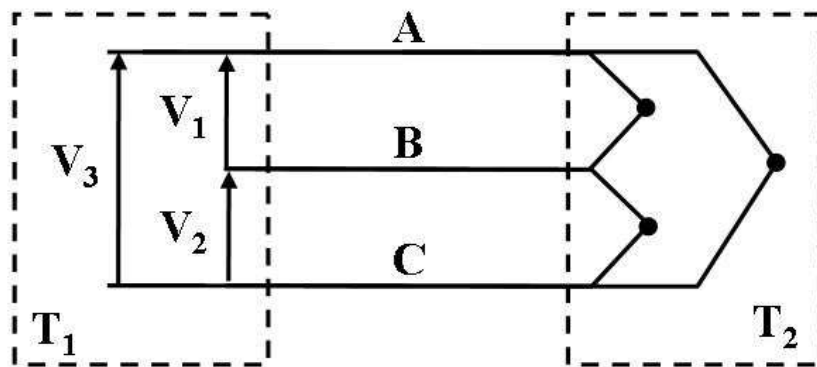


FIGURE 3.8 – Schéma d'interprétation de la loi des conducteurs intermédiaires.

et  $S_C$ . Soit  $T_1$  et  $T_2$  deux températures telles que  $T_1 < T_2$ . Soit  $V_1$ ,  $V_2$  et  $V_3$  les forces électromotrices des couples (A, B), (B, C) et (A, C) pour une différence de températures ( $T_2 - T_1$ ). D'après l'équation des thermocouples 3.4, les différences de potentiel  $V_1$ ,  $V_2$  et  $V_3$  valent :

$$\begin{aligned} V_1 &= \int_{T_1}^{T_2} (S_A - S_B) dT \\ V_2 &= \int_{T_1}^{T_2} (S_B - S_C) dT \\ V_3 &= \int_{T_1}^{T_2} (S_A - S_C) dT \end{aligned} \quad (3.9)$$

L'ensemble des équations 3.9 démontre la loi des conducteurs intermédiaires exprimée de la même façon que la loi des températures intermédiaires.

### 3.3 La théorie générale du contact mécanique

Nous avons vu que la jonction sensible, dans le cas d'une mesure par thermocouple intrinsèque, est la surface d'interaction électrique entre la sonde de mesure et l'échantillon. La résolution spatiale dépend donc de la taille de la zone d'interaction mécanique. Le but étant de développer une mesure de température par sonde locale, la stratégie couramment utilisée pour le contrôle de la force d'interaction est l'utilisation d'un levier dont l'extrémité est une pointe. Dans cette optique, la théorie générale du contact mécanique qui est présentée dans ce paragraphe est précédée par une partie explicitant l'expression de la force générée sur une surface par une pointe solidaire d'un levier.

#### 3.3.1 Théorie d'une poutre en flexion

Avant de s'intéresser aux différents modèles du contact mécanique entre la pointe et l'échantillon, on se doit de quantifier la plage de valeur des forces que l'on applique entre la pointe et l'échantillon. Dans la plupart des expérimentations réalisées, la pointe de mesure est montée sur une poutre rectangulaire encastrée libre, la figure 3.9 schématise ce montage.

On peut alors définir les paramètres mécaniques régissant la flexion ce ce type de poutre :

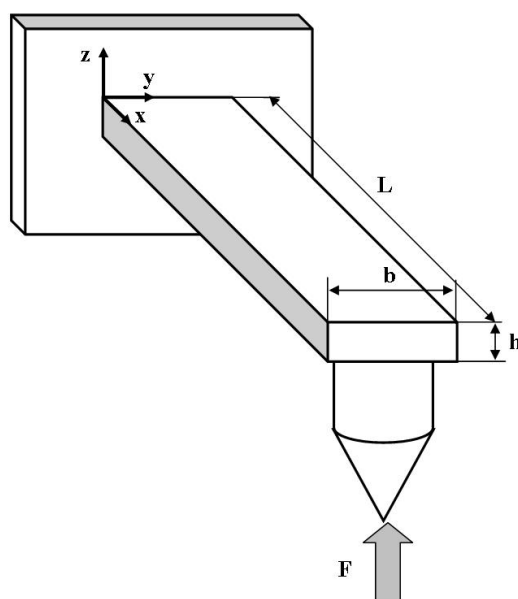


FIGURE 3.9 – Modélisation d'une poutre encastrée libre.

– Le moment d'inertie quadratique :

$$I = \frac{bh^3}{12} \quad (3.10)$$

– La raideur normale :

$$k_N = \frac{3EI}{L^3} \quad (3.11)$$

où  $E$  est le module de Young du matériau de la poutre.

– La rotation :

$$\Phi(x) = \frac{Fx}{2EI}(x - 2L) \quad (3.12)$$

– La déformée :

$$Z(x) = \frac{Fx^2}{6EI}(x - 3L) \quad (3.13)$$

L'équation de la déformée nous permet de déterminer la valeur de la flèche, c'est à dire le déplacement de l'extrémité libre de la poutre en fonction de la force appliquée et des données géométriques de la poutre :

– La flèche :

$$f_l = Z(L) = -\frac{FL^3}{3EI} \quad (3.14)$$

Les poutres que nous utilisons expérimentalement sont en silicium et ont les dimensions suivantes :  $L = 6 \text{ mm}$  ,  $b = 400 \text{ }\mu\text{m}$  ,  $h = 150 \text{ }\mu\text{m}$  et  $E = 169 \text{ GPa}$ . D'après l'équation 3.10, la valeur du moment d'inertie quadratique de ces poutres vaut  $I = 1,125 \cdot 10^{-16} \text{ m}^4$ . En utilisant l'équation 3.14 et ces données numériques, nous quantifions la force d'interaction entre la pointe et la surface en fonction de la valeur de la flèche :

$$|F| = \frac{3EI f_l}{L^3} = 264 f_l \quad (3.15)$$

Ainsi pour un déplacement de  $1 \text{ }\mu\text{m}$  de l'extrémité de la poutre, la force d'interaction vaut :  $|F| = 264 \text{ }\mu\text{N} = 0,264 \text{ mN}$ .

Les valeurs de déplacement couramment utilisées sont comprises entre  $1$  et  $10 \text{ }\mu\text{m}$ , nous estimons ainsi que la force appliquée par une sonde, montée à l'extrémité de ce type de poutre, sur la surface à mesurer se situe entre  $0.1$  et  $3 \text{ mN}$ . Intéressons nous maintenant aux différents modèles existants pour modéliser la taille du contact pointe/échantillon en fonction de la force d'interaction.

### 3.3.2 Le contact de Hertz

H. Hertz a établi en 1881 [74] une théorie permettant d'estimer, sous certaines conditions, l'aire de contact mécanique entre deux sphères. La géométrie du système que l'on veut modéliser est une sphère en contact avec un plan, cette géométrie peut correspondre à un cas particulier de la théorie de Hertz en supposant qu'un plan est une sphère de rayon infini. La taille du contact dépend de la pression exercée entre les surfaces, de la géométrie des solides et de leurs coefficients d'élasticité.



Les hypothèses de validation de la théorie de Hertz sont les suivantes :

- les surfaces sont considérées comme lisses et continues
- la force est appliquée perpendiculairement à la surface et passe par le centre de la sphère
- les contraintes engendrées au contact sont inférieures aux limites élastiques des matériaux
- les forces d'adhésion et les frottements sont négligés

La figure 3.10 est un schéma du contact entre une sphère considérée indéformable et un plan déformable. La théorie du contact de Hertz donne les valeurs de l'indentation  $\delta$ , du

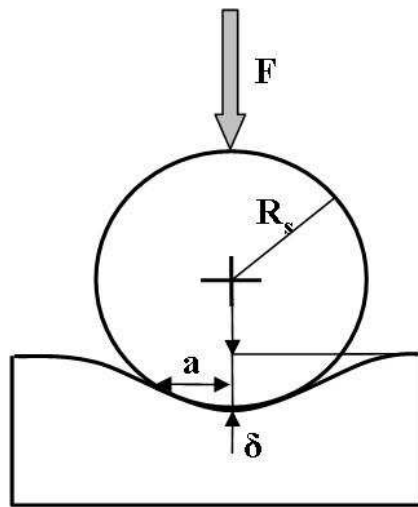


FIGURE 3.10 – Schéma du contact entre une sphère et un plan.

rayon de contact  $a$ , de la pression maximale  $P_0$  et de la pression moyenne  $P_m$  en fonction de la force  $F$  appliquée.

- Le rayon de contact :

$$a = \left( \frac{3FR_s}{4E^*} \right)^{1/3} \quad (3.16)$$

- La profondeur d'indentation :

$$\delta = \frac{a^2}{R_s} = \left( \frac{9}{16} \frac{F^2}{R_s E^{*2}} \right)^{1/3} \quad (3.17)$$

- La pression maximale :

$$P_0 = \frac{3F}{2\pi a^2} = \left( \frac{6FE^{*2}}{\pi^3 R_s^2} \right)^{1/3} \quad (3.18)$$

– La pression moyenne :

$$P_m = \frac{1}{\pi} \left( \frac{16 F E^*}{9 R_s^2} \right)^{1/3} \quad (3.19)$$

où  $E^*$  est le module élastique réduit des matériaux en contact défini de la façon suivante :

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1 - \nu_1^2}{E_1} + \frac{1 - \nu_2^2}{E_2} \quad (3.20)$$

avec  $E_1$ ,  $E_2$ ,  $\nu_1$ ,  $\nu_2$  respectivement les modules de Young et les coefficients de Poisson des deux matériaux.

Le modèle de Hertz ne prend pas en compte les forces adhésives, on obtient alors une sous-estimation de la taille du contact. De plus, ce modèle n'est valide que pour le cas où les déformations restent très inférieures au diamètre de la sphère en contact.

### 3.3.3 Le modèle du contact de DMT

Dans la théorie développée par Dejarguin-Muller-Toporov (DMT) [75], la géométrie du contact est toujours supposée de type Hertzien, c'est-à-dire que les forces attractives sont incapables de déformer les surfaces. Or, contrairement à la théorie de Hertz, le modèle DMT prend en compte les forces adhésives, en supposant que celles-ci agissent uniquement à l'extérieur du contact. La figure 3.11 schématise le contact entre deux solides avec ou sans les forces d'adhésion.

Ainsi, les différents paramètres de l'interaction sont calculés à partir d'une force de contact intégrant un terme dû aux forces d'adhésion et s'expriment par les expressions suivantes :

– Le rayon de contact :

$$a = \left( \frac{3(F + 2\pi\gamma_{12}R_s)R_s}{4E^*} \right)^{1/3} \quad (3.21)$$

avec  $\gamma_{12}$  le travail d'adhésion pour les solides 1 et 2. Le travail d'adhésion est défini comme étant le travail à fournir pour séparer deux surfaces lorsque la charge qui les maintient en contact tend vers zéro. Dans l'équation 3.21 précédente, quand la force  $F$  est nulle, le rayon de contact d'adhésion  $a_0$  est non nul et vaut :

$$a_0 = \left( \frac{3\pi\gamma_{12}R_s^2}{2E^*} \right)^{1/3} \quad (3.22)$$

Nous en déduisons donc que les surfaces restent en contact jusqu'à ce que la force d'interaction atteigne l'opposé de la force d'adhésion et se séparent soudainement.

– La force d'adhésion :

$$F_s = 2\pi R_s \gamma_{12} \quad (3.23)$$

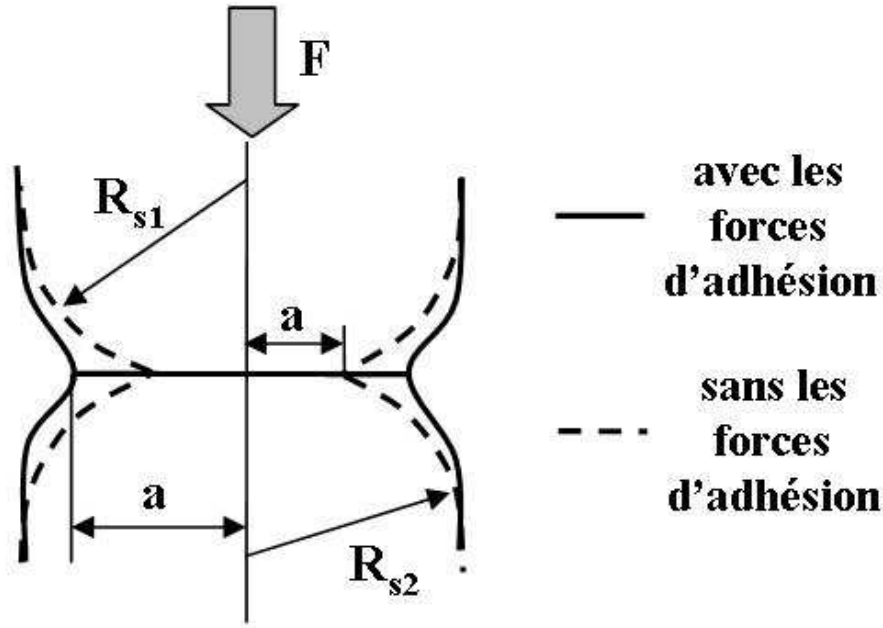


FIGURE 3.11 – Contact entre 2 solides élastiques en présence et en l’absence des forces d’adhésion de surface.

– La profondeur d’indentation :

$$\delta = \frac{a^2}{R_s} = \left( \frac{9}{16} \frac{(F + 2\pi R_s \gamma_{12})^2}{R_s E^{*2}} \right)^{1/3} \quad (3.24)$$

– La pression moyenne :

$$P_m = \frac{1}{\pi} \left( \frac{16}{9} \frac{(F + 2\pi R_s \gamma_{12}) E^{*2}}{R_s^2} \right)^{1/3} \quad (3.25)$$

### 3.3.4 Le modèle du contact de JKR

La théorie de Johnson-Kendal-Robert (JKR) [76], prend en compte les forces d’adhésion qui dépendent des propriétés des solides en contact au coeur même de la zone de contact. Dans cette théorie, si une sphère élastique de rayon  $R_s$  est en contact avec un plan élastique sous l’effet d’une force  $F$ , alors les valeurs du rayon de contact, de l’indentation et de la force d’adhésion sont données par :

– Le rayon de contact :

$$a^3 = \frac{3R_s}{4E^*} \left[ F + 3\pi R_s \gamma_{12} + \sqrt{6\pi R_s \gamma_{12} F + (3\pi R_s \gamma_{12})^2} \right] \quad (3.26)$$

Dans l'équation 3.26 précédente, quand la force  $F$  est nulle, le rayon de contact  $a_0$  vaut :

$$a_0 = \left( \frac{9\pi\gamma_{12}R_s^2}{2E^*} \right)^{1/3} \quad (3.27)$$

– La force d'adhésion :

$$F_s = 3\pi R_s \gamma_{12} \quad (3.28)$$

– La profondeur d'indentation :

$$\delta = \frac{a^2}{R_s} \left[ 1 - \frac{2}{3} \left( \frac{a_0}{a_s} \right)^{3/2} \right] \quad (3.29)$$

### 3.3.5 Comparaison des modèles

Nous avons évalué précédemment que la force de contact dans le cas de nos mesures est supérieure à 0.1 mN. Le modèle de JKR est valide lorsque les forces de contact sont de l'ordre des forces d'adhésion ce qui n'est pas le cas dans le cadre de nos mesures. Ainsi, dans le cadre de ces deux modèles (Hertz et DMT) nous pouvons évaluer la taille du rayon de contact. Nous choisissons de tracer l'évolution du rayon de contact entre une sphère de nickel (20  $\mu\text{m}$  de rayon) et une surface de silice. Les valeurs des paramètres pour chaque matériaux sont les suivantes :

- module d'Young du nickel :  $E_{Ni} = 214 \text{ GPa}$
- module d'Young de la silice :  $E_{SiO_2} = 70 \text{ GPa}$
- coefficient de Poisson du nickel :  $\nu_{Ni} = 0,31$
- coefficient de Poisson de la silice :  $\nu_{SiO_2} = 0,42$
- module d'Young corrigé pour ces deux matériaux :  $E^* = 62 \text{ GPa}$
- travail d'adhésion entre ces deux matériaux [77] :  $\gamma_{Ni/SiO_2} = 1 \text{ J.m}^{-2}$

La figure 3.12 représente la valeur du rayon de contact entre la sphère de nickel et une surface de silice pour chaque modèles précédents en fonction de la force d'interaction appliquée. D'après l'étude précédente de la poutre en flexion, la force de contact est inférieure à 3 mN pour une flèche maximum de l'ordre de 10  $\mu\text{m}$ . La figure 3.12 montre qu'il y a un écart non négligeable entre le modèle de Hertz négligeant les forces d'adhésion et le modèle de DMT pour les faibles forces de contact. De plus, ces deux modèles deviennent pratiquement équivalents pour des forces de contact supérieures à 1.5 mN. Le modèle de DMT est plus réaliste et reste valide sur l'intégralité de la plage des forces utilisées dans le cadre de nos mesures. Cette étude comparative nous permet de justifier le choix du modèle DMT pour estimer la taille du contact mécanique entre la sonde de mesure et la surface de l'échantillon.

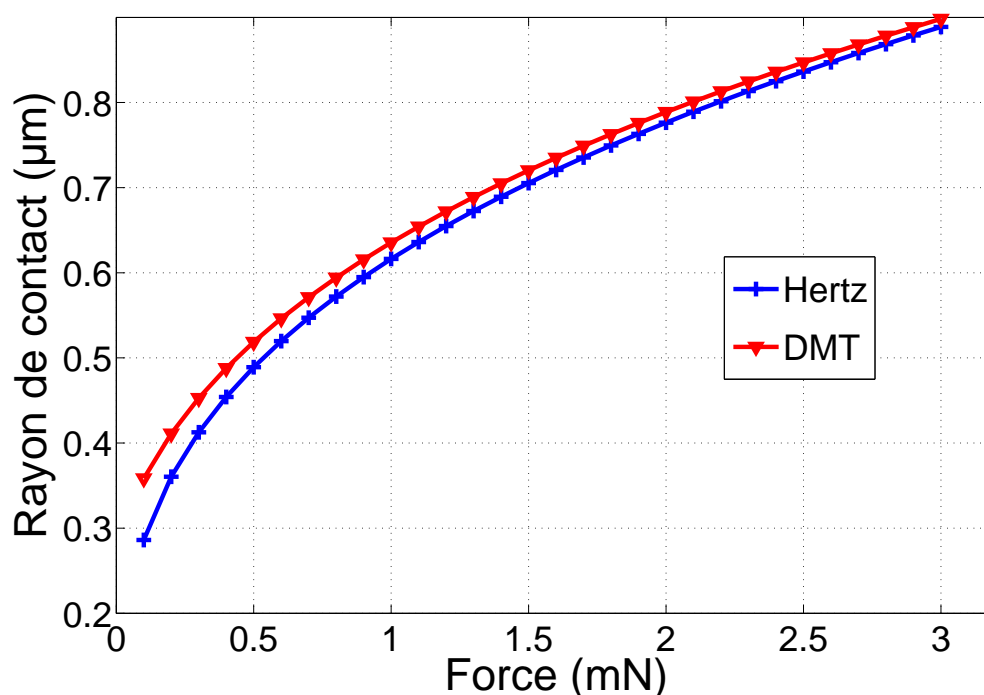


FIGURE 3.12 – Evolution du rayon de contact en fonction de la force d’interaction suivant les modèles de Hertz et DMT.

### 3.3.6 La force capillaire

Le taux d’humidité ambiant peut jouer un rôle important sur la valeur de la force attractive entre deux surfaces. En effet, la condensation crée une fine pellicule, essentiellement composée d’eau, sur la surface de la pointe et de l’échantillon. Un ménisque d’eau apparaît alors entre l’extrémité de la pointe et la surface de l’échantillon juste avant le contact. La figure 3.13 représente ce ménisque et donne ses caractéristiques spatiales. Ce ménisque exerce une force attractive nommée force capillaire qui prend la forme suivante [78] [79] :

$$F = \frac{4\pi R_s \gamma \cos\theta}{1 + \frac{z}{R_s(1-\cos\epsilon)}} \quad (3.30)$$

avec  $R_s$  le rayon de courbure de la pointe,  $\gamma$  la tension superficielle (pour l’eau  $\gamma = 72 \text{ mJ/m}^2$ ),  $z$  la distance entre la pointe et l’échantillon,  $\theta$  l’angle au contact et  $\epsilon$  l’angle du ménisque.

Ce ménisque peut influencer en microscopie à sonde locale sur les points suivants :

- la courbe de charge et de décharge : présence d’un hystérésis
- surface de contact : augmentation de celle-ci et donc diminution de la résolution spatiale
- la friction pointe/échantillon

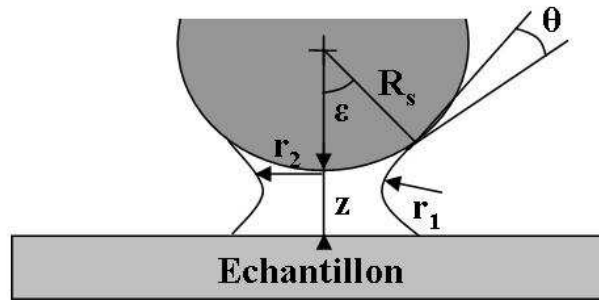


FIGURE 3.13 – Formation d'un ménisque d'eau entre la pointe et l'échantillon.

Les forces capillaires peuvent être, dans certains cas, beaucoup plus importantes que les forces d'adhésion, mais elles disparaissent en travaillant en milieu aqueux (en immergeant la pointe et l'échantillon) ou bien en travaillant sous atmosphère contrôlée (sous vide primaire ou sous gaz sec).

### 3.3.7 La zone réelle de contact électrique

Nous venons de voir dans les études précédentes que l'on peut estimer un rayon de contact apparent en tenant compte des paramètres mécaniques des matériaux en contact, du rayon de l'extrémité de la pointe et de la force appliquée pour maintenir la jonction. Ce rayon de contact est dit apparent parce qu'il ne modélise correctement ce contact que pour un observateur extérieur à celui-ci. Pour une observation interne au contact, les surfaces en vis à vis ne sont pas parfaitement lisses et le contact mécanique ne s'effectue alors qu'en un certain nombre de zones séparées les unes des autres. Entre ces zones subsiste un espace interstitiel où persiste la couche d'eau s'il y en a une. La figure 3.14 schématise un grossissement de la zone de contact entre la pointe et l'échantillon.

La surface totale des zones de contact matière/matière réel est souvent très faible par

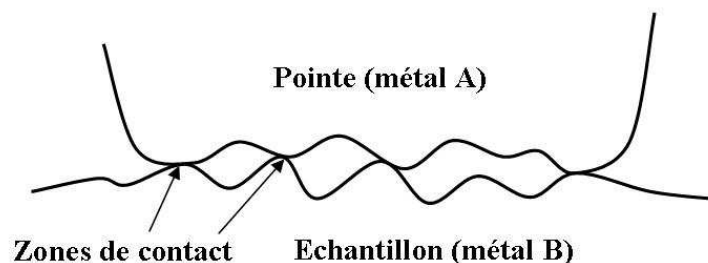


FIGURE 3.14 – Schéma d'un zoom sur le contact pointe/échantillon.

rapport à la surface du contact apparent. La surface et le nombre des contacts dépendent de l'état de surface des éléments mis en contact c'est-à-dire que la rugosité joue un rôle important dans la zone totale de contact. De plus, les coefficients mécaniques (module de Young et coefficient de Poisson) ainsi que la force d'appui jouent un rôle pour le diamètre apparent. Par ailleurs, ils interviennent aussi dans le nombre et la surface totale du contact réel par l'écrasement des aspérités en contact.

La zone de contact électrique ne correspond pas non plus en réalité à la totalité de la zone de contact mécanique réel. En effet, l'oxydation des matériaux ainsi que les impuretés accumulées en surface agissent comme un film isolant et réduisent encore la surface de contact électrique [80] [81] [82]. La figure 3.15 représente le contact décrit dans la figure 3.14 en vue de dessus. On voit les différences entre l'aire de contact apparent, mécanique et électrique.

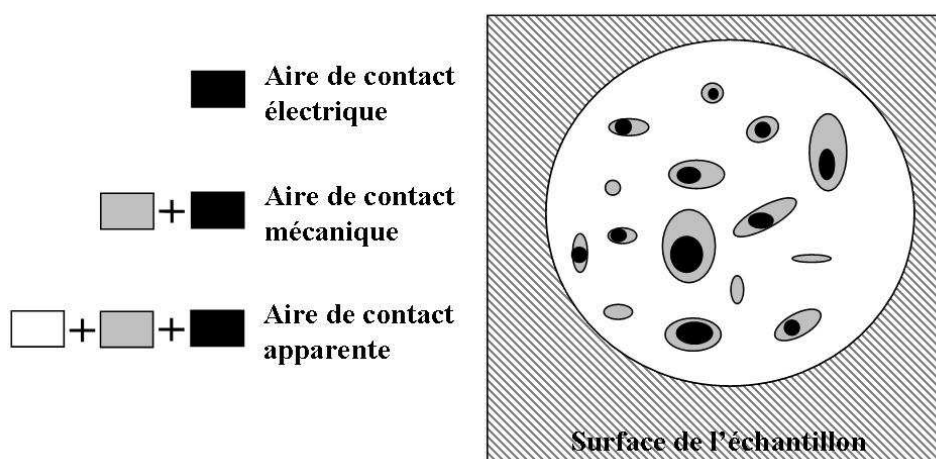


FIGURE 3.15 – Différences entre les aires de contact apparent, mécanique et électrique.

### 3.4 Modèle de la tension intrinsèque mesurée

Le modèle présenté dans la suite de ce chapitre a été proposé par Bardon, Casagne et leurs collaborateurs [67] [68] et mis en application dans la thèse de A. Bouvier en 1986 [69]. Ce modèle propose de considérer chacun des contacts réels comme étant une micro-jonction thermocouple et dont la f.e.m (force électromotrice) élémentaire est  $v_k(A/B, T_k, T_0)$  avec  $T_0$  la température de référence et  $T_k$  la température de contact de l'aspérité numéro  $k$  en question. La jonction pointe/échantillon se compose de " $n$ " générateurs de tension en parallèle si " $n$ " est le nombre de contacts réels. Il s'établit alors des courants thermoélectriques  $i_k$  au travers de résistances internes  $r_k$  entre les jonctions et sur les premières couches métalliques des éléments en contact pour équilibrer les diffé-

rences de f.e.m entre les  $n$  générateurs. La figure 3.16 est une modélisation électrique des  $n$  jonctions en parallèle.

La mesure de la tension  $V$  se fait en circuit ouvert c'est à dire  $i = 0$ , alors le générateur

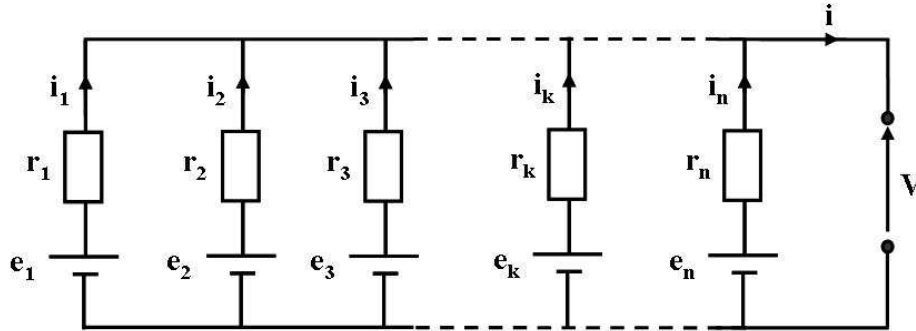


FIGURE 3.16 – Schéma électrique équivalent des  $n$  micro-jonctions thermocouples.

de tension équivalent aux  $n$  branches du circuit en parallèle s'obtient en considérant que la somme des  $n$  courants  $i_k$  est nulle. L'équation 3.31 exprime la valeur de la tension  $V$  en fonction des f.e.m élémentaires et de leur résistance interne :

$$V = \sum_{k=1}^n \frac{e_k}{r_k} \left( \sum_{k=1}^n \frac{1}{r_k} \right)^{-1} \quad (3.31)$$

La tension  $V$  est donc une moyenne des f.é.m développées par chacune des micro-jonctions.

### 3.4.1 Expression de la résistance interne $r_k$

Le courant  $i$  est nul, ainsi la densité de courant dans les milieux A et B l'est aussi. En revanche, il y a une densité de courant  $i_k$  à proximité de l'aspérité  $k$ . Au voisinage de cette aspérité, la constriction des lignes de courant électrique vers la zone de contact de diamètre  $\delta_k$  a pour effet de diminuer sensiblement la tension engendrée par l'aspérité  $k$ . La résistance électrique de constriction de l'aspérité  $k$  s'exprime alors sous la forme :

$$r_k = \frac{\rho}{\delta_k} \quad (3.32)$$

avec  $\rho = \frac{\rho(A)+\rho(B)}{2}$ , la résistivité moyenne de matériaux A et B.

La tension  $V$  s'exprime alors en fonction de la taille des contacts :

$$V = \sum_{k=1}^n e_k \delta_k \left( \sum_{k=1}^n \delta_k \right)^{-1} \quad (3.33)$$



La f.é.m mesurée est donc une moyenne des f.e.m élémentaires pondérées par le diamètre des surfaces de contact. Comme la f.é.m des générateurs élémentaires suit la loi des thermocouples, nous pouvons les exprimer en fonction du coefficient Seebeck  $S_{AB}$  des matériaux en contact. De plus, nous supposons que la réponse thermoélectrique est linéaire. Cette hypothèse se justifie par le fait que la différence de température entre les surfaces de contact reste faible vu la proximité des contacts. Sous ces hypothèses, la tension  $V$  s'exprime de la façon suivante :

$$V = S_{AB} \left( \sum_{k=1}^n T_k \delta_k \left( \sum_{k=1}^n \delta_k \right)^{-1} - T_0 \right) \quad (3.34)$$

Ainsi la température mesurée vaut :

$$T = \sum_{k=1}^n T_k \delta_k \left( \sum_{k=1}^n \delta_k \right)^{-1} \quad (3.35)$$

Ce résultat montre que la température mesurée par un thermocouple intrinsèque en contact imparfait est une température moyenne de l'interface de contact. Cette moyenne est pondérée par le diamètre de chaque contact.

## 3.5 Modèle des perturbations par la mesure en contact

La configuration est la même que celle de la figure 3.14. Nous considérons un contact imparfait entre la sonde et l'échantillon. L'application du capteur sur la surface provoque une perturbation de la température de celle-ci. En effet, un flux de chaleur  $\Phi$  est transféré de la surface de contact à la pointe et modifie localement le champ de température. Cette perturbation peut être modélisée par la combinaison de trois effets distincts décrits dans la suite de cette section [67].

### 3.5.1 Effet de macrostriction

Cet effet résulte de la convergence des lignes de courant thermique vers la zone de contact apparent (voir la figure 3.17).

Ainsi, la température  $T$  (la température de surface avant l'application du thermomètre) est remplacée par la température perturbée  $T_p$  (la température de surface après l'application du thermomètre). Cette modification s'exprime par l'équation suivante :

$$T - T_p = r_M \Phi \quad (3.36)$$

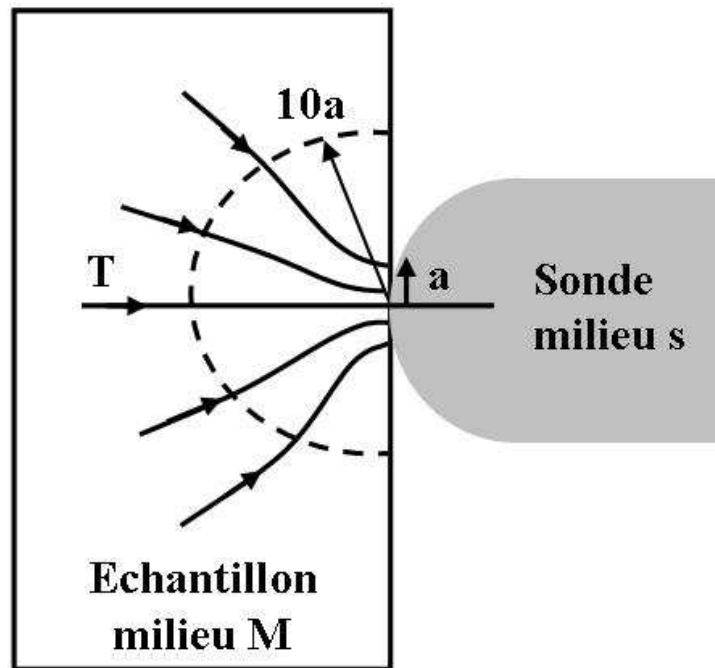


FIGURE 3.17 – Schéma modélisant l'effet de macroconstriction.

$r_M$  étant la résistance de macroconstriction qui peut s'exprimer suivant le rayon  $a$  du disque de contact de la façon suivante [71] :

$$r_M = \frac{1}{4a\lambda_M} \quad (3.37)$$

où  $\lambda_M$  est la conductivité thermique du milieu à mesurer. Le calcul montre aussi que l'essentiel de la perturbation de température est localisée au voisinage du disque de contact, 94 % de la chute de température s'effectue à l'intérieur de la sphère de rayon  $10a$ .

### 3.5.2 Effet de la résistance de contact

Cet effet est lié aux imperfections du contact entre la sonde et l'échantillon car nous avons vu que la zone de contact réel est bien plus petite que la zone apparente. Il en résulte un effet de microconstriction au voisinage des micro-jonctions réelles et une conduction thermique perturbée au niveau des zones interstitielles. Il apparaît alors une variation de température entre la température perturbée  $T_p$  précédente et la température mesurée  $\theta$  exprimée par l'équation suivante :

$$T_p - \theta = r_C \Phi \quad (3.38)$$

où  $r_C$  est la résistance de contact, elle peut s'exprimer dans le cas d'un contact métal/métal imparfait avec un fluide interstitiel dont la conductivité est faible devant celle des matériaux en contact [68] :

$$r_C = \frac{R_C}{\pi a^2} = \frac{5}{\bar{\lambda} a \sqrt{\pi}} \quad (3.39)$$

avec  $R_C$  la résistance thermique de contact par unité de surface et  $\bar{\lambda} = \frac{2\lambda_M\lambda_s}{\lambda_M+\lambda_s}$  où  $\lambda_s$  est la conductivité thermique du matériau constituant la sonde.

### 3.5.3 Effet d'ailette

Cet effet est dû aux échanges thermiques entre la sonde et le milieu ambiant. L'écart de température entre la température mesurée par la sonde  $\theta$  et la température de la sonde loin du contact  $T_E$  s'exprime par l'équation :

$$\theta - T_E = r_E \Phi \quad (3.40)$$

où  $r_E$  représente la résistance thermique globale de la sonde entre la zone de contact et le milieu extérieur. Cette résistance dépend entre autre de la géométrie de la sonde, du coefficient global de transfert superficiel  $h_g$  et de la conductivité thermique  $\lambda_s$  de la sonde. Pour un fil de rayon  $a_f$ ,  $r_E$  s'exprime de la façon suivante :

$$r_E = \frac{1}{\pi a_f \sqrt{2h_g a_f \lambda_s}} \quad (3.41)$$

où le coefficient  $h_g$  se calcule dans le cas d'un fil, par la relation empirique suivante :

$$h_g = h_c + h_r = \frac{0,005}{a_f} + h_r \quad (3.42)$$

avec  $h_c$  le coefficient de transfert thermique par conduction et  $h_r$  le coefficient de transfert thermique par rayonnement que l'on suppose valant  $5 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$  au voisinage de l'ambiante.

### 3.5.4 Superposition des trois effets

Des trois relations 3.36, 3.38 et 3.40 nous déduisons la valeur du flux :

$$\Phi = \frac{T - T_E}{r_M + r_C + r_E} \quad (3.43)$$

L'écart de température ( $T - T_E$ ) étant considéré comme fixe, le flux  $\Phi$  dépend de la valeur de la somme des résistances thermiques et la répartition des températures s'établit en fonction de la valeur de chacune des différentes résistances thermiques comme indiqué sur la figure 3.18.

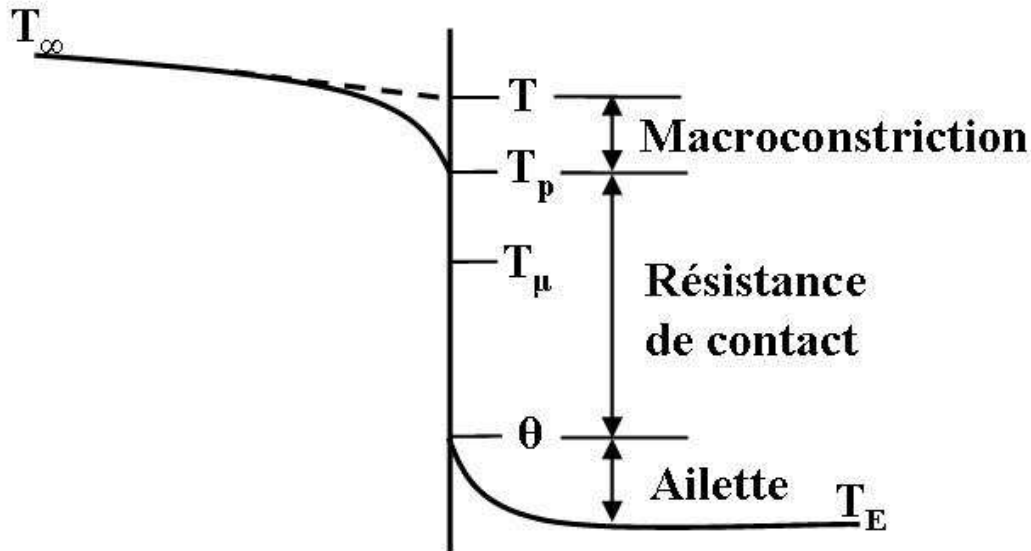


FIGURE 3.18 – Schéma modélisant l'erreur de mesure d'une sonde en contact.

## 3.6 Modèle de l'erreur de mesure

L'erreur commise lors de la mesure de température par une sonde en contact est l'écart entre la température mesurée par le dispositif de mesure ( $T_M$ ) et la température de la surface sans la présence de celui-ci ( $T$ ). Nous définissons le coefficient d'erreur  $K$  comme étant la capacité de la sonde à fournir la température la plus proche de la température sans contact  $T$  par rapport à la chute de température totale engendrée par le contact.  $K$  s'exprime par la relation suivante :

$$K = \frac{T - T_M}{T - T_E} \quad (3.44)$$

### 3.6.1 Coefficient d'erreur pour un thermocouple classique

Dans le cas de la mesure par un thermocouple classique, la température mesurée est  $\theta$ . La figure 3.18 montre que cette température est définie par la chute de température liée à la somme des résistances de macrocontriction et de contact. Le coefficient d'erreur  $K_c$

dans le cas de ce type de mesure est ainsi défini par l'équation 3.45 suivante :

$$K_c = \frac{T - \theta}{T - T_E} \quad (3.45)$$

Ce coefficient s'exprime alors en fonction des résistances thermiques :

$$K_c = \frac{r_M + r_C}{r_M + r_C + r_E} \quad (3.46)$$

### 3.6.2 Coefficient d'erreur pour un thermocouple intrinsèque

Il existe, en régime permanent, une chute de la température à l'interface entre la sonde et l'échantillon modélisée par la résistance de contact. En réalité, il n'y a pas de discontinuité de la température, cette chute de température se réalise dans une zone très localisée de part et d'autre de la zone de contact. Il est alors difficile d'interpréter la véritable valeur de la température au point même du contact, nous pouvons juste affirmer que cette température se situe entre  $T_p$  et  $\theta$ . Bardon et Cassagne [70] ont montré que la répartition de cette variation de température dépendait du coefficient de conduction thermique des matériaux en contact, et que la température mesurée par une sonde intrinsèque  $T_\mu$  peut s'exprimer par la relation 3.47 suivante :

$$\frac{T_p - T_\mu}{T_\mu - \theta} = \frac{\lambda_s}{\lambda_M} \quad (3.47)$$

Ainsi le coefficient d'erreur de mesure d'une sonde intrinsèque s'exprime de la façon suivante :

$$K_\mu = \frac{T - T_\mu}{T - T_E} \quad (3.48)$$

soit en fonction des résistances thermiques :

$$K_\mu = \frac{r_M + r_C \frac{\lambda_s}{\lambda_s + \lambda_M}}{r_M + r_C + r_E} \quad (3.49)$$

Nous avons défini et explicité le coefficient d'erreur pour chaque méthode de mesure. Ces coefficients sont exprimés en fonction des différentes résistances thermiques présentes dans le cas d'une mesure par contact et des conductions thermiques des éléments en contact.

### 3.6.3 Etude paramétrique des erreurs $K_c$ et $K_\mu$

Cette partie est consacrée à la comparaison des coefficients de l'erreur théorique réalisée lors de la mesure de la température de surface avec un thermocouple soudé classique avec celle réalisée par la technique de mesure intrinsèque. Nous comparons ces deux méthodes

dans un premier temps, par une étude paramétrique sur les conductivités thermiques de l'échantillon et de la sonde en prenant soin de se placer dans des conditions expérimentales les plus proches possibles pour chacune des méthodes. Dans un second temps, un calcul de la variation de l'erreur de mesure en fonction de la taille du rayon de contact est réalisé pour chacune des méthodes.

Nous supposons une mesure de la température d'une surface de conductivité thermique  $\lambda_M$ . Cette mesure est effectuée d'une part par un thermocouple soudé dont le rayon de chaque fil  $a_f$  vaut  $50 \mu\text{m}$  et dont la soudure terminale est une demi-sphère de rayon  $100 \mu\text{m}$ . D'autre part, la mesure de température est réalisée à l'aide d'un thermocouple intrinsèque constitué d'un fil de rayon  $a_i$  valant  $100 \mu\text{m}$  c'est à dire  $a_i = 2a_f$  et dont l'extrémité est une demi-sphère. Chacune des sondes est mise en contact avec la surface de l'échantillon en supposant que le rayon du disque de contact est  $a = 2.5 \mu\text{m}$ . De plus, la conductivité thermique de chaque fil vaut  $\lambda_s$ . La figure 3.19 montre la configuration de mesure pour chaque méthode. Les équations 3.37, 3.39 et 3.41 nous permettent d'exprimer

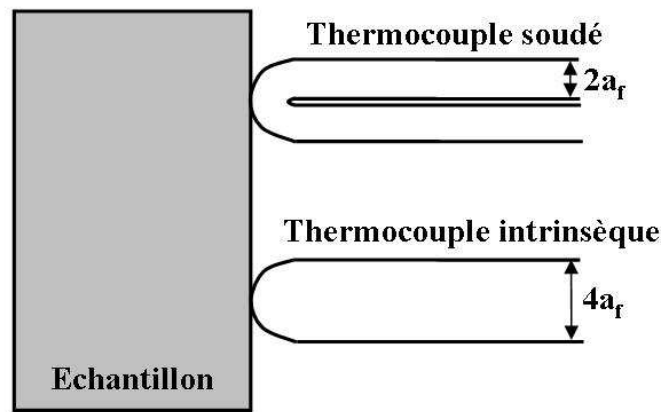


FIGURE 3.19 – Schéma modélisant la mesure de la température de surface par un thermocouple soudé et un thermocouple intrinsèque.

les coefficients d'erreur  $K_c$  et  $K_\mu$  en fonction des coefficients de conduction thermique  $\lambda_M$  et  $\lambda_s$  de la façon suivante :

$$K_c(\lambda_M, \lambda_s) = \left[ \frac{1}{4a\lambda_M} + \frac{5(\lambda_M + \lambda_s)}{2\lambda_M\lambda_s a\sqrt{\pi}} \right] \left[ \frac{1}{4a\lambda_M} + \frac{5(\lambda_M + \lambda_s)}{2\lambda_M\lambda_s a\sqrt{\pi}} + \frac{1}{2\pi a_f \sqrt{(0,01 + 10a_f)\lambda_s}} \right]^{-1}$$

$$K_\mu(\lambda_M, \lambda_s) = \left[ \frac{1}{4a\lambda_M} + \frac{5}{2\lambda_M a\sqrt{\pi}} \right] \left[ \frac{1}{4a\lambda_M} + \frac{5(\lambda_M + \lambda_s)}{2\lambda_M\lambda_s a\sqrt{\pi}} + \frac{1}{2\pi a_f \sqrt{(0,01 + 20a_f)2\lambda_s}} \right]^{-1}$$

Les figures 3.20 et 3.21 représentent les coefficients  $K_c$  et  $K_\mu$  pour des valeurs de  $\lambda_M$  et  $\lambda_s$  allant de 1 à  $150 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ . La figure 3.22 explicite le rapport  $K_\mu/K_c$  en fonction des

coefficients de conductivité thermique. Cette figure montre que dans ces conditions de

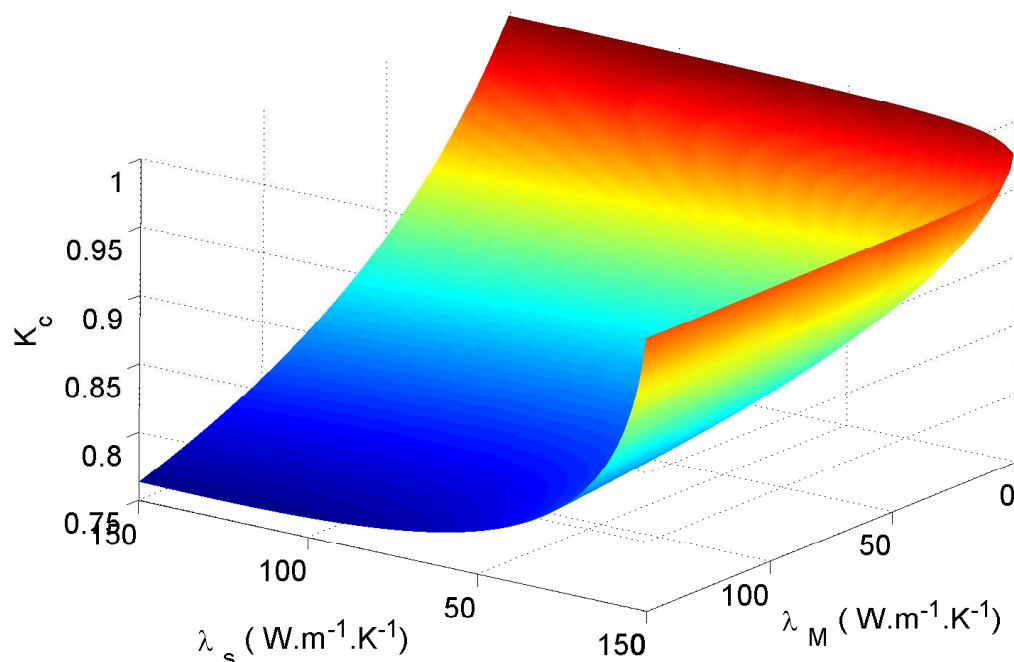


FIGURE 3.20 – Représentation de  $K_c$  en fonction de  $\lambda_M$  et  $\lambda_s$

mesure, le coefficient d'erreur  $K_\mu$  de la mesure par thermocouple intrinsèque est toujours inférieur au coefficient d'erreur  $K_c$  de la mesure par thermocouple classique quel que soit la valeur des conductivités thermiques. Le tableau 3.4 donne les valeurs des résistances thermiques et les erreurs commises pour chacune des méthodes pour des valeurs particulières de conductivités thermiques dans la configuration de mesure précédente.

Les figures 3.20 et 3.21 montrent que dans le cas de la mesure par thermocouple in-

$\lambda_M$ ( $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ )	$r_M$ ( $\text{K.W}^{-1}$ )	$\lambda_s$ ( $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ )	$r_C$ ( $\text{K.W}^{-1}$ )	Type	$r_E$ ( $\text{K.W}^{-1}$ )	$K_c$ ou $K_\mu$
100	1000	100	11284	intrinsèque	3035	<b>0.434</b>
				soudé	3106	<b>0.798</b>
		20	33885	intrinsèque	6786	<b>0.16</b>
				soudé	6946	<b>0.834</b>

TABLE 3.4 – Tableau des valeurs des résistances thermiques et des erreurs pour la mesure par thermocouple.

trinsèque, l'erreur est d'autant plus faible que la conductivité de la sonde est faible par rapport à celle de la surface à mesurer alors que l'erreur dans le cas de la mesure par thermocouple soudé a un comportement inverse. Ainsi, pour minimiser l'erreur de mesure par

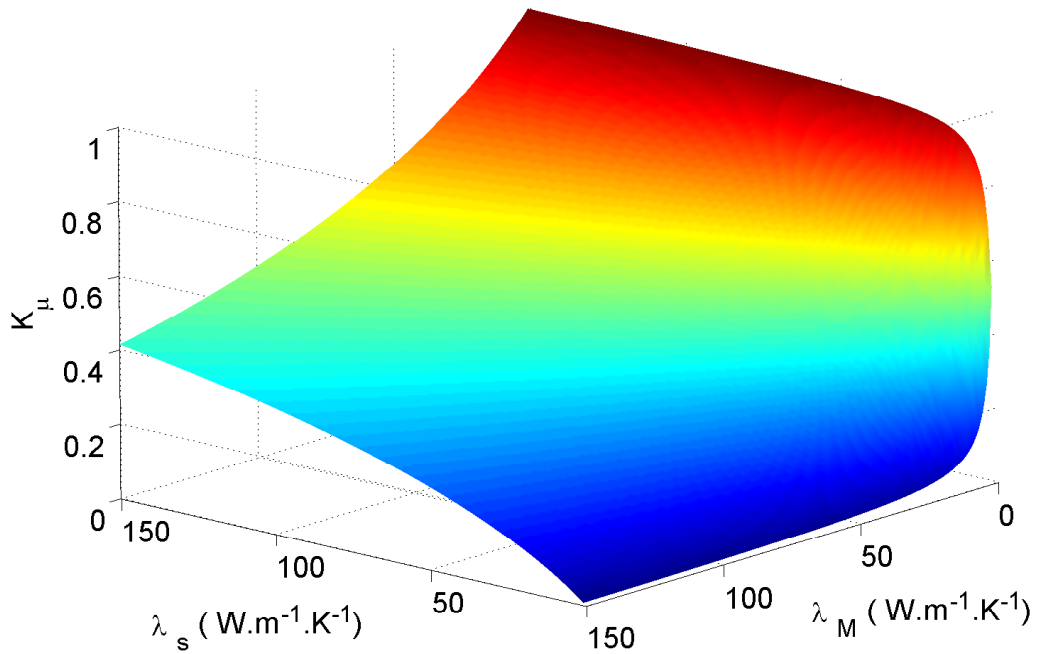


FIGURE 3.21 – Représentation de  $K_\mu$  en fonction de  $\lambda_M$  et  $\lambda_s$

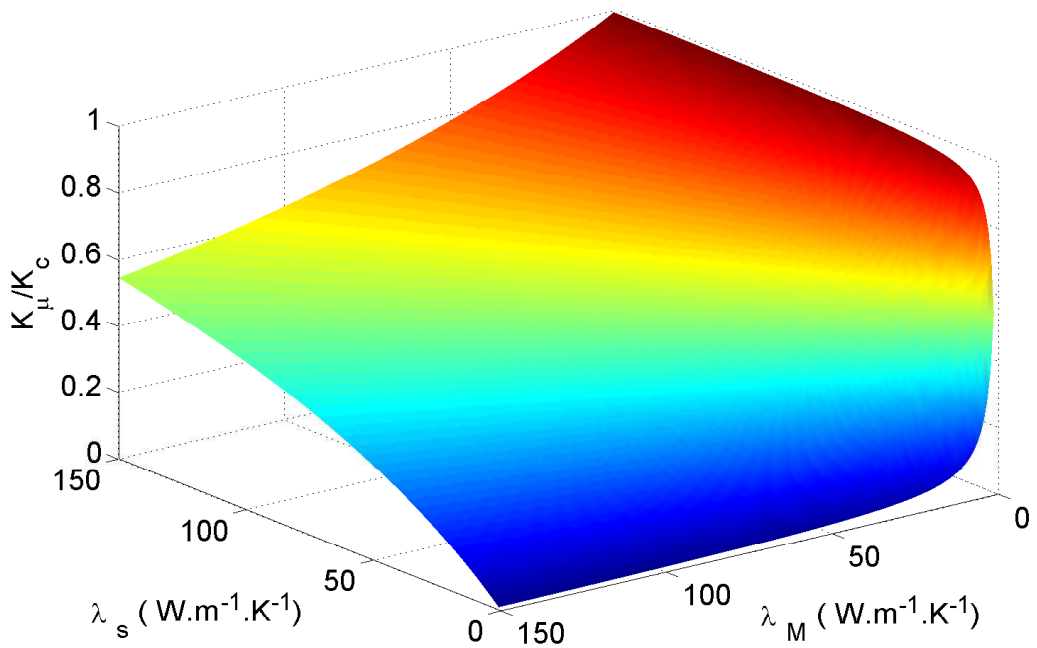


FIGURE 3.22 – Représentation du rapport  $K_\mu/K_c$  en fonction de  $\lambda_M$  et  $\lambda_s$



thermocouple soudé, il faut que celui-ci ai une conductivité thermique maximale. Cette condition implique alors l'augmentation du flux thermique entre la sonde et la surface de l'échantillon. Par contre, optimiser la mesure par thermocouple intrinsèque revient à minimiser ce flux en minimisant la conductivité thermique de la sonde.

Nous traçons maintenant sur les figures 3.23 et 3.24 respectivement la variation du coefficient d'erreur  $K_c$  et celle de  $K_\mu$  en fonction du rayon de contact apparent  $a$  pour deux valeurs de  $\lambda_s$  : 20 et 100  $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  ;  $a$  varie de 0.1 à 5  $\mu\text{m}$ . La valeur de  $\lambda_M$  est fixée à 100  $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ . Les courbes 3.23 et 3.24 montrent que le coefficient d'erreur de

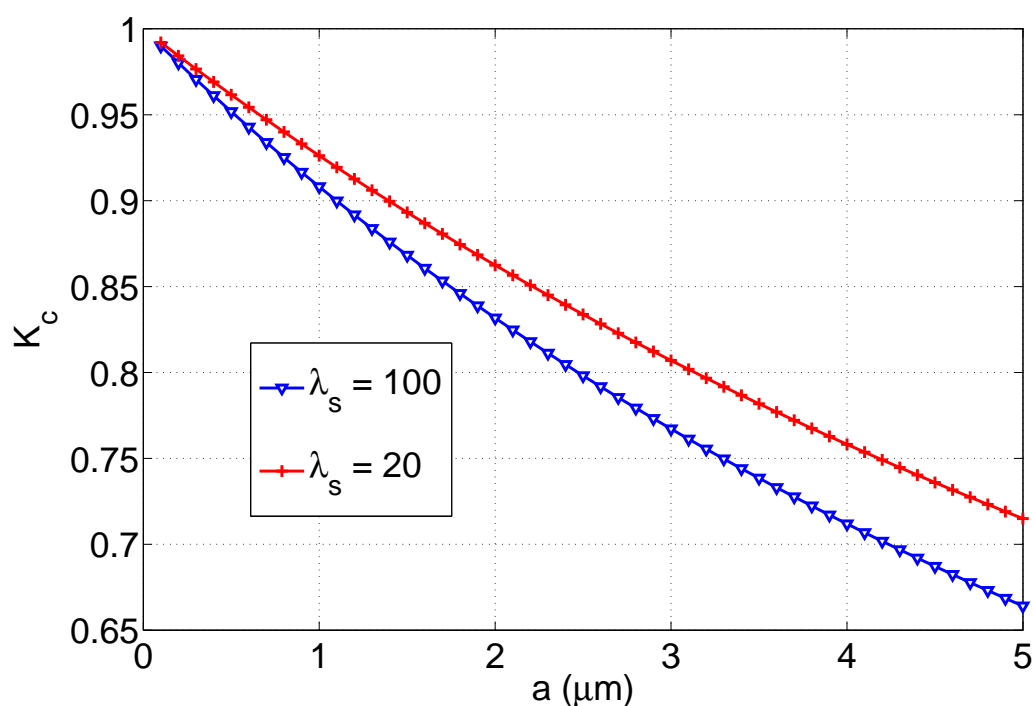
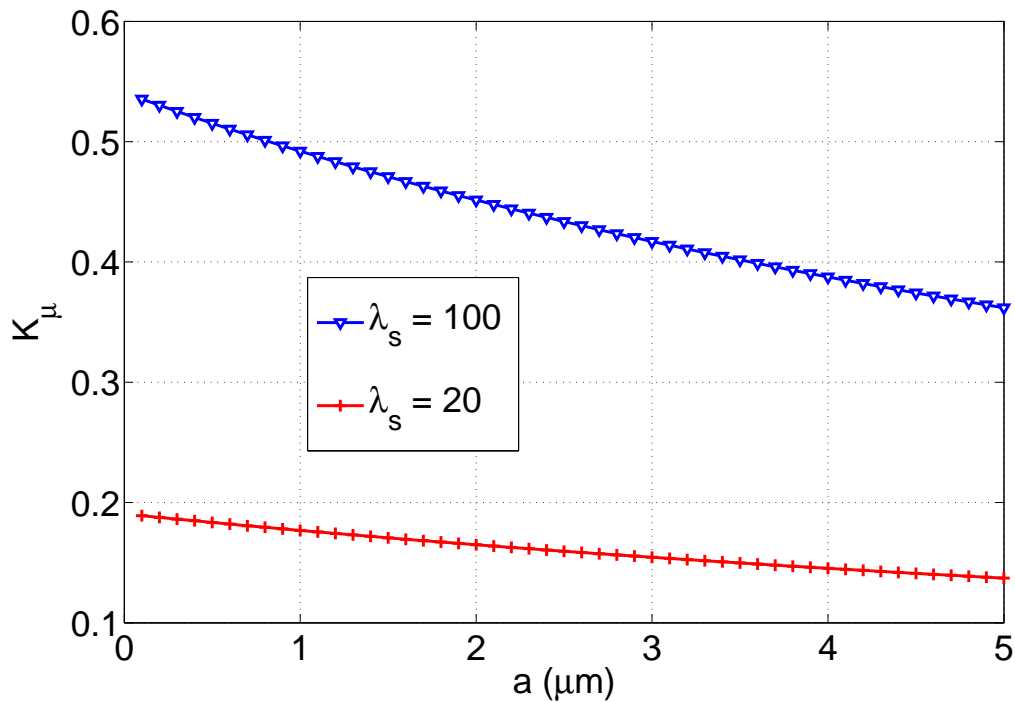


FIGURE 3.23 – Evolution de  $K_c$  en fonction de  $a$  pour deux valeurs de  $\lambda_s$

mesure augmente lorsque l'on diminue le rayon de contact pour chacune des méthodes. Dans ce modèle, cet effet provient du fait que la diminution du rayon de contact augmente la résistance de macrostriction  $R_M$  et celle de contact  $R_C$ . La diminution du rayon de contact pénalise surtout la mesure par un thermocouple classique parce qu'elle subit directement l'augmentation des deux résistances thermiques précédentes alors que la mesure par thermocouple intrinsèque est seulement pénalisée par l'augmentation de la résistance de macrostriction. Ainsi, la conclusion que nous pouvons déduire de cette étude est que nous avons tout intérêt à maximiser la taille du contact pour obtenir une mesure de température la plus juste ! Cette conclusion surprenante démontre peut être les limites de ce modèle et la question de sa validation dans nos conditions de mesure se pose

FIGURE 3.24 – Evolution de  $K_\mu$  en fonction de  $a$  pour deux valeurs de  $\lambda_s$ 

sérieusement.

### 3.7 Analyses du modèle

Ce modèle s'appuie sur des hypothèses qui ne sont pas validées dans notre cas de mesure. Tout d'abord, il suppose que la surface à mesurer est infiniment grande par rapport à la zone de contact ce qui n'est pas du tout le cas dans la configuration de mesures locales. De plus, la résistance de contact est donnée par une relation empirique tirée de mesures sur des aires de contact très supérieures à celles mis en jeu dans les mesures par thermocouple intrinsèque et il est donc difficile d'estimer l'erreur que nous faisons sur l'estimation de la résistance de contact. Malgré ces approximations, ce modèle nous apporte un moyen de comparer les deux méthodes employées. Le calcul des erreurs pour cette configuration expérimentale particulière montre clairement que la méthode intrinsèque est nettement plus juste que la mesure par un thermocouple classique. De plus, nous pouvons d'ors et déjà conclure que nous avons tout intérêt à choisir le coefficient de conduction thermique de la sonde le plus faible possible pour améliorer les mesures. En ce qui concerne la taille du rayon de contact, il faudrait faire des investigations supplémentaires sur le comportement de la résistance de contact à l'échelle micrométrique avant de tirer une conclusion. Nous pouvons aussi remarquer que la mesure locale s'effectue sur des dispositifs généralement

de très faible capacité thermique et qu'il est peut être nécessaire d'ajouter au modèle une condition de minimisation du flux perturbant avant de déterminer l'optimisation des paramètres dans le cas de la mesure intrinsèque.

### **3.8 Conclusion**

Dans ce chapitre nous avons présenté les généralités de la mesure thermique par thermocouple. En partant de la théorie générale de l'effet Seebeck, nous nous sommes intéressés plus précisément au comportement de la mesure par thermocouple en mode contact. Nous avons explicité différentes modélisations connues du contact mécanique entre une pointe et une surface afin d'estimer au mieux la taille réelle de la zone d'interaction mécanique entre une sonde et un échantillon. A partir de ces considérations théoriques, nous avons utilisé des modèles existants décrivant les interactions thermiques entre une sonde de mesure et un échantillon afin de comparer l'erreur théorique de la mesure par thermocouple soudé classique et celle effectuée par un thermocouple intrinsèque. Cette étude nous a permis de démontrer que la mesure intrinsèque procure une erreur de mesure inférieure à celle proposée par un thermocouple classique quelles que soient les conditions expérimentales.



## Chapitre 4

# Mesures expérimentales de températures de surface par thermocouples intrinsèques

## 4.1 Introduction

La modélisation de l'erreur de mesure présenté dans le chapitre précédent démontre les avantages théoriques de l'utilisation de sondes thermoélectriques intrinsèques pour la mesure de températures de surfaces. Avant de réaliser des mesures intrinsèques, nous vérifions expérimentalement que le comportement de ce principe de mesure répond bien aux lois fondamentales de la mesure par thermocouple. Nous présentons ensuite une réflexion sur la conception et la réalisation de l'architecture de différentes sondes pour la mesure intrinsèque. Des mesures sont réalisées pour chacune de ces sondes afin de déterminer les avantages et les inconvénients de chaque sonde. Nous nous intéressons ensuite aux problèmes de la mesure électrique par contact ainsi qu'aux limitations de la mesure thermique par contact.

## 4.2 Réalisations et tests de sondes pour la mesure intrinsèque

Il n'existe pour le moment aucune sonde dédiée à la mesure de température par thermocouple intrinsèque, il faut donc les concevoir et les réaliser. La partie suivante est consacrée à la réalisation de différents types de sondes. Chacune de ces sondes est testée par des mesures sur les échantillons étalonnés présentés dans le chapitre "Conception et réalisation de dispositifs chauffants pour les mesures thermoélectriques".

### 4.2.1 Validation du comportement de la mesure intrinsèque

Avant toute chose, nous avons considéré que la mesure par thermocouple intrinsèque répond aux mêmes lois qu'un thermocouple soudé. Nous supposons que le simple contact entre deux matériaux crée le même type de jonction qu'une soudure et donc que les coefficients Seebeck des couples en contact sont du même ordre de grandeur. Nous proposons dans un premier temps des mesures pour vérifier cette hypothèse. Le principe est de créer une jonction par un contact entre une sonde et un échantillon, de mesurer le coefficient Seebeck du couple intrinsèque ainsi créé et de vérifier qu'il correspond bien à celui d'une jonction soudée entre les deux mêmes matériaux. Cette mesure sous-entend que les coefficients Seebeck de chacun des matériaux sont connus a priori. Dans notre cas, cette mesure est réalisée sur un motif de référence des échantillons dotés de pistes de 250  $\mu\text{m}$ . Ce plot de référence est une couche mince métallique or la valeur du coefficient Seebeck d'un matériau déposé en couche mince est parfois très différente de celle du même matériau massif. Pour pallier à ce problème, la solution appliquée est de mesurer la tension

générée par un contact entre l'échantillon  $C$  de coefficient Seebeck  $S_C$  et deux sondes de matériaux différents. Ces sondes sont réalisées avec deux matériaux  $A$  et  $B$  dont les coefficients Seebeck  $S_A$  et  $S_B$  ont été étalonnés auparavant. Ces mesures nous donnent les coefficients Seebeck  $S_{AC}$  et  $S_{BC}$  des couples  $(A, C)$  et  $(B, C)$ . La loi des matériaux intermédiaires s'applique alors à l'échantillon  $C$  et la valeur de la différence  $S_{AC} - S_{BC}$  doit correspondre à l'étalonnage du couple massif.

#### 4.2.1.1 Mesures de validation du principe

Les sondes sont deux fils de constantan (NiCu) et de nickel (Ni) de 5 cm de longueur et de 500  $\mu\text{m}$  de diamètre. Ces matériaux sont choisis d'une part parce qu'ils sont très utilisés dans les thermocouples classiques à cause de leurs coefficients Seebeck élevés et d'autre part parce qu'ils sont facilement usinables électro-chimiquement [83] [84] afin de tailler leur extrémité en pointe. Cet usinage est réalisé en utilisant le fil comme une électrode. L'extrémité de ce fil est plongé dans un bain de chlorure de potassium (KCl) à une mole par litre (figure 4.1). La seconde électrode est une grille de platine (Pt). Une tension continue de 5 V est appliquée entre les électrodes. Avec ce procédé, des pointes dont le rayon terminal est de l'ordre de 20  $\mu\text{m}$  sont rapidement obtenues. Enfin, pour bénéficier du caractère élastique de la partie longue du fil, le dernier centimètre de l'extrémité pointue des fils est plié à 90° après l'usinage.

L'étalonnage des coefficients Seebeck des fils usinés est réalisé en soudant à l'étain un fil

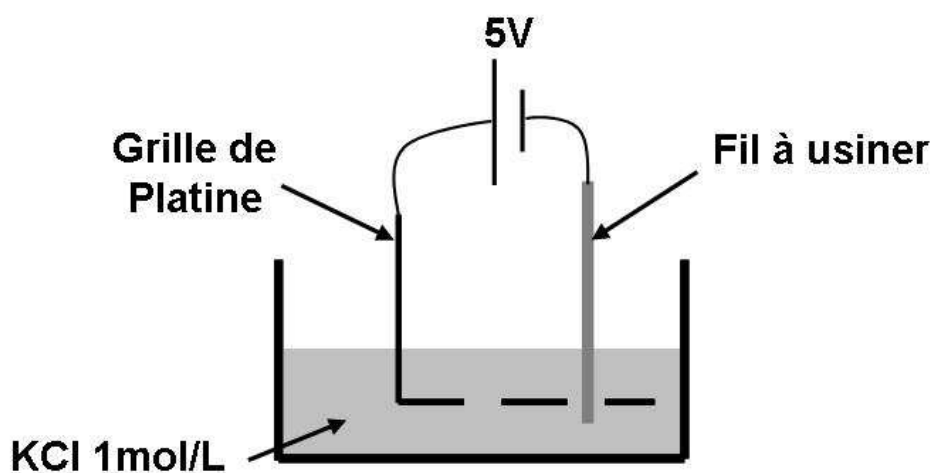


FIGURE 4.1 – Usinage chimique des fils de nickel et de constantan.

de platine sur l'extrémité de la pointe. Cette jonction est plongée dans un bain thermostaté à une température  $T$  différente de la température ambiante. L'ensemble du volume de la soudure étant isotherme, l'étain suit la loi des conducteurs intermédiaires et n'inter-

vient donc pas dans la chaîne de mesure. Un voltmètre est branché aux bornes de cette jonction pour mesurer les forces électromotrices développées par les couples (Pt, NiCu) et (Pt, Ni). Un coefficient Seebeck de  $35,1 \mu V, K^{-1}$  est mesuré pour le couple (Pt, NiCu) et de  $15,6 \mu V, K^{-1}$  pour le couple (Pt, Ni) pour des températures proches de l'ambiante. En considérant alors que le fil de platine se comporte comme un conducteur intermédiaire, nous déduisons un coefficient Seebeck de  $19,5 \mu V, K^{-1}$  pour le couple (NiCu, Ni).

La surface à mesurer est l'un des plots des plaques de pyrex sur lesquelles sont déposées des pistes de  $250 \mu m$ . Ces échantillons possèdent deux plots (la figure 4.2 est une photographie de ces plots en chrome) contrôlés indépendamment en température par des modules Peltier. La température de l'un de ces plots est modifiée afin de mesurer le coefficient Seebeck tandis que la température de l'autre est maintenue à température ambiante. La



FIGURE 4.2 – Photographie des deux plots de chrome reliés par une piste.

température de la surface de l'échantillon est mesurée avec un thermocouple de type K. La mesure de la tension de contact est réalisée par un voltmètre Keithley 2700. De plus, nous vérifions que la température de l'extrémité du fil reliée au voltmètre est l'ambiante. La figure 4.3 représente l'ensemble du montage expérimental de validation du comportement intrinsèque.

Les mesures sont réalisées sur deux échantillons différents, l'un étant une couche de chrome et l'autre une couche d'or (Au). Les figures 4.4 et 4.5 représentent respectivement les tensions mesurées aux bornes de la jonction de contact pour chacune des sondes en fonction de la température de surface de la couche de chrome et de celle d'or. Les courbes de tendance linéaire sont tracées pour chacune des mesures. Nous nous apercevons que les coefficients de corrélation pour ces courbes d'approximation sont supérieurs à 99 %. Ainsi, les coefficients Seebeck des couples mesurés varient peu sur la plage de température considérée. Dans le cadre de nos mesures, le coefficient Seebeck du couple mesuré sera considéré comme étant la pente de la droite moyenne définie par les points de mesure. Ainsi, pour ces mesures d'étalonnages, les coefficients Seebeck des couples (CuNi/Cr), (Ni/Cr), (CuNi/Au) et (Ni/Au) sont respectivement  $38.5$ ,  $18.3$ ,  $29.8$  et  $11.1 \mu V, K^{-1}$ . D'après les valeurs précédentes et en supposant que les couches minces de Cr et d'Or se comportent comme des conducteurs intermédiaires, nous obtenons les deux valeurs



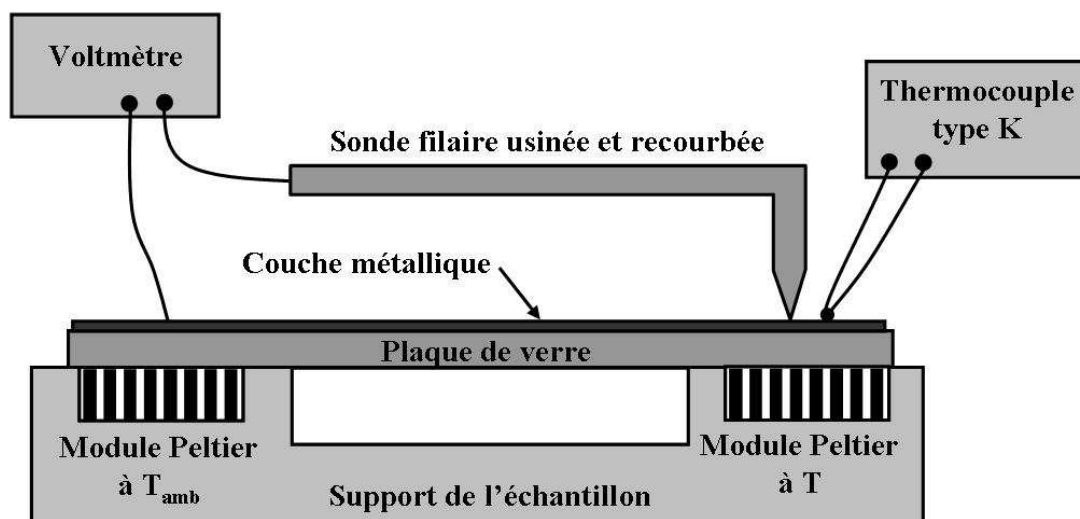


FIGURE 4.3 – Le montage expérimental de validation du comportement d'un thermocouple intrinsèque.

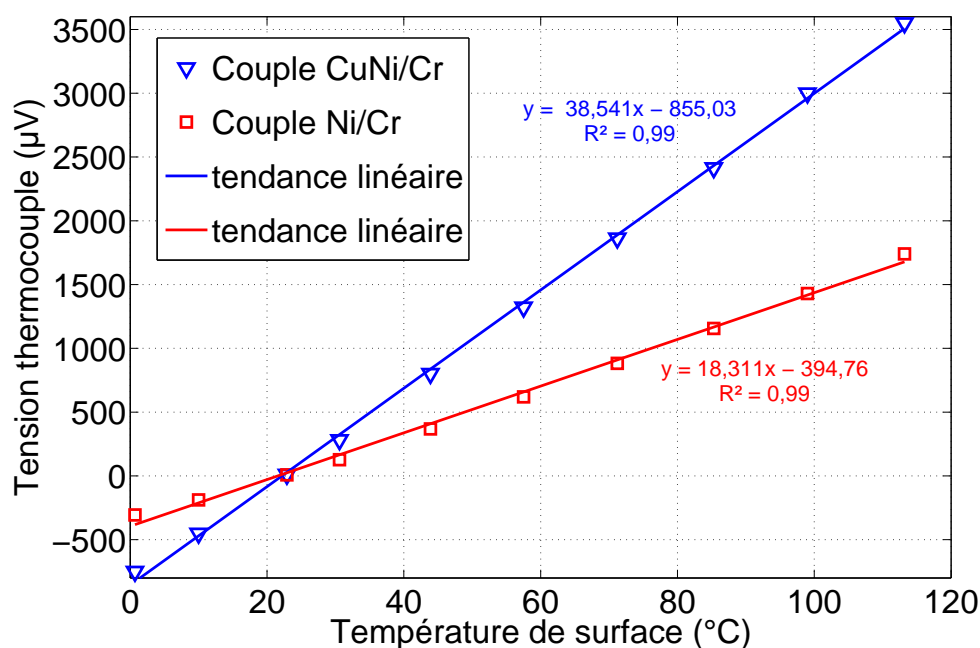


FIGURE 4.4 – Mesures de la tension aux bornes du contact entre une sonde et une couche de chrome.

suivantes  $20.2$  et  $18.7 \mu V, K^{-1}$  pour le coefficient Seebeck du couple (CuNi/Ni). La différence entre les valeurs de l'étalonnage par fil de platine massif et celles mesurées sur les échantillons est de l'ordre de 4 %. Plusieurs sources d'erreurs sont identifiées comme la régulation de la température de chacun des plots, la mesure par le thermocouple type K

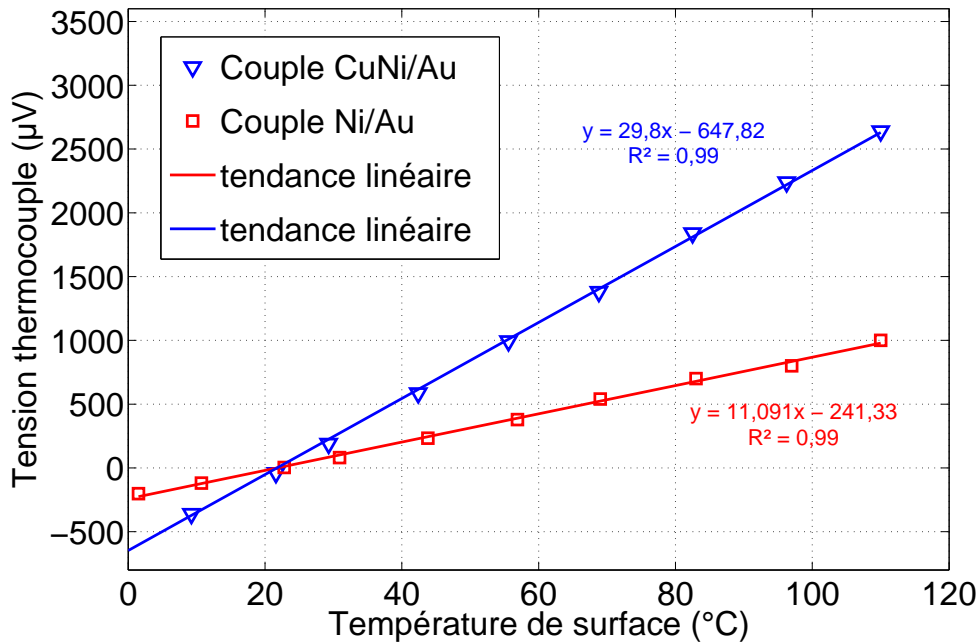


FIGURE 4.5 – Mesures de la tension aux bornes du contact entre une sonde et une couche d'or.

et la force d'appui du fil sur la surface de l'échantillon.

L'analyse de ces différentes sources d'erreurs et du faible écart entre les deux étalonnages, nous permet de conclure que la mesure par contact se comporte bien de la même façon que les jonctions et les lois de comportement des jonctions thermocouples standards s'appliquent donc aux jonctions intrinsèques par contact. Ainsi le développement des sondes pour la mesure intrinsèque peut s'appuyer sur les bases des sondes à jonctions thermocouple fixes.

Dans le chapitre précédent, nous avons démontré que la taille de la zone de contact a une influence importante sur la valeur et l'erreur de la mesure de température. Cette zone dépend en premier lieu du rayon terminal de la sonde mais elle est aussi dépendante de la pression imposée entre la sonde et l'échantillon. De plus, la force d'appui modifie le rapport entre la surface de contact apparent et la surface de contact mécanique réel. Ainsi la force de contact influe sensiblement sur la résistance thermique de contact ainsi que sur la taille des contacts électriques et donc sur la valeur de la température mesurée. Dans le cas de la mesure par un fil recourbé présentée dans l'étalonnage précédent, il est impossible de contrôler correctement cette force et la mesure risque donc d'être entachée d'une erreur. Cette dépendance impose le contrôle de l'appui de la sonde sur l'échantillon. En s'inspirant des microscopes à forces atomiques tout en s'appuyant sur l'expérience

acquise au sein de notre équipe, la solution adoptée est de monter l'élément mesurant à l'extrémité d'une poutre de silicium. Comme présentée dans le chapitre précédent, la force à l'extrémité d'une poutre dépend de son déplacement. L'estimation de la force du contact se fait alors par le contrôle du déplacement de l'extrémité de la sonde. La figure 4.6 schématise l'architecture de base d'une sonde pour la mesure intrinsèque. La suite de ce chapitre présente le détail de l'architecture et les performances de différentes sondes réalisées sur ce principe.

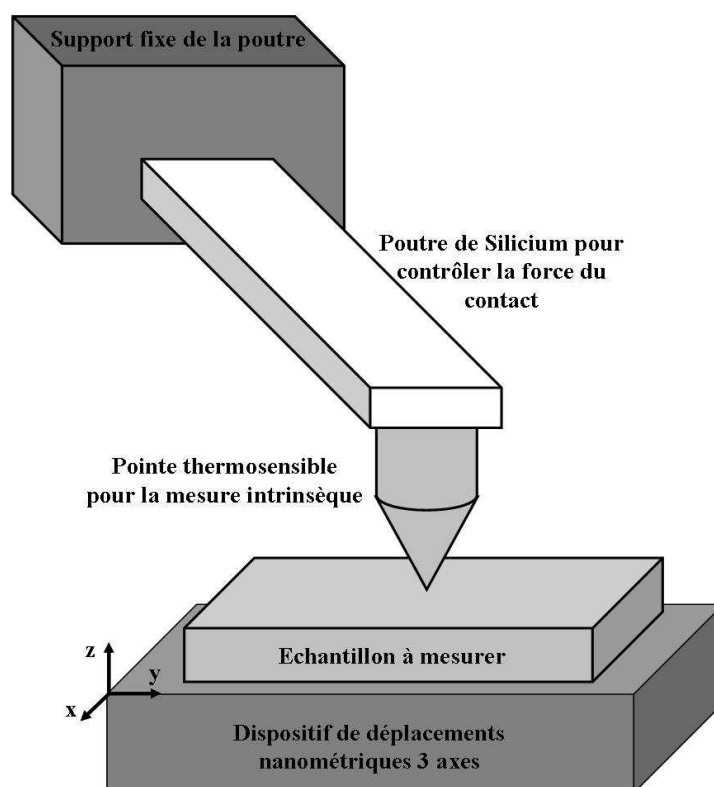


FIGURE 4.6 – Architecture d'une sonde intrinsèque basée sur une poutre de silicium.

### 4.2.2 Les sondes à pointes massives métalliques

La validation du principe de mesure intrinsèque a été réalisée avec des fils de constantan et de nickel dont l'extrémité est usinée électro-chimiquement. Nous souhaitons de plus contrôler la force d'interaction entre la sonde et la surface de l'échantillon par la flexion d'une poutre de silicium. Ces deux constatations définissent l'architecture de la première sonde réalisée, c'est-à-dire l'assemblage de l'extrémité d'un fil usiné en pointe sur une poutre de silicium. Les opérations de fabrication de ces sondes sont les suivantes :

- usinage électro-chimique de l'extrémité d'un fil de NiCu ou Ni (cette opération est décrite plus en détail au début de ce chapitre), la figure 4.7 est une image au microscope optique d'une pointe obtenue par ce principe d'usinage présentant un rayon terminal de 20  $\mu\text{m}$ .

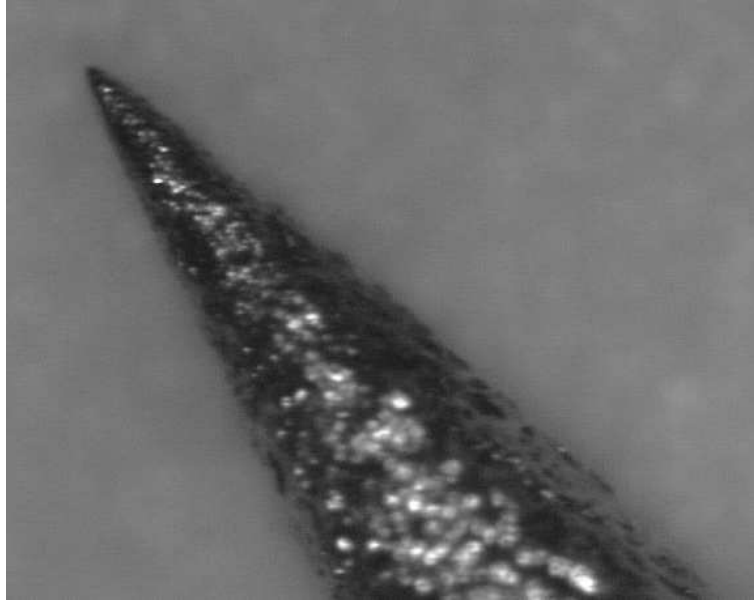


FIGURE 4.7 – Pointe de NiCu obtenue par usinage électro-chimique présentant un rayon terminal de 20  $\mu\text{m}$ .

- tronçonnage de la pointe à la longueur désirée (entre 400 et 1500  $\mu\text{m}$ ) par une scie micrométrique DISCO
- usinage de la poutre de silicium par des technologies de microtechnique
- collage de la poutre sur son support par de la colle cyanoacrilate (voir figure 4.8)
- métallisation de la poutre et de son support par pulvérisation de Ni pour la conduction électrique le long de celle-ci
- collage de la pointe à l'extrémité de la poutre. La colle est de la laque d'argent durcissante afin d'obtenir une bonne conduction électrique entre la pointe et la couche de Ni (voir figure 4.9)

En suivant ces étapes de fabrication, nous réalisons différentes sondes en changeant les dimensions de la poutre ou bien celles de la pointe ainsi que le matériau de la pointe.

#### 4.2.2.1 Les mesures thermiques par pointes massives usinées

Nous présentons ici quelques résultats de mesures effectuées par contact entre l'échantillon et une sonde dont la pointe est un fil de NiCu usinée pour obtenir un rayon terminal de l'ordre de 20  $\mu\text{m}$ . Les mesures sont des balayages transverses de différentes pistes chauffantes. La figure 4.10 montre le principe de ces mesures ainsi que la chaîne instrumentale.

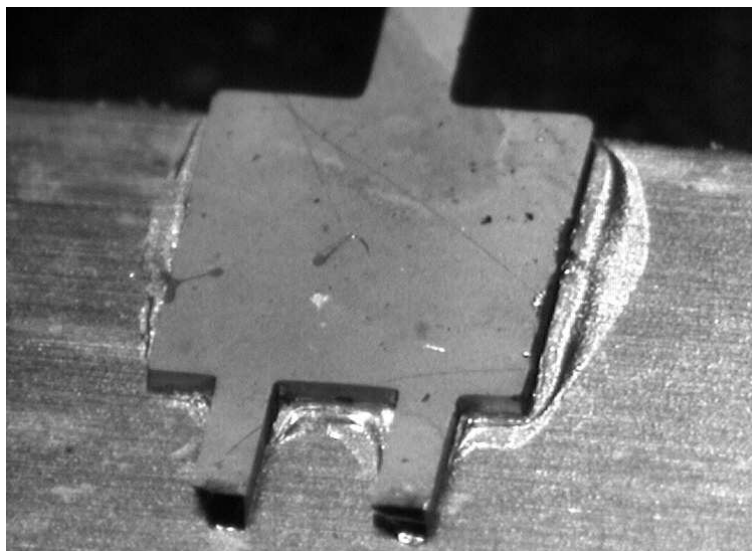


FIGURE 4.8 – Collage de la poutre sur son support par de la colle cyanoacrilate.

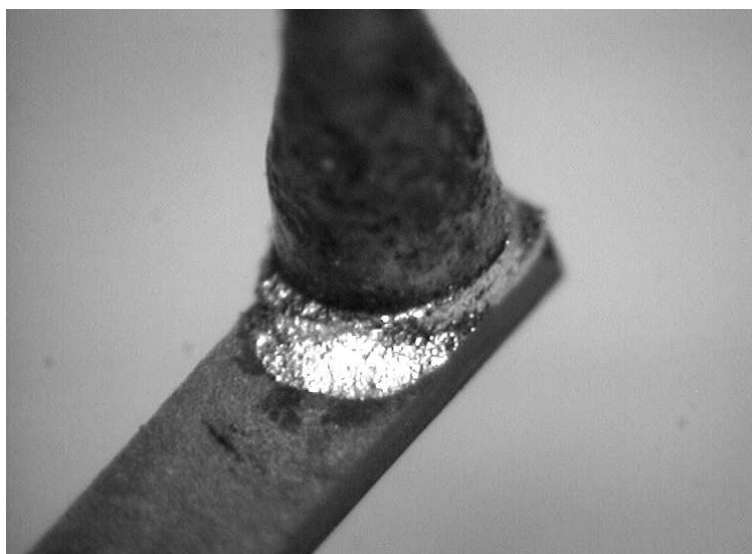


FIGURE 4.9 – Collage de la pointe par de la laque d'argent électriquement conductrice.

La sonde est fixe, la mesure est réalisée suivant l'axe X en déplaçant l'échantillon. La mesure est une mesure point par point, le contact est réalisé pour chaque point de mesure en déplaçant l'échantillon, celui-ci est ensuite éloigné avant de se positionner au prochain point de mesure. La figure 4.11 représente le profil transverse d'une piste de  $25\ \mu\text{m}$  de largeur alimentée par deux tensions continues différentes. La taille du balayage suivant l'axe X est de  $130\ \mu\text{m}$  et celui suivant l'axe Y est de  $10\ \mu\text{m}$ , avec un pas de  $200\ \text{nm}$  suivant l'axe X et de  $1\ \mu\text{m}$  suivant l'axe Y. La f.é.m développée par la jonction et la couche de platine recouvrant la piste est mesurée en chaque point par la centrale de mesure Keithley 2700.

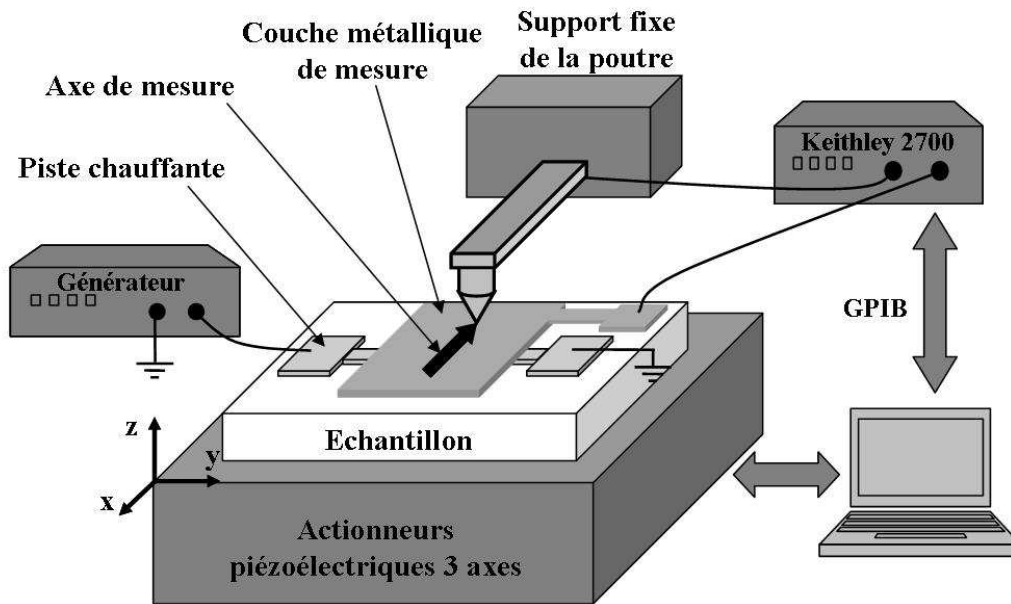


FIGURE 4.10 – Schématisation de la mesure du profil thermique transverse d'une piste chauffante.

Les courbes de la figure 4.11 montrent la piste de  $25 \mu\text{m}$  et le gradient de température

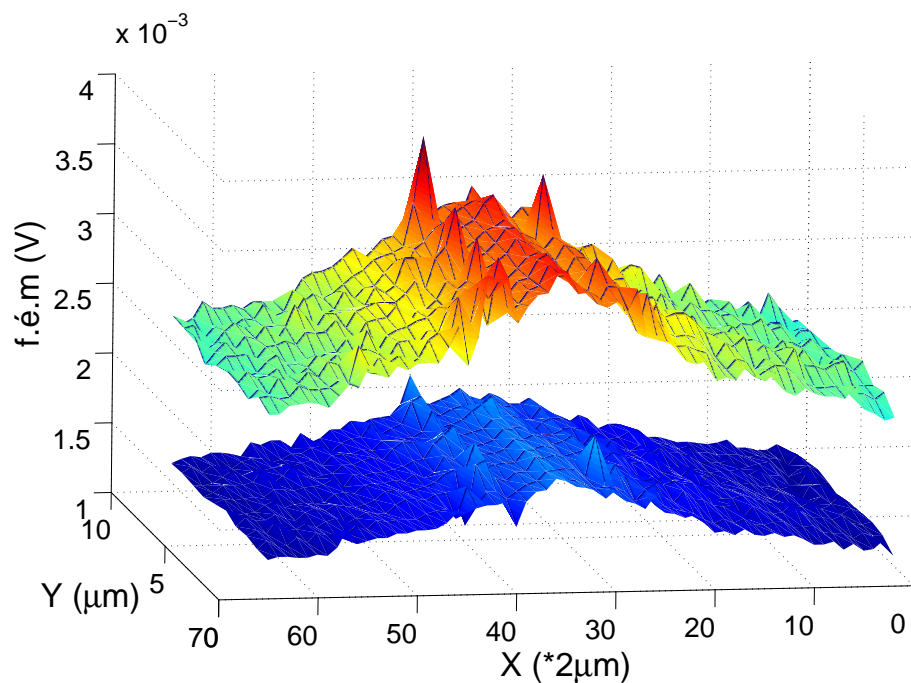


FIGURE 4.11 – Mesure du profil thermique transverse d'une piste chauffante de  $25 \mu\text{m}$  de largeur alimentée sous 30 (nappe inférieure) et 40 V (nappe supérieure).

autour de celle-ci. Des perturbations de mesures sont visibles aux passages des flancs de la piste, elles semblent être dûes à la surépaisseur créée par le dépôt de la couche mince. De plus, l'écart de température dû à la différence de la tension d'alimentation est clairement visible par la différence des valeurs de f.é.m entre les deux courbes.

### 4.2.2.2 Les sources d'erreurs liées à ce type de sonde

Tout d'abord, la pointe de ce type de sonde est un fil métallique usiné. Or la valeur de la conductivité thermique des métaux se situe généralement autour de  $100 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  et parfois beaucoup plus mais rarement moins. Cette sonde n'est donc pas dans les critères d'optimisation de la mesure thermique par méthode intrinsèque. De plus, nous notons deux sources d'erreurs principales dans la mesure avec ce type de sonde. La première vient du contact électrique, la seconde provient de l'architecture même de la sonde.

La mesure par thermocouple intrinsèque est une mesure thermo-électrique, ceci sous-entend donc une conduction électrique stable entre l'extrémité de la pointe et l'échantillon. Pour évaluer ce contact électrique, nous mesurons la résistance électrique au bornes des fils de mesure par la centrale de mesure Keithley 2700. La figure 4.12 montre la mesure de la résistance du contact entre une pointe de NiCu et une surface de chrome pour différentes valeurs de la force de contact. Les courbes sont tracées en fonction de la valeur de la flèche de la poutre. Cette mesure est réalisée pour plusieurs températures différentes.

La figure 4.12 montre que la valeur de la résistance dépend énormément de la valeur de la température. Ces variations sont probablement dûes majoritairement à la dépendance de la résistivité de la couche métallique avec la température. La configuration de mesure ne permet pas de découpler les variations de résistance engendrées par le contact de celles engendrées par la couche métallique entre le point de contact et la zone de référence. La figure 4.12 indique tout de même que la résistance globale se stabilise pour une flèche supérieure à 200 nm.

La figure 4.13 représente la mesure de la tension développée par la jonction précédente dans les mêmes conditions de mesure.

Cette figure démontre que la tension générée par le contact n'est pas stable en fonction de la force d'appui. Pourtant la figure 4.12 montre que la résistance du contact électrique l'est. De plus, les courbes montrent que plus la température de la surface est élevée et plus la tension de contact est instable. En s'appuyant sur les courbes de la figure 4.12, nous pouvons supposer que la variation de la tension de contact n'est pas dûe à la valeur de la résistance électrique de contact puisque celle-ci diminue (ce qui suppose une meilleure conduction électrique) lorsque la température augmente. Il est donc probable que lorsque la résistance de contact est stable, l'origine de ces variations est plutôt d'ordre thermo-mécanique ou bien elle se situe sur les micro-jonctions électriques. Cette stabilité de la

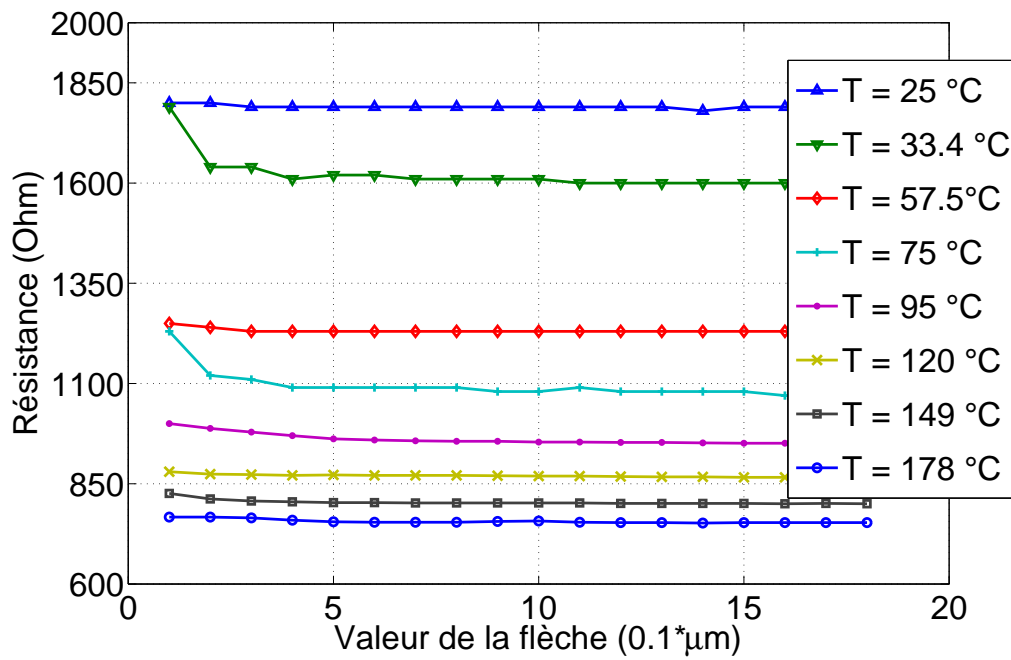


FIGURE 4.12 – Evolution de la résistance de contact entre une pointe de NiCu et une couche de chrome en fonction de la flèche de la poutre.

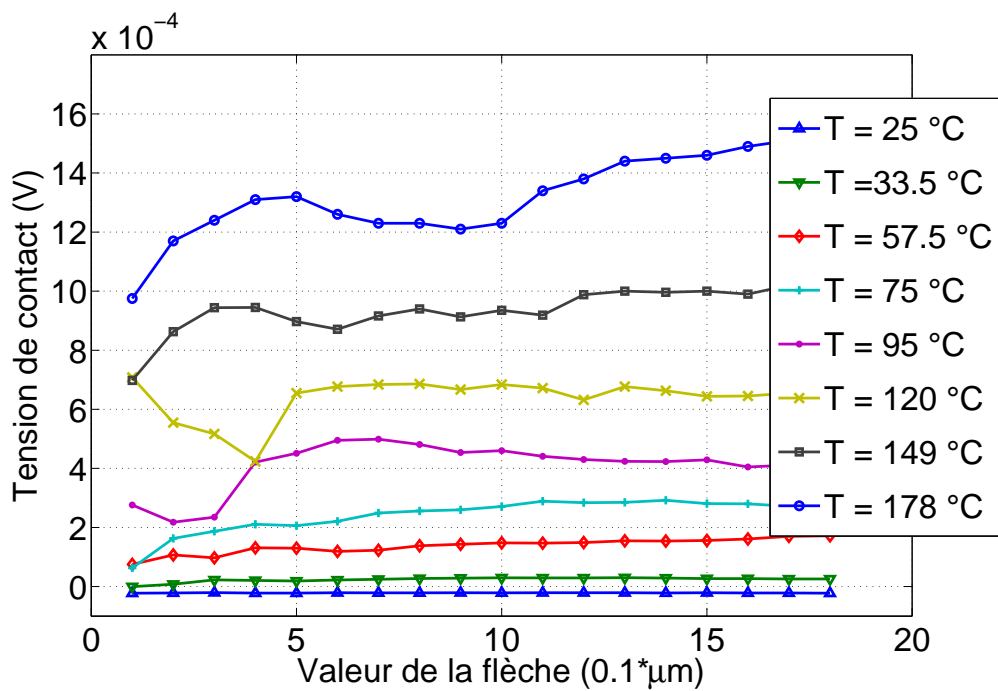


FIGURE 4.13 – Evolution de la tension de contact entre une pointe de NiCu et une couche de chrome en fonction de la flèche de la poutre.



résistance électrique de contact ne reste vraie que pour un temps d'utilisation de la sonde qui n'a pas été défini. La détérioration de la stabilité de la résistance de contact peut dépendre de nombreux paramètres comme par exemple le nombre de contacts effectués, la force d'interaction, ou bien la température du contact.

Une seconde source d'erreur peut apparaître lors de la mesure avec une sonde construite sur ce principe. La figure 4.14 schématise l'architecture de cette sonde et la figure 4.15 montre les jonctions thermocouples composant la chaîne de mesure.

La chaîne de mesure est donc composée de 5 jonctions,  $J_m$ ,  $J_{ar}$ ,  $J_d$ ,  $J_{f1}$  et  $J_{f2}$  qui sont

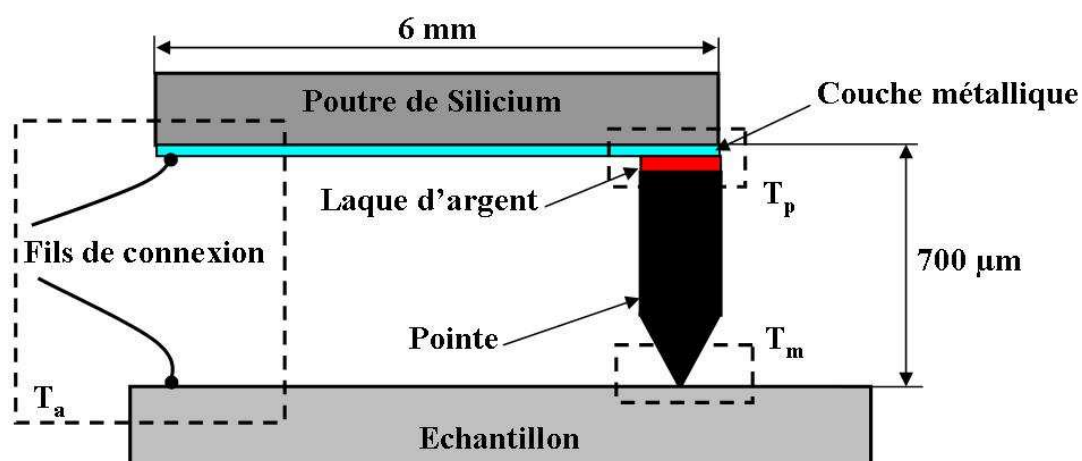


FIGURE 4.14 – Architecture d'une sonde à pointe massive sur poutre de silicium.

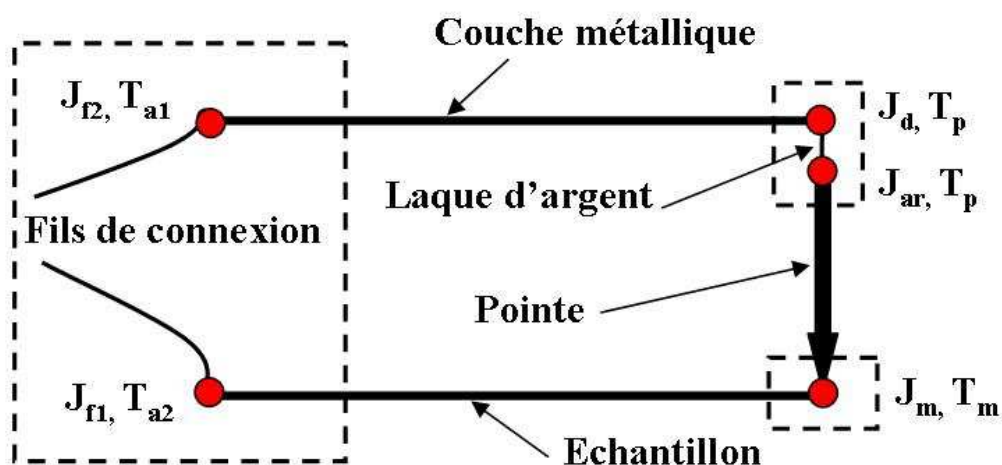


FIGURE 4.15 – Schématisation de la chaîne de mesure dans le cas d'une sonde à pointe massive.

respectivement la jonction de mesure à la température de mesure  $T_m$ , la jonction entre

la pointe et la laque d'argent à la température  $T_p$ , la jonction entre la laque d'argent et le dépôt métallique à la température  $T_p$ , la jonction entre le dépôt métallique et le fil de connexion du voltmètre à la température ambiante  $T_{a1}$  et la jonction entre l'échantillon et le fil de connexion du voltmètre à la température ambiante  $T_{a2}$ . Nous supposons que les jonctions  $J_{f1}$  et  $J_{f2}$  sont suffisamment éloignées de la zone chauffante ou bien qu'elles sont contrôlées pour que les températures  $T_{a1}$  et  $T_{a2}$  soient la température ambiante. De plus, si les fils de connexion sont constitués du même matériau, la loi des conducteurs intermédiaires s'applique à ceux-ci. De même, l'épaisseur de la couche de laque d'argent étant faible (quelques dizaines de microns), on peut supposer qu'elle est isotherme. Ainsi, la loi des conducteurs intermédiaires s'applique aussi aux jonctions  $J_{ar}$  et  $J_d$  qui sont à la même température  $T_p$ . Après ces simplifications, il ne reste plus que trois jonctions dans la chaîne de mesure comme le montre la figure 4.16.

Dans ce cas de figure, la tension mesurée est une somme des tensions des jonctions  $J_m$

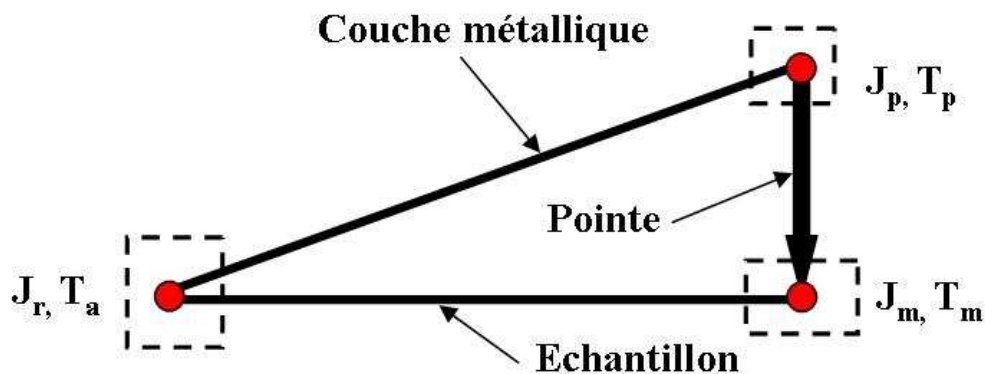


FIGURE 4.16 – Schématisation de la chaîne de mesure dans le cas d'une sonde à pointe massive après les hypothèses simplificatrices.

et  $J_p$ . Il y a alors deux alternatives :

- Nous estimons que la jonction perturbante n'est sensible ni au flux thermique de conduction dans la pointe, ni à la convection. Sous ces conditions, la température  $T_p$  est égale à la température ambiante  $T_p = T_a$ . Dans ce cas, la couche métallique se comporte comme un conducteur intermédiaire et la tension mesurée par le voltmètre est celle du couple pointe/échantillon.
- Si ces hypothèses ne sont pas valides, alors la tension mesurée est la somme de celles développées par les deux jonctions. Il semble alors être difficile de connaître la véritable température de la jonction  $J_m$ .

### 4.2.3 Les sondes à élément déposé

Après l'analyse des problèmes soulevés par le type de sonde précédent, nous proposons ici une sonde d'architecture différente qui résoud certains des problèmes évoqués. L'idée est de coller une pointe d'un matériau non conducteur électrique et dont la conductivité thermique est faible sur la poutre et de métalliser le tout par dépôt d'une couche mince. Nous avons utilisé des pointes en saphir (voir la figure 4.17).

Les étapes de fabrication de ce type de sonde sont les suivantes :

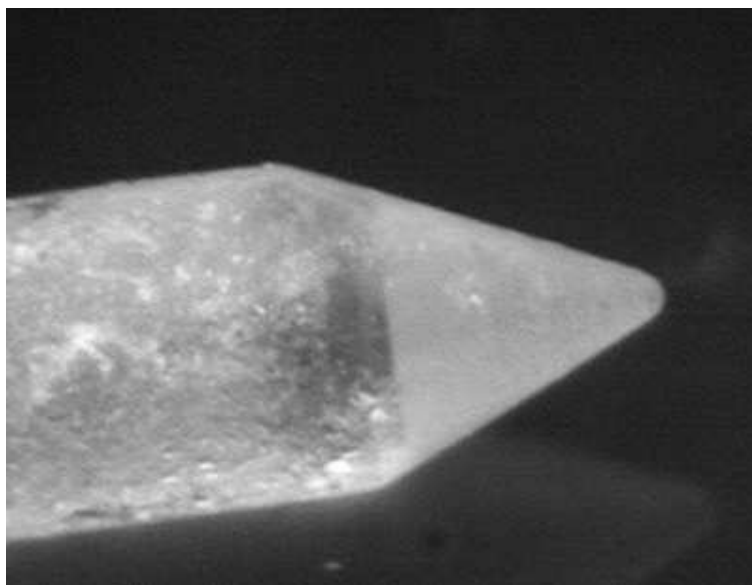


FIGURE 4.17 – Photographie d'une pointe de saphir de  $700 \mu\text{m}$  de longueur dont le rayon terminal est de  $45 \mu\text{m}$ .

- tronçonnage de la pointe à la longueur désirée ( $700 \mu\text{m}$ ) par une scie micrométrique DISCO
- usinage de la poutre de silicium par des technologies de microtechnique
- collage de la poutre sur son support par de la colle cyanoacrilate (voir la figure 4.8)
- collage de la pointe sur la poutre par de la colle cyanoacrilate
- métallisation par pulvérisation de la poutre, de son support et de la pointe pour la conduction électrique (figure 4.18)

La figure 4.19 schématise l'architecture de ce type de sonde.

Les sondes fabriquées de cette façon suppriment le problème de la jonction parasite puisqu'il n'y a aucun autre contact de deux métaux différents entre la jonction à mesurer et les connexions des fils. De plus, en choisissant une pointe de saphir dont la conductivité thermique est très faible ( $<1 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ), les valeurs de la résistance de contact et d'ailette augmentent sensiblement ce qui implique que le coefficient d'erreur diminue fortement. Un autre avantage est qu'il est possible de choisir le métal recouvrant la sonde

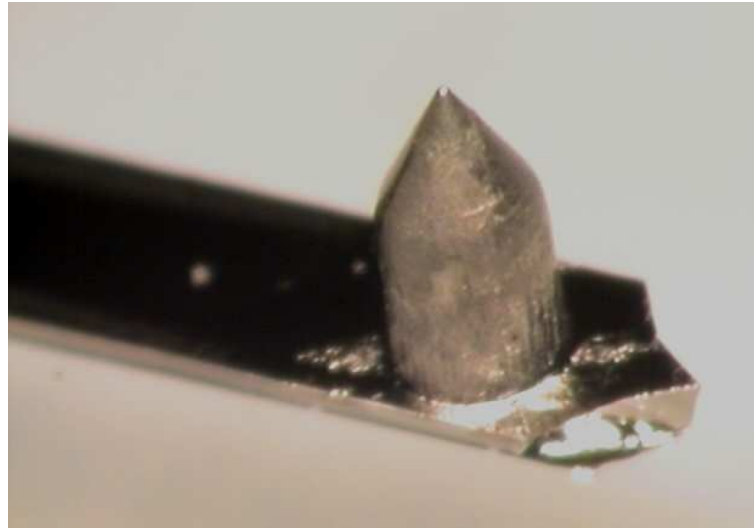


FIGURE 4.18 – Couche métallique déposée sur l'ensemble de la sonde constituée d'une pointe de saphir collée à l'extrémité d'une poutre de Silicium

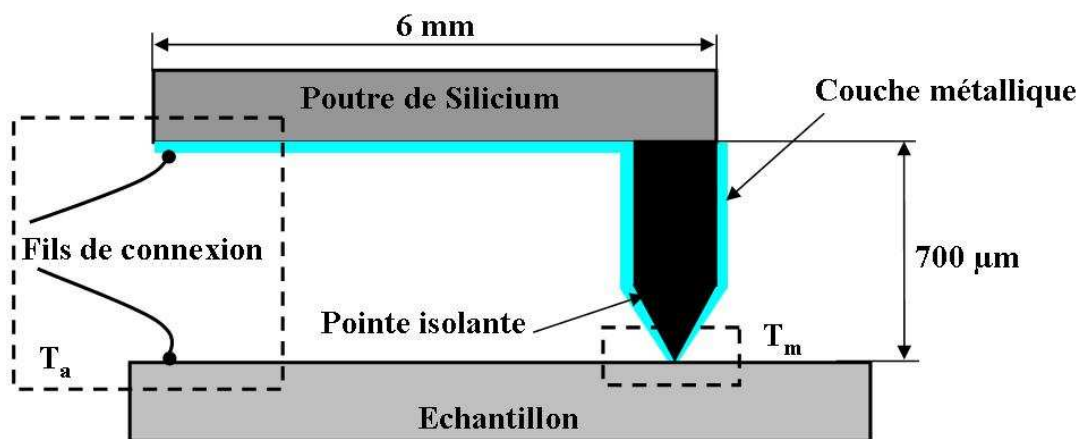


FIGURE 4.19 – Schéma d'une sonde avec un dépôt métallique.

et ainsi optimiser le coefficient Seebeck pour le couple (métal déposé/échantillon).

Cette architecture possède ainsi de nombreux avantages et doit nous fournir des sondes plus performantes que celles avec des pointes en métal massif. Il faut pourtant souligner que leur durée de vie en utilisation est parfois courte. En effet, les couches minces déposées sont fragiles et de très faible épaisseur sur l'extrémité de la pointe et se détériorent rapidement lors du contact. Ainsi, les instabilités de la tension de contact peuvent se révéler rapidement non négligeables.

#### 4.2.4 Les sondes silicium avec dépôt d'aluminium

Les sondes présentées précédemment sont basées sur des couples métal/métal. Leur sensibilité thermique dépend du coefficient Seebeck du couple en contact. Cependant, les valeurs des coefficients Seebeck des métaux massifs vont de quelques  $\mu V/^{\circ}C$  à une cinquantaine de  $\mu V/^{\circ}C$ . De plus, le fait d'utiliser les métaux en couches minces réduit généralement leur coefficient Seebeck. Ainsi, pour les couples métal/métal dont au moins l'un des métaux est sous forme de couche mince, le coefficient Seebeck maximum du couple thermoélectrique créé par contact est de l'ordre de 30 à 40  $\mu V/^{\circ}C$ . Par contre, les coefficients Seebeck des matériaux semi-conducteurs peuvent être beaucoup plus élevés. T. H. Geballe et G. W. Hull [85] ainsi que W. Fulkerson et son équipe [86] ont mesuré les coefficients Seebeck et les résistivités électriques du silicium ainsi que de plusieurs échantillons de silicium dopés. Il apparaît que les valeurs des coefficients Seebeck de ces semi-conducteurs sont de l'ordre de plusieurs centaines de  $\mu V/^{\circ}C$  à 20 $^{\circ}C$  et qu'elles dépendent fortement des éléments dopants et de leur quantité. Ces valeurs élevées de coefficients Seebeck ont donné lieu à des applications dans le domaine des microsystèmes [87] et plus particulièrement dans la mesure de température à l'aide de thermopiles [88]. Plus récemment, d'autres équipes de recherche ont caractérisé et utilisé les propriétés thermoélectriques des couches minces de silicium dopé dans des jonctions thermocouples [89] [90]. Ces nombreuses applications nous incitent à utiliser le silicium pour accroître considérablement la résolution thermique de nos sondes à thermocouple intrinsèque. Afin de mettre en application ce principe, des poutres en silicium avec des pointes à l'extrémité libre sont fabriquées. Le problème qui se présente alors est que le contact électrique entre un semi-conducteur et un métal présente une barrière Schottky et non un contact ohmique de faible résistance indispensable aux mesures de la tension Seebeck. La solution adoptée est de déposer une couche d'aluminium sur l'extrémité de la pointe de silicium et de la faire diffuser par un recuit. Cette opération est régulièrement utilisée au sein du laboratoire pour obtenir des contacts ohmiques sur une surface de silicium. L'aluminium présente une bonne diffusion au sein du silicium pour une température de recuit de l'ordre de 550  $^{\circ}C$ . La figure 4.20 schématise la configuration d'une sonde en silicium avec une couche d'aluminium déposée sur l'extrémité de sa pointe.

La couche d'aluminium sert à créer un contact ohmique lors du contact entre la pointe de silicium et la surface de l'échantillon. Si le dépôt d'Al est réalisé seulement sur l'extrémité de la pointe de silicium, il peut être considéré comme un conducteur intermédiaire et n'intervient pas ou très peu dans la chaîne de mesure de la tension Seebeck. Les figures 4.21 et 4.23 montrent des images MEB (Microscope Electronique à Balayage) de ce type de sonde finalisée.

La figure 4.22 présente les différentes étapes de fabrication par ordre chronologique de

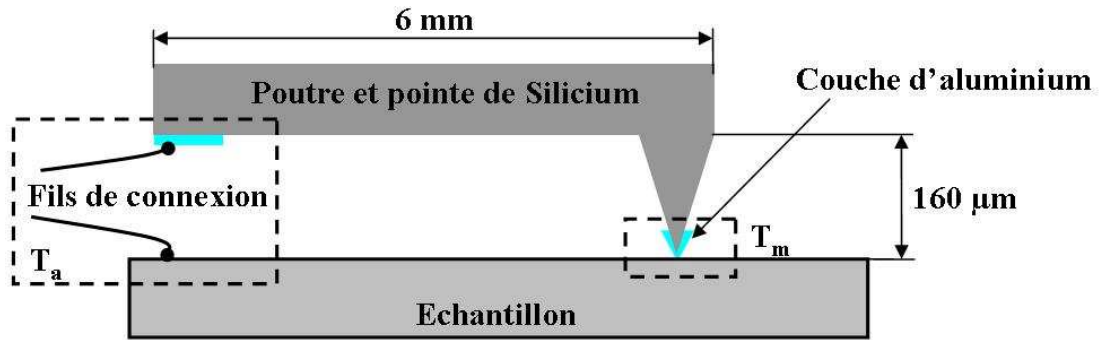


FIGURE 4.20 – Schéma d'une sonde en silicium avec un dépôt d'aluminium à l'extrémité de sa pointe.

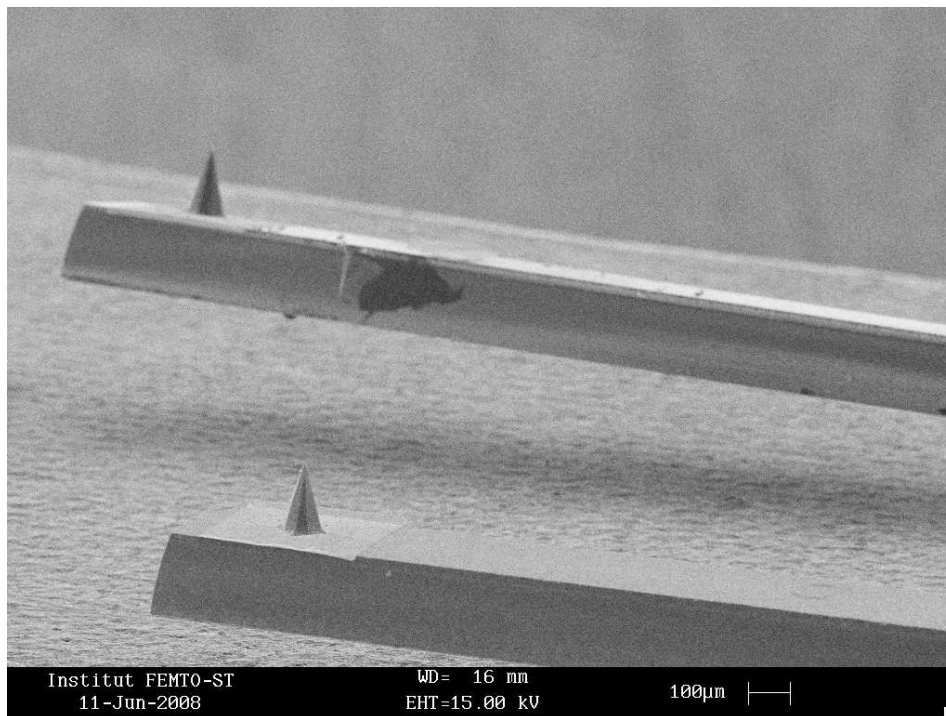
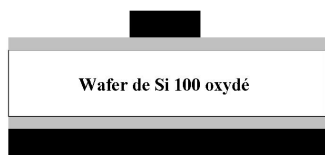


FIGURE 4.21 – Image MEB de deux sondes en silicium avec un dépôt d'aluminium diffusé.

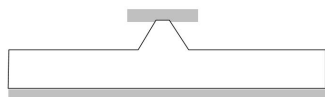
ce type de pointes. La taille de la pointe et celle de la poutre sont liées par le choix de l'épaisseur de départ du wafer. La forme de la pointe est définie par le choix du masque à l'étape 4.22 (a) en tenant compte des principes des vitesses d'attaque anisotrope suivant les orientations du silicium.



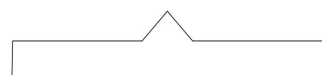
(a) Induction de résine 1813 double-face. Photolithographie des pointes face avant.



(b) Désoxydation humide par bain de HF et strippage de la résine.



(c) Attaque humide anisotrope du Si par KOH jusqu'à formation totale des pointes.



(d) Désoxydation face arrière par bain humide de HF.



(e) Photolithographie inverse pour la couche d'Al, résine AZ 5214.



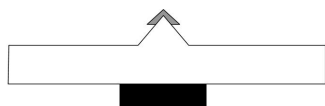
(f) Dépôt d'une couche de  $1 \mu\text{m}$  d'Al par pulvérisation.



(g) Lift-off de la résine.



(h) Recuit de diffusion de l'Al,  $550 \text{ }^\circ\text{C}$  pendant 1h.



(i) Photolithographie des poutre face arrière, résine SPR 220, procédé  $7 \mu\text{m}$  d'épaisseur.



(j) Attaque sèche traversante à flanc droit en DRIE par face arrière.

FIGURE 4.22 – Étapes de fabrication d'une sonde entièrement en silicium.

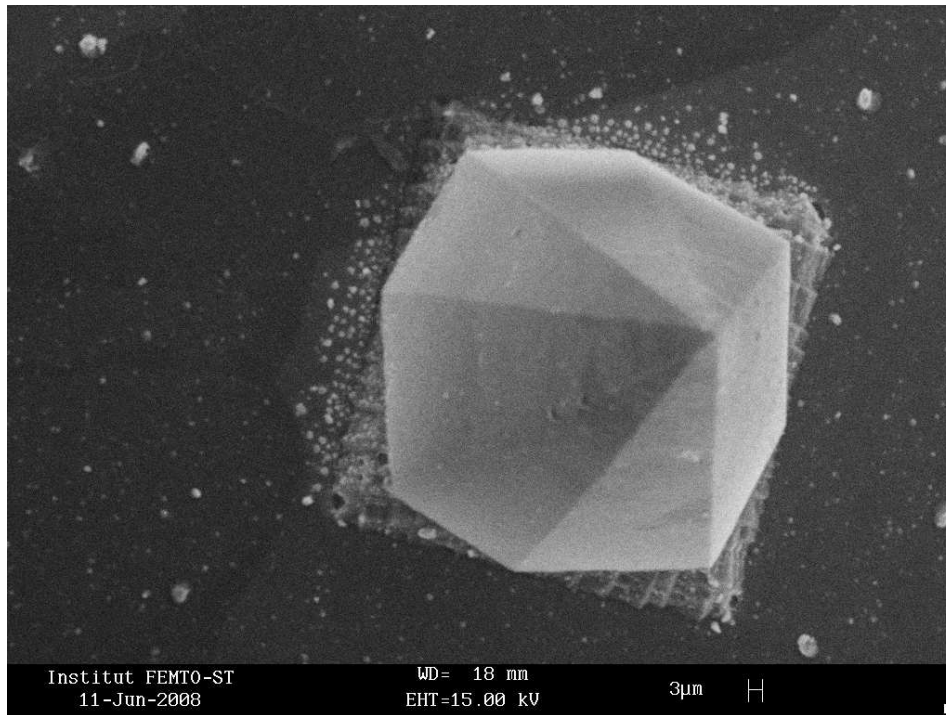


FIGURE 4.23 – Vue de dessus de la pointe en silicium.

#### 4.2.4.1 Les mesures avec une pointe silicium recouverte d'un dépôt d'aluminium

Les mesures présentées ici sont réalisées au centre d'une piste chauffante de  $50\mu\text{m}$  de largeur isolée électriquement par de la silice, celle-ci étant recouverte d'une couche de chrome. Les figures 4.24 et 4.25 montrent respectivement deux mesures de l'évolution de la résistance électrique de contact et de la tension de contact entre la pointe et la couche de chrome en fonction de la flèche pour une température de surface de l'ordre de  $95^\circ\text{C}$ .

La figure 4.24 montre que la résistance de contact varie énormément pour de faibles forces d'appui. Il apparait des sauts de la valeur de la résistance dont l'origine peut provenir du perçage des couches d'oxydes et du phénomène de glissement de l'extrémité de la pointe sur la surface de l'échantillon. D'après ces courbes, le contact semble stable à partir d'une flèche de l'ordre de  $4\mu\text{m}$ . Cette constatation se retrouve sur les courbes donnant la tension de contact, ainsi l'étalonnage du coefficient Seebeck du couple (Si/Cr) est réalisé avec une flèche de  $5\mu\text{m}$ . La figure 4.26 est la courbe d'étalonnage de ce couple. Les points de mesure peuvent être approximés par une droite avec un coefficient de corrélation de 0,99. Ainsi, le coefficient Seebeck pour ce couple (Si/Cr) dans ces conditions de mesure est la pente de la droite d'approximation et vaut  $170\mu\text{V}/^\circ\text{C}$ .



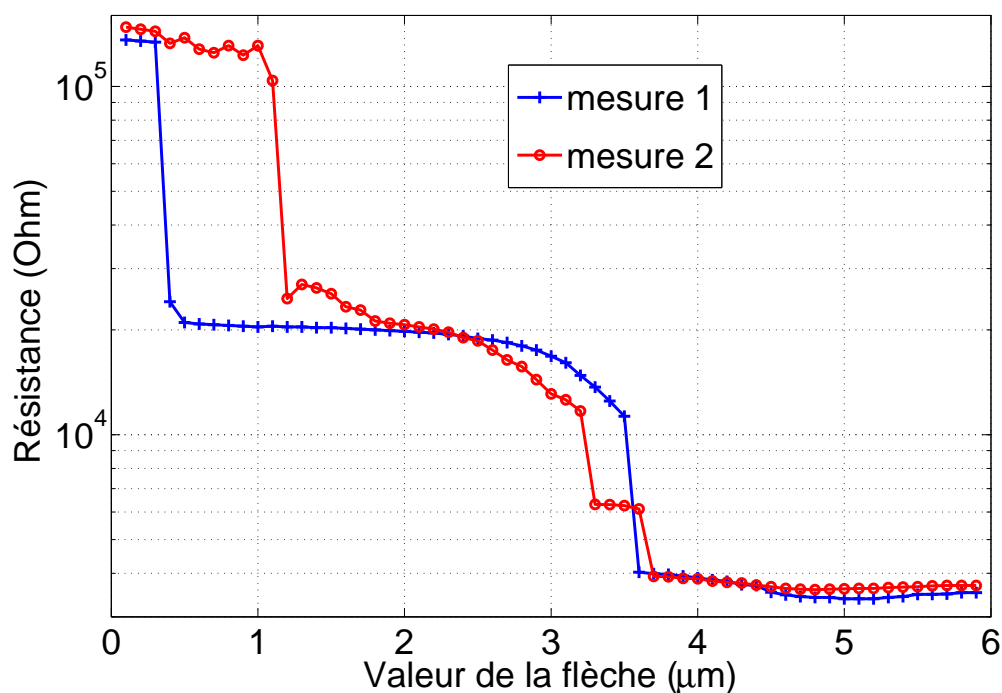


FIGURE 4.24 – Evolution de la résistance électrique entre la sonde et la couche de chrome en fonction de la flèche.

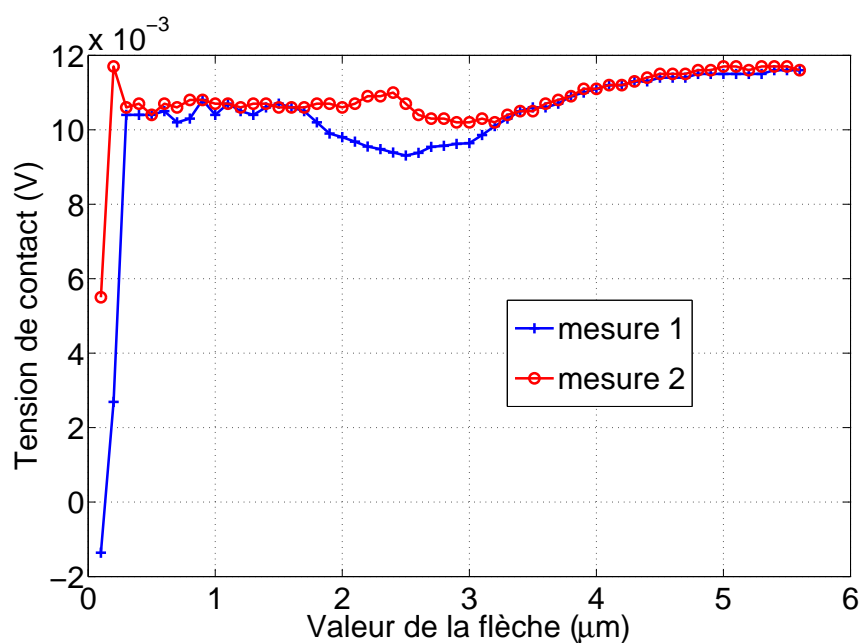


FIGURE 4.25 – Evolution de la tension de contact entre la sonde et la couche de chrome en fonction de la flèche.

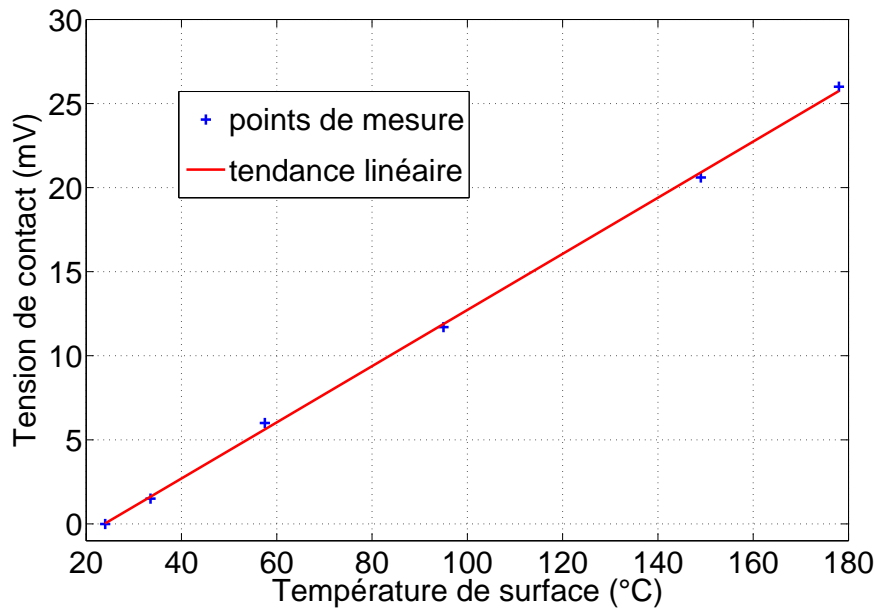


FIGURE 4.26 – Etalonnage du coefficient Seebeck du couple (Si/Cr).

#### 4.2.4.2 Les limitations et avantages des sondes silicium

Le silicium présente une bonne conductivité thermique de l'ordre de  $150 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  [91] à la température ambiante ce qui, comme nous l'avons vu dans le chapitre précédent, augmente l'erreur de mesure. De plus, l'architecture de ces sondes est basée sur une couche mince d'aluminium déposée à l'extrémité de la pointe. Les mesures étant réalisées avec une force d'interaction pouvant être importante, même si la diffusion de cette couche augmente le maintien mécanique du dépôt, le contact électrique se dégrade au fil des mesures. Ces sondes présentent pourtant de nombreux avantages, le premier est d'avoir un coefficient Seebeck élevé (5 à 10 fois supérieur aux sondes précédemment présentées) ce qui se traduit par une meilleure résolution thermique. De plus, leur réalisation se fait entièrement par des procédés de microtechnique et donne ainsi la possibilité d'atteindre des tailles de sondes équivalentes à celles de pointes utilisées en AFM et donc d'atteindre une très bonne résolution spatiale. Puisque toutes les étapes de fabrication sont simples et standards, ces sondes peuvent être produites industriellement.

Les mesures présentées ici sont les toutes premières réalisées avec ces sondes en silicium, il reste encore un travail d'optimisation afin de diminuer les perturbations thermiques de la surface de l'échantillon dues au contact de la sonde. Il serait peut être judicieux de fabriquer une poutre dans un matériau de plus faible conductivité thermique et de déposer

une couche mince de silicium dopé. Une autre étape intéressante sera de tester le comportement électrique de plusieurs types de siliciums dopés à des concentrations diverses afin de trouver le meilleur compromis entre un coefficient Seebeck le plus élevé possible et une conductivité électrique permettant une stabilité du contact électrique. De plus, les étapes de fabrication de ces sondes étant des standards en microtechnique, un travail de miniaturisation pourrait apporter un gain important sur la résolution spatiale et diminuer l'intrusivité de ces sondes.

## 4.3 Les problèmes liés au contact électrique

Les différentes sondes ainsi que leurs mesures associées vues précédemment présentent toutes le même problème concernant la stabilité d'un contact électrique de faible résistance nécessaire à la mesure de la tension Seebeck de la jonction. Nous pouvons émettre quelques hypothèses sur les origines de ce phénomène. La figure 3.15, montre que la surface réelle de contact électrique est très faible devant la zone apparente de contact et dépend de la rugosité des surfaces en vis-à-vis ainsi que de la force d'interaction. La propreté des surfaces ainsi que la couche interstitielle peut alors jouer un rôle dans la valeur de la résistance électrique de contact si des impuretés sont logées entre les surfaces. Il faut aussi noter que le contrôle de la force d'interaction se fait à l'aide d'une poutre en flexion. Cette flexion induit une rotation de l'extrémité de la pointe et provoque des micro-glissements de la zone de contact qui dépendent de l'adhérence des matériaux en contact et du moment cinétique du mouvement. Ces glissements peuvent jouer un rôle non négligeable dans la variation de la résistance de contact et de la tension associée. Il serait intéressant de tester la mesure intrinsèque avec des leviers innovants développés au sein de l'équipe par J. Le Rouzic dont la rotation à l'extrémité de la pointe est négligeable. Enfin, l'une des raisons principales de la variation de la valeur de la résistance de contact est la présence de couches d'oxydes à la surface de la pointe et de l'échantillon. Ces oxydes sont généralement de très mauvais conducteurs électriques et l'obtention d'un bon contact électrique ne peut se faire sans le perçage de celles-ci. Il faut ajouter à cela, dans le cas des couches minces, que l'interaction mécanique des surfaces dégrade le dépôt et peut provoquer des fissures voire des arrachements très néfastes au contact électrique.

D'après les constatations précédentes, des mesures de résistances de contact sont réalisées entre les différentes sondes et une couche d'or dont la résistivité est très faible et la couche d'oxyde négligeable. Malgré une valeur de la résistance de contact généralement plus faible lors des mesures effectuées à l'aide de sondes neuves, les mêmes constatations sur la dégradation du contact électrique au cours du temps et du nombre de mesures sont apparues. Ce résultat implique que le problème vient majoritairement de la conduction

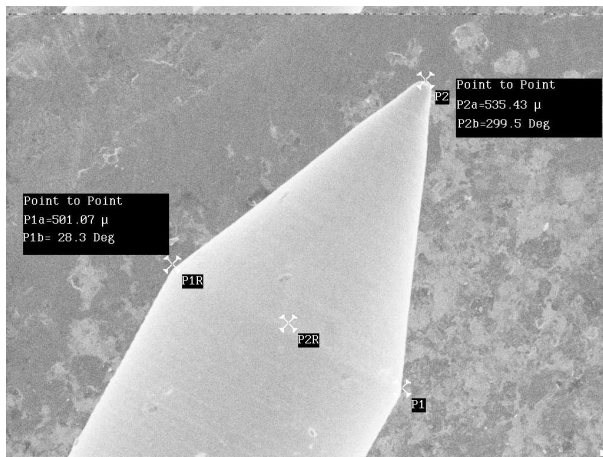
électrique de l'extrémité des sondes ou bien de leur mise en oeuvre sur une poutre en flexion. Il est admis que la stabilité résistive d'un contact électrique ne peut s'obtenir sans une force de contact suffisante. A titre d'essai, des mesures de la résistance de contact et de la tension associée sont réalisées à l'aide d'une pointe de touche rétractable pour la mesure électrique (commercialisée par la société Harwin). La figure 4.27 montre une photographie de l'une de ces pointes.

Ces pointes sont constituées d'un cylindre dans lequel est inséré un ressort sur lequel

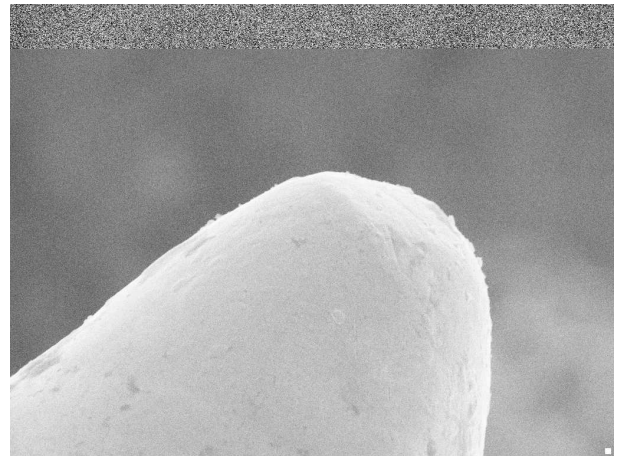


FIGURE 4.27 – Photographie d'une pointe de touche rétractable.

vient s'appuyer la tige terminale. Cette tige est une barre de  $500\ \mu\text{m}$  de diamètre constituée d'un alliage de cuivre et de beryllium recouvert d'une couche de finition en rhodium sur une couche de nickel durcie. La figure 4.28 montre des images réalisées au MEB du cône terminal et de son extrémité. L'étalonnage des caractéristiques (effort/déplacement)



(a) Cône d'une pointe rétractable.



(b) L'extrémité du cône est une demi-sphère de  $25\ \mu\text{m}$  de rayon.

FIGURE 4.28 – Image au MEB de la pointe d'une sonde rétractable.

est effectué par un dispositif de mesure de traction/compression. Cet étalonnage montre que ces pointes présentent des instabilités de la force de contact pour des déplacements inférieurs à  $1\ \mu\text{m}$ . Une fois ce déplacement dépassé, le ressort de ces pointes présente une précharge de l'ordre de  $120\ \text{mN}$  et une raideur de l'ordre de  $250\ \mu\text{N}/\mu\text{m}$ . Ainsi, les caractéristiques dimensionnelles et de raideur sont proches de celles des sondes précédemment présentées, en revanche, la force de contact est à peu près 120 fois plus importante. Ainsi, les mesures réalisées avec ce type de sonde ne sont pas comparables en terme de force

d'interaction à celles effectuées auparavant.

La figure 4.29 montre l'évolution de la résistance de contact entre une pointe et une couche de chrome en fonction de la distance d'appui pour différentes températures.

Cette figure montre une relative stabilité de la résistance de contact pour un déplace-

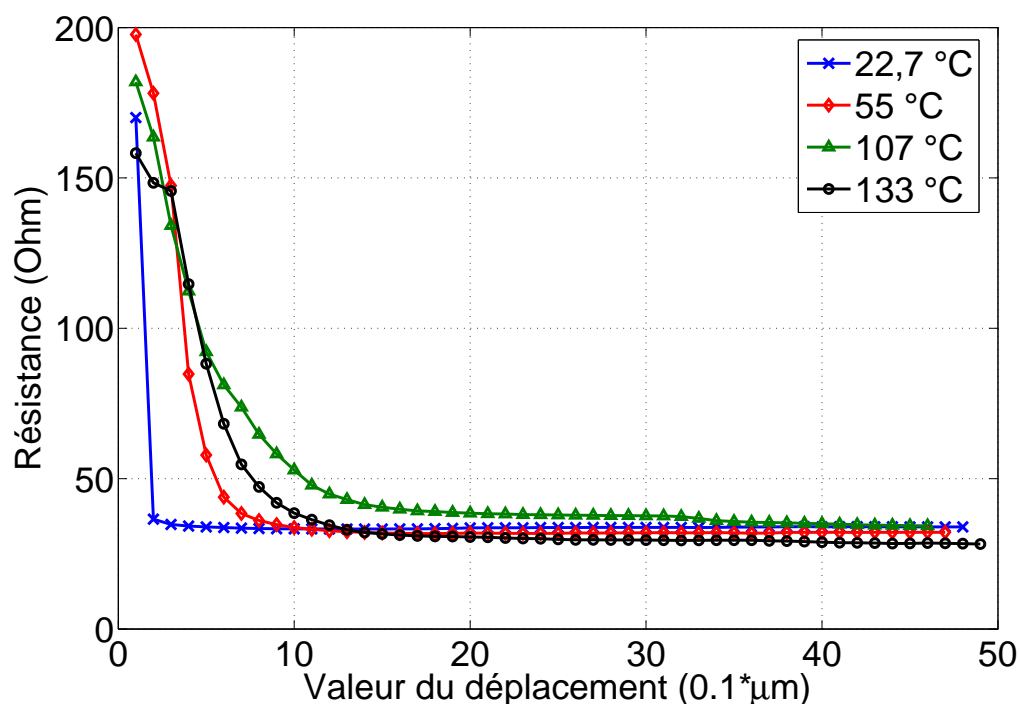


FIGURE 4.29 – Evolution de la résistance de contact entre une pointe et une couche de Cr en fonction du déplacement pour différentes températures.

ment supérieur à  $2 \mu\text{m}$ . La température ne semble pas affecter sensiblement la valeur de la résistance de contact. La courbe 4.30 explicite l'étalonnage du coefficient Seebeck de la jonction créée par le contact entre la pointe rétractable et la couche de Cr.

La figure 4.30 montre que les points de mesure s'approximent par une tendance linéaire avec un coefficient de corrélation de 0.999. Ainsi le coefficient Seebeck du contact entre la pointe rétractable et la couche de Cr vaut  $-8.2 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ . En s'appuyant sur les mesures réalisées afin de vérifier le comportement d'un thermocouple intrinsèque (voir la figure 4.4) donnant un coefficient Seebeck de la couche de Cr de l'ordre de  $3 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ , nous déduisons que le coefficient Seebeck de la pointe est de l'ordre de  $-5 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ . Ce coefficient est faible et limite la résolution thermique de ce type de mesure. La figure 4.31 trace l'évolution de la température calculée à partir de la tension mesurée en fonction de la distance d'appui pour plusieurs températures de contact.

Nous pouvons voir sur la figure 4.31 qu'il est possible d'obtenir la température de surface à partir de la tension mesurée. La valeur de la température présente tout de même des

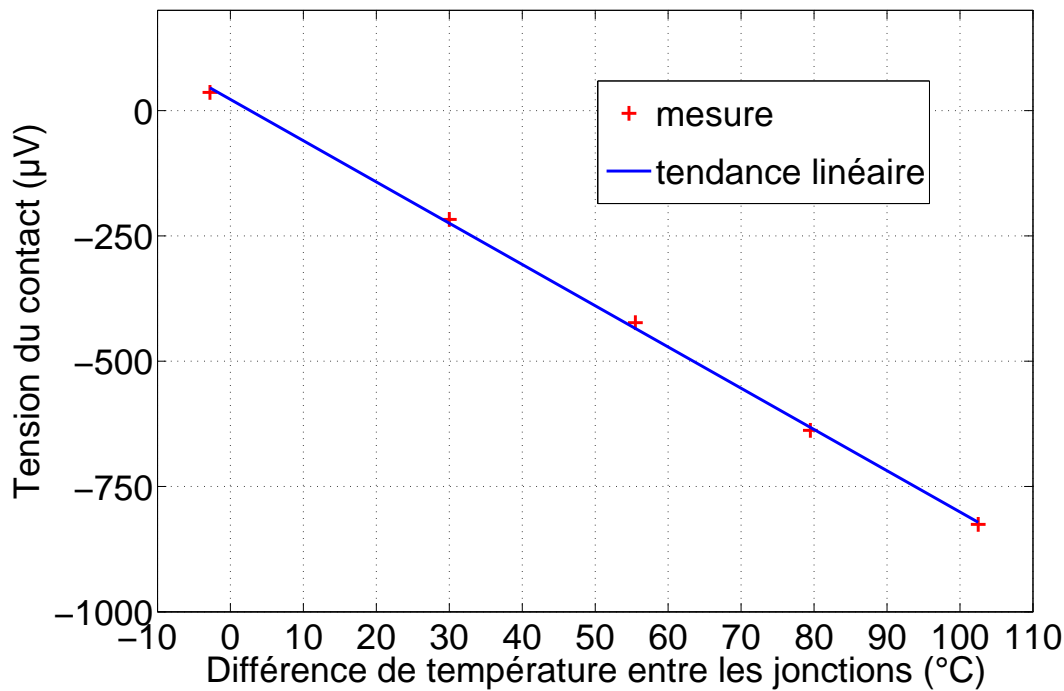


FIGURE 4.30 – Courbe d'étalonnage du coefficient Seebeck du couple (pointe rétractable/Cr).

variations maximum de l'ordre de 8 % lors du déplacement vertical de 5  $\mu\text{m}$ . Ces mesures réalisées avec une force d'appui de l'ordre de 120 mN démontrent qu'il est possible d'obtenir, avec ces pointes particulières, un contact ohmique relativement stable. Malgré cette stabilité de la résistance de contact, des perturbations dans la mesure de la tension persistent et limitent la précision de la mesure. De plus, la valeur élevée de la force d'interaction comparée aux forces couramment utilisées pour des mesures à sondes locales fait intervenir de nouveaux problèmes comme la détérioration de la surface de l'échantillon et celle de la pointe. La figure 4.32 présente des images capturées au MEB de l'extrémité d'une pointe rétractable avant et après une série de mesure. La dégradation des couches de finition due à la répétition des contacts mécaniques est flagrante. Il faut ajouter à cela qu'une force d'interaction élevée implique une plus grande perturbation thermique. Le paragraphe suivant décrit plus en détails les perturbations thermiques engendrées par une mesure par sonde locale en contact.

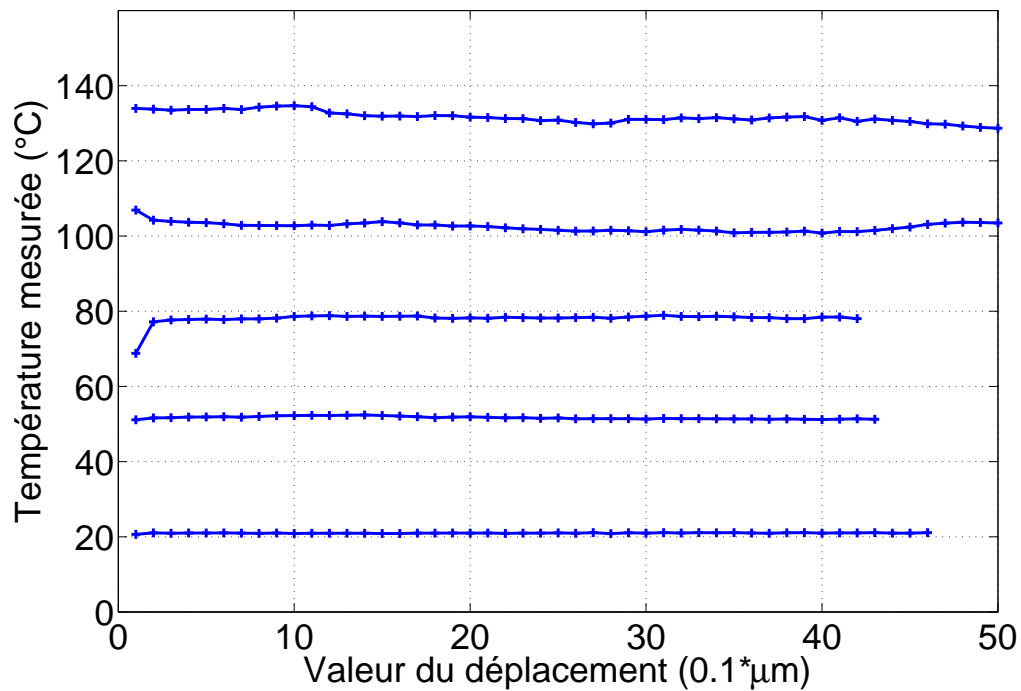
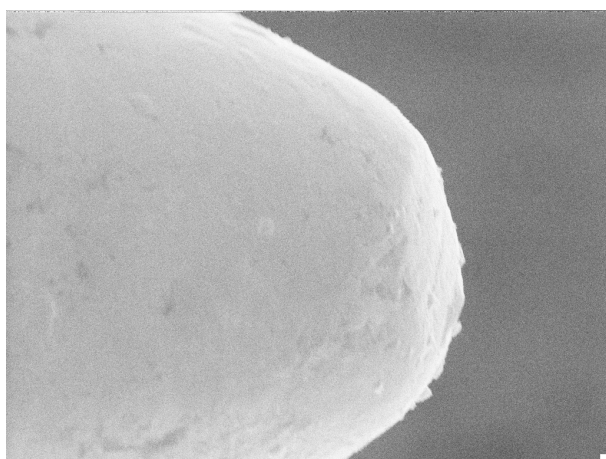
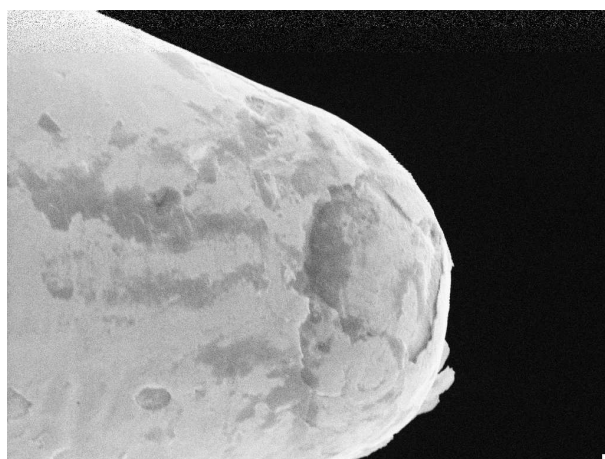


FIGURE 4.31 – Evolution de la température de contact entre une pointe rétractable et une couche de Cr en fonction du déplacement pour différentes valeurs de la température.



(a) Extrémité de la pointe neuve.



(b) Extrémité de la pointe après une série de mesure.

FIGURE 4.32 – Image au MEB de l'extrémité d'une pointe d'une sonde rétractable.

## 4.4 Perturbations thermiques

### 4.4.1 Introduction

L'état de l'art sur la mesure thermique nous montre que les méthodes de mesure de température peuvent être classées suivant deux principes : les méthodes en champ lointain et celles fonctionnant en champ proche. Ces deux principes diffèrent radicalement du point de vue des interactions entre l'élément mesurant et l'échantillon à mesurer. Pour les méthodes à longue distance, il n'y a aucune interaction thermique ou s'il y en a, elles sont considérées comme négligeables entre l'échantillon et le capteur. Dans le cas des mesures en champ proche comme pour les méthodes en contact, il existe des échanges thermiques pouvant affecter considérablement la valeur de la température mesurée [64] [65] [66]. La figure 4.33 montre les différents échanges thermiques entre une sonde en contact avec un échantillon.

Ces échanges thermiques reposent sur différents principes d'interaction :

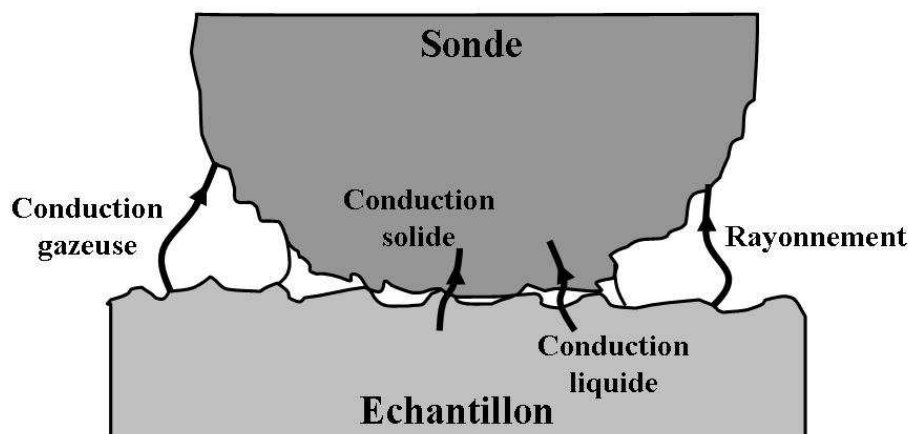


FIGURE 4.33 – Les différents modes de transfert thermique entre une sonde en contact avec un échantillon.

- échanges solide/solide :

Une partie du flux thermique est transmise par le contact mécanique entre la pointe et l'échantillon.

- échanges radiatifs :

L'échantillon émet un flux radiatif dont l'intensité dépend de sa température et de son coefficient d'émission. Une partie du flux émis est absorbée par la sonde.

- échanges par conduction gazeuse et convection :

L'air ambiant est chauffé par l'échantillon et transmet ainsi un flux thermique de l'échantillon à la sonde.



- échanges par conduction dûs au ménisque :  
le contact entre la sonde et l'échantillon n'est pas parfait, il y a une couche liquide intersticielle généralement composée d'eau et d'impuretés de surfaces. Ce ménisque transmet ainsi un flux thermique entre la pointe et l'échantillon. Toutefois, ce ménisque composé en grande partie d'eau s'évapore pour des températures supérieures à 100 °C.

Ainsi les méthodes en champ lointain sont généralement considérées comme plus précises parce que la valeur de la température qu'elles mesurent n'est pas affectée par l'action de mesurer. En revanche, elles souffrent d'une limitation en résolution spatiale induite par la propagation de l'information de température de l'échantillon à l'élément mesurant. Dans le cas des méthodes en champ proche, la résolution spatiale n'est pas limitée par la propagation de l'onde informative et peut ainsi être meilleure mais la proximité de la sonde de mesure avec l'échantillon diminue le caractère non-intrusif de la mesure. Les échanges thermiques entre la sonde de mesure et la surface de l'échantillon perturbent le champ de température de la zone mesurée. Ainsi les valeurs données par une sonde de mesure locale sont affectées par sa présence et ne correspondent pas aux vraies valeurs qu'aurait la température sans cette sonde. Pour obtenir la valeur réelle de la température, il faut connaître le comportement de l'erreur et rectifier chacune des mesures. L'étalonnage de cette erreur n'est pas simple, les interactions thermiques entre la sonde et l'échantillon dépendent de nombreux paramètres. Parmi ces paramètres, il y a la géométrie de la sonde ainsi que celle de l'échantillon, le comportement thermique des matériaux de chaque constituant, leurs interactions mécaniques, etc... Cette dépendance multi-paramètres de l'erreur de mesure fait qu'il est très difficile de la modéliser fidèlement par une loi de comportement. Les mesures obtenues sont donc entachées d'erreurs que nous ne connaissons pas et qui pénalisent la précision des méthodes par sondes locales. Ces erreurs étant intrinsèques à la méthode même de mesure, il est impossible de les supprimer mais nous pouvons essayer de les quantifier par un étalonnage.

Pour cela, il faut utiliser un second système de mesure de température mesurant les variations du champ de température de l'échantillon dûes à l'approche de la sonde de mesure locale. Pour ne pas ajouter des perturbations supplémentaires, la seconde méthode de mesure doit être une méthode en champ lointain. La méthode que nous avons choisie est la mesure radiative par caméra dans le visible et le proche infra-rouge, celle-ci a été développée au sein de notre équipe par D. Teyssieux ces dernières années [10] [11]. La suite de ce chapitre présente en premier lieu la méthode de mesure par caméra, nous nous intéressons ensuite au montage expérimental mis en place pour mesurer les perturbations engendrées par la sonde locale. Enfin nous montrons des résultats obtenus pour une sonde à pointe massive.

## 4.4.2 La mesure thermique par caméra [92]

L'effet thermoradiatif trouve son origine dans le fait que tout corps à une température supérieure à 0 Kelvin (zéro absolu) émet un rayonnement électromagnétique appelé rayonnement thermique.

### 4.4.2.1 La loi de Planck

Ce processus statistique est décrit par la loi de Planck qui donne la distribution spectrale d'énergie rayonnée en fonction de la température absolue du corps  $T$  et de la longueur d'onde  $\lambda$  :

$$\frac{dE_r(\lambda, T)}{d\lambda} = \frac{8\pi h_P c \lambda^{-5}}{\exp\left(\frac{h_P c}{k_B T \lambda}\right) - 1} \quad [\text{J}, \text{m}^{-4}] \quad (4.1)$$

La loi de Planck est définie à l'équilibre thermodynamique, les différentes constantes sont :

- $h_P = 6,6256 \cdot 10^{-34}$  [J.s] : constante de Planck
- $k_B = 1,3805 \cdot 10^{-23}$  [J.K<sup>-1</sup>] : constante de Boltzmann
- $c = 2,9979 \cdot 10^8$  [m.s<sup>-1</sup>] : vitesse de la lumière dans le vide

La thermographie utilise la notion de corps noir, qui est défini comme la capacité d'un objet à absorber totalement tout rayonnement incident quelle que soit la longueur d'onde. Ainsi, l'émittance spectrale du corps noir  $W^\circ(\lambda, T)$  correspond à la puissance rayonnée dans le demi-espace par unité de surface et par unité de longueur d'onde pour un radiateur parfait (loi de Kirchhoff). Le rayonnement d'un corps noir ne dépend que de sa température et est indépendant de la direction d'émission :

$$P^\circ(\lambda, T) = \frac{2\pi h_P c^2 \lambda^{-5}}{\exp\left(\frac{h_P c}{k_B T \lambda}\right) - 1} \quad [\text{W}, \text{m}^{-3}] \quad (4.2)$$

Il peut être parfois plus commode d'exprimer l'émittance photonique définie dans le demi-espace par :

$$W^\circ(\lambda, T) = \frac{2\pi h_P c \lambda^{-4}}{\exp\left(\frac{h_P c}{k_B T \lambda}\right) - 1} \quad [\text{Photon}, \text{s}^{-1}, \text{m}^{-3}] \quad (4.3)$$

La figure 4.34 donne l'émittance spectrale d'un corps noir à différentes températures comprises entre 373 K et 973 K sur une bande spectrale de 0.1 à 10  $\mu\text{m}$ . L'émittance monochromatique d'un corps noir ne dépend que de sa température et de la longueur d'onde, on en déduit ainsi un certain nombre de propriétés générales (présentées ci-dessous).

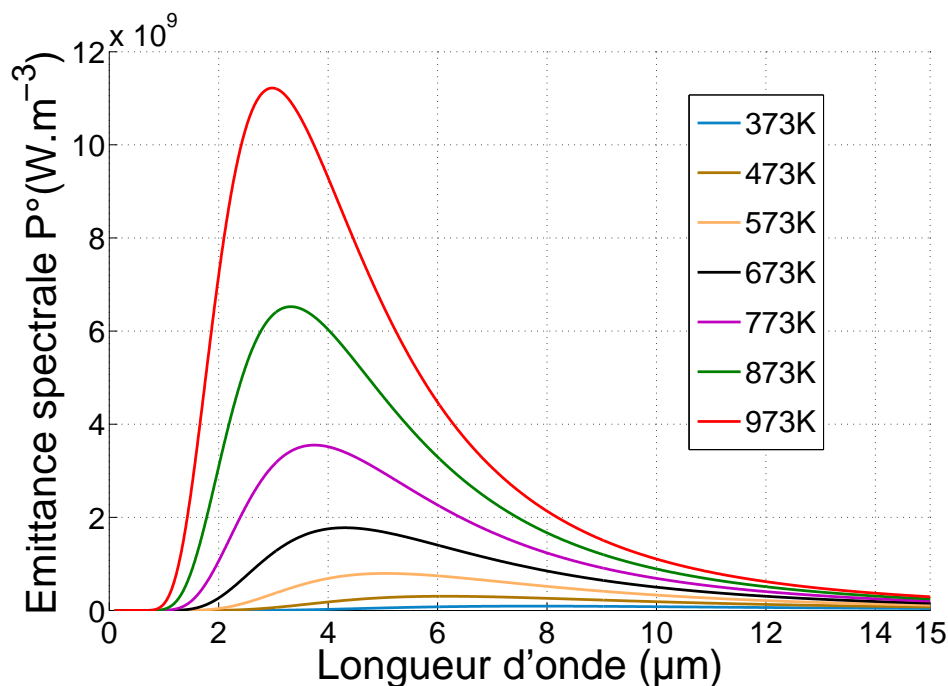


FIGURE 4.34 – Émittance spectrale du corps noir à différentes températures.

#### 4.4.2.2 La loi de Stefan-Boltzman

Il est possible d'obtenir la puissance totale rayonnée sur l'ensemble du spectre par intégration de l'équation 4.2 sur toutes les longueurs d'onde :

$$W_t(T) = \int_{\lambda=0}^{\lambda=\infty} W^\circ(\lambda, T) d\lambda = \frac{2\pi^5 k_B^4}{15h_P^3 c^2} T^4 = \sigma_{SB} T^4 \quad [\text{W}, \text{m}^{-2}] \quad (4.4)$$

Avec  $\sigma_{SB} = 5,6704 \cdot 10^{-8} \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-4}$  la constante de Stefan. L'équation 4.4, connue sous le nom de loi de Stefan-Boltzmann, montre que la puissance totale rayonnée par un corps noir est proportionnelle à la puissance 4 de la température. Le comportement extrêmement non-linéaire de cette loi donne lieu à des variations sensibles de l'émittance pour des variations très faibles de température.

#### 4.4.2.3 La loi de déplacement de Wien

On peut observer, d'après la figure 4.34, que la longueur d'onde à laquelle correspond une émittance maximale diminue quand la température augmente. La position de ce maximum peut être calculée en dérivant l'équation 4.2 par rapport à la longueur d'onde. On

obtient ainsi la loi de Wien donnée par la relation :

$$\lambda_m T = 2898 \quad [\mu\text{m},\text{K}] \quad (4.5)$$

Où  $\lambda_m$  représente la longueur d'onde d'émission maximale exprimée en  $\mu\text{m}$ .

#### 4.4.3 Les différents types de radiateurs

Une surface réelle n'a en général pas le comportement d'un corps noir, aussi les précédentes lois ne peuvent être appliquées que sous réserve d'un certain nombre de corrections. Les surfaces réelles n'absorbent qu'une partie  $A$  du rayonnement incident, ne réfléchissent qu'une partie  $R$  et ne transmettent que la partie  $T$ . En outre ces facteurs sont sélectifs,  $A(\lambda)$ ,  $R(\lambda)$  et  $T(\lambda)$  dépendent de la longueur d'onde. Lorsque l'équilibre thermodynamique est satisfait, par conservation, l'énergie restituée au milieu extérieur par rayonnement, réflexion ou transmission, doit être égale à l'énergie emmagasinée par absorption. L'introduction d'un terme d'émission  $\epsilon(\lambda)$  permet de compenser le terme d'absorption  $A(\lambda)$ , il vient  $\epsilon(\lambda) = A(\lambda)$ . Le principe de conservation de l'énergie donne :

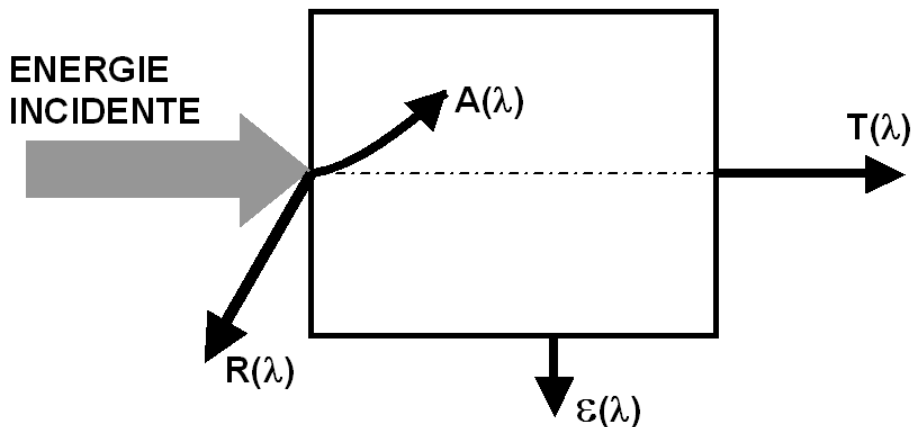


FIGURE 4.35 – modèle d'un radiateur soumis à une énergie incidente

$$\epsilon(\lambda) + R(\lambda) + T(\lambda) = 1 \quad (4.6)$$

Certains matériaux présentent des valeurs particulières de ces coefficients :

- Corps opaques :  $T(\lambda) = 0$  et  $\epsilon(\lambda) + R(\lambda) = 1$
- Corps brillants :  $R(\lambda)$  grand et  $\epsilon(\lambda)$  presque nul
- Corps noir :  $\epsilon(\lambda) = 1$ ,  $R(\lambda) = 0$  et  $T(\lambda) = 0$

– Corps gris :  $\epsilon(\lambda) = C^{st}$  et  $R(\lambda) = C^{st}$

#### 4.4.3.1 Etalonnage du système

L'étalonnage va consister à déterminer un niveau de gris relatif à une température. Ce calibrage permet de prendre en compte le système dans sa globalité (optique et caméra). L'objectif est d'étalonner l'ensemble du système, afin, lors des mesures sur dispositifs, de conserver les mêmes caractéristiques que lors de l'étalonnage (notamment le même objectif). Les dimensions d'un corps noir traditionnel ne sont en aucun cas compatibles avec le champ et la distance de travail d'un objectif de microscope. Notre procédure va donc consister à utiliser un thermocouple.

La méthode d'étalonnage se compose de trois étapes, qui sont :

1. Mesure de l'émissivité du matériau utilisé.
2. Mesures simultanées de la température et du niveau de gris.
3. Extraction d'une courbe d'étalonnage.

Le dispositif d'étalonnage consiste en un dépôt de chrome uniforme sur un wafer de silicium. L'épaisseur du dépôt est de 500 nm. Le thermocouple utilisé est un thermocouple de 250  $\mu\text{m}$  de diamètre de type K. La source de chaleur est obtenue par un cube de cuivre de 3 cm de côté dans lequel est insérée une résistance électrique. L'utilisation d'une source de chaleur fortement inertielle est volontaire et permet de minimiser la perturbation du contact thermocouple/chrome. Le schéma du dispositif est donné figure 4.36. La

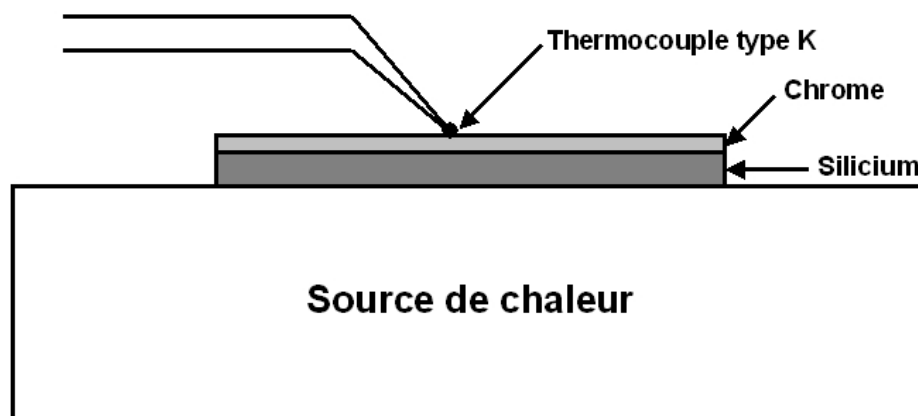


FIGURE 4.36 – Schéma de principe du dispositif de calibration (le schéma n'est pas à l'échelle).

mesure d'émissivité est effectuée avec un spectromètre Perkin Elmer, lambda 900 à température ambiante. La figure 4.37 représente la courbe d'émittance spectrale (incidence normale) du dépôt de chrome. On peut ainsi déterminer les points d'équivalence niveau

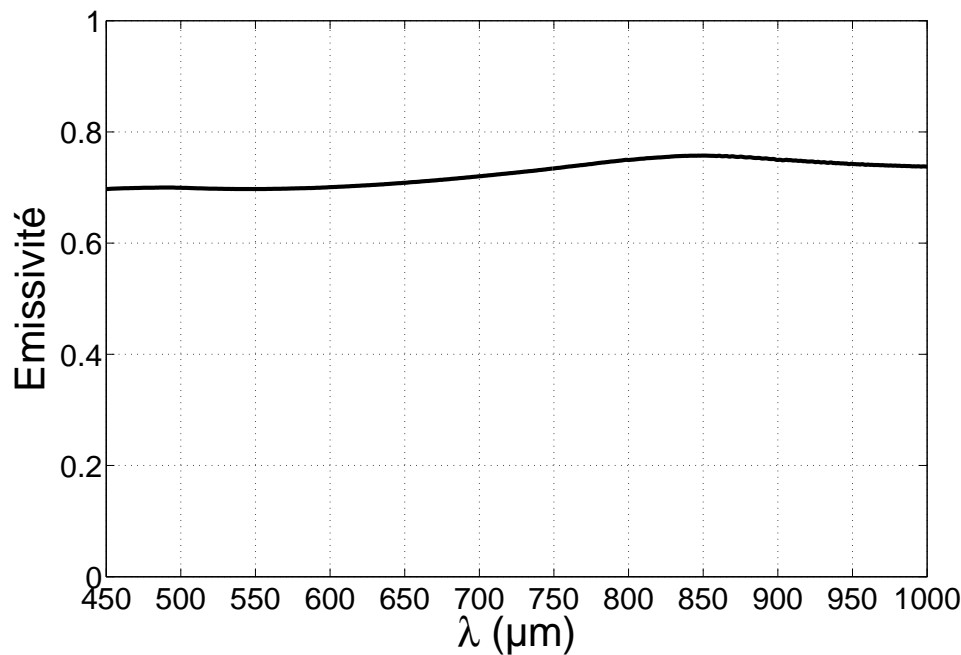


FIGURE 4.37 – Courbe d’émittance spectrale (incidence normale) du dépôt de chrome à température ambiante.

de gris/température (figure 4.38). Puis en recoupant l’équation du flux collecté avec les points de mesure on peut déterminer la valeur de la constante d’étalonnage  $C_{et}$  :

$$M_s = C_{et} 2\Omega\pi c\epsilon \int_{\lambda_1}^{\lambda_2} \frac{d\lambda}{\lambda^4 \left[ \exp\left(\frac{hc}{\lambda kT}\right) - 1 \right]} \quad (4.7)$$

Le fait que les points de mesure recourent le modèle indique que celui-ci est valide. En outre la méthode d’étalonnage n’est pas parfaite puisqu’elle souffre de la méconnaissance de la perturbation locale liée au contact du thermocouple avec la surface (provoquant une erreur systématique difficile à évaluer).

#### 4.4.4 Le dispositif expérimental de mesure des perturbations

Nous souhaitons estimer les perturbations thermiques subies par un échantillon lorsque nous mesurons cette température avec une sonde locale particulière. L’idée est de mesurer ces perturbations en utilisant le système non perturbatif de mesure par caméra en face arrière pendant l’approche de la sonde locale en face avant. La figure 4.39 explicite le montage expérimental de cette expérience. L’échantillon utilisé est un wafer de pyrex sur lequel sont simplement déposées des pistes de chrome de 5 μm à 100 μm dont la forme a été présentée dans un chapitre précédent. Cet échantillon ne suit pas le procédé de fabrica-

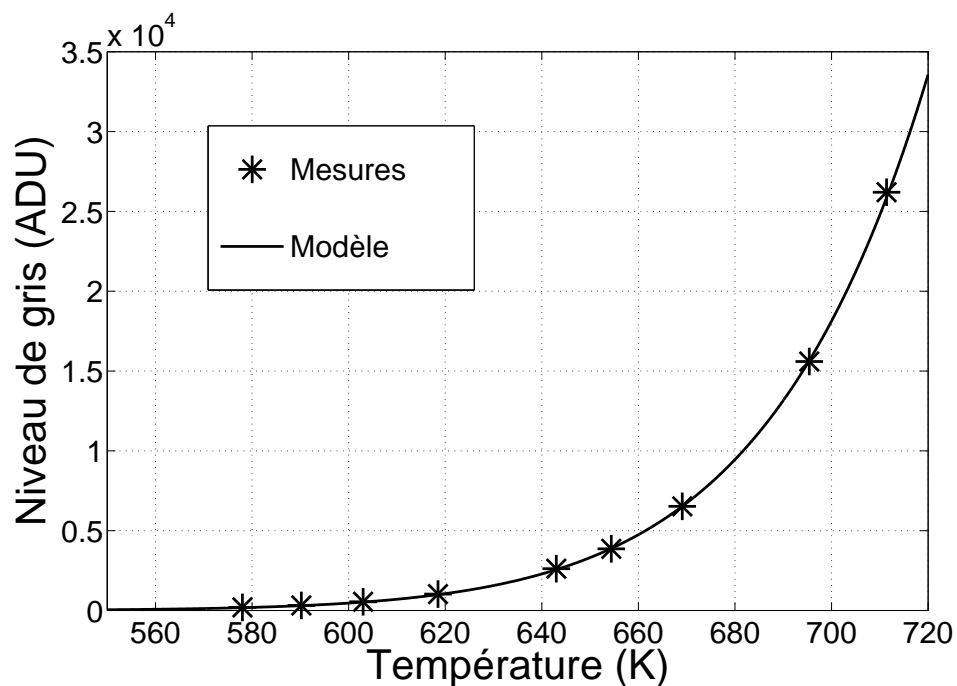


FIGURE 4.38 – Courbe d'étalonnage.

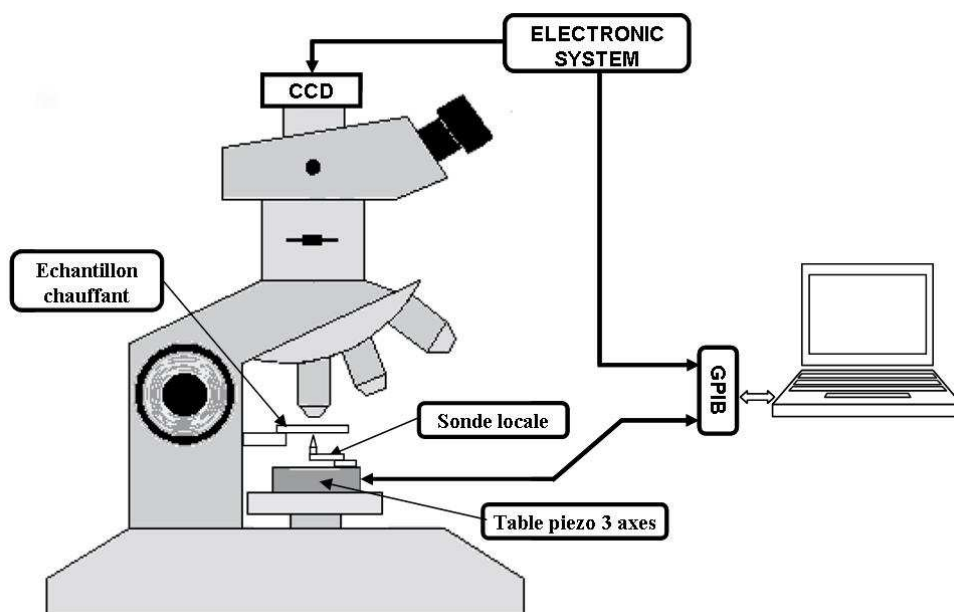


FIGURE 4.39 – Schématisation du dispositif de mesure par caméra des perturbations engendrées par une sonde locale.

tion décrit précédemment pour une raison de température maximum. En effet, la mesure par caméra n'est possible précisément que pour des températures de surface supérieures à 300 °C et les échantillons recouverts d'une couche d'isolation électrique de silice se dé-

truisent avant d'atteindre cette température. Nous avons donc choisi comme échantillon une simple piste sans isolation thermique. Le support des échantillons est en pyrex, la figure 4.40 montre le spectre en transmission du pyrex, il est important de remarquer que celui-ci est transparent à 90 % aux longueurs d'ondes utilisées pour la mesure par caméra. Cette propriété de transparence nous permet de réaliser des mesures radiatives au travers du pyrex.

Le système par caméra mesure donc la température de la piste de chrome chauffée

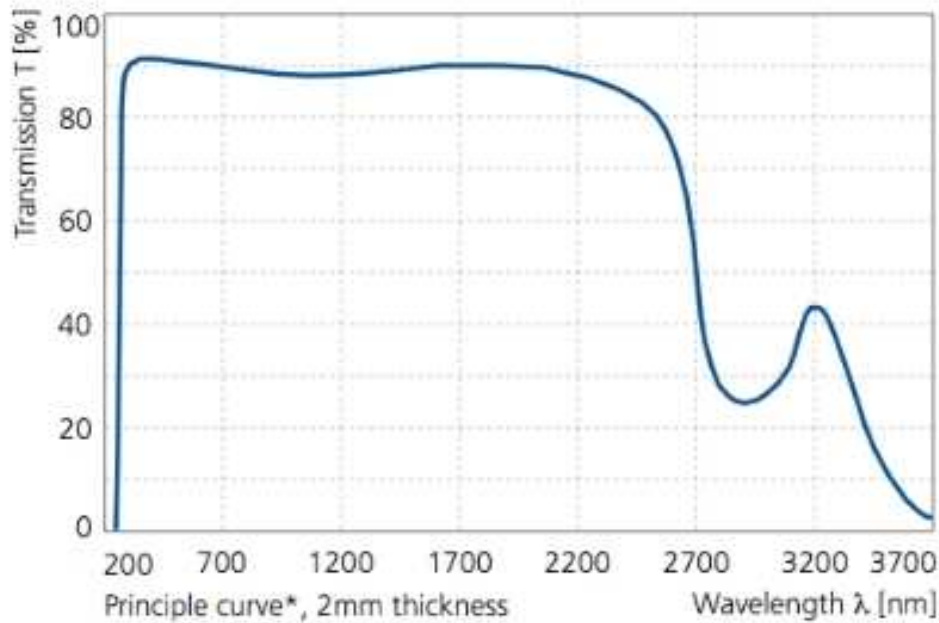


FIGURE 4.40 – Spectre en transmission du pyrex.

par effet Joule. Cette température correspond à la température de la piste à l'interface chrome/pyrex et non à l'interface chrome/air correspondant au contact par sonde locale. Cependant, l'épaisseur de la piste de chrome étant de 150 nm, le gradient thermique est faible sur cette épaisseur et nous considérons en première approximation que la température mesurée est la même que celle de l'interface chrome/air. La figure 4.41 explicite cette configuration de mesure.

La position de l'échantillon est contrôlée par trois tables de déplacements micrométriques. Il est centré sur l'axe optique du microscope et est réglé à la distance focale de l'objectif. La sonde de mesure locale est quant à elle montée sur une table piézoélectrique 3 axes PI F603 dont la course de chaque axe est de 3 mm avec une résolution de 100 nm en mode normale et 10 nm en mode zoom. Les déplacements de cette table sont commandés par liaison GPIB. L'échantillon est alimenté sous tension continue. Les sondes utilisées dans le cadre de ces mesures sont conductrices électriques, cette propriété est utilisée pour déceler



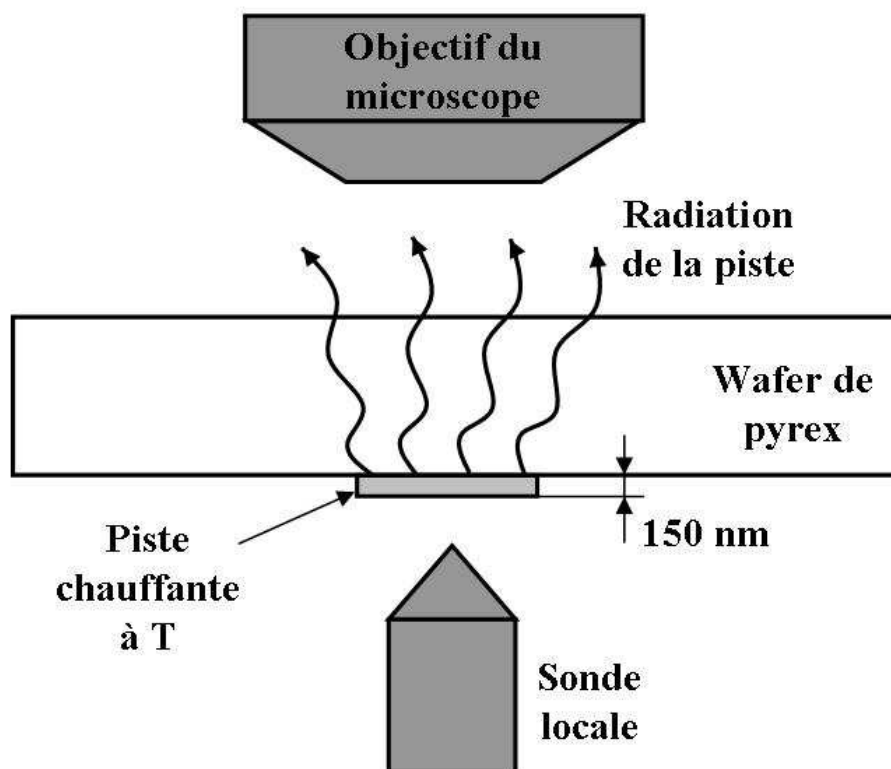


FIGURE 4.41 – Mesure de la température de surface par caméra au travers du pyrex.

le point de contact entre la sonde et la piste chauffante. Un voltmètre de grande impédance est inséré entre la sonde et l'une des bornes de la piste. Le contact est identifié lorsque le voltmètre indique une tension correspondant à une partie de la tension d'alimentation de la piste chauffante. La résistance interne du voltmètre est supérieure à  $10\text{ M}\Omega$ , elle est donc bien supérieure à la centaine d'ohms de la résistance de la piste chauffante, nous considérons ainsi que la mesure de tension ne perturbe pas électriquement le circuit de chauffage.

#### 4.4.5 Les perturbations d'une pointe de constantan sur une piste de $25\ \mu\text{m}$

Les mesures sont réalisées sur une piste de chrome de  $25\ \mu\text{m}$  de largeur. La résistance de cette piste à  $25\ ^\circ\text{C}$  est de  $480\ \Omega$ . Elle est alimentée sous une tension continue de  $15\ \text{V}$ . La sonde de mesure est une pointe de constantan usinée électro-chimiquement collée sur une poutre de silicium, ce type de sonde est présenté au début de ce chapitre. La figure 4.42 est une photographie de cette sonde. La longueur de la pointe est de  $1\ \text{mm}$ , son rayon terminal est de l'ordre de  $25\ \mu\text{m}$ .

L'extrémité de la pointe de constantan est positionnée au centre de la piste chauffante.

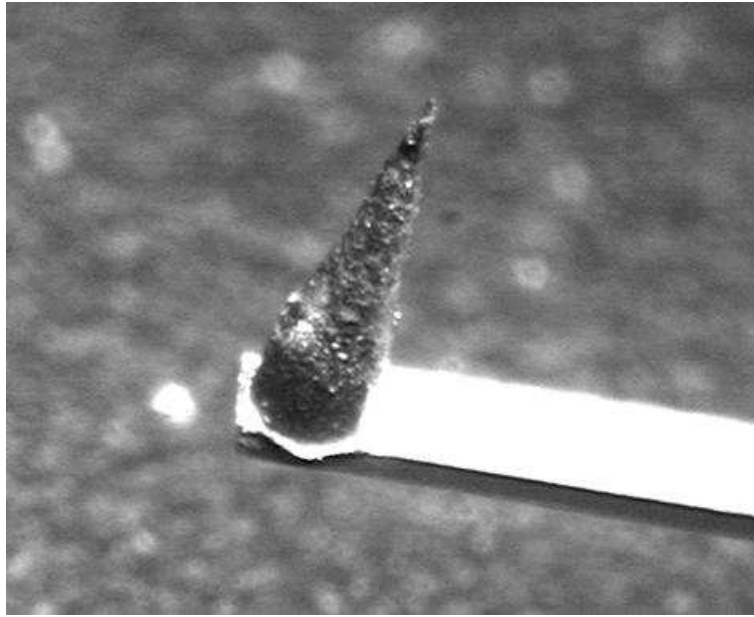
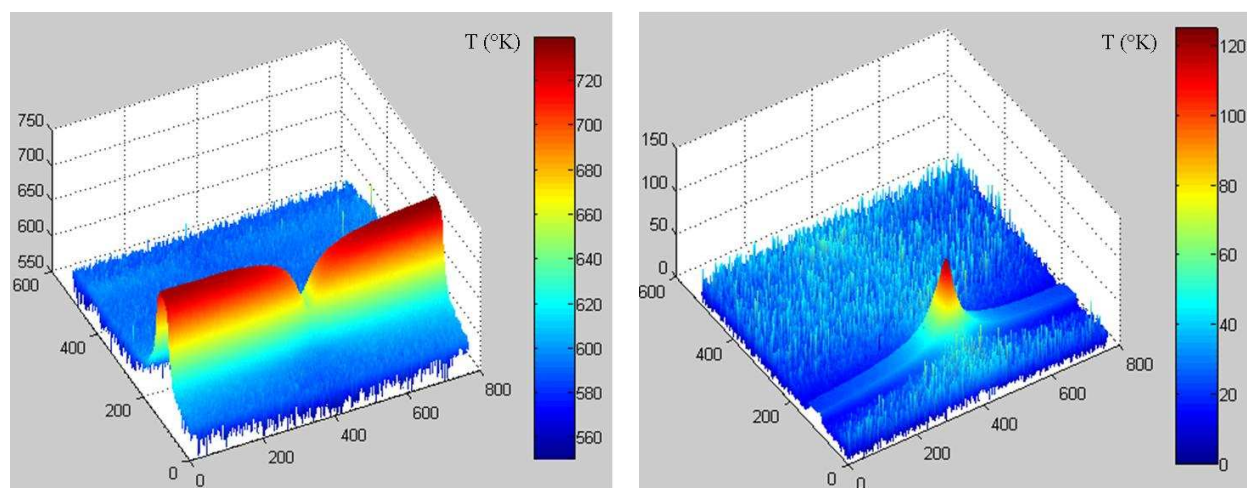


FIGURE 4.42 – Photographie de la sonde utilisée pour réaliser ces expérimentations, longueur 1 mm, rayon terminal 25  $\mu\text{m}$ .

La figure 4.43 (a) montre une image, obtenue à partir de la caméra, du puit de chaleur engendré par le contact de la pointe sur la piste chauffante. La figure 4.43 (b), montre quant à elle la perturbation après avoir soustrait l'image 4.43 (a) à l'image de référence de la piste chauffante sans la sonde.

La figure 4.44 est une image thermique type de la piste chauffante prise par la caméra. C'est à partir de ce type d'image qu'est déterminée la perturbation thermique engendrée par la présence de la pointe. La droite visible sur la figure 4.44 représente le profil thermique passant par le centre de la zone perturbée. L'extrémité de la pointe est positionnée à 3 mm de la piste. Grâce au déplacement vertical du module de positionnement piézoélectrique, la pointe est rapprochée de la surface de l'échantillon. Une image thermique est prise après chaque déplacement. Afin de déterminer la perturbation thermique de l'échantillon engendrée par l'approche et le contact de la sonde, l'image de référence (l'image pour laquelle la distance pointe/échantillon est maximale) est soustraite à chaque nouvelle image. La figure 4.45 rassemble les profils thermiques suivant l'axe déterminé sur la figure 4.44 extraits de chacune des images après la soustraction de l'image de référence. La figure 4.45 montre clairement que l'approche de la sonde modifie la température de l'échantillon. De plus, il faut remarquer que deux effets différents entrent en jeu dans la perturbation thermique du dispositif. Un premier effet que nous nommerons la perturbation globale, est une diminution de la température globale de la piste chauffante. Cet effet n'est pas localisé, il se retrouve sur l'intégralité de la piste chauffante et agit à longue dis-



(a) Puit de chaleur engendré par le contact de la pointe sur la piste chauffante.

(b) Image de la variation de température de la piste chauffante par soustraction d'une image avec le contact de la sonde à une image sans sonde.

FIGURE 4.43 – Profils 3D de la perturbation engendrée par le contact de la pointe sur la piste chauffante.

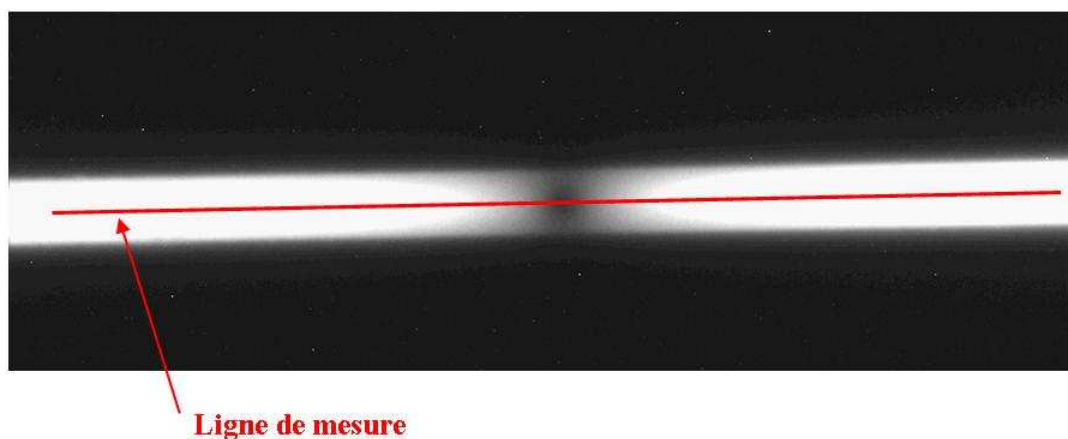


FIGURE 4.44 – Image type de la piste chauffante de  $25\ \mu\text{m}$  perturbée par la sonde en contact obtenue par la caméra de mesure thermique . La ligne est l'axe de mesure selon laquelle le profil thermique de cette image est extrait.

tance puisqu'il apparaît déjà pour une distance pointe/échantillon supérieure à  $3\ \text{mm}$ . Cet effet est visible sur la figure 4.45, il se traduit par une diminution de la température de la piste en dehors de la zone en vis-à-vis avec la pointe. La figure 4.46 est le tracé de la diminution de la température globale de la piste en fonction de la distance pointe/échantillon. Nous le retrouvons sur la figure 4.45 par une ligne pleine verticale intitulée "perturbation thermique globale".

Cet effet se retrouve tout le long de la piste, il n'est donc pas dû à l'extrémité de la pointe

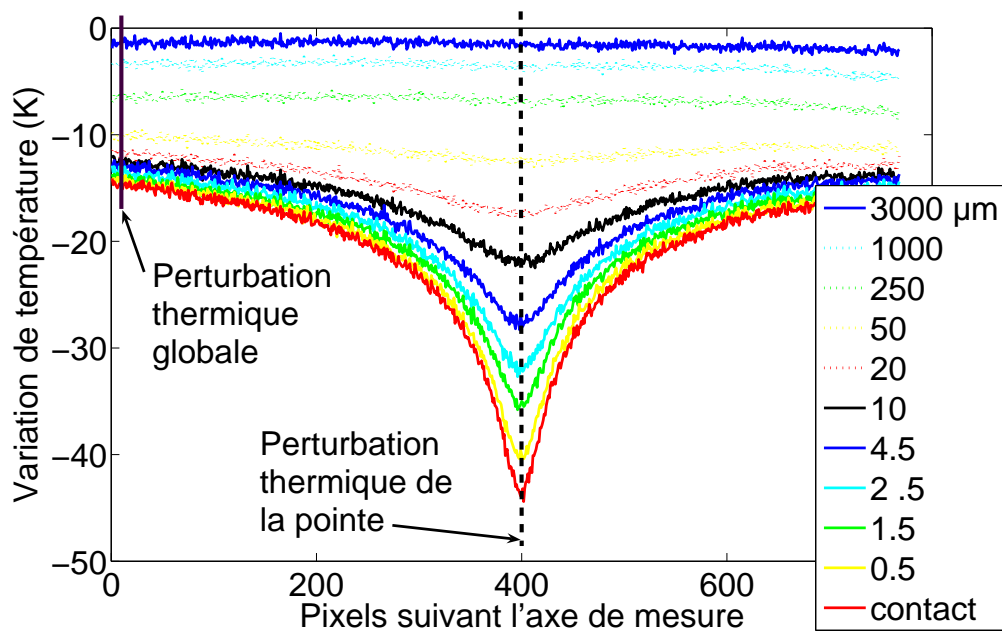


FIGURE 4.45 – Ensemble des profils thermiques suivant la ligne de mesure pour des distances entre l'extrémité de la pointe et l'échantillon de 3 mm au contact pour une température de l'ordre de 730 °C.

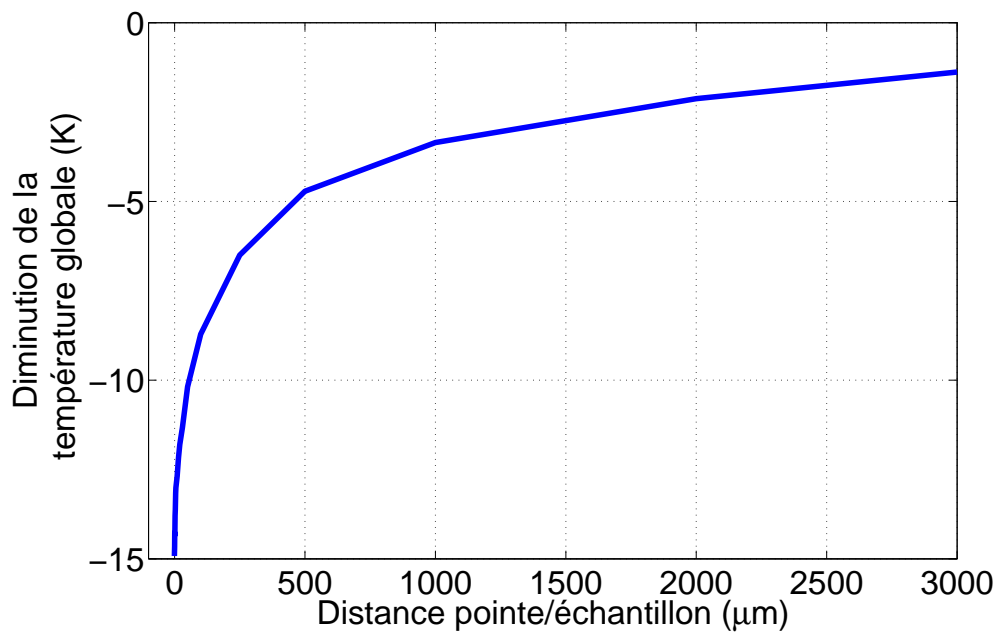


FIGURE 4.46 – Diminution de la température globale de la piste chauffante en fonction de la distance pointe/échantillon.

se rapprochant de l'échantillon. Il est causé par le fait qu'une masse thermique (pointe + poutre + support de poutre + plateau du dispositif piézo-électrique) très importante par rapport au dispositif chauffant et à température ambiante modifie les conditions de convection du dispositif. Ceci se traduit par une diminution de la température de la piste chauffante. Ces mesures montrent ainsi que même pour des distances de plusieurs millimètres, des modifications de l'environnement thermique d'un échantillon à une température supérieure à la température ambiante peuvent agir sur celui-ci. Ainsi dans un système de mesure thermique en champ proche, la taille de la sonde est un point crucial dans la véracité de la mesure mais il ne faut surtout pas négliger le dispositif de mise en oeuvre parce qu'il peut être un facteur de perturbation important. Il nous faut donc tenir compte de cette remarque à l'avenir lors de la conception de dispositif de mesure thermique.

La figure 4.47 montre quant à elle la diminution de la température de la piste engendrée seulement par la pointe en fonction de la distance pointe/échantillon. Cette courbe est tracée à partir de la ligne pointillée verticale apparaissant sur la figure 4.45. Afin de tracer la diminution de température exclusivement engendrée par l'extrémité de la pointe, la valeur de la diminution de la température globale mesurée pour chaque distance est ajoutée à chaque point de mesure.

Cette courbe montre que la perturbation due à l'extrémité seule de la pointe n'apparaît que pour des distances inférieures à  $200 \mu\text{m}$ . La variation est ensuite de plus en plus importante avec la diminution de la distance entre l'extrémité de la pointe et l'échantillon, celle-ci s'amplifie lorsque cette distance est inférieure à  $50 \mu\text{m}$ . Au moment du contact, la diminution de la température de la zone de contact est de l'ordre de  $27 \text{ K}$  alors que la température sans perturbations est de  $700 \text{ K}$ . Ainsi, au moment du contact, la mesure thermique donnée par la sonde est déjà inévitablement entachée d'une erreur par sa présence. En ajoutant à cela la perturbation globale d'environ  $15 \text{ K}$ , la conclusion est que la mesure par la sonde sous estime nécessairement la valeur de la température réelle du contact.

La figure 4.48 présente différents profils de la piste toujours suivant l'axe de mesure défini sur l'image 4.44 passant par le centre de la perturbation. Chaque courbe représente la perturbation engendrée par le contact pointe/échantillon pour une flèche considérée (cette flèche se traduit par une force de contact en tenant compte de la raideur de la poutre comme définie au chapitre précédent). La perturbation globale est soustraite à chaque courbe pour ne s'intéresser qu'à la perturbation locale.

La figure 4.49 montre la variation de la température au point de contact en fonction de la flèche. Ces points de mesure se retrouvent sur la ligne pointillée de la figure 4.48. La figure 4.49 fait clairement apparaître que la perturbation thermique dépend de la force

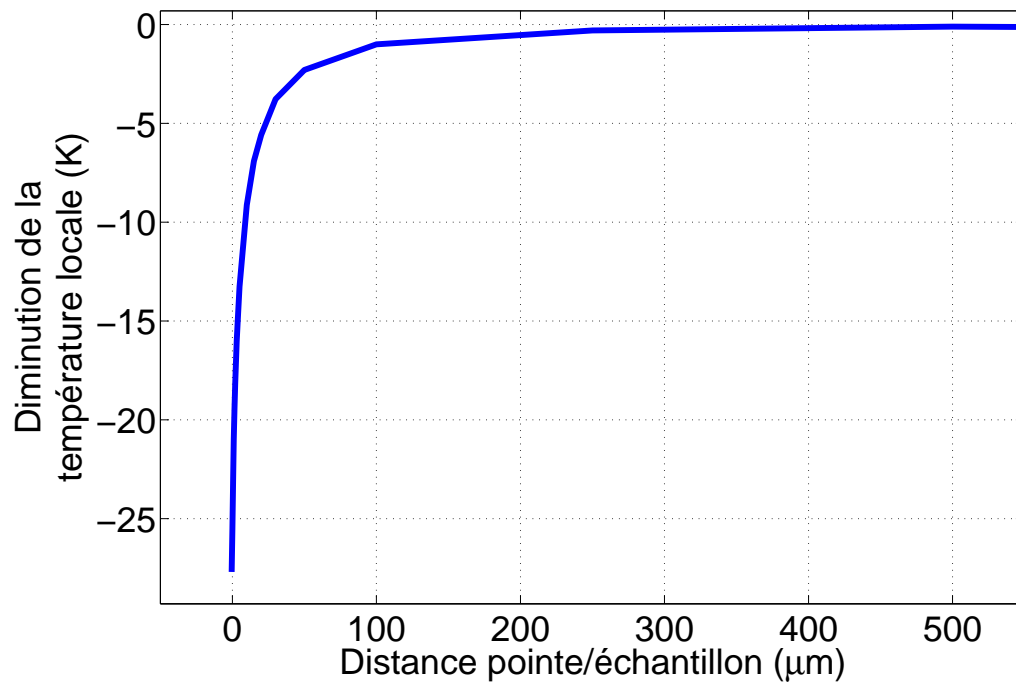


FIGURE 4.47 – Diminution de la température globale de la piste chauffante en fonction de la distance pointe/échantillon.

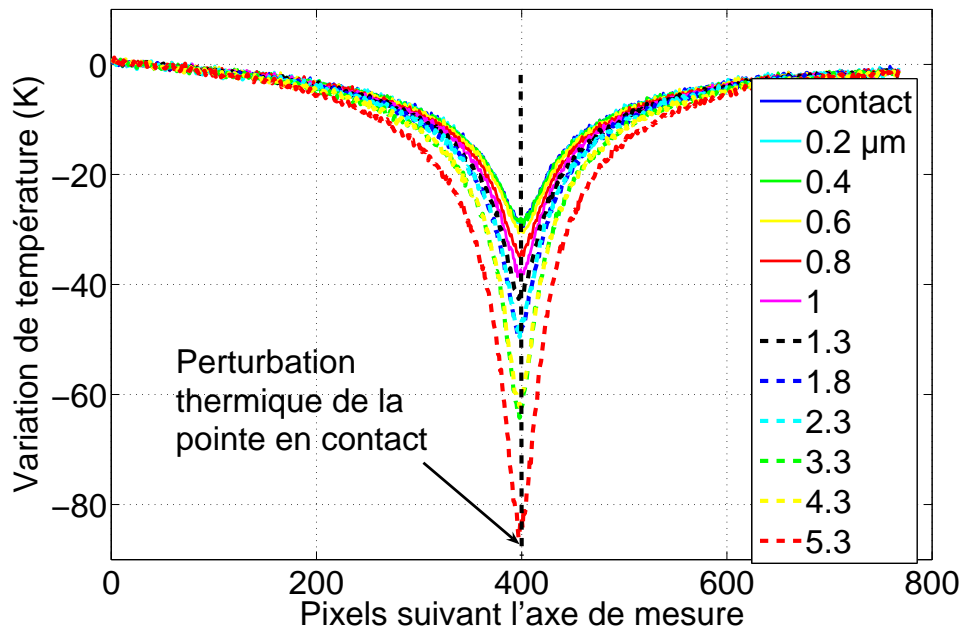


FIGURE 4.48 – Profil de la température de la piste en fonction de la flèche.

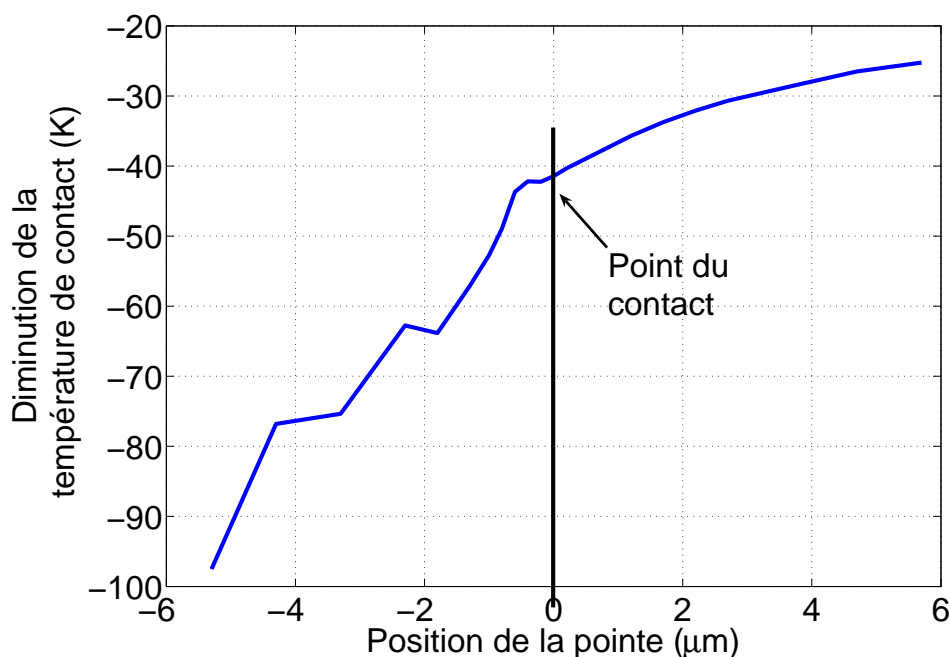


FIGURE 4.49 – Diminution de la température de la piste au point de contact en fonction de la position de la pointe.

d'appui de la pointe sur l'échantillon. Cette perturbation est d'autant plus importante que la force d'appui est élevée ce qui confirme les prédictions théoriques du chapitre précédent. Ces mesures sont les premiers résultats expérimentaux de cette configuration de mesure. La courbe 4.49 fait apparaître des instabilités dans les valeurs mesurées. Ces problèmes sont probablement d'origine mécanique causés par un manque de rigidité dans le positionnement de la pointe en contact avec l'échantillon. Malgré ces artefacts de mesure, ces courbes permettent d'estimer que la diminution de la température due au contact de la pointe sur l'échantillon est de l'ordre de 83 K pour une flèche de l'ordre de 5  $\mu\text{m}$  ce qui correspond à une force d'appui de 1.3 mN. En ajoutant les 15 K de perturbation globale, la perturbation thermique totale engendrée par la sonde de mesure est donc de l'ordre de 100 K dans ces conditions de mesures particulières.

## 4.5 Conclusions

Nous avons vu dans ce chapitre que la mesure par thermocouple intrinsèque répond bien aux mêmes lois de comportement que celles définies pour un thermocouple soudé standard. D'après cette considération, plusieurs types de sondes dédiées à la mesure intrinsèque ont été conçues et réalisées sur la base d'une poutre en silicium. Une configuration de sonde avec une pointe métallique usinée électro-chimiquement, une autre basée

sur une pointe de saphir avec un dépôt d'une couche mince métallique ainsi qu'une sonde entièrement en silicium ont été testées. Des résultats de mesures réalisées avec chacune de ces sondes sont présentés dans ce chapitre. De plus, il est présenté que les sondes dont la pointe est métallique souffre d'une erreur plus grande à cause d'une conduction thermique supérieure mais qu'elles présentent une meilleure stabilité du contact électrique et une meilleure longévité. L'ensemble des mesures montrent deux limitations majeures de la mesure intrinsèque. Premièrement, ce principe de mesure impose d'avoir un bon contact électrique entre la pointe et l'échantillon. La qualité de ce contact étant dépendant de l'oxydation, de la rugosité des surfaces en contact, ainsi que de la tenue mécanique des couches minces dans le cas des sondes à éléments déposés, est difficilement contrôlable. La dégradation du contact électrique définit ainsi la longévité des différentes sondes. Deuxièmement, le principe de mesure intrinsèque est une méthode de mesure par contact. Le contact de la sonde étant à une température différente de celle de l'échantillon, il a pour effet de perturber la distribution thermique de celui-ci. Cette perturbation engendre alors une erreur de la température mesurée propre aux conditions expérimentales particulières mis en place pour réaliser cette mesure. Une mesure par caméra des perturbations thermiques engendrées par une sonde en contact avec une piste chauffante a été présentée. Nous en concluons que pour cette configuration particulière de mesure, la perturbation maximale obtenue est de l'ordre de 100 K pour une température à mesurer de 740 K et ne peut donc pas être considérée comme négligeable. L'erreur commise lors de la mesure dépend en priorité de la force de contact appliquée entre la sonde et l'échantillon mais aussi de l'environnement à plus grande distance.



## Chapitre 5

# Microscope à forces électrostatiques et différence de potentiel de contact

## 5.1 Introduction

La conclusion du chapitre précédent sur les problèmes et les limitations de la mesure de température par une sonde en contact nous incite à prospecter vers une solution privilégiant la mesure sans contact. Des travaux antérieurs réalisés au sein de l'équipe sur la mesure de la différence de potentiel de contact (DPC) par un microscope à force de Kelvin (KFM) [93] [94] ont permis aux membres de l'équipe d'acquérir de l'expérience dans la mesure par forces électrostatiques en champs proche. L'idée d'utiliser ce type de microscope pour la mesure de température s'inspire des travaux de M. Nonnenmacher et H. K. Wickramasinghe publiés en 1992 [62]. Cette publication est surtout axée sur la possibilité d'utiliser un microscope à effet tunnel pour cartographier la conductivité thermique d'un échantillon conducteur ainsi que la détection d'inclusions subsurfaciques par la modification de la conductivité thermique engendrée. Par ailleurs, cette publication montre aussi une mesure par KFM de la variation de la DPC entre une poutre de silicium recouverte d'or et différentes surfaces métalliques en fonction de la température de ces surfaces. Les mesures sont réalisées pour une distance entre la pointe et l'échantillon supérieure à  $100\ \mu\text{m}$  et la température des surfaces métalliques varie de  $30$  à  $55\ ^\circ\text{C}$ . Les sensibilités annoncées sont de  $1\ \text{mV/K}$  pour une surface d'or,  $3.8\ \text{mV/K}$  pour une surface de platine et  $4.8\ \text{mV/K}$  pour du tungstène. Ces sensibilités nettement supérieures à celles obtenues par des thermocouples classiques couplées à une mesure sans contact nous paraissent particulièrement adaptées à répondre à la problématique de la mesure de température locale. La recherche bibliographique des travaux antérieurs sur l'utilisation de la DPC pour la mesure de températures a révélé que ce principe n'a fait l'objet d'aucune publication depuis. Seule une publication très récente d'une équipe de recherche américaine [63] fait mention de la variation de la DPC avec la température. Cette pauvreté des travaux de recherche sur ce principe de mesure thermique qui nous paraît pourtant prometteur nous incite à investiguer les possibilités qu'il pourrait offrir. Après une présentation des éléments de théorie de la DPC, nous présentons le principe de mesure par KFM et l'instrument développé afin de réaliser des mesures de DPC. Nous verrons par la suite les mesures réalisées pour évaluer le comportement de notre microscope face aux différents paramètres pouvant perturber la mesure de la DPC. Enfin, les premières mesures du comportement de la DPC en fonction de la température sont présentées.

## 5.2 La DPC : éléments de théorie

La différence de potentiel de contact entre deux éléments (une sonde en vis à vis avec un échantillon par exemple) est définie par la relation suivante [95] [99] :

$$V_{DPC} = \frac{\Phi_e}{e} - \frac{\Phi_s}{e} \equiv \frac{\Delta\Phi}{e} \quad (5.1)$$

où  $\Phi_e$  et  $\Phi_s$  sont respectivement la fonction de travail de l'échantillon et celle de la sonde et  $e$  est la charge élémentaire de l'électron. La fonction de travail  $\Phi$  d'un élément quelconque s'exprime de la façon suivante [100] [101] [102] [103] :

$$\Phi = \Delta\phi - \mu_c \quad (5.2)$$

où  $\Delta\phi$  est la variation du potentiel électrostatique d'un électron hors de la surface et  $\mu_c$  est le potentiel chimique du matériau. La fonction de travail dépend d'un grand nombre de facteurs comme la pollution de la surface, l'état de surface, le potentiel image, la température, etc...

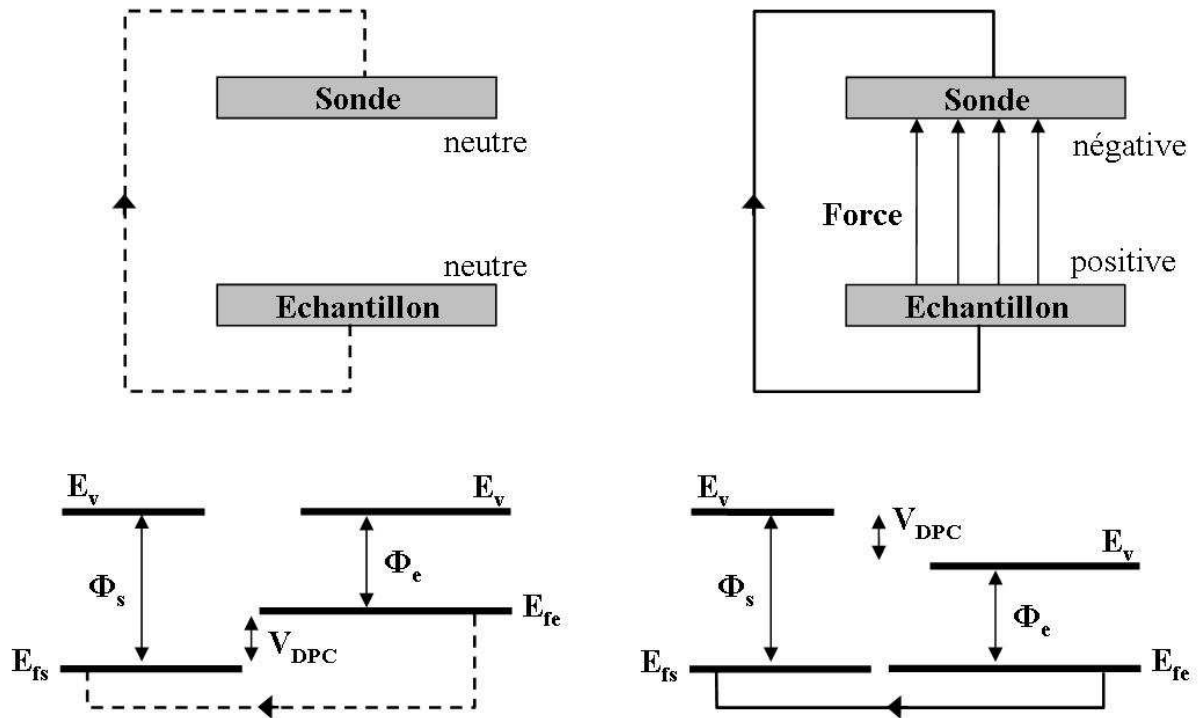
La figure 5.1 montre l'effet de la fonction de travail lorsque qu'une sonde est placée en vis à vis avec une surface.

Où  $V_{DPC}$  la différence de potentiel de contact,  $E_v$  le niveau d'énergie à vide,  $E_{fs}$  et  $E_{fe}$  les niveaux de Fermi respectifs de la sonde et de l'échantillon et  $\Phi_s$  et  $\Phi_e$  les fonctions de travail respectives de la sonde et de l'échantillon.

Lorsque la sonde et l'échantillon ne sont pas reliés, leurs niveaux d'énergie à vide sont communs mais leur niveau d'énergie de Fermi sont différents. Cette différence correspond à la différence de potentiel de contact mais elle n'est pas mesurable (figure 5.1 (a)). Dans ces conditions, il n'y a alors aucune force électrostatique entre la sonde et l'échantillon. En connectant électriquement la sonde à l'échantillon, un courant rééquilibre les niveaux de Fermi et charge la sonde et l'échantillon. Ainsi les deux éléments présentent des charges de surfaces différentes, il s'établit donc une force électrostatique entre eux (figure 5.1 (b)). Cette force dépend de la valeur de la DPC.

Il est possible d'annuler cette force électrostatique et de retrouver l'équilibre des tensions à vide en imposant une tension continue opposée à celle de la DPC entre les deux éléments. La figure 5.2 schématise cette configuration.

Ainsi la force électrostatique est annulée et la valeur de la DPC est fournie par la valeur de la tension continue du générateur qu'il a fallu imposer pour retrouver l'équilibre électrostatique.



(a) Sonde en vis à vis d'un échantillon sans connexion. (b) Sonde en vis à vis d'un échantillon avec connexion.

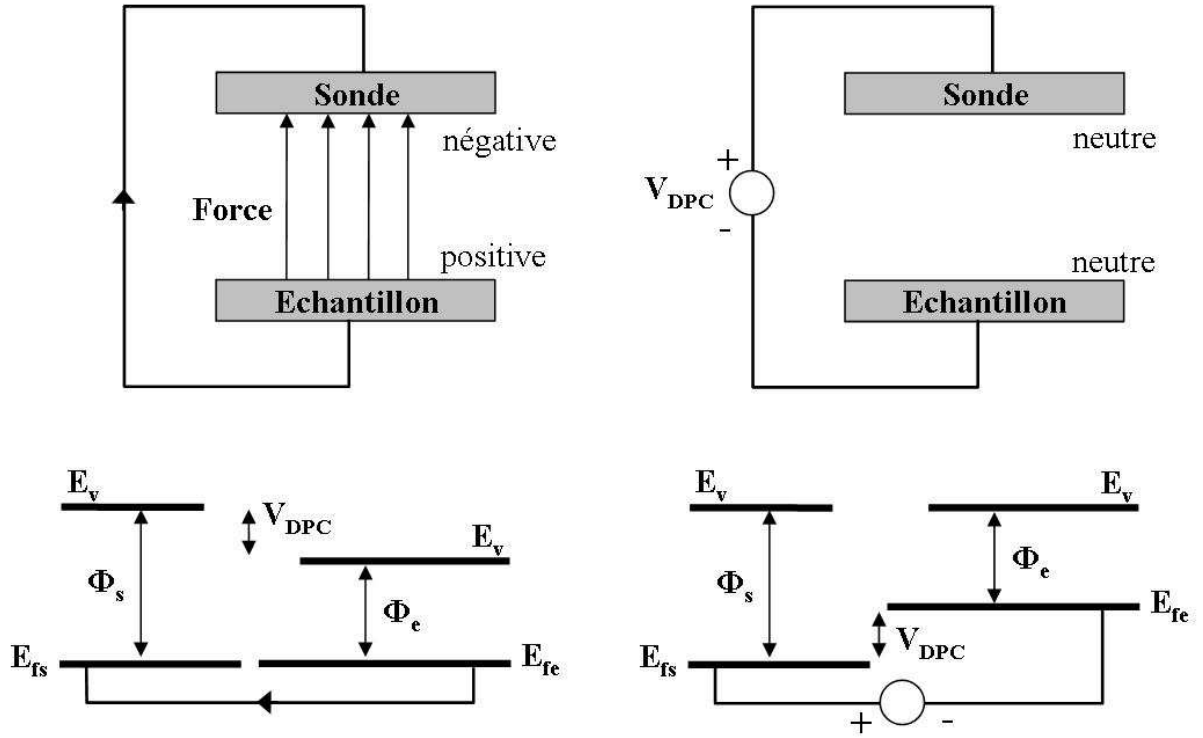
FIGURE 5.1 – Schéma illustrant le principe de l'effet de la fonction de travail entre une sonde en vis à vis avec une surface.

### 5.3 Le principe de mesure de la DPC par la force de Kelvin

La méthode, dite de Kelvin, pour mesurer la valeur de la DPC a été proposée par le professeur Max Knoble en 1928 et publiée par W. A. Zisman en 1932 [104]. Cette méthode consiste à appliquer une tension  $V_g$  composée d'une composante continue  $V_{dc}$  et d'une composante dynamique  $V_{ac}\cos(\omega t)$  à la pulsation  $\omega$  entre la sonde et l'échantillon. Ainsi, d'après la figure 5.2, la différence de potentiel  $V$  entre l'extrémité de la sonde et l'échantillon est définie par la relation suivante :

$$V = V_{dc} + V_{ac}\cos(\omega t) - \left(\frac{\Phi_e}{e} - \frac{\Phi_s}{e}\right) = V_{dc} + V_{ac}\cos(\omega t) - V_{DPC} \quad (5.3)$$

En considérant que le couplage de la sonde en vis à vis de l'échantillon se comporte comme un condensateur de capacité  $C$ , l'énergie électrique stockée  $E_e$  par ce condensateur



(a) Sonde en vis à vis d'un échantillon avec connexion. (b) Insertion d'une tension inverse à la DPC entre les électrodes.

FIGURE 5.2 – Schéma illustrant le principe de l'annulation de l'effet de la fonction de travail.

s'exprime par l'équation :

$$E_e = \frac{1}{2}CV^2 = \frac{1}{2}C(V_{dc} - V_{DPC} + V_{ac}\cos(\omega t))^2 \quad (5.4)$$

Ainsi, la force électrostatique  $F_e$  engendrée entre la sonde et l'échantillon vaut :

$$F_e = \frac{\partial E_e}{\partial z} = \frac{1}{2}V^2 \frac{\partial C}{\partial z} \quad (5.5)$$

avec  $z$  la distance entre la sonde et l'échantillon. En développant l'équation 5.5, il apparaît que la force électrostatique entre la sonde et la surface se décompose en trois forces distinctes : une composante statique  $F_{dc}$  et deux composantes dynamiques  $F_\omega$  et  $F_{2\omega}$  respectivement à la pulsation  $\omega$  et  $2\omega$ . Chaque force est explicitée dans les équations suivantes :

$$F_{dc} = \frac{1}{2} \frac{\partial C}{\partial z} \left[ (V_{dc} - V_{DPC})^2 + \frac{1}{2}V_{ac}^2 \right] \quad (5.6)$$

$$F_{\omega} = \frac{\partial C}{\partial z} (V_{dc} - V_{DPC}) V_{ac} \cos(\omega t) \quad (5.7)$$

$$F_{2\omega} = \frac{1}{4} \frac{\partial C}{\partial z} V_{ac}^2 \cos(2\omega t) \quad (5.8)$$

Ces équations montrent que chaque force dépend des différents paramètres électriques et dimensionnels d'une façon différente. Ainsi, la force  $F_{2\omega}$  ne dépend pas de la DPC mais seulement de la variation de la capacité entre la sonde et l'échantillon en fonction de la distance  $z$  les séparant. La mesure de cette force est donc un très bon moyen de connaître et contrôler la distance  $z$ . Cette procédure est couramment utilisée pour asservir la distance  $z$  entre la sonde et l'échantillon. En ce qui concerne la force à la pulsation  $\omega$ ,  $F_{\omega}$ , l'équation 5.7 montre que son amplitude dépend entre autre du gradient de capacité  $\frac{\partial C}{\partial z}$  et de l'amplitude de la tension dynamique  $V_{ac}$  mais surtout qu'elle est proportionnelle à la différence de tension ( $V_{dc} - V_{DPC}$ ). Cette dépendance est la base de la méthode de Kelvin car en égalisant l'amplitude de la tension  $V_{dc}$  à celle de la valeur de la DPC,  $V_{DPC}$ , la force  $F_{\omega}$  s'annule. Ainsi, la valeur de la DPC est obtenue en détectant le minimum de l'amplitude de la force  $F_{\omega}$  en fonction de la tension continue  $V_{dc}$ .

## 5.4 Théorie du microscope à force de Kelvin

La méthode de mesure de la DPC par force de Kelvin est très répandue et a surtout été utilisée pour mesurer le potentiel chimique des différents éléments [95]. La problématique dans la méthode de Kelvin est de mesurer la force électrostatique entre la sonde et l'échantillon. La résolution de la mesure de cette force influe directement sur la résolution de la mesure de la DPC, il faut donc trouver la méthode de mesure de cette force la plus sensible. Wickramasinghe et son équipe ont proposé d'adapter cette méthode à la microscopie en champ proche en se basant sur un microscope à force atomique [30]. Cette publication montre que le microscope à force atomique se révèle être un outil très performant pour la mesure des forces électrostatiques en utilisant des sondes conductrices électriques. Ce microscope repose sur l'utilisation d'une sonde formée d'une poutre de silicium dotée d'une pointe usinée à son extrémité libre et rendue conductrice par le dépôt d'une couche mince métallique. Les forces électrostatiques dynamiques s'exerçant sur la pointe induisent une vibration de la poutre. Ainsi la mesure de l'amplitude de cette vibration donne une image de la force électrostatique. L'intérêt de l'utilisation d'une poutre

vibrante est de profiter du facteur d'amplification mécanique présent à sa fréquence propre de résonance  $f_r$ . Ainsi, la mesure est réalisée avec comme fréquence de la tension d'alimentation dynamique  $f = \frac{\omega}{2\pi}$  la fréquence de résonance de la poutre  $f_r$ . Le principe décrit ici est celui que nous avons utilisé pour la mesure de DPC. La suite de ce paragraphe présente plusieurs modélisations de la force électrostatique en fonction de la forme de la pointe.

### 5.4.1 Mécanique des poutres vibrantes

Le microscope à force électrostatique utilise la vibration en flexion d'une poutre, nous rappelons dans ce paragraphe la théorie liée à ce phénomène [96] [97] [98].

#### 5.4.1.1 L'équation du mouvement

Dans le cas où la rigidité,  $EI$  et la masse  $m$  par unité de longueur restent constantes sur la longueur de la poutre, la mise en équation est la suivante :

Soit  $Z(x, t)$  le déplacement normal à l'axe  $x$ , alors le moment fléchissant de la poutre est donné par l'expression suivante :

$$EI \frac{\partial^2 Z}{\partial x^2} \quad (5.9)$$

et l'effort tranchant par :

$$-EI \frac{\partial^3 Z}{\partial x^3} \quad (5.10)$$

Par ailleurs, la quantité d'accélération est définie par :

$$\rho_v A_s \frac{\partial^2 Z}{\partial t^2} \quad (5.11)$$

avec  $\rho_v$  la masse volumique de la poutre et  $A_s$  la section de la poutre.

Nous obtenons alors l'expression du mouvement [96] [97] :

$$\frac{\partial^4 Z}{\partial x^4} + \frac{\rho_v}{EI} \frac{\partial^2 Z}{\partial t^2} \quad (5.12)$$

L'équation de propagation des ondes de flexion n'est plus une équation classique. Nous nous contenterons d'étudier les vibrations propres  $Z(x)e^{i\omega t}$ . La fonction  $Z(x)$  est solution de l'équation différentielle :

$$\frac{d^4 Z(x)}{dx^4} - \mu_n^4 Z(x) = 0 \quad (5.13)$$

avec  $\mu_n = \sqrt[4]{\frac{\omega_n^2 \rho_v A_s}{EI}}$  les valeurs propres.

La solution générale  $Z(x)$  est de la forme :

$$\begin{aligned} Z(x) = & A [\cos(\mu x) + \cosh(\mu x)] + B [\cos(\mu x) - \cosh(\mu x)] \\ & C [\sin(\mu x) + \sinh(\mu x)] + D [\sin(\mu x) - \sinh(\mu x)] \end{aligned} \quad (5.14)$$

Les constantes A, B, C, D et le paramètre  $\mu$  sont déterminés par les conditions aux limites appliquées à la poutre. Quelles que soient les conditions aux limites, tous les cas peuvent être traités, même si les calculs analytiques sont parfois lourds et fastidieux.

#### 5.4.1.2 Les modes de vibration d'une poutre chargée par une masse ponctuelle [98]

Notre sonde est une poutre sur laquelle une pointe est montée à son extrémité libre, nous considérons alors que cette sonde peut être modélisée comme une poutre avec une masse ponctuelle localisée à son extrémité. La solution dans ce cas est toujours de la forme générale de l'équation 5.14 dont les conditions aux limites sont les suivantes :

- à l'encastrement  $x = 0$  :

Le déplacement normal à l'encastrement est nul :

$$Z(0) = 0$$

La pente à l'encastrement est nulle :

$$\frac{\partial Z(0)}{\partial x} = 0$$

- à l'extrémité libre  $x = L$  :

Le moment de flexion à l'extrémité libre est nul :

$$\frac{\partial^2 Z(L)}{\partial x^2} = 0$$

La force de cisaillement est égale à la force inertielle à l'extrémité libre :

$$EI \frac{\partial^3 Z(L)}{\partial x^3} = m \frac{\partial^2 Z(L)}{\partial t^2}$$

A partir de ces conditions aux limites, nous obtenons un système d'équations dont l'annulation du déterminant permet d'obtenir l'équation caractéristique ou transcendante qui



est une fonction de la valeur propre  $\mu_n$  :

$$\frac{\sinh(\mu_n L) \cos(\mu_n L) - \sin(\mu_n L) \cosh(\mu_n L)}{1 + \cos(\mu_n L) \cosh(\mu_n L)} = \frac{-\rho_v A_s}{m \mu_n} \quad (5.15)$$

ou encore :

$$L \mu_n \frac{\sinh(\mu_n L) \cos(\mu_n L) - \sin(\mu_n L) \cosh(\mu_n L)}{1 + \cos(\mu_n L) \cosh(\mu_n L)} = -\frac{m_{poutre}}{m_{pointe}} \quad (5.16)$$

Soit  $\mu_n$  l'énème racine de l'équation transcendante ci-dessus, les fréquences propres de la poutre sont alors :

$$f_n = \frac{\mu_n^2}{2\pi L^2} \sqrt{\frac{EI}{\rho_v A_s}} \quad (5.17)$$

## 5.4.2 Les forces électrostatiques

La valeur des forces électrostatiques dépend en premier lieu de la différence de potentiel existant entre la pointe et l'échantillon mais elle dépend tout autant de la valeur de la capacité formée par ces deux électrodes. Cette capacité varie principalement en fonction de deux paramètres : la surface d'interaction entre la sonde et l'échantillon et la distance les séparant. Ainsi l'interaction est la somme de la force engendrée par la poutre et celle engendrée par la pointe. La distance étant un élément prépondérant dans la force électrostatique, l'action de la force exercée par la poutre qui se trouve plus éloignée de l'échantillon est souvent négligeable ainsi la forme de la pointe joue un rôle majeur dans la force électrostatique. Nous explicitons dans la suite différents modèles de l'expression de la force électrostatique en fonction d'une part de la forme de la pointe de la sonde et d'autre part de la distance séparant l'extrémité de la sonde à l'échantillon.

### 5.4.2.1 Le modèle du condensateur plan

La poutre peut se modéliser comme étant un plan conducteur à la distance  $d = z + H$  de l'échantillon avec  $z$  la distance entre l'extrémité de la pointe et  $H$  la longueur de celle-ci. Le modèle du condensateur plan donne alors la force d'interaction par l'équation suivante :

$$F(z) = \frac{\epsilon_0 V^2 A_i}{2 z^2} \quad (5.18)$$

avec  $\epsilon_0$  la permittivité du vide,  $V$  la différence de potentiel entre la poutre et l'échantillon et  $A_i$  la surface d'interaction électrostatique.

### 5.4.2.2 Le modèle de la sphère

Ce modèle a été proposé par Durand en 1966 [105]. Il propose de modéliser l'interaction électrostatique  $F$  entre une sphère de rayon  $R_s$  située à une distance  $z$  d'un plan infiniment grand soumis à une différence de potentiel  $V$  (voir la figure 5.3) par la relation suivante :

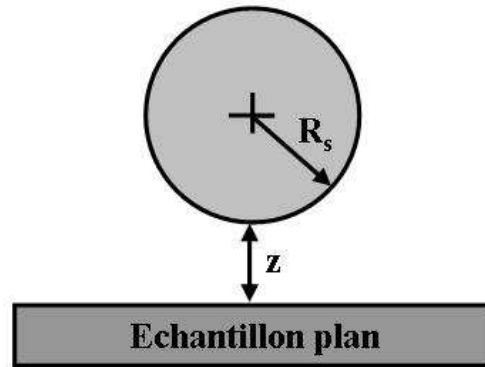


FIGURE 5.3 – Schéma illustrant le modèle de la force électrostatique entre une sphère et un plan.

$$F(z) = 2\pi\epsilon_0 V^2 \sum_{n=1}^{\infty} \left[ \frac{\coth(\alpha) - n \coth(n\alpha)}{\operatorname{sh}(n\alpha)} \right] \quad (5.19)$$

où  $\alpha = \operatorname{argch}\left(\frac{z+R_s}{R_s}\right)$ . Il en suit une forme approchée de la force entre une sphère et une surface :

$$F(z) \approx \pi\epsilon_0 \left[ \frac{R_s^2}{z(z+R_s)} \right] V^2 \quad (5.20)$$

Ainsi l'expression de la force se simplifie dans le cas où la distance  $z$  est très supérieure au rayon  $R_s$  de la sphère :

$$F(z) \approx \pi\epsilon_0 \frac{R_s}{z} V^2 \quad (5.21)$$

ou bien à l'inverse lorsque la distance est nettement supérieure au rayon de la sphère :

$$F(z) \approx \pi\epsilon_0 \left( \frac{R_s}{z} \right)^2 V^2 \quad (5.22)$$

### 5.4.2.3 Le modèle du cône parfait

La pointe peut être modélisée, en première approche comme étant un cône. Yokoyama prévoit dans le cas où  $z \ll D$  une dépendance logarithmique de la force entre un cône

de longueur  $H$  et un plan par la relation suivante [107] :

$$F(z) \approx AV^2 \ln\left(\frac{D}{z}\right) \quad (5.23)$$

où  $A$  et  $D$  sont des constantes dépendantes de l'angle d'ouverture du cône  $\theta$  et de sa longueur  $H$ .

#### 5.4.2.4 Le modèle du fil

Un fil uniformément chargé présente sous certaines conditions de la distribution de charge, des équipotentiels de la forme d'un cône et peut donc être un modèle pour représenter la pointe [106]. La figure 5.4 montre une équipotentielle conique d'un fil de longueur  $H$  chargé uniformément. La force électrostatique exercée par ce fil de longueur  $H$  sur une

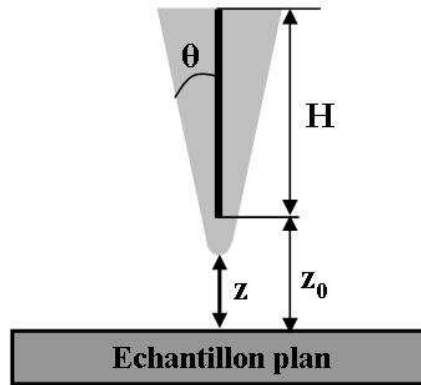


FIGURE 5.4 – Schéma illustrant le modèle de la force électrostatique entre un fil et un plan.

surface est définie par l'équation suivante :

$$F(z) = \frac{\xi^2}{4\pi\epsilon_0} \ln\left[\frac{(2z_0 + H)^2}{4z_0(z_0 + H)}\right] \quad (5.24)$$

avec  $\xi$  comme ligne de densité valant :

$$\xi = \frac{2\pi\epsilon_0 V}{\operatorname{argsh}(\tan^{-1}\theta)} \quad (5.25)$$

et  $z_0 = z\sqrt{1 + \tan^2\theta}$  correspondant à la distance entre l'extrémité du fil chargé et l'échantillon. L'équation de la force se simplifie de la façon suivante lorsque la distance entre

l'extrémité du fil et l'échantillon et faible devant la longueur du fil considérée :

$$F(z) = \frac{\xi^2}{4\pi\epsilon_0} \ln\left(\frac{H}{4z}\right) \quad (5.26)$$

Cette expression se rapproche de celle du cône parfait dans ces conditions, la différence provient du fait que dans le cas d'un fil le rayon terminal du cône n'est pas nul.

#### 5.4.2.5 Le modèle du cône arrondi

Hudlet [108] [109] propose de modéliser la pointe comme étant l'association d'un cône de demi-angle d'ouverture  $\theta$  terminé par une demi-sphère de rayon  $R_s$  comme indiqué sur la figure 5.5. Hudlet modélise d'une part l'interaction entre la sphère et l'échantillon et

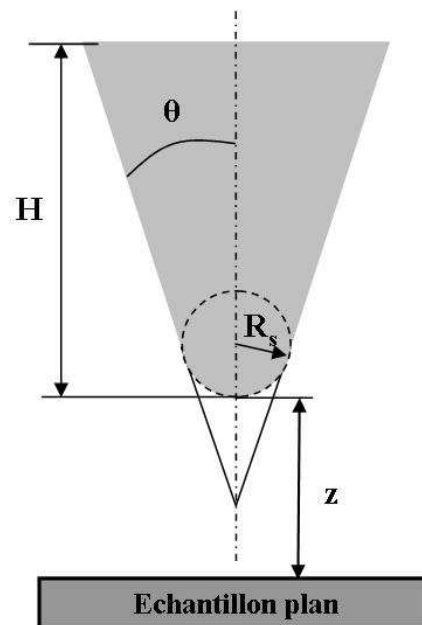


FIGURE 5.5 – Schéma illustrant le modèle du cône dont l'extrémité est une demi-sphère.

d'autre part celle du cône seul. La somme de ces deux modélisations donne l'interaction électrostatique totale entre la pointe et l'échantillon. Dans le cas où la distance  $z$  et le rayon  $R_s$  sont faibles devant la longueur du cône  $H$ , Hudlet propose l'équation suivante pour quantifier la force électrostatique :

$$F(z) = V^2\pi\epsilon_0 \left[ \frac{R_s^2(1 - \sin\theta)}{z(z + R_s(1 - \sin\theta))} \right] + V^2\pi\epsilon_0 k^2 \left[ -1 + \ln\left(\frac{z + R_s(1 - \sin\theta)}{H}\right) + \frac{R_s \cos^2\theta}{\sin\theta(z + R_s(1 - \sin\theta))} \right] \quad (5.27)$$

	$z \ll R$	$R_s < z < H$	$z > H$
modèle	Sphère	Ligne uniformément chargée	Sphère modifiée
Force électrostatique	$F(z) \approx \pi\epsilon_0 V^2 \frac{R_s}{z}$	$F(z) = \frac{\xi^2}{4\pi\epsilon_0} \ln\left(\frac{H}{4z}\right)$	$F(z) \approx \pi\epsilon_0 V^2 \left(\frac{H}{2z} s(\theta)\right)^2$

TABLE 5.1 – Expressions analytiques pour la force électrostatique en fonction de la distance [110].

avec

$$k^2 = \frac{1}{[\ln(\operatorname{tg}\frac{\theta}{2})]^2} \quad (5.28)$$

De plus, si l'angle  $\theta$  est faible, l'expression de la force électrostatique se simplifie de la façon suivante :

$$F(z) = V^2 \pi \epsilon_0 \left\{ \frac{R_s^2}{z(z+R_s)} + k^2 \left[ -1 + \ln\left(\frac{z+R_s}{H}\right) + \frac{R_s}{\sin\theta(z+R_s)} \right] \right\} \quad (5.29)$$

Cette expression peut être examinée pour différentes limites asymptotiques :

- le cas où  $z \ll R_s$ , nous retrouvons que l'interaction dominante est celle de la sphère :

$$F(z) \approx \pi\epsilon_0 \frac{R_s}{z} V^2$$

- le cas où  $z \gg R_s$ , nous retrouvons que l'interaction dominante est celle du cône :

$$F(z) \approx \pi\epsilon_0 V^2 k^2 \ln\left(\frac{H}{z}\right)$$

#### 5.4.2.6 Le modèle semi-empirique de Belaidi

Après avoir modélisé numériquement l'interaction électrostatique en utilisant le principe d'une distribution de charge équivalente avec la même géométrie de pointe que le modèle d'Hudlet, Belaidi [110] [111] discute de la légitimité des modèles analytiques précédents. L'auteur propose l'utilisation du modèle de la sphère pour de très petites distances ; pour des distances intermédiaires il suggère le modèle de la ligne uniformément chargée et pour de grandes distances il utilise le modèle de la sphère avec un facteur correctif  $s(\theta) = a\theta + b$  avec les valeurs  $a = 0,13$  et  $b = 0,72$  pour des angles tels que  $5 < \theta < 50^\circ$ .

### 5.4.3 Les forces de viscosité

Lorsqu'un objet est en mouvement, le fluide situé autour de lui exerce une force s'opposant au mouvement. Cette force visqueuse est présente lorsque la pointe vibre et celle-ci peut devenir importante lorsque la distance entre la pointe et l'échantillon est faible. Elle influe de plus sur le levier qui est en mouvement perpendiculaire par rapport à l'échantillon, ainsi le gaz situé entre l'échantillon et la poutre s'écoule latéralement et ajoute une force supplémentaire sur le levier.

#### 5.4.3.1 Sphère avec $z \ll R_s$

L'expression de la force visqueuse  $F_a$  dans le cas d'une sphère proche d'une surface est la suivante [112] :

$$F_a(z) = \frac{6\pi\mu_a R_s^2 v}{z} \quad (5.30)$$

avec  $\mu_a$  la viscosité de l'air et  $v$  la vitesse de la pointe.

### 5.4.4 Le modèle du microscope à forces électrostatiques [113]

Le modèle le plus simple qui puisse décrire l'interaction électrostatique entre la pointe et l'échantillon est le modèle rhéologique présenté à la figure 5.6, formé d'un ressort de rigidité  $k_N$  pour le microlevier, d'un amortissement visqueux  $\gamma$  et d'une masse  $m$  (comprenant la contribution du microlevier et de la pointe). Un générateur fournit une différence de potentiel  $V = V_{dc} + V_{ac}\cos(\omega t)$  appliquée entre la pointe et l'échantillon créant le mouvement vibratoire grâce aux forces électriques. Nous introduisons une force visqueuse entre la sonde et l'échantillon, en raison du mouvement vibratoire de l'extrémité de la pointe près de la surface. Nous négligeons la rugosité de la pointe et de l'échantillon. Soit  $z$  la position de l'extrémité de la pointe à l'instant  $t$ , le système est régi par l'équation

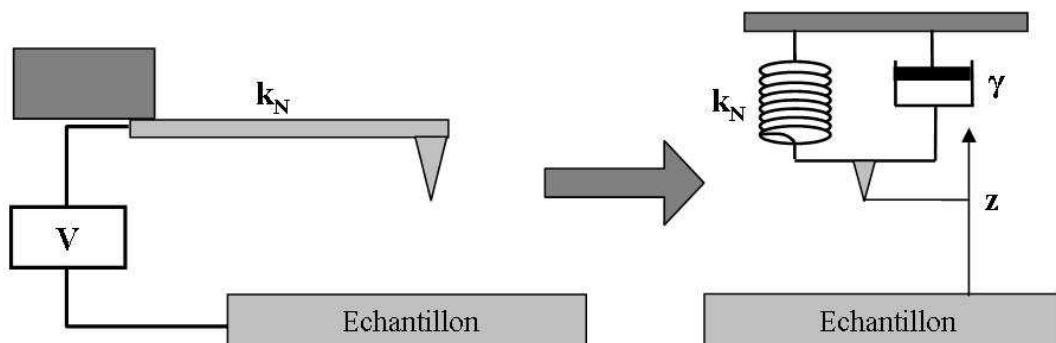


FIGURE 5.6 – Modèle mécanique simplifié du microscope à force électrostatique.

différentielle du deuxième ordre :

$$\frac{\partial^2 z}{\partial t^2} + \frac{\omega_0}{Q_0} \frac{\partial z}{\partial t} + \omega_0^2 (z - z_i) = - (F + F_a) \frac{\omega_0^2}{k_N} \quad (5.31)$$

avec  $Q_0 = \sqrt{\frac{k_N m}{\gamma^2}}$  le facteur de qualité,  $\omega_0 = \sqrt{\frac{k_N}{m}}$  la pulsation à la résonance et la différence  $z - z_i$  correspond à la déflexion du microlevier.

L'extrémité de la pointe que nous utilisons est sphérique de rayon  $R_s$ , de plus nous supposons que la distance  $z$  reste inférieure à  $R_s$  et que la longueur de la pointe est suffisamment grande pour négliger l'influence de la poutre :

– pour la force visqueuse (équation 5.30) :

$$F_a(z) = \frac{6\pi\mu_a R_s^2}{z} \frac{\partial z}{\partial t}$$

– pour la force électrostatique (équation 5.21) :

$$F(z) = \pi\epsilon_0 \frac{R_s}{z} V^2$$

En décomposant la position  $z = z_s + z_d$  où  $z_s$  est un terme statique et  $z_d$  un terme dynamique, l'équation différentielle devient :

$$\frac{\partial^2 z_d}{\partial t^2} + \frac{\omega_0}{Q_0} \frac{\partial z_d}{\partial t} + \omega_0^2 (z_s + z_d - z_i) = - \frac{\omega_0^2}{k_N} \left( \pi\epsilon_0 \frac{R_s}{z_s + z_d} V^2 + \frac{6\pi\mu_a R_s^2}{z_s + z_d} \frac{\partial (z_s + z_d)}{\partial t} \right) \quad (5.32)$$

Les forces électrostatiques et visqueuses dépendent de manière non linéaire en fonction de la distance entre la pointe et l'échantillon. En première approximation, nous considérons le développement de Taylor autour de la position d'origine :

– à l'ordre 0 pour la force électrostatique :

$$F(z) = \pi\epsilon_0 V^2 \frac{R_s}{z_s}$$

– à l'ordre 1 pour la force visqueuse :

$$F_a(z) = \frac{6\pi\mu_a R_s^2}{z_s} \frac{\partial z_d}{\partial t}$$

En posant de plus le facteur de qualité modifié  $Q$  [114] :

$$Q = \frac{Q_0}{1 + \frac{6\pi\mu_a R_s^2 Q_0 \omega_0}{z_s k_N}}$$

L'équation différentielle devient alors :

$$\frac{\partial^2 z_d}{\partial t^2} + \frac{\omega_0}{Q} \frac{\partial z_d}{\partial t} + \omega_0^2 (z_s + z_d - z_i) = -\frac{\omega_0^2 \pi \epsilon_0 R_s V^2}{k_N z_s} \quad (5.33)$$

Ainsi, en explicitant la différence de potentiel  $V = V_{dc} - V_{DPC} + V_{ac} \cos(\omega t)$  dans l'expression précédente, nous obtenons les deux équations suivantes :

– une équation relative à la partie statique :

$$k_N (z_s - z_i) = \frac{\pi \epsilon_0 R_s}{z_s} \left[ (V_{dc} - V_{DPC})^2 + \frac{1}{2} V_{ac}^2 \right] \quad (5.34)$$

– une équation différentielle relative à la partie dynamique :

$$\begin{aligned} \frac{\partial^2 z_d}{\partial t^2} + \frac{\omega_0}{Q} \frac{\partial z_d}{\partial t} + \omega_0^2 z_d = & -2 \frac{\omega_0^2 \pi \epsilon_0 R_s}{k_N z_s} (V_{dc} - V_{DPC}) V_{ac} \cos(\omega t) \\ & - \frac{\omega_0^2 \pi \epsilon_0 R_s}{2k_N z_s} V_{ac}^2 \cos(2\omega t) \end{aligned} \quad (5.35)$$

Cette équation différentielle a pour solution permanente :

$$z_d = A_\omega \cos(\omega t - \phi_\omega) + A_{2\omega} \cos(2\omega t - \phi_{2\omega}) \quad (5.36)$$

En se plaçant dans le cas particulier de la résonance, les termes s'explicitent de la façon suivante :

– lorsque  $\omega = \omega_0$  :

$$A_\omega = \frac{2\pi \epsilon_0 R_s Q_0 |V_{dc} - V_{DPC}| V_{ac}}{k_N z_s + 6\pi \mu_a R_s^2 Q_0 \omega_0} \quad (5.37)$$

– lorsque  $\omega = \frac{\omega_0}{2}$  :

$$A_{2\omega} = \frac{2\pi \epsilon_0 R_s Q_0 V_{ac}^2}{2k_N z_s + 12\pi \mu_a R_s^2 Q_0 \omega_0} \quad (5.38)$$

La suite du chapitre est consacrée aux mesures expérimentales des forces électriques et de la valeur de la DPC par un microscope électrostatique. Nous commencerons tout naturellement par présenter l'architecture et le fonctionnement de celui-ci avant de caractériser les forces électrostatiques et de comparer les résultats avec le modèle qui vient d'être exposé. Ensuite, nous verrons des mesures sur les paramètres influençant la valeur de la DPC afin de déterminer les conditions de mesures optimales pour la mesure de la DPC.



Nous finirons par analyser les mesures de l'influence de la température sur la DPC.

## 5.5 Le microscope à force électrostatique (EFM)

### 5.5.1 Présentation du microscope

Le montage expérimental du microscope (voir la figure 5.7) est basé sur le principe d'un EFM. La sonde est placée sur un support fixe. L'échantillon est placé en vis à vis sur une table de translation de type F600 de Physik Instrument (PI) qui utilise un actionneur piézo-électrique linéaire (PIEZO WALK) permettant des déplacements selon les 3 axes (x,y,z) avec deux modes de fonctionnement. Le premier est le mode normal qui autorise une course totale de 6 mm avec une résolution de 100 nm, le deuxième est le mode de super résolution qui permet une course totale de 600  $\mu\text{m}$  avec une résolution de 10 nm. Un générateur de fonction applique une tension alternative et continue entre la pointe et l'échantillon et crée ainsi la vibration de celle-ci. L'amplitude de vibration est mesurée par un interféromètre optique hétérodyne à haute résolution présenté dans la suite de ce chapitre. Nous obtenons ainsi l'amplitude de vibration de la poutre et donc une quantification de la partie dynamique de la force électrostatique. Nous pouvons donc obtenir une valeur quantitative de la DPC à partir de ce dispositif. Tous les appareils sont commandés par leur liaison GPIB et la programmation est réalisée en langage Visual Basic.

### 5.5.2 Sonde optique interférométrique hétérodyne

L'interférométrie optique est une technique connue et employée couramment pour détecter les variations d'amplitudes de surfaces vibrantes. Au sein de l'équipe, P. Vairac et B. Cretin ont développé un interféromètre optique hétérodyne original [115] [116] [117] capable de quantifier de manière absolue les amplitudes de vibrations. Le choix d'un système de mesure hétérodyne, qui consiste à introduire un décalage en fréquence par opposition au système homodyne est apparu comme la solution la plus intéressante, sachant que la technique d'hétérodynage présente les avantages suivants :

- une insensibilité à la lumière ambiante
- une réponse linéaire de l'interféromètre contrairement aux systèmes homodynes
- une détection de phase qui s'affranchit des fluctuations d'intensité
- une méthode qui donne le signe de la vitesse de déplacement

L'originalité de l'interféromètre proposé par P. Vairac et B. Cretin est l'utilisation du miroir avant du laser qui a pour avantage de simplifier le réglage de l'alignement de la sonde. La figure 5.8 schématise la configuration expérimentale de cette sonde.

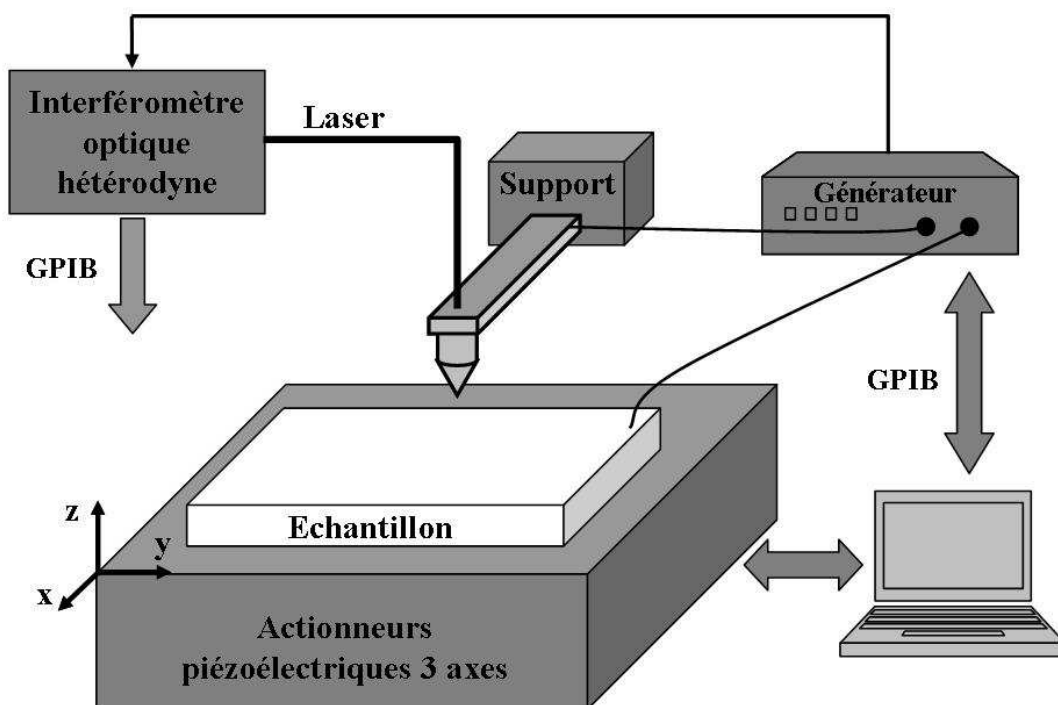


FIGURE 5.7 – Schématisation du microscope à force électrostatique expérimental.

Les caractéristiques principales de la sonde sont une amplitude de vibration maximale détectable en régime linéaire de l'ordre de 20 nm pour  $\lambda = 633$  nm, une sensibilité de  $0,8 \text{ mV}/\text{Å}$ , et une résolution ultime de l'ordre de  $10^{-5} \text{ Å}/\sqrt{Hz}$ . Ce montage nous permet ainsi de réaliser des mesures de la composante dynamique de la force électrostatique. Nous présentons dans la suite de ce chapitre, des mesures de l'influence des paramètres suivants sur la fréquence de résonance, l'amplitude de vibration et la valeur de la DPC :

- la distance pointe/échantillon  $z$
- la tension alternative appliquée  $V_{ac}$
- la tension continue appliquée  $V_{dc}$
- la température de l'échantillon  $T$

## 5.6 Mesures de caractérisation de la résonance

Afin de profiter au maximum de l'amplification de l'amplitude de vibration de la poutre à sa résonance, chaque mesure est réalisée à la fréquence  $\omega_0$ . La vibration est réalisée en appliquant une tension sinusoïdale à la fréquence  $\frac{\omega_0}{n}$  où  $n$  est l'harmonique de la force électrostatique à mesurer. L'amplitude engendrée par l'harmonique  $n$  est enregistrée par le détecteur synchrone à la fréquence  $n\omega_0$ . Nous nous intéressons dans ce manuscrit

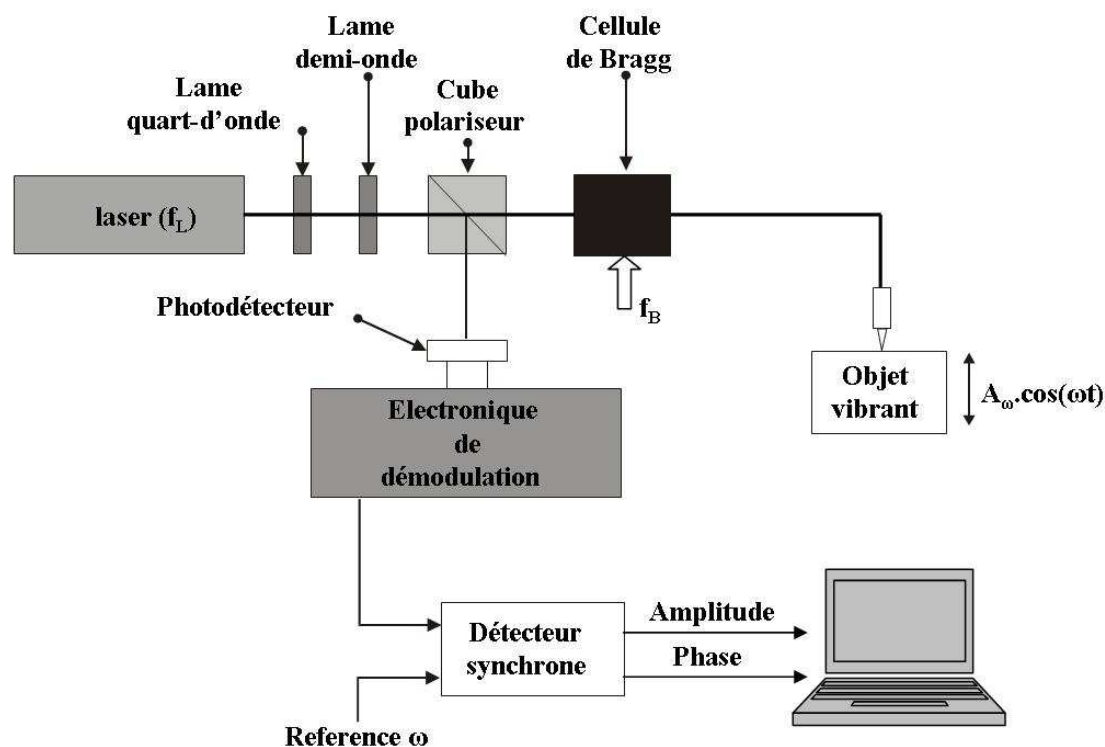


FIGURE 5.8 – Schématisation de la sonde interférométrique optique hétérodyne.

seulement aux deux premiers harmoniques, l'harmonique 1 pour la mesure de la DPC et l'harmonique 2 pour le contrôle de la distance pointe/échantillon. Ce protocole de mesure suppose que la fréquence du premier mode de résonance de la poutre est connue ainsi que ses variations en fonction des différents paramètres expérimentaux. Nous présentons ici les mesures de la résonance d'une poutre de silicium avec une pointe de silicium à son extrémité. La figure 5.9 rappelle les dimensions de cette sonde.

### 5.6.1 Fréquence de résonance du premier mode de la poutre

La fréquence du premier mode de résonance de la poutre est obtenue en mesurant l'amplitude de vibration de la poutre en fonction de la fréquence d'excitation. Des mesures de l'amplitude et de la phase de vibration de la sonde sont réalisées pour des excitations par les composantes de la force électrostatique à  $\omega$  et  $2\omega$ .

Une mesure de l'amplitude de résonance pour une excitation à  $\omega$  est représentée sur la figure 5.10 et la phase associée sur la figure 5.11. Les conditions expérimentales sont les suivantes :

- la distance pointe/échantillon est de  $1 \mu\text{m}$
- la température ambiante est de  $24 \text{ }^\circ\text{C}$

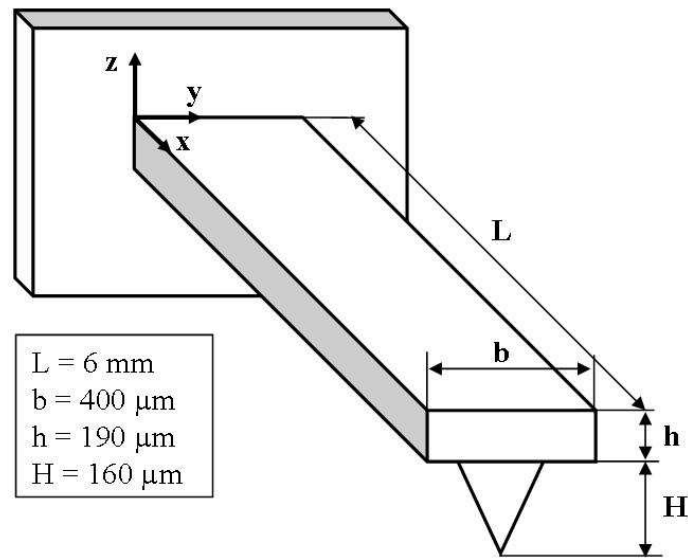


FIGURE 5.9 – Dimensions d’une poutre de silicium avec une pointe formée à son extrémité.

- $V_{ac} = 4V_{pp}$
- $V_{dc} = V_{DPC} + 300 \text{ mV}$
- le détecteur synchrone mesure à  $\omega$

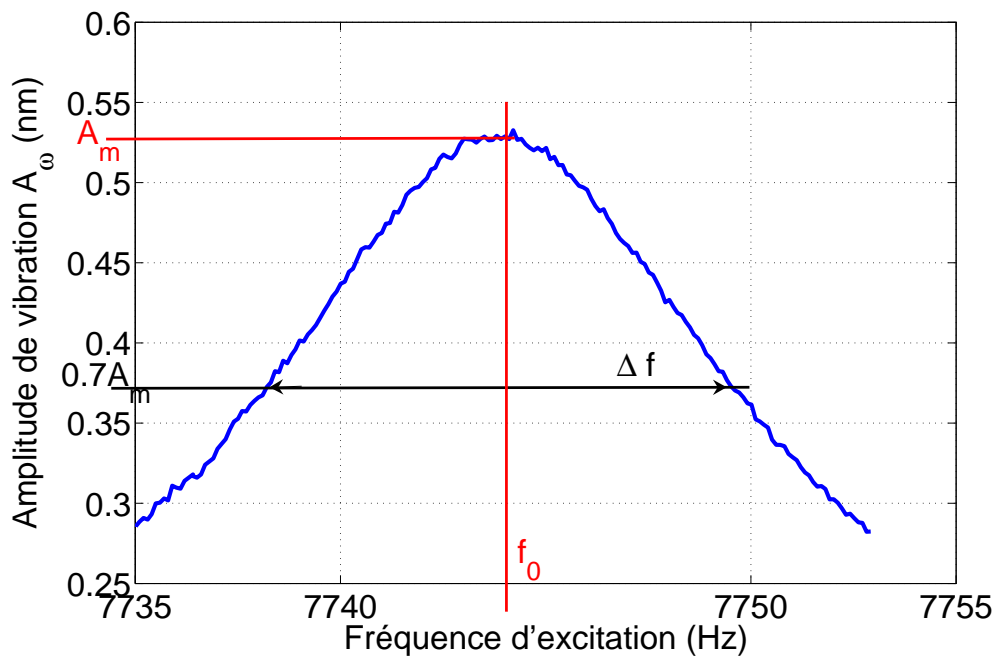


FIGURE 5.10 – Evolution de l’amplitude de vibration de la poutre en fonction de la fréquence d’excitation électrostatique  $\omega$ .

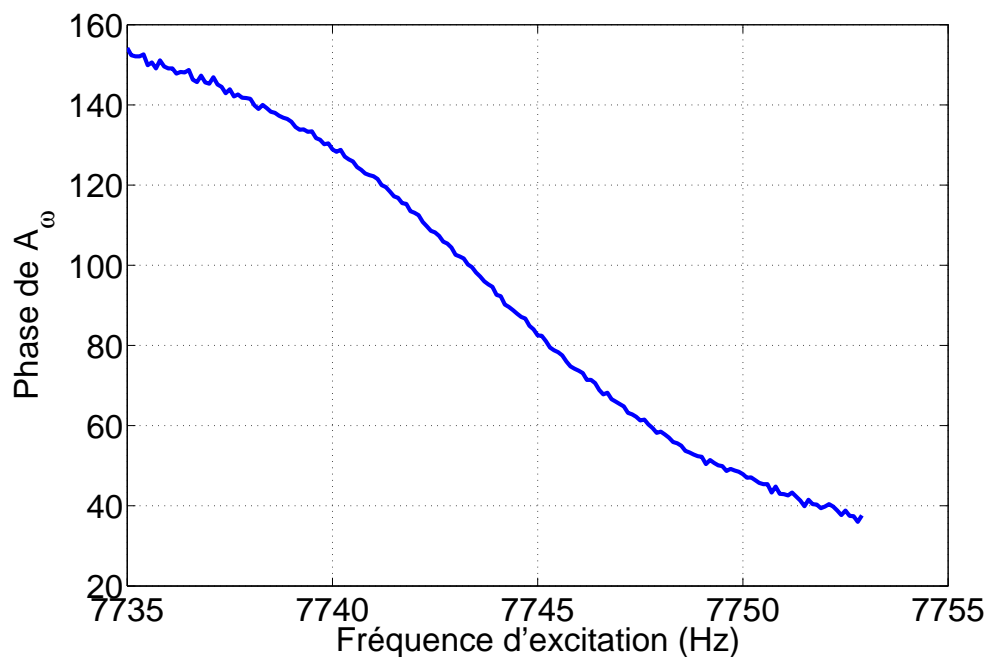


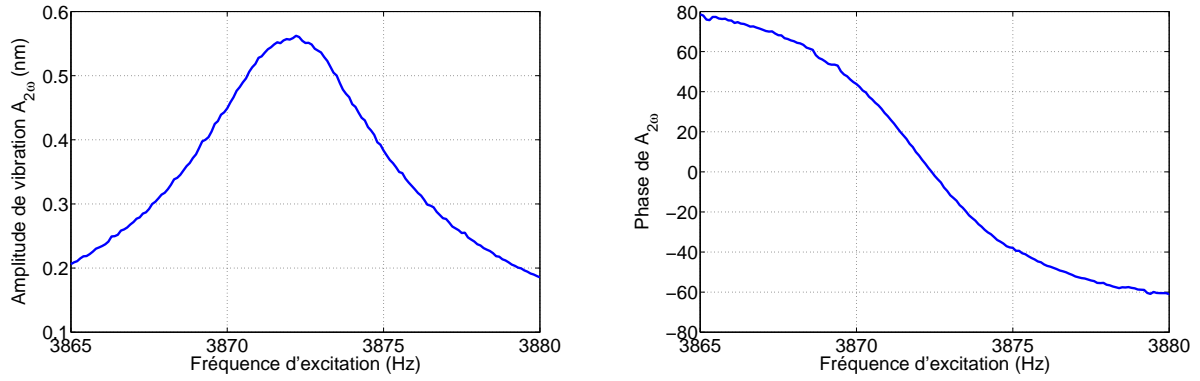
FIGURE 5.11 – Evolution de la phase de vibration de la poutre en fonction de la fréquence d'excitation électrostatique  $\omega$ .

Nous déduisons que la fréquence de résonance du premier mode de vibration de la poutre est  $f_0 = 7744.1$  Hz et que son facteur de qualité  $Q_0$  définie par  $Q_0 = \frac{f_0}{\Delta f}$  (avec  $\Delta f$  la bande passante correspondant à 0.707 de l'amplitude maximum) est de l'ordre de 670.

De même, l'évolution de l'amplitude et de la phase en fonction de la fréquence pour une excitation par le terme à  $2\omega$ . L'excitation se fait donc autour de  $\frac{\omega_0}{2}$  et le détecteur synchrone mesure à  $2\omega$ . Les conditions expérimentales sont les mêmes que pour mesures précédentes à part que la tension est nulle :  $V_{dc} = 0$ . La figure 5.12 montre le résultat de ces mesures.

La fréquence de résonance et le facteur de qualité obtenus pour une excitation par le terme de la force électrostatique à  $2\omega$  sont équivalents à ceux obtenus pour une excitation par le terme de la force électrostatique à  $\omega$ .

Nous présentons, dans la suite de ce paragraphe, l'influence de la distance entre la pointe et l'échantillon, de la tension  $V_{dc}$  et de la température sur la fréquence de résonance de la poutre et son facteur de qualité. Ces mesures sont effectuées par une excitation proche de  $\frac{f_0}{2}$  c'est à dire par le terme de la force électrostatique à  $2\omega$  afin que la valeur de la DPC ne modifie pas les conditions d'excitation expérimentales.



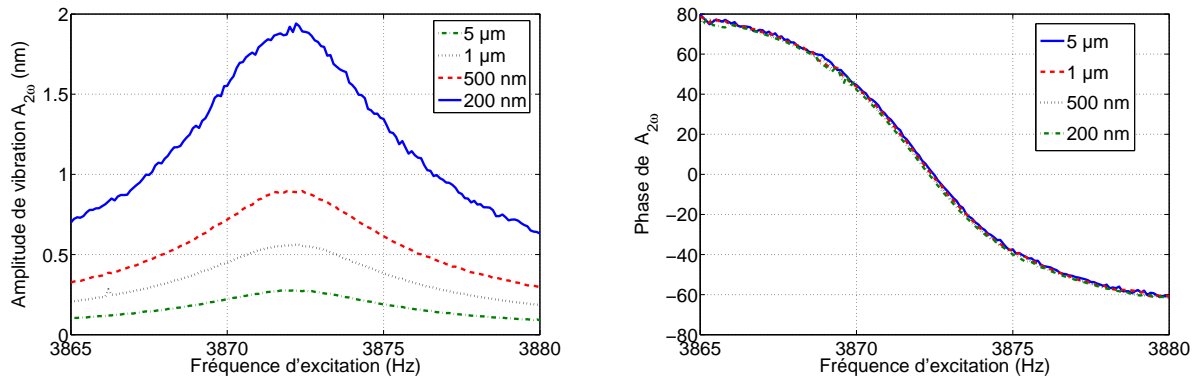
(a) Evolution de l'amplitude de vibration en fonction de la fréquence d'excitation. (b) Evolution de la phase de vibration en fonction de la fréquence d'excitation.

FIGURE 5.12 – Résonance du premier mode de la poutre pour une excitation électrostatique à  $\frac{\omega_0}{2}$ .

### 5.6.2 Fréquence de résonance en fonction de la distance entre la pointe et l'échantillon

Nous cherchons à quantifier l'effet de la distance entre l'extrémité de la pointe et l'échantillon sur la valeur de la fréquence de résonance. Pour cela, nous mesurons la variation de l'amplitude en fonction de la fréquence d'excitation pour des distances  $z$  allant de 200 nm à 5  $\mu\text{m}$ . Les résultats de ces mesures sont rapportés sur la figure 5.13.

La figure 5.13(b) montre clairement que pour des distances allant de 200 nm à 5  $\mu\text{m}$ , la



(a) Evolution de l'amplitude de vibration en fonction de la fréquence d'excitation pour plusieurs distances pointe/échantillon. (b) Evolution de la phase de vibration en fonction de la fréquence d'excitation pour plusieurs distances pointe/échantillon.

FIGURE 5.13 – Evolution de la fréquence de résonance en fonction de la distance pointe/échantillon.

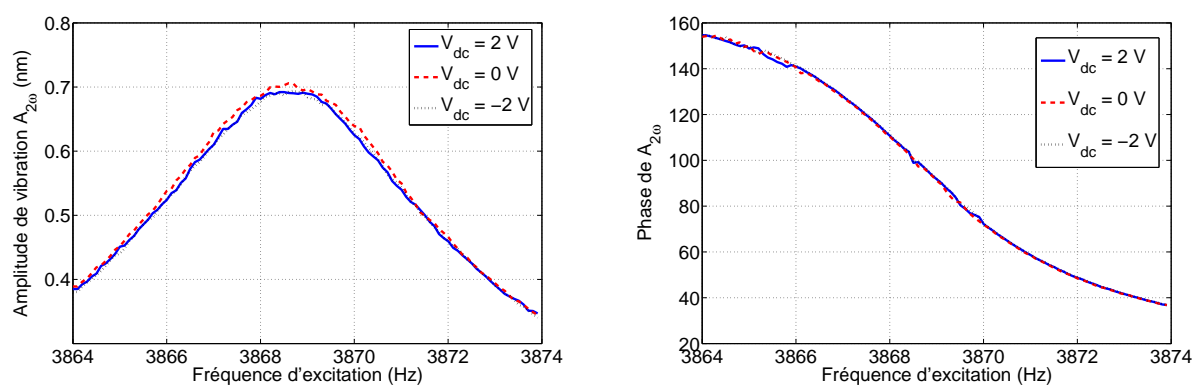
distance entre l'extrémité de la pointe et l'échantillon n'a aucune influence apparente sur

la fréquence de résonance de la poutre. De plus, le coefficient de qualité reste constant pour chacune des mesures, ce qui suggère que la force visqueuse qui s'applique sur la poutre et la pointe a une influence constante sur cette gamme de distance.

### 5.6.3 Fréquence de résonance en fonction de la tension $V_{dc}$

Nous vérifions maintenant l'influence de la tension d'alimentation continue  $V_{dc}$  sur la fréquence de résonance. Pour cela, nous mesurons la variation de l'amplitude et de la phase en fonction de la fréquence d'excitation sans excitation continue et en présence d'une tension  $V_{dc} = 2V$  et  $V_{dc} = -2V$ . La distance pointe/échantillon est maintenue à 500 nm. Les résultats de ces mesures sont présentés sur la figure 5.14.

De même que pour la distance pointe/échantillon, la figure 5.14 (b) montre clairement que



(a) Evolution de l'amplitude de vibration en fonction de la fréquence d'excitation pour plusieurs tensions  $V_{dc}$ .  
(b) Evolution de la phase de vibration en fonction de la fréquence d'excitation pour plusieurs tensions  $V_{dc}$ .

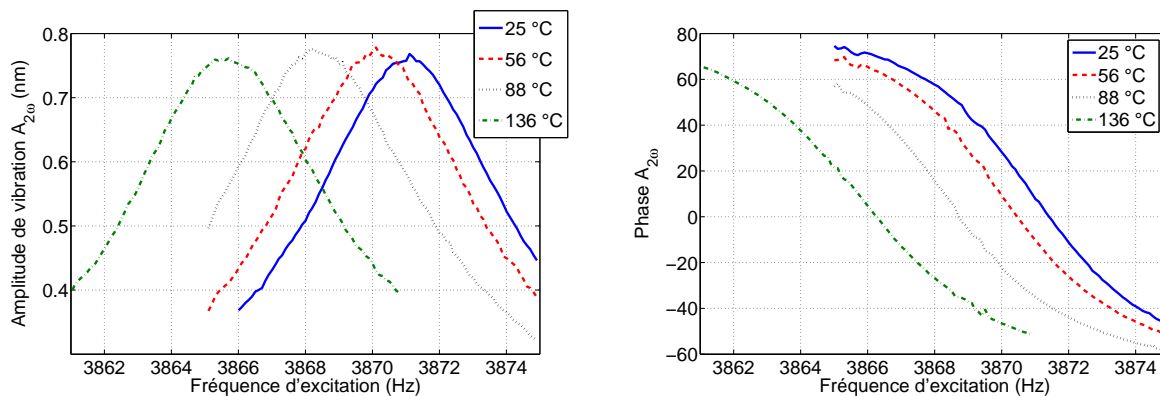
FIGURE 5.14 – Evolution de la fréquence de résonance pour plusieurs tensions  $V_{dc}$ .

la fréquence de résonance de la poutre est, dans ces conditions de mesure, indépendante de la valeur de la tension continue appliquée entre la sonde et l'échantillon.

### 5.6.4 Fréquence de résonance en fonction de la température de l'échantillon

Nous mesurons ici l'influence de la température de l'échantillon sur la valeur de la fréquence de résonance. La distance pointe/échantillon est maintenue à 500 nm, la tension d'alimentation est  $V_{ac} = 4 V_{pp}$  et  $V_{dc} = 0 V$ . La figure 5.15 présente l'évolution de l'amplitude et de la phase de vibration en fonction de la fréquence d'excitation pour différentes valeurs de la température de surface de l'échantillon.

Les mesures reportées sur la figure 5.15 montre que la fréquence de résonance de la



(a) Evolution de l'amplitude de vibration en fonction de la fréquence d'excitation pour plusieurs températures. (b) Evolution de la phase de vibration en fonction de la fréquence d'excitation pour plusieurs températures.

FIGURE 5.15 – Mesure de la vibration de la poutre en fonction de la fréquence d'excitation pour différentes températures.

poutre varie de façon non négligeable avec la température de l'échantillon. Cette variation est reportée sur la figure 5.16 et l'évolution du coefficient de qualité sur la figure 5.17.

Ces mesures nous montrent qu'une augmentation de la température a pour effet de

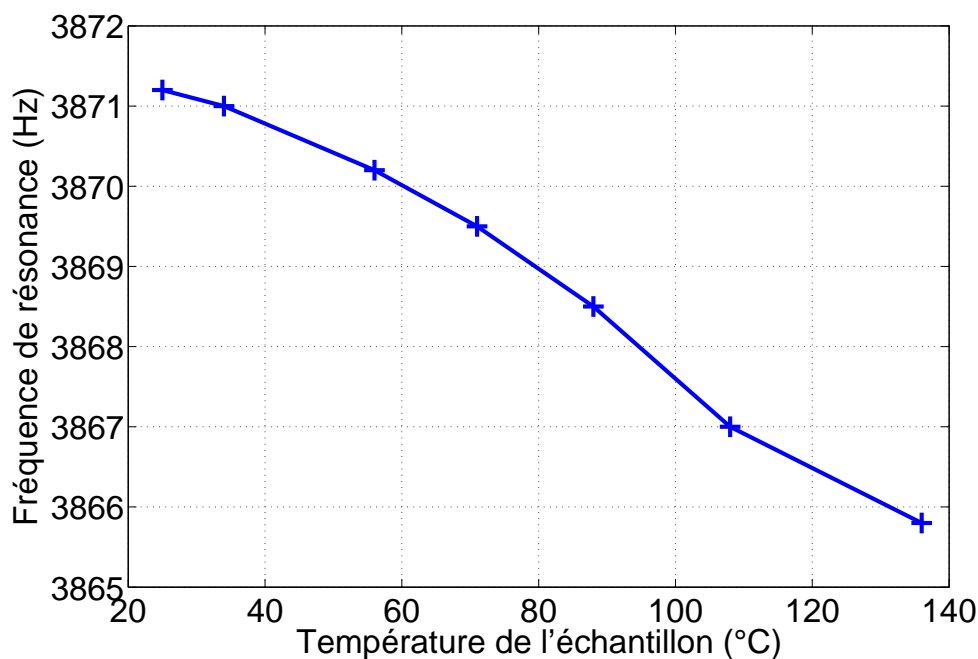


FIGURE 5.16 – Evolution de la fréquence de résonance en fonction de la température.

diminuer d'une part la fréquence de résonance et d'autre part le coefficient de qualité. La variation de la fréquence de résonance, de l'ordre de 0.05 Hz/K pour cette configuration



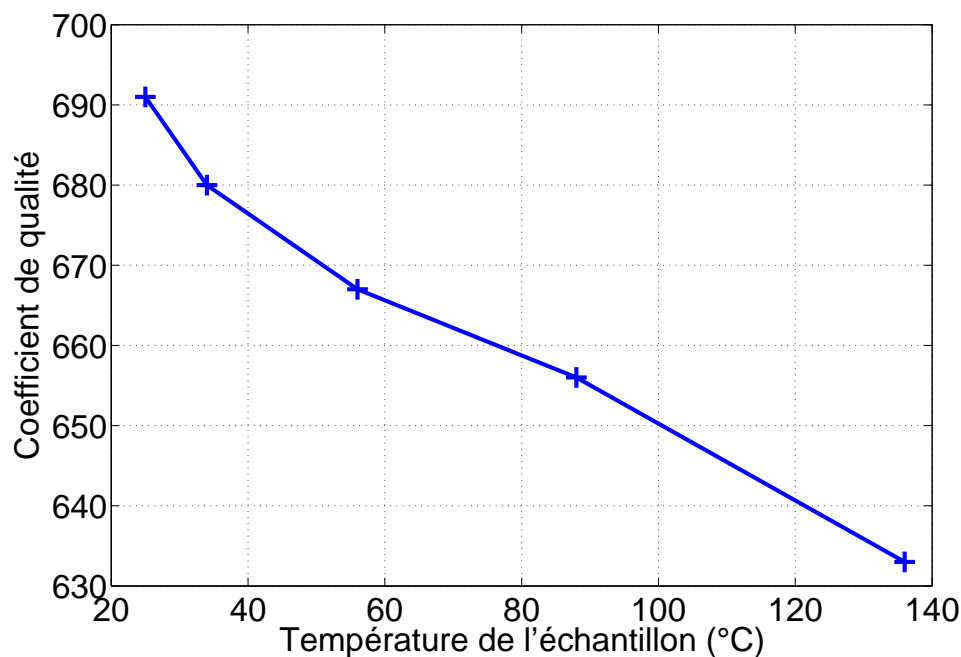


FIGURE 5.17 – Evolution du coefficient de qualité de la résonance en fonction de la température.

expérimentale particulière, est une conséquence de la dilatation mécanique de la poutre et de la variation de la viscosité de l'air. En ce qui concerne le coefficient de qualité, sa diminution de l'ordre de  $0.5 \text{ K}^{-1}$  s'explique par l'augmentation de la viscosité de l'air qui a pour conséquence d'augmenter la force visqueuse sur la poutre. L'écart mesuré est proche de celui calculé pour une variation de viscosité de l'air définie par la loi de Sutherland. En conclusion, la variation de la résonance étant non négligeable dans notre cas de figure, il faut obligatoirement en tenir compte pour l'asservissement de la distance entre la pointe et l'échantillon.

## 5.7 Mesures de caractérisation de l'amplitude de vibration

L'amplitude de vibration dépend de différents paramètres comme la distance entre la pointe et l'échantillon, la tension dynamique  $V_{ac}$  et la tension continue  $V_{dc}$ . Nous mesurons l'évolution de l'amplitude d'une poutre de silicium avec une pointe formée à son extrémité en fonction de ces paramètres pour les comparer aux théories établies au début de ce chapitre. Nous nous intéressons d'abord à l'excitation par le terme  $2\omega$  de la force électrostatique avant l'excitation par la composante fondamentale.

### 5.7.1 Excitation par le terme à $2\omega$

Le terme de la force électrostatique à  $2\omega$  est généralement utilisé en EFM pour contrôler la distance pointe/échantillon en asservissant la valeur de l'amplitude  $A_{2\omega}$  dont l'expression, définie par l'équation 5.38, est :

$$A_{2\omega} = \frac{2\pi\epsilon_0 R_s Q_0 V_{ac}^2}{2k_N z_s + 12\pi\mu_a R_s^2 Q_0 \omega_0}$$

Nous mesurons la dépendance de l'amplitude aux différents paramètres expérimentaux.

#### 5.7.1.1 Amplitude $A_{2\omega}$ en fonction de $V_{ac}$

L'équation 5.38 prédit une dépendance quadratique de l'amplitude de vibration avec la valeur de la tension d'alimentation dynamique  $V_{ac}$ . La figure 5.18 montre une mesure de l'évolution de l'amplitude en fonction de  $V_{ac}$ .

Les mesures sont approximées par une courbe quadratique avec un coefficient de corréla-

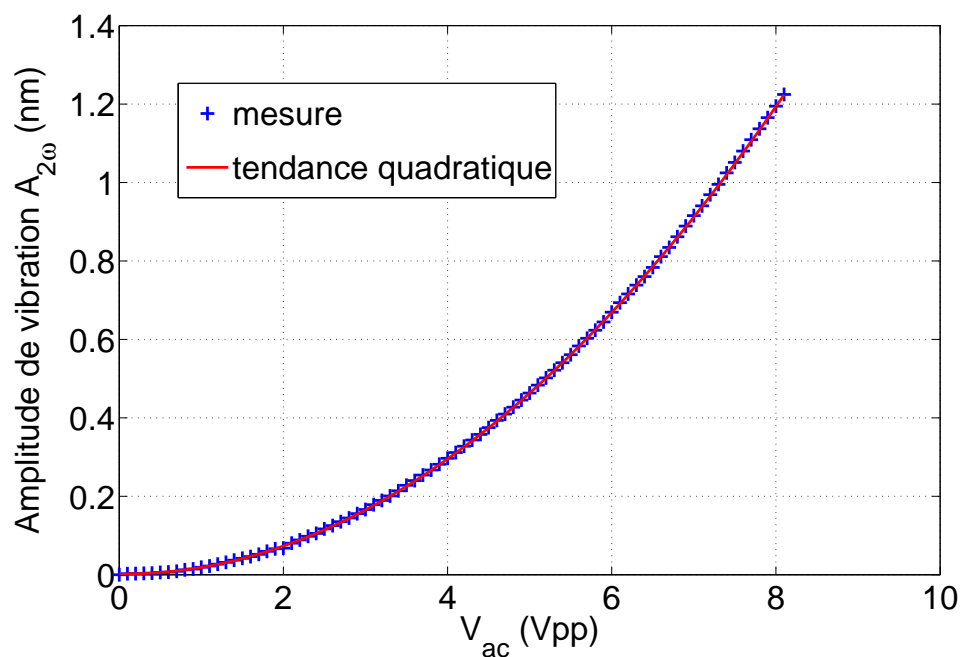


FIGURE 5.18 – Evolution de l'amplitude de vibration  $A_{2\omega}$  en fonction de  $V_{ac}$ .

tion de 0.999 ce qui suit exactement la dépendance théorique de l'amplitude en fonction de  $V_{ac}$ .

### 5.7.1.2 Amplitude $A_{2\omega}$ en fonction de $V_{dc}$

Le modèle théorique ne prédit aucune influence de la tension continue sur le terme en  $2\omega$ , ce qui se vérifie par la mesure reportée sur la figure 5.19.

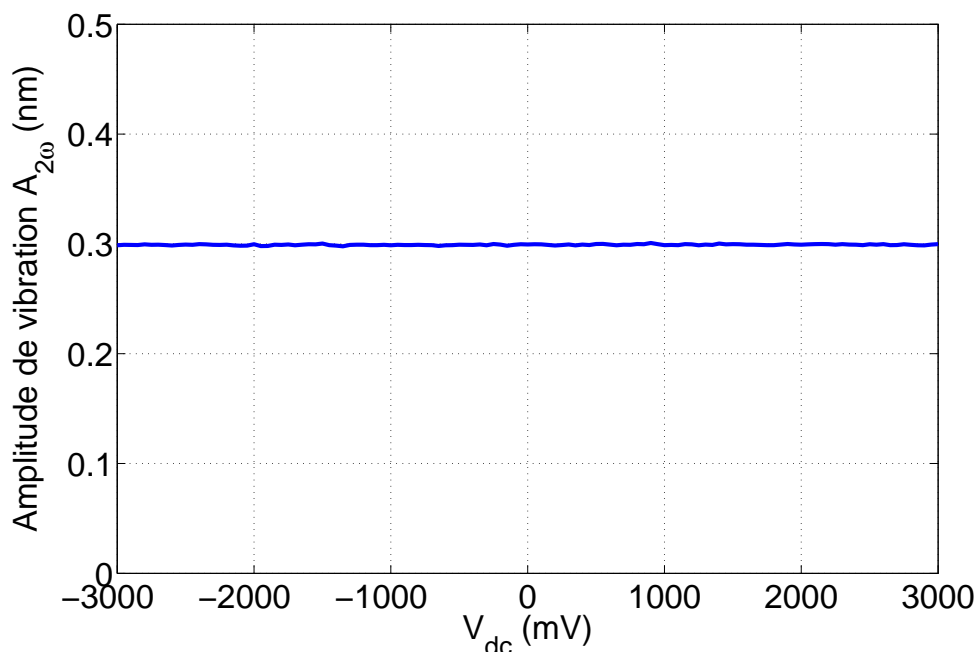


FIGURE 5.19 – Evolution de l'amplitude de vibration  $A_{2\omega}$  en fonction de  $V_{dc}$ .

### 5.7.1.3 Amplitude $A_{2\omega}$ en fonction de la distance pointe/échantillon

La distance entre l'extrémité de la pointe et l'échantillon est un paramètre très influent sur l'amplitude de vibration. Nous mesurons cette dépendance dans le cas d'une sonde avec une pointe de silicium formée à son extrémité, le résultat de cette mesure est reporté sur la figure 5.20.

Nous remarquons que l'évolution de l'amplitude en fonction de la distance suit une loi "puissance" avec un facteur de -0.6 pour la pointe de silicium. La théorie élaborée précédemment prédit une dépendance de celle-ci avec un facteur de -1 comme indiqué par l'équation 5.38. Le modèle théorique définissant ce facteur repose sur les deux hypothèses suivantes :

- la distance pointe/échantillon est inférieure au rayon terminal de la pointe  $z \ll R_s$
- la force électrostatique générée entre la poutre et l'échantillon est négligeable devant celle générée par la pointe

Dans le cas des pointes en silicium, le rayon terminal de la pointe étant inférieur à  $2 \mu\text{m}$ , la première hypothèse n'est plus vérifiée. De plus, la longueur de la pointe étant de l'ordre

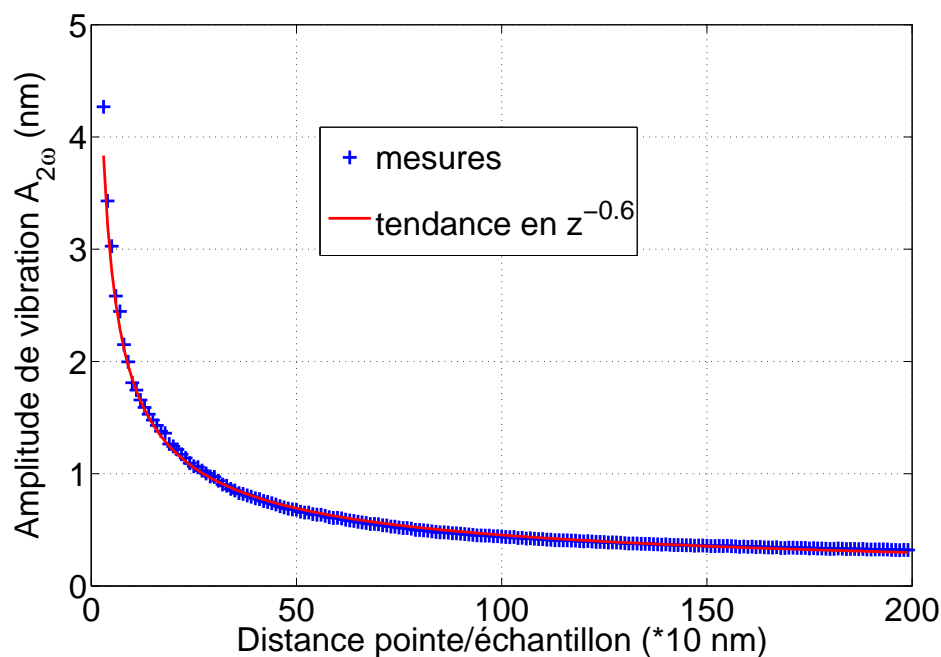


FIGURE 5.20 – Evolution de l’amplitude de vibration  $A_{2\omega}$  en fonction de la distance pointe/échantillon pour une pointe en silicium.

de  $160 \mu\text{m}$ , il se peut que la force électrostatique entre la poutre et l’échantillon ne soit pas négligeable et influe sur l’amplitude de vibration. Ce modèle n’est donc pas correctement adapté pour décrire le comportement de la force électrostatique de la pointe de silicium. La mesure de la dépendance de l’amplitude de vibration en fonction de la distance a aussi été réalisée avec une pointe de constantan de  $700 \mu\text{m}$  de longueur dont le rayon terminal est de l’ordre de  $20 \mu\text{m}$ . Cette mesure est reportée sur la figure 5.21.

Les dimensions de la pointe en constantan nous place dans de conditions expérimentales beaucoup plus proches des hypothèses définies pour le calcul théorique qui devient alors un très bon modèle pour la prédiction du comportement de l’amplitude de vibration en fonction de la distance pointe/échantillon sur la plage  $0 - 2 \mu\text{m}$ .

### 5.7.2 Excitation par le terme en $\omega$

Le terme de la force électrostatique en  $\omega$  est utilisé en KFM pour mesurer la DPC, la valeur de l’amplitude  $A_\omega$  est définie par l’équation 5.37 :

$$A_\omega = \frac{2\pi\epsilon_0 R_s Q_0 |V_{dc} - V_{DPC}| V_{ac}}{k_N z_s + 6\pi\mu_a R_s^2 Q_0 \omega_0}$$

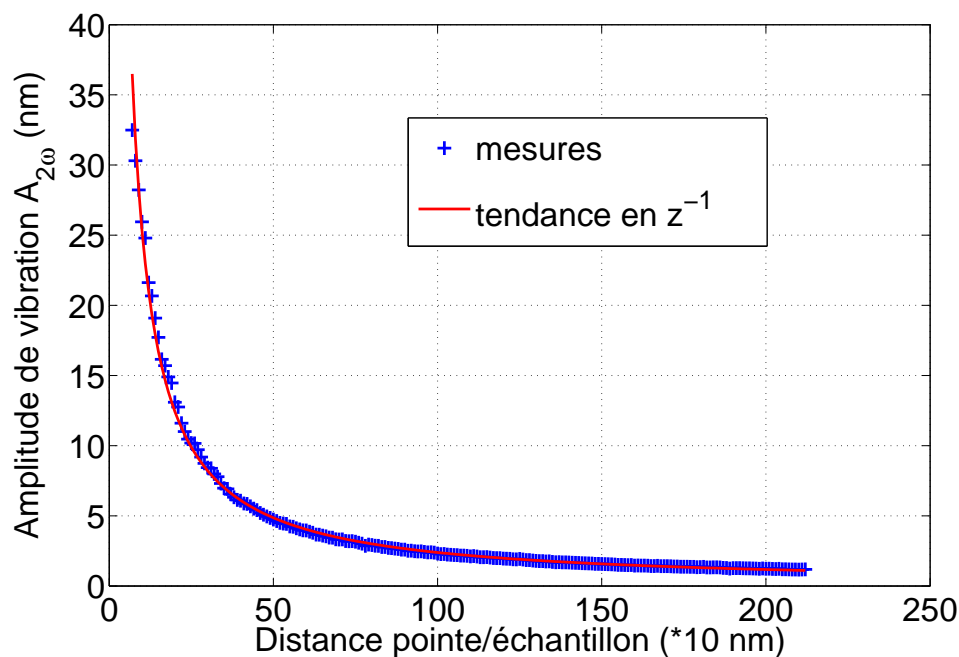


FIGURE 5.21 – Evolution de l'amplitude de vibration  $A_{2\omega}$  en fonction de la distance pointe/échantillon pour une pointe en constantan.

Nous présentons ici les mesures de l'influence des différents paramètres sur l'amplitude de vibration afin comparer le comportement expérimental à celui défini théoriquement.

### 5.7.2.1 Amplitude $A_\omega$ en fonction de $V_{ac}$

La fonction précédente définit une dépendance linéaire de l'amplitude  $A_\omega$  en fonction de la tension dynamique d'excitation. Nous vérifions ce comportement par une mesure entre une pointe de silicium et l'échantillon reportée sur la figure 5.22. La mesure s'approche bien par une droite avec un coefficient de corrélation de 0.999.

### 5.7.2.2 Amplitude $A_\omega$ en fonction de $V_{dc}$

Contrairement à  $A_{2\omega}$  qui ne dépend pas de la tension continue, l'expression de  $A_\omega$  (équation 5.37) suppose que l'amplitude  $A_\omega$  dépend linéairement de la tension continue et s'annule lorsque celle-ci est l'opposé de la DPC. Nous vérifions cette relation par une mesure reportée sur la figure 5.23. La dépendance de l'amplitude  $A_\omega$  apparaît clairement sur la figure 5.23 (a), nous obtenons bien deux segments de droite se rejoignant sur l'axe des abscisses. Ce point de jonction représente la DPC existante entre la pointe et l'échantillon valant pour cette mesure 100 mV. La figure 5.23 (b) montre le saut de phase de  $180^\circ$

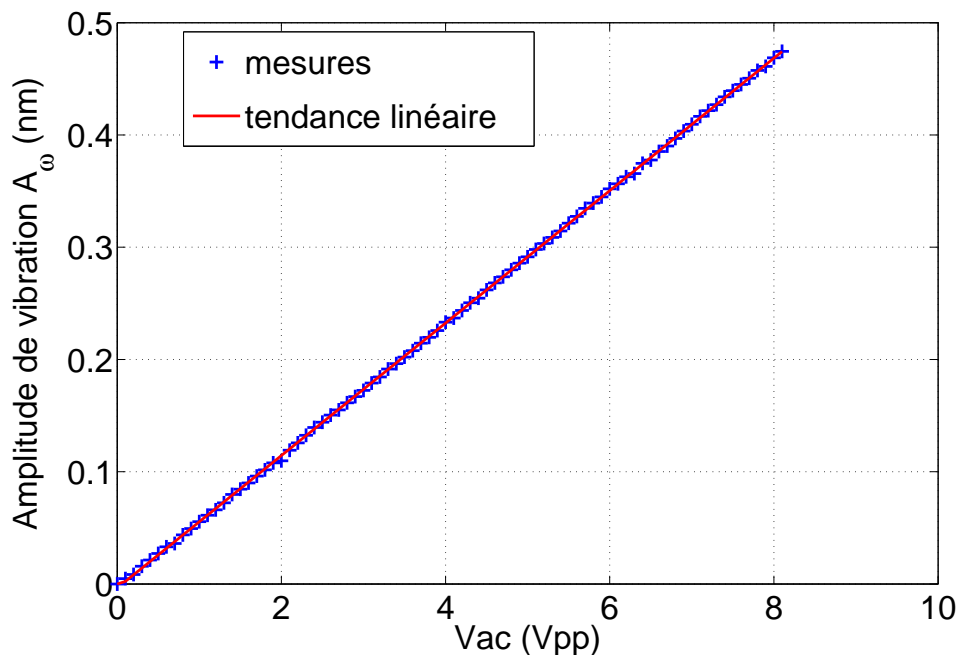
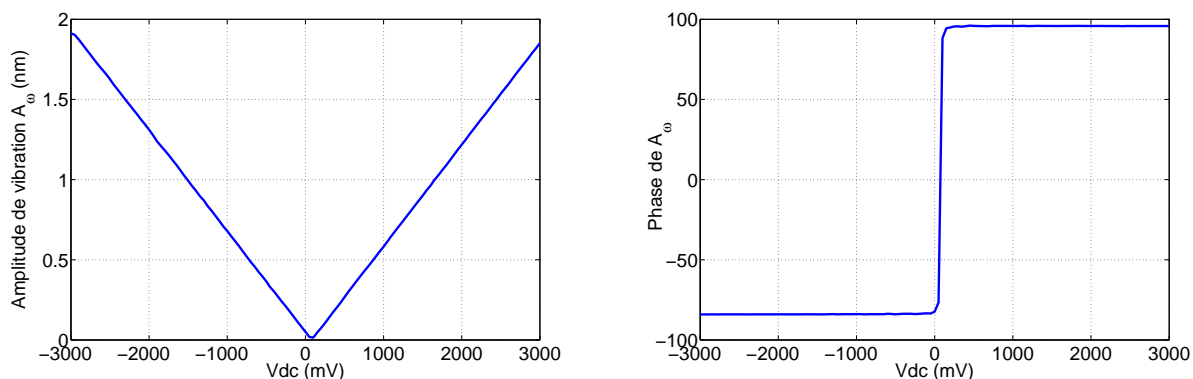

 FIGURE 5.22 – Evolution de l’amplitude de vibration  $A_\omega$  en fonction de  $V_{ac}$ .

 (a) Evolution de l’amplitude de vibration  $A_\omega$  en fonction de  $V_{dc}$ . (b) Evolution de la phase de vibration en fonction de  $V_{dc}$ .

 FIGURE 5.23 – Evolution de la vibration de la poutre par le terme en  $\omega$  en fonction de la tension  $V_{dc}$ .

généralisé par le point d’inversion. Ce type de mesure est une façon classique de mesurer la DPC par KFM.

### 5.7.2.3 Amplitude $A_\omega$ en fonction de la distance pointe/échantillon

De même que l’amplitude  $A_{2\omega}$ , la dépendance de l’amplitude  $A_\omega$  en fonction de la distance pointe/échantillon est supposée être en  $z^{-1}$  si les hypothèses du modèle sont

vérifiées. La figure 5.24 montre la mesure entre une pointe de silicium et l'échantillon. La

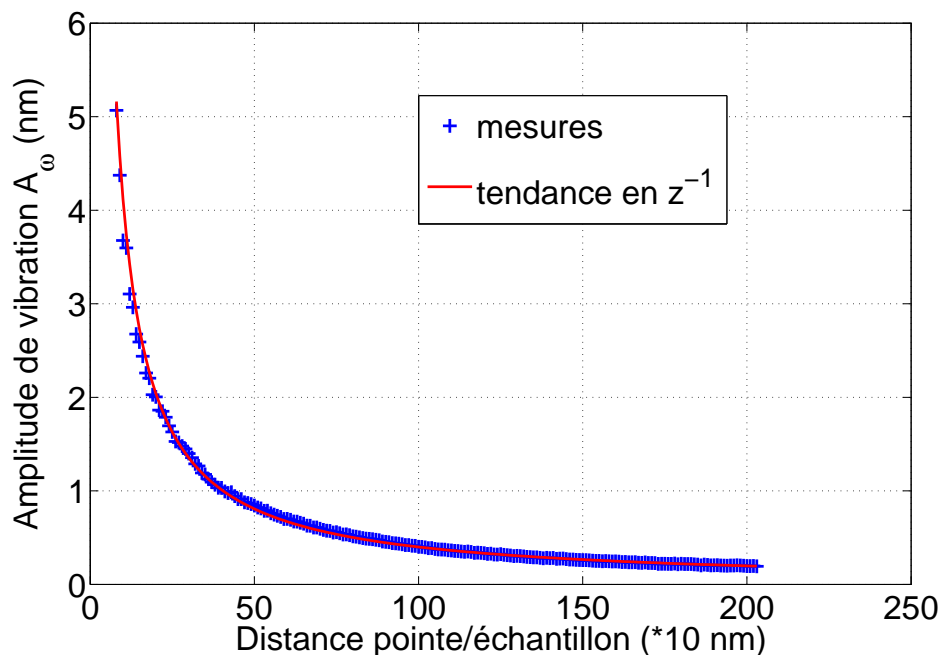


FIGURE 5.24 – Evolution de l'amplitude de vibration  $A_\omega$  en fonction de la distance pointe/échantillon pour une pointe en silicium.

dépendance de  $A_\omega$  en fonction de la distance pointe/échantillon est approximée en  $z^{-1}$  pour la pointe en silicium. Ce comportement est différent de celui mesuré sur la figure 5.20 pourtant en comparant les équations théoriques 5.38 et 5.37, il devrait être le même. Cette remarque nous incite à penser qu'un autre terme de l'amplitude  $A_\omega$  dépend aussi de  $z$ . D'après l'ensemble des mesures précédentes, le seul terme pouvant être influencé par la distance pointe/échantillon est la valeur de la DPC. C'est ce que nous vérifions dans la suite de ce chapitre.

## 5.8 Conclusions des caractérisations de l'EFM

Nous avons mis en place un montage expérimental basé sur le principe d'un microscope électrostatique afin de mesurer la DPC. Les mesures par forces électrostatiques sont sujettes à de nombreux paramètres environnementaux comme la distance, la tension d'alimentation, la fréquence de résonance, etc... Ainsi, réaliser des mesures précises et répétables de la valeur de la DPC nécessite la caractérisation de l'EFM en fonction des paramètres perturbants. C'est dans cette optique que nous avons quantifié le comportement de la fréquence de résonance et des amplitudes de vibration en fonction de chaque paramètre susceptible d'interagir. Nous établissons, d'après le résultat de ces mesures, la

démarche expérimentale à mettre en place et les différents paramètres à contrôler pour optimiser la répétabilité des mesures de la DPC. Concrètement, l'étude de la fréquence de résonance a établi sa dépendance à la température (voir figure 5.16). Il faut ainsi réajuster la fréquence d'excitation  $\omega$  pour toute nouvelle mesure à une température différente de l'ambiante afin de toujours réaliser des mesures à la fréquence de résonance de la sonde. Les mesures ont aussi montré que la distance entre l'extrémité de la pointe et l'échantillon est un paramètre très influent sur l'amplitude. Pour réaliser des mesures les plus répétables possible, nous décidons de les réaliser avec une distance supérieure à  $1 \mu\text{m}$  pour minimiser l'effet des fluctuations de positionnement. La distance sera contrôlée et ajustée avant chaque nouvelle mesure.

## 5.9 La mesure de la DPC

### 5.9.1 Les méthodes de mesure

Plusieurs méthodes sont possibles pour obtenir la valeur de la DPC. La première est la méthode dite de Kelvin, elle consiste à détecter le minimum de  $A_\omega$  lors d'un balayage de  $V_{dc}$ . Cette méthode fournit une valeur quantitative de la DPC tout en étant peu sensible à la valeur des amplitudes de vibration. Une deuxième technique utilise la boucle de rétroaction pour conserver la force électrostatique du second harmonique constante. Dans ces conditions, le gradient de capacité est constant, de ce fait les variations de l'amplitude  $A_\omega$  dépendent uniquement des variations de la DPC. Avec cette technique, nous obtenons une mesure relative de la différence de potentiel de contact [107]. Une troisième méthode consiste à acquérir simultanément les images des forces électrostatiques pour le mode fondamental et le second harmonique sans boucle de rétroaction [118]. Nous obtenons une valeur absolue de la différence de potentiel en effectuant le rapport des amplitudes du mode fondamental sur le second harmonique. Cette méthode a l'avantage de ne pas utiliser de boucle de rétroaction, ce qui permet une acquisition beaucoup plus rapide. La méthode que nous avons choisie est celle de Kelvin parce qu'elle est beaucoup moins dépendante de la valeur de l'amplitude de vibration qui peut être perturbée par de nombreux paramètres. De plus, R. Rousier a montré lors de ses travaux de thèse [113] une méthode plus rapide de l'acquisition de la valeur de la DPC par variation de la tension continue. Cette méthode consiste à mesurer l'amplitude de vibration  $A_{\omega_1}$  et  $A_{\omega_2}$  pour deux valeurs de la tension continue  $V_{dc1}$  et  $V_{dc2}$  de part et d'autre de la valeur de la DPC. En prenant l'opposé de l'une des amplitudes mesurées, la droite passant par ces deux points coupe l'axe des



abscisses à la valeur de la DPC. Ainsi la DPC vaut :

$$V_{DPC} = \frac{A_{\omega 1} V_{dc2} + A_{\omega 2} V_{dc1}}{A_{\omega 1} + A_{\omega 2}} \quad (5.39)$$

Avant de nous intéresser à la dépendance de la DPC en fonction de la température, nous vérifions le comportement de celle-ci en fonction de la distance  $z$ .

### 5.9.2 La DPC en fonction de la distance entre la pointe et l'échantillon

Nous mesurons l'évolution de la DPC en fonction de la distance pointe/échantillon entre une pointe de silicium et une couche de chrome. La tension dynamique d'excitation est de 4 Vpp. L'ensemble du dispositif expérimental est à la température ambiante, 24 °C. La figure 5.25 montre le résultat des mesures.

Cette mesure montre que la DPC peut être fortement perturbée par la distance entre

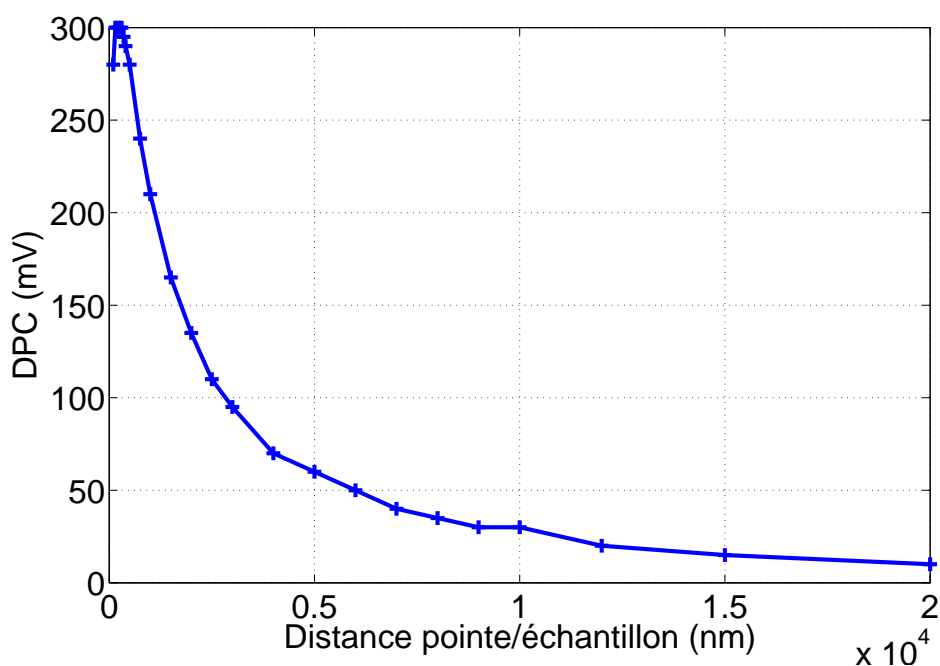


FIGURE 5.25 – Evolution de la DPC en fonction de la distance pointe/échantillon pour une pointe en silicium.

la pointe et l'échantillon. Cette dépendance s'explique par une inhomogénéité du travail d'extraction de la pointe et de l'échantillon. Dans le cas de grandes distances, la zone de l'échantillon en interaction avec la pointe est plus étendue de même qu'une plus grande surface de la pointe agit sur l'échantillon. Le travail de sortie de la pointe et de l'échantillon

ne sont pas homogènes en raison des impuretés de surface, de la couche superficielle ou bien simplement des différences de structure du dépôt. Ainsi, à grande distance, il y a un effet de moyenne de la valeur de la DPC. A contrario, ces inhomogénéités très localisées impliquent qu'à très courte distance la variation de la DPC peut être importante. Nous concluons donc que pour réaliser des mesures de DPC à courte distance ( $< 10 \mu\text{m}$ ) il faut impérativement contrôler précisément la distance entre la pointe et l'échantillon.

## 5.10 La DPC en fonction de la température

En vue de l'utilisation du KFM comme un instrument de mesure de la température locale, nous souhaitons quantifier la dépendance de la DPC en fonction de la température. L'étude précédente des paramètres influant sur la vibration de la poutre par forces électrostatiques nous permet maintenant de pouvoir réaliser des mesures de DPC en contrôlant tous les facteurs de perturbations mécaniques. Le protocole expérimental défini pour la mesure de la DPC en fonction de la température tient compte des résultats des mesures précédentes. Ainsi, chaque point de mesure est réalisé en prenant soin de respecter la démarche suivante :

- la mesure est réalisée après attente du temps de thermalisation de l'échantillon
- la distance pointe/échantillon est contrôlée par une courbe d'approche avant chaque mesure afin de compenser la dilatation thermique de l'échantillon et de son support
- lorsque la pointe est en position, la fréquence de résonance est mesurée et appliquée au générateur
- la mesure est réalisée pour plusieurs distances entre la pointe et l'échantillon

Cette démarche de mesure est appliquée pour la mesure de la DPC entre une pointe de silicium et une piste de chrome de  $50 \mu\text{m}$  de largeur. La pointe est positionnée au dessus du centre de la piste. Cette piste est chauffée par une tension continue. Nous mesurons, pour chaque température, la DPC pour une distance allant de  $100 \text{ nm}$  à  $5 \mu\text{m}$ . Le résultat d'une de ces mesures est présenté sur la figure 5.26.

Cette figure montre d'une part que la variation de la DPC en fonction de la distance semble peu répétable pour des distances inférieurs à  $1 \mu\text{m}$  mais que pour des distances supérieurs ou égales à  $1 \mu\text{m}$ , la dépendance de la DPC en fonction de la distance semble répétable et indépendante de la température de l'échantillon. D'autre part, ces courbes montrent une dépendance très nette de la DPC en fonction de la température. Nous excluons les distances inférieures à  $1 \mu\text{m}$  pour lesquelles les mesures ne sont pas répétables car trop sensibles au contrôle de la distance pointe/échantillon et aux variations locales du potentiel de surface. Ainsi, pour des distances supérieures à  $1 \mu\text{m}$ , nous observons une augmentation de la valeur de la DPC de l'ordre de  $500 \text{ mV}$  pour une différence de

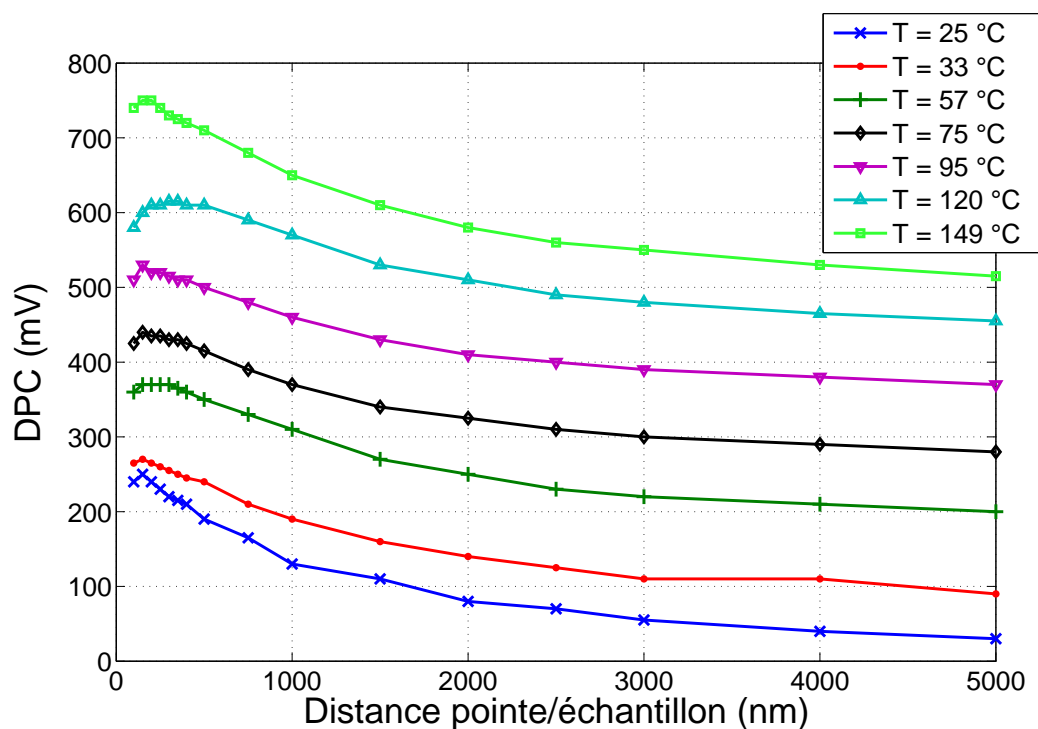


FIGURE 5.26 – Une mesure de l'évolution de la DPC en fonction de la distance pointe/échantillon et de la température.

température de 124 K ce qui correspond à une sensibilité moyenne de l'ordre de  $4 \text{ mV.K}^{-1}$ . Cette mesure est renouvelée plusieurs fois sur différents jours, la figure 5.27 montre la variation de la DPC en fonction de la température tirée de ces différentes mesures. Les courbes présentées sont les mesures pour une distance pointe/échantillon de  $1 \mu\text{m}$ .

La figure 5.27 montre qu'il y a des variations supérieures à 100 mV de la valeur de la DPC pour une même température correspondant pourtant à des mesures réalisées avec le même dispositif expérimental et dans des conditions qui semblent très semblables.

## 5.11 Analyse de la mesure de la DPC

Les résultats présentés ici sont les premières mesures concernant la variation de la DPC en fonction de la température. Par ces mesures, nous avons mis en évidence que la valeur de la DPC est fortement liée à la valeur de la température de surface de la sonde et de l'échantillon. Cette dépendance montre qu'il est envisageable d'utiliser un KFM comme thermomètre. Pourtant, nous avons pu d'ores et déjà nous rendre compte des limitations et des difficultés associées à la mesure de la DPC avec notre système expérimental actuel. La première limitation qui apparaît sur la figure 5.27 est que la valeur de la DPC n'est pas répétable même à la température ambiante. Ces variations sont sans doute dues à

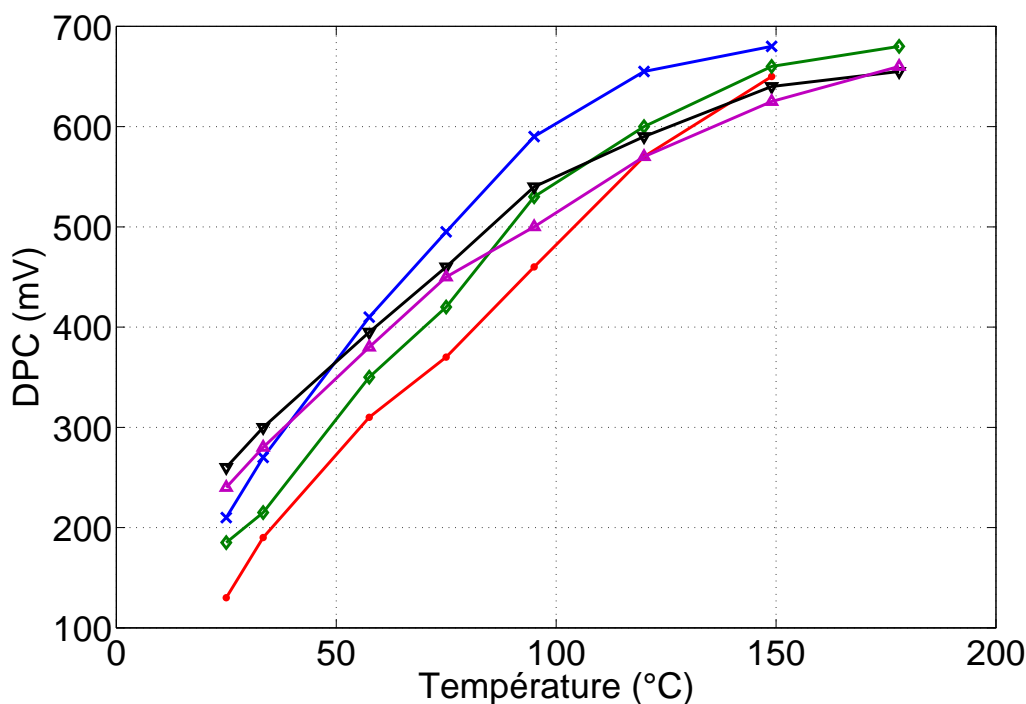


FIGURE 5.27 – Evolution de la DPC en fonction de la température pour différentes mesures.

des paramètres expérimentaux que nous ne contrôlons pas. Le premier paramètre que nous pouvons incriminer est la distance entre l'extrémité de la sonde et l'échantillon. La valeur de la DPC mesurée semble être une moyenne de la valeur de celle-ci sur la zone d'interaction de l'échantillon intervenant dans la mesure. Cette constatation est aussi vraie pour le travail de sortie de la pointe. Une courte distance entre la pointe et l'échantillon a pour effet de diminuer l'étendue de la zone d'interaction, c'est à dire une meilleure localisation de la mesure. La mesure gagne alors en résolution spatiale mais elle devient beaucoup plus sensible aux variations locales de la valeur de la DPC. Ces variations sont dues, par exemple, à la pollution de la surface à mesurer, aux inhomogénéités de la couche mince métallique déposée sur l'échantillon ainsi qu'à l'extrémité de la pointe. Il est possible que d'autres phénomènes interviennent aussi dans la valeur de la DPC comme la couche d'eau superficielle, l'humidité de l'air ambiante, une précharge électrostatique, etc...

La seconde constatation apportée par la figure 5.27 est que la variation de la valeur de la DPC en fonction de la température n'est pas parfaitement répétable malgré des conditions de mesure qui semblent relativement proches. Par contre, ces résultats n'ont pas été obtenus le même jour (campagne de mesure de 3 jours), ceci pourrait expliquer en partie la dispersion observée.

La figure 5.28 montre deux mesures successives de la valeur de la DPC en fonction de

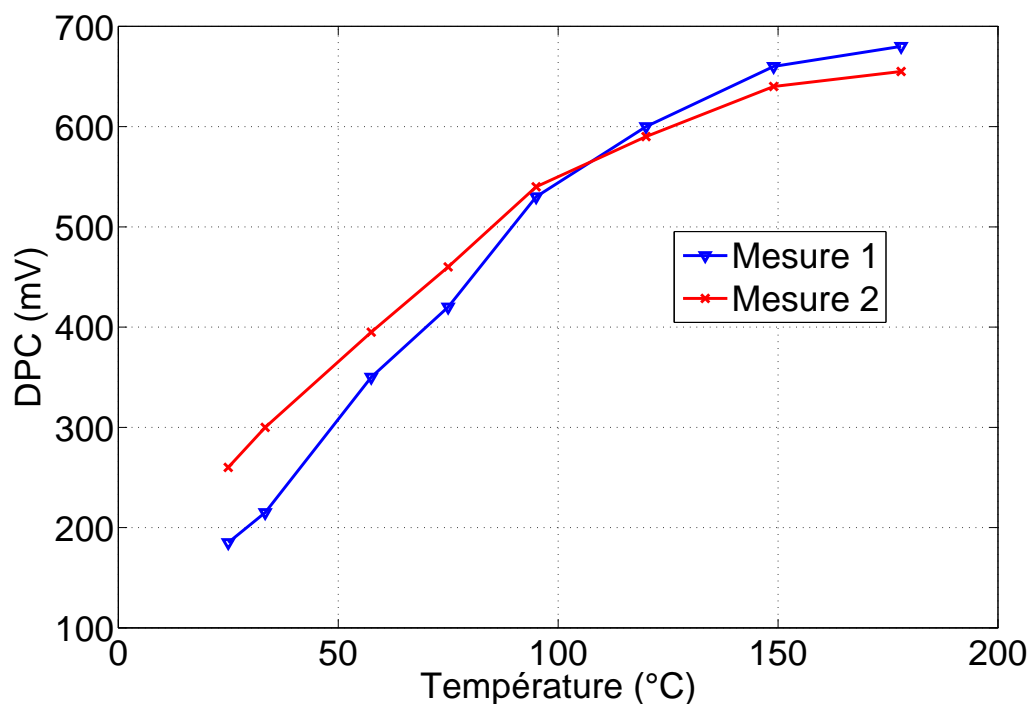


FIGURE 5.28 – Evolution de la DPC en fonction de la température pour deux mesures successives.

la température de l'échantillon pour une distance de  $1 \mu\text{m}$ . Nous nous apercevons sur ces courbes que la sensibilité moyenne avant  $100^\circ\text{C}$  est de l'ordre de  $4 \text{ mV/K}$  et que cette sensibilité n'est plus que de  $1 \text{ mV/K}$  après  $150^\circ\text{C}$ . Nous pouvons estimer que cette variation de sensibilité est due aux changements de composition de la surface de l'échantillon. En effet, avant  $100^\circ\text{C}$ , la présence d'une couche d'eau superficielle ainsi que des particules de pollution influent sur la valeur de la DPC. Au delà de  $100^\circ\text{C}$ , nous pouvons estimer que la couche d'eau s'est évaporée en éliminant une partie de la pollution et ainsi la DPC mesurée est plus représentative des matériaux constituant la pointe et l'échantillon. Malgré cette dispersion sur les résultats, l'ordre de grandeur de la variation de la DPC avec la température est comparable avec les résultats récents de l'équipe américaine de W. P. King [63]. Ces résultats sont aussi du même ordre de grandeur que ceux présentés par M. Nonnenmacher et H. K. Wickramasinghe [62] dont les mesures sont réalisées à une distance pointe/échantillon de  $100 \mu\text{m}$ . Les phénomènes perturbants que nous venons d'explicitier et que nous ne contrôlons pas dans les conditions expérimentales actuelles sont sûrement très actifs dans cette non répétabilité mais nos expériences ne nous permettent pas pour le moment d'incriminer un phénomène en particulier.



# Conclusions et perspectives

La mesure locale de température de surface se révèle être aujourd'hui un enjeu majeur dans le développement des microtechniques et des nanotechnologies, tant la température joue un rôle prépondérant dans la limitation de la miniaturisation des dispositifs actifs. Les nouvelles exigences de caractérisation thermique en terme de résolution spatiale, temps de réponse et de faible intrusivité ont poussé le développement de la microscopie thermique à sonde locale. Par essence, il n'est pas possible d'obtenir une mesure directe de la valeur de la température ; seul son effet sur un phénomène physique est mesurable. La température agit sur la plupart des paramètres physiques (mécaniques, optiques et électriques) et donne ainsi un large éventail de techniques utilisables pour la quantifier.

L'état de l'art réalisé dans le premier chapitre liste, de manière non exhaustive, les travaux de recherche publiés sur la microscopie thermique. Nous avons vu que ces techniques pouvaient être classées selon qu'elles fonctionnent en champ lointain ou bien en champ proche. La mesure thermique en champ lointain a pour avantage d'être en général non intrusive mais elle souffre d'une limitation de la résolution spatiale. A contrario, la mesure en champ proche offre une résolution spatiale bien meilleure mais elle engendre par la présence de la sonde de mesure une perturbation de la valeur à mesurer. La multiplicité des principes physiques permettant la mesure de la température de surface laisse entrevoir des techniques encore peu ou bien non explorées. Les travaux entrepris dans le cadre de cette thèse ont été consacrés principalement à l'étude expérimentale de deux principes thermoélectriques de mesure locale de température de surface : le thermocouple intrinsèque et la mesure d'énergie de surface.

La mesure de température se heurte à un problème récurrent qui est la nécessité de posséder des échantillons étalonnés thermiquement. Nous avons consacré le second chapitre à la conception d'échantillons destinés à la réalisation de mesures thermoélectriques. Après avoir mené une réflexion sur les besoins particuliers imposés par les deux principes de mesures que nous souhaitons étudier, nous avons défini deux architectures spécifiques d'échantillons. Les caractéristiques communes à chacun d'eux sont :

- la présence en surface d'une couche métallique isolée électriquement du reste du substrat qui correspond à l'élément thermosensible
- une résistance chauffante afin de modifier la température localement
- une zone de référence asservie par un module Peltier à une température choisit

Nous avons présenté les résultats des mesures de l'étalonnage du temps de thermalisation, de la réponse à une excitation continue et du profil thermique pour chacun des échantillons. Grâce à ces travaux, nous disposons maintenant en notre possession deux types d'échantillons étalons conçus et réalisés spécialement pour l'investigation des mesures thermoélectriques.

Nous avons rappelé, dans le troisième chapitre, les lois de bases régissant le comportement des thermocouples. En s'inspirant de l'architecture couramment employée en AFM pour les mesures à sonde locale ainsi que l'expérience acquise au sein de notre équipe de recherche, nous avons fait le choix de baser la conception de nos sondes sur une poutre de silicium. Nous avons alors explicité différents modèles du contact mécanique entre nos sondes et la surface de l'échantillon. En comparant ces différentes théories en fonction des géométries particulières de nos sondes et de la force d'appui appliquée entre celle-ci et l'échantillon, nous avons déduit que le modèle de DMT se révélait le mieux adapté pour modéliser ces interactions. Par la suite, nous nous sommes inspirés de modèles existants pour formuler les interactions thermiques entre les sondes et l'échantillon. Cette modélisation rend compte du fait que la mesure par une méthode de type contact modifie inexorablement la température à mesurer. A partir de ce modèle, nous avons défini l'erreur résultant de la mesure par thermocouple classique et celle de la mesure par thermocouple intrinsèque. Une étude paramétrique de l'évolution de cette erreur a été effectuée en fonction des conductivités thermiques de la sonde et de l'échantillon ainsi qu'en fonction de la taille du rayon de contact mécanique. Les résultats de cette étude ont montré que l'erreur de mesure est d'autant plus faible que la conductivité thermique de la sonde est négligeable devant celle de l'échantillon. En revanche, l'étude en fonction de la taille du contact a démontré que celle-ci doit être maximale afin de diminuer l'erreur de mesure. Ce résultat, non réaliste, fait apparaître les limitations de la modélisation employée. En effet, le modèle repose sur l'hypothèse que l'échantillon est supposé infiniment grand par rapport à la zone perturbée par la mesure ce qui implique que sa température globale est constante. Cette hypothèse n'est généralement pas vérifiée dans la cadre de mesures locales sur des micro-dispositifs. Nous pouvons cependant d'ores et déjà conclure à la vue des résultats présentés, que l'erreur de mesure thermique dans le cas du thermocouple intrinsèque reste inférieure à celle de la mesure par thermocouple classique, quelles que soient les conditions expérimentales. Cette modélisation nous a conforté donc dans l'inté-



---

rêt du développement de la mesure intrinsèque qui semble plus appropriée que celle par thermocouple soudé classique.

La démarche expérimentale du développement de différents types de sondes pour la mesure par thermocouple intrinsèque a été présentée au quatrième chapitre. Tout d'abord, nous avons vérifié expérimentalement que la mesure thermique à partir d'une jonction thermocouple créée par le contact entre une sonde et un échantillon se comporte selon les mêmes lois thermoélectriques qu'une jonction soudée. Nous avons ensuite présenté la conception et les étapes de fabrication d'une sonde constituée d'une pointe métallique, usinée électrochimiquement, puis collée à la pâte d'argent sur une poutre de silicium métallisée. En choisissant un métal à fort coefficient Seebeck, le constantan par exemple, ces sondes présentent alors une sensibilité thermique équivalente à celle des meilleurs thermocouples soudés classiques (supérieure à  $30 \mu\text{V}/\text{K}$ ). Ce type de sonde présente pourtant deux inconvénients majeurs. Tout d'abord, les conductivités thermiques des métaux sont généralement importantes ( $100 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  en moyenne) ce qui implique que l'erreur de mesure risque d'être importante. Ensuite, le collage de la pointe sur la poutre avec la pâte d'argent crée une jonction thermocouple parasite dans la chaîne de mesure. Les perturbations de la valeur mesurée, engendrées par cette jonction, ne peuvent pas être supprimées et sont difficilement quantifiables. En tenant compte de ces remarques, nous avons proposé une seconde architecture basée sur une pointe de saphir collée à l'extrémité de la poutre de silicium. L'ensemble est ensuite métallisé par dépôt d'une couche mince métallique. Le saphir présente une conductivité thermique nettement inférieure à celle des métaux (de l'ordre de  $1 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ) et le dépôt métallique sur l'ensemble de la sonde supprime la jonction parasite intermédiaire. Un troisième type a été réalisé. La sonde consiste alors en une pointe de silicium formée à l'extrémité de la poutre puis recouverte d'une couche d'aluminium diffusée par traitement thermique. Malgré la conductivité thermique élevée du silicium (de l'ordre de  $150 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ), cette architecture semble très intéressante parce que le coefficient Seebeck du silicium peut être de plusieurs centaines de  $\mu\text{V}/\text{K}$  suivant le dopage du silicium. L'utilisation d'un semi-conducteur comme sonde de mesure permet d'augmenter notablement la sensibilité thermique de la sonde.

Les mesures thermiques intrinsèques réalisées nous ont montré que la difficulté première de cette technique est l'obtention d'un contact électrique stable entre l'extrémité de la sonde et la surface de l'échantillon. Nous avons relevé plusieurs paramètres pouvant influencer sur la qualité de ce contact comme l'état de surface, la propreté des surfaces en contact, l'accrochage des couches minces, etc... La couche d'oxydation de surface semble être la cause principale de la dégradation du contact électrique dans la majorité des mesures effectuées. La présence de cette couche d'oxyde nécessite une force d'interaction entre

la pointe et l'échantillon suffisante au perçage de l'oxyde pour l'obtention d'un contact électrique stable. Il apparaît alors plusieurs problèmes lors de l'application d'une force de contact. Tout d'abord, cette force est la résultante de la flèche d'une poutre ce qui crée des contraintes normales et latérales dans la zone de contact. Ces contraintes tendent alors à la dégradation rapide de la tenue mécanique des couches minces déposées à la surface de l'échantillon et au niveau de la pointe. De plus, nous avons mesuré par thermographie l'évolution des perturbations thermiques engendrées par le contact entre la sonde de mesure et la surface de l'échantillon et nous avons conclu que cette perturbation est d'autant plus importante que la force d'interaction est élevée. Ces diverses constatations nous indiquent que la mesure par thermocouple intrinsèque peut être une solution plus précise et de meilleure résolution spatiale que celle effectuée par un thermocouple soudé. Pour autant, la mesure intrinsèque souffre de limitations dans la durée de vie des sondes utilisées et d'une intrusivité importante en comparaison avec les mesures sans contact.

Ce caractère intrusif des mesures par contact nous a mené à débiter, dans le dernier chapitre, l'investigation de la mesure thermoélectrique sans contact par KFM (Kelvin Force Microscope). Nous avons rappelé la théorie associée à la mesure de la DPC par KFM. Ce procédé de mesure est dérivé d'une utilisation particulière d'un microscope à forces électrostatiques. La conception et le montage expérimental d'un microscope de ce type ont été réalisés. Nous avons alors mesuré expérimentalement le comportement de différents paramètres agissant sur l'amplitude et la phase des forces électrostatiques afin de les comparer à des modèles théoriques existants. Ces mesures ont été réalisées à l'aide d'une sonde optique interférométrique hétérodyne à haute résolution développée au sein de l'équipe. Les résultats présentés dans ce chapitre montrent en particulier que la variation de température de l'échantillon influe de manière non négligeable sur la fréquence de résonance du mode fondamental de la poutre dans nos conditions de mesure. Cet effet est lié d'une part à la dilatation de la poutre et d'autre part à la variation de la force visqueuse engendrée par l'air sur la poutre. Cette variation de fréquence limite l'utilisation de l'asservissement de la distance entre l'extrémité de la pointe et l'échantillon par la mesure de l'amplitude de vibration engendrée par le second harmonique de la force électrostatique. La caractérisation du comportement de notre EFM en fonction des paramètres expérimentaux sur lesquels nous agissons directement nous a permis de définir un mode opératoire pour la mesure de la DPC.

Nous avons présenté les premières mesures de la DPC réalisées avec notre système expérimental. Les mesures de l'évolution de la DPC en fonction de la distance entre l'extrémité de la pointe et l'échantillon ont montré une forte dépendance pour une gamme de distance allant de quelques centaines de nanomètres à plusieurs dizaines de micromètres. Cet effet

---

est essentiellement dû au fait que la DPC mesurée représente une moyenne des travaux de sortie des zones en interaction électrostatique. Celles-ci sont d'autant plus étendues que la distance est grande. Cet effet implique qu'il est impératif de réaliser la mesure de la DPC à distance fixe. Nous avons alors présenté une campagne de mesures, réalisée sur plusieurs jours, de la dépendance de la DPC en fonction de la température. Ces résultats ont montré, conformément à nos attentes, que la température modifie la valeur de la DPC avec une sensibilité de l'ordre de  $4 \text{ mV.K}^{-1}$  sur la plage de température de  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  à  $170 \text{ }^\circ\text{C}$ . Ces premières mesures nous ont aussi permis de constater la difficulté à réaliser des mesures de DPC répétables. Malgré le contrôle des principaux paramètres expérimentaux, nous n'avons pas obtenu de cohérence dans les mesures de la DPC. Nous pensons que ces fluctuations sont majoritairement provoquées par la pollution de surface ainsi que par la couche d'eau superficielle de l'échantillon et de la pointe. De plus, la conduction thermique et la convection engendrées par l'air environnant la zone de mesure ne nous permettent pas de connaître convenablement la différence de température réelle existant entre l'extrémité de la sonde et la surface de l'échantillon. Nous savons alors que le dispositif de mesure mis en place à ce jour ne nous permet pas d'approfondir les recherches dans ce domaine.

Les travaux présentés dans ce mémoire sont les premières étapes expérimentales de l'investigation de deux nouvelles techniques de mesure locale de température. Les résultats présentés laissent entrevoir de nombreuses perspectives.

Tout d'abord, il serait intéressant de poursuivre le développement de sondes spécifiquement dédiées à la mesure intrinsèque. Afin de diminuer l'intrusivité des sondes, nous pouvons imaginer de diminuer la conduction thermique de celle-ci en développant des poutres en nitrure de silicium ou bien d'autres oxydes. Cette solution impliquerait alors de déposer une couche mince conductrice le long de la poutre. Cette couche mince pourrait être du silicium dopé qui allie un fort coefficient Seebeck et une conduction électrique. De plus, nous avons vu que les contraintes mécaniques lors du contact entre la pointe et l'échantillon sont la cause principale de la détérioration des couches minces. Ce problème pourrait être atténué en utilisant les leviers, développés au sein de l'équipe, dont la forme particulière permet une rotation négligeable de l'extrémité de la pointe. Enfin, il est envisageable d'étudier la miniaturisation de ce type de sonde puisque leur fabrication fait appel à des procédés standards des microtechniques.

Nous avons vu certaines limites dans les modélisations des contacts thermiques à petite échelle. Il serait peut être plus judicieux de baser le modèle sur une hypothèse de flux constant et ainsi prendre en compte une perturbation thermique globale de l'échantillon. Les modélisations pour les mesures locales se heurtent à la difficulté de les comparer à

des mesures expérimentales. La configuration de mesure thermique par caméra proposée dans ce mémoire peut être un outil très pertinent pour quantifier les perturbations thermiques engendrées par la mesure de type contact. Dans des conditions expérimentales particulières, il serait possible de quantifier les différentes résistances thermiques et donc l'évolution de celles-ci en fonction de la taille du contact ou de la conductivité thermique par exemple.

Enfin, les mesures de la DPC ont montré les limites du dispositif expérimental existant. La prochaine étape du développement de cette technique sera de réaliser ce type de mesures sous atmosphère contrôlée afin de s'affranchir de la pollution de surface. La mesure sous vide permettrait de plus un contrôle de l'écart de température effectif entre la sonde et l'échantillon en supprimant les transferts thermiques de type : convectif et conductif.

# Bibliographie

- [1] A. Rosencwaig, J. Opsal, W. L. Smith et D. L. Willenborg, "*Detection of thermal waves through optical reflectance*", *Appl. Phys. Lett.*, vol. **46**, pp. 1013-1015 (1985)
- [2] L. J. Inglehart, A. Broniatowski, D. Fournier, A. C. Boccara, et F. Lepoutre, "*Photothermal imaging of copper-decorated grain boundary in silicon*", *Appl. Phys. Lett.*, vol. **56**, pp. 1749-1751 (1990)
- [3] F. Lepoutre, "*Diffusion thermique et de porteurs de courant au voisinage d'un joint de grain*", *J. Phys. III France* , vol. **3**, pp. 1531-1549 (1993)
- [4] G. Tessier, S. Hole et D. Fournier, "*Quantitative thermal imaging by synchronous thermorefectance with optimized illumination wavelengths*", *Appl. Phys. Lett.*, vol. **78**, pp. 2267-2269 (2001)
- [5] J. Christoffersona, A. Shakouri, "*Thermorefectance based thermal microscope*", *Rev. Sci. Instrum.*, vol. **76**, pp. 024903 (2005)
- [6] S. Dilhaire, S. Grauby, et W. Claeys, "*Calibration procedure for temperature measurements by thermorefectance under high magnification conditions*", *Appl. Phys. Lett.*, vol. **84**, pp. 822-824 (2004)
- [7] F. Cascetta, "*An evaluation of the performance of an infrared tympanic thermometer*", *Measurement*, vol. **16**, pp. 239-246 (1995)
- [8] J. Isenberg et W. Warta, "*Realistic evaluation of power losses in solar cells by using thermographic methods*", *J. Appl. Phys.*, vol. **95**, pp. 5200-5209 (2004)
- [9] X. Maldague et S. Marinetti, "*Pulse phase infrared thermography*", *J. Appl. Phys.*, vol. **79**, (1996)
- [10] D. Teyssieux, L. Thiery et B. Cretin, "*Near-infrared thermography using a charge-coupled device camera : Application to microsystems*", *Rev. Sci. Instrum.*, vol. **78**, 034902 (2007)
- [11] D. Teyssieux, D. Briand, J. Charnay, N. F. de Rooij et B. Cretin, "*Dynamic and static thermal study of micromachined heaters : the advantages of visible and near-infrared thermography compared to classical methods*", *J. Micromech. Microeng.*, vol. **18**, 065005 (2008)

- 
- [12] B. Cretin, " *Etude et réalisation d'un microscope thermoacoustique*", *Thèse de doctorat de l'université de Franche-Comté*, (1984)
- [13] B. Cretin, A. Mahmoud, D. Hauden et J. Takadoum, " *Grain and stress characterization with thermoelastic microscopy*", *Ultrasonics Symposium*, vol. **78**, pp. 1003-1006 (1990)
- [14] O. Franquet, " *Microscopie thermoélastique : Application à la cartérisation de structures et d'endommagement dans les métaux*", *Thèse de doctorat de l'université de Franche-Comté*, (1994)
- [15] E. Farnaut, " *Contribution à l'étude d'un microscope thermoélastique fonctionnant en champ proche*", *Thèse de doctorat de l'université de Franche-Comté*, (1996)
- [16] B. Cavalier, " *Microscopies photothermiques et thermoélastiques conventionnelles et à sonde locale : théorie et expérimentation* ", *Thèse de doctorat de l'université de Franche-Comté*, (2000)
- [17] E. H. Synge, " *A suggested method for extending the resolution into the ultra-microscopic region*" *Phil. Mag.*, vol. **6**, pp. 356 (1928)
- [18] E. H. Synge, " *Note on fluorescent particles*" *Phil. Mag.*, vol. **13**, pp. 297 (1932)
- [19] E. A. Ash, G. Nicholls, " *Super-resolution Aperture Scanning Microscope*", *Nature*, vol. **237**, pp. 510-512 (1972)
- [20] G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber et E. Weibel, " *Surface Studies by Scanning Tunneling Microscopy*", *Phys. Rev. Lett.*, vol. **49**, pp. 57-61 (1982)
- [21] D. W. Pohl, W. Denk et M. Lanz, " *Optical stethoscopy : Image recording with resolution  $\lambda/20$* ", *Appl. Phys. Lett.*, vol. **44**, pp. 651 (1984)
- [22] C. C. Williams et H. K. Wickramasinghe, " *Scanning thermal profiler*", *Appl. Phys. Lett.*, vol. **49**, pp. 1587 (1986)
- [23] G. Binnig, C. F. Quate et Ch. Gerber, " *Atomic Force Microscope*", *Phys. Rev. Lett.*, vol. **56**, pp. 930-933 (1986)
- [24] Y. Martin, D. W. Abraham et H. K. Wickramasinghe, " *High-resolution capacitance measurement and potentiometry by force microscopy*", *Appl. Phys. Lett.*, vol. **52**, pp. 1103 (1988)
- [25] M. A. R. C. Alencar, G. S. Maciel, C. C. B. de Araujo et A. Patra, " *Er<sup>3+</sup>-doped Ba-TiO<sub>3</sub> nanocrystals for thermometry : Influence of nanoenvironment on the sensitivity of a fluorescence based temperature sensor*", *Appl. Phys. Lett.*, vol. **84**, pp. 4753-4755 (2004)
- [26] G. W. Walker, V. C. Sundar, C. M. Rudzinski, A. W. Wun, M. G. Bawendi et D. G. Nocera, " *Quantum-dot optical temperature probes*", *Appl. Phys. Lett.*, vol. **83**, pp. 3555-3557 (2003)

- [27] L. Aigouya, G. Tessier, M. Mortier et Benoît Charlot, "Scanning thermal imaging of microelectronic circuits with a fluorescent nanoprobe", *Appl. Phys. Lett.*, vol. **87**, 184105 (2005)
- [28] B. Samson, L. Aigouy, R. Latempa, G. Tessier, M. Aprili, M. Mortier, J. Lesueur et D. Fournier, "Scanning thermal imaging of an electrically excited aluminum microstripe", *J. Appl. Phys.*, vol. **102**, 024305 (2007)
- [29] B. Samson, L. Aigouy, G. Tessier, P. Löw, B. J. Kim, C. Bergaud et M. Mortier "Thermal imaging of nickel wires with a fluorescent nanoprobe", *J. Phys. : Conference Series*, vol. **92**, (2007)
- [30] M. Nonnenmacher, M. P. O'Boyle et H. K. Wickramasinghe, "Kelvin probe force microscopy", *Appl. Phys. Lett.*, vol. **58**, pp. 2921-2923 (1991)
- [31] J. K. Gimzewski, C. Gerber, E Meyer et R. R. Schlittler, "Observation of a chemical reaction using a micromechanical sensor", *Chem. Phys. Lett.*, vol. **217**, pp. 589-594 (1994)
- [32] E. Meyer, J. K. Gimzewski, Ch. Gerber, and R. R. Schlittler, "The Ultimate Limits of Fabrication and Measurement", *M. E. Welland and J. K. Gimzewski*, pp. 89-95 (1995)
- [33] O. Nakabeppu, M. Chandrachood, Y. Wu, L. Lai et A. Majumdar "Scanning thermal imaging microscopy using composite cantilever probes", *Appl. Phys. Lett.*, vol. **66**, pp. 694-696 (1995)
- [34] J. Varesi et A. Majumdar, "Scanning Joule expansion microscopy at nanometer scales", *Appl. Phys. Lett.*, vol. **72**, pp. 37-39 (1998)
- [35] R. Patois, "Méthodes optiques et acoustiques pour les microscopies thermiques et thermo-élastiques aux échelles micro- et nanométriques", *Thèse de doctorat de l'université de Franche-Comté*, (2003)
- [36] H. M. Pollock et A. Hammiche, "Micro-thermal analysis : techniques and applications", *J. Phys. D : Appl. Phys.*, vol. **34**, pp. R23-R53 (2001)
- [37] A. Majumdar, "Scanning thermal microscopy", *Ann. Rev. Mater. Sci.*, vol. **29**, pp. 505 (1999)
- [38] L. Shi et A. Majumdar, "Recent developments in micro and nanoscale thermometry", *Microscale Thermophysical Engineering*, vol. **5**, pp. 251-265 (2001)
- [39] R.J. Pyllki, J. Moyer et P.E. West, "Scanning Near-Field Optical Microscopy and Scanning Thermal Microscopy", *Japanese journal of applied physics*, vol. **33**, pp. 3785-3790 (1994)
- [40] A. Hammiche, H. M. Pollock, M. Song et D. J. Hourston, "Sub-surface imaging by scanning thermal microscopy", *Meas. Sci. Technol.*, vol. **7**, pp. 142-150 (1996)

- [41] A. Hammiche, D. J. Hourston, H. M. Pollock, M. Reading et M. Song, "Scanning thermal microscopy : Subsurface imaging, thermal mapping of polymer blends, and localized calorimetry", *J. Vac. Sci. Technol. B*, vol. **14**, pp. 1486-1491 (1996)
- [42] A. Hammiche, M. Reading, H. M. Pollock, M. Song et D. J. Hourston, "Localized thermal analysis using a miniaturized resistive probe", *Rev. Sci. Instrum.*, vol. **67**, pp. 4268-4273 (1996)
- [43] S. Gomes, "Contribution théorique et expérimentale à la microscopie thermique à sonde locale : calibration d'une pointe thermorésistive, analyse des divers couplages thermiques", *Thèse de doctorat de l'université de Reims*, (1999)
- [44] S. Gomes, N. Trannoy et P. Grossel, "DC thermal microscopy : Study of the thermal exchange between a probe and a sample", *Meas. Sci. Technol.*, vol. **10**, pp. 805-811 (1999)
- [45] S. Gomes, N. Trannoy, F. Depsse et P. Grossel, "A.C. scanning thermal microscopy : Tip-sample interaction and buried defects modellings", *Int. J. Th. Sci.*, vol. **40**, pp. 949-958 (2001)
- [46] I.W. Rangelow, T. Gotszalka, N. Abedinov, P. Grabieca et K. Edingerb, "Thermal nano-probe", *Microelectronic Engineering*, vol. **57**, pp. 737-748 (2001)
- [47] K. Edinger, T. Gotszalk, et I. W. Rangelow, "Novel high resolution scanning thermal probe", *J. Vac. Sci. Technol. B*, vol. **19**, pp. 2856-2860 (2001)
- [48] G. Mills, J.M.R. Weaver, G. Harris, W. Chen, J. Carrejo, L. Johnson et B. Rogers, "Detection of subsurface voids using scanning thermal microscopy", *Ultramicroscopy*, vol. **80**, pp. 7-11 (1999)
- [49] L. Thiery, "Micro-sondes thermoélectriques", *Tech. Ing.*, vol. **R 2 765**, pp. 1-24
- [50] R. A. Secco et R. F. Tucker, "Thermocouple butt-welding device", *Rev. Sci. Instrum.*, vol. **63**, pp. 5485-5486 (1992)
- [51] L. Thiery, "Microcapteurs thermoelectriques : applications aux mesures locales", *Journée d'étude sur la métrologie thermique à l'échelle du micron de la SFT*, (1994)
- [52] A. Majumdar, J. P. Carrejo et J. Lai "Thermal imaging using the atomic force microscope", *Appl. Phys. Lett.*, vol. **62**, pp. 2501-2503 (1993)
- [53] L. Thiery , Y. Bailly , F. Lanzetta , H. Gualous et E. Gavignet "Évolution des techniques de micromesures thermiques au travers de quelques applications", *Rev. Gén. de Thermique*, vol. **37**, pp. 60-73 (1998)
- [54] K. Luo, Z. Shi, J. Lai, et A. Majumdar, "Nanofabrication of sensors on cantilever probe tips for scanning multiprobe microscopy", *Applied Physics Letters*, vol. **68**, pp. 325-327 (1996)



- [55] K. Luo, Z. Shi, J. Varesi et A. Majumdar, "Sensor nanofabrication, performance, and conduction mechanisms in scanning thermal microscopy", *J. Vac. Sci. Technol. B*, vol. **15**, pp. 349-360 (1997)
- [56] G. Mills, H. Zhou, A. Midha, L. Donaldson, et J. M. R. Weaver, "Scanning thermal microscopy using batch fabricated thermocouple probes", *Appl. Phys. Lett.*, vol. **72**, pp. 2900-2902 (1998)
- [57] H. Zhou, A. Midha, G. Mills, S. Thoms, S. K. Murad et J. M. R. Weaver, "Generic scanned-probe microscope sensors by combined micromachining and electron-beam lithography", *J. Vac. Sci. Technol. B*, vol. **16**, pp. 54-58 (1998)
- [58] M. H. Li, J. J. Wu, et Y. B. Gianchandani, "Surface micromachined polyimide scanning thermocouple probes", *J. Microelectromech. Sys.*, vol. **10**, pp. 3-9 (2001)
- [59] L. Shi , O. Kwon , A. C. Miner et A. Majumdar, "Design and batch fabrication of probes for sub-100 nm scanning thermal microscopy", *J. Microelectromech. Sys.*, vol. **10**, pp. 370-378 (2001)
- [60] L. Thiery, N. Marini, J. P. Prenel, M. Spajer, C. Bainier et D. Courjon, "Temperature profile measurements of near-field optical microscopy fiber tips by means of sub-micronic thermocouple", *Int. J. Th. Sci.*, vol. **39**, pp. 519-525 (2000)
- [61] L. Thiery et N. Marini, "Thermal behaviour modelling of tapered optical fibres for scanning near-field microscopy", *Ultramicroscopy*, vol. **94**, pp. 49-69 (2003)
- [62] M. Nonnenmacher et H. K. Wickramasinghe, "Scanning probe microscopy of thermal conductivity and subsurface properties", *Appl. Phys. Lett.*, vol. **61**, pp. 168-170 (1992)
- [63] J. L. Remmert, Y. Wu, J. Lee, M. A. Shannon et W. P. King, "Contact potential measurement using a heated atomic force microscope tip", *Appl. Phys. Lett.*, vol. **91**, 143111 (2007)
- [64] S. Volz, "Microscale and Nanoscale Heat Transfer", *Topics in Applied Physics, Springer*, vol. **107**, (2005)
- [65] S. Lefèvre, S. Volz et P. O. Chapuis, "Nanoscale heat transfer at contact between a hot tip and a substrate", *Int. J. of Heat and Mass Transfer*, vol. **49**, pp. 251-258 (2006)
- [66] L. Shi et A. Majumdar "Thermal Transport Mechanisms at Nanoscale Point Contacts", *J. Heat Transfer*, vol. **124**, pp. 329-337 (2002)
- [67] B. Cassagne, G. Kirsch et J. P. Bardon, "Analyse théorique des erreurs liées aux transferts de chaleur parasites lors de la mesure d'une température de surface par contact", *Int. J. Heat Mass. Transfer*, vol. **23**, pp. 1207-1217 (1980)
- [68] J. P. Bardon et B. Cassagne, "Température de surface. Mesure par contact", *Techn. Ing.*, vol. **R2 730**, pp. 1-26

- [69] A. Bouvier, "Mesure des températures par méthodes thermoélectriques intrinsèques et semi-intrinsèques. Application à l'analyse d'une opération de micro-soudure.", Thèse de doctorat de l'université de Nantes, (1986)
- [70] B. Cassagne, J. P. Bardon et J. V. Beck, "Theoretical and experimental analysis of two surface thermocouples", *Proc. of the Eight Int. Heat Transfer Conf.*, vol. **2**, pp. 483-488 (1986)
- [71] H. S. Carslaw et J. C. Jaeger, "Conduction of heat in solids", *Oxford Univ. Press 2<sup>e</sup> Ed.*, pp. 215-216 (1959)
- [72] S. O. Kasap, "Thermoelectric effects in metals : thermocouples", *An e-Booklet*, (1997)
- [73] N. F. Mott et H. Jones, "The theory of the properties of metals and alloys", *Dover Pub. Inc.*, (1936)
- [74] H. Hertz et J. Für, *Math.*, vol. **92**, (1881)
- [75] B. V. Derjaguin, V. M. Muller et Y. P. Toporov, "Effect of contact deformations on the adhesion of particles", *J. Colloid Interface. Sci.*, vol. **53**, pp. 314 (1975)
- [76] K.L. Johnson, K. Kendall et A. D. Roberts, "Surface Energy and the Contact of Elastic Solids", *Proc. of Royal Society of London*, vol. **A324**, pp. 301-313 (1971)
- [77] S.Dj. Mesarovic et K.L. Johnson, "Adhesive contact of elastic-plastic spheres", *J. Mech. Phys. Solids*, vol. **48**, pp. 2009-2033 (2000)
- [78] J. Israelachvili, "Intermolecular and surface forces", *Academic Press Second Edition*, (1991)
- [79] D. A. Grigg, P. E. Russel et J. E. Griffith, "Tip-sample forces in scanning probe microscopy in air and vacuum", *J. Vac. Sci. Technol. A*, vol. **10**, pp. 680-683 (1992)
- [80] J. A. Greenwood, "Constriction resistance and the real area of contact", *Br. J. Appl. Phys.*, vol. **17**, pp. 1621-1632 (1966)
- [81] L. Boyer, S. Noel et F. Houze, "Determination of the effective contact radius between a conducting sphere and a thin metallic film", *J. Phys. D : Appl. Phys.*, vol. **21**, pp. 495-502 (1988)
- [82] L. Kogut et K. Komvopoulos, "Electrical contact resistance theory for conductive rough surfaces", *J. Appl. Phys.*, vol. **94**, pp. 3153-3162 (2003)
- [83] M. Cavallini et F. Biscarini, "Electrochemically etched nickel tips for spin polarized scanning tunneling microscopy", *Rev. Sci. Instrum.*, vol. **71**, pp. 4457-4460 (2000)
- [84] C. Albonetti, M. Cavallini, M. Massi, J. F. Moulin et F. Biscarini, "Electrochemical fabrication of cobalt and nickel tips for scanning tunneling microscopy", *J. Vac. Sci. Technol. B*, vol. **23**, pp. 2564-2566 (2005)

- [85] T. H. Geballe et G. W. Hull, "Seebeck effect in silicon", *Phys. Rev.*, vol. **98**, pp. 940-947 (1955)
- [86] W. Fulkerson, J. P. Moore, R. K. Williams, R. S. Graves et D. L. McElroy, "Thermal Conductivity, Electrical Resistivity, and Seebeck Coefficient of Silicon from 100 to 1300 °K", *Phys. Rev.*, vol. **167**, pp. 765-782 (1968)
- [87] A. W. Van Herwaarden et P.M. Sarro, "Thermal sensors based on the Seebeck effect", *Sensors and Actuators*, vol. **10**, pp. 321-346 (1986)
- [88] A. W. Van Herwaarden, D. C. Van Duyn, B. W. Van Oudheusden et P.M. Sarro, "Integrated thermopile sensors", *Sensors and Actuators*, vol. **A21-A23**, pp. 621-630 (1989)
- [89] C. N. Liao, C. Chen, et K. N. Tu, "Thermoelectric characterization of Si thin films in silicon-on-insulator wafers", *J. Appl. Phys.*, vol. **86**, pp. 3204-3208 (1999)
- [90] P. Roussel, "Microcapteur de conductivité thermique sur caisson épais de silicium poreux pour la mesure de la microcirculation sanguine", *Thèse de doctorat, INSA Lyon*, (1999)
- [91] "Handbook of Chemistry and Physics", *CRC Press*, vol. **62**, pp. E-13 (1982)
- [92] D. Teyssieux, "Microscopies thermique et thermoélastique par caméra : Applications à des micro-dispositifs", *Thèse de doctorat de l'université de Franche-Comté*, (2007)
- [93] R Rousier, P Vairac et B Cretin, "Measurement of the contact potential difference with an electrostatic force microscope", *Eur. J. Phys.*, vol. **22**, pp. 657-662 (2001)
- [94] P Vairac, R Rousier, R Patois et B Cretin, "Quantitative optical measurement of microcantilever vibration : applications to near-field microsensor", *Proc. SPIE*, vol. **4400**, (2001)
- [95] G. Ertl et J. Kiippers, "Low energy electrons and surface chemistry", *Monographs in Modern Chemistry 4*, (1974)
- [96] M. Geradin et D. Rixen, "Théorie des vibrations : Applications à la dynamique des structures", *Masson, Paris*, (1993)
- [97] D. Sarid, "Scanning force microscopy", *Oxford University Press*, (1994)
- [98] P. Vairac, "Microscopie acoustique à pointe vibrante : approche quantitative en mode de réflexion", *Thèse de doctorat de l'université de Franche-Comté*, (1996)
- [99] A. J. Benett et C. B. Duke, "Self-Consistent-Field Model of Bimetallic Interfaces. I. Dipole Effects", *Phys. Rev.*, vol. **160**, pp. 541-553 (1967)
- [100] J. Bardeen, "Theory of the work function. II. The surface double layer", *Phys. Rev.*, vol. **49**, pp. 653-663 (1936)

- 
- [101] N.D. Lang et W. Kohn, "*Theory of metal surfaces : work function*", *Phys. Rev. B*, vol. **3**, pp. 1215-1223 (1971)
- [102] N.D. Lang et W. Kohn, "*Theory of metal surfaces : Charge density and surface energy*", *Phys. Rev. B*, vol. **1**, pp. 4555-4568 (1970)
- [103] N.D. Lang et W. Kohn, "*Theory of metal surfaces : Induced surface charge and image potential*", *Phys. Rev. B*, vol. **7**, pp. 3541-3550 (1973)
- [104] W. A. Zisman, "*A new methode of measuring contact potentiel differencies in metals*", *Rev. Sci. Instrum.*, vol. **3**, pp. 367-370 (1932)
- [105] E. Durand, "*Electrostatique des conducteurs*", *Ed. Masson*, vol. **II**, pp. 207 (1966)
- [106] H. W. Hao, A. M. Baro et J. J. Saenz, "*Electrostatic and contact forces in force microscopy*", *J. Vac. Sci. Technol. B*, vol. **9**, pp. 1323-1328 (1991)
- [107] H. Yokoyama, T. Inoue et J. Itoh, "*Nonresonant detection of electric force gradients by dynamic force microscopy*", *Appl. Phys. Lett.*, vol. **65**, pp. 3143-3145 (1994)
- [108] S. Hudlet, M. Saint Jeana, C. Guthmann et J. Berger, "*Evaluation of the capacitive force between an atomic force microscopy tip and a metallic surface*", *Eur. Phys. J. B*, vol. **2**, pp. 5-10 (1998)
- [109] S. Hudlet, M. Saint Jean, B. Roulet, J. Berger et C. Guthmann, "*Electrostatic forces between rnetalllic tip and semiconductor surfaces*", *J. Appl. Phys.*, vol. **77**, pp. 3308-3314 (1995)
- [110] S. Belaidi, P. Girard et G. Leveque, "*Electrostatic forces acting on the tip in atomic force microscopy : Modelization and comparison with analytic expressions*", *J. Appl. Phys.*, vol. **81**, pp. 1023-1030 (1997)
- [111] S. Belaidi, "*Microscopie à force électrostatique : étude fondamentale et simulation numérique*", *Thèse de doctorat de l'université de Montpellier* , (1997)
- [112] G. Leveque, P. Girard, S. Belaidi et G. Cohen Solal, "*Effects of air damping in noncontact resonant force microscopy*", *Rev. Sci. Instrum.*, vol. **68**, pp. 4137-4144 (1997)
- [113] R. Rousier, "*Microleviers résonnants pour la microscopie à force : application à la caractérisation de matériaux*", *Thèse de doctorat de l'université de Franche-Comté*, (2002)
- [114] G. Y. Chen, R. J. Warmack, A. Huang et T. Thundat, "*Harmonic response of near-contact scanning force microscopy*", *J. Appl. Phys.*, vol. **78**, pp. 1465-1469 (1995)
- [115] P. Vairac et B. Cretin, "*New structures for heterodyne interferometric probes using double-pass*", *Opt. Commun.*, vol. **132**, pp. 19-23 (1996)

- [116] B. Cretin et P. Vairac, "*Optical detection for scanning microdeformation microscopy*", *Appl. Phys. Lett.*, vol. **71**, pp. 2082-2084 (1997)
- [117] P. Vairac et B. Cretin, "*Measurement of cantilever vibrations with a new heterodyne laser probe : application to scanning microdeformation microscopy* ", *Appl. Phys. A*, vol. **66**, pp. S235-S238 (1998)
- [118] Q. Xu et J. W. P. Hsu, "*Electrostatic force microscopy studies of surface defects on GaAs/Ge films*", *J. Appl. Phys.*, vol. **85**, pp. 2465-2468 (1999)



# Liste des figures

1.1	Schéma illustrant le principe du thermocouple. . . . .	21
1.2	Schéma illustrant le principe du microscope thermoréfectif. . . . .	22
1.3	Schéma illustrant le principe du microscope thermoélastique optique. . . .	24
1.4	Schéma illustrant le microscope à effet tunnel (STM). . . . .	25
1.5	Schéma illustrant le microscope optique en champ proche (SNOM). Ce microscope peut fonctionner soit en transmission en utilisant la source lumineuse 1, soit réflexion en utilisant la source lumineuse 2. . . . .	26
1.6	Schéma illustrant le premier microscope thermique (SThM) [22]. . . . .	26
1.7	Schéma illustrant le microscope à force atomique (AFM). . . . .	27
1.8	Schéma illustrant le dispositif de mesure de température par fluorescence [27].	29
1.9	Schéma illustrant le microscope de Nakabeppu [33]. . . . .	30
1.10	Schéma d'une micro sonde thermorésistive proposé par Pylkki et al. [39]. .	31
1.11	Photographie MEB d'un filament de platine créé sur une poutre d'AFM (Rangelow [46]). . . . .	32
1.12	Schéma d'une micro sonde thermorésistive proposée par Mills et al. [48]. . .	33
1.13	Schéma des types de sondes AFM avec un thermocouple type K intégré [52].	34
1.14	Une sonde AFM avec un thermocouple type K intégré et une pointe de diamant [52]. . . . .	35
1.15	Photo d'un microthermocouple type S 1,3 $\mu\text{m}$ formé en cantilever pour les mesures de température en contact [51]. . . . .	35
1.16	Photographie de la pointe finalisée [56] (i) miroir pour la détection optique de la flexion (ii) un bras du thermocouple (iii) membrane de nitrure de silicium de 500nm d'épaisseur (iv) base de la sonde en silicium . . . . .	36
1.17	Schématisation de la sonde proposée par Li et ses collègues [58]. . . . .	37
1.18	Photographies de pointes proposées par Majumdar en 2001 [59]. . . . .	37
1.19	Dépôt final du second métal. Obtention d'une jonction thermoélectrique plane de forme annulaire [60]. . . . .	38
1.20	Mesures de variations de la DPC en fonction de la température de l'échantillon [62]. . . . .	38

2.1	Schéma illustrant la boucle de mesure du thermocouple intrinsèque. La jonction thermocouple 1 est la jonction à mesurer, les jonctions 2 et 3 sont des jonctions parasites dûes aux contacts pour la mesure électrique. . . . .	43
2.2	Schéma illustrant la forme des pistes de 250 $\mu\text{m}$ . . . . .	45
2.3	Schéma illustrant l'agencement des pistes de 5 à 100 $\mu\text{m}$ . . . . .	46
2.4	Etapes de fabrication d'un dispositif chauffant. . . . .	48
2.5	Schéma en vue de dessus de l'échantillon. La partie grisée est le dépôt de silice. Les plots d'alimentation des pistes sont à nus. . . . .	49
2.6	Photographie d'un échantillon finalisé avec des piste de 250 $\mu\text{m}$ . La couche terminale de mesure est en chrome. . . . .	49
2.7	Photographie d'un échantillon finalisé avec des piste de 5 à 100 $\mu\text{m}$ . La couche terminale de mesure est en chrome. . . . .	49
2.8	Dispositif expérimental d'étalonnage des caractéristiques thermiques des échantillons. . . . .	50
2.9	Evolution de la température du centre de la piste de 250 $\mu\text{m}$ soumis à un échelon de tension continue de 7.5 V. . . . .	51
2.10	Comparaison du comportement de la charge en température de la piste de 250 $\mu\text{m}$ mesurée et une évolution théorique en premier ordre. . . . .	52
2.11	Comparaison du comportement de la décharge en température de la piste de 250 $\mu\text{m}$ mesurée et une évolution théorique en premier ordre. . . . .	53
2.12	Mesure du temps de thermalisation du chauffage d'une piste de 250 $\mu\text{m}$ sous une tension continue de 7.5 V. . . . .	53
2.13	Mesure du temps de thermalisation du refroidissement d'une piste de 250 $\mu\text{m}$ précédemment soumise à une tension continue de 7.5 V. . . . .	54
2.14	Comparaison du comportement entre la température de la piste de 50 $\mu\text{m}$ soumise à une tension de 10 V et une évolution théorique en premier ordre. . . . .	55
2.15	Mesure de la température de la piste de 50 $\mu\text{m}$ en fonction du temps sous une tension continue de 10 V. . . . .	55
2.16	Réponse en température de la piste de 250 $\mu\text{m}$ en fonction de la puissance d'alimentation. La température s'approche par une droite. . . . .	56
2.17	Réponse en température de la piste de 250 $\mu\text{m}$ alimentée par une tension continue. La température s'approche par le polynôme du second degré. . . . .	57
2.18	Réponse en température de la piste de 50 $\mu\text{m}$ alimentée par une tension continue. La température s'approche par le polynôme du second degré. . . . .	58
2.19	Dispositif expérimental de mesure du profil thermique d'une piste chauffante. . . . .	59
2.20	Profils thermiques transverses d'une piste de 250 $\mu\text{m}$ alimentée sous plusieurs tensions continues. . . . .	59



2.21	Profils thermiques transverses d'une piste de $50 \mu\text{m}$ alimentée sous plusieurs tensions continues. . . . .	60
3.1	Schéma illustrant la boucle de mesure du thermocouple intrinsèque et son équivalent électrique. La jonction thermocouple 1 est la jonction à mesurer, les jonctions 2 et 3 sont des jonctions parasites. . . . .	64
3.2	Schématisation d'un thermocouple soudé en contact avec la surface à mesurer.	66
3.3	Schématisation de la mesure par thermocouple intrinsèque. . . . .	67
3.4	Figure représentant la diffusion des électrons et le potentiel ainsi créé dans un conducteur soumis à un gradient thermique [72]. . . . .	68
3.5	Schéma d'un circuit thermocouple soumis à une différence de température.	70
3.6	Montage expérimental pour l'étalonnage d'un thermocouple AB. . . . .	71
3.7	Schéma d'interprétation de la loi des températures intermédiaires. . . . .	73
3.8	Schéma d'interprétation de la loi des conducteurs intermédiaires. . . . .	74
3.9	Modélisation d'une poutre encastree libre. . . . .	75
3.10	Schéma du contact entre une sphère et un plan. . . . .	77
3.11	Contact entre 2 solides élastiques en présence et en l'absence des forces d'adhésion de surface. . . . .	79
3.12	Evolution du rayon de contact en fonction de la force d'interaction suivant les modèles de Hertz et DMT. . . . .	81
3.13	Formation d'un ménisque d'eau entre la pointe et l'échantillon. . . . .	82
3.14	Schéma d'un zoom sur le contact pointe/échantillon. . . . .	82
3.15	Différences entre les aires de contact apparent, mécanique et électrique. . .	83
3.16	Schéma électrique équivalent des $n$ micro-jonctions thermocouples. . . . .	84
3.17	Schéma modélisant l'effet de macrostriction. . . . .	86
3.18	Schéma modélisant l'erreur de mesure d'une sonde en contact. . . . .	88
3.19	Schéma modélisant la mesure de la température de surface par un thermocouple soudé et un thermocouple intrinsèque. . . . .	90
3.20	Représentation de $K_c$ en fonction de $\lambda_M$ et $\lambda_s$ . . . . .	91
3.21	Représentation de $K_\mu$ en fonction de $\lambda_M$ et $\lambda_s$ . . . . .	92
3.22	Représentation du rapport $K_\mu/K_c$ en fonction de $\lambda_M$ et $\lambda_s$ . . . . .	92
3.23	Evolution de $K_c$ en fonction de $a$ pour deux valeurs de $\lambda_s$ . . . . .	93
3.24	Evolution de $K_\mu$ en fonction de $a$ pour deux valeurs de $\lambda_s$ . . . . .	94
4.1	Usinage chimique des fils de nickel et de constantan. . . . .	99
4.2	Photographie des deux plots de chrome reliés par une piste. . . . .	100
4.3	Le montage expérimental de validation du comportement d'un thermocouple intrinsèque. . . . .	101

4.4	Mesures de la tension aux bornes du contact entre une sonde et une couche de chrome. . . . .	101
4.5	Mesures de la tension aux bornes du contact entre une sonde et une couche d'or. . . . .	102
4.6	Architecture d'une sonde intrinsèque basée sur une poutre de silicium. . . . .	103
4.7	Pointe de NiCu obtenue par usinage électro-chimique présentant un rayon terminal de 20 $\mu\text{m}$ . . . . .	104
4.8	Collage de la poutre sur son support par de la colle cyanoacrilate. . . . .	105
4.9	Collage de la pointe par de la laque d'argent électriquement conductrice. . . . .	105
4.10	Schématisation de la mesure du profil thermique transverse d'une piste chauffante. . . . .	106
4.11	Mesure du profil thermique transverse d'une piste chauffante de 25 $\mu\text{m}$ de largeur alimentée sous 30 (nappe inférieure) et 40 V (nappe supérieure). . . . .	106
4.12	Evolution de la résistance de contact entre une pointe de NiCu et une couche de chrome en fonction de la flèche de la poutre. . . . .	108
4.13	Evolution de la tension de contact entre une pointe de NiCu et une couche de chrome en fonction de la flèche de la poutre. . . . .	108
4.14	Architecture d'une sonde à pointe massive sur poutre de silicium. . . . .	109
4.15	Schématisation de la chaîne de mesure dans le cas d'une sonde à pointe massive. . . . .	109
4.16	Schématisation de la chaîne de mesure dans le cas d'une sonde à pointe massive après les hypothèses simplificatrices. . . . .	110
4.17	Photographie d'une pointe de saphir de 700 $\mu\text{m}$ de longueur dont le rayon terminal est de 45 $\mu\text{m}$ . . . . .	111
4.18	Couche métallique déposée sur l'ensemble de la sonde constituée d'une pointe de saphir collée à l'extrémité d'une poutre de Silicium . . . . .	112
4.19	Schéma d'une sonde avec un dépôt métallique. . . . .	112
4.20	Schéma d'une sonde en silicium avec un dépôt d'aluminium à l'extrémité de sa pointe. . . . .	114
4.21	Image MEB de deux sondes en silicium avec un dépôt d'aluminium diffusé. . . . .	114
4.22	Etapes de fabrication d'une sonde entièrement en silicium. . . . .	115
4.23	Vue de dessus de la pointe en silicium. . . . .	116
4.24	Evolution de la résistance électrique entre la sonde et la couche de chrome en fonction de la flèche. . . . .	117
4.25	Evolution de la tension de contact entre la sonde et la couche de chrome en fonction de la flèche. . . . .	117
4.26	Etalonnage du coefficient Seebeck du couple (Si/Cr). . . . .	118

---

4.27	Photographie d'une pointe de touche rétractable. . . . .	120
4.28	Image au MEB de la pointe d'une sonde rétractable. . . . .	120
4.29	Evolution de la résistance de contact entre une pointe et une couche de Cr en fonction du déplacement pour différentes températures. . . . .	121
4.30	Courbe d'étalonnage du coefficient Seebeck du couple (pointe rétractable/Cr).122	
4.31	Evolution de la température de contact entre une pointe rétractable et une couche de Cr en fonction du déplacement pour différentes valeurs de la température. . . . .	123
4.32	Image au MEB de l'extrémité d'une pointe d'une sonde rétractable. . . . .	123
4.33	Les différents modes de transfert thermique entre une sonde en contact avec un échantillon. . . . .	124
4.34	Émittance spectrale du corps noir à différentes températures. . . . .	127
4.35	modèle d'un radiateur soumis à une énergie incidente . . . . .	128
4.36	Schéma de principe du dispositif de calibrage (le schéma n'est pas à l'échelle).129	
4.37	Courbe d'émittance spectrale (incidence normale) du dépôt de chrome à température ambiante. . . . .	130
4.38	Courbe d'étalonnage. . . . .	131
4.39	Schématisation du dispositif de mesure par caméra des perturbations engendrées par une sonde locale. . . . .	131
4.40	Spectre en transmission du pyrex. . . . .	132
4.41	Mesure de la température de surface par caméra au travers du pyrex. . . . .	133
4.42	Photographie de la sonde utilisée pour réaliser ces expérimentations, longueur 1 mm, rayon terminal 25 $\mu\text{m}$ . . . . .	134
4.43	Profils 3D de la perturbation engendrée par le contact de la pointe sur la piste chauffante. . . . .	135
4.44	Image type de la piste chauffante de 25 $\mu\text{m}$ perturbée par la sonde en contact obtenue par la caméra de mesure thermique . La ligne est l'axe de mesure selon laquelle le profil thermique de cette image est extrait. . . . .	135
4.45	Ensemble des profils thermiques suivant la ligne de mesure pour des distances entre l'extrémité de la pointe et l'échantillon de 3 mm au contact pour une température de l'ordre de 730 °C. . . . .	136
4.46	Diminution de la température globale de la piste chauffante en fonction de la distance pointe/échantillon. . . . .	136
4.47	Diminution de la température globale de la piste chauffante en fonction de la distance pointe/échantillon. . . . .	138
4.48	Profil de la température de la piste en fonction de la flèche. . . . .	138

4.49	Diminution de la température de la piste au point de contact en fonction de la position de la pointe. . . . .	139
5.1	Schéma illustrant le principe de l'effet de la fonction de travail entre une sonde en vis à vis avec une surface. . . . .	144
5.2	Schéma illustrant le principe de l'annulation de l'effet de la fonction de travail. . . . .	145
5.3	Schéma illustrant le modèle de la force électrostatique entre une sphère et un plan. . . . .	150
5.4	Schéma illustrant le modèle de la force électrostatique entre un fil et un plan.	151
5.5	Schéma illustrant le modèle du cône dont l'extrémité est une demi-sphère. . . . .	152
5.6	Modèle mécanique simplifié du microscope à force électrostatique. . . . .	154
5.7	Schématisation du microscope à force électrostatique expérimental. . . . .	158
5.8	Schématisation de la sonde interférométrique optique hétérodyne. . . . .	159
5.9	Dimensions d'une poutre de silicium avec une pointe formée à son extrémité.	160
5.10	Evolution de l'amplitude de vibration de la poutre en fonction de la fréquence d'excitation électrostatique $\omega$ . . . . .	160
5.11	Evolution de la phase de vibration de la poutre en fonction de la fréquence d'excitation électrostatique $\omega$ . . . . .	161
5.12	Résonance du premier mode de la poutre pour une excitation électrostatique à $\frac{\omega_0}{2}$ . . . . .	162
5.13	Evolution de la fréquence de résonance en fonction de la distance pointe/échantillon.	162
5.14	Evolution de la fréquence de résonance pour plusieurs tensions $V_{dc}$ . . . . .	163
5.15	Mesure de la vibration de la poutre en fonction de la fréquence d'excitation pour différentes températures. . . . .	164
5.16	Evolution de la fréquence de résonance en fonction de la température. . . . .	164
5.17	Evolution du coefficient de qualité de la résonance en fonction de la température. . . . .	165
5.18	Evolution de l'amplitude de vibration $A_{2\omega}$ en fonction de $V_{ac}$ . . . . .	166
5.19	Evolution de l'amplitude de vibration $A_{2\omega}$ en fonction de $V_{dc}$ . . . . .	167
5.20	Evolution de l'amplitude de vibration $A_{2\omega}$ en fonction de la distance pointe/échantillon pour une pointe en silicium. . . . .	168
5.21	Evolution de l'amplitude de vibration $A_{2\omega}$ en fonction de la distance pointe/échantillon pour une pointe en constantan. . . . .	169
5.22	Evolution de l'amplitude de vibration $A_{\omega}$ en fonction de $V_{ac}$ . . . . .	170
5.23	Evolution de la vibration de la poutre par le terme en $\omega$ en fonction de la tension $V_{dc}$ . . . . .	170

5.24	Evolution de l'amplitude de vibration $A_\omega$ en fonction de la distance pointe/échantillon pour une pointe en silicium. . . . .	171
5.25	Evolution de la DPC en fonction de la distance pointe/échantillon pour une pointe en silicium. . . . .	173
5.26	Une mesure de l'évolution de la DPC en fonction de la distance pointe/échantillon et de la température. . . . .	175
5.27	Evolution de la DPC en fonction de la température pour différentes mesures.	176
5.28	Evolution de la DPC en fonction de la température pour deux mesures successives. . . . .	177



# Liste des tableaux

3.1	Tableau donnant les valeurs des coefficients de Mott-Jones pour quelques métaux courants [73]. . . . .	69
3.2	Tableau donnant les caractéristiques des thermocouples standards. . . . .	72
3.3	Tableau des coefficients des polynômes de conversion tension-température pour les thermocouples standards fournis par le NIST (National Institute of Standards and Technology). . . . .	72
3.4	Tableau des valeurs des résistances thermiques et des erreurs pour la mesure par thermocouple. . . . .	91
5.1	Expressions analytiques pour la force électrostatique en fonction de la distance [110]. . . . .	153





## Résumé

Cette thèse, au sein du département Micro Nano Sciences et Systèmes du laboratoire FEMTO-ST, s'inscrit dans le développement de la microscopie thermique. Nous avons proposé d'étudier la mesure locale par thermocouple intrinsèque en modes contact et non contact. L'originalité de ces méthodes est qu'elles font intervenir l'échantillon conducteur comme l'un des éléments du couple thermoélectrique. La première partie de ces travaux a consisté à concevoir, réaliser et mesurer des étalons thermiques indispensables au développement d'un principe de mesure thermique. La seconde partie de cette thèse a été consacrée à la conception et à la réalisation de sondes locales spécifiquement dédiées à la mesure par thermocouple intrinsèque. Plusieurs architectures différentes ont été proposées et nous avons montré les résultats de caractérisation obtenus ainsi que les limitations de cette méthode intrinsèque. Enfin, la dernière partie de ces travaux a été dédiée à la mise en place d'un microscope à forces électrostatiques. Celui-ci permet la quantification de la Différence de Potentiel de Contact sans contact entre la sonde et l'échantillon de test. Celui-ci a permis de présenter les premières mesures de la variation de l'énergie de surface en fonction de la température.

**Mots clés :** Microscopie thermique, Thermocouple, Différence de Potentiel de Contact, Microscope à Force de Kelvin.

## Abstract

This thesis has been carried out at the departement MN2S of the laboratory FEMTO-ST. It has been devoted to the study of thermal microscopy. We have investigated local measurement methods by intrinsic thermocouple in contact mode and non contact mode. The originality of these methods is the fact that the conductive device under test acts as an element of the thermoelectric couple. The first part of this work was to design, implement and calibrate thermal standards necessary in order to develop a thermal metrology principle. The second part of this thesis was dedicated to design and fabricate special probes to investigate the intrinsic thermocouple method. We have proposed different probe designs and complete measurement results, as well as the limitations of this intrinsic method. Eventually, the third part has dealt with assembling an electrostatic force microscope. This microscope allows the quantification of the Contact Potentiel Difference without contact between the probe and the device under test. The first experimental results are described showing the temperature dependance of the surface energy.

**Keywords :** . Thermal microscopy, Thermocouple, Contact Potentiel Difference, Kelvin Force Microscope.