

Couplages thermiques et électriques lors de la modélisation thermique de la sonde Wollaston utilisée en microscopie thermique à sonde locale (SThM).

Rémi CLAVIER, Stéphane LEFEVRE*, Séverine GOMES, Pierre-Olivier CHAPUIS

Université de Lyon, CNRS
INSA-Lyon, CETHIL, UMR5008, F-69621, Villeurbanne, France
Université Lyon 1, F-69622, France
*(auteur correspondant : stephane.lefevre@insa-lyon.fr)

Résumé - Cet article concerne l'étude du comportement thermique d'une sonde Wollaston utilisée en Microscopie thermique (SThM : Scanning Thermal Microscopy) en régime alternatif. Lorsque cette sonde est incluse dans un pont de Wheatstone, lui-même alimenté par une source de tension alternative, elle génère des harmoniques de tension, et donc de courant électrique du fait de la dépendance de sa résistance à la température. La mesure des cinq premières harmoniques de tension aux bornes de la sonde hors contact, mais également l'intensité du courant électrique, permet d'évaluer, grâce à un modèle thermique, la température de la sonde. La prise en compte dans le modèle de l'ensemble des harmoniques du courant électrique mesurable est l'ajout essentiel de ce travail.

Nomenclature

a	diffusivité thermique, $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$	S	terme source, $\text{K} \cdot \text{m}^{-2}$
h	coefficient d'échange, $\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$	V	potentiel électrique, V
k_s	conductivité thermique, $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$	<i>Symboles grecs</i>	
n	nombre d'harmoniques	α	coefficient de température, K^{-1}
r	rayon, m	λ	k^{e} valeur propre, m^{-2}
t	temps, s	ϕ	phase, rad
x	abscisse curviligne, m	ρ_e	résistivité électrique, $\Omega \cdot \text{m}$
A	matrice	θ	température relative à l'ambiante, K
C, D	constantes	ω	pulsation, $\text{rad} \cdot \text{s}^{-1}$
H	facteur, $\text{m}^{-2} \cdot \text{I}^2$	Θ	température dans la base propre de A , K
I	intensité électrique, A	<i>Indices et exposants</i>	
L	demi-longueur de la sonde, m	0	référence
P	matrice de passage	k	pour k^{e} harmonique
R	résistance, Ω		

1. Introduction

La microscopie thermique à sonde locale est une technique qui permet l'étude et la caractérisation de matériaux et de micro-systèmes à des échelles submicrométriques. Ces performances, à la fois en terme de résolution et de sensibilité sont déterminées par la thermique globale de la sonde dans son environnement immédiat et donc par sa modélisation ainsi que par la nature du contact thermique entre cette sonde et l'objet à caractériser. Cet article propose une amélioration de la modélisation de la sonde Wollaston hors contact tenant compte des harmoniques de courant électrique alimentant la sonde. Le modèle développé repose sur un modèle décomposant les variations de température en série de Fourier auquel est ajouté la prise en compte des cinq premières harmoniques de courant électrique circulant dans la sonde afin de le confronter à des mesures expérimentales réalisées jusqu'à l'harmonique 5ω également.

2. Dispositif expérimental

La première sonde thermo-résistive a été créée en 1994 [1, 2]. Elle comporte un fil de Wollaston (alliage de platine rhodié enrobé d'argent) dénudé en son extrémité pour laisser apparaître l'élément thermosensible : le filament de Pt/Rh est de $5\ \mu\text{m}$ de diamètre et de $200\ \mu\text{m}$ de long (voir Figures 1 et 2). L'enrobage d'argent est d'environ $75\ \mu\text{m}$ de diamètre.

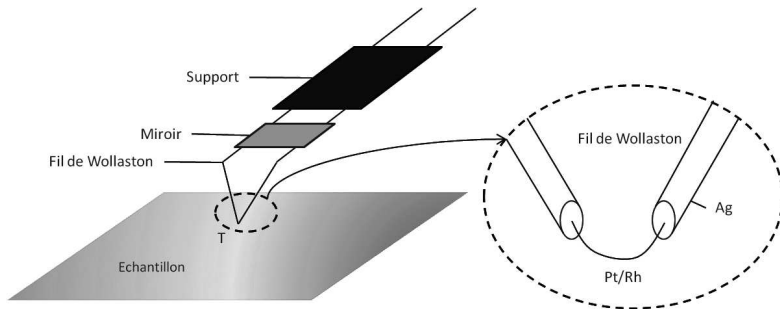


Figure 1: Schéma de la sonde Wollaston

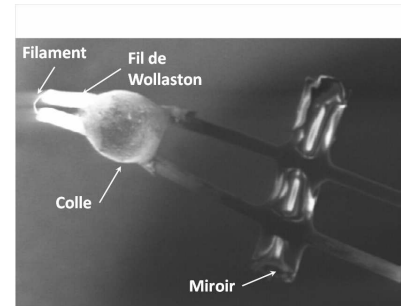
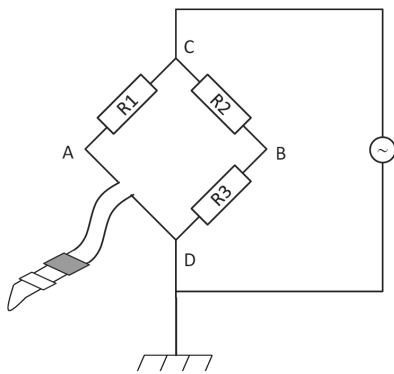


Figure 2: Image MEB de la sonde Wollaston

Le principe de mesure consiste à mesurer, connaissant l'intensité du courant électrique, sa résistance via la différence de potentiel électrique à ses bornes, qui est fonction de sa température moyenne. La sonde est ici utilisée en mode actif donc chauffée par l'effet Joule. Sa température renseigne alors, par un bilan thermique, sur la chaleur qu'elle cède à l'échantillon quand elle est en contact, ce qui permet de déduire des propriétés thermophysiques locales. Cette sonde est insérée dans un pont de Wheatstone qui permet d'augmenter le rapport signal sur bruit (voir figure 3). Le pont est alimenté par un générateur de tension alternative et une détection synchrone permet d'analyser les différentes harmoniques de tension, en amplitude et phase, pour tous les potentiels électriques du pont et les intensités du courant électrique. Il existe une dispersion no-



Résistances	Ω
R_1	24,6
R_2	123
R_3	[11,5 - 14,7]
R_{sonde}	2,70

Tableau 1: Valeur de résistances

Figure 3: Sonde Wollaston insérée dans un pont de Wheatstone

table des caractéristiques géométriques réelles des sondes [3], de l'ordre de 20% sur la longueur dénudée et de 10% sur les diamètres, qui sont les deux paramètres ayant le plus d'influence sur l'interprétation des mesures [4]. La calibration de ces paramètres hors contact doit être réalisée afin de mesurer correctement les propriétés d'un échantillon.

3. Modélisation

Les premiers modèles de sonde développés pour analyser les mesures ont été construits sur l'hypothèse que la sonde était isotherme [1, 2] et ont été depuis améliorés suite à des mesures [5] et des simulations numériques [4] invalidant cette hypothèse. D'autres travaux expérimentaux et théoriques [3, 6, 7] ont permis d'améliorer le modèle.

La modélisation thermique de la sonde, hors contact, doit représenter correctement les mesures qui peuvent être réalisées avant de pouvoir déterminer la caractéristique des échantillons en contact. Le modèle qui nous servira de référence est celui développé par l'équipe de Reims [3, 8, 9]. Il tient compte des différentes harmoniques de températures et suppose une intensité électrique comprenant un terme constant et un autre sinusoïdal.

Il a été démontré que, sur d'autres types de métrologie, des harmoniques d'intensité électrique d'ordre supérieur à l'harmonique fondamentale [10], issues du générateur alimentant le dispositif, ont une influence notable sur le signal mesuré aux bornes de la sonde [11]. Le modèle de référence utilise une décomposition en série de Fourier de la température. L'intensité électrique circulant dans la sonde comporte plusieurs harmoniques :

$$I = \sum_{-\infty}^{+\infty} I_k \exp(i\phi_k) \exp(ik\omega t) \quad (1)$$

Lorsque la sonde est hors contact, elle est refroidie par convection naturelle dans l'air environnant et par conduction dans les fils de Wollaston. L'équation de la chaleur à l'intérieur du fil de Pt/Rh est celle d'une ailette avec production de chaleur volumique par effet Joule :

$$\frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} - \frac{1}{a} \frac{\partial \theta}{\partial t} = \frac{2h}{rk_s} \theta - \frac{RI^2}{L\pi r^2 k_s} = \left(\frac{2h}{rk_s} - \frac{\alpha R_0 I^2}{L\pi r^2 k_s} \right) \theta - \frac{R_0 I^2}{L\pi r^2 k_s} \quad (2)$$

où $a = 1,273 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ est la diffusivité thermique, h le coefficient d'échanges convectifs autour du fil, $k_s = 38 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ la conductivité thermique du Pt/Rh, r le rayon du fil, L la demi-longueur de la sonde et R sa résistance électrique globale qui dépend de la température :

$$R(\theta) = R_0(1 + \alpha\theta) \quad (3)$$

où θ est la température relative à la température ambiante, $\alpha = 1,66 \cdot 10^{-3}$ est le coefficient de température de la résistivité du filament annoncé, $R_0 = 0,968 \Omega$ sa résistance à température ambiante calculée, et $\theta = T - T_a$ l'écart entre la température du filament et la température ambiante. La projection, dans l'espace de Fourier de l'équation 2, donne, pour l'harmonique k de température :

$$\frac{\partial^2 \theta_k}{\partial x^2} = \underbrace{\left(\frac{ik\omega}{a} + \frac{2h}{rk_s} \right)}_{G_k} \theta_k - \underbrace{\frac{R_0 \alpha}{L\pi r^2 k_s} \sum_{l=-n}^n \theta_l I_{k-l}^2}_{H} - \underbrace{\frac{R_0}{L\pi r^2 k_s} (I^2)_k}_{S_k} \quad (4)$$

$A\theta$

En tenant compte d'un nombre entier n d'harmoniques :

$$\theta = \begin{pmatrix} \theta_{-n} \\ \theta_{-(n-1)} \\ \vdots \\ \theta_0 \\ \vdots \\ \theta_{n-1} \\ \theta_{-n} \end{pmatrix} ; \quad I = \begin{pmatrix} I_{-n} \\ I_{-(n-1)} \\ \vdots \\ I_0 \\ \vdots \\ I_{n-1} \\ I_{-n} \end{pmatrix} \quad (5)$$

L'organisation de ces vecteurs est différente de celle du modèle de référence. Expérimentalement, il est difficile d'identifier le signal du bruit pour $n > 5$. Le système à résoudre s'exprime sous la forme :

$$\frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} = A\theta + S \quad (6)$$

La matrice A comporte un terme G_k sur la diagonale et des termes $-H(I^2)_i$ partout ailleurs. A titre d'exemple, pour $n = 2$, la matrice A , de dimension $(2n + 1)^2$ vaut :

$$A = \begin{pmatrix} G_{-2} - H(I^2)_0 & -H(I^2)_{-1} & -H(I^2)_{-2} & -H(I^2)_{-3} & -H(I^2)_{-4} \\ -H(I^2)_1 & G_{-1} - H(I^2)_0 & -H(I^2)_{-1} & -H(I^2)_{-2} & -H(I^2)_{-3} \\ -H(I^2)_2 & -H(I^2)_1 & G_0 - H(I^2)_0 & -H(I^2)_{-1} & -H(I^2)_{-2} \\ -H(I^2)_3 & -H(I^2)_2 & -H(I^2)_1 & G_1 - H(I^2)_0 & -H(I^2)_{-1} \\ -H(I^2)_4 & -H(I^2)_3 & -H(I^2)_2 & -H(I^2)_1 & G_2 - H(I^2)_0 \end{pmatrix} \quad (7)$$

Le terme source S_k (équation 4) et la relation 7 font apparaître des termes de couplage entre les harmoniques d'intensité électrique qui se calcule comme suit :

$$(I^2)_k = \sum_{l=\max(-n, -n+K)}^{\min(n, n+k)} I_l I_{k-l} \quad (8)$$

Les conditions aux limites choisies sont les suivants :

$$\theta_k(x = 0) = 0 \quad \forall k \in [-n, n] \quad \text{puits thermique parfait} \quad (9)$$

$$\frac{\partial \theta_k}{\partial x}(x = L) = 0 \quad \forall k \in [-n, n] \quad \text{symétrie donc flux nul} \quad (10)$$

La condition au pied de la sonde peut également être améliorée en tenant compte d'une impédance thermique du fil de Wollaston. La résolution s'effectue dans la base des vecteurs propres de la matrice A par la relation :

$$\theta = P \cdot \Theta \quad (11)$$

$$\frac{\partial^2 \Theta}{\partial x^2} = P^{-1} A P \cdot \Theta + P^{-1} S \quad (12)$$

où $P^{-1} A P$ est la matrice diagonale des valeurs propres λ_k de A . Dans cette base, la solution est :

$$\Theta_k = C_k \exp(\sqrt{\lambda_k} x) + D_k \exp(-\sqrt{\lambda_k} x) - \frac{(P^{-1} S)_k}{\lambda_k} \quad (13)$$

Les conditions aux limites permettent d'accéder aux inconnues C_k et D_k :

$$C_k = \frac{(P^{-1}S)_k}{\lambda_k} \frac{1}{1 + \exp(2L\sqrt{\lambda_k})} \quad (14)$$

$$D_k = \frac{(P^{-1}S)_k}{\lambda_k} \frac{\exp(2L\sqrt{\lambda_k})}{1 + \exp(2L\sqrt{\lambda_k})} \quad (15)$$

$$(16)$$

Chaque harmonique de Θ est ainsi calculable ainsi que $\bar{\Theta}$. Pour retrouver les températures réelles, il convient d'utiliser la relation 11. Le calcul de la tension aux bornes de la sonde fait également apparaître un couplage entre harmonique de température et d'intensité électrique :

$$\begin{pmatrix} V_{-n} \\ V_{-n+1} \\ \vdots \\ V_0 \\ \vdots \\ V_n \end{pmatrix} = R_0 \begin{pmatrix} I_{-n} \\ I_{-n+1} \\ \vdots \\ I_0 \\ \vdots \\ I_n \end{pmatrix} + R_0 \alpha \begin{pmatrix} \theta_0 & \theta_{-1} & \cdots & \theta_{-n} & 0 & \cdots & 0 \\ \theta_1 & \theta_0 & \theta_{-1} & \cdots & \theta_{-n} & \ddots & \vdots \\ \vdots & \ddots & \ddots & \ddots & & \ddots & 0 \\ \theta_n & & \theta_1 & \theta_1 & \theta_{-1} & & \theta_{-n} \\ 0 & \ddots & & \ddots & \ddots & \ddots & \vdots \\ \vdots & \ddots & \ddots & & \ddots & \ddots & \theta_{-1} \\ 0 & \cdots & 0 & \theta_n & \cdots & \theta_1 & \theta_0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} I_{-n} \\ I_{-n+1} \\ \vdots \\ I_0 \\ \vdots \\ I_n \end{pmatrix} \quad (17)$$

4. Discussion

La confrontation (voir figures 4, 5, 6, 7) entre les modèles et les mesures se fait par l'identification des paramètres qui ont le plus d'influence sur les modèles [4] donc sur les dimensions géométriques de la sonde L et r , et de manière plus marginale sur la coefficient d'échange h qui reste un paramètre mal déterminé. Il est nécessaire de tenir compte d'une résistance passive en série avec la sonde, représentant le fil de Wollaston et les différentes connexions qui sera appelée R_{fils} . Il a été mesuré que les amplitudes des harmoniques impaires d'intensité chutent de deux décades par ordre, les harmoniques paires restant toujours très inférieures. L'identification des paramètres a été réalisée pour deux sondes par la méthode du gradient (voir le tableau 2). Les écarts entre le modèle proposé et le modèle de référence sont inférieurs à 1%. Les valeurs déterminées par optimisation sont conformes à celles relevées dans la littérature. La valeur du coefficient h a déjà été évoquée [7] et correspond à un calcul de corrélation de coefficient d'échange sur un fil chaud horizontal de Collis et Williams [12]. La sensibilité du modèle à ce paramètre n'est pas suffisante. Dans de nombreuses autres études, le coefficient h prend des valeurs de l'ordre de $1000 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ [4, 8]. La moindre incertitude ou imprécision dans le modèle modifie sensiblement cette valeur.

Les caractéristiques géométriques ont des valeurs concordantes avec les données du fabricant et correspondent aux marges d'incertitudes déjà évoquées [3]. Il faut noter que ces paramètres peuvent également prendre des valeurs différentes en fonction du degré de précision des mesures des autres paramètres thermophysiques ainsi que des conditions aux limites.

Tout en disposant de paramètres sensiblement identiques pour les deux modèles, le nouveau modèle donne une valeur de $V_{3\omega}$, à basses fréquences, 10% supérieure à celle du modèle de référence. Cette différence met en lumière que la prise en compte des harmoniques d'intensité électrique d'ordre supérieure au fondamental provoque une augmentation du signal mesuré du à une augmentation de la puissance Joule dissipée dans la sonde.

	Sonde 1		Sonde 2	
	Modèle	Référence	Modèle	Référence
h (W.m ⁻² .K ⁻¹)	2100	2200	2100	2200
r (μ.m)	2, 3	2, 29	2, 14	2, 12
L (μ.m)	105	106	90	90
R_{fils} (Ω)	1, 45	1, 42	1, 88	1, 84

Tableau 2: Paramètres identifiés

En prenant pour référence une mesure hors contact pour les mesures en contact, seule la différence de déphasage entre la mesure et la référence est relevé. En laissant les données brutes sans recalage de phase, il apparaît un déphasage de π entre les modèles et les mesures sur l'harmonique 3ω . Ce déphasage n'a pas de sens physique *a priori* puisqu'à basses fréquences, les retards inertiels tendent vers 0. Nous pensons que ce déphasage provient de la chaîne de mesure.

La condition de puits thermique parfait en pied de sonde est discutable et peut être améliorée [9]. Néanmoins, elle reste une approximation simple à mettre en œuvre et permet une bonne représentation thermique de la sonde à basse température.

La figure 5 est similaire à la figure 4 corrigée d'une référence en phase mesurée avec une résistance passive équivalente à la résistance de la sonde. Il apparaît qu'il existe un signal électrique se répercutant sur la mesure qui peut être pris en compte avec le nouveau modèle. Il est alors possible de s'affranchir d'une phase de mesure de la réponse dynamique du banc.

Sur toutes les mesures, les deux modèles donnent des résultats semblables. Néanmoins, concernant la capacité des modèles à prendre en compte le signal d'origine électrique, le nouveau modèle est plus pertinent. Le nouveau modèle permet de représenter correctement les mesures de $V_{3\omega}$ à basses fréquences ainsi que $V_{5\omega}$ à hautes fréquences (voir les ellipses sur les figures 4 et 7. En intégrant les variations d'intensité dans le modèle, il est donc possible de modéliser le signal lorsque le signal mesuré est principalement dépendant de variations électriques et non thermiques. Toutefois, l'amplitude du signal en 5ω est surestimé de presque une décade par les deux modèles. Ceci s'explique par les non-linéarités de second ordre qui n'ont pas été prises en compte. Par exemple, la conductivité thermique dépend également de la température mais ceci n'est pas pris en compte dans le modèle actuel.

5. Conclusion

Un modèle existant, développé par F. Depasse, a été modifié de façon à pouvoir prendre en compte les harmoniques de l'intensité traversant la sonde. Pour alimenter ce modèle, les harmoniques d'intensité ont été mesurées, ainsi que la tension aux bornes de la sonde. Le modèle de la sonde hors contact a montré que les harmoniques d'intensité supérieures à l'harmonique fondamentale ont dans tous les cas un rôle de second ordre, mais qui n'est pas négligeable. L'harmonique 3ω est celle qui a le plus d'influence, après la pulsation fondamentale, tandis que l'harmonique 5ω a peu d'impact.

Grâce à la prise en compte des variations sur les amplitudes et les phases de l'intensité électrique, le nouveau modèle prend en compte les perturbations provoquées par le générateur. L'amplitude de la tension 5ω aux bornes de la sonde n'est cependant pas reproduite, et devrait faire l'objet de futurs développements. Un autre point d'amélioration potentiel est le calcul du coefficient d'échanges convectifs autour du filament de la sonde, en prenant en compte sa non-

uniformité le long de la sonde et le recouvrement des couches limites autour des deux branches.

Références

- [1] Russell Pylkki, Patrick Moyer, Paul West, Scanning Near-Field Optical Microscopy and Scanning Thermal Microscopy, *Japanese Journal of Applied Physics*, 33-6B (1994).
- [2] R. Dinwiddie, R. Pylkki, P. West, Thermal conductivity contrast imaging with a scanning thermal microscope) *Thermal Conductivity*, 22 (1994)
- [3] O. Raphaël, Contribution à la microscopie thermique à sonde locale en mode alternatif : caractérisation de la réponse et de l'interaction sonde échantillon, *Thèse de Doctorat*, Université de Reims Champagne-Ardenne (2008)
- [4] S. Lefevre, Modélisation et élaboration des métrologies de microscopie thermique à sonde locale résistive, *Thèse de Doctorat*, Université de Poitiers (2004)
- [5] S. Gomes, Contributions théorique et expérimentale à la microscopie thermique à sonde locale : calibration d'une pointe thermorésistive, analyse des divers couplages thermiques, *Thèse de Doctorat*, Université de Reims Champagne-Ardennes (1999)
- [6] L. David, Développement de la microscopie thermique à sonde locale pour la détermination de la conductivité thermiques de films minces. Application aux céramiques pour le nucléaire, *Thèse de Doctorat*, Institut national des sciences appliquées de Lyon (2006)
- [7] P-O. Chapuis, Contribution à l'étude des transferts thermiques à l'échelle nanométrique : interaction pointe-surface, *Thèse de Doctorat*, Ecole Centrale Paris (2007)
- [8] F. Depasse, Ph. Gossel, N. Trannoy, Probe temperature and output voltage calculation for the SThM in AC mode, *Superlattices and microstructures*, 35 (2004)
- [9] Philippe Gossel, Olivier Raphaël, Françoise Depasse, Thierry Duvaut, Nathalie Trannoy, Multifrequency AC modeling of the SThM probe behavior, *International Journal of Thermal Sciences*, 46 (2007)
- [10] Keunhan Park, Jungchul Lee, Zhuomin M. Zhang, William King, Frequency-Dependant Electrical and Thermal Response of Heated Atomic Force Microscope Cantilevers, *Journal of microelectromechanica systems*, 16-2 (2007)
- [11] E. Puyoo, Caractérisation thermique de nanofils de silicium pour des applications à la thermoélectricité, *Thèse de Doctorat*, Université de Bordeaux 1 (2010)
- [12] V. T. Morgan, *Advances in Heat Transfer*, 11 (1975)

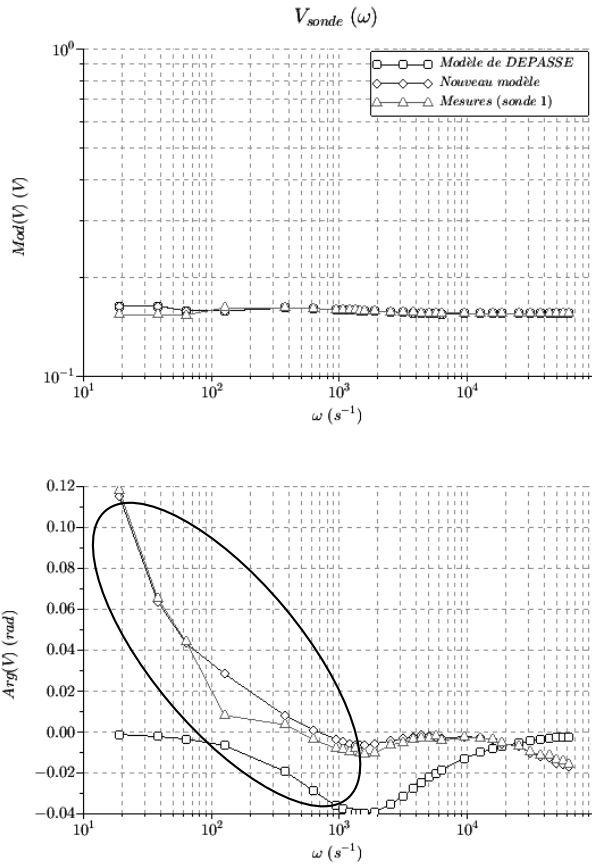


Figure 4: Différence de tension aux bornes de la sonde à l'harmonique ω

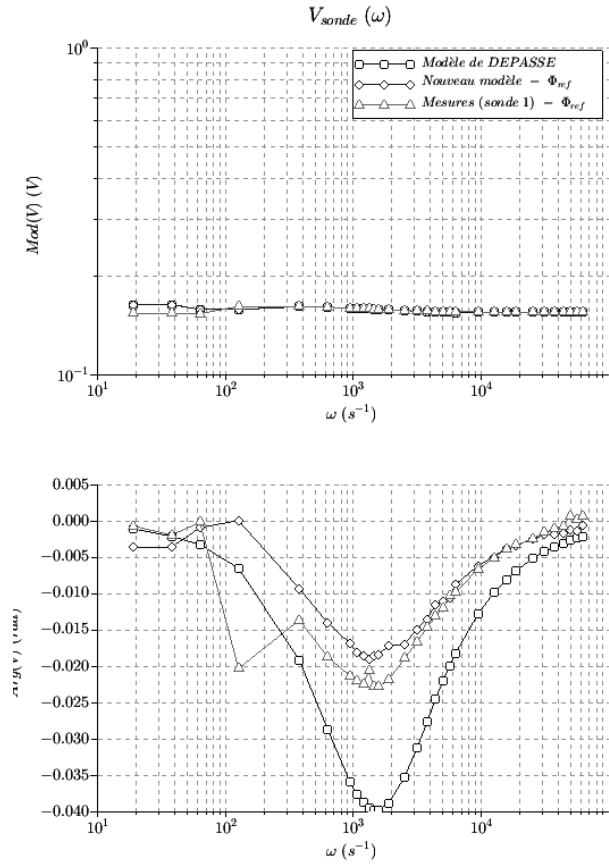


Figure 5: Mesures de la figure 4 corrigées d'une référence de phase à l'aide d'une résistance passive

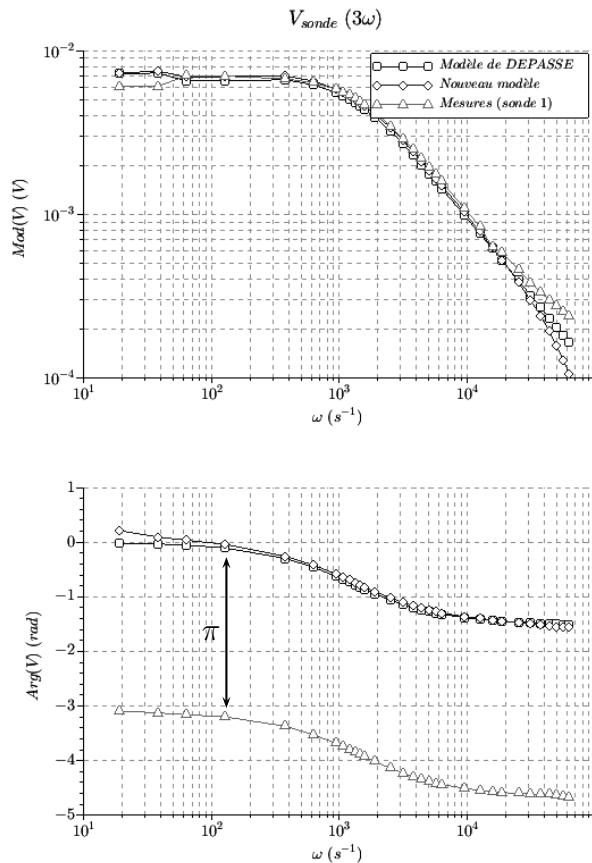


Figure 6: Différence de tension aux bornes de la sonde à l'harmonique 3ω

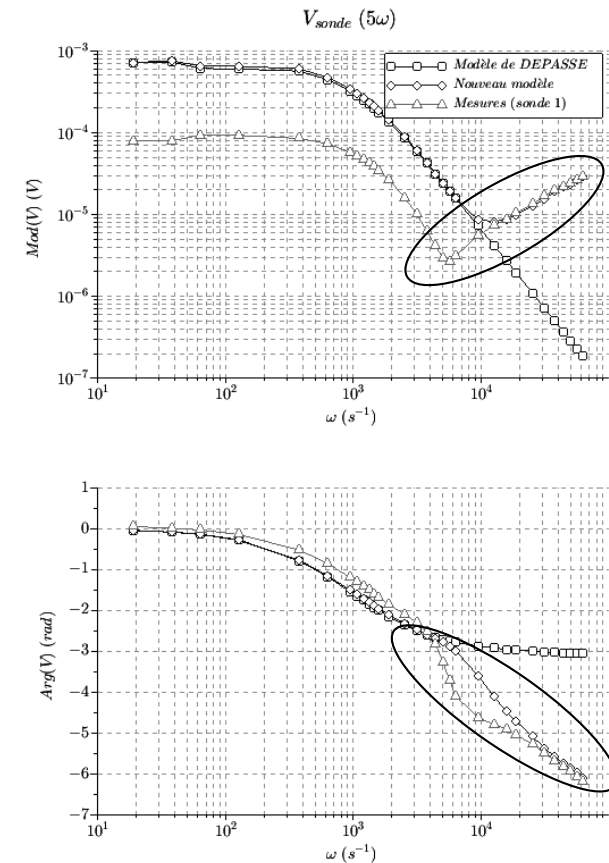


Figure 7: Différence de tension aux bornes de la sonde à l'harmonique 5ω