

Caractérisation des propriétés thermo-physiques d'une microsonde thermo-résistive en microscopie thermique à sonde locale.

Olivier RAPHAËL*, Philippe GROSSEL, Nathalie TRANNOY, Thierry DUVAUT, Françoise DEPASSE

Unité de Thermique et d'Analyses Physiques
BP 1039, 51687 REIMS cedex 2

*(auteur correspondant : olivier.rafael@univ-reims.fr)

Résumé - La caractérisation des sondes thermo-résistives est une étape nécessaire à l'interprétation quantitative des images thermiques de surfaces de matériaux. Elle commence par la détermination des paramètres pour la sonde hors contact. L'étude est menée dans le cadre de la méthode 3ω , pour plusieurs intensités du courant, dans des conditions de vide primaire et dans l'air à la pression atmosphérique. Une modélisation analytique multifréquentielle met en évidence des variations de la conductivité thermique avec la température, et celles du coefficient d'échange avec l'air.

Nomenclature

		<i>Symboles grecs</i>	
c	chaleur spécifique	ε	coefficient en température de la résistivité
I	courant électrique	ω	pulsation de la source de courant
h	coefficient d'échange	κ	conductivité thermique
L	longueur de la sonde	ρ	résistivité électrique
m	masse volumique	<i>Indices</i>	
T	température par rapport à l'ambiante	a	quantités à la température ambiante
r	rayon de la sonde	dc	composante continue
R	résistance électrique de la sonde	p	quantités associées à la sonde Pt-Rh
V	tension électrique aux bornes de la sonde		

1. Introduction

Les éléments constitutifs des sondes thermiques locales sont souvent formés de conducteurs fins présentant des caractéristiques thermo-résistives leur permettant de tenir un rôle actif ou passif en vue de la détermination de la température ou la conductivité thermique d'un échantillon à l'endroit de son contact avec la sonde.

En mode actif, les grandeurs expérimentales mesurées, telle la tension aux bornes de la sonde, dépendent non seulement de la réponse thermique de la zone de contact mais de l'ensemble de la sonde, et, à la limite, (aux basses fréquences d'excitation, quelques dizaines de Hz, ou en régime continu) de celle des fils de liaison. C'est une difficulté inhérente à ces sondes thermiques : la diffusion de la chaleur introduit une réponse non locale. Les mesures en mode alternatif (AC), et en particulier celles utilisant la méthode 3ω , diminuent cette influence parasite, du fait de la petitesse de la longueur de diffusion thermique. La diminution du signal est compensée par l'augmentation du rapport S/B, permettant d'envisager l'extension du spectre des conductivités thermiques mesurables.

La présente étude a pour but de préciser certains paramètres qui apparaissent essentiels à la caractérisation de la sonde. Le travail en vide primaire (10^{-2} torr) permet la détermination de la conductivité thermique de la sonde. L'utilisation de plusieurs intensités du courant AC (10 à 50 mA) couvre un spectre assez large de température moyenne de la sonde (de 3 à 80°C au-dessus de l'ambiante) : ceci révèle la nécessité de prendre en compte des variations de conductivité thermique en fonction de la température, pour la sonde usuelle en alliage Pt₉₀-Rh₁₀. L'étude à pression atmosphérique hors contact permet alors d'affiner les corrélations portant sur l'échange entre l'air ambiant et la sonde thermique. L'ensemble des paramètres thermo-physiques de la sonde sont ainsi précisés, et pourront donc servir à l'exploitation des résultats expérimentaux obtenus en contact avec un échantillon, usuellement à l'air ambiant.

2. Montage

La sonde thermique utilisée ici est réalisée à partir d'un fil de Wollaston de 75 µm de diamètre, comportant une âme de Pt-Rh de 5 µm de diamètre, dénudée sur une longueur approximative de 200 µm et pliée en forme de V, de façon à créer la pointe servant au contact. La résistance de cette partie est d'environ 2 Ω. C'est un élément usuel du montage du microscope à sonde thermique (*Scanning Thermal Microscopy*, SThM).

La sonde constitue l'une des branches d'un pont de Wheastone. Les trois autres branches sont choisies de façon à ce que les variations de la résistance électrique de la sonde, fonction de sa température, n'induisent que des variations minimales du courant dans la branche qui lui correspond : le système pourra être considéré comme soumis à une source de courant AC bien maîtrisée, condition d'une modélisation simple de la méthode 3ω [1].

3. Modélisation

Afin de disposer d'un modèle de calcul direct utilisable de façon efficace et rapide pour procéder aux minimisations permettant d'évaluer les différents paramètres caractérisant la sonde un modèle analytique apparaît nécessaire. Bien sûr du fait de la complexité de l'élément sonde, il s'agit d'une approximation. Il a été confronté avec succès aux résultats donnés par les méthodes d'éléments finis utilisant les mêmes données en ce qui concerne les champs de températures le long de la sonde, à différentes fréquences, champs issus des couplages non-linéaires inhérents aux aspects thermo-résistifs. Il s'agit de fait d'un raffinement des premières descriptions de la sonde comme une ailette thermique [2,3].

L'hypothèse retenue est l'homogénéité des paramètres thermophysiques le long de la sonde (rayon, conductivité thermique, coefficient d'échange effectif...). Les puits thermiques que constituent le Wollaston et, de façon ultime, les fils de connexion sont décrits par une méthode de quadripôles thermiques [4].

Dans le cadre de la modélisation retenue ci-dessus le traitement analytique est très général. Il s'agit d'appréhender l'équation donnant la température locale $T(x,t)$, à la position x de la sonde, à chaque instant, compte-tenu de tous les couplages de fréquences, AC et DC compris, dus aux effets thermo-résistifs. Cette équation s'écrit alors :

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} - \frac{m c}{\kappa_p} \frac{\partial T}{\partial t} - \frac{2 h_p}{r_p \kappa_p} T + \frac{\rho_a}{\pi^2 r_p^4 \kappa_p} \epsilon I^2(t) T(t) = - \frac{\rho_a}{\pi^2 r_p^4 \kappa_p} I^2(t) \quad (1)$$

où le courant $I(t) = I_{dc} + I_w \cos(\omega t)$ peut contenir une partie continue et une partie alternative (on travaillera ici en régime harmonique à la pulsation ω). À cette équation s'ajoutent les conditions aux limites. Ici, où l'on se restreint à l'étude de la sonde hors contact, il s'agit des

conditions à l'interface avec le Wollaston. Un modèle d'ailette à rayon croissant permet d'évaluer l'équivalent de l'impédance thermique des fils de connexion *via* le fil de Wollaston ramenée jusqu'en début de sonde.

L'équation 1 est résolue à l'aide d'une série de Fourier :

$$T(x, t) = T(x, 0\omega) + \sum_{n=1}^{\infty} [T(x, n\omega) \exp(-in\omega t) + T(x, -n\omega) \exp(in\omega t)] \quad (2)$$

menant à un calcul matriciel [3]. Il s'avère que la faiblesse du couplage entre fréquences permet de limiter le calcul à un nombre raisonnable de composantes ($n=7$, pour notre domaine d'utilisation).

Le signal expérimental (la tension aux bornes de la sonde à la pulsation 3ω) peut alors être comparé à la composante 3ω de la tension calculée par le modèle, $V(t) = R(t) I(t)$, où la résistance $R(t)$ tient compte de la température moyenne $\langle T(t) \rangle$ le long de la sonde, à l'instant t :

$$R(t) = R_a + \frac{\rho_a}{\pi r^2} L_p \epsilon \langle T(t) \rangle \quad (3)$$

La composante 3ω de la tension $V(t)$ s'exprime alors simplement selon :

$$V(3\omega, t) = V(3\omega) \exp(-i3\omega t) + V(-3\omega) \exp(i3\omega t) \quad (4)$$

$$V(3\omega) = R(3\omega) I_{dc} + [R(2\omega) + R(4\omega)] \frac{I_{\omega}}{2} \quad (5)$$

Le modèle montre, par exemple, que pour un courant de 50 mA et une fréquence de 80 Hz la composante $R(4\omega)$ est de l'ordre de 5% de la composante $R(2\omega)$. Ceci est aussi vérifié sur la décomposition de Fourier du champ de température fourni par un modèle d'éléments finis.

4. Résultats expérimentaux

L'équation 1 montre que le nombre de paramètres intervenant dans l'élaboration du champ de température et du signal $V_{3\omega}$, est très important ; ceci induit de fortes corrélations qui s'avèrent gênantes lors des minimisations associées à la recherche des valeurs des paramètres thermo-physiques. Aussi certains de ces paramètres ont-ils été évalués lors de mesures indépendantes : la longueur et le rayon de l'âme de Pt-Rh sont déduites de mesures effectuées à l'aide d'un microscope électronique à balayage. Les résultats présentés ici ne portent que sur une sonde donnée, pour laquelle ont été obtenues les valeurs suivantes $r_p = 2,49 \pm 0,1 \mu m$ et $L_p = 251,4 \pm 4 \mu m$. Le coefficient en température de la résistivité électrique de l'alliage Pt-Rh est mesuré en étuve à différentes températures : $\epsilon = (19,1 \pm 0,2) \times 10^{-4} K^{-1}$. La masse volumique ($m = 19970 kg.m^{-3}$) et la chaleur spécifique ($c = 139 J.kg^{-1}.K^{-1}$) sont issues de la littérature [5].

La détermination des autres paramètres thermophysiques est alors menée à partir des mesures de la tension $V_{3\omega}$, dont les amplitudes et les phases sont obtenues par détection synchrone, réalisées sous vide et à pression atmosphérique. La sonde est étudiée à trois courants différents (10,04 ; 33,11 et 50,86 mA, courbes respectivement représentées par les triangles, carrés et losanges sur les figures 1 et 2, courbes continues pour les mesures dans le vide, discontinues pour le cas de l'air) menant à des champs de températures différents. Pour

chacun des courants, 8 fréquences ont été choisies, de 2 Hz à 1500 Hz. Il faut insister ici sur la grande stabilité des résultats en amplitude et phase.

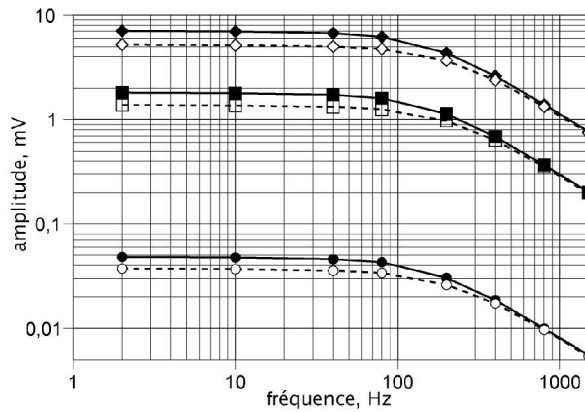


Figure 1 : Amplitudes expérimentales du signal V_{30} en fonction de la fréquence, pour chacun des trois courants utilisés, expériences dans le vide et dans l'air.

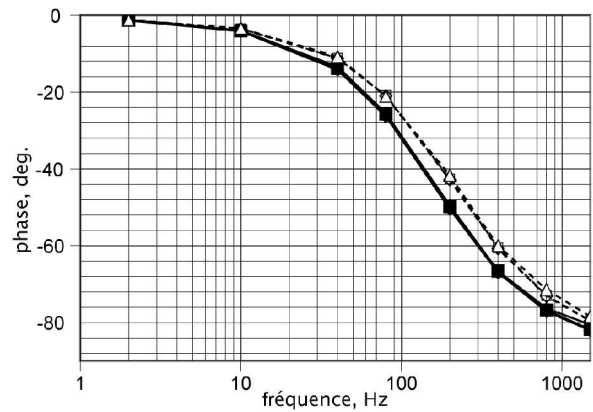


Figure 2 : Phases expérimentales du signal V_{30} en fonction de la fréquence, pour chacun des trois courants utilisés, expériences dans le vide et dans l'air.

5. Minimisations et caractérisation

Les résultats consignés sur les figures 1 et 2 servent à déterminer par une méthode des moindres carrés les valeurs des paramètres conductivité thermique κ_p et résistivité électrique ρ_a à température ambiante. Cette première minimisation est effectuée à partir des résultats obtenus dans le vide. Après exploitation, les résultats obtenus dans l'air mèneront ensuite à l'évaluation du coefficient h_p pour chacun des trois courants.

Le modèle analytique est employé pour déterminer la valeur moyenne le long de la sonde de la température continue (au-dessus de l'ambiante, 22 °C) correspondant à chaque courant, à fréquence donnée (ici, 1500 et 80 Hz). Les résultats sont recensés dans le tableau 1 :

Courant I_ω	κ_p	ρ_a	$\langle\langle T \rangle\rangle$	h_p
<i>mA</i>	$W.m^{-1}.K^{-1}$	$\Omega.m$	$^{\circ}C$	$W.m^{-2}.K^{-1}$
10,06	39,00	$14,46 \times 10^{-8}$	2,7 [2,8]	2260
33,11	42,21	$14,33 \times 10^{-8}$	28,8 [30,3]	2450
50,86	46,82	$14,16 \times 10^{-8}$	67,4 [72,0]	2690

Tableau 1 : Résultats des minimisations concernant les conductivités thermiques, résistivités électriques, températures moyennes à 1500 Hz et [80 Hz], et coefficient d'échange pour les trois courants étudiés.

Les figures 3 et 4 montrent les comparaisons entre les valeurs expérimentales et les valeurs déduites du modèle direct ci-dessus précisé après la prise en compte des minimisations dans le cas du courant 33,11 mA, dans le vide et dans l'air. La minimisation mène à un recouvrement presque parfait pour chacun des cas, en particulier en ce qui concerne l'amplitude : les triangles correspondent aux résultats expérimentaux, les cercles aux résultats analytiques après minimisation (courbes continues pour l'étude dans le vide, courbes discontinues pour l'étude dans l'air).

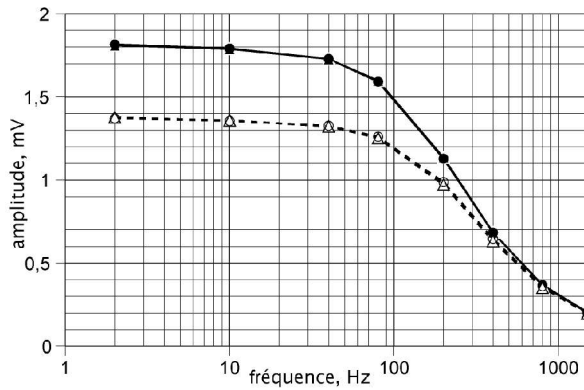


Figure 3 : Amplitudes du signal V_{3w} en fonction de la fréquence, pour $I = 33,11 \text{ mA}$, expériences dans le vide (courbes continues) et dans l'air (courbes discontinues) et résultats théoriques issus des minimisations correspondantes .

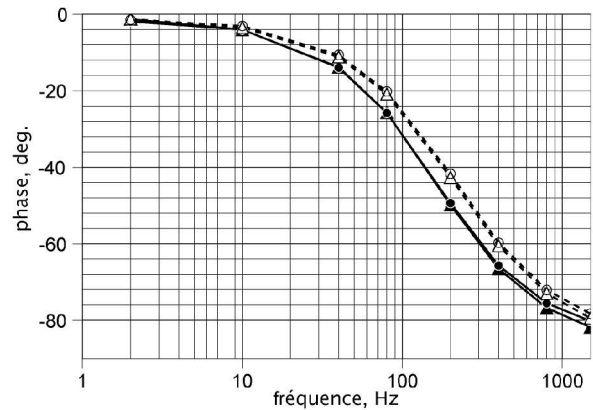


Figure 4 : Phases du signal V_{3w} en fonction de la fréquence, pour $I = 33,11 \text{ mA}$, expériences dans le vide et dans l'air et résultats théoriques issus des minimisations correspondantes .

On remarque dans le tableau 1 que la résistivité de référence ρ_a apparaît à peu près constante pour les différentes températures (la minimisation eût pu porter sur le coefficient en température). Le résultat intéressant ici est la mise en évidence des variations de la conductivité thermique de l'alliage Pt-Rh [6] en fonction de la température moyenne continue de la sonde. Ces variations sont représentées sur la figure 5 pour la fréquence 80 Hz.

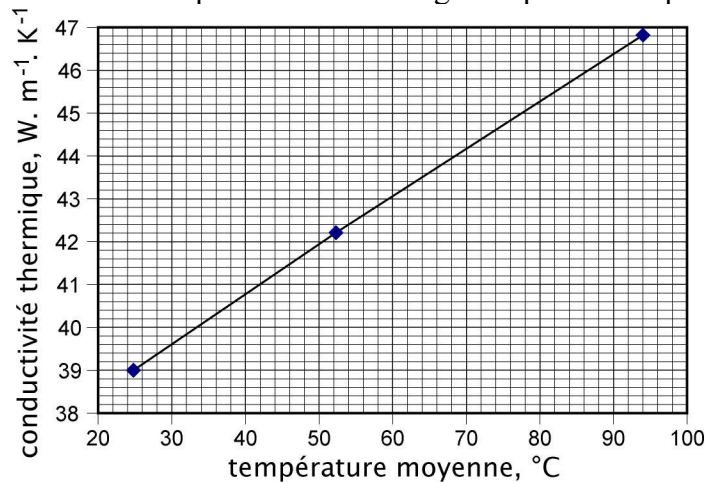


Figure 5 : Conductivité thermique de la sonde Pt-Rh en fonction de la température moyenne de la sonde.

Il apparaît nettement que les variations de la conductivité thermique de la sonde avec la température doivent être prises en compte dans l'utilisation des modèles directs menant à la détermination des caractéristiques thermiques d'un échantillon mis en contact avec la sonde. Ceci vient s'ajouter à la délicate description des conditions de contact et d'échange thermique sonde-échantillon [7]. Cette variation de la conductivité thermique a été en partie intégrée dans la minimisation menant à l'estimation du coefficient d'échange, les sondes dans l'air étant un peu plus froides que dans le vide. Les valeurs des conductivités retenues pour les trois courants sont respectivement 38,9 ; 41,8 et 45 $\text{W.m}^{-1}\text{.K}^{-1}$, valeurs évaluées en utilisant les figures 1 et 5. Cette étape de la minimisation pourrait être améliorée par itération sur la valeur de la conductivité. On remarque que les valeurs de h_p trouvées (tableau 1) sont plus élevées que celles fournies par les corrélations usuelles portant sur la convection naturelle [8]. Il est

possible que ces valeurs soient le reflet d'une simplification par trop partielle de l'échange avec l'air en régime alternatif, dans cette géométrie compliquée.

Il est bon d'insister sur le fait que ces variations s'appliquent dans les faits à un champ de température qui varie en temps et lieu, tout le long de la sonde excitée par le courant alternatif. Cela mène d'ailleurs à une interrogation sur les possibilités des modélisations analytiques, somme toute assez simples, où la conductivité thermique (entre autres) avait été considérée comme constante le long de la sonde. Ainsi l'équation 1 supposant constante la conductivité thermique n'est plus tout à fait réaliste, sauf aux très bas courants, menant à un échauffement faible de la sonde,

6. Conclusion

Les mesures par SThM en mode actif sont proposées pour déterminer la conductivité thermique des échantillons avec une résolution meilleure que le micron. Au delà des forts contrastes qui apparaissent en imagerie pure lors d'un balayage sur une surface, la caractérisation quantitative des conductivités des échantillons suppose une connaissance de la sonde elle-même.

La méthode analytique multifréquentielle, validée par comparaison avec une approche par éléments finis, a permis de mettre en évidence des traits essentiels fondés sur les résultats expérimentaux répétitifs. Son utilisation dans un processus de minimisation a apporté des précisions sur le comportement de certains paramètres avec la température. Il s'avère que les fortes variations de conductivité thermique impliquent la nécessité de leur prise en compte *ab initio* lors de la mise au point du problème direct. On note que les valeurs trouvées diffèrent en partie de celles qui servent usuellement de référence, en particulier en ce qui concerne l'alliage Pt₉₀-Rh₁₀ pour lequel la bibliographie disponible est relativement succincte.

Il faut noter que la présente analyse théorique peut très bien servir dans d'autres domaines où interviennent les fils chauds. Cependant en anémométrie, ou lors de la détermination de la diffusivité thermiques par la méthode 3ω , les longueurs du fil capteur en contact avec l'échantillon sont beaucoup plus importantes que dans le cas du SthM. En particulier, ceci limite l'importance de l'effet de bord impliqué par les liaisons avec l'extérieur de la zone de contact.

Références

- [1] Ch. Dames and G. Chen, 1ω , 2ω and 3ω methods for thermal properties, *Rev. Scient. Instrum.*, **76** (2005) 124902 1-14.
- [2] S. Lefèvre, J.-B. Saulnier, C. Fuentes and S. Volz, Probe calibration of the scanning thermal microscope in the AC mode, *Superlat. Microstruc.*, **35** (2004) 283-8.
- [3] F. Depasse, Ph. Grossel and N. Trannoy, Probe temperature and output voltage calculation for the SThM in the AC mode, *Superlat. Microstruc.*, **35** (2004) 269-82.
- [4] Ph. Grossel, O. Raphaël, F. Depasse, T. Duvaut and N. Trannoy, Multifrequential AC modeling of the SThM probe behavior, *Int. J. Therm. Sci.*, à paraître (2007).
- [5] F. P. Incropera and D. P. Dewitt, *Fundamentals of heat and mass transfer*, Wiley, New-York, (1985) 754-777.
- [6] Y. Terada, K. Ohkubo and T. Mohri, Thermal conductivities of platinum alloys at high temperatures, *Platinum Metals Rev.*, **49** (2005) 21-26.
- [7] S. Lefèvre and S. Volz, 3ω -scanning thermal microscope, *Rev. Scient. Instrum.*, **76** (2005) 033701 1-6.
- [8] V. T. Morgan, The overall convective heat transfer from smooth circular cylenders, in *Advances in Heat Transfer*, Academic Press, New-York, **11** (1975) 199-212.